

# PONTIFICIA UNIVERSIDAD CATOLICA DEL PERU

## Escuela de Posgrado

### Maestría en Ingeniería y Ciencia de los Materiales



PONTIFICIA  
**UNIVERSIDAD**  
**CATÓLICA**  
DEL PERÚ

Evaluación de la resistencia al desgaste y resistencia a la corrosión de materiales compuestos AA5083-nanoTiCN fabricados mediante fricción batido

Tesis para optar por el título de magister en Ingeniería y Ciencia de los Materiales.

Alfredo Solórzano Malo

Asesor: Dr. Rumiche Zapata, Francisco A.

Lima, abril del 2016

## **AGRADECIMIENTOS**

Quisiera comenzar agradeciendo a DIOS por bendecirme en toda esta etapa de mi vida, y permitirme seguir para poder realizar todos mis sueños.

A la PONTIFICIA UNIVERSIDAD CATÓLICA DEL PERÚ y al CONCYTEC por darme la oportunidad de realizar la maestría mediante el convenio 012-2013-FONDECYT, el cual es una gran oportunidad para los jóvenes que sueñan con un mejor país y espero que iniciativas como estas perduren en el tiempo.

A mi asesor el Dr. Francisco Rumiche Zapata, por el apoyo total en todo momento para la realización del presente trabajo de investigación, al Bach. Daniel Poma por los consejos y apoyo.

Son muchas las personas que han formado parte de mi vida en estos 2 años, a las que me encantaría agradecerles su amistad, consejos, apoyo, ánimo y compañía. Algunas están aquí conmigo y otras en mis recuerdos y en mi corazón, sin importar en donde estén quiero darles las gracias por formar parte de mí, por todo lo que me han brindado y por todas sus bendiciones

En especial quisiera agradecer a mi madre Lucia Malo y Rosa Malo a ellas les debo todo.

## INDICE DE CONTENIDO

AGRADECIMIENTOS.....	i
INDICE DE CONTENIDO.....	ii
INDICE DE FIGURAS.....	iv
INDICE DE TABLAS.....	x
GLOSARIO.....	xi
RESUMEN.....	1
INTRODUCCION.....	3
OBJETIVOS.....	4
CAPÍTULO I: MARCO TEORICO.....	4
1.1. Procesamiento por fricción batido .....	5
1.2. Descripción del proceso de soldadura por fricción batido.....	5
1.3. Descripción de la herramienta.....	8
1.3.1. Geometría del pin y del hombro de la herramienta.....	9
1.3.2. Relación entre la velocidad de rotación y la velocidad de avance.....	11
1.3.3. Aspectos microestructurales de las aleaciones procesadas mediante fricción batido (FSP).....	15
1.3.4 FSP en aleaciones de aluminio.....	16
1.4 Resistencia a la corrosión de aleaciones de aluminio procesadas por FSP.....	17
CAPITULO II: PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	19
2.1 Introducción.....	19
2.2 Características nominales del Aluminio AA5083.....	19
2.3 Equipos y herramientas de fricción batido (FSP).....	20
2.3.1. Maquina fresadora CNC.....	20
2.3.2 Sistema de sujeción.....	21
2.3.3 Herramienta de fricción batido.....	22

2.3.3.1	Diseño de la herramienta.....	22
2.3.3.2	Selección del material de la herramienta.....	22
2.3.4	Tratamiento térmico.....	23
2.3.4.1	Temple.....	23
2.3.4.2	Revenido.....	24
2.3.5	Fabricación del material compuesto AA5083-nanoTiCN.....	25
2.3.6	Procedimiento de fricción batido .....	29
2.4	Caracterización microestructural del material compuesto AA5083- nanoTiCN.....	30
2.5	Caracterización mecánica del material compuesto AA5083-nanoTiCN.....	32
2.5.1	Ensayo de dureza.....	33
2.5.2	Evaluación de resistencia al desgaste.....	34
2.5.3	Evaluación de la resistencia a la corrosión.....	35
2.5.3.1	Preparación de muestras.....	35
2.5.3.2	Equipo empleado.....	36
2.5.3.3	Ensayo de potencial de circuito abierto.....	36
2.5.3.4	Curvas de polarización.....	37
CAPITULO III:	RESUTALDOS Y DISCUSION DE RESULTADOS.....	38
3.1	Inspección visual.....	38
3.2	Microestructura.....	43
3.2.1	Microscopia óptica.....	43
3.2.2	Microscopia electrónica de barrido.....	53
3.3	Dureza del material compuesto AA5083-nanoTiCN.....	62
3.4	Resistencia al desgaste.....	64
3.5	Resistencia al corrosión.....	67
3.5.1	Ensayo de potencial de circuito abierto.....	67
3.5.2	Curvas de polarización.....	68
CAPITULO IV:	CONCLUSIONES .....	72
CAPITULO V:	RECOMENDACIONES.....	74
BIBLIOGRAFIA.....		75
ANEXOS.....		80

## INDICE DE FIGURAS

Figura 1. Procesos de soldadura por fricción: a) soldadura por fricción rotativa, b) soldadura por fricción no-rotativa, c) soldadura por fricción batido.....	5
Figura 2. Esquema del proceso de soldadura por fricción batido (FSW).....	6
Figura 3. Descripción de las fases del Proceso de Fricción Batido (FSP).....	7
Figura 4. Métodos usados para la colocación de partículas en la fabricación de materiales compuestos: (a) ranura mecanizada, (b) agujeros perforados, (c) uso de placa recubierta.....	8
Figura 5. Diversas geometrías usadas en procesamiento por fricción batido: (a) cónica, (b) cilíndrica, (c) cilíndrica roscada, (d) cilíndrica roscada con ranuras laterales, (e) triangular, (f) cuadrada.....	10
Figura 6. Relación entre el diámetro del hombro y el diámetro del pin (6 mm) y su efecto en la generación de defectos para materiales procesados mediante fricción batido.....	11
Figura 7. Efecto de la velocidad de rotación en la variación de la temperatura en función a la distancia del centro del área soldada para AA6061-T6, Velocidad de avance 120 mm/min.....	12
Figura 8. Variación de las propiedades de la junta en relación al parámetro “revolutionary pitch”.....	13
Figura 9. Secciones de cordón de soldadura a diferentes valores de “revolutionary pitch” AA2017-T351, (a) 0.02 mm/r, (b) 0.07 mm/r, (c) 0.27 mm/r.....	14

Figura 10. Distribución de microdureza de juntas AA2017-T351 soldadas a diferentes valores de revolutionary pitch.....	14
Figura 11. Esquema de una sección transversal de un cordón de soldadura realizada mediante el Proceso de Fricción Batido, se muestran cuatro zonas: (A) metal base, (B) ZAT, (C) ZATM, (D) Núcleo Central.....	15
Figura 12. Curvas de polarización potenciodinámicas de AA5052 procesadas por FSW, en (a) SZ, (b) HAZ, (c) curva de polarización cíclica en SZ.....	18
Figura 13. Representación esquemática de la corrosión intergranular y la pasivación en relación a la velocidad de avance de la herramienta (a) 80 mm/min, (b) 100 mm / min, (c) 200 mm / min y (d) 250 mm / min; $\omega = 400$ rpm.....	18
Figura 14. Fresadora CNC del Laboratorio de Manufactura de la Facultad de Ingeniería Mecánica.....	21
Figura 15. Sistema de sujeción de las placas de aluminio.....	21
Figura 16. Pin Cilíndrico con 12 mm de diámetro y 2.5 mm de largo, brazo de 14 mm de diámetro.....	22
Figura 17. Horno de Calcinación CARBOLITE 1100.....	24
Figura 18. Curvas para el revenido para K340.....	25
Figura 19. Ranura para la adición de nanoTiCN: (a) 5%, (b) dimensiones generales de las ranuras.....	26
Figura 20. Ranuras con refuerzo de nano TiCN: (a) 15% , (b) 10%.....	27
Figura 21. Resultados de las primeras pruebas de fricción batido AA5083 (vista transversal).....	28

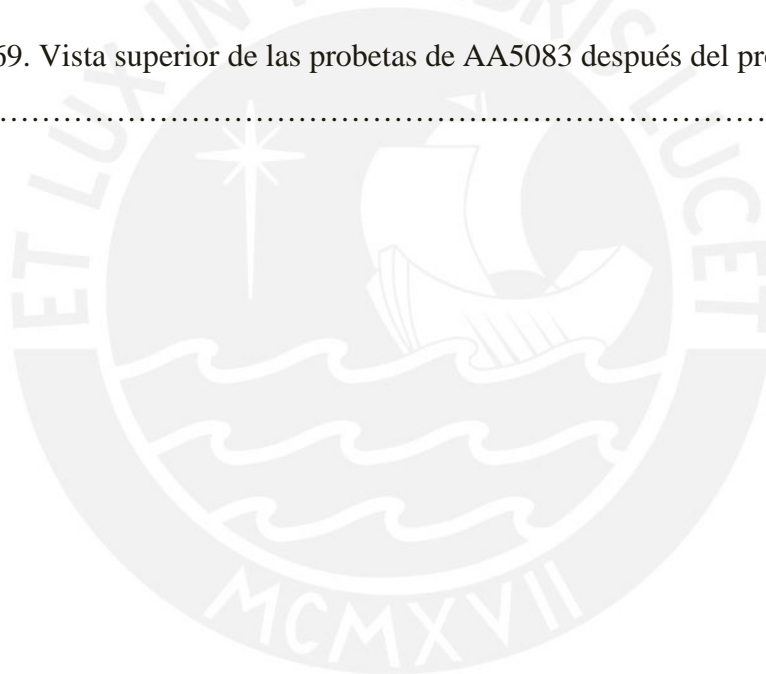
Figura 22. Proceso de fricción batido para la probeta AA5083-nanoTiCN 0%.	30
Figura 23. Probetas para ensayo de dureza (a: 0%, b: 5%, c: 10%, d: 15%).	31
Figura 24. Equipo de dureza ZWICK ROEL.	32
Figura 25 Esquema de la máquina de abrasión.	34
Figura 26 Esquema del corte de las probetas para ensayos electroquímicos.	35
Figura 27. Esquema del montaje de la celda básica con el potencióstato.	36
Figura 28. probetas luego del el proceso de FSP se observa la buena calidad superficial: (a) AA5083-nanoTiCN 0%, (b) AA5083-TiCN 5%, (c) AA5083-TiCN 10%, (d) AA5083-TiCN 15%.	38
Figura 29. Probeta de AA5083-nanoTiCN 0% luego de ser procesado mediante fricción batido.	39
Figura 30. Probeta de AA5083-nanoTiCN 5% luego de ser procesado mediante fricción batido.	40
Figura 31. Probeta de AA5083-nanoTiCN 10% luego de ser procesado mediante fricción batido.	41
Figura 32. Probeta de AA5083-nanoTiCN 15% luego de ser procesado mediante fricción batido.	42
Figura 33. Probeta sin adición del nanoTiCN.	44
Figura 34. Microestructura del material base a 50X.	45
Figura 35. Microestructura del NC a 50X.	45

Figura 36. Zonas características del procesamiento por fricción batido AA5083 sin adición de nano TiCN.....	46
Figura 37. Defectos internos en la probeta AA5083 sin adición de nano TiCN.....	46
Figura 38. Probeta de AA5083-nanoTiCN (5%).....	47
Figura 39. Zonas características del procesamiento por fricción batido AA5083 -nanoTiCN (5%).....	48
Figura 40. Conglomerado de nano partículas de TiCN en la probeta de AA5083-nanoTiCN (5%).....	48
Figura 41. Probeta de AA5083-nanoTiCN (10%).....	49
Figura 42. Aglomeración de nano partículas de TiCN en la zona central de procesamiento.....	50
Figura 43. Zonas características del procesamiento por fricción batido de AA5083 -nano TiCN (10 %).....	50
Figura 44. Probeta de AA5083-nanoTiCN (15%).....	51
Figura 45. Defecto presente en la probeta AA5083-nanoTiCN (15%).....	52
Figura 46. Zonas características del procesamiento por fricción batido de la probeta AA5083-nanoTiCN (15%).....	52
Figura 47. Microscopia electrónica de barrido del material base.....	53
Figura 48. Microscopia electrónica de barrido de zona de núcleo central procesada en la probeta AA5083-TiCN (5 %).....	54
Figura 49. Microscopia electrónica de barrido de ZATM y ZAT.....	54



Figura 50. Histogramas de resultados de medición de tamaño de grano de las diferentes zonas: a) material base; b) ZATM/ ZAT; c) Zona de núcleo central.....	55
Figura 51. Microscopia electrónica de AA5083-nanoTiCN 5% .....	57
Figura 52. Composición química de la fase intermetálica Al (Mn, Mg/Si).....	57
Figura 53. Composición química de la fase intermetálica Al (Mn, Mg).....	58
Figura 54. microscopia electrónica de barrido de AA5083.....	59
Figura 55. Composición química de compuestos intermetálicos presentes en AA5083 sin procesamiento de fricción batido.....	59
Figura 56. Microscopias SEM-EDS a lo largo de una línea.....	60
Figura 57. Mapeo de composición la zona de aglomeración de nanopartículas de TiCN en la muestra AA5083-nanoTiCN 5%.....	61
Figura 58. Grafico de barrido de dureza del material compuesto AA5083-nanoTiCN.....	63
Figura 59. Relación entre la dureza, pérdida de peso y porcentaje de nano TiCN.....	65
Figura 60. Probetas después de realizado el ensayo de desgaste, (a) AA5083-nanoTiCN 15% , (b) AA5083-nanoTiCN 10% , (c) AA5083-nanoTiCN 5% , (d) AA5083-FSP, (e) AA5083-FSP antes del ensayo de desgaste.....	66
Figura 61 resultados del ensayo de potencial de circuito abierto (OCP).....	68
Figura 62. Curvas de polarización de las probetas AA5083-nanoTiCN procesadas mediante FSP.....	70

Figura 63. Representación esquemática del efecto de la adición de nano TiCN en la velocidad de corrosión.....	71
Figura 64. Pin Cilíndrico con 5 mm de diámetro y 4 mm de largo, brazo de 15 mm de diámetro.....	80
Figura 65. Pin Cónico con 5 mm de diámetro y 4 mm de largo, brazo de 15 mm de diámetro.....	80
Figura 66. Herramientas usadas en el proceso de fricción batido (pin cilíndrico roscado y pin cónico).....	81
Figura 67. Junta resultante luego de procesar AA5083 usando el pin cónico.....	81
Figura 68. Resultados de las primeras pruebas de fricción batido de AA5083 (vista transversal).....	82
Figura 69. Vista superior de las probetas de AA5083 después del proceso de fricción batido.....	82

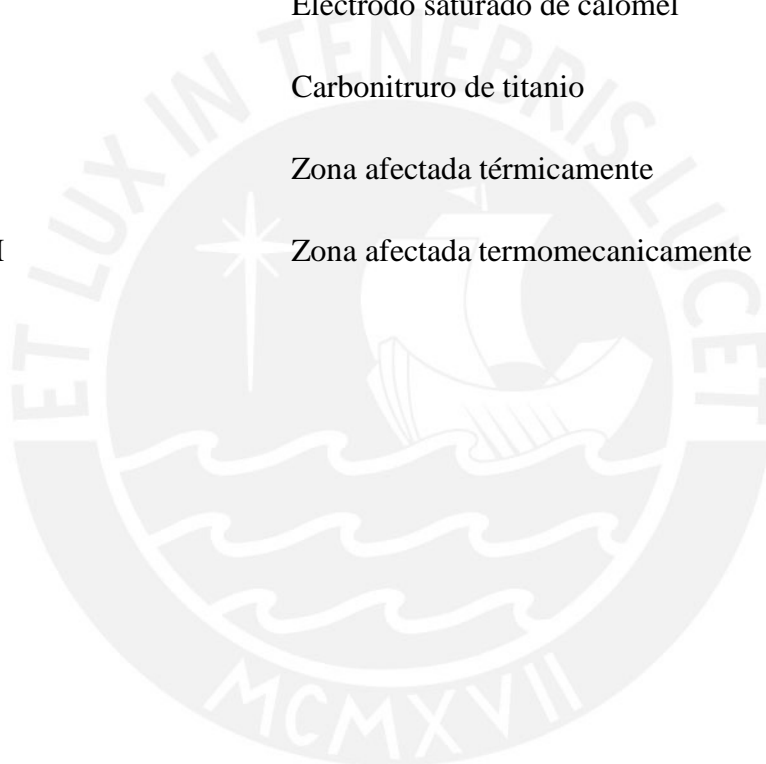


## INDICE DE TABLAS

Tabla 1. Composición química nominal del aluminio AA5083.....	20
Tabla 2. Propiedades físicas y mecánicas de la aleación de aluminio AA5083 a temperatura ambiente (24°C).....	20
Tabla 3.composicion química del acero AISI D2 comparado con el K340.....	23
Tabla 4. Dimensiones de las ranuras.....	26
Tabla 5. Parámetros de los diferentes procedimientos del ensayo de desgaste .....	34
Tabla 6. Tamaño de grano de las diferentes zonas características del procesamiento por fricción batido AA5083-nanoTiCN.....	55
Tabla 7. Resultados de dureza Vickers.....	62
Tabla 8. Resultado del ensayo de Desgaste.....	64
Tabla 9. Valores de $E_{corr}$ , $i_{corr}$ , $V_{corrosion}$ .....	70

## GLOSARIO

FSP	Procesamiento por fricción batido
FSW	Proceso de soldadura por fricción
MB	Material base
NC	Núcleo central
OCP	Potencial de circuito abierto
SCE	Electrodo saturado de calomel
TiCN	Carbonitruro de titanio
ZAT	Zona afectada térmicamente
ZATM	Zona afectada termomecánicamente



## EVALUACIÓN DE LA RESISTENCIA AL DESGASTE Y RESISTENCIA A LA CORROSIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS AA5083-NANOTiCN FABRICADOS MEDIANTE FRICCIÓN BATIDO

### RESUMEN

En la presente investigación se evalúa el efecto de la incorporación de nanopartículas de carbonitruro de titanio (TiCN) en la aleación AA5083 mediante la técnica de fricción batido (FSP) sobre las propiedades de resistencia al desgaste y resistencia a la corrosión de los materiales compuestos resultantes.

Se elaboraron probetas de 150 mm de largo x 13 mm de ancho x 2.8 mm de altura cada una, la cual se procesaron a diferentes porcentajes de nanopartículas de TiCN (0 %, 5 %, 10 %, 15 %). Se utilizó como parámetros óptimos de procesamiento de fricción batido: velocidad de rotación 1000 RPM y velocidad de avance 80 mm/min. La forma del pin para la presente investigación fue cilíndrica roscada de 2.5 mm de altura y 4 mm de diámetro.

Luego se realizó una inspección visual y caracterización microestructural de los materiales compuestos AA5083-nanoTiCN resultantes, mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido. Se determinó 2 tipos de fases intermetálicas características: Al (Mn, Mg/Si) y Al (Mn, Mg) o también llamado  $\beta$  ( $Al_3Mg_2$ ). Así mismo se evaluó la distribución de la nanopartícula de TiCN en el material base AA5083 después de ser procesada mediante fricción batido y se observó aglomeración de la nanopartícula TiCN.

Se determinó una disminución en el tamaño de grano producto del procesamiento por fricción batido pasando de  $16.0983 \pm 6.9724 \mu m$  en la zona del material base a  $2.4871 \pm 0.7664 \mu m$  en la zona del núcleo central.

Por último se evaluaron las propiedades mecánicas de dureza, la resistencia al desgaste mediante la pérdida de peso y resistencia a la corrosión se evaluó en un

medio de agua de mar artificial. Se reportó una mejora en los valores de dureza alcanzando un 30% de aumento en relación al material base (110 HV frente a 84 HV) este aumento de la dureza se le atribuye al refinamiento de grano. La resistencia al desgaste se mejoró en las probetas procesadas mediante fricción batido conforme se aumentó el porcentaje de nanopartícula de TiCN (2.0898 gramos de pérdida de peso en el material base frente a 1.1114 gramos de pérdida de peso en la probeta AA5083-nanoTiCN 15%) y la resistencia a la corrosión aumento en 26 % en relación al material base producto del del afinamiento de grano y la mayor distribución del compuesto intermetálico  $\beta$  ( $Al_3Mg_2$ ) el cual promovería la repasivacion.



## INTRODUCCION

La fuerte demanda de reducción de peso en la fabricación de coches y aviones insta a la optimización del diseño de los productos que emplean materiales de bajo peso. Por lo tanto, la sustitución de materiales convencionales por metales más ligeros tales como aleaciones de aluminio es altamente deseable. Sin embargo, las aleaciones de aluminio no son suficientemente rígidas y fuertes para muchos propósitos y su refuerzo es necesario.

Los compuestos de aluminio (Al-MMC) son candidatos destacados para estas aplicaciones, debido a la alta ductilidad de la matriz y la alta resistencia de la fase de refuerzo duro. La atracción de tales materiales es también por su muy alto módulo específico (resistencia/ peso), dureza y resistencia al desgaste [1].

El proceso de fricción batido (FSP), es una técnica que fue desarrollada por The Welding Institute “TWI” en 1991[2]. Que permite fabricar superficies duras sobre materiales metálicos como el aluminio a temperaturas considerablemente menores a la de fusión; con el FSP se pueden mejorar propiedades del material, se puede lograr un afinamiento del grano, homogenizar la superficie del material, Si bien es cierto que se consigue mejorar las propiedades mecánicas es importante analizar como varían las propiedades como la resistencia a la corrosión y la resistencia al desgaste.

En la presente investigación se emplea el procesamiento por Fricción Batido (FSP) en combinación con la incorporación de nanopartículas de TiCN para fabricar materiales compuestos superficiales en la aleación AA5083. Se investiga el efecto del porcentaje en volumen de la nanopartícula de TiCN y su efecto en la dureza, resistencia al desgaste y resistencia a la corrosión de los materiales compuestos resultantes.

## OBJETIVOS

- OBJETIVO PRINCIPAL

Evaluar las propiedades mecánicas (dureza, resistencia al desgaste) y resistencia a la corrosión del material compuesto AA5083-nanoTiCN procesado mediante fricción batido.

- OBJETIVOS ESPECIFICOS

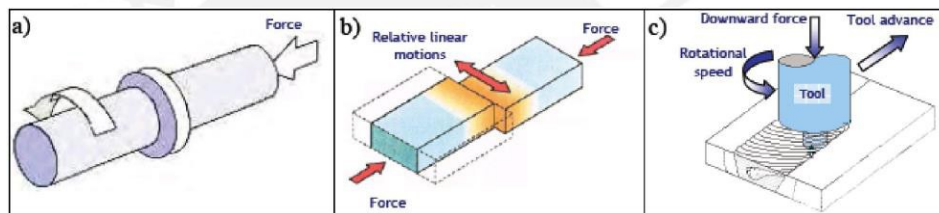
1. Preparar las probetas del material compuesto AA5083-nanoTiCN mediante fricción batido (FSP) y determinar los parámetros óptimos de velocidad de rotación y velocidad de avance.
2. Realizar la caracterización microestructural del material compuesto, aplicando las siguientes técnicas instrumentales: microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y Espectroscopia por energía de dispersión.
3. Evaluar dureza del material compuesto AA5083-nanoTiCN.
4. Evaluar la resistencia al desgaste del material compuesto AA5083-nanoTiCN.
5. Evaluar la resistencia a la corrosión del material compuesto AA5083-nanoTiCN.



## I. MARCO TEORICO

### 1.1.-Procesamiento por fricción batido

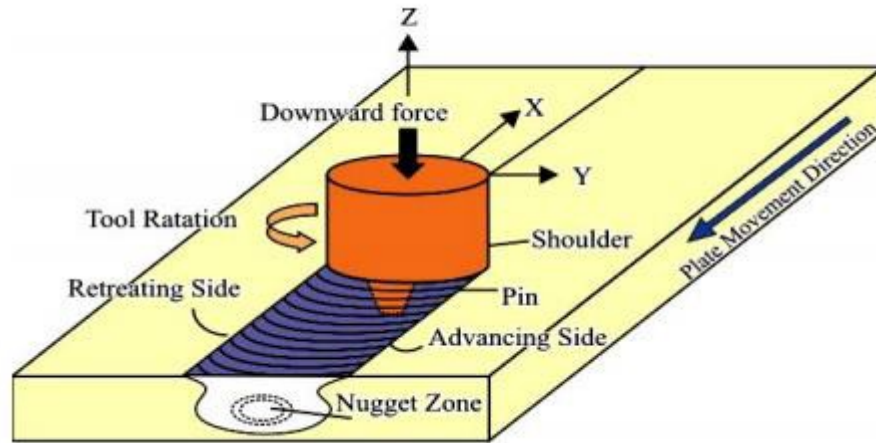
La soldadura por fricción convierte la energía mecánica en calor y deforma el material para poder crear una soldadura. La unión se produce en estado sólido, por tanto el material base no llega a la temperatura de fusión, con lo cual se evitan cambios microestructurales severos, porosidades, grietas o imperfecciones características en la unión soldada. La principal ventaja de la tecnología basada en la fricción, es la facilidad de unir combinaciones de materiales disimiles (diferente composición) cuyas dificultades son mucho más complejas al momento de unir materiales con métodos clásicos, la soldadura por fricción produce poca o ninguna distorsión en el cordón de soldadura, cero porosidades, no genera humos y sobretodo usa un electrodo no consumible [2,3].



