



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**  
**PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN INGENIERÍA**  
**INGENIERÍA MECÁNICA – METALMECÁNICA**

**INFLUENCIA DE LOS PARÁMETROS DE PROCESAMIENTO EN EL ESTUDIO DEL  
DESEMPEÑO TRIBOLÓGICO DE UNA ALEACIÓN BASE ALUMINIO REFORZADA CON  
PARTÍCULAS GENERADAS DURANTE UNA REACCIÓN IN-SITU**

**TESIS**  
**QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:**  
**MAESTRO EN INGENIERÍA**

**PRESENTA:**  
**ANTONIO GUTIÉRREZ SANTILLÁN**

**TUTOR PRINCIPAL**  
**DR. CARLOS GABRIEL FIGUEROA ALCÁNTARA**  
**Facultad de Ingeniería, UNAM**

**Ciudad Universitaria, CD.MX., Enero, 2024**



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

**JURADO ASIGNADO:**

Presidente: Dr. Barba Pingarrón Arturo  
Secretario: Dr. Ortiz Prado Armando  
1 er. Vocal: Dr. Figueroa Alcántara Carlos Gabriel  
2 do. Vocal: Dr. Schouwenaars Rafael  
3 er. Vocal: Dr. González Reyes José Gonzalo

Lugar o lugares donde se realizó la tesis: UDIATEM, Facultad de Ingeniería, UNAM

**TUTOR DE TESIS:**

CARLOS GABRIEL FIGUEROA ALCÁNTARA



-----  
**FIRMA**

## **Agradecimientos**

Quiero expresar mi agradecimiento:

Al Consejo Nacional de Humanidades Ciencias y Tecnología (CONAHCYT) por su apoyo al otorgarme la beca 798481 para realización de estudios de maestría y a la Dirección General de Asuntos del Personal Académico de la UNAM por su apoyo mediante los proyectos PAPIIT-IA103422 “Análisis energético de la compatibilidad tribológica entre materiales metálicos” y PAPIIT-IA106720 “Influencia de elementos aleantes en la mojabilidad matriz-partícula en materiales compuestos de matriz metálica. Teoría y experimentos.

A la Universidad Nacional Autónoma de México, por abrirme sus puertas nuevamente y otorgarme tantos beneficios como alumno.

A todos mis compañeros que estuvieron apoyándome física y emocionalmente durante todos los días de arduo trabajo en los laboratorios, Perla Janeth Vázquez, Omar Hernández, Bruno Contreras, Arthur García y Vanesa Márquez.

Al personal de la Unidad de Investigación y Asistencia Técnica en Materiales, por su apoyo constante a lo largo de estos años y por su destacada labor formativa en nuestra Universidad.

A los miembros de mi sínodo: Dr. Rafael Schouwenaars, Dr. Armando Ortiz Prado, Dr. Arturo Barba y Dr. José Gonzalo González Reyes; por sus valiosas contribuciones.

Finalmente, un agradecimiento muy especial a mi tutor principal, el Dr. Carlos Gabriel Figueroa Alcántara, por transmitirme su gran pasión por la enseñanza, además de siempre mostrar su mayor interés, tiempo y dedicación a lo largo de estos últimos años.

A quienes pusieron un granito de arena en este trabajo, muchas gracias.

**Dedicatoria**

*A mi familia y amigos*

## Índice

---

1	Introducción.....	11
1.1	Objetivos.....	12
1.2	Hipótesis.....	12
1.3	Esquema general.....	12
2	Marco teórico.....	14
2.1	Determinación de la compatibilidad entre metales mediante una prueba de fricción estática	14
2.2	Rugosidad.....	14
2.2.1	Análisis de asperezas.....	15
2.2.2	Parámetros de rugosidad.....	16
2.3	Fricción.....	19
2.3.1	Teorías de fricción.....	19
2.3.2	Modelo clásico de fricción por deslizamiento.....	20
2.3.3	Fricción para materiales cerámicos.....	21
2.4	Mecanismos de desgaste.....	21
2.4.1	Observaciones de daños durante el desgaste por deslizamiento en metales.....	22
2.4.2	Desgaste adhesivo.....	24
2.4.3	Desgaste por corrosión.....	25
2.4.4	Desgaste abrasivo.....	25
2.4.5	Desgaste por fatiga.....	26
2.5	Metodologías para datos cuantificables y el diseño experimentos.....	26
2.5.1	Elementos para la inferencia estadística.....	28
2.5.2	Pruebas de hipótesis.....	29
2.5.3	Pruebas para validar o refutar una hipótesis.....	30
2.6	Técnicas de caracterización.....	31
2.6.1	Perfilometría.....	31
2.6.2	Microindentación instrumentada.....	31
2.7	Ensayos tribológicos.....	35
2.8	Materiales y tratamientos térmicos.....	38
2.8.1	Designación de las aleaciones.....	38
2.8.2	Tratamiento de solución sólida.....	40
2.8.3	Aleaciones que se pueden tratar mediante envejecimiento.....	41
2.8.4	Tratamiento de envejecimiento (Precipitación en aleaciones de Aluminio).....	42

2.9	Generación de partículas e intermetálicos a partir reacciones in situ .....	44
3	Metodología.....	45
3.1	Diseño experimental.....	45
3.1.1	Pruebas de desgaste (ensayos de contacto deslizante y medición de rugosidad)....	45
3.1.2	Pruebas de dureza .....	48
3.1.3	Observaciones en el microscopio óptico y en el SEM .....	50
3.2	Muestras experimentales.....	51
3.2.1	Obtención de las muestras .....	51
3.2.2	Generación de partículas a partir de una reacción in-situ .....	52
3.2.3	Metalografías.....	57
4	Resultados y su análisis .....	58
4.1	Imágenes de microscopía electrónica de barrido y óptica.....	58
4.2	Mediciones de dureza .....	61
4.2.1	Durezas obtenidas a partir de la curva P-h.....	62
4.2.2	Durezas obtenidas a partir de la medición de diagonales.....	65
4.2.3	Comparación entre métodos de obtención de dureza .....	69
4.3	Tamaño de grano promedio .....	71
4.4	Modificación de las superficies por efecto de desgaste.....	73
4.4.1	Curvas de fricción (perno recíprocante).....	73
4.4.2	Espesor de la pista de las huellas de desgaste (perno sobre disco) .....	79
4.4.3	Medición de rugosidad dentro y fuera de las huellas de desgaste (perno sobre disco)	80
4.4.4	Medición de rugosidad sobre los pernos de Acero y $\text{Si}_3\text{N}_4$ (perno sobre disco) .....	85
4.4.5	Esferas desgastadas observadas con el SEM .....	90
5	Conclusiones .....	91
	Bibliografía.....	93

## Índice de tablas

Tabla 2.1 Caracterización de una superficie dependiendo su método de procesamiento [10].	16
Tabla 2.2 Designaciones más usadas para las aleaciones de aluminio [8], [64]	39
Tabla 2.3 Designación de tratamientos térmicos estándar para aleaciones de fundición [8]	39
Tabla 2.4 Aleaciones de aluminio que endurecen por deformación y series que endurecen por tratamientos térmicos [67].	40
Tabla 3.1 Porcentaje en peso de los elementos aleantes del material sin partículas de TiB <sub>2</sub> .	52
Tabla 3.2 Porcentajes de los elementos de la aleación principal junto con el porcentaje de las partículas hechas in situ.	54
Tabla 4.1 Acomodo de datos de dureza obtenidos mediante la caracterización de la curva P-h. Se acomodaron de esa forma los datos para realizar la prueba ANOVA y ver si existía diferencia significativa en los datos, por efecto de la carga de indentación, del tratamiento completo que sufrió cada material y de la combinación de ambos factores.	62
Tabla 4.2 Prueba ANOVA para comprobar si existe diferencia significativa en las durezas (obtenidas mediante la curva P-h) dependiendo la carga de indentación.	63
Tabla 4.3 Valores obtenidos en la prueba de Tukey para ver qué condiciones de carga representaban diferencia significativa posterior al análisis ANOVA. Los valores en rojo son aquellos que no se satisface la hipótesis nula. Los valores que están en verde nos indica que sí satisfacen la hipótesis nula, ya que la diferencia de sus medias es menor al valor T.	64
Tabla 4.4 Mediciones filtradas para realizar el análisis ANOVA con el objetivo de ver si el tratamiento o la presencia de partículas impactaba de forma significativa en la dureza del material.	64
Tabla 4.5 Resumen de la prueba ANOVA aplicada a todos los tratamientos, con el objetivo de verificar si las durezas obtenidas se ven afectadas por el tipo de material y tratamiento térmico al cuál se sometieron.	65
Tabla 4.6 Datos de dureza ordenados para ver el nivel de significancia que tienen las cargas aplicadas y los distintos tratamientos en la obtención de durezas mediante microscopía óptica.	67
Tabla 4.7 Prueba ANOVA para comprobar si existe diferencia significativa en las durezas (obtenidas midiendo diagonales) dependiendo la carga de indentación.	68
Tabla 4.8 Valores obtenidos al restar las medias muestrales y compararlas con el valor de Tukey.	68
Tabla 4.9 Acomodo de datos de dureza para verificar si existen diferencias significativas entre el método de indentación instrumentada y el método de medición de diagonales.	69
Tabla 4.10 Prueba ANOVA realizada para comprobar si existe diferencia significativa en las mediciones de dureza por efecto del método de obtención de resultados.	69
Tabla 4.11 Comparación de las medias muestrales para observar en qué muestras el método de indentación instrumentada difiere con los resultados de medición de diagonales.	70
Tabla 4.12 Datos calculados del valor M.L.I o del diámetro promedio de grano $d$ mediante el método de intercepto lineal. Los datos se presentan en [mm]. Se realizaron 10 mediciones por muestra.	72
Tabla 4.13 Prueba ANOVA de dos factores para observar cuáles eran las fuentes de variación principales que provocaban modificaciones en el tamaño de la huella de desgaste. Datos en [mm].	72
Tabla 4.14 Mediciones de los coeficientes de fricción para cada uno de los materiales, en donde la media y desviación estándar se tomó con la selección de únicamente 7 ensayos.	76
Tabla 4.15 Acomodo de datos para realizar el ANOVA de dos factores con réplica.	79
Tabla 4.16 Resultados obtenidos de la prueba ANOVA de dos factores para observar qué tanto influían los tratamientos y los dos distintos pernos sobre el tamaño de la huella desgastada.	79
Tabla 4.17 Rugosidad media y rugosidad media cuadrática medidas a lo largo de una línea en zigzag de 4 mm al interior de las huellas de desgaste para los materiales sin tratamiento térmico y sujetos a un T4.	80
Tabla 4.18 Rugosidad media y rugosidad media cuadrática medidas a lo largo de una línea recta de 4 mm al exterior de las huellas de desgaste para los materiales sin tratamiento térmico y sujetos a un T4.	80
Tabla 4.19 Rugosidad media y rugosidad media cuadrática medidas a lo largo de una línea en zigzag de 4 mm al interior de las huellas de desgaste para los materiales sujetos a los tratamientos térmicos T6-16 y T6-20.	82



<i>Tabla 4.20 Rugosidad media y rugosidad media cuadrática medidas a lo largo de una línea recta de 4 mm al exterior de las huellas de desgaste para los materiales sujetos a los tratamientos térmicos T6-16 y T6-20.....</i>	<i>82</i>
<i>Tabla 4.21 Resta de los valores de Ra (desgastados y previos a ser desgastados) para los materiales STT y T4.....</i>	<i>83</i>
<i>Tabla 4.22 Resta de los valores de Ra (desgastados y previos a ser desgastados) para los materiales T6-16 y T6-20.....</i>	<i>84</i>
<i>Tabla 4.23 Prueba ANOVA para ver si las esferas causan un cambio significativo en el cambio de rugosidades.....</i>	<i>84</i>
<i>Tabla 4.24 Comparación de la diferencia de las medias para ver si las rugosidades presentaban diferencias significativas por efecto de las esferas. Los valores en tonalidad roja son aquellos que están por encima del valor de Tukey y por tanto rechazan la hipótesis nula.....</i>	<i>84</i>
<i>Tabla 4.25 Rugosidad media y rugosidad media cuadrática medidas a lo largo de toda la superficie de los pernos no desgastados.....</i>	<i>86</i>
<i>Tabla 4.26 Rugosidad media y rugosidad media cuadrática medidas a lo largo de toda la superficie desgastada de los pernos para los materiales sin tratamiento térmico y sujetos a un T4.....</i>	<i>87</i>
<i>Tabla 4.27 Rugosidad media y rugosidad media cuadrática medidas a lo largo de toda la superficie desgastada de los pernos para los materiales sujetos a los tratamientos térmicos T6-16 y T6-20.....</i>	<i>87</i>

## Índice de figuras

Figura 2.1 Representación de las irregularidades presentes en una superficie sólida (anónimo 1985), imagen modificada y replanteada por Bhushan [10].	15
Figura 2.2 Esquema de un perfil superficial $Z(x)$ [10].	17
Figura 2.3 Distintos perfiles de rugosidad con el mismo valor $Ra$ [10].	18
Figura 2.4 Siempre es necesaria una fuerza $F$ para iniciar el movimiento y esté presente la fricción dinámica. a) rodamiento, b) plano [11].	19
Figura 2.5 Variación del coeficiente de fricción, al variar el área aparente de contacto, para el deslizamiento entre madera y una superficie de acero sin lubricación [12].	20
Figura 2.6 Experimento que ilustra la adhesión entre dos metales. En (a) y (b) una varilla de acero es presionada sobre una superficie de Indio. En (c) se observa que al retirar la varilla el Indio se ha adherido a ella [11].	21
Figura 2.7 Ejemplos de desgaste entre superficies. Las figuras (a) y (c) muestran desgaste por deslizamiento. La figura (b) muestra desgaste por rodamiento y la figura (d) muestra el proceso de erosión [14].	22
Figura 2.8 Esquema que muestra las regiones de la zona de transformación tribológica (TTZ), adaptación de ASME [16] ...	23
Figura 2.9 Morfología de los fragmentos desprendidos resultado del deslizamiento entre una aleación de aluminio y un elemento de acero a distintas velocidades: a) $0.8 \text{ ms}^{-1}$ , b) $1.2 \text{ ms}^{-1}$ y c) $1.4 \text{ ms}^{-1}$ [18].	24
Figura 2.10 Esquema de las variables involucradas en un experimento.	27
Figura 2.11 Ejemplo de los estadísticos de una muestra y parámetros de una población [33].	28
Figura 2.12 Diagrama típico (carga-profundidad) para materiales elastoplásticos descrito por Oliver-Pharr [38].	32
Figura 2.13 Puntos clave en la indentación instrumentada justo en el momento de máxima penetración [54].	33
Figura 2.14 Geometrías más comunes empleadas en las pruebas de desgaste por contacto deslizante; (a) perno sobre disco; (b) placa alrededor de disco; (c) perno sobre placa recíprocante; (d) discos iguales; (e) anillo sobre anillo [15].	36
Figura 2.15 (a,b) contacto no concentrado; (c,d) contacto concentrado [11].	37
Figura 2.16 Desalineación frecuente que se presenta en una configuración de contacto conforme [11].	38
Figura 2.17 Diagrama de fase hipotético A-B. La solubilidad decreciente de B en A al disminuir la temperatura permite que una aleación que contenga 10% de B sea monofásica a alta temperatura (por encima de $T_2$ ) pero bifásica a bajas temperaturas ( $T_1$ ) [65].	41
Figura 2.18 Esquema de un diagrama de fases que presenta solución sólida con el Aluminio, al cual se le pueden aplicar tratamientos de envejecimiento [8].	41
Figura 2.19 Proceso de precipitación, los átomos de soluto comienzan a juntarse hasta formar precipitados coherentes [68].	43
Figura 3.1 Esquema representativo del ensayo de desgaste con perno recíprocante. La mesa recíprocante se mueve de izquierda a derecha generando así una huella de desgaste lineal. Del lado izquierdo se tiene la celda de carga que mide la fuerza tangencial. Encima del perno se tiene otra celda de carga que mide la fuerza normal. Ambas celdas ayudan a obtener los valores de coeficientes de fricción.	45
Figura 3.2 Esquema representativo del ensayo de desgaste perno sobre mesa rotacional. La mesa gira sobre su eje de rotación generando así una huella de desgaste circular. Encima del perno se tiene la celda de carga que mide la fuerza normal y profundidad de penetración.	46
Figura 3.3 Esquema representativo de las pruebas de dureza. La pieza se mueve de izquierda a derecha y hacia enfrente de tal forma que va generando una matriz de $4 \times 3$ o de $4 \times 2$ indentaciones. Encima del indentador se tiene una celda de carga que mide la fuerza normal y a lado el sensor de profundidad; con ambos sensores se determinan las curvas carga-profundidad.	49
Figura 4.1 Microestructura de: a) material sin partículas cerámicas proveniente de fundición observado mediante SEM con electrones retrodispersados a 50x, b) material de fundición sin partículas observado con electrones retrodispersados a 100x, c) material sin partículas y sujeto al tratamiento térmico T6-16 observado con electrones retrodispersados a 50x y d) material sin partículas sujeto al tratamiento T6-16 observado a 100x con electrones retrodispersados.	58

Figura 4.2 Microestructura del material con partículas y sin tratamiento térmico, la imagen de “a” se obtuvo con electrones secundarios a 100x y la imagen “b” se obtuvo con electrones retrodispersados a los mismos aumentos. ....	59
Figura 4.3 Microestructura de los materiales con partículas con las condiciones: inciso “a” directo de fundición, “b” con tratamiento térmico T4, “c” con tratamiento térmico T6-16 y “d” con tratamiento térmico T6-20. En todas las muestras se observa el intermetálico $TiAl_3$ con un tamaño significativo. ....	60
Figura 4.4 Metalografías que muestran la presencia de los precipitados $TiAl_3$ generados en el material con partículas. Las imágenes corresponden al material sujeto al tratamiento térmico T6-20. ....	61
Figura 4.5 Partículas cerámicas de $TiB_2$ tomada en el SEM. Debido a su tamaño se debió hacer una magnificación de 10000x, La imagen se tomó con electrones secundarios (SE). ....	61
Figura 4.6 Comparación gráfica de cómo varían las durezas dependiendo de la carga de indentación. ....	62
Figura 4.7 Diagramas de cajas que nos representan: a) las medias de los diámetros previos a las mediciones de dureza para el material sin tratamiento térmico, b) las medias de las durezas en el material sin tratamiento térmico, mediante el método convencional, c) las medias de los diámetros previos a las mediciones de dureza para el material con tratamiento térmico T4 y d) las medias de las durezas en el material con tratamiento térmico T4. ....	66
Figura 4.8 Diagramas de cajas que nos representan: a) las medias de los diámetros previos a las mediciones de dureza para el material con tratamiento térmico T6-16, b) las medias de las durezas en el material con tratamiento térmico T6-16, mediante el método convencional, c) las medias de los diámetros previos a las mediciones de dureza para el material con tratamiento térmico T6-20 y d) las medias de las durezas en el material con tratamiento térmico T6-20. ....	67
Figura 4.9 Mediciones de dureza obtenidas mediante indentación instrumentada y mediante medición de las diagonales. ....	70
Figura 4.10 Histograma que muestra la combinación de efectos sobre la dureza del material. ....	71
Figura 4.11 Representación de cómo se midió el tamaño de grano promedio $l = d$ , con ayuda de ImageJ. La imagen muestra la estructura granular que se obtuvo del material con partículas de fundición a 100x. La escala se utilizó para calibrar las líneas amarillas y posteriormente se retiró. La línea amarilla tiene una longitud de 636.85 $\mu m$ . Y en este caso ocurrieron 18 intersecciones con los límites de grano (mostradas en color naranja). No se presentan puntos tangentes ni puntos de intersección tripe. ....	71
Figura 4.12 Evolución del tamaño de grano dependiendo del tratamiento térmico y si contenían o no partículas. ....	73
Figura 4.13 Curvas del coeficiente de fricción $\mu$ , fuerza normal y fuerza tangencial obtenidos a partir del ensayo perno recíprocante para el material de fundición con partículas y sin partículas puestos en contacto con esferas de acero. ....	74
Figura 4.14 Gráficas que representan las curvas de fricción obtenidas en la prueba perno recíprocante. Para obtener el promedio se tomaron 7 gráficas representativas excluyendo las primeras 3-5 pruebas ya que no representaban “estabilidad”. Las curvas nos muestran el coeficiente de fricción con sus respectivas bandas de confianza del 90%. Estas curvas representan a los materiales sin tratamiento térmico (incisos a y b) y con un tratamiento T4 (incisos c y d), ambos puestos en contacto deslizante contra una esfera de acero (incisos a y c) y de $Si_3N_4$ (incisos b y d). Todas las gráficas tienen la misma escala en el eje vertical. ....	75
Figura 4.15 Gráficas que representan las curvas de fricción obtenidas en la prueba perno recíprocante. Para obtener el promedio se tomaron 7 gráficas representativas excluyendo las primeras 3-5 pruebas ya que no representaban “estabilidad”. Las curvas nos muestran el coeficiente de fricción con sus respectivas bandas de confianza del 90%. Estas curvas representan a los materiales sometidos a tratamiento T6-16 (incisos a y b) y con un tratamiento T6-20 en los incisos “c” y “d”, ambos puestos en contacto deslizante contra una esfera de acero (incisos a y c) y de $Si_3N_4$ (incisos b y d). Todas las gráficas tienen la misma escala en el eje vertical. ....	77
Figura 4.16 Gráfica del comportamiento de los coeficientes de fricción según el par seleccionado, así como el tratamiento térmico al cual se sometió el material. ....	78
Figura 4.17 Histograma que muestra la combinación de efectos sobre el coeficiente de fricción, con la muestra puesta en contacto contra acero. ....	78

<i>Figura 4.18 Diámetros de pista que dejan las huellas de desgaste medidos para todos los materiales, en azul se muestran los materiales desgastados contra las esferas de acero y en rojo los materiales desgastados contra esferas de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>.</i>	80
<i>Figura 4.19 Perfilometría óptica de las muestras sujetas a un tratamiento térmico T4 y posteriormente desgastadas en el ensayo perno sobre disco. La escala muestra el cero en la superficie no desgastada con tonalidades verdes. Tonalidades azules muestran valles y tonalidades rojas muestran cumbres.</i>	82
<i>Figura 4.20 Perfilometría óptica de las muestras sujetas a un tratamiento térmico T6-16 y posteriormente desgastadas en el ensayo perno sobre disco. La escala muestra el cero en la superficie no desgastada con tonalidades verdes. Tonalidades azules muestran valles y tonalidades rojas muestran cumbres.</i>	83
<i>Figura 4.21 Gráficas representativas de la rugosidad media Ra y la rugosidad media cuadrática Rq sobre todos los materiales y con ambas esferas (acero y Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>).</i>	85
<i>Figura 4.22 Esquema que representa la separación del perno desgastado en a) concavidad de la esfera sin ser desgastada y b) esfera aplanada mostrando únicamente el desgaste sufrido por el perno.</i>	86
<i>Figura 4.23 Representación topográfica en donde se muestra cómo es que quedaron las esferas después del ensayo de desgaste rotacional. Las dos columnas del lado izquierdo representan a las esferas deslizadas contra el material con partículas mientras que las dos columnas del lado derecho representan las pruebas sin partículas.</i>	88
<i>Figura 4.24 Comparación del par tribológico óptimo contra el menos adecuado. Del lado izquierdo se muestra el par SP-STT contra esfera de acero y del lado derecho se muestra el par P-T6-16 contra esfera de acero.</i>	89
<i>Figura 4.25 Gráficas representativas de la rugosidad media Ra y la rugosidad media cuadrática Rq sobre las esferas (Acero y Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) que se sometieron a contacto deslizante contra los materiales analizados.</i>	90
<i>Figura 4.26 Visualización de esferas de acero desgastadas contra a) material SP-T6-16 y b) material P-T6-16. Ambas imágenes están a 150 aumentos. Se ve claramente que el material sin partículas se adhirió más a la esfera de acero. Ambas imágenes muestran indicios de desgaste abrasivo.</i>	90

## Resumen

Este trabajo se centra en el estudio de los procesos fundamentales del desgaste en materiales base aluminio, enfatizando la importancia del diseño experimental en la caracterización tribológica. Además, se emplean otras técnicas de caracterización, como son: la microscopía óptica y el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM), junto con ensayos de microindentación instrumentada. Una parte significativa del trabajo se dedica a la influencia de las partículas de  $TiB_2$  y los tratamientos térmicos sobre los mecanismos de desgaste, la dureza y microestructura de las aleaciones generadas. La incorporación de las partículas es una forma secundaria o adicional de poder endurecer al material, planteando que en el futuro se pueda mejorar su resistencia (no sólo al desgaste) sino también a sollicitaciones de carga y en algún punto sustituir a materiales ferrosos, con la ventaja de tener menor densidad.

Esta investigación aborda, sin profundizar demasiado, la compleja relación entre dureza del material y microestructura, empleando técnicas avanzadas para proporcionar una mejor comprensión del comportamiento de los materiales.

Si bien la caracterización tribológica no corresponde de forma directa a la caracterización fundamental de los materiales en el diseño de componentes mecánicos, esta tesis pretende explorar conceptos tribológicos de materiales compuestos que no se conocían hasta el momento, aprovechando al máximo los equipos de ensayos con los que cuenta la facultad.

# 1 Introducción

---

Predecir si dos elementos metálicos podrán o no ser compatibles tribológicamente es un tema relevante en el ámbito industrial, ya que en muchas ocasiones se presentan materiales con propiedades poco aptas para operar bajo condiciones de contacto deslizante debido a la incompatibilidad tribológica que existe entre los elementos que lo constituyen; por esta razón la presente tesis plantea un estudio que relaciona composición y características microestructurales con la compatibilidad tribológica que se da en aleaciones base aluminio reforzadas con partículas, esto cuando son puestos en contacto deslizante contra esferas de acero con contenido de cromo AISI 52100 y esferas de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ .

El trabajo realizado por Rabinobicz [1] nos muestra que existe una relación entre la compatibilidad metalúrgica y la energía de superficie. Sin embargo, hasta la fecha no se ha investigado si también existe una relación entre la compatibilidad tribológica y la energía de superficie. Cómo se enlaza la energía de superficie y el trabajo de adhesión fue abordado especialmente por Drupré [2].

En el ámbito del contacto entre dos metales, es crucial notar que determinadas mezclas de aleaciones, denominadas tribopares, experimentan un desgaste adhesivo. Este proceso implica la eliminación de material de una superficie debido a la interacción con otra, formando enlaces fuertes que impiden el deslizamiento y causan deformación plástica por la acumulación de dislocaciones en la zona de contacto. Esta deformación resulta en la formación y propagación de grietas; una vez que estas alcanzan la interfaz de contacto, se genera una partícula, finalizando así el ciclo del desgaste por adhesión [3]. En contraste, se puede presentar otra situación en la que ciertas combinaciones no experimentan adhesión y muestran deslizamiento con una fricción baja, dando lugar simplemente a un pulimento ligero de las superficies en contacto. A este tipo de tribopar se le denomina "compatible". Es fundamental recordar que la compatibilidad tribológica, el coeficiente de fricción y la resistencia al desgaste no son propiedades intrínsecas de un material, sino que pertenecen a la combinación específica de dos materiales y dependen de las condiciones de contacto en el sistema [1], [4], [5].

La relevancia de la microestructura en el comportamiento tribológico de materiales se formalizó después de introducir microscopía óptica combinada con algunas técnicas metalográficas [6]. En el ámbito de la ingeniería y la ciencia de materiales, la intersección entre la tribología y la microestructura se revela como un terreno fascinante y esencial para comprender y mejorar el rendimiento de componentes mecánicos.

Uno de los pilares fundamentales en este trabajo son los materiales metálicos reforzados con partículas cerámicas, una clase de materiales compuestos que ha ganado relevancia en aplicaciones tribológicas. La incorporación de partículas cerámicas en matrices metálicas no solo modifica las propiedades mecánicas, sino que también desempeña un papel crítico en la resistencia al desgaste y la fricción de estos materiales [7]. A medida que se analizan los aspectos tribológicos, se considerará específicamente el impacto de las partículas cerámicas en la microestructura, contribuyendo así a una comprensión más integral de la relación entre los materiales reforzados y su comportamiento tribológico.

Los tratamientos térmicos son otra forma de modificar las propiedades, mecánicas y tribológicas, de los materiales. El tratamiento de solución sólida y envejecimiento son pasos clave para mejorar las propiedades mecánicas de aleaciones de aluminio [8]. La solución sólida implica disolver el soluto calentando y luego enfriar rápidamente. El envejecimiento se logra manteniendo la aleación a temperatura ambiente o elevarla después de la solución sólida. La precipitación de partículas coherentes contribuye al endurecimiento, obstaculizando el movimiento de las dislocaciones en la matriz metálica. La formación de precipitados Guinier-

Preston-Bagaryatsky por efecto del envejecimiento artificial ofrece distintos cambios en las propiedades mecánicas y tribológicas de aleaciones Al-Cu-Mg-Si [9].

## 1.1 Objetivos

Determinar la importancia de la composición y tratamientos térmicos que inciden en los fenómenos de fricción y adhesión en una aleación de aluminio reforzada con partículas cerámicas.

Para poder llevar a cabo el objetivo general de la tesis se han planteado los siguientes objetivos específicos:

- Establecer una metodología para obtener una aleación base aluminio reforzada con partículas cerámicas generadas durante un proceso *in-situ*.
- Determinar el rol que juega la generación de partículas cerámicas de TiB<sub>2</sub> en la compatibilidad tribológica, dureza y microestructura de la aleación Al-Cu-Mg-Sn al aplicar distintos tratamientos térmicos. Investigando además si se presenta un efecto combinado entre las partículas y los tratamientos térmicos.
- Determinar cómo se modifican los parámetros tribológicos de la aleación Al-Cu-Mg-Sn dependiendo del material de la contraparte (AISI 52100 y Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>).

## 1.2 Hipótesis

- Es posible generar partículas de TiB<sub>2</sub> en una aleación Al-Cu-Mg-Sn durante el proceso de fundición.
- La generación de partículas de TiB<sub>2</sub>, en la aleación Al-Cu-Mg-Sn, y los tratamientos térmicos modifican el desempeño tribológico, la dureza y la microestructura del material.
- La incorporación de partículas cerámicas y aplicación de tratamientos térmicos, en conjunto inducen cambios en el desempeño mecánico y tribológico del material.
- El tipo de material seleccionado como contraparte tribológica (esferas de AISI 52100 y Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>), afecta el desempeño bajo condiciones de contacto.

## 1.3 Esquema general

Este trabajo se desarrolló en 5 capítulos, los cuales resumen a continuación:

El primer capítulo corresponde a la introducción, la cual se presenta en tres secciones clave. En primer lugar, se da un breve contexto al tema de investigación. En segundo lugar, se detallan los objetivos que guiarán la investigación, seguidos por la formulación de hipótesis que orientarán el análisis y las conclusiones. Finalmente, se establece un esquema general que brinda una visión panorámica del documento.

El segundo capítulo es el marco teórico y aborda varios aspectos esenciales relacionados con la determinación de la compatibilidad entre metales. Incluye un análisis detallado del método experimental de Rabinowicz para obtener coeficientes de fricción, la comparación entre la compatibilidad metalúrgica y la compatibilidad tribológica, además de algunos conceptos clave; rugosidad, contacto entre superficies sólidas, fricción, mecanismos de desgaste, metodologías para datos cuantificables y técnicas de caracterización.

El tercer capítulo corresponde a la metodología, la cual se divide en dos subsecciones principales: el diseño experimental, que comprende pruebas de desgaste, dureza y observaciones microscópicas; y la descripción detallada de las muestras experimentales, que incluye la obtención de muestras, la generación de partículas a partir de reacciones *in situ* y metalografías.

Para el cuarto capítulo se presentan y analizan los resultados obtenidos. Incluye imágenes de microscopía electrónica de barrido y óptica, mediciones de dureza utilizando diferentes métodos, el tamaño promedio de grano, y la modificación de superficies desgastadas. Además, se detallan las curvas de fricción, diámetros de pista y mediciones de rugosidad.

Finalmente, el quinto capítulo presenta las conclusiones, en donde se resumen los hallazgos clave derivados del análisis de los resultados. Se destacan las implicaciones de estos hallazgos y se proporcionan sugerencias para investigaciones futuras. Se presenta la bibliografía que respalda y fundamenta la investigación, abarcando desde métodos experimentales hasta teorías de fricción y desgaste, brindando así un sólido respaldo teórico y empírico a todo el documento.



## 2 Marco teórico

---

A continuación, se muestran algunos antecedentes necesarios para caracterizar la composición y desempeño tribológico de materiales base aluminio reforzados con partículas generadas durante una reacción "in situ", además de ilustrar cómo estas características se relacionan con la compatibilidad tribológica.

### 2.1 Determinación de la compatibilidad entre metales mediante una prueba de fricción estática

Rabinowicz [1] realizó un trabajo crucial sobre la relación entre la compatibilidad metalúrgica y la fricción en superficies metálicas no lubricadas. Definió metales 'metalúrgicamente compatibles' como aquellos con alta solubilidad sólida, y encontró una relación inversa entre compatibilidad metalúrgica y el coeficiente de fricción. Utilizó 20 metales en sus pruebas, excluyendo algunos por su rápida oxidación o falta de información metalúrgica. Midió coeficientes de fricción estática con un dispositivo de plano inclinado y relacionó los resultados con la compatibilidad metalúrgica. La comparación mostró que metales blandos generaban más fricción, y la tendencia a disminuir la fricción se observó al pasar de combinaciones similares a compatibles e incompatibles. Además, se estableció una relación entre el coeficiente de fricción, la energía de adhesión y la dureza de los metales.

### 2.2 Rugosidad

En rugosidad referirnos a los parámetros fundamentales de una manera más concreta.

El estudio de la rugosidad es esencial en la tribología, ya que las imperfecciones superficiales afectan el área real de contacto, fricción, desgaste y lubricación de los materiales.

Además del estudio tribológico, las propiedades de la superficie son importantes en otras ramas como en el rendimiento óptico, eléctrico y térmico o incluso estético. Las superficies sólidas independientemente de su método de conformado contienen irregularidades o desviaciones sobre la geometría que se debería tener idealmente. Estas irregularidades siempre están presentes por lo que se dice que es una propiedad intrínseca del proceso de conformado del cual provenga el material[10].

El comportamiento mecánico de las superficies está influenciado por la cantidad y profundidad de deformación que poseen las irregularidades existentes. Muchas de las superficies son químicamente reactivas. Con la excepción de los metales nobles, todos los metales y aleaciones forman capas superficiales de óxido provocadas por el aire, y en otros entornos es probable que formen otras capas (por ejemplo, nitruros, sulfuros o cloruros). Además de la zona provocada por la corrosión, también se pueden presentar zonas grasosas o aceitosas derivadas del medio ambiente. Muchas veces, algunas capas se desgastan

fácilmente y no presentan mayor problema. Sin embargo, otras se mantienen y afectan de manera considerable la interacción entre 2 superficies puestas en contacto[10].

### 2.2.1 Análisis de asperezas

La textura de una superficie es el conjunto de desviaciones repetitivas o aleatorias de la superficie nominal que forma su topografía tridimensional. La textura de la superficie incluye:

1. Asperezas (nano y micro-rugosidad).
2. Ondulación (macro-rugosidad).
3. “Lay”(acabado superficial).
4. Defectos.

En la Figura 2.1 se muestra de forma esquemática las 4 componentes mencionadas anteriormente que se analizan en las irregularidades superficiales, en este caso las irregularidades van únicamente en una dirección.

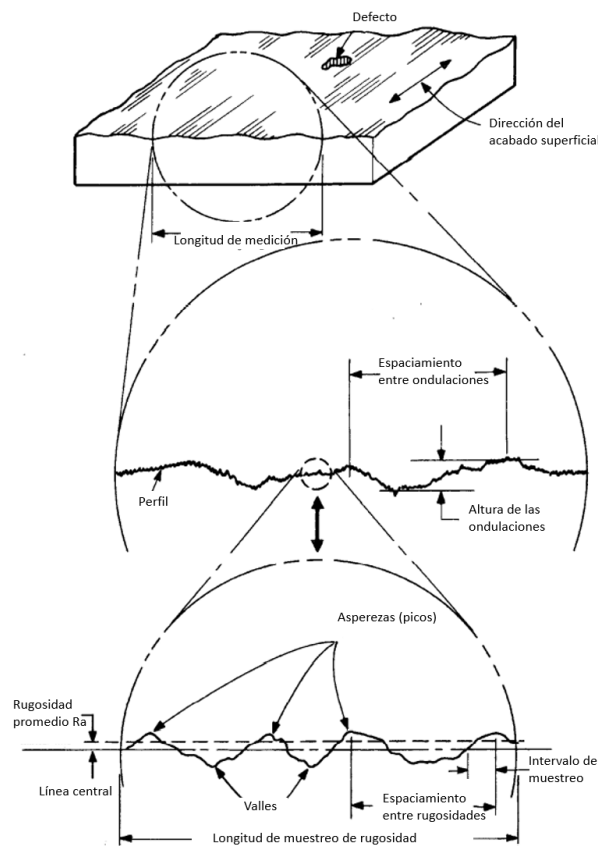


Figura 2.1 Representación de las irregularidades presentes en una superficie sólida (anónimo 1985), imagen modificada y replanteada por Bhushan [10].

