

Tenacidad a la fractura de compuestos cermetes $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2/\text{Ag}$ manufacturados por molienda de alta energía

Fracture toughness of $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2/\text{Ag}$ composites manufactured by high energy milling technology

José G. Miranda Hernández¹, Miriam Vázquez Bustamante¹,
Héctor Herrera Hernández¹, Carlos O. González Morán¹,
Enrique Rocha Rangel², Elizabeth Refugio García³

¹ Universidad Autónoma del Estado de México (CU-Valle de México), Laboratorio de Investigación y Desarrollo de Materiales Industriales, Atizapán de Zaragoza, Estado de México, México.

e-mail: jgmirandah@uaemex.mx; hherrerah@uaemex.mx; cogonzalezm@uaemex.mx

² Universidad Politécnica de Victoria (UPV), Departamento de postgrado, Ciudad Victoria, Tamaulipas, México.

³ Universidad Autónoma Metropolitana (UAM-AZC), Área de Ingeniería de Materiales, Azcapotzalco, Ciudad de México, México.

e-mail: nrrocha@gmail.com; erefugiogarcia@gmail.com

RESUMEN

La fabricación de materiales compuestos de matriz cerámica reforzados con partículas metálicas han propiciado la formación de nuevos materiales conocidos como compuestos CERMETS, materiales que debido a sus elementos precursores poseen propiedades distintas a las de los materiales convencionales. En este trabajo se establece la ruta de fabricación de materiales compuestos cermetes base $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ reforzados con partículas metálicas de Ag a partir de la formación de la composición química en peso de polvos de $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 / 1\%$ Ag en busca de un aumento en la tenacidad a la fractura con respecto al cerámico base. La composición química de polvos es sometida a un proceso de mezcla molienda de alta energía en seco en un molino tipo planetario por 2 horas a 200 rpm. Los polvos posteriormente son conformados en muestras cilíndricas de 20 mm de diámetro y 3 mm de espesor mediante la aplicación de carga uniaxial en frío de 200 MPa. Las muestras son sinterizadas a 1500°C y 1600°C por una y dos horas en un horno de resistencia eléctrica en atmósfera controlada de gas nitrógeno. Los compuestos fabricados son analizados microestructuralmente por microscopía óptica y electrónica de barrido. Se determina la densidad y las propiedades mecánicas de dureza y tenacidad a la fractura, las dos últimas por el método de indentación. Los resultados muestran la viabilidad de fabricación de materiales compuestos cermetes así como los cambios en la densidad, la dureza y la tenacidad a la fractura, con respecto al cerámico $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ sin refuerzo metálico.

Palabras clave: Tenacidad a la fractura, cermetes, metalurgia de polvos, molienda

ABSTRACT

The composites known as CERMETS are a combination between ceramics and metallic materials. The properties of these materials are different in comparison to conventional materials and their derivatives. The processing methodology of $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ reinforced with silver metallic particles (CERMET) was established and discussed in this research. The final chemical composition of the powder mixture obtained by high energy mechanical milling technology was $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 / 1 \text{ wt.}\%$ Ag in order to improve the fracture toughness aptitude as related to the ceramic base material. The milling was carried out for 2 hours at 200 rpm in dry. The powders were uniaxially pressed into cylindrical samples at a pressure of 200 MPa and then were subjected to a sintering treatment at 1500°C and 1600°C for 1 and 2 hours respectively using an electric furnace with nitrogen gas atmosphere. The resulted materials were microstructurally analyzed by using optical and scanning electron microscopy techniques. The density and the mechanical properties of hardness and fracture toughness were also evaluated, these last two were obtained by using the indentation method. The results

showed the microstructural features and properties of density, hardness and fracture toughness have significant changes in CERMETS as that compared to unreinforced materials.