**Figura 1.** Procesos de soldadura por fricción: a) soldadura por fricción rotativa, b) soldadura por fricción no-rotativa, c) soldadura por fricción batido [3].

### 1.2. Descripción del proceso de soldadura por fricción batido

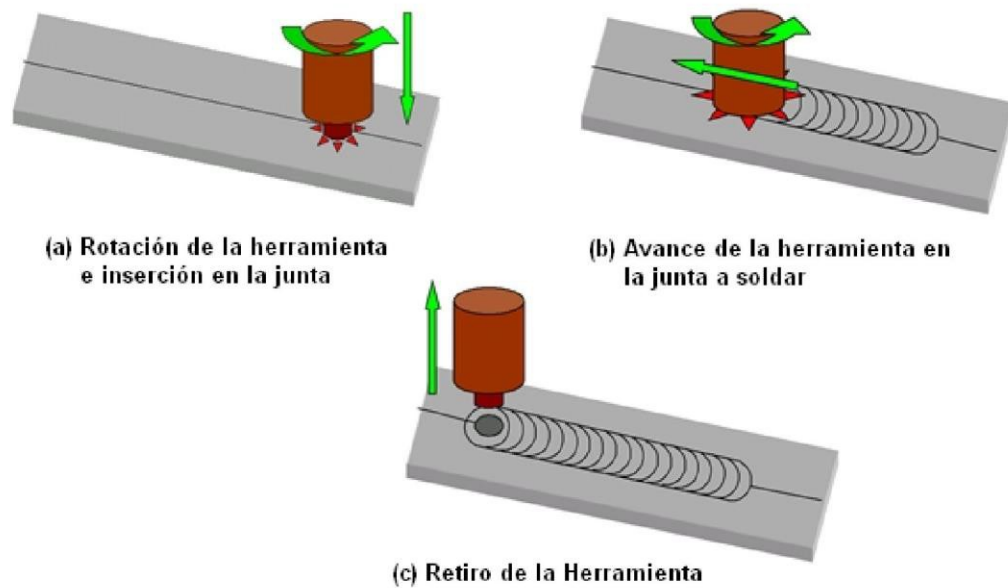
El proceso de soldadura por fricción batido (FSW), es un proceso combinado entre el calor generado por la fricción y el flujo de material producto del aumento de temperatura, que se produce cuando la herramienta entra en contacto con el material a procesar y se desplazada a la largo de la línea de procesamiento ver figura 2 [3,4].



**Figura 2.** Esquema del proceso de soldadura por fricción batido (FSW) [2].

Para poder efectuar el procesamiento por fricción batido se utiliza una herramienta cilíndrica no consumible, la cual consta de un hombro “*shoulder*”, a la cual se fija un pin sobre su cara inferior; y se definen dos lados, el primero denominado lado de avance, este será en donde la velocidad de rotación de la herramienta y la velocidad de avance tienen el mismo sentido y el lado de retroceso [5,6].

El proceso de soldadura por fricción batido consta de tres fases para poder soldar o procesar un material, las cuales pueden ser apreciadas en la figura 3. La primera fase inicia con la aproximación de la herramienta hasta uno de los extremos, luego la herramienta inicia con la velocidad de rotación y se introduce el pin de la herramienta a velocidad constante a la placa las cuales deben de estar fijadas en un soporte, continua la inserción hasta que el hombro del pin entre en contacto con la placa, la figura 3 (a) muestra la fase de inicio de penetración del pin [6].



**Figura 3.** Descripción de las fases del Proceso de soldadura por Fricción Batido (FSP) [5].

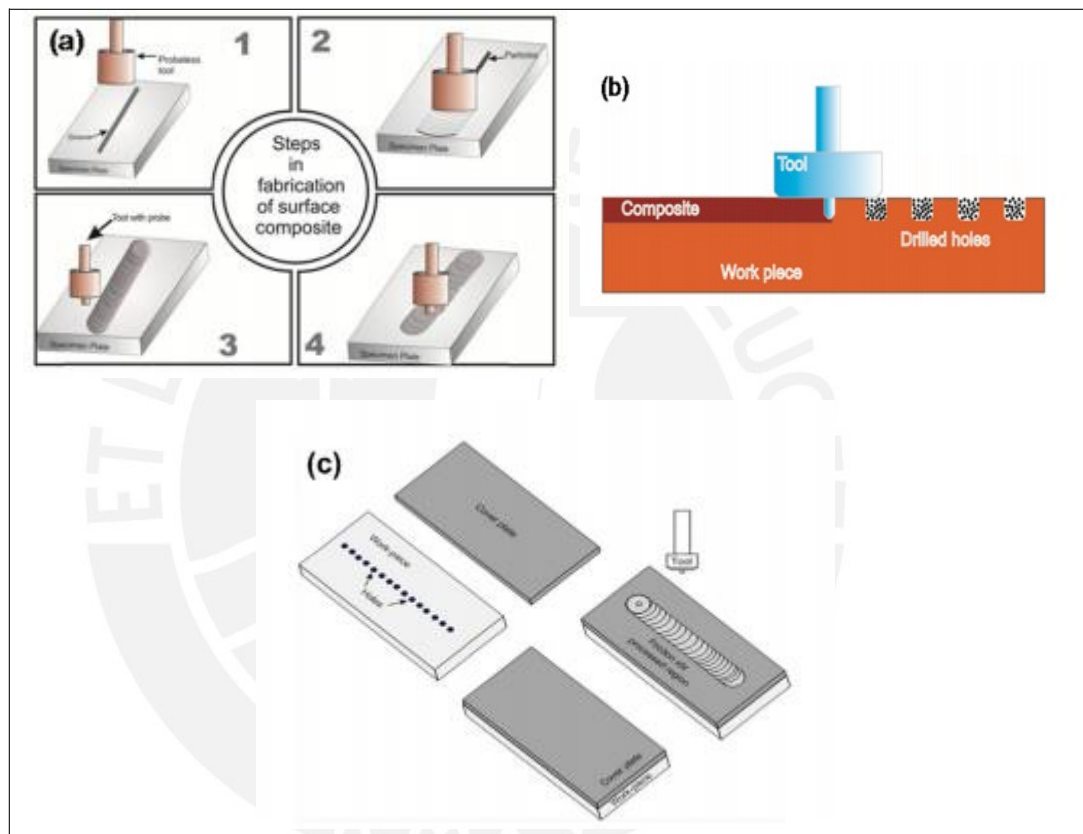
La penetración del pin ocurre por efecto de la rotación que permite aumento de la temperatura en la región por la fricción entre el pin y la placa, cuando el hombro entra en contacto con la placa, se aplica una fuerza vertical sobre la placa para evitar que el material fluya hacia arriba y permita el batido de la misma.

La segunda fase del proceso corresponde al avance de la herramienta. Debido a la fricción entre la herramienta (el hombro y el pin) y la placa a procesar, se genera en el material una elevación de la temperatura, la cual no supera a la temperatura de fusión, además durante esta fase la deformación plástica constituye otra fuente de calor importante, en consecuencia el material entra en un estado plástico, facilitando el movimiento de la herramienta a lo largo de toda el área procesada, ver figura 3 (b) [5].

La tercera fase del proceso ocurre cuando la herramienta llega al final del área procesada, ésta es retirada dejando un agujero, el cual posee la forma del pin, ver figura 3 (c).

Según Bastier [5] el calor que generado durante este proceso alcanza en promedio una temperatura de 500 °C, por lo tanto el material siempre se encuentra en estado sólido.

Para procesar materiales compuestos mediante fricción batido existen diferentes mecanismos de adición de refuerzos duros en la superficie del metal base las cuales se muestran en la figura 4.



**Figura 4.** Métodos usados para la colocación de partículas en la fabricación de materiales compuestos: (a) ranura mecanizada, (b) agujeros perforados, (c) uso de placa recubierta [7].

### 1.3. Descripción de la herramienta

La forma de la herramienta es el parámetro más importante a considerar en el proceso de fricción batido (FSP), este juega un papel crítico en el flujo de material y regula la velocidad de desplazamiento del material. La herramienta tiene dos funciones principales: producir un calentamiento localizado y permitir un adecuado flujo de materiales [3].

Generalmente la herramienta es fabricada en acero resistente con una dureza que varía entre 55 y 60 HRC, de tal manera que pueda soportar los esfuerzos generados por la durante el procesamiento por fricción batido, las dimensiones de la herramienta varían dependiendo de la aplicación, existe un promedio clásico de 3 entre estos radios “D/d” [12].

La herramienta consiste en un hombro y un pin como se muestran en la figura 5, en la etapa inicial durante la inserción de la herramienta, se genera calor que resulta de la fricción del pin y del material al inicio del proceso, luego se genera calor adicional producto de la deformación del material. Finalmente cuando el hombro de la herramienta entra en contacto con el material a soldar, se genera el mayor componente de calor de este proceso; además el hombro tiene como papel fundamental el de bloquear el flujo de material evitando fugas [3,8].

Otra función de la herramienta es la de desplazar el material. Las propiedades mecánicas y la microestructura dependen en gran medida de la velocidad de flujo que se genere [3, 6].

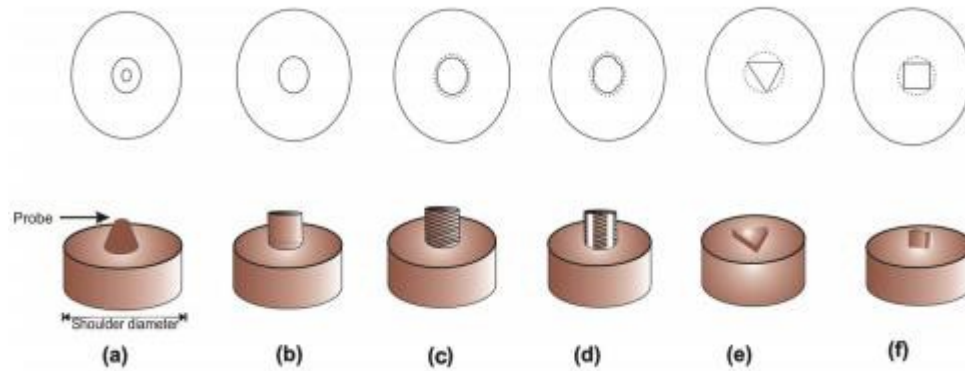
El hombro de la herramienta es generalmente plano y perpendicular al eje de rotación, sus dimensiones deben ser lo suficientemente grande y alrededor de tres veces el diámetro del pin para cubrir completamente el área afectada [5,9].

### **1.3.1. Geometría del pin y del hombro de la herramienta**

La geometría del pin y del hombro son los parámetros predominantes. Por tal motivo existen diversas investigaciones evaluando la geometría del pin, lo cual conllevan a crear múltiples geometrías las cuales conducen a un mejor rendimiento.

La geometría de la herramienta juega un rol importante en la generación de calor, distribución del flujo en la zona procesada y por ende en la microestructura resultante así como en las propiedades mecánicas [6,10, 11].




Actualmente se usan distintas geometrías de pin para procesar materiales compuestos mediante fricción batido las cuales se observan en la figura 5.



**Figura 5.** Diversas geometrías usadas en procesamiento por fricción batido: (a) cónica, (b) cilíndrica, (c) cilíndrica roscada, (d) cilíndrica roscada con ranuras laterales, (e) triangular, (f) cuadrada [11].

Cada geometría de pin posee características particulares en el procesamiento por fricción batido, investigadores como: Padmanaban y col [12], Azizieh y col [13], Zhao y col [13]. Investigaron el efecto de los pines roscados concluyendo que el efecto de la rosca mejora el flujo de calor, ejerce una fuerza adicional perpendicular a la superficie del hombro y genera una zona libre de defectos internos.

Padmanaban también investigó la relación “ $D/d$ ” (diámetro del hombro entre diámetro del pin) con lo cual encontró que la relación óptima de este parámetro es 3 para el cual no se presentan defectos en la zona procesada, si este valor es mayor se produce una excesiva generación de calor, en cambio cuando este valor es menor se produce una insuficiente generación de calor por lo cual se producen defectos como se muestra en la figura 6.

Shoulder diameter (mm)	Weld cross-section Shows defect location		Probable reasons for defect	Location of failure during tensile test
	AS	RS		
15			insufficient heat generation	along the defect
18			defect free	AS-TMAZ
21			excessive heat generation	along the defect

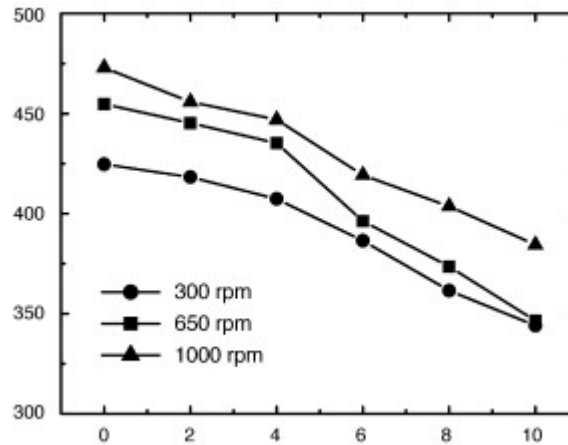
**Figura 6.** Relación entre el diámetro del hombro y el diámetro del pin (6 mm) y su efecto en la generación de defectos para materiales procesados mediante fricción batido [12].

### 1.3.2 Relación entre la velocidad de rotación y la velocidad de avance

Abbasi y col. [15], Estudiaron la relación entre la velocidad de rotación y velocidad de avance (RPM \* min / mm) en las propiedades mecánicas de la aleación de magnesio AZ31 mediante soldadura por fricción batido, encontrando que al aumentar el valor de esta relación (RPM \* min / mm), se observa una ligera disminución en las propiedades de resistencia a la tracción en las diferentes zonas de la aleación de magnesio AZ31. Ello se debe a un aumento de calor y un ablandamiento del material en estas regiones.

Rajamanickam y col. [16] encontraron que un aumento en la velocidad de avance aumenta la resistencia a la tracción, y el aumento de la velocidad de rotación disminuye la resistencia a la tracción. El aumento en la velocidad de rotación genera un incremento en el flujo de calor que, a su vez, aumenta la zona afectada termomecánicamente (ZATM) y la zona afectada térmicamente (ZAT) en consecuencia, los resultados de resistencia a la tracción decrecen. Además, el aumento de la velocidad de avance reduce el flujo de calor generado, lo cual reduce el tamaño de la ZATM y ZAT, que conduce a una mayor fuerza de tracción.

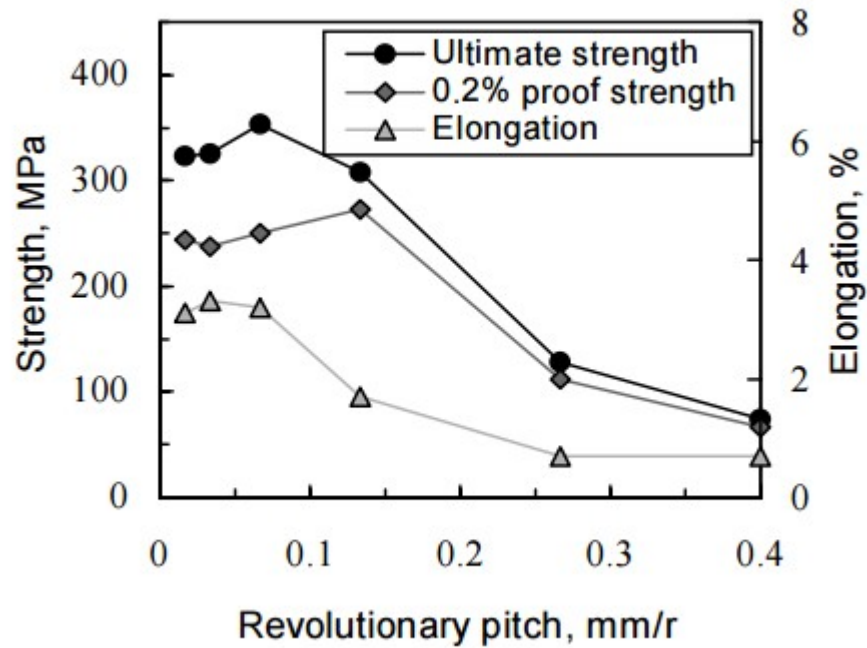
Tang y col. [17] determino el efecto de la velocidad de rotación en los picos de temperatura en relación a la distancia de la línea central de soldadura (ver figura 7) se puede observar como la temperatura disminuye conforme la distancia se hace más grande, así mismo observamos que para una velocidad de rotación de 1000 RPM el pico más alto de temperatura es 475 °C aproximadamente.



**Figura 7.** Efecto de la velocidad de rotación en la variación de la temperatura en función a la distancia del centro del área soldada para AA6061-T6, Velocidad de avance 120 mm/min [17].

Liu y col. [18] y Abbasi y col. [15] Definen el término “*revolutionary pitch*” como la relación entre velocidad de avance y la velocidad de rotación, indicando además que la generación de calor es inversamente proporcional al valor de “*revolutionary pitch*”; en sus estudios se comprobó que para valores altos de “*revolutionary pitch*” el calor generado fue bajo y que para valores bajos de “*revolutionary pitch*” el calor generado fue alto, ver figura 8.



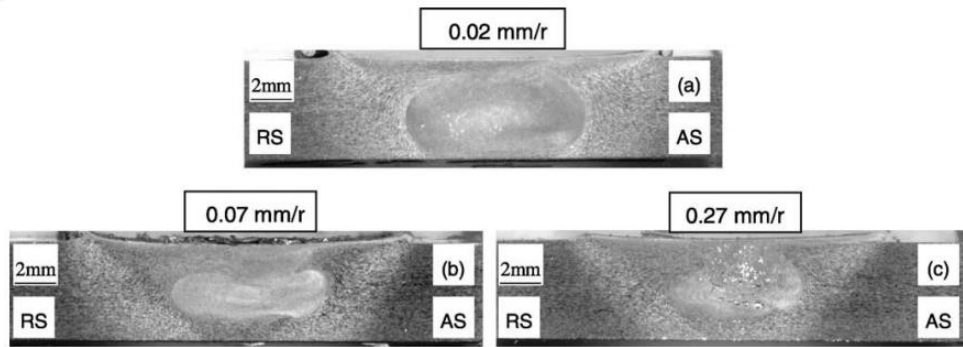


**Figura 8.** Variación de las propiedades de la junta en relación al parámetro “revolutionary pitch” [18].

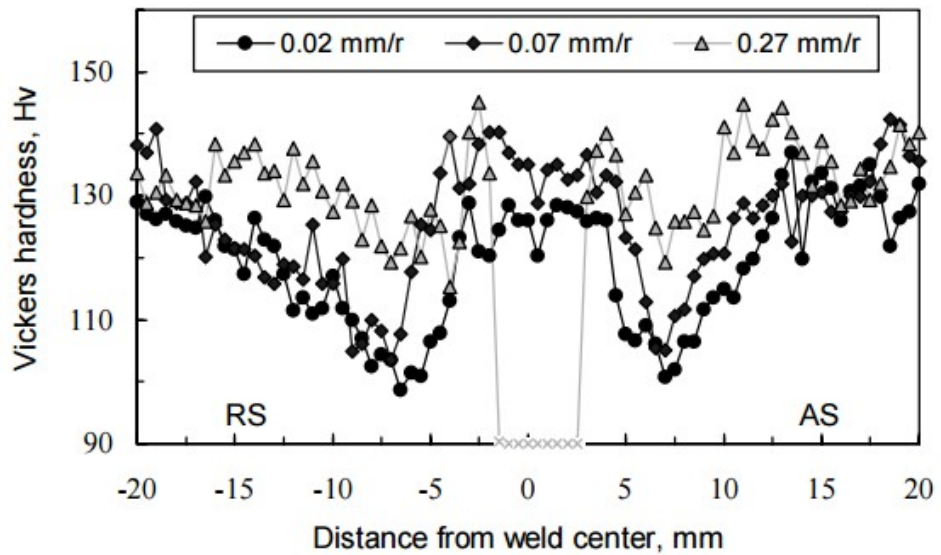
Cuando el proceso de fricción batido es realizado para este valor óptimo de “*revolutionary pitch*”, el calor real generado es igual al calor necesario para producir juntas sólidas y libres de defectos.

Además cuando el valor de “*revolutionary pitch*” es más elevado que el valor óptimo 0.20 mm/r, ocurren defectos de soldadura en el cordón, debido a la deficiente aporte de calor en el procesamiento.

En las figura 9 se observan el efecto de la variación del parámetro de *revolutionary pitch* en la calidad de junta soldada investigada por liu y col y su efecto en la microdureza resultante (ver figura 10).



**Figura 9.** Secciones de cordón de soldadura a diferentes valores de “revolutionary pitch” AA2017-T351, (a) 0.02 mm/r, (b) 0.07 mm/r, (c) 0.27 mm/r [18].

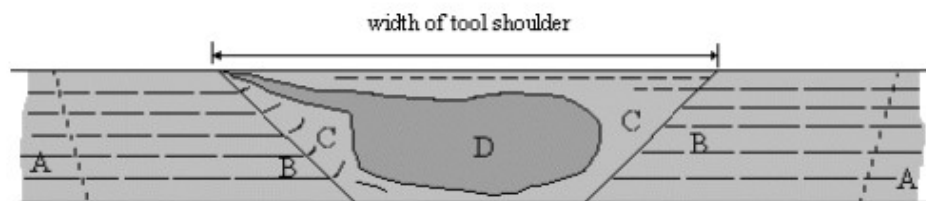


**Figura 10.** Distribución de microdureza de juntas AA2017-T351 soldadas a diferentes valores de revolutionary pitch [18].

### 1.3.3 Aspectos microestructurales de las aleaciones procesadas mediante el proceso de fricción batido (FSP)

La microestructura generada mediante el proceso de fricción batido genera zonas características del proceso, las cuales presentan microestructura y propiedades mecánicas características. La variación de la temperatura y los esfuerzos a los cuales son sometidos durante el proceso influyen en la microestructura resultante [19, 20].

Podemos distinguir 4 zonas características: zonas núcleo central (NC), zona afectada térmomecánicamente (ZATM), zona afectada térmicamente (ZAT) y el material base (MB), como se muestra en la figura 11.



**Figura 11.** Vista transversal de un cordón de soldadura realizada mediante el Proceso de Fricción Batido, se muestran cuatro zonas: (A) metal base, (B) ZAT, (C) ZATM, (D) Núcleo Central [21].

- **Zona A:** El metal base que se encuentra cerca de la zona de soldadura, no sufre un aumento de temperatura importante ni altas deformaciones, con lo cual conserva sus propiedades microestructurales originales.
- **Zona B:** zona afectada térmicamente (ZAT), La microestructura y las propiedades mecánicas de esta zona son modificadas por el proceso de fricción batido específicamente por el calor generado por el pin. Esta zona no ha sufrido ninguna deformación plástica debido al paso de la herramienta [6]. Las temperaturas varían entre 250°C - 400°C. Según Bastier [5].
- **Zona C:** zona afectada termo mecánicamente (ZATM), la microestructura y las propiedades mecánicas sufren grandes cambios producto de la temperatura y de las grandes deformaciones causadas por la velocidad de rotación de la herramienta. Las temperaturas a las cuales están sometidas varían entre 400°C y 450°C. En esta zona, los granos son extremadamente deformados, la densidad de dislocaciones son relativamente bajas [5,6].

- **Zona D:** zona núcleo central (NC), experimenta deformaciones todavía más importantes que la zona afectada termomecánicamente y las temperaturas se encuentran entre 450°C - 500°C. La microestructura está enteramente recristalizada dinámicamente, la densidad de dislocaciones es muy baja en esta zona y los precipitados inicialmente presentes se disuelven completamente [5,17].

### 1.3.4 FSP en aleaciones de aluminio

La técnica FSP fue desarrollada por Mishra y col. [2], con el objetivo de obtener microestructura fina con un tamaño de grano de entre 0.1- 2.1  $\mu\text{m}$  que es de 10 a 100 veces más pequeñas que el tamaño grano del material base sin procesamiento por fricción batido. Esto se consigue por la temperatura relativamente alta obtenida durante el proceso.

Las propiedades mecánicas están íntimamente relacionadas con el tamaño de grano obtenido en la microestructura, y estos dependen de los parámetros de proceso como son la velocidad de avance (mm/min) y la velocidad de rotación (RPM) empleadas. Saïto y col [23]. Investigaron el efecto de los parámetros de FSP y encontraron que el tamaño de grano se reduce con la disminución de la velocidad de rotación manteniendo la velocidad de avance constante. Esto se traduce en un aumento de las propiedades mecánicas.

