



Universidad Autónoma de San Luis Potosí

Facultad de Ingeniería

Centro de Investigación y Estudios de Posgrado

**Evaluación del Comportamiento Mecánico de Materiales
Compuestos AA7075/Lana de Escoria, Obtenidos Mediante
Aleado Mecánico y Extrusión en Caliente**

T E S I S

Que para obtener el grado de:

Maestro en Metalurgia e Ingeniería de Materiales

Presenta:

Ing. Edgar Fernando Armendáriz Alonso

Asesor:

Dr. Emmanuel José Gutiérrez Castañeda

Co-Asesor:

Dra. Esperanza Elizabeth Martínez Flores



Agradecimientos

Agradezco a mis asesores de tesis Dr. Emmanuel José Gutiérrez Castañeda y Dra. Esperanza Elizabeth Martínez Flores por su paciencia infinita y apoyo para culminar esta tesis.

Agradezco a mis revisores de tesis Dra. Juana María Miranda Vidales, Dr. Mitsuo Osvaldo Ramos Azpeitia y Dr. Raúl Ignacio Hernández Molinar, por sus comentarios, sugerencias y recomendaciones, que me sirvieron para hacer de este documento un mejor trabajo.

Al personal del Instituto de Metalurgia por su apoyo para la caracterización de materiales especialmente a M.M.I.M. Rosa Lina Tovar Tovar, Dra. Nubia Arteaga Larios, Ing. Fernando Rodríguez Juárez, L.Q. Claudia Hernández Galván, M.I.M Claudia Guadalupe Elías Alfaro y al Técnico Alfredo Ruiz Prado.

Agradezco a M. en C. Ana Iris Peña Maldonado del Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica por su apoyo en la caracterización de materiales.

Extiendo un agradecimiento especial al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología por la beca para realizar mis estudios de maestría con No. 733640.

Agradezco el apoyo del Centro de Investigación en Materiales Avanzados, Campus Chihuahua (CIMAV) por la estancia profesional para obtener los materiales compuestos y realizar la extrusión en caliente. Especialmente, al Dr. Roberto Martínez Sánchez, Dr. Carlos Gamaliel Garay Reyes y Marco Antonio Ruiz Esparza Rodríguez.

Dedicatoria

¡A todas las personas que me brindaron su apoyo incondicional durante la realización de mi proyecto, en especial a Beatriz Gómez Narváez, a mi familia y amigos!

Resumen

Los materiales compuestos con matriz de AA7075 son considerados como materiales prometedores para aplicaciones donde se requiere una alta resistencia mecánica específica (resistencia/densidad). Hasta la fecha, se han reportado los efectos de las variables de distintos procesos (llevados a cabo en estado líquido y sólido), y el uso de distintos tipos de materiales de refuerzo (grafito, nanotubos de carbono, zirconia, entre otros) sobre la microestructura, el comportamiento mecánico, tribológico y la resistencia a la corrosión de dichos materiales. Sin embargo, no existe información respecto al uso de lana de escoria como material de refuerzo para la obtención de materiales compuestos AA7075/lana de escoria, obtenidos mediante aleado mecánico y extrusión en caliente.

En el presente trabajo, se fabricaron mediante aleado mecánico y extrusión en caliente, materiales compuestos AA7075/lana escoria. Se utilizaron polvos de los elementos que constituyen la aleación AA7075 y como material de refuerzo lana de escoria. Los polvos fueron posteriormente compactados, sinterizados y extruidos en caliente. Se investigaron los efectos del contenido de lana de escoria (0.0, 1.0, 1.5 y 2.0 % en peso) y del tiempo de aleado mecánico (0.0, 2.5 y 5.0 h) sobre la morfología y tamaño de partícula de los polvos, y sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de los materiales extruidos.

La morfología de los polvos se observó mediante microscopía electrónica de barrido, y el tamaño de partícula se determinó mediante difracción láser y microscopía electrónica de barrido. El tamaño de cristalito se determinó a partir de difracción de rayos-X utilizando la ecuación de Scherrer. Los materiales extruidos fueron caracterizados mediante difracción de rayos-X (para identificación de segundas fases) y microscopía electrónica de transmisión (para tamaño de grano y segundas fases). Las propiedades mecánicas de los materiales extruidos (E_f = elongación a fractura, σ_y = resistencia a la cedencia y $\sigma_{m\acute{a}x}$ = resistencia a la tracción) se determinaron mediante ensayos de tensión uniaxial.

De acuerdo con los resultados obtenidos, la resistencia mecánica más alta en materiales extruidos se obtuvo con 1.5 % de material de refuerzo y 5 h de aleado mecánico: $\sigma_y = 510.7$ MPa y $\sigma_{m\acute{a}x} = 533.7$ MPa. Estos valores son significativamente más elevados que en muestras sin material de refuerzo y sin aleado mecánico: $\sigma_y = 184.3$ MPa y $\sigma_{m\acute{a}x} = 276.2$ MPa, y que

aleaciones AA7075-O en condición de recocido producidas por métodos convencionales: $\sigma_y = 96$ MPa y $\sigma_{m\acute{a}x} = 221$ MPa. No obstante, el valor máximo de resistencia a la cedencia fue ligeramente más alto, y la resistencia a la tracción fue inferior a los de una aleación AA7075-T6 (tratada térmicamente y envejecida artificialmente): $\sigma_y = 505$ MPa y $\sigma_{m\acute{a}x} = 570$ MPa; sin embargo, esto es entendible hasta cierto punto considerando que los materiales compuestos desarrollados no fueron sometidos a ningún tratamiento térmico posterior a su obtención. En todos los casos, E_f es similar o menor al valor mínimo reportado para esta aleación (5 %), lo cual es característico en las aleaciones de aluminio de alta resistencia.

La mejora en la resistencia mecánica de los materiales extruidos obtenidos en el presente trabajo está relacionada con los mecanismos de endurecimiento por refinamiento de grano, la dispersión del material de refuerzo y de MgZn (formados durante el sinterizado y la extrusión) en la matriz de AA7075. El tiempo de molienda fue la variable de estudio que tuvo un efecto más significativo sobre la resistencia mecánica, lo cual es soportado por un análisis estadístico de los datos obtenidos en función del tiempo de aleado mecánico y del contenido del material de refuerzo (factores) sobre la resistencia a la cedencia (variable de respuesta).

Contenido

Agradecimientos	I
Dedicatoria	II
Resumen	III
Contenido	V
Índice de figuras	VI
Índice de tablas	IX
Símbolos y abreviaturas.....	X
Introducción	XI
Capítulo 1 Materiales Compuestos de Matriz de Aluminio AA7075.....	1
1.1 Clasificación de Aleaciones de Aluminio y Características de la Aleación AA7075 ..	1
1.2 Material de Refuerzo	4
1.3 Métodos de Fabricación.....	6
1.4 Mecanismos de Endurecimiento.....	9
1.5 Aplicaciones	12
Capítulo 2 Síntesis y Caracterización de los Materiales Compuestos AA7075/Lana de Escoria.	14
2.1 Técnicas Empleadas para la Caracterización del Material de Refuerzo.....	16
2.2 Método de Fabricación de Materiales Compuestos de AA7075/Lana de Escoria	18
2.3 Técnicas de Caracterización de los Materiales en Polvo.....	22
2.4 Técnicas de Caracterización de los Materiales Extruidos	23
2.5 Determinación de las Propiedades Mecánicas de los Materiales Extruidos.....	24
Capítulo 3 Resultados y Discusión de los Efectos del Tiempo de Aleado Mecánico y del Contenido de Lana de Escoria sobre la Microestructura y las Propiedades Mecánicas de los Materiales Compuestos Producidos.	26
3.1 Caracterización del Material de Refuerzo	26
3.2 Materiales en Polvo	31
3.3 Materiales Consolidados	49
3.4 Propiedades Mecánicas de los Materiales Consolidados	59
3.5 Análisis estadístico	67
Conclusiones.....	73
Referencias	75

Índice de figuras

<i>Figura 1 Ruptura de la capa superficial de las partículas durante el proceso de aleado mecánico en polvo de aluminio cuando interactúa con el PCA [40].....</i>	<i>8</i>
<i>Figura 2 Evolución de las partículas base durante el aleado mecánico: a) etapa inicial, b) etapa intermedia y c) etapa final [41].....</i>	<i>9</i>
<i>Figura 3 Metodología utilizada para la fabricación, caracterización y la evaluación del comportamiento mecánico de materiales compuestos AA7075/lana de escoria.....</i>	<i>15</i>
<i>Figura 4 Molino de alta energía SPEX-8000M empleado para realizar el empape y el aleado mecánico.....</i>	<i>19</i>
<i>Figura 5 Dimensiones de probeta estándar usada en este trabajo para determinar las propiedades mecánicas de los materiales extruidos [53].</i>	<i>25</i>
<i>Figura 6 Patrones de difracción de rayos-X correspondientes al material de refuerzo en condición de llegada y con tratamiento térmico a 500 °C y 800 °C.....</i>	<i>29</i>
<i>Figura 7 Características microestructurales de la lana de escoria antes del proceso de aleado mecánico: (a) distribución de tamaño y (b) morfología.....</i>	<i>30</i>
<i>Figura 8 Distribuciones de tamaño de partícula de muestras en polvo: (a) sin aleado mecánico en función del contenido de refuerzo, (b) en función del tiempo de aleado y sin refuerzo, en función de la cantidad de refuerzo y del tiempo de aleado mecánico (c) 2.5 h y (d) 5 h.</i>	<i>34</i>
<i>Figura 9 Imágenes obtenidas mediante MEB de materiales en polvo sin aleado mecánico con 2 % de refuerzo: (a) vista general 250x y (b) mayor magnificación 500x.</i>	<i>36</i>
<i>Figura 10 Análisis de composición química obtenido mediante MEB-EDS de muestra en polvo sin aleado mecánico con 2 % de refuerzo.</i>	<i>37</i>
<i>Figura 11 Imágenes obtenidas mediante MEB de los materiales sin refuerzo en función del tiempo de aleado mecánico. Para 2.5 h (a) 250x, (b) 500x y para 5 h (c) 250x, (d) 500x. .</i>	<i>39</i>
<i>Figura 12 Imágenes obtenidas mediante MEB de los materiales con 2.5 h de tiempo de aleado mecánico, reforzados con 1% (a) 250x y (b) 500x; 1.5 % (c) 250x y (d) 500x; 2% (e) 250x y (f) 500x.</i>	<i>40</i>

<i>Figura 13 Imágenes obtenidas mediante MEB de los materiales con 5 h de tiempo de aleado mecánico, reforzados con 1% (a) 250x y (b) 500x; 1.5 % (c) 250x y (d) 500x; 2% (e) 250x y (f) 500x.....</i>	<i>41</i>
<i>Figura 14 Imágenes obtenidas mediante MEB de la sección transversal de las partículas de los materiales en polvo con 5 h de tiempo de aleado: 1 % lana (a) 100x y (b) 300x; 2% de lana (c) 100x y (d) 300x.....</i>	<i>42</i>
<i>Figura 15 Patrón de difracción de los materiales en polvo sin refuerzo en función del tiempo de aleado mecánico: 0 h (negro), 2.5 h (rojo) y 5 h (azul).</i>	<i>44</i>
<i>Figura 16 Patrón de difracción de los polvos en función del tiempo de aleado con cantidades de refuerzo: (a)1 %, (b) 1.5 % y (c) 2 %.</i>	<i>45</i>
<i>Figura 17 Patrón de difracción de rayos-X que muestra el pico característico más intenso del aluminio con índices de Miller (111).....</i>	<i>47</i>
<i>Figura 18 Tamaño de cristalito en función del tiempo de aleado mecánico y del contenido de material de refuerzo.....</i>	<i>48</i>
<i>Figura 19 Micrografías obtenidas mediante microscopía electrónica de transmisión de los materiales extruidos (izquierda) y distribución de tamaño de grano (derecha) de muestras con 1.5% de material de refuerzo: (a) 0 h, (b) 2.5 h, (c) 5 h.....</i>	<i>50</i>
<i>Figura 20 Tamaño promedio de grano de los materiales fabricados con 1.5 % de refuerzo en función del tiempo de aleado mecánico.....</i>	<i>51</i>
<i>Figura 21 Patrones de difracción de rayos-X de materiales compuestos en función del tiempo de aleado mecánico: (a) sin material de refuerzo y (b) con 1 % de material de refuerzo... </i>	<i>53</i>
<i>Figura 22 Patrones de difracción de rayos-X de materiales compuestos en función del tiempo de aleado mecánico: (a) 1.5% de material de refuerzo y (b) 2 % de material de refuerzo. </i>	<i>54</i>
<i>Figura 23 Patrones de difracción de las muestras con 2% de material de refuerzo en funciones del tiempo de aleado mecánico, con tiempo de adquisición de datos de 1 h.....</i>	<i>55</i>
<i>Figura 24 Imagen obtenida mediante MET en la muestra con 1.5 % de refuerzo y 0 h de aleado mecánico: (a) vista general 3,000x, (b) 50,000x y (c) microanálisis.</i>	<i>56</i>
<i>Figura 25 Imagen obtenida mediante MET en la muestra con 1.5 % de refuerzo y 5 h de aleado mecánico: (a) vista general 3,000x, (b) 50,000x y (c) microanálisis.</i>	<i>57</i>
<i>Figura 26 Mapa de composición química elemental obtenido mediante MET en la muestra con 1.5 % de refuerzo y 5 h de aleado mecánico.</i>	<i>59</i>

<i>Figura 27 Características superficiales de las barras extruidas en función del tiempo de aleado mecánico y del contenido de refuerzo.</i>	<i>61</i>
<i>Figura 28 Resistencia a la cedencia de materiales extruidos en función de la cantidad de refuerzo y del tiempo de aleado mecánico.</i>	<i>63</i>
<i>Figura 29 Resistencia a la tensión de muestras extruidas en función de la cantidad de refuerzo y del tiempo de aleado mecánico.</i>	<i>63</i>
<i>Figura 30 Efecto del tiempo de aleado mecánico sobre el tamaño de grano y la resistencia a la cedencia de muestras extruidas con 1.5% de material de refuerzo.</i>	<i>64</i>
<i>Figura 31 Resistencia a la cedencia en función del tamaño de grano en muestras extruidas con 1.5 % de refuerzo y con distintos tiempos de aleado mecánico.</i>	<i>66</i>
<i>Figura 32 Gráficas de residuos para la validación del método ANOVA.....</i>	<i>69</i>
<i>Figura 33 Gráfica de efectos principales para la resistencia a la cedencia.</i>	<i>70</i>
<i>Figura 34 Gráfica de interacción para la resistencia a la cedencia.</i>	<i>71</i>
<i>Figura 35 Gráfica de contorno que muestra el efecto del tiempo de aleado mecánico y contenido de refuerzo sobre la resistencia a la cedencia.....</i>	<i>72</i>

Índice de tablas

<i>Tabla 1 Designación de las aleaciones de aluminio de forja de acuerdo a la Asociación de Aluminio [20].</i>	<i>2</i>
<i>Tabla 2 Composición química nominal de la aleación AA7075 [20].</i>	<i>2</i>
<i>Tabla 3 Propiedades mecánicas nominales de la aleación AA7075-T6 [23].</i>	<i>3</i>
<i>Tabla 4 Clasificación y ejemplos de materiales de refuerzo usados para la obtención de materiales compuestos con matriz metálica base aluminio [25].</i>	<i>4</i>
<i>Tabla 5 Tipos de refuerzo empleados para la obtención de materiales compuestos de matriz de AA7075, métodos usados para su fabricación y propiedades que se han mejorado en otros trabajos.</i>	<i>5</i>
<i>Tabla 6 Clasificación de los métodos de fabricación de materiales compuestos de matriz metálica base aluminio [38].</i>	<i>7</i>
<i>Tabla 7 Componentes fabricados de materiales compuestos con matriz metálica base aluminio [2].</i>	<i>13</i>
<i>Tabla 8 Composición química nominal de la aleación AA7075 y de los materiales compuestos AAA7075/lana de escoria (% peso).</i>	<i>20</i>
<i>Tabla 9 Diseño de experimentos considerado en este estudio.</i>	<i>21</i>
<i>Tabla 10 Orden de las corridas del experimento en orden aleatorio.</i>	<i>21</i>
<i>Tabla 11 Especificaciones de la probeta estandarizada de acuerdo con la norma ASTM E8-04 [53].</i>	<i>25</i>
<i>Tabla 12 Composición química de la lana de escoria usada como material de refuerzo (% peso).</i>	<i>27</i>
<i>Tabla 13 Tamaño de partícula de los materiales en polvo obtenidos después del proceso de aleado mecánico.</i>	<i>35</i>
<i>Tabla 14 Resumen de las propiedades mecánicas de los materiales extruidos en función del tiempo de aleado mecánico y la cantidad de refuerzo.</i>	<i>67</i>
<i>Tabla 15 Información de los factores de estudio.</i>	<i>68</i>
<i>Tabla 16 Resumen del modelo.</i>	<i>68</i>
<i>Tabla 17 Análisis de varianza.</i>	<i>68</i>

Símbolos y abreviaturas

MCMA	Material compuesto de matriz de aluminio
PCA	Agente de control de procesos (por sus siglas en inglés)
ODS	Endurecimiento por dispersión de óxidos (por sus siglas en inglés)
HV	Dureza Vickers
σ_y	Resistencia de cedencia
$\sigma_{m\acute{a}x}$	Resistencia a la tensión
MPa	Megapascuales
ANOVA	Análisis de varianza
HPS	Sinterizado por presión en caliente
DL	Difracción láser
EDS	Espectroscopía de rayos-X de energía dispersiva (por sus siglas en inglés)
MEB	Microscopía electrónica de barrido
MET	Microscopía electrónica de transmisión
FIB	Haz de iones focalizado (por sus siglas en inglés)
ASTM	Sociedad americana para pruebas y materiales
EAA	Espectroscopía de absorción atómica
Ef	Elongación a la fractura
A_0	Área inicial
A_f	Área final
AM	Aleado mecánico
T6	Tratamiento térmico de envejecimiento artificial
O	Condición de recocido
λ	Longitud de onda
k	Extensión del apilamiento de dislocaciones frente a límites de grano
D	Tamaño de grano

Introducción

El uso de Materiales Compuestos de Matriz de Aluminio (MCMA) en la industria automotriz ha permitido aumentar la eficiencia de los motores de combustión interna, reducir la emisión de gases contaminantes y además la incorporación de sistemas de seguridad más eficientes [1][2][3]. Estos materiales también se han utilizado en los sistemas de frenado, donde las propiedades inherentes a los materiales de refuerzo, como las partículas cerámicas duras, han logrado mejorar su resistencia al desgaste, alcanzando una reducción de la tasa de desgaste de hasta un 90 %, en comparación con aleaciones de aluminio convencionales [2]. Debido a los estándares y normativas cada vez más exigentes, las industrias aeronáutica, automotriz y energética han optado por el uso de materiales compuestos [4][5]. Estos materiales también tienen la capacidad de mejorar otras propiedades como resistencia a la corrosión, conductividad térmica y eléctrica, por lo cual los MCMA han sido utilizados en aplicaciones muy específicas como el telescopio espacial Hubble [6].

Los MCMA generalmente se refuerzan con partículas de alta dureza como carburos (Al_4C_3 , SiC , B_4C), óxidos (Al_2O_3), entre otros [7]. Recientemente se han utilizado como refuerzo partículas de grafito y lanas minerales, permitiendo mejorar las propiedades mecánicas y tribológicas de los materiales fabricados. Para aplicaciones automotrices es importante que además de la resistencia mecánica y la resistencia al desgaste, los materiales sean amigables con el medio ambiente y no tóxicos. No existe evidencia de que la exposición a lanas minerales sea causa de cáncer o enfermedades respiratorias [8], por lo que estas lanas son una alternativa al uso de asbesto en diferentes industrias [9][10]. Las lanas minerales como material de refuerzo tienen la capacidad de mejorar el comportamiento mecánico y tribológico debido a que poseen excelentes propiedades como alto módulo elástico, alta resistencia mecánica, alta resistencia a la temperatura, así como estabilidad y resistencia química [11]. Se ha reportado que las lanas minerales han demostrado ser buenas en componentes que se someten a altas tasas de fricción durante su vida útil como en los sistemas de embrague [9]. Sin embargo, las investigaciones hasta ahora se han centrado en lana de roca, mientras que no se ha encontrado información en la literatura sobre el uso de lana de escoria como material de refuerzo en la aleación AA7075. La lana de escoria tiene la ventaja de provenir de un material de desecho de otras industrias, ésta se compone principalmente de

fibras fabricadas a partir de escoria de altos hornos y la combinación de algunas rocas naturales [12].

La efectividad del refuerzo depende de la metodología de fabricación del material compuesto. El método de aleado mecánico es el más adecuado ya que permite producir materiales compuestos combinando materiales de distintos puntos de fusión. Este método es eficiente porque permite conseguir una distribución uniforme del material de refuerzo, promover el refinamiento de grano y en algunos casos incorporar a la matriz grandes cantidades de refuerzo, evitando problemas de mojabilidad comunes en otros métodos de fabricación [13][14]. El aleado mecánico es una técnica que resulta conveniente para el desarrollo de materiales compuestos de alta resistencia específica con matriz AA7075. En algunos trabajos se ha usado esta técnica para fabricar la aleación de aluminio AA7075 que se utiliza como matriz, partiendo de la mezcla de los principales elementos de aleación en polvo, con el fin de producir materiales compuestos reforzados con grafito [15][16][17].

El presente trabajo busca fabricar materiales compuestos AA7075/lana de escoria mediante aleado mecánico y extrusión en caliente, en función del tiempo de aleado y de la cantidad de material de refuerzo (lana de escoria), con el objetivo de producir materiales compuestos con propiedades mecánicas mejoradas. La hipótesis propuesta es: si se usa la técnica de aleado mecánico para fabricar la aleación de aluminio AA7075 a partir de sus elementos de aleación y se incorpora lana de escoria como material de refuerzo, entonces se podrá obtener un material compuesto con propiedades mecánicas mejoradas. Para lograr esta hipótesis se propone el siguiente objetivo general: estudiar el efecto del tiempo de aleado y el contenido de material de refuerzo sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de materiales compuestos AA7075/lana de escoria obtenidos mediante aleado mecánico y extrusión en caliente.

El desarrollo de este trabajo se basó en los siguientes objetivos específicos:

- Sintetizar y caracterizar materiales compuestos AA7075/lana de escoria, obtenidos mediante aleado mecánico en función del tiempo y contenido de lana de escoria.
- Determinar los efectos del tiempo de aleado mecánico y del contenido de lana de escoria sobre el tamaño y la morfología de los polvos, así como el tamaño de cristalito obtenido en los mismos.

-
- Investigar los efectos del tiempo de aleado mecánico y del contenido de lana de escoria sobre las características microestructurales (segundas fases, tamaño de grano, distribución de tamaño de grano) del material consolidado.
 - Establecer la correlación entre los cambios microestructurales producidos por el aleado mecánico con la microestructura y las propiedades mecánicas de las aleaciones AA7075/lana de escoria investigadas.

Capítulo 1 Materiales Compuestos de Matriz de Aluminio AA7075.

La aleación de aluminio AA7075 se caracteriza por su alta resistencia mecánica, la cual se debe a la incorporación en solución sólida de los elementos de aleación: Zn, Mg, Mn, Cu, Ti, Fe y Si. Estos elementos también permiten que la aleación tenga la capacidad de ser endurecida por envejecimiento, alcanzando valores de resistencia a la cedencia de hasta 505 MPa [18]. El método de aleado mecánico es adecuado para la fabricación de esta aleación porque hace más simple el proceso, reduce los tiempos fabricación y los costos de producción, adicionalmente, permite la incorporación de los elementos de aleación a la matriz, evitando los problemas comunes de mojabilidad presentes en los métodos de fundición tradicionales. En este capítulo se describirán las características de la aleación AA7075 y de los tipos de refuerzo que se utilizan para fabricar los materiales compuestos con matriz de esta aleación. Se revisarán también algunos de los métodos de fabricación utilizados y las propiedades que se han mejorado para la aleación AA7075.

1.1 Clasificación de Aleaciones de Aluminio y Características de la Aleación AA7075

La aleación AA7075 pertenece a la clasificación de aluminio de forja establecida por la Asociación de Aluminio [19], la cual designa las aleaciones en series de acuerdo con los elementos de aleación principales. La clasificación de las aleaciones de aluminio de forja se presenta en la Tabla 1; la AA7075 pertenece a la serie 7xxx y se caracteriza por contener Zn como elemento de aleación principal. Esta aleación también contiene otros elementos en menor proporción como Cu, Mg, Cr y Ti. La composición química nominal de la aleación AA7075 se presenta en la Tabla 2. Esta aleación también pertenece a una subcategoría de las series que son susceptibles a endurecimiento por tratamientos de envejecimiento, al igual que las aleaciones de las series 2xxx y 6xxx.

Tabla 1 Designación de las aleaciones de aluminio de forja de acuerdo a la Asociación de Aluminio [20].

Designación	Elementos de aleación principales	Susceptible a endurecimiento por envejecimiento
1xxx	Sin elementos de aleación	/
2xxx	Cu	Si
3xxx	Mn	/
4xxx	Si	/
5xxx	Mg	/
6xxx	Mg-Si	Si
7xxx	Zn	Si
8xxx	Otros elementos	/
9xxx	Serie poco usual	/

Las aleaciones de aluminio que son susceptibles a endurecimiento por envejecimiento se han utilizado en gran medida en componentes estructurales de aeronaves, revestimientos y componentes que se someten a esfuerzos cíclicos, donde el principal factor para utilizarlos es su alta resistencia específica. Dentro de este grupo de aleaciones utilizadas para la fabricación de componentes de alta resistencia, la serie 7xxx es una de las más importantes [21][22].

Tabla 2 Composición química nominal de la aleación AA7075 [20].

Elemento	Zn	Mg	Cu	Fe	Si	Mn	Cr	Ti	Al
mínimo	5.1	2.1	1.2	*	*	*	0.18	*	Balance
máximo	6.1	2.9	2.0	0.5	0.4	0.3	0.28	0.2	

* No especificado

Los tratamientos de envejecimiento artificial permiten que las propiedades mecánicas de la aleación AA7075 alcancen su punto máximo. Estos tratamientos consisten, en forma general, de los siguientes tres pasos: 1) solubilización, se lleva a cabo a altas temperaturas para solubilizar los elementos de aleación, 2) enfriamiento rápido, se aplica para mantener

los elementos de aleación en una solución sólida super saturada en la matriz de aluminio y 3) envejecimiento, puede ser natural (temperatura ambiente) o artificial (entre 100 y 200 °C), este último paso induce la formación de precipitados a partir de la solución super saturada. Las características de los precipitados formados en esta etapa (tipo, tamaño y fracción en volumen) influyen directamente en las propiedades mecánicas de las aleaciones. Los principales precipitados presentes en la aleación AA7075 después del tratamiento de envejecimiento son $MgZn_2$ y $Mg(ZnAlCu_2)$ [18]. La aleación AA7075 con tratamiento térmico denominado T6 posee las propiedades mecánicas más altas. Las propiedades mecánicas de la aleación AA7075-T6 se resumen en la Tabla 3, aunque estas propiedades pueden variar dependiendo de las características microestructurales producidas por el tratamiento térmico.

Tabla 3 Propiedades mecánicas nominales de la aleación AA7075-T6 [23].

Propiedades	AA7075-T6
Resistencia a la tensión (MPa)	570
Resistencia a la cedencia (MPa)	505
Porcentaje de elongación (%)	5-11

La investigación en materiales de alta resistencia con aplicaciones en la industria aeronáutica y automotriz actualmente está centrada en aleaciones de aluminio, seguida de los materiales compuestos de matriz polimérica reforzados con fibras de carbono y fibra de vidrio [24]. Aunque este último tipo de materiales son los más comunes para la sustitución de las aleaciones de aluminio de alta resistencia, sus desventajas como: baja conductividad térmica, baja resistencia a la temperatura, además de los retos que involucra su reciclaje, entre otros, han limitado sus aplicaciones directas en las industrias antes mencionadas. Estos problemas pueden ser evitados utilizando materiales compuestos de matriz de aluminio AA7075 reforzados con distintos materiales, manteniendo las propiedades de alta resistencia específica [4]. En la siguiente sección se presentará de forma breve los tipos de materiales de

refuerzo utilizados en la fabricación de materiales compuestos de matriz de aluminio, haciendo énfasis en la aleación AA7075.

1.2 Material de Refuerzo

El objetivo de la incorporación de materiales de refuerzo a matrices de aleación de aluminio es combinar las propiedades inherentes de cada componente en un solo material. Los materiales de refuerzo tienen la capacidad de modificar propiedades en las aleaciones como: resistencia específica, modulo elástico, tenacidad, coeficiente de expansión térmica, conducción térmica y resistencia al desgaste.