Keywords: Fracture toughness, cermets, powder metallurgy, milling

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales compuestos, son materiales clasificados con esta terminología debido a que son materiales fabricados a partir de la combinación de dos o más materiales tradicionales como metales, cerámicos y polímeros sin que se produzca una reacción química entre estos. Debido a las características particulares de los materiales precursores en cuanto a sus propiedades físicas, químicas y mecánicas se refiere, la fabricación de estos materiales han tenido que ser por métodos no convencionales como metalurgia de polvos, colaje, método sol-gel, aspersión, entre otros [1-6]. En particular, la metalurgia de polvos es una técnica utilizada principalmente para la fabricación de aleaciones metálicas y de materiales compuestos del sistema cerámico-metal y cerámico-cerámico a partir de materia prima en polvo formando compuestos binarios o ternarios de alto rendimiento. Considerando que con esta técnica es factible la fabricación de materiales compuestos cerámico-metal (cermets) [7-9], en esta investigación se establecen condiciones particulares de fabricación por molienda de alta energía del sistema cerámico-metal a partir de mullita ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) reforzada con partículas metálicas de plata (Ag). La selección de este cerámico como precursor en la fabricación de este compuesto se debe a que este material tiene fase cristalina estable a presión atmosférica, tiene alto punto de fusión ($> 1840^\circ\text{C}$), bajo coeficiente de dilatación y conductividad térmica que lo hacen un material termodinámicamente estable, además de gran resistencia al ataque químico por ácidos [10,11]. Este conjunto de cualidades hacen de este cerámico un material de gran interés para aplicaciones en usos de alta tecnología en condiciones estructurales y se considera un material adecuado para su uso en electrónica [1,11], así como en fabricación de espumas cerámicas a partir de pastas refractarias para someterlas a trabajos de alta temperatura [12], en aplicaciones como aislantes térmicos, soportes para catalizadores, filtros, quemadores de combustión de gases, materiales estructurales livianos y biocerámicos [13,14]. Pero ante toda la diversificación de aplicaciones, la mullita al ser un material cerámico presenta alta fragilidad debido a su baja tenacidad a la fractura; es decir, es un material susceptible a falla mecánica por agrietamiento cuando es sometido a esfuerzos mecánicos. En este sentido se han realizado investigaciones en busca del incremento de esta propiedad mecánica y se ha encontrado que la incorporación de partículas metálicas y cerámicas en la matriz de materiales cerámicos han mejorado esta propiedad [3,15-18]. En particular en algunas investigaciones principalmente donde el refuerzo de la matriz cerámica es metálica como Ag, Ti, Ni, Co, Cu fabricadas por molienda de alta energía han mostrado resultados favorables no solo en el incremento de la tenacidad a la fractura si no también cambios en la microestructura y dureza [15,19-21], también en estudios de alúmina y mullita reforzadas con metales se han reportado comportamientos de naturaleza eléctrica [20,22].

Por lo tanto, el objetivo de este trabajo es evaluar el cambio de la tenacidad a la fractura de los cermets $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 / 1\% \text{ Ag}$ en relación al efecto del tiempo y la temperatura de sinterización a partir de la técnica de metalurgia de polvos. Con esta técnica los materiales en polvo son preparados mediante molienda mecánica de alta energía garantizando la homogeneidad de la mezcla pero también la disminución del tamaño de las partículas en el orden de nanómetros [7,19,21], después de este proceso los polvos son prensados y posteriormente sinterizados a elevadas temperaturas sin alcanzar su punto de fusión (estado sólido) del material base. Al final se obtienen productos con alto valor agregado, dado las muy peculiares microestructuras que se obtienen en este tipo de materiales y cuyas características que se ven reflejadas en elevadas propiedades mecánicas [23].

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Los compuestos cermets fueron fabricados a partir de materia prima en polvo de mullita comercial 98% de pureza ($<150 \mu\text{m}$, Kyanite Mining Corp, USA) y plata comercial 99.99% de pureza (Granalla, Aldrich Products) desbastada a partículas de tamaño $<$ malla 35. Estos materiales fueron utilizados en la preparación de una mezcla binaria de composición $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 / 1\% \text{ Ag}$ en peso considerando en estudios futuros el aumento del porcentaje de material de refuerzo para un análisis general de la influencia de la plata en la matriz cerámica. La composición química de polvos fue sometida a un proceso de mezcla-molienda en un molino planetario de alta energía ("FRITSCH", modelo Pulverisette 6) con medios de molienda de 10 mm de diámetro de ZrO_2 estabilizada en una relación 15:1 a 200 rpm por un tiempo de dos horas para la homogenización de la mezcla y disminución del tamaño de partícula. Posteriormente la mezcla del polvos fue compactada conformando muestras cilíndricas de 20 mm de diámetro y 3 mm de espesor mediante la aplicación de carga uniaxial en frío de 200 MPa sin agregado de aditivos. Los compactos obtenidos fueron sinterizados mediante

un tratamiento térmico a velocidad de calentamiento de 20°C/min en un horno eléctrico con elementos calefactores de MoSi₂ a temperaturas de 1500°C y 1600°C a tiempos de una y dos horas en atmósfera controlada de gas nitrógeno y enfriados en horno. Se determinó la densidad de los materiales sinterizados por principios de Arquímedes en agua destilada a temperatura ambiente de 23°C. La microestructura se analizó por microscopía óptica (“OLYMPUS”, modelo GX51) y por microscopía electrónica de barrido (“JEOL”, modelo JSM 6400) con un analizador EDS-EWS integrado para la identificación de las fases. Las propiedades mecánicas de dureza y tenacidad a la fractura se determinaron por la técnica de indentación a partir de la medición de las dimensiones de las huellas y grietas generadas por la aplicación de carga con un indentador Vickers (microdurómetro “EMCO-TEST”, modelo Durascan 200) [23,24], en muestras preparadas por metalografía. La metodología anterior es aplicada bajo las mismas condiciones para fabricar muestras cerámicas de 3Al₂O₃*2SiO₂ sin refuerzo metálico como muestras de referencia para determinar los cambios en el compuesto 3Al₂O₃*2SiO₂ / 1% Ag.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Densidad

