

PONTIFICIA UNIVERSIDAD CATÓLICA DEL PERÚ

ESCUELA DE POSGRADO



**FABRICACIÓN DE SUPERFICIE NANOCOMPUESTA DE ALUMINIO
AA5052-H34 VIA FRICTION STIR PROCESSING.**

**TRABAJO DE INVESTIGACIÓN PARA OPTAR EL GRADO ACADÉMICO DE
MAGÍSTER EN INGENIERÍA DE SOLDADURA.**

Jesús Gustavo Conchoy Espino.

Asesor: Dr. Francisco Aurelio Rumiche Zapata.

Lima, julio del 2018

FABRICACIÓN DE SUPERFICIE NANOCOMPUESTA DE ALUMINIO AA5052-H34 VIA FRICTION STIR PROCESSING.

Resumen.

En el presente trabajo se estudió el cambio de propiedades generadas al incorporar nanotubos de carbono en la superficie del aluminio AA5052-H34. El objetivo de incorporar este nanomaterial es mejorar las propiedades superficiales del aluminio. Para este fin se utilizó una técnica denominada Friction Stir Processing, FSP, por sus siglas en inglés; mediante este proceso se adicionaron nanotubos de carbono en una ranura sobre la probeta a procesar, realizando un batido que deriva en una mezcla de las partículas con la matriz de aluminio; generando un nuevo compuesto con propiedades distintas al aluminio inicial.

Previo al inicio del FSP se debió determinar la configuración de la herramienta a utilizar. También fue muy importante encontrar los parámetros de operación, tales como la velocidad de rotación (rpm) y la velocidad de avance (mm/min), así como la profundidad de la herramienta sobre el aluminio y la fuerza generada sobre esta. Estos parámetros elegidos correctamente afinan favorablemente el conformado del batido y la mezcla del nanomaterial, minimizando o eliminando los defectos.

Una vez realizada la fabricación del nuevo compuesto, se inspeccionó visualmente el acabado de las probetas, verificando si existieron defectos o no. Inicialmente se realizaron 6 probetas con diferentes rangos de velocidades de las cuales una fue descartada en la inspección visual; debido a una insuficiente penetración del hombro, produciéndose una fuga de partículas debido a la poca presión del hombro sobre la probeta. Una vez terminada esta etapa se seleccionó 5 probetas, con el fin de realizar diversos ensayos y determinar las nuevas propiedades modificadas por el FSP. En base a los primeros resultados encontrados en los ensayos metalográficos, se ajustaron de manera favorable los parámetros de operación del FSP.

Se observó por medio de la metalografía la homogeneidad o heterogeneidad del batido, así como la presencia de defectos, tales como cavidades tipo túnel y kissing

bond. El material base fue analizado por microscopia electrónica de barrido y espectroscopia de energía dispersiva, EDS, encontrándose presencia de precipitados, y en la zona batida, defectos del tipo kissing bond; defectos que no fueron visualizados por macrografía. Adicionalmente se realizaron ensayos de dureza al nuevo material fabricado, encontrándose una mejora de hasta 32%, respecto del material inicial.





Dedico el presente trabajo a mis padres,
Agripina y Gustavo por su apoyo constante y sus consejos durante mi formación.

Agradecimientos

Quiero iniciar agradeciendo a Dios, por todas las bendiciones otorgadas en mi vida.

Al Dr. Francisco Rumiche, por su apoyo constante para la realización y culminación del presente trabajo.

Al Dr. Paul Lean, por las motivaciones y recomendaciones durante el desarrollo de la investigación.

Al Mg. Ing. Anibal Rosas, por brindarme las facilidades para hacer uso del laboratorio de materiales durante el proceso de investigación.

A los Ingenieros Rolando Nuñez y Guillermo Moreno por su valiosa ayuda durante los ensayos metalográficos y tomas de micro durezas.

A todos los miembros del laboratorio de materiales, que sin su colaboración, no se habría podido realizar los ensayos requeridos para la investigación.

Por último agradezco a mi esposa, por su paciencia e incondicional apoyo en mis momentos de flaqueza y a mi hijo Rafael, por ser la motivación, para seguir adelante y mejorar cada día.

Índice

INTRODUCCIÓN.....	1
1. MARCO TEÓRICO.....	3
1.1 Aluminio.....	3
1.2 Proceso de Fricción Batido.....	3
1.2.1 Descripción del proceso de fricción batido.....	3
1.2.2. Proceso de fricción batido en aleaciones de aluminio.....	5
1.3 Nanotubos de carbono.....	6
2. MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	7
2.1 Materiales.....	7
2.1.1 Aluminio AA5052-H34.....	7
2.1.2. Cupones.....	8
2.1.3 Nanotubos de Carbono.....	8
2.2 Diseño de la herramienta.....	8
2.3 Fabricación del compuesto vía FSP.....	10
2.3.1 Elección de parámetros FSP.....	11
2.4 Caracterización Microestructural.....	11
2.5 Ensayos de Dureza.....	12
3. RESULTADOS Y DISCUCIONES.....	14
3.1 Caracterización del aluminio AA5052-H34.....	15
3.2 Caracterización metalográfica del compuesto.....	15
3.2.1. Probeta P1 (800rpm, 80mm/min).....	16
3.2.2. Probeta P2 (1100rpm, 120mm/min).....	16
3.2.3. Probeta P3 (1000rpm, 80mm/min).....	17
3.2.4. Probeta P4 (1000rpm, 140mm/min).....	19
3.2.5. Probeta P5 (1000rpm, 200mm/min).....	20
3.3. Microscopia electrónica de barrido y análisis EDS.....	20
3.4 Resultado de durezas.....	24
3.4.1 Probeta P3.....	24
3.4.2 Probeta P4.....	26
3.4.3. Probeta P5.....	26
4. CONCLUSIONES.....	28
Referencia bibliográfica.....	30

INTRODUCCIÓN.

En la actualidad existe la necesidad de contar con materiales cada vez más resistentes y versátiles, que puedan trabajar en diferentes aplicaciones de ingeniería. Uno de los puntos débiles de las propiedades del aluminio es su baja dureza y poca resistencia al desgaste[1]. Esta característica del aluminio crea una necesidad de contar con mejoras en las propiedades de este material, sin tener que recurrir a tratamientos térmicos o aleaciones que no los conviertan necesariamente en materiales muy costosos y complicados de fabricar.

El Friction stir processing FSP es un método novedoso que emerge como un proceso viable para mejorar superficies de materiales no ferrosos, tales como el aluminio y el magnesio. La mejora se puede alcanzar utilizando nanopartículas que pueden ser introducidas en la matriz del aluminio, esta mezcla, es agitada y batida, mediante una herramienta que gira, a la vez que se traslada, generando un afinamiento de grano en la zona de batido; obteniendo como resultado un aumento de propiedades, principalmente una elevación en la dureza del nuevo compuesto superficial.

Investigaciones previas han demostrado que se modifican propiedades mecánicas por FSP y la adición de nanopartículas durante su producción. Estos estudios se realizaron principalmente en aluminio y magnesio; adicionando nanopartículas como carburo de silicio, óxido de titanio, óxido de aluminio, etc. Obteniéndose en todos los casos una mejora en la dureza del material compuesto.

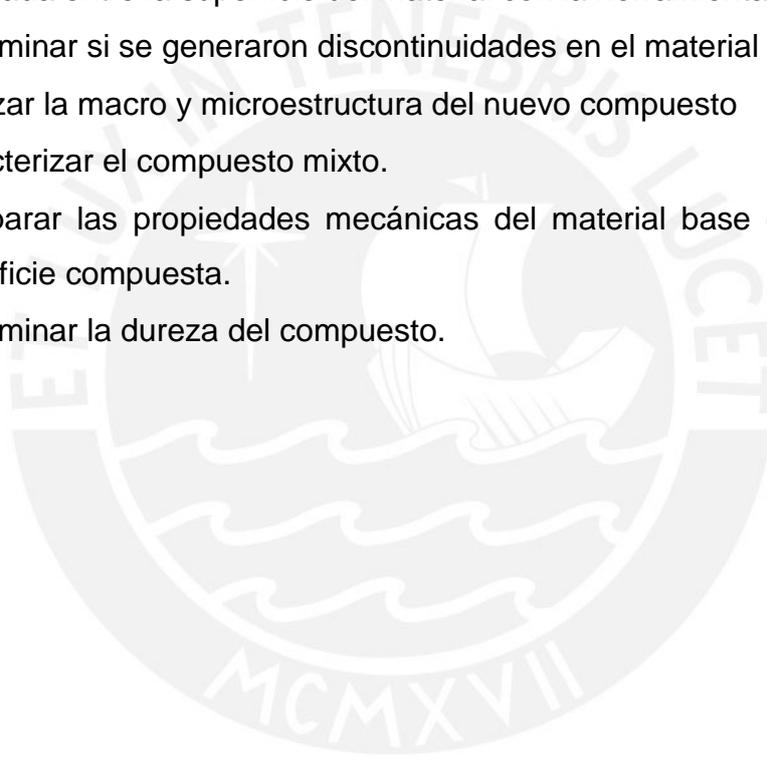
Basados en estos antecedentes, se planteó la necesidad de elevar las propiedades superficiales del aluminio AA5052-H34 por medio de nanotubos de carbono, procesadas por FSP. En la investigación se evaluará y determinará las mejoras alcanzadas en el material y los parámetros que afinan la producción de superficies del FSP. Los ensayos se realizaron principalmente en la zona del batido y la zona afectada termo mecánicamente, lugares donde se concentra los nanotubos de carbono.

Objetivo general

- Determinar las mejoras alcanzadas en las propiedades mecánicas del nuevo material compuesto, fabricado por fricción batido.

Objetivos específicos

- Desarrollar la geometría de la herramienta del FSP.
- Establecer los parámetros para el óptimo funcionamiento del Friction Stir Processing, tales como, velocidad de avance, velocidad de rotación y presión generada entre la superficie del material con la herramienta.
- Determinar si se generaron discontinuidades en el material compuesto.
- Analizar la macro y microestructura del nuevo compuesto
- Caracterizar el compuesto mixto.
- Comparar las propiedades mecánicas del material base con el material de superficie compuesta.
- Determinar la dureza del compuesto.