Thangarasu y col. [24] estudiaron la superficie AA6082 / TiC AMC mediante la técnica de FSP y evaluaron el efecto de la velocidad de desplazamiento en la microestructura y las propiedades mecánicas. La velocidad de desplazamiento se varió de 40 mm/min a 80 mm/min El resto de los parámetros del proceso tales como la anchura de la ranura, la velocidad de rotación de la herramienta y la fuerza axial se mantuvieron constantes Los resultados en la Micrografía del compuesto AA6082 / TiC AMC se obtuvieron usando un microscopio óptico y microscopio electrónico de barrido. Se analizó el comportamiento de microdureza y el desgaste de los materiales compuestos. Los resultados revelaron que la velocidad de

desplazamiento influyó significativamente en la dispersión del tamaño de partícula de TiC sobre la matriz, la microdureza, y la resistencia al desgaste.

Shafiei-Zarghani y col. [25] investigó el efecto del tamaño de la nanopartícula  $Al_2O_3$  en la microestructura, dureza y desgaste del compuesto AA6082, ellos demostraron que un aumento en el número de pase FSP causó una dispersión más fina e uniforme del clúster “ $Al_2O_3$ ” especialmente las partículas de la capa del compuesto producido por tres y cuatro pases. Además, la dureza y la resistencia al desgaste de la capa de compuesto de superficie (SCL) producido por cuatro pases se encontró que era superior a las del sustrato de Al.

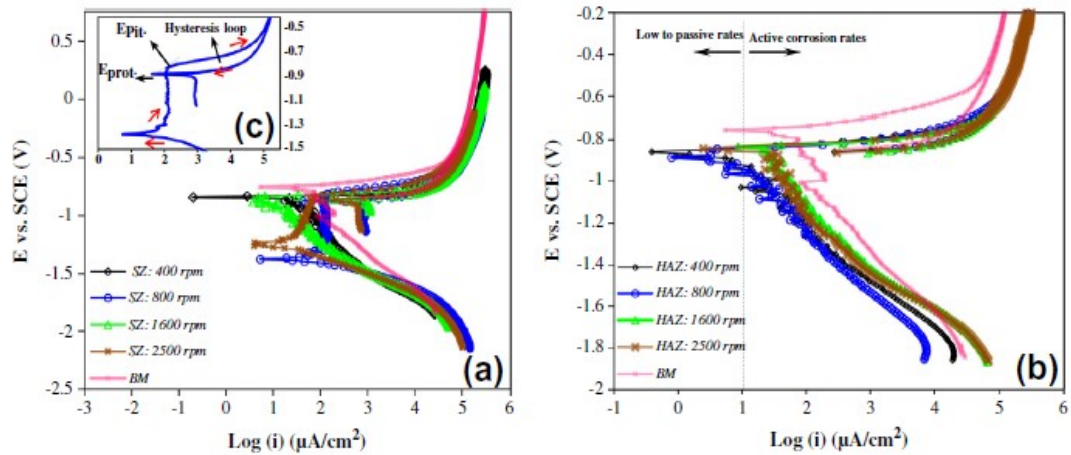
#### **1.4 Resistencia a la corrosión de aleaciones de aluminio procesadas por FSP**

Las propiedades de resistencia a la corrosión del aluminio están fundamentalmente ligadas a su microestructura. Como el procesamiento por fricción batido generan un cambio de microestructura, la resistencia a la corrosión puede variar, se crea un gradiente de temperatura, en la zona central del proceso se da un pico de temperatura de aproximadamente  $500^{\circ}C$  [17] el cual dura unos cuantos segundos para después enfriarse en un periodo relativamente rápido.

Surekha y col. [26]. Investigó la susceptibilidad a la corrosión intergranular de la aleación A2219 procesado por fricción batido, Se demostró que el número de pases es el principal factor que influye en la velocidad de corrosión. La resistencia a la corrosión de la AA 2219 procesada por fricción batido es mejor que el material base.

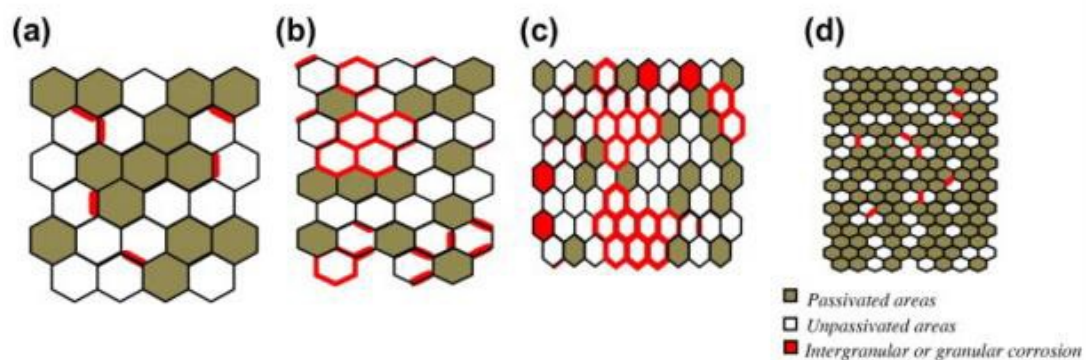
Mohiedin y col. [27]. Realizaron ensayos de corrosión en la aleación AA5052, que previamente había sido procesada por FSW, usaron curvas de polarización Tafel (ver figura 12) y ensayos de inmersión en las 3 zonas de la probeta. (SZ, TMAZ, BM) inicialmente mantuvieron la velocidad de avance constante (50 mm/min) y variaron la velocidad de rotación de 400 a 2500 RPM. Se aprecia que conforme aumenta la velocidad de rotación la velocidad de corrosión disminuye, Luego se evaluó a una la velocidad de rotación constante 400 RPM variando la

velocidad de avance de 50 a 250 mm/min. Concluye que la variación con respecto a la resistencia a la corrosión es baja, debido a que el tamaño de grano no varía mucho al con el aumento de la velocidad de avance.



**Figura 12.** Curvas de polarización potenciodinámicas de AA5052 procesadas por FSW, en (a) SZ, (b) HAZ, (c) curva de polarización cíclica en SZ [27].

El aumento de la velocidad de avance en el proceso de fricción batido tiene como consecuencia un afinamiento de grano en la zona del nugget. Se muestra en la figura 13 el efecto en relación a la corrosión intergranular y la pasivación del aluminio AA5052.



**Figura 13.** Representación esquemática de la corrosión intergranular y la pasivación en relación a la velocidad de avance de la herramienta (a) 80 mm/min, (b) 100 mm / min, (c) 200 mm / min y (d) 250 mm / min;  $\omega = 400$  rpm [28].

## II. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### 2.1. Introducción

En este capítulo se detallará el procedimiento experimental realizado en el proceso de fricción batido, la selección de la máquina y el sistema de sujeción, así como los parámetros del proceso. Además se menciona el criterio de selección del material de la herramienta, la forma y los tratamientos térmicos para obtener una herramienta con óptimas condiciones para el procesamiento de fricción batido.

Se evaluó los parámetros óptimos de velocidad de avance y velocidad de rotación. Para la fabricación se usó como refuerzo a la nanopartícula de TiCN la cual se adiciono en diferentes porcentajes para luego ser procesada mediante fricción batido.

Se desarrolló una caracterización microestructural mediante: microscopia óptica, microscopia electrónica de barrido (SEM), Espectroscopia por energía de dispersión (EDS) y la metodología para poder realizar los ensayos mecánicos (dureza Vickers, resistencia al desgaste) y el ensayo electroquímico (curvas de polarización) lo cual se contraste los resultados con el material base.

### 2.2. Características nominales del Aluminio AA5083

El material escogido para poder realizar el proceso de fricción batido fueron planchas de aluminio AA5083. Las tablas 1 y 2 muestran la composición química y las propiedades físicas y mecánicas de aluminio AA5083 a temperatura ambiente (24 °C).

**Tabla 1.** Composición química nominal del aluminio AA5083. [29].

Elemento	Contenido (%)
Mg	4.0-4.9
Mn	0.4-1.0
Fe	0.0-0.40
Si	0.0-0.45
Cu	0.0-0.10
Al	balance

**Tabla 2.** Propiedades físicas y mecánicas de la aleación de aluminio AA5083 a temperatura ambiente (24°C). [29].

Propiedades físicas y mecánicas		
Módulo elástico (GPa)	Densidad( gr/ cm <sup>3</sup> )	Dureza Vickers (HV)
70	2.67	81

### 2.3. Equipos y herramientas de Fricción Batido (FSP)

#### 2.3.1.-Maquina fresadora CNC

Se seleccionó el centro de mecanizado vertical CNC del laboratorio de manufactura de la Facultad de Ingeniería Mecánica, marca Mazak modelo VTC-16B, por las propiedades del centro mecanizado los cuales son: velocidad de avance de hasta 16m/min y velocidad de rotación hasta 7000rpm, y sobre todo una potencia de 15HP, adecuados para poder realizar el proceso de fricción batido, Ver Figura 14.





**Figura 14.** Fresadora CNC del Laboratorio de Manufactura de la Facultad de Ingeniería Mecánica.

### 2.3.2 Sistema de sujeción

Para poder realizar el proceso de fricción batido, una de las primeras condiciones es mantener firmemente sujetadas las probetas a la mesa del centro de mecanizado vertical, por tanto el sistema de sujeción consta de las partes siguientes: mesa soporte y placas de sujeción, ver Figura 15.

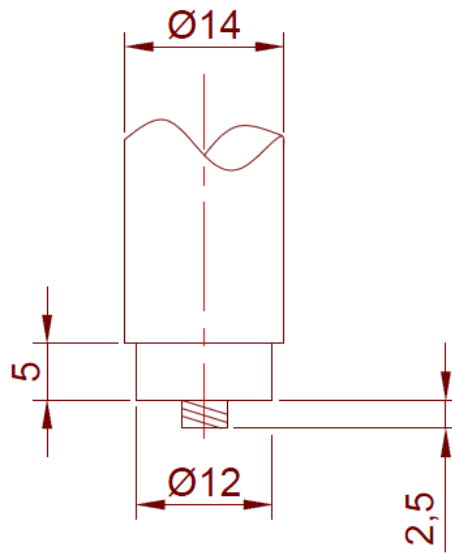


**Figura 15.** Sistema de sujeción de las placas de aluminio AA5083.

### 2.3.3 Herramienta de fricción batido

#### 2.3.3.1 Diseño de la herramienta

El diseño de la herramienta es un factor muy importante durante el proceso de fricción batido, como se mencionó anteriormente, la fricción que se da entre la herramienta y las placas generan el calor necesario para poder plastificar el material y poder realizar la unión. La herramienta usada para el proceso se muestra en la figura 16.



**Figura 16.** Pin Cilíndrico roscado con 4 mm de diámetro y 2.5 mm de largo, el hombro de 12 mm de diámetro.

#### 2.3.3.2 Selección del material de la herramienta

La selección del material de la herramienta se realizó siguiendo como referencia los siguientes estudios:

Bastier y col [5]. Utilizo el acero AISI D2, el cual es un acero aleado con un alto contenido de carbono, posee una alta resistencia al desgaste, alta resistencia a la compresión, alta estabilidad en el endurecimiento, buena

resistencia al templeado, posee la siguiente composición química, ver Tabla 3 [30].

Tomando como referencia el manual de aceros especiales BOHLER [31], se escogió un acero cuya composición química fuera similar al estudio de Bastier [5], se seleccionó el acero comercial K340 IMPACT EXTRA por sus excelentes propiedades (poca variación dimensional, alta tenacidad especialmente muy buena resistencia al revenido. Posee la siguiente composición química, ver Tabla 3.

**Tabla 3.** Composición química del acero AISI D2 comparado con el K340 [30]

Wt (%)	C	Si	Mn	Cr	Mo	V
AISI D2	1.4-1.6	0.0-0.6	0.0-0.60	11.0-13.0	0.70-1.20	0.4-0.80
K340	1.10	0.9	0.60	8.30	2.10	0.50

### 2.3.4 Tratamiento térmico

La herramienta fue sometida a un tratamiento térmico de bonificado (temple + revenido), para poder obtener la dureza deseada (55 – 60 HRC), para esto se siguió el siguiente procedimiento.

#### 2.3.4.1 Temple

El calentamiento a la temperatura de temple debe realizarse uniformemente en superficie y en profundidad. Generalmente se introduce la pieza previamente precalentada a un horno que se haya a la temperatura de temple. Todo precalentamiento debe hacerse lentamente. El precalentamiento debe hacerse en aceros cuya temperatura de temple se halla por encima de 900°C, en lo posible en etapas.

La herramienta fue precalentada en el horno de calcinación CARBOLITE 1100 ubicado en el Laboratorio de Materiales de la Facultad de Ingeniería Mecánica, ver Figura 17, a una temperatura de 500°C, durante un periodo de 20 minutos. Además siguiendo las recomendaciones del manual de aceros especiales BOHLER [31], el cual nos indica que la temperatura de temple debe estar entre 1020 – 1080 °C, se escogió 1050 °C como temperatura de temple, el tiempo de permanencia dentro del horno fue de 45 minutos [31].



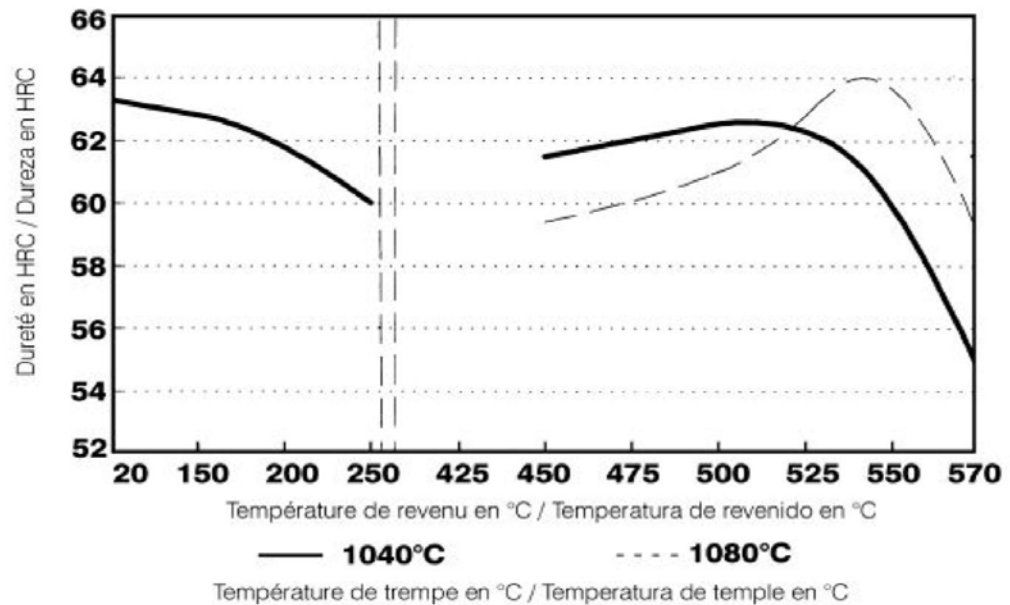
**Figura 17.** Horno de Calcinación CARBOLITE 1100.

El medio de enfriamiento de este acero puede ser al aire libre, aceite o agua, debido a la presencia de elementos aleantes presentes en la herramienta (lo cual lo hace más templable que los aceros al carbono), el medio de enfriamiento seleccionado fue al aceite, de esta manera espera conseguir 100 % de martensita. La dureza alcanzada después de realizar el temple fue de 62 HRC.

#### **2.3.4.2 Revenido**

La herramienta fue sometida a un doble revenido para poder garantizar un valor óptimo de resistencia mecánica y evitar la presencia de austenita residual.

Según el manual de aceros especiales BOHLER [31] la temperatura recomendada para el revenido depende de la temperatura a la cual se realizó el temple, según la Figura 18, le corresponde una temperatura de 500°C aproximadamente.



**Figura 18.** Curvas para el revenido para K340 [31].

Se realizaron dos revenidos, el primero a 500 °C y durante 1h 20min, la herramienta se dejó enfriar al aire, y la dureza obtenida en este primer revenido fue de 59 HRC; el segundo revenido se realizó a 500 °C durante 1 hora, la herramienta fue enfriada en aceite, de esta manera la dureza final de la herramienta fue de 55 HRC.

### 2.3.5 Fabricación del material compuesto AA5083-nanoTiCN

Para la fabricación del material compuesto (AA5083-nanoTiCN) se utilizó como material base Aluminio AA5083 y como refuerzo la nanopartícula de TiCN (5%, 10%, 15% vol.) mediante el uso del pin cilíndrico roscado procesado por fricción batido.

En relación a los porcentajes usados se tomó como referencia la información teórica de diversos libros en los cuales indican que el porcentaje de refuerzo afecta significativamente a las propiedades mecánicas, además por la diferencia

de densidades entre el material base se considera que el material cerámico (nano partículas de TiCN) no debe sobrepasar el 30%, pues se obtiene una disminución progresiva de las propiedades mecánicas. [32], concluyendo se usó los siguientes porcentajes en volumen de nanopartícula de TiCN: 0%, 5%, 10%, 15%.

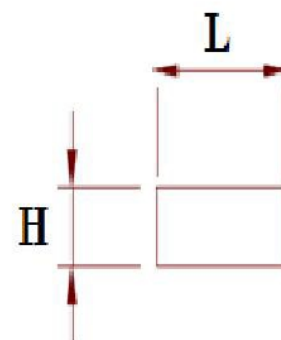
Para el cálculo del volumen ocupado por la nanopartícula TiCN en la matriz de aluminio AA5083, se usó como referencia el área total a procesar por el pin que está determinada por el diámetro y la altura con lo cual obtuvimos el valor del área total de  $10 \text{ mm}^2$  a partir de esta área se determinó que las áreas ocupadas por el refuerzo son:  $0 \text{ mm}^2$ ,  $0.5 \text{ mm}^2$ ,  $1.0 \text{ mm}^2$ ,  $1.5 \text{ mm}^2$  respectivamente, la cual se puede observar en la figura 19. Antes de agregar la nanopartícula se realizó el maquinado de la ranura las dimensiones que se muestra en la tabla 4.

**Tabla 4.** Dimensiones de las ranuras.

	L (mm)	H(mm)
AA5083-nanoTiCN 5%	1	0.5
AA5083-nanoTiCN 10%	1	1
AA5083-nanoTiCN 15%	1	1.5



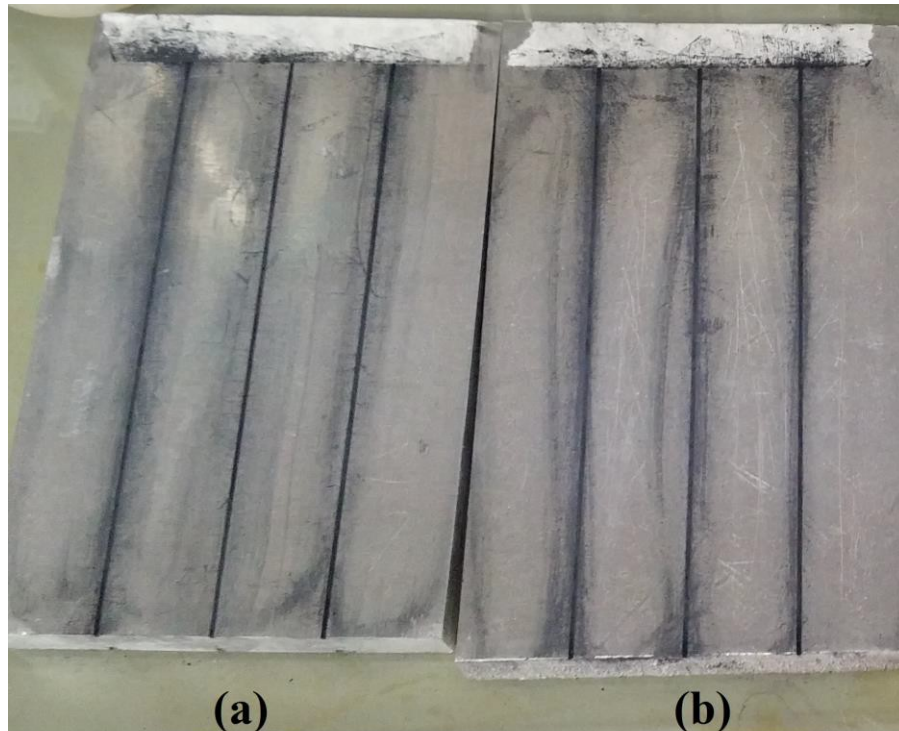
(a)



(b)

**Figura 19.** Ranura para la adición de nanoTiCN: (a) 5%, (b) dimensiones generales de las ranuras.

En la figura 20 se muestra las ranuras con el refuerzo de nanoTiCN antes de ser procesadas mediante fricción batido.



**Figura 20.** Ranuras con refuerzo de nano TiCN: (a) 15%, (b) 10%.

Bahemmat y col. [33] estudió el efecto de la velocidad de rotación y diseño de la herramienta en la aleación de aluminio AA2024 soldadas mediante fricción batido tomando constante la velocidad de avance en 50 mm/min y como velocidades de rotación 400 rpm, 600rpm, 800rpm y 1000rpm. Se tomaron estos datos de velocidad de rotación y velocidad de avance para determinar los parámetros óptimos, siempre tomando como referencia el valor de revolutionary pitch [13,19].

Se realizaron varias pruebas para obtener una calidad de procesamiento sin defectos (ver anexos), la cual se basó en investigaciones que indican que el valor de “revolutionary pitch” debe de ser 0.20 mm/rev o menor [18] Con lo cual nos garantiza una junta libre de defectos. (Ver figura 21), cabe resaltar que todos estos procesos fueron desarrollados en probetas sin la ranura en la cual se adicionara las nanopartículas de TiCN.

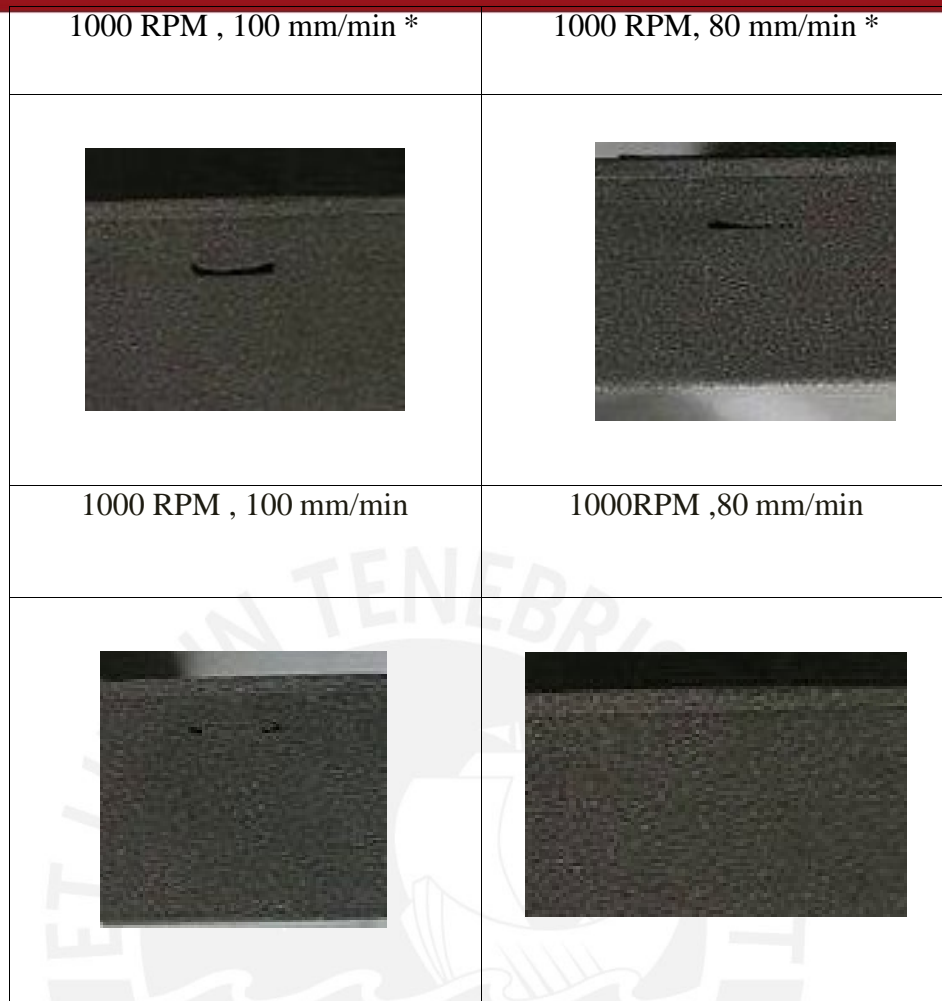


Figura 21. Resultados de las primeras pruebas de fricción batido de AA5083 (vista transversal) \*la geometría del pin usado será discutido en anexos.

