



**Suppressing mechanical kneading during high-energy milling: a homogeneous distribution of the microconstituents**

H. Rojas-Chávez<sup>1</sup>, J.A. Andraca-Adame<sup>2</sup>, N. Castro-Cayetano<sup>2</sup>, M.M. Tellez-Cruz<sup>3</sup>, M. L. Mondragón-Sánchez<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Tecnológico Nacional de México - Instituto Tecnológico de Tláhuac II, Camino Real 625, Col. Jardines del Llano, San Juan Ixtayopan. Del. Tláhuac, CDMX 13508, México.

<sup>2</sup> Instituto Politécnico Nacional, Centro de Nanociencias y Micro y Nanotecnologías, Av. Luis Enrique Erro s/n, U.P.A.L.M., CDMX 07738, México.

<sup>3</sup> Departamento de Química, CINVESTAV, Av. Instituto Politécnico Nacional 2508, AP: 14-740, CDMX 07000 México.

<sup>4</sup> Tecnológico Nacional de México - Instituto Tecnológico de Morelia, Av. Tecnológico 1500, Col. Lomas de Santiaguito, Morelia, Mich. 58120, México.

## Tabla de Contenido

1	Resumen.....	3
1.1	< Palabras Clave. > .....	3
2	Abstract.....	3
2.1	< Keywords: (3-5 word)> .....	3
3	Referencias.....	3

## 1 Resumen

Polvos elementales de Pb y Sn se procesaron por molienda mecánica de alta energía con diferentes agente de control de proceso (ACP) así como sin ACP. Se encontró que el sistema Pb–Sn presenta un amasado mecánico excesivo cuando no se utiliza ACP y los productos de molienda son monolitos de 5 mm de longitud. Etanol ( $C_2H_6O$ ) y fosfato de tributilo ( $C_{12}H_{27}O_4P$ ) se utilizaron como ACP para modificar el comportamiento viscoelástico del par Pb–Sn y así evitar un amasado mecánico excesivo. Sin embargo, los resultados de IR mostraron la presencia de residuos (contaminantes) orgánicos después de utilizar  $C_{12}H_{27}O_4P$  y los resultados de difracción de rayos X confirmaron la formación de sub productos  $Pb_3(PO_4)_2$  y  $SnP_2O_7$  cuando los polvos de Pb–Sn interactúan con el fosfato de tributilo. Estos sub productos afectan el progreso de la mecano-síntesis.

### 1.1 < Palabras Clave. >

Agente de control de proceso, monolito, sub productos, progreso de la mecano-síntesis.

## 2 Abstract

Elemental powders of Pb and Sn were processed by high-energy milling with different kinds of process control agent (PCA) and without it. It was found that the Pb–Sn system presents an excessive mechanical kneading when it is processed without PCA and as-milled products (monolithic) are as long as 5 mm in length. Ethanol ( $C_2H_6O$ ) and tributyl phosphate ( $C_{12}H_{27}O_4P$ ) were proposed as PCA to modify the viscoelastic behavior of the couple Pb–Sn and then avoid the excessive mechanical kneading. However, IR spectra showed that organic debris remains after using  $C_{12}H_{27}O_4P$  and X-ray powder diffraction corroborates that such debris are due to  $Pb_3(PO_4)_2$  and  $SnP_2O_7$  by-products are formed between Pb–Sn powder precursors and tributyl phosphate. Such by-products affect the effectiveness of the mechanosynthesis progress.

### 2.1 < Keywords: (3-5 word)>

Process control agent, monolithic product, By-products, Mechanosynthesis progress.

## 3 Referencias

L.B Kong, W. Zhu and O.K Tan, Preparation and characterization of  $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$  ceramics from high-energy ball milling powders, Materials Letters Volume 42, Issue 4, 2000, 232-239.

Anit K. Gi, Nanocrystalline materials prepared through crystallization by ball milling, Advanced Materials, Volume 9, Issue 2 1997, 163–166.

N. Berchenko, T. Story, M. Trzyna et al., Comparison of oxidation processes in binary selenides and tellurides, Surf. Interface Anal. 48 2016, 547–551.