1. MARCO TEÓRICO.

1.1 Aluminio.

El aluminio es un metal no ferroso, relativamente abundante en la tierra, una de sus características es su color blanco brillante. Su estructura cristalina es cubica centrada en las caras (FCC). Tiene como punto de fusión los 660°C, convirtiéndolo en un metal relativamente fácil de fundir. Otra característica relevante del aluminio es que posee una delgada capa de óxido (alúmina) que lo vuelve resistente a la corrosión. Dentro de sus propiedades mecánicas destaca la poca resistencia mecánica y su ductilidad que le permite ser forjado, laminado y convertirlo en hilos muy delgados. Característica utilizada, por ejemplo, para la fabricación de papel de aluminio.

En la actualidad el uso del aluminio está muy extendido en el campo industrial, su desarrollo y mejora constante es de vital importancia, ya que es utilizado en la industria automotriz, naval, aeroespacial, etc. Como sabemos el aluminio contiene características resaltantes, tales como su bajo peso, su alta resistencia a la corrosión, inclusive pueden ser resistentes a condiciones muy agresivas, como por ejemplo el agua de mar [2]. Además de contar con otras cualidades desde el punto de vista ambiental, siendo uno de los pocos materiales que puede ser reciclado casi en su totalidad. El aluminio es clasificado por la Asociación del Aluminio (AA) según su serie, y solo alguna de las series, pueden ser sometidas a tratamientos térmicos, mejorando en gran medida sus propiedades mecánicas.

1.2 Proceso de Fricción Batido.

1.2.1 Descripción del proceso de fricción batido.

En la actualidad se han desarrollado herramientas para generar superficies compuestas mixtas. Una de ellas es el Friction Stir Processing FSP, derivado de la soldadura por fricción batido, denominado Friction Stir Welding, FSW por sus siglas en ingles [3], [4]. La soldadura por FSW es un proceso que consta del uso de una herramienta con hombro y un pin central. La acción de rotación de la herramienta produce una elevación local de la temperatura del material, generando una deformación plástica, como la herramienta rotativa atraviesa la ranura, se produce

en esta un extruido del material antes de ser forjado por la presión generada durante el proceso [5]. El FSP emergió como un desarrollo para la producción de superficies compuestas incorporando partículas de segunda fase en la matriz [6]. Al ser un proceso que utiliza el mismo principio que el FSW, se utiliza también para generar el mismo batido de la deformación plástica del material, junto con nanopartículas, adicionados superficialmente durante el proceso de fabricación del compuesto.

En la figura 1.1, se observa de forma detallada, el sentido de giro de la herramienta, el lado avance y retroceso, la dirección de traslación de la herramienta y la zona batida.

El sentido de giro de la herramienta, para esta investigación es horario. El sentido de giro viene a definir la ubicación de lado avance y retroceso; la dirección de procesamiento del batido, tiene el mismo sentido la dirección de traslación de la herramienta y es un parámetro muy importante en el FSP, ya que transmitirá al batido un adecuado aporte de calor; la fuerza de penetración de la herramienta está relacionado a la penetración que alcanza en la superficie del aluminio, a mayor penetración, mayor aplicación de fuerza. La aplicación de la fuerza generalmente se da en dirección perpendicular a la superficie a procesar; el hombro de la herramienta genera y trasmite el calor generado al batido. El lado avance, Advancing Side, AS, por sus siglas en inglés; se da en la misma dirección del vector de giro del hombro y el de la traslación de la herramienta. El lado Retroceso, Retreating Side, RS, por sus siglas en inglés; tiene el sentido opuesto del vector giro del hombro y el de traslación de la herramienta [7].

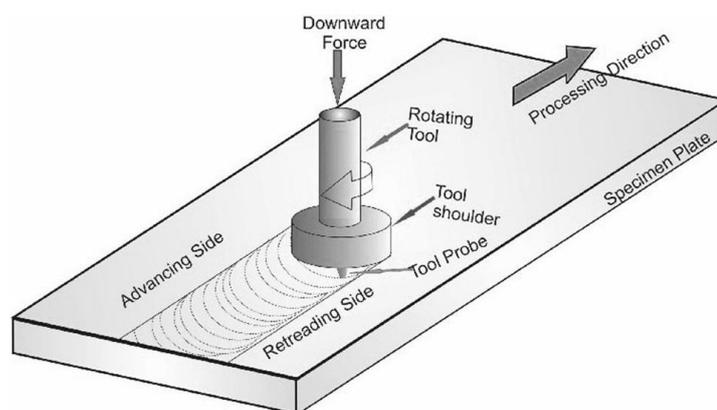


Figura 1.1. Dibujo esquemático del FSW/FSP [8].

Durante el proceso de batido, se genera una región que ha sido influenciada por la deformación y la entrada de calor, producto del batido del material por medio de la herramienta. Esta zona se puede apreciar por un corte transversal de la región afectada, ver figura 1.2. En esta región se definen varias zonas, como el material no afectado o material base (MB); este es el material no afectado por la deformación producto del batido, y aunque tiene un aporte térmico, no ha modificado la microestructura ni las propiedades mecánicas. La zona afectada por el calor (HAZ), por sus siglas en inglés; es la zona donde se ha generado un ciclo térmico que ha modificado la microestructura y las propiedades mecánicas, pero no se produjo una deformación plástica. La zona afectada termo mecánicamente (TMAZ), es la región donde se ha producido la deformación plástica sin recristalización; y el calor aportado ha ejercido una influencia en el material. Finalmente tenemos la zona del batido o nugget, denominada también zona agitada, en donde se ha producido una recristalización del material deformado [7].

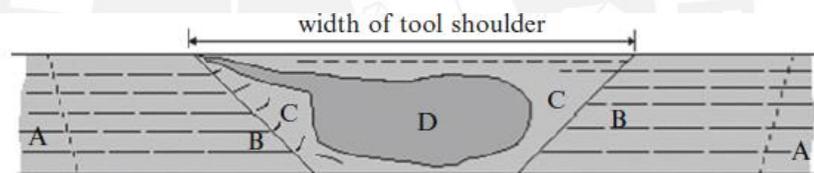


Figura 1.2 Se muestra corte transversal de sección batida, MB(A), HAZ (B), TMAZ(C) y nugget (D) [7]

1.2.2. Proceso de fricción batido en aleaciones de aluminio.

El proceso de fricción batido fue introducido por Mishra en 1999, cuando encontró junto a sus colaboradores una alta tasa de deformación súper plástica generada en una mezcla de fricción batida; mientras trabajaban en una aleación de aluminio 7075 [9]. El objetivo del desarrollo del proceso de fricción batido fue producir una microestructura fina, afinando el tamaño de grano, que puede llegar a ser de 10 a 100 veces más pequeño que la del material base. Esto se consigue por las altas temperaturas alcanzadas durante el proceso [10].

El objetivo de afinar los grano es porque las propiedades mecánicas está íntimamente relacionada con el tamaño de grano, por ejemplo el afinamiento de grano es responsable del aumento de la dureza [11], y estos dependen de los

parámetros del proceso como son la velocidad de avance y la velocidades de rotación [12].

Sharma et al. [13]. Fabricaron compuestos de aluminio AA5083 con carburo de silicio libre de defectos. En este trabajo se demostró que la distribución del flujo de material procesado con partículas de refuerzo estaba influenciada por la acción de agitación de la herramienta. Mostrando que la velocidad de rotación muestra una influencia dominante en la distribución partículas de silicio.

Puviarasan; Senthil Kumar [14]. Fabricaron superficies mejoradas de compuestos formados por AA6061 y carburo de silicio en polvo, producidos por FSP. En este trabajo se demostró las mejoras producidas en las propiedades mecánicas del compuesto, tales como, el aumento en los valores de dureza y el esfuerzo de tracción. Para alcanzar estas mejoras en las propiedades se tuvieron que optimizar las velocidades de giro, avance y ángulo de inclinación de la herramienta. Producto de la optimización en los parámetros, se encontró en el análisis microestructural regiones libres de defectos y distribución uniforme de partículas.

1.3 Nanotubos de carbono.

Entre los materiales que causan interés científico y tecnológico se encuentra el carbono, debido a sus diferentes alotropías con potencial para diversas aplicaciones. Los nanomateriales, son materiales estructurados a escala nanométrica (10^{-9} m), pueden ser obtenidos de un elemento o de un compuesto químico. Dentro de ellas tenemos a los nanotubos de carbono y al grafeno[15]. Los nanotubos de carbono se descubrieron en 1991 y desde su aparición han sido estudiados con mucho interés ya que poseen propiedades mecánicas, térmicas y eléctricas que le dan capacidad para ser usados en distintas aplicaciones[16]. Debido a estas características, el uso de los nanotubos de carbono se proyecta con mucha expectativa para la fabricación y mejoramiento de superficies metálicas compuestas. Existen estudios realizados, en donde se demuestra que utilizando nanocompuestos en la matriz de un determinado material mejora sus propiedades, algunas como el carburo de silicio y el óxido de aluminio, nanomateriales que adicionados en la superficie metálica del aluminio mejoran notablemente sus propiedades. Estas investigaciones concluyeron que el uso de las nanopartículas elevaban la dureza del compuesto[17], [18].

2. MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

2.1 Materiales.

2.1.1 Aluminio AA5052-H34.

El aluminio AA5052-H34 es una aleación industrial muy importante de la serie 5XXX, contiene 2.5%Mg y 0.25%Cr [19]. Esta aleación se emplea en forma de planchas, y se utiliza en fabricación de ómnibus, camiones, en aplicaciones marinas, y en estructuras de aviones [20]. El aluminio AA5052-H34 pertenece a la serie que no puede ser tratada térmicamente, su aleación principal es el magnesio y se caracteriza por la denominación de su estado básico como un material que ha sido endurecido por deformación en frío y posterior estabilizado mediante un calentamiento a baja temperatura; con grado final de acritud semi duro. Cabe mencionar que este clase de aluminio presenta buena soldabilidad por distintos procesos de soldadura [20].