Los materiales de refuerzo se clasifican en tres categorías principales de acuerdo con su relación de aspecto (longitud/diámetro). Las fibras continuas poseen una relación de aspecto por encima de 1000, las fibras cortas se encuentran en un intervalo de 10 – 1000 y las partículas poseen una relación inferior a 10. La Tabla 4 muestra la clasificación de los materiales de refuerzo y algunos ejemplos. Los MCMA generalmente se refuerzan con partículas de alta dureza como carburos (Al_4C_3 , SiC, B_4C), óxidos (Al_2O_3), entre otros [7], obteniéndose propiedades de resistencia a la cedencia más altas, así como mejoras en su resistencia térmica y resistencia al desgaste, motivo por el cual los materiales compuestos de matriz de aluminio reforzados con partículas de alta dureza, se han utilizado en componentes de motores de combustión interna.

Tabla 4 Clasificación y ejemplos de materiales de refuerzo usados para la obtención de materiales compuestos con matriz metálica base aluminio [25].

Tipo de Refuerzo	Relación de Aspecto	Diámetro (μm)	Ejemplos
Partículas	1 - 4	1 – 25	SiC, Al_2O_3 , SiC, B_4C , Grafito
Fibras Cortas	10 – 1000	0.1 – 25	SiC, Al_2O_3 , $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$, C, Basalto
Fibras Continuas	>1000	3 - 150	SiC, Al_2O_3 , $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$, C, B, W, NbTi, Nb_3Sn

La aleación de aluminio AA7075 se ha utilizado en diversos trabajos como matriz para la obtención de materiales compuestos. Los materiales de refuerzo que se han empleado son carburos, fibras de basalto, grafeno, grafito, nano partículas de plata y nanotubos de carbono [26] [27] [28]. La Tabla 5 muestra los materiales de refuerzo utilizados para la fabricación de materiales compuestos de matriz de AA7075, así como los métodos empleados para su fabricación y las propiedades que se han mejorado.

Tabla 5 Tipos de refuerzo empleados para la obtención de materiales compuestos de matriz de AA7075, métodos usados para su fabricación y propiedades que se han mejorado en otros trabajos.

Material de refuerzo	Método de Fabricación	Propiedades del material compuesto	Referencia
SiC, Al₂O₃	Fundición con agitación	Mecánicas y tribológicas	[28]
Fibras de basalto	Sinterizado por presión en caliente	Resistencia a la corrosión	[29]
Fibras de Basalto	Fundición con agitación	Propiedades tribológicas	[9]
Grafeno	Metalurgia líquida	Mecánicas y tribológicas	[30]
Grafito	Aleado mecánico y extrusión en caliente	Mecánicas y tribológicas	[31]
Nanopartículas de plata	Aleado mecánico y extrusión indirecta	Mecánicas	[32]
Nanotubos de Carbono	Fundición con agitación	Mecánicas y tribológicas	[33]

Además de los materiales de refuerzo otro parámetro que influye directamente en las propiedades de los materiales compuestos es el método de fabricación, en la siguiente sección se presentan los aspectos más importantes de los diferentes métodos de fabricación, así como los mecanismos de endurecimiento que se promueven con cada uno de ellos.

1.3 Métodos de Fabricación

Las propiedades requeridas en un material compuesto de matriz de aluminio pueden ser alcanzadas seleccionando la metodología de fabricación apropiada. En general, los métodos de fabricación se pueden dividir en cuatro categorías: estado líquido, estado sólido, estado gaseoso e *in-situ*. A continuación, se describen las características más importantes de cada uno de ellos:

- En el estado líquido, el material de refuerzo se incorpora a la matriz fundida por diversos procesos, este método es el más económico y adecuado para la producción de grandes cantidades de material; sin embargo, sus principales desventajas son la mala dispersión del material de refuerzo y la porosidad generada en los materiales fabricados. La mala dispersión se origina debido a la baja mojabilidad que existe entre la matriz y el material de refuerzo y existen diferentes modificaciones del proceso para intentar evitar este problema [34]. La falta de afinidad entre el material de refuerzo y la matriz afecta de forma negativa las propiedades del material compuesto fabricado.
- En estado gaseoso se pueden fabricar materiales compuestos por la deposición de un material en fase gaseosa sobre un sustrato, sin embargo, esta metodología está limitada debido a las tasas de deposición tan bajas que se alcanzan en el proceso [35].
- En el método *in-situ* se pueden reforzar aleaciones generando partículas dentro de la matriz originadas por reacciones químicas promovidas bajo ciertas condiciones de temperatura y atmósfera, estas partículas pueden aumentar las propiedades mecánicas de la aleación base [36].
- El método de estado sólido permite evitar los problemas de mojabilidad utilizando la metalurgia de polvos, logrando incorporar grandes cantidades de material de refuerzo a la matriz y conseguir una buena dispersión y distribución, lo cual tiene un impacto directo en las propiedades de los materiales fabricados [37]. Además, este método también permite la participación simultánea de diferentes tipos de endurecimiento.

La Tabla 6 muestra los métodos de fabricación y algunos ejemplos de las técnicas usadas para la fabricación de materiales compuestos de matriz metálica base aluminio.

Tabla 6 Clasificación de los métodos de fabricación de materiales compuestos de matriz metálica base aluminio [38].

Método	Ejemplos
Estado líquido	Infiltración por presión, adición por vórtice, infiltración sin presión, fundición compuesta, depósito por rociado, centrifugado de fundición.
Estado sólido	Metalurgia de polvos, aleado mecánico, difusión, oxidación de superficies. Procesamiento por fricción. Extrusión en canal angular constante.
Estado gaseoso	Deposición química de vapor, deposición física de vapor.
In-situ	Solidificación unidireccional, oxidación interna.

En el método de estado sólido se utilizan técnicas del aleado mecánico, esta técnica consiste en un proceso de molienda llevado a cabo en molinos de alta energía; durante este proceso se induce la soldadura, fractura y resoldadura de las partículas del material, promoviendo la incorporación en solución sólida de los diferentes materiales procesados.

Para controlar la tasa de soldadura y fractura se utilizan agentes de control de proceso (PCA, por sus siglas en inglés) como metanol, ácido esteárico o grafito; la función de estos agentes es adherirse a las superficies expuestas de las partículas deformadas para evitar el contacto entre partículas y evitar la soldadura en frío, además tienen la capacidad de proporcionar oxígeno y carbono para promover el endurecimiento por dispersión [39]. La molienda de los polvos elementales en molinos de alta energía promueve la incorporación de los elementos en solución sólida con la matriz de aluminio. También es posible conseguir la dispersión de compuestos intermetálicos o dispersión de óxidos y carburos, los cuales actúan como fuentes de dislocaciones durante el aleado mecánico y eliminan el efecto de aniquilación de dislocaciones en los procesos subsecuentes de trabajado.

El proceso de aleado mecánico inicia con la mezcla de polvos comerciales de los elementos metálicos en los contenedores de un molino de alta energía, donde se incorpora el

medio de molienda (bolas de acero) y PCA. Las partículas de polvo de los elementos de aleación son atrapadas por las colisiones de las bolas del medio de molienda, sometiéndose a una deformación plástica severa. Las superficies de las partículas de los elementos de aleación se pueden encontrar cubiertas por diferentes compuestos como: óxidos hidratados, carbonatos. Como se puede observar en la Figura 1, al aplastar las partículas durante el proceso de molienda hay una ruptura de las capas que cubren la superficie, por lo cual la superficie del metal puro queda expuesta. Conforme continúa la molienda, estas superficies expuestas son forzadas produciendo soldadura en frío entre partículas, con lo cual se crean compuestos de partículas y fragmentos de las superficies iniciales quedando atrapados entre estos materiales compuestos.

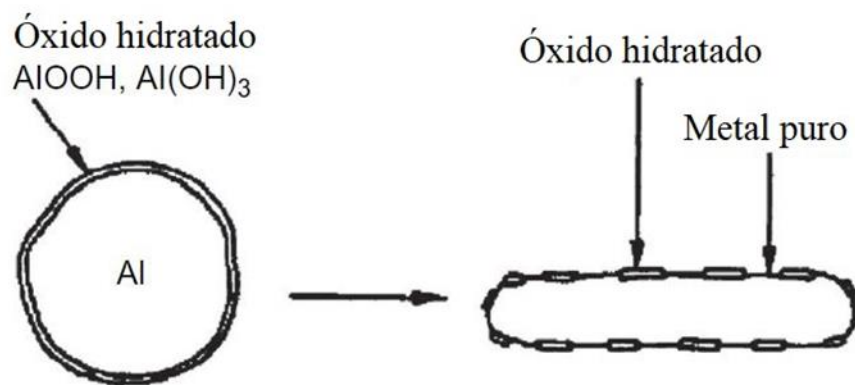


Figura 1 Ruptura de la capa superficial de las partículas durante el proceso de aleado mecánico en polvo de aluminio cuando interactúa con el PCA [40].

Al añadir un agente de control de proceso comúnmente con alto contenido de carbono y oxígeno, además de que se pueden contener estos elementos en los polvos, se promueve la fractura de las partículas. Durante este proceso la soldadura de partículas produce compuestos lamelares, las cuales se fracturan al aumentar el tiempo de aleado, disminuyendo el tamaño promedio de partícula en función del tiempo de aleado mecánico. La evolución de partículas durante el aleado mecánico para la obtención de materiales compuestos se presenta en la Figura 2.

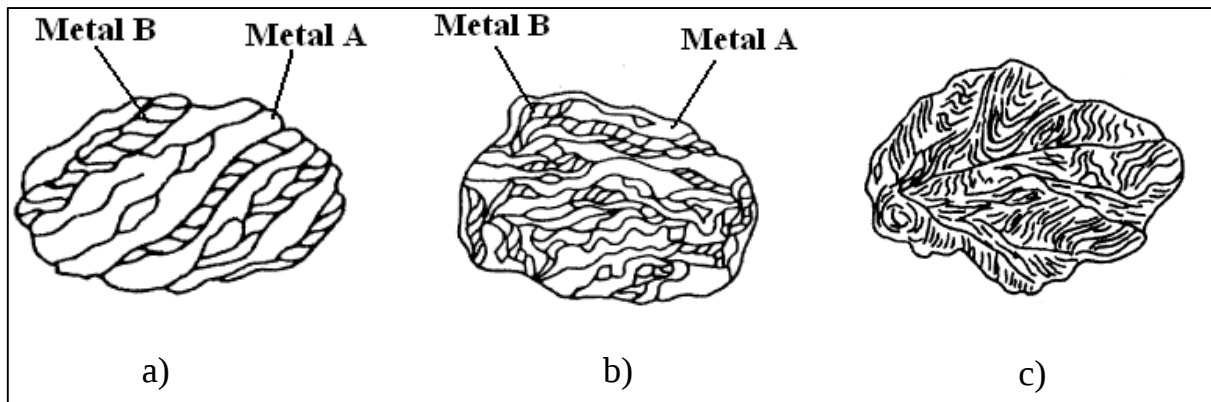


Figura 2 Evolución de las partículas base durante el aleado mecánico: a) etapa inicial, b) etapa intermedia y c) etapa final [41].

El aleado mecánico produce polvos de material (material compuesto o una aleación), que son posteriormente procesados para producir una forma deseada. La compactación en frío y el sinterizado son empleados para consolidar su estructura; posteriormente, el material es extruido en caliente buscando promover distintos mecanismos de endurecimiento en el producto final para mejorar las propiedades mecánicas. En aleaciones de aluminio susceptibles a endurecimiento por tratamiento térmico, los materiales compuestos obtenidos con la metodología descrita pueden ser sometidos a tratamientos de envejecimiento artificial posteriores para aumentar aún más dichas propiedades.

1.4 Mecanismos de Endurecimiento

El proceso de aleado mecánico permite la participación simultánea de los siguientes mecanismos de endurecimiento.

- Dispersión de óxidos
- Dispersión de carburos
- Refinamiento de grano
- Alta densidad de dislocaciones y subestructura
- Endurecimiento por solución sólida

El endurecimiento por dispersión de óxidos (ODS, por sus siglas en inglés) y dispersión de carburos, se origina al procesar simultáneamente componentes dúctiles y frágiles. En las primeras etapas del procesamiento se obtiene la fracturación de las partículas de la fase frágil y la deformación de la fase dúctil, cuando se aumenta el tiempo de procesamiento, las partículas de la fase frágil quedan atrapadas en la fase dúctil deformada. Con este proceso se puede conseguir una distribución homogénea del componente frágil en función del tiempo de aleado mecánico. El aleado mecánico y la extrusión en caliente son comúnmente utilizados para mejorar las propiedades mecánicas y de resistencia térmica de aleaciones utilizadas en componentes de turbinas en la industria aeronáutica [40][42].

El tamaño de grano mínimo que se puede obtener por aleado mecánico depende del balance entre la deformación plástica y la capacidad de recuperación y recristalización del material [41]. El refinamiento de grano promueve el endurecimiento del material; los límites de grano actúan como barreras al movimiento de las dislocaciones, por lo tanto, al reducir el tamaño de grano, el número de obstáculos se incrementa causando un aumento en la resistencia mecánica del material. La relación entre la resistencia a la cedencia y el tamaño de grano puede ser descrito por la ecuación de Hall-Petch [43].

El aleado mecánico puede inducir altas cantidades de deformación en los materiales procesados causando un incremento en la densidad de dislocaciones y el endurecimiento del material por el mecanismo de Frank-Read [44]. Las propiedades mecánicas de los materiales compuestos pueden ser mejoradas aún más mediante precipitación y dispersión durante el envejecimiento artificial [20].

A continuación, se presentan algunos estudios reportados en la literatura sobre la incorporación de materiales de refuerzo en aleaciones de aluminio y los mecanismos de endurecimiento que tienen lugar en los distintos sistemas.

R. Deaquino-Lara y colaboradores [16], estudiaron el efecto del tiempo de molienda y contenido de grafito sobre la microestructura y propiedades mecánicas de MCMA AA7075. Los materiales fueron fabricados por el método de aleado mecánico y extrusión en caliente. Se obtuvieron incrementos en la resistencia a la cedencia (σ_y), resistencia a la tensión (σ_{max}) y microdureza Vickers (HV) en función del tiempo de molienda y del material de refuerzo. El porcentaje de incremento máximo para cada una de estas propiedades fue 74, 48 y 56 %, respectivamente.

respectivamente [16]. Las propiedades mecánicas más altas, obtenidas con un tiempo de molienda de 10 h y un porcentaje de material de refuerzo del 1.5 %, fueron similares a las obtenidas en una aleación AA7075-T6. El endurecimiento del producto final fue atribuido a diferentes mecanismos que se promovieron durante el procesamiento; por ejemplo, refinamiento de grano, formación de compuestos intermetálicos Al_4C_3 y desajuste térmico [16]. El aleado mecánico produce el refinamiento de grano, además de la generación de defectos en la red del material. Este refinamiento endurece el material debido a que el movimiento de dislocaciones es restringido por los límites de grano. Por otro lado, la formación de compuestos intermetálicos endurece al material debido a la distorsión creada en la red, además de que estos compuestos podrían también actuar como barreras al movimiento de dislocaciones. Finalmente, el desajuste térmico se refiere a la diferencia en los coeficientes de expansión de la matriz y el material de refuerzo.

Zhiming y colaboradores [45] estudiaron el uso de fibra de basalto como material de refuerzo en aluminio puro. Observaron sus características microestructurales, las propiedades interfaciales, propiedades mecánicas y el mecanismo de falla en función de la concentración de material de refuerzo. Obtuvieron la resistencia a la cedencia máxima (120 MPa) con una concentración de fibra de basalto del 10%, además sus resultados indican que, al aumentar la concentración por encima de este valor, las propiedades se ven afectadas de forma negativa. Los contenidos de fibra utilizados en su trabajo fueron de 10, 30 y 50 %. El método de fabricación que utilizaron fue sinterizado por presión en caliente (HPS, por sus siglas en inglés). Sus resultados demostraron que, para una concentración del 10% de fibra de basalto, estas se distribuyen de forma homogénea. Además, no observaron la presencia de grietas o poros entre la fibra y la matriz, lo cual indica que la unión entre las fibras de basalto y la matriz de aluminio es buena. El mecanismo de falla mostró que cuando el contenido de fibra es muy alto existe mayor interacción entre las fibras dentro del material, posibilitando la generación de grietas entre fibras, lo cual es un factor en el deterioro de las propiedades mecánicas. El principal mecanismo de endurecimiento es la transferencia de carga o esfuerzo de la matriz al material de refuerzo. Como consecuencia del refuerzo con fibras basálticas el material compuesto presenta una disminución de la ductilidad comparado al aluminio puro.

Otros autores [29], investigaron el efecto del refuerzo con fibras de basalto sobre la resistencia a la corrosión de un MCMA AA7075. Lograron disminuir la profundidad de corrosión anual hasta en un 42% con 1.0 % en peso de fibra de basalto, respecto al mismo material sin refuerzo. Los materiales fueron fabricados por el método de aleado mecánico asistido con sinterizado por presión en caliente al vacío y posteriormente sometidos a un tratamiento térmico de 550 °C por 1 h, seguido de un envejecido a 120 °C por 24 h. La mejora en la resistencia a la corrosión se atribuyó a la formación de una capa de Al_2O_3 en la interfaz de la fibra, la cual es más notoria y eficiente con el 1.0 % de fibra de basalto.

1.5 Aplicaciones

Los materiales compuestos de matriz de aluminio se han utilizado por décadas en la fabricación de componentes en la industria automotriz. Los principales componentes fabricados son rotores de sistemas de frenado, pistones, bielas y monobloques de motores. El material de estos últimos debe tener un balance entre las propiedades mecánicas y tribológicas. El uso de materiales ligeros como los materiales compuestos de matriz de aluminio en componentes estructurales del vehículo además del motor, permite una disminución considerable en el peso bruto del vehículo. Esta industria ha logrado producir componentes con una gran variedad de materiales de refuerzo. En la Tabla 7 se presentan algunos componentes fabricados con materiales compuestos de matriz de aluminio, así como el refuerzo utilizado y los fabricantes de estos materiales. La información proporcionada en esta tabla permite concluir que, los MCMA reforzados con partículas o fibras, pueden tener una aplicación real en el sector automotriz o aeronáutico.

Tabla 7 Componentes fabricados de materiales compuestos con matriz metálica base aluminio [2].

Fabricante	Componente fabricado y refuerzo
Duralcan, Martin Marietta, Lanxide	Pistones, Al/SiC (partículas)
Duralcan, Lanxide	Discos de frenado, calipers, Al/ SiC (partículas)
Nissan	Biela, Al/SiC (<i>fibras</i>)
Toyota	Anillos de pistones, Al/Al ₂ O ₃
GM	Tambor de sistema de frenado, cigüeñal, Al/SiCp (partículas)
3M	Aletas de misiles, puerta de acceso eléctrica para aviones, Al/Nextel (<i>fibras</i>)

En este capítulo se presentaron las características más importantes de la aleación AA7075, así como los materiales de refuerzo más comunes para modificar sus propiedades. También se mencionaron los mecanismos de endurecimiento presentes en los diferentes métodos de fabricación de materiales compuestos con matriz de aluminio, destacando la importancia del aleado mecánico para promover diferentes mecanismos de endurecimiento.

Capítulo 2 Síntesis y Caracterización de los Materiales Compuestos AA7075/Lana de Escoria.

En este capítulo se presenta la metodología empleada para la síntesis y caracterización de los materiales compuestos AA7075/lana de escoria, obtenidos mediante aleado mecánico y extrusión en caliente. Como se muestra en la Figura 3, el proceso de fabricación de los materiales compuestos mediante aleado mecánico inicia con el mezclado de polvos de los metales base para obtener la aleación AA7075. Durante este mezclado se incorporan también las cantidades de material de refuerzo correspondientes a cada unidad experimental. Una vez que se tienen preparadas las mezclas, se procede con el empape para asegurar que el medio de molienda se recubra con Al y de esta manera reducir la contaminación de la aleación con Fe aleado mecánico. Posteriormente, se realiza el aleado mecánico y se caracterizan los polvos obtenidos, los cuales son posteriormente consolidados y extruidos en caliente.

Para establecer los efectos del tiempo de aleado mecánico y del contenido del material de refuerzo, se procesó una muestra sin aleado mecánico y sin material de refuerzo. En este caso, solamente se mezclaron los elementos base de la aleación AA7075, mismos que fueron compactados y extruidos bajo las mismas condiciones. La microestructura y las propiedades mecánicas de muestras extruidas fueron comparadas con la microestructura y las propiedades mecánicas de muestras sin aleado mecánico y sin material de refuerzo.

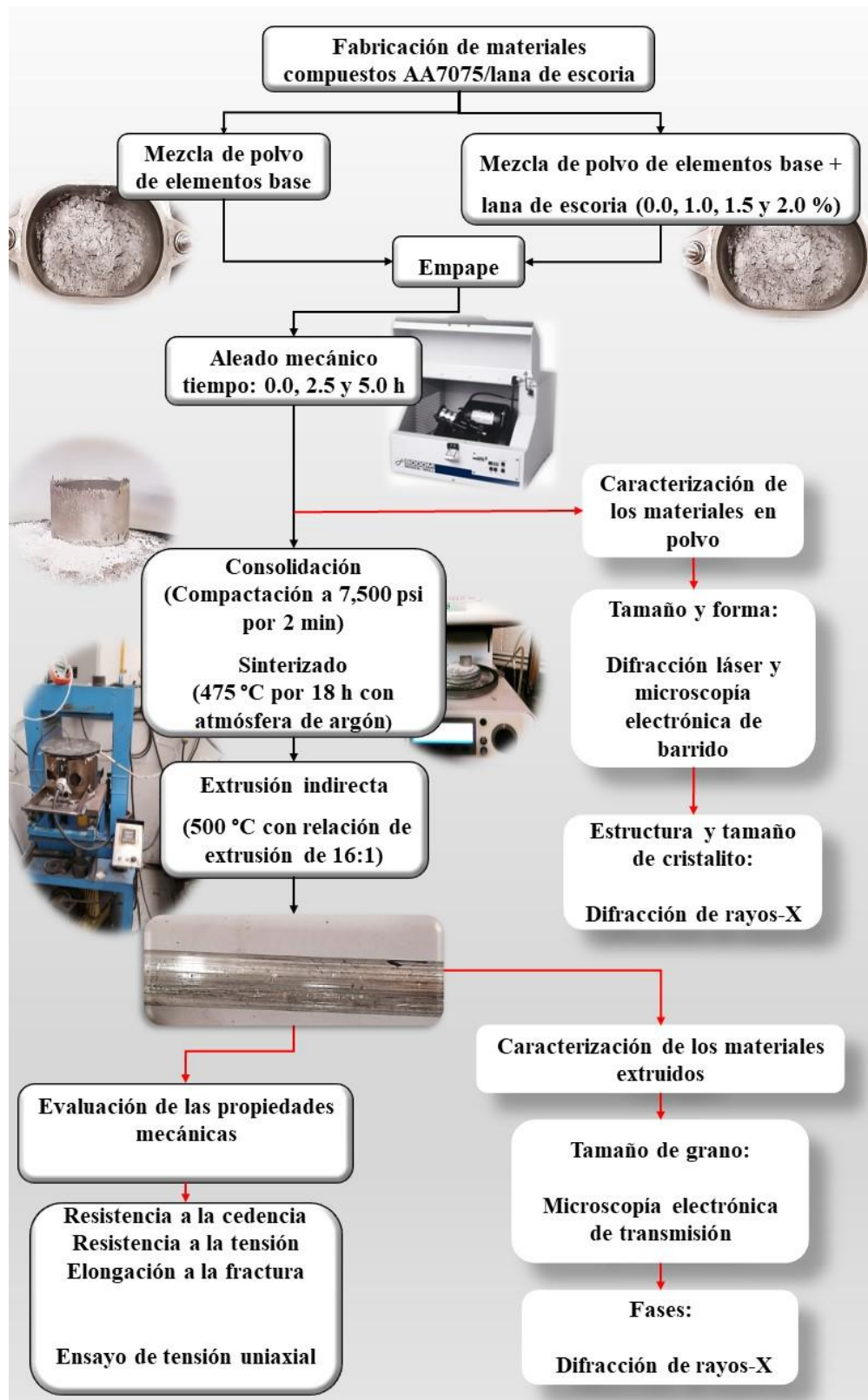


Figura 3 Metodología utilizada para la fabricación, caracterización y la evaluación del comportamiento mecánico de materiales compuestos AA7075/lana de escoria.

2.1 Técnicas Empleadas para la Caracterización del Material de Refuerzo

El material de refuerzo (lana de escoria) utilizado para la fabricación de los materiales compuestos base AA7075, fue proporcionado por una empresa nacional dedicada a la fabricación de materiales aislantes termoacústicos. El material en su forma inicial (tal y como se recibió por parte de la empresa), tenía forma de nódulos de alrededor de 1 mm de diámetro, los cuales estaban constituidos por fibras pequeñas unidas electrostáticamente. Este material, es considerado como una alternativa atractiva para la fabricación de componentes de fricción automotrices libres de asbesto, y debido a su importancia tecnológica, fue considerado como reforzante para la aleación AA7075 en el presente trabajo. Las propiedades físicas (forma, tamaño) y estructurales (cristalinidad) de la lana de escoria, fueron caracterizadas y determinadas mediante microscopía electrónica de barrido y difracción de rayos-X, respectivamente. Lo anterior se realizó, para conocer las características iniciales del material de refuerzo y poder tener un entendimiento de su evolución durante el procesamiento posterior.

Composición química

La composición química del material de refuerzo se determinó mediante espectroscopía de rayos-X de energía dispersiva (EDS, por sus siglas en inglés) utilizando un microscopio electrónico de barrido (MEB) marca JEOL JSM6510-LV. Para este microanálisis se realizaron 10 análisis puntuales en diferentes campos de la muestra, los resultados de la cuantificación elemental mediante EDS se utilizaron para determinar las relaciones estequiométricas que indican cuales son los óxidos presentes, lo que permite establecer la composición química de la lana mineral.

Adicionalmente, la composición química de la lana de escoria fue determinada cuantitativamente mediante espectroscopía de absorción atómica con base en los procedimientos del método propuesto por B. Arguijo [46] para este tipo de materiales. Las muestras de lana de escoria fueron primeramente molidas hasta obtener un tamaño uniforme (malla 100). Se pesaron y colocaron en un crisol 0.2 g de la lana de escoria molida y 0.5 g de

Na₂O₂ (fundente); la mezcla fue homogeneizada, calentada a 800 °C durante 5 min y enfriada hasta temperatura ambiente. Se empleó ácido clorhídrico (HCl) y una mezcla de ácido nítrico + HCl como solventes para la digestión. El material retenido en el papel filtro (Whatman No. 1) se utilizó para determinar la concentración de SiO₂. El papel filtro se pesó y posteriormente se colocó en un crisol de cerámica para ser calcinado a 900 °C durante 1 h en un horno tipo mufla. Después de la calcinación, el polvo se volvió a pesar para determinar la concentración de SiO₂ por gravimetría, es decir, por la diferencia entre el material no calcinado y el producto calcinado. Se colocaron 5 ml de la solución líquida obtenida de la filtración en un matraz de volumen de 200 ml, posteriormente se agregó agua desionizada para diluir y completar el volumen total. La solución fue analizada mediante espectrometría de absorción atómica para determinar las concentraciones de Al₂O₃, MgO, CaO, K₂O, TiO₂, Fe₂O₃ y MnO. Los resultados obtenidos por microscopía electrónica de barrido fueron comparados con los resultados obtenidos por espectroscopía de absorción atómica. Esto, con la finalidad de analizar la homogeneidad en composición química en el material de refuerzo (puntual y general).

Morfología

La morfología del material de refuerzo (tamaño y forma) fue observada mediante microscopía electrónica de barrido con el uso de un microscopio electrónico de barrido marca JEOL JSM6510-LV utilizando el detector de electrones secundarios. Para su observación, la muestra fue previamente recubierta con oro para evitar la acumulación de cargas eléctricas en la superficie y darle un carácter conductor a la muestra.

Estructura

Para determinar la estabilidad térmica del material de refuerzo se utilizó un equipo de difracción de rayos-X modelo *Bruker D8 Advance* con diseño *Davinci* y detector rápido ojo de lince, óptica secundaria *twin-twin* con *software TOPAZ* utilizando un tamaño de paso de 0.02 °s, radiación monocromática Cu K α con longitud de onda $\lambda = 0.154$ nm. Se analizó una muestra del material de refuerzo en condición inicial a temperatura ambiente; asimismo, se

sometieron dos muestras de la lana mineral a dos tratamientos térmicos distintos: 500 °C por 15 min (temperatura similar a la empleada en la extrusión en caliente) y 800 °C por 15 min (temperatura por encima del punto de fusión del aluminio). Lo anterior se realizó para determinar si la lana mineral utilizada, presentaba algún cambio estructural durante el procesamiento termomecánico realizado para la obtención de los materiales compuestos AA7075/lana de escoria, o a temperaturas incluso superiores al punto de fusión del aluminio.

