



# CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES AVANZADOS, S.C. POSGRADO

Síntesis, Caracterización y Comportamiento al Desgaste de una Aleación Al-Cu-Mg Reforzada con Carburo de Tungsteno.

> Tesis que como requisito para obtener el grado de Doctor en Ciencias en Materiales presenta:

> > M.C. Gustavo Rodríguez Cabriales

Director de Tesis: Dr. Carlos Gamaliel Garay Reyes

Chihuahua, Chih., septiembre, 2021.

Resumen	۱	i
Abstract		ii
Lista de fi	iguras	iii
Lista de ta	ablas	v
1 Introdu	ucción	1
2 Hinóte		1
3 Objetiv	VOS	5
4 Marco	o teórico	6
4.1 Alea	aciones de aluminio	6
4.2 Mat	teriales compuestos	6
4.2.1	Clasificación de los materiales compuestos	7
4.2.2	Métodos de obtención	8
4.3 Met	talurgia de polvos	9
4.3.1	Aleado mecánico	9
4.3.2	Molienda mecánica	
4.3.3	Mecanismo del proceso de aleado mecánico	
4.3.4	Variables del proceso de molienda	14
4.3.5	Tratamiento térmico de sinterizado	16
4.4 Prin de polvos	ncipales mecanismos de reforzamiento de materiales cristalinos sinterizados por n	netalurgia 18
4.4.1	Reforzamiento por solución sólida	
4.4.2	Reforzamiento por refinamiento de grano	
4.4.3	Reforzamiento por partículas de segundas fases	
4.5 Extr	rusión	19
4.5.1	Extrusión directa	
4.5.2	Extrusión indirecta	
4.5.3	Variables principales en el proceso de extrusión	20
4.6 Trib	pología	23

# Índice

	4.6.	1 Fricción	.23
	4.6.	2 Desgaste	. 25
5	5 Me	etodología experimental	28
	5.1 media	Síntesis y caracterización de aleaciones de Al-Cu-Mg reforzadas con carburo de tungsteno nte técnica de metalurgia de polvos (Etapa 1)	. 28
	5.2	Ensayo pin-on-disc para desgaste por deslizamiento	.31
	5.2.	1 Diagrama de flujo de la experimentación (parte 2)	. 32
6	8 Re	sultados	33
	6.1	Caracterización microestructural y estructural de los compuestos en polvo Al-Cu-Mg/WC	.33
	6.2	Comportamiento al desgaste	.42
7	′ Co	nclusiones	52
8	8 Re	ferencias	54

#### Resumen

El desarrollo de la tesis se compone de dos etapas, en una primera, se llevó a cabo el procesamiento y caracterización de la aleación Al-Cu-Mg reforzada con carburo de tungsteno (WC) mediante metalurgia de polvos y sinterizado convencional. Se estudiaron las correlaciones entre el tiempo de procesamiento (0, 3 y 5 h), la temperatura de sinterizado (450, 500 y 550 °C), las transformaciones de fase y las propiedades cristalinas (parámetro de red, microdeformaciones y tamaño de cristalita). Los compuestos se caracterizaron por difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido y transmisión (MEB-MET) y pruebas de microdureza Vickers. Los resultados mostraron que la dispersión del material de refuerzo en la matriz de Al-Cu-Mg se logró con éxito mediante el proceso de molienda mecánica, ofreciendo la posibilidad de fabricar un nuevo compuesto de Al-Cu-Mg/WC. Se observó una buena unión en la intercara matriz/partícula de refuerzo, y dicha unión se atribuye a un gradiente de composición entre las partículas de refuerzo y valores de microdureza se obtuvo en muestras con 3 h de molienda y una temperatura de sinterizado de 450 °C.

Para la segunda etapa, se estudiaron las propiedades de desgaste de la aleación del sistema Al-Cu-Mg reforzado con WC. Los materiales compuestos preparados mediante metalurgia de polvos se extruyeron en caliente y se sometieron a un tratamiento térmico de recocido. Se investigaron las relaciones entre las diferentes cantidades de partículas de WC dispersas (1, 2 y 3% en peso) y el comportamiento al desgaste. De acuerdo con el comportamiento de microestructura, desgaste y microdureza, la muestra con 3 % en peso de WC obtuvo el mejor desempeño debido a la buena distribución espacial de las partículas de refuerzo y la fuerza de unión en la intercara. El mecanismo de desgaste dominante del compuesto fue el desgaste abrasivo, acompañado de delaminación.

## Abstract

The development of the thesis consists of two stages, in a first one, the processing and characterization of the Al-Cu-Mg alloy reinforced with tungsten carbide (WC) was carried out by means of powder metallurgy and conventional sintering. The correlations between the processing time (0, 3 and 5 h), sintering temperature (450, 500 and 550 °C), phase transformations and crystalline properties (lattice parameter, microstrains and crystallite size) were studied. The composites were characterized by X-ray diffraction (XRD), scanning and transmission electron microscopy (SEM-TEM) and Vickers microhardness testing. Results show that dispersion of the reinforcement material in the Al-Cu-Mg matrix was successfully achieved by the milling process, offering the possibility to fabricate a novel Al-Cu-Mg/WC composite. A good bonding at the matrix/reinforcement particles interface was observed, and such bonding is attributed to a compositional gradient between reinforcing particles and matrix. The best performance in terms of dispersion of the reinforcement material and microhardness values was obtained in samples with 3 h of milling and sintering at 450 °C.

In a second stage, wear properties of Al–Cu–Mg system-based alloy reinforced with powders (WC). The composites were prepared through powder metallurgy, were hot extruded and subjected to an annealing process. The relationships between the different amounts of WC dispersed (1, 2, and 3 wt. %.) and wore behavior were investigated. According to microstructural, wear, and microhardness behavior, the sample with 3 wt. % of WC obtained the best performance due to the good spatial distribution of reinforcing particles and the interfacial bond strength. The composite's dominant wear mechanism was abrasive wear, accompanied by delaminating.

# Lista de figuras

Figura 1 Sección del diagrama de fase ternario para el sistema Al-Cu-Mg para 460 °C,
$\theta = Al_2Cu, S = Al_2CuMg, T = Al_6CuMg_4$ [33]
Figura 2 Colisión bola-polvo-bola durante el aleado mecánico [39]
Figura 3 Distribución del tamaño de partícula causada por la tendencia de las partículas
pequeñas a soldarse y las partículas grandes a fracturarse en condiciones de estado
estacionario [39]12
Figura 4 Proceso de extrusión directa [42]20
Figura 5 Proceso de extrusión indirecta [42]20
Figura 6 Principales variables en el proceso de extrusión, área del contenedor A <sub>C</sub> , área
de extrusión A <sub>E</sub> , temperatura del contenedor T <sub>C</sub> y temperatura del tocho T <sub>B</sub> [42] 21
Figura 7 Mecanismo de fricción por adhesión durante el deslizamiento [44]24
Figura 8 Mecanismo de fricción por impurezas abrasivas [44]
Figura 9 Mecanismo de fricción por deformación [44]25
Figura 10 Micrografías MEB-electrones secundarios, correspondientes a polvos
elementales de partida de Al, Cu, Mg, WC 29
Figura 11 micrografías obtenidas mediante MEB-electrones retrodispersados- molino
Spex 3 h (a) y molino E-Max 3 h (b)
Figure 12 Diagrame de fluie de la correctorización y cíntopia (store 1)
Figura 12 Diagrama de liujo de la caracterización y sintesis (etapa 1)
Figura 12 Diagrama de flujo de la experimentación (etapa 2)
Figura 12 Diagrama de flujo de la experimentación (etapa 2)
Figura 12 Diagrama de flujo de la experimentación (etapa 2)
Figura 12 Diagrama de flujo de la experimentación (etapa 2)
Figura 12 Diagrama de flujo de la caracterización y síntesis (etapa 1)
Figura 12 Diagrama de flujo de la caracterización y síntesis (etapa 1)
Figura 12 Diagrama de flujo de la caracterización y síntesis (etapa 1)
Figura 12 Diagrama de flujo de la experimentación (etapa 2)
Figura 12 Diagrama de flujo de la experimentación (etapa 2)

Figura 17 Micrografías de MEB-electrones retrodispersados- obtenidas de muestras de
Al-Cu-Mg/WC después de 0, 3 y 5 h de tiempo de aleado mecánico y temperatura de
sinterizado de 450, 500 y 550 °C
Figura 18 Patrones de difracción de rayos X de muestras de Al-Cu-Mg/WC en función
del tiempo de aleado mecánico, a) 0 h, b) 3 h y c) 5 h, y temperatura de sinterizado 39
Figura 19 Tamaño de cristalita (a), microdeformaciones (b) y parámetro de red (c) de la
matriz de aluminio en función del tiempo de aleado mecánico y la temperatura de
sinterizado40
Figura 20 Imagen MET de una partícula de WC dispersa en la matriz de aluminio y el
correspondiente barrido EDS lineal (línea verde). También se incluyen la intercara
matriz/partícula, el gradiente de composición (CG) y las variaciones de AI (azul), W
(rojo) y C (violeta) a lo largo del análisis41
Figura 21 Valores de microdureza Vickers de muestras de AI-Cu-Mg/WC en función del
tiempo de aleado mecánico y la temperatura de sinterizado
Figura 22 Patrones de DRX (a) y HV (b) de la aleación Al-Cu-Mg y sus compuestos
sintetizados después del proceso de recocido43
Figura 23 Comportamiento al desgaste del sistema Al-Cu-Mg y sus compuestos
sintetizados con cargas de 3 y 5 N sobre papel abrasivo SiC con diferentes tamaños de
grano
Figura 24 Coeficiente de fricción a) y velocidad de desgaste b) del sistema Al-Cu-Mg y
sus compuestos sintetizados con cargas de 3 y 5 N 48
Figura 25 Micrografías MEB obtenidas de la aleación Al-Cu-Mg y del compuesto 3% en
peso de WC sometido a desgaste por diferentes medios abrasivos a 5 N de carga y
distancia de deslizamiento de 300 m 50
Figura 26 Micrografías MEB y mapeo de elementos de la aleación Al-Cu-Mg (a) y el
compuesto 3% en peso de WC (b) después de la prueba de pin-on-disc con una carga
de 5 N usando lija # 180 con una distancia de deslizamiento de 300 m

# Lista de tablas

Tabla 1 Reforzantes típicos usados en compuestos de matriz metálica [35]	7
Tabla 2 Ventajas del aleado mecánico [39]	. 10
Tabla 3 Capacidades típicas de los diferentes tipos de molinos [39]	. 14
Tabla 4 Valores de densidad experimentales y teóricos de muestras consolidadas	. 44

# 1 Introducción

La creciente preocupación por los problemas de ahorro de energía y conservación del medio ambiente ha aumentado considerablemente la demanda de estructuras ligeras en la industria aeroespacial, automotriz y marina [1]. Una de estas estructuras ligeras son las aleaciones de aluminio, qué se utilizan ampliamente en campos de alta tecnología como componentes aeroespaciales y automotrices. Además, son materiales atractivos para aplicaciones tribológicas debido a su baja densidad y alta capacidad de endurecimiento [2-4].

Sin embargo, las aplicaciones estructurales de aeronaves requieren materiales con una combinación de propiedades como alta resistencia a la fatiga, alta resistencia a la tracción, buena tolerancia al daño, resistencia a la fluencia y excelente estabilidad térmica, lo que ha limitado el uso de aleaciones de aluminio tradicionales en muchos componentes actuales en el mercado, en comparación con las aleaciones ferrosas [5, 6]. Por lo que, una excelente solución es fabricar compuestos de matriz de aluminio que, debido a sus notables propiedades mecánicas, que incluyen baja densidad, alta resistencia y excelente resistencia a la fatiga y al desgaste [7]. Son una atracción para la comunidad científica para aplicaciones estructurales y funcionales en ingeniería avanzada [8, 9].

Con respecto a las aleaciones de aluminio, la serie 2xxx se utilizan principalmente para fabricar accesorios, acoplamientos, ejes y materiales de engranajes de aeronaves para aplicaciones industriales. Sin embargo, el desarrollo de compuestos de matriz de aluminio basados en la serie 2xxx, que incluyen una dispersión uniforme de refuerzos y una fuerte unión en la intercara, tiene una demanda constante [8]. En este sentido, el sistema Al-Cu-Mg forma parte esencial de las aleaciones de la serie 2xxx porque representa sus principales elementos de aleación y podría utilizarse como matriz en un compuesto que mejora la rigidez, dureza, resistencia a la fatiga y propiedades tribológicas [8].

Las aleaciones basadas en un sistema Al-Cu-Mg, actualmente se utilizan en una amplia gama de aplicaciones, incluida la fabricación de piezas estructurales en la industria del transporte. Sin embargo, el desarrollo de nuevos grados de material y la fabricación de compuestos de matriz de aluminio basados en este sistema representan un desafío en la actualidad [10]. Las propiedades de las compuestos de matriz de aluminio se pueden personalizar para cumplir con requisitos de la industria, y esto les da una ventaja única sobre los materiales convencionales no reforzados para aplicaciones similares [11]. Por esta razón, se consideran candidatos atractivos para aplicaciones en la industria aeroespacial [12, 13].

