

**Universidad Nacional Autónoma de México**  
**Facultad de Ingeniería**

Caracterización microestructural y evaluación de  
propiedades mecánicas en aleaciones AZ31 con  
Praseodimio (Pr).

Tesis,  
Que para obtener el título de Ingeniero Mecánico presenta:  
**Oscar David Molina Ramírez**

Asesor:  
Dr. Omar Novelo Peralta

México D.F, 2012

**Dedicado a mí Familia.**

## **Agradecimientos.**

Sin duda, la realización de este trabajo ha requerido de la colaboración de un gran número de personas e instituciones, las cuales merecen una mención especial en esta sección.

A mi Familia, por darme los elementos indispensables para poder estudiar una carrera profesional y culminarla con éxito.

Al Dr. Omar Novelo Peralta, por haberme proporcionado la oportunidad de trabajar en este proyecto, por compartirme su conocimiento y, también, por su invaluable asesoría en los análisis realizados con microscopia electrónica de barrido.

Al Dr. Gabriel A. Lara Rodríguez también por otorgarme un espacio en su equipo de trabajo, además de su importante colaboración en la realización de la parte experimental de esta tesis, así como en sus comentarios y opiniones realizados respecto a la misma.

Al Dr. Francisco Sánchez Arévalo por su cooperación y consejos en la realización de las pruebas mecánicas.

A la M.C Adriana Cruz Tejeda por su colaboración en el análisis de muestras por Difracción de Rayos X.

Al Dr. Ignacio A. Figueroa Vargas, por sus consejos, observaciones y ayuda en aspectos relacionados tanto directa como indirectamente a esta tesis, pero que sin duda han contribuido increíblemente a su exitosa culminación.

Al Dr. Fernando Velázquez Villegas también por sus apreciables consejos y comentarios a lo largo (y desde antes) de la elaboración de esta tesis.

Al Instituto de Investigaciones en materiales y a la DGAPA (mediante el proyecto PAPIIT IN112010) por el apoyo económico otorgado para realizar el presente trabajo.

A todos mis amigos y compañeros por su compañía, la cual también ha sido de gran ayuda durante todo este tiempo, pero quisiera agradecer en especial a Sebastián Medrano por que con su curiosidad y forma de ser ha despertado en mí (a lo largo de toda la carrera) la necesidad de entender más a fondo “¿el por qué?” de las cosas, mejorando con ello mi vida académica y personal.

## Índice

<b>Índice de Figuras.....</b>	<b>6</b>
<b>Índice de Tablas.....</b>	<b>8</b>
<b>Introducción.....</b>	<b>10</b>
<b>Capítulo 1. Aspectos Teóricos.....</b>	<b>14</b>
1.1 Generalidades de las aleaciones de Magnesio. ....	14
Características principales del Magnesio. ....	14
Clasificación de las aleaciones de Magnesio. ....	17
Principales aplicaciones.....	19
1.2 Efectos de elementos aleantes. ....	22
Elementos comunes. ....	22
Elementos de tierras raras.....	23
Generalidades de los sistemas Mg-RE.....	26
1.3 Aleaciones base magnesio del tipo AZ.....	29
Características y propiedades.....	29
Microestructura. ....	31
Principales aleaciones AZ comerciales. ....	32
Sistemas en aleaciones AZ.....	33
1.4 Tratamientos termo-mecánicos en aleaciones de Magnesio.....	36
Generalidades sobre el proceso de laminación en aleaciones de magnesio. ....	36
Generalidades sobre los fenómenos ocurridos en los tratamientos de recristalización y/o crecimiento de grano. ....	43
<b>Capítulo 2. Desarrollo experimental.....</b>	<b>52</b>
2.1 Fabricación de aleaciones.....	52
Fundamentos de la fusión por inducción electromagnética. ....	52
Horno de Inducción.....	53
Procedimiento experimental.....	54
2.2 Conformado por laminación.....	56
Laminación en frío.....	56
Laminación en caliente.....	57
2.3 Tratamientos térmicos.....	61

Protocolo de pruebas y procedimiento experimental. ....	61
2.4 Evaluación de propiedades mecánicas. ....	62
Preparación de probetas y procedimiento experimental. ....	62
2.5 Preparación de muestras para análisis de microscopía óptica, electrónica de barrido y difracción de rayos X. ....	66
Preparación de muestras para microscopía óptica. ....	66
Preparación de muestras para microscopía electrónica de barrido. ....	67
Preparación de muestras para difracción de rayos X. ....	68
<b>Capítulo 3. Resultados y discusión. ....</b>	<b>70</b>
3.1 Microestructura. ....	70
<b>Muestras de fundición. ....</b>	<b>70</b>
<i>Análisis por difracción de rayos X. ....</i>	<i>70</i>
<i>Análisis microestructural por microscopía. ....</i>	<i>72</i>
<b>Muestras sometidas a tratamiento termo-mecánico. ....</b>	<b>75</b>
<i>Análisis por difracción de rayos X. ....</i>	<i>75</i>
<i>Análisis con microscopía óptica y electrónica de barrido. ....</i>	<i>76</i>
<i>Evolución de la morfología y distribución de precipitados durante los tratamientos térmicos. ....</i>	<i>82</i>
3.2 Evaluación de la cinética de crecimiento de grano y recristalización. ....	89
Cuantificación del tamaño promedio y evaluación del comportamiento del crecimiento de grano. ....	89
Energía de Activación. ....	95
3.3 Pruebas mecánicas. ....	98
Probetas sin tratamiento térmico. ....	98
Probetas tratadas a 350 °C, durante 100 segundos. ....	99
Probetas tratadas a 350 °C, por 10000 segundos. ....	102
<b>Conclusiones. ....</b>	<b>106</b>
<b>Anexo 1. Fundamentos teóricos de las técnicas de caracterización MO, MEB Y DRX. ....</b>	<b>109</b>
Microscopía óptica. ....	109
Microscopía electrónica de barrido. ....	111
Difracción de rayos X. ....	114

## Índice de Figuras

### Capítulo 1.

Figura 1. 1 Principales planos y direcciones de deslizamiento en la celda hexagonal compacta [1]. .....	16
Figura 1. 2 Extensión de la aplicación del Magnesio. ....	19
Figura 1. 3 Carcasas de transmisión realizadas en Magnesio, aleación AZ91 [1].....	21
Figura 1. 4 Diagrama ternario Al-Mg-Pr, sección isoterma a 400 °C [21]. ....	27
Figura 1. 5 Diagrama de Fases Al-Pr [2]. ....	28
Figura 1. 6 Diagrama de fases Mg-Pr [2]. ....	29
Figura 1. 7 Propiedades mecánicas y composición nominal de algunas aleaciones del grupo AZ [1]. .....	30
Figura 1. 8 Microestructura, de fundición, de aleaciones AZ31 (a) y AZ31 1%Gd [4].....	31
Figura 1. 9 Microestructura de laminación de una aleación a) AZ31 y b) AZ31 3%Gd [4]. ....	32
Figura 1. 10 Sección del diagrama Binario Al-Mg, correspondiente a la región con mayor contenido de Mg [1]. ....	33
Figura 1. 11 Diagrama Ternario Al-Mg-Zn, sección isoterma a 335 °C [22]. ....	35
Figura 1. 12 Equipo de laminación marca Fenn.....	36
Figura 1. 13 Formación de maclas dentro de la microestructura en una aleación AZ31 [9].....	37
Figura 1. 14 Evolución microestructural por medio de conformado para una aleación AZ31 [5]. ..	38
Figura 1. 15 Variación de propiedades mecánicas respecto a los parámetros de laminación [10].	41
Figura 1. 16 Comparación microestructural entre una aleación AZ31 con 4 horas de homogenización (a) y 10 horas de homogenización (b) [3]. ....	42
Figura 1. 17 Evolución de tamaño de grano en aleación AZ31 laminada en caliente y sometida a tratamiento térmico de revenido [11]. ....	43
Figura 1. 18 Esquema representativo de la influencia del número de lados en el límite de grano durante el crecimiento [26].....	48

### Capítulo 2.

Figura 2. 1 Fenómeno de inducción electromagnética y calentamiento de un cuerpo por corriente inducida.....	52
Figura 2. 2 Horno de inducción Leybold-Heraus .....	53
Figura 2. 3 Lingotes de las aleaciones fabricadas: a) AZ31 b) AZ31 0.1 Praseodimio y c) AZ31 0.3 Praseodimio.....	55
Figura 2. 4 Muestra procesada por laminación en frío.....	57
Figura 2. 5 Representación esquemática del proceso de laminación en caliente empleado. ....	57
Figura 2. 6 Muestra de AZ31 procesada por laminación y preparada para fabricación de probetas. .....	58
Figura 2. 7 Muestra conformada por laminación de la AZ31 0.1 Pr y preparada para elaboración de probetas. ....	59
Figura 2. 8 Muestra de AZ31 0.3Pr, posterior al proceso de laminación y preparada para fabricación de probetas. ....	60

Figura 2. 9 Preparación del equipo para el tratamiento de muestras. ....	62
Figura 2. 10 Plano de la probeta para ensayo de tracción. ....	63
Figura 2. 11 Probetas fabricadas de las respectivas aleaciones. ....	63
Figura 2. 12 Colocación de probetas en horno para tratamiento térmico. ....	64
Figura 2. 13 Probetas colocadas en el equipo MTS Minibionix. ....	65
Figura 2. 14 Estado de las probetas al finalizar la prueba de tensión. ....	66
Figura 2. 15 Encapsulados de resina con las muestras tratadas térmicamente. ....	67

### Capítulo 3.

Figura 3. 1 Difractogramas obtenidos para las aleaciones de fundición. ....	70
Figura 3. 2 Imágenes de microscopía óptica -20 X- de las aleaciones AZ31 (a) AZ31 0.1%Pr (b) y AZ31 0.3%Pr (c). ....	72
Figura 3. 3 Microestructura de la aleación base con ataque de ácido nítrico. Destaca la presencia de precipitados regulares circulares, cercanos a los brazos de las dendritas. ....	73
Figura 3. 4 Imágenes de MEB para las tres aleaciones fabricadas. La presencia de partículas de Pr – de morfología acicular- resulta evidente en toda la matriz. ....	73
Figura 3. 5 Microfotografías del análisis EDS –vía MEB- para las aleaciones AZ31 (a) y AZ31 0.1 Pr (b). Se señalan las correspondientes fases secundarias y la matriz. ....	74
Figura 3. 6 Espectros de EDS para los precipitados indicados, visualizados mediante MEB. ....	74
Figura 3. 7 Difractogramas correspondientes al conjunto de muestras procesadas por laminación. ....	75
Figura 3. 8 Micrografías de MO -20X- de las aleaciones procesadas por laminación. ....	76
Figura 3. 9 Micrografías de MEB -2.5 KX- de las muestras procesadas (Base, 0.1 y 0.3 Pr respectivamente). Los precipitados de Pr se acomodan en la dirección del laminado, en regiones cercanas a los límites de grano. ....	77
Figura 3. 10 Micrografía de MEB de la AZ31 0.3%Pr procesada por laminación. Se aprecia el movimiento de los precipitados a lo largo del límite de grano, dirigiéndose hacia el interior del mismo. ....	78
Figura 3. 11 Evolución microestructural de la aleación AZ31 en función del contenido de Pr y el tiempo de tratamiento térmico a una temperatura de 250 °C. ....	79
Figura 3. 12 Evolución microestructural de la aleación AZ31 en función del contenido de Pr y el tiempo de tratamiento térmico a una temperatura de 350 °C. ....	80
Figura 3. 13 Evolución microestructural de la aleación AZ31 en función del contenido de Pr y el tiempo de tratamiento térmico a una temperatura de 400 °C. ....	81
Figura 3. 14 Difractogramas para las muestras sometidas a tratamiento térmico. ....	82
Figura 3. 15 Micrografías de MEB -2.5KX- de la distribución de precipitados ocurrida en el grupo de aleaciones fabricado, a 250 °C. ....	84
Figura 3. 16 Evolución de precipitados para las aleaciones fabricadas, tratadas a 350 °C. ....	85
Figura 3. 17 Evolución morfológica de los precipitados de Pr en las aleaciones microaleadas, tratadas a 400 °C. ....	86
Figura 3. 18 Evolución del tamaño de grano a los distintos tiempos y temperaturas del tratamiento. ....	90

Figura 3. 19 Comportamiento del crecimiento de grano en la aleación AZ31, a distintas temperaturas de tratamiento. ....	91
Figura 3. 20 Comparación entre el crecimiento de grano real contra el estimado mediante la sustitución de datos en la ecuación de cinética de crecimiento de grano. ....	94
Figura 3. 21 Grafico Ln(D-Do) vs 1/T para los sistemas fabricados. ....	95
Figura 3. 22 Curva esfuerzo vs deformación y valores máximos para las probetas sin tratamiento térmico. ....	98
Figura 3. 23 Curva esfuerzo vs deformación y valores máximos para las probetas de las muestras tratadas a 350 C por 100 segundos. ....	100
Figura 3. 24 Curva esfuerzo vs deformación y valores máximos para las probetas tratadas por 10000seg a 350 °C.....	102
Figura 3. 25 Probeta dañada por tratamiento de 10000 segundos, aleación AZ31. ....	103

## **Anexo 1.**

Figura A. 1 Lente objetivo. El conjunto de lentes plano-convexas concentran la luz proveniente del espécimen y forman la imagen.....	110
Figura A. 2 Diagrama esquemático de funcionamiento de los lentes ocular y objetivo.....	110
Figura A. 3 Componentes básicos de un microscopio electrónico de barrido [29]. ....	112
Figura A. 4 Tubo generador de Rayos X con ánodo de cobre [28]. ....	114
Figura A. 5 Representación geométrica de Bragg del fenómeno de difracción de rayos X [28]. ....	115

## **Índice de Tablas**

### **Capítulo 1.**

Tabla 1. 1 Propiedades físico-químicas y térmicas del Magnesio [1]. ....	15
Tabla 1. 2 Propiedades mecánicas, en condición de fundición, del Magnesio [1]. ....	15
Tabla 1. 3 Propiedades mecánicas del Magnesio, conformado por extrusión [1]. ....	15
Tabla 1. 4 Código de designación para elementos aleantes [1]. ....	18
Tabla 1. 5 Nomenclatura para la descripción del tratamiento aplicado [1]. ....	18
Tabla 1. 6 Código para características de tratamiento [1]. ....	19
Tabla 1. 7 Lista de los elementos de tierras raras [2]. ....	24
Tabla 1. 8 Relación entre porcentaje de Nd y porcentaje de elongación para una aleación Mg-Nd. La plasticidad a temperatura ambiente se mejora al incrementarse la cantidad de dopante, hasta llegar al límite de solubilidad [2]. ....	39
Tabla 1. 9 Propiedades mecánicas de una aleación Mg-Eu probada a temperatura ambiente [2].	39

### **Capítulo 2.**

Tabla 2. 1 Cantidad en peso de los distintos elementos aleantes para la fabricación de las aleaciones.....	55
Tabla 2. 2 Datos de control para el proceso de laminación en frío. ....	56



Tabla 2. 3 Datos de control para el proceso de laminación en caliente, aleación AZ31.....	58
Tabla 2. 4 Datos de control para el proceso de laminación en caliente de la aleación AZ31 0.1Pr.	59
Tabla 2. 5 Datos de control del proceso de laminación en caliente para la aleación AZ31 0.3Pr. ...	60
Tabla 2. 6 Parámetros elegidos para el conjunto de tratamientos térmicos. ....	61
Tabla 2. 7 Intervalo de tasas de deformación utilizados para pruebas en aleaciones de Magnesio.	65

### **Capítulo 3.**

Tabla 3. 1 Datos de las fichas JCPDS coincidentes con las reflexiones de mayor intensidad encontradas.....	71
Tabla 3. 2 Tamaño de grano obtenido, para las respectivas aleaciones y tiempos, a 250 °C y 350 °C. ....	89
Tabla 3. 3 Tamaño de grano obtenido, para las respectivas aleaciones y tiempos de tratamiento, a 350 °C. ....	89
Tabla 3. 4 Coeficientes de crecimiento de grano para las aleaciones fabricadas. ....	91
Tabla 3. 5 Energías de activación calculadas para los sistemas estudiados. ....	96
Tabla 3. 6 Comparativo de resultados de los ensayos de tensión publicados [16] y los analizados en el presente estudio. En ambos casos, las pruebas se llevaron a cabo a temperatura ambiente....	104

## Introducción

En los últimos años, la problemática energético-ambiental ha generado la necesidad de desarrollar productos más sustentables en lo que a consumo se refiere. En este rubro, la industria automotriz y aeronáutica han puesto gran interés en la reducción del peso en los vehículos mediante la utilización de componentes estructurales ultraligeros; contribuyendo con ello, notablemente, a reducir el consumo de combustible, así como las emisiones contaminantes.

Para el fin mencionado, el Magnesio y sus aleaciones han recibido gran atención debido a que poseen un buen conjunto de propiedades tales como una aceptable resistencia mecánica, capacidad de amortiguamiento, buena maquinabilidad, etcétera; lo que en conjunto con una densidad sumamente baja, convierte a este grupo en uno de los aptos para la construcción de dichos componentes de bajo peso.

Sin embargo, en la actualidad, la aplicación de estas aleaciones en la industria automotriz y aeronáutica se limita únicamente a piezas elaboradas mediante fundición por inyección. Lo anterior se debe a la reducida plasticidad que presentan a bajas temperaturas, limitando considerablemente su capacidad de conformado mediante procesos de deformación plástica, mismos que son necesarios para la fabricación de gran cantidad de componentes, entre ellos los estructurales, de autos y aviones. Naturalmente, para promover su uso a gran escala dentro de los sectores mencionados, resulta necesario mejorar esta propiedad, principalmente, en dichas aleaciones.



Principales piezas de posible manufacturación con Magnesio en automóviles [1].

Por lo tanto, en los últimos años se han realizado diversas investigaciones, cuyo propósito principal ha sido el estudio de procesos o elementos aleantes que permitan una mejora sustancial de la ductilidad manteniendo un nivel adecuado de resistencia. La adición de elementos aleantes es uno de los métodos más comunes, ya que la cantidad de estos disponible para el Magnesio es relativamente amplia, de manera que, hasta el momento, pueden definirse diferentes grupos de aleaciones de Magnesio; donde cada uno de ellos –de acuerdo a los elementos que tiene- posee distintas propiedades, siendo la más buscada el incremento de la ductilidad. Uno de los grupos de elementos que ha demostrado proporcionar al Magnesio una considerable ganancia en ductilidad, capacidad de conformado, resistencia mecánica e, incluso, resistencia a la corrosión son los elementos de tierras raras [2-4, 6].

Los efectos de las tierras raras en el Magnesio se han estudiado tanto para sistemas binarios Mg-RE como para sistemas con otros elementos presentes. Un ejemplo es el grupo AZ - uno de los más utilizados a nivel comercial [1]- cuyos principales componentes son Magnesio, Aluminio y Zinc. Sobre este, algunos estudios [3-5] han realizado adiciones de elementos como el Cerio y el Gadolinio para analizar su efecto en la microestructura. Dentro de los resultados obtenidos, se reporta una reducción en el tamaño de grano e incremento de la capacidad de laminación para adiciones entre un 1.5 y 3.5% en peso de Gadolinio [3]. Para aleaciones Mg-Al-Mn [6] se reportan efectos similares con la adición de Praseodimio o el Neodimio, pero con una menor cantidad de los mismos en la aleación. Por ejemplo, se ha reportado un incremento considerable en la elongación del Mg con adiciones desde un 0.16% en peso de Neodimio [2].

Uno de los principales motivos para estudiar los efectos con distintos elementos de tierras raras es la variación de su solubilidad en el Mg, ya que esta será un factor determinante para la formación, distribución y morfología de los precipitados originados por la presencia de estos elementos; lo cual, evidentemente, afectará en las propiedades globales de la aleación. Además, el estudio del comportamiento de las propiedades con distintos elementos, es sumamente relevante para la determinación de la mejor combinación composición-propiedades, de manera que la aleación obtenida ofrezca la mayor cantidad de características deseadas y, por otra parte, la mejor relación costo-beneficio.

Con base en lo anterior, el Praseodimio resulta un elemento de gran interés, ya que su limitada solubilidad en el Magnesio ocasionará la presencia de una secuencia de precipitación con adiciones sumamente reducidas; siendo esto último de gran importancia por la reducción en

costos de fabricación. La presencia de precipitados, reducirá el tamaño de grano y, dependiendo de tratamiento térmico realizado, incrementará la resistencia mecánica. Hasta el momento, no hay estudios en los cuales se haya analizado el efecto del Pr en las aleaciones del tipo AZ. Dada su relevancia comercial, resulta de elevado interés conocer los efectos de dicho elemento en las propiedades de las aleaciones AZ; en específico sobre la aleación AZ31, una de las más empleadas de dicho grupo [1].

Para comprobar esta hipótesis, los objetivos a cumplir en el presente trabajo son:

**Objetivo general:**

- Determinar el efecto del Pr sobre la microestructura, el proceso de recristalización y crecimiento de grano, así como en las propiedades mecánicas de la aleación AZ31.

**Objetivos particulares**

1. Determinar los parámetros de fabricación para la incorporación del Pr en la aleación AZ31.
2. Caracterizar los efectos del Pr en la microestructura de la aleación AZ31 procesadas por fundición y por distintos tratamientos termo-mecánicos.
3. Determinar la influencia del contenido de Pr sobre la cinética de crecimiento de grano bajo la aplicación de tratamientos térmicos a diferentes temperaturas.
4. Determinar el efecto del contenido de Pr sobre las propiedades mecánicas de la aleación AZ31.

Para abarcar los objetivos mencionados, el trabajo se estructura de la siguiente manera: En el capítulo 1 se proporciona información introductoria sobre las aleaciones de Magnesio, los efectos de sus elementos aleantes y los diagramas de fase más importantes para el estudio de las aleaciones AZ; así como algunos aspectos teóricos sobre los procesos de recristalización y crecimiento de grano. En el capítulo 2, se describe el proceso experimental realizado para la fabricación de aleaciones, tratamiento y preparación de muestras. En el capítulo 3, se presentan los resultados de la caracterización microestructural -realizada mediante las técnicas de microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y difracción de rayos X- el estudio de la cinética de crecimiento, la energía de activación y la caracterización mecánica llevada a cabo mediante ensayos de tracción a tensión.

# **Capítulo 1.**

## **Aspectos Teóricos**

## **Capítulo 1. Aspectos Teóricos.**

### **1.1 Generalidades de las aleaciones de Magnesio.**

#### **Características principales del Magnesio.**

El Magnesio es un elemento metálico, cuya característica principal es poseer una baja densidad, misma que en conjunto con una resistencia mecánica aceptable lo convierte en un gran candidato para su empleo como material estructural ultraligero.

Este metal comenzó a utilizarse durante la segunda guerra mundial en algunos componentes estructurales y partes de aviones. Así mismo, se usó como elemento aleante para el aluminio. En general, las aleaciones de magnesio poseen buena capacidad de amortiguamiento, buenas propiedades electromagnéticas, alta conductividad térmica y buena maquinabilidad. Sin embargo, algunos detalles del comportamiento de estas aleaciones, como la resistencia a la corrosión, su reactividad con el oxígeno (en aplicaciones de alta temperatura) su costo relativamente elevado y, sobre todo, su baja capacidad de conformado a temperatura ambiente han dificultado ampliar su campo de aplicaciones [3, 5, 9].

En la actualidad, el estudio de los sistemas base magnesio ha cobrado gran interés en la industria automotriz y aeronáutica debido a su utilidad para la fabricación de componentes de bajo peso. El objetivo de dichas investigaciones es, principalmente, encontrar nuevas composiciones y/o condiciones de procesamiento que permitan mejorar el desempeño de este grupo de aleaciones. La adición de elementos aleantes representa una poderosa herramienta para su mejora, ya que al igual que en otros grupos de aleaciones, la presencia de otros elementos -mediante diversos fenómenos- dentro de la matriz genera cambios que afectan en las propiedades globales del material. Más adelante se mencionarán los principales elementos aleantes utilizados y los efectos que producen en el Magnesio.

#### **Propiedades del Magnesio.**

A continuación, se presentan los principales datos de propiedades para el Magnesio puro. Se enlistan los valores de las principales propiedades físico-químicas, térmicas y mecánicas; mismas que serán las de mayor interés para el presente trabajo.

Propiedades físico-químicas y térmicas	
Densidad (temperatura ambiente)	1.74 [g/cm <sup>3</sup> ]
Estructura cristalina	Hexagonal, con parámetros a=0.32092 [nm], c= 0.52105 [nm]
Relación c/a	1.6236
Numero atómico	12
Peso atómico	24.3050
Diámetro atómico	0.320 [nm]
Punto de fusión	650 [°C]
Punto de ebullición	1090 [°C]
Porcentaje de expansión volumétrica	4.2
Calor específico a presión constante (C <sub>p</sub> )	1.025 [KJ/Kg-K]
Conductividad térmica	159 [W/m-K]

Tabla 1. 1 Propiedades físico-químicas y térmicas del Magnesio [1].

Propiedades mecánicas (Fundición)	
Modulo de Young	44 [GPa]
Esfuerzo de fluencia a tensión	21[MPa]
Esfuerzo de fluencia a compresión	21 [MPa]
Esfuerzo ultimo a tensión	90 [MPa]
Coefficiente de Poisson	0.35
Porcentaje de elongación	2-6 [%]

Tabla 1. 2 Propiedades mecánicas, en condición de fundición, del Magnesio [1].

Propiedades mecánicas (Barra extruida)	
Modulo de Young	44 [GPa]
Esfuerzo de fluencia a tensión	69-105 [MPa]
Esfuerzo de fluencia a compresión	34-55 [MPa]
Esfuerzo ultimo a tensión	165-205 [MPa]
Coefficiente de Poisson	0.35
Porcentaje de elongación	5-8 [%]

Tabla 1. 3 Propiedades mecánicas del Magnesio, conformado por extrusión [1].

Es importante señalar que los productos de fundición, así como las barras extruidas, son las formas básicas más comunes en las que se utiliza este material. Por lo tanto, es indispensable conocer la magnitud de sus propiedades en tales condiciones, ya que esto permitirá hacer comparaciones entre los valores originales y los obtenidos en los estudios de optimización de las aleaciones base Magnesio.