2.2 Método de Fabricación de Materiales Compuestos de AA7075/Lana de Escoria

En esta sección se presenta la metodología utilizada para fabricar los materiales compuestos de matriz AA7075. El proceso consta de dos etapas, las cuales se describen detalladamente a continuación.

Aleado Mecánico

El aleado mecánico (AM) de los polvos utilizados para la síntesis de los materiales compuestos AA7075/lana de escoria se realizó en un molino de bolas de alta energía modelo SPEX-8000M (Figura 4). Tanto el medio de molienda como el contenedor del molino son de acero inoxidable. La mezcla de materiales se realizó en el mismo equipo durante 5 min sin medio de molienda, para lograr una mezcla homogénea. Antes del AM se realizó el “empape”, para asegurar que el medio de molienda se recubriera con Al y de esta manera reducir la contaminación de la aleación con Fe. Los tiempos del AM fueron de 0.0, 2.5 y 5.0 h, mientras que la concentración del material de refuerzo (lana de escoria) fue de 0.0, 1.0, 1.5 y 2.0 % peso. Los polvos de los elementos base empleados para la obtención de los materiales compuestos poseen una pureza mayor al 99 % y fueron obtenidos de la marca Alfa-Aesar. Para evaluar los efectos de las variables investigadas, se procesó una muestra de referencia sin aleado mecánico y sin lana de escoria. El molino fue operado a 1,500 rpm en atmósfera de argón, utilizando una relación bola/polvo de 4:1. Esto significa que por cada gramo de polvo se utilizaron 4 g de medio de molienda (bolas). Se utilizaron 80 g de polvo y 3 ml de metanol como agente de control de proceso. El objetivo de este último es evitar la

aglomeración de las partículas de polvo y alcanzar un equilibrio entre los procesos de deformación, fractura y soldado en frío, de tal manera que el AM pueda llevarse a cabo [47]. La Tabla 8 muestra la composición química nominal de los materiales compuestos que se desean fabricar. Los contenidos de los elementos base para la obtención de la aleación AA7075 fueron establecidos considerando un valor dentro del intervalo reportado de la composición química nominal de la aleación AA7075 [20]. Los contenidos de la lana de escoria fueron establecidos con base en los resultados de estudios previos reportados en la literatura, donde se reporta que las propiedades mecánicas de materiales compuestos con matriz AA7075 pueden mejorarse con contenidos de material de refuerzo similares [17][16][32]. Aunque el material de refuerzo en dichos estudios no fue lana de escoria, sirven como referencia para establecer el rango de estudio para la cantidad de material de refuerzo en el presente trabajo.



Figura 4 Molino de alta energía SPEX-8000M empleado para realizar el empape y el aleado mecánico.

Tabla 8 Composición química nominal de la aleación AA7075 y de los materiales compuestos AAA7075/lana de escoria (% peso).

Elemento	Zn	Mg	Cu	Cr	Fe	Mn	Al	Lana de escoria
Composición química nominal AA7075 (% peso)	5.1 – 6.1	2.1 – 2.9	1.5 - 2.0	0.18 – 0.28	0.5 (máx.)	0.3 (máx.)	Balance	No contiene [48]
AA7075-0	5.5	2.5	1.7	0.2	0.2	0.1	Balance	0
AA7075-1.0	5.5	2.5	1.7	0.2	0.2	0.1	Balance	1.0
AA7075-1.5	5.5	2.5	1.7	0.2	0.2	0.1	Balance	1.5
AA7075-2.0	5.5	2.5	1.7	0.2	0.2	0.1	Balance	2.0

El aleado mecánico se realizó de acuerdo con las condiciones propuestas por un diseño experimental factorial. El proceso de asignación de tratamientos a las unidades experimentales se llevó a cabo de forma aleatoria, usando una función generadora de números aleatorios. En el diseño de experimentos se establecieron 2 factores: Factor A el tiempo de aleado mecánico y Factor B el contenido del material de refuerzo. El Factor A tiene a = 3 niveles (0.0, 2.5 y 5.0 h) y Factor B tiene b = 4 niveles b (0.0, 1.0, 1.5 y 2.0 %). De tal forma que se realizaron ab = 12 combinaciones en total, sin réplicas. La Tabla 9 muestra el diseño de experimentos considerado para estudiar el efecto del tiempo de aleado mecánico y contenido de material de refuerzo (factores), sobre la resistencia a la cedencia (variable de respuesta) de los materiales compuestos AA7075/lana de escoria desarrollados. El experimento No. 1 en la Tabla 9, corresponde al material de referencia (sin refuerzo y sin aleado mecánico), el cual es solamente compactado y extruido. Para reducir la probabilidad de que las diferencias en los materiales o las condiciones del experimento sesguen considerablemente los resultados, se realizó la aleatorización del orden para realizar las

corridas experimentales. Dicha aleatorización es una técnica que se utiliza para equilibrar el efecto de condiciones externas o no controlables que pueden influir en los resultados de un experimento [49]. El orden de las corridas del diseño fue aleatorizado automáticamente con el programa Minitab. La Tabla 10 muestra el orden de las corridas de los experimentos en orden aleatorio.

Tabla 9 Diseño de experimentos considerado en este estudio.

Número de experimento	Factor A Tiempo de aleado mecánico (h)	Factor B Contenido de material de refuerzo (% en peso)
1	0	0
2	2.5	0
3	5.0	0
4	0	1.0
5	2.5	1.0
6	5.0	1.0
7	0	1.5
8	2.5	1.5
9	5.0	1.5
10	0	2.0
11	2.5	2.0
12	5.0	2.0

Tabla 10 Orden de las corridas del experimento en orden aleatorio.

Orden de corrida	Número de experimento mostrado en Tabla 9	Factor A Tiempo de aleado mecánico (h)	Factor B Contenido de material de refuerzo (% en peso)
1	3	5	0
2	10	0	2
3	12	5	2
4	1	0	0
5	4	0	1
6	7	0	1.5
7	5	2.5	1
8	2	2.5	0
9	11	2.5	2
10	8	2.5	1.5
11	6	5	1
12	9	5	1.5

Una vez establecido el orden de la corrida de experimentos que se muestra en la Tabla 10 se procedió con el aleado mecánico buscando obtener los materiales compuestos descritos en la Tabla 8. Los polvos fueron caracterizados como se describió previamente, para posteriormente ser compactados; la compactación se realizó a temperatura ambiente en una prensa hidráulica, aplicando una carga uniaxial de 7,500 psi durante 2 min. Se empleó un dado con un diámetro interno de 40 mm para obtener muestras compactadas de 2.5 cm de altura. Estas muestras fueron posteriormente sinterizadas a una temperatura de 475 °C por 18 h utilizando una rampa de calentamiento de 10 °C/min en una mufla programable *NeyTech Qex*, la cual cuenta con un sistema de flujo de gases.

Extrusión en Caliente

Los materiales obtenidos después del sinterizado fueron sometidos a un proceso de conformado por extrusión en caliente a 500 °C, en el cual el material es forzado a fluir a través de la abertura de un dado con un diámetro de 10 mm, reduciendo su sección transversal con una relación 16:1. La extrusión fue realizada con una carga uniaxial de 8,500 psi usando una prensa hidráulica, la cual cuenta con una resistencia acoplada al dado de extrusión y un controlador de temperatura. Las dimensiones finales de las barras extruidas fueron de 10 mm de diámetro por aproximadamente 200 mm de longitud. En la siguiente sección se abordará la caracterización de los materiales en polvo que se obtienen después del aleado mecánico.

2.3 Técnicas de Caracterización de los Materiales en Polvo

Los materiales obtenidos después del procesamiento por aleado mecánico fueron caracterizados para determinar el efecto del tiempo de aleado y cantidad de refuerzo sobre su morfología y estructura. Las técnicas de difracción láser, microscopía de barrido y difracción de rayos-X se usaron para caracterizar los materiales antes y después del aleado mecánico. La difracción de rayos-X también se usó para dar seguimiento a la incorporación de los elementos en solución sólida y del material de refuerzo con la matriz de aluminio.

Morfología

El tamaño de partícula de los polvos antes y después del proceso de aleado mecánico se determinó con ayuda del equipo analizador de tamaño de partícula por difracción láser modelo *Horiba LA-950*, el cual posee un intervalo de 0.01 a 3,000 μm , y utiliza la teoría de dispersión de Mie para la medición [50]. Se emplearon 10 mg de muestra y se empleó etanol como dispersante. La morfología de las partículas fue analizada por la técnica de microscopía electrónica de barrido usando el equipo marca JEOL JSM6510-LV. Puesto que los resultados obtenidos mediante dicha técnica mostraron un efecto contrario a los que se esperaba con la variación del tiempo de aleado mecánico, se seleccionó una muestra de los polvos y se preparó metalográficamente para confirmar o descartar una posible resoldadura de los polvos. La observación de dicha muestra se realizó mediante microscopía electrónica de barrido usando el equipo antes mencionado.

Estructura

El efecto del aleado mecánico sobre la estructura cristalina del material fue analizado por la técnica de difracción de rayos-X Bruker D8 Advance utilizando un tamaño de paso de 0.02 $^\circ$ /s, radiación monocromática Cu $K\alpha$ con longitud de onda $\lambda = 0.154$ nm. Esta técnica permitió evaluar los cambios estructurales, identificación de fases y el tamaño de cristalito de los polvos. El tamaño de cristalito en los polvos se determinó utilizando la ecuación relación de Scherrer, la cual asocia el tamaño de la región coherente en la estructura cristalina del material al ensanchamiento de un pico en un patrón de difracción [51].

2.4 Técnicas de Caracterización de los Materiales Extruidos

Las barras de los materiales obtenidas después del proceso de aleado mecánico fueron caracterizadas para establecer el efecto de las variables de estudio sobre el tamaño de grano y las fases. Para esto se utilizaron las técnicas de microscopía electrónica de transmisión (MET), microscopía electrónica de barrido y difracción de rayos-X.

Tamaño de Grano

Se seccionaron las muestras de barras con las condiciones de 1.5 % de concentración de material de refuerzo con 0, 2.5 y 5 h de aleado mecánico. Se obtuvo una muestra longitudinal de las barras y se preparó metalográficamente para obtener un acabado espejo; posteriormente, a partir de estas muestras se prepararon láminas delgadas mediante un haz de iones focalizado acoplado al microscopio electrónico de barrido modelo *Jeol JEM-9320FIB* de un solo haz. El tamaño de grano se midió con ayuda del programa *ImageJ* [52].

Estructura

Las fases presentes en las barras extruidas fueron identificadas mediante difracción de rayos-X con el equipo *Bruker D8 Advance* utilizando un tamaño de paso de 0.02 °s, radiación monocromática Cu K α con longitud de onda $\lambda = 0.154$ nm. Esta técnica también permitió dar seguimiento a la incorporación en solución sólida de los elementos de aleación en los materiales compuestos obtenidos.

2.5 Determinación de las Propiedades Mecánicas de los Materiales Extruidos

En esta sección se describe la metodología usada para determinar el efecto de las variables de estudio sobre las propiedades mecánicas de los materiales compuestos fabricados. Se detallan las condiciones para realizar ensayos de tensión uniaxial en función del tiempo de aleado y la cantidad de refuerzo. Las propiedades mecánicas fueron determinadas a partir de ensayos de tensión uniaxial con base en los procedimientos establecidos por la norma ASTM E8-04 [53]. Se utilizaron probetas estandarizadas “sub-size”, ver Figura 5, las especificaciones se reportan en la Tabla 11. La resistencia a la cedencia se determinó por el método “offset” a 0.2% de deformación; la resistencia a la tensión se obtuvo dividiendo el esfuerzo máximo entre el área inicial; el porcentaje de reducción en área se determinó a partir

de la relación entre el área inicial (A_o) y el área final (A_f), $((A_o-A_f)/A_o*100$. Los experimentos se realizaron por triplicado.

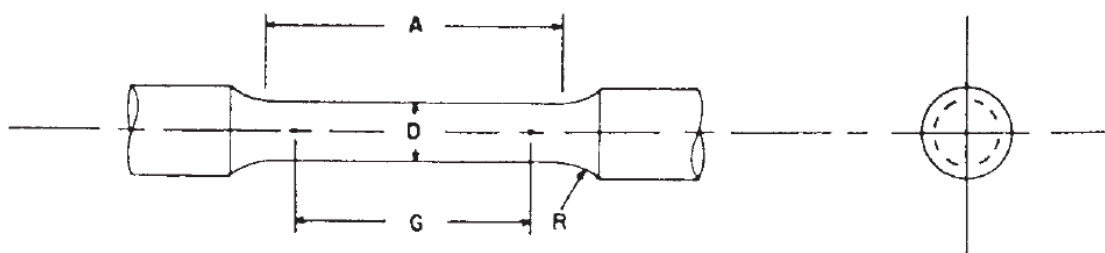


Figura 5 Dimensiones de probeta estándar usada en este trabajo para determinar las propiedades mecánicas de los materiales extruidos [53].

Tabla 11 Especificaciones de la probeta estandarizada de acuerdo con la norma ASTM E8-04 [53].

Nomenclatura	Dimensiones de la probeta <i>sub-size</i> (pulgadas)
G – Longitud calibrada	0.640 ± 0.005
D – Diámetro	0.160 ± 0.003
R – Radio de caída, mínimo.	5/32
A – Longitud de sección reducida, mínima.	3/4

Capítulo 3 Resultados y Discusión de los Efectos del Tiempo de Aleado Mecánico y del Contenido de Lana de Escoria sobre la Microestructura y las Propiedades Mecánicas de los Materiales Compuestos Producidos.

En este capítulo se presentan los resultados de la caracterización tanto del material de refuerzo, como de los materiales en polvo procesados por aleado mecánico y de los materiales extruidos. Se discute el efecto de las variables de estudio sobre las propiedades mecánicas de los materiales compuestos desarrollados. Se presenta también un análisis estadístico de los efectos de las variables de estudio (tiempo de aleado y contenido de material de refuerzo) sobre la variable de respuesta (resistencia a la cedencia).

3.1 Caracterización del Material de Refuerzo

La Tabla 12 muestra la composición química del material de refuerzo determinada por microscopía electrónica de barrido (MEB) y por espectroscopía de absorción atómica (EAA). Como se puede observar, los resultados obtenidos por ambas técnicas son muy similares, lo cual sugiere que la composición química de la fibra es muy homogénea. Tanto el SiO_2 como el CaO muestran una mayor desviación estándar en los análisis puntuales obtenidos por MEB, sin embargo, la desviación es más baja en los análisis realizados por EAA. El SiO_2 y CaO , son los óxidos que se encuentran en mayor proporción en la lana mineral, por lo tanto, dichas variaciones sugieren que a lo largo de la fibra existen gradientes en la concentración de estos, aunque de acuerdo con los resultados obtenidos por EAA, estas variaciones pueden ser comunes a lo largo de las fibras, razón por la cual, la desviación estándar es más pequeña. De acuerdo con el trabajo de B. Sirok, et al., [12] las lanas minerales se clasifican en lana de roca y lana de escoria. En la primera, la relación $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ es alrededor de 1, y es mayor o igual que 2 para el caso de lana de escoria. El SiO_2 en lana de roca varía entre 40 y 52 % peso, mientras que en lana de escoria varía entre 32 y 41 % peso [12]. El Fe_2O_3 puede variar entre 5.5-6.5 y 0-2.0 % peso en lana de roca y lana de escoria, respectivamente. Estas diferencias son atribuidas principalmente a las características químicas de la materia prima, para la fabricación de lana de escoria se emplea casi un 80% de escoria de alto horno, mientras que para la obtención de lana de roca el porcentaje de escoria es más bajo y el

porcentaje de basalto es más alto [12]. La relación $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ en el material de refuerzo utilizado en el presente trabajo es mayor a 2, el contenido de SiO_2 es ligeramente inferior a 41 % peso, y el contenido de Fe_2O_3 varía entre 0.4 y 0.85 % peso, lo cual permite concluir que la lana mineral que se utilizará como material de refuerzo en el presente trabajo es lana escoria.

Tabla 12 Composición química de la lana de escoria usada como material de refuerzo (% peso).

	SiO₂	CaO	Al₂O₃	MgO	TiO₂	Na₂O	K₂O	MnO	Fe₂O₃	S
	% Peso									
Microscopía electrónica de barrido	40.24	30.5	14.2	9.2	1.5	1.32	0.92	0.59	0.85	0.54
	±	±	±	±	±	±	±	±	±	±
	3.0	4.02	1.45	0.2	0.64	0.07	0.11	0.14	0.27	0.04
Espectroscopía de absorción atómica	40.9	31.8	11.7	10.6	1.8	0.7	0.9	0.6	0.4	0.48
	±	±	±	±	±	±	±	±	±	±
	1.1	1.2	0.2	0.1	0.2	0.1	0.2	0.1	0.1	0.02

La Figura 6 muestra los patrones de difracción de rayos-X de las muestras de lana de escoria en condición de llegada y después de haber sido sometida a tratamientos térmicos por 15 min a 500 °C y 800 °C.

Como se puede observar en la Figura 6, el patrón de difracción de rayos-X correspondiente a la lana de escoria en condición inicial (sin tratamiento térmico, analizado a temperatura ambiente) es típico de un material amorfo, y se caracteriza por la ausencia de reflexiones características (picos agudos definidos) de fases cristalinas [54]. El proceso de producción de lana de escoria incluye un proceso en donde los minerales (materia prima: basalto, caliza, dolomita) son fundidos a más de 1600 °C en un horno. El mineral fundido es posteriormente vertido en unas ruedas que giran a gran velocidad, y se transforma en fibras debido al efecto de la fuerza centrífuga y la aplicación de aire que es soplado a alta presión [12]. Este proceso causa que las moléculas en el producto obtenido no estén dispuestas en una red cristalina, sino en una distribución aleatoria, sin seguir ninguna estructura; lo cual es consistente con alto grado de amorficidad, indicado por el halo observado entre los ángulos 2θ de 20 - 37.5°.

El calentamiento de la lana a 500 °C durante 15 min no causa un cambio en el patrón de difracción de rayos-X al compararlo con la muestra sin tratamiento térmico (Figura 6). También se observa cierta tendencia a la cristalinidad, pero no se observan picos definidos. Esta temperatura se seleccionó con la finalidad de conocer si el material de refuerzo sufriría algún cambio estructural durante el procesamiento termomecánico, cabe recordar que la temperatura más alta empleada para la obtención de los materiales compuestos fue de 500 °C, para realizar la extrusión. Estos resultados sugieren que la lana de escoria es estable térmicamente a temperaturas de 500 °C.

El patrón de difracción de la lana mineral tratada térmicamente a 800 °C por 15 min muestra un pequeño cambio en los patrones de difracción Figura 6; en este caso, se observa la presencia de dos reflexiones características en las posiciones $2\theta = 31.7^\circ$ y 52.5° , las cuales corresponden a los picos característicos más intensos de la melilita, la cual es un sorosilicato con fórmula química $\text{Ca}_2((\text{Mg}_{0.75}\text{Al}_{0.25})(\text{Si}_{1.75}\text{Al}_{0.25}\text{O}_7))$. Algunos autores han reportado que la descomposición térmica de lanas de escoria inicia, alrededor de 800 °C, con la aparición de los picos cristalinos de la fase melilita, lo cual es consistente con los resultados observados en este trabajo [55]. Estos resultados sugieren que la lana de escoria es estable térmicamente a temperaturas menores a 800 °C, con lo cual se confirma que no sufrirán algún cambio estructural durante el tratamiento termomecánico utilizado para la obtención de los materiales compuestos. Por otra parte, se ha demostrado que la descomposición térmica causa un deterioro de las propiedades mecánicas de la lana de escoria [55].

Por lo tanto, con base en los resultados obtenidos, es de esperarse que, al menos a las temperaturas de operación que se utilizarán para la consolidación y extrusión, las propiedades mecánicas de la lana no se verán afectadas. Este resultado también sugiere que la formación de una solución sólida entre una aleación AA7075 y la lana de escoria a partir métodos tradicionales de fusión sería muy difícil, lo anterior si se considera el punto de fusión de dicha aleación (alrededor de 660 °C) y la estabilidad térmica de la lana de escoria.

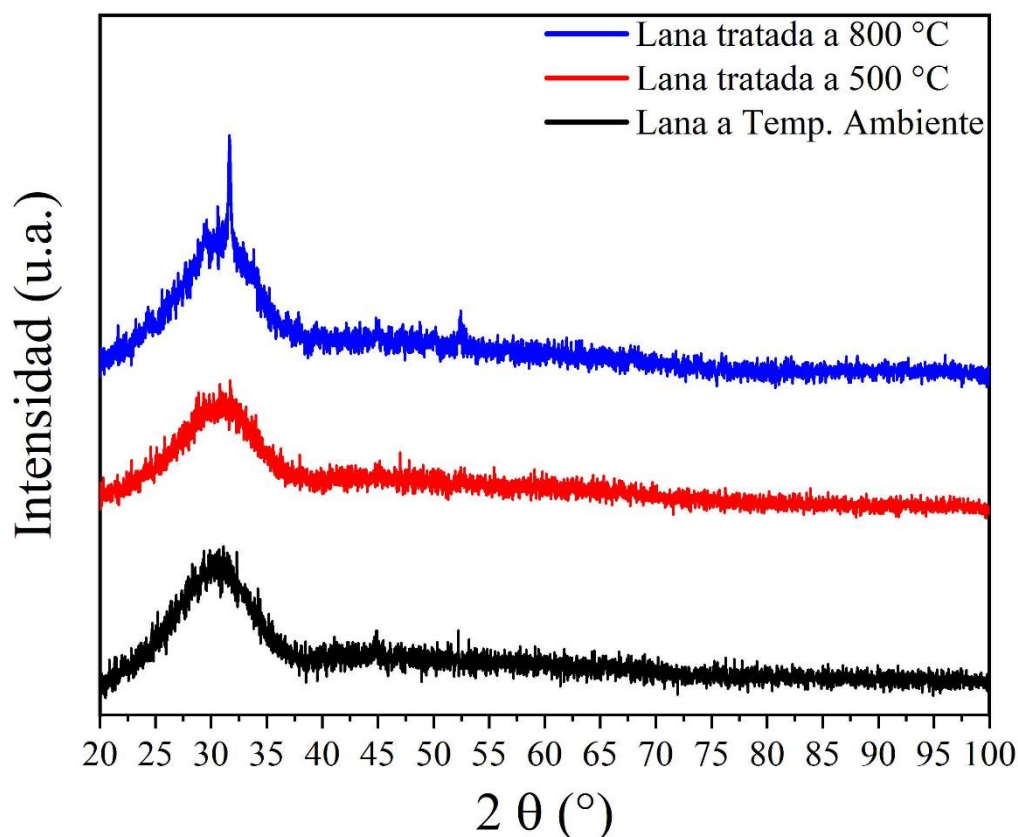


Figura 6 Patrones de difracción de rayos-X correspondientes al material de refuerzo en condición de llegada y con tratamiento térmico a 500 °C y 800 °C.

La Figura 7 muestra imágenes obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido en el material de refuerzo en condición de llegada. A bajas magnificaciones, se puede apreciar que la lana está constituida mayoritariamente por fibras cortas unidas entre sí, dando una apariencia de nódulos (Figura 7a), los cuales tienen un diámetro promedio alrededor de 1000 micras. A mayores magnificaciones, se observa que las fibras tienen una variedad en diámetros y longitudes, y también se observa la presencia de partículas irregulares (Figura 7b). Los nódulos de lana de escoria son utilizados como relleno suelto en las cavidades y espacios internos de las construcciones donde es difícil introducir sistemas preformados de aislamiento (placas), colchas, etc. [56][57], ofrecen alta resistencia a la transmisión del calor, atenúan el ruido y la resonancia; y brindan seguridad total contra incendio. Son obtenidos mediante un proceso de molienda de fibras largas, por lo que, durante la reducción de tamaño, se crean fuerzas electrostáticas en la superficie de la fibra, las cuales promueven su agrupación dando un aspecto de nódulo (Figura 7a). Las variaciones en las longitudes de las

fibras observadas en la Figura 7a, es influido tanto por los parámetros empleados durante el proceso de fabricación (temperatura y viscosidad del metal fundido, presión de aire, entre otros), como de los parámetros empleados para su reducción en tamaño (tiempo de molienda, velocidad de molienda, entre otros).

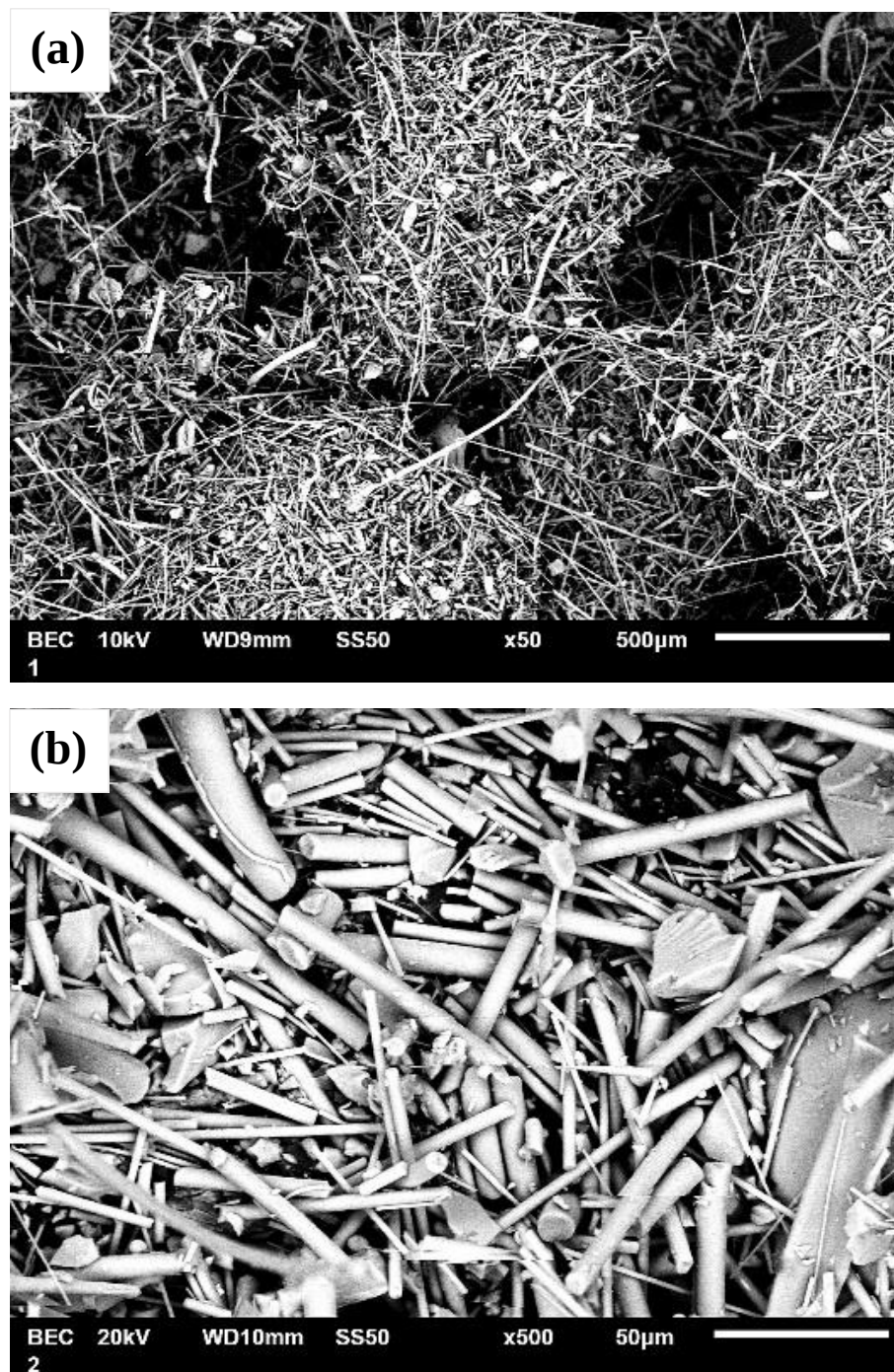


Figura 7 Características microestructurales de la lana de escoria antes del proceso de aleado mecánico: (a) distribución de tamaño y (b) morfología.

Se ha reportado que el uso de fibras continuas y fibras cortas, como material de refuerzo en aleaciones base aluminio, permite incrementar las propiedades mecánicas. Sin embargo, los trabajos reportados respecto al uso de fibra de basalto como material de refuerzo, para mejorar las propiedades mecánicas y la resistencia a la corrosión, han sido realizados en aleaciones distintas a la AA7075. Asimismo, muchos trabajos que emplean lanas minerales como material de refuerzo se han realizado en estado líquido [29] [45] [58]. Por lo tanto, desde el punto de vista científico y tecnológico, es de especial interés en el presente trabajo, emplear la lana de escoria como material de refuerzo para la aleación AA7075 mediante aleado mecánico y extrusión en caliente (estado sólido). Los efectos del contenido de lana de escoria y del aleado mecánico se discuten a continuación.