Después de realizar múltiples pruebas se determinó los parámetros óptimos en el cual no se presentó defectos al interior de la zona procesada como se puede apreciar en la figura 21 son:

VELOCIDAD DE AVANCE	VELOCIDAD DE ROTACION
80 mm/min	1000 RPM



### 2.3.6 Procesamiento de fricción batido

Para poder procesar mediante fricción batido se deberá seguir los siguientes pasos:

- Se debe instalar la mesa soporte en las guías de la fresadora CNC, las probetas deberán estar sujetadas en las placas de sujeción durante el procesamiento de fricción batido. Cuando se haya introducido la herramienta contacto con las probetas a procesar para marcar el punto de inicio.
- Posteriormente, se introducirá los valores de velocidad de rotación y de avance (1000 RPM, 80 mm/ min), y también se definirá el valor de penetración del pin de la herramienta en las probetas el cual tuvo un valor de 0.02 mm.
- Con los datos cargados en la fresadora CNC, se dio inicio al proceso con la inmersión del pin en el aluminio AA5083 le cual se hizo lentamente, una vez introducido todo el pin, este debe permanecer un tiempo de 10 segundos aproximadamente para permitir que el material alcance un estado plástico adecuado luego se procede a iniciar con la velocidad de avance (80 mm/min).
- Por último, cuando la herramienta haya recorrido toda zona procesada se procedió a retirarla manteniendo la velocidad de rotación, hasta que ésta se retiró completamente de las probetas, esto permitió que no se aglomere material en la herramienta.

Se puede observar en la figura 22 que existe una pequeña rebaba en las partes laterales de la junta y eso se debe a que en el proceso se procedió a introducir 0.02 mm más respecto a la superficie para garantizar un hermetismo en el total.



**Figura 22.** Proceso de fricción batido para la probeta AA5083-nanoTiCN 0%.

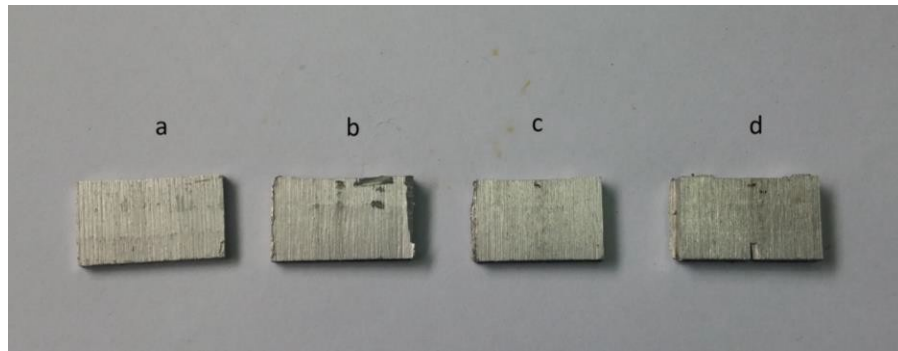
#### **2.4. Caracterización microestructural del material compuesto AA5083-nanoTiCN**

Para el análisis metalográfico se utilizó un microscopio Leica CTR4000 con una cámara digital Leica DFC320. Asimismo, se evaluó la composición de los compuestos intermetálicos presentes en la aleación mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y Espectroscopia por energía de dispersión (EDS). Empleando un microscopio electrónico de barrido FEI modelo QUANTA 650.

Se debe tener una cuidadosa preparación superficial de las muestras en los procesos de desbaste, pulido y ataque químico. Esta preparación superficial influye en el revelado de la microestructura.

Se cortó una sección transversal de la probeta aproximadamente de la mitad de esta, debido a que es ahí donde la mezcla del material es más uniforme y por tanto la microestructura es más homogénea. En la figura 23 se observan las probetas antes de ser encapsuladas para su mejor manejo al momento de la preparación superficial.

Las probetas fueron cortadas con disco abrasivo, utilizando refrigerante para evitar el calentamiento de las muestras y de esta manera afectar su microestructura.



**Figura 23.** Probetas para ensayo de dureza (a: 0%, b: 5%, c: 10%, d: 15%).

Posteriormente, se procedió al desbaste por vía húmeda de nuestras muestras tratando de obtener una superficie sin rayas, en nuestro trabajo utilizamos el papel abrasivo de carburo de silicio (SiC) de granulometrías de 150, 220, 360, 400, 600 y 1000 (se usó jabón para evitar rayar la superficie y no se usó agua corriente solo se humectó el papel abrasivo).

Para el pulido se hizo uso de una superficie giratoria con una solución acuosa cubierta de un paño de partículas abrasivas, se utilizó alúmina de 1  $\mu\text{m}$ . Debido a que el aluminio es un metal blando se tuvo que tener especial cuidado en el pulido para que los rayones no se hicieran visibles en el microscopio electrónico de barrido.

Por último, las muestras pulidas fueron limpiadas con agua, detergente y alcohol; y luego secadas para proceder a atacar al material con un reactivo para poder apreciar los límites de grano y los precipitados que se formaron, para este caso se usó el reactivo keller ( 5 ml  $\text{HNO}_3$  , 3 HCL , 2 ml HF , 10 ml agua) durante 30 segundos.

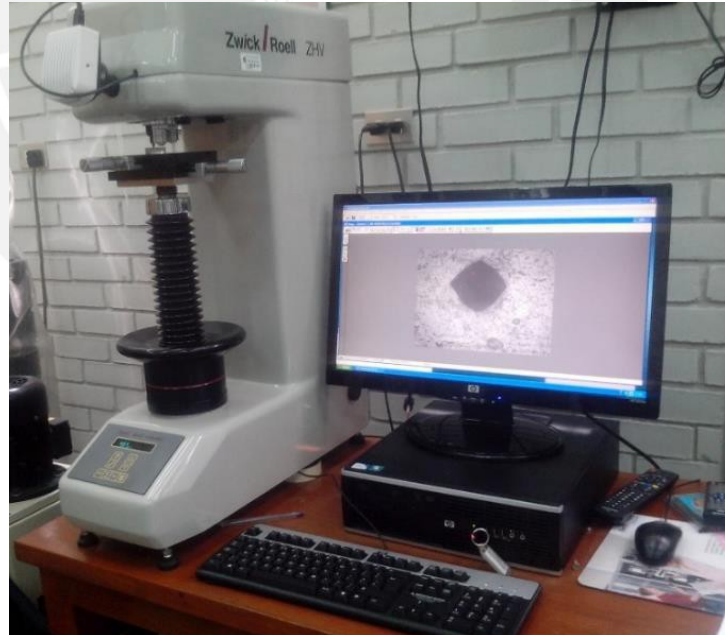
## 2.5 Caracterización mecánica del material compuesto AA5083-nanoTiCN

### 2.5.1. Ensayo de Dureza

Para determinar la dureza del material compuesto resultante se tomaron muestras de sección transversal, las probetas fueron cortadas con disco abrasivo utilizando refrigerante para evitar cambios microestructurales por efecto de la temperatura y fueron desbastadas con papel abrasivo de SiC (80, 120, 220, 400, 600) se empleó una carga de 1 kg para la toma de valores de dureza. La separación de las marcas fue de 1 mm para poder obtener un perfil de dureza del material compuesto AA5083-nanoTiCN.

#### a) Equipo empleado:

Este ensayo se realizó en el laboratorio de Materiales de la PUCP y se utilizó un microdurómetro Vickers de marca ZWICK ROEL como se muestra en la figura 24.



**Figura 24.** Equipo de dureza ZWICK ROEL

Para el desarrollo del ensayo, se tomó como referencia la norma ASTM E 384, que corresponde al método de ensayo de dureza Vickers para materiales [34].

### 2.5.2. Evaluación de la resistencia al Desgaste

El ensayo para evaluar el desgaste utilizado en esta investigación es el “Método de Ensayo Estandarizado para la Medición de Abrasión usando un Equipo de Rueda de Caucho con Arena Seca” según la norma ASTM G65-04 (2010) [35]. Este método de ensayo evalúa la resistencia al desgaste por abrasión de materiales metálicos el cual nos brinda resultados cuantitativos que permitan comparar diferentes materiales.

La norma ASTM G65-04 (2010) recomienda 5 tipos de procedimientos de ensayo para materiales con diferentes grados de resistencia al desgaste o espesor de la probeta. Los resultados del ensayo se presentan como una pérdida de volumen, en milímetros cúbicos, para el procedimiento de ensayo elegido.

A continuación se da una breve descripción de los diferentes procedimientos de la norma.

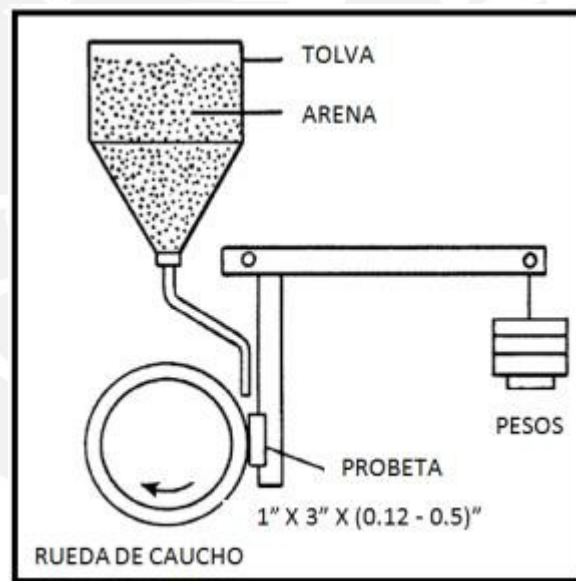
- Procedimiento A: Se emplea para materiales con una resistencia a la abrasión que varía de media a extrema.
- Procedimiento B: Es una variación del procedimiento A. Se usa para materiales con una resistencia a la abrasión que varía entre baja y media. Este procedimiento debe ser usado cuando la diferencia de volumen excede los 100 mm<sup>3</sup>.
- Procedimiento C: Es una variación del procedimiento A de menor tiempo. Se usa para recubrimientos delgados.
- Procedimiento D: Es una variación del procedimiento A con menor carga. Se usa para materiales de baja resistencia.
- Procedimiento E: Es una variación del procedimiento B de menor tiempo que se usa para materiales con una resistencia a la abrasión mediana a baja.

La Tabla 5 presenta los parámetros (tiempo, fuerza, revoluciones, distancia recorrida) de los diferentes procedimientos.

**Tabla 5.** Parámetros de los diferentes procedimientos del ensayo de desgaste [35].

PROCEDIMIENTO	TIEMPO (min)	FUERZA (N)	REVOLUCIONES (RPM)	DISTANCIA RECORRIDA(m)
A	30	130	6000	4309
B	10	130	2000	1476
C	0.5	130	100	71.8
D	30	45	6000	4309
E	5	130	1000	718

La máquina para el ensayo de desgaste consiste en un equipo cuyo esquema se muestra en la Figura 25.



**Figura 25.** Esquema de la máquina de abrasión [35].

Como se puede apreciar en la figura 25, en la tolva se carga el material abrasivo y se deja caer a través de un conducto entre la probeta y la rueda de caucho giratoria. La probeta se presiona contra la rueda de caucho que está girando con la ayuda de un brazo de palanca para que el flujo controlado de arena realice la abrasión en la superficie de la misma. El tiempo de ensayo y la magnitud de la fuerza con que se presiona la probeta dependen del tipo de procedimiento a usar. Sin embargo, para todos los procedimientos el principio

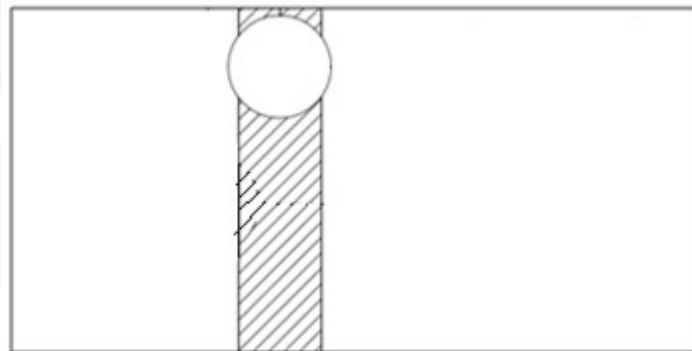
para medir el desgaste es la pérdida de volumen, que se medirá de manera indirecta empleando la densidad de la probeta y la pérdida en masa de la misma.

Para fines del trabajo de investigación se utilizó el método B para realizar las pruebas correspondientes.

### 2.5.3. Evaluación de la resistencia a la corrosión

#### 2.5.3.1 Preparación de muestras

Se cortó 1 muestra circular por probeta utilizando una máquina FANUC “ $\alpha$ -800iA” de corte por hilo, estas muestras abarcan toda el área superficial de procesamiento (NC, TMAZ y BM) . Las muestras circulares fueron de 15 mm de diámetro y de 2.9mm de espesor. Estas fueron cortadas de la parte superficial de la probeta tal como se muestra en la Figura 26.



**Figura 26.** Esquema del corte de las probetas para ensayos electroquímicos.

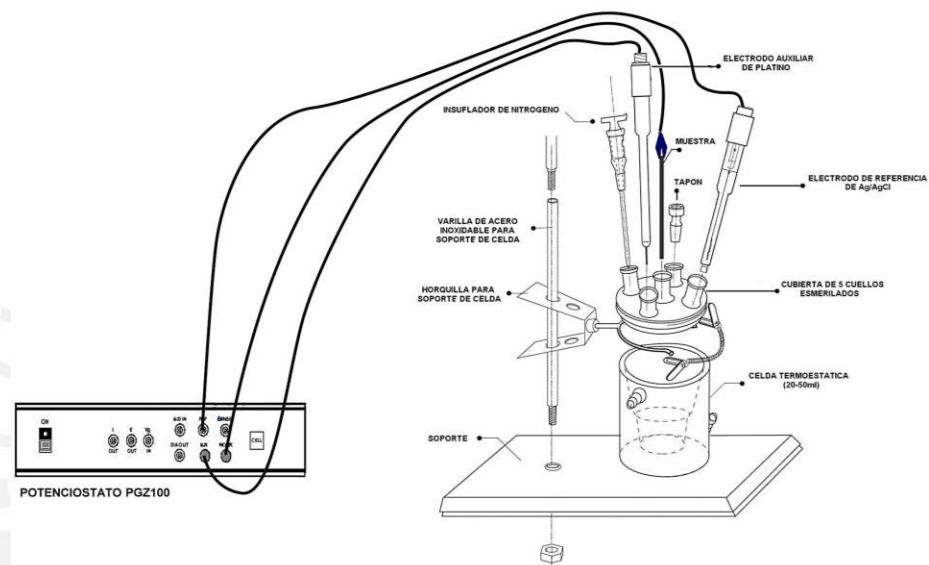
Es muy importante la preparación de la superficie de estas muestras debido a que se quiere evaluar la resistencia a la corrosión. Además, se debe tener especial cuidado en la superficie de la muestra a ensayar, pues esta no debe tener defecto alguno o resquicios.

Se preparó estas superficies lijándolas con papel abrasivo de SiC de granulometría de 80, 150, 220, 360, 400, 600 y 1000 sucesivamente.

Finalmente, fueron limpiadas con etanol para eliminar la impurezas que pudieran haber quedado y luego secadas con aire caliente seco.

### 2.5.3.2. Equipo empleado:

Para el desarrollo de los ensayos de polarización se utilizó el Potenciostato PGZ100 el cual se muestra esquemáticamente en la Figura 27.



**Figura 27.** Esquema del montaje de la celda básica con el potenciostato.

Los datos importantes que se pueden medir en estos ensayos son la corriente de corrosión ( $i_{corr}$ ), potencial de corrosión ( $E_{corr}$ ) y la velocidad de corrosión ( $\mu\text{m/año}$ ). Asimismo, se pueden graficar las curvas de polarización ( $E$  vs  $\log i$ ) todo el ensayo se hizo bajo la norma ASTM G 59-91 como referencia.

### 2.5.3.3. Ensayo de potencial de circuito abierto

En este ensayo no se aplica un potencial exterior al sistema, solo se deja que actúe de forma natural y se mide cada cierto tiempo el valor de potencial que registra el equipo durante un periodo de tiempo. Se utilizó el electrodo saturado de Calomel (SCE) como el electrodo de referencia. El electrolito que



utilizamos fue 500 ml de 3.5% NaCl. Este ensayo se realiza hasta que el voltaje se estabilice para luego continuar con el ensayo potenciodinámico.

Se realizó el ensayo de potencial del circuito abierto (OCP) a todas las probetas procesadas mediante FSP, adicionalmente al material base, estas fueron sumergidas durante 1 hora a una solución de 3.5% NaCl, el tiempo de estabilización es aproximadamente 30 minutos dado que luego de eso la variación del potencial fue muy baja.

#### 2.5.3.4. Curvas de polarización

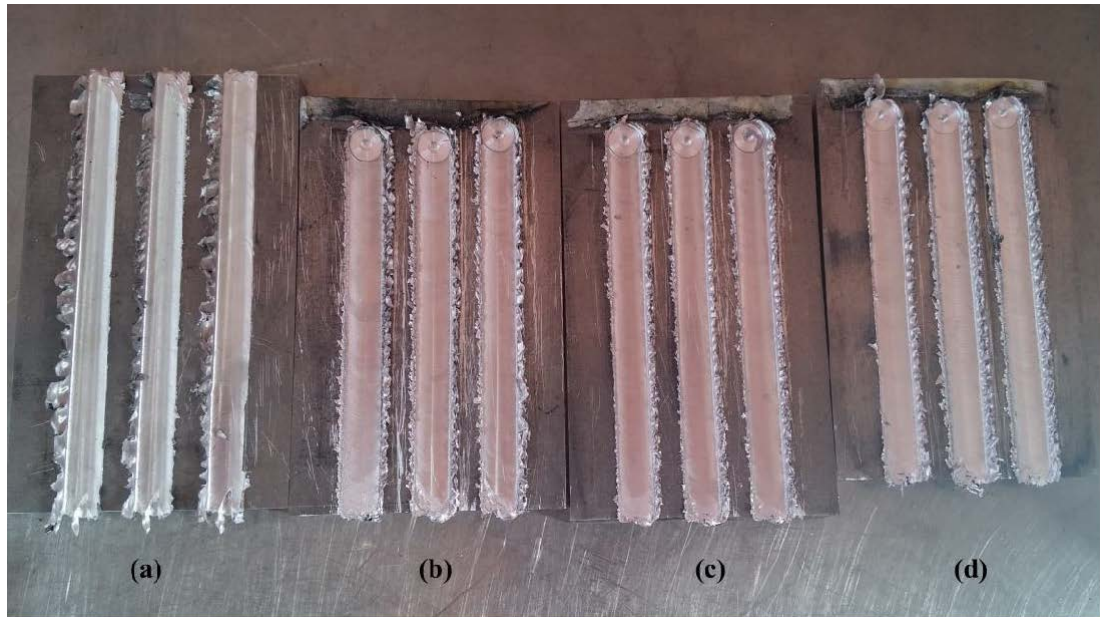
Para este ensayo se impuso una variación continua potenciales para poder apreciar el comportamiento del material cuando está protegido por la capa de pasivación y también analizar su comportamiento una vez que esta capa se rompe en el potencial de corrosión.

En esta prueba se usaron platino como electrodo auxiliar y un electrodo saturado de Calomel (SCE) como electrodo de referencia, el electrolito que utilizamos fue 500 ml de 3.5% NaCl. El potencial inicial y final con respecto a OCP fue de 250 mV y 500 mV, aproximadamente.

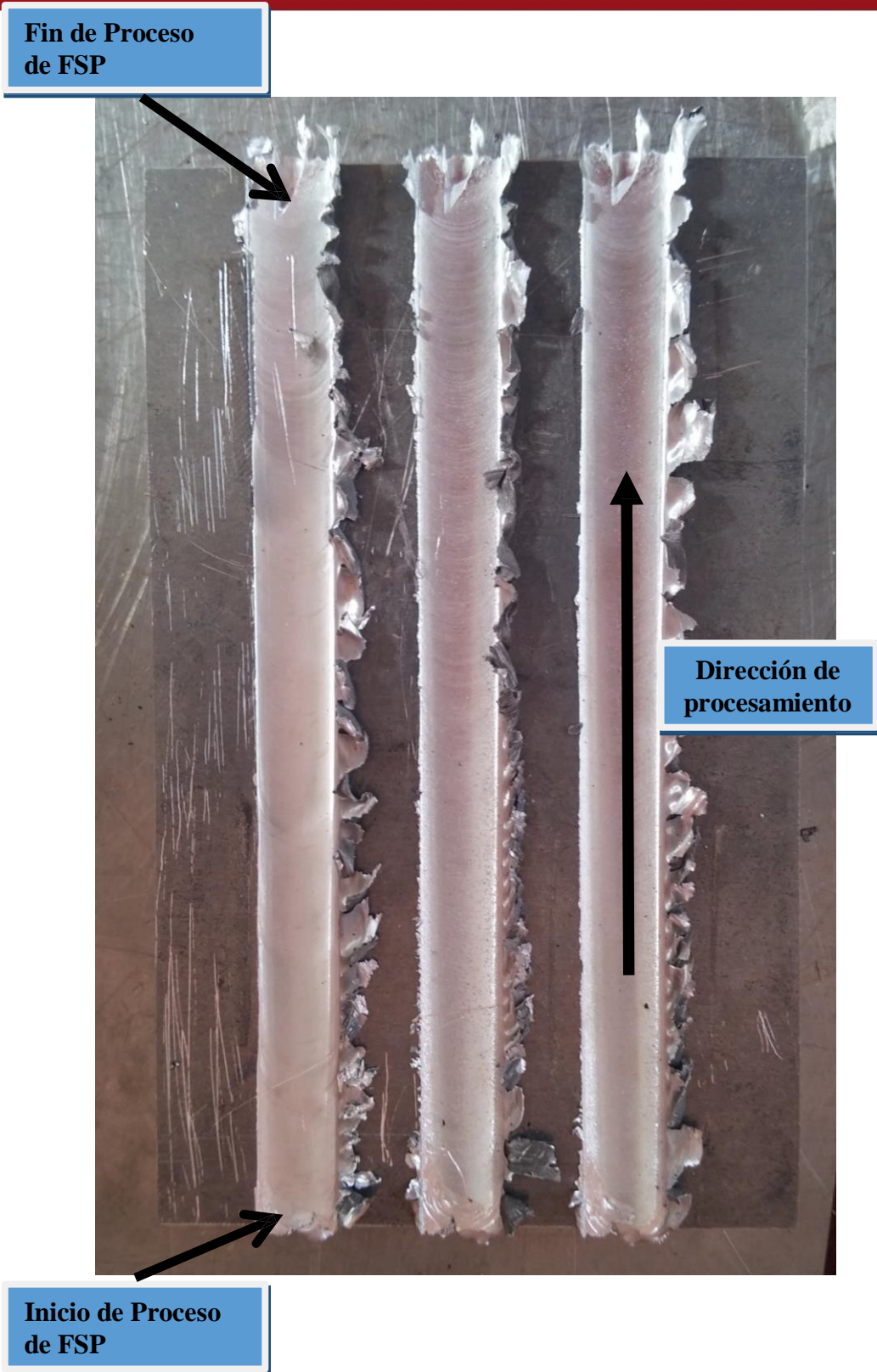
### III. RESULTADOS Y DISCUSION DE RESULTADOS

#### 3.1 Inspección Visual

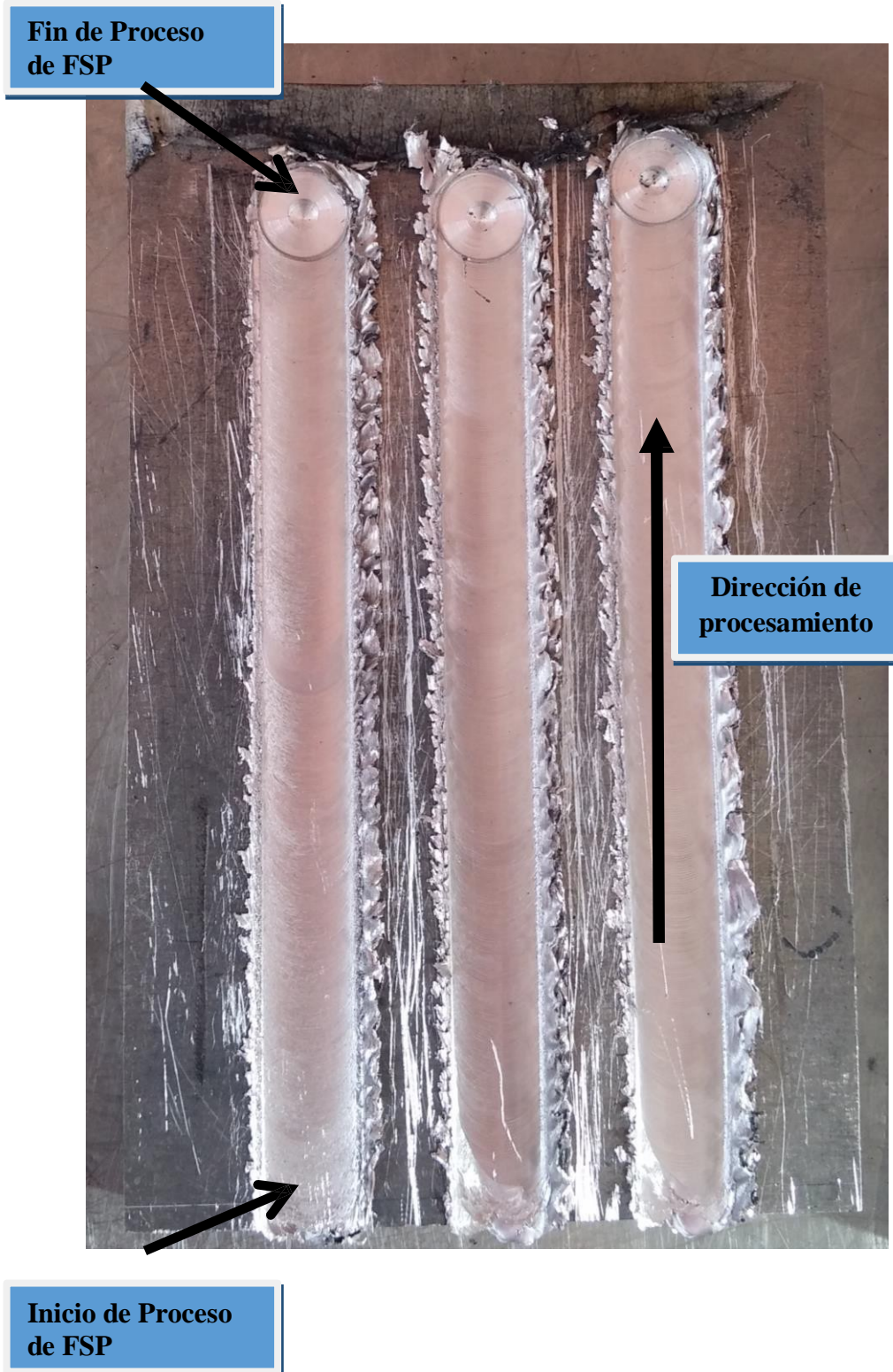
En la figura 28 se muestran las probetas de AA5083-nanoTiCN Después de ser procesadas mediante fricción batido como se observa todas poseen una buena calidad superficial y que en las figuras 29-32 se muestra con mayor detalle.