Por su parte, los fenómenos difusivos presentan actividad importante cuando la temperatura es mayor a un valor equivalente de  $0.6 T_m$  ( $T_m$  = Temperatura de fusión en escala absoluta) es decir,

553.8 [K]. Este valor tendrá una intervención importante durante los procesos de conformado en caliente [1].

En cuanto al amortiguamiento mecánico, este dependerá considerablemente de la composición final de la aleación, la microestructura y la distribución de precipitados de fases secundarias.

### Estructura cristalina.

Como ya se ha mencionado brevemente, el Magnesio tiene una estructura cristalina de tipo hexagonal compacta, con una relación  $c/a = 1.6236$  sumamente cercana a la relación teórica de 1.633. El tamaño de los parámetros de celda que presenta son  $a=0.32092$  [nm],  $c= 0.52105$  [nm], mismos que tienden a incrementarse al aumentar la temperatura.

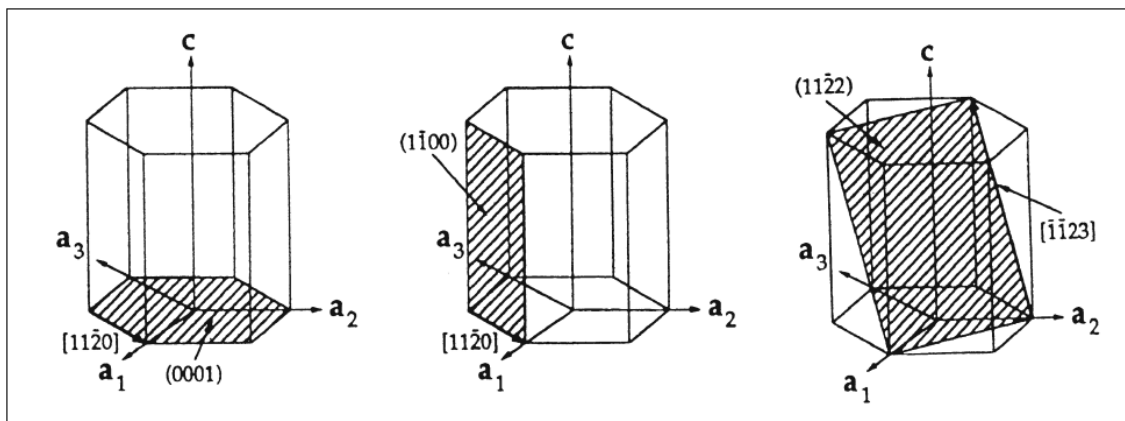


Figura 1. 1 Principales planos y direcciones de deslizamiento en la celda hexagonal compacta [1].

Por su parte, una de las características de este tipo de celda es su limitado número de sistemas de deslizamiento. A temperatura ambiente – y sin la presencia de elementos aleantes- los planos con mayor densidad serán el basal (0001) y el prismático (1-100). Para ambos casos, existirán 3 posibles direcciones de deslizamiento, generando un total de 3 sistemas de deslizamiento. Esto último, representa un problema grave para la deformación plástica del Magnesio, ya que un material debe poseer, al menos, 5 sistemas de deslizamiento por celda para una deformación plástica adecuada [1], por lo que este metal no es factible de conformarse bajo estas condiciones.

Al aumentar la temperatura (entre 200 y 450 °C) la vibración atómica ocasiona que estos modifiquen su posición, ocasionando una condición de mayor empaquetamiento para alguno de los tipos de planos piramidales. Consecuentemente, el número de sistemas de deslizamiento por



celda se incrementará -por ejemplo hasta seis sistemas para el plano piramidal [12-13]- permitiendo así la deformación plástica del Mg.

Cabe mencionar que el efecto de cambio de posiciones atómicas puede darse también con la adición de otros elementos, mismos que modificarán la relación c/a de la celda y ocasionando la activación de los planos piramidales, aún en condiciones de baja-mediana temperatura. El efecto de los elementos aleantes se explicará más adelante.

### Clasificación de las aleaciones de Magnesio.

La adición de distintos elementos al Magnesio ha generado la necesidad de contar con un sistema de designación para las nuevas aleaciones generadas. En este, los elementos dopantes serán indicados por medio de letras, mientras que la cantidad presente de los mismos se expresará con un número.

Así mismo, este también indica pequeñas variaciones entre aleaciones de una misma composición general, o si esta fue sometida a algún proceso termo-mecánico. Para aleaciones sin este último proceso, se omitirá el dígito.

#### Descripción del código.

**Primera parte.** Indica los dos principales elementos aleantes. El orden estará dado por el elemento presente en mayor cantidad; es decir, la primera letra corresponderá al elemento con mayor presencia. Si los elementos están presentes en cantidades iguales, el orden del código estará dado alfabéticamente.

Código	Elemento aleante
A	Aluminio
B	Bismuto
C	Cobre
D	Cadmio
E	Elemento de tierras raras
F	Hierro
G	Magnesio
H	Torio
K	Zirconio
L	Litio
M	Manganeso
N	Níquel

<b>Q</b>	Plata
<b>R</b>	Cromo
<b>S</b>	Silicio
<b>T</b>	Estaño
<b>W</b>	Ytrio
<b>Y</b>	Antimonio
<b>Z</b>	Zinc

Tabla 1. 4 Código de designación para elementos aleantes [1].

**Segunda parte.** Consiste de dos números, los cuales indican la cantidad presente de elementos aleantes. El primer número corresponderá al porcentaje en peso del elemento con mayor presencia, mientras que el siguiente representa el mismo dato para el segundo elemento.

**Tercera parte.** Indica variaciones entre aleaciones con la misma composición de elementos aleantes primarios. Es decir, señala la presencia de otros elementos presentes en menor cantidad. Por lo general, esta parte está referida a las variaciones estandarizadas; sin embargo también puede indicar si la aleación es de tipo experimental (Letra X). La componen todas las letras del alfabeto, excepto I y O.

**Cuarta parte.** Expresa el tipo de tratamiento –térmico ó mecánico- aplicado. Consiste de una letra seguida por un número de acuerdo al tipo de tratamiento realizado. Estos caracteres se escriben por separado del resto de la designación.

Código general	Descripción del tratamiento
<b>F</b>	Obtenida de fundición
<b>O</b>	Aleaciones conformadas mecánicamente y sometidas a tratamiento de recristalización.
<b>H</b>	Endurecimiento por deformación
<b>T</b>	Tratamiento térmico, con mantención de fases de alta temperatura.
<b>W</b>	Tratamiento de solución solida, para disolución de precipitados.

Tabla 1. 5 Nomenclatura para la descripción del tratamiento aplicado [1].

Tipos de tratamiento	
<b>H1</b>	Endurecimiento por deformación.
<b>H2</b>	Endurecimiento por deformación, con tratamiento de recristalización.
<b>H3</b>	Endurecimiento por deformación y estabilizado.

<b>T1</b>	<b>Enfriada y envejecida naturalmente.</b>
<b>T2</b>	Revenida o recocida (solo productos de fundición).
<b>T3</b>	Tratamiento de solución sólida y trabajo en frío.
<b>T4</b>	Tratamiento de solución sólida.
<b>T5</b>	Enfriamiento y envejecimiento artificial.
<b>T6</b>	Tratamiento de solución sólida y envejecimiento natural.
<b>T7</b>	Tratamiento de solución sólida y estabilizado (estabilización de la solución sólida)
<b>T8</b>	Tratamiento de solución sólida, trabajo en frío y envejecimiento artificial.
<b>T9</b>	Tratamiento de solución sólida, envejecimiento artificial y trabajo en frío.

Tabla 1. 6 Código para características de tratamiento [1].

Un ejemplo de designación con base en el sistema sería el siguiente:

AZ81A-T4

Este nos indica una aleación base magnesio con Aluminio y Zinc como principales elementos aleantes, con contenidos de 8 y 1% en peso, respectivamente. Su composición global –incluyendo los elementos aleantes presentes en menor medida- es de las primeras estandarizadas y fue sometida a un tratamiento por solución sólida.

### Principales aplicaciones.

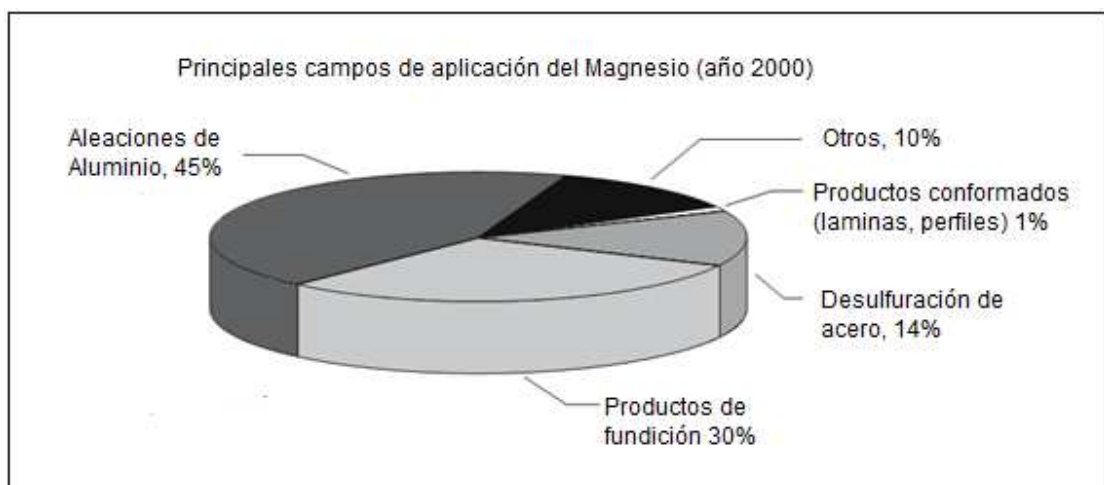


Figura 1. 2 Extensión de la aplicación del Magnesio.

En la actualidad, como se puede apreciar en la figura 1.2, la principal aplicación del Magnesio es como aleante para el Aluminio. La fabricación de piezas de fundición con aleaciones de Magnesio ocupa el segundo sitio. El resto de las aplicaciones se concentran otros procesos –por ejemplo en la industria del acero- y, finalmente, la fabricación de productos conformados, la cual es mínima en comparación con el resto.

Como ya se ha mencionado a lo largo del presente texto, una de las aplicaciones potenciales de las aleaciones de Magnesio es la fabricación de componentes estructurales para las industrias automotriz y aeronáutica.

Sin embargo, el problema de la ductilidad en frío representa un grave obstáculo para la expansión del uso de este tipo de aleaciones en este campo. Por lo tanto, hoy en día la fundición es el método más empleado para la fabricación de componentes en dicho segmento.

A continuación, se dará una breve reseña del estado del arte respecto a las aplicaciones en los distintos sectores industriales [1].

### **Industria Automotriz.**

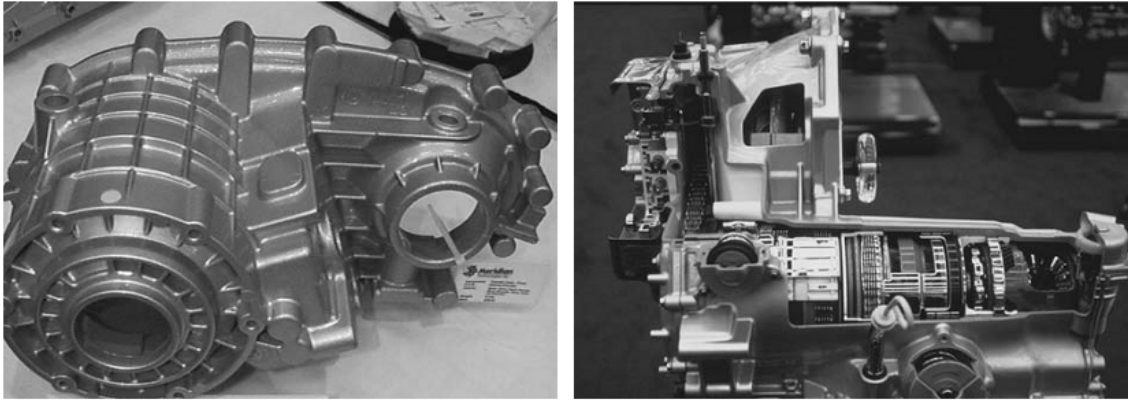
El agotamiento de los combustibles fósiles ha iniciado una gran carrera de investigación, cuyo objetivo a corto y mediano plazo es incrementar la eficiencia energética de los medios de transporte. En este rubro, la industria automotriz tiene una gran labor por realizar, ya que una considerable parte de gases de efecto invernadero proviene del parque vehicular mundial.

Por lo tanto, uno de los factores clave que, sin duda, contribuye a incrementar la eficiencia de los automóviles, es la reducción de su peso global. Por lo tanto, dadas sus características, las aleaciones de Magnesio representan una importante alternativa para la manufactura de componentes estructurales y mecánicos en automóviles.

Hoy en día, la fabricación de piezas mediante fundición por inyección (Die Casting) representa la aplicación más común de las aleaciones de Magnesio en este sector. Con este proceso, se construyen piezas como carcasas para transmisión, charolas para contención del aceite, componentes para volantes y asientos, múltiples de admisión, entre otros.

El área de oportunidad en este sector se centra, principalmente, en la fabricación de componentes estructurales por procesos de deformación plástica, así como el desarrollo de componentes para

alta temperatura. Por lo tanto, se requiere de los resultados de investigaciones sobre el incremento de la capacidad de conformado, grave problema de estas aleaciones, y la reducción en la cantidad de precipitados constituidos por fases poco resistentes a temperaturas elevadas.



**Figura 1. 3 Carcasas de transmisión realizadas en Magnesio, aleación AZ91 [1].**

#### **Industria aeroespacial.**

El uso del Magnesio comenzó en la industria aeronáutica, en la fabricación de componentes para aviones. Por lo tanto, representa un gran campo de aplicación para este grupo de materiales. Al igual que en los automóviles, su uso consistiría en la fabricación de componentes estructurales, tanto de aviones, cohetes, satélites, entre otros.

#### **Industria Electrónica.**

La necesidad de elaborar productos con un menor peso se ha convertido en un aspecto de sumo interés para esta industria. En este caso, las aleaciones de magnesio se emplean para la fabricación de armazones y otros componentes para computadoras portátiles, celulares, cámaras fotográficas, televisiones, entre otros. La disminución de peso contribuye en gran medida a incrementar la versatilidad de estos productos.

Las perspectivas de aplicación para esta industria consisten en la fabricación de placas filtrantes para equilibrado de campos electromagnéticos, mecanismos internos con menor inercia y dispositivos para la disminución de ruido y vibraciones.

## Otras Áreas.

En la manufactura de herramientas de mano como taladros, sierras, herramientas de jardín, etc. También, en la fabricación de componentes para artículos deportivos.

## 1.2 Efectos de elementos aleantes.

A lo largo del presente capítulo, se ha hecho énfasis en la adición de elementos aleantes al Magnesio. El uso de tales elementos en el Magnesio ha permitido que este sea utilizable para algunas aplicaciones ingenieriles. La cantidad de elementos aleantes disponibles – con tamaño atómico apropiado- para el Magnesio es relativamente extensa.

Por esta razón, resulta indispensable el conocimiento de los efectos que ocasionan dichos elementos en el Magnesio. Esto permitirá una adecuada comparación entre grupos de aleaciones, facilitando el proceso de selección para una determinada aplicación y, a su vez, proporcionando una gran base de datos para los estudios de optimización de aleaciones base Magnesio, mismos que requerirán esta información para predecir los efectos ocasionados por la combinación de varios elementos.

### Elementos comunes.

**Aluminio.** Ocasiona un incremento en la resistencia a bajas concentraciones, mediante endurecimiento por solución sólida [1]. A su vez, gran parte de los efectos ocasionados por este elemento se deben principalmente a la formación de una fase secundaria denominada  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>. En pequeñas cantidades, esta proporciona un ligero incremento en la resistencia mecánica, mientras que mejora la ductilidad a temperaturas medias [1,8]. Sin embargo, su presencia interviene en la estabilidad térmica, ocasionando efectos adversos - bajo condiciones de mediana-alta temperatura- en las propiedades mecánicas. Más adelante, en el análisis del sistema Al-Mg, se describirán a detalle todos los efectos ocasionados por esta fase.

**Zinc.** Mejora principalmente la resistencia mecánica, sobre todo a concentraciones mayores a un 3%. En combinación con el aluminio, puede incrementar aún más la resistencia del Mg [1]. Sin embargo, en conjunto con elementos de tierras raras, adiciones de entre 1.8 y 3.8% en peso pueden disminuir la resistencia y la ductilidad. Esto debido a que el Zinc disminuye la solubilidad

de los elementos de tierras raras en el Mg [2], promoviendo la aparición de grandes precipitados - con morfología irregular, como lo reportado por Li W.P [3]- que ocasionaran disminución de dichas propiedades. Su solubilidad máxima en el magnesio es de un 6.2 % en peso.

**Manganeso.** Este elemento se suele agregar en conjunto con otros para formar fases secundarias. Aumenta el esfuerzo de fluencia y la resistencia a la corrosión de aleaciones Mg-Al-Zn y Mg-Al. Puede agregarse con elementos de tierras raras para mejorar aun más la resistencia. Su solubilidad máxima oscila entre 1.5 y 2% en peso.

**Zirconio.** Es utilizado como agente refinador de grano. Debido a los cambios en la microestructura, incrementa tanto la resistencia como la ductilidad. En conjunto con otros elementos comunes, reduce su efecto de refinamiento; además de que no es posible utilizarlo con Aluminio. Por lo tanto, en la mayoría de los casos, suele agregarse sin otros elementos. Únicamente en combinación con elementos de tierras raras, se incrementa su efecto en la microestructura, dando como resultado cambios considerables en las propiedades con adiciones de baja magnitud.

**Calcio.** Es sumamente utilizado en aleaciones Mg-Al, ya que favorece la reducción de la fase  $\beta$ - $Mg_{17}Al_{12}$  mediante la formación de fases secundarias térmicamente estables. Incrementa las propiedades mecánicas debido al refinamiento microestructural que produce [18].

**Plata.** Contribuye a mejorar la resistencia y el comportamiento a altas temperaturas. También resulta posible combinarlo con elementos de tierras raras para la optimización del efecto mencionado.

### **Elementos de tierras raras.**

Son el grupo de elementos con número atómico del 57 al 71. Están representados en una casilla en la familia IIIA de la tabla periódica. Como regla general, esta contiene al primero de la serie, el Lantano. A todos los elementos subsecuentes a este, se les conoce como serie del Lantano ó Lantánidos.

Esta serie, a su vez, se divide en dos subgrupos: El subgrupo del Cerio, el cual incluye a los elementos desde el Lantano hasta el Europio. El segundo grupo, el del Ytrio, contiene a al resto de la serie y, como su nombre lo indica, al Ytrio. Es importante aclarar que la IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) considera al Ytrio y al Escandio como elementos de tierras

raras. Sin embargo, algunos autores no los incluyen como tal, por lo que en ocasiones se les menciona como elementos ordinarios [2].

Símbolo	Nombre del elemento.
Sc	Escandio
Y	Ytrio
La	Lantano
Ce	Cerio
Pr	Praseodimio
Nd	Neodimio
Pm	Prometio
Sm	Samario
Eu	Europio
Gd	Gadolinio
Tb	Terbio
Dy	Disproso
Ho	Holmio
Er	Erbio
Tm	Tulio
Yb	Yterbio
Lu	Luterio

Tabla 1. 7 Lista de los elementos de tierras raras [2].

Algunos de los efectos ocasionados por la presencia de estos elementos en el Magnesio son:

- **Reducción de fases con baja resistencia en altas temperatura.** Por ejemplo, en aleaciones AZ, la fase  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> disminuye su proporción, apareciendo una fase del tipo Al<sub>2</sub>RE –RE indica elemento de tierra rara- Al<sub>4</sub>RE ó Al<sub>11</sub>RE, más estable bajo la condición dicha.
- **Refinamiento de grano e Incremento de la resistencia y la ductilidad.** La formación de precipitados inhibirá el crecimiento de grano durante los procesos de recristalización; lo cual producirá, principalmente, un incremento de la resistencia mecánica. Lo anterior, debido a que los límites de grano actuarán como barreras para el movimiento de dislocaciones, requiriéndose de un esfuerzo mayor para su desplazamiento. Por su parte, los precipitados pequeños generarán campos de distorsión elástica, incrementando el nivel de tensión de la red y dificultando el movimiento de dislocaciones. Por último, la presencia de los átomos de tierras raras en la celda cristalina del Mg ocasionará un cambio



en la relación c/a. Este cambio en el empaquetamiento, hará que los planos piramidales tengan una densidad planar más elevada, aumentando el número de sistemas de deslizamiento y con ello, la plasticidad. Este último aspecto resulta de gran interés, ya que se ha vuelto uno de los puntos clave para el aumento de la capacidad de conformado – en frío y caliente- de las aleaciones de Magnesio.

- **Resistencia a la corrosión.** En algunos grupos de aleaciones se consigue un mejor comportamiento en ambientes corrosivos. Por ejemplo, lo publicado por Zhang et. Al y Liu et.al [6, 7] donde se ha demostrado -en aleaciones Mg-Mn-Al- un mejor comportamiento frente a la corrosión con Praseodimio, esto debido a que los precipitados del tipo Al-Pr presentan una diferencia de potencial menor con la matriz de magnesio, disminuyendo los efectos negativos de la micro-corrosión galvánica. Sin embargo, es necesario decir que para otras aleaciones Mg-RE, la tasa de corrosión llega a incrementarse de manera proporcional al contenido de elementos de tierras raras en la aleación, no obstante su resistencia a la corrosión resulta suficiente para buena parte de las aplicaciones comerciales [2].

Por todo lo anterior, resulta posible decir que los elementos de tierras raras otorgan efectos similares. No obstante, las diferencias entre dichos efectos dependerán de aspectos como: el radio atómico, la estructura cristalina, la masa atómica, la electronegatividad y –muy importante- su solubilidad con el resto de los componentes de la aleación.

A pesar de las ventajas anteriores, las aleaciones de Magnesio dopadas únicamente con elementos de tierras raras pueden resultar relativamente costosas en comparación con una aleación con elementos comunes, lo cual dificulta su posible uso en diversas aplicaciones. Por lo tanto, para conservar todas las bondades otorgadas por esta serie de elementos, sin incrementar demasiado el costo de fabricación de dichas aleaciones, se ha optado por realizar microadiciones de los mismos a sistemas compuestos por otros elementos aleantes. De este modo, aleaciones comerciales, como el grupo AZ, pueden beneficiarse de los efectos proporcionados por las tierras raras, sin sobrepasar en gran medida su costo de producción.

## Generalidades de los sistemas Mg-RE

Como ya se ha mencionado, la adición de elementos de tierras raras mejora, principalmente, las propiedades mecánicas del magnesio. Naturalmente, estas propiedades están relacionadas con las fases formadas por la presencia de estos elementos en conjunto con el Mg. Consecuentemente, resulta necesario evaluar los distintos diagramas de fase para predecir la estructura y estequiometría de los precipitados que se formarán, para posteriormente relacionar esta información con las propiedades obtenidas.

Básicamente, todos los sistemas Mg-RE poseen características similares. En la mayoría, se puede apreciar una región donde se presenta una alta solubilidad del Magnesio en estos elementos, además de una descomposición eutectoide de las fases de alta temperatura cercanas a la misma. A su vez, en las regiones con mayor contenido de Magnesio, las fases que se presentan tienen una estequiometría similar. Tal es el caso de los diagramas Mg-Ce, Mg-Nd y Mg-Pr, donde en la zona rica en Mg se encuentran los intermetálicos del tipo  $Mg_{12}RE$ ,  $Mg_{41}RE_5$  y  $Mg_3RE$ . Sin embargo, se debe tomar en cuenta –para el estudio de los mismos– que la estequiometría descrita de las fases puede diferir de la real. Lo anterior, debido a que la estimación de dicha estequiometría se realizó con base en la relación de átomos otorgada por la estructura cristalina determinada y no en su verdadera composición. Por lo tanto, puede llegar a presentarse exceso de átomos dentro de la celda de una determinada fase, modificándose así la estequiometría propuesta. La determinación exacta de la composición de estos precipitados requerirá de un análisis mediante espectroscopía por dispersión de energía (EDS por sus siglas en inglés).

Dado que el uso de elementos de tierras raras como microaleantes es relativamente común en aleaciones combinadas con Aluminio, resulta necesario conocer algunas de las fases formadas a consecuencia de la combinación de estos últimos. Al igual que en los diagramas Mg-RE, se presentan algunas fases de estequiometría similar, tales como las  $Al_4RE$ ,  $Al_2RE$  y  $Al_{11}RE_3$  [1,4]. De manera análoga al caso anterior, la composición real de estas fases puede llegar a variar respecto a la propuesta en el diagrama. Como ya se ha dicho, la presencia de estos elementos modifica la proporción de otras fases como, por ejemplo, la  $\beta-Al_{12}Mg_{17}$ .

### Diagramas Al-Mg-Pr, Al-Pr y Mg-Pr.

En la figura 1.4 se presenta el diagrama ternario Al-Mg-Pr. Este último resulta de gran interés ya que en el presente trabajo se empleó al Pr como el elemento dopante de esta naturaleza. En general, se pueden observar las fases formadas por la presencia de estos elementos. Para composiciones superiores a un 90% de Mg, inferiores a un 10% de Al y a un 10% de Pr (Esquina derecha inferior del diagrama) se tienen tres regiones conformadas por el conjunto de fases:  $\text{PrAl}_2 + \text{Mg}_{12}\text{Pr} + \text{Mg}$ ,  $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17} + \alpha\text{Pr}_3\text{Al}_{11} + \text{Mg}$  y  $\text{PrAl}_3 + \text{PrAl}_2 + \text{Mg}$ . Naturalmente, el contenido de Aluminio en la aleación será determinante para la estequiometría de las fases presentes. Por lo tanto, para las aleaciones con un contenido de Aluminio cercano al 10% -por ejemplo una AZ91- y 2 % de Pr, aparecerán las fases  $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17} + \alpha\text{Pr}_3\text{Al}_{11} + \text{Mg}$ . Al disminuir solamente contenido de Al – aproximadamente a un 3%- el diagrama sugiere la presencia de las otras mencionadas.