3.2 Materiales en Polvo

En esta sección se presentan los resultados de la caracterización de los materiales en polvo obtenidos después del proceso de mezclado y los obtenidos después del proceso de aleado mecánico, para evaluar el efecto del tiempo de aleado y cantidad de refuerzo sobre su morfología y estructura.

La Figura 8 muestra el efecto del tiempo de aleado mecánico y del contenido de refuerzo sobre la distribución de tamaños de partícula obtenidos mediante difracción láser. En la Figura 8a se muestra la distribución de tamaño en función del contenido de material de refuerzo para los materiales sin aleado mecánico, el tamaño promedio es de: 18.4, 17.4, 35.4, y 34.5 μm , para las cantidades de refuerzo de 0.0, 1.0, 1.5 y 2.0 %, respectivamente. La distribución de tamaños de los polvos de aluminio empleados para la fabricación de la aleación AA7075 es unimodal con una variación de tamaños entre 6 y 100 micras, y un mayor porcentaje en volumen alrededor de las 18.4 micras. Para los materiales con cantidad de refuerzo ≥ 1.5 % la distribución tiende a ser bimodal, debido a la presencia de una mayor cantidad de fibras, las cuales tienen un mayor tamaño que las partículas de aluminio. El desplazamiento de los picos hacia la derecha, observado al incrementar la cantidad de lana de escoria, puede estar relacionado con el hecho de que la técnica de difracción laser no considera la relación de aspecto de forma, la cual es importante en estas fibras pues tienen

una diferencia significativa entre su diámetro y su longitud. En la Figura 8b, se muestra la distribución de tamaños en función del tiempo de aleado mecánico para los materiales sin refuerzo, el tamaño de partícula promedio aumenta de 18.4 a 22.8 μm para 2.5 h, y alcanza 66.0 μm para 5 h. Se observa que la distribución se vuelve asimétrica, esto se debe a que aumenta la fracción de partículas de mayor tamaño para un tiempo de aleado de 5 h. Es bien conocido que, durante el proceso de aleado mecánico, un incremento en el tiempo de aleado promueve una mayor reducción del tamaño de partícula [59]. Sin embargo, los resultados que se muestran en la Figura 8b muestran un comportamiento opuesto; a mayor tiempo de aleado mecánico, mayor es el tamaño de partícula. Algunos trabajos han reportado resultados similares, y concluyen que el incremento en el tamaño de partícula con el aumento en el tiempo de aleado mecánico puede presentarse cuando no se ha establecido un balance entre los procesos de deformación, fractura y soldadura en frío, lo cual ocurre debido a una baja cantidad del agente de control de proceso [39]. Sin embargo, es importante mencionar que durante el análisis por difracción láser (DL) también se observó que, los polvos obtenidos del aleado mecánico más finos formaron una película en la superficie del medio dispersante y no fue posible medirlos. Debido a esto, puede existir un sesgo en la determinación del tamaño hacia las partículas más grandes de las mezclas de polvo después del aleado mecánico, ya que no se cuantifican las partículas más pequeñas. Además, las partículas de los materiales en polvo son susceptibles a la aglomeración. Estos dos comportamientos pueden influenciar los resultados de tamaño por DL, por lo tanto, esta técnica no es concluyente del tamaño de partícula observado en función de las variables de estudio en este sistema en específico.

Las distribuciones de tamaño en función del contenido de material de refuerzo para los tiempos de aleado de 2.5 y 5 h se muestran en las Figuras 8c y 8d, respectivamente. En la Figura 8c, se observa la misma tendencia de aumento de tamaño de partícula que se observó en el material sin refuerzo con 5 h de aleado mostrado en la Figura 8b. Los tamaños de partícula promedio son de: 22.8, 117.4, 151.2 y 106.7 μm , para las concentraciones de refuerzo de 0.0, 1.0, 1.5, y 2.0 %, respectivamente. En esta gráfica también se observa que la distribución es asimétrica para porcentajes de refuerzo ≥ 1 %. Este efecto se observó también para las muestras con un tiempo de aleado de 5 h que se presentan en la Figura 8d, donde la asimetría está presente para todas las composiciones de material de refuerzo. Los tamaños de

partícula promedio son de 66.0, 152.7, 87.1 y 154.3 μm , para los porcentajes de refuerzo del 0.0, 1.0, 1.5, y 2.0 %, respectivamente. Es claro que el aumento en el tiempo de aleado mecánico, en las muestras con material de refuerzo, causa un incremento en el tamaño de partícula. A mayor tiempo, mayor es el tamaño de partícula. Se ha reportado que, durante el proceso de aleado mecánico de una matriz dúctil con un material de refuerzo duro, es posible observar una mayor proporción de fractura de la fase dura, la cual es embebida por la fase dúctil deformada. Este comportamiento puede promover el crecimiento de tamaño de partícula en una etapa del aleado y después de cierto tiempo se consigue la fractura de la fase dúctil con dispersión de fases duras [60]. La Tabla 13 muestra los tamaños promedio obtenidos en función de las variables mencionadas.

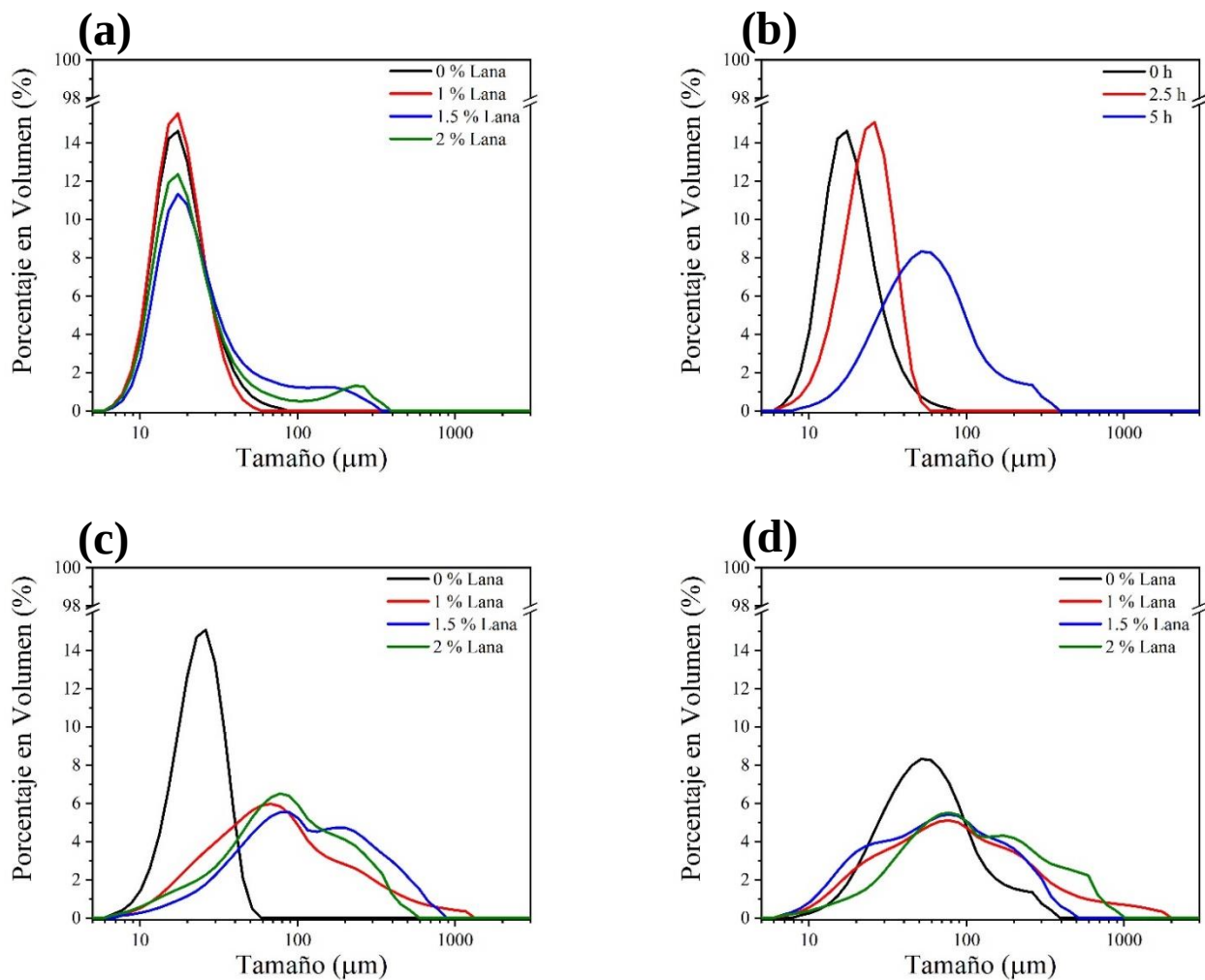


Figura 8 Distribuciones de tamaño de partícula de muestras en polvo: (a) sin aleado mecánico en función del contenido de refuerzo, (b) en función del tiempo de aleado y sin refuerzo, en función de la cantidad de refuerzo y del tiempo de aleado mecánico (c) 2.5 h y (d) 5 h.

Tabla 13 Tamaño de partícula de los materiales en polvo obtenidos después del proceso de aleado mecánico.

	Porcentaje de Refuerzo	Tamaño Promedio (μm)
Sin Aleado Mecánico	0	18.4
	1	17.4
	1.5	35.4
	2	34.5
2.5 h	0	22.8
	1	117.4
	1.5	151.2
	2	106.7
5 h	0	66.0
	1	152.7
	1.5	87.1
	2	154.3

Para descartar si el tiempo de aleado mecánico o la cantidad de PCA no fueron suficientes para producir la reducción de tamaño, o para descartar si no hubo aglomeración de partículas, los polvos fueron caracterizados por microscopía electrónica de barrido. Asimismo, esta técnica fue utilizada para estudiar la evolución de la forma de las partículas durante el proceso de fabricación.

Las micrografías obtenidas por MEB que se muestran en la Figura 9 corresponden a una sección representativa de los polvos sin aleado mecánico después del proceso de homogenizado, se detalla la morfología de las partículas, ésta se mantiene sin cambios en función del porcentaje de refuerzo. La micrografía de la Figura 9a muestra, a bajos aumentos (50x), la presencia de partículas de los elementos de aleación, éstas son identificadas debido al contraste que generan y a la baja cantidad en la que se encuentran, señaladas con una flecha en la micrografía. En la Figura 9b, con una amplificación de 500x, se observa con más detalle la morfología de los polvos de aluminio, estos son partículas con bordes suaves, también se perciben fibras de material de refuerzo, señaladas con flechas en la micrografía. En la Figura

10 se muestra una micrografía de otra zona de la muestra donde hay mayor cantidad de los elementos de aleación, se presenta también el análisis por EDS de la partícula etiquetada en la micrografía. El microanálisis indica que esas partículas corresponden al cinc metálico.

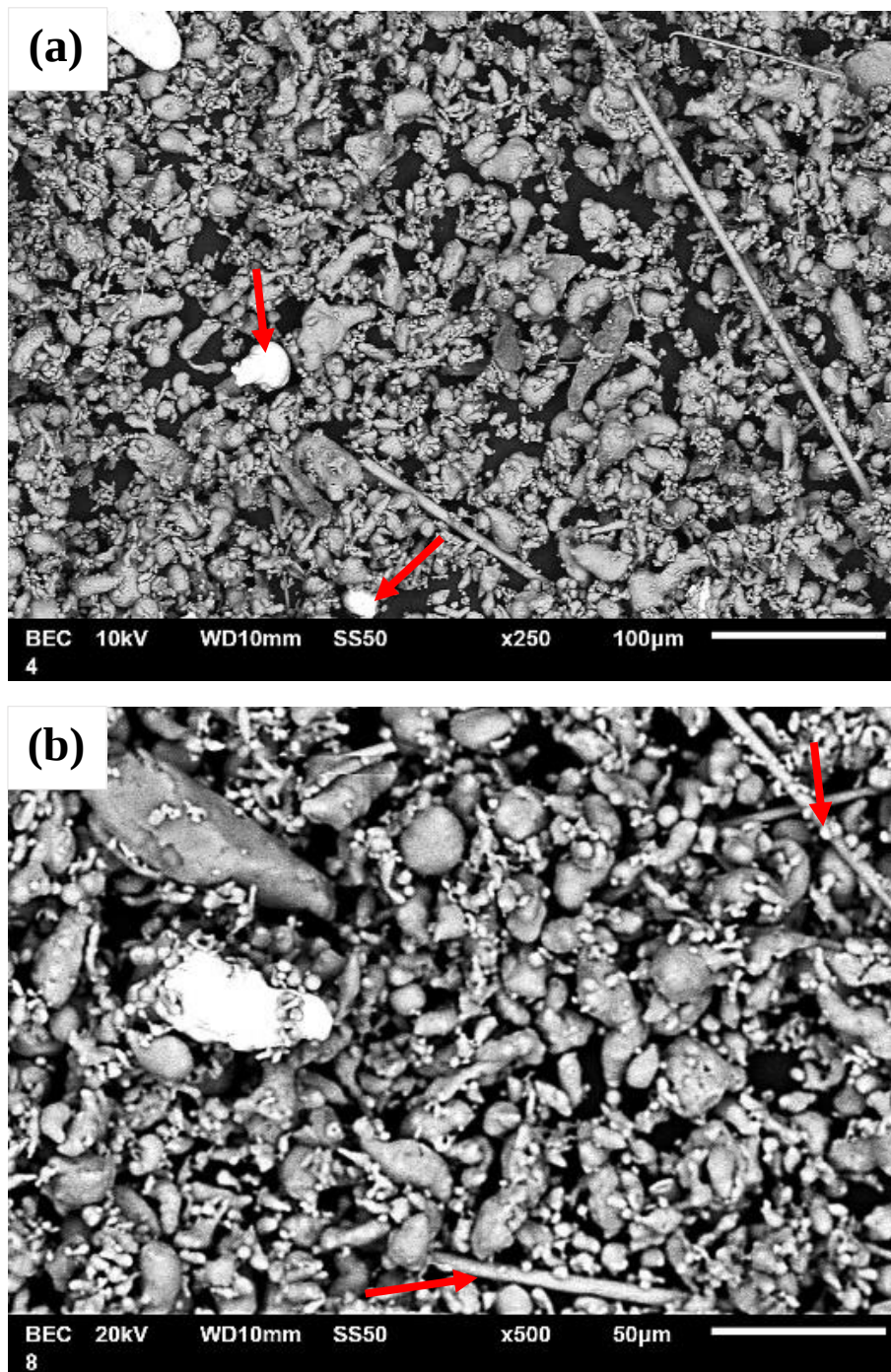


Figura 9 Imágenes obtenidas mediante MEB de materiales en polvo sin aleado mecánico con 2 % de refuerzo: (a) vista general 250x y (b) mayor magnificación 500x.

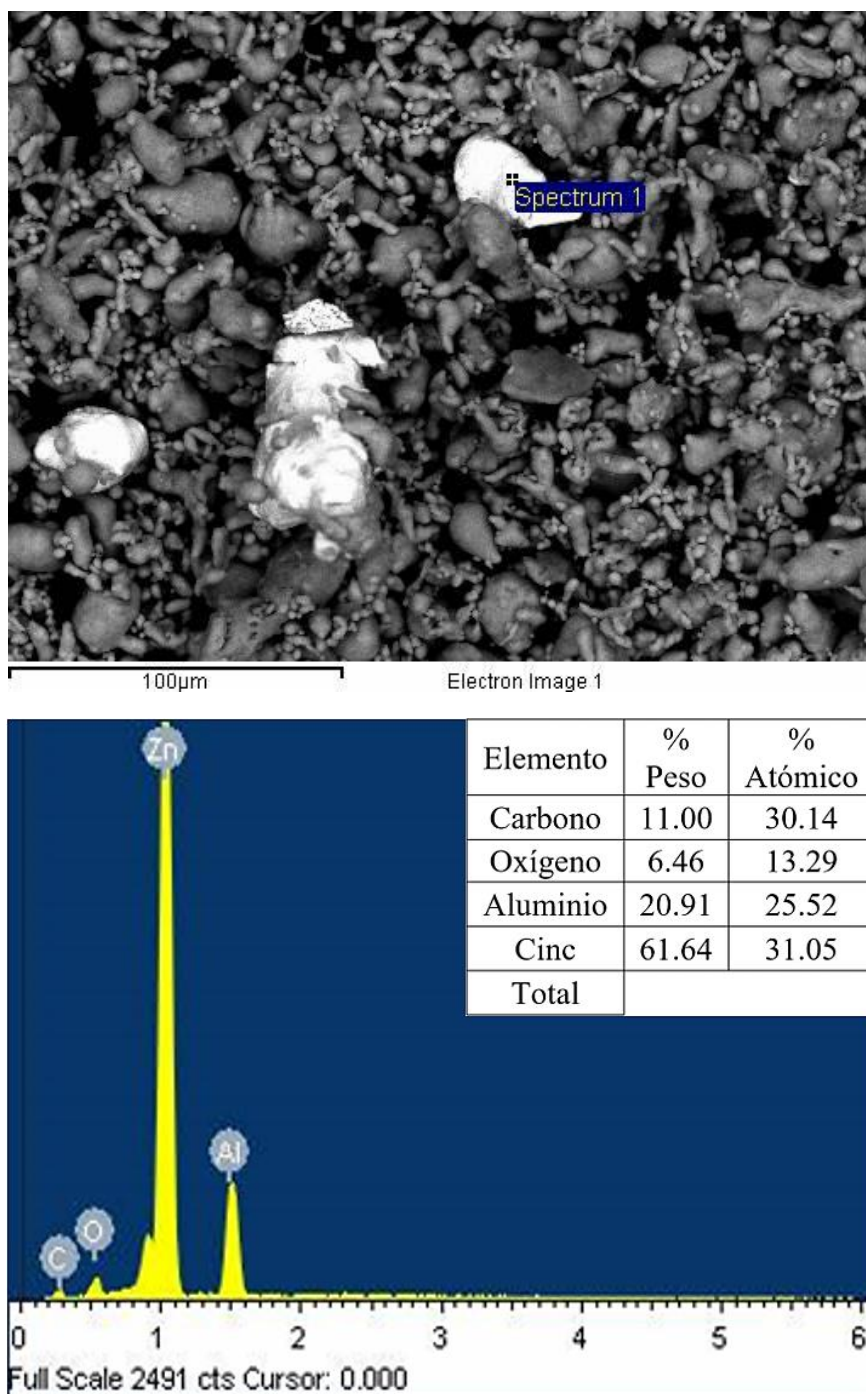


Figura 10 Análisis de composición química obtenido mediante MEB-EDS de muestra en polvo sin aleado mecánico con 2 % de refuerzo.

Al someter los materiales en polvo, vistos en las Figuras 9 y 10, al proceso de aleado mecánico, la forma de las partículas cambia en función del tiempo de aleado y el contenido de refuerzo. El material sin refuerzo con 2.5 y 5 h de aleado mecánico se muestra en la Figura

11, donde se muestra una vista general a 250 x (a y c) y una amplificación del mismo material a 500 x (b y d). En la Figura 12 se presentan los materiales con refuerzo, también se muestra una vista general a 250 x (a, c y e) y una amplificación a 500 x (b, d, f) para los tiempos de aleado mecánico de 2.5 y 5.0 h. Para el material sin refuerzo (aleación base) se observa un aumento del tamaño de partícula en función del tiempo de aleado mecánico. Estas partículas son irregulares, con bordes ásperos, como se puede observar a detalle en las Figuras 11b y 11d. El tamaño de partícula tiende a crecer debido a la formación de cúmulos de partículas más pequeñas producidos durante el aleado mecánico. Estas partículas tienen apariencia de estar soldadas y ancladas unas con otras como se observa en la Figura 11d, que corresponde a 5 h de aleado mecánico. En las micrografías no se observan las partículas individuales de los elementos de aleación, esto sugiere una buena incorporación de los materiales por aleado mecánico.

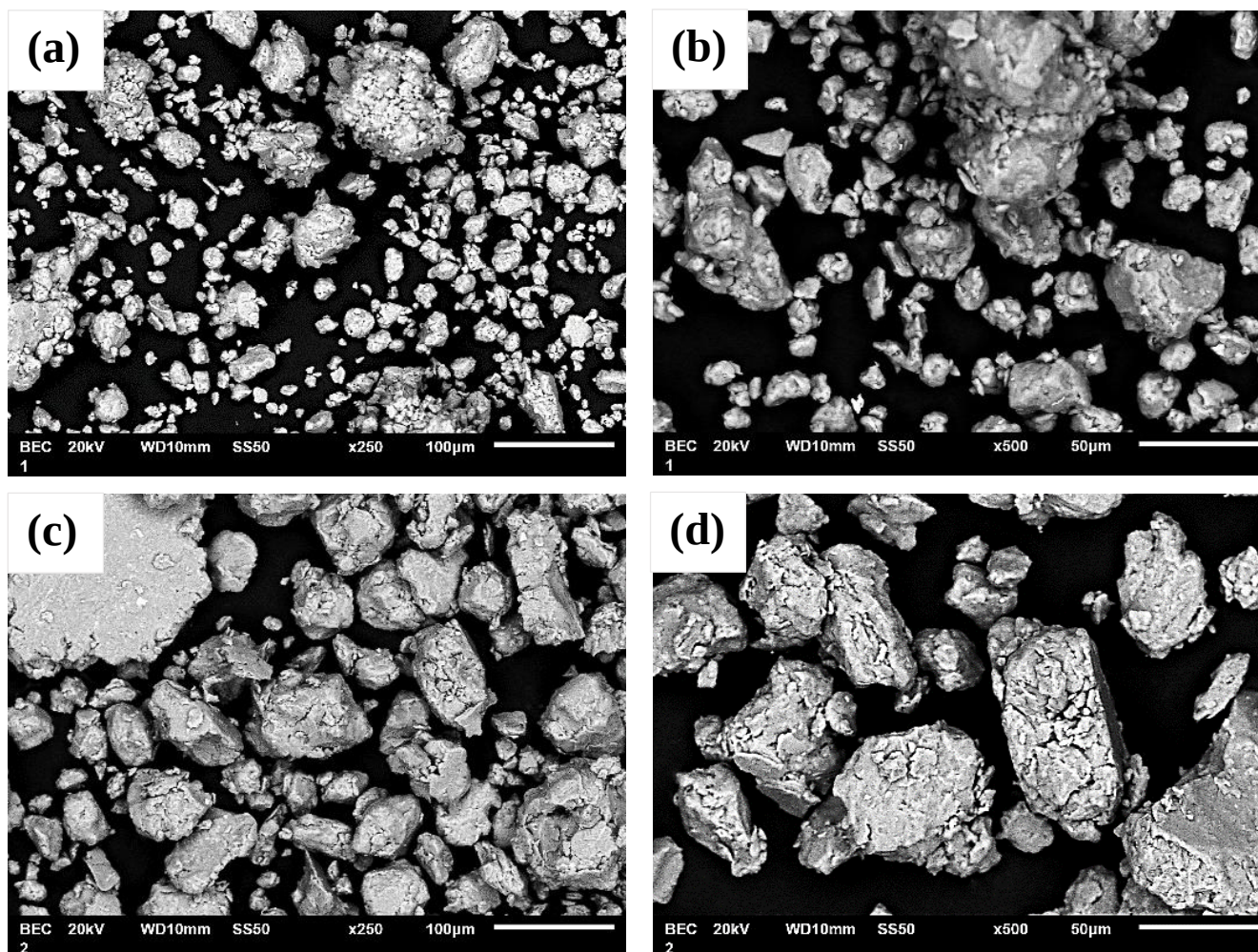


Figura 11 Imágenes obtenidas mediante MEB de los materiales sin refuerzo en función del tiempo de aleado mecánico. Para 2.5 h (a) 250x, (b) 500x y para 5 h (c) 250x, (d) 500x.

En las Figuras 12 y 13 se muestran micrografías de los compuestos en función del contenido de refuerzo para 2.5 y 5.0 h de aleado mecánico, respectivamente. En estas micrografías se observó también la integración de los elementos de aleación y de las fibras del refuerzo, lo que indica que las fibras no interfieren en el aleado mecánico. En estas micrografías también se observó la tendencia a la formación de aglomerados de partículas.

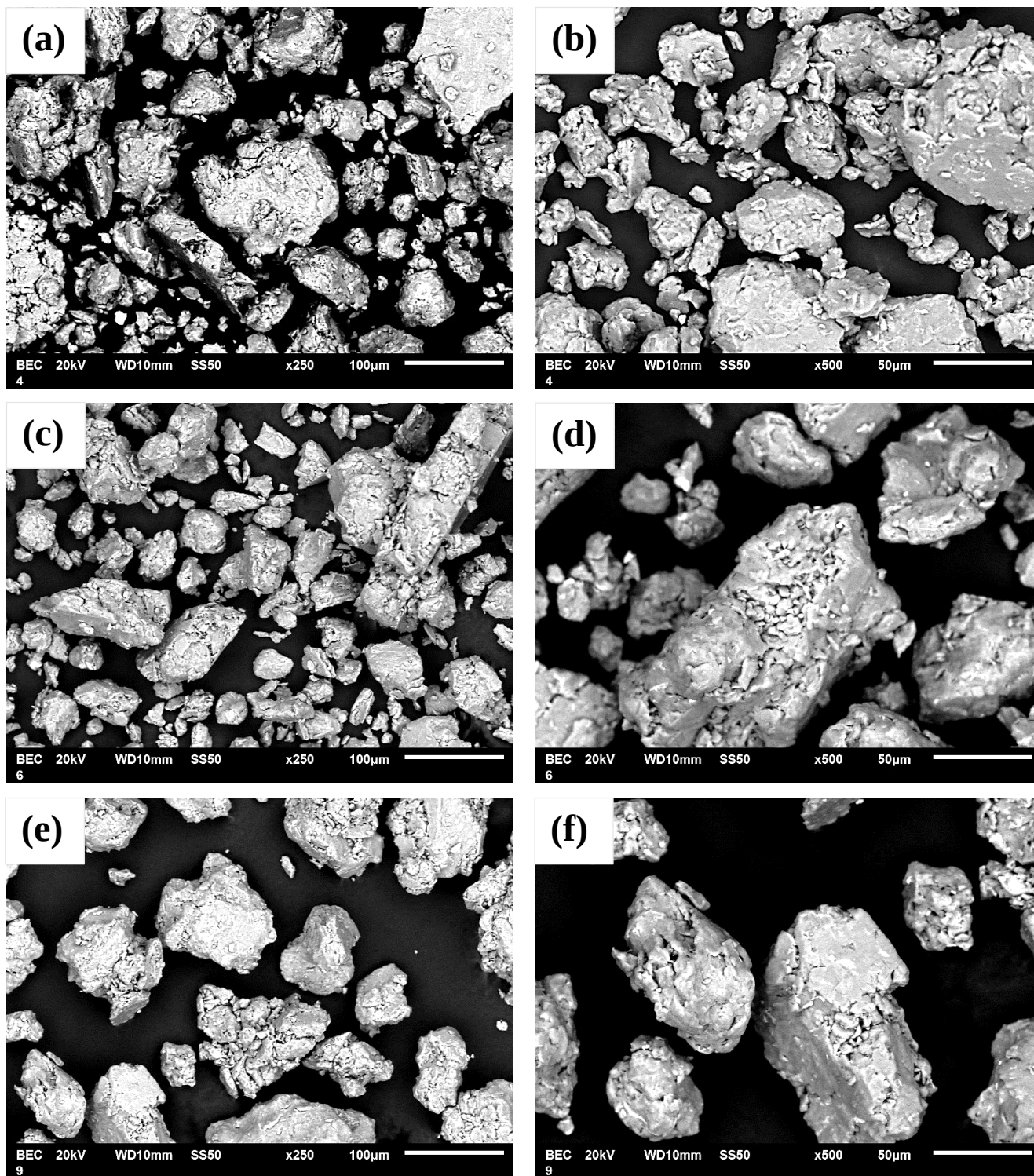


Figura 12 Imágenes obtenidas mediante MEB de los materiales con 2.5 h de tiempo de aleado mecánico, reforzados con 1% (a) 250x y (b) 500x; 1.5 % (c) 250x y (d) 500x; 2% (e) 250x y (f) 500x.