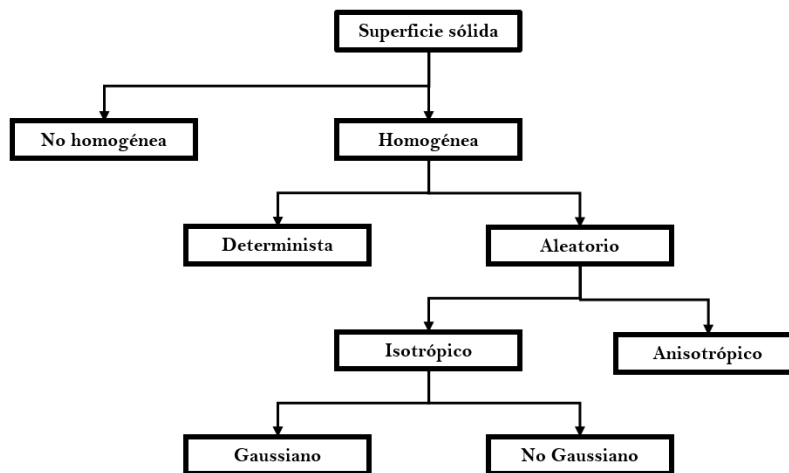
La nano-rugosidad (longitud de onda entre 1 y 100 nm) y micro-rugosidad (longitud de onda entre 1 y 100  $\mu\text{m}$ ) se forman por fluctuaciones en la superficie, caracterizadas por asperezas (máximos locales) y valles (mínimos locales) de amplitudes y espaciamentos variables. Estos son grandes en comparación con las dimensiones moleculares. Las asperezas se denominan picos en un perfil (dos dimensiones) y cumbres en un mapa de superficie (tres dimensiones). La ondulación es la irregularidad de la superficie de longitudes de onda

más largas y se denomina macro-rugosidad. La ondulación puede resultar de factores tales como deflexiones de la máquina o de la pieza de trabajo, vibración, tratamiento térmico o deformaciones. La ondulación incluye todas las irregularidades cuyo espaciado es mayor que la longitud de muestreo de rugosidad. “Lay” es la dirección del patrón de superficie predominante, normalmente determinada por el método de producción. Los defectos son interrupciones inesperadas y no deseadas en la textura [10].

Además, la superficie puede contener grandes desviaciones de la forma nominal con una longitud de onda muy larga, lo que se conoce como errores de forma. Normalmente no se consideran parte de la textura superficial.

La Tabla 2.1 muestra cómo puede ser caracterizada una superficie. Las texturas superficiales que son deterministas pueden estudiarse mediante métodos analíticos y empíricos simples. Sin embargo, las texturas de la mayoría de las superficies de ingeniería son aleatorias, isotrópicas o anisotrópicas, gaussianas o no gaussianas. Si la distribución de la altura de la superficie es isotrópica o anisotrópica y gaussiana o no gaussiana depende de la naturaleza del método de procesamiento. Las superficies que están formadas por procesos acumulativos (como granallado, electropulido y lepeado), en las que la forma final de cada región es el resultado acumulativo de un gran número de eventos locales discretos aleatorios e independientemente de la distribución que gobierna cada evento individual, producen un efecto acumulativo que se rige por la forma gaussiana. Los procesos de un solo punto (como torneado y conformado) y los procesos de valor extremo (como esmerilado y fresado) generalmente conducen a superficies anisotrópicas y no gaussianas. La distribución gaussiana (normal) se ha convertido en uno de los pilares de la clasificación de superficies [10].

Tabla 2.1 Caracterización de una superficie dependiendo su método de procesamiento [10].



La rugosidad se puede definir mediante tres distintos métodos: rugosidad promedio, análisis estadísticos y caracterización fractal. Se pone énfasis en superficies isotrópicas aleatorias que siguen la distribución gaussiana considerando únicamente la rugosidad promedio y métodos estadísticos.

### 2.2.2 Parámetros de rugosidad

La rugosidad se refiere a las variaciones en la altura de la superficie con respecto a un plano de referencia. Esta se mide a lo largo de un perfil de una sola línea. Por lo general, se caracteriza por uno de los dos

descriptores estadísticos de altura recomendados por el Instituto Nacional Estadounidense de Estándares (ANSI) y la Organización Internacional de Normalización (ISO). Estos son:

- $R_a$ , también conocido como CLA (línea central promedio), o AA (promedio aritmético)
- La desviación o varianza estándar  $\sigma$ ,  $R_q$  o rugosidad media cuadrática (RMS).

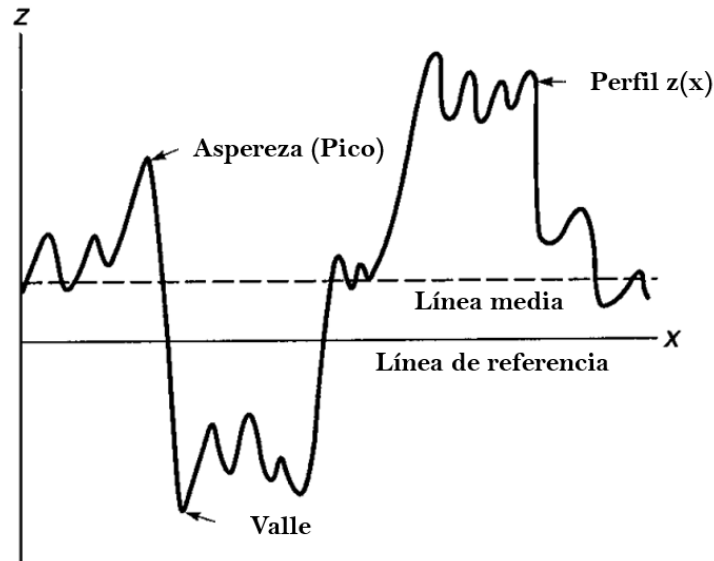


Figura 2.2 Esquema de un perfil superficial  $Z(x)$  [10]

Otros dos descriptores estadísticos de altura que son usados raramente son:

- la asimetría  $S_k$ .
- la curtosis  $K$ .

Considerando el perfil superficial mostrado en la Figura 2.2 se define una línea central o línea media la cual cumple con que el área entre el perfil superior y la línea media es igual al área que está por debajo de esta.

$R_a$ , que es la media aritmética de los valores absolutos de la desviación vertical de la línea media a través del perfil, se define matemáticamente como:

$$R_a = CLA = AA = \frac{1}{L} \int_0^L |z - m| dx \quad (2.1)$$

Y  $m$  se define como:

$$m = \frac{1}{L} \int_0^L z dx \quad (2.2)$$

Donde  $L$  es la longitud de la muestra.

La varianza está dada por:

$$\sigma^2 = \frac{1}{L} \int_0^L (z - m)^2 dx \quad (2.3)$$

$$\sigma^2 = R_q^2 - m^2 \quad (2.4)$$

Donde  $\sigma$  es la desviación estándar y  $R_q$  es la raíz cuadrada de la media aritmética del cuadrado de la desviación vertical de una línea de referencia, o de forma matemática:

$$R_q^2 = RMS^2 = \frac{1}{L} \int_0^L (z^2) dx \quad (2.5)$$

Para el caso especial donde  $m$  es igual a cero:

$$R_q = \sigma \quad (2.6)$$

El valor  $R_a$  es adoptado internacionalmente como el estándar oficial mientras que la desviación estándar es usada comúnmente para análisis estadísticos. Es posible, para superficies de perfiles muy diferentes con diferentes frecuencias y diferentes formas, obtener los mismos valores de  $R_a$  o  $\sigma$  como se muestra en la Figura 2.3.

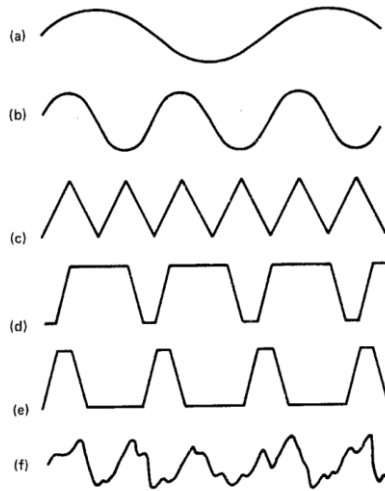


Figura 2.3 Distintos perfiles de rugosidad con el mismo valor  $R_a$ [10].

La asimetría y la curtosis se definen como:

$$S_k = \frac{1}{\sigma^3 L} \int_0^L (z - m)^3 dx \quad (2.7)$$

Y

$$K = \frac{1}{\sigma^4 L} \int_0^L (z - m)^4 dx \quad (2.8)$$

Otro descriptor de la rugosidad es la distancia entre el pico más alto y el valle más bajo, denotada por:

- $R_t, R_y, R_{max}$  o simplemente distancia P-V.

En muchas aplicaciones tribológicas, la altura de las asperezas más altas por encima de la línea media es un parámetro importante porque las pocas asperezas presentes en una de las dos superficies pueden dañar la interfaz; por otro lado, los valles pueden afectar la retención y el flujo de lubricación[10].

## 2.3 Fricción

La fuerza de fricción se puede definir como la resistencia que ejerce un cuerpo a ser desplazado sobre otro. Esta definición envuelve dos tipos de movimiento relativo: deslizamiento y rodamiento. En ambos movimientos es necesaria una fuerza tangencial  $F$  para mover un objeto sobre otro que este estático, como se muestra en la Figura 2.4. El cociente entre la fuerza de fricción ( $F$ ) y la fuerza normal ( $W$ ) es conocido como coeficiente de fricción y normalmente se denota por ( $\mu$ ):

$$\mu = F/W \quad (2.9)$$

El coeficiente de fricción se describe, por lo general, conociendo previamente la fuerza de fricción normal y tangencial[11].

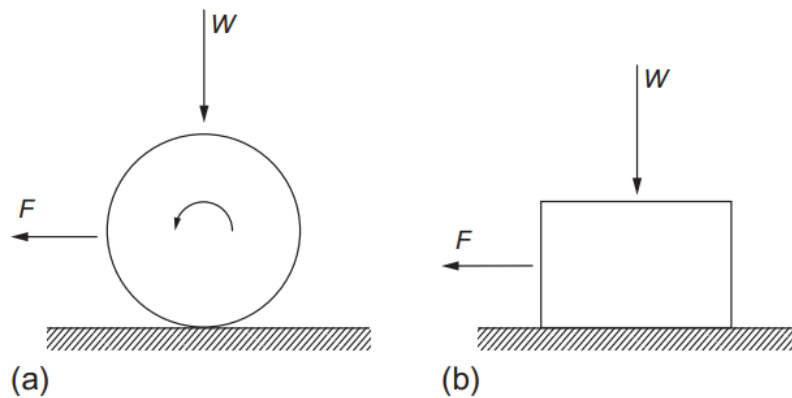


Figura 2.4 Siempre es necesaria una fuerza  $F$  para iniciar el movimiento y esté presente la fricción dinámica. a) rodamiento, b) plano [11].

### 2.3.1 Teorías de fricción

Bajo algunas condiciones de deslizamiento,  $\mu$  puede permanecer casi constante dados un par de materiales y condiciones de lubricación fijas (o sin lubricación) a medida que la carga normal y el área aparente de contacto varíen. Estas observaciones dieron lugar a la formulación de dos teorías empíricas de la fricción por deslizamiento, establecidas por Guillaume Amontons en 1699. Leonardo da Vinci, sin embargo, había sido el primero en estudiarlas y describirlas unos 200 años antes.

Las teorías de fricción son las siguientes:

1. La fuerza de fricción es proporcional a la carga normal y
2. La fuerza de fricción es independiente del área aparente de contacto.

A estas teorías usualmente se agrega una tercera ley, atribuida a Coulomb (1785):

3. La fuerza de fricción es independiente de la velocidad de deslizamiento.

La primera teoría, normalmente obedece al deslizamiento en materiales metálicos no lubricados. Aunque la mayoría de los metales y algunos otros materiales obedecen bien la primera teoría, los polímeros y otros materiales con módulo elástico muy bajo no lo hacen.

La segunda teoría no ha sido tan bien descrita y explorada como la primera, sin embargo, ha sido confirmada con la mayoría de los materiales, exceptuando de nuevo a los polímeros. La Figura 2.5 muestra el coeficiente de fricción de madera deslizando sobre acero libre de lubricación. En la misma figura, la carga se mantuvo

constante mientras que el área de contacto aparente varió alrededor de un 250%; se observa que  $\mu$  varía muy poco [11].

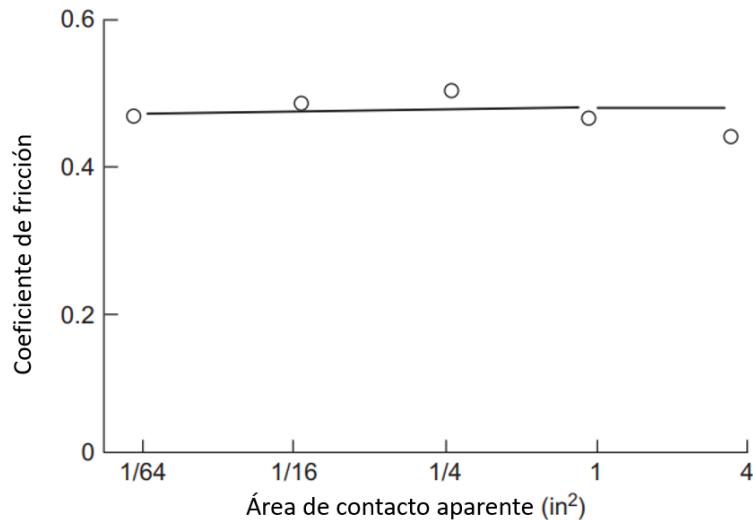


Figura 2.5 Variación del coeficiente de fricción, al variar el área aparente de contacto, para el deslizamiento entre madera y una superficie de acero sin lubricación [12].

La tercera teoría está menos fundamentada que las dos primeras. Es necesario observar algunos experimentos para darse cuenta de que la fuerza de fricción necesaria para iniciar el deslizamiento suele ser mayor que la necesaria para mantenerlo, y por tanto el coeficiente de fricción estático ( $\mu_s$ ) es mayor al coeficiente de fricción dinámico ( $\mu_d$ ). Una vez establecido el deslizamiento, se encuentra que  $\mu_d$  para muchos sistemas es casi independiente de la velocidad de deslizamiento en un rango bastante amplio de velocidades. Para velocidades superiores a los cientos de metros por segundo,  $\mu_d$  empieza a caer al aumentar la velocidad.

### 2.3.2 Modelo clásico de fricción por deslizamiento

El modelo clásico de fricción por deslizamiento en metales surge a partir de un importante trabajo de Bowden y Tabor [13], realizado entre las décadas de 1930 y 1970. El modelo de Bowden y Tabor para la fricción por deslizamiento en su forma más simple asume que la fuerza de fricción surge de dos fuentes: la fuerza de adhesión generada en el área de contacto real entre las superficies (uniones de asperezas) y una fuerza de deformación necesaria para que las asperezas del material más duro logren atravesar el material más blando. Hoy en día se sabe que estas dos fuerzas no pueden ser tratadas independientemente y es así como la fuerza de fricción resulta de sumar la fuerza de adhesión  $f_{ad}$  y la de deformación  $f_{def}$  [11].

El término de adhesión surge de las fuerzas de atracción que están presentes alrededor de las asperezas en contacto. De primera impresión parece no ser real que exista una fuerza de adhesión, ya que, en ocasiones al presionar dos superficies metálicas, estas no se adhieren. Sin embargo, si las superficies están realmente limpias, libres de óxidos y otras partículas superficiales, entonces la adhesión se puede observar de manera significativa. Bajo condiciones de vacío  $P < 10^{-8} Pa$  se pueden presentar fuerzas de adhesión realmente fuertes para metales como el cobre o el oro. Para materiales menos dúctiles, por ejemplo, materiales con estructura cristalina hexagonal y pocos sistemas de deslizamiento, o en cerámicos, la fuerza de adhesión es más débil [11].

En materiales muy blandos como el plomo y el indio se puede observar fácilmente adherencia bajo condiciones ambientales normales. Si el extremo de una varilla redondeada de acero se desengrasa y se lija

para eliminar impurezas sobre la superficie, y después se presiona sobre una superficie lijada de Indio como se muestra en la Figura 2.6, entonces ocurrirá la adhesión. Además, cuando la varilla se desprende quedan fragmentos de Indio, mostrando que las fuerzas de adherencia alrededor de las asperezas son más fuertes incluso que las fuerzas de cohesivas del propio Indio.

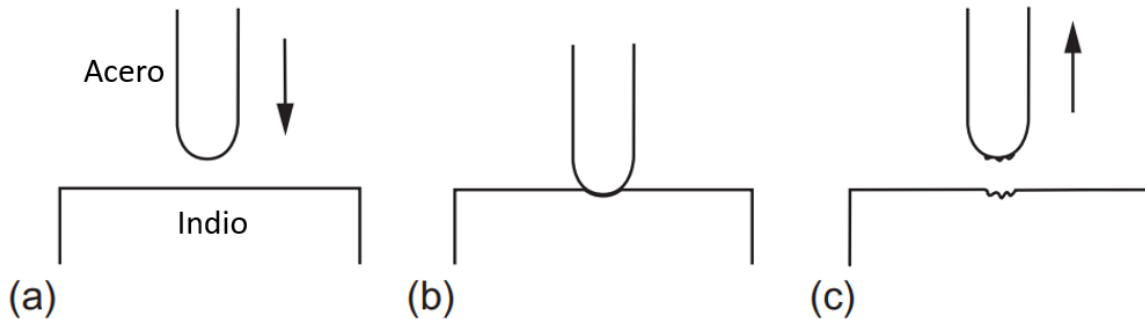


Figura 2.6 Experimento que ilustra la adhesión entre dos metales. En (a) y (b) una varilla de acero es presionada sobre una superficie de Indio. En (c) se observa que al retirar la varilla el Indio se ha adherido a ella [11].

### 2.3.3 Fricción para materiales cerámicos

Los materiales cerámicos de mayor interés son los comúnmente denominados cerámicos ingenieriles, que combinan una baja densidad con excelentes propiedades mecánicas. Ejemplos típicos de estos cerámicos son el nitruro de silicio ( $Si_3N_4$ ), carburo de silicio ( $SiC$ ), alumina  $Al_2O_3$  y zirconia  $ZrO_2$ . Las principales diferencias de comportamiento mecánico entre cerámicos y metales se derivan de las fuerzas interatómicas: iónicas o covalentes. El enlace iónico, en cerámicos como el  $MgO$  o el  $Al_2O_3$  da lugar a estructuras cristalinas con muy pocos sistemas de deslizamiento disponibles para el movimiento de dislocaciones. Los enlaces covalentes, como en el  $SiC$ ,  $TiC$  o el diamante, implican la compartición de electrones entre átomos, lo que da como resultado una red tridimensional sólidamente unida de átomos enlazados. Esta fuerte unión covalente hace que los átomos sean menos propensos a moverse en respuesta a esfuerzos mecánicos y, por lo tanto, hace que la formación y el deslizamiento de dislocaciones sean poco probables en estos materiales[11].

Así pues, los materiales cerámicos muestran una deformación plástica limitada a temperatura ambiente y, en consecuencia, mucha menos ductilidad que los metales. En los cerámicos no se presentan las grandes deformaciones plásticas que se ven en los metales.

## 2.4 Mecanismos de desgaste

El desgaste es un daño que se presenta al poner en contacto una superficie con otra y desplazarlas. Esto resulta en la formación de fragmentos (o escombros) que suelen salir del sistema tribológico. El desgaste puede causar una falla directa, reducir las tolerancias y el acabado de la superficie, o inducir un daño en la superficie que sea responsable de una falla posterior del componente (causado en la mayoría de las veces en conjunto con la fatiga del material).

Algunos ejemplos se muestran en la Figura 2.7. Si los cuerpos se deslizan uno sobre otro, el proceso de desgaste resultante se denomina desgaste por deslizamiento. Si ruedan uno sobre el otro, el proceso resultante es desgaste por rodamiento [14]. Cuando uno de los 2 cuerpos consiste en varias partículas duras



que impactan y desgastan una superficie más blanda, el desgaste se denomina erosión y se muestra en la Figura 2.7d.

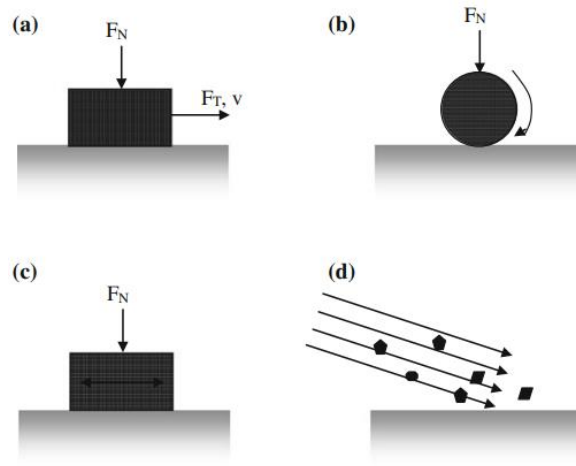


Figura 2.7 Ejemplos de desgaste entre superficies. Las figuras (a) y (c) muestran desgaste por deslizamiento. La figura (b) muestra desgaste por rodamiento y la figura (d) muestra el proceso de erosión [14].

A pesar de la gran cantidad de procesos de desgaste que se encuentran en la práctica, se ha determinado que existen cuatro procesos fundamentales y que además cada proceso está determinado por la acción de un mecanismo predominante de estos [15]:

1. desgaste adhesivo
2. desgaste abrasivo
3. desgaste por corrosión
4. desgaste por fatiga

La comprensión de los cuatro mecanismos de desgaste es crucial para controlar adecuadamente cada proceso. Este control se puede realizar en la etapa de diseño, cuando es posible reconocer de antemano el mecanismo de desgaste que se va a presentar. O también, se puede realizar posterior al diseño, cuando existe la necesidad de replantear un sistema tribológico después de una falla inducida por desgaste, para lograr esta tarea se requiere de un análisis de falla adecuado.

#### 2.4.1 Observaciones de daños durante el desgaste por deslizamiento en metales

Durante el desgaste de los metales por efecto del deslizamiento, el daño es evidente de muchas maneras:

1. Hay cambios microestructurales en el material debajo de la superficie desgastada asociados con la deformación y la disipación de energía debida a la fricción.
2. A menudo se forma una capa de material, que difiere químicamente del resto, sobre la superficie desgastada.
3. El material fragmentado se desprende y se coloca sobre la superficie.

Las microestructuras de la subsuperficie, la superficie desgastada y el material removido son comúnmente examinados mediante microscopía óptica, SEM y TEM. Una amplia gama de técnicas de análisis como la indentación instrumentada, difracción de rayos X, difracción de electrones retrodispersados (EBSD), pueden proveer información de propiedades mecánicas, estructural y de composición.

Un examen de la superficie permite generar información útil acerca de los mecanismos de desgaste. Aunque, nunca es fácil distinguir entre todos los mecanismos que pudieron estar operando en un caso particular ya que, como lo menciona Hutchings [11], las superficies mostrarán fragmentos desprendidos en todas las etapas de su ciclo de vida y, por lo tanto, no siempre es fácil identificar el proceso de desgaste presente. De igual forma, es importante preguntarse si los fragmentos recogidos de una prueba de desgaste están en el mismo estado en el que fueron separados de la superficie o, si su apariencia pudo haber cambiado posteriormente.

#### 2.4.1.1 Cambios microestructurales por debajo de la superficie desgastada, tribocapas

Debajo de las capas superficiales, se observan a menudo cambios significativos en la microestructura, lo cual a veces se le conoce como zona de transformación tribológica (por sus siglas en inglés, TTZ) [11]. Se han sugerido que esta capa, también llamada tribocapa, es responsable tanto de la modificación de la tasa de desgaste como del coeficiente de deslizamiento en seco entre materiales [16], [17].

En algunos casos, ocurre deformación plástica severa a una distancia considerable debajo de la superficie y, en otros casos, está restringida a una distancia menos profunda. La Figura 2.8 ilustra esquemáticamente las diferentes zonas de la modificación microestructural usando una nomenclatura común que ha sido desarrollada por algunos investigadores [16]. En la zona 1, el grano permanece sin deformaciones. La zona 2 contiene el material deformado plásticamente, dicha deformación va aumentando hacia la superficie. Puede encontrarse una reorientación de granos y un refinamiento hacia el límite entre la zona 2 y 3. El material cerca de la parte superior de la zona 2 usualmente tiene una microestructura similar a la que puede observar en los metales sometidos a un esfuerzo cortante severo [11].

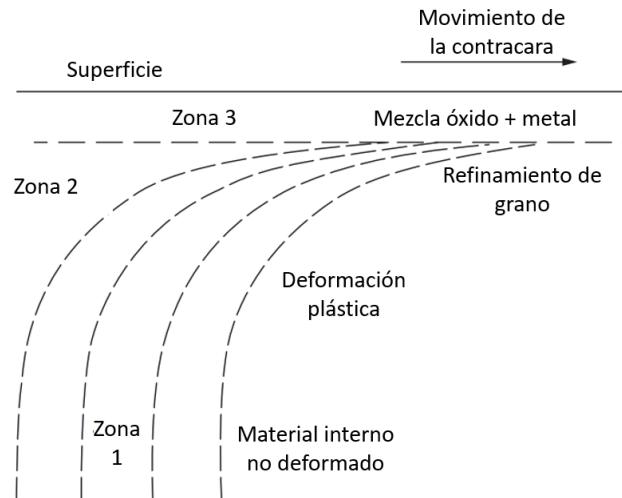


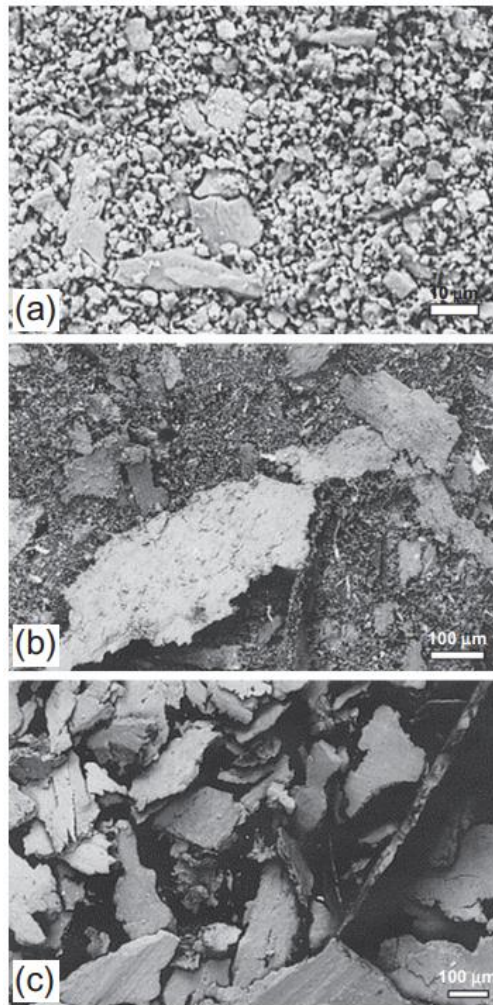
Figura 2.8 Esquema que muestra las regiones de la zona de transformación tribológica (TTZ), adaptación de ASME [16]

#### 2.4.1.2 Naturaleza de los fragmentos desprendidos

Los fragmentos que son desprendidos durante el desgaste generalmente pueden estar de dos formas. En primer lugar, los escombros son formados de partículas finas (típicamente 0.01–1  $\mu\text{m}$  de tamaño) que son predominantemente óxidos metálicos, aunque estos pueden unirse para formar aglomerados más grandes como parte del proceso de desgaste. En segundo lugar, los fragmentos pueden estar compuestos de partículas

metálicas mucho más largas, por ejemplo 20–200  $\mu\text{m}$ , los cuales pueden incluso ser visibles individualmente, estos fragmentos siempre tienden a ser como una placa delgada.

En la Figura 2.9 se presenta un ejemplo de los cambios en la naturaleza de los escombros por deslizamiento de una aleación de aluminio contra un elemento de acero, en ella se observa el cambio en un rango relativamente pequeño de velocidad de deslizamiento. En la velocidad más baja los desechos son finos y consisten en óxidos asociados con el aluminio y el acero. Por el contrario, a la velocidad de deslizamiento más alta, los residuos se presentan como placas metálicas mucho más grandes, formadas únicamente a partir de la aleación de aluminio [18],[19].



*Figura 2.9 Morfología de los fragmentos desprendidos resultado del deslizamiento entre una aleación de aluminio y un elemento de acero a distintas velocidades: a)  $0.8 \text{ ms}^{-1}$ , b)  $1.2 \text{ ms}^{-1}$  y c)  $1.4 \text{ ms}^{-1}$  [18].*

#### **2.4.2 Desgaste adhesivo**

El desgaste adhesivo se produce cuando las asperezas microscópicas de dos superficies entran en contacto y se adhieren entre sí debido a fuerzas de atracción intermoleculares. Cuando las superficies se deslizan o se mueven, estas fuerzas de adhesión pueden superar las fuerzas de cohesión dentro del material, resultando en la transferencia de partículas de un material a otro [20]. Históricamente, este mecanismo estaba descrito

por la teoría de Archard, aunque actualmente dicha interpretación ha evolucionado gracias a la observación de las superficies desgastadas y de las partículas producto del desgaste (debris) [11].

Durante el proceso de desgaste adhesivo, pequeñas partículas de material se desprenden de una superficie y se adhieren a la otra. Este fenómeno puede llevar a la formación de películas delgadas en la superficie de contacto, lo que afecta negativamente la eficiencia y la vida útil de los componentes mecánicos.

La adhesión y transferencia de material en el desgaste adhesivo pueden estar influenciadas por varios factores, como la dureza de los materiales en contacto, la rugosidad de las superficies, la temperatura y la velocidad de deslizamiento. Superficies más blandas tienden a ser más propensas al desgaste adhesivo [10].

### **2.4.3 Desgaste por corrosión**

El desgaste por corrosión se debe principalmente a la interacción de las superficies con un ambiente que promueve la corrosión. Por lo tanto, este desgaste es una combinación de las acciones electroquímicas y mecánicas que se llevan a cabo a nivel de asperezas. En general, va acompañado de la formación de una capa superficial de óxido, la cual evita contacto metal con metal en las asperezas y puede actuar como una especie de lubricante sólido, reduciendo así la fricción y el desgaste [21].

Las capas pasivas son películas delgadas de óxidos, hidróxidos u otros compuestos que se forman naturalmente en la superficie de algunos metales y aleaciones cuando están expuestos al ambiente. Estas capas pueden tener un impacto significativo en la resistencia a la corrosión de los materiales metálicos. Sin embargo, en algunos casos, las capas pasivas pueden ser vulnerables y afectar el desgaste corrosivo de manera negativa.

Las capas pasivas a menudo actúan como una barrera que protege la superficie del metal contra la corrosión. Estas capas pueden formarse en metales como el aluminio, acero inoxidable, titanio y otros, proporcionando una mayor resistencia a la oxidación y la corrosión. Aunque las capas pasivas pueden ser beneficiosas, son susceptibles a daños mecánicos y abrasivos. Si la capa pasiva se daña, por ejemplo, debido a la abrasión o al desgaste mecánico, puede exponer el metal subyacente a un mayor riesgo de corrosión. Las partículas abrasivas pueden romper o eliminar la capa pasiva, comprometiendo la protección contra la corrosión [22].

En entornos corrosivos, donde hay sustancias químicas agresivas presentes, el desgaste corrosivo puede ser un problema. Si las capas pasivas son robustas y resistentes, pueden ayudar a mitigar el desgaste corrosivo al proteger la superficie metálica. Sin embargo, si estas capas son débiles o se dañan fácilmente, el metal subyacente puede volverse más susceptible al desgaste corrosivo [23].

### **2.4.4 Desgaste abrasivo**

El desgaste abrasivo se refiere al proceso de pérdida de material de una superficie debido a la acción de partículas abrasivas en movimiento. Estas partículas abrasivas suelen ser sólidas y tienden a desgastar la superficie de contacto a medida que se deslizan, ruedan o impactan contra ella. Este tipo de desgaste es común en una variedad de entornos industriales.

Algunos puntos clave sobre el desgaste abrasivo incluyen:

Mecanismo de Desgaste: El desgaste abrasivo implica la remoción gradual de material de la superficie debido a la fricción entre las partículas abrasivas y la superficie de contacto. Estas partículas pueden ser más duras que el material de la superficie que están desgastando [24].

Factores Influyentes: La severidad del desgaste abrasivo depende de varios factores, como la dureza y forma de las partículas abrasivas, la presión de contacto, la velocidad de deslizamiento, y las propiedades del material de la superficie [25].

Tipos de Desgaste: El desgaste abrasivo puede clasificarse en diferentes tipos según el mecanismo predominante. Algunos de estos incluyen la abrasión por deslizamiento y la abrasión por impacto.

Prevención y Mitigación: Para minimizar el desgaste abrasivo, se pueden aplicar varias estrategias, como la selección de materiales más resistentes, el uso de recubrimientos protectores, la lubricación adecuada y el diseño de componentes para reducir la fricción [11].

El desgaste abrasivo es un fenómeno común en muchas industrias, como la minería, la manufactura, la construcción, y la industria del petróleo y gas. Componentes como engranajes, rodamientos, tuberías y herramientas están susceptibles a este tipo de desgaste [26],[27].

#### **2.4.5 Desgaste por fatiga**

El desgaste por fatiga es un fenómeno mecánico que ocurre cuando un material experimenta fracturas o daño progresivo debido a la aplicación repetida de cargas o tensiones cíclicas a lo largo del tiempo. A diferencia del desgaste por abrasión, que resulta de cargas únicas o eventos puntuales, el desgaste por fatiga se desarrolla gradualmente a medida que el material es sometido a ciclos de carga y descarga [28].

Este tipo de desgaste es común en estructuras o componentes que están sujetos a fluctuaciones constantes de carga, como partes de maquinaria, puentes, aviones y otras estructuras sometidas a tensiones repetidas. La fatiga puede ocurrir incluso cuando las tensiones aplicadas son mucho menores que la resistencia máxima del material, ya que la acumulación de tensiones cíclicas puede eventualmente superar la capacidad de resistencia del material, llevando a la fractura [29].

El desgaste por fatiga es un fenómeno crucial en la ingeniería de materiales y estructuras, y su comprensión es esencial para diseñar componentes que puedan resistir la fatiga durante su vida útil prevista. Se emplean técnicas como el análisis de fatiga, la modelización matemática y la ingeniería de materiales avanzada para mitigar los efectos de la fatiga y garantizar la seguridad y durabilidad de las estructuras y dispositivos sometidos a cargas cíclicas.

### **2.5 Metodologías para datos cuantificables y el diseño experimentos**

En esta parte se aborda todo lo relacionado con conceptos básicos del diseño experimental, con lo cual se engloba la teoría estadística y conceptual detrás de un experimento, además de distintos métodos que se emplearan para el análisis de datos.

La experimentación juega un rol muy importante en la comercialización tecnológica, la cual consiste en la formulación y diseño de mejores productos [30].

Para realmente analizar qué pasa a lo largo de un proceso no basta con observarlo, también se deben poder cambiar ciertos factores a lo largo del éste para poder ver cómo se afecta el producto final. El objetivo de lo anterior es justamente ver las relaciones existentes entre las causas y los efectos. Las causas vendrían siendo las entradas de un sistema, mientras que los efectos observados sobre el sistema serían las salidas, las cuales se modifican al variar ciertos factores, que pueden ser controlables o incontrolables. Lo ideal sería reducir el efecto de los factores incontrolables y poder controlar las salidas observables al 100%, lo cual es imposible.

La Figura 2.10 muestra las variables que están involucradas a lo largo de un proceso y que deben ser consideradas para un buen diseño experimental.

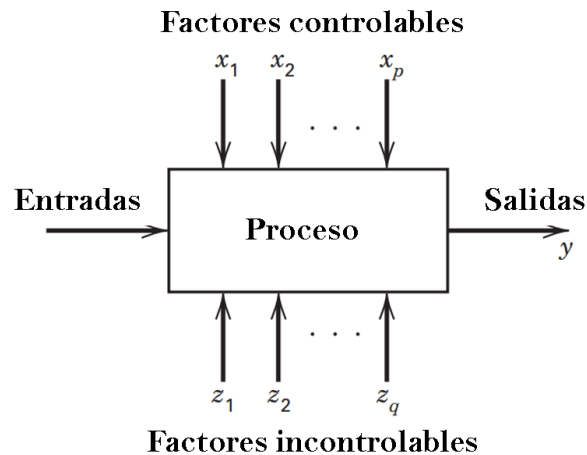


Figura 2.10 Esquema de las variables involucradas en un experimento.

Como menciona Douglas [30], las observaciones de un sistema o proceso pueden generar teorías o hipótesis acerca de cómo el sistema se está comportando, pero los experimentos del tipo descriptivo sirven para demostrar si esas teorías son correctas.

El diseño de experimentos es fundamental para obtener y analizar datos de forma correcta. Antes de iniciar con cualquier experimento se deben tener fundamentos estadísticos y computacionales con el fin de no hacer experimentos en vano.

Uno de los principales objetivos de un buen diseño es no tener falta ni exceso de datos a analizar, así como lograr sacar la mayor cantidad de información sin necesidad de realizar una cantidad inmensurable de experimentos [31].

Algo que se desea conocer a partir de la experimentación es saber cuáles variables de entrada son las principales responsables de los cambios observados, y a partir de esto; desarrollar un modelo que haga uso de dichas variables para así poder hacer predicciones y tomar decisiones del sistema o proceso analizado.

De acuerdo con Douglas [25], y Denis [27] las definiciones básicas para un diseño experimental son las siguientes:

- Experimento: Prueba o serie de pruebas en la cual se deben realizar intencionalmente cambios a los factores de entrada de un proceso o sistema para que se pueda identificar las principales razones que producen distintas salidas [30].
- Diseño estadístico de experimentos: Se refiere al proceso de planeación experimental de tal forma que los datos sean recolectados y analizados mediante métodos estadísticos, resultando en conclusiones validas y objetivas [32].

Siguiendo con Douglas [30] los principios básicos con los que debe contar todo diseño experimental son los siguientes:

1. Aleatoriedad: Nos indica que la asignación del material experimental, así como el orden de ejecución de cada corrida experimental se deben elegir al azar. El realizar la experimentación de forma aleatoria ayuda a “promediar” los efectos de factores extraños (no controlables) que pudiesen estar presentes.

Se pretende que al realizar cada experimento no existan sesgos sistemáticos, ya que esto perjudica los resultados al grado de poder invalidarlos.

2. Replica: Hace referencia a poder reproducir varias veces un experimento independientemente de los factores utilizados, esto permite obtener una estimación del error experimental, obteniendo por ejemplo la varianza de una muestra.
3. Bloqueo: Un bloque es un conjunto de condiciones experimentales relativamente homogéneas. Es decir que el bloqueo es una técnica en la que el universo de datos se separa para eliminar la variabilidad por factores que no nos interesan, los cuales pueden influir en la respuesta.