Se ha utilizado una amplia variedad de refuerzos a micro y nanoescala para producir compuestos de matriz de aluminio, por ejemplo, carburos (SiC, B<sub>4</sub>C, TiC, Al<sub>3</sub>C<sub>4</sub>), nitruros (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, TiN), boruros (TiB<sub>2</sub>) y óxidos. (SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO) [14, 15]. Con la morfología de fibras, fibras cortas (whiskers) y partículas para proporcionar resistencia adicional a la aleación, principalmente en el módulo elástico (E), límite elástico (YS), resistencia máxima a la tracción y resistencia al desgaste [16-18]. El uso de grandes cantidades de refuerzos ligeros para la producción de compuestos de matriz de aluminio se ha investigado ampliamente; sin embargo, sólo unos pocos estudios se han centrado en el uso de refractarios pesados en bajos contenidos [15]. El carburo de tungsteno (WC) es un material refractario pesado con un alto punto de fusión (2870 °C), dureza extremadamente alta (2242 HV), resistencia razonable al desgaste y a la corrosión y un alto módulo de Young (550 GPa) [19]. Sin embargo, se ha evitado su uso mediante procesos de fundición convencionales principalmente debido a las diferencias significativas entre los puntos de fusión (2870 vs. 660 °C) y densidades (15.63 vs. 2.70 g/cm<sup>3</sup>) de WC y el aluminio, esto puede conducir a segregación y agrupamiento de las partículas de refuerzo, alta porosidad residual localizada y unión de la intercara débil [15, 19-23].

Los compuestos de matriz de aluminio se fabrican utilizando diferentes técnicas: procesamiento de metalurgia de polvos, atomización por pulverización y co-deposición, pulverización de plasma, fundición por agitación y fundición por compresión. De todos ellos, el proceso de fundición es el más económico [24]; sin embargo, tiene algunas restricciones debido a la diferencia entre las densidades de la aleación de la matriz y las fases reforzadas [25]. Una de estas restricciones mediante proceso de fundición

2

convencional es la escasa humectabilidad entre las nanopartículas cerámicas y la matriz de metal fundido [20]. Además, los pequeños agregados de polvo son propensos a formar aglomerados, lo que elimina su capacidad de dispersarse de manera homogénea en la matriz y, por lo tanto, reduce su potencial de reforzamiento.

Se han propuesto varios métodos alternativos para superar esta restricción. Entre ellos se encuentra la metalurgia de polvos [23], que permite una distribución uniforme de las partículas de refuerzo, para aliviar los problemas de segregación [26, 27]. Además, al ser procesado en estado sólido, se minimiza la reacción entre los componentes de los compuestos, así como se mantienen o mejoran las características estructurales y microestructurales, como la densidad de dislocaciones, el tamaño de grano en la matriz y alta homogeneidad química; Además, debido a las condiciones de procesamiento, la recristalización y el crecimiento de grano se pueden evitar o minimizar [24, 28].

Por otro lado, el comportamiento de desgaste de los compuestos de matriz de aluminio se ha estudiado ampliamente durante las últimas dos décadas teniendo en cuenta sus posibles aplicaciones en los sectores aeroespacial y del automóvil. En particular, los refuerzos cerámicos como SiC y TiC, ZrO, B<sub>4</sub>C y SnO<sub>2</sub> mejoraron las propiedades tribológicas de los compuestos de matriz de aluminio, incluida la resistencia al deslizamiento y al desgaste en condiciones abrasivas, lubricadas y de deslizamiento en seco [29, 30]. En este sentido, los principales factores extrínsecos que influyen en el desgaste por deslizamiento de los composites son la distancia, la velocidad, la carga aplicada y la temperatura [31]. Sin embargo, a pesar de los numerosos informes sobre el comportamiento de desgaste de las aleaciones de aluminio, solo se han informado unas pocas investigaciones en el sistema Al-Cu-Mg reforzado con partículas de WC y ninguna utiliza un tamaño de partícula inferior a 1 µm [32].

Por lo tanto, los objetivos principales de este estudio fueron:

- Investigar la evolución microestructural y microdureza durante la síntesis de los compuestos AI-Cu-Mg/WC producidos mediante aleado mecánico y un posterior proceso de sinterizado.
- Determinar el efecto de la adición de partículas de WC en el sistema Al-Cu-Mg sobre la propiedad de desgaste abrasivo utilizando una prueba de pin-on-disc.

# 2 Hipótesis

Mediante procesos de molienda se logrará distribuir homogéneamente las partículas reforzantes (WC) dentro de la matriz Al-Cu-Mg generando un endurecimiento del material.

La adición de partículas reforzantes (WC) al sistema Al-Cu-Mg afectaran las propiedades mecánicas (dureza) y tribológicas (desgaste).

# 3 Objetivos

La adición de partículas reforzantes (WC) al sistema Al-Cu-Mg afectaran las propiedades mecánicas (dureza) y tribológicas (desgaste).

- Sintetizar un compuesto Al-Cu-Mg/WC con 1% en peso de WC a diferentes tiempos de molienda (3 y 5 h).
- Sinterizar el compuesto utilizando diferentes temperaturas (450, 500 y 550°C).
- Caracterizar el compuesto (DRX, HV, MEB y MET).
- Sintetizar un compuesto Al-Cu-Mg/WC con 1, 2 y 3% en peso de WC (condiciones seleccionadas).
- Sinterizar (condiciones seleccionadas) y extruir muestras.

Determinar el efecto de la adición de partículas de WC en el sistema Al-Cu-Mg en las propiedades tribológicas, utilizando una prueba de pin-on-disk.

- Preparación de muestras para ensayo de desgaste.
- Realizar ensayo de desgaste pin-on-disk.
- Analizar muestras desgastadas (MEB).

## 4 Marco teórico

#### 4.1 Aleaciones de aluminio

El sistema Al-Cu-Mg forma parte esencial de las aleaciones de la serie 2xxx porque representa sus principales elementos de aleación y podría utilizarse como matriz en un compuesto que mejora la rigidez, dureza, resistencia a la fatiga y propiedades tribológicas [8]. Este sistema Al-Cu-Mg muestra una marcada respuesta al endurecimiento por envejecimiento, mediante una aleación y un tratamiento térmico adecuados, ya que su naturaleza de acuerdo con su diagrama de fases (figura 1) le permite ser solubilizado, templado y envejecido, produciendo los precipitados necesarios para endurecer el material mediante este método, con lo que es posible aumentar el límite elástico. Por otro lado, el trabajo en frío antes del envejecimiento aumenta la densidad de las dislocaciones que pueden proporcionar sitios para la nucleación heterogénea de precipitados específicos. La mayoría de las aleaciones comerciales basadas en estos sistemas tienen presentes elementos de aleación adicionales que modifican los respectivos diagramas ternarios [33].



Figura 1 Sección del diagrama de fase ternario para el sistema Al-Cu-Mg para 460 °C,  $\vartheta = Al_2Cu$ , S= Al<sub>2</sub>CuMg, T= Al<sub>6</sub>CuMg<sub>4</sub>[33].

#### 4.2 Materiales compuestos

Los materiales compuestos se componen de dos o más materiales individuales denominados materiales constituyentes con propiedades físicas o químicas

significativamente diferentes que permanecen separados y distintos a nivel macroscópico dentro de la estructura terminada. Hay dos categorías de materiales constituyentes: matriz y refuerzo.

La matriz rodea y soporta los materiales de refuerzo manteniendo sus posiciones relativas y los refuerzos imparten sus propiedades físicas y mecánicas especiales para mejorar las propiedades de la matriz, estas dos fases se encuentran separadas por una intercara de la cual dependen las propiedades de estos materiales, si la intercara no es lo suficientemente fuerte, la transferencia de carga de la matriz a la partícula reforzante no será eficiente y será la matriz la que termine soportando las cargas.

Dependiendo de las propiedades iniciales de los constituyentes como son: sus cantidades relativas, geometría de las partículas y distribución en la matriz se determinarán las propiedades finales. El producto final es un material único y nuevo que posee características superiores a las de cada uno de los componentes individuales [34].

#### 4.2.1 Clasificación de los materiales compuestos

Los materiales compuestos pueden ser clasificados de varias formas: De acuerdo con la forma de sus constituyentes (ver tabla 1) [35], los cuales pueden ser:

- Compuestos fibrosos (se utilizan fibras continuas o discontinuas como reforzante).
- Particulados (reforzados con partículas equiaxiales).
- Estructurales (se constituyen de materiales compuestos y homogéneos como fase dispersa).

Тіро	Relación de aspecto	Diámetro (µm)	Ejemplos
Partícula	~1-4	1-25	SiC, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , WC, TiC, BN, B <sub>4</sub> C
Fibras cortas	~10-1000	0.1-25	SiC, $AI_2O_3$ , $AI_2O_3$ + SiO <sub>2</sub> , C
Fibras continuas	>1000	3-150	SiC, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +SiO <sub>2</sub> , C, B, W

Tabla 1 Reforzantes típicos usados en compuestos de matriz metálica [35].

De acuerdo con la naturaleza de la matriz [36]:

- Orgánica (polímeros), estos se componen de una matriz termoplástica con fases de refuerzo dispersas incrustadas, es decir, carbono, vidrio, metal, fibras de kevlar.
- Mineral (cerámica), están compuestas de una matriz de cerámica (es decir, SiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiN) y fibras incrustadas de otros materiales cerámicos.
- Metálica (aleaciones de aluminio, titanio y magnesio) son los compuestos más utilizados en la escala industrial. Los compuestos de matriz metálica consisten en un metal o una aleación como matriz continua y un refuerzo que pueden ser partículas, fibras cortas y fibras continuas.

Los compuestos de matriz metálica pueden usar como base una matriz de: magnesio, titanio, cobre, super aleaciones y aluminio o aleación de aluminio (Al-Cu-Mg, AlMgSi, AlCuSiMn, AlZnMgCu, AlCu, AlSiCuMg) etc. Estas aleaciones encuentran aplicaciones importantes en el campo aeroespacial, debido a su baja densidad y excelente resistencia, tenacidad, y resistencia a la corrosión, siendo las aleaciones Al-Cu-Mg y Al-Zn-Mg-Cu, muy importantes ya que son endurecibles por precipitación [36].

Sin embargo, algunas desventajas de los compuestos con matriz de aluminio en comparación con los de matriz polimérica son:

- Mayor costo
- Tecnología relativamente inmadura
- Métodos de fabricación complejos

#### 4.2.2 Métodos de obtención

Los procesos que se llevan a cabo para obtener los compuestos de matriz metálica pueden ser en estado líquido y sólido. La fundición por agitación o fundición de compuestos, infiltración, fundición por pulverización y procesamiento in situ (reactivo) son algunos procesos en estado líquido y la metalurgia de polvos, la unión por difusión y las técnicas de deposición de vapor se incluyen en el procesamiento de estado sólido. La selección de la ruta de procesamiento depende de muchos factores, incluido el tipo y cantidad de refuerzo y el grado de integridad microestructural deseada [37].

De los procesos de estado sólido para producir compuestos, la metalurgia de polvos procesa a partir de polvos metálicos y no metálicos finamente pulverizados, es capaz de desarrollar una amplia gama de nuevos materiales microestructurados con polvos de materiales disímiles, con mejores propiedades físicas y mecánicas. Además, debido a las bajas temperaturas de este proceso de fabricación se puede evitar la fuerte reacción en la intercara, impidiendo las reacciones indeseadas entre la matriz y el reforzante, como se presentan en la técnica de estado líquido.

En metalurgia de polvos mediante el proceso de molienda mecánica de alta energía, se pueden producir compuestos de matriz de aluminio únicos, con dispersión de partículas reforzantes de tamaño nanométrico, lo cual podría ser imposible por la vía de fundición.

### 4.3 Metalurgia de polvos

La metalurgia de polvos es el estudio del procesamiento de polvos metálicos, incluida la fabricación, caracterización y conversión de polvos metálicos en componentes de ingeniería útiles. La secuencia de proceso implica la aplicación de leyes básicas de calor, trabajo, y deformación del polvo. Es el procesamiento el que cambia la forma, propiedades y estructura de un polvo en un producto final [38]. En la actualidad, existen procesos de metalurgia de polvos mucho más complejos, con etapas de prensado isostático, extrusión, laminación, compactación por explosivos, inyección, etc.

#### 4.3.1 Aleado mecánico

El proceso de aleado mecánico se basa en ciclos de soldado en frío, fracturado y resoldado de la mezcla de partículas de polvo, al realizar este proceso repetidamente durante la molienda mecánica se obtienen los polvos aleados mecánicamente y con alto grado de refinamiento. Este proceso también genera una alta concentración de dislocaciones debido a la deformación plástica producida por el proceso, además de la disminución de tamaño de cristalita, dispersión de partículas y solución sólida. Todos estos cambios permiten un endurecimiento del material (endurecimiento por deformación, por dispersión y solución sólida).

El punto final del proceso de aleado mecánico es obtenido cuando los reforzantes se encuentran distribuidos en forma aleatoria a través del cuerpo de la matriz y cuando el aleado mecánico está completamente en la escala submicrométrica. Algunas ventajas del proceso de aleado mecánico se presentan en la tabla 2.