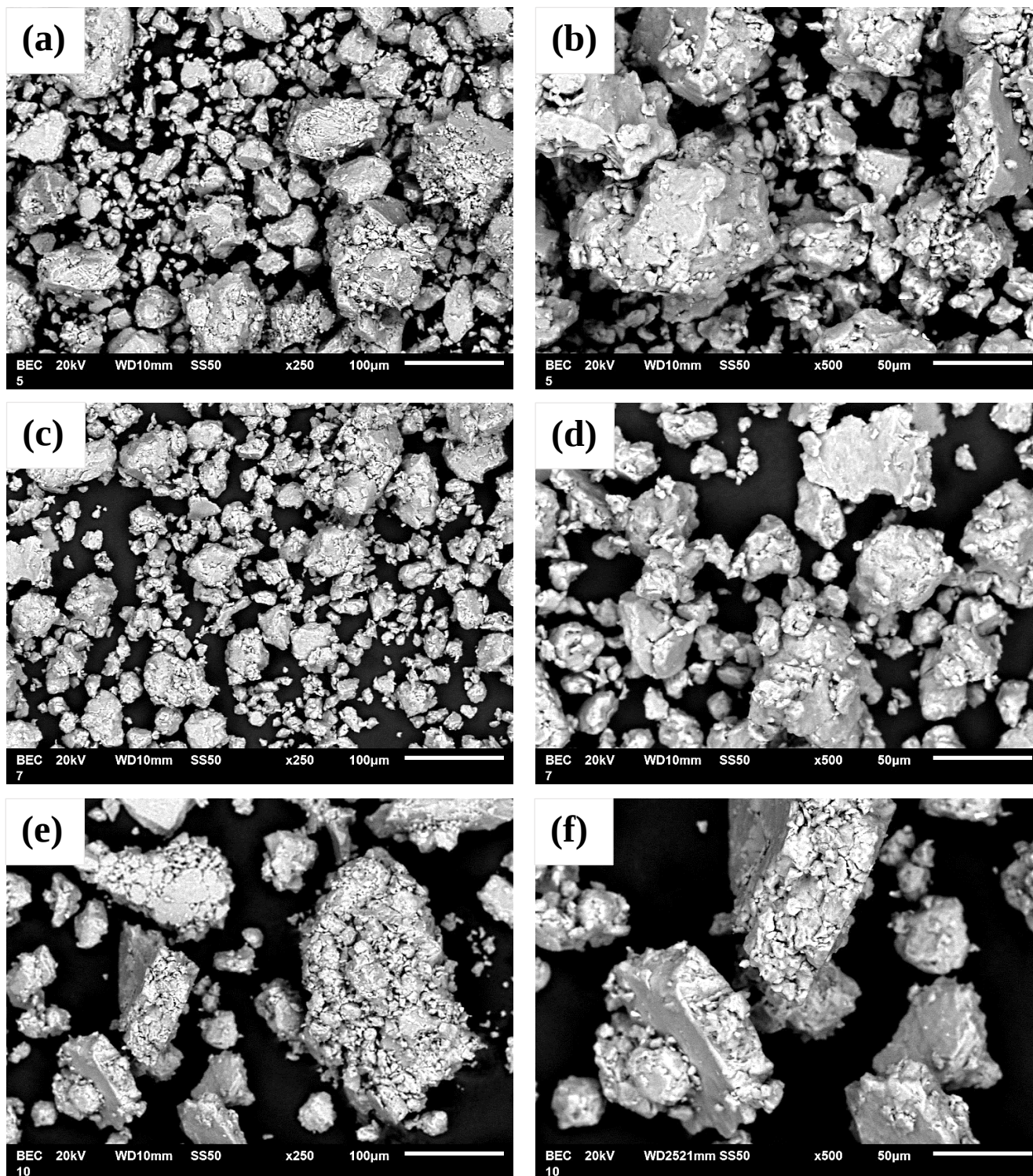


Figura 13 Imágenes obtenidas mediante MEB de los materiales con 5 h de tiempo de aleado mecánico, reforzados con 1% (a) 250x y (b) 500x; 1.5 % (c) 250x y (d) 500x; 2% (e) 250x y (f) 500x.

Para caracterizar estos cúmulos se obtuvo su sección transversal mediante pulido, la superficie expuesta fue posteriormente analizada por MEB y los resultados se muestran en la Figura 14. El análisis por MEB permitió establecer que el tamaño promedio de partícula determinado previamente por la técnica de difracción láser es consistente con el tamaño promedio de cúmulos de partículas individuales más pequeñas (Figura 14). Este resultado confirma que durante el análisis por DL ocurrió la aglomeración de partículas pequeñas, lo cual aunado al hecho de que se formó una nata en la superficie del medio dispersante con las partículas más finas, da un resultado aparentemente más alto que el tamaño de las partículas individuales observadas por MEB. Este resultado también permite concluir que el proceso de aleado mecánico en general causa una reducción del tamaño de partícula. Sin embargo, la aglomeración y la soldadura de las partículas no permite obtener medidas de tamaño de partícula libres de sesgo por la técnica de DL.

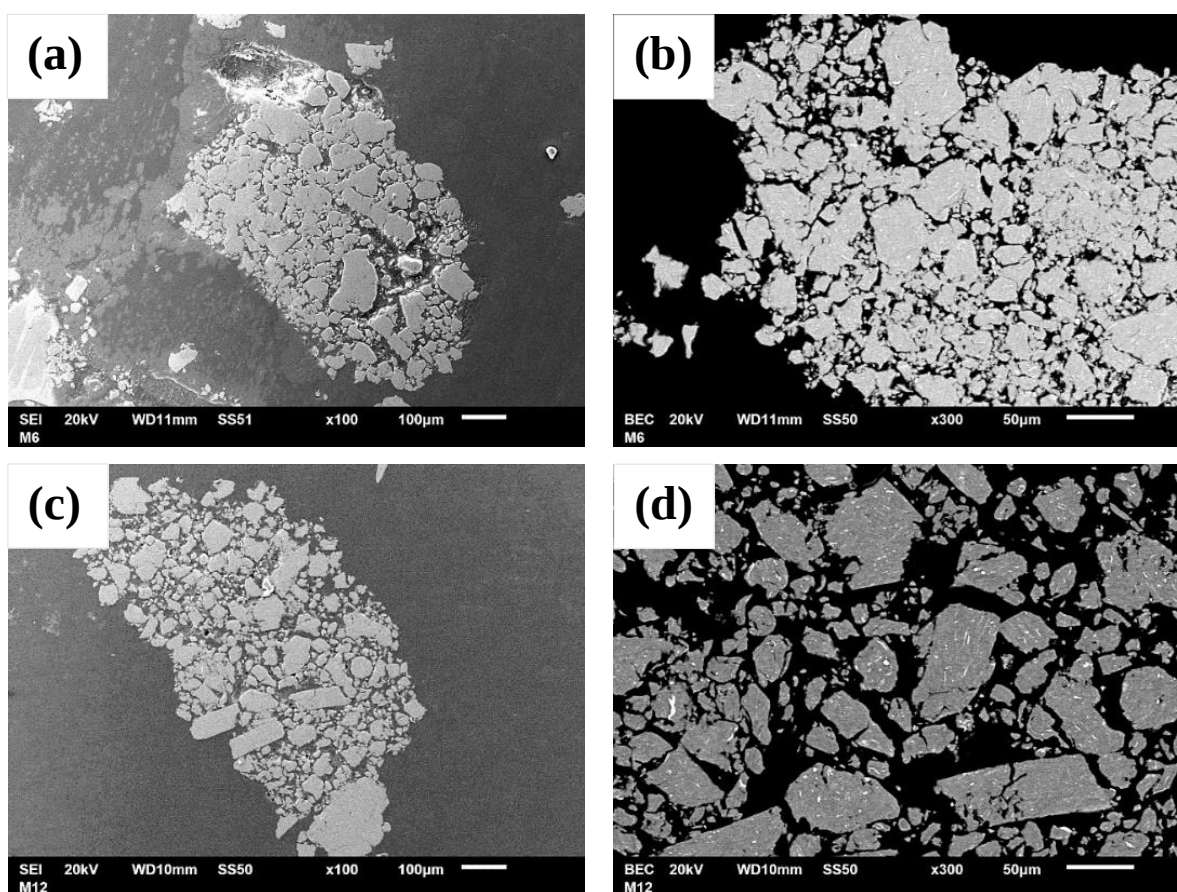


Figura 14 Imágenes obtenidas mediante MEB de la sección transversal de las partículas de los materiales en polvo con 5 h de tiempo de aleado: 1 % lana (a) 100x y (b) 300x; 2% de lana (c) 100x y (d) 300x.

Una vez que se ha estudiado la evolución del tamaño y forma de las partículas durante el proceso de fabricación utilizando técnicas de aleado mecánico, es importante también evaluar los cambios estructurales en función del tiempo de aleado y la cantidad de refuerzo.

La evolución de los cambios estructurales en los materiales en polvo se realizó con el objetivo de determinar cuál es el tiempo de aleado mecánico requerido para lograr incorporar los elementos de aleación en la matriz de aluminio y producir la aleación AA7075.

La Figura 15 muestra los patrones de difracción de los materiales en polvo sin refuerzo en función del tiempo de aleado mecánico. El patrón color negro corresponde a la mezcla sin aleado mecánico (0 h), en este patrón se identifican los picos de difracción de los elementos Al, Zn y Mg. En esta mezcla de polvos también están presentes el Cu, Cr, Fe y Mn, pero no se observan debido a que la intensidad de sus difracciones es muy pequeña por la baja proporción en la que se encuentran. Cuando los polvos son sometidos al tiempo de aleado de 2.5 h (patrón de difracción color rojo) se puede percibir la disminución de la intensidad de los picos característicos del cinc y magnesio. Para 5 h (Patrón de difracción en color azul) se observa la desaparición de la fase de magnesio y permanece la fase de cinc en muy baja proporción. Este comportamiento indica que a 2.5 h ya se están incorporando los elementos en solución sólida con la matriz de aluminio y este proceso continúa en 5 h, sin embargo, este tiempo no es suficiente para solubilizar el cinc por completo. Algunos autores reportaron que el cinc es el elemento más difícil de incorporar durante la obtención de materiales compuestos AA7075 reforzados con grafito [15]. Ellos muestran evidencia de la presencia de los picos característicos del cinc después de 10 h de aleado mecánico. Este resultado puede estar relacionado con la mayor cantidad de Zn y Mg en comparación con la cantidad de los otros elementos solutos considerados para formar la aleación AA7075.

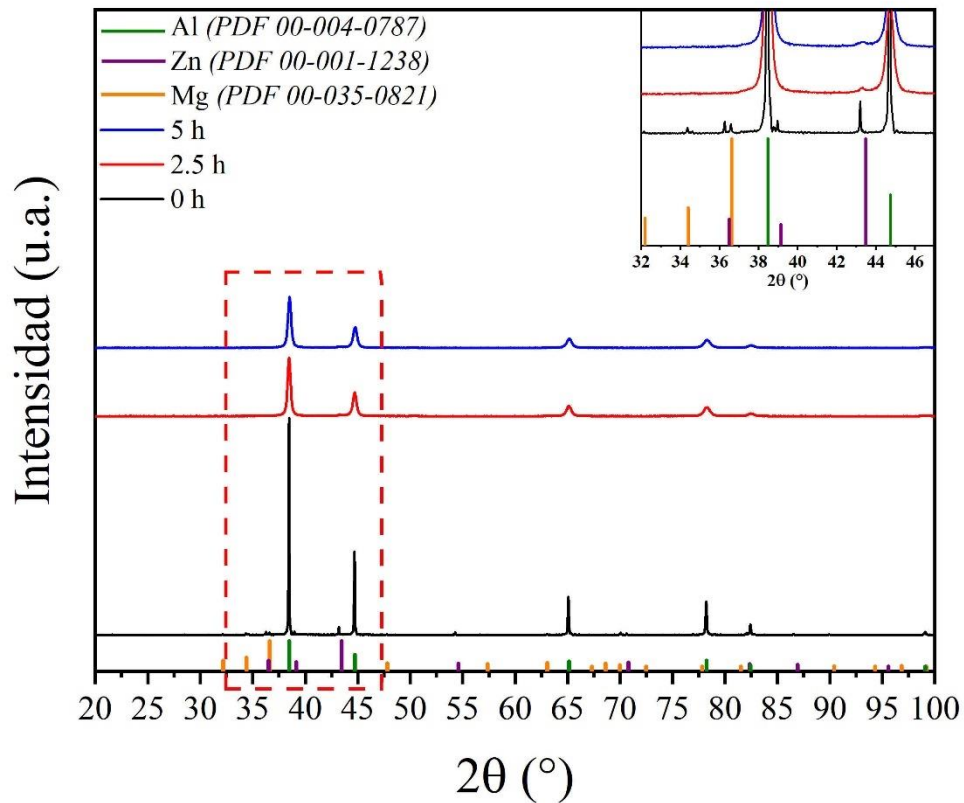


Figura 15 Patrón de difracción de los materiales en polvo sin refuerzo en función del tiempo de aleado mecánico: 0 h (negro), 2.5 h (rojo) y 5 h (azul).

En la Figura 16 se muestran los patrones de difracción de los materiales en polvo en función del tiempo de aleado para las cantidades de refuerzo de 1.0, 1.5 y 2.0 %. En esta figura se observa que la formación de la aleación AA7075 en función de las cantidades de refuerzo de 1.0 a 2 % se comporta de la misma forma que se discutió anteriormente. Los picos de difracción que corresponden a los elementos cinc y magnesio tienden a disminuir su intensidad en función del tiempo de aleado, se observa que, para todas las cantidades de refuerzo, a un tiempo de aleado de 5 h, aún es posible distinguir la presencia de cinc en muy baja proporción. Lo cual indica que el tiempo de aleado mecánico usado para estos materiales no es suficiente para solubilizar por completo el cinc en la matriz de aluminio. Como se mencionó anteriormente, algunos autores han reportado la presencia de cinc después de 10 h de aleado mecánico para la síntesis de materiales compuestos AA7075/grafito [15], lo cual confirma esta observación.

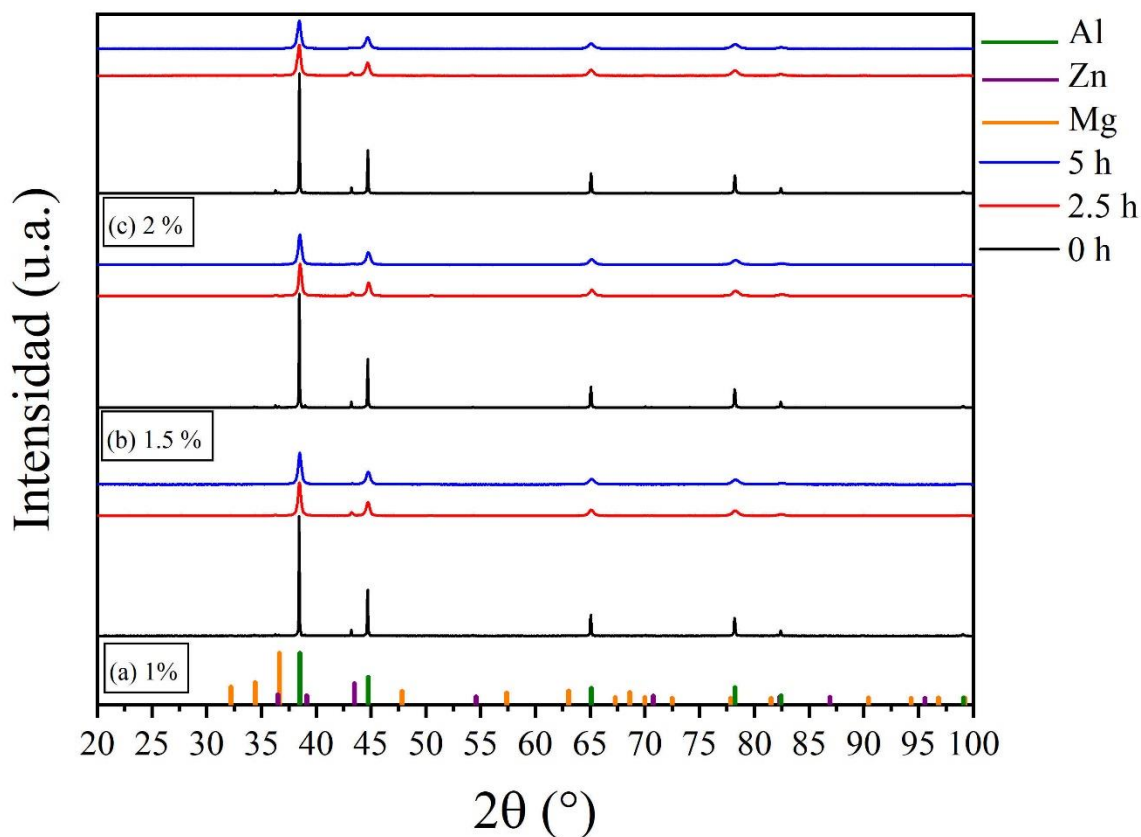


Figura 16 Patrón de difracción de los polvos en función del tiempo de aleado con cantidades de refuerzo: (a) 1 %, (b) 1.5 % y (c) 2 %.

Un acercamiento sobre el pico principal del aluminio centrado en $2\theta = 38.47^\circ$ con índices (111), ver Figura 17, muestra que al aumentar el tiempo de aleado los picos de difracción del aluminio tienden a desplazarse a valores del ángulo de difracción más grandes, esto se debe a la modificación del parámetro de red que origina la incorporación de los elementos en solución sólida [61] [62]. El cambio del parámetro de red propicia que los picos de difracción se desplacen de acuerdo con la ley de Bragg donde, el ángulo de difracción mantiene una relación inversamente proporcional con el parámetro de red [63]. El desplazamiento observado en función del tiempo de aleado mecánico disminuye al aumentar la cantidad de material de refuerzo, por lo que la incorporación del material de refuerzo distorsiona la red del material compuesto, modificando el parámetro de red y el grado de deformación en la red del material.

Por lo general, un cambio en composición química de una fase produce un cambio en el parámetro de red, y por lo tanto un desplazamiento en los picos de difracción de dicha fase [63]. El parámetro de red disminuye y los picos de difracción son desplazados hacia ángulos 2θ más altos. En cambio, el parámetro de red aumenta y los picos de difracción son desplazados hacia ángulos 2θ más pequeños. Algunos autores observaron el desplazamiento de los picos principales hacia la derecha del patrón de difracción en materiales compuestos AA7075/carburo de titanio, producidos por aleado mecánico y compresión en caliente. El comportamiento fue atribuido a la formación de la solución sólida y a la redistribución del material de refuerzo [64]. Por lo tanto, el ligero desplazamiento de los picos de difracción hacia la derecha, observado con el incremento en el tiempo de aleado mecánico y en la cantidad de refuerzo de 0.0 a 1.5 %, puede estar relacionado con una mayor incorporación de los elementos base que constituyen la aleación AA7075 y a la redistribución del material de refuerzo. Por otra parte, el desplazamiento hacia la izquierda de los picos principales observado al incrementar el contenido del material de refuerzo hasta 2.0 % puede ser atribuido a la mayor cantidad de lana incorporada en la aleación AA7075.

Otro efecto del tiempo de aleado mecánico es el ensanchamiento de los picos de difracción del aluminio, este ensanchamiento está asociado a las grandes cantidades de deformación en el material y a la disminución del tamaño de cristalito o región coherente [64]. Los valores para el tamaño de cristalito para los polvos se estimaron utilizando la relación de Scherrer, la cual asocia el ensanchamiento de los picos a la disminución del tamaño de la región coherente en la estructura cristalina del material [51]. Algunos autores asociaron el ensanchamiento y la disminución en la intensidad del pico de difracción (111) del Al, a la disminución en el tamaño de cristalito durante la fabricación de materiales compuestos AA7075/grafito. Se observó una disminución desde 1100 nm (en una muestra sin aleado mecánico), hasta 31 y 23 nm después de 5 y 10 h de aleado mecánico, respectivamente [65]. Los resultados que obtuvieron fueron corroborados mediante observaciones de las partículas por microscopía electrónica de transmisión [65]. Estas observaciones permiten confirmar que efectivamente el ensanchamiento y la disminución en la intensidad del pico de difracción principal del Al están asociados a una disminución en el tamaño de cristalito, el cual es más significativo para un tiempo de aleado mecánico más largo como se observa en la Figura 17.

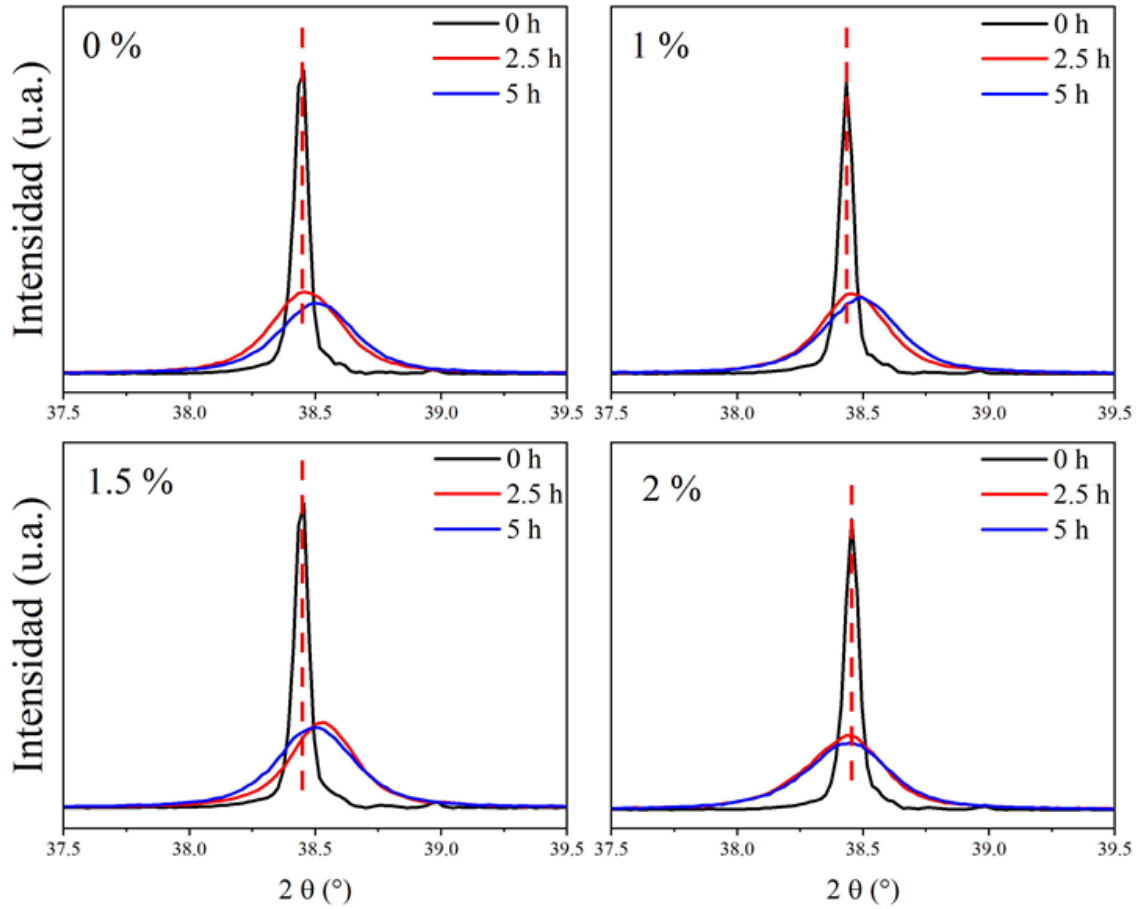


Figura 17 Patrón de difracción de rayos-X que muestra el pico característico más intenso del aluminio con índices de Miller (111).

El tamaño de cristalito en función del tiempo de aleado, con las diferentes cantidades de refuerzo se presenta en la Figura 18. En esta figura se puede observar que el tamaño de cristalito disminuye en función del tiempo de aleado mecánico. Para el material sin aleado el tamaño promedio de cristalito es de 117.8 ± 15.4 nm, éste disminuye a 22.3 ± 3.8 nm para 2.5 h y se mantiene a 20.8 ± 3.8 nm para 5 h de aleado. En esta figura también se observa que la cantidad de refuerzo no tiene un efecto significativo en el tamaño de cristalito. Lo cual sugiere que el tiempo de aleado mecánico tiene un mayor efecto sobre la disminución de tamaño de cristalito y por lo tanto, pudiera contribuir con un menor tamaño de grano después de los procesos de consolidación y extrusión en caliente[40] [60].

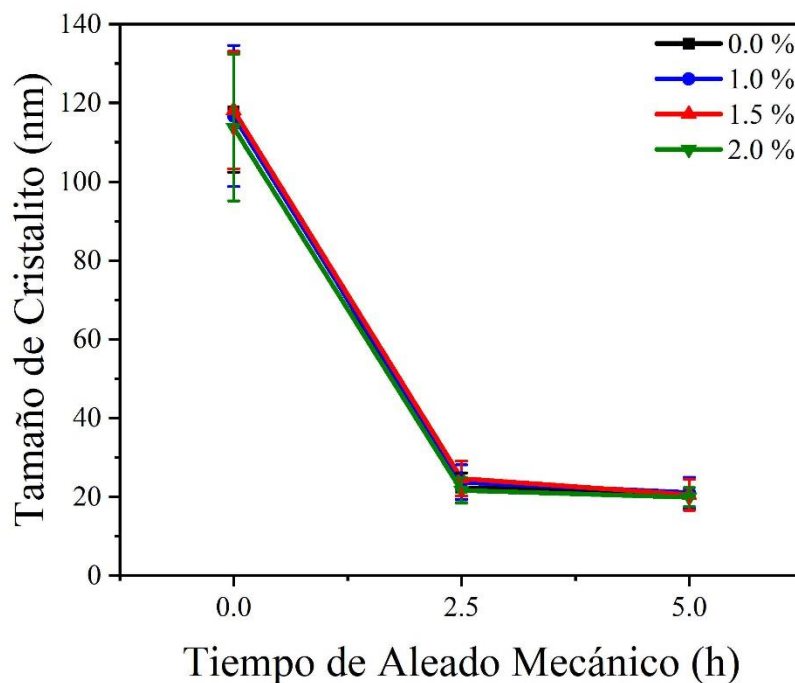


Figura 18 Tamaño de cristalito en función del tiempo de aleado mecánico y del contenido de material de refuerzo.

Las caracterizaciones del material en polvo después del aleado mecánico mostraron que las partículas que componen dicho polvo consisten en partículas individuales más pequeñas, las cuales se encuentran aglomeradas, estas partículas a su vez contienen regiones coherentes de difracción o cristalitos del orden nanométrico. Esta disminución del tamaño de cristalito, así como las altas tasas de deformación inducidas por el aleado mecánico son un factor importante en el tamaño de grano que se obtendrá en los materiales compuestos extruidos. En la siguiente sección se presentarán los resultados de la caracterización de los materiales fabricados a partir de los materiales en polvo.

3.3 Materiales Consolidados

Los materiales en polvo producidos por aleado mecánico, caracterizados en la sección anterior, fueron consolidados y extruidos para obtener barras del material compuesto AA7075/Lana de escoria. El proceso de aleado mecánico al que se sometieron estos polvos propicia la generación de grandes cantidades de defectos en la red del material, como resultado de la deformación plástica severa a la que son sometidos [60]. Los defectos generados pueden ser; dislocaciones, fallas de apilamiento e incremento de la fracción de límites de grano o disminución del tamaño de grano [60]. Durante el proceso de extrusión en caliente puede promoverse la recristalización del material, por lo cual es importante caracterizar su microestructura después de este proceso. En esta sección se determinará el efecto de las variables de estudio en el tamaño de grano de los materiales extruidos, así como las fases presentes. Se usó la técnica de microscopía electrónica de transmisión para determinar el tamaño de grano y la técnica de difracción de rayos-X para dar seguimiento a las fases presentes en los materiales extruidos.

Tamaño de grano

Para determinar el tamaño de grano promedio se usó el programa de procesamiento de imágenes (*ImageJ*) con el cual, se midió un total de 45 granos para cada muestra a partir de diferentes micrografías, con estas mediciones se construyeron histogramas y curvas de distribución del tamaño de grano. Para este análisis se seleccionó una serie de muestras representativa, la cual contiene 1.5 % de refuerzo en función del tiempo de aleado mecánico.

Las micrografías obtenidas mediante microscopía electrónica de transmisión con su respectivo histograma de tamaño de grano se presentan en la Figura 19. El material sin aleado mecánico con 1.5 % de material de refuerzo presenta el tamaño de grano más grande de las muestras seleccionadas, con un tamaño promedio de $1,315 \pm 598$ nm. La muestra con 2.5 h y 1.5 % de material de refuerzo presentó una disminución del tamaño de grano del 51.5 % con un tamaño promedio de 638 ± 234 nm, y la muestra con 5h de aleado mecánico y 1.5 %

de refuerzo presenta una disminución del tamaño de grano del 76 % respecto a las condiciones iniciales, con un tamaño promedio de 315 ± 130 nm.