### 2.5.1 Elementos para la inferencia estadística

Un concepto clave para la inferencia estadística es el poder muestrear correctamente nuestro dominio completo. Para ello se requieren de los siguientes conceptos:

- Población o universo: Es una colección o totalidad de posibles individuos, especímenes, objetos o medidas de interés sobre los que se realizó el estudio. Estas poblaciones pueden ser finitas o infinitas. [33].
- Muestra representativa: Es un subconjunto de la población que generalmente se obtiene debido a que dicha población es infinita o demasiado grande, de tal forma que resulta imposible e incosteable medir a todos los individuos. Las características medidas en la muestra se definen como estadísticos [33].

En este trabajo no se presenta sólo una población a analizar. De la población inicial (lingote de fundición) se obtendrán distintas muestras las cuales fungirán como subpoblaciones debido a que cada una fue obtenida bajo distintos tratamientos térmicos. Dentro de cada material se eligen zonas completamente aleatorias en donde se aplican las pruebas de desgaste, medición de dureza, observaciones en el SEM y en el microscopio óptico. La Figura 2.11 ejemplifica cada material analizado, mientras que el muestreo representa la selección aleatoria de cada material para poder hacer pruebas y medir propiedades.

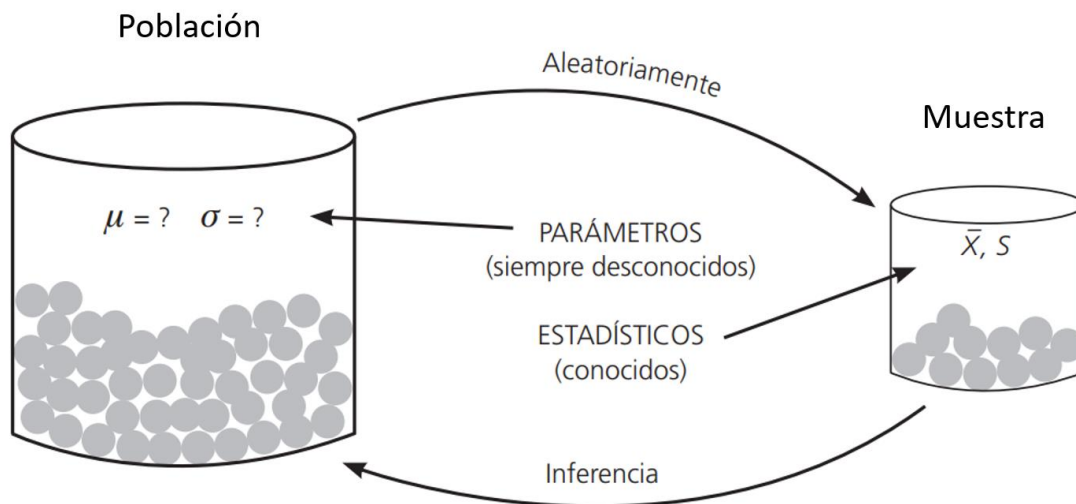


Figura 2.11 Ejemplo de los estadísticos de una muestra y parámetros de una población [33].

Como lo menciona Gutiérrez y de la Vara [33], el objetivo de la inferencia estadística es hacer afirmaciones válidas a cerca de la población o proceso con base en la información contenida en la muestra. Dichas afirmaciones tienen como objetivo caracterizar mejor a la población y poder ayudar a la toma de decisiones

sobre la misma. Como se mencionó en los objetivos de la tesis, se pretende poder caracterizar las aleaciones A205 modificadas “in situ” con el fin de poder tomar decisiones respecto a sus aplicaciones tribológicas.

## 2.5.2 Pruebas de hipótesis

De acuerdo con Sampieri [34], las hipótesis son las guías de una investigación. Estas se definen como explicaciones tentativas de lo que tratamos de probar. Las hipótesis se derivan de la teoría existente y deben formularse a manera de proposiciones. No en todas las investigaciones cuantitativas se plantean hipótesis, el hecho de que las formulemos o no depende de un factor esencial: el alcance inicial de nuestro estudio.

Las investigaciones cuantitativas que formulan hipótesis son aquellas cuyo planteamiento define su alcance como correlacionar, explicativo o descriptivo y que intentan pronosticar alguna cifra o algún hecho.

Existen diversas formas de clasificar las hipótesis, de manera general existen los siguientes tipos:

1. Hipótesis de investigación
2. Hipótesis nulas
3. Hipótesis alternativas

### 2.5.2.1 Hipótesis de investigación

Sampieri [34] nos define las hipótesis de investigación como proposiciones tentativas acerca de las posibles relaciones entre dos o más variables. Se suelen simbolizar como  $H_i$  o  $H_1, H_2, H_3$ , etc. (cuando son varias), y también se les denomina “hipótesis de trabajo”.

Las hipótesis de investigación pueden ser de varios tipos:

- a) Descriptivas de un valor o dato pronosticado
- b) Correlacionales
- c) De diferencia de grupos
- d) Causales

### 2.5.2.2 Hipótesis nula

Las hipótesis nulas, como menciona Sampieri [34], son el reverso de las hipótesis de investigación. También constituyen proposiciones acerca de la relación entre variables, que sirven para refutar o negar lo que afirman las hipótesis de investigación. Debido a que este tipo de hipótesis resulta ser la contraparte de la hipótesis de investigación, hay prácticamente tantos tipos de hipótesis nulas como hipótesis de investigación:

- a) Hipótesis nulas descriptivas de un valor o dato pronosticado
- b) Hipótesis que niegan la relación entre 2 o más variables
- c) Hipótesis que niegan que haya diferencia entre grupos que se comparan
- d) Hipótesis que niega la relación de causalidad entre 2 o más variables

Las hipótesis nulas se simbolizan como  $H_0$ .

### 2.5.2.3 Hipótesis alternativas

Éstas, como su nombre lo indica, son posibilidades alternas a las hipótesis de investigación y nulas: ofrecen una descripción o explicación distinta de las que proporcionan éstas. A manera de ejemplo, si la hipótesis de investigación establece: “esta silla es roja”, la nula afirmará: “esta silla no es roja” y podrán formularse una o



más hipótesis alternativas: “esta silla es azul”, “esta silla es verde”, “esta silla es amarilla”, etc. Cada una constituye una descripción distinta de las que proporcionan las hipótesis de investigación y nula.

Las hipótesis alternativas se simbolizan como  $H_a$  y sólo pueden formularse cuando efectivamente hay otras posibilidades, además de la investigación y la nula. De no ser así, no deben establecerse.

Sampieri [34] explica que las pruebas de hipótesis consisten en someter a pruebas empíricas las hipótesis para determinar si son apoyadas o refutadas, de acuerdo con lo que el investigador observa. En realidad, no se puede probar que una hipótesis sea verdadera o falsa, sino argumentar que fue apoyada o no de acuerdo con ciertos datos obtenidos en una investigación particular. Desde el punto de vista técnico, no se acepta una hipótesis por medio de un estudio, sino que se añade evidencia a favor o en contra. A medida que tengamos más investigaciones que apoyen una hipótesis, más credibilidad tendrá. Las hipótesis, en el enfoque cuantitativo, se someten a prueba en la “realidad” cuando se implementa un diseño de investigación, se recolectan datos con uno o varios instrumentos de medición, y se analizan e interpretan.

### **2.5.3 Pruebas para validar o refutar una hipótesis**

Existen distintas pruebas para comprobar la veracidad de una hipótesis. Sin embargo, para la mayoría de los datos que se obtuvieron en esta investigación, se pueden aceptar o refutar hipótesis simplemente con comparar las medias poblacionales y hacer un análisis de varianzas.

#### **2.5.3.1 Prueba t para comparar medias**

De acuerdo con Denis [32], la prueba t se utiliza para varias cuestiones y no únicamente comparar medias poblacionales. Esta prueba también es útil para comparar la significancia estadística de los coeficientes de regresión o algunos otros estadísticos dependiendo el contexto de estos.

Una aplicación de la prueba t sobre una muestra es saber qué tanto la media muestral obtenida coincide de forma razonable con la media poblacional ya conocida [32].

Para saber cuándo aplicar la prueba t en lugar de una prueba z se recurre a la varianza poblacional. Si se conoce la varianza poblacional, lo más apropiado es usar la prueba z. Sin embargo, cuando se desconoce la varianza y ésta debe estimarse a partir de los datos muestrales, la prueba t es más adecuada. Cuando se cuenta con una muestra relativamente grande (>100), la diferencia entre realizar la prueba t y la z suele ser mínima, por lo que no implicaría errores al rechazar alguna hipótesis. La razón es que, a medida que aumentan los grados de libertad la distribución t se aproxima a la distribución normal [32].

Cuando no se conoce a priori la media poblacional y ésta se quiere inferir para poder comparar muestras, además de que se desean comparar varias medias poblacionales, se debe hacer un análisis de varianza como se muestra a continuación.

#### **2.5.3.2 Prueba ANOVA y el diseño completamente aleatorio**

Suponiendo que se desea evaluar la hipótesis nula hecha a partir de k tratamientos:

$$H_0: \mu_1 = \mu_2 = \mu_3 = \dots = \mu_k = \mu$$

Contra su hipótesis alternativa:

$$H_a: \mu_i \neq \mu_j \text{ para algún } i = j$$

Se podría pensar que una forma de probar la hipótesis nula anteriormente descrita es mediante pruebas T de Student aplicadas a todos los posibles pares de medias, sin embargo, esta manera de proceder incrementaría de manera considerable el error tipo I (Rechazar  $H_0$  siendo verdadera). Por ejemplo, partiendo de que se desea probar la igualdad de 4 medias a través de pruebas T de Student. En este caso se tienen seis posibles pares de medias, y si la probabilidad de aceptar la hipótesis nula para cada prueba individual es de  $1-\alpha=0.95$ , entonces la probabilidad de aceptar las seis hipótesis nulas es de  $0.95^6=0.73$  lo cual representa un aumento considerable en el error tipo I [32].

Como alternativa existe un método capaz de probar la hipótesis de igualdad de las k medias con solo una prueba estadística, este es el denominado análisis de varianza (ANOVA), misma que generalmente va acompañada de la prueba de Tukey.

## 2.6 Técnicas de caracterización

En esta sección se presentarán algunas técnicas ocupadas para caracterizar los materiales generados. Estas técnicas han permitido estudiar las propiedades morfológicas de los materiales para así poder medir el grado de fiabilidad en sus posibles aplicaciones y son un proceso fundamental en el campo de la ciencia e ingeniería de materiales ya que nos ayudan a entender la naturaleza de estos.

Dado que todas las técnicas de caracterización ayudan comprender las propiedades físicas de los materiales, cada una se basa en distintos principios y procesos físicos. La mayoría de las técnicas de caracterización implican el uso de luz, por lo que la información sobre los procesos relacionados como la reflexión, la refracción, la absorción, la transmitancia, la difracción, la interferencia y la dispersión son muy relevante [35].

### 2.6.1 Perfilometría

La perfilometría óptica es una extensión del microscopio óptico, ésta usa cualquier interferencia que provoque un cambio o desenfoque en la luz emitida, para extraer información topográfica. Cuando se trata de producir interferencia proveniente de un perfilómetro óptico, se usa cualquier fuente de luz monocromática, obteniendo como resultado una combinación de la superficie con un patrón de interferencias.

Es un método para determinar la superficie de un objeto, obteniendo mediciones de alturas con la cual se puede medir curvatura e incluso el espesor de películas delgadas. Este método no requiere contacto directo con la muestra.

### 2.6.2 Microindentación instrumentada

El ensayo de microindentación instrumentada se realiza con cargas muy pequeñas (por debajo de 2N), permitiendo obtener valores de dureza y otros parámetros mediante la curva carga-profundidad mostrada en la Figura 2.12. Shuman y colaboradores [36] señalan que la curva de descarga se utiliza comúnmente para calcular el módulo elástico, destacando las técnicas de Doener-Nix [37] y Oliver-Pharr [38].

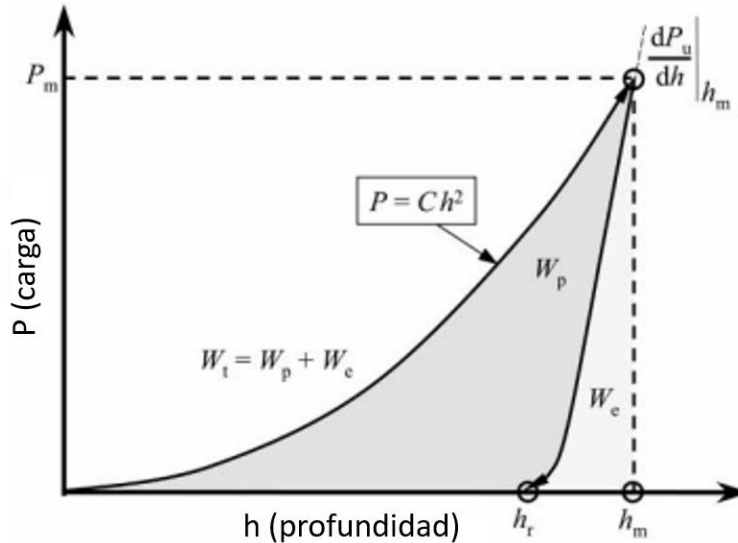


Figura 2.12 Diagrama típico (carga-profundidad) para materiales elastoplásticos descrito por Oliver-Pharr [38].

El Método de Doener-Nix se enfoca en calcular el módulo de Young al extraer el desplazamiento elástico de la curva carga-profundidad. Por otro lado, el Método de Oliver-Pharr, utilizando un indentador Berkovich, evita suponer que la curva de descarga es lineal y presenta una técnica adecuada para su análisis [37], [38].

La necesidad de estudiar propiedades mecánicas de capas delgadas ha revitalizado el interés en la microdureza y dispositivos de indentación. Los instrumentos de detección de profundidad son esenciales para mediciones precisas [38]. Aunque el ensayo de dureza por indentación se ha usado por décadas, los instrumentos de detección de alta resolución son recientes, construidos por investigadores [39]–[41]. Sin embargo, aún se están definiendo métodos estandarizados para interpretar curvas de carga/profundidad.

El método de Doener-Nix se utiliza para calcular el módulo de Young. Se registra la penetración total del indentador, y la curva carga-profundidad se utiliza para calcular la dureza y el módulo elástico [37]. Se define la profundidad plástica para obtener la dureza bajo carga, considerando la geometría del indentador [42].

El método de Oliver-Pharr utiliza un indentador Berkovich y ofrece un análisis de datos más preciso [38]. Se establece una técnica para analizar la curva de descarga, obteniendo dureza y módulo elástico con un error máximo del 5%. Se basa en la teoría potencial y análisis de contacto elástico [43]–[45].

Estudios diversos han contribuido a correlacionar la micro y macrodureza, además de considerar el efecto de la temperatura en ensayos de indentación [46], [47]. Se destaca la importancia de análisis experimentales y computacionales para comprender la influencia de la plasticidad en las mediciones de dureza [36], [48], incluso algunas ecuaciones específicas se relacionan con análisis por elementos finitos [49]–[52].

Algunos algoritmos más complejos, como el modelo de Dao, encuentran valores únicos para el exponente de endurecimiento por deformación en un rango específico [53].

### 2.6.2.1 Obtención de la dureza a partir de la curva carga-profundidad

En esta sección se definirá detalladamente cómo es que se obtiene la dureza a partir de la curva Carga-Profundidad obtenida de un ensayo de indentación instrumentado.

Acorde a la norma ISO 14577-1 [54] la dureza se definía de forma clásica como: “ la resistencia de un material a ser penetrado de forma permanente por otro material.” [54]. Bajo esta definición, los resultados de dureza

determinados a partir de los ensayos Rockwell, Vickers y Brinell se miden una vez se haya dejado de aplicar la fuerza de indentación, lo cual significa que no se mide la penetración total del indentador, sino que existe una recuperación elástica justo antes de medir las diagonales.

Con base en la norma ISO 14577-1 [54], la dureza del material debe considerarse justo antes de comenzar a aplicar la descarga del indentador, ya que el indentador logra abrirse paso hasta ese punto. Además, para el cálculo de la dureza se requiere medir el área de contacto. La cual se calcula con ayuda de la profundidad  $h_c$ , la cual, a diferencia de  $h_{m\acute{a}x}$ , únicamente considera la zona en que el indentador está en contacto real con la muestra.

Mencionado lo anterior la Figura 2.13 nos muestra cada uno de los puntos clave, necesarios para poder determinar la dureza obtenida bajo el contacto real del indentador. Siendo:

- Indentador.
- Superficie del material ensayado una vez retirado el indentador, lo cual es una “respuesta completamente plástica”.
- Superficie de la muestra ensayada en a la carga y profundidad máxima.

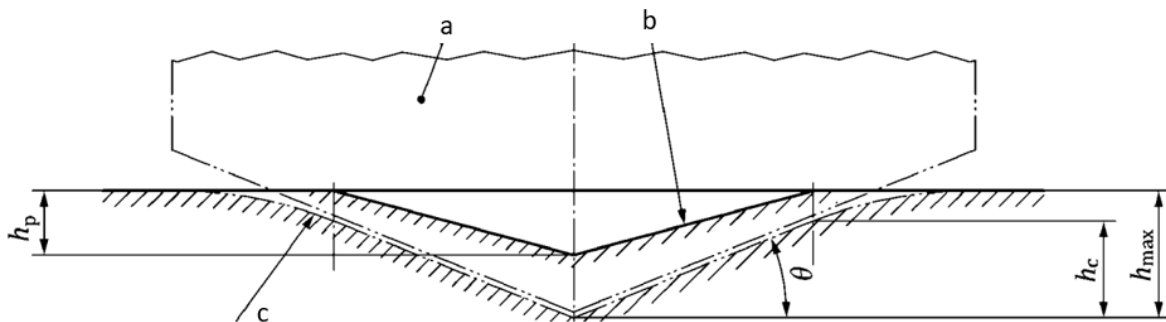


Figura 2.13 Puntos clave en la indentación instrumentada justo en el momento de máxima penetración [54].

Para un indentador Vickers la dureza a partir del ensayo de indentación instrumentada es:

$$H_{IT,0} = \frac{F_{m\acute{a}x}}{A_p(h_c)} = 4h_c^2 \tan^2 \alpha \quad (2.10)$$

Donde:

$$A_p(h) = 24.50 \cdot h^2 \text{ para indentadores Vickers}$$

$h_c$ : profundidad de contacto real del indentador respecto a la muestra, calculada como:

$$h_c = h_{m\acute{a}x} - \epsilon(m) \cdot (h_{m\acute{a}x} - h_r) \quad (2.11)$$

$h_{m\acute{a}x}$  y  $h_r$  se definen como:

$h_{m\acute{a}x}$ : profundidad máxima

$h_r$ : es la intersección entre el eje de desplazamiento y la tangente a la curva carga-profundidad evaluada en  $F_{m\acute{a}x}$ .

Nota:  $H_{IT,0}$  se toma en [MPa] ya que  $F_{m\acute{a}x}$  está en [N] y el área en [ $mm^2$ ]

Para el cálculo de  $h_r$  se pueden usar dos distintos métodos:

1. Método de extrapolación lineal: Se asume que la primera porción de la curva de descarga es lineal, y extrapolando esa porción hasta el punto de intersección con el eje de desplazamiento se encuentra  $h_r$ .

Este método sólo se recomienda para materiales altamente plásticos, donde la profundidad de la recuperación elástica es inferior al 10% de  $h_{máx}$ .

Nota: Normalmente el rango entre el 80% y el 98% de la  $F_{máx}$  se utiliza para hacer la regresión lineal.

2. Método de potencia: Reconoce el hecho de que la primera porción de la curva de descarga no es lineal, pero puede ser descrita por la siguiente relación:

$$F = B \cdot (h - h_p)^m \quad (2.12)$$

Donde:

B: es una constante

m: es un exponente que depende de la geometría del indentador y de la plasticidad de los materiales.

$h_p$ : Profundidad de indentación permanente después de descargar el indentador.

B y m se pueden determinar al adecuar la curva de descarga con la relación de potencia.

Normalmente el rango de valores para encontrar la expresión de potencia es entre el 20% y 80% de los datos de la curva de descarga, dependiendo de la "calidad" de la curva. La tangente se obtiene derivando la expresión de potencia y evaluándola en  $F_{máx}$ . La intersección con el eje de desplazamiento es  $h_r$ .

$\epsilon(m)$  es una variable dentro del rango  $0.6 < \epsilon < 0.8$ , el cual depende de la geometría del indentador y en cierto grado del comportamiento plástico del material, se puede calcular con las siguientes ecuaciones:

$$\epsilon(m) = m \cdot \frac{(h_{máx} - h_c)}{h_{máx}} = m \cdot \left[ 1 - \frac{1}{\sqrt{\pi}} \frac{\Gamma\left(\frac{m}{2m-2}\right)}{\Gamma\left(\frac{2m-1}{2m-2}\right)} \right] \quad (2.13)$$

$$\epsilon(m) = \frac{0.08158}{\sqrt{m-0.94}} - \frac{0.61679}{(m-0.94)^{0.02}} + \frac{1.26386}{(m-0.94)^{0.001}} \quad (2.14)$$

En la segunda no es necesaria la función Gamma, sin embargo, se le añade un 0.5% de error para valores de m dentro del rango de  $1.05 \leq m \leq 5$ . Se ha determinado que para indentadores Vickers el valor de épsilon es 3/4.

#### Designación de la dureza de indentación, $H_{IT}$

Cuando se publica o quiere entregar un documento con los valores de dureza obtenidos mediante indentación instrumentada se hace bajo la siguiente designación:

Ejemplo:

$$H_{IT}0.5/10/20/30 = 11,300GPa \quad (2.15)$$

0.5: indica la fuerza del ensayo [N]

10: Tiempo de aplicación de carga [s]

20: Tiempo de estancamiento en la profundidad y fuerza máxima aplicada [s]

30: Tiempo de descarga [s]

11,300GPa: Valor de dureza

### Correlación entre la dureza ( $H_{IT}$ ) y la dureza Vickers:

Para poder obtener los datos de dureza en formato Vickers se usa la siguiente relación:

$$HV = 92.44H_{IT} \quad (2.16)$$

## 2.7 Ensayos tribológicos

Existen distintos métodos experimentales que han sido usados para estudiar el desgaste entre dos elementos sujetos a contacto deslizante. Las investigaciones que se producen en laboratorio comúnmente tienen dos objetivos: examinar los mecanismos por los cuales se produce el desgaste o para diseñar y simular materiales útiles que tengan buenos índices de desgaste [11].

En los ensayos de desgaste bajo condiciones de contacto deslizante, los principales aspectos que deben ser considerados son:

1. Los materiales con los que se constituye cada uno de los cuerpos del par tribológico y en algunos casos el método de preparación superficial.
2. La geometría del ensayo en donde se incluya la forma y las dimensiones de las muestras.
3. La carga aplicada y la presión de contacto.
4. La velocidad de deslizamiento
5. El ambiente (la naturaleza del ambiente alrededor del ensayo, incluyendo su temperatura).

En la Figura 2.14 se muestran los arreglos geométricos de los aparatos más comunes utilizados para realizar el ensayo de desgaste bajo contacto deslizante sobre superficies libres de lubricación.

Los equipos de prueba más comunes emplean un perno presionado contra un disco, ya sea en la cara plana (Figura 2.14a) o en el borde (Figura 2.14b), un perno cargado contra una muestra plana con movimiento recíprocante (Figura 2.14c), o dos discos giratorios, ya sea cargados en el borde o en la cara (que producen un deslizamiento relativo en todos los casos donde  $\omega_1 \neq \omega_2$ ) (Figura 2.14d y e). En la mayoría de las geometrías usadas para los ensayos de desgaste bajo contacto deslizante, el contacto es asimétrico, lo cual quiere decir que los dos cuerpos puestos en contacto van a experimentar distintas condiciones de deslizamiento. La asimetría se da principalmente porque mientras un cuerpo experimenta ciertas áreas de contacto de forma constante (como es el caso del perno en las figuras a, b y c de la Figura 2.14, el otro cuerpo cambia el área de contacto, es decir la superficie de contacto se vuelve algo intermitente (como es el caso de los discos de la figura a y b, o la placa horizontal en la figura c de la Figura 2.14. Esta asimetría provoca muchas diferencias como pueden ser:

1. Variación en el número de interacciones por aspereza en ambas superficies
2. Variación en el perfil térmico generado por efecto del deslizamiento
3. Variación en la manera en que las especies químicas son creadas por la interacción con el medio ambiente y eliminadas como escombros por interacción mecánica.

Salvo la figura “e” de la Figura 2.14, todos los ensayos se consideran asimétricos, por lo tanto, los dos cuerpos ensayados (incluso tratándose del mismo material) es casi seguro que experimentarán diferentes tasas de desgaste. La figura “e” ilustra la geometría de un anillo sobre otro donde se observa que todos los puntos de las superficies en contacto permanecen en contacto a lo largo de todo el ensayo.

Tanto en la figura “a” como en la figura “e” de la Figura 2.14 se puede observar que la velocidad de contacto va a variar dependiendo de la distancia que se tome desde el eje de rotación de los discos hasta el punto de contacto.

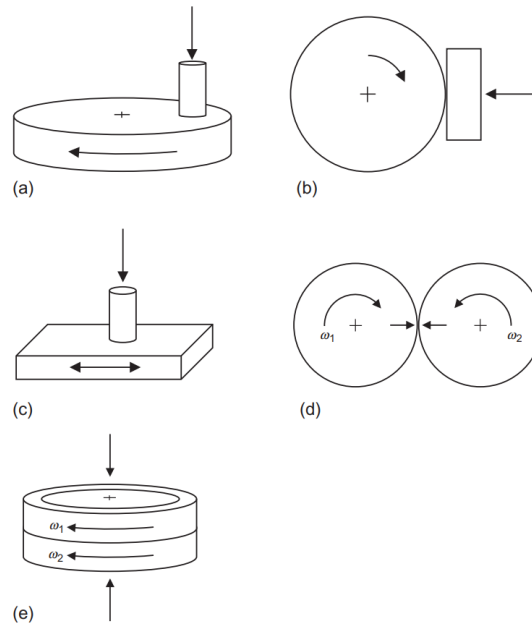


Figura 2.14 Geometrías más comunes empleadas en las pruebas de desgaste por contacto deslizante; (a) perno sobre disco; (b) placa alrededor de disco; (c) perno sobre placa reciprocante; (d) discos iguales; (e) anillo sobre anillo [15].

En la prueba perno sobre disco mostrado en la Figura 2.14a el disco puede ser lo suficientemente grande como para realizar varias pruebas de desgaste en el mismo disco a diferentes radios. Sin embargo, las condiciones en estas pruebas no fueron las mismas, incluso si la velocidad de rotación y el número de revoluciones se ajustan para asegurar que la velocidad de deslizamiento y la distancia total recorrida permanezca constante. Esto se debe principalmente porque para un punto sobre el disco (el cual se encuentra en contacto intermitente) va a pasar determinado tiempo para que el perno vuelva a pasar sobre él. Para distintos radios el tiempo entre los pasos del perno será diferente, lo que provocará que se modifique el rastro térmico, así como el número de veces que el disco interactúa con el perno [11].

En arreglos asimétricos, un componente del tribo-par (generalmente el perno) se trata como espécimen y corresponde al componente para el cual se medirá la tasa de desgaste, mientras que el otro (a menudo el disco, plano o anillo) se le suele denominar contracara.

Para poder comparar el cambio en el desgaste de un material sometido a distintos procesos mecánicos o térmicos, lo más recomendable es que el material de la contracara se mantenga constante, ya que es difícil predecir el efecto tribológico sobre un material si ambos materiales del tribopar modifican sus propiedades [11].

Por otra parte, dependiendo de la forma geométrica en la cual se presente el contacto del tribopar, se puede clasificar como contacto nominal (contacto conforme; definido así al tener la misma forma superficial tanto del perno como de la contraparte) o contacto concentrado (contacto contraformal; definido así por tener formas superficiales opuestas) [14]. El contacto nominal ocurre inicialmente cuando el área de contacto tanto del espécimen como el de su contracara son semejantes; por ejemplo, un perno liso sobre una plataforma oscilante plana (figura a de la Figura 2.15) o un perno cóncavo sobre un disco giratorio (figura b de la Figura 2.15). El contacto concentrado ocurre inicialmente sobre un punto o línea; por ejemplo, un perno con punta curva sobre una plataforma oscilante plana (figura c de la Figura 2.15) o un perno plano sobre un disco giratorio (figura d de la Figura 2.15).

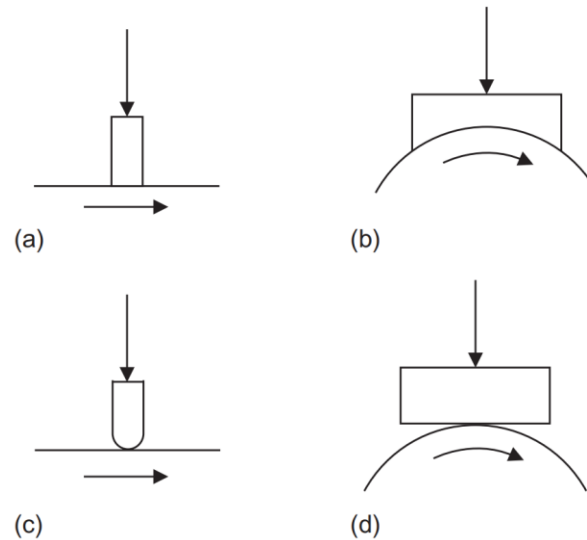


Figura 2.15 (a,b) contacto no concentrado; (c,d) contacto concentrado [11]

El contacto concentrado tiene la desventaja de presentar altas presiones al inicio de la prueba debido a que se tiene muy poca área de contacto. Sin embargo, entrega resultados con mayor repetibilidad en comparación con el contacto nominal. Lo anterior se debe principalmente a que es muy difícil poner de forma paralela el par tribológico, ya que siempre se presenta cierta desorientación entre planos como se muestra en Figura 2.16. Esta desorientación provoca que el espécimen se desgaste de una manera irregular, además al no tener control del ángulo de contacto es muy difícil repetir los resultados. Por lo anterior en los ensayos con tribómetros de perno sobre disco y perno sobre placa recíprocante son abordados con un contactoconcentrado.



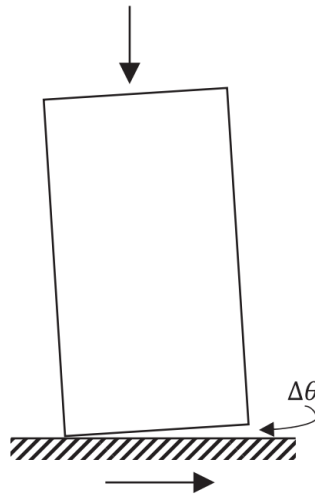


Figura 2.16 Desalineación frecuente que se presenta en una configuración de contacto conforme [11].

Existe un tipo de tribómetro el cual consiste en hacer girar un perno sobre un punto fijo. A éste se le conoce como tribómetro coaxial. Esta configuración fue propuesta inicialmente por Stolyarov [55] y por Fox-Rabinovich [56], y posteriormente fue abordada por Figueroa [6], [57]–[59] para distintos estudios donde el objetivo principal era ver cómo se desgastaban algunas muestras después de aplicarles ciertos tratamientos térmicos y haber deformado plásticamente con ayuda de una laminadora [57]–[60], [12]–[16], el hecho de aplicar dichos tratamientos proporciona una combinación óptima de resistencia y ductilidad [61]. Para estos estudios se tiene un contacto concentrado en el cual el perno es de acero y tiene una forma cóncava. Esta misma configuración fue abordada por Wang [62], mostrando una gran ventaja contra otro tipo de tribómetros al tener ambas superficies bajo contacto deslizante a lo largo de toda la prueba (Esta situación no se presenta en el ensayo perno sobre disco ni en perno recíprocante).

## 2.8 Materiales y tratamientos térmicos

El aluminio y sus aleaciones se pueden dividir en dos grandes grupos; las aleaciones de fundición y las aleaciones deformadas plásticamente. Dependiendo de la aplicación que se le quiera dar al material, existen distintos métodos de fundición como lo muestra Nath Jagan [63].

### 2.8.1 Designación de las aleaciones

Como menciona Vargel [8], el aluminio puede estar acompañado de algún elemento aleante para formar la matriz metálica principal. Los principales sistemas base aluminio son:

- Aluminio-Silicio
- Aluminio-Cobre
- Aluminio-Magnesio
- Aluminio-Zinc

Dependiendo de cuál sea el principal elemento aleante se tendrán las designaciones que se muestran en la ,esto para aleaciones de colada.

Tabla 2.2 Designaciones más usadas para las aleaciones de aluminio [8], [64]

PRINCIPAL ELEMENTO ALEANTE	DESIGNACIÓN
	AA
Aluminio no aleado >99% de pureza	1xx.x
Cobre	2xx.x
Manganeso	3xx.x
Silicio	4xx.x
Magnesio	5xx.x
Magnesio + Silicio	6xx.x
Zinc	7xx.x
Litio + Otros	8xx.x

Tanto las aleaciones de Aluminio-Silicio-Magnesio como las aleaciones de Aluminio-Cobre pueden presentar endurecimiento por precipitación como se describirá más adelante [8]. La designación estándar para los tratamientos térmicos principales son los que muestran en la Tabla 2.3. En dicha tabla se define el tratamiento térmico T6 como tratamiento de solución sólida y envejecimiento artificial completo. Dependiendo de cuánto tiempo se deje envejecer dentro del horno se pondrá la designación T6-16 para aquellos que envejezcan durante 16 horas y T6-20 para los que envejezcan durante 20 horas.

Tabla 2.3 Designación de tratamientos térmicos estándar para aleaciones de fundición [8]

DESIGNACIÓN	SÍMBOLO
De fundición	F
Recocido	O
Enfriamiento controlado de fundición y envejecimiento natural	T1
Tratamiento de solución sólida y envejecimiento natural	T4
Enfriamiento controlado de fundición y envejecimiento artificial o sobre - envejecimiento	T5
Tratamiento de solución sólida y envejecimiento artificial completo	T6
Tratamiento de solución sólida y envejecimiento débil (under-aged)	T64
Tratamiento de solución sólida y sobre-envejecimiento (estabilizado)	T7

Se presentarán distintos caminos por los cuales se puede endurecer el material dependiendo de la aleación de aluminio. En la siguiente tabla se puede observar que las series 2xx.x, 6xx.x y 7xx.x son capaces de endurecer aplicando el tratamiento de envejecimiento, mientras que las series 1xx.x, 3xx.x, 5xx.x y 8xx.x se pueden endurecer mediante deformación plástica. Es importante señalar que el endurecimiento por deformación incrementa la resistencia mecánica y la dureza, pero en ocasiones penaliza la ductilidad.

Cualquier material metálico puede ser endurecido por deformación plástica, sin embargo, el endurecimiento por precipitación sólo se logra cuando la solubilidad, en estado sólido, varía de forma drástica con la temperatura.

Tabla 2.4 Aleaciones de aluminio que endurecen por deformación y series que endurecen por tratamientos térmicos [67].

MÉTODO DE ENDURECIMIENTO	DE SERIES	Elemento Aleante	RANGO DE CONTENIDO (%wt)	ADITIVOS	ESFUERZO DE TENSIÓN (MPA)
<b>Endurecimiento por deformación</b>	1xx.x	Ninguno		Cu	50-160
	3xx.x	Manganeso	0.5-1.5	Mg, Cu	100-240
	5xx.x	Magnesio	0.5-5	Mn, Cr	100-340
	8xx.x	Hierro y Silicio	Si: 0.3-1 Fe: 0.6-2		130-190
<b>Endurecimiento por envejecimiento</b>	6xx.x	MAGNESIO Y SILICIO	Mg: 0.5-1.5 Si: 0.5-1.5	CU, CR	200-300
	2xx.x	COBRE	2-6	SI-MG	300-480
	7xx.x	ZINC Y MAGNESIO	ZN:5-7	CU	SIN CU: 320-350
			MG: 1-2		CON CU: 430-600

## 2.8.2 Tratamiento de solución sólida.

Un requisito previo al endurecimiento por precipitación es la capacidad de calentar la aleación hasta un rango de temperatura en el que se disuelva todo el soluto, de modo que se alcance una estructura monofásica. Esto se muestra de forma esquemática en la Figura 2.17 para una aleación 10% B en un sistema hipotético A-B. Si se calienta por encima de la temperatura  $T_2$ , que representa el límite de solubilidad, para esta aleación, y se mantiene en el rango  $\alpha$  durante el tiempo suficiente para alcanzar el equilibrio estable, se formará únicamente la fase  $\alpha$  [65].

Posteriormente, esta estructura se lleva a temperatura ambiente mediante un enfriamiento rápido (por ejemplo, enfriamiento con agua) desde el rango  $\alpha$  para evitar la formación de precipitados. La estructura estará sobresaturada con respecto al soluto y, por tanto, es una estructura metaestable.

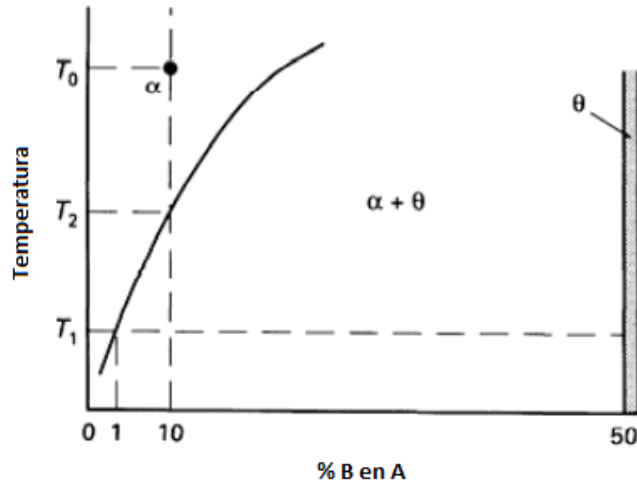


Figura 2.17 Diagrama de fase hipotético A-B. La solubilidad decreciente de B en alfa al disminuir la temperatura permite que una aleación que contenga 10% de B sea monofásica a alta temperatura (por encima de  $T_2$ ) pero bifásica a bajas temperaturas ( $T_1$ ) [65].