#### Ventajas del aleado mecánico

Dispersión de partículas de segunda fase. Extensión del límite de solubilidad. Refinamiento del tamaño de grano hasta rango nanométrico. Síntesis de nuevas fases cristalinas. Desorden de intermetálicos ordenados. Desarrollo de fases amorfas. Inducción de reacciones químicas a bajas temperaturas. Proceso escalable.

Tabla 2 Ventajas del aleado mecánico [39].

#### 4.3.2 Molienda mecánica

La molienda de polvos de composición uniforme generalmente estequiométrica, como metales puros, intermetálicos o polvos prealeados, donde no se requiere transferencia de material para la homogeneización, se denomina molienda mecánica.

La ventaja de la molienda mecánica sobre el aleado mecánico es que, dado que los polvos ya están aleados y solo es necesario inducir una reducción en el tamaño de las partículas, el tiempo requerido para el procesamiento es generalmente corto.

Distinguiremos entre estos dos términos utilizando aleado mecánico o molienda mecánica dependiendo de si la transferencia de material está involucrada o no durante el procesamiento.

Para el proceso de aleado mecánico, los componentes importantes son las materias primas, el molino y las variables del proceso.

#### 4.3.3 Mecanismo del proceso de aleado mecánico

Como se mencionó anteriormente, durante la molienda mecánica de alta energía, las partículas de polvo se aplanan, sueldan en frío, fracturan y vuelven a soldar repetidamente. La fuerza del impacto de las bolas deforma plásticamente las partículas de polvo, lo que lleva al endurecimiento por deformación y posteriormente

a la fractura, figura 2 [39]. Las nuevas superficies creadas permiten que las partículas se suelden entre sí y esto conduce a un aumento en el tamaño de las partículas. Las partículas compuestas en esta etapa tienen una estructura característica en capas que consta de varias combinaciones de los elementos de partida.

Con la deformación continua, los fragmentos generados por este mecanismo pueden seguir reduciendo su tamaño en ausencia de fuertes fuerzas de aglomeración. En esta etapa predomina la tendencia a la fractura sobre la soldadura en frío. Debido al impacto continuo de las bolas de molienda, la estructura de las partículas se refina constantemente, pero el tamaño de las partículas sigue siendo el mismo. En consecuencia, el espaciado entre capas disminuye y el número de capas en una partícula aumenta. Después de moler durante un cierto período de tiempo, se alcanza el equilibrio de estado estacionario cuando se logra un equilibrio entre la velocidad de soldadura, que tiende a aumentar el tamaño medio de partícula, y la velocidad de fractura, que tiende a disminuir el tamaño medio de partícula compuesta. En esta etapa, cada partícula contiene sustancialmente todos los elementos de partida, en la proporción en que se mezclaron y las partículas alcanzan la dureza de saturación debido a la acumulación de energía de deformación.

De lo anterior queda claro que, durante el aleado mecánico se introduce una gran deformación en las partículas. Esto se manifiesta por la presencia de una variedad de defectos cristalinos como dislocaciones, vacantes, fallas de apilamiento y un mayor número de límites de grano.

Los tiempos específicos requeridos para desarrollar una estructura dada en cualquier sistema serían una función del tamaño de partícula inicial y las características de los elementos de partida, así como del equipo específico utilizado para realizar la operación del aleado mecánico y los parámetros operativos del equipo. Pero, en la mayoría de los casos, la velocidad de refinamiento de la estructura interna (tamaño de partícula, tamaño de cristalita, espaciado laminar, etc.) es aproximadamente logarítmica con el tiempo de procesamiento y, por lo tanto, el tamaño de las partículas de partida es relativamente poco importante figura 3 [39].





aleado mecánico [39].

Figura 2 Colisión bola-polvo-bola durante el Figura 3 Distribución del tamaño de partícula causada por la tendencia de las partículas pequeñas a soldarse y las partículas grandes a condiciones fracturarse en de estado estacionario [39].

Para realizar el proceso de aleado mecánico existen diferentes combinaciones de metales y aleaciones, las cuales se clasifican generalmente como: dúctil-dúctil, dúctilfrágil y frágil-frágil.

#### 4.3.3.1 Dúctil-Dúctil

Al realizarse este tipo de combinación de materiales, las partículas tienden a aumentar su tamaño debido a que el proceso de soldadura en frio dominara sobre la fractura de las partículas de polvo, formando una estructura laminar compuesta de los metales constituyentes. Además, conforme aumenta el tiempo, las partículas aglomeradas y las láminas van desapareciendo, permitiendo obtener un material muy homogéneo.

Con el aumento del tiempo de molienda, las partículas de polvo se endurecen por el trabajo y, en consecuencia, la fragilidad aumenta, y las partículas se fragmentan dando como resultado más partículas con dimensiones equiaxiales. Con mayor tiempo de molienda la aleación llega a una etapa en la cual hay una disminución de distancias de difusión (espaciamiento interlaminar), aumento de la densidad de defectos de red y calentamiento. La dureza y el tamaño de partícula tienden a alcanzar un valor de

saturación en esta etapa, llamado estado estacionario. Con más tiempo de molienda, la verdadera aleación se produce a nivel atómico resultando en la formación de soluciones sólidas, intermetálicos o incluso fases amorfas [39, 40].

#### 4.3.3.2 Dúctil-Frágil

Cuando se utiliza una combinación de un material dúctil y uno frágil, en la etapa inicial de la molienda, las partículas de polvo de metal dúctil son aplanadas por las colisiones bola-polvo-bola, mientras que las partículas de polvo frágil son fragmentadas y se produce un proceso rápido de dispersión y posterior difusión, donde las partículas frágiles, según van fracturándose van introduciéndose dentro del material dúctil. Esta difusión se ve favorecida por el calentamiento inherente a la técnica.

Para estas condiciones es muy importante la solubilidad sólida del componente frágil en la matriz dúctil que se tiene, ya que esto hace que se lleve a cabo la aleación y además facilita la difusión de corto alcance con la fragmentación de las partículas frágiles [39, 40]

#### 4.3.3.3 Frágil-Frágil

A diferencia de las combinaciones anteriores, en esta combinación hay un claro y razonable predominio de la fractura, debido a que son dos componentes frágiles y en la cual se supondría que no podría existir una aleación al no tener la parte dúctil. No obstante, el proceso de aleación da lugar a la formación de capas ultrafinas que pueden inducir a la formación de aleaciones. Sin embargo, en tamaños de partícula muy pequeños las partículas de polvo se comportan de manera dúctil.

Durante la molienda del sistema de componentes frágil-frágil, se ha observado que el componente más duro (más frágil) se fragmenta y se incrusta en el componente más blando (menos quebradizo). Posibles mecanismos que pueden contribuir a la transferencia de material durante la molienda de los componentes frágiles pueden incluir deformación plástica, que es posible gracias a un aumento de temperatura local, microdeformación en volúmenes libres de defectos, deformación en superficie y/o estado de tensión hidrostática en los polvos durante la molienda [39, 40].

#### 4.3.4 Variables del proceso de molienda

El aleado mecánico es un proceso complejo que implica la optimización de una serie de variables para lograr la fase y/o microestructura del producto deseado. Algunos de los parámetros importantes que influyen en la constitución final del polvo son:

#### 4.3.4.1 Equipo de molienda

Se considera equipo de molienda, al sistema formado por el vial, molino y las bolas de molienda. Son numerosos los tipos de molinos disponibles actualmente para la realización del proceso, estos molinos difieren en su capacidad (ver tabla 3), velocidad de operación y su capacidad para controlar la operación, variando la temperatura de molienda y el grado de minimización de la contaminación de los polvos. Para el vial y las bolas de molienda los tipos más comunes de materiales utilizados son: acero endurecido, acero para herramientas, acero al cromo endurecido, acero templado, acero inoxidable, WC-Co y acero para cojinetes. Además, se puede obtener la mayor energía de colisión si se utilizan bolas con diferentes diámetros [39, 40].

Tipos de molinos	Peso de muestra
Molinos mezcladores	Hasta 2 x 20 g
Molino planetario	Hasta 4 x 250 g
Atricionador	0.5-100 kg
Molino uni-bola	Hasta 4 x 2000 g
	· · · · · · · · ·

Tabla 3 Capacidades típicas de los diferentes tipos de molinos [39].

#### 4.3.4.2 Atmosfera de molienda

La atmósfera en la cual se lleva a cabo la molienda ejerce una gran influencia sobre la contaminación del polvo. Para prevenir la oxidación y contaminación durante la aleación mecánica, el proceso generalmente se lleva a cabo en un molino previamente desgasificado, y que está bajo presión y/o flujo de gas inerte como argón o helio. El argón de alta pureza es el ambiente más común para prevenir la oxidación y/o contaminación del polvo [39, 40].

#### 4.3.4.3 Agente de control de proceso

Como se mencionó anteriormente durante el proceso de aleado mecánico, las partículas de polvo se sueldan en frío entre sí, especialmente si son dúctiles, debido a la fuerte deformación plástica que experimentan durante la molienda, en la cual las partículas de polvo son sometidas a colisiones de alta energía dentro del molino, evolucionando a través de continuas soldaduras y fracturas. Sólo un adecuado equilibrio entre ambos fenómenos permite el avance del proceso de forma adecuada. Para evitar la excesiva tendencia a la soldadura que presentan algunos materiales como el aluminio, es necesaria la adición de dicho agente de control de proceso. Los agentes de control de proceso pueden ser sólidos, líquidos o gases. La función de este aditivo es adsorberse en la superficie de las partículas de polvo y minimizar la soldadura en frío entre las partículas de polvo y por lo tanto inhibe la aglomeración. Además, reducen la tensión superficial del material sólido [39, 40].

#### 4.3.4.4 Relación bola/polvo

Uno de los parámetros más importantes en el proceso de aleado mecánico es la relación bola/polvo, debido a que el número de colisiones por unidad de tiempo crece a medida que lo hace el número de bolas. Además, se relaciona con el tiempo requerido para llevar a cabo la molienda, a mayor relación, menor es el tiempo necesario. Asimismo, una alta relación bola/polvo, llevara a un número mayor de colisiones por unidad de tiempo y, en consecuencia, se transfiere más energía a las partículas de polvo y, por lo tanto, la aleación se logra más rápido. Una proporción de 10:1 se usa más comúnmente al moler el polvo en un molino de pequeña capacidad como un molino SPEX. Pero, cuando la molienda se realiza en un molino de gran capacidad, como un triturador, se usa una relación bola/polvo más alto, de hasta 50:1 o incluso 100:1 [39, 40].

#### 4.3.4.5 Velocidad de molienda

Este parámetro depende del tipo de molino a utilizar, ya que cada uno tiene sus limitaciones de máxima velocidad que se puede utilizar. Entre más velocidad se tenga, mayor será la energía entregada al polvo y también la temperatura del vial puede alcanzar un valor alto y esto podría contaminar los polvos [39, 40].

#### 4.3.4.6 Tiempos de molienda

El tiempo de molienda es el parámetro más importante. Los tiempos requeridos varían según el tipo de molino utilizado, la intensidad de molienda, la relación bola-polvo y la temperatura de molienda. Estos tiempos deben decidirse para cada combinación de los parámetros anteriores y para el sistema de polvo en particular. Cuando la intensidad se incrementa por la cantidad de bolas, por la densidad del material, o por el incremento de la velocidad de colisión, la energía transferida a las partículas es mucho mayor por cada colisión y, por tanto, mayor es la energía a disipar en forma de calor y deformación [39, 40].

#### 4.3.4.7 Compactación

En esta etapa del proceso, los polvos son sometidos a un proceso de densificación por compresión mediante la aplicación de una fuerza externa, al aplicar suficiente presión se proporciona un mejor empaquetamiento y conduce a una disminución de la porosidad con la formación de nuevos contactos de partículas. La compactación puede ser por: presión isostática, rolado, extruido y por vibración [38]. Como consecuencia de la presión aplicada sobre los polvos, éstos adquieren características como:

- Endurecimiento. Las piezas obtenidas en esta etapa son endurecidas por la deformación plástica de los polvos.
- Formación de fases secundarias. Con la deformación severa se incrementa la energía interna favoreciendo la formación de fases secundarias durante el proceso de sinterizado.

Las diferentes condiciones en que se lleva a cabo la compactación afectan el proceso de sinterización subsecuente.

#### 4.3.5 Tratamiento térmico de sinterizado

En esta etapa los compuestos compactados son sometidos a un tratamiento térmico exponiéndolos a una determinada temperatura durante un cierto período de tiempo, bajo condiciones de atmósfera controlada. Como resultado de este proceso se incrementan las propiedades de resistencia y dureza. Durante el proceso de sinterización se pueden

producir diferentes procesos como son: difusión, densificación, recristalización y crecimiento de grano. El sinterizado, puede ser en estado líquido o sólido.

#### 4.3.5.1 Sinterización en estado líquido

La sinterización en fase líquida involucra la coexistencia de una fase líquida y las partículas sólidas durante alguna etapa del ciclo térmico.