En la tabla 1. Se muestran los rangos nominales de composición química, fluencia, tracción y elongación de la plancha de aluminio de 3mm de espesor AA5052H-34; conforme a la especificación para planchas y láminas de aluminio y aleaciones de aluminio ASTM B209 de la Asociación Americana de ensayos de materiales.

Tabla 1 Composición química y propiedades mecánicas AA5052-H34 [21].

Elemento	Porcentaje en peso (%)
Silicio (Si)	0,25(Max)
Fierro (Fe)	0,40(Max)
Cobre (Cu)	0,1(Max)
Manganeso (Mn)	0,1(Max)
Magnesio (Mg)	2,2-2,8
Cromo (Cr)	0,15-0,35
Aluminio (Al)	Restante
Esfuerzo (Mpa)	
Fluencia	Traccion
179,26(min)	234,42(min)
Elongacion %	
7	

2.1.2. Cupones.

Los cupones de aluminio AA5052-H34 se prepararon con dimensiones 100x150x3mm, se elaboraron 6 probetas, a las cuales se le realizaron ranuras longitudinales de dimensiones 1mm de ancho por un 1mm de profundidad en el centro de cada probeta. Con el fin de realizar el acopiamiento y aglomerado de las nanopartículas previo a la entrada de la herramienta para realizar el procesamiento por fricción batido. Ver figuras 2.1 y 2.2.



Figura 2.1 Probetas ranuradas y nanotubos de carbono.



Figura 2.2 Probetas con nanotubos aglomerados en la ranura.

2.1.3 Nanotubos de Carbono.

En esta investigación se emplearon nanotubos de carbono de pared múltiple, fabricados por la empresa Chemistry Aldrich, con dimensiones 110-170nm x 5-9 μ m. Estos fueron introducidos y mezclados con el aluminio via friction stir processing con una maquina CNC Mazak VTC16M.

2.2 Diseño de la herramienta.

Para realizar el batido plástico severo se utilizó una herramienta de acero K340 Isodur de aceros Bohler, con el fin de poder elevar su dureza por medio de tratamiento térmico, para reducir el desgaste generado en la herramienta, durante la operación de fricción. La dureza seleccionada en diversas investigaciones, arrojan valores 45HRC [22], 50HRC [23], 52 HRC [24]. Siendo estos valores, los requeridos para la herramienta a utilizar.

El hombro es uno de los parámetros de diseño más importante de la herramienta de fricción y agitación, ya que genera la mayor parte del calor inducida durante el flujo del material plastificado; además evita el escape del batido durante la operación de proceso [25]. A pesar de su importancia aún es estimada por ensayo y error [25].

Algunos trabajos utilizan como referencia la relación que existe entre el diámetro del hombro versus el diámetro del pin, recomendando que la relación más adecuada es $D/d=3$ [23], donde D es el diámetro del hombro y d el diámetro del pin. Para determinar el diámetro del hombro se consideró estudios anteriores en donde los valores de velocidad de giro comprendidas entre 1100-1200 utilizan hombros que van desde 20 a 22 mm. Se realizó la selección de un hombro de 14mm de diámetro, ya que el pin se diseñó con 4mm de diámetro, dimensión que resulto de evaluar el ancho de la ranura en la probeta que es de 1mm. La altura del pin fue de 2mm debido a que la probeta es de 3mm de espesor y ranura de 1mm de profundidad. Para determinar la geometría del pin optamos por un pasador cilíndrico, ya que esta disposición es más sencilla para su generado durante el mecanizado, y es aplicada con éxito para producir material procesado por fricción batido [24], además de no generar defectos superficiales en las regiones agitadas [26].

Finalmente la herramienta se fabricó con acero K340 Isodur de aceros Bohler, sometida a tratamiento térmico después del mecanizado; llegando a alcanzar una dureza de 55-60HRC, con el fin de evitar su desgaste; con diámetro de hombro de 14mm, diámetro de pin de 4mm y altura de pin 2mm. En la figura 2.3 se aprecia las dimensiones de la herramienta y su acabado luego del tratamiento térmico.



Figura 2.3 Se muestra el plano con las dimensiones de la herramienta(a); herramienta mecanizada con tratamiento térmico (b).

2.3 Fabricación del compuesto vía FSP.

Durante la preparación de la probeta, se realizaron ranuras para alojar los nanotubos de carbono, que fueron batidas por la herramienta, utilizando para este fin una maquina CNC Mazak VTC16M. Previo al batido las probetas tuvieron que ser alineadas en la mesa del torno, realizando las calibraciones de planitud, linealidad y paralelismo, respecto del husillo porta herramienta. En la figura 2.4 y 2.5 se pueden observar el CNC y el proceso de fabricación del nuevo compuesto.



Figura 2.4 CNC Mazac VTC 16M.



Figura 2.5 Muestra el inicio de fabricación de superficie compuesta de aluminio con nanotubos de carbono.

2.3.1 Elección de parámetros FSP.

Antes de iniciar el proceso de fricción batido se debió determinar los parámetros a ser utilizados en el FSP. Estos parámetros son la velocidad de giro, velocidad avance y profundidad de la herramienta. Para tal fin, se consideró que la relación entre las velocidades mencionadas, se mantuvieron dentro los valores del pitch (R) (mm/rev) 0.1-0.3 [27]. También se tomó en consideración que las bajas velocidades de rotación y altas velocidades de avance generan un flujo pobre del material, pobre aglomeración de partículas y formación de porosidades [13]. Las velocidades recomendadas para la formación de una adecuada producción de compuestos superficiales por FSP se encuentran dentro de los valores para la velocidades de giro entre 800-1600rpm y para la velocidad de avance 25-160mm/min [13]. Con esta información se procedió a elegir dos velocidades de giro de 800 y 1100rpm, con velocidades de avance de 80 y 120mm/min. respectivamente. Posterior a la elección de estos parámetros, fabricamos tres probetas adicionales, eligiendo nuevos parámetros con el fin de comparar y determinar cuál de ellas era la más adecuada para la generación del batido más homogéneo y con la menor presencia defectos. Para estas tres últimas probetas, se eligió una probeta que tuviera la relación de velocidades de 0.2mm/rev, ya que se genera un adecuado aporte de calor al batido. La generación de calor en el proceso es inversamente proporcional al valor del pitch [10]. Adicionado a este valor, se consideró mantener una velocidad de giro constante, y reducir la velocidad de avance para generar un mejor batido. En base a estos planteamientos se eligió la velocidad de giro constante de 1000rpm para las tres probetas; partiendo de una velocidad de avance de 200mm/min (pitch 0.2mm/rev), con el fin que cumpla con la relación de 0.2mm/rev, tomando como referencia este valor, se redujo las velocidades de avance para las otras dos probetas restantes, eligiendo las siguientes: 140 y 80mm/min.

2.4 Caracterización Microestructural.

Para realizar los ensayos se extrajeron probetas de los cupones ya procesadas con las nanopartículas. Las muestras se embriquetaron para un mejor manejo al momento de realizar el desbaste y pulido de las mismas. Una vez pulidas, se utilizó

el equipo marca Struers, modelo Movipol-5; con este equipo, se realizaron los ataques electroquímicos por un minuto con ácido fluobórico, denominado reactivo Barker's, con el fin de revelar la microestructura. Los métodos para el tratamiento electroquímico se llevaron a cabo según la norma ASTM E 407. Las observaciones macro y de microestructura se realizaron con el fin de determinar la distribución de las nano partículas y los defectos generados durante el proceso, así como la identificación de los precipitados. Para la observación microestructural se utilizó un microscopio metalográfico Leica Modelo DMI 5000M con un rango de aumentos entre 50X – 1000X. También se realizaron visualizaciones y análisis químico de precipitados en un microscopio electrónico de barrido FEI Quanta 650; operando en el rango de 20-30 kV, con detector retrodispersivo (CBS), en alto vacío.



Figura 2.6 Microscopio metalográfico Leica.



Figura 2.7 Probeta embriquetada para ensayos metalográficos.

2.5 Ensayos de Dureza.

Se tomaron medidas de durezas Vickers con diferentes cargas, comprendidas en los siguientes rangos y zonas de aplicación; 1000g para caracterizar el material base, 500g para la zona de batido y 200g en los casos donde se indento siguiendo la silueta de los onion rings o anillos, ya que la huella generada con esta carga es más fácil de ubicar en la zona de los anillos debido a su fineza. Los valores de dureza en los anillos brindaron un indicio de la relación que existe entre la concentración de nanotubos y los valores alcanzados durante el batido plástico. Todas las cargas fueron aplicadas por 10 segundos. Las mediciones e indentaciones se realizaron a un milímetro de la superficie de batido y espaciadas entre sí por 0.5mm.

El método de indentación se llevó a cabo según la norma ASTM E384, para tal fin se realizó la selección de tres probetas que no tuvieran defectos y mostrasen mejor distribución de los nanotubos en la matriz. Para las mediciones se utilizó un durómetro ZWICK/ROELL Indentec ZHV. Ver figura 2.8.



Figura 2.8 Durómetro ZWICK/ROELL Indentec ZHV.

3. RESULTADOS Y DISCUSIONES.

Los 6 cupones procesados por FSP se inspeccionaron inicialmente de forma visual; una de ellas mostro una falta de penetración del hombro, produciendo una fuga de los nanotubos, quedando descartada; los cinco restantes se encontraron sin defectos visibles y con apariencia homogénea en la superficie, ver figura 3.1. En la tabla 2, se indica los valores de las velocidades de rotación, avance, relación de velocidades, dimensiones del nugget y profundidad de penetración del hombro (PH). En la figura 3.2, se muestra el esquema del nugget.

La fuerza generada por la herramienta sobre las probetas durante el batido estuvo en el rango de 15-20 KN. Valor que fue muy constante en todas las probetas, ya que la profundidad de penetración de la herramienta fue la misma en todos los casos, siendo siempre 0.2mm.



Figura 3.1 Apariencia superficial de la producción de superficie compuesta por FSP.