En la Figura 2.18 se presenta un diagrama de fases en donde se tiene del lado izquierdo 100% de Aluminio y del lado derecho Magnesio y Silicio. Para poder realizar el tratamiento de solución sólida se debe llevar el material a una temperatura por encima de la línea de solvus (aproximadamente mayor a  $400^\circ\text{C}$ ), con el fin de solubilizar el elemento  $Mg_2Si$  [8], para después enfriarlo súbitamente hasta la temperatura ambiente sumergiéndolo en agua o aceite. Dependiendo de las cantidades del elemento aleante se tendrán distintas propiedades mecánicas. En la Figura 2.18 se presentan las temperaturas más comunes empleadas para llevar a cabo el tratamiento térmico solución sólida en aluminio, así como un eventual tratamiento de envejecimiento.

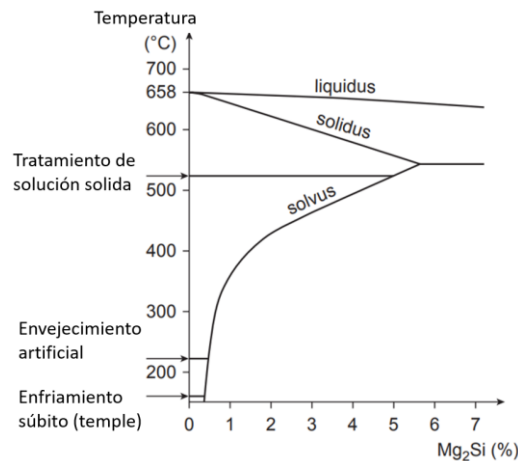


Figura 2.18 Esquema de un diagrama de fases que presenta solución sólida con el Aluminio, al cual se le pueden aplicar tratamientos de envejecimiento [8].

### 2.8.3 Aleaciones que se pueden tratar mediante envejecimiento

El envejecimiento se presenta en las aleaciones de Aluminio 2xx.x, 6xx.x y 7xx.x debido a que con los elementos aleantes correspondientes se puede presentar solución sólida.

Como menciona Vargel [8], el tratamiento de solución sólida se usa para maximizar algunas propiedades mecánicas como pueden ser la resistencia mecánica e incluso la dureza del material. Para obtener un material tratado térmicamente mediante envejecimiento se requieren de los siguientes pasos:

- Llevar a una temperatura elevada (la cual depende de cada aleación) con la finalidad de solubilizar el elemento aleante contenido en el aluminio. Dicho de otra manera, llevar a solución sólida la aleación.
- Enfriar rápidamente a temperatura ambiente. El efecto que produce el enfriamiento rápido es poder mantener los elementos aleantes y los aditivos en solución sólida super – saturada dentro de la matriz metálica de aluminio.
- Se pueden presentar dos distintos pasos para el envejecimiento:
  1. Mantener a temperatura ambiente el material, alrededor de 20°C. Lo cual se denomina envejecimiento natural.
  2. Mantener el material a una temperatura elevada, entre 100°C y 200°C. Lo cual se denomina envejecimiento artificial. El envejecimiento permite la formación de precipitados a partir de la solución sólida super - saturada. La naturaleza, el tamaño y las fracciones volumétricas de estos precipitados determinan las propiedades mecánicas del material.

#### **2.8.4 Tratamiento de envejecimiento (Precipitación en aleaciones de Aluminio)**

Normalmente al diseñar aleaciones que buscan mejorar la resistencia mecánica se adopta un método en el cual se generan precipitados que impiden el movimiento de las dislocaciones dispersas dentro de la matriz. Entre más dispersos estén los precipitados, el material será más resistente. Esta dispersión puede obtenerse eligiendo una aleación que, a temperatura elevada, sea monofásica, pero que al enfriarse precipite otra fase dentro de la matriz. Si el endurecimiento se produce a partir de estos pasos, el proceso se denomina endurecimiento por precipitación o endurecimiento por envejecimiento [66], [67].

El mecanismo de endurecimiento por precipitación implica la formación de agrupaciones coherentes de átomos de soluto (es decir, los átomos de soluto se reúnen, pero siguen teniendo la misma estructura cristalina que la fase solvente) a los cuales comúnmente se les denomina “clústers”. Estos provocan una gran tensión debido al desajuste de tamaño entre los átomos del disolvente y del soluto. Cuando las dislocaciones están ancladas o atrapadas por grupos coherentes de soluto, la aleación se refuerza y endurece considerablemente. Sin embargo, si los precipitados son semicoherentes (comparten la intercara que contiene dislocaciones con la matriz), incoherentes (comparten una intercara desordenada, parecida a un límite de grano de ángulo elevado, con la matriz), o son incapaces de reducir el comportamiento de la deformación porque son demasiado grandes, entonces una dislocación puede evadir dichas partículas solamente doblándose de forma semicircular entre ellas bajo la aplicación de algún esfuerzo cortante [65].

Por lo tanto, la presencia de las partículas precipitadas, y aún más importante, los campos de deformación en la matriz que rodea a las partículas coherentes proporcionan una mayor resistencia al obstruir y retardar el movimiento de las dislocaciones. La característica que determina si una fase precipitada es coherente o no, es el espacio atómico que existen entre la red de la matriz y la del precipitado.

##### **2.8.4.1 Proceso de precipitación**

Después del enfriamiento desde la región  $\alpha$  de la Figura 2.17, la precipitación se logra recalentando la aleación por debajo de la línea solvus ( $T_2$  en la Figura 2.17) a una temperatura adecuada durante determinado tiempo. Durante este tiempo, en regiones localizadas (generalmente límites de grano), los precipitados nuclean. Debido a que estos precipitados tienen un contenido de soluto más alto que la matriz, la región de la matriz

que los rodea tiene un contenido de soluto reducido. Esto forma un gradiente de concentración tal que los átomos de soluto difunden desde la matriz adyacente hacia las partículas, lo que permite que los precipitados continúen creciendo.

La tasa de crecimiento está controlada por difusión y se puede definir con un uso adecuado de la ley de Fick. El proceso de precipitación se representa esquemáticamente en la Figura 2.19.

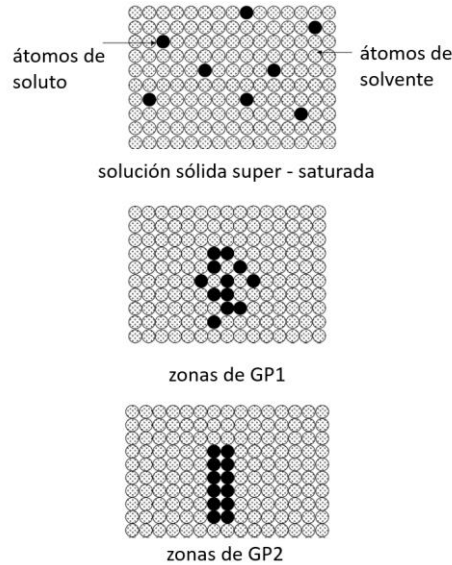
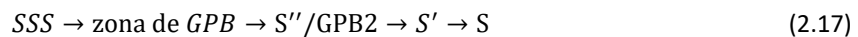


Figura 2.19 Proceso de precipitación, los átomos de soluto comienzan a juntarse hasta formar precipitados coherentes [68]

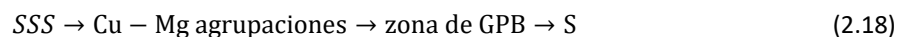
Las zonas de Guinier-Preston 1 y 2 son muy comunes en aleaciones Al-Cu, sin embargo, al agregar Mg y tener una combinación Al-Cu-Mg se genera otra serie de precipitados los cuales se comenzaron a estudiar en la década de los 50's por Bagaryatsky, razón por la cual llevan el nombre Guinier-Preston- Bagaryatsky (GPB).

Para darle validez a la existencia de las zonas de GPB ha habido una gran cantidad de publicaciones [69]–[72], en todas ellas se hace mención a la secuencia que se sigue para generar los precipitados S. La secuencia en la que Wang [69] y Zhongwei [71] se basan es en la siguiente:



Donde SSS hace referencia a la solución sólida sobresaturada, la zona de GPB consiste en un pequeño ordenamiento de átomos de Cu y Mg. La naturaleza de  $S''/GPB2$  no es tan clara pues se ha observado que la estructura pudiese variar entre ser ortorrómbica, cubica, tetragonal o monoclinica [69], gracias a técnicas de microscopía de transmisión electrónica (TEM) se ha confirmado que sí se presenta la fase  $S''$  [9]. La fase S cuya composición es  $Al_2CuMg$  tiene una estructura ortorrómbica C mcm bien definida con parámetros de red  $a_S = 0.400 \text{ nm}$ ,  $b_S = 0.923 \text{ nm}$ ,  $c_S = 0.714 \text{ nm}$ . La fase  $S'$  se considera como una estructura semicoherente. Sin embargo, es muy similar a la fase S en cuanto a su estructura cristalina teniendo ligeras variaciones en sus parámetros de red  $0.404 \text{ nm}$ ,  $b_S = 0.925 \text{ nm}$ ,  $c_S = 0.718 \text{ nm}$  [71].

Ha habido evidencia de que el endurecimiento comienza a partir de la generación de agrupaciones generadas entre el Cu y Mg [73], [74]. Proponiendo así la siguiente secuencia de endurecimiento para las aleaciones de Al-Cu-Mg:



Donde las agrupaciones de Cu-Mg son las responsables del endurecimiento inicial, la zona de GPB es donde predominan los precipitados en el pico de endurecimiento y la fase S se da cuando el material tiene un sobre-envejecimiento y comienza a perder dureza.

## 2.9 Generación de partículas e intermetálicos a partir reacciones in situ

El reforzamiento con partículas de compuestos de matriz metálica base aluminio (AMMC-por sus siglas en inglés) ha sido ampliamente usado en el campo aeroespacial y en la industria automotriz por sus propiedades mecánicas favorables incluyendo un elevado módulo de elasticidad, buena resistencia mecánica y baja densidad.

Las partículas cerámicas tienen un gran impacto sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de los compuestos reforzados base aluminio y se han reportado en distintos artículos [75]–[77]. Actualmente se reconoce que es fundamental analizar cómo se da la distribución de las partículas sobre todo el material debido a que dicha distribución activa en mayor o menor medida los mecanismos de endurecimiento como puede ser el mecanismo de Orowan o el mecanismo de Hall-Petch [7].

Hongy Li y colaboradores [7] además de la generación de la matriz metálica con partículas, estudian los efectos en la microestructura y en las propiedades mecánicas que se obtiene a partir de ellas. Los resultados que obtuvieron muestran que las partículas de  $TiB_2$  tienen un efecto significativo en el tamaño de grano y mejora algunas propiedades mecánicas de la aleación  $Al - 4.5Cu$  obtenida de fundición. Con el aumento de las cantidades de partículas de  $TiB_2$ , se observó una mejora en el límite de fluencia y la resistencia máxima a la tracción. Sin embargo, se redujo la ductilidad.

Otra forma de reforzar compuestos de matriz metálica base aluminio es incorporando las partículas sin la necesidad de una reacción química in situ como es el caso de Lakshmiathy y colaboradores [78], quienes incorporan  $SiC$  y  $Al_2O_3$  a la matriz metálica base aluminio. Para este estudio utilizaron como matrices aleaciones Al 7075-T6 y Al 6061-T6.

## 3 Metodología

### 3.1 Diseño experimental

En esta sección se hará una descripción detallada de cada una de las pruebas que se llevaron a cabo para este trabajo. Se definirá cada parámetro con el fin de que todos los ensayos sean reproducibles, además se indicará el tipo de datos que se obtendrá de cada experimento con la finalidad de plasmarlos y analizarlos en la sección de resultados.

#### 3.1.1 Pruebas de desgaste (ensayos de contacto deslizante y medición de rugosidad)

**Diseño con preprueba-posprueba y grupo de control:** Este es un diseño experimental comparativo realizado con la finalidad de medir la diferencia en la tasa de desgaste (mediciones de rugosidad) entre los materiales con y sin partículas puestos en contacto deslizante contra esferas de Acero AISI 52100 y  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Posterior a esta prueba se realizaron pruebas similares a los materiales sometidos a los tratamientos térmicos T4, T6-16 y T6-20, esto con la finalidad de observar si se notan cambios significativos en sus respectivas tasas de desgaste (mediciones de rugosidad).

Los ensayos de desgaste se aplicaron a ambos materiales y los parámetros de cada ensayo son los siguientes:

Para los ensayos de desgaste recíprocante (Figura 3.1) se tienen los siguientes parámetros:

- Velocidad de aproximación a la muestra: 0.2 [mm/min]
- Carga al contacto: 30 [mN]
- Material del perno esférico: Acero AISI 52100 y  $\text{Si}_3\text{N}_4$
- Tipo de carga durante la prueba: Constante
- Carga aplicada: 2 [N]
- Longitud de rayado: 5 [mm]
- Velocidad de rayado: 31.4159 [mm/min]
- Tipo de ensayo: Desgaste recíprocante
- Número de ciclos por prueba: 10 ciclos
- Datos obtenidos: posición, fuerza normal, fuerza de fricción, coeficiente de fricción, penetración y tiempo

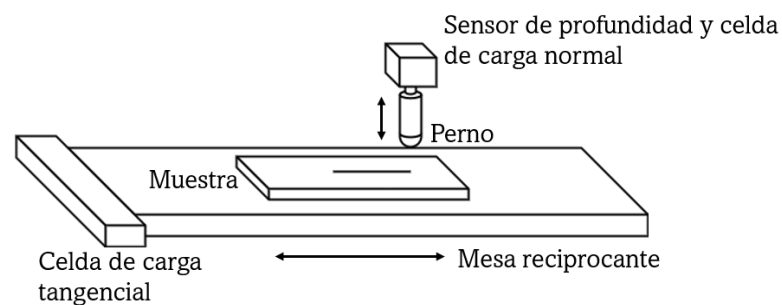


Figura 3.1 Esquema representativo del ensayo de desgaste con perno recíprocante. La mesa recíprocante se mueve de izquierda a derecha generando así una huella de desgaste lineal. Del lado izquierdo se tiene la celda de carga que mide la fuerza tangencial. Encima del perno se tiene otra celda de carga que mide la fuerza normal. Ambas celdas ayudan a obtener los valores de coeficientes de fricción.



Para los ensayos de desgaste rotacional (Figura 3.2) se tomaron los siguientes parámetros:

- Velocidad de aproximación a la muestra: 0.2 [mm/min]
- Carga al contacto: 30 [mN]
- Material del perno esférico: Acero AISI 52100 y  $\text{Si}_3\text{N}_4$
- Carga aplicada: 2 [N]
- Radio de giro: 2[mm]
- Velocidad del disco: 2.5 [RPM]
- Duración del ensayo: 1 hr. 4 min.
- Datos obtenidos: posición, fuerza normal, penetración, tiempo

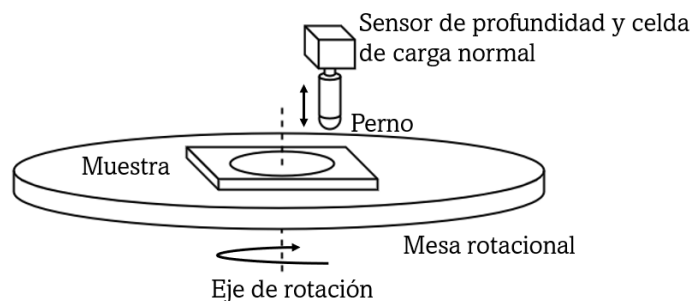


Figura 3.2 Esquema representativo del ensayo de desgaste perno sobre mesa rotacional. La mesa gira sobre su eje de rotación generando así una huella de desgaste circular. Encima del perno se tiene la celda de carga que mide la fuerza normal y profundidad de penetración.

Posterior a los ensayos de desgaste, se midió la rugosidad en ambas superficies del par tribológico (muestras y esferas), para la medición de rugosidad en las esferas se programó lo siguiente:

- En el caso de las esferas se mide el perfil en un área total de  $4\text{mm}^2$
- Tipo de pluma: 300  $\mu\text{m}$  Pen [0]
- Frecuencia de medición: 300 [Hz]
- Datos promediados: 1
- Dirección de escaneo: X
- Tipo de escaneo: Área
- Longitud en x: 2[mm]
- Tamaño de paso en x: 5 [ $\mu\text{m}$ ]
- Longitud en y: 2 [mm]
- Tamaño de paso en y: 5 [ $\mu\text{m}$ ]

Para las pruebas de medición de rugosidad en las muestras se programó lo siguiente:

- En cada ensayo rotacional se mide el perfil en un área total de  $5\text{mm}^2$
- Tipo de pluma: 300  $\mu\text{m}$  Pen [0]
- Frecuencia de medición: 1000 [Hz]
- Datos promediados: 1
- Dirección de escaneo: X
- Tipo de escaneo: Área
- Longitud en x: 5 [mm]

- Tamaño de paso en x: 12.5 [μm]
- Longitud en y: 5 [mm]
- Tamaño de paso en y: 12.5 [μm]

Con base en lo anterior se realiza el siguiente diseño experimental:

$$\begin{matrix} RG_1 & O_1 & X & O_2 \\ RG_2 & O_3 & - & O_4 \end{matrix}$$

**RG<sub>1</sub>**: Grupo experimental, material base aluminio al cual se le agregaron partículas cerámicas de TiB<sub>2</sub>.

**O<sub>1</sub>**(Preprueba del grupo experimental): Medición de la rugosidad del material con partículas con ayuda del perfilómetro óptico en una zona no desgastada.

**X** (Ensayo de desgaste): Someter al desgaste el material con partículas de TiB<sub>2</sub>.

**O<sub>2</sub>**(Posprueba del grupo experimental): Medición de la rugosidad del material desgastado con partículas con ayuda del perfilómetro óptico.

**RG<sub>2</sub>**: Grupo control, material base aluminio sin partículas de TiB<sub>2</sub>.

**O<sub>3</sub>**(Preprueba del grupo control): Medición de la rugosidad del material sin partículas con ayuda del perfilómetro óptico en una zona no desgastada.

– (Ensayo de desgaste): Someter al desgaste el material sin partículas cerámicas.

**O<sub>4</sub>**(posprueba del grupo control): Medición de la rugosidad del material desgastado sin partículas con ayuda del perfilómetro óptico.

Con base en el diseño experimental anterior se plantean las siguientes hipótesis:

**H<sub>0</sub>**: No hay diferencia estadísticamente significativa entre la tasa del desgaste medida en ambos materiales.

**H<sub>a</sub>**: Hay diferencia estadísticamente significativa entre la tasa del desgaste medida en ambos materiales.

Debido a que se desconocen las varianzas y las medias poblacionales de los materiales se aplicó la prueba ANOVA para ver el grado de similitud que presentan los materiales desgastados.

Considerando los tratamientos térmicos T4, T6-16h, T6-20h como factores que pueden modificar la resistencia al desgaste se plantea un diseño experimental más general:

$$\begin{matrix} RG_1 & O_1 & X_1 & O_2 \\ RG_2 & O_3 & Y_1 & O_4 \\ RG_3 & O_5 & X_2 & O_6 \\ RG_4 & O_7 & Y_2 & O_8 \\ RG_5 & O_9 & X_3 & O_{10} \\ RG_6 & O_{11} & Y_3 & O_{12} \\ RG_7 & O_{13} & X - & O_{14} \\ RG_8 & O_{15} & Y - & O_{16} \end{matrix}$$

En este caso todas las prepruebas y pospruebas consisten en medir la rugosidad de cada material, las nones corresponden a la rugosidad antes de cada prueba de desgaste mientras que las pares corresponden a la rugosidad posterior a ser desgastadas.

**X<sub>1</sub>**: Someter a desgaste el material con partículas cerámicas al que además se le aplicó un tratamiento térmico T4.

$X_2$ : Someter a desgaste el material con partículas cerámicas al que además se le aplicó un tratamiento térmico T6-16h.

$X_3$ : Someter a desgaste el material con partículas cerámicas al que además de le aplicó un tratamiento térmico T6-20h.

$X$  —: Someter a desgaste el material con partículas cerámicas sin tratamiento térmico

$Y_1$ : Someter a desgaste el material sin partículas cerámicas que además sufrió un tratamiento térmico T4.

$Y_2$ : Someter a desgaste el material sin partículas cerámicas que además sufrió un tratamiento térmico T6-16h.

$Y_3$ : Someter a desgaste el material sin partículas cerámicas que además sufrió un tratamiento térmico T6-20h.

$Y$  —: Someter al desgaste el material sin partículas cerámicas sin tratamiento térmico

Los grupos corresponden a las variables antes mencionadas respectivamente, siendo  $RG_7$  y  $RG_8$  los grupos de control, ya que estos no se les aplicó tratamiento térmico.

**V. Dependiente** (salida observable): Tasa de desgaste al medir la rugosidad.

**V. Modificadas**: Tratamiento térmico aplicado a cada material con y sin partículas cerámicas.

### 3.1.2 Pruebas de dureza

**Diseño con posprueba y grupo de control**: Este fue un diseño experimental comparativo. Con la finalidad de medir la diferencia de dureza entre el material modificado (material con partículas de  $TiB_2$ ) y el no modificado (material sin partículas). Posterior a esta prueba se realizaron pruebas similares a los materiales sometidos a los tratamientos térmicos T4, T6-16h y T6-20h con la finalidad de observar si se nota diferencias significativas en sus respectivas durezas.

Las pruebas de dureza (Figura 3.3) requieren de los siguientes parámetros para cada ensayo:

- Tipo de indentador: Vickers
- Carga normal: 0.5N, 1N, 2N
- Cantidad de indentaciones: 8-12 por carga
- Espacio entre indentaciones: 2mm
- Velocidad de carga: 1 [N/min]
- Velocidad de descarga: 2[N/min]

La Figura 3.3 no representa el ensayo a escala, por lo cual las indentaciones aparentan estar más cerca una de la otra de lo que deberían.

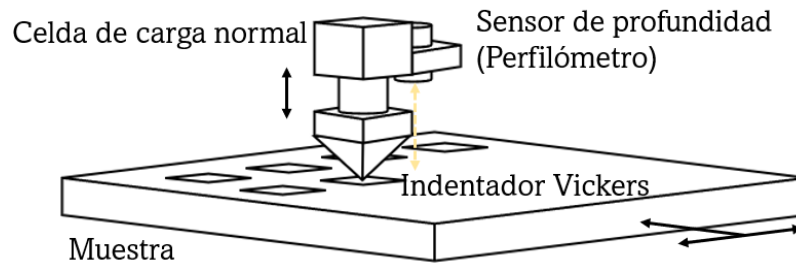


Figura 3.3 Esquema representativo de las pruebas de dureza. La pieza se mueve de izquierda a derecha y hacia enfrente de tal forma que va generando una matriz de  $4 \times 3$  o de  $4 \times 2$  indentaciones. Encima del indentador se tiene una celda de carga que mide la fuerza normal y a lado el sensor de profundidad; con ambos sensores se determinan las curvas carga-profundidad.

Para observar los resultados se emplearon dos distintos métodos:

- Medición de las diagonales en el microscopio óptico (método convencional)
- Caracterización de la curva carga-profundidad. Para este método se debe usar la pluma previamente descrita en los ensayos de rugosidad a una frecuencia de 1000 [Hz] promediando cada 100 datos.

Con base en lo anterior se realiza el siguiente diseño experimental:

$$\begin{array}{l} RG_1 \quad X \quad O_1 \\ RG_2 \quad - \quad O_2 \end{array}$$

**$RG_1$** : Grupo experimental, material base aluminio con partículas cerámicas de  $TiB_2$ .

**$X$**  (Ensayo de indentación): Someter a indentaciones Vickers el material con partículas cerámicas.

**$O_1$** (Posprueba del grupo experimental): Medición de la dureza del material con partículas con ayuda del microscopio óptico y la caracterización de las curvas P-h.

**$RG_2$** : Grupo control, material base aluminio sin partículas cerámicas de  $TiB_2$ .

– (Ensayo de indentación): Someter a indentaciones Vickers el material sin partículas cerámicas.

**$O_2$** (Posprueba del grupo control): Medición de la dureza del material sin partículas con ayuda del microscopio óptico y la caracterización de las curvas P-h.

Con base en el diseño experimental anterior se plantean las siguientes hipótesis:

**$H_0$** : No hay diferencia estadísticamente significativa entre la dureza medida en ambos materiales.

**$H_a$** : Hay diferencia estadísticamente significativa entre la dureza en ambos materiales.

Debido a que se desconocen las varianzas y las medias poblacionales de los materiales se aplicó la prueba ANOVA para ver el grado de similitud que presentan los materiales desgastados.

Considerando los tratamientos térmicos T4, T6-16h y T6-20h como factores que pueden modificar la dureza de los materiales se plantea un diseño experimental más general:

$RG_1$	$X_1$	$O_1$
$RG_2$	$Y_1$	$O_2$
$RG_3$	$X_2$	$O_3$
$RG_4$	$Y_2$	$O_4$
$RG_5$	$X_3$	$O_5$
$RG_6$	$Y_3$	$O_6$
$RG_7$	$X -$	$O_7$
$RG_8$	$Y -$	$O_8$

Aquí todas las pospruebas consisten en medir la dureza de cada material.

$X_1$ : Someter a indentaciones el material con partículas cerámicas que además sufrió un tratamiento térmico T4.

$X_2$ : Someter a indentaciones el material con partículas cerámicas que además sufrió un tratamiento térmico T6-16h.

$X_3$ : Someter a indentaciones el material con partículas cerámicas que además sufrió un tratamiento térmico T6-20h.

$X -$ : Someter a indentaciones el material con partículas cerámicas sin tratamiento térmico

$Y_1$ : Someter a indentaciones el material sin partículas cerámicas que además sufrió un tratamiento térmico T4.

$Y_2$ : Someter a indentaciones el material sin partículas cerámicas que además sufrió un tratamiento térmico T6-16h.

$Y_3$ : Someter a indentaciones el material sin partículas cerámicas que además sufrió un tratamiento térmico T6-20h.

$Y -$ : Someter a indentaciones el material sin partículas cerámicas sin tratamiento térmico

Los grupos corresponden a las variables antes mencionadas respectivamente, siendo  $RG_7$  y  $RG_8$  los grupos de control, ya que a estos no se les aplicó tratamiento térmico.

**V. Dependiente** (salida observable): Dureza de los materiales.

**V. Modificadas**: Tratamiento térmico aplicado a cada material con y sin partículas cerámicas.

### 3.1.3 Observaciones en el microscopio óptico y en el SEM

**Diseño con posprueba y grupo de control:** Este fue un diseño experimental descriptivo. Con la finalidad de describir las diferencias, a nivel microestructural entre el material modificado (material con partículas de  $TiB_2$ ) y el no modificado (Material sin partículas). Posterior a esta prueba se realizaron pruebas similares a los materiales sometidos a los tratamientos térmicos T4, T6-16h y T6-20h para observar (en ambos microscopios) diferencias en el tamaño y tipo de grano.

Para las imágenes ópticas se tienen las siguientes condiciones de uso:

- Tipo de lente: Normal y polarizado
- Aumentos: 50x, 100x, 200x, 400x, 1000x

Para las imágenes en el SEM se tienen las siguientes condiciones de uso:

- Voltaje de aceleración: 10eV y 15 eV
- Tamaño de Spot: 4
- Modos de operación: electrones secundarios y retrodispersados
- Imágenes obtenidas: diferencia en alturas y diferencia en densidades
- Aumentos para la obtención de imágenes: 100x, 200x, 500x, 1000x, 2000x
- Análisis obtenido: Análisis químico, análisis microestructural, análisis superficial

Con base en lo anterior se realiza el siguiente diseño experimental:

$RG_1$	$X_1$	$O_1$
$RG_2$	$Y_1$	$O_2$
$RG_3$	$X_2$	$O_3$
$RG_4$	$Y_2$	$O_4$
$RG_5$	$X_3$	$O_5$
$RG_6$	$Y_3$	$O_6$
$RG_7$	$X -$	$O_7$
$RG_8$	$Y -$	$O_8$

Es un diseño experimental muy parecido al de la comparación de durezas con dos grandes diferencias, en este caso es un diseño experimental que tiende a ser más descriptivo. Además de que no se planea comparar cuantitativamente ninguna característica en un inicio. Posiblemente un análisis más profundo de las imágenes convierta este diseño en cuantitativo. Las salidas observables en este caso es el análisis de las imágenes obtenidas de ambos microscopios para las mismas muestras mencionadas en el diseño de rugosidad y de dureza.

## 3.2 Muestras experimentales

En esta sección se muestra cómo y por qué es que se seleccionaron los materiales empleados para esta investigación, lo cual incluye todo el proceso desde que se fundió la aleación seleccionada hasta que se vertieron, sobre la lingotera, los materiales finales con las sales que se encargaron de formar las partículas de  $TiB_2$  generadas “in situ”. Finalmente se indica cómo se prepararon las metalografías de cada muestra para su posterior caracterización.

El incremento en resistencia del aluminio y sus aleaciones mediante el uso de técnicas de deformación plástica, mediante tratamientos térmicos y con la incorporación de partículas, puede expandir su uso en la industria. Todas estas técnicas se emplean para obtener la microestructura deseada, buenas propiedades mecánicas, físicas y químicas.

### 3.2.1 Obtención de las muestras

Para el desarrollo de este trabajo se han seleccionado dos distintos materiales:  $Al - 4.5Cu - 0.5Mg - 1Sn$  con adición de  $Sn$  (1% en peso) y de  $Mg$  (0.5 % en peso), y otro material que posee las mismas cantidades de  $Al$ ,  $Cu$ ,  $Sn$  y  $Mg$  sólo que además se le agregaron sales para generar partículas de  $TiB_2$  para ver el cambio de comportamiento en resistencia, dureza y desgaste. En esta sección se define detalladamente la forma en cómo se generó el material con la finalidad de que sea reproducible y posteriormente poder hacer más material. También para posteriormente modificar la cantidad de sales o de elementos aleantes y comprender mejor la física y química que está detrás de este tipo de aleaciones.

### 3.2.1.1 Cantidades de los elementos previo a la fundición

Se decidió que el elemento principal de la aleación fuera el aluminio ya que por sí solo posee muy buenas características como la resistencia a la corrosión, buena capacidad de ser deformado plásticamente y baja densidad con respecto a aleaciones ferrosas. El siguiente elemento con mayor cantidad de masa fue el cobre, esto debido a que el cobre a bajas cantidades permite obtener solución sólida con el aluminio. Los siguientes dos elementos fueron Sn y Mg.

La masa total de cada componente se muestra en la siguiente tabla:

Tabla 3.1 Porcentaje en peso de los elementos aleantes del material sin partículas de  $TiB_2$ .

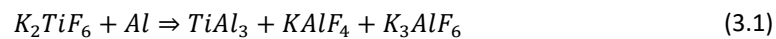
	Al	Cu	Sn	Mg	Total
Porcentajes	94 %	4.5 %	1 %	0.5 %	100 %
Peso	564 g	27 g	6 g	3 g	600 g

Para la obtención de cada cantidad se utilizó una báscula digital con la capacidad de medir hasta decimas de gramos. Los elementos se cortaron con ayuda de un disco de corte para aluminio o materiales base aluminio.

### 3.2.2 Generación de partículas a partir de una reacción in-situ

Para el presente trabajo se incorporaron sales para generar 5% en volumen de partículas de  $TiB_2$ . La metodología de generación de partículas mediante una reacción química es conocida como generación de partículas *in situ*, la cual se ha descrito detalladamente en los trabajos dirigidos por Li [7] y Egizabal [79]. También se ha estudiado el efecto que tienen estas partículas sobre la corrosión como lo muestra Jafari et al [80].

Siguiendo la metodología mostrada por Li [7], las sales que se incorporan son  $K_2TiF_6$  (hexafluorotitanato de potasio) y  $KBF_4$  (tetrafluoroborato de potasio), ambas se añaden a la matriz metálica para generar las partículas de  $TiB_2$  a partir de las siguientes reacciones:



De las ecuaciones anteriores se pueden predecir las cantidades de sales necesarias para un porcentaje de partículas igual al 5% en volumen.

Debido a que se conoce el peso total de material sin partículas el cual es  $m = 600[g]$ , y además se conoce la densidad de la aleación.  $\rho_{AlCu} \approx 2.8 \left[ \frac{g}{cm^3} \right]$ . Entonces se puede obtener el volumen total del lingote:

$$V = \frac{m}{\rho_{AlCu}} \quad (3.4)$$

$$V = \frac{600[g]}{2.8 \left[ \frac{g}{cm^3} \right]} \quad (3.5)$$

$$V = 214.2857143[cm^3] \quad (3.6)$$

Puesto que se quiere agregar el 5% en volumen de las partículas de  $TiB_2$  se encuentra la equivalencia respecto al volumen total con la siguiente expresión:

$$V_{5\%TiB_2} = (214.2857143[cm^3])(0.05) = 10.71428[cm^3] \quad (3.7)$$

Para encontrar la masa del  $TiB_2$  se vuelve a hacer uso de la definición de densidad  $\rho_{TiB_2} = 4.52 \left[ \frac{g}{cm^3} \right]$ :

$$m_{TiB_2} = (V_{5\%TiB_2})(\rho_{TiB_2}) \quad (3.8)$$

$$m_{TiB_2} = (10.71428[cm^3]) \left( 4.52 \left[ \frac{g}{cm^3} \right] \right) = 48.428545[g] \quad (3.9)$$

Los pesos moleculares de las partículas de  $TiB_2$ , las sales  $K_2TiF_6$ ,  $KBF_4$  y el  $AlCu$  son los siguientes:

$$TiB_2 = 69.49 \left[ \frac{g}{mol} \right] \quad (3.10)$$

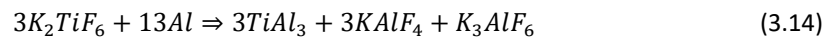
$$K_2TiF_6 = 240 \left[ \frac{g}{mol} \right] \quad (3.11)$$

$$KBF_4 = 126 \left[ \frac{g}{mol} \right] \quad (3.12)$$

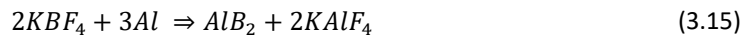
$$AlCu = 26.98 \left[ \frac{g}{mol} \right] \quad (3.13)$$

Para saber la cantidad de sales que se deben utilizar, primero se debe hacer un balance de ecuaciones:

La ecuación (3.1) se balancea como sigue:



La ecuación (3.2) se balancea como sigue:



De las dos ecuaciones anteriores y de la ecuación (3.3) se puede observar que la relación del hexafluorotitanato de potasio ( $K_2TiF_6$ ) con  $TiAl_3$  es una relación 3:3 ó 1:1. Mientras que la relación del



tetrafluoroborato de potasio ( $KBF_4$ ) con  $AlB_2$  es una relación 2:1 por lo cual se necesita el doble de moles de esta sal para tener la masa deseada.

Los moles deseados de las partículas son:

$$MolTiB_2 = \frac{m_{TiB_2}}{Peso_{TiB_2}} = \frac{48.428545[g]}{69.49 \left[ \frac{g}{mol} \right]} \approx 0.697 mol \quad (3.16)$$

Los moles del hexafluorotitanato de potasio ( $K_2TiF_6$ ) debido a que tiene una relación 1:1 con las partículas que se desean generar son:

$$MolK_2TiF_6 = 1 \times 0.697 mol = 0.697 mol \quad (3.17)$$

Los moles del tetrafluoroborato de potasio ( $KBF_4$ ) debido a que tiene una relación 2:1 con las partículas que se desean generar son:

$$MolKBF_4 = 2 \times 0.697 mol = 1.394 mol \quad (3.18)$$

Finalmente, para encontrar las masas necesarias de las sales se multiplica la cantidad de moles por el peso molecular de cada una de ellas:

$$m_{K_2TiF_6} = 0.697 mol \times 240 \left[ \frac{g}{mol} \right] = 167.28 g \quad (3.19)$$

$$m_{KBF_4} = 1.394 mol \times 126 \left[ \frac{g}{mol} \right] = 175.647 g \quad (3.20)$$

Con estas masas se tiene la siguiente tabla, la cual nos indica los pesos y sus respectivos porcentajes del material con partículas hechas in situ:

*Tabla 3.2 Porcentajes de los elementos de la aleación principal junto con el porcentaje de las partículas hechas in situ.*

	<i>Al</i>	<i>Cu</i>	<i>Sn</i>	<i>Mg</i>	<i>TiB<sub>2</sub></i>	<b>Total</b>
<b>Porcentajes</b>	86.98 %	4.16 %	0.92 %	0.46 %	7.47%	100 %
<b>Peso</b>	564 g	27 g	6 g	3 g	48.4285 g	648.4285 g

De la tabla anterior se puede observar que después de agregar el 5% en volumen de partículas de  $TiB_2$  del lingote inicial, las partículas hechas "in situ" terminan con un volumen del 7.47% del lingote final.

### 3.2.2.1 Fundición

Las curvas de enfriamiento nos muestran la tasa con la cual se va solidificando el material, es decir que nos indica cómo va variando la temperatura respecto al tiempo.

En particular, las partículas cerámicas de  $TiB_2$  son insolubles en aluminio y no reaccionan químicamente con él, pero se ha observado que algunas características de solidificación se ven afectadas por la adición de estas: los eventos de solidificación comienzan antes debido al menor subenfriamiento necesario ya que las partículas actúan como puntos de nucleación y se reduce el tiempo de solidificación.

Esos fenómenos de solidificación también se han observado en otros tipos de sistemas del tipo compuestos de matriz metálica (MMC), como son los compuestos de  $SiC$ . Youssef y colaboradores [81] observaron una reducción tanto en el calor latente así como en el tiempo de solidificación de los MMC con partículas de  $TiB_2$ .

De los trabajos de Youssef y Egizabal [81],[79] se resaltan los siguientes puntos:

- Las partículas de  $TiB_2$  acortan los tiempos de solidificación hasta en un 30% para las aleaciones de  $Al - Cu$ , ya que participan en la de nucleación de los granos de aluminio y en la precipitación de las fases intermetálicas.
- Los eventos de solidificación comienzan antes y a mayor temperatura. Este efecto está relacionado con el menor subenfriamiento necesario debido a la presencia de las partículas.

En cuanto a las características microestructurales, lo que se ha observado en ambas investigaciones [81], [79] es lo siguiente:

- Los tamaños de grano de las aleaciones  $Al - Cu$  disminuyen debido al efecto de las partículas de  $TiB_2$ , donde se han obtenido valores inferiores a  $200 \mu m$ .
- Las partículas de  $TiB_2$  desempeñan un papel importante en la selección y la forma de las fases precipitadas. Esto es particularmente importante con las fases  $Al_2Cu$ .
- La presencia de las partículas de  $TiB_2$  conduce a la generación de pequeños precipitados de  $Al_2Cu$  en la aleación que se unen al  $TiB_2$ .