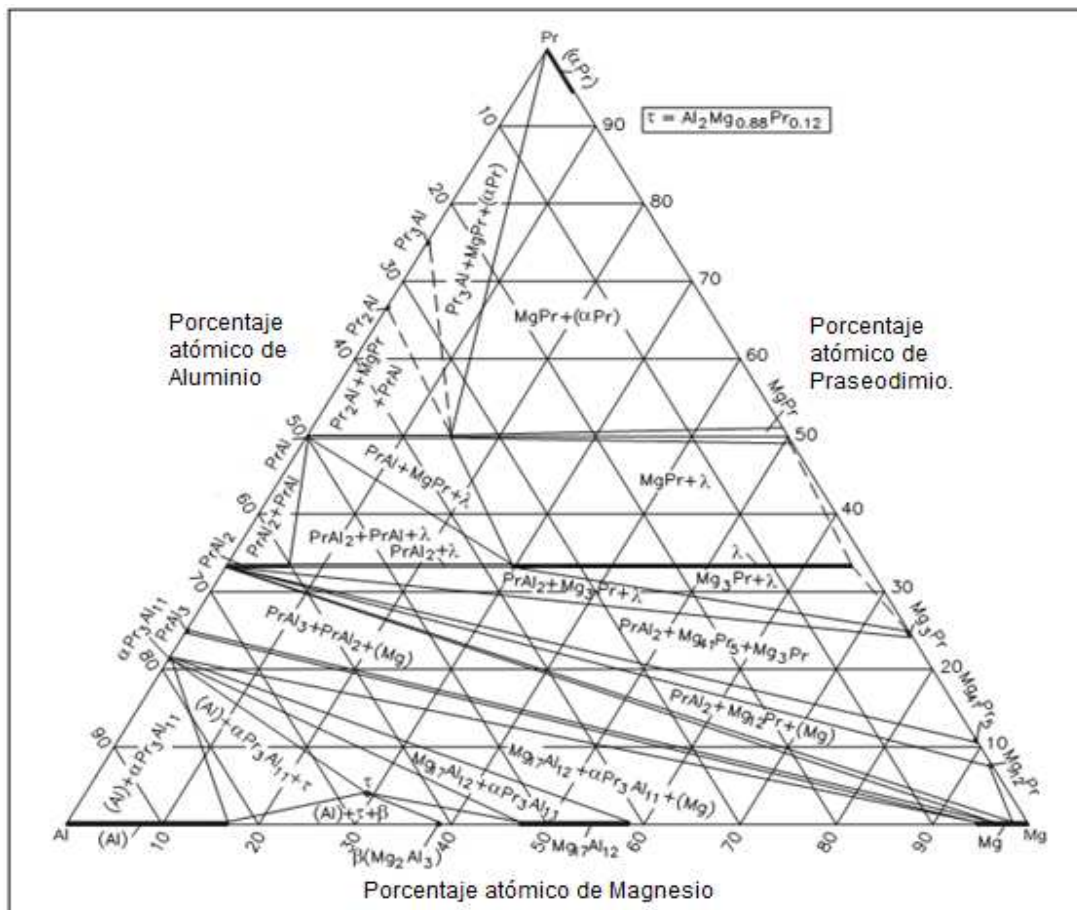


Figura 1. 4 Diagrama ternario Al-Mg-Pr, sección isoterma a 400 °C [21].

La presencia de las fases  $\alpha\text{Pr}_3\text{Al}_{11}$ ,  $\text{PrAl}_3$  y  $\text{PrAl}_2$  disminuye la cantidad presente de precipitados de la fase  $\beta\text{-Al}_{12}\text{Mg}_{17}$  [6], lo cual contribuye tanto al incremento de la resistencia mecánica como al desempeño y estabilidad de las aleaciones a elevadas temperaturas. Como se puede apreciar en el diagrama Al-Pr, las fases mencionadas se mantienen estables aun a altas temperaturas; por lo que su presencia - en forma de precipitados- en la matriz de Mg evitara la disminución de la resistencia mecánica ocasionados por grandes precipitados de la fase  $\beta\text{-Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ .

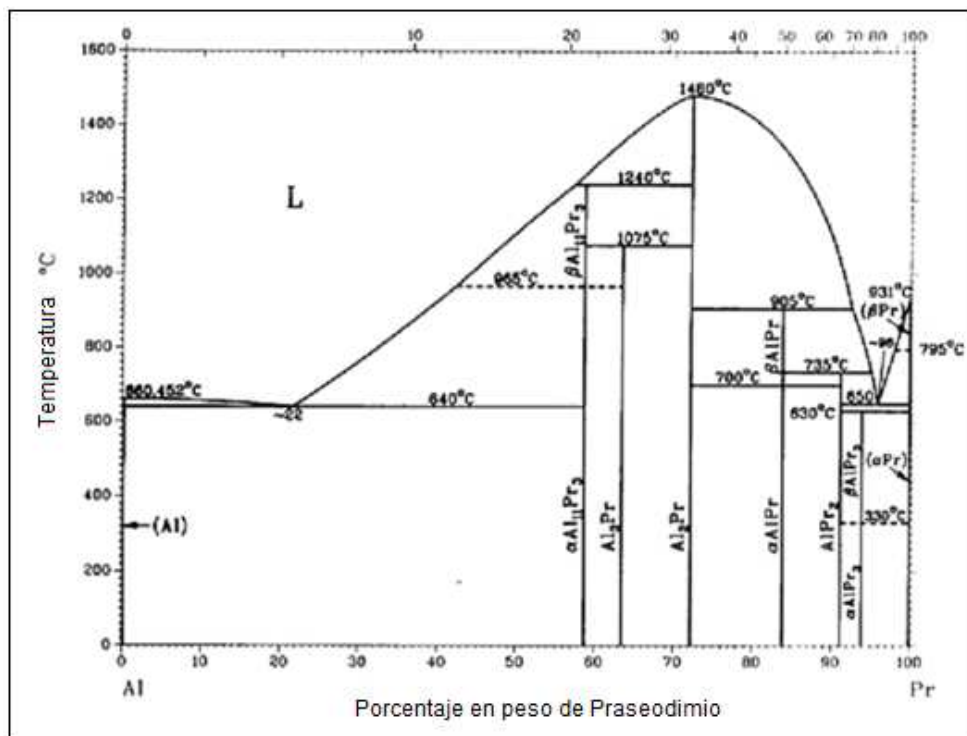


Figura 1. 5 Diagrama de Fases Al-Pr [2].

Por su parte el diagrama Mg-Pr muestra para las región rica en Magnesio a las fases  $\text{Mg}+\text{Mg}_{12}\text{Pr}$  y  $\text{Mg}_{12}\text{Pr}$ . La presencia de esta última en la matriz de Mg también contribuye al incremento en las propiedades mecánicas [2], así como en el refinamiento de grano. La región de máxima solubilidad del Pr en el Mg se extiende hasta un 1.09 % en peso de Pr a  $540^\circ\text{C}$ , mientras que disminuye hasta un 0.01 % en peso a  $200^\circ\text{C}$ . Lo que implicaría, para cantidades muy bajas de Pr, presencia de partículas de Pr distribuidas en la matriz de Mg.

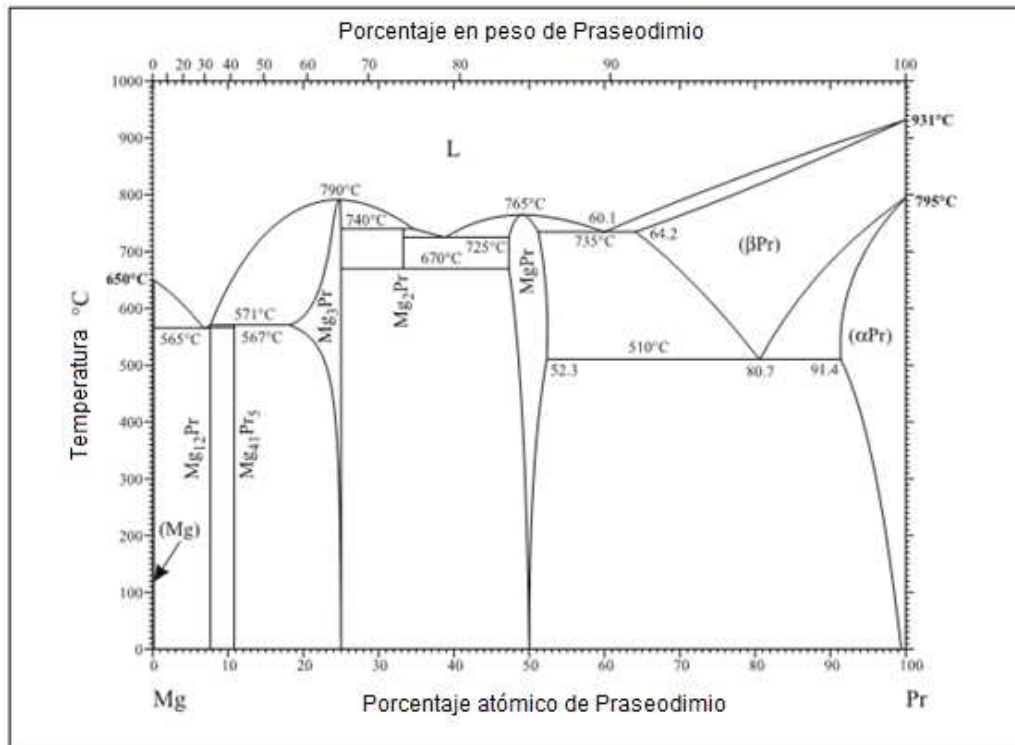


Figura 1. 6 Diagrama de fases Mg-Pr [2].

### 1.3 Aleaciones base magnesio del tipo AZ

#### Características y propiedades.

Las aleaciones Mg-Al –Zn o grupo AZ, representan uno de los principales grupos utilizados para la fabricación de piezas por fundición. Se caracterizan por poseer una buena resistencia mecánica, así como un comportamiento frente a la corrosión aceptable. Las propiedades óptimas, se consiguen con la adición de un 6% en peso de Aluminio. Sus principales aplicaciones, se encuentran en la industria automotriz, en la elaboración de piezas para volantes, componentes de paneles de instrumentos y carcasas para transmisiones.

	Al	Zn	Mn	RE	Y	Zr	Other	Yield [N/mm <sup>2</sup> ]	UTS [N/mm <sup>2</sup> ]	Elongation [%]	Hardness HB
AM100A-T6	10.0		0.1 min					150	275	1	69
AZ63A-T6	6.0	3.0	0.15					130	275	5	73
AZ81A-T4	8.0	0.7	0.13					83	275	15	55
AZ91C	8.0	0.7	0.13					145	275	6	66
AZ91E-T6	9.0	2.0	0.1					145	275	6	66
AZ92A	9.0	2.0	0.1					150	275	3	84

Figura 1. 7 Propiedades mecánicas y composición nominal de algunas aleaciones del grupo AZ [1].

Uno de los principales elementos característicos de estas aleaciones es –como ya se ha mencionado- la presencia de la fase  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>. Esta tiende a formarse alrededor de los límites de grano, funde alrededor de los 460 °C y comienza a perder resistencia desde los 120 °C. En cantidades reducidas, la presencia de esta fase puede incrementar la ductilidad de la aleación, ya que los cambios en su morfología permiten la activación de mecanismos de deformación como el deslizamiento de límites de grano, lo cual puede mejorar la ductilidad. Sin embargo, una mayor cantidad de esta fase ocasiona disminución de la resistencia de la aleación, ya que adquiere una morfología irregular que puede ocasionar la propagación de microfisuras [3].

Otro aspecto importante en la composición de este grupo es la adición de Manganeseo, que en pequeñas proporciones, resulta adecuada para incrementar la resistencia a la corrosión [1].

#### Capacidad de conformado.

Al igual que en la mayoría de las aleaciones base Magnesio, la ductilidad a temperatura ambiente resulta deficiente. En los casos en los que este proceso resulta posible de realizar –debido a la ductilidad otorgada por el Aluminio- es necesario llevarlo a cabo con una velocidad y un porcentaje de deformación reducidos, evitando así daños al material.

Por lo general, los procesos de conformado para aleaciones del Grupo AZ son realizados en caliente. Esto debido a la activación de nuevos sistemas de deslizamiento. Todos los detalles relacionados al conformado de estas aleaciones se mencionarán en el capítulo 2.

## Microestructura.

**Fundición.** Presenta la formación de dendritas equiaxiadas. Está compuesta por una fase  $\alpha$ -Mg con precipitados de la fase  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>, mismos que tienden a distribuirse alrededor de los límites de grano, en los brazos de las dendritas. Al incrementarse la cantidad de aluminio, la morfología de estos precipitados puede llegar a ser sumamente irregular, lo que ocasionara pérdida de ductilidad y resistencia mecánica, sobre todo bajo condiciones de alta temperatura.

En algunos casos, también pueden presentarse precipitados del intermetálico Al<sub>2</sub>Mg<sub>3</sub>Zn<sub>3</sub>, así como algunas partículas de Al-Mn. Por su parte, el Zinc suele presentarse como partículas aisladas en regiones cercanas a la fase  $\beta$  [12].

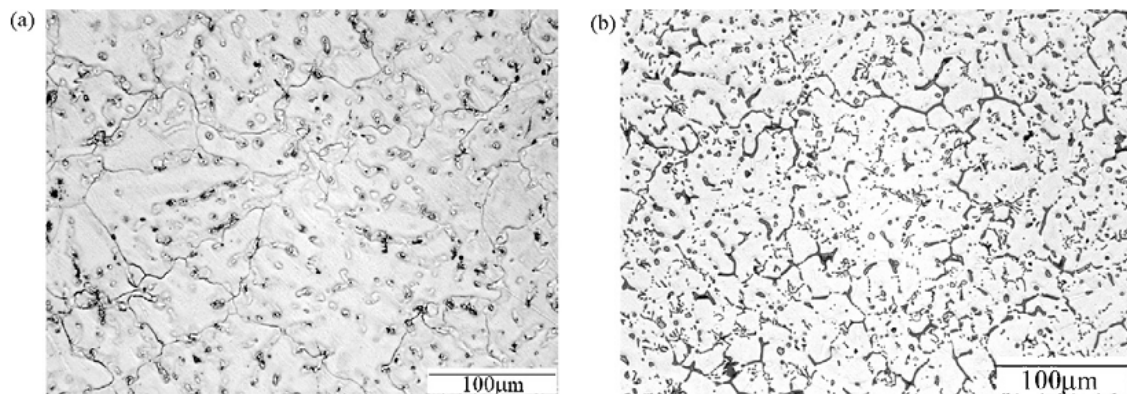


Figura 1. 8 Microestructura, de fundición, de aleaciones AZ31 (a) y AZ31 1%Gd [4].

La presencia de elementos de tierras raras producirá cambios en la morfología de todas las partículas. Como ya se ha indicado, la fase  $\beta$  se reducirá en cantidad, cambiando su morfología y distribución. Las partículas de los intermetálicos Al<sub>2</sub>RE, Al<sub>4</sub>RE ó Al<sub>11</sub>RE tenderán a ubicarse en los límites de grano [3, 6].

**Laminación.** Presenta un cambio radical respecto a la de fundición [3, 4]. Para este caso, se presentan granos equiaxiados, cuyo tamaño dependerá de los parámetros aplicados durante el proceso de conformado y el tipo de tratamiento térmico. En algunos casos –sobre todo en aleaciones sin un tratamiento térmico posterior al conformado- la presencia de un fenómeno denominado como maclado será evidente. La formación de estas representa uno de los sistemas básicos de deformación del magnesio, por lo que son comunes, pero indeseables [9]. En el capítulo 2 se explicará con mayor detalle este fenómeno.

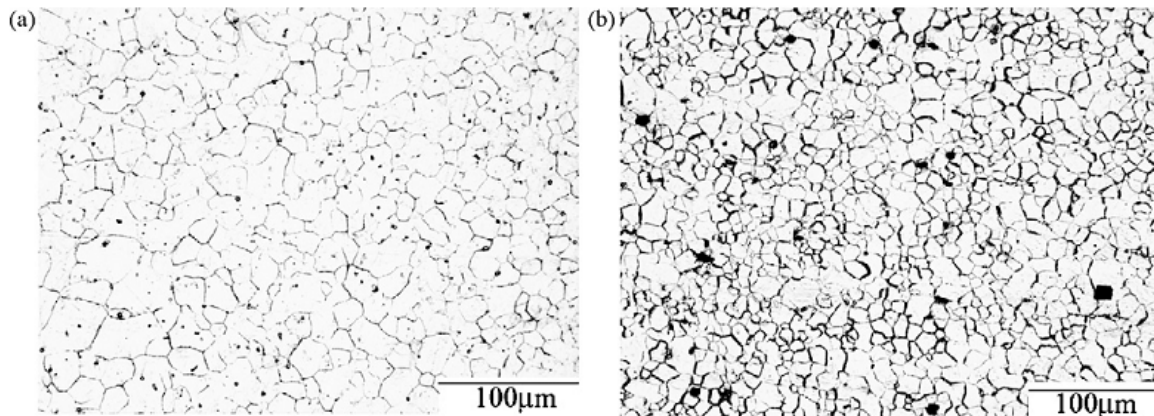


Figura 1. 9 Microestructura de laminación de una aleación a) AZ31 y b) AZ31 3%Gd [4].

### Principales aleaciones AZ comerciales.

- AZ31 (Mg, 3%Al, 1% Zn). Es de mediana resistencia, ofrece buena soldabilidad y ductilidad. Cabe mencionar que esta última propiedad es óptima a temperaturas de entre 300 y 450°C [1,3] ya que a temperatura ambiente disminuye considerablemente, no obstante es la más alta del grupo, presentando una elongación a la fractura de hasta 10% [1]. Es empleada en piezas sometidas a esfuerzos moderados, además representa una buena opción para la fabricación de componentes estructurales mediante procesos termo-mecánicos [8]. Su resistencia a la corrosión es aceptable.
- AZ61 (Mg, 6% Al, 1% Zn). Presenta una resistencia mecánica superior a la AZ31, aunque su elongación a la fractura es menor (9%) [1]. Su resistencia a la corrosión es elevada, mientras que su soldabilidad es limitada. También es empleada en aplicaciones de carga moderada.
- AZ81 (Mg, 8% Al, 1% Zn). Posee una alta resistencia, por lo que es empleada en elementos sometidos a esfuerzos mecánicos elevados. Su resistencia a la corrosión es alta. La ductilidad es menor a las anteriores debido a la gran cantidad presente de la fase  $\beta$ - $Mg_{17}Al_{12}$ .



- AZ91 (Mg, 9% Al, 1% Zn). Es una de las aleaciones de magnesio más utilizadas [17] debido a su elevada resistencia mecánica – alrededor de 300 MPa, deformada por extrusión [16]- . Su dureza se encuentra entre valores de 60 y 65 en escala Brinell [1] mientras que su elongación a la fractura –en pruebas realizadas a temperatura ambiente- es similar a la de la AZ81, entre 5 y 7% [1]. Es utilizada para la fabricación de componentes por fundición.

### Sistemas en aleaciones AZ.

#### Generalidades de los sistemas Mg-Al y Mg-Al-Zn. (Diagramas de fase)

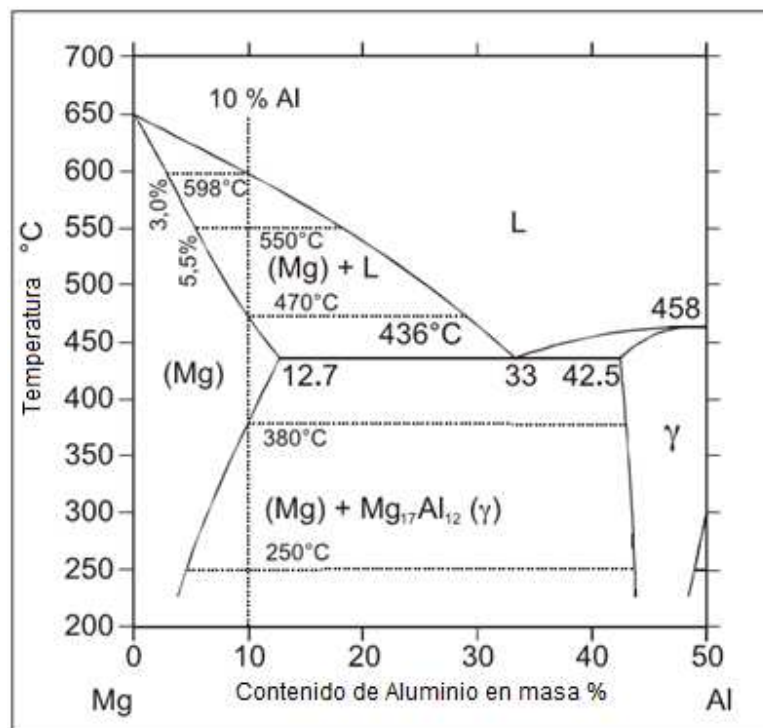


Figura 1. 10 Sección del diagrama Binario Al-Mg, correspondiente a la región con mayor contenido de Mg [1].

En la figura 1.10 se presenta el diagrama Al-Mg. Para el desempeño y evaluación de las aleaciones de Magnesio combinadas con aluminio, es necesario comprender la presencia de fases metaestables en las regiones con mayor contenido de Mg. La solubilidad máxima del Al en el Mg es de 11.8 % en peso atómico (12.7% en peso), a la temperatura del eutético (437 °C).

En primer lugar, se encuentra la región formada por las fases  $\alpha$ -Mg y la  $\beta$ - $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ , dentro de la cual se encuentra el punto eutéctico (69 at. % de Mg)  $L \rightarrow \alpha\text{-Mg} + \beta\text{-Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ . Esta región resulta fundamental para las propiedades de las aleaciones Mg-Al, debido a que la gran mayoría presentarán en su microestructura una matriz de  $\alpha$ -Mg y precipitados de  $\alpha$ -Mg +  $\beta$ - $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ . Debido al bajo punto de fusión (460 °C aproximadamente) la fase  $\beta$ - $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$  se vuelve suave y deformable a temperaturas mayores a los 150 °C. Lo anterior, implica que al encontrarse este en exceso o en forma de precipitados de gran tamaño afectará la resistencia y el desempeño de estas aleaciones, incluso desde temperaturas medianamente elevadas. Por lo tanto, uno de los principales retos en este tipo de aleaciones es la reducción de la cantidad de fase  $\beta$ - $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$  presente.

Por su parte, estas fases se distribuirán en zonas cercanas a los límites de grano y presentarán una morfología irregular. En el caso de las aleaciones procesadas por conformado, la geometría de estas fases será de tipo circular y estarán distribuidas, preferentemente, de manera intergranular [15].

La siguiente zona corresponde únicamente a la fase  $\beta$ - $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ . Esta fase suele recibir las denominaciones de fase  $\gamma$  (algunos diagramas de fase) o fase  $\beta$ , siendo esta última la más común. Esta se extiende desde 45 hasta un 60.5 % en peso atómico de Mg a 450 °C. Como ya se mencionó, su punto de fusión es cercano a los 460 °C. Las aleaciones con un mayor contenido de aluminio presentan más precipitados de esta fase dentro de la estructura eutéctica ya mencionada, por lo cual es necesario entender el comportamiento de la misma.

En algunos casos de aleaciones AZ, se pueden presentar junto a los precipitados mencionados algunas partículas de Zn ó Mn (lo cual dependerá de su composición exacta). También, el aluminio puede presentarse en conjunto con el Mn como precipitados de la forma  $\text{Al}_8\text{Mn}_5$  [17] o como simples partículas de Al-Mn. En conjunto con el Zn, se pueden llegar a presentar fases del tipo  $\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$ , en los límites de grano [14].

Por su parte, en el diagrama ternario Al-Mg-Zn se puede apreciar –para el rango de composiciones de las aleaciones AZ- la presencia de seis regiones, compuestas por las fases:  **$\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17} + \text{Mg}$ ,  $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17} + \text{Al}_2\text{Mg}_5\text{Zn}_2 + \text{Mg}$ ,  $\text{Al}_2\text{Mg}_5\text{Zn}_2 + \text{Mg}$ ,  $(\text{Al,Zn})_{49}\text{Mg}_{32} + \text{Mg} + \text{Al}_2\text{Mg}_5\text{Zn}_2$ ,  $\text{MgZn} + \text{Mg} + (\text{Al,Zn})_{49}\text{Mg}_{32}$  y  $\text{MgZn} + \text{Mg}$ .**

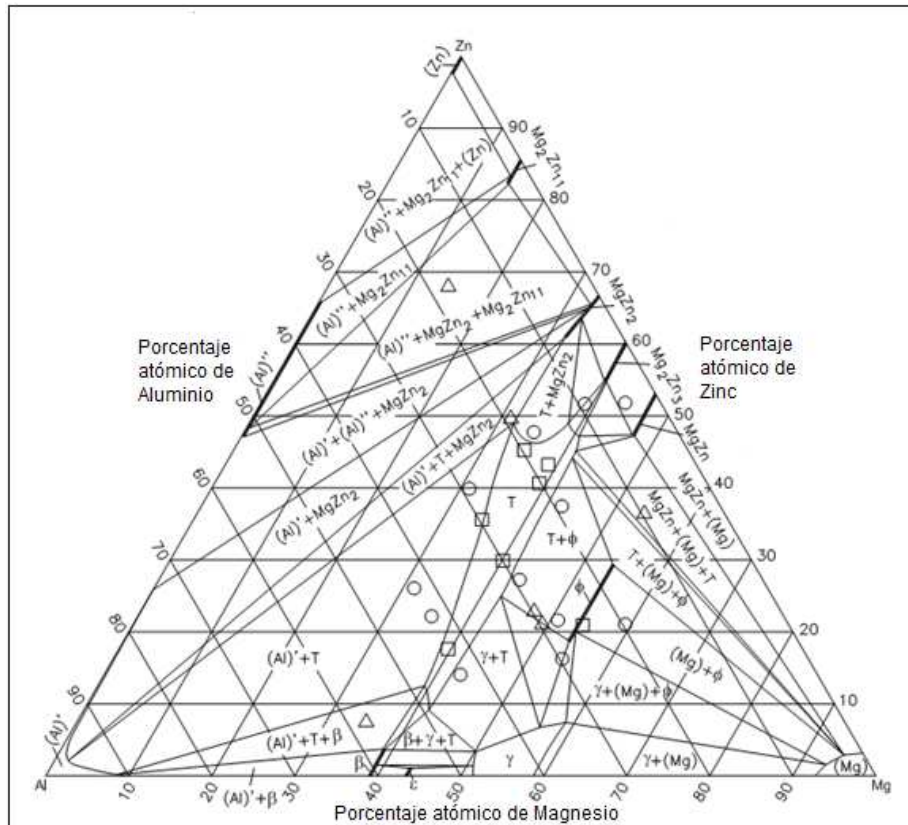


Figura 1. 11 Diagrama Ternario Al-Mg-Zn, sección isoterma a 335 °C [22].