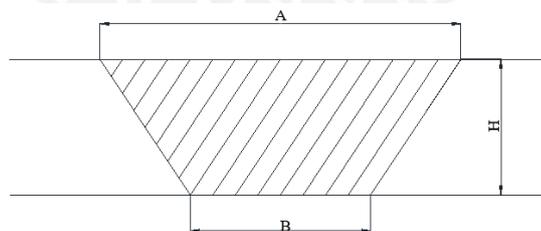


Figura 3.2 Esquema del nugget.

Tabla 2. Valores de velocidad giro o rotación (Vg), avance (Va), relación de velocidades pitch (Va/Vg), dimensiones de nugget y penetración de hombro (PH).

Probetas	Vg (rpm)	Va (mm/min)	Relación (Va/Vg)	A(mm)	B (mm)	H (mm)	PH (mm)
P1	800	80	0,1	9,5	5	2	0,2
P2	1100	120	0,11	7	4	2,2	0,2
P3	1000	80	0,08	10	4,5	2,4	0,2
P4	1000	140	0,14	10,3	4,5	2	0,2
P5	1000	200	0,2	10,1	4,2	2	0,2

3.1 Caracterización del aluminio AA5052-H34.

Para realizar los análisis de la investigación; fue necesario caracterizar el aluminio y encontrar los valores reales con los que contaba el material utilizado, estos valores se obtuvieron de los ensayos de tracción, dureza y análisis químico realizados a la plancha AA5052-H34. Ver tabla 3. Esto fue una herramienta muy valiosa, ya que permitió la comparación de resultados antes de la fabricación del compuesto y después de la fabricación del compuesto. Como se puede apreciar los valores encontrados cumplen con la especificación para planchas y láminas de aluminio y aleaciones de aluminio ASTM B209 referenciados en la tabla 1.

Tabla 3. Resultados de análisis químico, ensayos de tracción y dureza, realizadas al aluminio AA5052-H34.

Elemento	Porcentaje en peso (%)
Silicio (Si)	0,07
Fierro (Fe)	0,28
Cobre (Cu)	0,01
Manganeso (Mn)	0,06
Magnesio (Mg)	2,31
Cromo (Cr)	0,26
Aluminio (Al)	97,01
Esfuerzo (Mpa)	
Fluencia	Maxima
193,11	238,41
Dureza (HV)	
68	

3.2 Caracterización metalográfica del compuesto.

Se realizó la evaluación de cada probeta, encontrando que las probetas P1 y P2 mostraban diferentes tipos de defectos en la zona de batido o Nugget, tales como defecto túnel y el kissing bond, que en FSW es un enlace sano a nivel macro, pero microscópicamente es un enlace débil o imperfecto[24]. Esta característica también se puede apreciar en el FSP, de hecho se puede observar la presencia de este defecto en el batido en la zona de unión del material extruido durante la agitación. De la misma forma se encontraron otro tipo de imperfecciones, tales como distribución poco homogénea, secciones claras de batido que se muestran sin aglomeración de nanotubos. Las probetas P3, P4 y P5 tuvieron una mejora considerable en el batido; careciendo de defectos volumétricos a nivel macro, mostrando con claridad los onion rings y la distribución de las nanopartículas, así

como también la zona termo mecánicamente afectada. Esta mejora se debería a una adecuada relación de velocidades y a un eficiente aporte de calor al batido.

3.2.1. Probeta P1 (800rpm, 80mm/min).

La probeta P1 corresponde a una velocidad de rotación de 800rpm y velocidad de avance de 80mm/min, con una relación de velocidades pitch de 0.1. Este valor permitió la aproximación al rango mínimo recomendado por investigaciones previas. A pesar de acercarnos a la relación comprendida dentro de lo óptimo; el batido se muestra con cavidades tipo túnel. Mohammadzadeh et. Al [24]. indica que la formación de los defectos túnel se generan por bajas velocidades de rotación, comprendidas entre 500-800rpm, defecto atribuido a una entrada de calor insuficiente e inadecuado transporte de material, producto también del menor calor aportado en el proceso. Adicionalmente en el batido se observa espacios vacíos generados durante la deformación y el extruido del material. Defectos que se dan, debido también al bajo aporte de calor, producidos por inadecuados parámetros de batido. Estos parámetros afectan el patrón de transporte de material y la distribución de temperatura en el batido [24]. También se aprecia zonas de matriz de aluminio sin aglomeración visible de nanotubos y concentración de nanopartículas ubicadas en la zona inferior del batido, ver figura 3.3; produciéndose en esta zona un flujo turbulento del batido plástico severo, sin la adhesión de las capas generadas durante el proceso.



Figura 3.3 Probeta P1, los círculos muestran las cavidades tipo túnel. La flecha muestra el TMAZ.

3.2.2. Probeta P2 (1100rpm, 120mm/min).

La muestra se parametrizo con velocidad de rotación de 1100 rpm y velocidad de avance de 120mm/min. En la figura 3.4 se observa que la zona formado por el batido, muestra una copa con una menor extensión que en la probeta P1; igual que

en el caso anterior la formación del batido es heterogénea, apreciándose una mayor formación de cavidades tipo túnel, sobre todo extendiéndose y abarcando casi la totalidad de la zona inferior del batido. También se observa muy claramente la zona termo mecánicamente afectada que se extiende algunas décimas de milímetro por debajo del batido inferior, mientras que la zona afectada por el calor no se define con mucha claridad, esta característica se observó en casi todas la probetas evaluadas.

La mayor dimensión de los defectos túnel se atribuye al deficiente aporte de calor. Aunque las velocidades se mantienen dentro de los rangos recomendados por la literatura existente, la mayor extensión de los defectos se podría atribuir a un aumento en la velocidad de avance, ya que cuando esto ocurre, la generación de calor no es suficiente para producir un adecuado flujo del material en el batido [11].



Figura 3.4 Probeta P2, En la imagen se aprecia la mayor extensión de la cavidades túnel. Las flechas muestran la zona termomecánicamente afectada.

3.2.3. Probeta P3 (1000rpm, 80mm/min).

Esta probeta tiene velocidad de rotación de 1000rpm y velocidad de avance de 80mm/min. La relación fue elegida teniendo en cuenta que las probetas anteriores P1 y P2 se presentaron con defectos y que los parámetros de velocidades elegidos no fueron las más adecuadas. En base a estos resultados se determinó mantener una velocidad de giro constante y reducir la velocidad de avance, conforme se describe en la elección de parámetros del FSP del procedimiento experimental; donde se da a conocer que se obtienen mejores resultados manteniendo las velocidades de rotación constantes y velocidad de avances reducidas, permitiendo una adecuada y optima transferencia de calor a la zona de batido plástico severo.

Con los parámetros modificados y ajustados se procedió a la evaluación de la probeta, mostrando resultados más adecuados, tal como se puede apreciar en la figura 3.5 la zona del nugget es más homogéneo basándose en un análisis

volumétrica del batido, la intensidad en el color marrón muestra una concentración muy alta de nanotubos, identificando un batido heterogéneo en la distribución de nanotubos en el nugget, pero también zonas homogéneas donde se concentran los nanotubos; conclusiones que son respaldadas por la espectrometría de dispersión de energía, EDS y el barrido de durezas.

El nugget también muestra zonas claras batidas, que presentan escasa aglomeración de nanotubos. En la parte inferior del batido se aprecia concentración de nanotubos y algunas décimas de milímetro más abajo se observa la zona termomecánicamente afectada. En líneas generales el nugget se aprecia con buenas características, mayor concentración de nanotubos en zonas bien definidas, previamente identificadas como en la zona A de la figura 3.5; carentes de porosidades o cavidades a nivel macro. Esto se atribuiría a una mejor distribución del calor y temperatura debido a la reducción en la velocidad de avance.

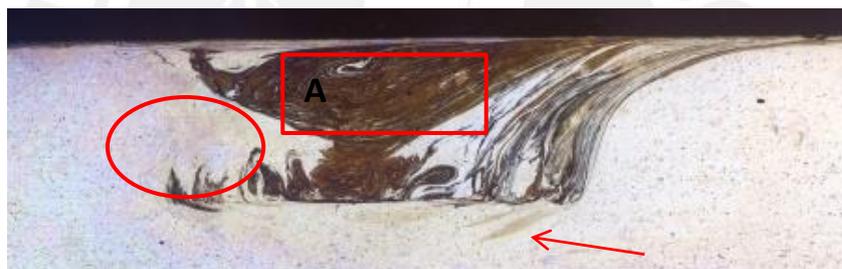


Figura 3.5 Probeta P3, muestra zona tratada térmicamente con una flecha. También se observa aglomeración de nanotubos de carbono en color marrón y zona clara batida, con escasa aglomeración de nanotubos de carbono en círculo.

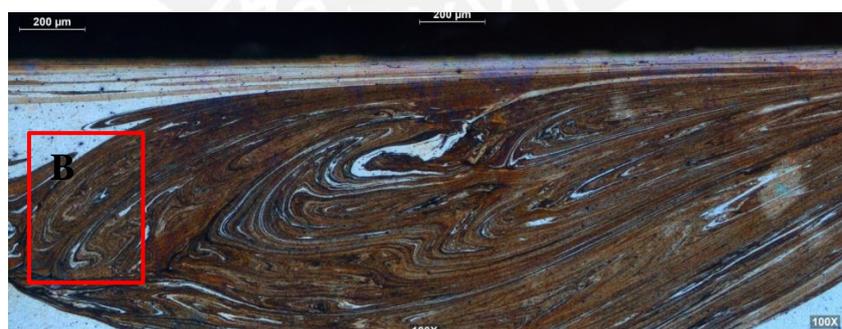


Figura 3.6 La imagen muestra el cuadro A de la figura 3.5. Se puede apreciar con mayor aumento las características del batido. Imagen a 100X.