Para llevar a cabo la fundición se requirieron varios equipos operando al mismo tiempo los cuales se enlistan a continuación:

- Horno de fundición
- Tanque de Argón
- Mezclador (motorizado), de fabricación propia.

Además, se utilizaron distintos objetos necesarios para llevar a cabo la fundición:

- Lingotera
- Crisol
- Carbón diluido
- Cuchara cubierta de carbón
- Guantes
- Batas
- Lentes protectores
- Vasos de precipitado
- Pinzas (tanto para crisol como para los vasos de precipitado)
- Tabiques

Los pasos que se llevaron a cabo para realizar la fundición fueron los siguientes:

1. Precalear los hornos a una temperatura de  $900^{\circ}C$  para la fundición y a  $300^{\circ}C$  para precalentar las sales.
2. Ingresar al horno de  $300^{\circ}C$  el  $K_2TiF_6$  (Fluorotitanato de potasio) y el  $KBF_4$  (fluoroborato de potasio); ambos en un mismo vaso de precipitado. Aprox 60 mins.
3. Ingresar al horno de  $900^{\circ}C$  el  $Al$ ,  $Cu$  y  $Mg$  con el fin de fundir dichos elementos; todo dentro del crisol. Aprox 60 mins.

4. Mientras los elementos se encontraban fundiéndose se colocaron los termopares dentro de la lingotera. Se bañó el mezclador y la punta del tanque de Argón con el carbón diluido y se calentaron un poco para que solidificara.
5. Una vez fundido el material se sacó del horno, se le agregó Sn y se inyectó Argón durante un tiempo aproximado de 15 s.
6. A la fundición en la cual se pretendió generar las partículas de  $TiB_2$  se le agregaron las sales previamente calentadas, se agitó para homogeneizar la mezcla y se regresó al horno durante un lapso de 1 hora aproximadamente. A la fundición sin partículas únicamente se agitó para homogeneizar la mezcla, así como evitar el crecimiento dendrítico y se regresó al horno durante aproximadamente 1 hora.
7. Al terminar el proceso del horno se sacó cada material, se le quitó la escoria que pudo haber quedado con ayuda de la cuchara cubierta de carbón y se vertió sobre la lingotera, se grabó todo el proceso con la cámara termográfica. Durante la fundición se tomaron las curvas de enfriamiento tanto en la parte central, así como en las esquinas de los lingotes.

### 3.2.2.2 Tratamientos térmicos posteriores a la fundición

Una de las principales razones por las que se hizo la selección de materiales, fue debido a que la combinación de todos ellos se presta para aplicar distintos tratamientos térmicos muy bien estudiados en la literatura. Debido al proceso de precipitación mencionado en el marco teórico, en el presente trabajo se seleccionó una aleación la cual tuviera como componente principal aluminio y un porcentaje significativo de cobre debido a que después de algunos tratamientos térmicos se pueden mejorar significativamente propiedades como son: el esfuerzo de fluencia, la dureza e incluso la resistencia al desgaste. Esto debido a que se pueden formar precipitados, los cuales funcional como obstáculos para el libre movimiento de dislocaciones.

Posterior a las fundiciones hubo 3 distintos tratamientos térmicos, un tratamiento T4, otro tratamiento T6 con un periodo de envejecimiento artificial de 16 horas (T6-16) y otro tratamiento T6 con un periodo de envejecimiento artificial de 20 horas (T6-20).

Para obtener cada material al cual se le aplicaron distintos tratamientos térmicos se seleccionaron y cortaron pequeñas muestras de ambos lingotes provenientes del lingote de fundición.

A continuación, se enlistan los pasos que se llevaron a cabo para los tratamientos térmicos T4, T6-16 horas y T6-20 horas:

1. Precalentar el horno a una temperatura de  $500^{\circ}C$ .
2. Colocar las tres muestras durante un periodo de 120 minutos.
3. Sacar las muestras e inmediatamente enfriarlas en agua, de tal manera que sufran un cambio súbito en la temperatura.
4. Hasta ese momento el material ha sido sujeto a un tratamiento térmico T4, por lo cual se retira una de las probetas.
5. Posteriormente se lleva el horno a una temperatura de  $150^{\circ}C$ .
6. Se colocan ambas muestras a las cuales se les aplicará el tratamiento térmico T6.
7. La muestra que sufrirá un envejecimiento artificial T6-16 se saca del horno a  $150^{\circ}C$  después de 16 horas mientras que la T6-20 se saca después de 20 horas. Ambas se dejan enfriar en aire a temperatura ambiente.

### 3.2.3 Metalografías

#### 3.2.3.1 Obtención de las muestras metalográficas

Una vez concluido con los tratamientos térmicos se separó cada material dependiendo de las distintas condiciones térmicas a las cuales fueron sometidas, además de si contenía o no partículas cerámicas.

En la siguiente tabla se muestra las distintas condiciones que se tiene para cada material, así como la nomenclatura que se le aplicó para su caracterización:

	Sin Tratamiento Térmico	Con Tratamiento Térmico T4	Con Tratamiento Térmico T6-16	Con Tratamiento Térmico T6-20
<b>Con partículas</b>	P-STT	P-T4	P-T6-16	P-T6-20
<b>Sin partículas</b>	SP-STT	SP-T4	SP-T6-16	SP-T6-20

Material usado para el montaje metalográfico:

1. Se requieren lijas con partículas de carburo de silicio grado 240, 360, 600, 1000, 1200, 1500 y 2500. Se utiliza además una pulidora MetaServ® 250, y agua corriente.
2. Desmoldante para la superficie interior de un molde para resina.
3. Mezcla de 4 partes de resina epóxica Buehler® con una parte de endurecedor.
4. Suspensión de diamante de 3µm y 1 µm, además de líquido lubricante y sílica de 0.3µm.

Pasos para la preparación metalográfica:

1. Se preparó el montaje de las muestras colocando desmoldante sobre los porta-muestras.
2. Se colocaron las muestras al fondo de cada porta-muestras.
3. Las 8 muestras fueron montadas en resina epóxica preparada previamente, la cual solidifica en un periodo aproximado de 6 horas.
4. Después de solidificar se desmontó cada una de las muestras y se marcó con la nomenclatura previamente descrita.
5. Se comenzaron a lijar comenzando desde la lija convencional más gruesa (#120) hasta una la más fina (#1200), aplicando en cada uno de los pasos suficiente agua.
6. Después de las lijas convencionales se empezaron a aplicar lijas propias de metalografía pasando de la más gruesa (#800/#1200) a las más fina (#1200/#2400).
7. El último paso metalográfico fue pulir las muestras pasando por paños con suspensión de diamante de 3µm, 1µm y sílica coloidal de 0.3 µm.
8. Posterior al pulido se lavó cada muestra con abundante agua y jabón utilizando pañuelos con el fin de eliminar cualquier residuo que se hubiera adherido.

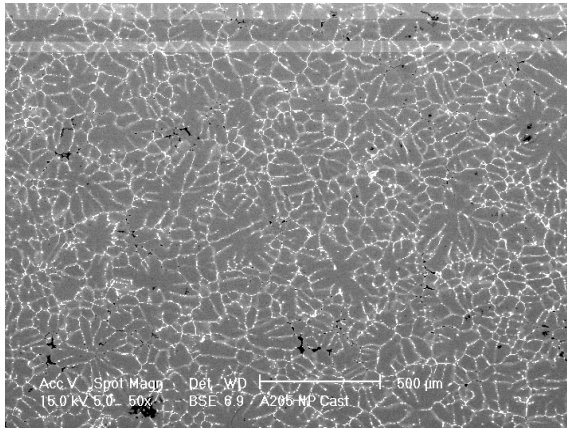
## 4 Resultados y su análisis

A continuación, se da la descripción de algunas características relevantes en las metalografías y se hace un análisis del tamaño de grano. Además, se realiza el análisis de dureza y se presenta el comportamiento tribológico, lo que incluye gráficos de fricción, mediciones de huella de desgaste y mediciones de rugosidad.

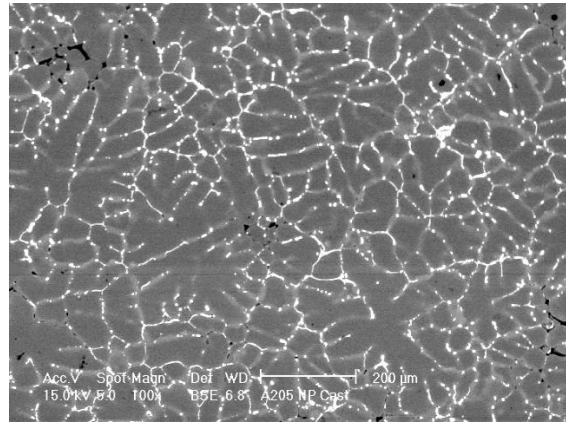
### 4.1 Imágenes de microscopía electrónica de barrido y óptica

Para poder observar los cambios microestructurales que se fueron dando por efecto de aplicar los tratamientos térmicos se muestran algunas metalografías representativas. En las imágenes de la Figura 4.1, obtenidas en el SEM, el inciso “a” y el inciso “b” muestran la estructura característica de materiales provenientes de fundición (conocida como estructura dendrítica), observando las imágenes es claro que los granos no son homogéneos y es difícil percibir entre las dendritas.

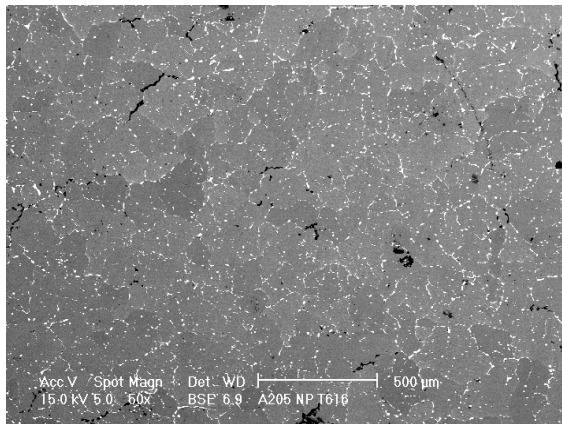
a) Metalografía del material SP-STT a 50x (BSE)



b) Metalografía del material SP-STT a 100x (BSE)



c) Metalografía del material SP-T6-16 a 50x (BSE)



d) Metalografía del material SP-T6-16 a 100x (BSE)

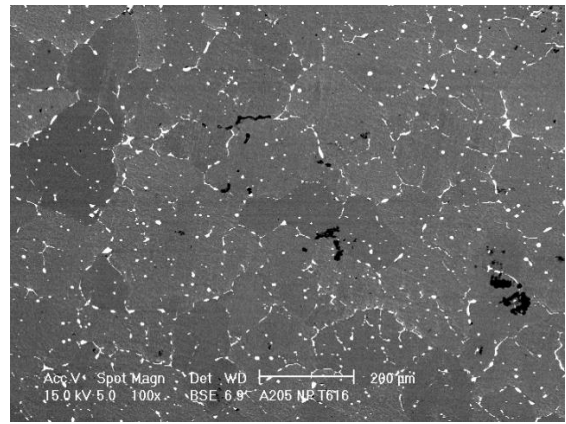
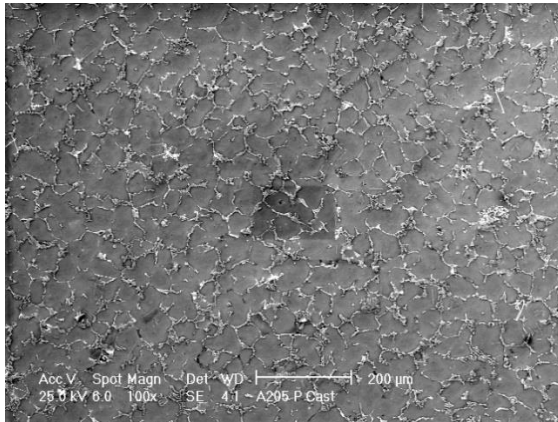


Figura 4.1 Microestructura de: a) material sin partículas cerámicas proveniente de fundición observado mediante SEM con electrones retrodispersados a 50x, b) material de fundición sin partículas observado con electrones retrodispersados a 100x, c) material sin partículas y sujeto al tratamiento térmico T6-16 observado con electrones retrodispersados a 50x y d) material sin partículas sujeto al tratamiento T6-16 observado a 100x con electrones retrodispersados.

Los incisos “c” y “d” de la Figura 4.1 muestran una estructura más homogénea por efecto del tratamiento térmico T6-16 que se le aplicó al material sin partículas. Los límites de grano no están completamente definidos, sin embargo, es más fácil visualizar cada grano. La estructura del material sin partículas es más uniforme después del tratamiento térmico.

Un cambio radical ocurre en la microestructura del material por efecto de las partículas cerámicas, en la Figura 4.2 el inciso “a” muestra la metalografía obtenida en el SEM mediante electrones secundarios, que son sensibles a las variaciones topográficas, en la cual se resaltan (aunque no de manera tan evidente) los límites de grano. En el inciso “b” se observa una metalografía donde resaltan más los límites de grano, esto se debe principalmente a que se obtuvo la imagen con electrones retrodispersados, los cuales no son tan sensibles a la topografía sino más bien a la composición y densidad de cada elemento que se tiene en el material. Las zonas blancas en el inciso “b” nos indica que los elementos con mayor densidad, dentro de la aleación, segregaron hacia los límites de grano. Puesto que el principal elemento aleante fue el cobre y además es casi tres veces superior, en densidad, al aluminio, se esperaría que la mayor cantidad de cobre se encuentre en esta zona. El titanio y el estaño también son elementos más densos que el aluminio por lo que también se esperaría que segreguen a los límites de grano.

a) Metalografía del material P-STT a 100x SE



b) Metalografía del material P-STT a 100x BSE

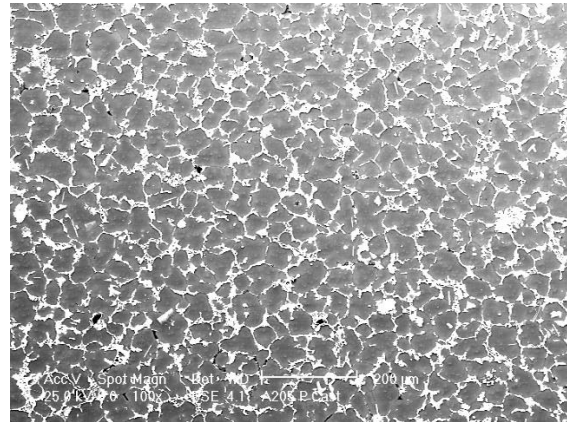
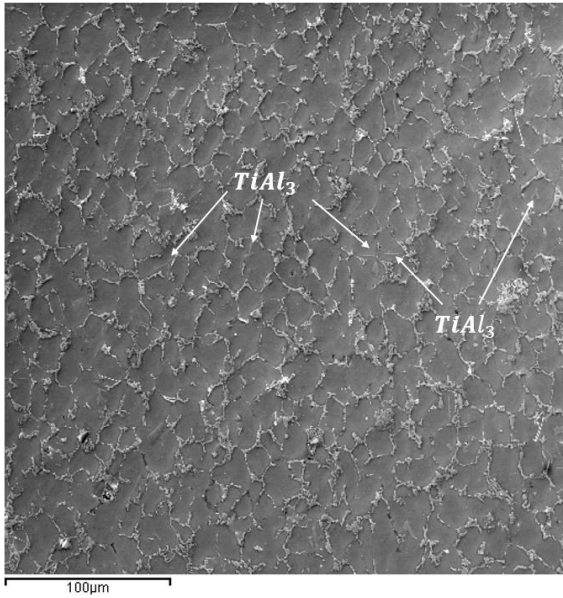


Figura 4.2 Microestructura del material con partículas y sin tratamiento térmico, la imagen de “a” se obtuvo con electrones secundarios a 100x y la imagen “b” se obtuvo con electrones retrodispersados a los mismos aumentos.

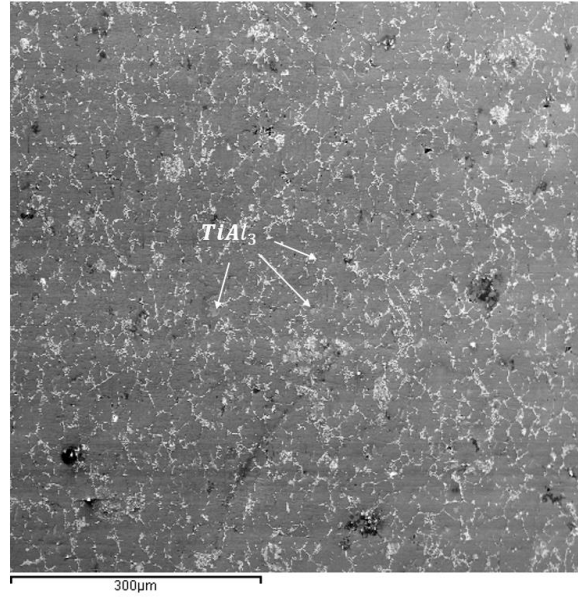
De las ecuaciones (3.1),(3.2 y (3.3) se observa que previo a la generación de las partículas cerámicas  $TiB_2$ , se deben generar dos intermetálicos,  $AlB_2$  y  $TiAl_3$ . El intermetálico  $TiAl_3$  se presenta desde la fundición y es posible observarlo en las metalografías del SEM para los materiales: P-STT inciso “a” de la Figura 4.3, P-T4 inciso “b”, P-T6-16 inciso “c” y P-T6-20 inciso “d”.



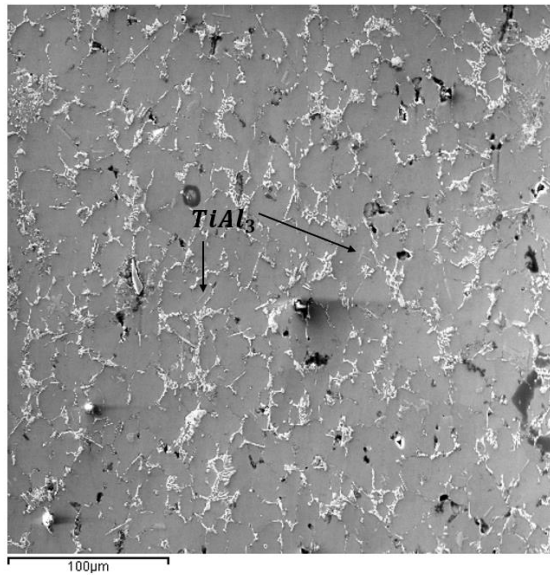
a) Metalografía: P-STT (SE)



b) Metalografía: P-T4 (SE)



c) Metalografía: P-T616 (SE)



d) Metalografía: P-T620 (SE)

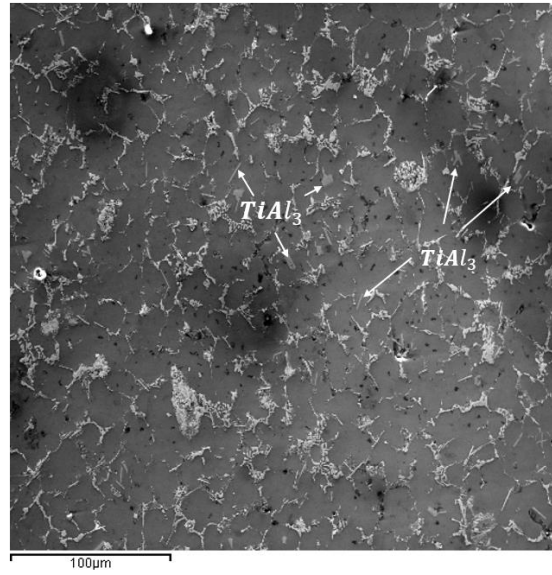


Figura 4.3 Microestructura de los materiales con partículas con las condiciones: inciso "a" directo de fundición, "b" con tratamiento térmico T4, "c" con tratamiento térmico T6-16 y "d" con tratamiento térmico T6-20. En todas las muestras se observa el intermetálico  $TiAl_3$  con un tamaño significativo.

Es posible observar el mismo intermetálico ( $TiAl_3$ ) con microscopía óptica como se muestra en la Figura 4.4. Se muestra el material P-T6-20 a 500x.

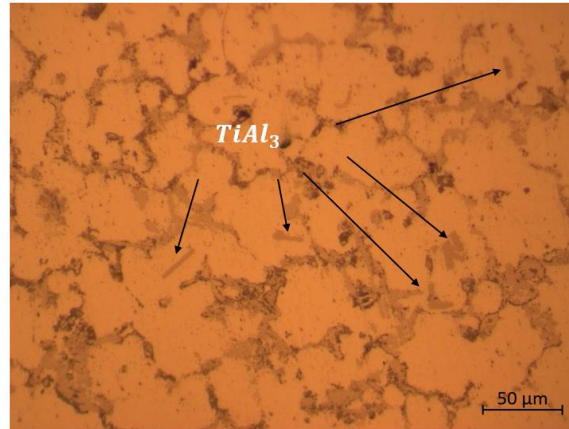


Figura 4.4 Metalografías que muestran la presencia de los precipitados  $TiAl_3$  generados en el material con partículas. Las imágenes corresponden al material sujeto al tratamiento térmico T6-20.

Resultado de la reacción química entre  $AlB_2$  y  $TiAl_3$ , se generaron las partículas cerámicas  $TiB_2$ , las cuales, por su tamaño y dispersión, son capaces de activar el mecanismo de Orowan y endurecer el material. Las partículas poseen tamaños menores a  $2\mu m$  como se observa en la Figura 4.5 y no tiene formas alargadas como en el caso de los intermetálicos. Se observó que las partículas segregan cerca de los límites de grano, haciendo que los mecanismos de endurecimiento no se presenten de manera homogénea a lo largo de toda la matriz.

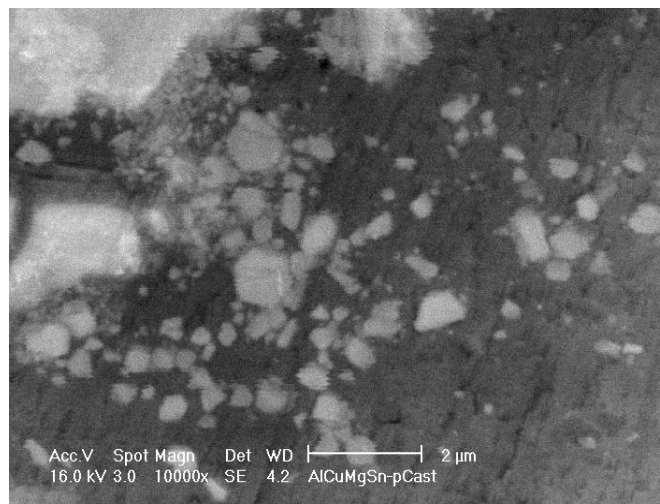


Figura 4.5 Partículas cerámicas de  $TiB_2$  tomada en el SEM. Debido a su tamaño se debió hacer una magnificación de 10000x, La imagen se tomó con electrones secundarios (SE).

## 4.2 Mediciones de dureza

En esta sección se muestran los valores de dureza obtenidos a partir de dos distintas metodologías, la obtención de las durezas a partir de las curvas características P-h de la micro-indentación instrumentada y la obtención de durezas mediante la medición de las diagonales de las huellas.



### 4.2.1 Durezas obtenidas a partir de la curva P-h

Para una mayor claridad en la ejecución del ensayo de indentación se llevaron a cabo pruebas con tres diferentes niveles de carga: 0.5 N, 1 N y 2 N. La elección de estos valores se basó en que eran idóneas para el rango de micro-indentación.

En la Tabla 4.1 se presentan los datos de las durezas obtenidas mediante las curvas P-h, el método de obtención y caracterización de dicha curva se describió en el apartado de antecedentes, por lo que en esta sección sólo se presentan los resultados. Se realizaron 6 mediciones de dureza por cada muestra.

Tabla 4.1 Acomodo de datos de dureza obtenidos mediante la caracterización de la curva P-h. Se acomodaron de esa forma los datos para realizar la prueba ANOVA y ver si existía diferencia significativa en los datos, por efecto de la carga de indentación, del tratamiento completo que sufrió cada material y de la combinación de ambos factores.

	SP-STT	P-STT	SP-T4	P-T4	SP-T6-16	P-T6-16	SP-T6-20	P-T6-20
<b>0.5 N</b>	48.93±8.90	72.23±15.19	41.04±8.15	71.27±13.69	69.95±22.62	172.94±32.93	66.40±13.09	212.73±52.81
<b>1 N</b>	36.98±8.99	59.32±11.74	44.76±2.63	91.51±7.08	65.77±19.69	249.30 ±53.25	67.15±9.58	163.32±27.37
<b>2 N</b>	31.20±4.82	63.71±5.24	36.17±3.12	77.42±5.49	52.82±5.33	227.87±41.50	62.85±10.83	211.73±32.51

Una forma de visualizar cómo varían las durezas obtenidas dependiendo de la carga aplicada es con ayuda de gráficas de desviaciones estándar, como se muestra en la Figura 4.6. En la gráfica "a" se muestran las durezas de los materiales que no poseen partículas, con sus respectivos tratamientos térmicos. En la gráfica "b" se muestran las durezas de los materiales que sí poseen partículas, con sus respectivos tratamientos térmicos. Normalmente cuando los valores medios están tan distantes que las desviaciones estándar no se logran empalmar, al realizar pruebas estadísticas, dichos valores rechazan las hipótesis nulas.

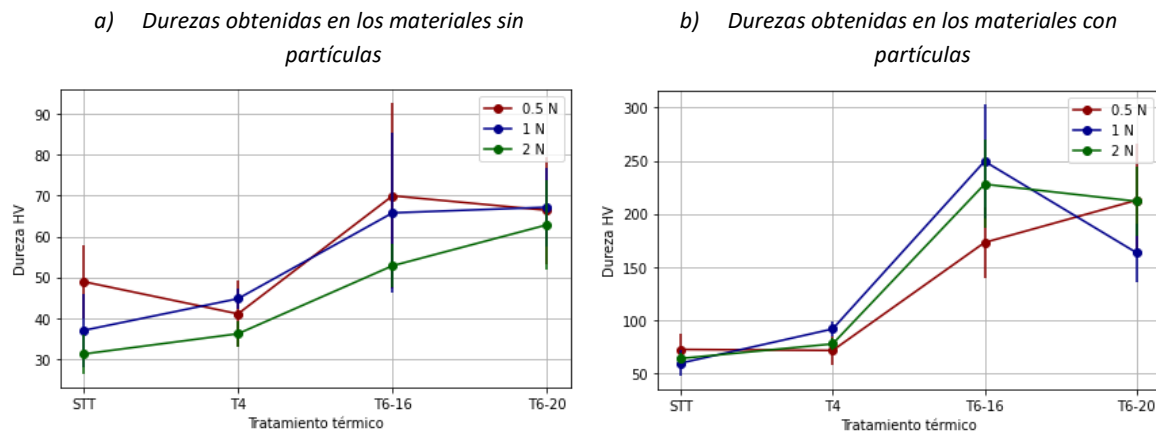


Figura 4.6 Comparación gráfica de cómo varían las durezas dependiendo de la carga de indentación.

Para realizar las pruebas ANOVA, se presentan tres hipótesis nulas. La primera considera que, para cada material, el valor medio de sus durezas es el mismo independientemente de la carga con que fue obtenido.

$$H_{01}: \mu_{0.5N} = \mu_{1N} = \mu_{2N} \quad (4.1)$$

Mientras que la hipótesis alternativa considera que puede darse al menos una de las siguientes condiciones:

$$H_a: \mu_{0.5N} \neq \mu_{1N} \tag{4.2}$$

$$H_a: \mu_{0.5N} \neq \mu_{2N} \tag{4.3}$$

$$H_a: \mu_{1N} \neq \mu_{2N} \tag{4.4}$$

La segunda hipótesis nula considera que la dureza del material no va a cambiar por efecto del tratamiento térmico o si se le incorporaron partículas a lo largo de todo el proceso. Esta se puede denotar por:

$$H_{02}: \mu_{P-STT} = \mu_{P-T4} = \mu_{P-T6-16} = \mu_{P-T6-20} = \mu_{SP-STT} = \mu_{SP-T4} = \mu_{SP-T6-16} = \mu_{SP-T6-20} \tag{4.5}$$

Incumplir cualquiera de las igualdades anteriores refutaría la hipótesis nula, obteniendo que se presentan diferencias significativas por efecto de todos los procesos que se les dio a los materiales. Finalmente, la última hipótesis nula considera que no se presentan diferencias significativas por la combinación de los dos factores (por las cargas aplicadas y por el tratamiento al que se sometió el material).

En la Tabla 4.2 se muestran los resultados de aplicar la prueba ANOVA. Los valores de F crítico (Valor de Fisher crítico), valor P (Probabilidad de que los eventos sean los mismos, con  $P > 0.05$ ) y valor F (Valor de Fisher) son los valores más relevantes del análisis de varianza. El valor “*df*” que es igual a  $(N - k)$  nos indica la cantidad de experimentos ( $N = 6 \times 3 \times 8 = 144$ ) menos los grados de libertad ( $k = 6 \times 3 = 24$ , 3 puesto que se estarán comparando las cargas 1N, 2N y 3N y 6 debido a que se tienen 6 experimentos por cada carga). El valor de confianza  $\alpha$ , generalmente se considera 0.05 en el ANOVA.

Tabla 4.2 Prueba ANOVA para comprobar si existe diferencia significativa en las durezas (obtenidas mediante la curva P-h) dependiendo la carga de indentación.

ANOVA						
Fuente de Variación	SS	df	MS	F	Valor-P	F crítico
Carga de indentación	196.6096134	2	98.30480668	0.189105468	0.827945386	3.071779405
Tipo de tratamiento	613875.043	7	87696.43471	168.6985195	5.59929E-59	2.086770278
Interacción	32021.78497	14	2287.270355	4.399940817	2.71391E-06	1.775030638
Error experimental	62380.93966	120	519.8411638			
Total	708474.3772	143				

Como resultado de aplicar la prueba ANOVA a cada material para ver cuáles eran las fuentes de variación que influía en los resultados se observó lo siguiente: En general, la carga de indentación (al tener  $F < F \text{ crítico}$ ) no está provocando diferencia significativa en el resultado de los datos. El tipo de tratamiento que poseen los materiales (Si poseen o no partículas y el tratamiento térmico) si están afectando de forma significativa el resultado de los valores de dureza y la combinación entre ambas también está afectando de forma significativa. También se puede observar que cuando P es mayor a  $\alpha = 0.05$  no hay diferencia significativa y viceversa.

Lo anterior nos reduce el análisis debido a que los datos que satisfacen la hipótesis nula se pueden conjuntar, sin embargo, a aquellos materiales que no cumplen con la hipótesis nula se les aplica la prueba de Tukey para buscar cuáles cargas están afectando de forma significativa a los datos y extraerlas del análisis.

La prueba de Tukey se da a partir de la siguiente ecuación:

$$T = q_{\alpha} \times \sqrt{\frac{CME}{r}} \quad (4.6)$$

Donde:

$q_{\alpha}$ : Es un valor que se obtiene de tablas con ayuda de los grados de libertad  $k$  (3 para este caso) y “ $df$ ”.

$CME$ : Error medio cuadrático

$r$ : Es el número de experimentos que se tienen en cada uno de los grupos  $r=6$ .

Finalmente se calcula el valor absoluto de las diferencias entre las medias, si dicha diferencia es mayor al valor  $T$ , entonces se tiene que esos experimentos presentan diferencia significativa, en el caso de que la diferencia sea menor a  $T$  nos indica que los experimentos no poseen una diferencia significativa.

En la Tabla 4.3 se muestran los valores de la prueba de Tukey obtenidos para la diferencia de todas las medias. En esta tabla se puede observar en color verde aquellas medias que no poseen diferencias significativas y en rojo aquellos que sí poseen diferencias significativas.

*Tabla 4.3 Valores obtenidos en la prueba de Tukey para ver qué condiciones de carga representaban diferencia significativa posterior al análisis ANOVA. Los valores en rojo son aquellos que no se satisface la hipótesis nula. Los valores que están en verde nos indica que sí satisfacen la hipótesis nula, ya que la diferencia de sus medias es menor al valor  $T$ .*

	SP-STT	P-STT	SP-T4	P-T4	SP-T6-16	P-T6-16	SP-T6-20	P-T6-20
$ \mu_{0.5N} - \mu_{1N} $	11.9447	12.9117	3.7276	20.2438	4.1843	76.3574	0.75	49.4079
$ \mu_{0.5N} - \mu_{1N} $	17.7273	8.5144	4.8696	6.1554	17.134	54.9251	3.5427	0.9978
$ \mu_{1N} - \mu_{2N} $	5.7827	4.3973	8.5972	14.0884	12.9497	21.4324	4.2927	48.4102

Para proceder al siguiente análisis donde se compara cómo varía la dureza respecto al tipo de material, se optó por tomar aquellos pares de cargas que tengan la menor diferencia entre sus medias y, por tanto, no invalidan la hipótesis nula. Es decir, para el material  $P - T6 - 16$  se tomaron las muestras de 1N y 2N, y para el material  $P - T6 - 20$  se tomaron las muestras de 0.5N y 1N. De cada material se tomó un total de 12 mediciones y en la Tabla 4.4 se muestra su media y desviación estándar. Se realizó la segunda prueba ANOVA con el objetivo de ver si los tratamientos térmicos, así como las partículas influían en la dureza de estos.

*Tabla 4.4 Mediciones filtradas para realizar el análisis ANOVA con el objetivo de ver si el tratamiento o la presencia de partículas impactaba de forma significativa en la dureza del material.*

	STT	T4	T6-16	T6-20
P	64.009 ± 6.180	80.528 ± 7.350	238.586 ± 46.873	212.231 ± 41.816
SP	37.803 ± 6.433	40.644 ± 3.683	61.450 ± 11.882	65.394 ± 7.236

En la Tabla 4.4 se observan los dos factores (distintos tratamientos térmicos y si poseían o no partículas) a los cuales se sometieron los materiales, las hipótesis nulas de la prueba ANOVA son las siguientes:

$$H_{01}: \mu_P = \mu_{SP} \tag{4.7}$$

$$H_{02}: \mu_{STT} = \mu_{T4} = \mu_{T6-16} = \mu_{T6-20} \tag{4.8}$$

$$H_{03}: \mu_{P-STT} = \mu_{P-T4} = \mu_{P-T6-16} = \mu_{P-T6-20} = \mu_{SP-STT} = \mu_{SP-T4} = \mu_{SP-T6-16} = \mu_{SP-T6-20} \tag{4.9}$$

Las hipótesis alternativas nos indican que cualquiera de las igualdades anteriores no se cumple. En la Tabla 4.5 en el apartado ANOVA se puede observar que el valor F es mucho mayor que el valor F crítico, lo cual nos indica que definitivamente se rechazan todas las hipótesis nulas, es decir que existen varios pares de materiales que poseen diferencia significativa en sus durezas por efecto del tratamiento térmico, por efecto de si poseen o no partículas, y también por la combinación de ambos factores, siendo la presencia de las partículas el factor más relevante.

Tabla 4.5 Resumen de la prueba ANOVA aplicada a todos los tratamientos, con el objetivo de verificar si las durezas obtenidas se ven afectadas por el tipo de material y tratamiento térmico al cuál se sometieron.

ANOVA						
Fuente de Variación	SS	df	MS	F	Valor-P	F crítico
Efecto de las partículas	228223.5568	1	228223.5568	425.9494857	1.7579E-35	3.949321007
Efecto del tratamiento térmico	191324.8139	3	63774.93796	119.0275991	7.19524E-31	2.708186474
Efecto de ambos factores	103071.6654	3	34357.22179	64.12327087	4.5218E-22	2.708186474
Error experimental	47150.3633	88	535.7995829			
Total	569770.3993	95				

#### 4.2.2 Durezas obtenidas a partir de la medición de diagonales

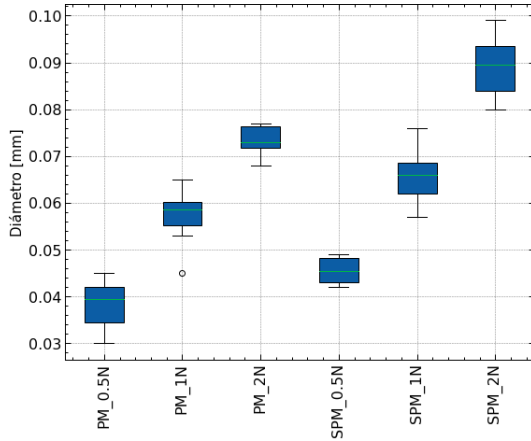
Los métodos convencionales con los cuales se suele medir la dureza consisten en penetrar al material y posteriormente medir el tamaño que dejó la huella de indentación. Con ayuda de estas huellas y los cálculos necesarios se puede obtener el valor de dureza del material.

En la Figura 4.7 y la Figura 4.8 se ilustran, en los incisos a y c, cómo varían las diagonales de la indentación a medida que se aumenta la carga de indentación para todos los materiales, mientras que en el lado derecho, en los incisos b y d, se presentan las mediciones de dureza obtenidas mediante microscopía óptica para las tres cargas (0.5N, 1N y 2N). Era de esperarse que, para cargas más pequeñas, el diámetro de indentación fuera menor. No obstante, se observan dos aspectos interesantes. En primer lugar, la dispersión de los datos en el caso de los diámetros de indentación es considerablemente menor en comparación a los datos de dureza. En segundo lugar, se observa que, para indentaciones de 0.5 N, la dispersión de los datos de dureza es bastante alta en la mayoría de los materiales. Esto podría deberse a la posible falta de homogeneidad en la distribución de partículas, que se hace más evidente a bajas cargas, o también a la posibilidad de que cuanto más pequeña sea la huella, exista una mayor probabilidad de error al medir las diagonales necesarias para calcular la dureza.