Naturalmente, para las aleaciones con menor contenido de Zinc –por ejemplo la AZ31- la aparición de las 3 primeras fases, en la composición de los precipitados, será el caso más probable. Dentro de las mencionadas, se encuentran algunas de las fases presentes en el diagrama binario y en los resultados de estudios realizados para aleaciones AZ, salvo la fase  $\text{Al}_2\text{Mg}_5\text{Zn}_2$  (en lugar de la  $\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$ ). Esta variación se puede deber a que la estequiometría de la fase  $\text{Al}_2\text{Mg}_5\text{Zn}_2$  fue estimada con base en su estructura cristalina, por lo que puede variar respecto a la composición real de los precipitados presentes en la aleación [22].

## 1.4 Tratamientos termo-mecánicos en aleaciones de Magnesio.

### Generalidades sobre el proceso de laminación en aleaciones de magnesio.

La laminación es el proceso primario de deformación volumétrica más importante, ya que el 90% de los materiales son conformados por el mismo. Este consiste –en su variante más sencilla- en reducir el espesor de una placa en un porcentaje determinado, alargando la misma. Por su parte, el ancho de la placa sólo se incrementara ligeramente.



Figura 1. 12 Equipo de laminación marca Fenn.

En el caso de las aleaciones de Magnesio, la producción de placas laminadas es escasa en comparación con los productos de fundición. Lo anterior se debe a la poca capacidad que presentan este tipo de aleaciones para ser conformadas a temperatura ambiente. Su estructura de tipo hexagonal, bajo la condición mencionada, únicamente permite deslizamiento en los planos basales, ocasionando una baja ductilidad. Lo anterior, en conjunto con un comportamiento a la deformación altamente anisotrópico, produce concentración de esfuerzos en los límites de grano y provoca fallas durante la laminación.

Dado lo anterior, la laminación de aleaciones base Magnesio se realiza, en mayor medida, en caliente; esto se debe a que la capacidad de conformado de dichas aleaciones mejora considerablemente al incrementarse la temperatura. Debido a la estrecha relación que existe entre el tamaño de grano y las propiedades mecánicas, resulta necesario controlar cuidadosamente los parámetros del proceso – temperatura, velocidad y porcentaje de deformación- lo que permitirá obtener un tamaño de grano reducido, dando como resultado una mayor resistencia mecánica y ductilidad.

En las siguientes secciones, se describirán los efectos y fenómenos más comunes presentes en la laminación de aleaciones de Magnesio, incluyendo las relaciones entre los parámetros del proceso y la composición química con la microestructura y propiedades del material procesado.

### **Laminación en frío.**

Como ya se ha mencionado, el conformado en frío de aleaciones de Magnesio resulta complicado debido a la poca ductilidad que presentan bajo dicha condición. En general, los procesos en frío deben ser llevados a velocidades de deformación muy lentas y a porcentajes de reducción bajos. Sin embargo, el endurecimiento ocurrido por el trabajo en frío afecta el desempeño de la placa conformada; lo cual requerirá de tratamientos térmicos posteriores para la recuperación de propiedades.

La falta de plasticidad también se atribuye a la formación de maclas en la microestructura. Es un fenómeno común y surge cuando la estructura cristalina no se encuentra en la orientación adecuada para permitir el deslizamiento a través del plano basal; por lo que constituye el segundo más importante mecanismo de deformación de estas aleaciones. A su vez, la presencia de estas constituye una importante barrera para el movimiento de dislocaciones, ocasionando un incremento en la resistencia del material. Sin embargo, las interacciones ocurridas durante este proceso pueden ocasionar la propagación de microfracturas, afectando la ductilidad.

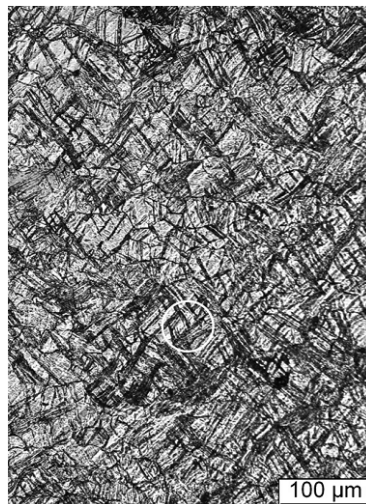


Figura 1. 13 Formación de maclas dentro de la microestructura en una aleación AZ31 [9].

La formación de maclas dentro de la matriz, dependerá de de la orientación de la carga y la tasa de deformación aplicada. Por lo general esto ocurre, en mayor medida, bajo esfuerzos de compresión externos y velocidades de deformación bajas [4, 5, 9]. Mientras menor sea la presencia de estas dentro de la matriz, mayor será la ductilidad de la aleación. El refinamiento de grano [3] y la realización de tratamientos térmicos pueden inhibir este fenómeno. A su vez, un tamaño de grano menor permitirá mantener la resistencia otorgada por el bloqueo de dislocaciones.

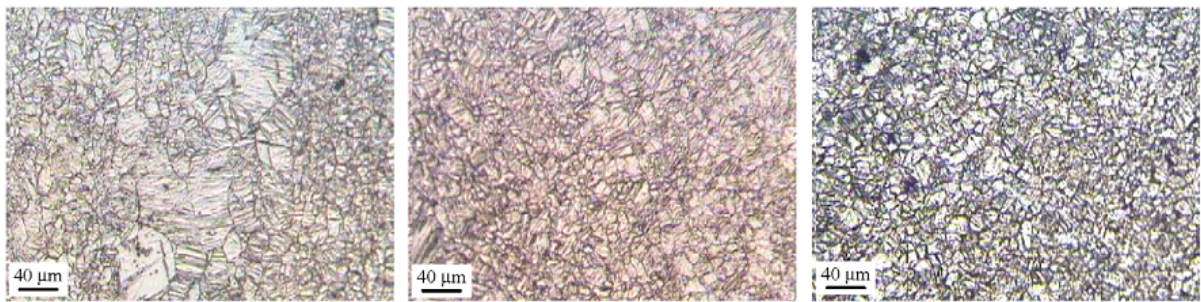


Figura 1. 14 Evolución microestructural por medio de conformado para una aleación AZ31 [5].

Por su parte, los elementos de tierras raras han demostrado incrementar la plasticidad a temperatura ambiente de estas aleaciones. En algunos sistemas Mg-Re, la adición de incluso 0.1%wt de mezclas de metales de tierras raras combinados con Cerio, Lantano, Praseodimio o Neodimio, consigue mejoras en la ductilidad. Este cambio se debe, principalmente, a que la formación de nuevos intermetálicos del tipo  $Al_{11}Re$ ,  $Al_4Re$  o  $Al_2Re$  inhibe el crecimiento de grano. La microestructura refinada impedirá la formación de maclas, mejorando la plasticidad. El aumento de dicha propiedad resulta proporcional a la cantidad de dopante, hasta llegar a un límite de solubilidad (Tabla 1.8). En este punto, el crecimiento de las nuevas fases generara un efecto adverso en el tamaño de grano, mientras que el cambio en la morfología de las partículas favorecerá la propagación de microfracturas [1, 6, 7].

Porcentaje de Neodimio (Nd) en masa	Elongación [%]
0	3.8
0.16	9.6
0.81	17
1.49	18.6
2.54	26.5
4.22	33
6.15	20.7

Tabla 1. 8 Relación entre porcentaje de Nd y porcentaje de elongación para una aleación Mg-Nd. La plasticidad a temperatura ambiente se mejora al incrementarse la cantidad de dopante, hasta llegar al límite de solubilidad [2].

Debido al refinamiento microestructural ocurrido, existe un incremento en el esfuerzo de fluencia y el esfuerzo último a tensión. Estos cambios son proporcionales al porcentaje de deformación aplicado. Como consecuencia del trabajo en frío, el porcentaje de elongación de las aleaciones Mg-Re tiende a reducirse, resultando inferior que valores registrados para los mismos sistemas sometidos a tratamientos térmicos posteriores. No obstante, su plasticidad se mantiene mayor comparada con las aleaciones sin dopantes de este tipo.

Porcentaje de Europio en masa	Esfuerzo a tensión máximo [MPa]	Esfuerzo de Fluencia [MPa]	Elongación [%]
0	223	-----	6.9
0.9	220	170	6.2
2	261	235	11.7
5.9	302	257	4.4

Tabla 1. 9 Propiedades mecánicas de una aleación Mg-Eu probada a temperatura ambiente [2].

### Laminación en caliente.

Es el proceso más empleado para la fabricación de láminas de Magnesio. Por esta razón, es sujeto a investigación continua, misma que tiene por objetivo encontrar nuevas relaciones de parámetros ó composiciones químicas que permitan optimizar tanto el laminado como los productos obtenidos del mismo.

Las aleaciones del grupo AZ son las más utilizadas en este proceso. Para estos sistemas, como ya es sabido, la presencia de Aluminio y Zinc incrementa su ductilidad a cualquier temperatura. Sin embargo, el procesamiento de este grupo de aleaciones es llevado a cabo en caliente. Lo anterior, se debe a que al incrementarse la temperatura (a partir de 200 °C) la ductilidad mejora considerablemente, permitiendo incrementar los porcentajes de reducción y velocidades de deformación.

Para las aleaciones AZ31, la temperatura ideal de conformado varía entre los 300 y 450 °C [1, 2, 8]. La elección de la temperatura y la tasa de deformación aplicada son sumamente importantes, ya que sus efectos tienen importantes consecuencias en la microestructura y propiedades mecánicas. Por ejemplo a altas temperaturas y velocidades de deformación bajas, se tiene una reducción en el esfuerzo de fluencia y un aumento de la ductilidad. Por el contrario, a mayores tasas de deformación se favorecen diversos mecanismos de endurecimiento que incrementarán la resistencia del material, disminuyendo su plasticidad [10].

Lo anterior, se debe a múltiples fenómenos ocurridos durante la deformación. Para los casos con temperatura alta, la elevada cantidad de energía permite la eliminación de defectos en la red cristalina, el reacomodo de dislocaciones y liberación de esfuerzos. Así mismo, proporciona suficiente energía para superar la energía de activación del material, con lo que se favorecerá el crecimiento del grano recrystalizado. La relación de estos fenómenos con una velocidad de deformación baja, consiste en que esta condición proporciona el tiempo necesario para que estos se desarrollen [10].



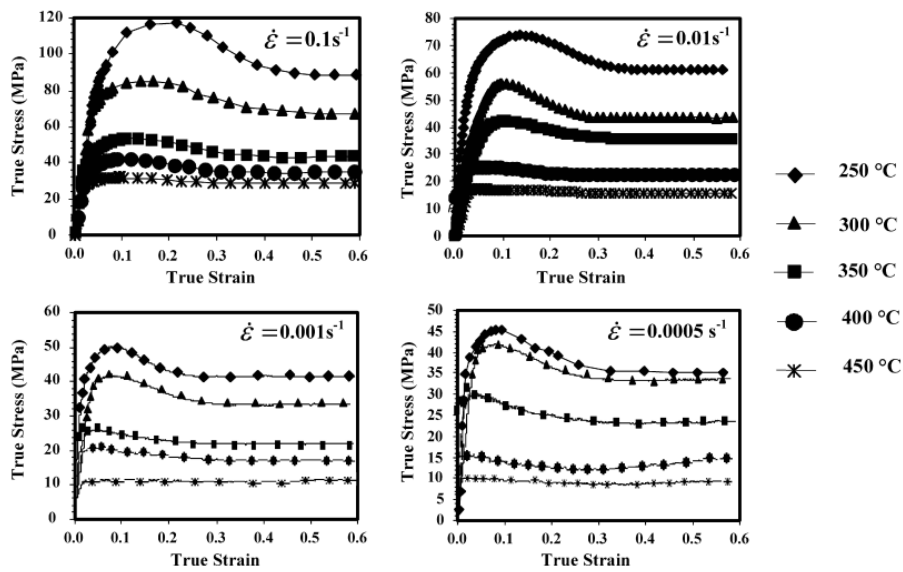


Figura 1. 15 Variación de propiedades mecánicas respecto a los parámetros de laminación [10].

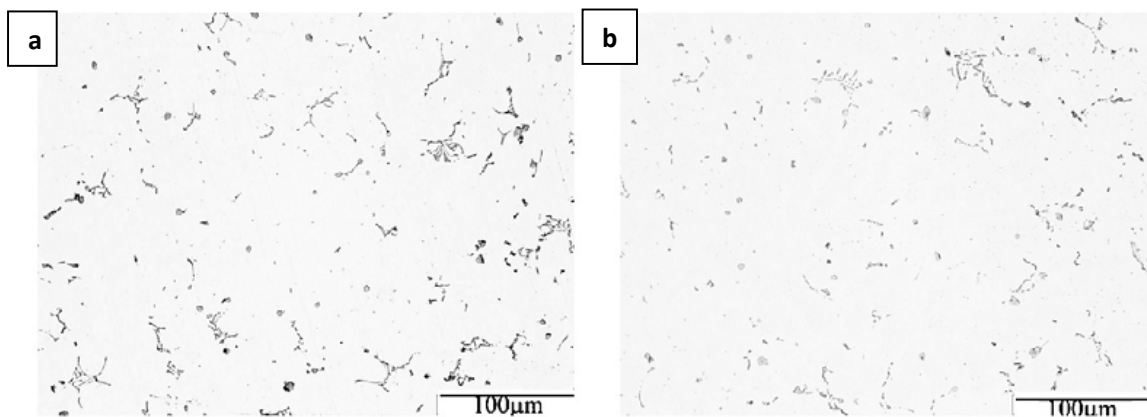
Es importante mencionar que la laminación en caliente de aleaciones base Magnesio no se encuentra exenta de la formación de maclas en la microestructura. Al igual que el proceso en frío, estas tienen preferencia por originarse a bajas tasas de deformación [9]. Sin embargo, en este caso el efecto no resulta tan perjudicial, ya que el incremento de la temperatura provee a la estructura del Magnesio de sistemas de deslizamiento adicionales. No obstante, en algunos casos es requerido un tratamiento térmico posterior para su total eliminación.

Dada la necesidad de fabricar láminas con un adecuado nivel de resistencia y ductilidad, resulta también indispensable el control del crecimiento de grano durante el conformado en caliente. Un tamaño de grano refinado, equiaxiado contribuye a obtener una adecuada resistencia, mientras que a su vez, permite la generación de mecanismos como deslizamiento de límites de grano (GBS por sus siglas en inglés) y la activación de otros sistemas como los prismáticos y los no basales. En el estudio realizado por Fatemi-Varzaneh (et.al) [3] se ha demostrado que dichos fenómenos contribuyen a mejorar la plasticidad de este grupo de aleaciones.

La presencia de fases secundarias es un aspecto importante a considerar en el laminado de aleaciones de Magnesio, ya que estos también influyen en las propiedades mecánicas y en el pre-procesamiento que deba recibir el material antes de ser conformado. En las aleaciones del grupo AZ, las fases secundarias más comunes son:

- $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$
- $\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$
- en algunos casos, partículas de Al-Mn.

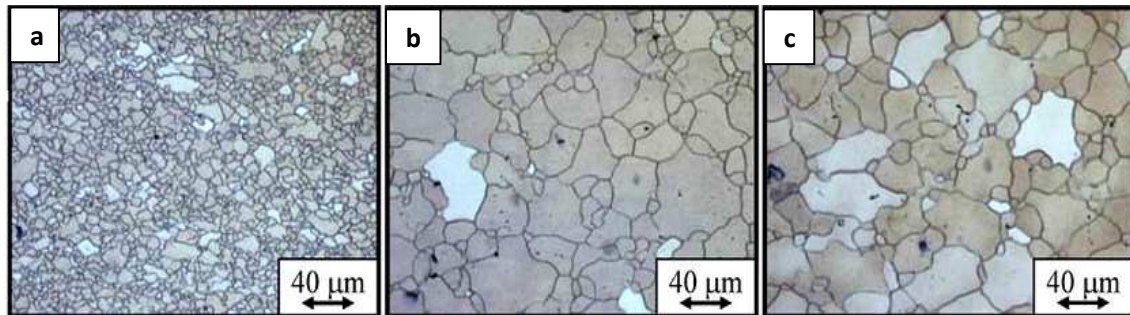
Como ya se ha indicado, la morfología y cantidad de estos precipitados en la matriz afecta el desempeño de la aleación. Por lo tanto, sobre todo en aleaciones del tipo AZ, resulta adecuado un previo proceso de homogenización, cuyo objetivo principal es redistribuir los precipitados secundarios, de manera que su morfología irregular de fundición no genere la propagación de microfrazuras durante la deformación del material. Básicamente, consiste en precalentar el material a una determinada temperatura (por lo general 400 °C) por un lapso de tiempo definido. Lo anterior, permite la acción de diversos procesos de difusión que redistribuirán los precipitados en la matriz, o en su defecto, los eliminarán de la misma.



**Figura 1. 16 Comparación microestructural entre una aleación AZ31 con 4 horas de homogenización (a) y 10 horas de homogenización (b) [3].**

Como ya se ha mencionado anteriormente, la adición de elementos microaleantes se ha convertido en un factor clave para mejorar el desempeño de las aleaciones de Magnesio. En el caso del laminado de placas, elementos como el Calcio, el Cerio y el Gadolinio han demostrado, en el grupo AZ, mejoras en la capacidad de conformado y en las propiedades mecánicas de las laminas fabricadas. Dichas mejoras corresponden, entre otros aspectos, a los cambios sufridos por la fase intermetálica  $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ , conocida por ser sumamente suave a temperaturas elevadas y que en gran proporción, provoca una disminución de las propiedades mecánicas globales. Por lo tanto, la reacción de los elementos microaleantes (sobre todo de tierras raras) con el aluminio

presente en esta fase, reduce la cantidad de la misma, modificando incluso su morfología. Una nueva fase del tipo  $Al_{11}RE$  o  $Al_2RE$  aparecerá en la matriz, actuando en algunos casos como inhibidora del crecimiento de grano, lo que tiene como consecuencia el refinamiento de la microestructura, así como la activación de nuevos sistemas de deslizamiento, incrementando la capacidad de laminado y las propiedades de la placa conformada.



**Figura 1. 17 Evolución de tamaño de grano en aleación AZ31 laminada en caliente y sometida a tratamiento térmico de revenido [11].**

En el caso de las AZ microaleadas, la formación de nuevas fases modifica la morfología de las ya existentes, lo que hace posible reducir el tiempo de homogenización. En diversos estudios [3,4] se ha demostrado que aleaciones AZ31 con 1.5 a 2 % peso de Cerio o Gadolinio, con 4 horas de homogenización, consiguen una mayor capacidad de laminado que las aleaciones similares con menor cantidad de dopante, homogenizadas 10 horas. Lo anterior, representa un aspecto de gran interés, ya que la reducción en duración de dicho proceso representa un ahorro de energía considerable [4].

### **Generalidades sobre los fenómenos ocurridos en los tratamientos de recristalización y/o crecimiento de grano.**

Durante el laminado o cualquier proceso de deformación plástica, la microestructura de una aleación sufre un cambio drástico respecto a la presentada en fundición; ya que esta pasa de una morfología de tipo dendrítico a una de tipo policristalino, conformada por nuevos granos, orientados en la dirección de la laminación. A su vez, esta también presentará una gran cantidad de defectos originados por el proceso de deformación, tales como una elevada densidad de dislocaciones, defectos de maclado, bloqueo de sistemas de deslizamiento por dislocaciones,

entre otros. En general, la red cristalina tendrá una gran cantidad de energía acumulada y con alta concentración de esfuerzos.

Lo anterior, afecta en algunas de las propiedades del material, tales como la resistencia mecánica y la ductilidad. El endurecimiento por deformación plástica (el cual engloba los defectos ya mencionados) ocasiona un incremento de la primera, principalmente. Sin embargo, la ductilidad disminuye considerablemente [24].

Por lo tanto, para eliminar el estado de elevada energía, la mayoría de las aleaciones son sometidas a un tratamiento térmico de recristalización y/o crecimiento de grano (denominado como Revenido para otras aleaciones). Este tratamiento tiene como finalidad generar una nueva red libre de esfuerzos, cuyas propiedades sean sumamente similares a las propiedades originales del material. Es decir, es un proceso que mediante la adición de energía calorífica al sistema reduce los efectos ocasionados por el endurecimiento por deformación y otros fenómenos. Sin embargo –bajo el adecuado control de los parámetros del tratamiento- el material puede mantener una resistencia mecánica superior a la de su estado previo a la deformación. Lo anterior, debido a la relación entre el tamaño de grano recristalizado y el grado de deformación aplicado. En el caso de las aleaciones de Magnesio AZ, este tratamiento permite, principalmente, la eliminación de maclas y la redistribución (u homogenización) de precipitados de fases como, por ejemplo, la  $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ .

Para aleaciones del grupo AZ sometidas a tratamientos termo-mecánicos, el control del tamaño de grano final es uno de los principales aspectos a controlar. Esto debido a que, como se ha mencionado, la resistencia mecánica es dependiente (en gran medida) del tamaño de grano final; resultando de gran importancia el control adecuado de la temperatura y la duración de este tratamiento. Esto permite obtener una aleación con una estructura refinada y libre de esfuerzos residuales, pero con resistencia mecánica y ductilidad adecuadas. Así mismo, el conocimiento de los efectos en la cinética microestructural ocasionados por un tratamiento térmico de alta temperatura resulta de gran interés para la predicción del comportamiento de estas aleaciones en condiciones de trabajo a altas temperaturas.

Un tratamiento térmico de recristalización y/o crecimiento de grano se divide en 3 etapas que dan origen a su nombre, las cuales son: recuperación, recristalización y crecimiento de grano [23] y que dan el nombre a este tipo de tratamientos. Estas se explican a continuación.

### **Recuperación.**

En esta etapa, se libera parte de la energía acumulada por el deslizamiento de planos y el movimiento de dislocaciones, así como de todos los mecanismos asociados al endurecimiento por este defecto. Sin embargo, en esta etapa aún no se presentan cambios considerables en la morfología microestructural y sólo algunas propiedades físicas –como la resistencia eléctrica, vuelven a sus condiciones originales.

Durante la deformación, la densidad de dislocaciones se incrementa considerablemente. Una elevada cantidad de dislocaciones favorece el fenómeno de bloqueo por movimiento de las mismas, además de todos los procesos involucrados durante la deformación plástica del material. En conjunto, se presentan regiones con elevada distorsión y energía acumulada.

Por lo tanto, en esta etapa, la energía aportada al sistema por medio del tratamiento térmico reorganiza a las dislocaciones presentes; eliminándose algunas (signos opuestos) mientras que otras se reordenan empleando los sitios vacantes disponibles en la red. A este último proceso, se le conoce como **escalamiento de dislocaciones** y es térmicamente activado.

Además de este último, el otro principal mecanismo ocurrido durante la recuperación es conocido como **poligonización**. Este consiste en un proceso de agrupamiento -auxiliado por migración de vacantes- de las dislocaciones presentes de manera vertical, formándose un pequeño límite de sub-grano, mismo que rodeará a un nuevo arreglo atómico denominado como sub-grano. El alineamiento de dislocaciones disminuye los campos de tensión y compresión generados por las mismas. A su vez, en este proceso, se reduce la curvatura de la red formada por el exceso de dislocaciones de borde presentes [23].

### **Recristalización.**

Durante esta etapa, se genera una nueva red libre de esfuerzos y con características diferentes a la deformada. Lo anterior, debido a un proceso de nucleación y a otro de migración de átomos a través de los límites de grano. Ambos activados térmicamente, pero que también se llevarán a cabo por la energía almacenada en la red.

El mecanismo de la recristalización consiste, básicamente, en el crecimiento de los pequeños sub-granos (formados por **poligonización**). La función de estos como partículas nucleantes, se debe a su menor nivel de energía respecto a la matriz que los rodea; condición que permitirá el inicio de esta nueva nucleación.

El crecimiento de los sub-granos ocurre también en varias etapas. Durante las primeras, la diferencia de orientación entre los sub-granos y la matriz es muy pequeña, permitiendo así una elevada transferencia de átomos entre los límites de sub-grano. Posteriormente, la diferencia en orientación es mayor, disminuyendo la transferencia de átomos. No obstante, en algunos subgranos, esta se ve favorecida por el cambio en la orientación. Cuando esta variación alcanza hasta 30 o 40°, la movilidad en esta región aumenta considerablemente, debido a las irregularidades de la red en esta zona. Por consiguiente, estos sub-granos crecen rápidamente, dando origen a un nuevo grano recristalizado.

El crecimiento de los sub-granos requiere de tres condiciones para llevarse a cabo, las cuales son: un nivel elevado de deformación plástica aplicado al material, tamaño del sub-grano creciente superior a los de su alrededor y capacidad para continuar el crecimiento a través de las regiones intergranulares remanentes de elevada curvatura. La primera resulta sumamente importante, debido a que la diferencia entre dos estados energéticos de la red será igual a la fuerza motriz disponible (en conjunto con la energía térmica) para la activación de los procesos de migración atómica. Una elevada cantidad de deformación aplicada implica mayor energía almacenada en la red, por lo que la diferencia energética entre esta y los sub-granos formados durante la poligonización será mayor. Por lo tanto, el proceso se puede llevar a cabo con un menor requerimiento de energía térmica; disminuyendo así la temperatura del tratamiento térmico.