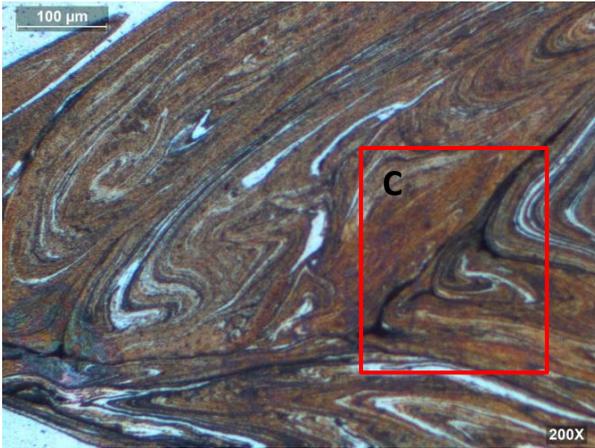


Figura 3.7 La imagen muestra el area B de la figura 3.6 aquí se observa la concentración de los nanotubos con mayor aumento de imagen, se aprecia zonas de batido homogéneo. La imagen tiene un aumento de 200X.



Figura 3.8 Se muestra el área C de la figura 3.7. En el lado izquierdo de la imagen se puede observar como los anillos se diluyen en el batido. También se aprecia los llamados Kissing bond, que es la débil unión que existe entre superficies extruidas durante el batido plástico y solo son apreciados a nivel micro. La imagen se muestra a 500X.

3.2.4. Probeta P4 (1000rpm, 140mm/min).

Con velocidad de rotación 1000rpm y velocidad de avance 140mm/min. En esta muestra tampoco se aprecia la presencia de porosidades o cavidades. La probeta presenta con mayor claridad y definición los onion rings originadas por el batido de la herramienta y el desplazamiento de los nanotubos durante el flujo plástico, como se puede ver en la figura 3.9. Los nanotubos se concentran en un área pequeña en la zona de retroceso. En la zona de avance se observa presencia de nanotubos con mayor amplitud, alcanzándose mayor concentración de matriz de aluminio que como en los casos anteriores, alcanzo a ser batido, pero no tienen una concentración visible de nanotubos.

Adicionalmente en esta probeta se puede observar cómo se extiende la zona afectada por el calor, que abarca casi la dimensión de la marca dejada por el hombro de la herramienta en la parte superior de la probeta, hasta la parte inferior de la misma.

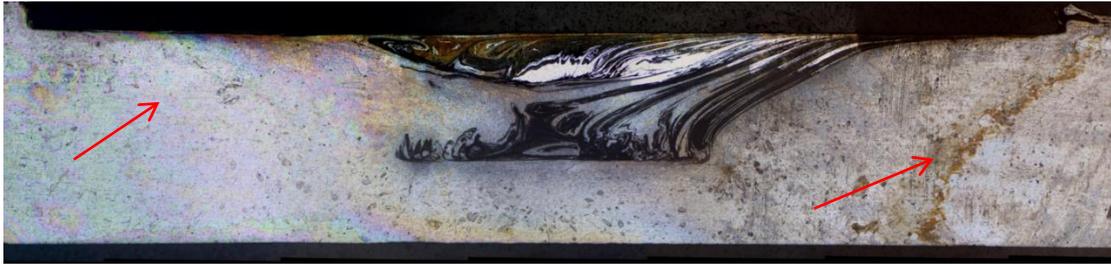


Figura 3.9 nugget correspondiente a la probeta P4. Las flechas indican los límites del HAZ.

3.2.5. Probeta P5 (1000rpm, 200mm/min).

Probeta con velocidad de rotación de 1000rpm y velocidad de avance 200mm/min. En este caso se muestra una zona de batido con la mejor distribución de nanotubos y con mayor extensión de zona homogénea, llegando a los 10mm de ancho. La dispersión del nanomaterial es más extensa y menos concentrada que en la probeta P3; los onion ring se aprecian con mayor definición y están formados tanto por siluetas con nanotubos como también por anillos con escasa presencia de nanotubos de carbono; estos se observan con una coloración más clara, ver figura 3.10. Estas probeta muestra un mejor batido, carente de defectos resaltantes. La mejora en el batido se debería a que la relación de velocidades tiene un valor más óptimo, teniendo el Pitch un valor de 0.2 mm/rev [10]. Este valor es representativo de una mejor transferencia del calor generado durante el batido plástico; según estudios es el valor más exacto que existe entre la relación de velocidad de giro y avance.



Figura 3.10 Probeta P5, se observa la mejor y mayor distribución de los nanotubos de todas las probetas evaluadas. Con un valor pitch de 0.2. Imagen a 50X.

3.3. Microscopia electrónica de barrido y análisis EDS.

Para realizar la microscopia electrónica de barrido y análisis por espectroscopia de energía dispersiva (EDS), se seleccionó la probeta P3, probeta que alcanzó el mayor valor de dureza. Durante la observación de la superficie del batido se encontraron defectos no observados por los métodos ópticos, que sí se visualizaron

con la técnica electrónica, encontrando defectos como los kising bond, apreciándose con mucha claridad en la figura 3.12.

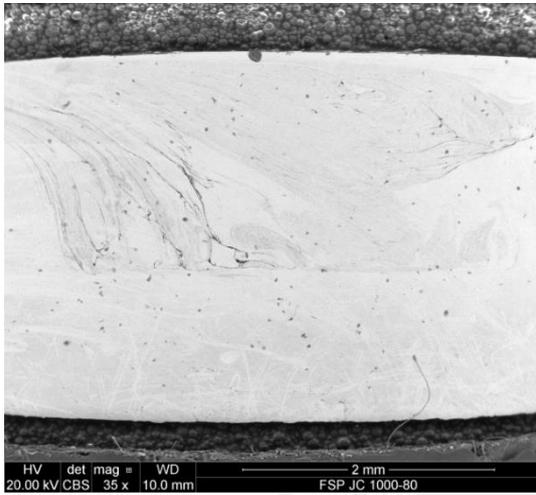


Figura 3.11 Distribución de nanotubos observado mediante microscopia electrónica de barrido.

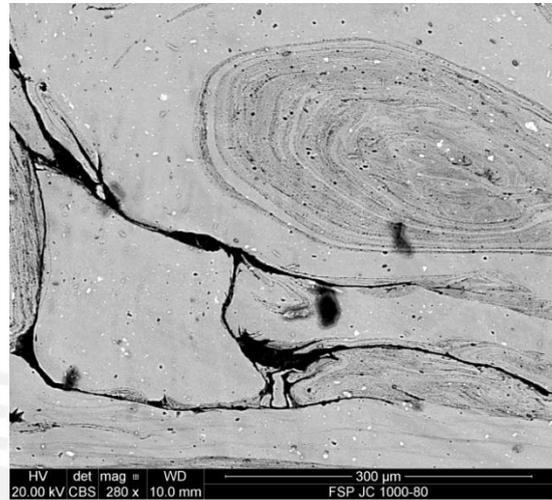


Figura 3.12 Defectos apreciados por microscopia electrónica, no visualizada a nivel macro por métodos ópticos.

En este ensayo se analizaron también dos zonas bien definidas, la primera es el metal base; identificado mediante ensayos EDS al área 1 para definir la composición química de la matriz de aluminio, encontrando valores que corresponden a un AA5052-H34. Ver figura 3.14. Del mismo modo se realizaron spot EDS para identificar la presencia de precipitados; los valores encontrados, tanto en el spot 2 y 3, ver figuras 16 y 17 arrojan la presencia de Magnesio y aluminio, indicativos de la presencia del precipitado Mg_2Al_3 [19], llamado fase Beta [28] en el material base. El spot 1 muestra valores elevados de cobre en la partícula, elemento que si bien se encuentra en la composición química del aluminio AA5052-H34, no corresponde a precipitados de la serie 5XXX [19], pero que sí está presente en las series tratadas térmicamente como en la serie 7XXX y 2XXX [19]. Los valores de cobre encontrados en el spot 1 serían partículas contaminantes; ingresadas durante el proceso de laminado, en la etapa de fabricación de la plancha o en el proceso de corte y pulido de la probeta.

El segundo análisis se dio en la zona del batido del material compuesto, para ello se seleccionaron áreas del nugget y zona afectada termo mecánicamente. Con este fin se designaron cuatro áreas, dos de ellas en la zona del nugget y dos en la zona afectada termo mecánicamente. Todas las áreas mostraron una fuerte presencia de carbono, indicativo de la presencia de nanotubos de carbono; también se encontró

flúor y oxígeno, elementos que fueron introducidos durante el ataque electroquímico, por medio del ácido fluobórico que fue el reactivo utilizado en esta etapa, y la oxidación.

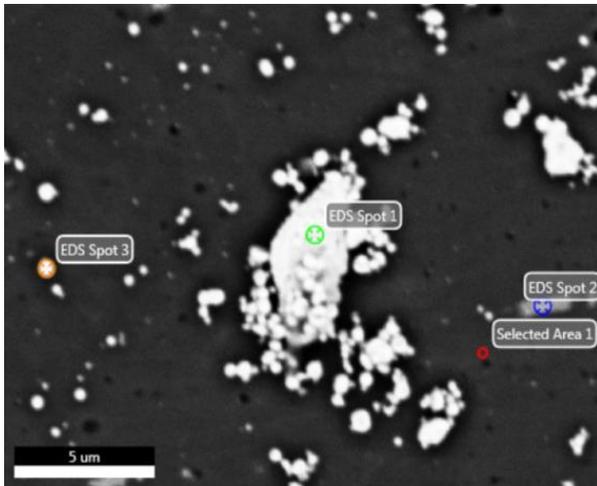


Figura 3.13 Se muestra la ubicación del area 1 y los spots realizada al metal base

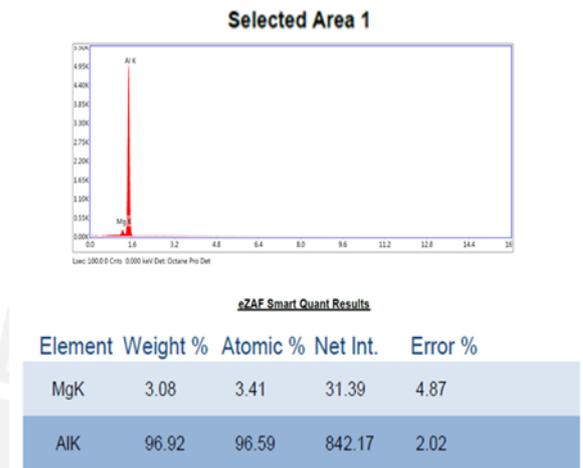


Figura 3.14 Valores obtenidos del EDS en el área 1 del metal base.