La Figura 1 muestra la densidad determinada en cada uno de los materiales fabricados, el comportamiento de estos valores están identificados como densidad teórica, en verde y experimental. La densidad teórica fue determinada por la regla de las mezclas considerando el 1% de plata en composición metálica y 99% del cerámico, la densidad en verde refiere a la densidad volumétrica de la muestra después de haber sido compactada y la densidad experimental refiere a la densidad determinada por el principio Arquímedes después del proceso de sinterización. Como se aprecia la densidad teórica en todos los casos representa los valores más grandes, por ejemplo de 3.17 g/cm³ para el cerámico sin refuerzo y de 3.24 g/cm³ para el cermet 3Al₂O₃*2SiO₂ / 1% Ag, esta diferencia es por causa del agregado metálico considerado por la regla de las mezclas. Estos valores de densidad son ideales ya que se consideran materiales con nula presencia de poros, contrario al de la densidad en verde debido a que esta alcanza su mejor valor por efecto del tamaño de las partículas de los polvos y de la carga que se aplica durante el compactado donde evidentemente se tiene basta porosidad, el valor de la densidad en verde en ambos materiales está por debajo de los 2 g/cm³. Cuando las muestras compactadas son sometidas al tratamiento térmico de sinterización la densidad en verde de referencia aumenta por efecto del fenómeno de difusión a causa de la temperatura y tiempos de sinterizado, note como la densidad experimental presentan un incremento con respecto a estas dos variables de sinterización, la densidad del cermet siempre está por arriba de las densidades del cerámico sin refuerzo. Aunque se tiene un incremento en la densidad experimental los valores determinados son bajos con respecto a la densidad teórica considerando que la densidad del cermet sinterizado a 1600°C por 2 horas tiene un densidad de 2.64 g/cm³ con respecto a su teórica que es de 3.17 g/cm³ alcanzándose solo el 81.5 % de densificación. Finalmente como se aprecia el efecto de la temperatura y tiempo son los factores de los cambios de densidad en los materiales compuestos dejando como antesala que la variable de mayor influencia en el cambio de densificación es la temperatura considerando que la sinterización ocurre en presencia de fase líquida debido a que las temperaturas máximas del tratamiento térmico están por arriba de la temperatura de fusión de la plata. La presencia de esta fase líquida durante la sinterización otorga a este proceso una ventaja sobre la sinterización de sistemas en fases puramente sólidas debido a que proporciona tanto fuerza de capilaridad como un medio de transporte más efectivo lo que conduce a una rápida consolidación y sinterización [19], pero se observa que la densidad del cerámico sin refuerzo presenta el mismo comportamiento con una mínima diferencia entre los compuestos cermets debido a que el porcentaje de refuerzo metálico es mínimo.

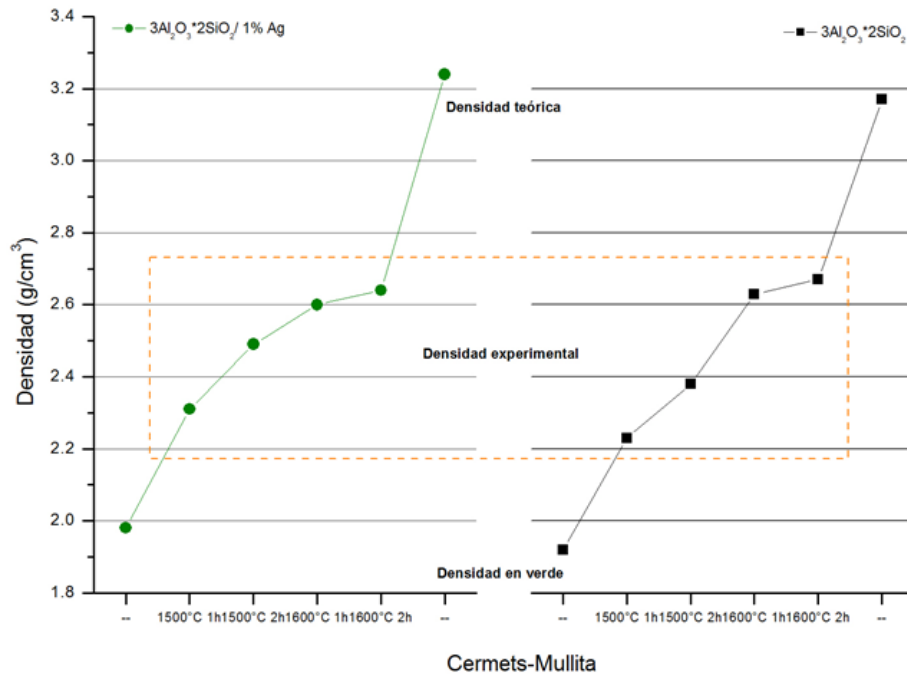


Figura 1: Comportamiento de las densidades con respecto al tiempo y temperatura de sinterización del cerámico 3Al₂O₃*2SiO₂ y el compuesto cermet 3Al₂O₃*2SiO₂ / 1% Ag.