Por su parte, el contenido de impurezas y precipitados (generados por la adición de elementos aleantes) también tiene efectos considerables durante la re-cristalización. En el primer caso, las partículas tienden a segregarse en las regiones cercanas a los límites y límites de sub-grano, disminuyendo la movilidad de los átomos; requiriendo con ello mayor energía para el crecimiento de sub-granos. Para el caso de los precipitados, la cantidad así como la morfología y distribución de los mismos influyen en este proceso. Precipitados finos, dispersos en los límites y sub-límites de grano impiden la transferencia de átomos. En cambio, precipitados de geometría irregular y de gran tamaño favorecen a la rapidez de recristalización. Lo anterior, se debe a que durante la deformación estos acumularán -en sus regiones aledañas- una gran densidad de dislocaciones y

desviaciones de orientación, entre otros defectos. Por consiguiente, estas pequeñas regiones poseerán una elevada cantidad de energía almacenada, lo que proporciona una gran fuerza motriz para el inicio de la recristalización [23].

### **Crecimiento de grano.**

Una vez finalizado el proceso de recristalización (también denominado **recristalización primaria**) es decir, cuando ya se han eliminado todos los esfuerzos presentes en la red por medio del crecimiento de los sub-granos, la red tiende a disminuir su energía al nivel mínimo por medio de la reducción de superficie de grano. Esta área corresponde a la extensión de los límites de grano, cuyo nivel energético es elevado debido a la mayor energía libre de los átomos ahí localizados. Consecuentemente, para disminuir la energía, el material reduce el área de estas regiones. A este nuevo proceso se le llama **crecimiento de grano**.

Al finalizarse la **recristalización primaria**, los límites de los nuevos granos tienden a adquirir una geometría rectilínea, por lo que tendrán una morfología poligonal de seis lados bien definida. Esta condición implica que las tensiones superficiales (la energía del límite) en los granos adyacentes serán de la misma magnitud y se encontrarán en direcciones situadas a  $120^{\circ}$  entre ellas. Este arreglo representa en sí un sistema metaestable, ya que al incrementarse la temperatura, la geometría de los granos se distorsiona, modificándose el número de lados del polígono formado por el grano, así como su curvatura. Esta condición, propicia que el grano modificado intente recuperar su forma rectilínea, afectando la condición de equilibrio mencionada entre las tensiones superficiales y provocando la absorción del grano en la red de acuerdo al siguiente criterio: granos con morfología poligonal de menos de seis lados serán absorbidos más fácilmente por la red que los que posean un mayor número de lados. Este último fenómeno, constituye la base del mecanismo ocurrido durante esta nueva etapa y es conocido como **crecimiento normal de grano**.

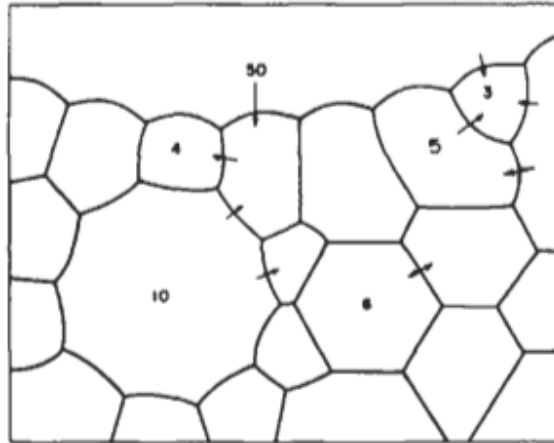


Figura 1. 18 Esquema representativo de la influencia del número de lados en el límite de grano durante el crecimiento [26].

En el **crecimiento normal de grano**, al ser absorbidos los granos pequeños de la red, el nivel energético de esta disminuirá; permitiendo sólo el crecimiento de los granos de mayor tamaño. La fuerza motriz para esta fase del crecimiento, es directamente proporcional a la tensión superficial e inversamente proporcional al radio de curvatura mínimo para el crecimiento del grano, lo cual es posible de expresar mediante la relación:

$$F \propto \frac{2\gamma}{R}$$

Donde  $\gamma$  es la energía específica interfacial del límite [23]. Por su parte, si el valor de R es aproximado al diámetro de un grano, entonces es posible obtener la siguiente relación para el tamaño de grano crítico:

$$nF \approx \frac{2\gamma}{d_{critico}} ; n = \frac{3f}{2\pi r^2} ; f = \text{factor de corrección}$$

Por lo tanto:

$$d_{critico} \approx 2\gamma \left( \frac{2\pi r^2}{3f\pi r\gamma} \right) = \frac{4r}{3f}$$

La fuerza motriz irá disminuyendo conforme el radio R aumente. En el punto en donde la fuerza motriz sea mínima y la presencia de precipitados dificulte considerablemente la migración de átomos, es donde se detendrá el crecimiento de grano.



Sin embargo, en algunos casos, se podrá presentar un excesivo crecimiento del grano. Mismo que tiene la posibilidad de generarse mediante dos procesos: Aplicación de un tratamiento termomecánico controlado y **recristalización secundaria** [23]. En el primer caso, es conocido que la distribución del tamaño de grano, después de la **recristalización primaria**, es determinada por el porcentaje de deformación aplicado. Esta relación se mantiene durante la etapa de crecimiento, donde la heterogeneidad en el tamaño de grano favorece el mecanismo de absorción de granos pequeños ya descrito, acelerando la cinética de crecimiento. Este último fenómeno es auxiliado por la aplicación de energía térmica, generando un crecimiento preferencial de granos, los cuales absorberán a otros más inestables.

Por su parte, la **recristalización secundaria** es un proceso en el cual el material ha pasado por una **recristalización primaria** y es llevado a una temperatura más alta, bien definida, para originar un fenómeno de **crecimiento "anormal"** de los granos. Este último, consiste en el crecimiento exagerado en regiones específicas; teniendo estos un tamaño superior y una orientación distinta a los restantes.

Al igual que en el **crecimiento normal de grano**, la fuerza motriz para la **recristalización secundaria** es la energía almacenada en los límites de grano. Para que ocurra en especial este fenómeno, deben satisfacerse determinadas condiciones. Una de ellas, es la distribución de las partículas de fases secundarias. Una baja concentración de precipitados en los límites de grano promueve un crecimiento extraordinario del grano, rompiendo con mayor facilidad el estado de equilibrio de tensiones superficiales -con respecto a las zonas de granos pequeños- y originando una gran movilidad de los límites de grano, favoreciendo el crecimiento [23,26].

#### **Cinética de crecimiento de grano.**

Para el mecanismo de crecimiento normal de grano, como ya se ha mencionado, existe una relación entre su radio de curvatura y la energía en los límites (la tensión superficial). De este modo, resulta posible modelar el crecimiento de grano mediante la ecuación [26]:

$$\frac{dD}{dt} = \frac{k}{D}$$

La anterior, representa que la tasa de crecimiento es directamente proporcional al inverso del tamaño de grano, mismo que también es directamente proporcional al radio de curvatura del

mismo. Por su parte,  $K$  es una constante de proporción dependiente de la temperatura dada por la ecuación de Arrhenius:

$$K = K_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right)$$

Donde  $Q$  es la energía de activación,  $R$  la constante del gas universal,  $T$  la temperatura absoluta del tratamiento de recocido y  $K_0$  una constante. El valor de  $Q$  depende del contenido de impurezas y de la deformación aplicada. Cabe mencionar que la energía de activación representa la energía que debe aportarse al sistema para que este –en conjunto con la energía almacenada en la red- pueda recuperar la mayoría de sus propiedades. Lo anterior, a consecuencia de que todos los cambios mencionados durante las etapas del recocido sólo pueden ocurrir -de manera espontánea- a altas temperaturas. El incremento de la temperatura permite la activación de procesos difusivos y de movimiento de fronteras de grano, además de proveer la energía necesaria para los distintos mecanismos de crecimiento de grano.

Resolviendo el modelo para el crecimiento de grano, se tiene la siguiente ecuación para el tamaño de grano [20]:

$$D - D_0 = kt^n$$

En la cual  $D$  es el tamaño promedio de grano,  $D_0$  es el tamaño inicial,  $t$  es el tiempo de tratamiento,  $k$  la constante de temperatura de la ecuación de Arrhenius y  $n$  el exponente de tiempo. El valor de este último, en condiciones ideales de crecimiento y para materiales puros, es muy cercano o igual a 0.5. Por lo tanto, el valor de este coeficiente está determinado por las condiciones del tratamiento y el contenido de precipitados e impurezas. Su magnitud, puede obtenerse mediante la ecuación para tamaño de grano en forma logarítmica:

$$\ln(D - D_0) = \ln k + n \ln t$$

De esta forma, graficando los valores promedio de tamaño de grano contra el tiempo de tratamiento, se puede calcular dicho coeficiente [12].

# Capítulo 2.

## Desarrollo experimental.

## Capítulo 2. Desarrollo experimental.

### 2.1 Fabricación de aleaciones.

#### Fundamentos de la fusión por inducción electromagnética.

El horno de inducción basa su funcionamiento en el principio de inducción electromagnética empleado en los transformadores eléctricos; en el cual, un flujo de corriente a través de un conjunto de espiras de cobre, genera un campo magnético. Al colocarse un elemento o material conductor dentro de este campo, se origina una corriente inducida que fluye a través de dicho objeto.

En el caso del horno, el circuito primario está conformado por la bobina de cobre conectada al equipo, mientras que el objeto a calentar actuara como un circuito secundario en corto circuito. Por lo tanto, al fluir la corriente inducida a través del mismo, se emite una cantidad de calor considerable. A su vez, el material es sometido a ciclos de magnetización y desmagnetización (materiales ferro magnéticos) originando ciclos de histéresis y con ello, pérdida de energía electromagnética a través de calor. Por su parte, la excitación molecular creada por la oscilación del campo magnético contribuirá al proceso.

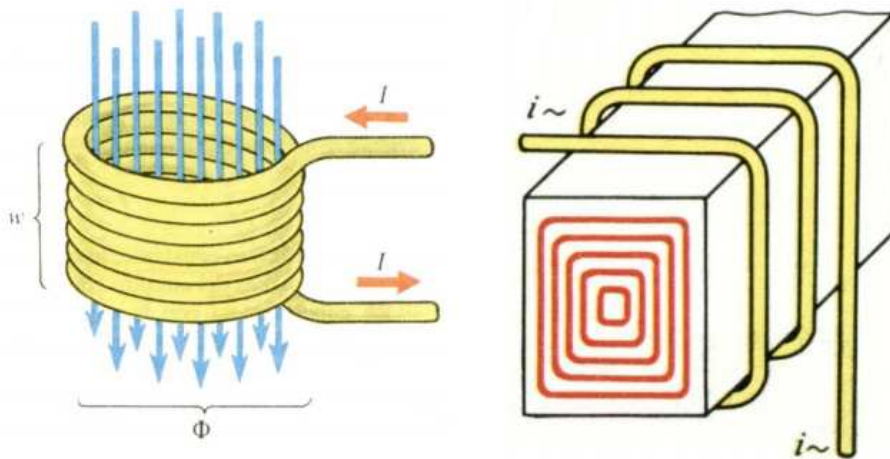


Figura 2. 1 Fenómeno de inducción electromagnética y calentamiento de un cuerpo por corriente inducida.

## Horno de Inducción.

Los hornos de inducción comenzaron a utilizarse durante la segunda guerra mundial para la aplicación de tratamientos térmicos. En la actualidad, representan una de las alternativas más viables y eficientes para los procesos de fundición de metales.



Figura 2. 2 Horno de inducción Leybold-Heraus

Las principales ventajas que otorga el horno de inducción son:

- Alta eficiencia energética.
- Gran rapidez para efectuar el proceso.
- Capacidad para calentar piezas sin necesidad de contacto directo.
- Control de gran precisión.

Los componentes básicos del horno de inducción son la fuente de potencia, la estación de calentamiento y la bobina inductora.

**Fuente de potencia.** Regula y rectifica la corriente alterna de alimentación (con voltaje de 300 a 400 V) enviándola al convertidor de frecuencia para la generación del campo magnético en la bobina. La frecuencia de operación del equipo depende del espesor y el tamaño de los elementos a calentar, además de la rapidez de generación de calor deseada.

**Estación de calentamiento.** Su objetivo es ajustar la frecuencia y el voltaje de operación. La bobina se encuentra acoplada a esta unidad y comparte el sistema de enfriamiento con la fuente. Puede ir separada o integrada a esta última.

**Bobina inductora.** Por lo general, se construye a partir de tubo de cobre. Esto con el objetivo de que pueda circular el agua de enfriamiento a través de la misma. Su diseño depende de la geometría y las condiciones de operación del cuerpo a calentar. También debe generar un perfil de calentamiento apropiado para asegurar la máxima eficiencia del proceso.

### Procedimiento experimental.

La elaboración de las aleaciones se llevó a cabo con el horno de inducción Leybold-Heraus, debido a que este equipo permite la operación del proceso bajo una atmósfera controlada, además de contar con la capacidad necesaria para fabricar la cantidad requerida de cada aleación.

Para el uso del equipo, se deben efectuar las siguientes operaciones:

- Colocación de la muestra y preparación de la cámara.
- Generación de vacío y purga.
- Carga con gas Argón de alta pureza (Control de atmósfera para evitar oxidación).
- Retiro y apagado de sensores y equipos electrónicos (empleados en la instrumentación).
- Encendido del horno (sólo controles)
- Revisión del sistema de enfriamiento (disponibilidad de líquido refrigerante en el equipo).
- Encendido de la fuente.
- Control de potencia (de acuerdo a la evolución del proceso).
- Desconexión de la fuente.
- Enfriamiento y evacuación de gases.

### Proceso de fundición.

Fueron preparadas dos aleaciones AZ31-XPr ( $x=0.1$  y  $0.3$  %peso) así como la AZ31. La selección del porcentaje añadido de Pr se realizó con base en la solubilidad promedio de este en el magnesio.

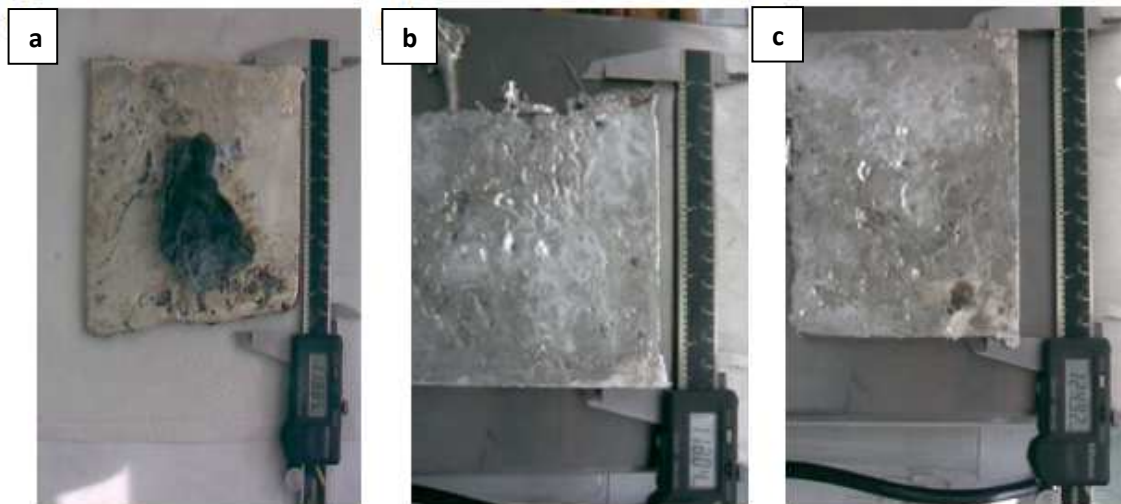
Como materiales base, se emplearon lingotes de Mg (99.98 %peso) Al (99 %peso) y Zn (99.9 %peso). La adición de Praseodimio se realizó de forma directa en forma de lingote sólido. El conjunto de precursores fue agregado en un crisol de grafito recubierto con nitruro de Boro y fundido por alrededor de 20 minutos a 800 °C. Durante la fusión se agitó la mezcla para una mejor homogenización de los componentes.

Fueron preparados 200 gramos de cada aleación, la concentración de elementos base empleada para cada una de ellas, se presenta en la siguiente tabla:

	AZ31	AZ31-0.1Pr	AZ31-0.3Pr
<b>Mg (g)</b>	192	191.8	191.4
<b>Al(g)</b>	6	6	6
<b>Zn (g)</b>	2	2	2
<b>Pr(g)</b>	-	0.2	0.6

**Tabla 2. 1 Cantidad en peso de los distintos elementos aleantes para la fabricación de las aleaciones.**

Por su parte, el proceso de colado se realizó en una lingotera de hierro recubierto con nitruro de Boro, siendo este realizado de manera continua y bajo atmósfera controlada de Argón para evitar pérdidas por oxidación y/o combustión, obteniéndose lingotes de dimensiones homogéneas.



**Figura 2. 3 Lingotes de las aleaciones fabricadas: a) AZ31 b) AZ31 0.1 Praseodimio y c) AZ31 0.3 Praseodimio.**

## 2.2 Conformado por laminación.

### Laminación en frío.

#### Procedimiento experimental.

La laminación en frío se llevó a cabo con el objetivo de analizar el comportamiento de la aleación fabricada durante este proceso. Este último, se realizó aplicando un 5% de deformación entre pasos, a una velocidad del rodillo de 2 (m/min) en un equipo marca Fenn de doble rodillo. La evolución del proceso se presenta en la tabla 2.2.

Paso	Medida teórica, mm	Medida experimental, mm	Reducción, mm	Reducción, in	Deformación parcial, %
1	10.93	10.93	0.5465	0.02151575	5
2	10.3835	10.4	0.52	0.02047244	5
3	9.88	9.91	0.4955	0.01950787	5
4	9.4145	9.38	0.469	0.01846457	5
5	8.911	8.9	0.445	0.01751969	5
6	8.455	8.49	0.4245	0.0167126	5
7	8.0655	8.01	0.4005	0.01576772	5

Tabla 2. 2 Datos de control para el proceso de laminación en frío.

En la anterior, la columna denominada Medida teórica representa el espesor esperado (obtenido de restar la cantidad reducida al espesor anterior) para la placa después de aplicada la deformación, mientras que la nombrada experimental expresa la medida real de la muestra después del proceso de laminación. El dato de reducción indica la disminución de espesor en cada paso, tanto en milímetros (mm) como en pulgadas (in).

Por su parte, la deformación total obtenida fue de 26.2%. Naturalmente, y como ya se ha mencionado, el desempeño del laminado en esta condición resulta pobre, resultando imposible llegar a un espesor reducido por la presencia de fracturas en gran parte de la muestra, durante el mismo.





Figura 2. 4 Muestra procesada por laminación en frío.

### Laminación en caliente.

Este proceso se efectuó para cada uno de los sistemas fabricados, a una temperatura promedio de 350 °C, una velocidad de rodillo de 10(m/min) y un 15% de deformación entre cada paso con un equipo Fenn de doble rodillo. El proceso fue llevado a cabo evitando un contacto prolongado con el equipo de laminación, esto debido a la rápida disipación de calor que presentan este tipo de aleaciones; evitándose así un posible enfriamiento de las muestras y un desempeño erróneo de la deformación en caliente.

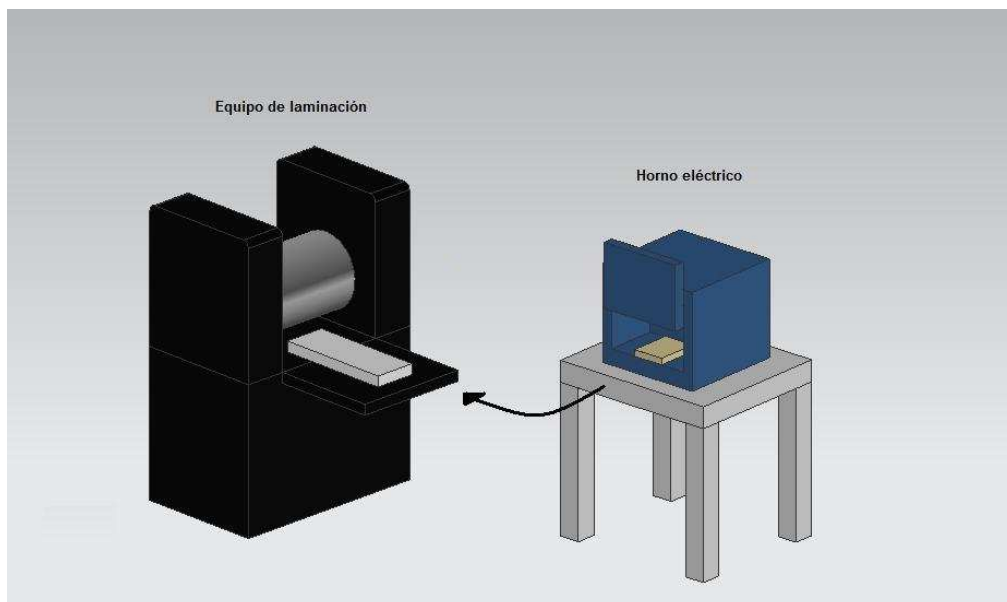


Figura 2. 5 Representación esquemática del proceso de laminación en caliente empleado.

Así mismo, durante la última etapa del laminado, se realizó un enfriamiento rápido en agua. Lo anterior, con el propósito de mantener la microestructura de laminación y evitar el crecimiento del grano recrystalizado. La bitácora de las pruebas realizadas, se presenta a continuación.

**1. AZ31.**

- Temperatura de laminación: 350 °C (Con calentamiento entre cada paso)
- Velocidad de deformación: 10 (m/min)
- Porcentaje de deformación total aplicado: 80.99 %

Paso	Medida teórica, mm	Medida experimental, mm	Reducción, mm	Reducción, in	Deformación parcial, %
1	7.602	7.602	1.1403	0.0448937	15
2	6.4617	6.5	0.975	0.03838583	15
3	5.525	5.62	0.843	0.03318898	15
4	4.777	4.71	0.7065	0.02781496	15
5	4.0035	4.03	0.6045	0.02379921	15
6	3.4255	3.38	0.507	0.01996063	15
7	2.873	2.86	0.429	0.01688976	15
8	2.431	2.4	0.36	0.01417323	15
9	2.04	2.02	0.303	0.01192913	15
10	1.717	1.7	0.255	0.01003937	15
11	1.445	1.45	0.2175	0.00856299	15

Tabla 2. 3 Datos de control para el proceso de laminación en caliente, aleación AZ31.



Figura 2. 6 Muestra de AZ31 procesada por laminación y preparada para fabricación de probetas.

## 2. AZ31 0.1% wt Pr.

- Temperatura de laminación: 350 °C (Con calentamiento entre cada paso)
- Velocidad de deformación: 10 (m/min)
- Porcentaje de deformación total aplicado: 81.27 %

Paso	Medida teórica [mm]	Medida experimental [mm]	Reducción [mm]	Reducción [in]	Deformación parcial [%]
1	7.4	7.4	1.11	0.04370079	15
2	6.29	6.41	0.9615	0.03785433	15
3	5.4485	5.43	0.8145	0.03206693	15
4	4.6155	4.6	0.69	0.02716535	15
5	3.91	3.91	0.5865	0.02309055	15
6	3.3235	3.32	0.498	0.0196063	15
7	2.822	2.8	0.42	0.01653543	15
8	2.38	2.36	0.354	0.01393701	15
9	2.006	1.97	0.2955	0.01163386	15
10	1.6745	1.63	0.2445	0.00962598	15
11	1.3855	1.37	0.2055	0.00809055	15

Tabla 2. 4 Datos de control para el proceso de laminación en caliente de la aleación AZ31 0.1Pr.



Figura 2. 7 Muestra conformada por laminación de la AZ31 0.1 Pr y preparada para elaboración de probetas.

### 3. AZ31 0.3% wt Pr.

- Temperaturas de laminación: 350 °C (Con calentamiento entre cada paso) 370 °C (para los pasos finales).
- Velocidad de deformación: 10 (m/min).
- Porcentaje de deformación total aplicado: 80.42 %.

Paso	Medida teórica [mm]	Medida experimental [mm]	Reducción [mm]	Reducción [in]	Deformación parcial [%]
1	7.25	7.25	1.0875	0.04281496	15
2	6.1625	6.36	0.954	0.03755906	15
3	5.406	5.41	0.8115	0.03194882	15
4	4.5985	4.62	0.693	0.02728346	15
5	3.927	3.9	0.585	0.0230315	15
6	3.315	3.31	0.4965	0.01954724	15
7	2.8135	2.79	0.4185	0.01647638	15
8	2.3715	2.31	0.3465	0.01364173	15
9	1.9635	2.03	0.3045	0.01198819	15
10	1.7255	1.67	0.2505	0.0098622	15
11	1.4195	1.37	0.2055	0.00809055	15

Tabla 2. 5 Datos de control del proceso de laminación en caliente para la aleación AZ31 0.3Pr.



Figura 2. 8 Muestra de AZ31 0.3Pr, posterior al proceso de laminación y preparada para fabricación de probetas.

## 2.3 Tratamientos térmicos.

### Protocolo de pruebas y procedimiento experimental.

Para el presente trabajo, la realización de tratamientos térmicos fue realizada con el objetivo de evaluar los procesos de recristalización y crecimiento ocurridos, así como la evolución de morfología y distribución de los precipitados formados.

La elección de tiempos y temperaturas se realizó con base en lo publicado por Yang (et. al) [8] y Beer (et. al) [11] así como en el análisis de los diagramas de fases Mg-Al y Mg-Pr. Esto último con el propósito de incluir en la selección de parámetros la posibilidad de generar un incremento de la solubilidad de los elementos aleantes y generar cambios en la morfología o la distribución de los precipitados formados, comparando posteriormente los resultados. Conforme a todo lo anterior, los parámetros elegidos se presentan en la tabla 2.6.

Temperatura, °C	Duración del tratamiento, segundos
250	1, 10, 100, 1000 y 10000
350	1, 10, 100, 1000 y 10000
400	1, 10, 100, 1000 y 10000

Tabla 2. 6 Parámetros elegidos para el conjunto de tratamientos térmicos.

Los tratamientos fueron realizados en el horno Thermolyne modelo 1500. Así mismo, estos se aplicaron dentro de un baño constituido por sales de nitruros, cuya temperatura fue medida y homologada con un termopar tipo K. El propósito del baño salino fue evitar reacciones del Magnesio a alta temperatura con el oxígeno del ambiente. Al finalizar el tratamiento, las muestras fueron enfriadas en agua para evitar un crecimiento de grano posterior al tratamiento. Las muestras tratadas fueron obtenidas de las procesadas previamente por laminación en caliente.