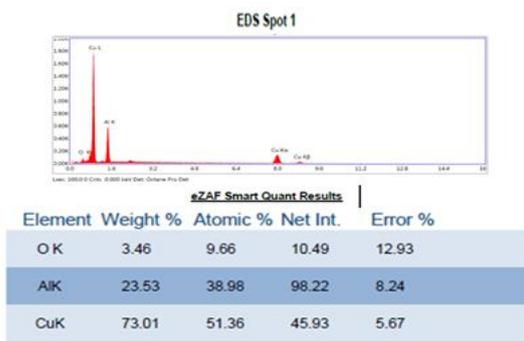


Figura 3.15 EDS spot 1. Metal base



Figura 3.16 EDS spot 2. Metal base.

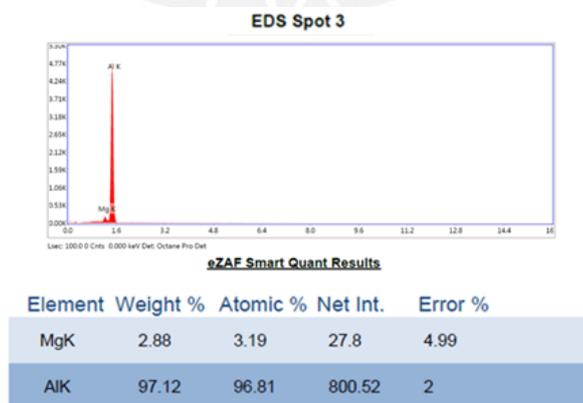


Figura 3.17 EDS spot 3. Metal base.

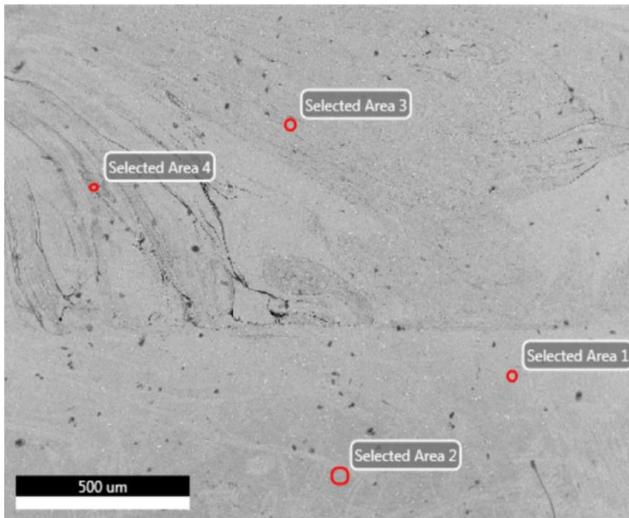


Figura 3.18 Áreas seleccionadas para análisis EDS. corresponde a zona batida y TMAZ.

Figura 3.19 corresponde al área 1 ubicada en la zona TMAZ.

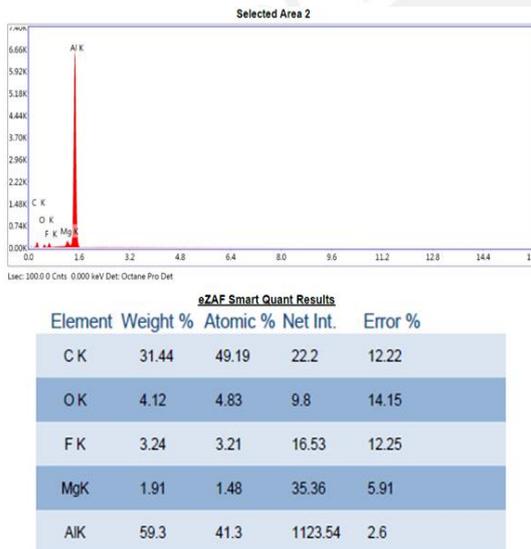


Figura 3.20 Area 2, ubicada en TMAZ.

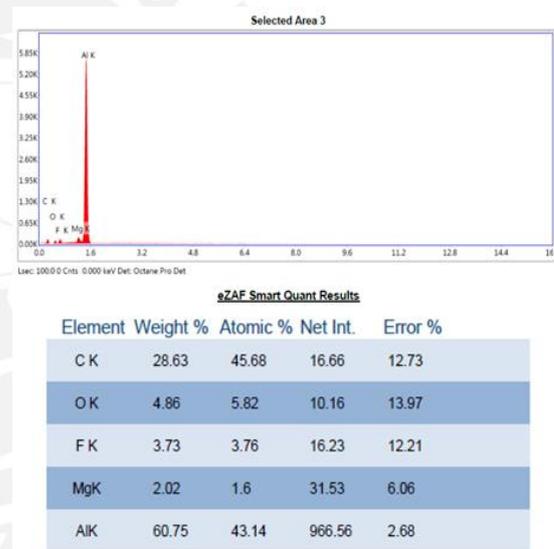


Figura 3.21 Area 3, ubicada en Nugget.

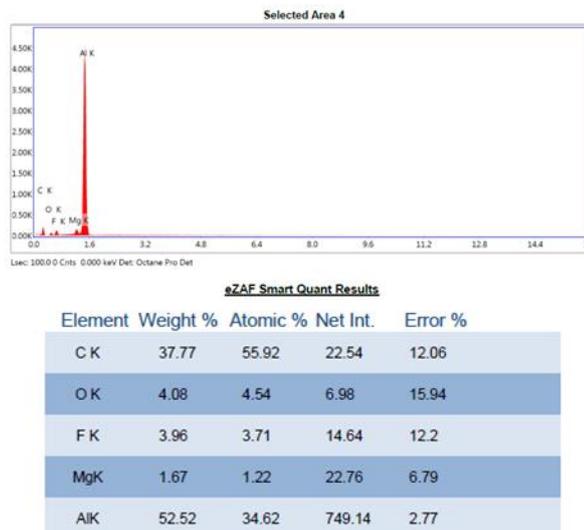


Figura 3.22 Area 4, ubicada en nugget.

3.4 Dureza.

Para realizar los ensayos de dureza se tomaron las Probetas P3, P4 y P5 para ser evaluadas, ya que las probetas P1 y P2 al tener defectos fueron descartadas para este fin. La toma de valores estuvieron separadas 0.5mm por cada indentación y a un milímetro de la superficie del batido; abarcando la zona del nugget, zona afectada por el calor y zona afectada termo mecánicamente.

3.4.1 Probeta P3.

En la probeta P3 se encuentran los mayores valores de dureza alcanzada, llegando hasta los 90HV lo que representa un aumento del 32% comparado con el metal base (68HV); debido a la mayor concentración de nanotubos de carbono, producto del menor valor en la velocidad de avance, permitiendo que el nanomaterial se aglomere en una forma concentrada en el batido. De la misma manera se procedió a realizar mediciones en las siluetas delimitadas por los onion ring, con el fin de encontrar una dureza mayor en estas zonas, ya que por la coloración marrón oscura tendrían mayores concentraciones de nanotubos. Al realizar las micro mediciones en estas zonas ricas en nanotubos se encontraron valores de (90HV). La presencia concentrada de nanotubos de carbono demuestra un aumento en la dureza del aluminio. Por tanto sería posible elevar aún más la dureza, aumentando la profundidad de la ranura, elevando así, la fracción de volumen de nanotubos [29].

Los valores alcanzados en esta probeta se debe a un fuerte refinamiento del grano [30], debido a la presencia de partículas de refuerzos; que se puede atribuir al efecto de fijación de partículas que impiden el crecimiento de grano mediante la supresión del deslizamiento del límite de grano [31]; deformación plástica y recristalización dinámica en la zona del batido. [11], generándose un aumento en la dureza del nuevo material compuesto, sobre todo donde se concentran fuertemente los nanotubos de carbono. Así también en las zonas claras que fueron agitadas dentro de la zona de batido; se encontraron valores muy bajos, incluso menores a los del material base. Los valores encontradas en las zonas claras dentro de la zona de batido, ver figuras 26 y 27, se encuentran entre 64 y 61HV respectivamente, indicativo de una pérdida de la dureza. Estos valores se podrían atribuir a que las aleaciones de aluminio endurecidas por precipitado, las regiones blandas se crean

debido al ensanchamiento y disolución de los precipitados de refuerzo durante el ciclo térmico del proceso de soldadura o batido. Además, aumentar la velocidad de giro o disminuir la velocidad de avance puede hacer que la región ablandada crezca y el valor de la dureza disminuya notablemente en la zona batida o soldada [23].

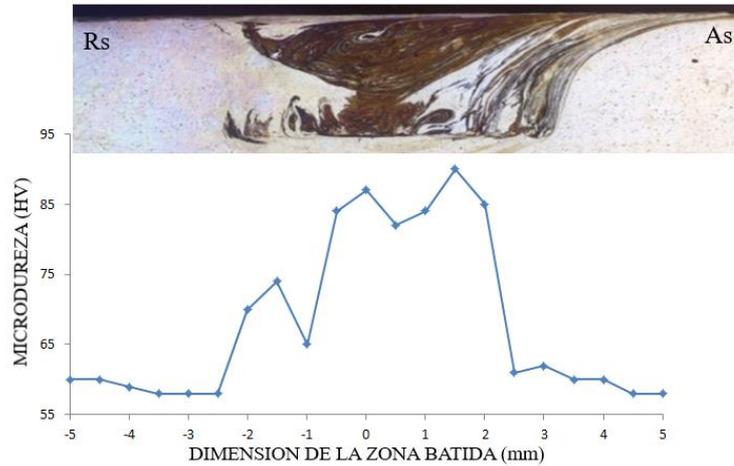


Figura 3.23 Grafica de microdureza (500gr.) correspondiente a la probeta P3.