3.2 Microestructura

En la Figura 2 se presentan las microestructuras obtenidas por microscopía óptica (MO) de los materiales 3Al₂O₃*2SiO₂ y 3Al₂O₃*2SiO₂ / 1% Ag sinterizados a 1500°C y 1600°C por dos horas. En particular solo se presentan y analizan las microestructuras de estos materiales considerando que fueron los que mejor densificaron. En la micrografía 2a) que corresponde al cerámico sin refuerzo sinterizado a 1500°C por 2 horas se puede apreciar la morfología microestructural así como las fases presentes en la misma, la fase clara corresponde a la matriz del material cerámico consolidado durante el proceso de sinterización y la fase oscura corresponde a la porosidad que presenta el material. En la comparación observe las microestructura 2a) y 2b) correspondientes al cerámico sin refuerzo metálico y note como la forma y la cantidad de poros cambian significativamente en función de la temperatura de sinterización, es notable en la Figura 2b) como el material sinterizado a 1600°C por efecto de la difusión de masa en estado sólido cierra y aísla la porosidad dejando ver mejor la matriz del cerámico evidentemente reduciendo la porosidad. En este sentido en las microestructuras correspondientes al cermet 3Al₂O₃*2SiO₂ / 1% Ag de las Figuras 2c) y 2d) se puede apreciar un comportamiento similar; es decir, se presentan fases correspondientes a la porosidad y a la matriz del cerámico, junto con una tercera fase que corresponde al metal de refuerzo y que se puede identificar parcialmente como pequeñas partículas de fase clara brillante.

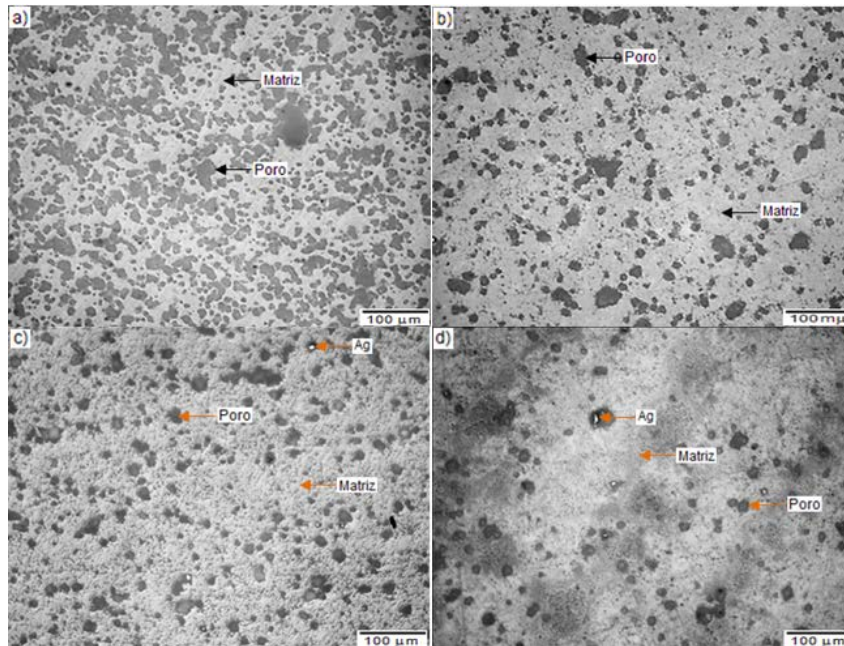
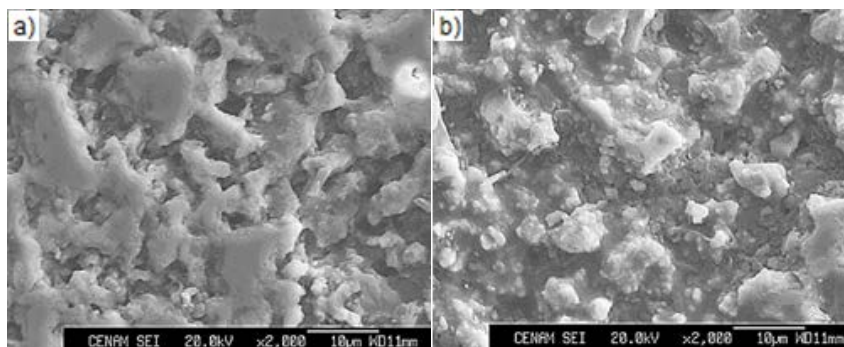


Figura 2: Microestructuras obtenidas por MO: a) $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ sinterizado a $1500^\circ C$ por 2 horas, b) $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ sinterizado a $1600^\circ C$ por 2 horas, c) $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 / 1\% Ag$ a $1500^\circ C$ por 2 horas y d) $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 / 1\% Ag$ sinterizado a $1600^\circ C$ por 2 horas.