**Figura 28.** Probetas luego del el proceso de FSP se observa la buena calidad superficial: (a) AA5083-nanoTiCN 0%, (b) AA5083-TiCN 5%, (c) AA5083-TiCN 10%, (d) AA5083-TiCN 15%.

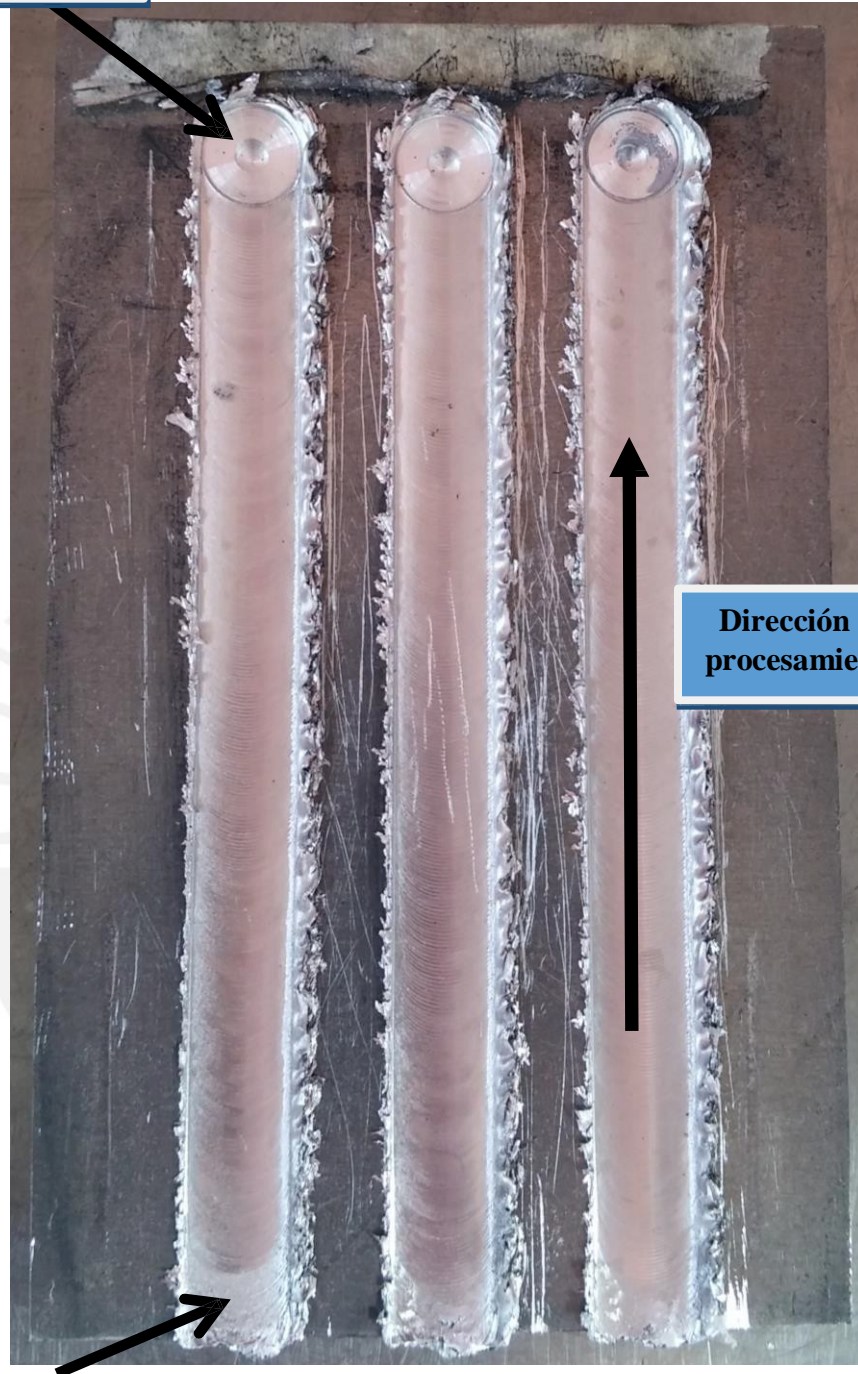


**Figura 29.** Probeta de AA5083-nanoTiCN 0% luego de ser procesado mediante fricción batido.



**Figura 30.** Probeta de AA5083-nanoTiCN 5% luego de ser procesado mediante fricción batido.

Fin de Proceso  
de FSP



Inicio de Proceso  
de FSP

**Figura 31.** Probeta de AA5083-nanoTiCN 10% luego de ser procesado mediante fricción batido.



**Figura 32.** Probeta de AA5083-nanoTiCN 15% luego de ser procesado mediante fricción batido.

### 3.2.- MICROESTRUCTURA

#### 3.2.1.-Microscopia óptica

En las figuras 33-46 se observan la microestructura del perfil procesado de AA5083-nanoTiCN a 50X en la cual claramente se pueden identificar las zonas características: metal base (MB), zona afectada térmicamente (ZAT), zona afectada termomecánicamente (ZATM) y zona de núcleo central (NC) y las aglomeraciones de la nanopartícula, así como los defectos presentes en las probetas procesadas mediante fricción batido.



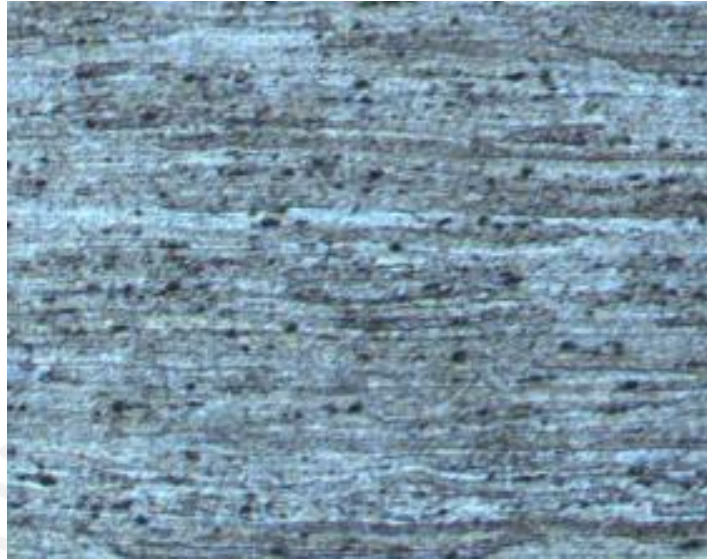


**Figura 33.** Probeta sin adición del nanoTiCN.

En la Figura 33 Observamos la dimensión del área procesada es aproximadamente igual a la del shoulder, esto nos indica que los parámetros de revolutionary pitch (0.08 mm/ rev) son los óptimos, también se puede apreciar defectos en la zona de retroceso procesada, estos defectos son inherentes en casi todos los procesos de FSP.



Como se aprecia en la figura 34 observamos las microestructuras del material base el cual fue sometido a una laminado, en la figura 35 se puede observar la microestructura del AA5083 luego de ser procesado mediante fricción batido el cual tiene un afinamiento de grano producto del procesamiento por fricción batido del aluminio.



**Figura 34.** Microestructura del material base a 50X



**Figura 35.** Microestructura del NC a 50X

Además se puede observar las diferentes zonas características del proceso de fricción batido la cual se muestra en la figura 36. Y como la microestructura varía en cada zona.

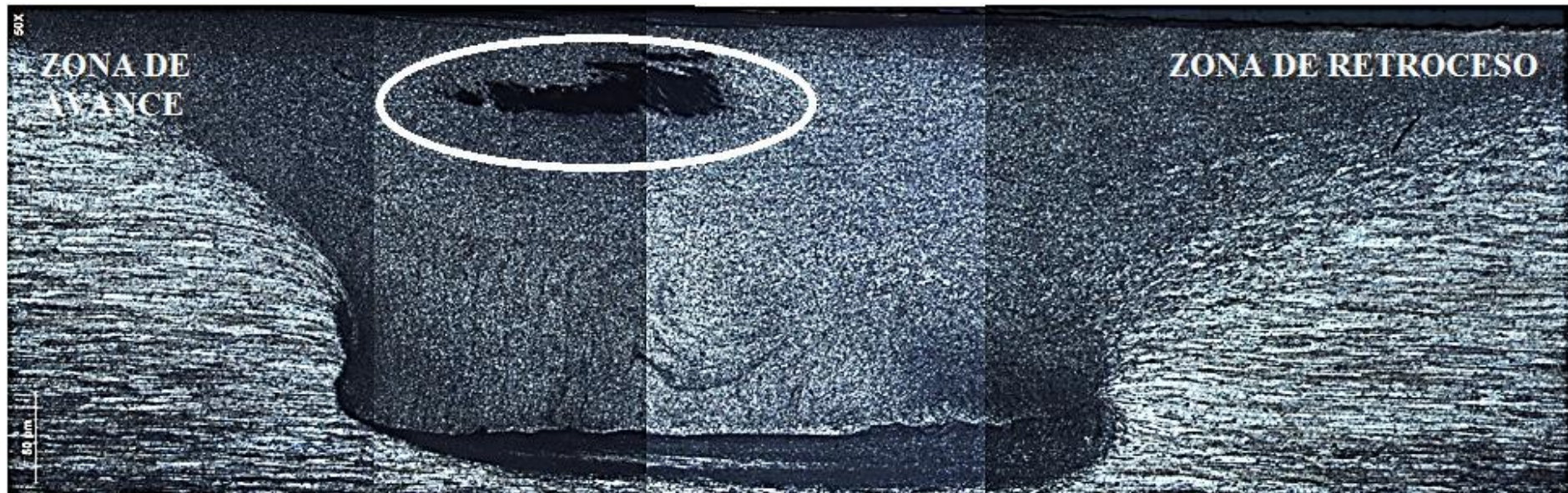


**Figura 36.** Zonas características del procesamiento por fricción batido AA5083 sin adición de nano TiCN.

En la figura 37 se observa los defectos ocasionados por el procesamiento, se observa que estos están situados en la parte inferior de la zona de retroceso.

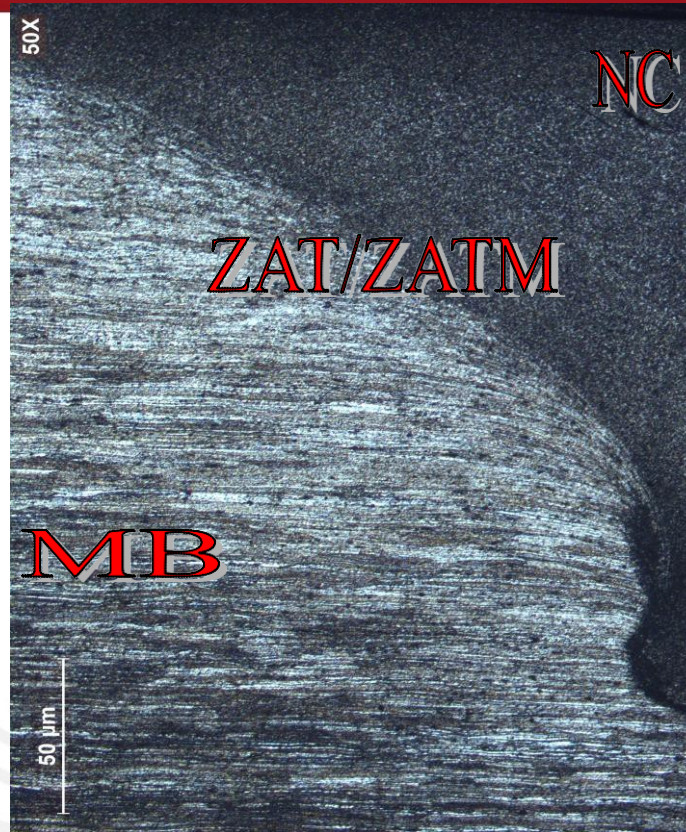


**Figura 37.** Defectos internos en la probeta AA5083 sin adición de nano TiCN

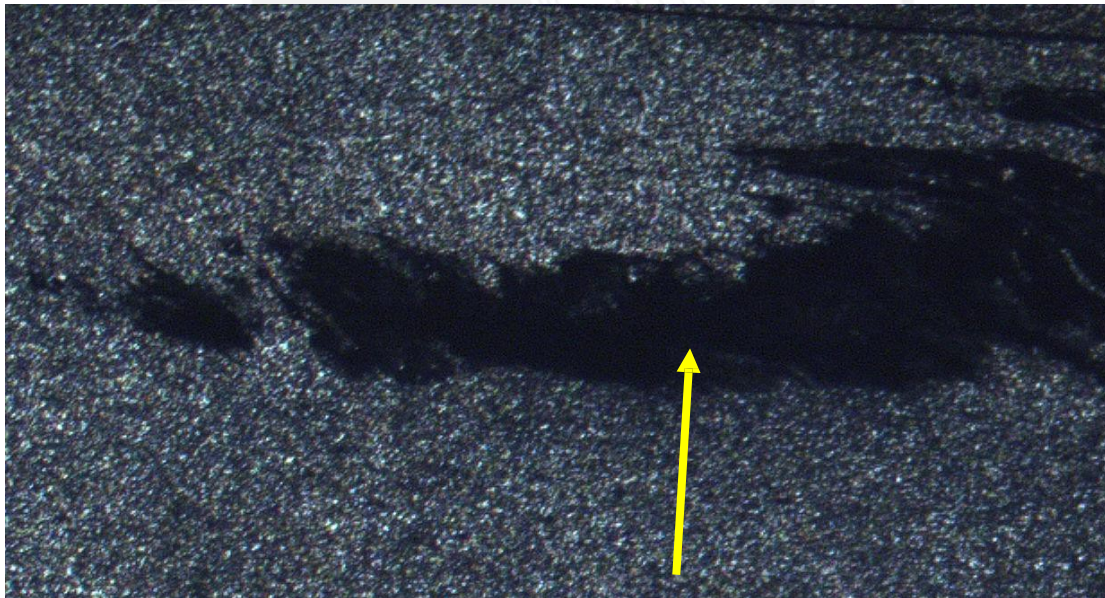


**Figura 38.** Probeta de AA5083-nanoTiCN (5%)

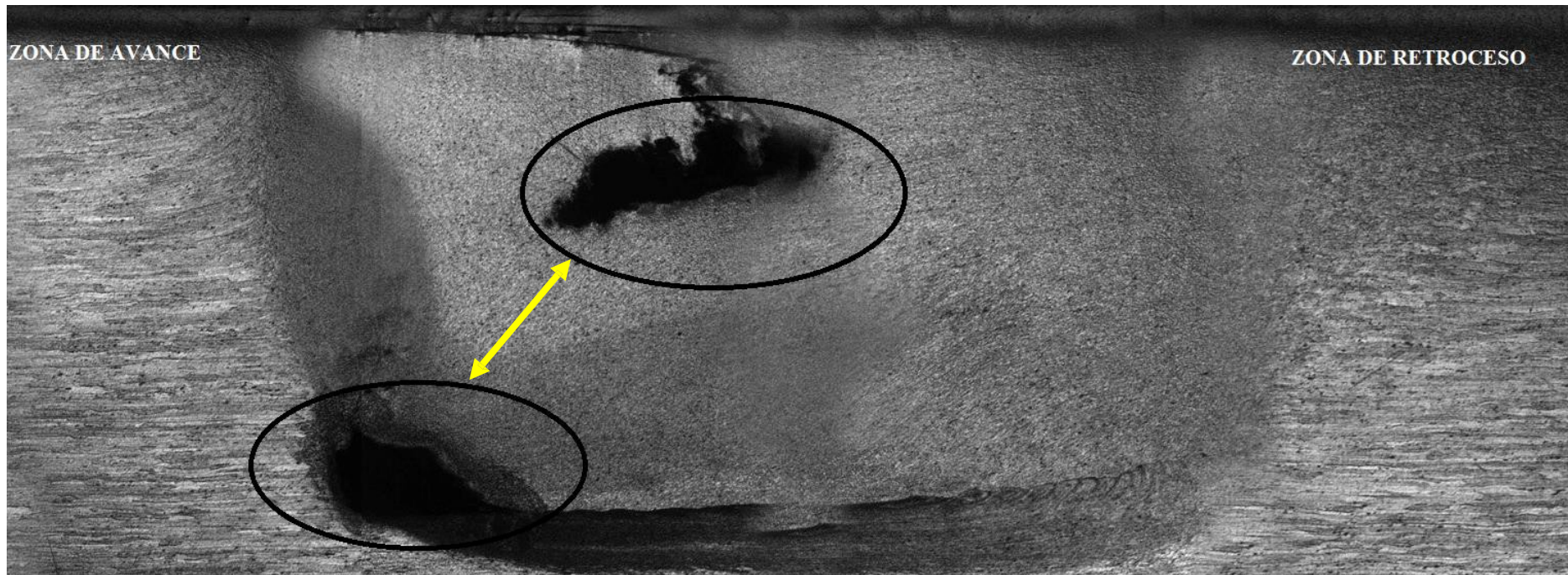
En la Figura 38 En este caso observamos que la dimensión del área procesada es un poco menor al área del shoulder, y se pueden definir claramente las zonas del procesamiento (ver figura 39) también observamos un conglomerado de partículas en la parte central de la zona procesada como se muestra en la figura 40 en este caso la zona procesada no presenta defectos.



**Figura 39.** Zonas características del procesamiento por fricción batido AA5083 -nanoTiCN (5%).



**Figura 40.** Conglomerado de nano partículas de TiCN en la probeta de AA5083-nanoTiCN (5%).



**Figura 41.** Probeta de AA5083-nanoTiCN (10%)

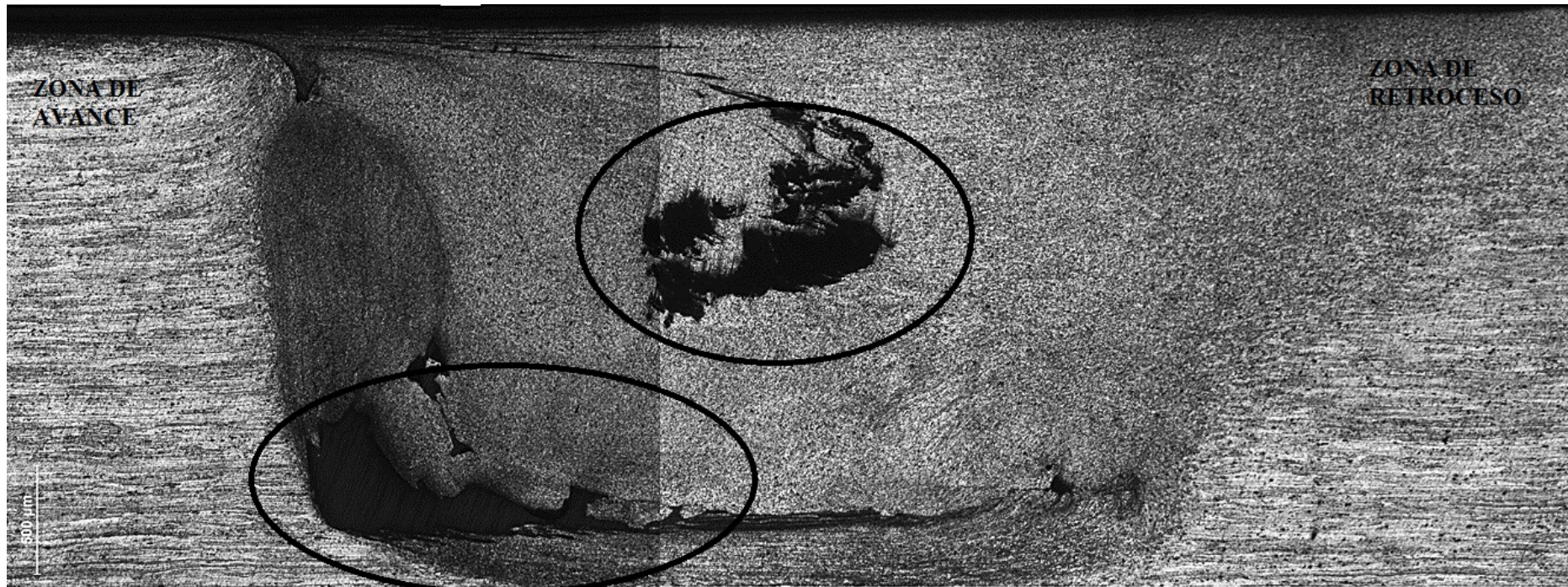
En la Figura 41 se observa que el área procesada vuelve a tener aproximadamente la misma longitud que la del shoulder, adicionalmente observamos una aglomeración de partículas en la zona central y en la zona de avance ver figura 42, se definen claramente las zonas de procesamiento ver Figura 43,



**Figura 42.** Aglomeración de nano partículas de TiCN en la zona central de procesamiento.

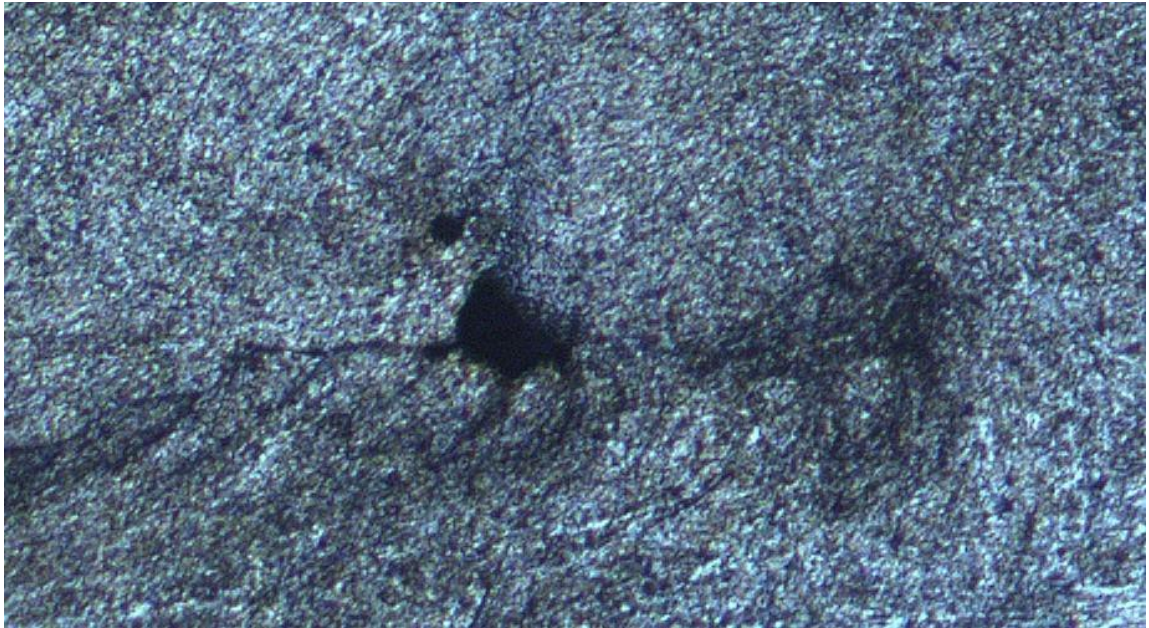


**Figura 43.** Zonas características del procesamiento por fricción batido de AA5083-nano TiCN (10 %).



**Figura 44.** Probeta de AA5083-nanoTiCN (15%)

En la Figura 44 se observa que la zona procesada es casi del mismo tamaño que la longitud del shoulder, se observan aglomerados de nanoTiCN en la parte central y también en la parte inferior izquierda de la probeta, se presenta un defecto en la parte interior de la zona de retroceso como se muestra en la figura 45.