Figura 2. 9 Preparación del equipo para el tratamiento de muestras.

## 2.4 Evaluación de propiedades mecánicas.

### Preparación de probetas y procedimiento experimental.

La realización de pruebas mecánicas se hizo con el objetivo de analizar los efectos de la variación en la concentración de Praseodimio sobre las propiedades mecánicas. Para lo anterior, se realizaron probetas de cada aleación, según las características y tratamiento especificados a continuación.

#### Geometría de la probeta.

El diseño de las probetas se basó en uno ya establecido, acorde a las características del equipo utilizado para las pruebas y que cumple con las características necesarias para un ensayo de tensión. De este modo, la geometría asignada para las probetas fue como la mostrada en la figura 2.10.

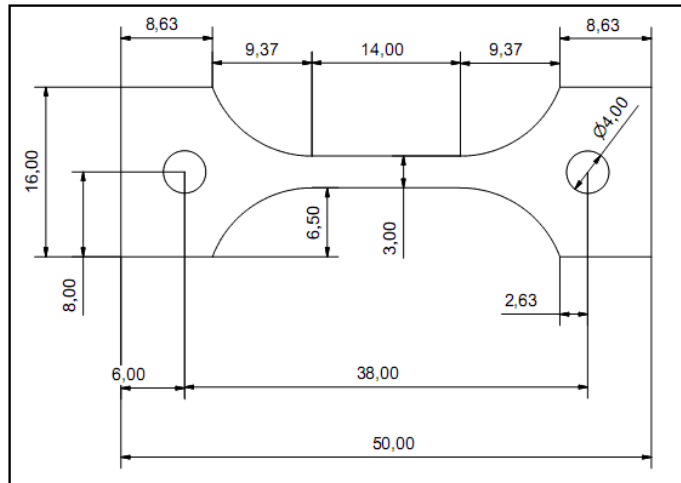


Figura 2. 10 Plano de la probeta para ensayo de tracción.

Las probetas fueron fabricadas en un equipo de control numérico computarizado (CNC). Esto con el objetivo de conseguir las características deseadas con la mayor precisión posible. Las piezas terminadas fueron como las mostradas a continuación.



Figura 2. 11 Probetas fabricadas de las respectivas aleaciones.

### Probetas con tratamiento térmico.

Además de analizar los efectos del Praseodimio de las aleaciones fabricadas en las propiedades mecánicas. Se decidió evaluar también el efecto de un tratamiento térmico en dichas propiedades, obteniéndose de esta forma un análisis más completo del grupo de aleaciones fabricado.

La selección del tratamiento térmico aplicado a las probetas, se elaboró con base en los resultados obtenidos del estudio de crecimiento de grano realizado para este mismo trabajo. De esta manera, después de evaluar la morfología de la microestructura y la cinética de crecimiento de grano, se

optó por aplicar a un grupo de probetas (sin tratamiento previo) un tratamiento térmico a 350 °C, por 100 y 10000 segundos.

Al igual que el otro grupo de muestras tratado térmicamente, la aplicación del tratamiento para las probetas se realizó en el horno Thermolyne modelo 1500, dentro de un baño de sales de nitruros. Al finalizar el tratamiento las probetas fueron enfriadas rápidamente para evitar el crecimiento de grano fuera del tiempo establecido.



Figura 2. 12 Colocación de probetas en horno para tratamiento térmico.

#### Montado de muestras y elaboración de pruebas.

Los ensayos de tensión se realizaron en el equipo MTS modelo Minibionix 828. La velocidad para la prueba fue elegida con base en lo reportado por diversos autores [9, 10, 11] y en las condiciones para la realización de la prueba.

Los valores publicados por Maksoud y Fatemi-Varzaneh [9, 10] estaban reportados como tasa de deformación ( $\dot{\epsilon}$ ). Para su conversión a velocidad de deformación, se empleó la definición:

$$\dot{\epsilon} = \frac{V}{l_0}$$

Donde  $\dot{\epsilon}$  es la tasa de deformación,  $V$  la velocidad y  $l_0$  la longitud inicial de la región central de la probeta (en este caso de 25.88 mm). Realizando los respectivos cálculos se obtuvieron los datos de la tabla 2.7.



Longitud inicial región central de la probeta [mm]	25.88
Tasa de deformación [s <sup>-1</sup> ]	Velocidad de deformación [mm/s]
0.0001	0.002588
0.001	0.02588
<b>0.01</b>	<b>0.2588</b>
0.1	2.588
1	25.88

Tabla 2. 7 Intervalo de tasas de deformación utilizados para pruebas en aleaciones de Magnesio.

Del rango de tasas de deformación reportadas [9, 10] se utilizó el valor de 0.01 [s<sup>-1</sup>]. Este valor de se eligió considerando que la prueba de tensión se realizaría a temperatura ambiente, condición en la cual la variación de este parámetro no afecta (de manera considerable) en los resultados de la prueba [9]. Por lo tanto, además de lo anterior, el criterio de selección para este parámetro fue su similitud con el utilizado en pruebas ya realizadas bajo las mismas condiciones [16] permitiendo una comparación más directa de los resultados. El intervalo de tasas de deformación reportado, se define a consecuencia de que la variación de este parámetro, a temperaturas más elevadas, afectará considerablemente en los resultados obtenidos de las pruebas. La captura de datos se realizó con ayuda del controlador OMX 407(integrado al equipo) y de los programas Labview y Mathematica.



Figura 2. 13 Probetas colocadas en el equipo MTS Minibionix.



Figura 2. 14 Estado de las probetas al finalizar la prueba de tensión.

## 2.5 Preparación de muestras para análisis de microscopía óptica, electrónica de barrido y difracción de rayos X.

### Preparación de muestras para microscopía óptica.

El análisis con microscopía óptica se realizó con el equipo Olympus modelo Vanox HMT3. El estudio consistió de los siguientes aspectos: estudio de la microestructura, análisis cuantitativo de fases secundarias, evaluación de ataques metalográficos e identificación de defectos.



Figura 2.5. 1 Microscopio óptico Olympus Vanox.

La preparación de muestras se llevó a cabo mediante pulido mecánico. El desbaste inicial se hizo con lijas de carburo de silicio (SiC) desde el No. 400 hasta el No. 2000. Para el acabado final, se empleó alúmina de 1  $\mu\text{m}$ .

Por su parte, las muestras sometidas a tratamientos termo-mecánicos fueron agrupadas y encapsuladas en resina para una mayor rapidez de preparación y análisis.

Finalmente, para el ataque químico, se emplearon las siguientes soluciones:

- Nital (2%), compuesto por 1-5 ml de ácido nítrico y 100ml de etanol [30].
- Solución compuesta por 2 ml de ácido fluorhídrico (al 48%), 2 ml de ácido nítrico (concentrado) y 96 ml de agua destilada [30].
- Glicol acético, compuesto por 60 ml de etilenglicol, 20 ml de ácido acético, 1 ml de ácido nítrico concentrado y 20 ml de agua [30].

Los tiempos de aplicación variaron de acuerdo a la condición de la muestra –fundición o tratada térmicamente-. Para el caso de muestras de fundición, la duración del ataque varió desde 1 hasta 10 segundos para los dos primeros compuestos, mientras que para el Glicol acético la duración se estableció desde 18 hasta 25 segundos.

En el caso de las muestras tratadas térmicamente, se empleó la solución de Glicol acético por 70 segundos. En general, el ataque de Glicol acético fue el que ofreció un mejor desempeño, razón que lo convirtió en el principal utilizado. Finalmente, para todas las muestras sometidas a dicho ataque, el enjuague se realizó con agua destilada.

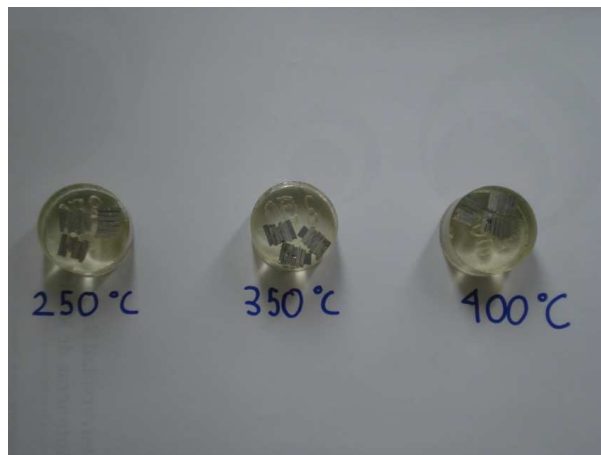


Figura 2. 15 Encapsulados de resina con las muestras tratadas térmicamente.

### Preparación de muestras para microscopía electrónica de barrido

El estudio con microscopía electrónica de barrido se llevó a cabo con el equipo Stereoscan modelo 440. Se realizó captura de imágenes para el estudio de la morfología microestructural y la

formación de nuevas fases; así como análisis con EDS para la evaluación de la composición química elemental y detección de impurezas.

La preparación de muestras fue similar a la elaborada para microscopía óptica, con pulido mediante lijas de SiC (Carburo de silicio). Posteriormente, la operación se continuó con alúmina de 1  $\mu\text{m}$ . Finalmente, para el ataque microestructural, se emplearon las soluciones y tiempos de aplicación ya mencionados.

Inicialmente, se realizó un estudio cualitativo para verificar la composición y detectar las impurezas presentes. Para el caso de las aleaciones con Praseodimio, este análisis permitió determinar el porcentaje máximo de elemento dopante a utilizar.

Una vez terminado lo anterior, se procedió a realizar a detalle los análisis de: morfología microestructural, distribución de precipitados y aproximación de composición química por medio de la técnica EDS, para las muestras de fundición y las sometidas a procesos termomecánicos.

### **Preparación de muestras para difracción de rayos X**

El análisis con rayos X se realizó con el equipo Siemens D-5000, sin rotación de la muestra, utilizando una lámpara de cobre con radiación  $\text{K}\alpha = 1.5406 \text{ \AA}$ , con un ángulo de difracción  $2\theta$  inicial de  $6^\circ$ , con tiempos de paso de 119.5 segundos (fundición) y 199 segundos (muestras tratadas) y a temperatura ambiente. El objetivo del empleo de esta técnica, fue, principalmente, el estudio de la composición de las fases secundarias presentes en las tres aleaciones analizadas.

En cuanto a la selección de muestras, para el caso de fundición, se preparó una de cada aleación fabricada; situándose la sección de análisis en un plano perpendicular a la dirección del frente de solidificación.

En el caso de las muestras sometidas a tratamiento termo-mecánico, se eligieron las muestras correspondientes a los tiempos de 0 y 10000 segundos, tratadas a  $350^\circ\text{C}$ . La selección de estas, se debió a que esta combinación permitía las condiciones necesarias – por incremento de la solubilidad de los precipitados formados en el magnesio- para la posible generación de un cambio en la composición de las fases secundarias. A su vez, la región de análisis se situó en el plano paralelo a la dirección de laminación.

# Capítulo 3.

## Resultados y Discusión.

## Capítulo 3. Resultados y discusión.

### 3.1 Microestructura.

#### Muestras de fundición.

##### *Análisis por difracción de rayos X.*

La técnica de difracción de rayos X (DRX) se utilizó para detectar la presencia y determinar las fases formadas por la presencia de Al, Zn y Pr en las aleaciones fabricadas. En la figura 3.1 se presentan los patrones de difracción correspondientes a las muestras de fundición fabricadas. En todos los casos las reflexiones de mayor intensidad corresponden a la matriz de Mg, mismas que se han indexado de acuerdo a los datos proporcionados por la Ficha JCPDS 89-5003, como se muestra en la figura mencionada.

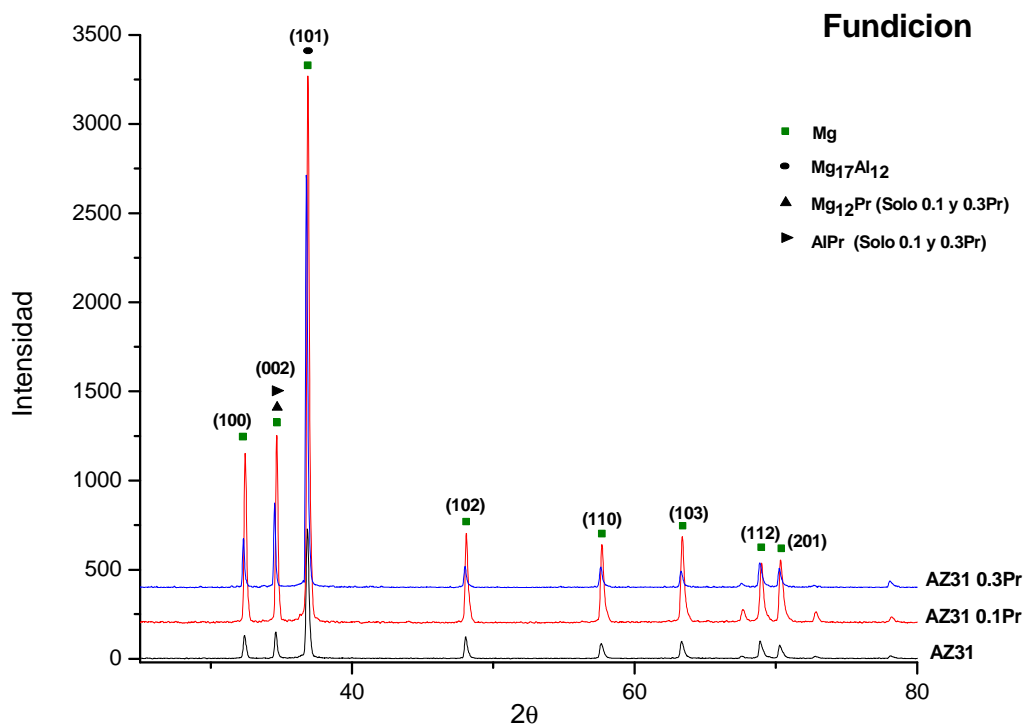


Figura 3. 1 Difractogramas obtenidos para las aleaciones de fundición.

Como se puede observar en la figura 3.1, la mayor intensidad se presenta –aproximadamente- un ángulo  $2\theta$  de  $36.8^\circ$ , correspondiente a los planos del tipo (101) [3]. Por otra parte, la difracción de la fase  $Mg_{17}Al_{12}$  – de acuerdo a la ficha JCPDS 73-1148, tabla 3.1- coincide solo con esta posición [3,4]. Por lo tanto, no se puede establecer la presencia de esta fase mediante esta técnica.

Fase	2 $\theta$	Intensidad relativa	$\theta$	Distancia interplanar d (Å)	PLANO	Estructura
<b>Mg</b>	32.186	249	16.093	2.7789	(100)	<b>Hexagonal</b>
	34.4	270	17.2	2.6049	(002)	
	36.62	999	18.31	2.4519	(101)	
	47.822	136	23.911	1.9005	(102)	
	57.386	137	28.693	1.6044	(110)	
	63.074	141	31.537	1.4727	(103)	
	68.649	134	34.3245	1.3661	(112)	
	70.027	92	35.0135	1.3425	(201)	
<b>Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub></b>	<b>36.113</b>	<b>411</b>	<b>18.0565</b>	<b>2.4852</b>	<b>(411)</b>	<b>Cúbico centrado en el cuerpo</b>
<b>Mg<sub>12</sub>Pr</b>	<b>34.662</b>	<b>999</b>	<b>17.331</b>	<b>2.5858</b>	<b>(321)</b>	<b>Tetragonal centrada en el cuerpo</b>
<b>AlPr</b>	<b>34.406</b>	<b>470</b>	<b>17.203</b>	<b>2.6045</b>	<b>(221)</b>	<b>Ortorrónica</b>

Tabla 3. 1 Datos de las fichas JCPDS coincidentes con las reflexiones de mayor intensidad encontradas.

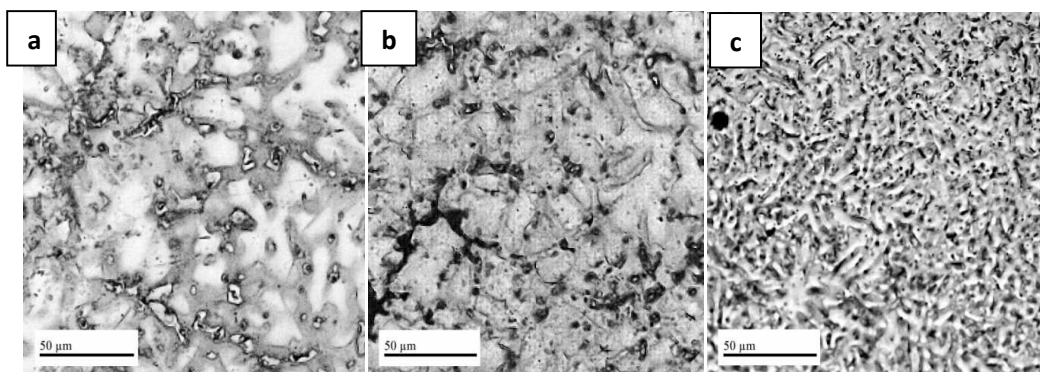
Lo mismo ocurre con los posibles intermetálicos con Pr presentes (Mg<sub>12</sub>Pr y AlPr) cuyas difracciones de máxima intensidad, las cuales de acuerdo a las fichas JCPDS 65-2773 y 65-1395, ocurren en una posición  $2\theta \approx 34.6^\circ$ , por lo que se traslapan con las correspondientes a los planos (002) de la matriz de Mg (tabla 3.1). Por lo tanto, no resulta posible determinar con exactitud la existencia de alguno de los intermetálicos mencionados, aunque es factible sugerir su presencia; siendo el más probable, por cuestiones termodinámicas [2], el de Mg<sub>12</sub>Pr. Adicionalmente, no se presentó algún punto de difracción no reportado.

En cuanto al Zn, los difractogramas (así como los resultados del análisis EDS de la figura 3.6) no sugieren (por su cantidad) la presencia de alguna fase formada con el mismo. Sin embargo, al comparar los datos de difracción experimentales con los reportados en las fichas de Mg, es detectable un reducido corrimiento (incremento en la magnitud del ángulo  $2\theta$  de 34.4 a 34.593) lo cual indica una variación en los parámetros de red de la celda de Mg. Dicho corrimiento pudiera indicar que parte del Zn se encuentra en solución sólida con el Mg [1].

### *Análisis microestructural por microscopía.*

El estudio de la microestructura se realizó empleando las técnicas de microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB). Mediante MO se analizó la microestructura de las aleaciones fabricadas, así como la distribución de los precipitados presentes. La técnica de MEB permitió una observación más detallada de la distribución y morfología de los precipitados formados, mientras que la determinación de la composición química de estos mediante la técnica de espectroscopía por dispersión de energía (EDS, por sus siglas en inglés).

En las figuras 3.2 (a)-(c) se presentan las micrografías de MO de las muestras estudiadas, en las cuales se puede observar una microestructura conformada por dendritas equiaxiadas, característica de las aleaciones AZ de fundición [3,4]. Al igual que lo reportado por Masoudpanah [18] al incrementarse el contenido de Pr, ocurre un refinamiento en la estructura dendrítica, es decir disminuye su tamaño y se vuelve más uniforme. Además, para las aleaciones AZ31 (Figura 3.2 a) y AZ31 0.1Pr (Figura 3.2 b) se aprecian precipitados tanto irregulares como regulares agrupados en zonas específicas. De acuerdo con lo reportado por Fatemi y Zhang [3, 14] los precipitados en las aleaciones tipo AZ se forman en los límites de grano, por lo que es factible decir que los observados en las imágenes tienen la misma ubicación. Para la AZ31 0.3Pr, la cantidad de precipitados con morfología regular aumenta y siendo su distribución dentro de la matriz más homogénea.

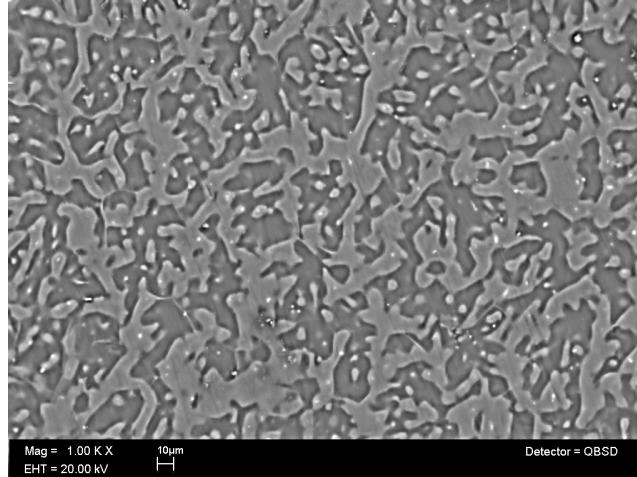


**Figura 3. 2** Imágenes de microscopía óptica -20 X- de las aleaciones AZ31 (a) AZ31 0.1%Pr (b) y AZ31 0.3%Pr (c).

Como se mencionó anteriormente, se empleó la microscopía electrónica de barrido para visualizar con mayor claridad la distribución y presencia de los precipitados. A diferencia de lo determinado con el análisis de MO, en la AZ31 sólo se observó la presencia de partículas de morfología circular, distribuidas en toda la matriz y cercanas a los brazos de las dendritas (Figura 3.3). De acuerdo a los

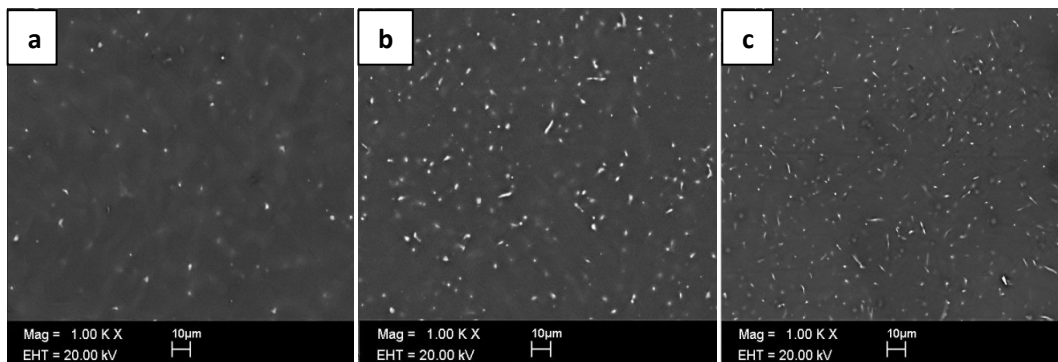


resultados del análisis EDS, estos precipitados contienen Al, Mg y Zn; por lo que pueden estar constituidos (Ver diagrama de fases en capítulo 1) por la fase  $\beta$ - $Mg_{17}Al_{12}$  o la  $Al_2Mg_3Zn_3$  [3, 14].



**Figura 3.3** Microestructura de la aleación base con ataque de ácido nítrico. Destaca la presencia de precipitados regulares circulares, cercanos a los brazos de las dendritas.

En las figuras 3.4 (b) y (c) se muestran las micrografías de MEB obtenidas para las aleaciones microaleadas con 0.1% y 0.3% de Pr, en las cuales se observa que el Praseodimio se presenta en forma de precipitados con una morfología acicular-tipo aguja- dispersos en la matriz, cercanos a los otros formados con Al y Zn. La cantidad de estos precipitados es mayor conforme aumenta el contenido de Pr. En la figura 3.4 (a) se aprecian los precipitados en la aleación AZ31.



**Figura 3.4** Imágenes de MEB para las tres aleaciones fabricadas. La presencia de partículas de Pr –de morfología acicular- resulta evidente en toda la matriz.

La identificación de composición en los precipitados mediante la técnica EDS se aprecia con mayor claridad en la figura 3.5. En la AZ31 -Figura 3.5 (a)- se presentan los precipitados con Al, Mg y Zn (numero 1) y la matriz de Mg (número 2). En la segunda, además de los anteriores, la partícula de mayor intensidad y de morfología acicular, corresponde a un precipitado de Pr -número 2, figura

3.5 (b)- cuyo análisis de composición muestra, además de este elemento, la presencia de Mg y Al; lo cual sugiere que estos precipitados posean una composición del tipo Mg-Pr o Al-Pr (Figura 3.6).

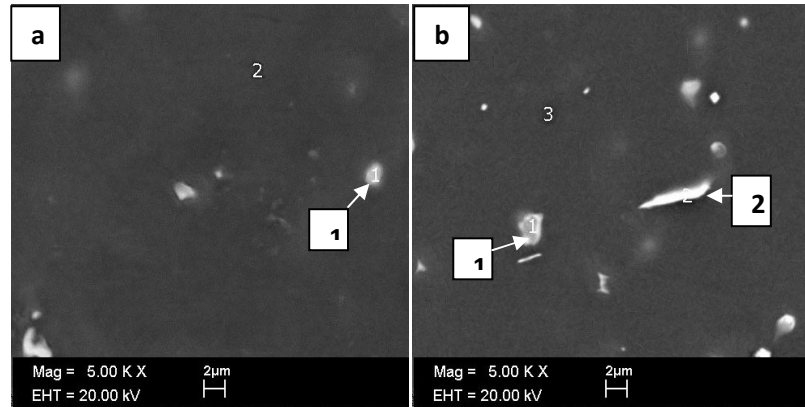


Figura 3. 5 Microfotografías del análisis EDS –vía MEB- para las aleaciones AZ31 (a) y AZ31 0.1 Pr (b). Se señalan las correspondientes fases secundarias y la matriz.