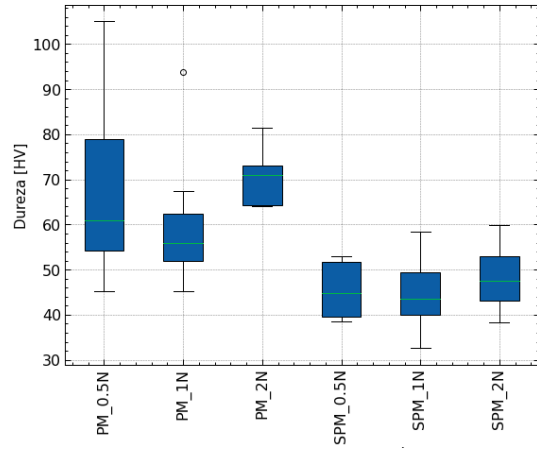
Por último, se destaca que las medias de los datos observados en el material con partículas no están tan próximas en el caso de las muestras de fundición y las muestras con T4. Es evidente que en todos los

materiales sin partículas se observa una tendencia hacia una mayor homogeneidad en las durezas, con una media más centrada.

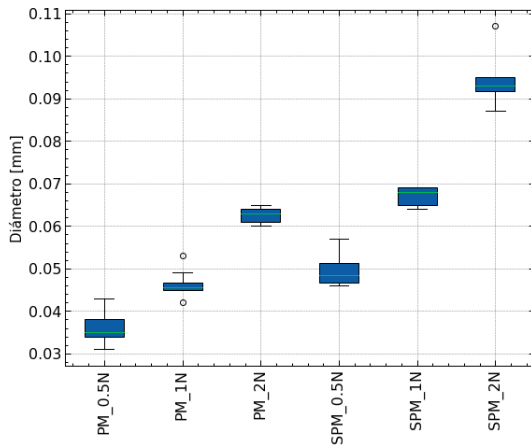
c) Comparación de diámetros para las muestras de fundición



d) Comparación de durezas para las muestras de fundición



e) Comparación de diámetros para las muestras con tratamiento térmico T4



f) Comparación de durezas para las muestras con tratamiento térmico T4

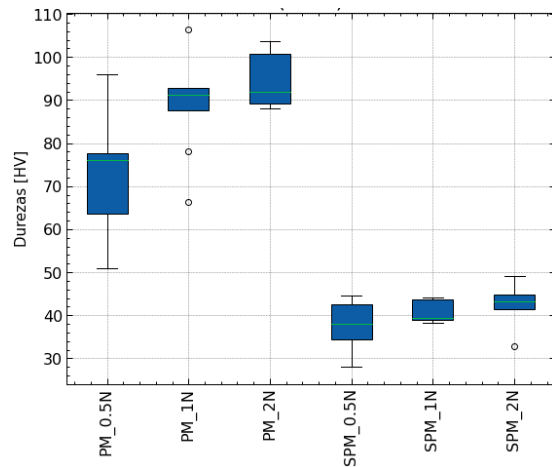


Figura 4.7 Diagramas de cajas que nos representan: a) las medias de los diámetros previos a las mediciones de dureza para el material sin tratamiento térmico, b) las medias de las durezas en el material sin tratamiento térmico, mediante el método convencional, c) las medias de los diámetros previos a las mediciones de dureza para el material con tratamiento térmico T4 y d) las medias de las durezas en el material con tratamiento térmico T4.

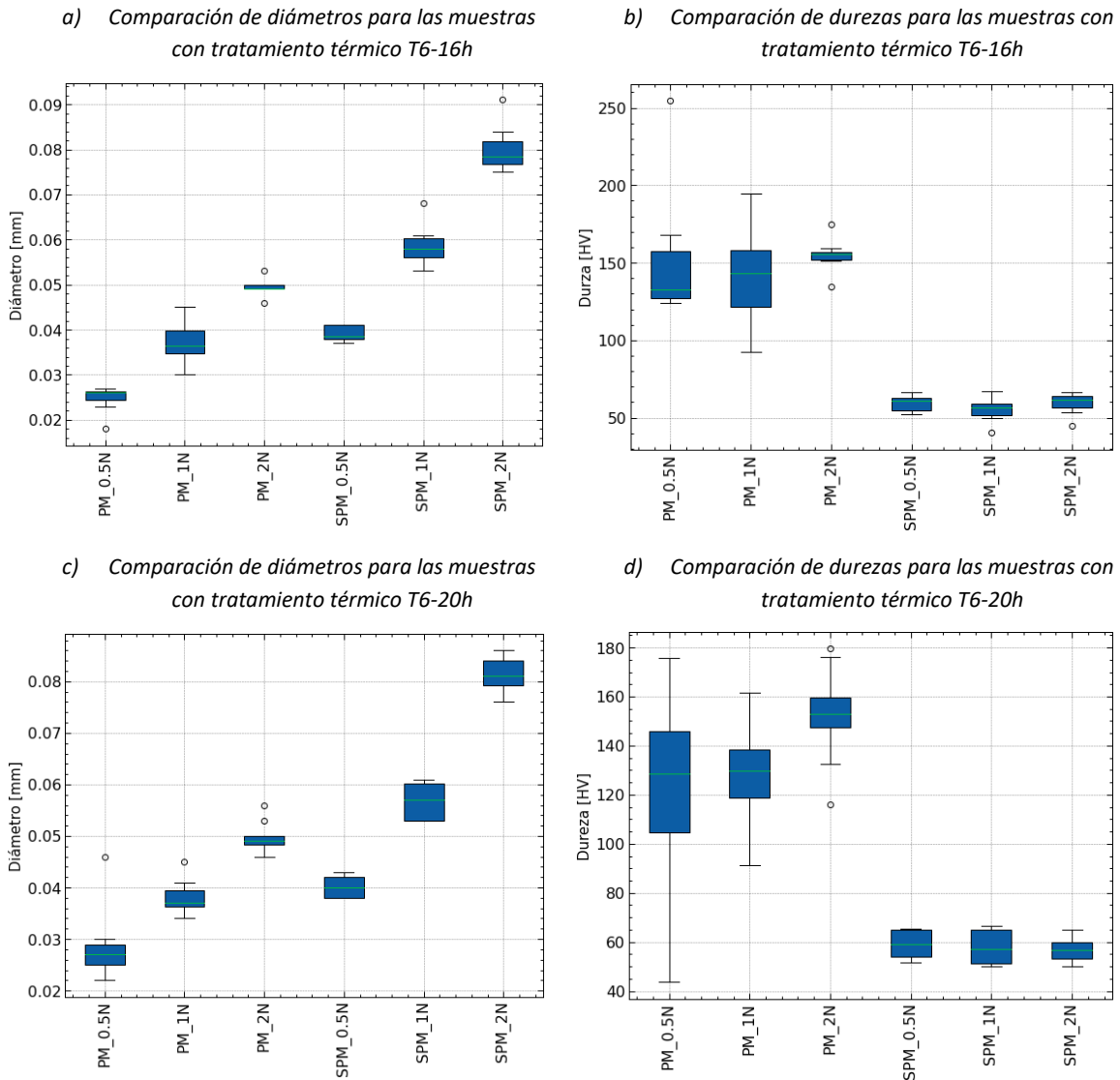


Figura 4.8 Diagramas de cajas que nos representan: a) las medias de los diámetros previos a las mediciones de dureza para el material con tratamiento térmico T6-16, b) las medias de las durezas en el material con tratamiento térmico T6-16, mediante el método convencional, c) las medias de los diámetros previos a las mediciones de dureza para el material con tratamiento térmico T6-20 y d) las medias de las durezas en el material con tratamiento térmico T6-20.

El primer análisis, al igual que la indentación instrumentada, fue realizar la prueba ANOVA para ver si existen diferencias significativas por efecto de la carga de indentación, por lo que las hipótesis nula y alternativa son las mismas que en la sección anterior.

Tabla 4.6 Datos de dureza ordenados para ver el nivel de significancia que tienen las cargas aplicadas y los distintos tratamientos en la obtención de durezas mediante microscopía óptica.

	SP-STT	P-STT	SP-T4	P-T4	SP-T6-16	P-T6-16	SP-T6-20	P-T6-20
<b>0.5 N</b>	45.37±5.57	65.17±12.94	38.31±4.03	72.50±7.09	59.48±3.92	140.08±16.88	59.24±5.86	122.32±16.61
<b>1 N</b>	44.72±9.03	57.25±6.36	40.97±2.32	89.50±5.66	55.49±3.65	139.88±21.52	57.87±6.44	129.87±17.48
<b>2 N</b>	48.28±7.92	69.48±4.23	43.17±1.57	95.76±5.34	60.45±4.53	155.00±2.91	56.86±4.01	153.46±13.74

El resumen de aplicar la prueba ANOVA se muestra en la Tabla 4.7, se puede apreciar que el efecto más significativo se da por el tratamiento que se le aplicó al material (tanto la presencia de las partículas como los tratamientos térmicos) al tener  $F \gg F_{crítico}$ . Sin embargo, el efecto de la carga también es relevante (aunque en menor medida) y se puede apreciar ya que el valor de  $F > F_{crítico}$ . El efecto combinado presenta diferencias poco relevantes notando que  $F$  se encuentra muy próximo de  $F_{crítico}$ .

Tabla 4.7 Prueba ANOVA para comprobar si existe diferencia significativa en las durezas (obtenidas midiendo diagonales) dependiendo la carga de indentación.

ANOVA						
Fuente de variación	SS	df	MS	F	Valor-P	F crítico
Efecto de la carga	2762.439	2	1381.219	15.042	1.4813E-06	3.072
Efecto del tratamiento	201412.851	7	28773.264	313.361	6.20064E-74	2.087
Ambos efectos	3720.322	14	265.737	2.894	0.000849737	1.775
Error experimental	11018.547	120	91.821			
Total	218914.158	143				

Con base en lo anterior se decidió efectuar la prueba de Tukey para extraer los datos que invaliden la hipótesis nula. El número de tratamientos a analizar son tres ( $k=3$ : 0.5N, 1N y 2N). El número  $df = 120$ .

$$T = q_{\alpha}(3,120) \times \sqrt{\frac{CME}{r}} \quad (4.10)$$

$\alpha = 0.05$  por lo que  $q_{\alpha} = 3.36$

$r = 6$ ; al tener 6 mediciones por prueba

$$CME = 91.821$$

Los valores anteriores son exclusivamente para comparar la variación de las durezas respecto a la carga de indentación. El valor de Tukey obtenido fue  $T = 13.144$ . La Tabla 4.8 muestra la resta de las medias muestrales para cada caso con el fin de compararlas con el valor de Tukey y así verificar si se cumplía o no la hipótesis nula.

Tabla 4.8 Valores obtenidos al restar las medias muestrales y compararlas con el valor de Tukey.

	SP-STT	P-STT	SP-T4	P-T4	SP-T6-16	P-T6-16	SP-T6-20	P-T6-20
$ \mu_{0.5N} - \mu_{1N} $	0.6506	7.9143	2.6546	17	3.9893	0.2023	1.372	7.55
$ \mu_{0.5N} - \mu_{2N} $	2.9262	4.315	4.8586	23.2637	0.9675	14.9177	2.3838	31.135
$ \mu_{1N} - \mu_{2N} $	3.5768	12.2293	2.204	6.2637	4.9568	15.12	1.0118	23.585

De la Tabla 4.8 se puede observar que los valores que invalidan la hipótesis nula son por lo general de las muestras con partículas. Con el fin de eliminar éstos posibles errores de medición salieron del análisis las indentaciones con 0.5N para el material  $P - T4$ , y las indentaciones de 2N para los materiales  $P - T6 - 16$  y  $P - T6 - 20$ . El resto de los valores se pueden conjuntar para realizar el análisis de si es relevante o no el método por el cual se mida la dureza del material.

### 4.2.3 Comparación entre métodos de obtención de dureza

En esta sección se pretende analizar si existieron diferencias significativas entre usar métodos convencionales de medición de dureza (medición de diagonales) y métodos de indentación instrumentada, teniendo como hipótesis nula:

$$H_0: \mu_{\text{óptico}} = \mu_{\text{instrumentado}} \tag{4.11}$$

Para poder hacer el análisis se sintetizaron los datos en la Tabla 4.9, misma que se construyó con los datos filtrados en las secciones anteriores, por lo cual dentro de cada grupo de datos se excluyeron aquellas mediciones que no satisfacían la hipótesis nula por efecto de las cargas. Para sacar la media y la desviación estándar se tomaron un total de 12 mediciones por muestra.

Tabla 4.9 Acomodo de datos de dureza para verificar si existen diferencias significativas entre el método de indentación instrumentada y el método de medición de diagonales.

	SP-STT	P-STT	SP-T4	P-T4	SP-T6-16	P-T6-16	SP-T6-20	P-T6-20
<b>INSTRUMENTADO</b>	37.80±6.43	64.01±6.18	40.64±3.68	80.53±7.35	61.45±11.88	238.59±46.87	65.39±7.24	212.23±41.82
<b>ÓPTICO</b>	45.63±4.49	63.38±6.75	41.27±1.99	92.63±6.18	58.70±2.92	139.98±18.44	57.70±4.11	126.10±16.73

Al realizar la prueba ANOVA mostrada en Tabla 4.10 se observó que el mayor impacto sobre las durezas se sigue debiendo al tipo de tratamiento al cual se sometió cada material, sin embargo, el método de medición también influye en las mismas, esto se observa al tener  $F = 73.14 > F_{\text{crítico}}$ .

Tabla 4.10 Prueba ANOVA realizada para comprobar si existe diferencia significativa en las mediciones de dureza por efecto del método de obtención de resultados.

ANOVA						
Fuente de variación	SS	df	MS	F	Valor-P	F crítico
Método de diagonales	23036.10	1.00	23036.10	73.14	5.72E-15	3.89
Tratamientos del material	558318.02	7.00	79759.72	253.23	2.34E-88	2.06
Interacción	81468.43	7.00	11638.35	36.95	1.80E-31	2.06
Error experimental	55434.93	176.00	314.97			
<b>Total</b>	<b>718257.47</b>	<b>191.00</b>				

Para realizar la prueba de Tukey y ver qué datos invalidan la hipótesis nula, se tiene que: el número de tratamientos a analizar son tres ( $k = 2$ : INSTRUMENTADO y DIÁGONALES). El número  $df = 176$ .

$$T = q_{\alpha}(3,120) \times \sqrt{\frac{CME}{r}} \tag{4.12}$$

$\alpha = 0.05$  por lo que  $q_{\alpha} = 2.77$

$r = 12$ ; al tener 12 mediciones por prueba

$CME = 314.971$

Los valores anteriores sirven únicamente para comparar la variación de las durezas respecto al método de obtención de estas. El valor de Tukey obtenido fue  $T = 14.19$ . La Tabla 4.11 muestra la resta de las medias



muestrales para cada caso con el fin de compararlas con el valor de Tukey y así verificar si se cumplía o no la hipótesis nula.

Tabla 4.11 Comparación de las medias muestrales para observar en qué muestras el método de indentación instrumentada difiere con los resultados de medición de diagonales.

	SP-STT	P-STT	SP-T4	P-T4	SP-T6-16	P-T6-16	SP-T6-20	P-T6-20
$ \mu_{diagonales} - \mu_{instrumentado} $	7.829	0.631	0.622	12.102	2.745	98.607	7.694	86.132

De la Tabla 4.11 se puede observar que los únicos materiales que presentan diferencia significativa en las durezas por efecto del método de obtención de estas son  $P - T6 - 16$  y  $P - T6 - 20$ . En los demás materiales se puede hacer uso de cualquier metodología indistintamente.

Tanto en el método de indentación instrumentada como en el método de medición de las diagonales, se obtuvo un incremento en la dureza por efecto de las partículas y los tratamientos  $T6 - 16$  y  $T6 - 20$ . Por lo cual, es complicado decidir cuál de ambas metodologías es la más apropiada. Ambas metodologías arrojan buenos resultados, aunque se presenten pequeñas discrepancias en los materiales con partículas y tratamiento térmico de envejecimiento.

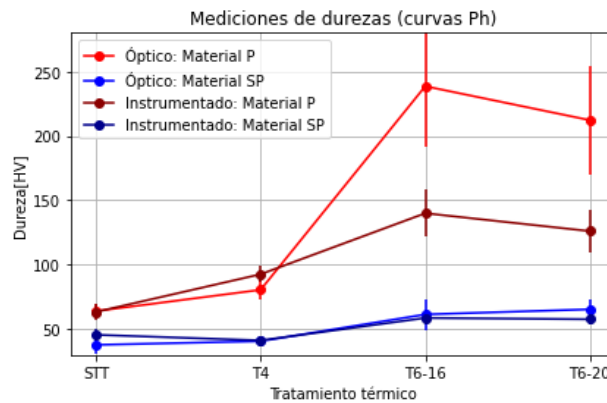


Figura 4.9 Mediciones de dureza obtenidas mediante indentación instrumentada y mediante medición de las diagonales.

En la Figura 4.9 se observa claramente como ambas metodologías de obtención de durezas nos arrojan resultados similares con excepción de los materiales  $P-T6-16$  y  $P-T6-20$ . Y aunque estos resultados sean distintos, siguen mostrando la misma tendencia de incrementar la dureza por efecto de las partículas y el tratamiento de envejecimiento de 16 horas, para después tener una caída de dureza por efecto de un sobre-envejecer el material por 4 horas más.

Para poder observar la combinación de efectos sobre la dureza se muestran la Figura 4.10, del lado izquierdo se observan los resultados obtenidos de la indentación instrumentada y del lado derecho los resultados de la medición óptica. Se puede notar que el tratamiento de envejecimiento y la generación de las partículas modifican de forma similar la dureza, sin embargo, al combinar ambos efectos se puede notar un incremento multiplicativo en dicho parámetro.

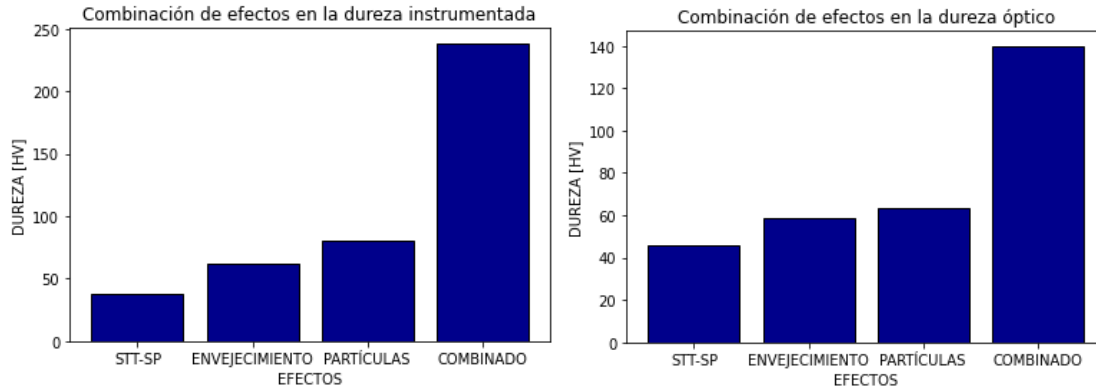


Figura 4.10 Histograma que muestra la combinación de efectos sobre la dureza del material.

### 4.3 Tamaño de grano promedio

Se utilizó el análisis de intersecciones para poder calcular la longitud media de las líneas intersecadas (por sus siglas en inglés  $M.L.I = \bar{l}$ ). Este es un valor equivalente al diámetro promedio  $\bar{d}$  y comúnmente se emplea para reportar el tamaño de grano siguiendo la norma ASTM E112-13. Se obtuvieron 10 mediciones de líneas tomadas aleatoriamente con el fin de poder hacer un análisis estadístico.

La Figura 4.11 ilustra como es que se realizó la medición de los tamaños de grano, en esta figura se muestra la estructura granular del material con partículas obtenido de fundición, la escala se omitió debido a que únicamente funcionó para calibrar las líneas amarillas. Es una imagen a 100x. La línea amarilla mide 636  $\mu\text{m}$  y hubo 18 intersecciones mostradas con color naranja. En este caso no se obtuvieron puntos tangentes ni puntos de intersección triple, por lo que  $\bar{l} = 636.854\mu\text{m}/18$ .

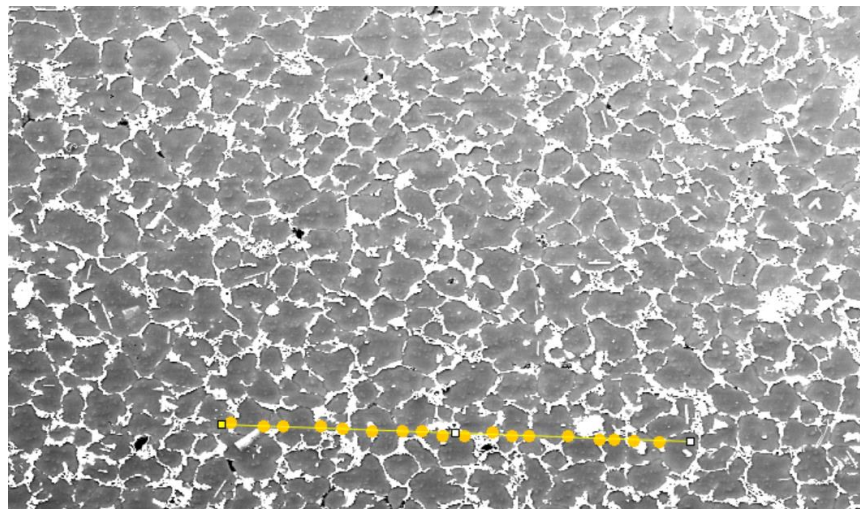


Figura 4.11 Representación de cómo se midió el tamaño de grano promedio  $\bar{l} = \bar{d}$ , con ayuda de ImageJ. La imagen muestra la estructura granular que se obtuvo del material con partículas de fundición a 100x. La escala se utilizó para calibrar las líneas amarillas y posteriormente se retiró. La línea amarilla tiene una longitud de 636.85  $\mu\text{m}$ . Y en este caso ocurrieron 18 intersecciones con los límites de grano (mostradas en color naranja). No se presentan puntos tangentes ni puntos de intersección tripe.

La Tabla 4.12 representa los tamaños de grano con su respectiva desviación estándar debido a que se desea hacer un análisis de varianza de dos factores con el objetivo de ver si existen diferencias significativas en los diámetros promedios por causa del tratamiento térmico aplicado.

La hipótesis nula nos dice que no se presentarán diferencias significativas en el tamaño de grano por efecto de los tratamientos térmicos:

$$H_{01}: \mu_{STT} = \mu_{T4} = \mu_{T6-16} = \mu_{T6-20} \quad (4.13)$$

Tabla 4.12 Datos calculados del valor M.L.I o del diámetro promedio de grano  $\bar{d}$  mediante el método de intercepto lineal. Los datos se presentan en [mm]. Se realizaron 10 mediciones por muestra.

	STT	T4	T6-16	T6-20
Con Partículas	0.055±0.004	0.069±0.006	0.085±0.010	0.092±0.009

Con base en la Tabla 4.12 se realizó la prueba ANOVA que se observa en la Tabla 4.13. Como resultados de la prueba ANOVA se tiene que el tratamiento térmico influye de forma significativa en el tamaño de grano al rechazar la hipótesis nula ya que  $F \gg F_{crítico}$ .

Tabla 4.13 Prueba ANOVA de dos factores para observar cuáles eran las fuentes de variación principales que provocaban modificaciones en el tamaño de la huella de desgaste. Datos en [mm].

ANOVA						
Fuente de Variación	SS	df	MS	F	valor-P	F crítico
Efecto del tratamiento	0.008285379	3	0.002761793	46.8827975	1.61382E-12	2.866266
Error experimental	0.002120704	36	5.89084E-05			
Total	0.010406083	39				

En la Figura 4.12 se puede notar que la medida  $\bar{d}$  va creciendo con el paso de los tratamientos térmicos. No se realizó una comparativa respecto al material sin partículas debido a que no es posible medir el tamaño promedio de estructuras dendríticas. Sin embargo, de la Figura 4.1 y Figura 4.2 se puede notar de forma visual, que la estructura del material con partículas de TiB<sub>2</sub> es más pequeña, ya que dichas partículas actuaron como puntos de nucleación, dentro de los granos.

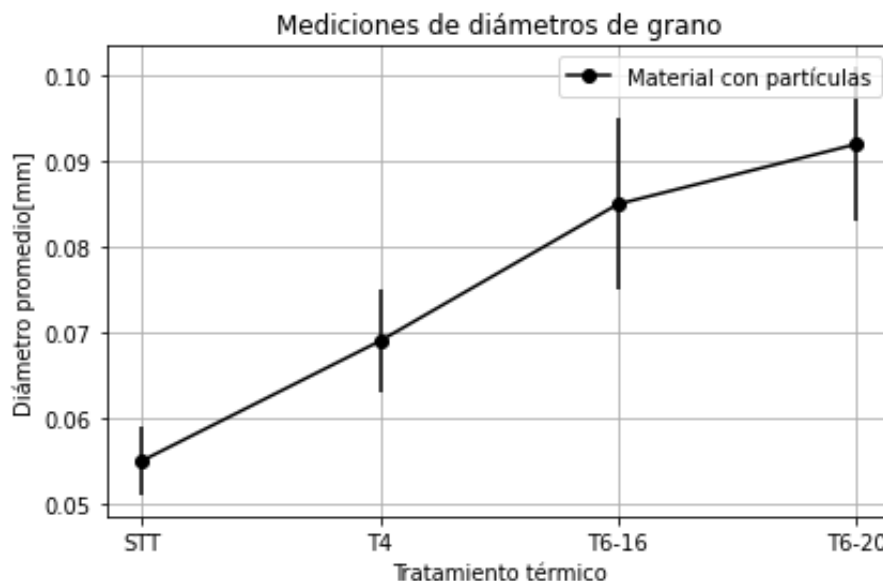


Figura 4.12 Evolución del tamaño de grano dependiendo del tratamiento térmico y si contenían o no partículas.

#### 4.4 Modificación de las superficies por efecto de desgaste

Se llevaron a cabo ensayos de desgaste en todas las muestras. En la primera prueba, se sometió a contacto deslizante un perno de acero con alto contenido de cromo AISI 52100, mientras que en la segunda prueba se utilizó un perno de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Estos ensayos se llevaron a cabo tanto en las muestras con partículas como en las muestras sin partículas, y abarcaron las cuatro condiciones previamente mencionadas (STT, T4, T6-16, T6-20).

Primero, se presentan los resultados obtenidos del ensayo perno recíprocante, seguidos por los resultados del ensayo de perno sobre disco.

##### 4.4.1 Curvas de fricción (perno recíprocante)

En la sección de metodología, se describen los parámetros utilizados en las pruebas. Estas se llevaron a cabo a lo largo de una línea recta de 5 mm, lo cual se refleja en el rango del eje horizontal de las gráficas de la Figura 4.13. La fuerza normal se mantuvo constante en 2 N utilizando una celda de carga, mientras que la fuerza tangencial se iba modificando según la interacción muestra-perno.

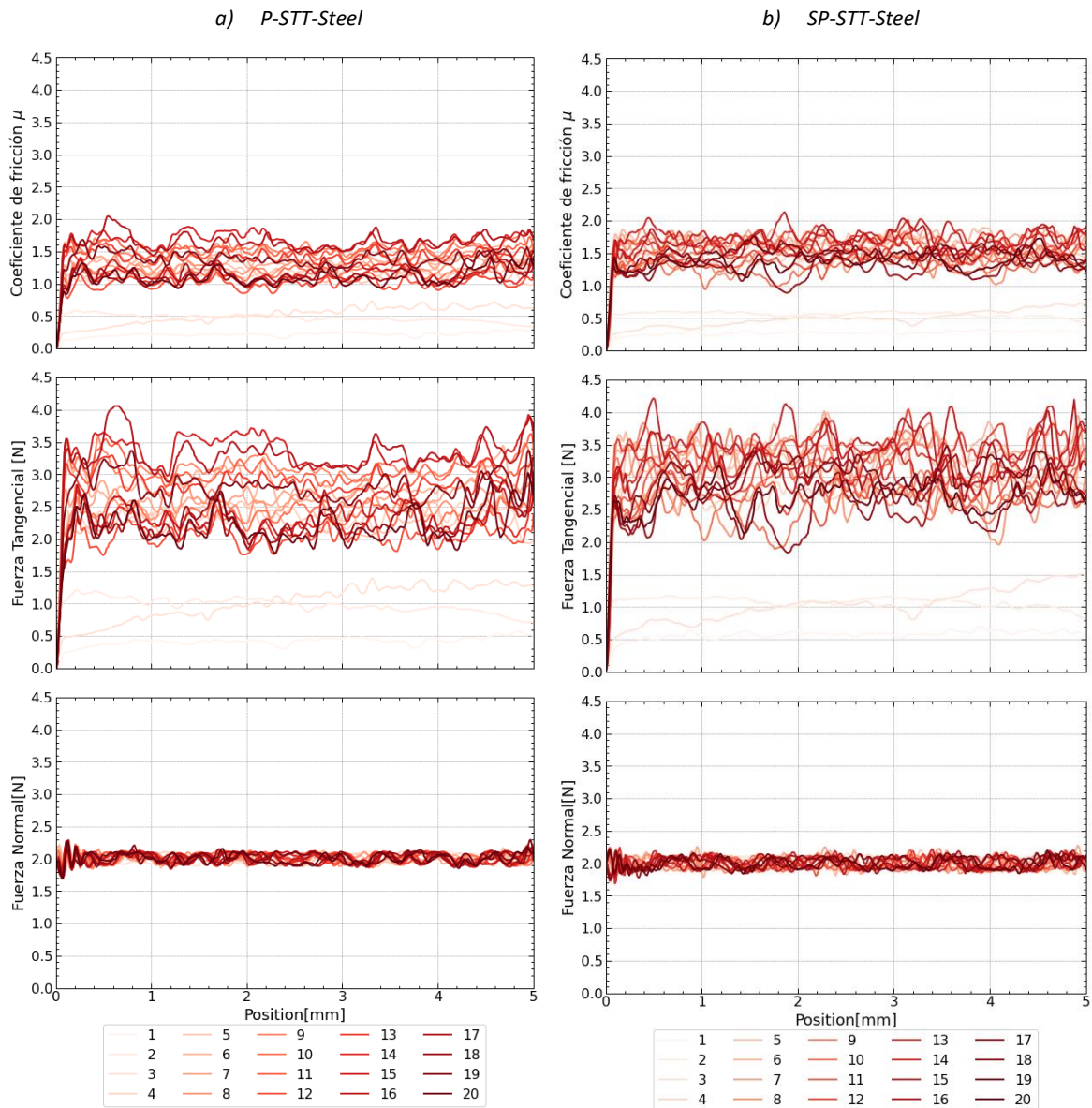


Figura 4.13 Curvas del coeficiente de fricción  $\mu$ , fuerza normal y fuerza tangencial obtenidos a partir del ensayo perno recíprocante para el material de fundición con partículas y sin partículas puestos en contacto con esferas de acero.

La Figura 4.13 muestra las curvas de coeficiente de fricción, fuerza normal y fuerza tangencial que se obtuvieron para el caso de los materiales que provenían de fundición, los cuales se pusieron en contacto deslizante contra esferas de acero. Debido a que se quería ver la evolución de los coeficientes de fricción y la fuerza tangencial, se propuso graficar los 20 ensayos transpuestos, variando la tonalidad con el paso de cada ensayo. Así se logra ver que para el material con partículas y sin tratamiento térmico el coeficiente de fricción y la fuerza tangencial, se “estabilizan” después de 3-5 ensayos. Lo mismo ocurre con el material sin partículas, sin tratamiento térmico y desgastado contra una esfera de acero. No se colocaron las gráficas de todos los materiales, ya que ocurría un comportamiento similar.

Debido a lo anterior se planteó graficar, para cada una de las muestras, 7 ensayos que presentan un comportamiento “estable” e investigar su comportamiento promedio, como se muestra en la Figura 4.14 y en la Figura 4.15.

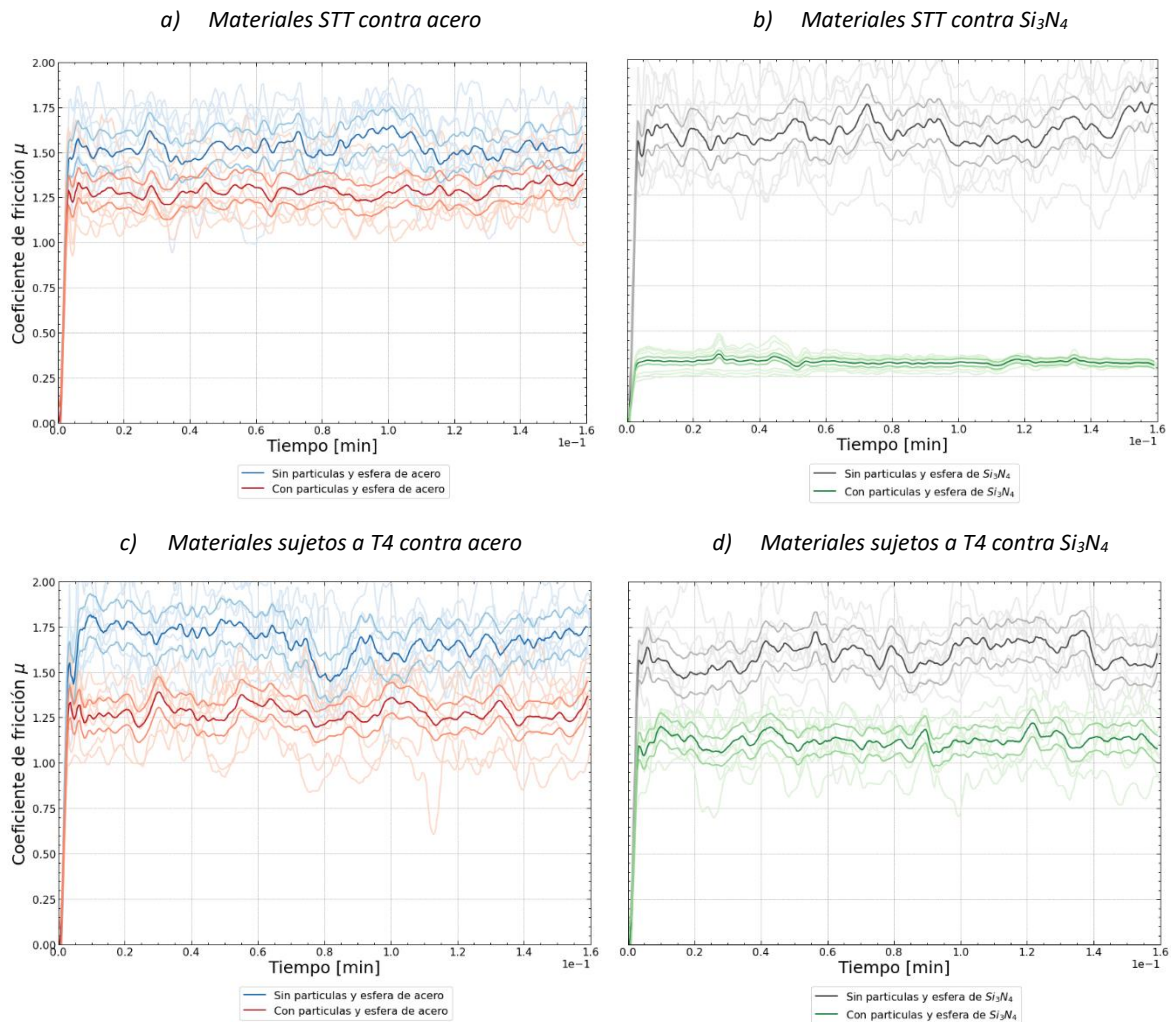


Figura 4.14 Gráficas que representan las curvas de fricción obtenidas en la prueba perno recíprocante. Para obtener el promedio se tomaron 7 gráficas representativas excluyendo las primeras 3-5 pruebas ya que no representaban “estabilidad”. Las curvas nos muestran el coeficiente de fricción con sus respectivas bandas de confianza del 90%. Estas curvas representan a los materiales sin tratamiento térmico (incisos a y b) y con un tratamiento T4 (incisos c y d), ambos puestos en contacto deslizante contra una esfera de acero (incisos a y c) y de  $Si_3N_4$  (incisos b y d). Todas las gráficas tienen la misma escala en el eje vertical.

En la Figura 4.14 en la parte superior se muestran las curvas que representan el coeficiente de fricción promedio para el material sin tratamiento térmico sometido a contacto deslizante contra una esfera de acero y de  $Si_3N_4$  (a y b). En la parte inferior se muestra el material bajo un tratamiento térmico T4 puesto en contacto deslizante contra las mismas esferas. Todas las curvas fueron obtenidas promediando 7 ensayos y se muestra la curva media con un intervalo de confianza del 90%. De las curvas se puede observar que, para los cuatro casos, el material con partículas siempre presenta una menor fricción que el material sin partículas. Además, cuando se tiene contacto deslizante contra la esfera de  $Si_3N_4$  el coeficiente de fricción es muy inferior en el material STT en comparación con la esfera de acero. Para el caso del tratamiento térmico T4 se observa que ocurre lo mismo pero la diferencia entre sus promedios es más pequeña. Para los materiales sin partículas no



se observa un cambio radical en los coeficientes de fricción promedio. Con todo lo anterior podemos asegurar que la presencia de partículas está causando un cambio importante sobre el coeficiente de fricción en los materiales (STT y T4) que se desgastan contra esferas de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ .

En las Figura 4.15a y Figura 4.15b se presentan los resultados del coeficiente de fricción promedio para dos tipos de materiales: uno con partículas y otro sin partículas, ambos bajo el tratamiento térmico T6-16. Estos materiales fueron ensayados al deslizarse contra dos tipos diferentes de esferas, una de acero (lado izquierdo) y otra de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (lado derecho).

Las Figura 4.15c y Figura 4.15d exhiben los coeficientes de fricción correspondientes a los materiales que fueron sometidos al tratamiento térmico T6-20. Cabe destacar que todas estas gráficas se generaron a partir del promedio de siete ensayos, los cuales se representan con tonalidades más tenues del mismo color.

En el caso de los materiales T6-16, es notable el impacto de las partículas cerámicas en el coeficiente de fricción. El material con partículas reduce el coeficiente de fricción en más de 4 veces en comparación con el material sin partículas, además de disminuir la dispersión de los datos.