**Figura 45.** Defecto presente en la probeta AA5083-nanoTiCN (15%).

También se observa las zonas características obtenidas por el procesamiento por fricción batido las cuales se muestran en la figura 46.



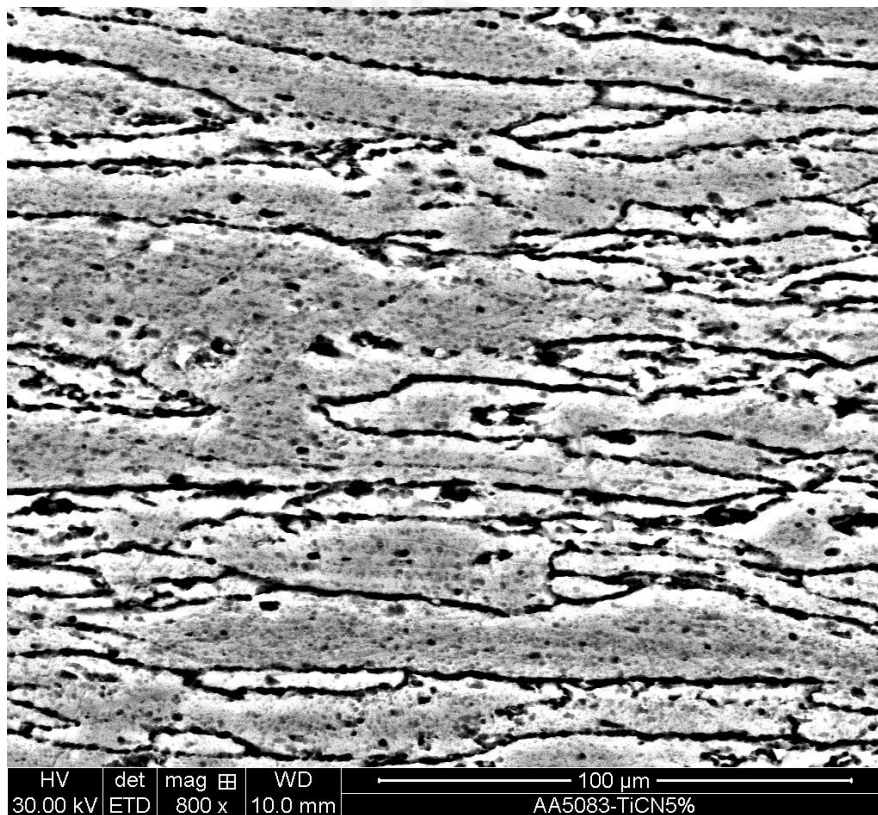
**Figura 46.** Zonas características del procesamiento por fricción batido de la probeta AA5083-nanoTiCN (15%)



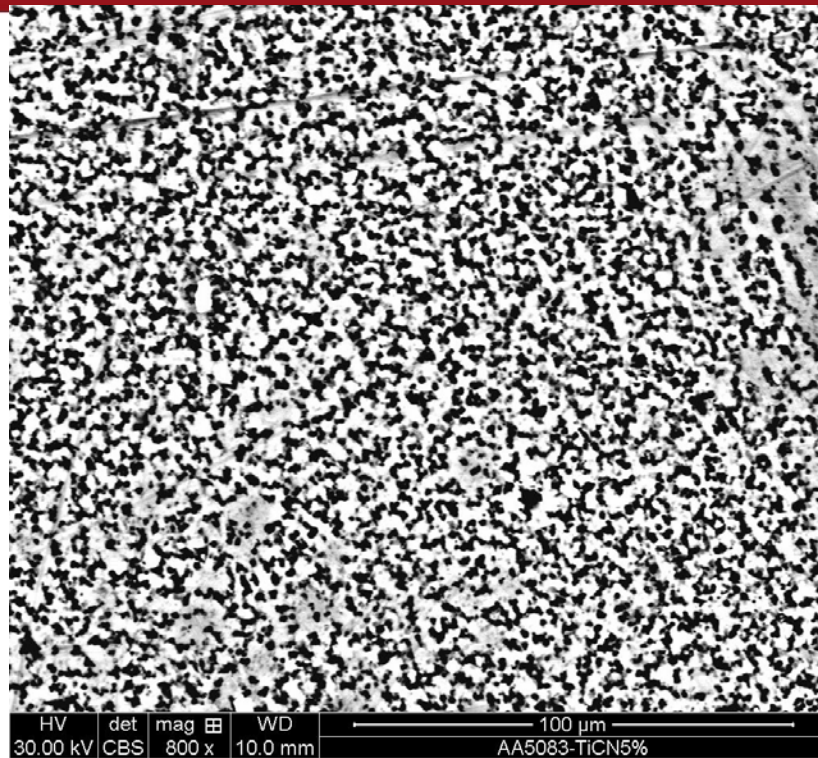
### 3.2.2. Microscopia electrónica de barrido

Se realizó microscopia electrónica de barrido a la probeta de AA5083-nanoTiCN 5%, tomando como referencia al proceso por la ausencia de defectos como se observa en la figura 38.

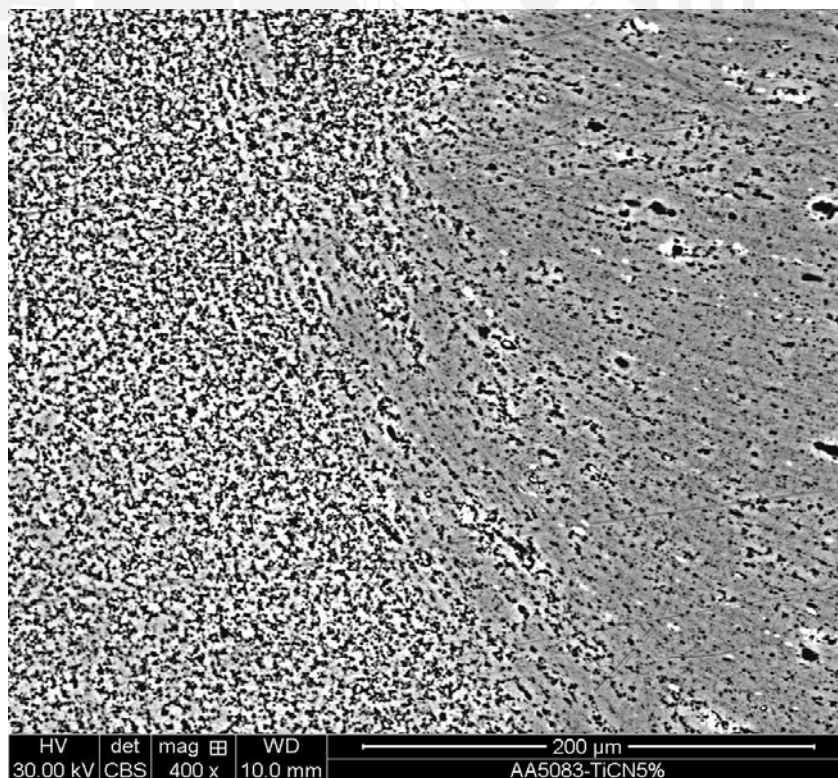
En las figuras 47, 48 y 49 se observa la microestructura del material base, la zona de núcleo central y la zona afectada termomecánicamente en la cual se aprecia que existe un afinamiento de grano significativo.



**Figura 47.** Microscopia electrónica de barrido del material base.



**Figura 48.** Microscopia electrónica de barrido de zona de núcleo central procesada en la probeta AA5083-TiCN (5 %).

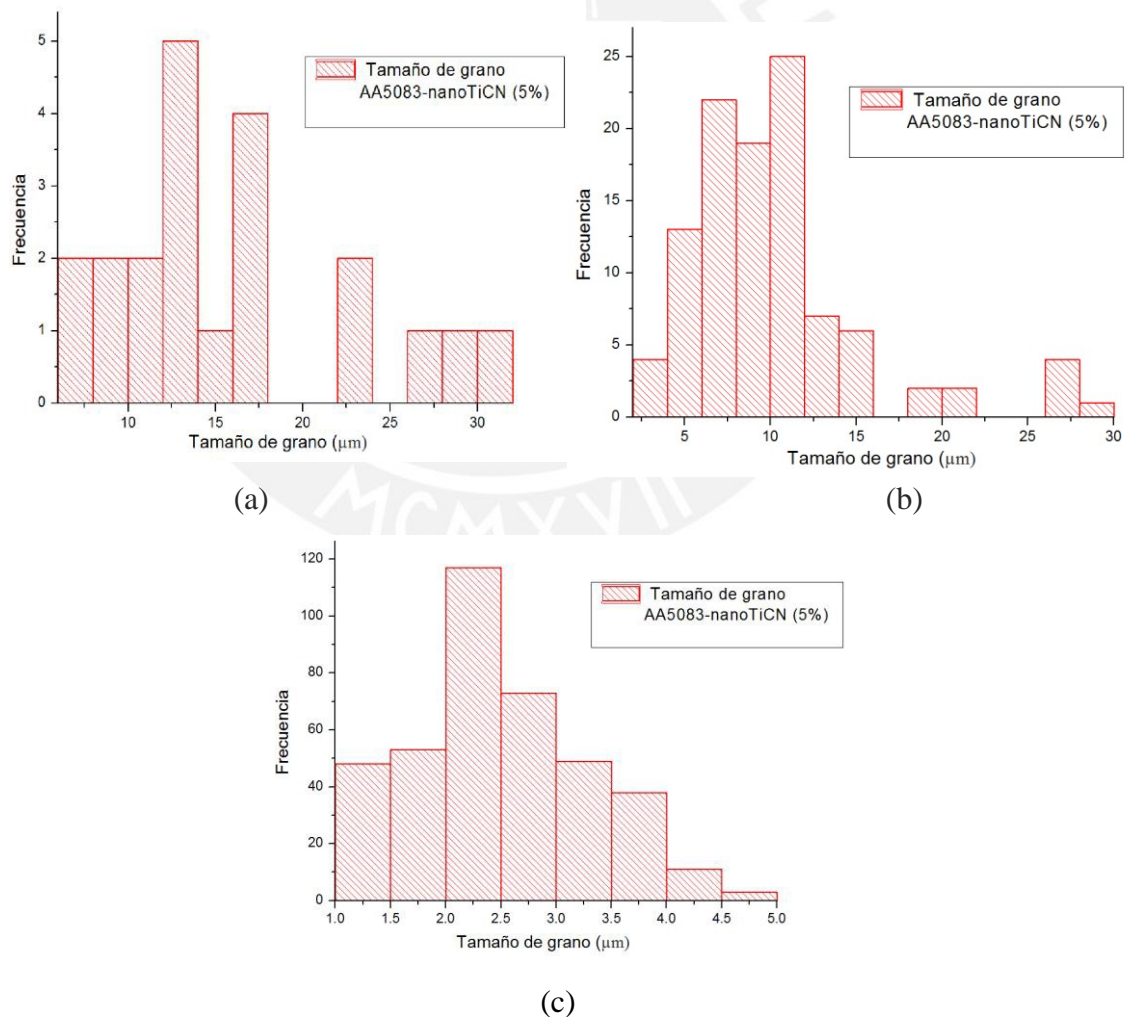


**Figura 49.** Microscopia electrónica de barrido de ZATM y ZAT.

Mediante el uso del programa “imagej” se determinó el tamaño de grano del aluminio AA5083 antes y después del procesamiento por fricción batido (ver figura 50). Cabe resaltar que para efectos comparativos se determinó el área total de cada grano ( $\mu\text{m}^2$ ) y esta área se asumió como circular. De esta manera se determinó un diámetro de grano promedio de las diferentes zonas características. Los resultados se observan en la tabla 6.

**Tabla 6.** Tamaño de grano de las diferentes zonas características del procesamiento por fricción batido AA5083-nanoTiCN.

Zona de procesamiento	Tamaño de grano ( $\mu\text{m}$ )
Material Base	$16.0983 \pm 6.9724$
ZATM / HAZ	$10.1972 \pm 5.2556$
Zona del núcleo central	$2.4871 \pm 0.7664$



**Figura 50.** Histogramas de resultados de medición de tamaño de grano de las diferentes zonas: a) material base; b) ZATM/ ZAT; c) Zona de núcleo central.

Se concluye que la microestructura se ha refinado significativamente en la zona procesada en todas las muestras, pasando de un tamaño de grano de  $16.0983 \pm 6.9724 \mu\text{m}$  en la zona del material base a  $2.4871 \pm 0.7664 \mu\text{m}$  en la zona del núcleo central. El procesamiento por fricción-batido altera la microestructura por la intensa deformación plástica y la temperatura elevada [36], provocando la recristalización dinámica, y como resultado produce microestructura más fina. [37, 38, 39]

Se determinó que existen 2 tipos de fases intermetálicas mediante análisis EDS las cuales se muestran en la Figura 51. Las cuales fueron reportadas por; Morisada y col [40] y Donatus y col [41].

El compuesto intermetálico más brillante que se observan en la figura 51 es denominado Al (Mn, Mg/Si). Este compuesto intermetálico es la fase de mayor tamaño, con una composición que se observa en la figura 52.

El compuesto denominado Al (Mn, Mg) o también conocido como fase  $\beta$  ( $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ ), la cual se observa en la figura 51, cuya composición se muestra en la figura 53 es de especial interés por el rol importante de este en relación a la resistencia a la corrosión y a los mecanismos de corrosión que puede presentar esta aleación AA5083 [27, 28, 40,41].

No se detectó la presencia de los compuestos intermetálicos Al ( $\text{Mg}_2\text{Si}$ ) cuyos compuestos son de gran tamaño y no constituyen obstáculos para las dislocaciones y son los responsables de la disminución de la resistencia mecánica en aleaciones procesadas mediante fricción batido de AA5083 [20].

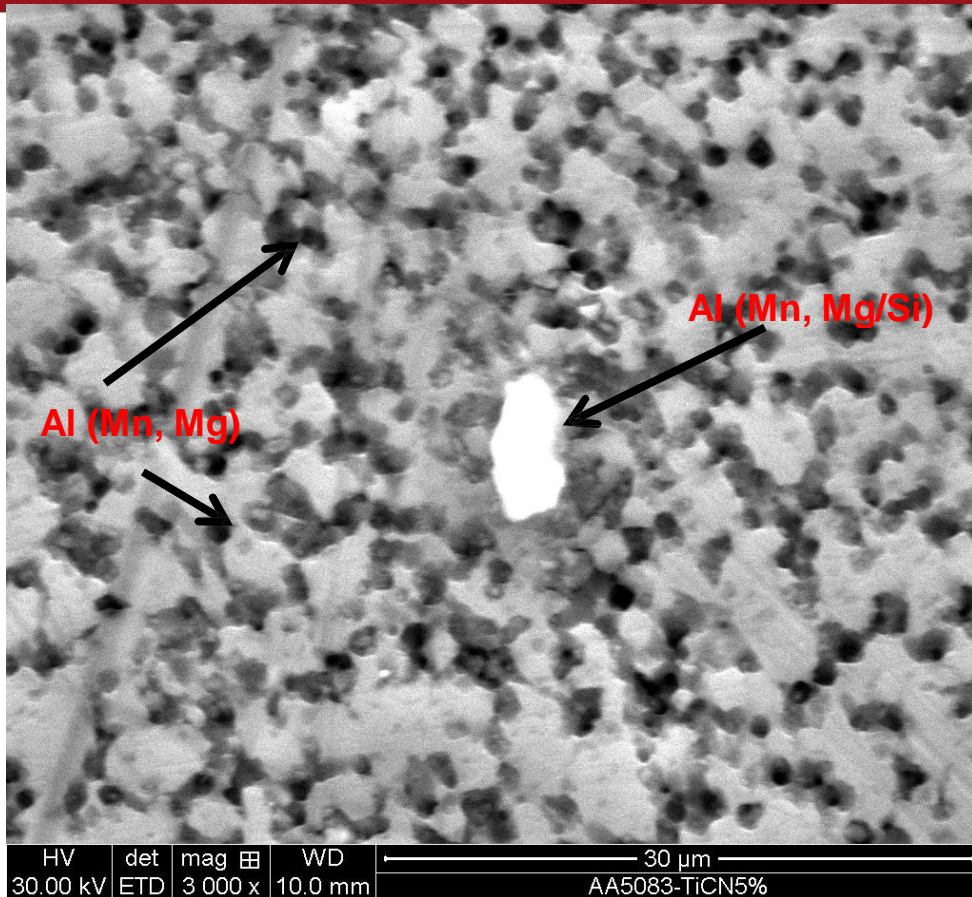
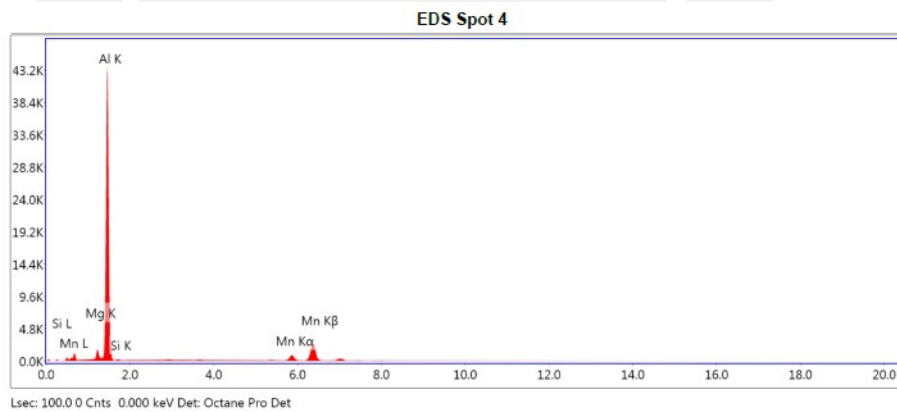


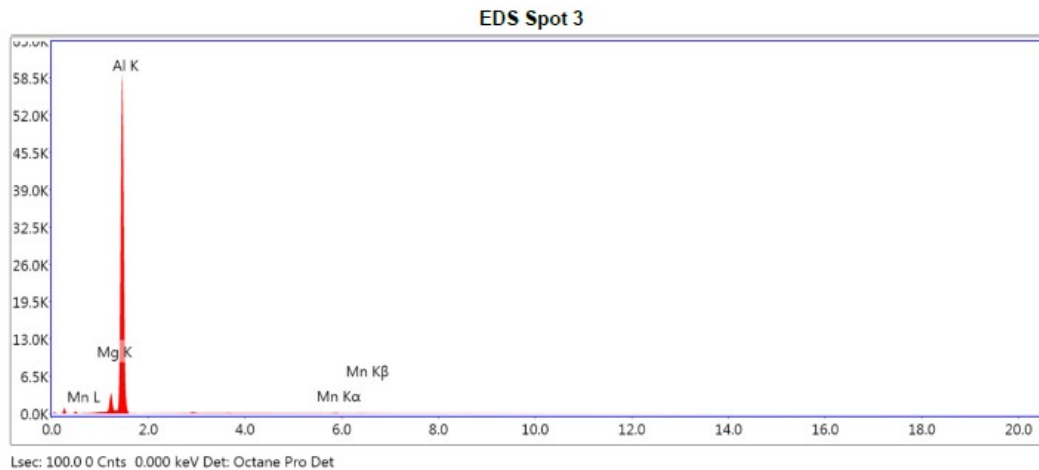
Figura 51. Microscopia electrónica de barrido de AA5083-nanoTiCN 5%



**eZAF Smart Quant Results**

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %
MgK	2.7	3.09	174.64	4.82
AlK	89.61	92.15	6137.55	2.93
SiK	1.83	1.8	31.34	13.37
MnK	5.86	2.96	202.98	2.84

Figura 52. Composición química de la fase intermetálica Al (Mn, Mg/Si).



**eZAF Smart Quant Results**

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %
MgK	4.63	5.12	440.01	2.73
AlK	94.89	94.64	8305.24	2.38
MnK	0.48	0.24	19.9	15.49

**Figura 53.** Composición química de la fase intermetálica Al (Mn, Mg).

En la figura 54 se observa un análisis SEM - EDS al material base AA5083 sin el proceso de fricción batido se encontraron los mismos compuestos intermetálicos cuya composición química en relación a la fase  $\beta$  ( $Al_3Mg_2$ ) no sufre variación (ver figura 54) pero si hay un efecto significativo en la distribución en los límites de grano. En relación al compuesto intermetálico Al (Mn, Mg/Si) se puede observar que esta fase después del procesamiento por fricción batido sufre una pérdida de Mg (4.76 % en peso en metal base a 2.7 % en la zona del núcleo central (ver figura 55).

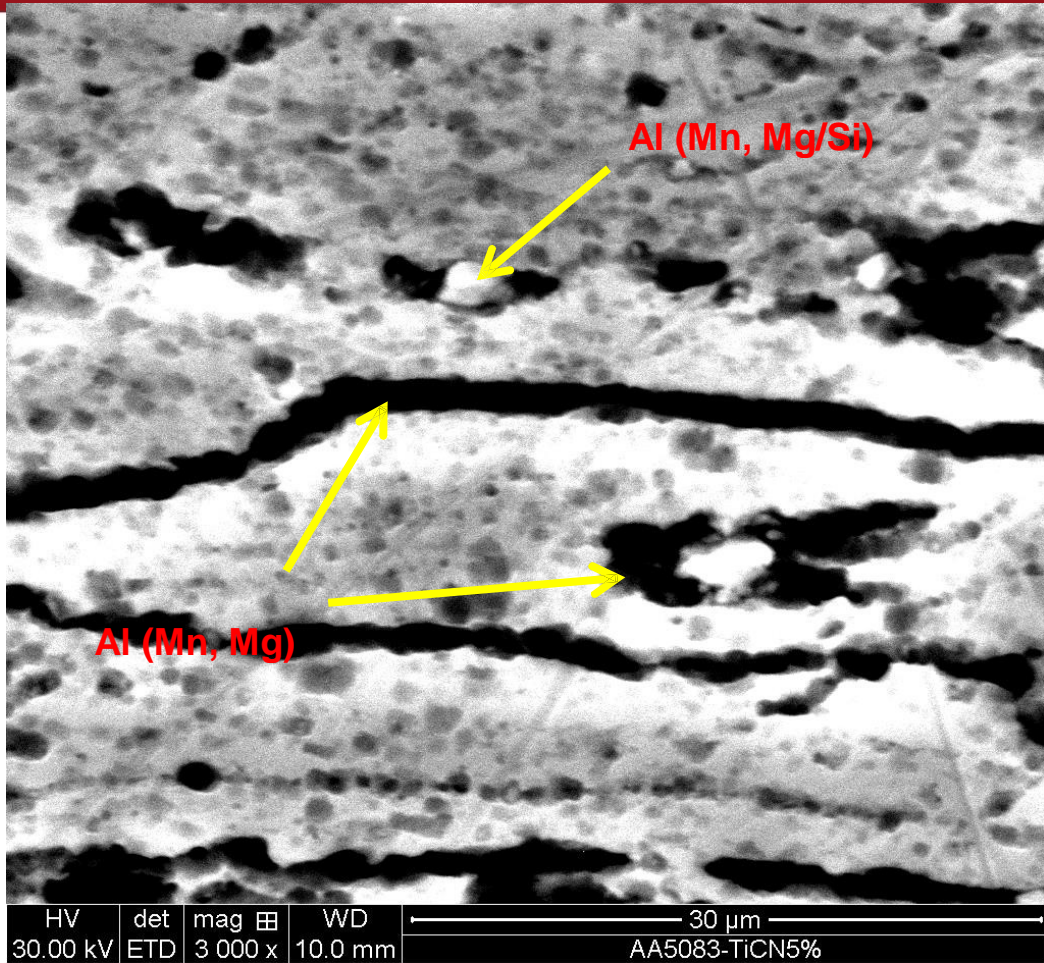


Figura 54. Microscopia electrónica de barrido de AA5083.