Se puede obtener al emplear una mezcla de polvos de diferente composición química, en el cual la fase líquida puede ser resultado de la fusión de un componente o de la formación de un eutéctico o usar una mezcla prealeada que se calienta hasta una temperatura intermedia entre la temperatura de liquidus y solidus. Los factores más significativos que determinan la velocidad de sinterización son la solubilidad del sólido en el líquido, la capacidad de mojado por parte del líquido y la difusividad del sólido en la fase líquida.

#### 4.3.5.2 Sinterización en estado sólido

La sinterización en fase sólida transcurre en tres etapas:

Etapa inicial. La compactación de los polvos crea contactos entre las partículas, cuyo número y tamaño depende de la presión de compactación. Estos contactos crecen formando una especie de puentes o cuellos entre las partículas.

Etapa intermedia. Durante esta fase, los cuellos interparticulares crecen de tal forma que las partículas comienzan a perder su individualidad, creciendo de tamaño y formándose una red de poros. La porosidad se caracteriza por ser básicamente abierta, es decir, conectada con la superficie.

Etapa final. Esta es un proceso lento, en la cual los procesos simultáneos de coalescencia impiden la densificación. Una vez alcanzado alrededor del 90 % de la densidad teórica, la porosidad se hace cerrada y los poros tienden a la geometría esférica. En los casos en que se generen gases durante la sinterización o bien parte de la propia atmósfera de sinterizado haya sido adsorbida durante las etapas inicial e intermedia, dichos gases no podrán difundir a través del compacto quedando atrapados en los poros e impidiendo la densificación del compacto. Si la sinterización se realiza en

vacío o si los gases atrapados pueden difundir con facilidad por la matriz sólida se puede producir una densificación adicional.

# 4.4 Principales mecanismos de reforzamiento de materiales cristalinos sinterizados por metalurgia de polvos

El reforzamiento por metalurgia de polvos se produce al deformar el material metálico, ya que se aumenta el número de dislocaciones. La dureza y la resistencia de los compuestos están relacionadas con la facilidad en que los compuestos puedan deformarse plásticamente, por lo que la resistencia se puede aumentar bloqueando la movilidad de las dislocaciones. De esta manera, los mecanismos de endurecimiento implican el hacer más difícil el movimiento de las dislocaciones. Por lo tanto, el endurecimiento está en función de la contribución parcial al endurecimiento por: solución sólida, densidad de dislocaciones, frontera de grano, y dispersión de partículas [41].

#### 4.4.1 Reforzamiento por solución sólida

Este mecanismo consiste en endurecer los compuestos mediante la introducción de átomos del reforzante (soluto) en la red cristalina de la matriz (solvente) en forma intersticial o sustitucional. Los átomos del reforzante en solución sólida ocasionan la deformación de la red cristalina de la matriz. Como resultado de las interacciones entre las deformaciones de la red cristalina y los átomos del reforzante en solución sólida, el movimiento de las dislocaciones se dificulta, presentándose por consecuencia el endurecimiento de los compuestos.

#### 4.4.2 Reforzamiento por refinamiento de grano

Las fronteras de grano sirven como una barrera efectiva al movimiento de las dislocaciones. Está bien determinado que las fronteras de grano tienden a endurecer los materiales a bajas temperaturas. Por lo qué, el efecto del endurecimiento por frontera de grano puede describirse perfectamente por la relación de Hall-Petch, Ec. 1 [33]. El esfuerzo de cedencia ( $\sigma y$ ) requerido para deformar un material policristalino por movimiento de dislocación está relacionado con el tamaño de grano promedio.

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k}{d^{1/2}} \qquad \qquad \text{Ec. 1}$$

Donde  $\sigma y$  es el esfuerzo de cedencia,  $\sigma_0$  es la resistencia de la red al movimiento de las dislocaciones, *k* es un parámetro que depende del material, *d* es el tamaño de grano.

#### 4.4.3 Reforzamiento por partículas de segundas fases

El grado de endurecimiento por la dispersión de partículas en la matriz depende de: su distribución, fracción en volumen, diámetro promedio de las partículas y espaciamiento promedio interpartícula. Todos estos factores están íntimamente relacionados entre sí por lo que cualquier variación afecta a los otros. Las partículas de tamaño nanométrico actúan como una barrera efectiva al movimiento de las dislocaciones, incrementándose obviamente el esfuerzo al corte, por lo que el grado de endurecimiento está dado a nivel atómico. Es así como, las partículas reforzantes actúan de dos formas diferentes ante el movimiento de las dislocaciones. En la primera, las partículas ceden ante las dislocaciones y son cortadas. En la segunda, las partículas resisten el corte y las dislocaciones son forzadas a rodear las partículas dejando un lazo de dislocación alrededor de estas.

#### 4.5 Extrusión

Dadas las fuertes deformaciones a las que es sometido el material y las elevadas cargas resultantes, este proceso de compresión indirecta se realiza normalmente en caliente. De acuerdo con la manera en que se desarrolla el proceso, se puede clasificar en dos tipos:

#### 4.5.1 Extrusión directa

En este caso el metal extruido fluye en la misma dirección que el pistón. Se considera entonces que el lingote se desplaza con respecto a la cámara de compresión durante el proceso, dando como resultado que la presión sea función de la longitud del lingote [42].



Figura 4 Proceso de extrusión directa [42].

#### 4.5.2 Extrusión indirecta

El metal fluye en dirección opuesta a la del movimiento del pistón; en este caso el dado se encuentra montado regularmente dentro del contenedor. No existe movimiento relativo entre la pared del contenedor y el tocho, lo cual se traduce entonces en que la carga de extrusión no es función de la longitud del lingote, además de que es sensiblemente menor que para la extrusión directa. Es conveniente mencionar que, debido a las características del proceso, éste tiene limitaciones y requiere además de un herramental complicado lo cual restringe su campo de aplicación, dando como resultado que la extrusión directa sea el método más utilizado [42].



Figura 5 Proceso de extrusión indirecta [42].

4.5.3 Variables principales en el proceso de extrusiónLas principales variables (Figura 6) que influyen en la fuerza necesaria para causar la extrusión y afectan la calidad del material que sale de la matriz son [42]:

- Relación de extrusión
- Temperatura de trabajo
- Velocidad de deformación
- Esfuerzo de flujo de aleación



Figura 6 Principales variables en el proceso de extrusión, área del contenedor A<sub>C</sub>, área de extrusión A<sub>E</sub>, temperatura del contenedor T<sub>C</sub> y temperatura del tocho T<sub>B</sub> [42].

#### 4.5.3.1 Relación de extrusión.

La relación de extrusión (ER) de una matriz de orificios múltiples se define por:

$$ER = \frac{Ac}{n(A_E)} \qquad Ec. (2)$$

donde n es el número de agujeros simétricos, Ac es el área del contenedor y A<sub>E</sub> es el área de extrusión. La relación de extrusión de una forma es una clara indicación de la cantidad de trabajo mecánico que se producirá a medida que se extruye la forma. La deformación efectiva es una función de la relación de extrusión y, finalmente, la presión de extrusión requerida para extruir es una función de la deformación. Cuando la relación de extrusión de un perfil es baja, la cantidad de deformación plástica también es baja. Como resultado, la cantidad de trabajo realizado durante la extrusión será menor. En el aluminio extruido con una relación de extrusión baja, la estructura será similar a la del aluminio fundido (grano grueso). Esta estructura será mecánicamente débil y, como resultado, es posible que no se garantice que las formas con una relación de extrusión de extrusión será mecánicamente débil y.

físicas del material. Cuando la relación de extrusión es alta, la situación es todo lo contrario a lo esperado. La presión de extrusión requerida para empujar el metal a través de la matriz será mayor debido a una mayor cantidad de tensión plástica. El rango de relación de extrusión normal en la práctica de la industria para aleaciones duras es desde 10 a 1 hasta 35 a 1, y para aleaciones blandas, desde 10 a 1 hasta 100 a 1. Sin embargo, estos límites normales no deben considerarse absolutos porque la forma real de la extrusión afecta los resultados.

#### 4.5.3.2 Temperatura de extrusión.

La extrusión se clasifica comúnmente como un proceso de trabajo en caliente. El trabajo en caliente se define como la deformación en condiciones de temperatura y velocidad de deformación, de modo que los procesos de recuperación tienen lugar simultáneamente con la deformación. La extrusión se lleva a cabo a temperaturas elevadas para metales y aleaciones que no tienen suficiente rango de plasticidad a temperatura ambiente y también para reducir las fuerzas requeridas para la extrusión.

La temperatura es uno de los parámetros más importantes en la extrusión. La tensión de flujo se reduce si se aumenta la temperatura y, por lo tanto, la deformación es más fácil, pero al mismo tiempo, se reduce la velocidad máxima de extrusión porque la temperatura localizada puede conducir a la temperatura de fusión incipiente. Los cambios durante la extrusión dependen de la temperatura del tocho, la transferencia de calor del tocho al contenedor y el calor desarrollado por la deformación y la fricción. En la práctica real de la extrusión de aluminio, los cambios térmicos muy complejos comienzan tan pronto como se carga el tocho caliente en el recipiente normalmente precalentado y se inicia la extrusión.

#### 4.5.3.3 Velocidad de extrusión.

El comportamiento de un metal en el proceso de extrusión puede ser influenciado por la velocidad de deformación. Ya que al aumentar la velocidad del pistón aumenta la presión de extrusión, así como la temperatura. Este aumento se debe al hecho de que la velocidad de deformación es directamente proporcional a la velocidad del pistón y la magnitud del calor generado es proporcional a la velocidad de deformación. Por otro

lado, cuanto más lenta sea la velocidad del pistón, más tiempo estará disponible para que fluya el calor generado. La conducción de calor es más pronunciada con el aluminio debido a su mayor conductividad.

#### 4.5.3.4 Estrés de flujo de material.

Una verdadera curva de tensión-deformación con frecuencia se denomina curva de flujo porque proporciona la tensión necesaria para hacer que el metal fluya elásticamente a cualquier deformación determinada. La tensión de flujo es importante porque en el proceso de deformación plástica, la carga o tensión de formación es una función de la geometría de la pieza, la fricción y la tensión de flujo del material deformante. La tensión de flujo del material deformante. La tensión de flujo del material está influenciada por los siguientes factores:

• Química y microestructura metalúrgica del material

• Temperatura de deformación, la cantidad y velocidad de deformación.

#### 4.6 Tribología

La Tribología se centra en el estudio de tres fenómenos; la fricción entre dos cuerpos en movimiento, el desgaste como efecto natural de este fenómeno y la lubricación como un medio para evitar el desgaste

#### 4.6.1 Fricción

Se define como fuerza de rozamiento o fuerza de fricción entre dos superficies en contacto a la fuerza que se opone al movimiento de una superficie sobre la otra (fuerza de fricción cinética) o a la fuerza que se opone al inicio del movimiento (fuerza de fricción estática). Toda fuerza de fricción se opone a la dirección del movimiento relativo [43].

#### 4.6.1.1 Leyes de la fricción para cuerpos sólidos

• La fricción es de igual dirección y sentido contrario al movimiento del cuerpo.

• La fricción es prácticamente independiente del área de la superficie de contacto.

• La fricción depende de la naturaleza de los cuerpos en contacto, así como del estado en que se encuentren sus superficies. • La fricción es directamente proporcional a la fuerza normal que actúa entre las superficies de contacto.

• Para un mismo par de cuerpos, la fricción es mayor en el momento de arranque que cuando se inicia el movimiento.

• La fricción es prácticamente independiente de la velocidad con que se desplaza un cuerpo sobre otro.

#### 4.6.1.2 Mecanismo de fricción en deslizamiento

4.6.1.2.1 Mecanismo de fricción por adhesión

Para materiales dúctiles en deslizamiento, en los puntos de contacto individual se generan altas presiones que causan soldadura local y las soldaduras formadas son cortadas subsecuentemente por deslizamiento relativo de las superficies. La rotura ocurre en las regiones más débiles en cualquier parte de la intercara. Después de romper los contactos existentes se forman nuevos contactos [44].



Figura 7 Mecanismo de fricción por adhesión durante el deslizamiento [44].

#### 4.6.1.2.2 Mecanismo de fricción por impurezas abrasivas

En este mecanismo la fuerza de fricción depende de la resistencia de los materiales. En el caso de fricción entre materiales con elevado desgaste, los fragmentos desprendidos pueden intervenir en el deslizamiento actuando como abrasivos, en este caso las superficies se destruyen rápidamente y los coeficientes de fricción son muy elevados e inestables [44].



Figura 8 Mecanismo de fricción por impurezas abrasivas [44].

#### 4.6.1.2.3 Mecanismo de fricción por deformación

Se basa en la interacción micro y macroscópica que puede ocurrir durante el deslizamiento de una superficie respecto a otra, donde las asperezas del material más duro producen surcos en la superficie más blanda causando deformación plástica, esta interacción puede resultar en fractura, rotura o fragmentación. El arado no solo aumenta la fuerza de fricción, sino que también crea partículas de desgaste las cuales aumenta la fricción y el desgaste [44].



Figura 9 Mecanismo de fricción por deformación [44].