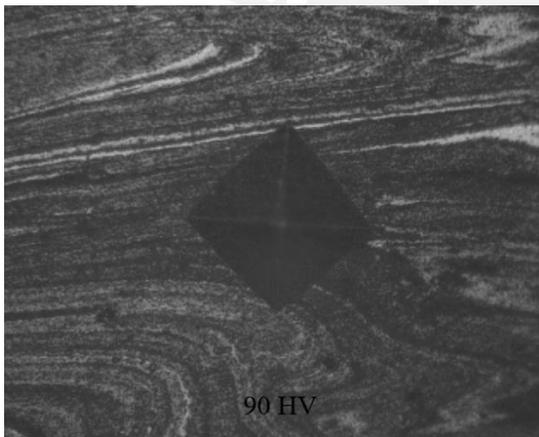


Figura 3.24 Muestra tomada en zona rica en nanotubos de carbono (90HV).

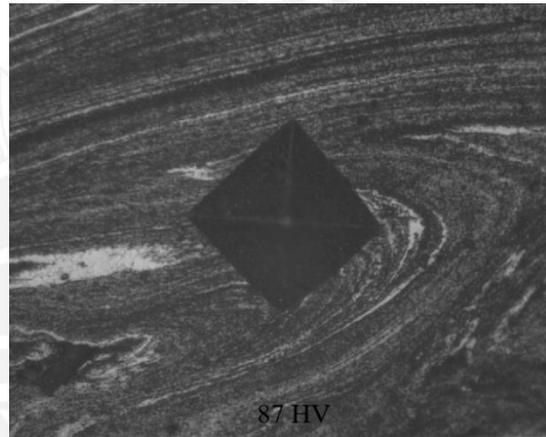


Figura 3.25 Valor de 87 HV, alcanzados en zona batida rica en notubos de carbono.

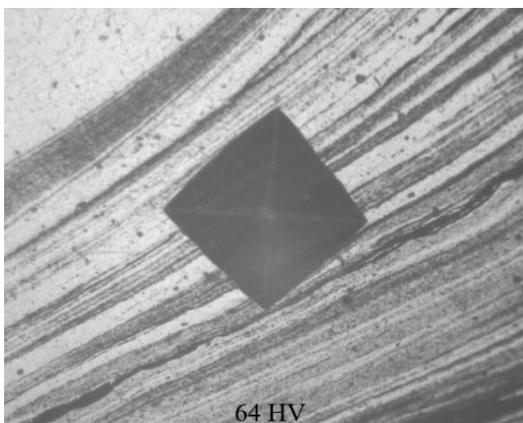


Figura 3.26 Huella de indentacion en onion ring Con escasa presencia de nanotubos de carbono. Toma realizada aleatoriamente. (64HV) con carga de 200gr.

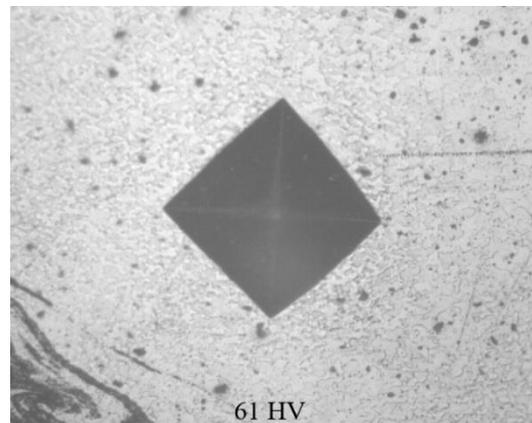


Figura 3.27 Toma realizada en zona de batido, que muestra la matriz de aluminio con nula o poca presencia de nanotubos. Toma aleatoria (64HV) 200gr.

3.4.2 Probeta P4.

La probeta 4 muestra en promedio valores inferiores al material base, tal como se puede observar en la figura 3.28, el valor máximo no supero los 64HV; esto se debería a la poca concentración de los nanotubos en la zona del nugget. Caso contrario se observa cuando se realizó las indentaciones en los anillos del batido; en estas siluetas se encontraron valores de dureza que alcanzan los 73HV. Esto confirmaría que la mayor dureza se alcanza en la zona de los anillos, donde se encuentra la mayor concentración de los nanotubos de carbono.

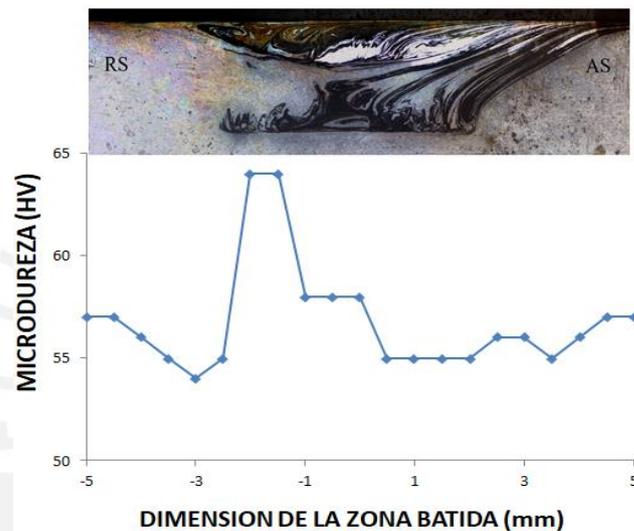


Figura 3.28 Grafica de microdurezas (500gr.) de la probeta P4.

3.4.3. Probeta P5.

En la probeta P5 se encontró una dureza máxima de 75HV, representando un aumento del 10% respecto del material base. Los mayores valores se alcanzaron nuevamente en las zonas donde hay mayor concentración de nanotubos de carbono. Los valores más bajos de microdureza comparado con la probeta P3 se pueden atribuir a la caída en la fracción de volumen de partículas a pesar de la distribución uniforme [14]. Caso contrario se observó nuevamente en las zonas claras donde se apreció, baja presencia de nanotubos, con durezas inferiores al del metal base, obteniendo solo 59HV como menor valor, atribuida también a la disolución de los precipitados de refuerzo. Es necesario mencionar que se realizó mediciones adicionales, siguiendo la silueta de los anillos de los denominados onion ring, aquí se aplicaron cargas de 200gramos, con el fin de tener una huella de indentación más fina y estar dentro del umbral del anillo; logrando mediciones que están en 68-74 HV, ver figuras 30 y 31, siendo indicativo que existe concentración

de nanotubos que generan un aumento en la dureza en dichas zonas. También se realizaron mediciones en los anillos que tienen un matiz más claro, obteniendo zonas blandas que tienen valores por debajo del metal base, siendo indicativo que en estos anillos hay poca o nula presencia de partículas que ayuden a aumentar la dureza.

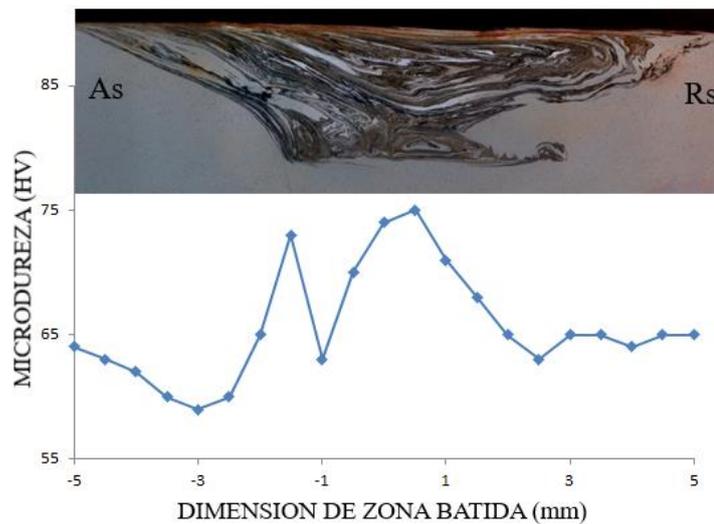


Figura 3.29 Grafico de microdureza (500gr.) correspondiente a la probeta P5.

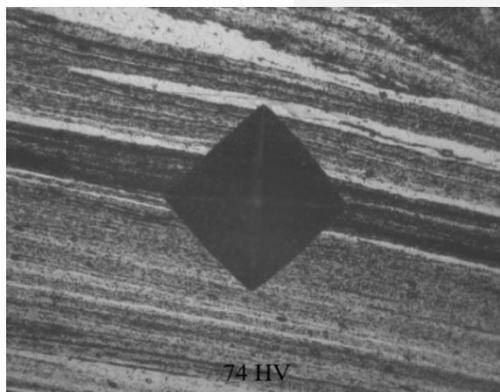


Figura 3.30 Dureza tomada en la silueta del Onion ring. Aquí se encontraron valores de dureza elevados debido a la concentración de Nanotubos de carbono. (74HV-200gr.)

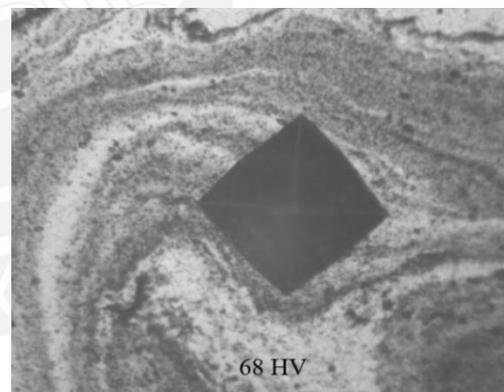


Figura 3.31 En la indentación se observa la poca aglomeración de nanotubos, indicativos de pobres valores de dureza. (68HV-200gr.)

Como se puede apreciar en las gráficas de dureza el lado avance es ligeramente más blando que el lado retroceso. Esta característica es observada en las probetas P3 y P5. Las variaciones en la dureza se deberían a que el batido del material se toma del lado avance y es depositado al lado retroceso, generando como resultado un ablandamiento del lado avance y un endurecimiento del lado retroceso [26].