**eZAF Smart Quant Results**

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %
MgK	4.81	5.32	534.2	2.6
AlK	94.78	94.48	9625.1	2.41
MnK	0.41	0.2	19.63	15.5

(a)

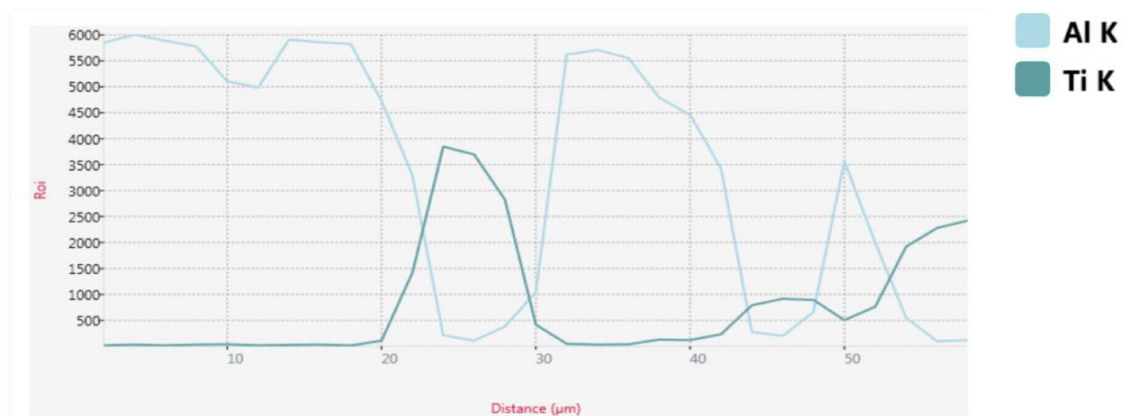
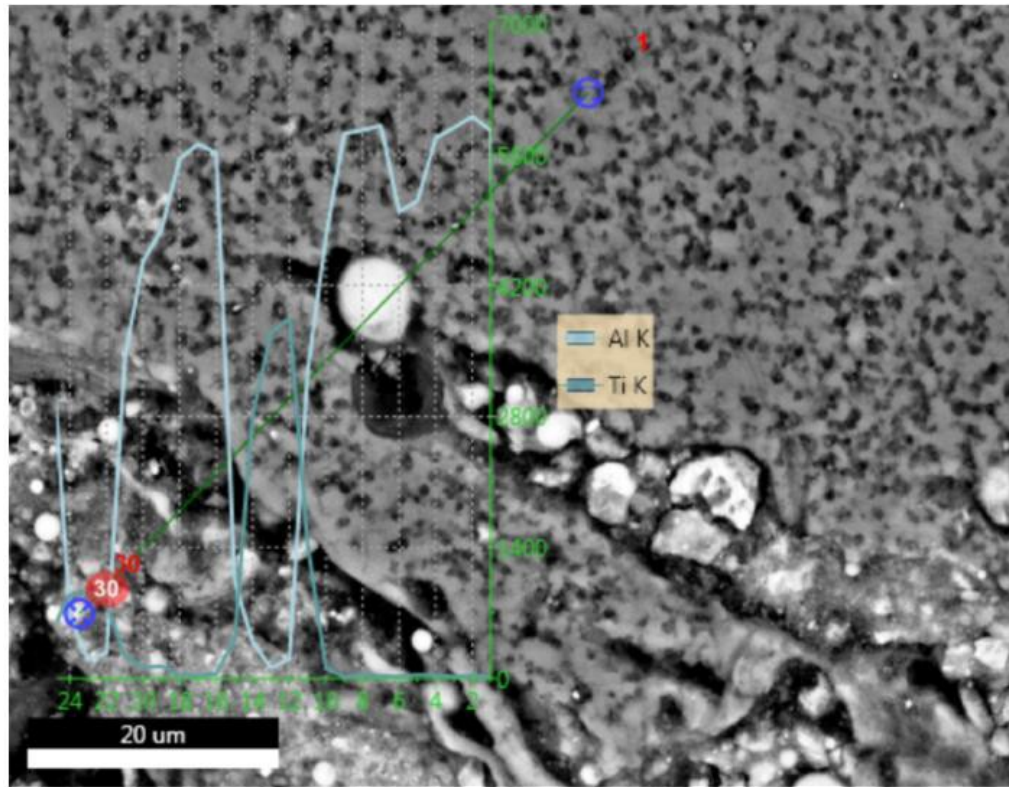
**eZAF Smart Quant Results**

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %
MgK	4.76	5.27	547.26	2.61
AlK	94.29	94.02	9926.15	2.4
SiK	0.52	0.5	12.52	16.92
MnK	0.42	0.21	21.14	15.44

(b)

Figura 55. Composición química de compuestos intermetálicos presentes en AA5083 sin procesamiento de fricción batido.

También se realizó un ensayo de composición EDS, a lo largo de una línea y se determinó que la nanopartícula de TiCN se aglomero en forma circular, en tal caso no se registró una buena combinación del refuerzo “nanoTiCN” con el material base “AA5083” como se muestra en la Figura 56.

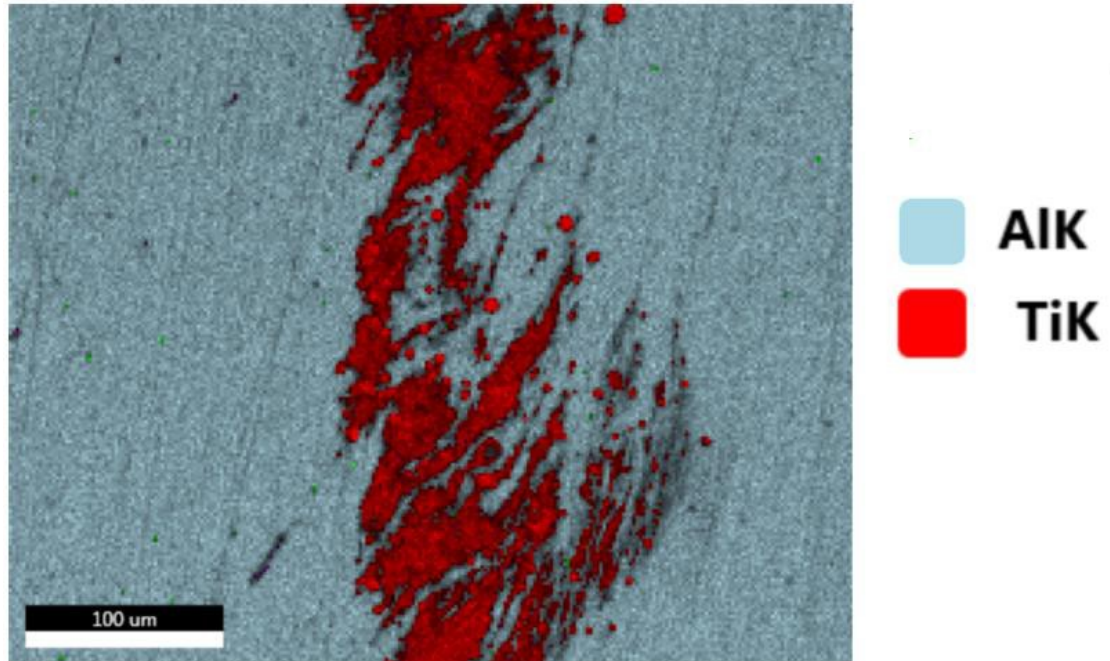


**Figura 56.** Microscopias SEM-EDS a lo largo de una línea.

Por último se realizó un mapeo de composición a la probeta “AA5083-nanoTiCN 5%” como se muestra en la Figura 57, para determinar de manera cualitativa la distribución del refuerzo en el material base mediante el proceso de fricción batido. Se ratificó que la distribución de la nanopartícula en el metal base fue pobre y esto



concuera con investigaciones que indican que el número de pases [25], la geometría del pin y la velocidad de avance influye en la distribución de el nano compuesto cuando se procesan por FSP [24].



**Figura 57.** Mapeo de composición la zona de aglomeración de nanopartículas de TiCN en la muestra AA5083-nanoTiCN 5%.

### 3.3.-DUREZA DEL MATERIAL COMPUESTO AA5083-NANOTiCN

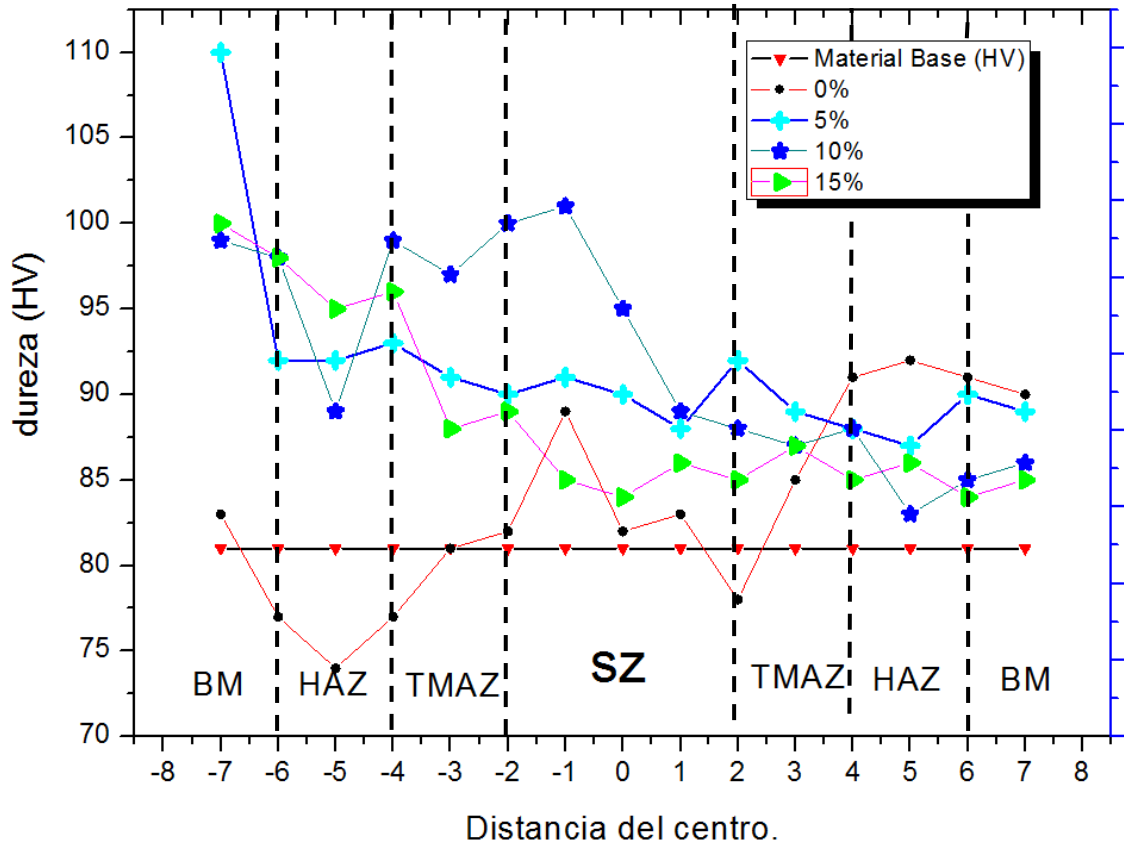
Como se dijo anteriormente las zonas características producto del procesamiento por fricción batido son: zona núcleo central (NC), zona afectada termomecánicamente (ZATM), zona afectada térmicamente (ZAT) y material base (MB). La tabla 7 muestra los resultados de dureza Vickers a lo largo del área procesada.

**Tabla 7.** Resultados de dureza Vickers.

Distancia del centro.	Material Base (HV)	0%	5%	10%	15%
-7	84	83	110	99	100
-6	84	77	92	98	98
-5	85	74	92	89	95
-4	84	77	93	99	96
-3	84	81	91	97	88
-2	86	82	90	100	89
-1	84	89	91	101	85
0	83	82	90	95	84
1	84	83	88	89	86
2	84	78	92	88	85
3	84	85	89	87	87
4	84	91	88	88	85
5	84	92	87	83	86
6	81	91	90	85	84
7	81	90	89	86	85

Se tomaron valores de dureza en las probetas antes de ser procesadas, dando un valor promedio de dureza de 84 HV. A partir de este valor se produce un crecimiento del valor de dureza a lo largo de la sección transversal luego de ser procesadas y este se hace más notorio conforme se aumenta el % de TiCN de refuerzo. En la probeta 0% el valor mínimo de dureza es 77 HV el cual es 91.5% de la dureza del material base, en cambio en la probeta de 5% se obtiene el valor máximo de dureza 110 HV con lo cual se alcanza un 130 % respecto al material base como se observa en la figura 58.

En todos los casos en la parte de núcleo central en promedio se obtuvo una dureza mayor a la del material base.



**Figura 58.** Gráfico de barrido de dureza del material compuesto AA5083-nanoTiCN

En el ensayo de dureza Vickers se observó un aumento de la dureza en casi toda la superficie procesada mediante fricción batido, el cual es producto del refinamiento del tamaño de grano encontrado, juega un rol importante los parámetros de proceso. Estos datos concuerdan con los obtenidos por Morishada y col. el cual utiliza el procesamiento de fricción batido en la adición de fullereno y con una velocidad de rotación de 1000 RPM encuentra que la dureza superficial después del procesamiento aumenta debido al refinamiento de grano [25,40].

### 3.4. RESISTENCIA AL DESGASTE

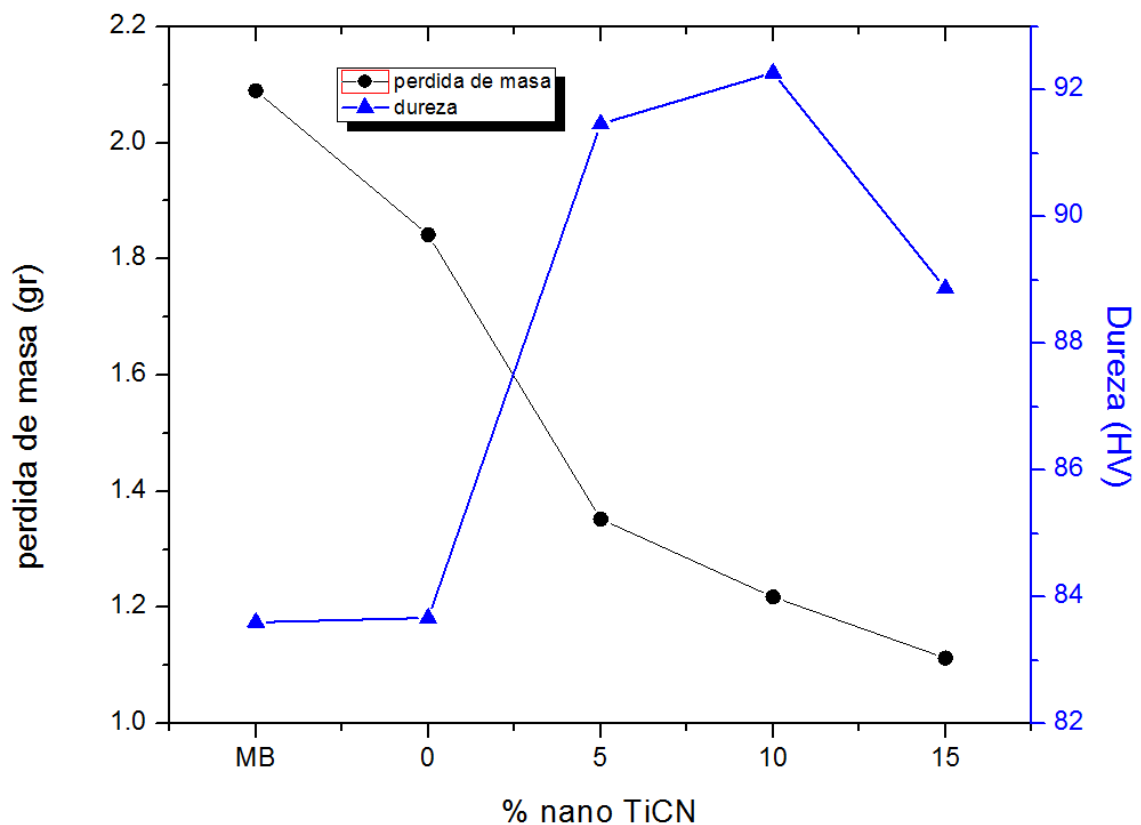
Se realizó el ensayo de desgaste el cual se realizó bajo los parámetros de la norma establecida ASTM G 65 [35]. Los datos obtenidos se muestran en la Tabla 8. Los cuales muestran cuantitativamente el peso inicial (g), peso final (g) y la pérdida de masa (g).

**Tabla 8.** Resultados del ensayo de Desgaste.

<b>AA5083-Material base</b>			
	1	2	3
Masa Inicial (g)	68.2481	57.9563	63.4511
Masa Final (g)	66.0540	55.9662	61.3659
Pérdida de Masa (g)	2.1941	1.9901	2.0852
Pérdida de Masa (%)	3.2149	3.4338	3.2863
Promedio (g)	2.0898		
<b>AA5083-nanoTiCN 0%</b>			
	1	2	3
Masa Inicial (g)	71.2245	62.1459	56.6683
Masa Final (g)	69.1698	60.3055	55.0182
Pérdida de Masa (g)	2.0547	1.8404	1.6501
Pérdida de Masa (%)	2.8848	2.9614	2.9119
Promedio (g)	1.8484		
<b>AA5083-nanoTiCN 5%</b>			
	1	2	3
Masa Inicial (g)	55.1412	61.0419	68.1521
Masa Final (g)	53.9298	59.6915	66.6020
Pérdida de Masa (g)	1.2114	1.3504	1.5501
Pérdida de Masa (%)	2.1969	2.2123	2.2745
Promedio (g)	1.3706		
<b>AA5083-nanoTiCN 10%</b>			
	1	2	3
Masa Inicial (g)	70.241	58.2315	63.8145
Masa Final (g)	69.0296	57.0801	62.5244
Pérdida de Masa (g)	1.2114	1.1514	1.2901
Pérdida de Masa (%)	1.7246	1.9773	2.0216
Promedio (g)	1.2176		
<b>AA5083-nanoTiCN 15%</b>			
	1	2	3
Masa Inicial (g)	68.2451	62.7452	59.7845
Masa Final (g)	67.1151	61.6808	58.6446
Pérdida de Masa (g)	1.13	1.0644	1.1399
Pérdida de Masa (%)	1.6558	1.6964	1.9067
Promedio (g)	1.1114		

Como se aprecia en los datos obtenidos en la Tabla 8, los valores de resistencia al desgaste varían y estos aumentan conforme se aumenta el porcentaje de refuerzo de la nanopartícula “TiCN” se tiene el efecto del porcentaje de la nanopartícula TiCN como refuerzo muy duro (3000 HV). El material base tiene de pérdida de masa de 2.0898 gramos en cambio la probeta con 15 % de nanoTiCN obtuvo una pérdida de masa de 1.1114 gramos.

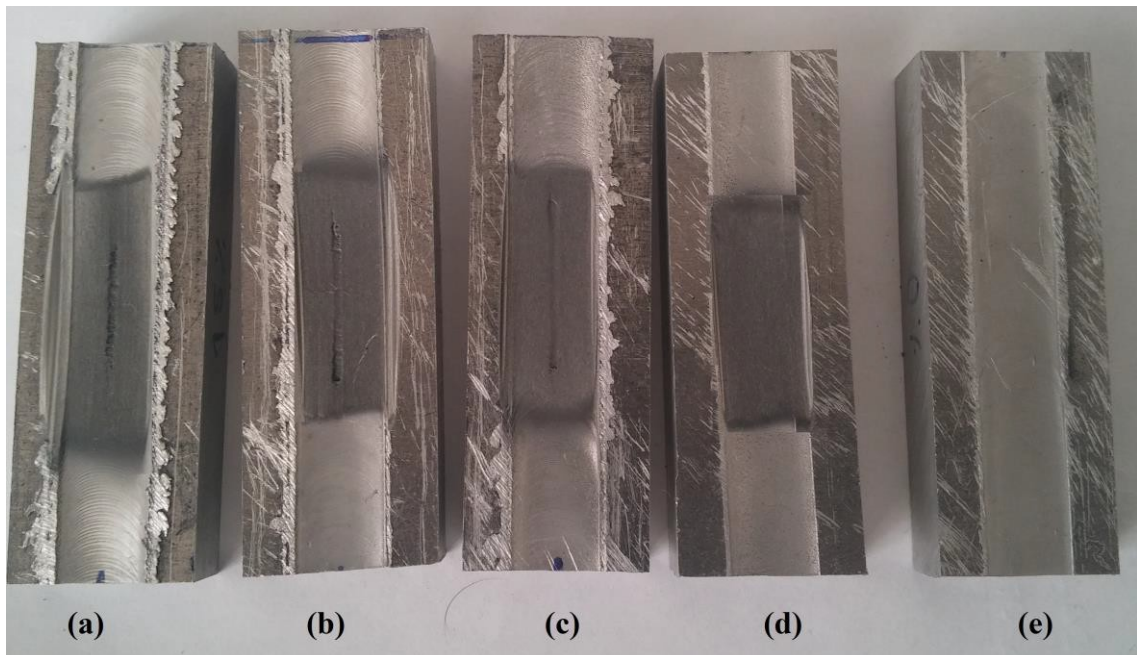
El aumento de la dureza en el material tiene efecto significativo en la resistencia al desgaste el cual está enteramente relacionado como se observa en la figura 59,



**Figura 59.** Relación entre la dureza, pérdida de peso y porcentaje de nano TiCN.

En la figura 60 se puede observar el estado superficial de las probetas procesadas mediante fricción batido después de ser ensayadas, las cuales presentan una ranura en la cual la nanopartícula de TiCN se aglomero en gran cantidad, la nanopartícula de TiCN tuvo un efecto significativo en el aumento de la resistencia al desgaste actuando como un refuerzo muy duro y resistente el cual dificulto el desprendimiento

del aluminio AA5083 procesado mediante fricción batido en el ensayo de desgaste [42,43].

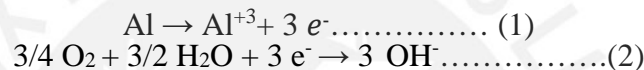


**Figura 60.** Probetas después de realizado el ensayo de desgaste  
(a) AA5083-nanoTiCN 15%, (b) AA5083-nanoTiCN 10%, (c) AA5083-nanoTiCN  
5%, (d) AA5083-FSP, (e) AA5083-FSP antes del ensayo de desgaste.

### 3.5.-RESISTENCIA A LA CORROSIÓN

El mecanismo de corrosión del aluminio en soluciones acuosas (agua de mar artificial) tiene como principal factor al  $\text{Cl}^-$  el cual ataca de forma localizada en las zonas donde se presentan defectos (disminución de espesor de pared, ausencia de película, segregaciones, etc) el mecanismo de corrosión localizada en aleaciones de aluminio es un proceso complejo que comprende generalmente los siguientes pasos: ruptura de la capa pasiva, crecimiento de la picadura y posteriormente la repasivación del metal .

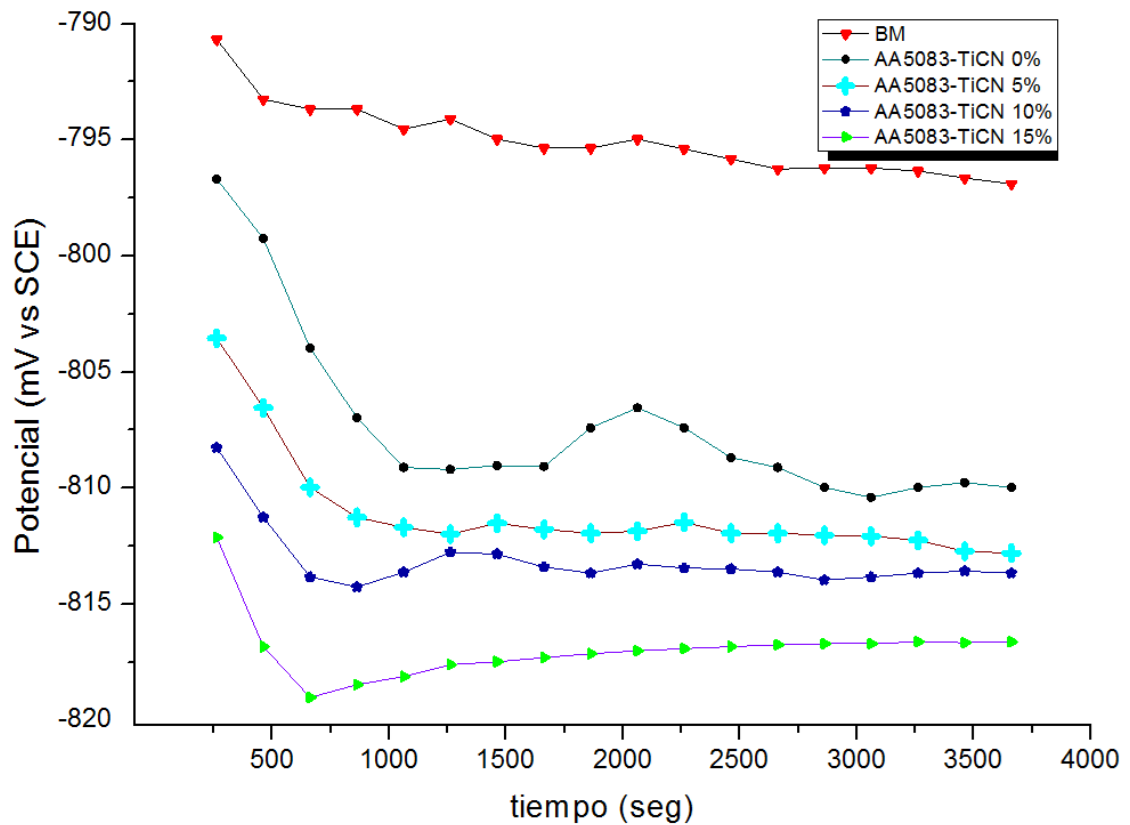
En general el proceso de corrosión de aluminio en medios acuosos se da de la siguiente forma.