#### 4.6.2 Desgaste

El desgaste se puede definir como alteración de una superficie sólida por pérdida o desplazamiento progresivo de material debido al movimiento relativo entre esa superficie y una sustancia o sustancias en contacto. Debe considerarse que la resistencia al desgaste no es una propiedad del material y que el mecanismo de desgaste de un material en particular y la velocidad de desgaste asociada dependen críticamente de las condiciones precisas a las que está sometido. Por lo tanto, es imposible generalizar en términos simples sobre el comportamiento de uso de cualquier material, y los compuestos de matriz metálica no son una excepción [45].

En general, los sistemas de ingeniería implican el movimiento relativo entre componentes fabricados a partir de metales y no metales, y se han identificado seis tipos principales de desgaste, como sigue, [43]:

#### 4.6.2.1 Desgaste adhesivo

Esta forma de desgaste ocurre cuando dos superficies se deslizan una contra otra bajo presión. Los puntos de contacto, proyecciones microscópicas o la aspereza de la unión en la interfase donde ocurre el deslizamiento debido a los altos esfuerzos localizados, lo que lleva a que las fuerzas de deslizamiento fracturen la unión, desgarrando al material de una superficie y transfiriéndolo a otra, lo que puede ocasionar posteriormente mayor daño.

#### 4.6.2.2 Desgaste abrasivo

Es la remoción de material de la superficie en contacto por superficies duras en superficies de coincidencia, o con superficies duras que presentan un movimiento relativo en la superficie desgastada. Cuando es el caso de partículas duras, ellas pueden encontrarse entre las dos superficies que se deslizan entre sí o se podrían incrustar en cualquiera de las superficies. Es conveniente aclarar que este tipo de desgaste se puede presentar en estado seco o bajo la presencia de un fluido.

#### 4.6.2.3 Desgaste por ludimiento

Esta forma de desgaste aparece como resultado del movimiento oscilatorio de dos superficies en contacto, como sucede en máquinas donde existe vibración entre las partes.

#### 4.6.2.4 Desgaste por fatiga

Es probable que el modo predominante de la mayoría de los tipos de desgaste sea por desprendimiento de material de la superficie por fatiga, ya sea que la naturaleza del movimiento sea unidireccional o de vaivén. Clasificar un tipo particular de falla como desgaste por fatiga puede ser confuso. Sin embargo, a fin de hacer una clasificación, el término desgaste por fatiga se reserva para identificar la falla de contactos lubricados en casos como los rodamientos de bolas o rodillo, engranes, levas y mecanismos

impulsores de fricción. La pérdida de material es por desprendimiento de superficiales y por picaduras, como en los engranes

#### 4.6.2.5 Desgaste por erosión

Este tipo de desgaste ocasiona pérdidas de material en la superficie por el contacto con un líquido que contiene en suspensión cierta cantidad de partículas, siendo esencial el movimiento relativo entre el fluido y la superficie, ya que la fuerza de las partículas, que de hecho son responsables del daño, se aplica cinemáticamente. En el desgaste erosivo es donde el movimiento relativo de las partículas sólidas es casi paralelo con las superficies erosionadas se denomina erosión abrasiva, por otro lado, la erosión en la que el movimiento relativo de las partículas es casi normal (perpendicular) a la superficie erosionada se conoce como erosión de bajo impacto.

#### 4.6.2.6 Desgaste por corrosión

En esta forma de desgaste las reacciones químicas o electroquímicas con el medio ambiente contribuyen significativamente en la velocidad del desgaste. En algunas ocasiones, las reacciones químicas ocurren primero y son seguidas por una remoción de los productos de la corrosión mediante una acción mecánica (abrasión), de otra manera, la acción mecánica podría preceder a la acción química dando como resultado la creación de pequeñas partículas de desperdicio.

# 5 Metodología experimental

El desarrollo de la tesis para una mejor comprensión se dividió en 2 etapas, la primera enfocada en la síntesis y caracterización de las aleaciones Al-Cu-Mg reforzadas con carburo de tungsteno mediante técnica de metalurgia de polvos y la segunda, enfocada en el ensayo de desgaste mediante pin-on-disc.

5.1 Síntesis y caracterización de aleaciones de Al-Cu-Mg reforzadas con carburo de tungsteno mediante técnica de metalurgia de polvos (Etapa 1).

Los polvos compuestos se sintetizaron mediante aleado mecánico mezclando polvos puros (fig. 10) de Al (99.5% de pureza – malla 325), Cu (99.5% de pureza – malla 100), Mg (99.8% de pureza - malla 325) y WC (99.9% de pureza- malla 12000) en el porcentaje adecuado para obtener la composición química de la aleación Al-4Cu-1.5Mg con 0, 1, 2 y 3% en peso de WC. Para un primer análisis, se seleccionaron dos composiciones: Al-4Cu-1.5Mg y Al-4Cu-1.5Mg reforzado con 1% en peso de WC, con el fin de investigar la viabilidad de sintetizar un compuesto utilizando este reforzante. El proceso de molienda mecánica se realizó en un molino de bolas de alta energía (Spex-8000M). Los tiempos de molienda se establecieron en 3 y 5 h, y se utilizó una atmósfera protectora de argón en todas las moliendas. La relación bola-polvo fue 5 a 1 y se añadió metanol (0.5 mL) como agente de control del proceso. Las muestras compactadas preparadas a partir de polvos se obtuvieron mediante prensado de carga uniaxial, utilizando un molde de 6 mm de diámetro interno. Las muestras compactadas se consolidaron sinterizándolas a 450, 500 y 550 °C durante 3 h bajo una atmósfera protectora de argón. La muestra de referencia no se sometió a molienda; solo fue compactada y consolidada bajo las mismas condiciones de prensado y sinterización uniaxial.



Figura 10 Micrografías MEB-electrones secundarios, correspondientes a polvos elementales de partida de Al, Cu, Mg, WC.

Para la síntesis de las muestras utilizadas para el ensayo de desgate, las moliendas se realizaron en un molino de bolas de alta energía (E-Max) bajo una atmósfera protectora de argón durante 3 h. El medio de molienda (vial) y el medio de trituración (bolas) estaban hechos de acero endurecido, la proporción de bola a polvo fue 4:1 y se empleó metanol (3 mL) como agente de control del proceso.

Se utilizo un molino diferente para esta etapa (E-Max), ya que este molino tiene una capacidad mayor en cantidad de polvo utilizado respecto al molino (Spex). Se utilizo el tiempo de 3 h debido a que este tiempo es suficiente para lograr que los polvos obtenidos después de la molienda mecánica en ambos casos cumplan con el objetivo de dispersar las partículas de WC dentro de la matriz Al-Cu-Mg (fig. 11).



Figura 11 micrografías obtenidas mediante MEB-electrones retrodispersados- molino Spex 3 h (a) y molino E-Max 3 h (b).

Los polvos se compactaron mediante compresión uniaxial utilizando un dado con un diámetro interno de 40mm. Las muestras compactadas se sinterizaron a temperaturas de 500 °C durante 3 h bajo una atmósfera de argón. Posteriormente, las muestras se extruyeron con una relación de 16 y finalmente se sometieron a un proceso de recocido a 420 °C durante 3 h; esto último para eliminar las posibles tensiones residuales provocadas por el anterior proceso de extrusión en caliente y evaluar únicamente el efecto de la adicción de las partículas de WC [17]. A modo de comparación, se tomó la aleación no reforzada como muestra de referencia.

La caracterización microestructural se realizó mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) y microscopía electrónica de transmisión (MET), mientras que la caracterización estructural se realizó mediante difracción de rayos X (DRX). Los análisis por MEB se realizaron en un HITACHI SU 3500 (operado a 15 kV), las muestras MEB se prepararon mediante técnicas convencionales. Las observaciones de MET se realizaron en un HITACHI 7700 (operado a 120 kV). Las láminas para las observaciones de MET se prepararon a través de un JEM-9320-FIB (operado a 30 kV), se utilizó una fuente de iones de galio líquido. Los análisis de DRX se realizaron en un difractómetro Panalytical X'Pert PRO (40 kV, 35 mA) con radiación Cu K $\alpha$  ( $\lambda$  = 0,15406 nm). El tamaño de cristalita y los microesfuerzos se determinaron mediante el método de Williamson-Hall [46]. Las mediciones de dureza se realizaron utilizando un medidor de dureza Vickers LECO LM300AT con una carga de 100 g y 10 s de tiempo de permanencia. Se hicieron al menos

diez mediciones en cada muestra y luego se promediaron. Se utilizó una balanza electrónica para determinar la densidad de las muestras con una precisión de  $\pm$  0,1 mg; las muestras se pesaron en aire y luego se sumergieron en agua destilada para calcular la densidad utilizando el principio de Arquímedes.



Figura 12 Diagrama de flujo de la caracterización y síntesis (etapa 1).

### 5.2 Ensayo pin-on-disc para desgaste por deslizamiento

Se cortaron muestras de 10 mm de altura de la barra compuesta (9,5 mm de diámetro) para la prueba de desgaste. Estas muestras se sujetaron a través de un porta muestras vertical contra un disco giratorio horizontal cubierto con los medios abrasivos mediante un mecanismo en voladizo [30, 47]. Las muestras se sometieron a las pruebas de desgaste por deslizamiento contra los papeles abrasivos de SiC número 180, 240 y 400. Se utilizaron cargas de 3.0 N y 5.0 N. Las pruebas se realizaron a temperatura ambiente utilizando una constante de agua como lubricante para evitar el deterioro de los papeles abrasivos de SiC. Por lo tanto, el agua provocó una disminución en la temperatura de prueba y tiró el material eliminado. Se empleó un disco que giraba a una velocidad fija de 2 m/s contra las muestras. La distancia total de deslizamiento fue de 300 m y se tomaron medidas en el peso de las probetas cada 100 m, y el papel de lija se conservó durante toda la distancia de deslizamiento. Las muestras se limpiaron ultrasónicamente en metanol y se pesaron para calcular la pérdida de volumen de las muestras a partir de la densidad conocida en cada intervalo de la prueba, de acuerdo con ASTM G99-17. Se realizaron al menos tres corridas para cada condición de prueba y se informó el

promedio. La pérdida de volumen de las muestras, según Ec. (3) [24], se calculó a través de la pérdida de masa dividida por la densidad de los materiales de Arquímedes y los valores de la velocidad de desgaste de las muestras se calcularon para todas las muestras de acuerdo con la Ec. (4) [24]. La superficie desgastada se estudió mediante microscopía electrónica de barrido a través de un microscopio Hitachi SU 3500 (operado a 5 kV). El coeficiente de fricción se obtuvo utilizando un equipo Bruker UMT-3.

Perdida de volumen 
$$(mm^3) = \frac{\text{Perdida de peso (g)}}{\text{Densidad (g/mm^3)}}$$
 Ec. 3

 $Velocidad \ de \ desgaste \ (mm^3/km) = \frac{\text{Perdida de volumen } (mm^3)}{\text{Distancia de deslizamiento } (km)}$ Ec. 4



5.2.1 Diagrama de flujo de la experimentación (parte 2).

Figura 13 Diagrama de flujo de la experimentación (etapa 2).

# 6 Resultados

# 6.1 Caracterización microestructural y estructural de los compuestos en polvo Al-Cu-Mg/WC

La figura 14 muestra imágenes MEB (electrones retrodispersados) de los compuestos de polvos de Al-Cu-Mg/WC obtenidos con varios tiempos de aleado mecánico. Se observaron diferencias significativas en los tamaños y morfologías de los polvos molidos, estas diferencias se atribuyen a la competencia entre los dos eventos principales que ocurren durante el proceso de molienda: trabajo en frío, que disminuye la ductilidad de los polvos, aumentando su probabilidad de fractura, y soldadura en frío, que aumenta el tamaño de las partículas [48]. En la muestra de referencia (tiempo de molienda 0 h) (Fig. 14a-b), las partículas se distribuyen al azar, y no se incorpora material de refuerzo en la matriz. Sin embargo, después de 3 y 5 h de molienda (Fig. 14c-f), los elementos de aleación (Cu y Mg) se distribuyeron homogéneamente y las partículas de WC son distribuidas homogéneamente e incorporadas uniformemente en la matriz. El proceso de soldadura en frío dominó en muestras con 3 h de molienda, lo cual es evidente por la formación de aglomerados y el aumento del tamaño de partícula. Por el contrario, el proceso de fractura dominó en las muestras con 5 h de molienda, dando lugar a un tamaño de partícula menor.



Figura 14 Micrografías de MEB-electrones retrodispersados- obtenidas a partir de polvos de Al-Cu-Mg/WC después de diferentes tiempos de aleado mecánico: a-b) 0 h, c-d) 3 h y e-f) 5 h.

Para evaluar la distribución y la homogeneidad de las partículas de refuerzo en la microestructura. Además, se obtuvieron imágenes de mapeo elemental MEB-EDS en las secciones transversales de polvos compuestos, para muestras molidas para 0, 3 y 5 h (Fig. 15a, b y c, respectivamente). La dispersión de elementos en las muestras de referencia (0 h de molienda) no fue uniforme, y no se observó difusión. Por el contrario,

en el caso de los polvos molidos, un aumento en la difusión de Cu y Mg en la matriz con el tiempo de molienda y una fase rica en Cu con morfología laminar fue observada. Sin embargo, el tamaño de dicha fase disminuyó a medida que aumentaba el tiempo de molienda; este fenómeno se atribuye a los repetidos ciclos de la soldadura y fractura que ocurren durante el aleado mecánico [39].