Al respecto del análisis microestructural por microscopía electrónica de barrido (MEB), en la Figura 3a) y 3b) se presentan las microestructuras de los compuestos cermet $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 / 1\% Ag$ sinterizado a $1500^\circ C$ y $1600^\circ C$ por dos horas respectivamente. En estas microestructuras es clara la diferencia morfológica del material, en la Figura 3a) se puede apreciar claramente la estructura del material cerámico consolidado así como la porosidad del material, en la Figura 3b) a parte de las dos fases correspondientes a los poros y a la matriz cerámica se puede apreciar esta tercera fase clara que sobresale de contraste con el resto del material que corresponde al metal que refuerza la matriz cerámica. La afirmación al respecto de que la fase clara brillante corresponde a las partículas metálicas, se debe por que mediante la ayuda del análisis de espectrometría de rayos-X (EDX) se determinó que la composición química es referente a la plata. En la Figura 3c) correspondiente al compuesto $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 / 1\% Ag$ sinterizado a $1600^\circ C$ por 2 horas se presenta un espectro típico de este tipo de análisis por EDX que se obtuvo luego de realizar un análisis puntual en la microestructura de este material.



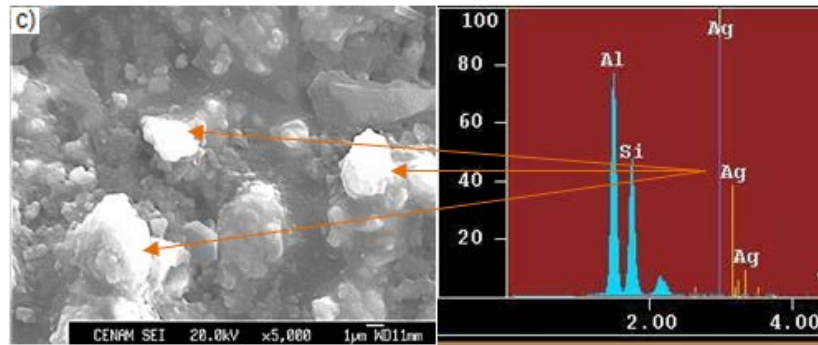


Figura 3: Microestructuras de cermet obtenidas por MEB: a) $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 / 1\% \text{Ag}$ sinterizado a 1500°C por 2 hora, b) $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 / 1\% \text{Ag}$ sinterizado a 1600°C por 2 horas, c) $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 / 1\% \text{Ag}$ sinterizado a 1600°C por 2 horas análisis EDX.

3.3 Dureza y Tenacidad a la fractura

La gráfica de la Figura 4 presenta el comportamiento de la dureza determinada en el cerámico $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ y del compuesto $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 / 1\% \text{Ag}$ sinterizados a 1500°C y 1600°C por una y dos horas. El valor de esta variable se determinó estadísticamente tomando siete medidas en cuatro muestras dando un total de veinte y ocho medidas en cada sistema permitiendo determinar la desviación de la media. De acuerdo a este comportamiento el material sin refuerzo metálico presenta valores más elevados de dureza con respecto al compuesto cermet dejando como evidencia que la incorporación de partículas metálicas de plata en la matriz del cerámico afecta en esta propiedad manifestándose en una reducción considerable; es decir, analizando los casos extremos el material testigo de $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ sinterizado a 1500°C por una hora tiene una dureza de $747 \pm 27 \text{ HV}$ con respecto al compuesto cermet $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 / 1\% \text{Ag}$ sinterizado bajo las mismas condiciones que tiene una dureza de $472 \pm 25 \text{ HV}$, y para el caso de los materiales sinterizados a 1600°C por dos horas en general presentan un aumento en la dureza con respecto a los anteriores, específicamente el cerámico sin refuerzo alcanza una dureza de $1069 \pm 32 \text{ HV}$ y de $970 \pm 29 \text{ HV}$ para el cermet. El comportamiento de esta propiedad permite interpretar que la dureza está influenciada no solo por la incorporación de partículas de refuerzo, sino también por el efecto del tiempo y la temperatura del sinterizado. Bajo este esquema la densidad también sería un parámetro a comparar ya que de acuerdo a su comportamiento al aumentar la densificación también aumenta la dureza, el posible efecto se debe a que al incrementar la densidad evidentemente se da una reducción en la porosidad y por ende un aumento de la dureza ya que el material logra una mejor consolidación por efectos térmicos en el tratamiento de sinterización.