La ecuación anódica (1) representa la pérdida de electrones por parte del aluminio y la disociación del aluminio en el medio y la ecuación catódica (2) representa la reducción del oxígeno con el agua el cual nos da como resultado la producción de iones  $\text{OH}^-$ .

#### 3.5.1 Ensayo de potencial de circuito abierto (OCP).

Se puede apreciar en la figura 61 una ligera variación en el potencial OCP de las probetas procesadas por fricción batido en relación al material base.



**Figura 61.** Resultados del ensayo de potencial de circuito abierto (OCP).

### 3.5.2 Curvas de polarización

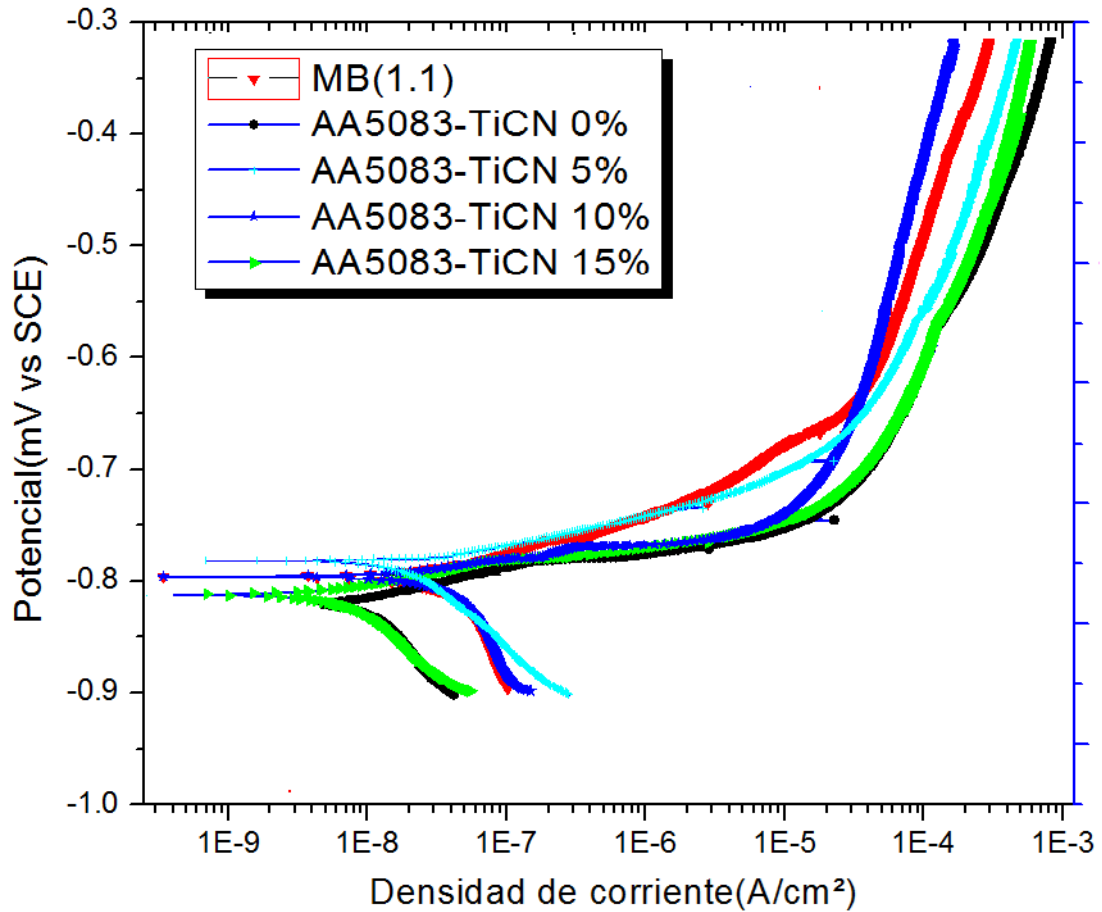
En la figura 62 se muestra el comportamiento de la curva de polarización para todas las probetas procesadas mediante fricción batido, se observa que en todos los casos estas presentan una similitud en las zonas catódicas y anódicas características del material,

Como consecuencia de este afinamiento el compuesto intermetálico Al (Mn, Mg) o también conocida como fase  $\beta$  ( $Al_3Mg_2$ ) segrega en los límites de grano, esta fase posee un potencial más activo y promovería la corrosión localizada [27,45].



Además del ensayo potenciodinámico se determinaron los valores de " $E_{corr}$ ", " $i_{corr}$ ", " $V_{corrosion}$ " las cuales se muestran en la Tabla 9 se puede observar que el potencial más activo (potencial más negativo) de las probetas procesadas mediante FSP, el cual pertenece a la probeta de AA5083-TiCN 15% con un valor de -815 mV y velocidad de corrosión de 2.43165 um/año, y el potencial más noble (potencial más positivo) pertenece a la probeta AA5083-TiCN 5% con un valor de 778 mV y con una velocidad de corrosión 1.80525 um/año. La nanopartícula de TiCN no tiene efecto alguno en los valores de la resistencia a la corrosión porque no existe presencia de esta en la superficie procesada.

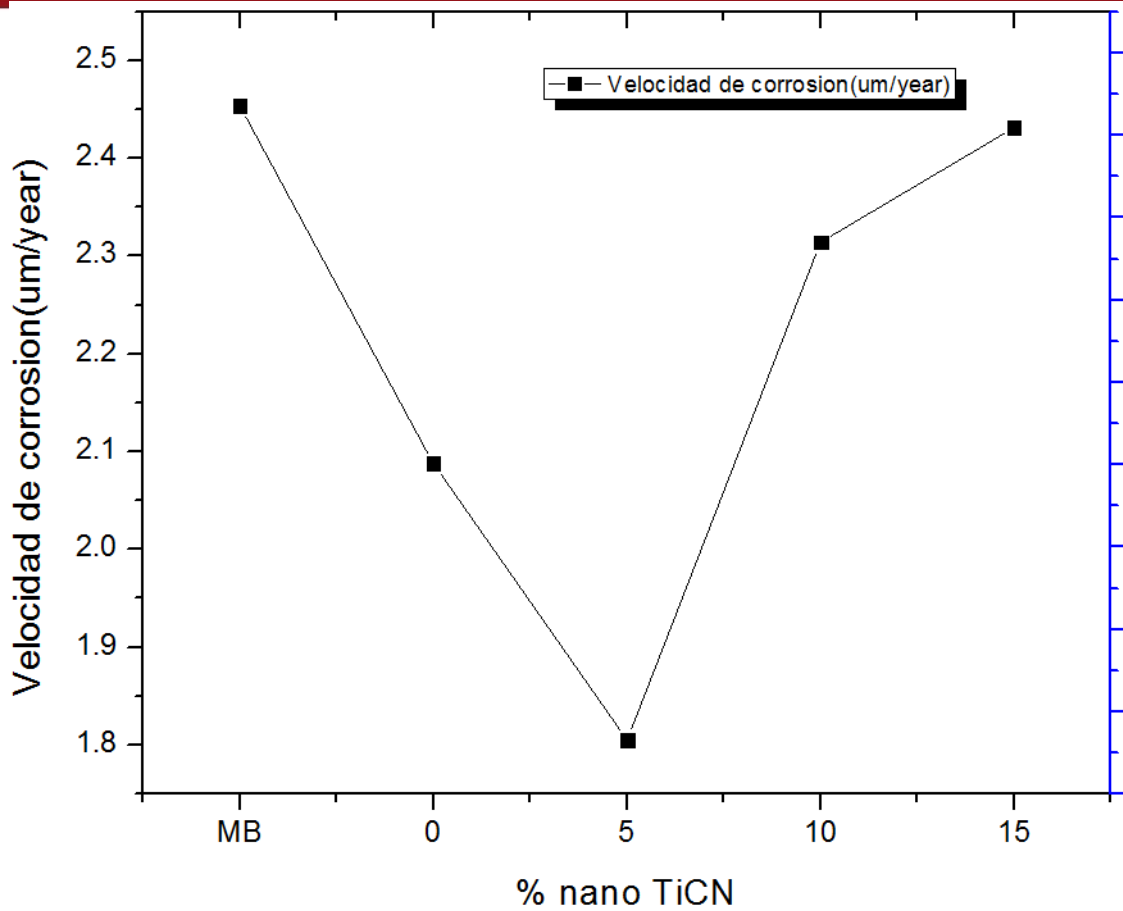
La velocidad de corrosión ha disminuido en relación al material base al ser procesadas mediante fricción batido como se muestra en la figura 63 la velocidad de corrosión a disminuido un 26% en la probeta de AA5083-nano TiCN 5% (1.805 um/año) en relación al material base sin procesar AA5083 (2.4534 um/año) lo cual concuerda con G.R Argade y col[28] el cual indica que la resistencia a la corrosión aumenta con el procesamiento de fricción batido y esto se debe al afinamiento de grano que se ha producido, el cual promovería la nucleación de la película protectora pasiva.[37,38,39,44].



**Figura 62.** Curvas de polarización de las probetas AA5083-nanoTiCN procesadas mediante FSP.

**Tabla 9.** Valores de  $E_{corr}$ ,  $i_{corr}$ ,  $V_{corrosion}$

AA5083-nano TiCN				
	$E_{corr}$ (mV)	$i_{corr}$ (A/Cm2)	$V_{Corrosión}$ (um/año)	$V_{Corrosión}$ (mdd)
MB	-794	$7.21 \times 10^{-7}$	2.4534	0.564
AA5083-TiCN 0%	-810	$5.22 \times 10^{-7}$	2.088	0.48
AA5083-TiCN 5%	-778	$5.30 \times 10^{-7}$	1.80525	0.415
AA5083-TiCN 10%	-804	$6.80 \times 10^{-7}$	2.3142	0.532
AA5083-TiCN 15%	-815	$7.15 \times 10^{-7}$	2.43165	0.559



**Figura 63.** Representación esquemática del efecto de la adición del nano TiCN en la velocidad de corrosión.

El efecto del aumento de la resistencia a la corrosión se debe exclusivamente a la modificación de tamaño de grano por el proceso de fricción batido, mas no por el efecto de la adición de la nanopartícula de TiCN la cual no se ha distribuido homogéneamente en la superficie como se observa en la figura 38.

#### IV. CONCLUSIONES

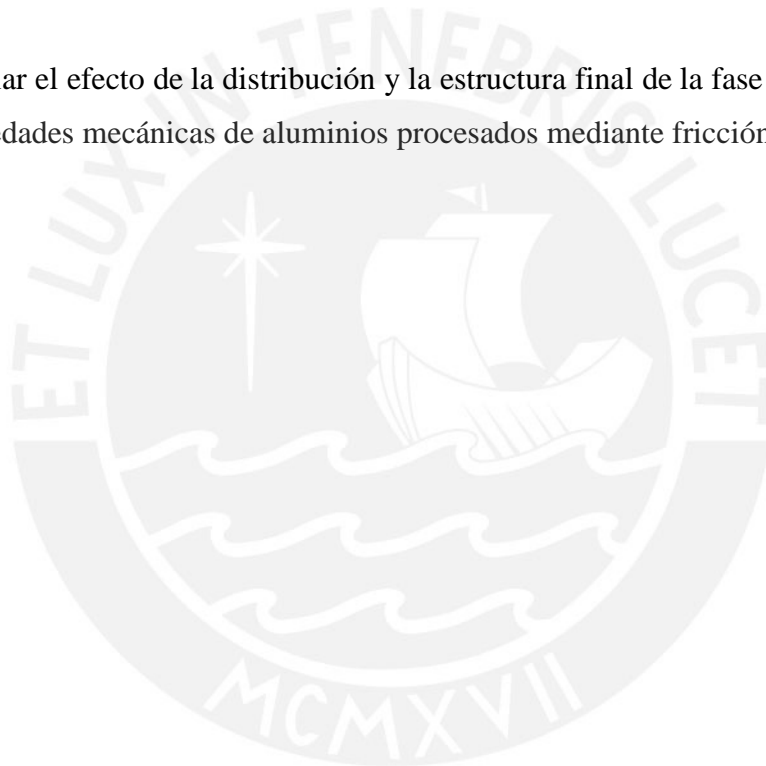
- Se determinó como parámetro óptimo al valor de *revolutionary pitch* de 0.08 mm/rev (80mm/min como velocidad de avance y 1000 RPM como velocidad de rotación). Se obtuvo un área procesada de muy buena calidad superficial pero con algunos defectos internos inherentes del proceso, esto concuerda con investigaciones que indica que el valor de *revolutionary pitch* deben de ser menor a 0.2 mm/rev.
- La microestructura presente en el material base después del procesamiento por fricción batido corresponde a una composición típica de este tipo de metal. En este caso se encontraron los compuestos característicos del AA5083 tales como: Al (Mn, Mg/Si) y Al (Mn, Mg), el primer compuesto posee el mayor tamaño de grano y una forma no definida, el compuesto intermetálico Al (Mn, Mg) o también llamado  $\beta$  ( $Al_3Mg_2$ ) cuyo rol en las propiedades finales de las aleaciones de aluminio es altamente estudiada en la actualidad.
- Se determinó el efecto del procesamiento por fricción batido en el tamaño de grano, pasando de un tamaño de grano de  $16.0983 \pm 6.9724 \mu\text{m}$  en la zona del material base a  $2.4871 \pm 0.7664 \mu\text{m}$  en la zona del núcleo central, con lo cual las propiedades finales del AA5083 luego del procesamiento se modificaron. La distribución de la nanopartícula de TiCN en el material base AA5083 mediante fricción batido no fue la esperada, en este caso la nanopartícula se aglomeró en determinadas zonas pero a medida que se aumentó el porcentaje de la nanopartícula de TiCN se obtuvo más zonas con presencia de la nanopartícula en el área procesada la cual tuvo una tendencia de distribución hacia la zona de avance.
- En todas las probetas procesadas mediante fricción batido se obtuvo un aumento de la dureza llegando a ser esta hasta 130% de la dureza del metal base, este aumento en el perfil de la dureza se debe al afinamiento de grano. Se obtuvo una tendencia de mayor dureza en la zona de avance del pin.

- Se determinó que a medida que se aumenta el porcentaje de la nanopartícula de TiCN la propiedad de resistencia al desgaste del material compuesto AA5083-TiCN mediante el procesamiento de fricción batido se mejoran notablemente pasando de 2.0898 gramos de pérdida de peso en el material base frente a 1.1114 gramos de pérdida de peso en la probeta AA5083-nanoTiCN 15%.
- Las curvas potenciodinámicas exhiben una similitud en el comportamiento tanto en la curva anódica y catódica, en tanto los valores de velocidad de corrosión disminuyeron en un 26% en relación al metal base, producto del afinamiento de grano y de la mayor distribución del compuesto intermetálico  $\beta$  ( $Al_3Mg_2$ ) el cual promovería la repasivación. La nanopartícula de TiCN no genera un cambio en los valores de resistencia a la corrosión de material compuesto AA5083-nanoTiCN procesadas mediante FSP por la pobre dispersión de la misma en el material base.



## V. RECOMENDACIONES

- Al momento de realizar las pruebas de fricción batido es muy importante controlar que el pin penetre unos milímetros sobre la superficie procesada para de esta manera obtener un batido de buena calidad superficial para este caso se usó 0.02 mm de penetración del hombro del pin sobre la superficie del aluminio.
- Se recomienda realizar el procesamiento de FSP evaluando el número de pases y también la geometría del pin para mejorar la distribución.
- Estudiar el efecto de la distribución y la estructura final de la fase  $\beta$  ( $Al_3Mg_2$ ) en las propiedades mecánicas de aluminios procesados mediante fricción batido.



**BIBLIOGRAFIA**

- [1] ASM Specialty Handbook, Aluminum and Aluminum Alloys, ASM International, USA, 1998.
- [2] Mishra, Ma Friction stir welding and processing, reports a review journals, 2005.
- [3] S. Guerdoux, Simulation Numerique du Soudage par frottement – malaxage. Ecole National de Mines de Paris, France 2007, p225.
- [4] Nicholas E.D., Friction Processing Technologies, Friction and Forge Processes Group, TWI Ltd., UK, p 8
- [5] Bastier Arnaud, Modélisation du soudage d'alliages d'aluminium par friction et malaxage. Ecole Polytechnique, France 2006, p 158-165.
- [6] R.S. Mishra, Z.Y. Ma, Friction Stir Welding and Processing, Material Science and Engineering, USA 2005, p 78.
- [7] Arora, H.S., Singh, H., Dhindaw, B.K. Composite fabrication using friction stir processing-A review. Int. J. Adv. Manuf. Technol. 61, 1043–1055, 2011.
- [8] Roland Cazes, Soudage par friction et malaxage, Techniques de l'ingénieur, France 2003, p 9.
- [9] Lee, Ching-Jen, Chih-Ching Huang, Truan-Sheng Lui, Li-Hui Chen, Liu-Wen Chang, New-Jin Ho, Po-We Kao, Development and analysis of finegrained Mg base alloys and composites fabricated by friction stir processing. 2006, p. 236.
- [10] Elangovan, K., Balasubramanian, V, Influences of tool pin profile and tool shoulder diameter on the formation of friction stir processing zone in AA6061 aluminium alloy. Mater. Design 29, 362–373, 2008

- [11] Vipin Sharma, Ujjwal Prakash, B.V. Manoj Kumar , Surface composites by friction stir processing: A review, *Journal of Materials Processing Technology* 224 117–134 (2015)
- [12] Padmanaban, G., Balasubramanian, V. Selection of FSW tool pin profile, shoulder diameter and material for joining AZ31B magnesium alloy-An experimental approach. *Mater. Design* 30, 2647–2656. 2009.
- [13] Azizieh, M., Kokabi, A.H., Abachi, P. Effect of rotational speed and probe profile on microstructure and hardness of AZ31/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposites fabricated by friction stir processing. *Mater. Design* 32, 2034–2041, 2011.
- [14] Zhao Y.H., Lin S.B., Wu L., et Qu F.X. The influence of pin geometry on bonding and mechanical properties in friction stir weld 2014 Al alloy. *Science Direct*, 59, p 2948 – 2952, 2005.
- [15] Abbasi Gharacheh M., Kokabi A H., Daneshi G. H., Shalchi B., Sarrafi R., The influence of the ratio of “rotational speed/traverse speed” ( $\omega/v$ ) on mechanical properties of AZ31 friction stir welds, Sharif University of Technology, Tehran, Iran, *ScienceDirect*, 2006, p
- [16] Rajamanickam N., Balusamy V., Effects of process parameters on mechanical properties of friction stir welds using design of experiments, *Indian Journal of Engineering & Materials Sciences*, PSG College of Technology, Coimbatore, India, 2008, 15, p 293-299
- [17] W. Tang, X. Guo, J.C. McClure, L.E. Murr, Heat input and temperature distribution in friction stir welding , *J. Mater. Process. Manufact. Sci.* 7 (1998) 163
- [18] H.J. Liu, H. Fujii , M. Maeda, K. Nogi a. Tensile properties and fracture locations of friction-stir-welded joints of 2017-T351 aluminum alloy, *Journal of Materials Processing Technology* 142 ,(2003), 692–696.



- [19] K. Krasnowski a, C. Hamilton b , S. Dymek , Influence of the tool shape and weld configuration on microstructure and mechanical properties of the Al 6082 alloy FSW joints, ScienceDirect,2014
- [20] K Kumar, Satish V. Kailas, The role of friction stir welding tool on material flow and weld formation, Material Science and Engineering, USA, 2008, p 367-374
- [21] A.M. Khorsid, A.A. Moustafa, and I. Sabry, Investigation of the mechanical properties of Friction Stir Welded 6061 Al plates, Mater. Sci. Eng.2001.
- [22] Nilesh Kumar, Rajiv S. Mishra, John A. Baumann, A Brief Introduction to FSW, Material science and, Mater. Sci. Eng.2013.
- [23] Saito, Shigematsu, know M echanical properties of fine-grained aluminum alloy produced by friction stir process, Scripta Materialia, 2003 \*
- [24] Thangarasu, N. Murugan ,I. Dinaharan ,SJ Vijay d, Influence of Traverse Speed on Microstructure and Mechanical Properties of AA6082-TiC Surface Composite Fabricated by Friction Stir Processing,Elsevier Science Ltd.2014
- [25] A. Shafiei-Zarghani\*, S.F. Kashani-Bozorg, A. Zarei-Hanzaki,2008, Microstructures and mechanical properties of Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> surface nano-composite layer produced by friction stir processing, Elsevier Science Ltd.
- [26] K. Surekha , B.S. Murty , K. Prasad Rao Microstructural characterization and corrosion behavior of multipass friction stir processed AA2219 aluminium alloy,surface an coating technology,2008
- [27] Mohiedin Bagheri Hariri, Sajad Gholami Shiri,Yadollah Yaghoubinezhad,Masoud Mohammadi Rahvard, The optimum combination of tool rotation rate and traveling speed for obtaining the preferable corrosion behavior and mechanical properties of friction stir welded AA5052 aluminum alloy, Elsevier Science Ltd.2013

- [28] G.R Argade a, N.Kumar b, R.S.Mishra a,b,n, Stress corrosion cracking susceptibility of ultrafine grained Al–Mg–Sc alloy, Journal of Mechanical Engineering Science 2012.
- [29] J.R. Davis & Associates, ASM Specialty Handbook, Aluminum and Aluminum Alloy, ASM International, the materials information society 1993.
- [30] ASM International, Properties and selection: irons, steels and high performance alloys, USA, 1996 pp 180-182.
- [31] ACEROS BOEHLER DEL PERU S.A., Manual de Aceros Especiales, 2009, p56.
- [32] A. Miserez, R. Müller, A. Rossoll, L. Weber, A. Mortensen “Particle reinforced metals of high ceramic content” Materials Science and Engineering A 387-389 (2004) 822-831
- [33] Bahemmat P., Rahbari A., Haghpanahi M., Besharati M. K., Experimental Study on the effect of rotational speed and tool pin profile on AA2024 Aluminium friction stir welded butt joints, 2008 ASME Early Career Technical Conference USA, p 7.
- [34]. ASTM International Metric, Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of materials, Designation E 384, USA, 2011.
- [35] ASTM. (2010). Standard Test Measuring Abrasion Using the Dry Sand / Rubber Wheel Apparatus / G65-04.
- [36] Rajiv S. Mishra, Murray W. Mahoney, Friction Stir Welding and Processing, 2007.
- [37] Sangshik Kim, Chang Gil Lee, Sung-Joon Kim, Fatigue crack propagation behavior of friction stir welded 5083-H32 and 6061-T651 aluminum alloys, Mater. Sci. Eng. A 278 (2008) 56–64.
- [38] S. Gourdet, F. Montheillet, A model of continuous dynamic recrystallization, Acta Mater. 51 (2003) 2685–2699.

- [39] Jian-Qing Su, Tracy W. Nelson, Colin J. Sterling, Microstructure evolution during FSW/FSP of high strength aluminum alloys, *Mater. Sci. Eng. A* 405 (2005) 277–286.
- [40] Y. Morisada ,H. Fujii , T. Nagaoka , K. Nogi , M. Fukusumi a. Fullerene/A5083 composites fabricated by material flow during friction stir processing, *Mater. Sci. Eng Part A* 38 (2007) 2097–2101.
- [41]U. Donatus, G.E. Thompson, X. Zhou, J. Wang, A. Cassell, K. Beamish, Corrosion susceptibility of dissimilar friction stir welds of AA5083 and AA6082 alloys, *Mater. Sci. Eng.* 2015
- [42] H. Sarmadi n , A.H. Kokabi, S.M. Seyed Reihani, Friction and wear performance of copper–graphite surface composites fabricated by friction stir processing (FSP), *Mater. Sci. Eng.* 2013
- [43] M. Raaft, T.S. Mahmoud\*, H.M. Zakaria, T.A. Khalifa, Microstructural, mechanical and wear behavior of A390/graphite and A390/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> surface composites fabricated using FSP. *Mater. Sci. Eng.* 2011
- [44]Krishn KG, Sivaprasad K, Narayanan TSNS, Kumar KCH. Localized corrosion of an ultrafine-grained Al–4Zn–2Mg alloy produced by cryorolling. *Corros Sci* 2012;60:82–9.
- [45] Jariyaboon M, Davenport AJ, Ambat R, Connolly BJ, Williams SW, Price DA. The effect of welding parameters on the corrosion behaviour of friction stir welded AA2024-T351. *Corros Sci* 2007;49:877–909.