Figura 15 Micrografías y mapeo elemental MEB-EDS de sección transversal obtenidas a partir de polvos de Al-Cu-Mg/WC después de diferentes tiempos de aleado mecánico, a) 0 h, b) 3 h y c) 5 h.

La figura 16 muestra los patrones de difracción de rayos X, tamaño de cristalita, parámetro de red y microdeformaciones de los polvos compuestos de Al-Cu-Mg/WC obtenidos con varios tiempos de aleado mecánico. En los patrones de difracción de rayos X (Fig. 16a), los picos característicos de Al y Cu disminuyeron en intensidad y se ensancharon cuando aumentó el tiempo de molienda; este comportamiento está relacionado con el refinamiento de cristalita y la formación de una solución sólida parcial (como puede ser visto en la Fig. 15) [49]. Los picos característicos de WC no cambian significativamente y los de Mg no fueron detectados, debido a la baja cantidad de este elemento (por debajo del límite de detección del equipo). La ausencia de este último también puede estar relacionada con la destrucción de orden de largo rango debido al proceso de aleado mecánico, el cual produce una intercara de solución sólida entre la matriz y el Mg [50].

En la figura 16b se muestran los efectos del tiempo de molienda sobre el tamaño de cristalita, parámetro de red y las microdeformaciones de los polvos compuestos de Al-Cu-Mg/WC. El tamaño de cristalita disminuyó de forma gradual y asintótica a medida que aumentaba el tiempo de molienda, y esta disminución después de 3 h de molienda era más significativa que después de 5 h. Se han informado resultados similares en otras publicaciones [51]; el efecto de refinado sobre el tamaño de cristalita se debilita para tiempos de molienda superiores a 4 h. El aumento del tiempo de molienda también conduce a un parámetro de red más alto debido a la difusión de átomos de Cu y Mg en la matriz de Al; Además, también se observó un aumento en las microdeformaciones, y esto se asocia con defectos estructurales generados durante el proceso de molienda [52].



Figura 16 Patrones de difracción de rayos X del polvo de Al-Cu-Mg/WC (a), tamaño de cristalita, parámetro de red y microdeformaciones de la matriz de aluminio (b). Todo en función del tiempo de aleado mecánico.

La figura 17 muestra imágenes MEB-electrones retrodispersados- obtenidas de la sección transversal de los compuestos de Al-Cu-Mg/WC preparados con diferentes tiempos de molienda y condiciones de sinterizado. Como puede observarse, la morfología de la fase rica en Cu cambia de laminar a irregular. La distribución espacial y el tamaño de esta fase en las muestras no molidas son diferentes a las observadas en las muestras molidas, y esto está relacionado con la distribución de Cu en la matriz después del proceso de aleado mecánico. Sin embargo, se ha informado que esta fase desaparece después del tratamiento térmico en solución [47]. Por otro lado, la porosidad aumenta con el tiempo de molienda; esto se atribuye al efecto de endurecimiento provocado por la deformación y la distribución homogénea de las partículas duras. Los efectos de endurecimiento inhiben la densificación de los compuestos y, por tanto, se requiere una mayor presión para consolidar una matriz dúctil endurecida tanto por el proceso de molienda como por la dispersión de partículas duras [53].



Figura 17 Micrografías de MEB-electrones retrodispersados- obtenidas de muestras de Al-Cu-Mg/WC después de 0, 3 y 5 h de tiempo de aleado mecánico y temperatura de sinterizado de 450, 500 y 550 °C.

La fig. 18 muestra los patrones DRX de compuestos de Al-Cu-Mg/WC obtenidos con varios tiempos de molienda y temperaturas de sinterizado. Los picos de Al de los compuestos sinterizados son más nítidos e intensos que los observados para los polvos, y esto se atribuye al crecimiento de grano. Los picos característicos de WC no cambian significativamente. Se ha informado que la descomposición de la fase WC promueve la liberación de tungsteno libre, que puede reaccionar con el Al para formar el compuesto intermetálico Al<sub>12</sub>W a aproximadamente 550 °C [15]. El análisis DRX no dio evidencia de la formación de Al<sub>12</sub>W, lo que sugiere que la fase WC no se descompuso. Se observaron picos de Cu elemental solo para la muestra sinterizada a 450 °C y con 0 h de molienda. Para todas las muestras, la intensidad de los picos de fase característicos de Al<sub>2</sub>Cu aumentó a medida que aumentaba la temperatura de sinterizado y el tiempo de molienda. Sin embargo, esta fase no se observó en la muestra sinterizada a 450 °C y con 0 h de

molienda; esto se asocia a la presencia de Cu elemental en estas condiciones, es decir, los elementos se distribuyen mejor en los compuestos molidos y se favorece el proceso de difusión a menor temperatura [47, 54]. Se puede formar una fase de Al<sub>2</sub>CuMg en el sistema; sin embargo, su ausencia puede estar relacionada con su baja fracción de volumen y el límite de detección del equipo utilizado para el análisis.



Figura 18 Patrones de difracción de rayos X de muestras de Al-Cu-Mg/WC en función del tiempo de aleado mecánico, a) 0 h, b) 3 h y c) 5 h, y temperatura de sinterizado.

La figura 19 (a) muestra el tamaño de cristalita, (b) microdeformaciones y (c) parámetro de red de los compuestos de Al-Cu-Mg/WC preparados con diferentes tiempos de molienda en función de la temperatura de sinterizado. El tamaño de cristalita aumentó en función de la temperatura de sinterizado durante los tiempos de molienda investigados. El crecimiento de cristalita fue más rápido en muestras molidas durante 5 h, y esto se atribuye a la cantidad significativa de energía almacenada generada durante la aleado mecánico [55]. Las microdeformaciones en muestras con 3 y 5 h de molienda disminuyeron a medida que aumentaba la temperatura de sinterizado. Las variaciones del parámetro de red podrían considerarse insignificantes ya que los valores obtenidos fueron muy similares independientemente del tiempo de molienda y la temperatura de sinterizado. Por lo tanto, se puede suponer que el parámetro de red no se ve afectado por las variables experimentales en el rango investigado. Las observaciones descritas anteriormente están relacionadas con la temperatura y los fenómenos de difusión generados [56], que son los procesos más críticos para la recuperación de las deformaciones internas [57].



Figura 19 Tamaño de cristalita (a), microdeformaciones (b) y parámetro de red (c) de la matriz de aluminio en función del tiempo de aleado mecánico y la temperatura de sinterizado.

La figura 20 muestra una partícula de WC dispersa en una matriz de Al-Cu-Mg y un espectro de exploración EDS lineal correspondiente (línea recta verde). El gradiente de composición generado en la intercara matriz/partícula sugiere la existencia de una reacción química y la difusión de elementos desde la partícula a la matriz y viceversa. La difusión mutua entre la matriz y la partícula asegura efectos de transferencia de carga y deformación colaborativa de las partículas de carburo y la matriz [58]. Además, la unión por difusión es una técnica común de procesamiento de estado sólido para unir metales similares o diferentes. La unión metal-cerámica a alta temperatura se ve reforzada por la interdifusión de átomos [59]. Por lo tanto, se espera una unión fuerte considerando la presencia de un gradiente de concentración en la intercara matriz/partícula.

Sin embargo, se requiere un análisis detallado para complementar los hallazgos del presente trabajo, ya que se sabe que la estructura y las propiedades de la intercara entre los constituyentes determinan las propiedades finales de los compuestos.



Figura 20 Imagen MET de una partícula de WC dispersa en la matriz de aluminio y el correspondiente barrido EDS lineal (línea verde). También se incluyen la intercara matriz/partícula, el gradiente de composición (CG) y las variaciones de AI (azul), W (rojo) y C (violeta) a lo largo del análisis.

La figura 21 muestra la microdureza Vickers de los compuestos Al-Cu-Mg/WC obtenidos con diferentes temperaturas de sinterizado en función del tiempo de molienda. La microdureza aumentó cuando el tiempo de molienda se incrementó de 0 a 3 h. Sin embargo, disminuyó cuando el tiempo de molienda se incrementó a 5 h. La microdureza más alta (206 HV) se obtuvo a partir de muestras molidas durante 3 horas y sinterizadas a 450 °C. El aumento del tiempo de molienda favorece la distribución homogénea de las partículas duras y el endurecimiento de la matriz debido al proceso de deformación plástica, aumentando la porosidad y disminuyendo la microdureza, como se muestra en la Fig. 21 [53].



Figura 21 Valores de microdureza Vickers de muestras de Al-Cu-Mg/WC en función del tiempo de aleado mecánico y la temperatura de sinterizado.

#### 6.2 Comportamiento al desgaste

La Fig. 22 muestra los patrones de DRX (a) y HV (b) de la aleación Al-Cu-Mg y sus compuestos sintetizados. Con respecto a los patrones de DRX, la aleación Al-Cu-Mg muestra picos correspondientes a las fases Al y Al<sub>2</sub>Cu, y los compuestos muestran picos adicionales correspondientes a la fase de WC. Además, los compuestos presentan incrementos en la intensidad de los picos de WC en función del contenido de WC. En

cuanto a microdureza, los compuestos muestran incrementos en los valores de HV según el contenido de WC y todos los compuestos muestran valores de HV más altos con respecto a la aleación Al-Cu-Mg. Investigadores han atribuido el aumento de la dureza como uno de los factores de mayor resistencia al desgaste junto con el contenido de volumen de la segunda fase [60]. En este estudio, aumentando el WC, de 1 a 3% en peso, la dureza del material del compuesto aumentó de 126.6 a 150.8 HV. La tabla 4 muestra los valores de densidad experimentales, teóricos, geométricos y de densidad relativa de la aleación y sus compuestos sintetizados, se observó un incremento de la densidad experimental, teórica y geométrica en función del contenido de WC, este es un resultado esperado debido a que la densidad de WC es mayor al de los elementos de las aleaciones, lo que genera un aumento en la densidad de los compuestos, este valor aumenta a medida que aumenta el contenido de WC. Se observó una disminución de la densidad relativa que puede deberse a la adición de partículas de refuerzo duras que afectan tanto la compresibilidad como la sinterabilidad de los compactos [2]. De esta forma, la densidad relativa de los compactos disminuye debido a la presencia de la porosidad.



Figura 22 Patrones de DRX (a) y HV (b) de la aleación Al-Cu-Mg y sus compuestos sintetizados después del proceso de recocido.

Nombre de muestra	Densidad teórica (g/cm³)	Densidad geométrica (g/cm³)	Densidad de Arquímedes (g/cm <sup>3</sup> )	Densidad relativa
Al-4.5Cu-1.5Mg (aleación de Al)	2.818	2.733	2.782	0.99
Aleación de Al-1%en peso WC	2.896	2.735	2.796	0.97
Aleación de Al-2%en peso WC	2.974	2.742	2.806	0.94
Aleación de Al-3%en peso WC	3.052	2.757	2.823	0.92

Tabla 4 Valores de densidad experimentales y teóricos de muestras consolidadas.

La fig. 23 muestra el comportamiento de desgaste de la aleación Al-Cu-Mg y sus compuestos con cargas de 3 y 5 N sobre papel abrasivo de SiC (lija) con diferentes tamaños de partículas. Se observó un comportamiento lineal en los valores de pérdida de volumen a medida que aumenta la distancia de deslizamiento. Además, se notó una mayor pérdida de volumen a 5 N de carga en comparación con 3 N independientemente del número de lija utilizado. Sin embargo, para la lija con el tamaño de partícula más pequeño y 3 N de carga, la diferencia en la pérdida de volumen fue menor.

Por otro lado, con la lija de mayor tamaño de partícula (menor número), la aleación Al-Cu-Mg presentó una mayor pérdida de volumen independientemente de la carga. No obstante, cuando el tamaño de partícula es bajo (independiente de la carga), se observó un comportamiento muy similar entre la aleación Al-Cu-Mg y los compuestos. Comparando la aleación Al-Cu-Mg y el compuesto 3% en peso de WC, a 300 m de distancia de deslizamiento con diferentes cargas y lijas, la diferencia en la pérdida de volumen fue de alrededor de + 17% (Fig. 11a), + 20% (Fig. 11b), + 2% (Fig. 11c), + 11% (Fig. 11d), + 16% (Fig. 11e) y -11% (Fig. 11f). A partir de los valores mostrados, se pudo notar que la pérdida de volumen disminuyó a medida que el abrasivo se volvía más fino. Este comportamiento indicó que el uso de lijas más finas y una reducción progresiva de la carga condujeron a un comportamiento similar en el comportamiento de desgaste entre la aleación Al-Cu-Mg y sus compuestos debido a las condiciones de desgaste menos severas.

Los gráficos también indicaron que los compuestos sintetizados mediante aleado mecánico con el mayor contenido de WC mostraron un buen rendimiento en las condiciones de desgaste más severas utilizadas en el presente estudio. A partir de estos resultados, se puede señalar que existe una estrecha relación entre el aumento de la resistencia al desgaste y los resultados de dureza, que se muestran en la Fig. 22 b. Así, este comportamiento puede explicarse por una excelente dispersión de las partículas de WC en el Matriz de Al-Cu-Mg.