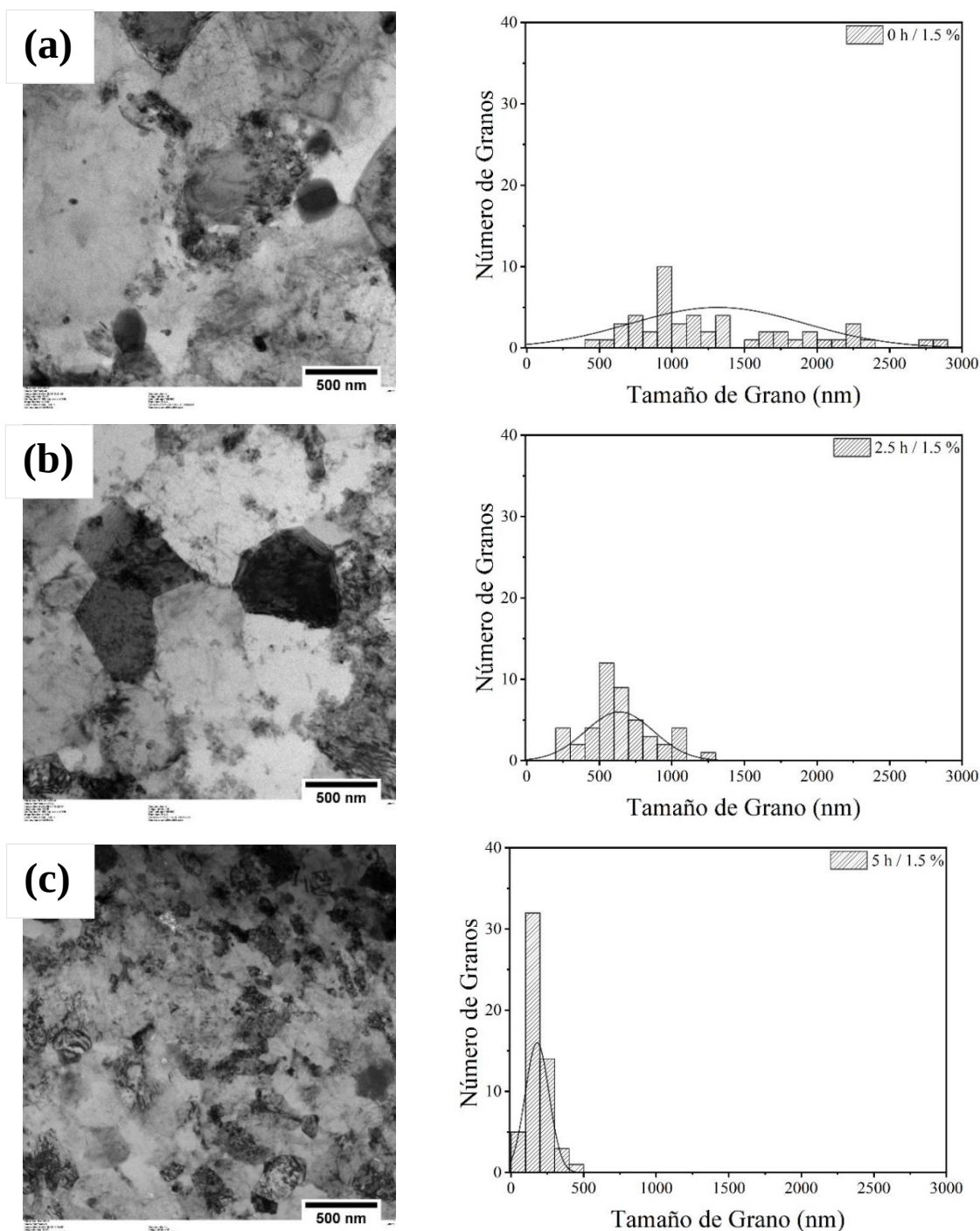


Figura 19 Micrografías obtenidas mediante microscopía electrónica de transmisión de los materiales extruidos (izquierda) y distribución de tamaño de grano (derecha) de muestras con 1.5% de material de refuerzo: (a) 0 h, (b) 2.5 h, (c) 5 h.

El tamaño de grano promedio en función del tiempo de aleado mecánico se presenta en la Figura 20. Como se puede observar, el incremento en el tiempo de aleado mecánico causa una disminución en el tamaño de grano de las muestras consolidadas.

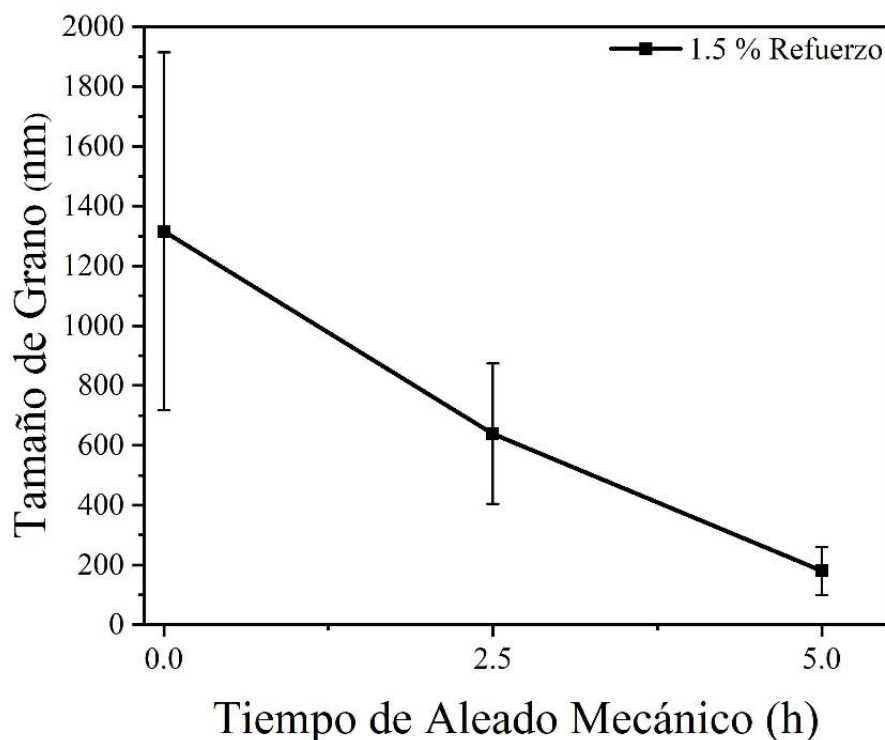


Figura 20 Tamaño promedio de grano de los materiales fabricados con 1.5 % de refuerzo en función del tiempo de aleado mecánico.

Durante el aleado mecánico (AM), los polvos son deformados plásticamente de manera continua, experimentando procesos de soldadura en frío y fractura, y es mediante estos procesos que se obtiene el refinamiento de la microestructura [65]. Como resultado de la deformación severa que sufren las partículas de polvo, existe una gran cantidad de energía almacenada en forma de defectos generados en la estructura cristalina, dislocaciones, vacancias, fallas de apilamiento, etc. A mayor tiempo de AM, la energía almacenada se incrementa debido a la acumulación de un mayor número de defectos. La energía almacenada representa la fuerza impulsora para la recrystalización del material, de tal manera que a mayor cantidad de energía almacenada la recrystalización ocurre más rápido [65][44]. Sin embargo,

existe una relación entre la velocidad de nucleación de los granos recrystalizados y la velocidad de crecimiento de los mismos. Cuando la velocidad de nucleación es rápida, la cinética del crecimiento es más lenta. Por el contrario, si la velocidad de nucleación es lenta, la velocidad de crecimiento es más rápida [66].

Estos resultados sugieren que las muestras sin moler y sin material de refuerzo, las cuales presentan una menor energía almacenada, recrystalizan más lento, pero resultan en tamaños de grano más grande. En contraste, las muestras con AM, las cuales tienen una mayor energía almacenada, recrystalizan más rápido, pero tienen una velocidad de crecimiento más lenta. Por esta razón, las muestras que fueron sometidas al proceso de AM exhiben un tamaño de grano recrystalizado más pequeño, y el efecto es más significativo para un tiempo más prolongado (Figura 19).

Es importante dar seguimiento a las fases después del proceso de consolidación y extrusión en caliente usado para fabricar barras de los materiales compuestos. Los patrones de difracción de los materiales sin refuerzo en función del tiempo de aleado y de los materiales con 1.0 % de refuerzo se muestran en las Figuras 21a y 21b, respectivamente. Los patrones de difracción para los materiales con refuerzo de 1.5 y 2.0 % se muestran en las Figuras 22a y 22b, respectivamente. En estas figuras, las difracciones de los materiales compuestos se comparan con las difracciones del aluminio PDF 00-004-0787 (en color verde) y las difracciones del cinc PDF 00-001-1238 (en color morado). Los patrones también contienen un recuadro donde se muestra un acercamiento sobre la zona 2θ de 36 a 47 °. En ninguno de los patrones de difracción de las Figuras 21 y 22 se observan picos que correspondan a los elementos de aleación, únicamente se están presentes las difracciones de la fase de aluminio, esto se debe a que los elementos entraron en solución sólida con la matriz. En estos patrones no se observan las difracciones del cinc remanente, que se observaron para los polvos después de 5 h de aleado mecánico, ver sección 3.2. Esto se debe a que el cinc entra en solución sólida por medios difusivos, promovidos por el proceso de consolidación y extrusión en caliente.

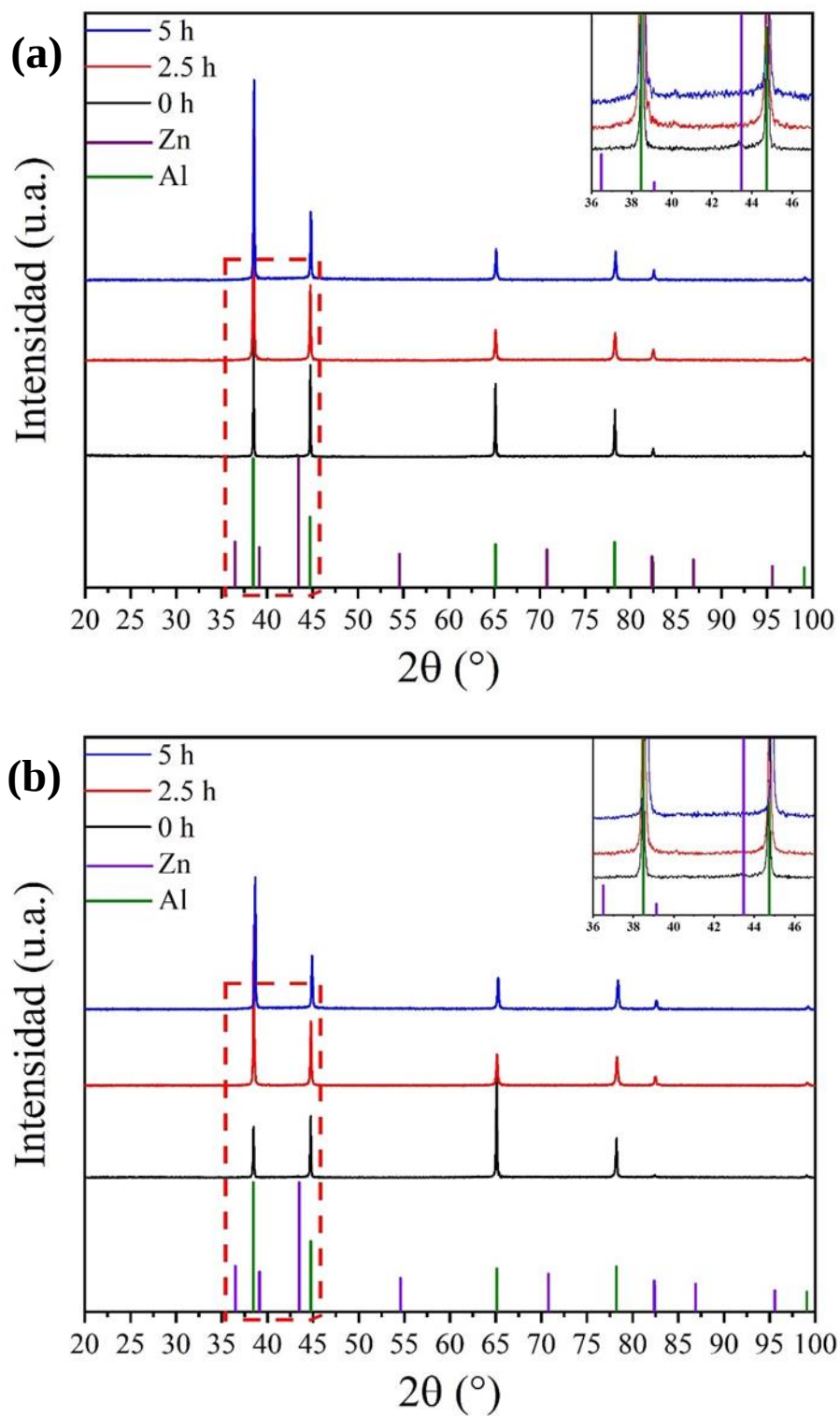


Figura 21 Patrones de difracción de rayos-X de materiales compuestos en función del tiempo de aleado mecánico: (a) sin material de refuerzo y (b) con 1 % de material de refuerzo.

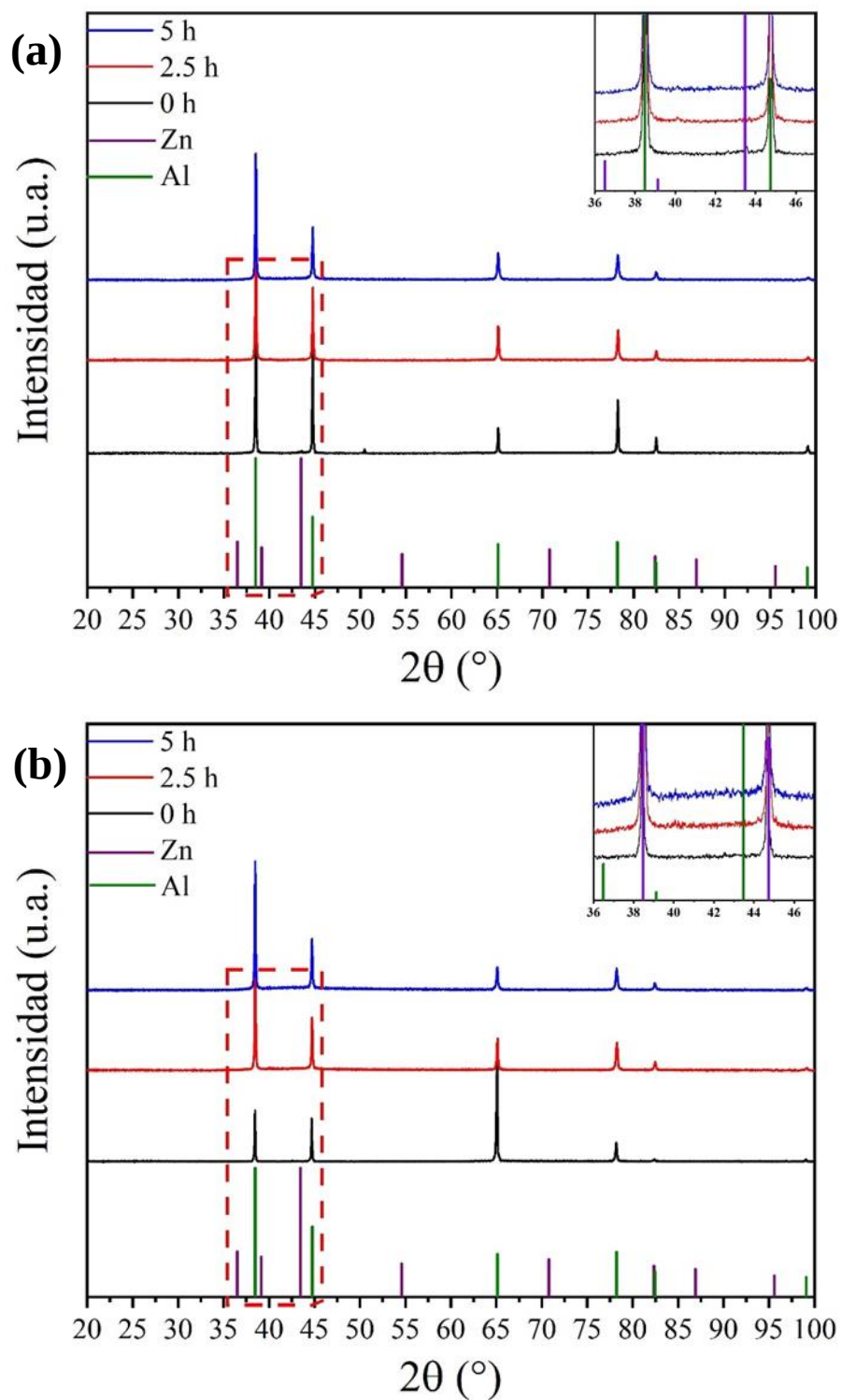


Figura 22 Patrones de difracción de rayos-X de materiales compuestos en función del tiempo de aleado mecánico: (a) 1.5% de material de refuerzo y (b) 2 % de material de refuerzo.

Debido a que la aleación AA7075 es susceptible a endurecimiento por precipitación, es importante evaluar la presencia de las fases que corresponden a los precipitados más comunes en esta aleación. Para estudiar la presencia de estas fases en los materiales compuestos se aumentó el tiempo de difracción en los patrones de los materiales en el intervalo 2θ de 38 a 49° , ver Figura 23.

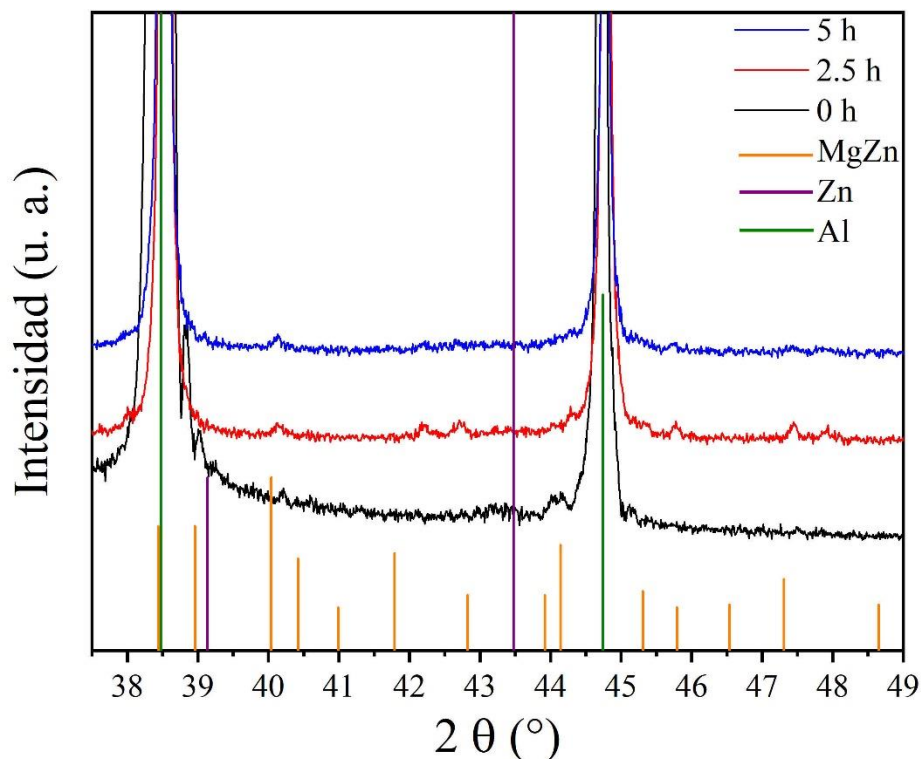


Figura 23 Patrones de difracción de las muestras con 2% de material de refuerzo en funciones del tiempo de aleado mecánico, con tiempo de adquisición de datos de 1 h.

La Figura 23 muestra los picos de difracción característicos del intermetálico MgZn PDF 00-008-0206 (posiciones características indicadas con líneas amarillas) independientemente del tiempo de molienda. Se ha reportado que la dispersión de estos compuestos intermetálicos causa un endurecimiento de las aleaciones de aluminio AA7075 [18]. La Figura 24 corresponde a la muestra con 1.5 % de refuerzo y sin aleado mecánico; esta figura se muestra que los precipitados contienen Mg y Zn, lo cual es consistente con los precipitados identificados por difracción de rayos-X.

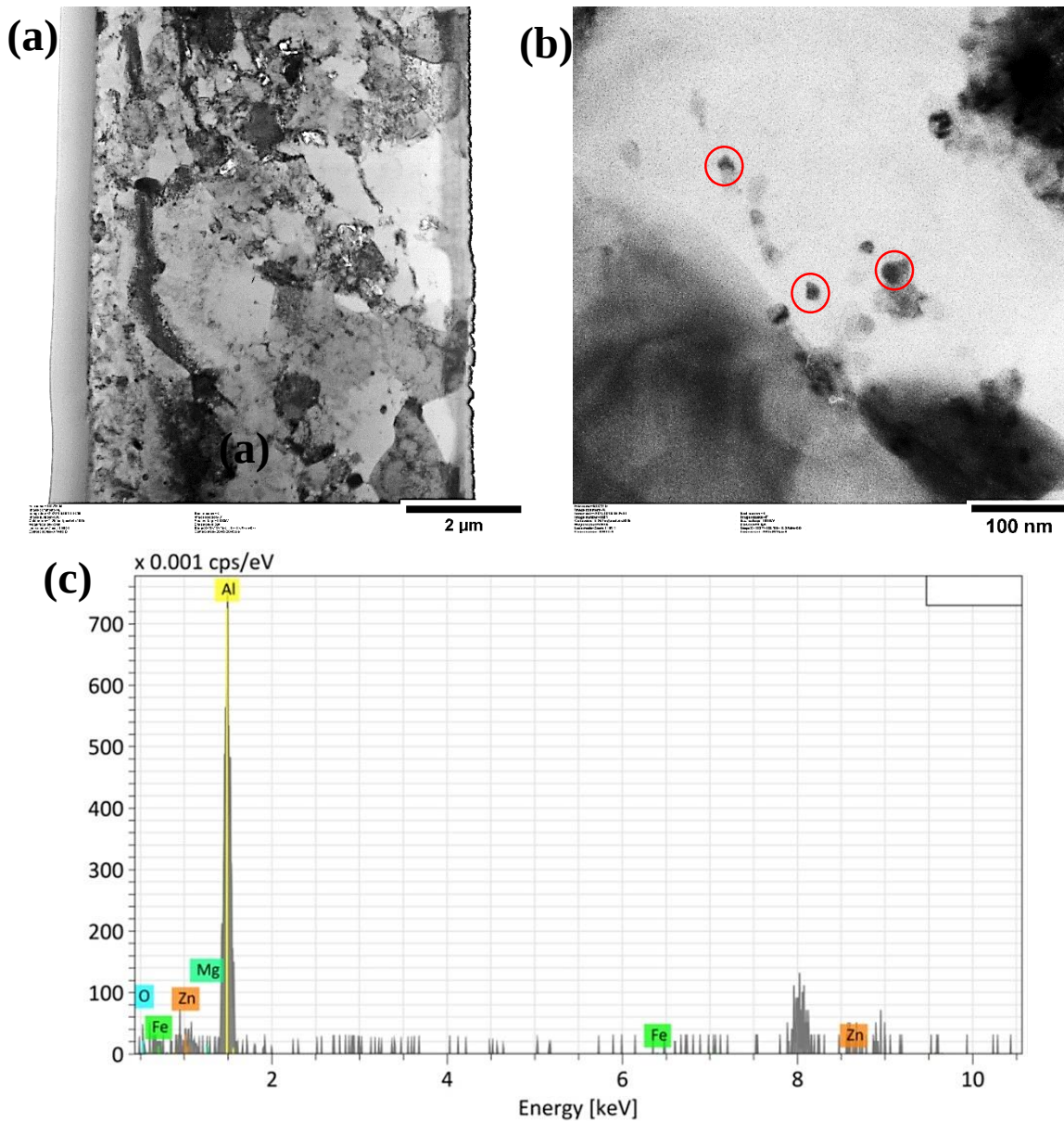


Figura 24 Imagen obtenida mediante MET en la muestra con 1.5 % de refuerzo y 0 h de aleado mecánico: (a) vista general 3,000x, (b) 50,000x y (c) microanálisis.

La Figura 25 corresponde a la muestra con 1.5 % de refuerzo y 5 h de aleado mecánico; se muestra también la presencia de precipitados que contienen los mismos elementos que los precipitados observados en las muestras sin aleado mecánico. Estos precipitados no fueron observados en los polvos obtenidos mediante aleado mecánico, lo cual sugiere que su formación ocurre durante los procesos de sinterizado y extrusión en caliente.

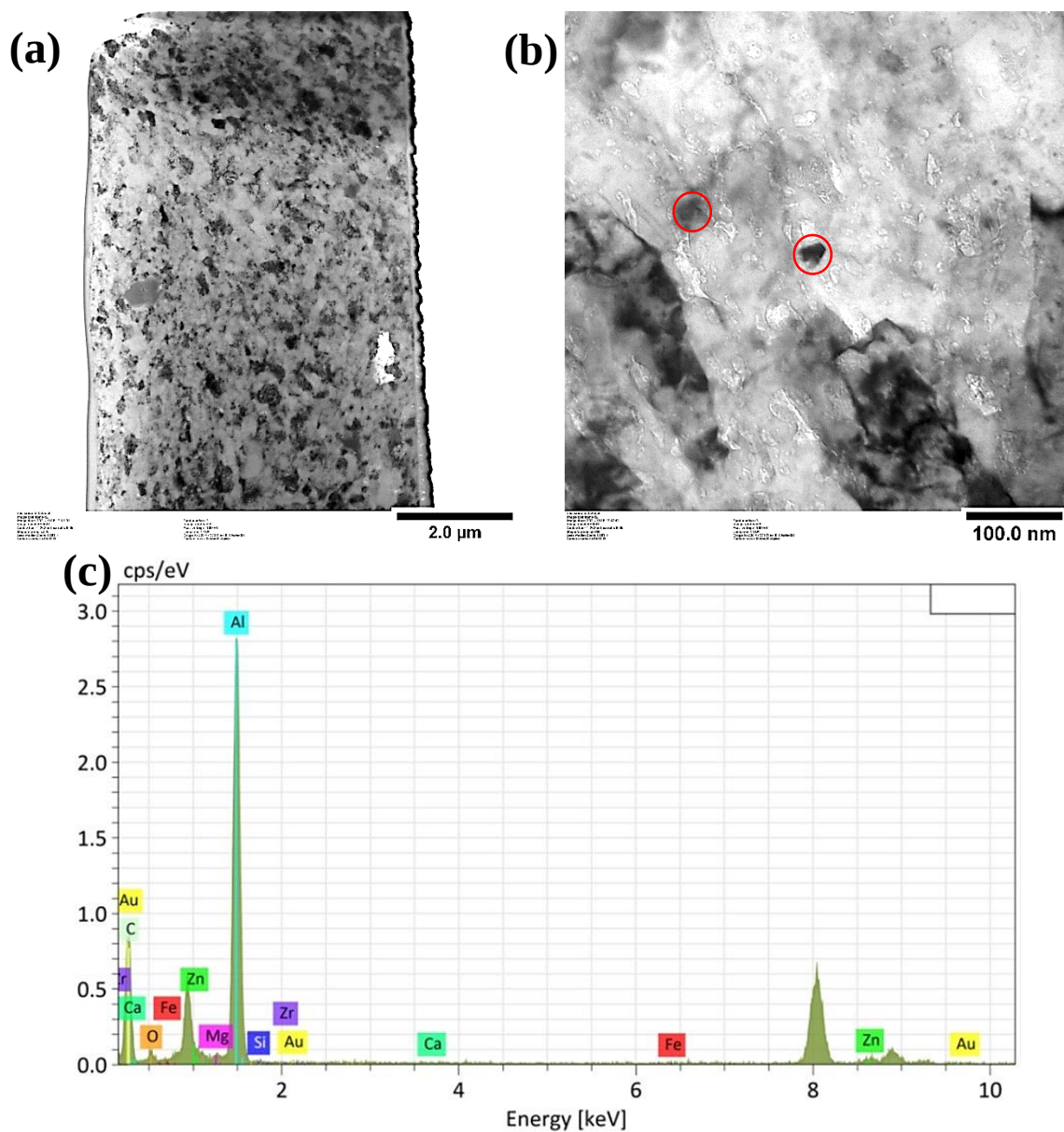


Figura 25 Imagen obtenida mediante MET en la muestra con 1.5 % de refuerzo y 5 h de aleado mecánico: (a) vista general 3,000x, (b) 50,000x y (c) microanálisis.

En la Figura 26 se muestra un mapeo de composición química elemental obtenido en la muestra con 1.5 % de refuerzo y 5 h de aleado mecánico. Como se puede observar, una de las partículas observadas mediante microscopía electrónica de transmisión contiene magnesio, oxígeno, silicio y calcio, elementos que corresponden a la composición química

del material de refuerzo. El tamaño de esta partícula es del orden de 250 nm, lo cual indica que, durante el aleado mecánico el material de refuerzo se fractura y disminuye su tamaño.

La presencia de pocas partículas de esta naturaleza en muestras con material de refuerzo sugiere que el aleado mecánico promovió la incorporación de dicho material en la matriz de aluminio. Lo cual es consistente con el incremento del parámetro de red observado mediante difracción de rayos-X en los polvos. Es importante mencionar que este tipo de partículas no fueron observadas en las micrografías de las muestras sin aleado y 2.5 h de aleado mecánico, lo cual confirma la observación anterior.