4. CONCLUSIONES.

- Se logró modificar con éxito la superficie del aluminio AA5052-H34, incorporando los nanotubos de carbono en la superficie, mediante el proceso de fricción batido.
- Se determinó el diámetro del hombro de la herramienta, dimensión crítica para la transferencia de calor durante el proceso de batido; junto con la elección de la geometría cilíndrica del pin, permitiendo fabricar de manera satisfactoria el compuesto.
- Se determinaron los parámetros del proceso, siendo seleccionada la velocidad de giro de 1000 rpm y velocidad de avance de 80mm/min, con penetración de la herramienta de 0.2mm. Estos fueron los parámetros óptimos de operación para conseguir el mayor aumento de la dureza en el batido. A pesar que la relación de velocidades dan un pitch de 0.08, valor que se encuentra fuera del rango recomendado de 0.1-0.3. Se alcanzó a producir un batido sin defectos túnel. El buen desempeño del proceso se debe al reducido valor de avance, que permitió un aporte de calor adecuado al batido.
- No se encontraron defectos en las probetas P3, P4 y P5 a nivel macro; en la microestructura se apreciaron zonas aisladas que presentaron defectos kissing bond, que es la débil unión entre superficies extruidas. Las probetas P1 y P2, presentaron defectos túnel o gusano, en gran parte del volumen de la zona batida; producto de parámetros inadecuados de operación que generaron un deficiente aporte de calor al batido.
- En las probetas P3, P4 y P5, se observa con zonas homogéneas en el volumen; pero se muestran zonas heterogéneas en la distribución de las nanotubos. Mostrando zonas oscuras en donde se concentran las nanopartículas. Las zonas oscuras en los onion ring son también ricas en nanotubos, pero no las zonas claras que tienen poca concentración de nanotubos, esto también se aprecia en las franjas claras de los onion ring.
- Se logró el aumento de la dureza superficial del aluminio, llegando a alcanzar un valor de hasta 90HV en la probeta P3, representando un aumento del 32% y 75HV en la probeta P4, representando un aumento del 10%, comparado con la del material base (68HV).

- Los mayores valores de dureza alcanzados se encuentran en las áreas donde se concentra la mayor cantidad de nanotubos, así como también en las siluetas más oscuras de los anillos u onion rings.
- Se alcanzarían valores más altos de dureza, aumentando la fracción de volumen de nanotubos de carbono en el batido.



Referencia bibliográfica.

- [1] T. Rolando and Q. Rivera, “Influencia del número de pases de procesamiento por fricción batido en la dureza y resistencia al desgaste de compuestos superficiales nanoestructurados AA5083-SiC,” *Tesis conducente al título Magister en Ing. soldadura, PUCP.*
- [2] G. A. Moreno, “Estudio de la soldabilidad de la unión disimilar de un acero estructura ASTM A36 con una aleación de aluminio AA5052-H34,” *Tesis conducente al título Ing. Mecánico, PUCP, 2015.*
- [3] M. Salehi, H. Farnoush, A. Heydarian, and J. Aghazadeh Mohandesi, “Improvement of Mechanical Properties in the Functionally Graded Aluminum Matrix Nanocomposites Fabricated via a Novel Multistep Friction Stir Processing,” *Metall. Mater. Trans. B Process Metall. Mater. Process. Sci.*, vol. 46, no. 1, pp. 20–29, 2014.
- [4] M. St. Węglowski, “Friction stir processing technology – new opportunities,” *Weld. Int.*, vol. 28, no. 8, pp. 583–592, 2014.
- [5] A. Heydarian, K. Dehghani, and T. Slamkish, “Optimizing powder distribution in production of surface nano-composite via friction stir processing,” *Metall. Mater. Trans. B Process Metall. Mater. Process. Sci.*, vol. 45, no. 3, pp. 821–826, 2014.
- [6] N. Sun and D. Apelian, “Friction Stir Processing of Aluminum Cast Alloys for High Performance Applications,” vol. 63, no. 11, pp. 44–50, 2011.
- [7] P. S. D. N. K. Mishra, S. R., *Friction stir welding and processing.* 2014.
- [8] S. M. Arab, S. A. J. Jahromi, and S. M. Zebarjad, “The Effect of Friction Stir Processing by Stepped Tools on the Microstructure, Mechanical Properties and Wear Behavior of a Mg-Al-Zn Alloy,” *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 25, no. 10, pp. 4587–4597, 2016.
- [9] N. Kumar, R. S. Mishra, C. S. Huskamp, and K. K. Sankaran, “The effect of friction stir processing on the microstructure and mechanical properties of equal channel angular pressed 5052Al alloy sheet,” *J. Mater. Sci.*, vol. 46, no. 16, pp. 5527–5533, 2011.

- [10] E. R. Oré, “Evaluación De La Resistencia a La Corrosión De La Aleación Aa 6063-T6 Procesada Mediante Fricción Batido,” *Tesis conducente al título Ing. Mecánico, PUCP*, p. 110, 2014.
- [11] M. Bodaghi and K. Dehghani, “Friction stir welding of AA5052: the effects of SiC nano-particles addition,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 88, no. 9–12, pp. 2651–2660, 2017.
- [12] A. S. Malo, “Evaluación de la resitencia al desgaste y resistencia a la corrosión de materiales compuestos AA5083-nanoTiCN fabricados mediante fricción batido,” *Tesis para optar el Tit. magister en Ingeniería y Cienc. los Mater.*, 2016.
- [13] V. Sharma, Y. Gupta, B. V. M. Kumar, and U. Prakash, “Friction Stir Processing Strategies for Uniform Distribution of Reinforcement in a Surface Composite,” *Mater. Manuf. Process.*, vol. 31, no. 10, pp. 1384–1392, 2016.
- [14] M. Puviyarasan and V. S. S. Kumar, “Multi-response optimization of friction stir process parameters in fabricating AA6061-SiCpcomposites using desirability function analysis,” *J. Balk. Tribol. Assoc.*, vol. 23, no. 2, pp. 258–270, 2017.
- [15] M. G. Méndez Medrano, L. H. Rosu, and T. Gónzales, “Grafeno: el alótropo más prometedor del carbono,” *Acta Univ.*, vol. 22, no. 3, pp. 20–23, 2012.
- [16] R. Martín, V. Ruiz, G. Cabañero, H. J. Grande, and I. Odriozola, “Nuevas formas nanoscópicas de carbono: Propiedades y usos,” *Dyna*, vol. 87, no. 3, pp. 262–266, 2012.
- [17] M. Paidar and M. L. Sarab, “Friction stir spot welding of 2024-T3 aluminum alloy with SiC nanoparticles,” *J. Mech. Sci. Technol.*, vol. 30, no. 1, pp. 365–370, 2016.
- [18] P. Naresh, A. Kumar, and M. K. Kishore, “Influence of Nano Reinforcement Volume Percentage on Fabrication of Surface Nanocomposite by FSP,” *Mater. Sci. Forum*, vol. 879, pp. 1369–1374, 2017.
- [19] ASM HANDBOOK, *Metallography and Microstructure, Vol. 9. .*
- [20] P. Lean Sifuentes, *Introduccion a la Ingeniería de Materiales.*, Pontificia. Lima.
- [21] Astm B 209-07, “Standard Specification for Aluminum and Aluminum-Alloy Sheet

- and Plate,” *Standards*, vol. 3, no. July 1995, pp. 1–29, 2014.
- [22] Z. Y. Liu, B. L. Xiao, and W. G. Wang, “Fabrication of carbon nanotube reinforced aluminum matrix composites via friction stir processing.” pp. 21–28, 2013.
- [23] A. H. Lotfi and S. Nourouzi, “Predictions of the optimized friction stir welding process parameters for joining AA7075-T6 aluminum alloy using preheating system,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 73, no. 9–12, pp. 1717–1737, 2014.
- [24] H. Mohammadzadeh Jamalian, M. Farahani, M. K. Besharati Givi, and M. Aghaei Vafaei, “Study on the effects of friction stir welding process parameters on the microstructure and mechanical properties of 5086-H34 aluminum welded joints,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 83, no. 1–4, pp. 611–621, 2016.
- [25] M. Mehta, A. Arora, A. De, and T. Debroy, “Tool geometry for friction stir welding - Optimum shoulder diameter,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 42, no. 9, pp. 2716–2722, 2011.
- [26] S. Shanavas, J. E. R. Dhas, and J. P. Davim, “EFFECT OF GEOMETRY OF TOOL PIN PROFILE ON THE MECHANICAL AND METALLOGRAPHIC CHARACTERISTICS OF FRICTION STIR WELDED AA5052-H32 ALUMINIUM ALLOY,” vol. 9, no. 1, 2015.
- [27] J. Unfried-Silgado, A. Torres-Ardila, J. C. Carrasco-García, and J. Rodríguez-Fernández, “Effects of shoulder geometry of tool on microstructure and mechanical properties of friction stir welded joints of AA1100 aluminum alloy,” *Dyna*, vol. 84, no. 200, pp. 202–208, 2017.
- [28] E. E. Guzmán-Romero, T. H. Fernández-Columbié, D. Alcántara-Borges, and I. Rodríguez-González, “Efecto de la velocidad angular y la presión en el proceso de soldadura por fricción radial en una aleación de aluminio AA 5754. (Spanish),” *Eff. angular Veloc. Press. radial Frict. Weld. AA 5754 Alum. Alloy.*, vol. 33, no. 3, pp. 312–325, 2017.
- [29] J. Y. Kim, J. W. Hwang, H. Y. Kim, S. M. Lee, W. S. Jung, and J. W. Byeon, “Fabrication of AZ31/CNT Surface Nano-Composite by Double-Pass Friction Stir Processing,” *Arch. Metall. Mater.*, vol. 62, no. 2, pp. 1039–1042, 2017.

- [30] H. G. S. Tomás dieguez, “Estabilidad térmica de aleaciones de aluminio procesadas por fricción-agitación (FSP),” vol. 32, no. 2, pp. 225–235, 2012.
- [31] A. Thangarasu and N. Murugan, “Effect of Ceramic Particles on Microstructure and Mechanical Properties of Aluminium Surface Composite Fabricated Using Friction Stir Processing,” *Mater. Sci. Forum*, vol. 830–831, pp. 440–443, 2015.