Este mismo patrón se repite en el caso del material con partículas y tratamiento térmico T6-20 cuando se deslizan contra la esfera de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Sin embargo, se observa un fenómeno particular en las aleaciones T6-20 (con y sin partículas) cuando se ponen en contacto deslizante contra acero. La Figura 4.15c ilustra cómo el material sin partículas muestra el coeficiente de fricción más bajo en todas las gráficas, mientras que el material con partículas presenta un coeficiente de fricción elevado, aunque aún conserva una baja dispersión en las mediciones.

A manera de resumen se muestra la Tabla 4.14, en la cual se indican los coeficientes de fricción obtenidos para todos los materiales (STT, T4, T6-16, T6-20) con y sin partículas, puestos en contacto con esferas de acero y  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . A su vez se muestra la Figura 4.16, en donde se grafican todos los coeficientes de fricción, para observar su evolución dependiendo del tratamiento térmico que se aplicó a los materiales base aluminio.

*Tabla 4.14 Mediciones de los coeficientes de fricción para cada uno de los materiales, en donde la media y desviación estándar se tomó con la selección de únicamente 7 ensayos.*

Coeficientes de fricción				
Condiciones	STT	T4	T6-16	T6-20
<b>Material SP - Acero</b>	1.505±0.162	1.651±0.188	1.520±0.172	0.105±0.011
<b>Material SP - <math>\text{Si}_3\text{N}_4</math></b>	1.578±0.177	1.575±0.176	1.349±0.149	1.367±0.149
<b>Material P - Acero</b>	1.269±0.133	1.258±0.136	0.214±0.021	0.875±0.094
<b>Material SP - <math>\text{Si}_3\text{N}_4</math></b>	0.327±0.032	1.108±0.120	0.196±0.018	0.208±0.023

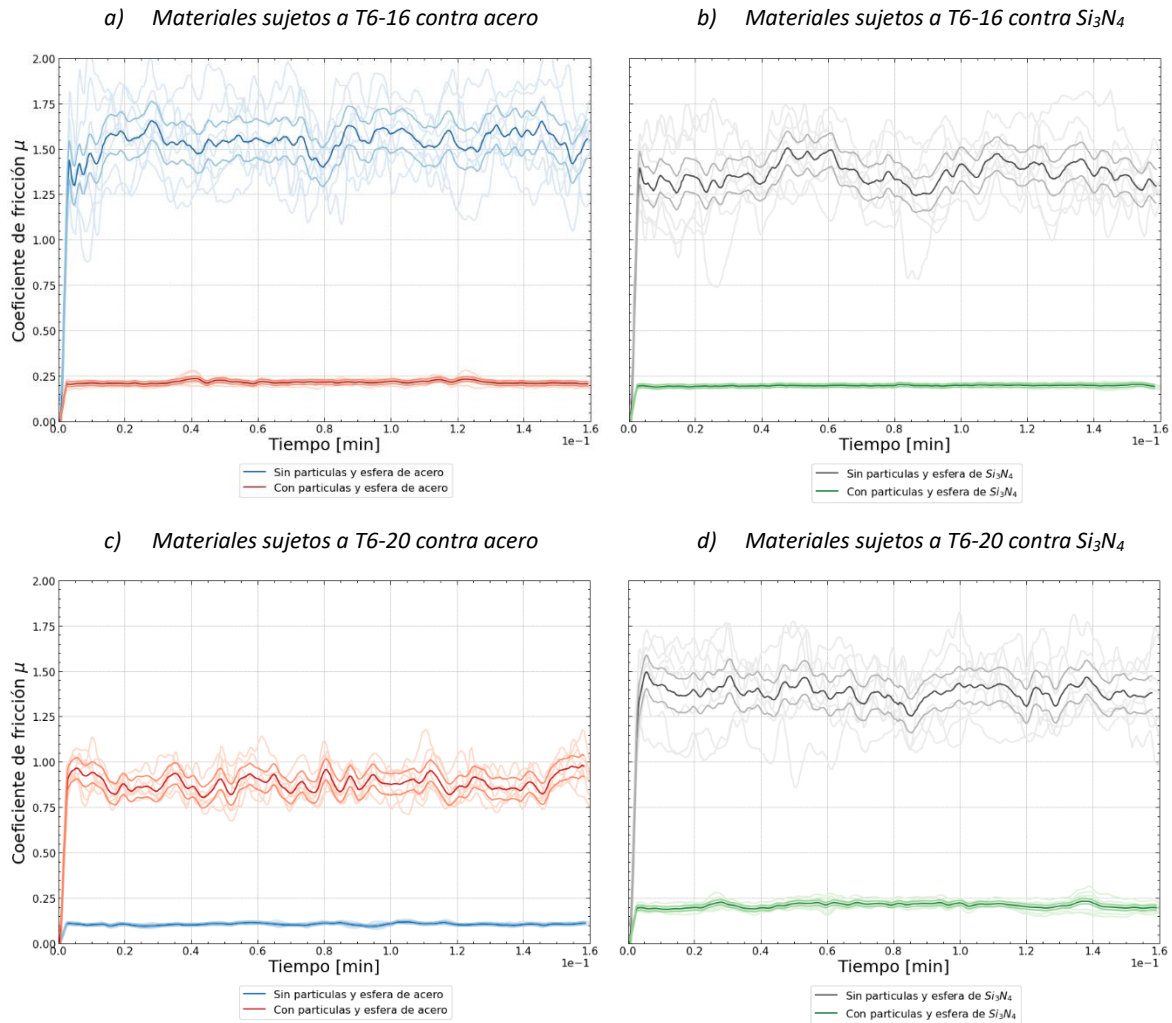


Figura 4.15 Gráficas que representan las curvas de fricción obtenidas en la prueba perno recíprocante. Para obtener el promedio se tomaron 7 gráficas representativas excluyendo las primeras 3-5 pruebas ya que no representaban “estabilidad”. Las curvas nos muestran el coeficiente de fricción con sus respectivas bandas de confianza del 90%. Estas curvas representan a los materiales sometidos a tratamiento T6-16 (incisos a y b) y con un tratamiento T6-20 en los incisos “c” y “d”, ambos puestos en contacto deslizante contra una esfera de acero (incisos a y c) y de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (incisos b y d). Todas las gráficas tienen la misma escala en el eje vertical.



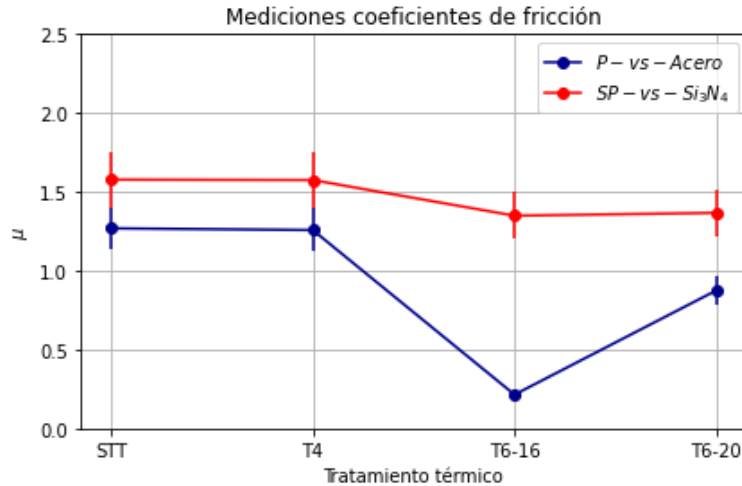


Figura 4.16 Gráfica del comportamiento de los coeficientes de fricción según el par seleccionado, así como el tratamiento térmico al cual se sometió el material.

En la Figura 4.16 se puede observar cómo los coeficientes de fricción de los materiales sin partículas están por encima de los materiales con partículas. La esfera de acero, en el caso de los materiales con partículas, provoca mayores coeficientes de fricción comparándolo contra la esfera de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> en el material sin partículas. Si se comparan las curvas de coeficientes de fricción, con las curvas de dureza, se puede notar que existe una relación inversa entre la dureza y el coeficiente de fricción. Cabe señalar que no se puede tomar como una generalidad.

Al igual que en la medición de durezas se planteó ver la combinación de efectos sobre el coeficiente de fricción como se muestra en la Figura 4.17. En esta figura se puede notar la contribución del envejecimiento y de la generación de las partículas para disminuir el coeficiente de fricción. Como resultado del combinar ambos efectos se nota un efecto multiplicativo disminuyendo radicalmente el coeficiente de fricción. Lo anterior se obtuvo únicamente para el material puesto en contacto contra la esfera de acero.

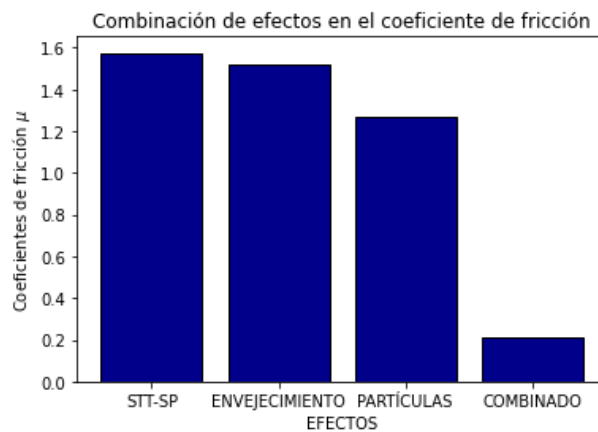


Figura 4.17 Histograma que muestra la combinación de efectos sobre el coeficiente de fricción, con la muestra puesta en contacto contra acero.

#### 4.4.2 Espesor de la pista de las huellas de desgaste (perno sobre disco)

Para analizar si utilizar dos esferas distintas (la de acero y la de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) afecta el tamaño de la pista de las huellas de desgaste en el ensayo perno sobre disco, se optó por realizar un análisis de varianza con dos factores y con réplica (la réplica indica que se tomaron 7 mediciones para cada caso) sobre las huellas posteriores al desgaste. La Tabla 4.15 nos muestra cómo es que se acomodaron los datos para poder realizar la prueba ANOVA, de tal forma que se logre ver el nivel de significancia tanto para los tratamientos como para los dos pernos.

Tabla 4.15 Acomodo de datos para realizar el ANOVA de dos factores con réplica

	P-STT	SP-STT	P-T4	SP-T4	P-T6-16	SP-T6-16	P-T6-20	SP-T6-20
<b>Acero</b>	0.422±0.038	0.566±0.069	0.388±0.027	0.573±0.029	0.338±0.018	0.547±0.045	0.302±0.022	0.536±0.024
<b><math>\text{Si}_3\text{N}_4</math></b>	0.393±0.037	0.564±0.033	0.413±0.049	0.520±0.077	0.347±0.030	0.515±0.067	0.309±0.059	0.495±0.037

Una vez acomodados los datos, se realizó la prueba ANOVA que se muestra en la Tabla 4.16, en dicha prueba se observan tres casos, en primer lugar, se muestra el análisis de varianza para comprobar si existe alguna diferencia significativa entre el tipo de esfera puesto en contacto contra los materiales, el resultado (al tener  $F < F_{\text{crítico}}$ ) nos indica que no existe diferencia significativa entre usar la esfera de acero o la de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . En segundo lugar, al hacer el análisis de varianza para los tratamientos obtenemos que  $F \gg F_{\text{crítico}}$ , lo cual nos indica que existen diferencias significativas entre los distintos diámetros de las huellas por efecto de los tratamientos térmicos a los cuales se sometieron los materiales. Y finalmente, se presenta un apartado en donde se combina tanto el efecto de los tratamientos como el efecto de las esferas, lo cual nos indica (al tener  $F > F_{\text{crítico}}$ ) que, la combinación de ambos también causa una diferencia significativa en la medición de las huellas de desgaste, o, dicho de otra forma, el cambio de tratamiento junto con las distintas esferas (acero o  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ), en conjunto, provocan un cambio significativo sobre el tamaño de la huella.

Tabla 4.16 Resultados obtenidos de la prueba ANOVA de dos factores para observar qué tanto influían los tratamientos y los dos distintos pernos sobre el tamaño de la huella desgastada.

ANOVA						
Fuente de variación	SS	df	MS	F	Valor-P	F crítico
Efecto de las esferas	5.43214E-05	1	5.43214E-05	0.024201087	0.876700993	3.940163
Efecto del tratamiento	0.938808429	7	0.13411549	59.75064947	3.26232E-32	2.106465
Interacción	0.083801679	7	0.011971668	5.333574528	3.52724E-05	2.106465
Error experimental	0.215480286	96	0.002244586			
<b>Total</b>	<b>1.238144714</b>	<b>111</b>				

En la Figura 4.18 se muestra el resumen, de forma gráfica, de todos los espesores de pista medidos. Se puede apreciar que las partículas promueven a que se disminuya el espesor de la huella de desgaste. Además, el efecto de las esferas para el caso de los materiales sin partículas es más notable al tener más separadas las curvas con tonalidades rojo claro y azul claro.

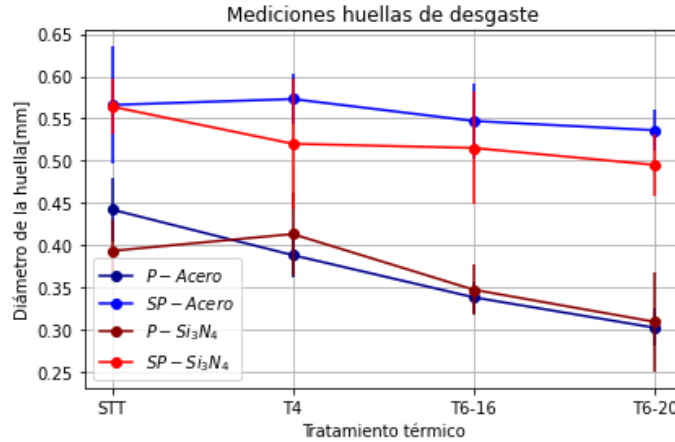


Figura 4.18 Diámetros de pista que dejan las huellas de desgaste medidos para todos los materiales, en azul se muestran los materiales desgastados contra las esferas de acero y en rojo los materiales desgastados contra esferas de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>.

#### 4.4.3 Medición de rugosidad dentro y fuera de las huellas de desgaste (perno sobre disco)

En la Tabla 4.17 se muestran los valores de rugosidad media y rugosidad media cuadrática medidas a lo largo de una línea en zigzag, dentro de las huellas de desgaste (para los materiales STT y T4), cuya longitud fue de 4mm.

Tabla 4.17 Rugosidad media y rugosidad media cuadrática medidas a lo largo de una línea en zigzag de 4 mm al interior de las huellas de desgaste para los materiales sin tratamiento térmico y sujetos a un T4.

Materiales puestos en contacto	STT				T4			
	P-Acero	SP-Acero	P- Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	SP- Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	P-Acero	SP-Acero	P- Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	SP- Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
Ra (μm)	1.51	3.08	1.13	3.27	1.32	2.64	0.999	2.7
Rq (μm)	0.0492	0.09	0.0381	0.0789	0.0421	0.0632	0.0453	0.0656

En la Tabla 4.18 se muestran los valores de rugosidad media y rugosidad media cuadrática medidas a lo largo de una línea recta, fuera de las huellas de desgaste, cuya longitud fue de 4mm. Estas mediciones nos indican cómo se encontraba el material previo a ser desgastado.

Tabla 4.18 Rugosidad media y rugosidad media cuadrática medidas a lo largo de una línea recta de 4 mm al exterior de las huellas de desgaste para los materiales sin tratamiento térmico y sujetos a un T4

Materiales puestos en contacto	STT				T4			
	P-Acero	SP-Acero	P- Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	SP- Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	P-Acero	SP-Acero	P- Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	SP- Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
Ra (μm)	0.096	0.350	0.113	0.1	0.131	0.0537	0.1240	0.0631
Rq (μm)	0.0116	0.163	0.0118	0.00613	0.00794	0.00677	0.0116	0.00402

Analizando la Tabla 4.17 y la Tabla 4.18, es evidente el efecto que tienen las partículas sobre la rugosidad media ya que promueven a que ésta disminuya, independientemente de si se aplicó o no el tratamiento térmico T4. La rugosidad media cuadrática nos indica qué tanto se alejan los valores medidos de la rugosidad media, como era de esperarse, la rugosidad media cuadrática incrementa después de los ensayos. Sin embargo, se puede notar que, por efecto de las partículas, la rugosidad media cuadrática no incrementa tanto, es decir que los materiales sin partículas poseen picos más altos y valles más bajos después del ensayo.

Para visualizar el efecto de las partículas se muestra la Figura 4.19 donde se observa el material con partículas y tratamiento térmico T4 en los incisos "a" y "b" (desgastado contra una de esfera de a)  $Si_3N_4$  y b) acero). En los incisos "c" y "d" se muestra el material sin partículas bajo el mismo tratamiento térmico y sujeto a desgaste contra c)  $Si_3N_4$  y d) acero. La barra de escalas muestra en color verde el material sin desgaste. Las tonalidades naranjas o rojas nos indica que hay material por encima de la zona no desgastada (cumbres), siendo el límite el color blanco con un valor de  $40 \mu m$ . En una tonalidad verde más oscuro o azules se muestra que hay remoción de material (valles), siendo el límite  $-40 \mu m$  con un color negro. Es evidente que cuando el material contiene partículas, la huella de desgaste es menor. Sin embargo, lo que no es tan evidente (en las imágenes) es si realmente el desgastar los materiales con dos distintas esferas está provocando alguna diferencia.

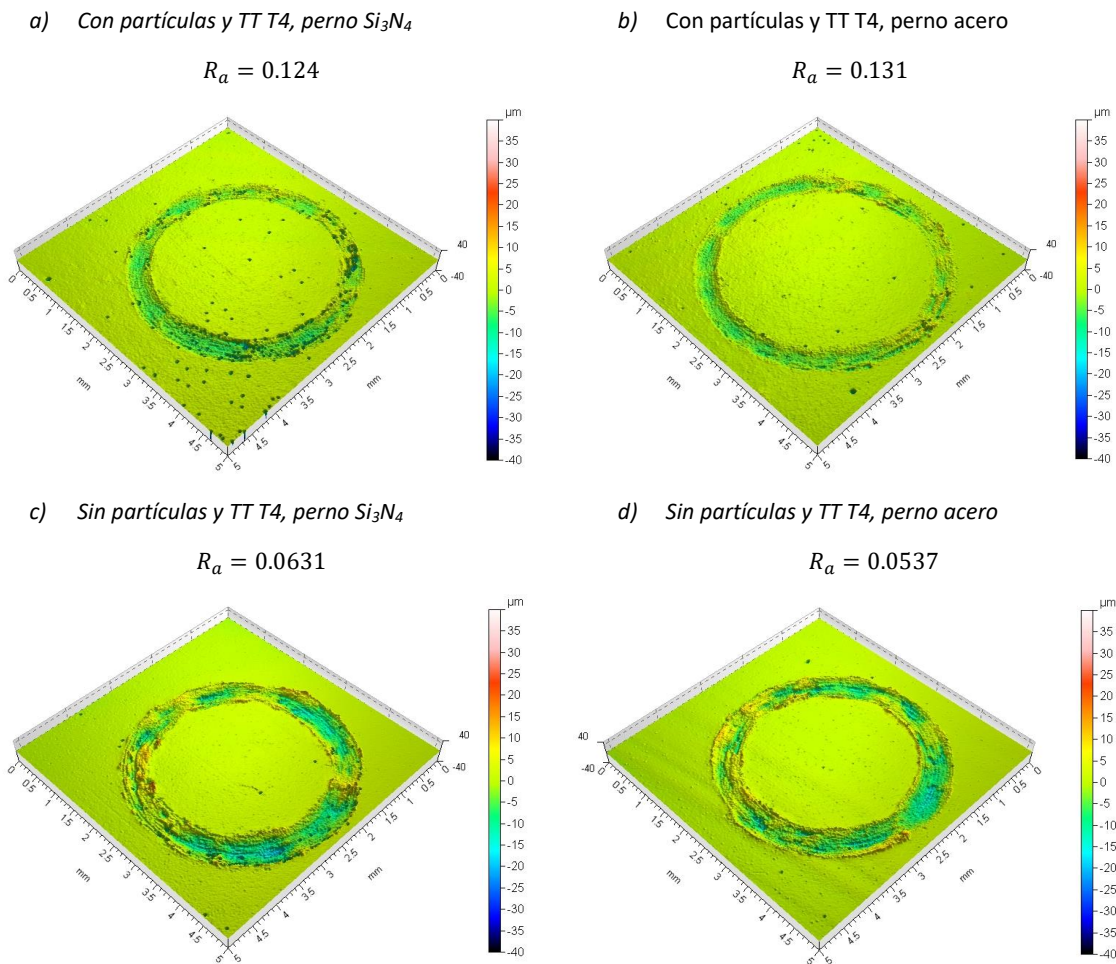


Figura 4.19 Perfilometría óptica de las muestras sujetas a un tratamiento térmico T4 y posteriormente desgastadas en el ensayo perno sobre disco. La escala muestra el cero en la superficie no desgastada con tonalidades verdes. Tonalidades azules muestran valles y tonalidades rojas muestran cumbres.

En la Tabla 4.19 se muestran los valores de rugosidad media y rugosidad media cuadrática medidas a lo largo de una línea en zigzag, dentro de las huellas de desgaste (para los materiales T6-16 y T6-20), cuya longitud fue de 4mm.

Tabla 4.19 Rugosidad media y rugosidad media cuadrática medidas a lo largo de una línea en zigzag de 4 mm al interior de las huellas de desgaste para los materiales sujetos a los tratamientos térmicos T6-16 y T6-20

Materiales puestos en contacto	T6-16				T6-20			
	P-Acero	SP-Acero	P- Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	SP- Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	P-Acero	SP-Acero	P- Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	SP- Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
<b>Ra (μm)</b>	0.788	2.11	1.01	2.43	1.04	2.48	0.917	2.18
<b>Rq (μm)</b>	0.034	0.0678	0.0418	0.0658	0.0567	0.0758	0.0405	0.0773

En la Tabla 4.20 se muestran los valores de rugosidad media y rugosidad media cuadrática medidas a lo largo de una línea recta, fuera de las huellas de desgaste, cuya longitud fue de 4mm para los materiales T6-16 y T6-20.

Tabla 4.20 Rugosidad media y rugosidad media cuadrática medidas a lo largo de una línea recta de 4 mm al exterior de las huellas de desgaste para los materiales sujetos a los tratamientos térmicos T6-16 y T6-20

Materiales puestos en contacto	T6-16				T6-20			
	P-Acero	SP-Acero	P- Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	SP- Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	P-Acero	SP-Acero	P- Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	SP- Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
<b>Ra (μm)</b>	0.11	0.0566	0.1040	0.0603	0.1800	0.0942	0.196	0.064
<b>Rq (μm)</b>	0.0123	0.00623	0.00944	0.00779	0.0201	0.00448	0.0187	0.00553

Para los materiales T6-16 y T6-20 se obtiene la misma conclusión, el efecto de las partículas es evidente ya que los valores  $R_a$  son muy inferiores cuando las poseen. Sin embargo, comparando los valores de rugosidad promedio se puede notar que tanto el tratamiento térmico T6-16 como el tratamiento T6-20 provocan que esta disminuya aún más. La Figura 4.20 muestra los materiales con y sin partículas, todos sujetos a un tratamiento térmico T6-16 y desgastados contra esferas de acero y Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. Las huellas de desgaste para los materiales con partículas son muy pequeñas comparándolas con las huellas vistas en el material T4 (también con partículas). El material T6-20 presenta huellas similares por lo que se omiten de este trabajo.

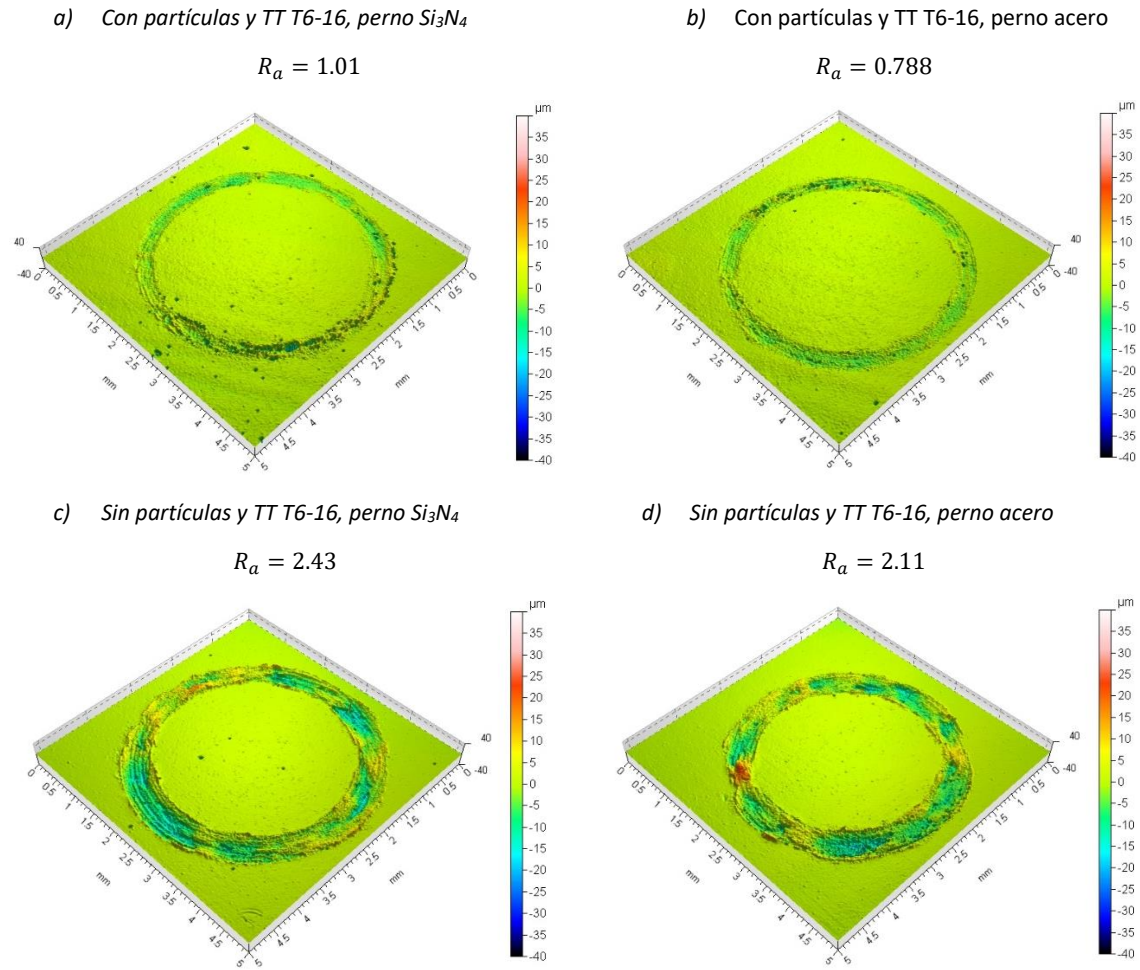


Figura 4.20 Perfilometría óptica de las muestras sujetas a un tratamiento térmico T6-16 y posteriormente desgastadas en el ensayo perno sobre disco. La escala muestra el cero en la superficie no desgastada con tonalidades verdes. Tonalidades azules muestran valles y tonalidades rojas muestran cumbres.

Finalmente, para poder analizar cómo afecta el tipo de esfera a la rugosidad media  $R_a$ , primero se restó la rugosidad media de los materiales sin desgaste a la rugosidad media del material desgastado. Obteniendo la Tabla 4.21 y la Tabla 4.22.

Tabla 4.21 Resta de los valores de  $R_a$  (desgastados y previos a ser desgastados) para los materiales STT y T4

	STT				T4			
Materiales puestos en contacto	P-Acero	SP-Acero	P- $Si_3N_4$	SP- $Si_3N_4$	P-Acero	SP-Acero	P- $Si_3N_4$	SP- $Si_3N_4$
$R_{a_{des}} - R_{a_{no-des}}$	1.402	2.860	1.018	3.178	1.202	2.593	0.886	2.637
$Rq_{des} - Rq_{no-des}$	0.040	0.074	0.026	0.072	0.032	0.053	0.033	0.062

Tabla 4.22 Resta de los valores de Ra (desgastados y previos a ser desgastados) para los materiales T6-16 y T6-20

Materiales puestos en contacto	T6-16				T6-20			
	P-Acero	SP-Acero	P- Si3N4	SP- Si3N4	P-Acero	SP-Acero	P- Si3N4	SP- Si3N4
$Ra_{des} - Ra_{no-des}$	0.650	2.042	0.896	2.366	0.850	2.215	0.721	2.116
$Rq_{des} - Rq_{no-des}$	0.021	0.064	0.028	0.058	0.038	0.055	0.025	0.072

La Tabla 4.21 y la Tabla 4.22, al ser la resta de rugosidades entre los materiales desgastados y no desgastados, nos indican exactamente el cambio de rugosidad por efecto del contacto deslizante con las esferas ( $Si_4N_3$  y Acero). En general todos los materiales sin partículas presentan mayor rugosidad independientemente de cómo estaba el material previo a ser desgastado y los valores más pequeños corresponden a los materiales sujetos a tratamientos térmicos T6 – 16 y T6 – 20 con partículas. Haciendo un análisis de varianzas para ver si existen diferencias significativas en la resta de rugosidades (antes y después de las pruebas de desgaste) por efecto del tipo de esfera a la cual se sometió el material, así como por efecto de las partículas o el tratamiento térmico se realiza la prueba ANOVA mostrada en la Tabla 4.23.

Tabla 4.23 Prueba ANOVA para ver si las esferas causan un cambio significativo en el cambio de rugosidades.

ANOVA						
Fuente de Variación	SS	df	MS	F	Valor-P	F crítico
Efecto de las esferas	2.014584	1	2.014584	7.249702	0.008368	3.940163
Efecto del tratamiento	47.01919	7	6.717027	24.17196	1.15E-18	2.106465
Interacción	17.11838	7	2.445483	8.80034	2.52E-08	2.106465
Error experimental	26.67697	96	0.277885			
Total	92.82913	111				

De la Tabla 4.23 podemos deducir que, al tener  $F > F_{crítico}$  por efecto de las esferas, la rugosidad sí presenta diferencias significativas entre el desgaste presentado por las esferas de  $Si_3N_4$  y el presentado por las esferas de acero, aunque en la Figura 4.19 y en la Figura 4.20 esto no sea tan evidente. Para ver qué materiales tienen este efecto sobre sus rugosidades se realiza la prueba Tukey.

El valor de Tukey obtenido es: 0.557881. Al hacer las diferencias dependiendo de la esfera utilizada se obtiene la siguiente tabla en donde se observa que, para todas las muestras, el tipo de esfera tuvo un impacto significativo en la modificación de la rugosidad.

Tabla 4.24 Comparación de la diferencia de las medias para ver si las rugosidades presentaban diferencias significativas por efecto de las esferas. Los valores en tonalidad roja son aquellos que están por encima del valor de Tukey y por tanto rechazan la hipótesis nula.

	SP-STT	P-STT	SP-T4	P-T4	SP-T6-16	P-T6-16	SP-T6-20	P-T6-20
$ \mu_{Ra\ steel} - \mu_{Ra\ Si_3N_4} $	2.098	15.298	0.653	1.756	1.888	4.252	1.972	0.616

Analizando la prueba de Tukey se puede notar que en el material P-STT es donde más se presentó la diferencia de rugosidades por efecto de las esferas. En los materiales con tratamientos térmicos T4 y T6-16 (ambos con

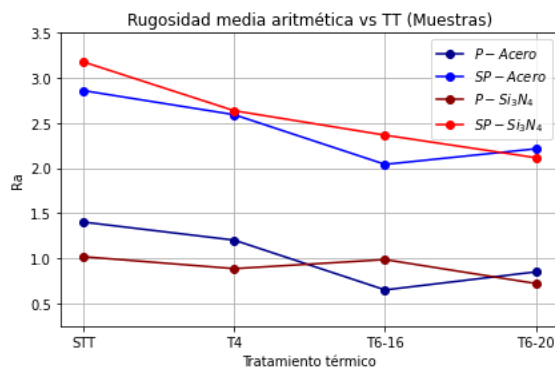


partículas), se observa que la diferencia de sus medias es superior a la del material sin partículas, es decir que la incorporación de partículas crea una dependencia directa en cómo varía la rugosidad según el tipo de esferas con que se desgaste el material.

Algo muy particular ocurre en el material sujeto a tratamiento térmico T6-20. Es el único caso en donde el material sin partículas presenta una mayor diferencia de rugosidades por efecto del tipo de esfera. Además, el cálculo de durezas mostró un punto óptimo a las 16 horas el cuál se empezó a perder después de 4 horas para el tratamiento T6-20.

En la Figura 4.21 se muestran la rugosidad media y la rugosidad media cuadrática de los dos materiales (P y SP) sujetos a los tratamientos térmicos T4, T6-16 y T6-20 y sin tratamiento térmico. Se puede apreciar nuevamente cómo las partículas impactan de manera significativa a la rugosidad (media y cuadrática) ya que siempre los materiales con partículas están por debajo de los materiales sin partículas. Se observa cómo disminuye la rugosidad media conforme se presentan los tratamientos térmicos T4, T6-16 y T6-20, sin embargo, la rugosidad media cuadrática pareciera tener su punto mínimo entre el tratamiento T4 y T6-16. Lo anterior pudiese estar relacionado a las durezas ya que presentaban un comportamiento inverso, teniendo su punto máximo en el tratamiento T6-16.

a) Comparación gráfica de la rugosidad media aritmética  $R_a$  sobre las muestras



b) Comparación gráfica de la rugosidad media cuadrática  $R_q$  sobre las muestras

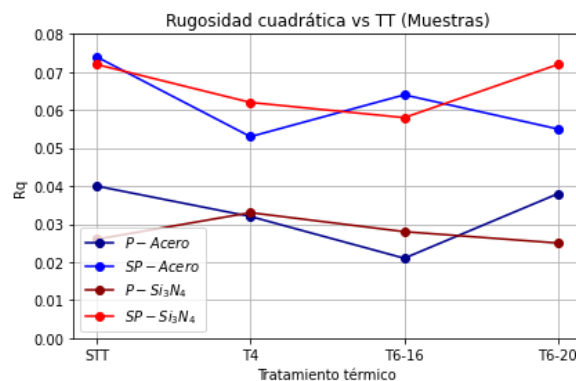


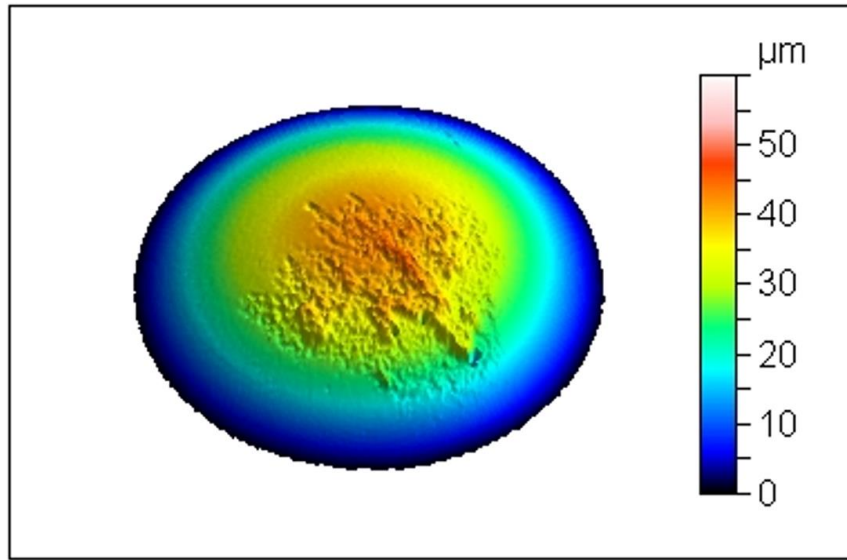
Figura 4.21 Gráficas representativas de la rugosidad media  $R_a$  y la rugosidad media cuadrática  $R_q$  sobre todos los materiales y con ambas esferas (acero y  $Si_3N_4$ ).

#### 4.4.4 Medición de rugosidad sobre los pernos de Acero y $Si_3N_4$ (perno sobre disco)

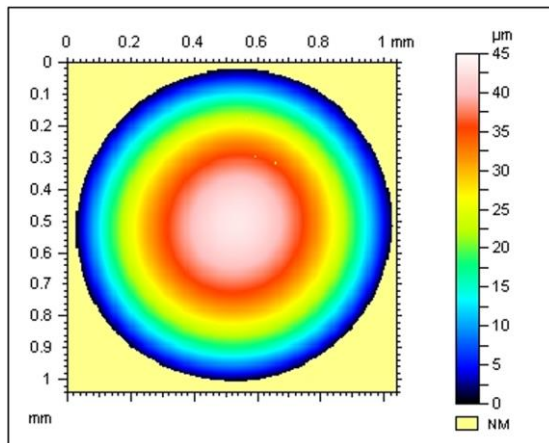
Debido a que en el desgaste influyen los dos materiales puestos en contacto, también se analizaron las huellas sobre los pernos. Éstos al tener una forma esférica tuvieron un post-procesamiento distinto. Primero se separó el área desgastada en dos secciones como se muestra en la Figura 4.22. La Figura 4.22a nos muestra la huella de desgaste sobre el perno de acero puesto en contacto deslizante contra el material P-T6-16. La Figura 4.22b nos muestra únicamente la concavidad del perno quitándole la zona desgastada. La Figura 4.22c nos muestra un aplanamiento de la esfera para sólo visualizar la rugosidad generada por el desgaste, de estos últimos datos se obtuvieron los valores de rugosidad media y rugosidad media cuadrática que se muestran más adelante.



a) Vista a 45° de la huella de desgaste sobre el perno de acero puesto en contacto contra el material P-T6-16



b) Concavidad del perno



c) Rugosidad sobre la esfera

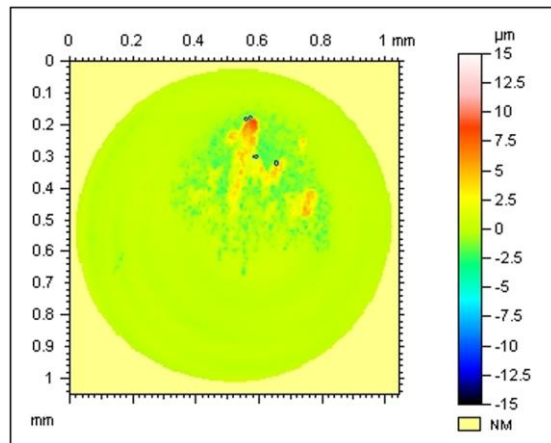


Figura 4.22 Esquema que representa la separación del perno desgastado en a) concavidad de la esfera sin ser desgastada y b) esfera aplanada mostrando únicamente el desgaste sufrido por el perno.