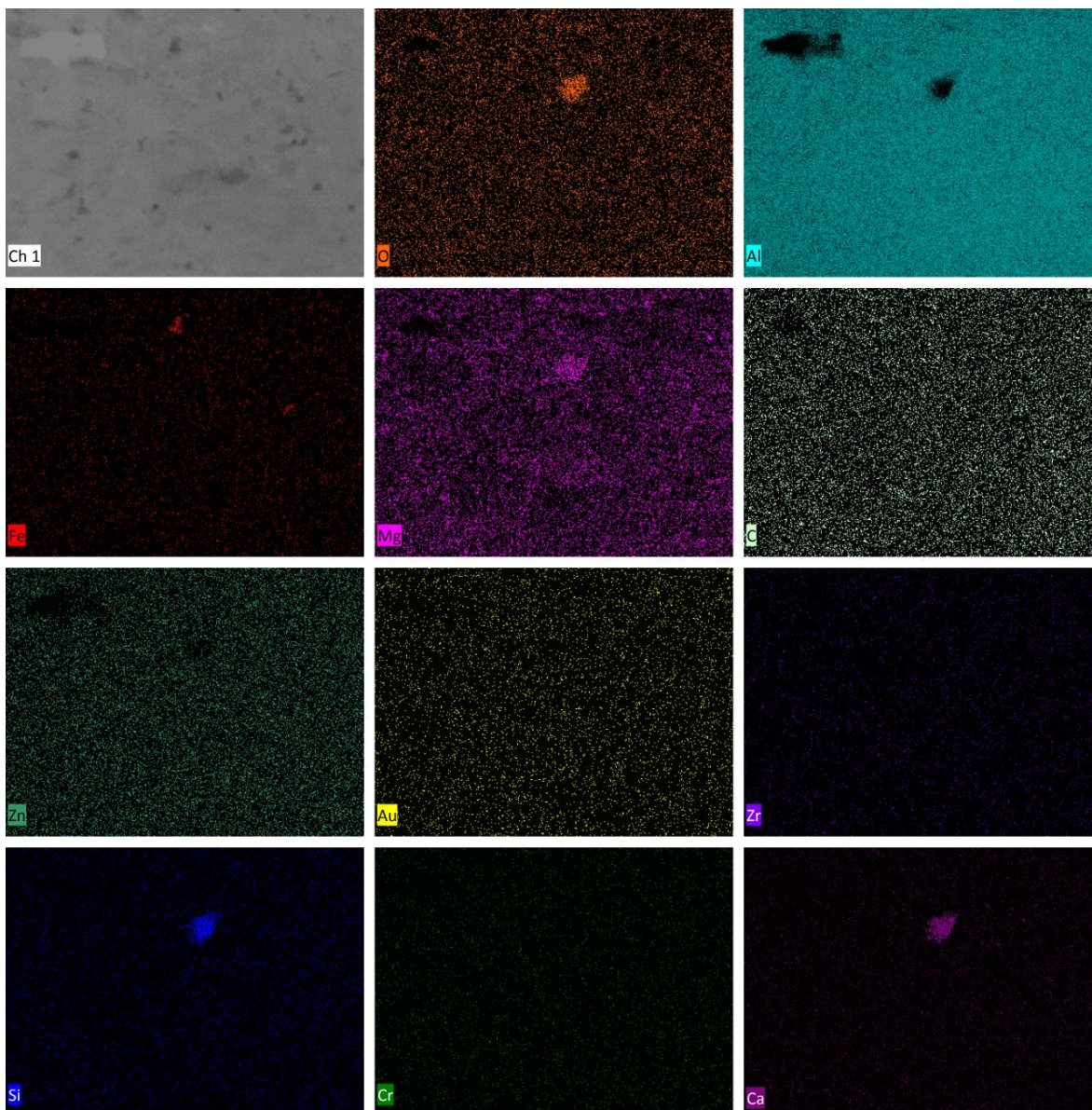


Figura 26 Mapa de composición química elemental obtenido mediante MET en la muestra con 1.5 % de refuerzo y 5 h de aleado mecánico.

3.4 Propiedades Mecánicas de los Materiales Consolidados

Los materiales obtenidos después de la extrusión en caliente se muestran en la Figura 27. Las dimensiones finales de las barras extruidas fueron de 10 mm de diámetro por aproximadamente 200 mm de longitud. Como se puede observar, la superficie de las barras exhibe un agrietamiento superficial caracterizado por la presencia de escamas, el cual es más

significativo en las muestras que fueron procesadas a partir de polvos sin aleado mecánico. Algunos autores han encontrado este tipo de defectos durante la extrusión en caliente de aleaciones AA7075, particularmente cuando las velocidades y las temperaturas de extrusión no son las adecuadas [61][67].

Es importante resaltar que, en el presente trabajo, las temperaturas empleadas tanto para la sinterización como para la extrusión se mantuvieron constantes. Asimismo, es claro que el defecto es más significativo en muestras sin aleado mecánico y sin material de refuerzo; también se observa que la magnitud del defecto disminuye al aumentar el tiempo de aleado mecánico. Cabe mencionar que el defecto observado fue meramente superficial, pues después de maquinar las barras para la obtención de las probetas que se utilizarían para los ensayos de tensión uniaxial, no se observaron poros o grietas que se propagaran de la superficie hacia el centro de la probeta. Por lo tanto, se puede concluir que, a diferencia de lo reportado en otros trabajos, el defecto observado en la superficie de las muestras extruidas en este trabajo pudiera estar relacionado con alguna variación en las propiedades mecánicas de los materiales extruidos en función del tiempo de aleado mecánico.

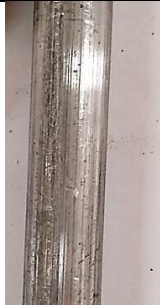
	Cantidad de Refuerzo (% peso)				
	0.0	1.0	1.5	2.0	
Tiempo de Aleado (h)	0.0				
	2.5				
	5.0				

Figura 27 Características superficiales de las barras extruidas en función del tiempo de aleado mecánico y del contenido de refuerzo.

En las Figuras 28 y 29 se muestran las propiedades mecánicas de los materiales extruidos obtenidos en función de la cantidad de refuerzo y del tiempo de aleado mecánico (AM). En general la resistencia a la cedencia (Figura 28) y la resistencia a la tensión (Figura 29) se incrementan con el aumento en el contenido de lana de escoria hasta 1.5 %, para contenidos mayores se observa una ligera disminución en la resistencia a la tensión. Para una cantidad de lana de escoria determinada el efecto es más significativo en muestras con mayor tiempo de AM. Todas las muestras que fueron sometidas al proceso de aleado mecánico, y reforzadas

con lana de escoria, exhiben una mayor resistencia a la cedencia y a la tensión en comparación con el material de referencia.

El incremento en la resistencia mecánica con el aumento en la lana de escoria, puede estar relacionado con la mayor cantidad de compuestos intermetálicos (MgZn) formados durante los procesos de alta temperatura y por la dispersión de las fibras remanentes, los cuales pueden restringir el movimiento de las dislocaciones durante la deformación resultando en un incremento de la resistencia mecánica (mecanismo de Orowan)[44]. Aparentemente, la disminución en la resistencia a la tensión con 2.0 % de material de refuerzo está relacionada con un mayor número de interfases incoherentes con la matriz, lo cual causa un efecto similar al producido por el sobreenviejamiento.

Los valores más altos de resistencia a la cedencia y resistencia a la tensión obtenidos en las aleaciones investigadas en el presente trabajo, son significativamente más altas que las reportadas para la aleación AA7075 en condición de recocido (O): 96 MPa y 221 MPa [20], respectivamente. Por otra parte, las propiedades mecánicas de las muestras extruidas en este trabajo son similares a las reportadas en la literatura para una aleación AA7075-T6 (tratada térmicamente y envejecida artificialmente): $\sigma_y = 505$ MPa y $\sigma_{m\acute{a}x} = 570$ MPa [23]. Sin embargo, para comparar los resultados obtenidos en este trabajo con las propiedades de la aleación AA7075-T6 sería necesario realizar tratamientos térmicos de solubilización, temple y envejecido artificial, para así poder comparar los resultados bajo condiciones de procesamiento similares.

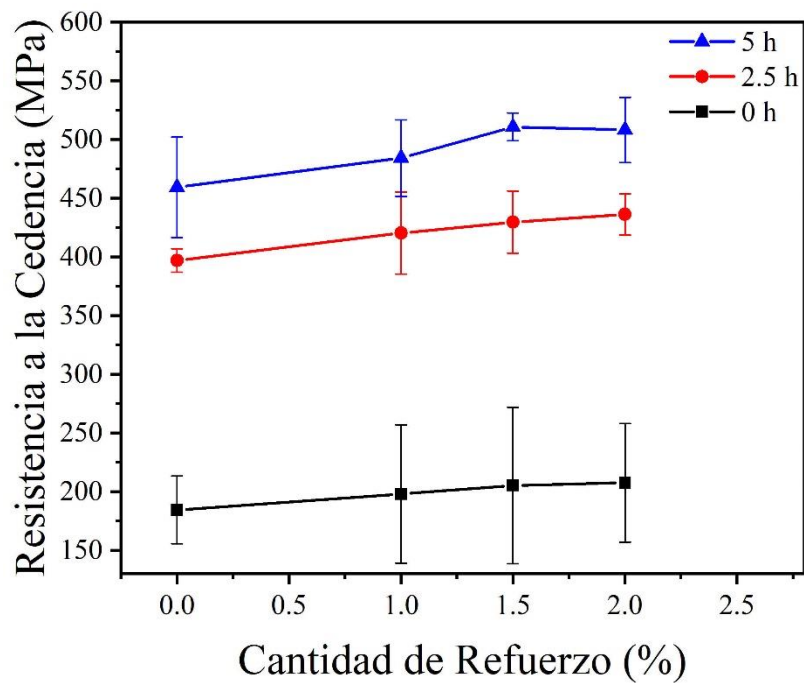


Figura 28 Resistencia a la cedencia de materiales extruidos en función de la cantidad de refuerzo y del tiempo de aleado mecánico.

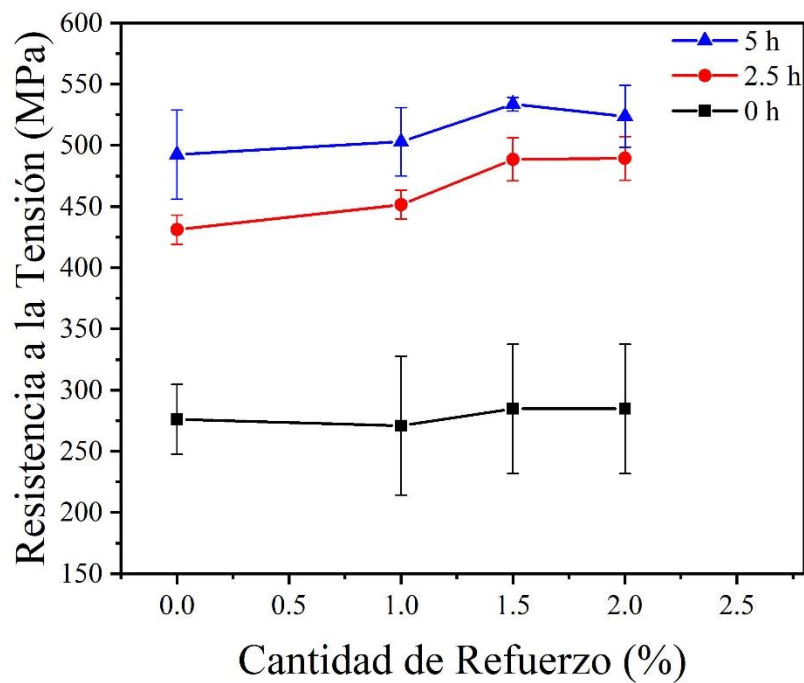


Figura 29 Resistencia a la tensión de muestras extruidas en función de la cantidad de refuerzo y del tiempo de aleado mecánico.

El tamaño de grano y la resistencia a la cedencia de muestras extruidas con 1.5% de material de refuerzo se muestran en la Figura 30 en función del tiempo de aleado mecánico. En esta figura se puede observar el aumento de la resistencia a la cedencia al disminuir el tamaño de grano, consiguiendo el valor máximo de resistencia a la cedencia y el valor mínimo de tamaño de grano en muestras extruidas procesadas a partir de polvos procesados con tiempo de aleado mecánico de 5 h.

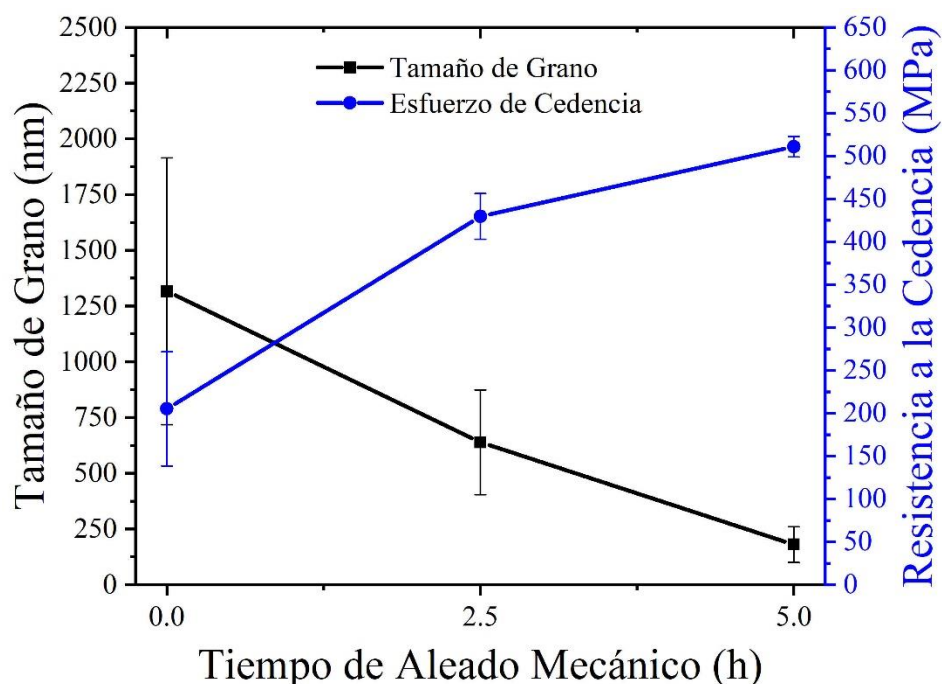


Figura 30 Efecto del tiempo de aleado mecánico sobre el tamaño de grano y la resistencia a la cedencia de muestras extruidas con 1.5% de material de refuerzo.

Al comparar las propiedades mecánicas de los materiales fabricados con las propiedades del material base (sin aleado y sin refuerzo), se puede determinar que se lograron aumentos de la resistencia a la cedencia de 177.1 % y de la resistencia a la tensión de 93.2 %. Este aumento se refiere a la muestra con 5 h de aleado y 1.5 % de material de refuerzo. Al comparar esta última muestra con el material sin refuerzo y 5 h de tiempo de aleado, se determinó un aumento del 11.2 % y 8.4 %, para la resistencia a la cedencia y la resistencia a la tensión, respectivamente, por lo cual este último aumento en las propiedades mecánicas está directamente relacionado con el material de refuerzo.

El aumento de la resistencia a la cedencia en función del tiempo de aleado mecánico puede ser explicado mediante el endurecimiento por refinamiento de grano, el cual es descrito por la ecuación de Hall-Petch [43] [44] [16].

$$\sigma_y = \sigma_0 + kD^{-1/2}$$

Donde σ_y es el esfuerzo de cedencia, σ_0 es el esfuerzo de fricción, que representa la resistencia de la red al movimiento de las dislocaciones y depende de la concentración de solutos en la solución de la matriz y de la fracción en volumen de partículas coherentes; k representa la extensión del apilamiento de dislocaciones frente a límites de grano y D es el tamaño de grano [65][68][44].

La Figura 31 muestra que la relación entre la resistencia a la cedencia y $D^{-1/2}$ tiene un coeficiente de determinación bajo $R^2 = 0.73$, lo cual es entendible hasta cierto punto, considerando que el tamaño de grano medido mediante microscopía electrónica de transmisión, a partir de un área de análisis demasiado pequeña, fue obtenido considerando pocas imágenes. Por otro lado, las propiedades mecánicas fueron obtenidas en una muestra relativamente grande. Algunos autores han obtenido una buena correlación entre el tamaño de grano y la resistencia a la cedencia en materiales compuestos AA7075/grafito, obteniendo coeficientes de determinación por encima de 0.9 [16], sin embargo, reportan que el tamaño de grano fue medido mediante difracción de electrones retrodispersados a partir de varias imágenes con áreas mucho más grandes (50 micras x 50 micras).

Por otra parte, el poco ajuste entre la resistencia a la cedencia y el tamaño de grano con la ecuación de Hall-Petch, puede también estar relacionado con la formación de los compuestos intermetálicos y la presencia de las fibras remanentes en la matriz AA7075, lo cual indicaría que dichos mecanismos de endurecimiento también contribuyen con el endurecimiento de los materiales extruidos.

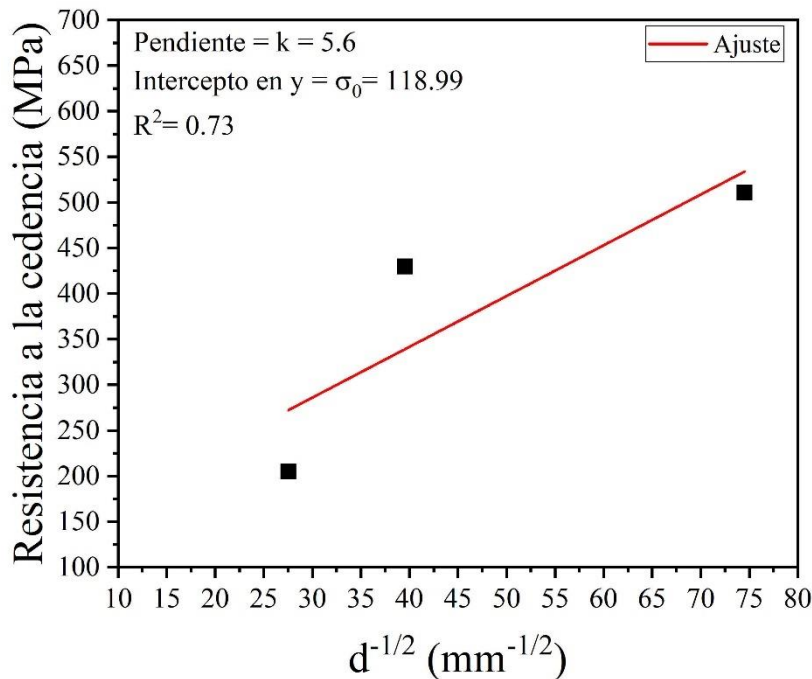


Figura 31 Resistencia a la cedencia en función del tamaño de grano en muestras extruidas con 1.5 % de refuerzo y con distintos tiempos de aleado mecánico.

Los valores promedio de resistencia a la cedencia, la resistencia a la tensión y la elongación a fractura obtenidos en función del material de refuerzo y del tiempo de aleado mecánico en materiales extruidos se muestran en la

Tabla 14. Es bien conocido que las aleaciones de aluminio de la serie 7000, tienen alta resistencia mecánica y baja elongación a fractura. Aunque los valores de elongación a fractura obtenidos en los materiales compuestos son más bajos que los valores nominales de una aleación AA7075 (5-11 %), el parámetro más importante para el desarrollo de aleaciones de alta resistencia mecánica específica es la resistencia mecánica. Debido a que el comportamiento que exhibe la resistencia a la cedencia es similar al de la resistencia a la tensión, se seleccionará la resistencia a la cedencia como variable de respuesta. En la siguiente sección se utilizarán los datos de esta tabla para realizar un análisis estadístico, con el cual se busca establecer cuál factor (tiempo de aleado mecánico o cantidad de material de refuerzo) tiene un mayor efecto sobre la variable de respuesta (resistencia a la cedencia) y determinar si existe alguna interacción entre los factores.

Tabla 14 Resumen de las propiedades mecánicas de los materiales extruidos en función del tiempo de aleado mecánico y la cantidad de refuerzo.

ID	Tiempo de Aleado (h)	Cantidad de Refuerzo (%)	Resistencia a la Cedencia	Resistencia a la Tensión	Deformación a Fractura (%)
1	0	0	184.3 ± 28.8	276.2 ± 28.5	5.6 ± 1.3
2	2.5	0	396.8 ± 9.9	431.1 ± 11.9	4.8 ± 3.4
3	5	0	459.3 ± 42.9	492.5 ± 36.4	4.5 ± 1.3
4	0	1	197.8 ± 58.9	271.0 ± 36.6	6.4 ± 2.7
5	2.5	1	420.3 ± 34.9	451.7 ± 11.7	2.5 ± 1.6
6	5	1	484.15 ± 32.6	503.0 ± 27.9	1.6 ± 0.7
7	0	1.5	205.1 ± 66.6	284.8 ± 52.8	4.8 ± 2.3
8	2.5	1.5	429.5 ± 26.5	488.6 ± 17.5	4.8 ± 3.2
9	5	1.5	510.7 ± 11.9	533.7 ± 5.6	1.6 ± 1.4
10	0	2	207.4 ± 50.6	284.8 ± 52.8	4.7 ± 2.7
11	2.5	2	436.1 ± 17.5	489.5 ± 17.8	4.48 ± 2.7
12	5	2	508.1 ± 27.8	523.8 ± 25.2	1.9 ± 1.1

3.5 Análisis estadístico

Para determinar el efecto más importante de las variables de estudio en las propiedades mecánicas de los materiales fabricados, se realizó un análisis de varianza. Este análisis se llevó a cabo usando una versión gratuita del programa estadístico Minitab [69]. Como se describió en la sección 2.2 de esta tesis, los factores de estudio elegidos fueron el tiempo de aleado mecánico y porcentaje de refuerzo. Se decidió utilizar el modelo de efectos fijos por lo que se establecieron los valores de los niveles de cada factor, ver Tabla 15. Los parámetros del análisis de varianza se muestran en la Tabla 16, donde se reporta un valor de ajuste de R^2 de 91.53. Los resultados del análisis de varianza se muestran en la Tabla 17.

Tabla 15 Información de los factores de estudio.

Factor	Tipo	Niveles	Valores
Tiempo	Fijo	3	0, 2.5, 5.0
Refuerzo	Fijo	4	0, 1.0, 1.5, 2.0

Tabla 16 Resumen del modelo.

S	R- cuadrado	R- cuadrado (ajustado)
38.1305	94.20 %	91.53 %

Tabla 17 Análisis de varianza.

Fuente	Grados de libertad	Suma de cuadrados (Ajustado)	Media de cuadrados (Ajustado)	Contribución (%)	Valor F	Valor P
Tiempo	2	557416	278708	92.73	191.69	0.000
Refuerzo	3	7871	2624	1.31	1.80	0.173
Tiempo*Refuerzo	6	945	157	0.16	0.11	0.995
Error	24	34895	1454	5.80		
Total	35	601127		100.00		

El valor de P, valor de significancia más pequeño que llevaría al rechazo de la hipótesis nula [49], reportado en la Tabla 17 indica que el tiempo de aleado mecánico es el factor más importante que influye en las propiedades mecánicas de los materiales compuestos fabricados.

En la Figura 32 se muestran gráficas de los residuos de las medias las cuales se usan para validar el ANOVA, donde esta validación requiere que las poblaciones muestreadas tengan una distribución normal, homocedasticidad (varianza constante) y que las observaciones sean mutuamente independientes [70]. La Figura 32a muestra el histograma de los residuos. Los residuos presentan la tendencia de la distribución normal esperada. En la Figura 32b se observa que estos valores caen a lo largo de una línea aproximadamente recta, lo que

confirma que los residuos presentan una distribución normal. Figura 32c muestra los residuos graficados en función de los valores de las medias de los tratamientos. La cantidad de variación de los residuos es comparable aun si la variable de respuesta es grande o pequeña, por lo que los residuos tienen una varianza del error constante a lo largo de los tratamientos. En la Figura 32d se muestran los residuos en función del orden de corrida experimental, en esta gráfica no se observan patrones lo cual sugiere que los residuos son mutuamente independientes y existe homocedasticidad.

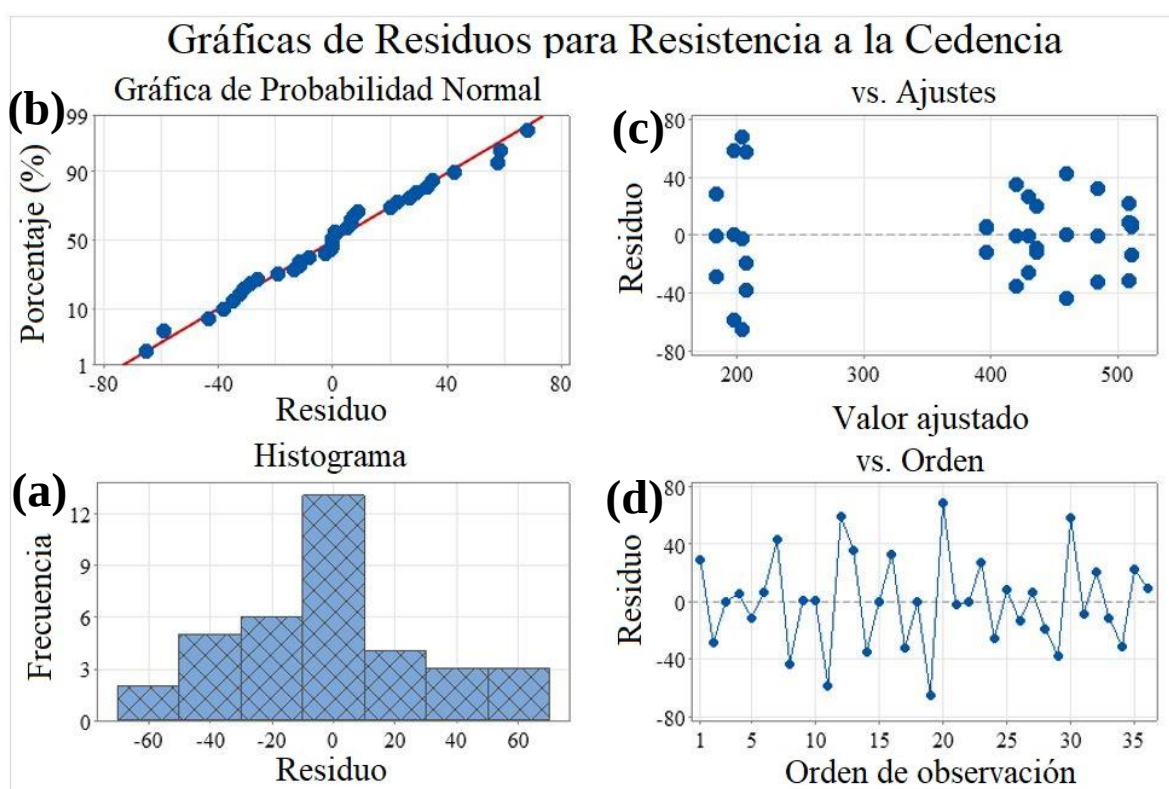


Figura 32 Gráficas de residuos para la validación del método ANOVA.

La Figura 33 muestra las gráficas de efectos principales para la resistencia a la cedencia. Las gráficas de efectos principales se construyen graficando las medias para cada nivel del factor. Como se puede observar en la Figura 33, el tiempo de aleado mecánico tiene un efecto más significativo sobre la resistencia a la cedencia del material compuesto, en comparación con el efecto producido por el contenido del material de refuerzo. La línea horizontal

punteada en esta gráfica indica que no existe un efecto sobre la media de dicha propiedad. En el caso del material de refuerzo se observa que este factor no tiene un efecto significativo sobre la resistencia a la cedencia de las muestras extruidas. Como se demostró anteriormente, la resistencia a la cedencia depende fuertemente del tamaño de grano. El tiempo de molienda, fue la variable que causó un cambio más significativo en el tamaño de grano de las muestras extruidas, y como se muestra en Figura 33, tiene un efecto mayor sobre la resistencia a la cedencia.

Los resultados de difracción de rayos-X de muestras extruidas mostraron que, para un tiempo de aleado mecánico mayor, los picos característicos del compuesto intermetálico MgZn son más evidentes, lo cual sugiere que con el incremento del tiempo se contribuye con la reducción en el tamaño de grano y con un incremento en la cantidad de MgZn. Los efectos combinados de estos dos cambios producen un efecto más significativo sobre la resistencia a la cedencia en comparación con el efecto del material de refuerzo. Aparentemente, el anclaje de las dislocaciones con el material de refuerzo no es muy eficaz. Como se observa en la Figura 33, el incremento en la cantidad de refuerzo de 1.5 % a 2.0 % no causa un cambio significativo en la resistencia a la cedencia.