La pérdida de volumen debido al aumento de la distancia de deslizamiento y la carga está directamente relacionada con el tamaño de las partículas abrasivas de las lijas de SiC, que afecta la profundidad de las ranuras, la capacidad de corte y el comportamiento de desgaste [30, 61]. Sin embargo, en condiciones de desgaste severas, el compuesto reforzado con WC mostró menor pérdida de volumen y mayor resistencia al desgaste debido a una distribución espacial homogénea de estas partículas de refuerzo y una excelente unión interfacial, partículas de WC/matriz de Al-Cu-Mg lo que ayuda a la capacidad de transferencia de carga del material compuesto y restringe la deformación de la matriz al limitar el movimiento de las dislocaciones [18, 25]. En este sentido, otros investigadores [30] señalaron que la resistencia al desgaste depende principalmente de la resistencia y dureza de las partículas de refuerzo. Sin embargo, también se deben considerar el tamaño y la distribución espacial de las partículas de refuerzo y los enlaces interfaciales. La causa de esto se atribuyó a la menor ductilidad del compuesto en bulk, que podría ocurrir cuando la aleación de Al-Cu-Mg se endurece con una partícula dura, por ejemplo, carburo de boro B<sub>4</sub>C [18] o con endurecimiento por trabajo durante el aleado mecánico, este hecho es claramente relacionado con la mejora de la dureza de las muestras reforzadas y de acuerdo con la ecuación de Archard (Ec. 5) [2].

$$Q = K \frac{W}{H}$$
 Eq. 5

En esta ecuación, Q es la tasa de desgaste (mm<sup>3</sup>/km), el volumen de material desgastado por distancia, W es la carga aplicada, K es una constante llamada coeficiente de

desgaste y H es la dureza de la muestra en la escala de Vickers (kg/mm<sup>2</sup>). De la ecuación de Archard, es evidente que la resistencia al desgaste de los materiales está directamente relacionada con su dureza. Como se observa en las figuras 22b y 24b.

Por otro lado, el papel de SiC abrasivo más fino provocó una menor disminución en la pérdida de volumen en las muestras y un comportamiento de desgaste similar entre la aleación Al-Cu-Mg y el compuesto. Este comportamiento se atribuyó al contenido y tamaño de las partículas de refuerzo y al tamaño de las partículas abrasivas, es decir, cuanto mayor es el tamaño de las partículas abrasivas, más significativo es el efecto de las partículas de refuerzo; en el caso contrario, donde el papel de lija tiene el tamaño de partícula más pequeño, la aleación pura terminará "pegándose" al papel de lija, evitando su posterior desgaste. Los compuestos, al presentar partículas de WC, eventualmente desprenden el aluminio pegado al papel de lija, permitiendo que continúe el desgaste. Por esta razón, el desgaste con papel de lija más fino es un poco mayor en los composites, este comportamiento se observó en los composites de Al-CNT [47].





Figura 23 Comportamiento al desgaste del sistema Al-Cu-Mg y sus compuestos sintetizados con cargas de 3 y 5 N sobre papel abrasivo SiC con diferentes tamaños de grano.

La figura 24 muestra el coeficiente de fricción a) y la velocidad de desgaste b) del sistema Al-Cu-Mg y sus compuestos sintetizados con cargas de 3 y 5 N. Hubo aumento del coeficiente de fricción para la aleación Al-Cu-Mg y sus compuestos sintetizados al aumentar la cantidad de WC, independientemente de la carga. Además, el coeficiente de fricción se observó más alto para la carga de 3 N en comparación con la carga aplicada de 5 N, que mostró una reducción para todas las muestras. De acuerdo con la velocidad de desgaste b), se observó que comparando una carga de 5 N contra 3 N la velocidad de desgaste fue mayor para una carga de 5 N, independientemente del papel

abrasivo utilizado, además, para mayor número en el papel abrasivo se observó disminución de la velocidad de desgaste de los materiales compuestos cuando se aumentó el WC y caso diferente cuando se utilizó un número menor en el papel abrasivo. Como se esperaba, la pérdida de peso y la velocidad de desgaste para todas las muestras con una carga aplicada de 5 N fueron superiores a la carga de 3 N.

La dureza influye significativamente en la fricción, el aumento de la dureza por diferentes procesos resulta en un aumento del coeficiente de fricción y es consistente con el comportamiento de fricción de la mayoría de los metales [62]. El coeficiente de fricción aumenta para la aleación Al-Cu-Mg y sus compuestos sintetizados debido al aumento de la dureza (fig.22 b), al aumentar la cantidad de WC, porque independientemente de la carga, las partículas de refuerzo duro de WC pueden actuar como un obstáculo contra el movimiento entre la muestra y la contraparte. Además, el coeficiente de fricción se observó alto para cargas más bajas y reducido para cargas más bajas, la película de transferencia se mantiene estable durante más tiempo y el aumento de temperatura también es bajo, mientras que a cargas más altas, la película de transferencia se destruye a una velocidad más rápida y el aumento de temperatura también es alto [63].



Figura 24 Coeficiente de fricción a) y velocidad de desgaste b) del sistema Al-Cu-Mg y sus compuestos sintetizados con cargas de 3 y 5 N.

La fig. 25 muestra micrografías MEB de las superficies desgastadas para la aleación Al-Cu-Mg y el compuesto 3% en peso de WC bajo las condiciones de desgaste ilustradas en la fig. 23 d y f. Todas las muestras presentaron ranuras y regiones de delaminación en la dirección de deslizamiento. Además, se presentó una mayor deformación plástica y una superficie más rugosa en la aleación Al-Cu-Mg en comparación con el compuesto 3% en peso de WC, que mostró una superficie más lisa. Este comportamiento indicó una reducción sensible en la deformación plástica al aumentar la dureza del compuesto. Además, para la lija # 180, se observó una mayor delaminación en la aleación y en ambos casos (180 y 400) se observaron ranuras más pequeñas en el compuesto. La mejora de la resistencia al desgaste se debió principalmente a la dispersión de partículas de WC que mejoran el rendimiento mecánico, como se observó en los resultados de dureza de los compuestos.

Las ranuras a lo largo de la dirección de deslizamiento y las deformaciones plásticas en las superficies desgastadas son características típicas del desgaste abrasivo [18]. Lo anterior sugiere que los mecanismos de desgaste dominantes fueron el desgaste abrasivo acompañado de una delaminación [2, 64]. Tal comportamiento se atribuyó a la dureza superior del refuerzo, que mejora la resistencia al desgaste por deslizamiento de la matriz, generando una superficie desgastada más suave con ranuras más finas y con menor deformación plástica que la aleación Al-Cu-Mg [2]. Durante la caracterización MEB se observó que la extensión y el tamaño de la delaminación aumentaron con la carga. En este sentido, la teoría de la delaminación por desgaste sugiere que la superficie y el subsuelo se deforman plásticamente debido a la tracción superficial impuesta sobre las superficies deslizantes [65]. La adición de partículas cerámicas duras (WC) mejoró la resistencia al desgaste de los compuestos al evitar los contactos metálicos directos que indujeron la deformación del subsuelo y proteger la matriz más blanda durante el deslizamiento abrasivo y fortalecer la matriz de aluminio, retrasando, a su vez, los fenómenos de deformación plástica que pueden ser los principales responsables de la secuencia de degradación [9, 18, 66]. Esto es más evidente en condiciones más duras, principalmente para lijas con tamaño de partícula más grandes (# 180).



Figura 25 Micrografías MEB obtenidas de la aleación Al-Cu-Mg y del compuesto 3% en peso de WC sometido a desgaste por diferentes medios abrasivos a 5 N de carga y distancia de deslizamiento de 300 m.

La figura 26 muestra micrografías MEB y mapeo de elementos de la aleación Al-Cu-Mg y el compuesto 3% en peso de WC después de la prueba pin-on-disc con una carga de 5 N sobre lija # 180 y una distancia de deslizamiento de 300 m. El mapeo de elementos en las superficies desgastadas mostró la presencia de partículas de WC distribuidas homogéneamente en la matriz de Al. Además, se observó que las partículas de WC estaban distribuidas homogéneamente y tenían una distancia entre partículas de aproximadamente 3-5 micras.



Figura 26 Micrografías MEB y mapeo de elementos de la aleación Al-Cu-Mg (a) y el compuesto 3% en peso de WC (b) después de la prueba de pin-on-disc con una carga de 5 N usando lija # 180 con una distancia de deslizamiento de 300 m.

## 7 Conclusiones

Del estudio de la síntesis y caracterización de aleaciones de Al-Cu-Mg reforzadas con WC mediante técnica de metalurgia de polvos, las conclusiones son las siguientes: Se logró con éxito la dispersión homogénea de partículas de refuerzo de WC en la matriz (aleación Al-Cu-Mg) mediante un proceso de aleado mecánico. Además, se obtuvo una unión adecuada en la región de la intercara (partícula/matriz), esto debido a un gradiente de composición generado en dicha región. Las partículas de refuerzo no generan un efecto significativo sobre el tamaño de cristalita, las microdeformaciones y el parámetro de red del aluminio (matriz). Sin embargo, en el caso de los patrones de difracción de rayos X, se observó una disminución en la intensidad de los picos correspondientes a WC después de la sinterización a 550 °C. Este comportamiento sugeriría la formación de alguna fase con el contenido de W o C. Sin embargo, estos no fueron detectados, posiblemente debido a una baja fracción transformada. Asimismo, se observó un aumento en la porosidad y baja densificación de las muestras en función del tiempo de molienda y temperatura de sinterizado, lo que se atribuye a la deformación generada en la matriz por el proceso de aleado mecánico y la presencia de partículas duras con la distribución homogénea. Así, el mejor comportamiento de los compuestos en términos de características microestructurales y comportamiento de microdureza se consigue mediante la combinación de 3 h de tiempo de molienda y 450 °C de temperaturas de sinterizado.

Del estudio del comportamiento al desgaste del sistema Al-Cu-Mg reforzado con WC mediante metalurgia de polvos, se concluye que:

Una mejora del 20% en el valor de dureza para el compuesto 3 % en peso de WC, se observó con respecto a la aleación Al-Cu-Mg debido al reforzamiento resultante de las partículas de refuerzo. Para las mismas muestras, se observó una disminución en la pérdida de volumen de alrededor del 21% y 16% para cargas de 3 y 5 N, respectivamente. Este comportamiento mostró que el mayor contenido de WC redujo la pérdida de volumen debido a la buena distribución espacial de las partículas de refuerzo y la fuerza de unión interfacial. El coeficiente de fricción para la aleación Al-Cu-Mg y sus compuestos sintetizados se vio afectado por el aumento de WC, así como por la carga

aplicada. El mecanismo de desgaste dominante del compuesto fue el desgaste abrasivo acompañado de un mecanismo de delaminación, atribuido a la dureza superior del refuerzo, que generó una superficie desgastada más suave con ranuras más finas y con menor deformación plástica que la aleación Al-Cu-Mg. Además, el tamaño de partícula del papel de SiC tuvo efecto en relación con la partícula reforzada, ya que, a mayor tamaño de partícula del papel de SiC, mayor efecto del WC, se observa el caso contrario cuando el papel de lija presenta el tamaño de partícula más fino.