Dado que el desgaste sobre el perno se presenta a lo largo de toda la superficie analizada, no es necesario medir la rugosidad a partir de líneas, en este caso es más conveniente usar un análisis de rugosidad superficial. Los valores de la rugosidad media y la rugosidad media cuadrática obtenidos de los pernos previos a los ensayos de desgaste se muestran en la Tabla 4.25.

Tabla 4.25 Rugosidad media y rugosidad media cuadrática medidas a lo largo de toda la superficie de los pernos no desgastados

Materiales del perno	Acero	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
Ra (μm)	0.196	0.153
Rq (μm)	0.246	0.276

La Tabla 4.26 y la Tabla 4.27 nos muestran los valores de rugosidad media y rugosidad media cuadrática de los pernos utilizados en cada prueba.

Tabla 4.26 Rugosidad media y rugosidad media cuadrática medidas a lo largo de toda la superficie desgastada de los pernos para los materiales sin tratamiento térmico y sujetos a un T4

Materiales puestos en contacto	STT					T4		
	P- Acero	SP- Acero	P- Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	SP- Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	P-Acero	SP- Acero	P- Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	SP- Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
<b>Ra (μm)</b>	0.564	2.06	0.633	0.825	0.645	0.675	0.504	0.533
<b>Rq (μm)</b>	0.934	3.37	0.99	1.42	1.48	1.14	0.909	0.854

Tabla 4.27 Rugosidad media y rugosidad media cuadrática medidas a lo largo de toda la superficie desgastada de los pernos para los materiales sujetos a los tratamientos térmicos T6-16 y T6-20

Materiales puestos en contacto	T6-16					T6-20		
	P- Acero	SP- Acero	P- Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	SP- Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	P-Acero	SP- Acero	P- Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	SP- Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
<b>Ra (μm)</b>	0.392	0.88	0.501	0.681	0.479	0.908	0.357	1.08
<b>Rq (μm)</b>	0.856	1.54	0.75	1.17	0.816	1.36	0.64	1.79

En general, la rugosidad media es mayor para todas las esferas que se pusieron en contacto deslizante contra algún material sin partículas comparándolo con su par con partículas. Esto se puede visualizar fácilmente en la Figura 4.23, en donde las esferas desgastadas contra materiales con partículas se representan en las dos columnas del lado izquierdo (incisos a1, b1, c1, d1 y a2, b2, c2, d2) y las esferas desgastadas contra materiales sin partículas se representan en las dos columnas del lado derecho (incisos a3, b3 c3, d3 y a4, b4, c4, d4). Es evidente que gran parte del material removido de las muestras sin partículas y sin tratamiento térmico quedó adherido sobre las esferas de acero y Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, por lo que nuevamente estas poseen la mayor rugosidad promedio (en particular el material SP-STT contra la esfera de acero).

Observando los valores de  $R_a$  en la Tabla 4.26 para los materiales sujetos a tratamiento térmico T4, se puede notar que es el único caso donde es más relevante el tipo de esfera, con quien se forma el par tribológico (acero o Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>), que poseer partículas.

En la Tabla 4.27 se observa que la rugosidad en la esfera de acero puesta en contacto con el material P-T6-16 es menor que la rugosidad sobre la esfera de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> contra el mismo material. El material P-T6-20 se comporta de forma contraria, es decir, la rugosidad sobre la esfera de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> es menor que la rugosidad sobre la esfera de acero.

En general, la rugosidad en las esferas aumenta por efecto de las 4 horas extras en el proceso de envejecimiento de los materiales T6-20, concordando con lo que se había dicho anteriormente: el proceso de envejecimiento cruzó su punto óptimo después de las 16 horas.

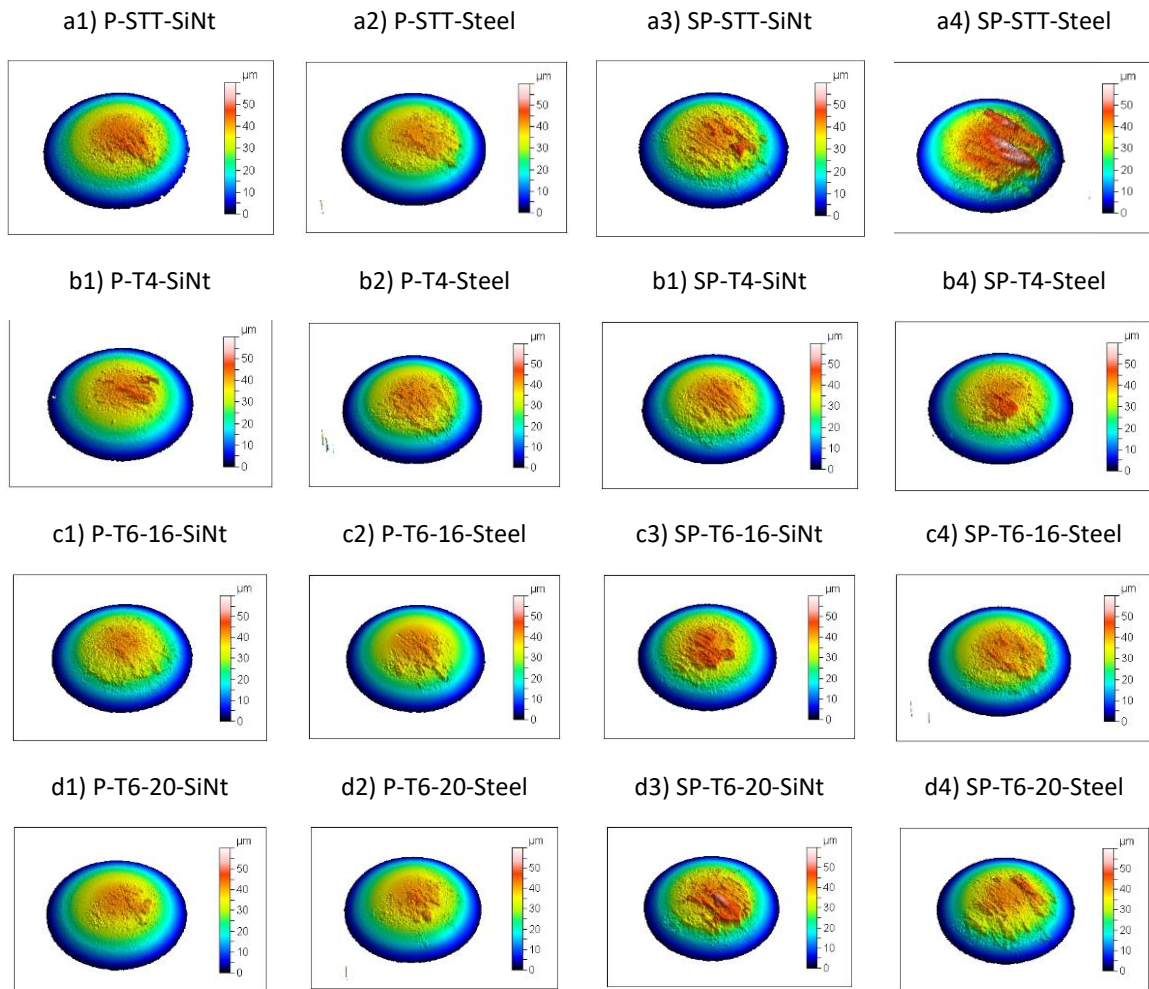
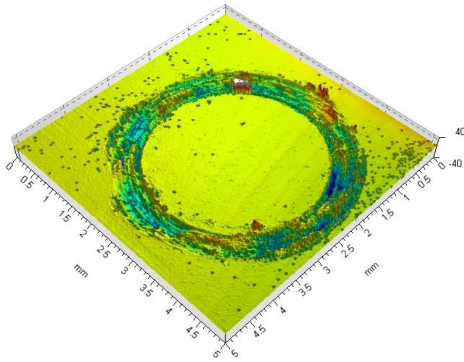


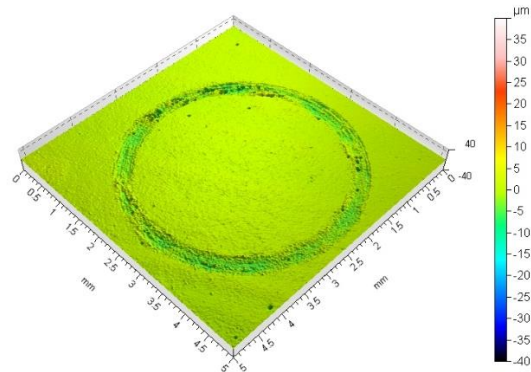
Figura 4.23 Representación topográfica en donde se muestra cómo es que quedaron las esferas después del ensayo de desgaste rotacional. Las dos columnas del lado izquierdo representan a las esferas deslizadas contra el material con partículas mientras que las dos columnas del lado derecho representan las pruebas sin partículas.

Con el fin de comparar el par tribológico óptimo contra el menos adecuado, se presenta la Figura 4.24. Los valores de  $R_q$  son: 2.86 (material SP-STT), 0.65 (material P-T6-16), 2.06 (esfera de acero contra el material SP-STT) y 0.392 (esfera de acero contra el material P-T6-16). De las imágenes y los valores es claro ver que las partículas y el tratamiento térmico de envejecimiento en conjunto andan causando una diferencia significativa abismal en el rendimiento tribológico.

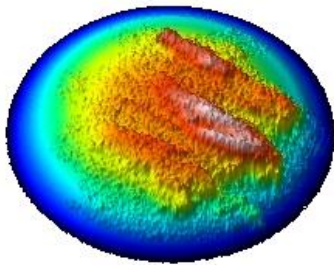
a) *Material sin partículas y STT desgastado contra perno Acero.  $R_a = 2.86$ .*



b) *Material con partículas y T6-16 desgastado contra perno Acero.  $R_a = 0.65$ .*



c) *Perno de Acero desgastado contra el material sin partículas y STT.  $R_a = 2.06$ .*



d) *Perno de Acero desgastado contra el material con partículas y T6-16.  $R_a = 0.392$ .*

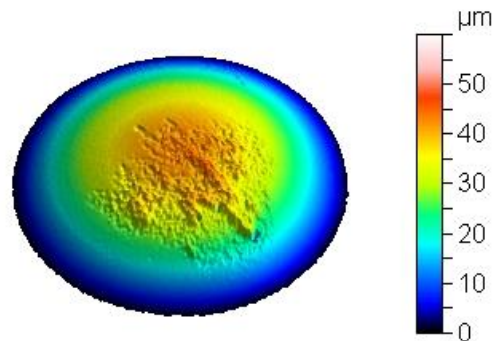
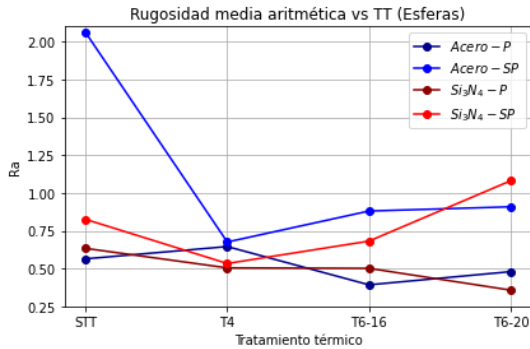


Figura 4.24 Comparación del par tribológico óptimo contra el menos adecuado. Del lado izquierdo se muestra el par SP-STT contra esfera de acero y del lado derecho se muestra el par P-T6-16 contra esfera de acero.

A manera de resumen se presenta la Figura 4.25, en esta se observa cómo, en general, la rugosidad media aritmética y la rugosidad media cuadrática de los pernos que estuvieron en contacto deslizante contra materiales sin partículas, están por encima de las rugosidades de los pernos que estuvieron en contacto deslizante contra materiales con partículas. En el caso de los materiales sin partículas se presenta una clara diferencia en las rugosidades dependiendo de si la esfera era de acero o de  $Si_3N_4$ , teniendo mayores valores de rugosidad en las esferas de acero. En los materiales con partículas no es tan claro distinguir si hubo diferencia en el desgaste por efecto del tipo de esfera.

a) Comparación gráfica de la rugosidad media aritmética  $R_a$  sobre los pernos



b) Comparación gráfica de la rugosidad media cuadrática  $R_q$  sobre los pernos

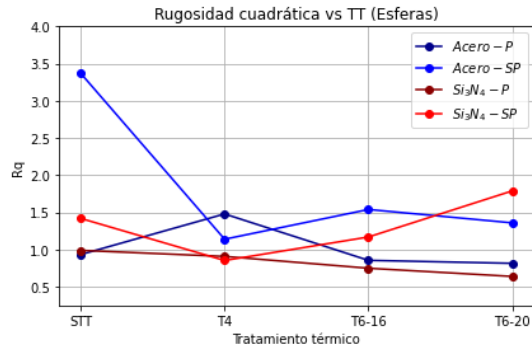
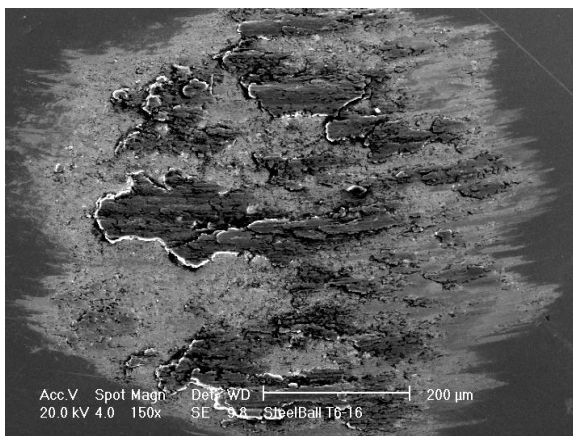


Figura 4.25 Gráficas representativas de la rugosidad media  $R_a$  y la rugosidad media cuadrática  $R_q$  sobre las esferas (Acero y  $Si_3N_4$ ) que se sometieron a contacto deslizando contra los materiales analizados.

#### 4.4.5 Esferas desgastadas observadas con el SEM

Para comparar visualmente el desgaste que se dio en las esferas, se muestra la Figura 4.26. El material sin partículas de adherió a las esferas mucho más que el material con partículas. En ambos casos se logran ver líneas en la dirección del movimiento del deslizamiento, sin embargo, en la esfera que se deslizó contra el material P-T6-16 parece que comienza a rayarse. Lo anterior puede deberse a que las partículas cerámicas actúan como abrasivo desgastando a las esferas y a las muestras.

a) Desgaste tribológico observado en la esfera de Acero, puesto en contacto contra el material SP-T6-16.



b) Desgaste tribológico en la esfera de Acero, puesto en contacto contra el material P-T6-16.

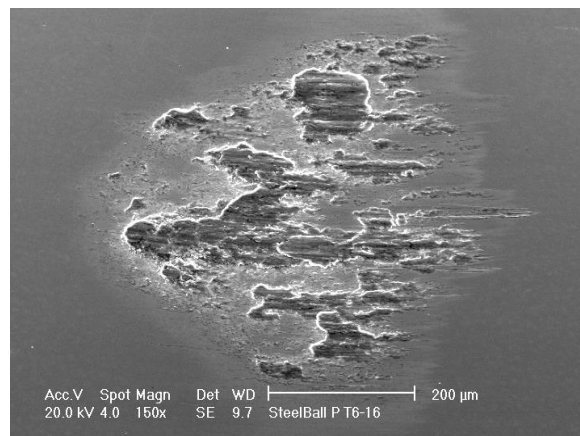


Figura 4.26 Visualización de esferas de acero desgastadas contra a) material SP-T6-16 y b) material P-T6-16. Ambas imágenes están a 150 aumentos. Se ve claramente que el material sin partículas se adherió más a la esfera de acero. Ambas imágenes muestran indicios de desgaste abrasivo.

## 5 Conclusiones

---

Se obtuvo satisfactoriamente una aleación Al-Cu-Mg-Sn reforzada con partículas cerámicas de  $TiB_2$ , además de establecer una metodología para su obtención. En dicha metodología se plantearon los cálculos químicos para generar el 5% en volumen de partículas de  $TiB_2$  dentro de la aleación. Para que se llevara a cabo la reacción química necesaria se incorporaron sales de  $K_2TiF_6$  (hexafluorotitanato de potasio) y  $KBF_4$  (tetrafluoroborato de potasio).

Durante el proceso de solidificación se dio la formación de precipitados  $TiAl_3$  (observados en microscopía óptica y SEM), abriendo paso a la generación de partículas cerámicas de  $TiB_2$  (observadas únicamente en el SEM por su tamaño).

Los granos del material de fundición sin partículas presentaron una estructura dendrítica, la cual se modificó por la aplicación de los distintos tratamientos térmicos. El material con partículas presentó una disminución significativa en el tamaño de grano además de no presentarse estructura dendrítica debido a que las partículas cerámicas actuaron como puntos de nucleación.

El tratamiento térmico de envejecimiento en conjunto con las partículas cerámicas, incrementaron más de 3 veces la dureza del material, obteniendo la mayor dureza cuando se envejeció durante 16 horas. Lo anterior debido a que las partículas de  $TiB_2$  activaron el mecanismo de Orowan y el envejecimiento causó una distorsión de la matriz alrededor de los precipitados GPB, mismos que también endurecieron el material. Las mediciones de dureza se analizaron con dos metodologías. El análisis ANOVA reveló diferencias significativas por tratamientos térmicos y presencia de partículas. La prueba de Tukey identificó diferencias específicas entre las muestras. Además, se compararon las mediciones de dureza obtenidas a 0.5N, 1N y 2 N mediante microscopía óptica y la indentación instrumentada, revelando diferencias por la dispersión de los datos y por las cargas tan pequeñas con las que se obtuvieron los resultados. Cabe señalar que la dispersión de datos se debió principalmente a la heterogeneidad en la distribución de las partículas cerámicas o de los precipitados GPB al realizar la indentación; mientras que las partículas cercanas arrojaban valores grandes de dureza, las partículas lejanas mostraban valores bajos.

En la literatura la mayor dureza lograda por el envejecimiento está alrededor de 100 [HV] reportando periodos de envejecimiento dentro del horno entre 12-16 hrs. La dureza del material sujeto a un T6-16 obtuvo una dureza aproximada de 60 [HV] mientras que la T6-20 tenía una dureza aún menor, por lo cual no es descabellado pensar que el material estaba sobre envejecido. Una ventaja que se presenta en el sobre-envejecimiento es que los precipitados GPB son más estables.

Se mostró que la incorporación de las partículas afecta de forma significativa los coeficientes de fricción, disminuyéndolos. Como dato relevante se muestra cómo el comportamiento de la fricción es inverso al comportamiento de la dureza. Cuando el material obtuvo mayor dureza (con el tratamiento T6-16) también obtuvo el menor coeficiente de fricción, y cuando fue perdiendo dureza por efecto del sobre-envejecimiento se iba aumentando el coeficiente de fricción.

Tanto la dureza como el coeficiente de fricción presentaron una acumulación de efectos producto de mezclar las partículas junto con el envejecimiento. Obteniendo valores de dureza muy por encima de los 100 [HV], reportados en la literatura.

Además, se observó que las partículas disminuyen la rugosidad media y la rugosidad media cuadrática, especialmente cuando su proceso de fabricación incluye un tratamiento térmico T6-16. En las pruebas de perno sobre disco los materiales con partículas mostraban un mejor rendimiento tribológico. Notando que si se les aplica un tratamiento térmico T6-16, el rendimiento tribológico mejora significativamente.



El análisis del ancho de las pistas de desgaste reveló que tanto las partículas como los tratamientos térmicos tuvieron efectos significativos en su tamaño, siendo las partículas el factor determinante en la reducción de este. Esto se puede explicar si vemos a las partículas como un elemento que impide el contacto entre la contraparte y la matriz metálica. Es decir que la matriz no se va a desgastar sin antes haber desecho las partículas. Esto se ve claramente en las imágenes de las huellas obtenidas en el SEM, donde el material sin partículas se ve embarrado, mientras que el material con partículas simplemente se ve rayado.

Refiriéndonos a la contraparte, las esferas de acero provocaron mayores coeficientes de fricción que las esferas de  $Si_3N_4$ . Por otro lado, seleccionar la esfera de acero o de  $Si_3N_4$  no causaba diferencia significativa sobre el tamaño de las huellas de desgaste si se analizaba de forma aislada, si se analizaba en conjunto con el factor de las partículas y los tratamientos térmicos el análisis ANOVA indicó que el cambio de esferas comenzaba a tomar relevancia.

La rugosidad media cuadrática siempre fue superior cuando el contacto entre materiales incluía una esfera de acero y no una de  $Si_3N_4$ . Con la rugosidad media no pasa lo mismo, en particular bajo los tratamientos T6-16 y T6-20.

Con los dos puntos anteriores podemos reforzar la idea de que el desempeño tribológico no sólo depende de un material, sino de la combinación del par tribológico que se esté estudiando.

#### **Trabajo a futuro.**

Para lograr trasladar este trabajo al ámbito industrial en donde se pueda competir contra materiales ferrosos, con la ventaja de ser menos densos, se debe tener una mejor caracterización comenzando con pruebas de tracción, lo cual daría a este proyecto una connotación más amplia. La tribología no se podría considerar como caracterización fundamental. Sin embargo, contribuye a un mejor entendimiento de los distintos mecanismos de desgaste que se pudiesen presentar en la industria.

A lo largo de este trabajo aparecieron muchas interrogantes. ¿Hay otros materiales a los cuales se les pueda generar partículas similares?, ¿de qué depende la distribución de las partículas cerámicas generadas?, ¿es mejor una distribución homogénea o heterogénea de dichas partículas?, ¿existen modelos matemáticos que nos indiquen en qué medida la química del material influye en el desempeño tribológico?, ¿el aumento en la dureza del material afectará de forma grave al límite de elástico del material?, ¿qué características tendría que tener dicha partícula para funcionar bien o incluso mejor?, ¿cuál es el camino a seguir para que una partícula funcione como endurecedor de una matriz metálica?

Como parte del trabajo a futuro en estudios de posgrado se planea dar solución a muchas de estas cuestiones.

## Bibliografía

- [1] E. Rabinowicz, "The Determination of the Compatibility of Metals through Static Friction Tests," *ASL E Trans*, vol. 14, no. 3, pp. 198–205, 1971, doi: 10.1080/05698197108983243.
- [2] J. N. Israelachvili, *Intermolecular and Surface Forces*. Academic Press, 2011.
- [3] T. A. Stolarski, *Tribology in machine design*. Industrial Press Inc., 1990.
- [4] D. Maugis, "Adhesion of solids: mechanical aspects," *Mod Tribol Handb*, vol. 1, 2001.
- [5] J. Krim, "Surface science and the atomic-scale origins of friction: what once was old is new again," *Surf Sci*, vol. 500, no. 1–3, pp. 741–758, 2002.
- [6] C. Figueroa, R. Schouwenaars, V. Jacobo, A. Ortiz Prado, R. Petrov, and L. Kestens, "Tribological and Microstructural Characterization of Ultrafine Layers Induced by Wear in Ductile Alloys," *Tribol Online*, vol. 11, pp. 389–395, 2016, doi: 10.2474/trol.11.389.
- [7] H. Li, Z. Shouxin, Y. Ou, and Y. Lai, "Synthesis, microstructure, and mechanical properties of in situ TiB<sub>2</sub>/Al-4.5Cu composites," *Sci Eng Compos Mater*, vol. 25, 2016, doi: 10.1515/secm-2015-0478.
- [8] C. Vargel, *Corrosion of Aluminium*, 2nd ed. Elsevier Science, 2019.
- [9] S. C. Wang, M. J. Starink, and N. Gao, "Precipitation hardening in Al–Cu–Mg alloys revisited," *Scr Mater*, vol. 54, no. 2, pp. 287–291, 2006, doi: <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2005.09.010>.
- [10] B. Bhushan, *Modern Tribology Handbook, Two Volume Set*. Taylor & Francis, 2000.
- [11] I. Hutchings and P. Shipway, *Tribology: Friction and wear of engineering materials: Second Edition*. 2017.
- [12] E. Rabinowicz, *Friction and wear materials*, 2da ed. Wiley, 2013.
- [13] F. P. Bowden and D. Tabor, *The Friction and Lubrication of Solids*. United Kingdom, 1950.
- [14] G. Straffelini, *Friction and Wear: Methodologies for Design and Control*, 1st ed. Springer International Publishing, 2015.
- [15] K. Heinz and Z. Gahr, *Microstructure and Wear of Materials*. Academic Press, Elsevier, 1987.
- [16] S. L. Rice, H. Nowotny, and S. F. Wayne, *Wear of Materials ASME*, ASME. 1981.
- [17] A. Cornet, J. Díaz, A. Villuendas, J. Mendoza, and F. Peiró, "Técnicas Microscópicas de Caracterización (coursera)," 2022.
- [18] S. Wilson and A. T. Alpas, *Wear*. 1999.
- [19] T. Kayaba and K. Kato, *Wear of Materials*. 1979.
- [20] J. F. Archard, "Contact and Rubbing of Flat Surfaces," *J Appl Phys*, vol. 24, no. 8, pp. 981–988, 1953, doi: 10.1063/1.1721448.
- [21] A. W. B. Gwidon Stachowiak, *Engineering Tribology*, 2nd ed. Butterworth-Heinemann, 2000.
- [22] P. R. Roberge, *Handbook of corrosion engineering*, Tercera ed. McGraw-Hill, 2019.
- [23] D. A. Jones, *Principles and prevention of corrosion*, 2nd ed. Pearson, 1995.
- [24] K. C. Ludema, *Friction Wear Lubrication A Textbook in Tribology*, 1st ed. CRC-Press, 1996.
- [25] G. E. Totten, *Handbook of Lubrication and Tribology: Volume I Application and Maintenance*. 2006.
- [26] E. Rabinowicz, *Friction and wear of materials*, 2nd ed. New York: Wiley, 1995.



- [27] K. Vikram, A. Agarwal, A. Jena, and R. Upadhyay, *Advances in Engine Tribology*. Springer, 2021.
- [28] S. Suresh, *Fatigue of materials*, 2nd ed. Cambridge University Press, 1998.
- [29] J. M. Barsom and S. T. Rolfe, *Fracture and Fatigue Control in Structures - Applications of Fracture Mechanics*. ASTM International, 1999.
- [30] M. C. Douglas, *Design and analysis of experiments*, 10th ed. Wiley, 2020.
- [31] N. Taback, *Design and Analysis of Experiments and Observational Studies Using R*, 1st ed. CRC Press, 2022.
- [32] D. J. Denis, *Applied Univariate, Bivariate, and Multivariate Statistics Using Python: A Beginner's Guide to Advanced Data Analysis*, 1st ed. Wiley, 2021.
- [33] H. Gutiérrez Pulido and R. De la Vara Salazar, *Análisis y diseño de experimentos*, 3a ed. McGraw Hill, 2012.
- [34] R. Hernández Sampieri and C. P. Mendoza Torres, *Metodología de la investigación : las rutas cuantitativa, cualitativa y mixta*, 1ª ed. Ciudad de México: McGraw-Hill interamericana, 2018.
- [35] K. Sultan, *Practical Guide to Materials Characterization: Techniques and Applications*. Wiley-VCH, 2022.
- [36] D. Shuman, A. Costa, and M. Andrade, "Calculating the elastic modulus from nanoindentation and microindentation reload curves," *Mater Charact - MATER CHARACT*, vol. 58, pp. 380–389, 2007, doi: 10.1016/j.matchar.2006.06.005.
- [37] M. F. Doerner and W. D. Nix, "A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments," *J Mater Res*, vol. 1, pp. 601–609, 1986, doi: 10.1557/JMR.1986.0601.
- [38] W. Oliver and G. Pharr, "An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments," *J Mater Res*, vol. 7, pp. 1564–1583, 1992, doi: 10.1557/JMR.1992.1564.
- [39] W. C. Pethica, J. B.; Hutchings, R.; Oliver, "Hardness measurement at penetration depths as small as 20 nm," *Philos Mag A*, vol. 48, no. 4, p. 593–606, 1983.
- [40] G. Loubet, J. L.; Georges, J. M.; Marchesini, O.; Meille, "Vickers Indentation Curves of Magnesium Oxide (MgO)," *J Tribol*, vol. 106, no. 1, p. 43, 1984.
- [41] H. M. Newey, D; Wilkins, M A; Pollock, "An ultra-low-load penetration hardness tester," *J Phys E Sci Instruments*, vol. 15, no. 1, pp. 119–122, 1982.
- [42] D. Stilwell, N A; Tabor, "Elastic Recovery of Conical Indentations," *Proc Phys Soc*, vol. 78, no. 2, p. 78, 1961.
- [43] A. E. H. LOVE, "BOUSSINESQ'S PROBLEM FOR A RIGID CONE," *Q J Math*, vol. os-10, no. 1, pp. 161–175, 1939, doi: 10.1093/qmath/os-10.1.161.
- [44] I. N. Sneddon, "The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile," *Int J Eng Sci*, vol. 3, no. 1, pp. 47–57, 1965.
- [45] D. Tabor, "A Simple Theory of Static and Dynamic Hardness," *Proc Math Phys Eng Sci*, vol. 192, no. 1029, p. 247–274, 1948.
- [46] M. Yovanovich, "Micro and Macro Hardness Measurements, Correlations, and Contact Models," *Collect Tech Pap - 44th AIAA Aerosp Sci Meet*, vol. 16, pp. 12–25, 2006, doi: 10.2514/6.2006-979.
- [47] E. Broitman, "Indentation Hardness Measurements at Macro-, Micro-, and Nanoscale: A Critical Overview," *Tribol Lett*, vol. 65, no. 1, p. 23, 2017.
- [48] K. L. Johnson, *Contact mechanics*. Cambridge University Press, 1985.

- [49] M. Dao; N. Chollacoop; K.J. Van Vliet; T.A. Venkatesh; S. Suresh, "Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation," *Acta Mater*, vol. 49, no. 19, p. 3899–3918, 2001.
- [50] A.E. Giannakopoulos; S. Suresh, "Determination of elastoplastic properties by instrumented sharp indentation," *Scr Mater*, vol. 40, no. 10, pp. 1191–1198, 1999.
- [51] A.E. Giannakopoulos; P.-L. Larsson; R. Vestergaard, "Analysis of Vickers indentation," *Int J Solids Struct*, vol. 31, no. 19, p. 2679–2708, 1994.
- [52] A. Suresh, S and Giannakopoulos, "Report Inst-2/98," 1998.
- [53] Yongli Huang; Xiaofang Liu; Yichun Zhou; Zengsheng Ma; Chunsheng Lu, "Mathematical Analysis on the Uniqueness of Reverse Algorithm for Measuring Elastic-plastic Properties by Sharp Indentation," *J Mater Sci Technol*, vol. 27, no. 7, pp. 577–584, 2011.
- [54] ISO, "Metallic Metallic materials — Instrumented indentation test for hardness and materials parameters — Part 1: Test method (ISO 14577-1)," 2015.
- [55] V. Stolyarov, L. Shuster, M. Migranov, R. Valiev, and Y. Zhu, "Reduction of friction coefficient of ultrafine-grained CP titanium," *Mater Sci Eng A-structural Mater Prop Microstruct Process - MATER SCI ENG A-STRUCT MATER*, vol. 371, pp. 313–317, 2004, doi: 10.1016/j.msea.2003.12.026.
- [56] G. Fox-Rabinovich *et al.*, "Characteristic features of alloying HSS-based deformed compound powder materials with consideration for tool self-organization a cutting .1. Characteristic features of wear in HSS-based deformed compound powder materials at cutting," *Wear*, vol. 206, pp. 214–220, 1997, doi: 10.1016/S0043-1648(96)07516-3.
- [57] C. Figueroa, V. Jacobo, J. Cortés-Pérez, and R. Schouwenaars, "Surface Nanostructuring of a CuAlBe Shape Memory Alloy Produces a  $10.3 \pm 0.6$  GPa Nanohardness Martensite Microstructure," *Materials (Basel)*, vol. 13, p. 5702, 2020, doi: 10.3390/ma13245702.
- [58] C. Figueroa, R. Schouwenaars, J. Cortés-Pérez, R. Petrov, and L. Kestens, "Ultrafine gradient microstructure induced by severe plastic deformation under sliding contact conditions in copper," *Mater Charact*, vol. 138, 2018, doi: 10.1016/j.matchar.2018.02.017.
- [59] C. Figueroa, I. Ortega, V. Jacobo, A. Ortiz Prado, A. Bravo, and R. Schouwenaars, "Microstructures of tribologically modified surface layers in two-phase alloys," *IOP Conf Ser Mater Sci Eng*, vol. 63, p. 12018, 2014, doi: 10.1088/1757-899X/63/1/012018.
- [60] C. Figueroa, V. Jacobo, A. Ortiz Prado, and R. Schouwenaars, "Critical analysis of a coaxial configuration for the characterization of adhesive wear and its application to Al and Al–Sn alloys," *Tribol Lett*, vol. 59, 2015, doi: 10.1007/s11249-015-0548-8.
- [61] R. Schouwenaars, J. Torres, V. Jacobo, and A. Ortiz Prado, "Tailoring the Mechanical Properties of Al–Sn-Alloys for Tribological Applications," *Mater Sci Forum - MATER SCI FORUM*, vol. 539–543, pp. 317–322, 2007, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.539-543.317.
- [62] Z. Wang *et al.*, "Effect of surface nanocrystallization on friction and wear properties in low carbon steel," *Mater Sci Eng A*, vol. 352, 2003, doi: 10.1016/S0921-5093(02)00870-5.
- [63] J. Nath, *Aluminium Castings Engineering Guide*. ASM International, 2018.
- [64] J. Lane, *Aluminium in building*, Reissued. Routledge, 2018.
- [65] A. S. M. I. H. Committee, *ASM Handbook*, no. v. 4. ASM International, 1990.
- [66] A. S. M. I. H. Committee, "Properties and Selection: Irons, Steels, and High-performance Alloys," ASM International, 1990, pp. 245–247.
- [67] S. I. Shakil *et al.*, "Microstructural-micromechanical correlation in an Al–Cu–Mg–Ag–TiB<sub>2</sub> (A205) alloy: additively manufactured and cast," *Mater Sci Eng A*, vol. 832, p. 142453, 2022, doi:

<https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142453>.

- [68] A. Mouritz, *Introduction to Aerospace Materials*. Woodhead Publishing, 2012.
- [69] S. C. Wang and M. J. Starink, "Two types of S phase precipitates in Al–Cu–Mg alloys," *Acta Mater*, vol. 55, no. 3, pp. 933–941, 2007, doi: 10.1016/j.actamat.2006.09.015.
- [70] K. Staab, Torsten E M; Klobes, Benedikt; Kohlbach, Iris; Korff, Björn; Haaks, Matz; Dudzik, Esther; Maier, "Atomic structure of pre-Guinier-Preston and Guinier-Preston-Bagaryatsky zones in Al-alloys," *J Phys Conf Ser*, vol. 265, 2011, doi: 10.1088/1742-6596/265/1/012018.
- [71] C. Zhongwei and L. Shishun, "Reinterpretation of precipitation behavior in an aged AlMgCu alloy," *J Mater Sci*, vol. 49, no. 22, 2014, doi: 10.1007/s10853-014-8474-y.
- [72] L. Kovarik, S. A. Court, H. L. Fraser, and M. J. Mills, "GPB zones and composite GPB/GPBII zones in Al–Cu–Mg alloys," *Acta Mater*, vol. 56, no. 17, 2008.
- [73] S. P. Ringer, T. Sakurai, and I. J. Polmear, "Origins of hardening in aged Al-Cu-Mg-(Ag) alloys," *Acta Mater*, vol. 45, no. 9, pp. 3731–3744, 1997, doi: [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(97\)00039-6](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00039-6).
- [74] T. S. P. S. C. W. M. J. Starink, "Hardening of an Al-Cu-Mg alloy containing Types I and II S phase precipitates," *Mater Des*, vol. 31, no. supp-S1, 2010, doi: 10.1016/j.matdes.2009.12.048.
- [75] L. L. M. O. L. F. L. Chen, "Al-4 wt% Cu Composite reinforced with in-situ TiB<sub>2</sub> particles," *Acta Mater*, vol. 45, no. 10, p. 4297–4309, 1997.
- [76] Hongzhan Yi; Naiheng Ma; Yijie Zhang; Xianfeng Li; Haowei Wang, "Effective elastic moduli of Al–Si composites reinforced in situ with TiB<sub>2</sub> particles," *Scr Mater*, vol. 54, no. 6, p. 1093–1097, 2006.
- [77] M. Wang *et al.*, "Mechanical properties of in-situ TiB<sub>2</sub>/A356 composites," *Mater Sci Eng A*, vol. 590, pp. 246–254, 2014, doi: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.10.021>.
- [78] J. Lakshmiathy and B. Kulendran, "Reciprocating Wear Behaviour of 7075Al/SiC and 6061Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composites: A study of Effect of Reinforcement, Stroke and Load," *Tribol Ind*, vol. 36, pp. 117–126, 2014.
- [79] P. Egizabal, M. de Cortázar, A. Torregaray, A. Veillère, J. Douin, and J.-F. Silvain, "Analysis of the Solidification and Microstructure of Two Aluminium Alloys Reinforced with TiB<sub>2</sub> Particles," *Adv Eng Mater*, vol. 13, pp. 887–894, 2011, doi: 10.1002/adem.201100040.
- [80] A. Jafari Pirlari, M. Emamy, A. Amadeh, and M. Naghizadeh, "Elucidating the Effect of TiB<sub>2</sub> Volume Percentage on the Mechanical Properties and Corrosion Behavior of Al5083-TiB<sub>2</sub> Composites," *J Mater Eng Perform*, vol. 28, pp. 6912–6920, 2019, doi: 10.1007/s11665-019-04403-6.
- [81] Y. M. Youssef, R. Dashwood, and P. Lee, "Investigation of the latent heat associated with the solidification of an Al–TiB<sub>2</sub> composite," *Mater Sci Eng A*, vol. 391, pp. 427–432, 2005, doi: 10.1016/j.msea.2004.09.021.