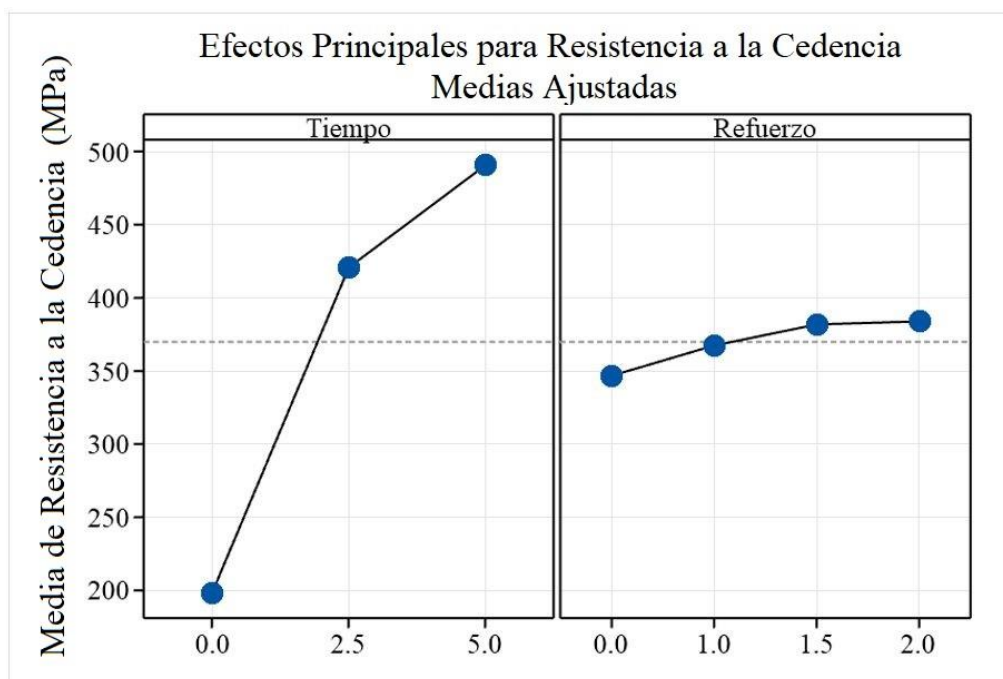


Figura 33 Gráfica de efectos principales para la resistencia a la cedencia.

La Figura 34 muestra las gráficas de interacción de los factores. En estas gráficas las líneas paralelas indican que no existe interacción entre los factores de tiempo de aleado y cantidad de refuerzo que afecten las propiedades mecánicas. De acuerdo con los resultados de rayos-X de las muestras en polvo, se observó que un incremento en el tiempo de aleado mecánico promueve una mayor incorporación de la fibra en la matriz AA7075. El efecto es mayor para una mayor cantidad de material de refuerzo. Sin embargo, como se muestra en la Figura 34 no hay un cambio significativo en la resistencia a la cedencia con el incremento en el contenido de lana de escoria. Este resultado sugiere que, aunque la cantidad de lana de escoria incorporada sea mayor, la interfase entre las lanas de escoria y la matriz es de tipo incoherente [44], por lo que no promueven un endurecimiento significativo en los materiales compuestos obtenidos y por lo tanto no existe una interacción entre dichos factores.

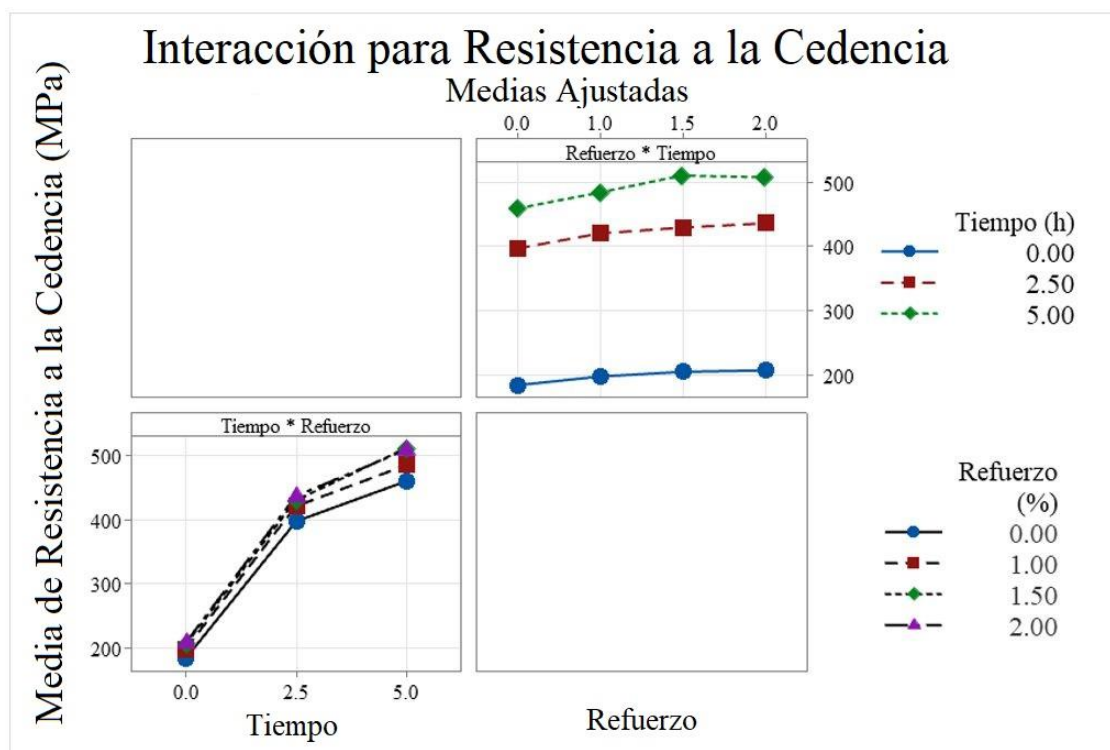


Figura 34 Gráfica de interacción para la resistencia a la cedencia.

A partir de los resultados de resistencia a la cedencia en función de las variables de estudio se construyó una gráfica de superficie, ver Figura 35. En esta gráfica se muestra la contribución de los dos factores sobre la resistencia a la cedencia de los materiales compuestos. Es claro que el valor máximo de resistencia a la cedencia se obtiene para 5 h de

aleado mecánico y 1.5 % de material de refuerzo. Lo anterior es atribuido a la contribución del refinamiento de grano y la dispersión de compuestos intermetálicos y de material de refuerzo en la matriz AA7075.

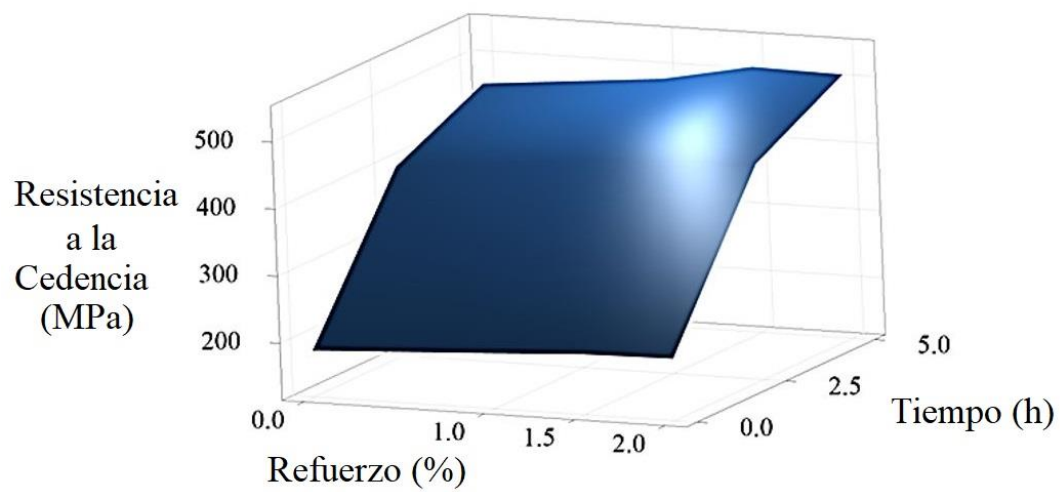


Figura 35 Gráfica de contorno que muestra el efecto del tiempo de aleado mecánico y contenido de refuerzo sobre la resistencia a la cedencia.

Conclusiones

Las principales conclusiones que pueden enlistarse a partir de los resultados obtenidos en este trabajo son las siguientes:

- El aleado mecánico es una técnica efectiva para la síntesis de materiales compuestos AA7075/lana de escoria, a partir materiales con distinto punto de fusión como los utilizados en este trabajo: Al, Zn, Mg, Cu, lana de escoria.
- El tamaño de partícula de las muestras en polvo disminuye con el tiempo de aleado mecánico, sin embargo, éstas tienden a formar agregados o cúmulos, lo cual dificulta la determinación del tamaño promedio de las partículas individuales mediante difracción láser. Sin embargo, se observó que un menor tamaño de partícula en los materiales en polvo resulta en un menor tamaño de grano en las muestras extruidas.
- La lana de escoria empleada como material de refuerzo, es estable térmicamente a las temperaturas usadas para el proceso termomecánico utilizado para la obtención de los materiales compuestos AA7075/lana de escoria. El comportamiento amorfo de las lanas desaparece después del aleado mecánico, lo cual es atribuido a la baja concentración del material de refuerzo y a la incorporación de las fibras en solución sólida.
- Las muestras con mayor contenido de lana de escoria y mayor tiempo de aleado mecánico exhiben valores de resistencia a la cedencia y resistencia a la tensión más altos que el material de referencia (sin aleado mecánico y sin material de refuerzo) y que la aleación comercial AA7075-O. Este resultado está relacionado con el efecto combinado del refinamiento de grano, la presencia de compuestos intermetálicos y la dispersión de las fibras remanentes, los cuales dificultan el movimiento de las dislocaciones promoviendo una mayor resistencia. Los mejores resultados en las propiedades mecánicas se obtienen con 1.5 % de material de refuerzo y 5 h de aleado mecánico. Aparentemente, un incremento mayor en el contenido de material de refuerzo promueve un mayor número de interfaces incoherentes causando una disminución en la resistencia a la tensión.
- La sinterización y la extrusión en caliente promueven la formación MgZn, el cual en conjunto con las fibras remanentes dispersas en la matriz AA7075, causa una mejora en la resistencia mecánica. Sin embargo, el principal parámetro microestructural que más

favorece el endurecimiento de las muestras extruidas es el tamaño de grano, el cual se relacionó hasta cierto punto con la ecuación de Hall-Petch.

- A partir del análisis estadístico de los datos realizado para estudiar los efectos del tiempo de aleado mecánico y del contenido de material de refuerzo (factores) sobre la resistencia a la cedencia (variable de respuesta), se concluye que el tiempo de molienda es la variable que tiene un efecto más significativo sobre la resistencia a la cedencia. Lo anterior debido a que la mayor reducción en el tamaño de grano fue obtenida con el incremento en el tiempo de aleado mecánico.

Referencias

- [1] S. Mabuwa, V. Msomi, N. Ndube-Tsolekile, and V. M. Zungu, “Status and progress on fabricating automotive-based aluminium metal matrix composites using FSP technique” *Mater. Today Proc.*, Nov. 2021, doi: 10.1016/j.matpr.2021.10.179.
- [2] S. V. Prasad and R. Asthana, “Aluminum metal-matrix composites for automotive applications: Tribological considerations” *Tribol. Lett.*, vol. 17, no. 3, pp. 445–453, 2004, doi: 10.1023/B:TRIL.0000044492.91991.f3.
- [3] S. Narhari Tekale and D. R. Dolas, “Study of fabrication methods and various reinforcements with aluminium for automotive application – A review” *Mater. Today Proc.*, Feb. 2022, doi: 10.1016/J.MATPR.2022.01.343.
- [4] T. Devezas, “Trends in aviation: rebound effect and the struggle composites x aluminum” *Technol. Forecast. Soc. Change*, vol. 160, July, p. 120241, 2020, doi: 10.1016/j.techfore.2020.120241.
- [5] A. Taub, E. De Moor, A. Luo, D. K. Matlock, J. G. Speer, and U. Vaidya, “Materials for Automotive Lightweighting” *Annu. Rev. Mater. Res.*, vol. 49, pp. 327–359, 2019, doi: 10.1146/annurev-matsci-070218-010134.
- [6] M. May, G. D. Rupakula, and P. Matura, “Non-polymer-matrix composite materials for space applications” *Compos. Part C Open Access*, vol. 3, October, p. 100057, 2020, doi: 10.1016/j.jcomc.2020.100057.
- [7] S. Mathivanan, G. Eniyavan, A. Ilavarasan, and B. Karthik, “A Review Paper of Al 7075 Metal Matrix Composition” *Int. Journal Eng. Res. Technol.*, vol. 7, no. 06, pp. 1–5, 2019.
- [8] N. Suder Egnot, S. M. Benson, M. F. Vater, R. Hazan, O. Patel, and G. M. Marsh, “Systematic review and meta-analysis of epidemiological literature evaluating the association between exposure to man-made vitreous fibers and respiratory tract cancers” *Regul. Toxicol. Pharmacol.*, vol. 112, August 2019, p. 104585, 2020, doi: 10.1016/j.yrtph.2020.104585.
- [9] J. Bruce Ralphin Rose and G. Vairamani, “Experimental Investigation of Friction and Wear Properties of a Clutch Facing Made of Al-7075 with Basalt Fiber Metal Matrix Composite” *J. Multiscale Model.*, vol. 10, no. 02, p. 1850006, 2019, doi: 10.1142/s1756973718500063.
- [10] O. O. Joseph and K. O. Babaremu, “Agricultural waste as a reinforcement particulate for aluminum metal matrix composite (AMMCs): A review” *Fibers*, vol. 7, no. 4, 2019, doi: 10.3390/fib7040033.
- [11] F. T. Gallyer, “Insulation” in *Plant Engineer’s Handbook*, Elsevier, 2001, pp. 131–146.
- [12] P. B. B. Sirok, B. Blagojevic, *Mineral Wool Production and Properties*, vol. 66. CRC Press, 2008.

-
- [13] M. Shukla, S. K. Dhakad, P. Agarwal, and M. K. Pradhan, “Characteristic behaviour of aluminium metal matrix composites: A review” *Mater. Today Proc.*, vol. 5, no. 2, pp. 5830–5836, 2018, doi: 10.1016/j.matpr.2017.12.180.
 - [14] Z. Y. Liu, S. J. Xu, B. L. Xiao, P. Xue, W. G. Wang, and Z. Y. Ma, “Effect of ball-milling time on mechanical properties of carbon nanotubes reinforced aluminum matrix composites” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 43, no. 12, pp. 2161–2168, 2012, doi: 10.1016/j.compositesa.2012.07.026.
 - [15] R. Deaquino-Lara, N. Soltani, A. Bahrami, E. Gutiérrez-Castañeda, E. García-Sánchez, and M. A. L. Hernandez-Rodríguez, “Tribological characterization of Al7075-graphite composites fabricated by mechanical alloying and hot extrusion” *Mater. Des.*, vol. 67, pp. 224–231, 2015, doi: 10.1016/j.matdes.2014.11.045.
 - [16] R. Deaquino-Lara *et al.*, “Structural characterization of aluminium alloy 7075-graphite composites fabricated by mechanical alloying and hot extrusion” *Mater. Des.*, vol. 53, pp. 1104–1111, 2014, doi: 10.1016/j.matdes.2013.08.005.
 - [17] I. Estrada-Guel, C. Carreño-Gallardo, D. C. Mendoza-Ruiz, M. Miki-Yoshida, E. Rocha-Rangel, and R. Martínez-Sánchez, “Graphite nanoparticle dispersion in 7075 aluminum alloy by means of mechanical alloying” *J. Alloys Compd.*, vol. 483, no. 1–2, pp. 173–177, 2009, doi: 10.1016/j.jallcom.2008.07.190.
 - [18] C. Vargel, *Corrosion of Aluminium. 2nd Edition*. Elsevier, 2020.
 - [19] “The Aluminum Association” <https://www.aluminum.org/> (accessed Jan. 04, 2022).
 - [20] ASM, “ASM handbook Volume 2 - Properties and selection: Nonferrous alloys and special-purpose materials” *ASM Met. Handb.*, vol. 2, p. 1300, 1993.
 - [21] P. W. Merlin, *Green-Light-for-Green-Flight-Tagged*. National Aeronautics and Space Administration, 2020.
 - [22] S. K. Manwatkar, J. Srinath, S. V. S. N. Murty, P. R. Narayanan, S. C. Sharma, and P. V. Venkitakrishnan, “Metallurgical Analysis of Cracked AA7075 Aluminum Alloy Component Used in Control System of a Satellite Launch Vehicle” *J. Fail. Anal. Prev.*, vol. 16, no. 6, pp. 1141–1149, 2016, doi: 10.1007/s11668-016-0203-1.
 - [23] M. Toledano, P. Torres, M. Á. Arenas, and A. Conde, “Influencia del espesor de las capas anódicas en la vida a fatiga” *Rev. Latinoam. Metal. y Mater.*, vol. 32, no. 1, pp. 121–128, 2012, Accessed: Feb. 18, 2022. [Online]. Available: http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0255-69522012000100014&lng=es&nrm=iso&tlng=es.
 - [24] D. Blanco, E. M. Rubio, M. M. Marín, and J. P. Davim, “Advanced materials and multi-materials applied in aeronautical and automotive fields: A systematic review approach” *Procedia CIRP*, vol. 99, pp. 196–201, 2021, doi: 10.1016/j.procir.2021.03.027.
 - [25] K. K. Chawla, “Composite Materials: Science and Engineering” *Compos. Mater. Sci. Eng.*, pp. 1–560, Dec. 2019, doi: 10.1007/978-3-030-28983-6.

-
- [26] H. B. Zhang, B. Wang, Y. T. Zhang, Y. Li, J. L. He, and Y. F. Zhang, "Influence of aging treatment on the microstructure and mechanical properties of CNTs/7075 Al composites" *J. Alloys Compd.*, vol. 814, 2020, doi: 10.1016/j.jallcom.2019.152357.
 - [27] A. Baradeswaran and A. E. Perumal, "Wear and mechanical characteristics of Al 7075/graphite composites" *Compos. Part B Eng.*, vol. 56, pp. 472–476, 2014, doi: 10.1016/j.compositesb.2013.08.073.
 - [28] S. Suresh, G. H. Gowd, and M. L. S. Devakumar, "Wear behavior of Al 7075/Al₂O₃/SiC Hybrid NMMC's by Stir Casting Method" *Mater. Today Proc.*, vol. 24, pp. 261–272, 2020, doi: 10.1016/j.matpr.2020.04.275.
 - [29] Y. Ma, H. Xiong, and B. Chen, "Preparation and corrosion resistance of short basalt fiber/7075 aluminum composite" *Mater. Corros.*, vol. 71, no. 11, pp. 1824–1831, 2020, doi: 10.1002/maco.202011771.
 - [30] S. Patil, B. S. Raju, M. Haneef, and M. Nagaral, "Materials Today : Proceedings Reinforcement with graphene nano platelets and Beryl in Al7075 matrix composites" *Mater. Today Proc.* 2020, doi: 10.1016/j.matpr.2020.09.226.
 - [31] S. Sathishkumar, "Fabrication and analysis of aluminium with graphite reinforcement based metal matrix composites" *J. Mech. Eng. Res. Dev.*, vol. 40, no. 3, pp. 456–465, 2017.
 - [32] R. Flores-Campos, I. Estrada-Guel, M. Miki-Yoshida, R. Martínez-Sánchez, and J. M. Herrera-Ramírez, "Microstructure and mechanical properties of 7075 aluminum alloy nanostructured composites processed by mechanical milling and indirect hot extrusion" *Mater. Charact.*, vol. 63, pp. 39–46, Jan. 2012, doi: 10.1016/j.matchar.2011.10.014.
 - [33] O. Aranke, C. Gandhi, N. Dixit, and P. Kuppan, "Influence of Multiwall Carbon Nanotubes (MWCNT) on Wear and Coefficient of Friction of Aluminium (Al 7075) Metal Matrix Composite" *Mater. Today Proc.*, vol. 5, no. 2, pp. 7748–7757, 2018, doi: 10.1016/j.matpr.2017.11.452.
 - [34] C. Brainard Abraham, V. Boobesh Nathan, S. Rajesh Jaipaul, D. Nijesh, M. Manoj, and S. Navaneeth, "Basalt fibre reinforced aluminium matrix composites-A review" *Mater. Today Proc.*, vol. 21, pp. 380–383, 2020, doi: 10.1016/j.matpr.2019.06.135.
 - [35] P. Garg, A. Jamwal, D. Kumar, K. K. Sadasivuni, C. M. Hussain, and P. Gupta, "Advance research progresses in aluminium matrix composites: manufacturing & applications" *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 8, no. 5, pp. 4924–4939, Sep. 2019, doi: 10.1016/J.JMRT.2019.06.028.
 - [36] R. S. Rai, R. Palanivel, and J. David Raja Selvam, "In-situ synthesis and microstructural characterization of AA6061/(TiB₂ + TiC) particles in AA6061 aluminium composite" *Mater. Today Proc.*, vol. 43, pp. 2255–2258, Jan. 2021, doi: 10.1016/J.MATPR.2020.12.533.
 - [37] U. K. Annigeri and G. B. Veeresh Kumar, "Method of stir casting of Aluminum metal matrix Composites: A review" *Mater. Today Proc.*, vol. 4, no. 2, pp. 1140–1146, 2017,

doi: 10.1016/j.matpr.2017.01.130.

- [38] A. C. Cuevas, E. B. Becerril, M. S. Martínez, and J. L. Ruiz, *Metal matrix composites: Wetting and infiltration*. Springer, 2018.
- [39] L. P.W., “ASM Handbook, Volume 7: Powder Metallurgy”. *ASM Handb.*, vol. 7, no. 1, p. 922, 2007.
- [40] M. S. El-Eskandarany, *Mechanical Alloying Nanotechnology, materials science and powder metallurgy*, 2nd ed., vol. 1. Elsevier, 2015.
- [41] C. Suryanarayana, “Mechanical alloying and milling” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 46, no. 1–2, pp. 1–184, 2001, doi: 10.1016/S0079-6425(99)00010-9.
- [42] W. He *et al.*, “Bimodal-grained high-strength nickel-base ODS alloy fabricated by mechanical alloying and hot extrusion” *Mater. Today Commun.*, vol. 26, April 2020, p. 101921, 2021, doi: 10.1016/j.mtcomm.2020.101921.
- [43] E. N. Hahn and M. A. Meyers, “Grain-size dependent mechanical behavior of nanocrystalline metals” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 646, pp. 101–134, Oct. 2015, doi: 10.1016/J.MSEA.2015.07.075.
- [44] R. Abbaschian, L. Abbaschian, and R. E. Reed-Hill, *Physical Metallurgy Principles*, 4th ed. Cengage Learning, 2009.
- [45] Y. Zhiming, L. Jinxu, F. Xinya, L. Shukui, X. Yuxin, and R. Jie, “Investigation on mechanical properties and failure mechanisms of basalt fiber reinforced aluminum matrix composites under different loading conditions” *J. Compos. Mater.*, vol. 52, no. 14, pp. 1907–1914, 2018, doi: 10.1177/0021998317733807.
- [46] B. Arguijo, “Método de bajo costo de descomposición para determinar de forma cuantitativa la composición química de lana de escoria por espectroscopía de absorción atómica sin digestión asistida por microondas”, Trabajo posdoctoral, Instituto de Metalurgia UASLP, San Luis Potosi, 2021.
- [47] A. E. A. Al-maamari, A. A. Iqbal, and D. M. Nuruzzaman, “Mechanical and tribological characterization of self-lubricating Mg-SiC-Gr hybrid metal matrix composite (MMC) fabricated via mechanical alloying” *J. Sci. Adv. Mater. Devices*, vol. 5, no. 4, pp. 535–544, Dec. 2020, doi: 10.1016/J.JSAMD.2020.09.002.
- [48] R. Deaquino-Lara *et al.*, “Structural characterization of aluminium alloy 7075-graphite composites fabricated by mechanical alloying and hot extrusion” *Mater. Des.*, vol. 53, pp. 1104–1111, 2014, doi: 10.1016/j.matdes.2013.08.005.
- [49] D. C. Montgomery, “Design and analysis of experiments.”
- [50] M. K. Singh and A. Singh, “Particle size analysis” *Charact. Polym. Fibres*, pp. 341–358, Jan. 2022, doi: 10.1016/B978-0-12-823986-5.00009-9.
- [51] M. Lee, “X-Ray Diffraction for Materials Research: From Fundamentals to Applications” *X-Ray Diffr. Mater. Res.*, Mar. 2017, doi: 10.1201/B19936.
- [52] “ImageJ” <https://imagej.nih.gov/ij/> (accessed Feb. 08, 2022).

-
- [53] ASTM E8, “Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials” *ASTM Int.*, vol. 16, no. 72, pp. 1–28, 2014.
- [54] T. M. Wang, K. H. Hou, Y. T. Chang, W. C. Lee, and M. Der Ger, “The preparation of slag fiber and its application in heat resistant friction composites” *Mater. Des.*, vol. 31, no. 9, pp. 4296–4301, 2010, doi: 10.1016/j.matdes.2010.04.001.
- [55] E. R. Nielsen, M. Augustesen, and K. Ståhl, “Devitrification and High Temperature Properties of Mineral Wool” *Mater. Sci. Forum*, vol. 558–559, pp. 1255–1260, 2007, doi: 10.4028/www.scientific.net/msf.558-559.1255.
- [56] “Rock and Slag Wool Insulation Sustainable Choices for Conserving Energy and Preserving the Environment” Accessed: Feb. 20, 2022. [Online]. Available: www.noisecontrol.net/materials.html.
- [57] T. Dickson and S. Pavía, “Energy performance, environmental impact and cost of a range of insulation materials” *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 140, p. 110752, Apr. 2021, doi: 10.1016/J.RSER.2021.110752.
- [58] S. Ezhil Vannan, S. Paul Vizhian, and R. Karthigeyan, “Investigation on the influence of basalt fiber on thermal properties of Al7075/basalt fiber metal matrix composites” *Procedia Eng.*, vol. 97, pp. 432–438, 2014, doi: 10.1016/j.proeng.2014.12.267.
- [59] C. Suryanarayana, A. A. Al-Joubori, and Z. Wang, “Nanostructured Materials and Nanocomposites by Mechanical Alloying: An Overview” *Met. Mater. Int.*, vol. 28, no. 1, pp. 41–53, 2022, doi: 10.1007/s12540-021-00998-5.
- [60] C. Suryanarayana and N. Al-Aqeeli, “Mechanically alloyed nanocomposites” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 58, no. 4, pp. 383–502, 2013, doi: 10.1016/j.pmatsci.2012.10.001.
- [61] I. Feijoo, G. Pena, M. Cabeza, M. J. Cristóbal, and P. Rey, “metals MWCNT-Reinforced AA7075 Composites: Effect of Reinforcement Percentage on Mechanical Properties” 2021, doi: 10.3390/met11060969.
- [62] E. Salur, A. Aslan, M. Kuntoğlu, and M. Acarer, “Effect of ball milling time on the structural characteristics and mechanical properties of nano-sized Y2O3 particle reinforced aluminum matrix composites produced by powder metallurgy route” *Adv. Powder Technol.*, vol. 32, no. 10, pp. 3826–3844, 2021, doi: 10.1016/j.appt.2021.08.031.
- [63] C. Suryanarayana and M. G. Norton, *X-Rays and Diffraction*. Springer US, 1998.
- [64] E. Salur, M. Acarer, and İ. Şavkliyildiz, “Improving mechanical properties of nano-sized TiC particle reinforced AA7075 Al alloy composites produced by ball milling and hot pressing” *Mater. Today Commun.*, vol. 27, no. January, 2021, doi: 10.1016/j.mtcomm.2021.102202.
- [65] E. R. S. Ávila, “Microestructura y propiedades mecánicas de aleaciones AA7075-G fabricadas mediante aleado mecánico” Universidad Autónoma de San Luis Potosí, 2017.
- [66] T. Sheppard, *Extrusion of Aluminium Alloys*. Springer, 1999.

-
- [67] K. S. S. Raja *et al.*, “Investigation of surface cracking of hot-extruded AA7075 billet” *Mater. Today Proc.*, vol. 15, no. 2, pp. 217–224, Jan. 2020, doi: 10.1016/j.promfg.2018.07.212.
- [68] T. Shanmugasundaram, M. Heilmaier, B. S. Murty, and V. S. Sarma, “On the Hall-Petch relationship in a nanostructured Al-Cu alloy” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, no. 29–30, pp. 7821–7825, Nov. 2010, doi: 10.1016/j.msea.2010.08.070.
- [69] “Herramientas estadísticas, de análisis de datos y de mejora de procesos | Minitab” <https://www.minitab.com/es-mx/> (accessed Jan. 10, 2022).
- [70] P. G. Mathews, *Design of Experiments with MINITAB*, no. 1. American Society for Quality, 2004.