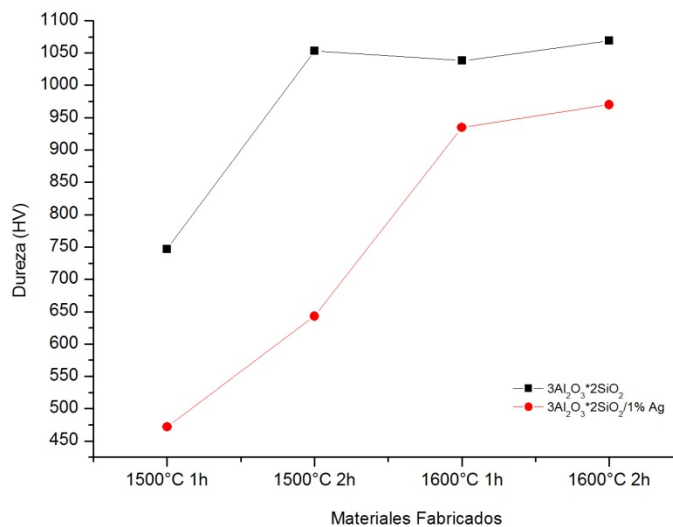


Figura 4: Dureza Vicker de los materiales fabricados: $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ y $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 / 1\% \text{Ag}$.

Al respecto de la tenacidad a la fractura K_{IC} que fue determinada por el método de indentación, en la Figura 5 en particular se muestra la huella y grietas generadas en los vértices hecha por el indentador Vicker aplicando una carga de 9.81N en el compuesto cermet sinterizado a 1600°C por dos horas. Observe específicamente en esta figura las grietas generadas en los vértices derecho e inferior de la huella y note que la grieta de la derecha es mayor y de tamaño 26.4 μm con respecto a la grieta inferior que tiene tamaño 20.1 μm . El efecto esperado por la incorporación de partículas metálicas en el material cerámico es precisamente que el metal sea inhibidor del agrietamiento en el cerámico cuando este es sometido a esfuerzos mecánicos; es decir, que el metal absorbe la energía de propagación de las grietas. En el análisis, la causa por la cual la grieta de la derecha es más grande se debe a que su trayectoria no fue interrumpida y creció hasta el agotamiento de su energía de propagación a diferencia de la grieta inferior en la que se observa que su trayectoria de propagación es afectada por causa del metal de refuerzo en el material absorbiendo así la energía que causa la propagación de la grieta e inhibiendo el crecimiento de esta.

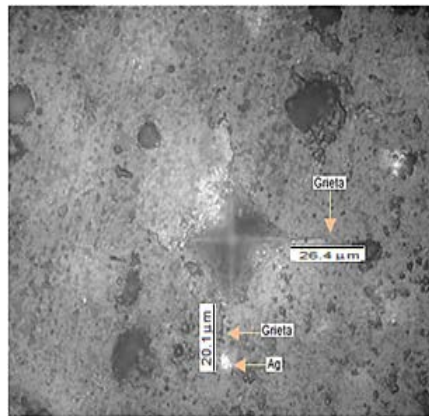


Figura 5: Huella del indentador Vickers en cermet $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 / 1\% \text{Ag}$ sinterizado a 1600°C por 2 horas.

En referencia al efecto analizado en la Figura 5, se sabe que los mecanismo mediante el cual los materiales oponen resistencia a la propagación de grietas o la facilidad con la cual se propaga un agrieta o un defecto obedece a la propiedad mecánica de tenacidad a la fractura (K_{IC}); es decir, si un material presenta bajos valores en esta propiedad la facilidad de propagación de la grieta es mayor que en su efecto contrario. En la gráfica de la Figura 6 se presenta el comportamiento de K_{IC} para el cerámico $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ y para el compuesto $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 / 1\% \text{Ag}$ sinterizados a 1500°C y 1600°C por una y dos horas respectivamente. El comportamiento representa el promedio y se aprecia en lo general un aumento en el valor de esta variable en función del incremento del tiempo, la temperatura de sinterización y en función del refuerzo metálico. Note que el compuesto $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 / 1\% \text{Ag}$ sinterizado a 1600°C a una y dos horas es el material con los valores más altos en la tenacidad a la fractura y son 3.1 $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ y 3.4 $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ respectivamente. En la comparación del cermet y el cerámico es notable que el refuerzo metálico en la matriz cerámica tiene influencia en el comportamiento de esta variable, en la gráfica de esta misma figura se observa como la tenacidad a la fractura siempre presenta los valores menores para el caso del cerámico sin refuerzo.