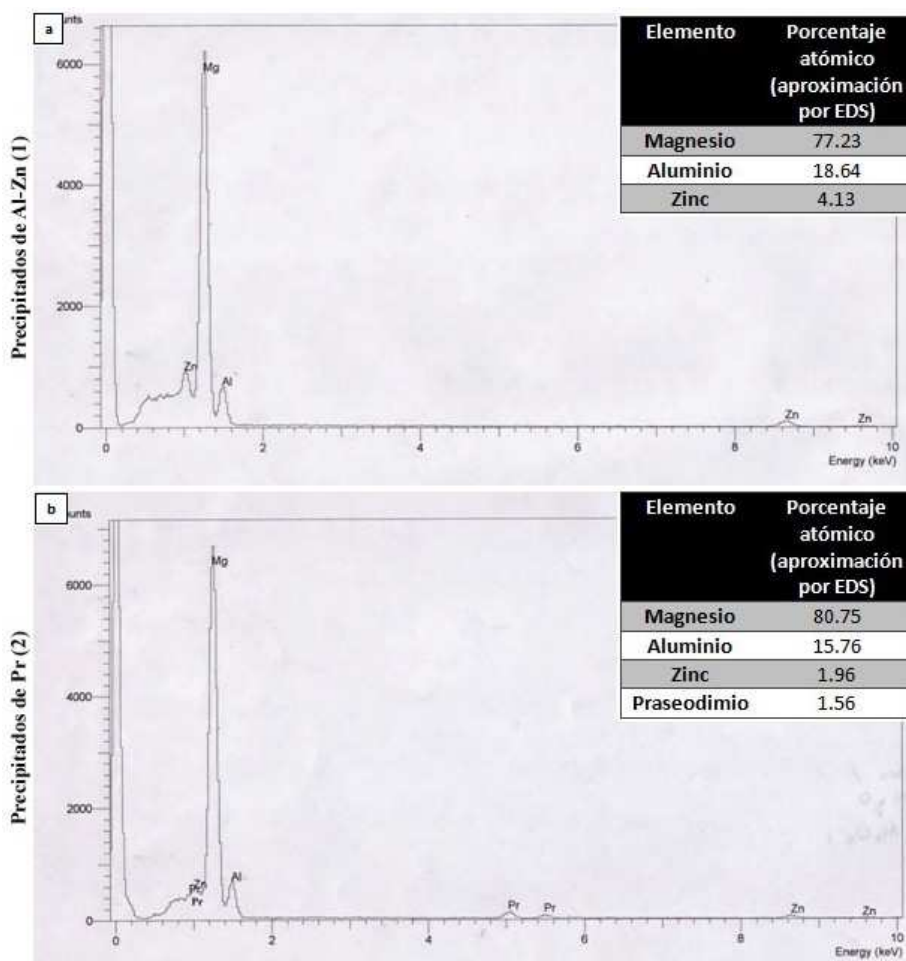


Figura 3. 6 Espectros de EDS para los precipitados indicados, visualizados mediante MEB.

### Muestras sometidas a tratamiento termo-mecánico.

De manera análoga a las aleaciones de fundición, las muestras sometidas a procesos termo-mecánicos se analizaron mediante las técnicas de DRX, MEB y MO. Las micrografías obtenidas con MO fueron utilizadas para analizar la morfología de los granos y los efectos de la recrystalización en la micro-estructura, así como para la estimación del tamaño de grano promedio. Con la técnica de MEB se estudiaron los cambios en la morfología y distribución de los precipitados de Pr ocasionados por el tratamiento termo-mecánico; mientras que la difracción de rayos X se empleó para determinar algún cambio en las fases presentes en las muestras procesadas por tratamiento termo-mecánico respecto a las obtenidas de fundición.

### Análisis por difracción de rayos X.

#### Muestras procesadas por laminación, sin tratamiento térmico.

Para este grupo de muestras se observa -con respecto a las muestras de fundición- un cambio en la orientación de los cristales de la red, siendo ahora la posición  $2\theta$  de  $34.6^\circ$  la que presenta una mayor intensidad y que corresponde a los planos del tipo **(002)**, como se puede observar en la figura 3.7.

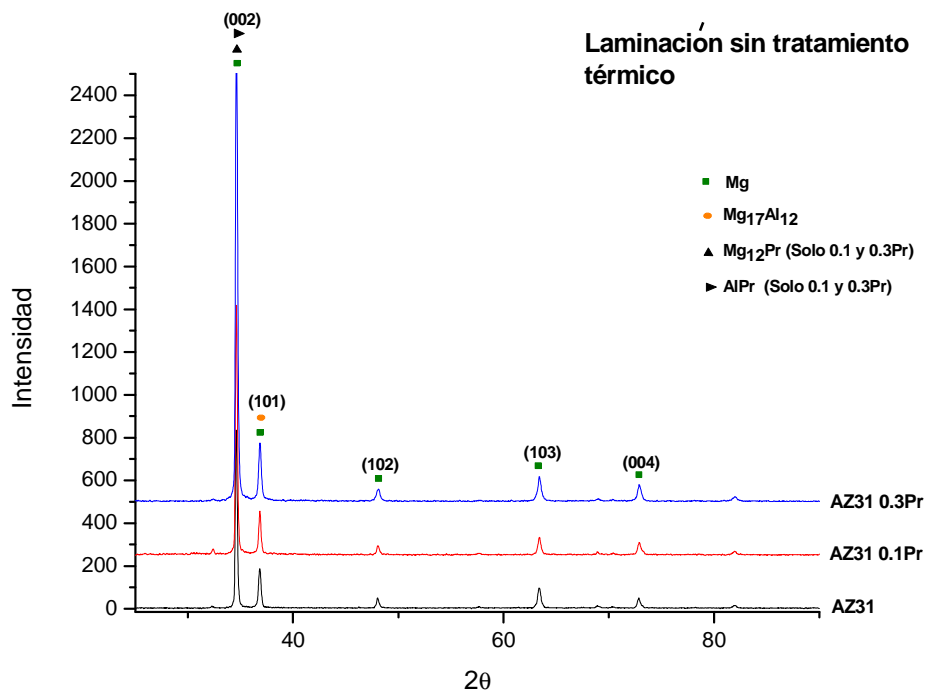


Figura 3. 7 Difractogramas correspondientes al conjunto de muestras procesadas por laminación.

En general, se aprecia un cambio total en la orientación de la red, apareciendo reflexiones de posiciones no presentes en las muestras de fundición, como la correspondiente a los planos **(004)**. La disminución en la intensidad de la reflexión **(101)** y el aumento en la **(002)** se debe principalmente a que el plano basal **(002)** es, en los cristales hexagonales, paralelo al plano de laminación [15] teniéndose con ello una textura típica de laminación.

Por otra parte, no se presentan otros picos correspondientes a las otras fases, por lo que se asume su presencia en las mismas posiciones que en el caso de fundición, como se muestra en los respectivos difractogramas.

#### *Análisis con microscopía óptica y electrónica de barrido.*

En la figura 3.8 (a-c) se presentan las micrografías de MO correspondientes a las aleaciones procesadas por laminación, en las cuales es posible apreciar una reducida disminución del tamaño de grano al aumentarse el contenido de Praseodimio, siendo de esta manera la aleación AZ31 0.3%Pr -Figura 3.8 (c)- la que presentó el menor tamaño de grano. La morfología de los granos es irregular, además de que se presenta una alta densidad de maclas (debido al proceso de deformación) en la matriz. Por su parte, no resulta evidente el inicio de algún proceso de recristalización dinámica.

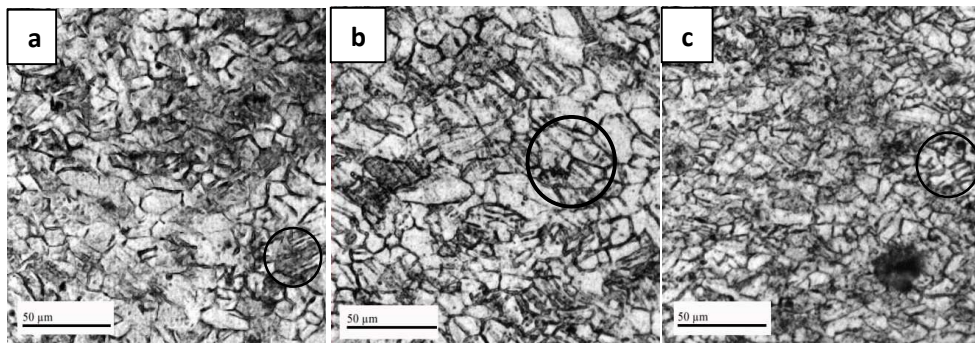


Figura 3. 8 Micrografías de MO -20X- de las aleaciones procesadas por laminación.

A su vez, las micrografías obtenidas por MEB -Figura 3.9 (a-c)- muestran la distribución de los precipitados posterior al proceso de laminación. Los precipitados de Al-Mg-Zn y Praseodimio tienden a concentrarse, principalmente, cerca de los límites de grano. Sin embargo, es visible un reducido desplazamiento de estos precipitados -en la dirección de laminación- hacia el interior de los granos, así como la ruptura de los mismos a causa del proceso de deformación (Figuras 3.9 y 3.10). Este último fenómeno puede ser ocasionado por el deslizamiento de dislocaciones a través de los precipitados o por desplazamiento de límites de grano (o deslizamiento intergranular) [23].

Se ha reportado que el desplazamiento de límites de grano, al igual que la formación de maclas, constituye un mecanismo de relajación de esfuerzos durante la deformación plástica de aleaciones de Magnesio [5]. Este consiste en la difusión de los límites de grano, lo que implica un movimiento de los mismos a través de la red cristalina; ocasionando el desplazamiento de los precipitados contenidos en los mismos. El deslizamiento de precipitados observado en la figura 3.9 sugiere la presencia de este mecanismo.

Por otro lado, el movimiento de los precipitados hacia el interior del grano se puede explicar también con el deslizamiento intergranular, debido a que para la ocurrencia de este fenómeno es necesario incrementar la sensibilidad al corte del límite de grano; es decir: disminuir su resistencia al deslizamiento, lo cual está relacionado con la resistencia viscosa del mismo [23] y para lograr esta condición, es necesario reducir los elementos que impidan la migración de los límites de grano, por lo que los precipitados en esta región deberán dirigirse hacia el interior del grano para permitir el deslizamiento.

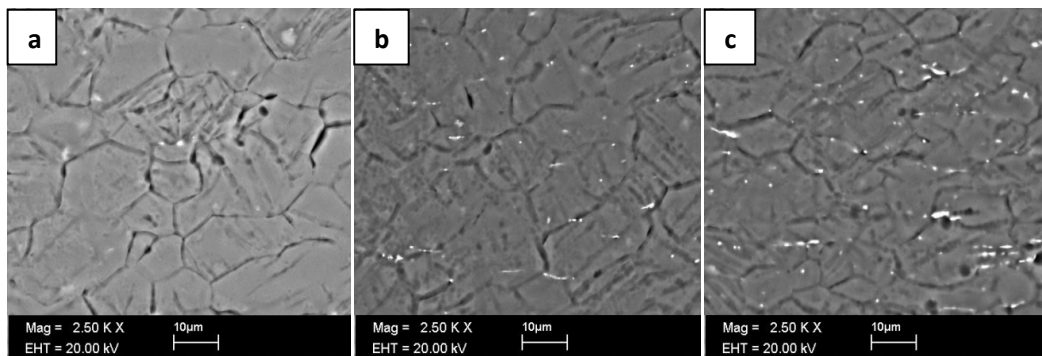


Figura 3. 9 Micrografías de MEB -2.5 KX- de las muestras procesadas (Base, 0.1 y 0.3 Pr respectivamente). Los precipitados de Pr se acomodan en la dirección del laminado, en regiones cercanas a los límites de grano.

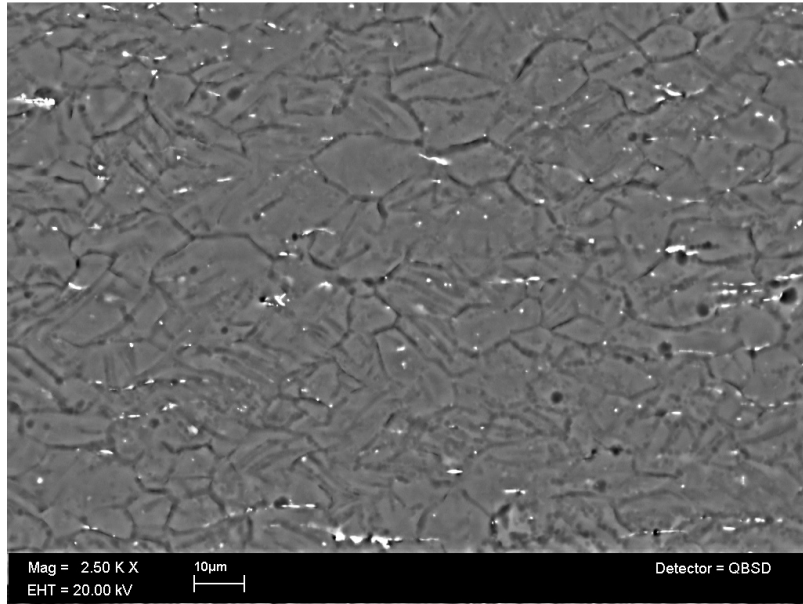


Figura 3. 10 Micrografía de MEB de la AZ31 0.3%Pr procesada por laminación. Se aprecia el movimiento de los precipitados a lo largo del límite de grano, dirigiéndose hacia el interior del mismo.

### **Evolución microestructural con tratamiento térmico.**

En la figura 3.11 se presentan las micrografías de MO de las muestras tratadas a 250 °C. A esta temperatura y tiempos cortos -menores a 100 segundos- se presenta una microestructura irregular, con granos de diferente tamaño y que conserva parte de los efectos ocasionados por la deformación plástica, como la presencia de maclas -Figura 3.11 (a)-. Al aumentar la duración del tratamiento térmico, se observa el crecimiento de nuevos granos recristalizados, con una morfología más regular (Figura 3.11 (f), por ejemplo). En cuanto al tamaño de grano, el incremento registrado es del orden de 3 (µm) para las tres aleaciones, por lo que el crecimiento de grano no es tan considerable a esta temperatura.

Destaca la disminución del tamaño de grano en las aleaciones con Pr, mismo que es más notable en la AZ31 0.3%Pr. El refinamiento de los granos recristalizados se debe a la presencia de precipitados de Pr, mismos que durante la laminación tienden a mantenerse cerca de o en los límites de grano. Como se mencionó en el capítulo 1, la rapidez de los procesos de recristalización y crecimiento de grano se ve afectada por la presencia de precipitados finos cercanos a los límites

de grano. Esto debido a que la presencia de un exceso de soluto (en este caso, el Pr) disminuye la movilidad de los átomos considerablemente [25]. Por lo tanto, el tamaño de grano final es menor.

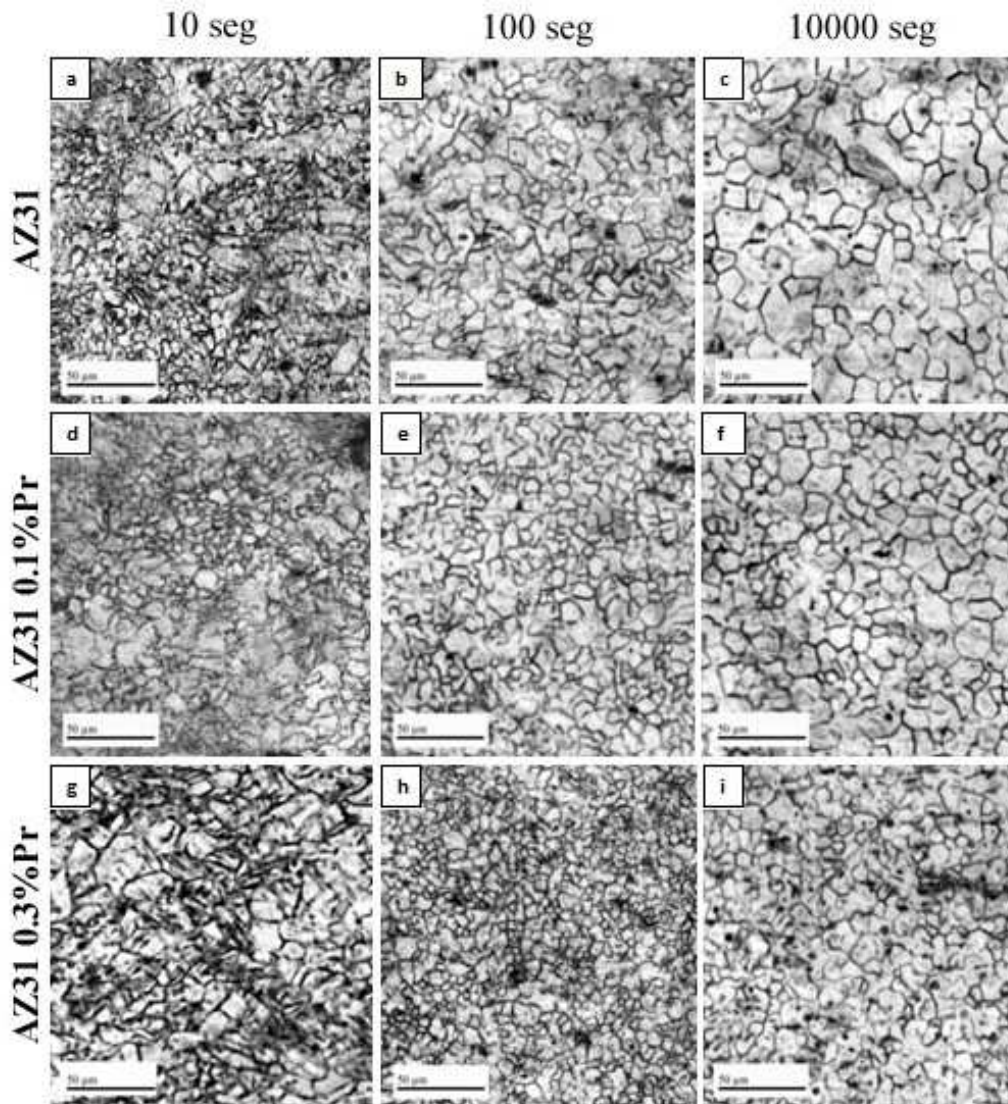


Figura 3. 11 Evolución microestructural de la aleación AZ31 en función del contenido de Pr y el tiempo de tratamiento térmico a una temperatura de 250 °C.

A 350 y a 400 °C resulta evidente una mayor rapidez de crecimiento de grano, ya que se observa que este fenómeno ocurre de manera más acelerada que a 250 °C, siendo más notable a 400 °C. Por su parte y para ambos casos, la microestructura se encuentra completamente recrystalizada, conformada ya por granos de morfología equiaxiada y homogéneos en tamaño, incluso en las muestras tratadas por un tiempo corto (Figuras 3.12 y 3.13). También, es importante destacar que

las maclas desaparecen por completo, debido a la recuperación y a la formación de una red cristalina libre de esfuerzos internos.

Por su parte, al igual que para el tratamiento de 250 °C, a 350 °C se presentó un refinamiento de grano en las aleaciones con Pr, el cual está en función del contenido de este elemento. Sin embargo, a diferencia del primer tratamiento, la diferencia entre tamaños registrada es considerablemente mayor, sobre todo en los de gran duración.

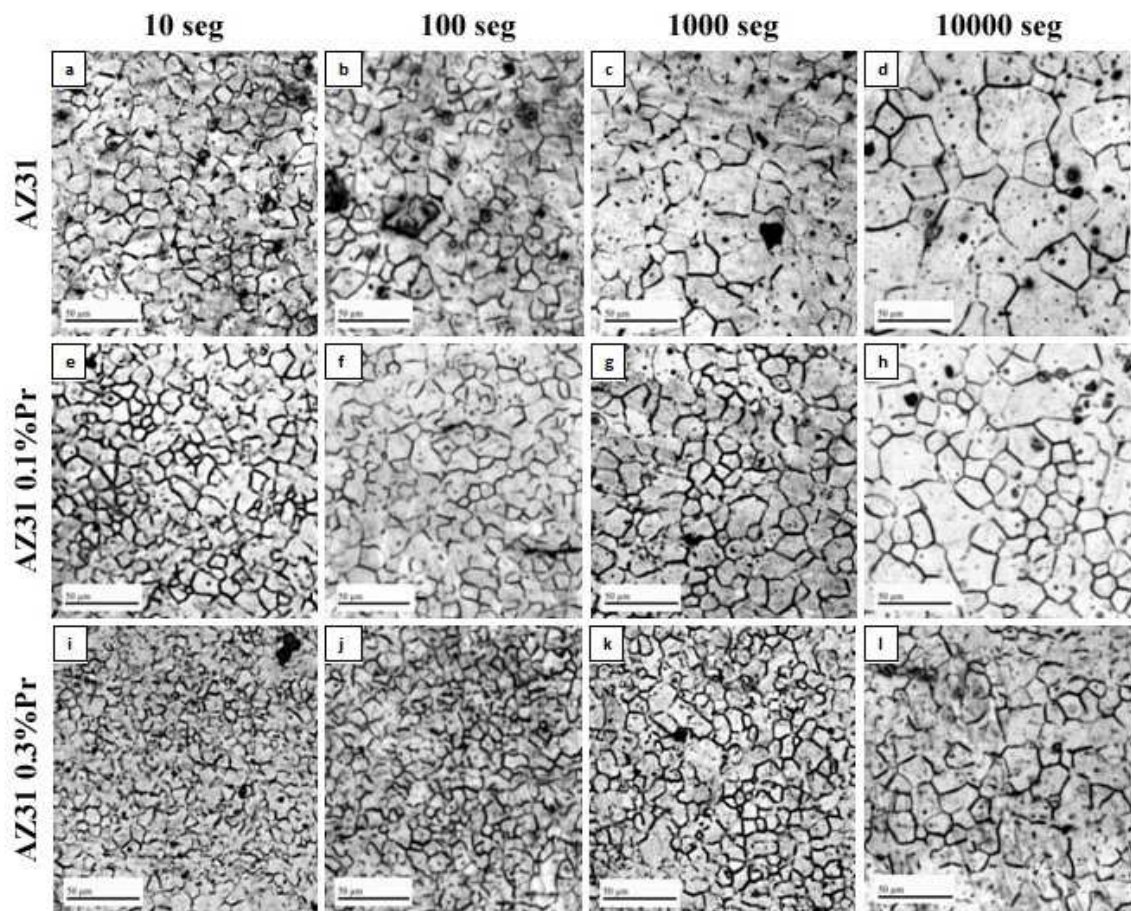


Figura 3. 12 Evolución microestructural de la aleación AZ31 en función del contenido de Pr y el tiempo de tratamiento térmico a una temperatura de 350 °C.

Además, en las muestras tratadas a estas temperaturas a tiempos de 1000 y 10000s, es notable la presencia de granos aislados, excesivamente grandes -Figura 3.13 (d)-. Lo anterior, puede deberse simplemente a que el ataque químico utilizado no develó de manera eficaz todos los límites de grano ó a un fenómeno de crecimiento “anormal” de grano. En el capítulo 1 y la literatura [23] se



ha mencionado que la *recristalización secundaria* ocurre cuando ha finalizado la *recristalización primaria* y el sistema es llevado a una mayor temperatura, ocasionando el crecimiento excesivo de algunos granos. La aplicación del tratamiento por un largo tiempo, que es el caso del de 10000 segundos, a una elevada temperatura (400 °C) provee las condiciones adecuadas para la aparición de este fenómeno, por lo que también resulta una explicación posible a los granos de excesivo tamaño.

A 400 °C, el tamaño de grano se mantiene similar entre las dos aleaciones con Pr. Sin embargo, para el tratamiento de 10000s, el tamaño para la AZ31 0.3%Pr se incrementó con respecto a la AZ31 0.1 Pr. Esto se atribuye principalmente a algún error durante la medición y la variación del promedio ocasionada por los granos aislados de gran tamaño. No obstante, la tendencia es una estructura más refinada para ambas aleaciones con Pr, respecto a la AZ31.

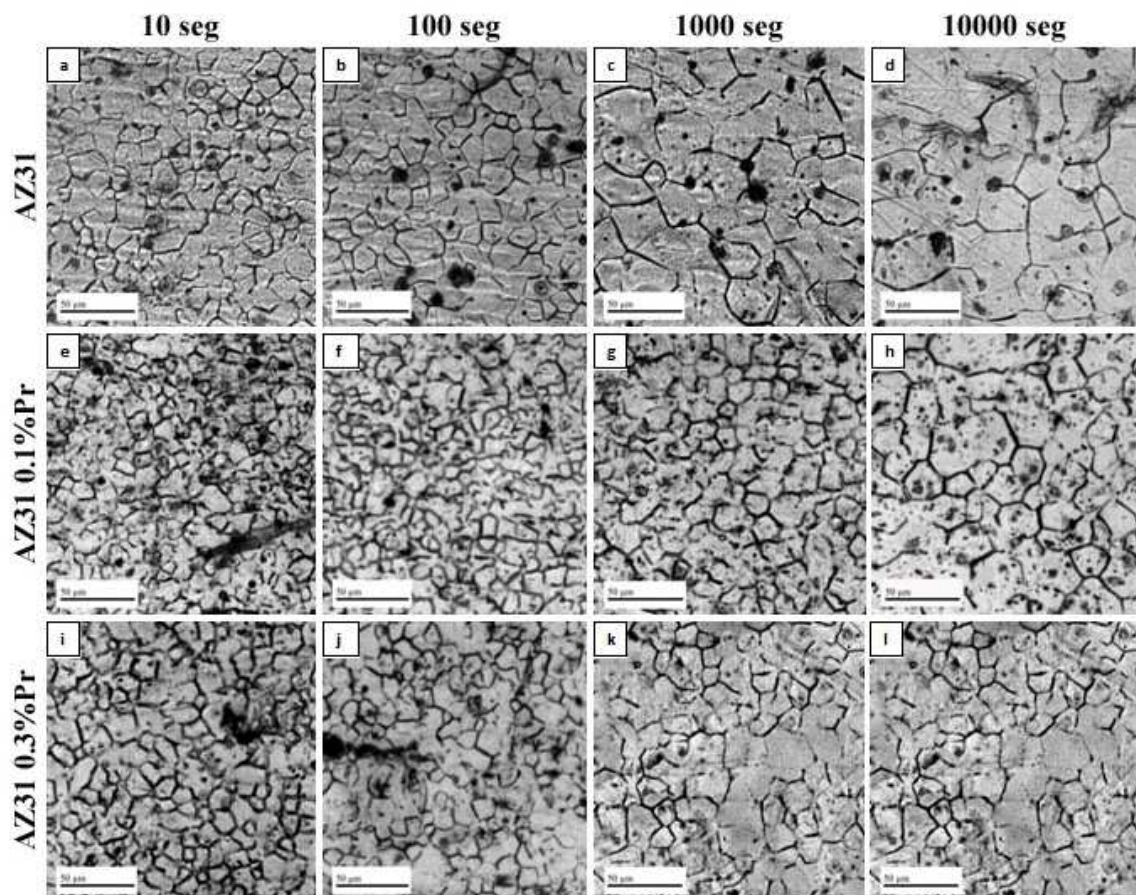


Figura 3. 13 Evolución microestructural de la aleación AZ31 en función del contenido de Pr y el tiempo de tratamiento térmico a una temperatura de 400 °C.