# 8 Referencias

- [1] R. Rajan, P. Kah, B. Mvola, and J. Martikainen, "TRENDS IN ALUMINIUM ALLOY DEVELOPMENT AND THEIR JOINING METHODS," *Rev. Adv. Mater. Sci.*, vol. 44, pp. 383-397, 2016.
- [2] N. Nemati, R. Khosroshahi, M. Emamy, and A. Zolriasatein, "Investigation of microstructure, hardness and wear properties of Al–4.5 wt.% Cu–TiC nanocomposites produced by mechanical milling," *Materials and Design*, vol. 32, pp. 3718–3729, 2011.
- [3] M. J. Ghazali, W. M. Rainforth, and H. Jones, "Dry sliding wear behaviour of some wrought, rapidly solidified powder metallurgy aluminium alloys," *Wear*, vol. 259, pp. 490–500, 2005.
- [4] F. Akhlaghi and A. Zare-Bidaki, "nfluence of graphite content on the dry sliding and oil impregnated sliding wear behavior of Al 2024–graphite composites produced by in situ powder metallurgy method," *Wear*, vol. 266, pp. 37–45, 2009.
- [5] M. Peters and C. Leyens, "AEROSPACE AND SPACE MATERIALS," *MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING*, vol. 3, pp. 1-11, 2009.
- [6] M. D. Bermúdez, G. Martínez-Nicolás, F. J. Carrión, I. Martínez-Mateo, J. A. Rodríguez, and E. J. Herrera, "Dry and lubricated wear resistance of mechanically-alloyed aluminium-base sintered composites," *Wear*, vol. 248, pp. 178–186, 2001.
- [7] T. Dursun and C. Soutis, "Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys," *Materials and Design*, vol. 56, pp. 862–871, 2014.
- [8] H. G. Prashantha Kumar and M. Anthony Xavior, "ASSESSMENT OF MECHANICAL AND TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF AI 2024- SiC - GRAPHENE HYBRID COMPOSITES," *Procedia Engineering*, vol. 174, pp. 992 – 999, 2017.
- [9] A. Lekatou *et al.*, "Aluminium reinforced by WC and TiC nanoparticles (ex-situ) and aluminide particles (in-situ): Microstructure, wear and corrosion behaviour," *Materials and Design*, vol. 65, pp. 1121–1135, 2015.
- [10] B. Zlaticanin, B. Radonjic, and M. Filipovic, "Characterization of Structure and Properties of As-cast AlCuMg Alloys," *Materials Transactions*, vol. 45, pp. 440-446, 2004.
- [11] B. Vijaya Ramnath *et al.*, "ALUMINIUM METAL MATRIX COMPOSITES A REVIEW," *Rev. Adv. Mater. Sci.,* vol. 38, pp. 55-60, 2014.
- [12] C. G. Garay-Reyes *et al.*, "Evaluation of hardness and precipitation in Zn-modified Al2024 alloy after plastic deformation and heat treatments," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 705, pp. 1-8, 2017.
- [13] F. Wang *et al.*, "Effect of Si addition on the microstructure and mechanical properties of Al–Cu–Mg alloy," *Journal of Alloys and Compounds,* vol. 585, pp. 474–478, 2014.
- [14] A. Abdollahi, A. Alizadeh, and H. R. Baharvandi, "Dry sliding tribological behavior and mechanical properties of Al2024–5 wt.%B4C nanocomposite produced by mechanical milling and hot extrusion," *Materials and Design*, vol. 55, pp. 471–481, 2014.
- [15] A. Evirgen and M. L. Öveçoğlu, "Characterization investigations of a mechanically alloyed and sintered Al–2wt%Cu alloy reinforced with WC particles," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 496, pp. 212–217, 2010.

- [16] T. Sathish and S. Karthick, "Wear behaviour analysis on aluminium alloy 7050 with reinforced SiC through taguchi approach," j m a t e r r e s t e c h n o l, vol. 9, pp. 3481– 3487, 2020.
- [17] R. Fernández, S. Cabeza, T. Mishurova, P. Fernández-Castrillo, G. González-Doncel, and G. Bruno, "Residual stress and yield strength evolution with annealing treatments in an age-hardenable aluminum alloy matrix composite," *Materials Science and Engineering: A,* vol. 731, pp. 344-350, 2018.
- [18] A. Mazahery and M. O. Shabani, "Influence of the hard coated B4C particulates on wear resistance of Al–Cu alloys," *Composites: Part B,* vol. 43, pp. 1302–1308, 2012.
- [19] G. Huang, W. Hou, and Y. Shen, "Evaluation of the microstructure and mechanical properties of WC particle reinforced aluminum matrix composites fabricated by friction stir processing," *Materials Characterization,* vol. 138, pp. 26-37, 2018.
- [20] K. Almadhoni and S. Khan, "Review of Effective Parameters of Stir Casting Process on Metallurgical Properties of Ceramics Particulate Al Composites," *IOSR Journal of Mechanical and Civil Engineering*, vol. 12, pp. 22-40, 2015.
- [21] J. M. Yan, X. F. Ma, W. Zhao, H. G. Tang, and C. J. Zhu, "Synthesis, crystal structure, and density of (W1xAlx)C," *Journal of Solid State Chemistry*, vol. 177, pp. 2265–2270, 2004.
- [22] E. Ghasali, A. H. Pakseresht, M. Agheli, A. H. Marzbanpour, and T. Ebadzadeh, "WC-Co Particles Reinforced Aluminum Matrix by Conventional and Microwave Sintering," *Materials Research.*, vol. 18, pp. 1197-1202, 2015.
- [23] H. G. Tang, X. F. Ma, W. Zhao, X. W. Yan, and R. J. Hong, "Preparation of W–Al alloys by mechanical alloying," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 347, pp. 228–230, 2002.
- [24] O. Yılmaz and S. Buytoz, "Abrasive wear of Al2O3-reinforced aluminium-based MMCs," *Composites Science and Technology*, vol. 61, pp. 2381–2392, 2001.
- [25] G. Rodríguez-Cabriales *et al.*, "Synthesis and characterization of Al-Cu-Mg system reinforced with tungsten carbide through powder metallurgy," *Materials Today Communications*, vol. 22, pp. 1-7, 2020.
- [26] A. Alizadeh and E. Taheri-Nassaj, "Mechanical properties and wear behavior of Al–2 wt.% Cu alloy composites reinforced by B4C nanoparticles and fabricated by mechanical milling and hot extrusion," *MAT E R I ALS C H A R A C T E R IZ AT ION*, vol. 67, pp. 119-128, 2012.
- [27] R. Pérez-Bustamante *et al.*, "Characterization of Al2024-CNTs composites produced by mechanical alloying," *Powder Technology*, vol. 212, pp. 390–396, 2011.
- [28] A. SIMON et al., "MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF Al-WC COMPOSITES," A R C H I V E S O F M E T A L L U R G Y A N D M A T E R I A L S, vol. 60, no. 2, pp. 1517-1521, 2015.
- [29] A. Pandiyan, G. Arun Kumar, S. Ranganthan, and S. Madhu, "Optimization of wear performance on aluminium die cast A360-M1 master alloy using response surface method," *Materials Today: Proceedings*, vol. 22, pp. 551-557, 2020.
- [30] M. Kök and K. Özdin, "Wear resistance of aluminium alloy and its composites reinforced by Al 2O 3 particles," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 183, pp. 301–309, 2007.
- [31] D. Mandal, B. K. Dutta, and S. C. Panigrahi, "Effect of coating on the wear properties of stir cast Al–2Mg base short steel fiber reinforced composites," *Materials Science and Engineering A*, vol. 460–461, pp. 485–493, 2007.

- [32] K. P. Gowda, J. N. Prakash, S. Gowda, and B. S. Babu, "Effect of Particulate Reinforcement on the Mechanical Properties of Al2024-WC MMCs," *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*, vol. 03, no. 06, pp. 469-476, 2015.
- [33] I. Polmear, D. StJohn, J.-F. Nie, and M. Qian, *Light alloys: metallurgy of the light metals*. Butterworth-Heinemann, 2017.
- [34] P. Ashokkumar, S. Ariharan, C. Thiyagarajan, and D. Vijayaganapathy, "Expermental Analysis Of Al6063 Alloy Metal Matrix With Boron Carbide And Graphite," *International Journal of Pure and Applied Mathematics*, vol. 120, pp. 3881-3893, 2018.
- [35] K. K. Chawla, *Composite Materials Science and Engineering*, Third ed. Springer Science & Business Media, 2012, p. 548.
- [36] M. Haghshenas, "Metal–Matrix Composites," *Reference module in materials science and materials engineering*, pp. 03950-3, 2016.
- [37] M. K. SURAPPA, "Aluminium matrix composites: Challenges and opportunities," *Sadhana*, vol. 28, pp. 319-334, 2003.
- [38] R. M. German, *Powder metallurgy science*. Princeton, N. J. 08540, U. S. A, . 279, 1984.
- [39] C. Suryanarayana, "Mechanical alloying and milling," *Progress in Materials Science*, vol. 46, no. 1-2, pp. 1-184, 2001.
- [40] E. M. Ruiz-Navas, C. E. da Costa, F. Velasco López, and J. M. Torralba Castelló, "Aleación mecánica: Método de obtención de polvos metálicos y de materiales compuestos," *Rev. Metal Madrid*, vol. 36, pp. 279-286, 2000.
- [41] D. R. Askeland, P. P. Fulay, and W. J. Wright, *Ciencia e ingeniería de materiales*. Cengage learning, 2017.
- [42] P. K. Saha, *Aluminum extrusion technology*. Asm International, 2000.
- [43] F. D. J. C. I. del Castillo Rodríguez, "Lecturas de Ingeniería 2: Tribología: Fricción, desgaste y lubricación," 2007.
- [44] M. A. Gómez Botero, *Caracterización de las propiedades tribológicas de los recubrimientos duros*. Universitat de Barcelona, 2006.
- [45] A. T. Alpas, S. Bhattacharya, and I. M. Hutchings, "Wear of particulate metal matrix composites," 2017.
- [46] G. K. WILLIAMSON and W. H. HALL, "X-RAY LINE BROADENING FROM FILED ALUMINIUM AND WOLFRAM," *Acta Metallurgica,* vol. 1, pp. 22-31, 1953.
- [47] R. Pérez-Bustamante *et al.*, "Wear behavior in Al2024–CNTs composites synthesized by mechanical alloying," *Wear* vol. 292–293, pp. 169–175, 2012.
- [48] C. Suryanarayana, "Synthesis of nanocomposites by mechanical alloying," *Journal of Alloys and Compounds,* vol. 509S, pp. S229–S234, 2011.
- [49] B. D. Cullity, *Elements of X-ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing, 1956.
- [50] C. Suryanarayana and N. Al-Aqeeli, "MECHANICALLY ALLOYED NANOCOMPOSITES," *PROGRESS IN MATERIALS SCIENCE*, vol. 58, no. 4, pp. 383-502, 2013.
- [51] M. Bendoumia, S. Triaa, and M. Azzaz, "Structural proprieties of the Al–Al4C3 nanocomposite produced via mechanical alloying and annealing," *Micro & Nano Letters,* vol. 12, pp. 630-632, 2017.
- [52] C. C. Koch, *Nanostructured materials: processing, properties and applications*. William Andrew, 2006.

- [53] G. Wu, Q. Zhang, X. Yang, Z. Huang, and W. Sha, "Effects of particle/matrix interface and strengthening mechanisms on the mechanical properties of metal matrix composites," *Composite Interfaces*, vol. 21, pp. 415–429, 2014.
- [54] T. Luangvaranunt, C. Dhadsanadhep, J. Umeda, E. Nisaratanaporn, and K. Kondoh, "Aluminum-4 mass%Copper/Alumina Composites Produced from Aluminum Copper and Rice Husk Ash Silica Powders by Powder Forging," *Materials Transactions*, vol. 51, pp. 756-761, 2010.
- [55] C. Sasikumar, S. Srikanth, R. Kumar, T. Alex, and S. Mehrotra, "Where does the energy go in high energy milling?," 2011.
- [56] L. K. Singh, A. Bhadauria, S. Jana, and T. Laha, "Effect of Sintering Temperature and Heating Rate on Crystallite Size, Densification Behaviour and Mechanical Properties of Al-MWCNT Nanocomposite Consolidated via Spark Plasma Sintering," Acta Metallurgica Sinica, vol. 31, pp. 1019–1030, 2018.
- [57] V. Dhanasekaran, T. Mahalingam, and R. J. E. T. Chandramohan, "Post Heat Treatment Effect on Electrochemically Synthesized CuO Thin Films," vol. 45, no. 24, p. 73, 2013.
- [58] L. Yixiong, Z. Zhenxing, C. Genghua, Z. Dezhi, Y. Chao, and L. Mingqiang, "Interface Structure and Mechanical Properties of 7075AI Hybrid Composite Reinforced with Micron Ti Metal Particles Using Pressure Infiltration," *Metals*, vol. 763, 2019.
- [59] S. Attar, M. Nagaral, H. N. Reddappa, and V. Auradi, "A review on particulate reinforced aluminum metal matrix composites," *Journal of Emerging Technologies and Innovative Research,* vol. 2, no. 2, pp. 225-229, 2015.
- [60] G. B. Veeresh Kumar and R. Pramod, "Influence of WC Particulate Reinforcement on the Mechanical Properties and Sliding Wear of Al6061 Alloys," *Applied Mechanics and Materials*, vol. 813-814, pp. 67-73, 2015.
- [61] L. Wang, F. Qiu, D. Yang, J. Liu, F. Chang, and Q. Jiang, "Effects of TiB2/TiCxratios on compression properties and abrasive wear resistance of in situ 50 vol.-% (TiB2–TiCx)/Al–Cu composites," *Powder Metallurgy*, vol. 61, no. 1, pp. 81-87, 2017.
- [62] Z. F. ZHANG, L. C. ZHANG, and Y.-W. MAI, "Particle effects on friction and wear of aluminium matrix composites," *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE*, vol. 30, pp. 5999-6004, 1995.
- [63] N. Natarajan, S. Vijayarangan, and I. Rajendran, "Wear behaviour of A356/25SiCp aluminium matrix composites sliding against automobile friction material," *Wear*, vol. 261, pp. 812–822, 2006.
- [64] R. Rao and S. Devi, "Wear regimes of Al-Cu-Mg matrix composites," *International Journal of Mechanical, Aerospace, Industrial, Mechatronic and Manufacturing Engineering,* vol. 7, pp. 6-6, 2013.
- [65] S. Jahanmir, "The relationship of tangential stress to wear particle formation mechanisms," *Wear*, vol. 103, no. 3, pp. 233-252, 1985.
- [66] R. G. Hidalgo-Hernandez, N. Plaza, and O. M. Suárez, "A study on tribological characterization of Al-Cu-Mg-B composites subjected to mechanical wear," *Science and Engineering of Composite Materials*, vol. 21, no. 3, 2014.