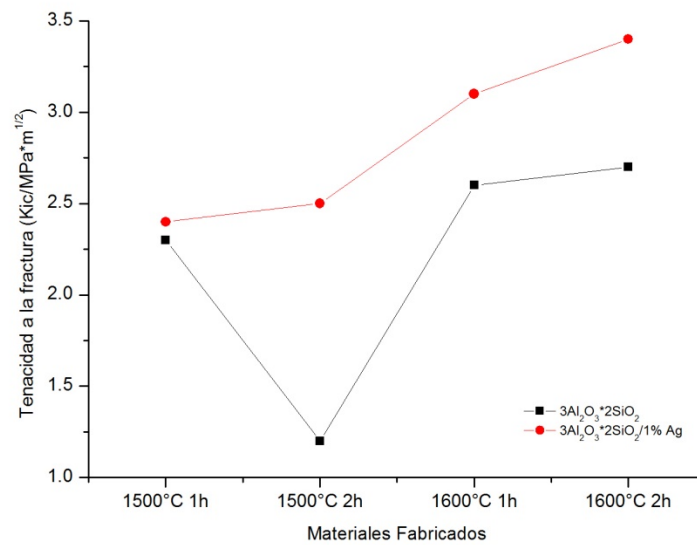


Figura 6: Tenacidad a la fractura de los materiales fabricados: $3\text{Al}_2\text{O}_3*2\text{SiO}_2$ y $3\text{Al}_2\text{O}_3*2\text{SiO}_2 / 1\% \text{ Ag}$.

4. CONCLUSIONES

1. La fabricación de materiales compuesto cermets $3\text{Al}_2\text{O}_3*2\text{SiO}_2 / 1\% \text{ Ag}$ por molienda mecánica de alta energía es factible en el proceso de metalurgia de polvos.
2. La incorporación de partículas metálicas de plata como refuerzo modifica la microestructura resultante del compuesto cermet comprobando que la incorporación de estas tiene un efecto importante en las propiedades físicas de densidad y mecánicas de dureza y tenacidad a la fractura.
3. La densidad presenta un incremento en función de la temperatura y tiempo de sinterización y de la incorporación de partículas metálicas de refuerzo.
4. La dureza obtenida en el compuesto cermet $3\text{Al}_2\text{O}_3*2\text{SiO}_2 / 1\% \text{ Ag}$ presenta un incremento en función del tiempo y temperatura de sinterización, pero siempre por debajo de la dureza del material testigo dando indicio que la incorporación de partículas de plata como refuerzo provocan un decremento en el valor de la misma.
5. La tenacidad a la fractura se ve favorecida incrementado su valor en el compuesto cermet $3\text{Al}_2\text{O}_3*2\text{SiO}_2 / 1\% \text{ Ag}$ con respecto al material sin refuerzo, los compuestos con mejores valores en la tenacidad a la fractura son los materiales sinterizados a 1600°C a una y dos horas.

5. AGRADECIMIENTOS

Los integrantes del grupo de investigación del Cuerpo Académico Ingeniería Industrial Avanzada agradecen a la SEP el apoyo mediante el proyecto UAEM-CA-202 para el fortalecimiento de Cuerpos Académicos con IDCA:17591. JGMH y HHH agradecen la beca PROINV otorgada a través de la Secretaría de Investigación y Estudios Avanzados (SIyEA-UAEM). Por último los autores JGMH, HHH, COGM y ERR también reconocen al CONACyT por la distinción al desempeño como investigador nacional con reconocimiento SNI.

6. BIBLIOGRAFÍA

- [1] RAMÍREZ DE ARELLANO, A., MELÉNDEZ J., ROUTBORT J., *et al.*, “Deformación plástica de compuestos mullita/óxido de itrio”, *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, v. 40, n. 3, pp. 215-220, May. 2001.
- [2] GARRIDO, A., BAULIN, C., *et al.*, “Tenacidad a la fractura de un material frágil de alúmina”, In: *Anales de mecánica a la fractura: XXVIII encuentro del grupo español de fractura*, pp. 125-130, Gijón, Abr. 2011.
- [3] XUE, L., DIAN, Y., YONG, Y., *et al.*, “Bimodal Distribution of Microstructure and Mechanical Properties of Plasma Sprayed Nanostructured Al_2O_3 -13wt% TiO_2 Coatings”, *Journal of Inorganics Materials*, v. 6, n. 9, pp. 1004-1008, May. 2011.

- [4] KHAIRAH, N.F., HAFIZUDDIN, M., MOHAMED, J.J, *et al.*, “Effects of compaction pressure on lead zirconate titanate piezoelectric and dielectric properties prepared via high planetary mill”, *Journal of Ceramics Processing Research*, v. 16, n. 2, pp. 258-261, Mar. 2015.
- [5] WANG, J.J., FENG, L.J., CHAO, X. L., *et al.*, “Fabrication and electrical properties of low temperature sintering Ba(W0.5Cu0.5)O₃ doped PSZT piezoelectric speaker”, *Journal of Ceramics Processing Research*, v. 15, n. 6, pp. 258-261, Nov. 2015.
- [6] PAUCAR, C.G., DÍAZ, A.I., RODRÍGUEZ, A.I.R., *et al.*, “Cordierite 2MgO.2Al₂O₃.5SiO₂ synthesized by hydroxyhydrogel route”, *Boletín de Ciencias de la Tierra*, n. 26, pp. 39-46, Nov. 2009.
- [7] GORDO, E., OLIVA, A., RUIZ-NAVAS, E.M., *et al.*, “Desarrollo de materiales compuestos tipo Cermet de matriz Fe”, *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, v. 43, n. 2, pp. 416-419, Mar. 2004.
- [8] BELHOUCHE, H., GARNIER, V., “Characterization of mullite-zirconia composites prepared from various starting alumina phases”, *Verres, Céramiques & Composites*, v. 1, n. 2, pp. 16-24, Mar. 2011.
- [9] CARREÑO, C., ESTRADA, I., ROMO, M.R., *et al.*, “Characterization of Al₂O₃NP–Al₂O₃ and AgCNP–Al₂O₃ composites prepared by mechanical processing in a high energy ball mill”, *Journal of Alloys and Compounds*, v. 536, n. 1, pp. 26-36, Sep. 2012.
- [10] DUVAL, D.J., RISBUD, S.H., SHACKELFORD, J.F., “Mullita”, In: Shackelford, J.F, Doremus, R.H. (eds), *Ceramic and Glass Materials: Structure, Properties and Processing*, 1 ed., chapter 2, New York, USA, Springer, 2008.
- [11] SANCHEZ, C., “La mullita y su identificación en los materiales cerámicos”, *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, v. 5, n. 1, pp. 79-106, Ene. 2001.
- [12] JUETTNER, T., MOERTEL, H., ŠVINKA, V., *et al.*, “Structure of kaoline–alumina based foam ceramics for high temperature applications”, *Journal of the European Ceramic Society*, v. 27, n. 2, pp. 1435-1441, Abr. 2007.
- [13] VISWANATHAN, V., LAHA, T., BALANI, K., *et al.*, “Challenges and advances in nanocomposite processing techniques”, *Materials Science and Engineering*, v. 24, pp. 121-285, Feb. 2007.
- [14] ROCHA, E., “Fracture toughness determinations by means of indentation fracture”, In: Cuppoletti, J. (ed), *Nanocomposites with unique properties and applications in medicine and industry*, 1 ed., chapter 2, CROATIA, Intech, 2011.
- [15] BADIE, S.H., OTROJ, S., RAHMANI, M., “The Effect of Nano–TiO₂ Addition on the Properties of Mullite–Zirconia Composites Prepared by Slip Casting”, *Science of Sintering*, v. 44, n. 3, pp. 341-354, Aug. 2012.
- [16] MEZA, J., CHAVES, C., “Estimación de la tenacidad a la fractura mediante el método de indentación”, *DYNA*, v. 70, n. 139, pp. 53-58, Jul. 2003.
- [17] CAMERUCCI, M.A., URRETAVIZCAYA, G., CAVALIERI, A.L., “Evaluación térmica, mecánica y eléctrica de materiales compuestos cordierita-mullita”, *Materials Research*, v. 3, n. 4, pp. 124-130, Oct. 2000.
- [18] PÉREZ DE LA FUENTE, A., ROCHA, E., GARCÍA, J.A.R. *et al.*, “Toughening of alumina ceramics with silver nanoparticles”, *Journal of Research in Nanotechnology*, aceptado, Sep. 2014.
- [19] MIRANDA, J.G., HERRERA, H., GARCÍA, E.R. *et al.*, “Compositos cerámicos base mullita/Co, Ti, Ni, Cu y ZrO₂ manufacturados por metalurgia de polvos”, *Avances en Ciencia e Ingeniería*, v. 5, n. 3, pp. 83-93, Jul. 2014.
- [20] ESPARZA, S.J., ROCHA, E., GARCÍA, J.A.R. *et al.*, “Strengthening of Alumina-Based Ceramics with Titanium Nanoparticles”, *Materials Science and Applications*, v. 5, pp. 467-474, May. 2014.
- [21] ROCHA E., MIRANDA, J.G., “Alumina-Copper Composites with High Fracture Toughness and Low Electrical Resistance”, v. 644, pp. 43-46, Mar. 2010.
- [22] WESSEL, J.K., *The Handbook of Advanced Materials*, 1 ed., USA, John Wiley & Sons, 2004.
- [23] EVANS, A. G., CHARLES, E. A., “Fracture Toughness Determinations by Indentation”, *Journal of the American Ceramic Society*, v. 59, pp. 371–372, May. 1976.
- [24] QUINN, G. D., BRADT, R. C., “On the Vickers Indentation Fracture Toughness Test”, *Journal of the American Ceramic Society*, v. 90, pp. 673–680, Jun. 2007.