### *Evolución de la morfología y distribución de precipitados durante los tratamientos térmicos.*

En la siguiente sección se presentan y discuten los cambios observados en la distribución y morfología de los precipitados debidos a la realización de los tratamientos térmicos para recristalización y crecimiento de grano, por medio de las técnicas de MEB y DRX.

#### **Análisis por Difracción por rayos X**

Respecto a las muestras sin tratamiento térmico, no es destacable un cambio importante en las posiciones de reflexión. No obstante, existe un cambio relativo en la intensidad y los efectos de recristalización son visibles por la aparición de reflexiones registradas en las muestras de fundición, como la de los planos del tipo **(112)** lo cual es coherente debido a todo el proceso de recuperación y crecimiento de grano ocurrido durante el revenido (Figura 3.14).

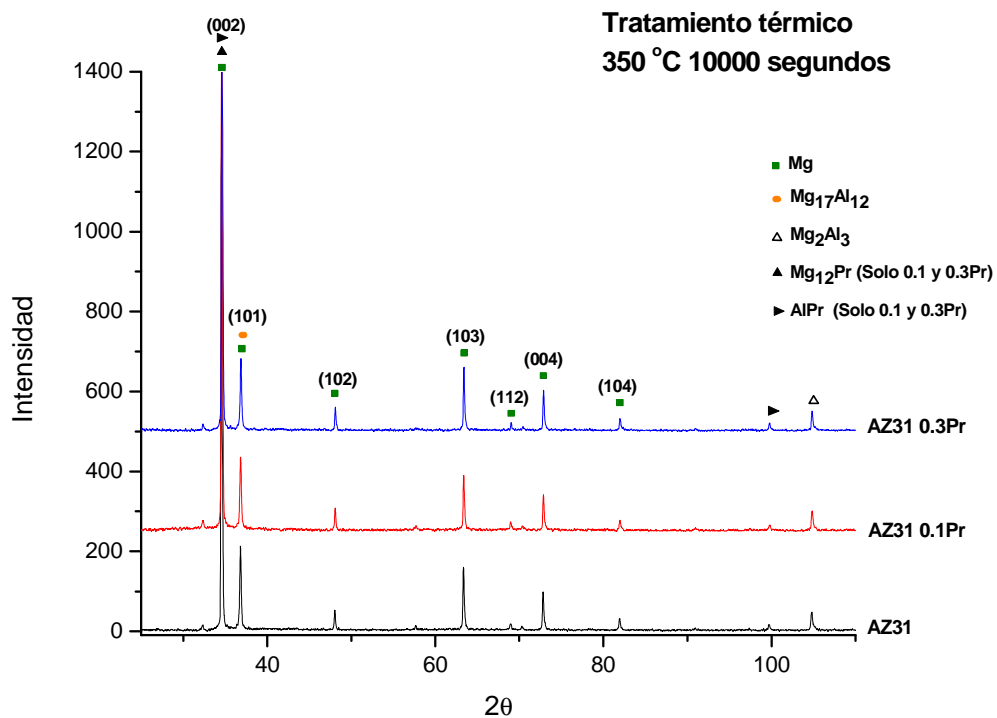


Figura 3. 14 Difractogramas para las muestras sometidas a tratamiento térmico.

En cuanto al resto de las fases presentes, se establece el mismo patrón para la Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> y las Mg<sub>12</sub>Pr y AlPr. Sin embargo, alrededor del ángulo  $2\theta \approx 100^\circ$ , se presentan dos reflexiones no

indicadas para el Mg. La primera, a  $99.7^{\circ}$ , corresponde a una de la fase AlPr (Ficha JCPDS 65-1395) cuya presencia es coherente en las aleaciones con Pr debida a la detección de todos los precipitados redistribuidos por el tratamiento térmico.

#### **Análisis con microscopía electrónica de barrido.**

El análisis de muestras mediante MEB, permitió – al igual que en los casos anteriores- determinar la distribución y morfología de los precipitados después de los respectivos tratamientos térmicos realizados.

Comenzando por el análisis de la aleación AZ31, en las muestras sometidas tratadas a  $250^{\circ}\text{C}$ , no se observa algún cambio radical en la morfología y ubicación de los precipitados. Como se muestra en la figura 3.15 (a-c) estos continúan presentes, principalmente, en los límites de grano manteniendo su morfología globular.

Por otro lado en las aleaciones con Pr, los cambios en los precipitados se presentaron, - principalmente- en su distribución dentro de la matriz y en su tamaño; siendo la magnitud de estos cambios directamente proporcional a la temperatura y duración del tratamiento aplicado. Por ejemplo, para las muestras de la aleación AZ31 0.1Pr tratadas a  $250^{\circ}\text{C}$ , es posible observar como los precipitados agrupados en los límites de grano –Figura 3.15 (d-f)- aparecen después del tratamiento como partículas aisladas de un mayor tamaño, mismas que en su mayoría se mantienen cercanas a los límites de grano. Sin embargo, algunos de estos precipitados llegan a observarse en el interior de algunos granos.

Para el caso de la aleación con 0.3%Pr, el comportamiento de los precipitados presenta la misma tendencia; sin embargo, la cantidad de precipitados dispuestos en la distribución observada antes de la aplicación del tratamiento térmico es considerablemente mayor, presentándose, incluso en la muestra tratada por 10000 segundos, pocos precipitados aislados y de gran tamaño -Figura 3.15 (g-i)-.

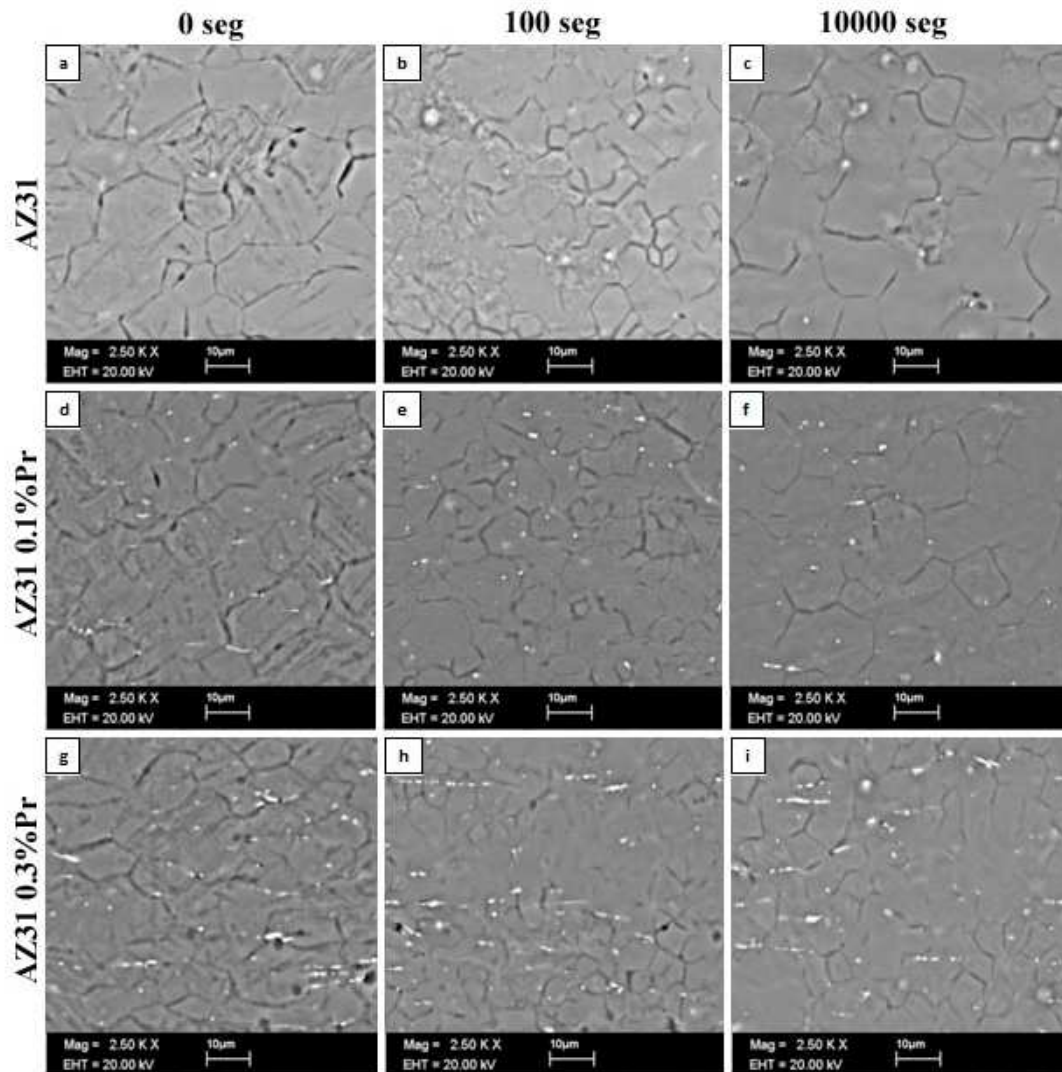


Figura 3. 15 Micrografías de MEB -2.5KX- de la distribución de precipitados ocurrida en el grupo de aleaciones fabricado, a 250 °C.

Para el caso de las muestras tratadas a 350 °C, se aprecian algunas diferencias con respecto del caso anterior, sobre todo para las aleaciones con Pr. En la aleación AZ31, por su parte, los precipitados de Al-Mg continúan apareciendo con similar morfología y cantidad que a 250 °C, aunque es notable un cambio en su distribución, ya que a 350 °C estos se presentan ubicados, en su gran mayoría, en el interior de los granos; lo cual puede indicar que durante el tratamiento las partículas de Al [1,6,8] entran en solución sólida con la matriz, pero la descomposición de esta última ocurre muy rápidamente - incluso con el enfriamiento rápido aplicado- presentándose de nuevo estos precipitados, pero ahora redistribuidos dentro de los granos -Figura 3.16 (a-c)-.

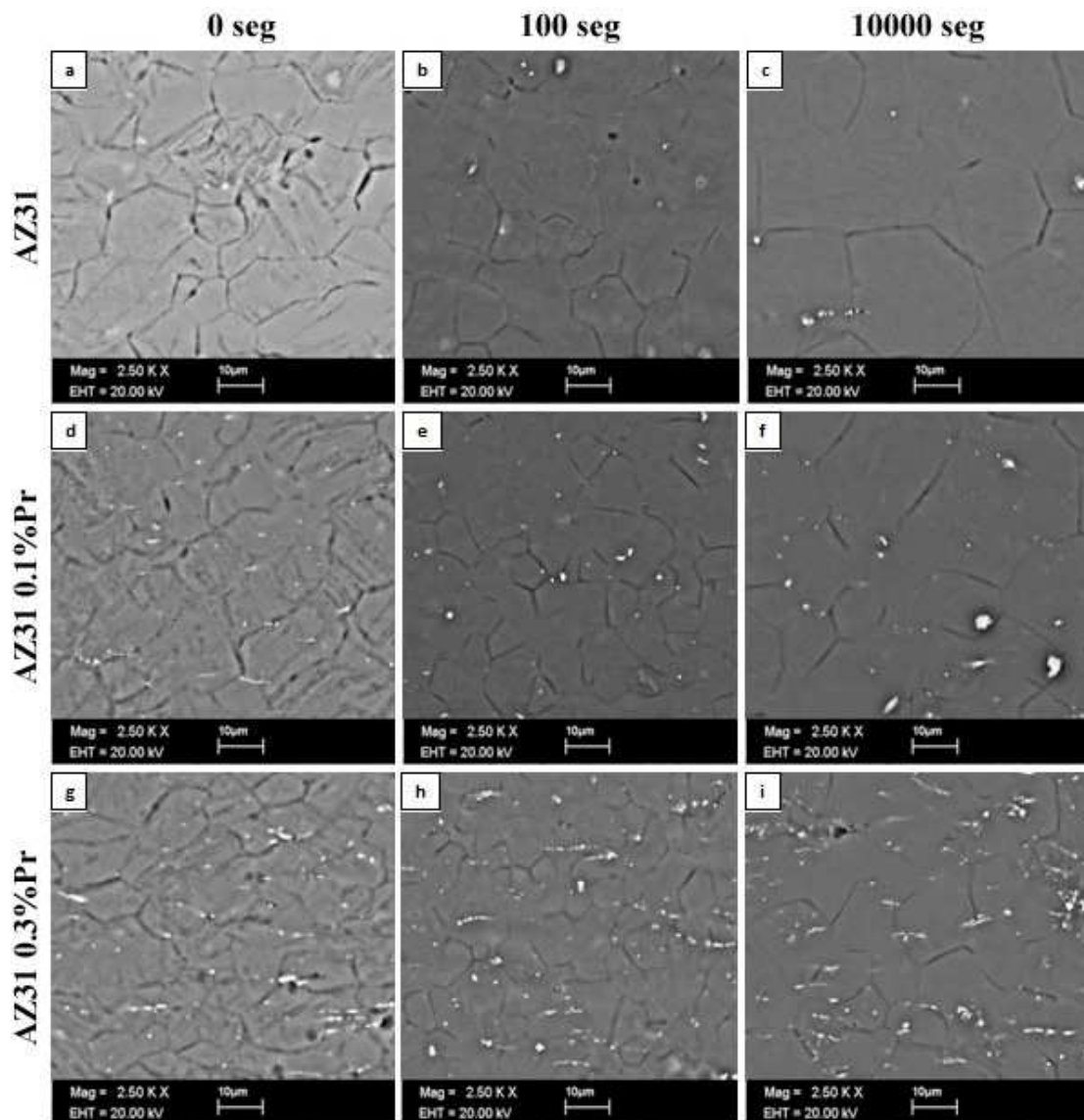


Figura 3. 16 Evolución de precipitados para las aleaciones fabricadas, tratadas a 350 °C.

En la AZ31 0.1Pr, es también destacable la tendencia de redistribución de los precipitados -Figura 3.16(d-f)- así como el crecimiento de los mismos, sobre todo en los tratamientos de gran duración; por ejemplo el de la muestra tratada por 10000 segundos -Figura 3.16(f)- donde se pueden observar precipitados aislados, globulares y de gran tamaño.

Para las muestras de la aleación AZ31 0.3Pr, es posible observar precipitados aislados en el interior de los granos, como en la AZ31 0.1Pr, pero de menor tamaño. No obstante, la cantidad de

precipitados aún presentes en los límites de grano es considerable, tal como se puede observar en la figura 3.16 (g-i).

Por su parte, a 400 °C los cambios presentados por la aleación base son poco significativos. Caso contrario para las modificadas con Pr, donde en la AZ31 0.1Pr es clara una distribución de precipitados más homogénea dentro de la matriz, incluso desde tratamientos de corta duración de 100 segundos -Figura 3.17 (b)-.

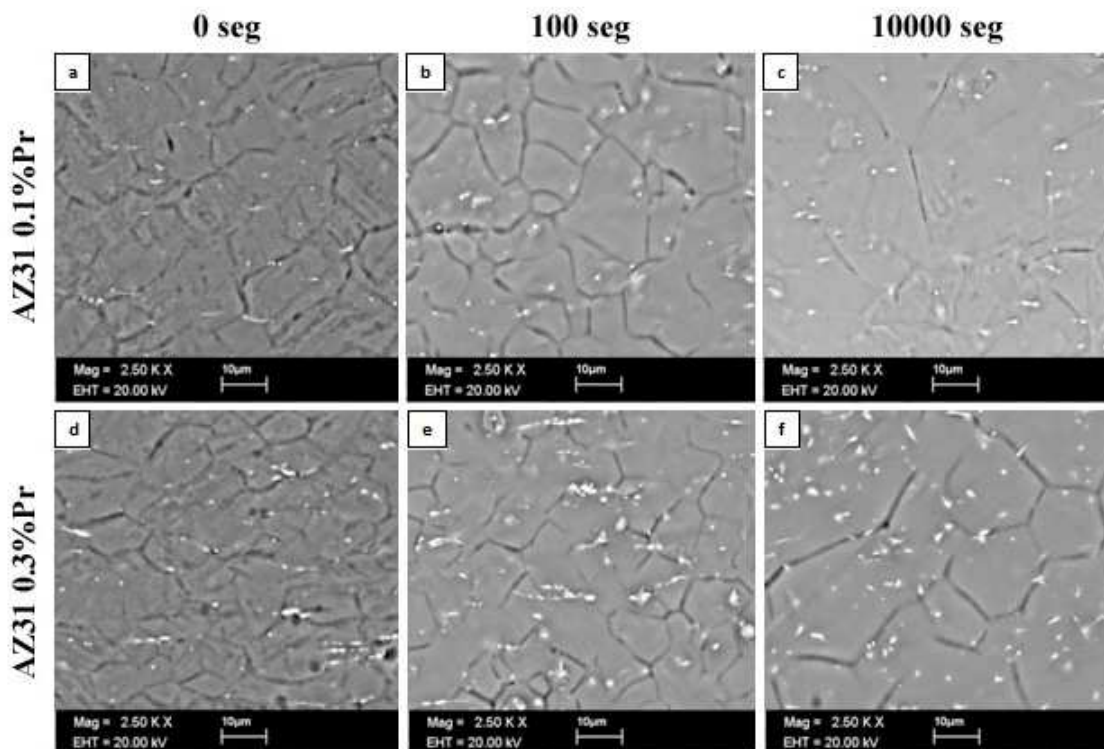


Figura 3. 17 Evolución morfológica de los precipitados de Pr en las aleaciones microaleadas, tratadas a 400 °C.

A su vez, las muestras de la aleación con 0.3 Pr tratadas a esta temperatura ya presentan una distribución de precipitados mucho más homogénea que a 350 °C; sobre todo en la muestra tratada por 10000 segundos -Figura 3.17 (f)- donde es ya visible una cantidad considerable de precipitados dentro de los granos y en toda la matriz en general; presentando morfologías tanto aciculares como globulares.

La evolución de los precipitados en las aleaciones con Pr puede explicarse mediante un proceso de descomposición de solución sólida. Realizando un análisis completo del tratamiento termomecánico aplicado a todas las aleaciones, se tiene un primer calentamiento a 350 °C anterior a la

laminación, mismo que fue aplicado inicialmente durante una hora. La presencia de una gran cantidad de partículas en los límites de grano en las muestras únicamente laminadas, indica la posible ocurrencia de un proceso difusivo, aunque de baja-mediana magnitud, durante el mismo. Después, se efectuó la laminación en caliente de las muestras y, finalmente, el respectivo tratamiento de recristalización y crecimiento de grano.

Durante la aplicación del tratamiento de recristalización y crecimiento de grano –realizado a distintas temperaturas y tiempos- se presentan cambios en la distribución de precipitados, lo cual indica que al elevarse la temperatura parte (ó todo) del Pr contenido en estos precipitados entró en solución sólida con la matriz de Mg. Sin embargo, a pesar de la elevada tasa de enfriamiento aplicada (por el enfriamiento rápido de las muestras) la descomposición de la solución sólida es inminente, formándose de nuevo los precipitados de Pr, pero con diferente morfología y con una ubicación -por falta de tiempo de difusión- dentro de los granos.

El aspecto de la solubilidad del Pr en el Mg es sumamente importante para la explicación de la morfología y distribución de los precipitados observada en las distintas muestras. Rokhlin [2] menciona que para aleaciones Mg-Neodimio (Nd) la presencia de Al y Zn disminuye considerablemente la solubilidad del Nd. Por lo tanto, dado que el Nd es un elemento muy similar al Pr en radio atómico, es posible asumir que la presencia de Al y Zn en las aleaciones fabricadas disminuya aun más la solubilidad de dicho elemento en el Mg. Analizando el diagrama de fases Mg-Pr presentado en el capítulo 1, se puede apreciar que la máxima solubilidad del Pr en Mg se presenta aproximadamente a 600 °C, a una composición con 1.7 % en peso de Pr. A menores temperaturas, esta es considerablemente menor, presentándose únicamente un pequeño aumento aproximadamente a 350 °C. Por lo tanto, sobre todo en las muestras de la aleación con 0.3% Pr tratadas a 250 °C y 350 °C, la remanencia de precipitados con la misma disposición que en las muestras laminadas se debe, principalmente, a que a las temperaturas mencionadas la solubilidad del Pr es baja, por lo que no puede entrar por completo en solución sólida con el Mg, lo cual impedirá la difusión del Pr hacia el interior de los granos y por consiguiente, no se formarán nuevos precipitados. A su vez, si se consideran los efectos de la presencia del Al y Zn en la solubilidad del Pr, es necesaria una mayor temperatura para lograr disolver una mayor cantidad de Pr en la matriz. Es hasta los 400 °C en donde se presenta una mayor solubilidad de este elemento y, bajo tiempos de tratamiento largos, se consigue la redistribución, así como el crecimiento, de los nuevos precipitados.

En cuanto a las muestras de la AZ31 0.1Pr, dada la menor concentración de Pr, el proceso de disolución parcial de Pr en la matriz ocurre con más facilidad, por lo que es posible apreciar la redistribución de precipitados incluso desde los 250 °C.

Por otra parte, también se ha mencionado que la variación de la temperatura durante la aplicación de un segundo tratamiento de envejecimiento, afecta el punto en el cual ocurre la descomposición de la solución sólida [2]. En el estudio publicado por Rokhlin [2] se presenta el caso de dos aleaciones Mg-Gadolinio y Mg-Ytrio, sometidas a un doble tratamiento de envejecimiento. La operación inicial de este tratamiento consistió en el calentamiento de distintas muestras de cada aleación a 540 °C. Posteriormente, estas fueron sometidas a un primer envejecimiento a 200 °C por 100h y, para el segundo, cada muestra fue tratada a distintas temperaturas y tiempos. El resultado principal observado fue una aparición más temprana del **punto de reversión (punto en el cual ocurre la recomposición de la solución sólida)** conforme más elevada era la temperatura del segundo tratamiento. Considerando un comportamiento similar en las aleaciones AZ31 0.1 Y 0.3 Pr sometidas a tratamiento térmico (de alta temperatura) la presencia de precipitados de mayor tamaño y redistribuidos en la matriz se debe a que ha iniciado la generación de la solución sólida, por lo que habrá difusión del Pr contenido en los límites de grano hacia su interior (mecanismo que ocurre en mayor magnitud a elevadas temperaturas). Sin embargo, la solución sólida no se alcanzará por la condición de baja solubilidad del Pr (ocasionada por la presencia de Aluminio y Zinc) así como por los defectos como dislocaciones y espacios vacantes. Por el contrario, estos últimos ocasionarán la nucleación de nuevos precipitados, los cuales debido a la alta concentración de soluto (y la temperatura) crecerán, estabilizándose finalmente durante el enfriamiento rápido. Es también destacable que los precipitados más grandes se encuentran cercanos a los límites de grano, esto debido a la alta difusividad que ocurre en los mismos y por una posible nucleación heterogénea de los mismos, durante la transformación de fase, condiciones que promueven la formación de precipitados en los límites de grano [2, 27].



### 3.2 Evaluación de la cinética de crecimiento de grano y recristalización.

#### Cuantificación del tamaño promedio y evaluación del comportamiento del crecimiento de grano.

Con base en las imágenes de MO capturadas se realizó la cuantificación del tamaño de grano. En las siguientes tablas se presentan los valores correspondientes al tamaño de grano promedio para cada una de las muestras procesadas.

Duración del tratamiento térmico, seg.	250 °C			350 °C		
	Tamaño de grano, aleación AZ31, $\mu\text{m}$	Tamaño de grano, aleación AZ31 0.1Pr, $\mu\text{m}$	Tamaño de grano, aleación AZ31 0.3Pr, $\mu\text{m}$	Tamaño de grano, aleación AZ31, $\mu\text{m}$	Tamaño de grano, aleación AZ31 0.1Pr, $\mu\text{m}$	Tamaño de grano, aleación AZ31 0.3Pr, $\mu\text{m}$
<b>0</b>	13.55837	13.13399	9.95683	13.55837	13.13399	9.95683
<b>10</b>	13.56395	13.18332	9.97958	13.7881	13.65984	11.31395
<b>100</b>	13.76843	13.27952	10.01028	14.98741	14.50588	11.80774
<b>1000</b>	14.15054	13.34113	10.02975	19.46764	16.57798	12.44233
<b>10000</b>	16.23884	14.44119	12.15627	31.34477	20.38108	19.14629

Tabla 3. 2 Tamaño de grano obtenido, para las respectivas aleaciones y tiempos, a 250 °C y 350 °C.

400 °C			
Duración del tratamiento térmico, seg.	Tamaño de grano, aleación AZ31, $\mu\text{m}$	Tamaño de grano, aleación AZ31 0.1Pr, $\mu\text{m}$	Tamaño de grano, aleación AZ31 0.3Pr, $\mu\text{m}$
<b>0</b>	13.55837	13.13399	9.95683
<b>10</b>	15.26542	13.99544	13.48159
<b>100</b>	16.2853	14.42229	14.17502
<b>1000</b>	30.19599	18.1811	18.84022
<b>10000</b>	38.1824	23.25669	27.97571

Tabla 3. 3 Tamaño de grano obtenido, para las respectivas aleaciones y tiempos de tratamiento, a 350 °C.

Al graficar estos valores (Figura 3.18) se pudo comprobar la tendencia de crecimiento ya analizada durante la sección de evolución microestructural, donde se describió una tasa de crecimiento más elevada en los tratamientos de mayor temperatura y duración. También se puede observar la relación existente con el contenido de Pr, donde el tamaño de grano se reduce al incrementarse el contenido de este elemento, salvo en las muestras tratadas a 400 °C donde -como ya se ha

explicado- el tamaño de grano para las muestras con 0.3 Pr es sensiblemente mayor al de las muestras con 0.1 Pr debido a posibles variaciones en el cálculo.

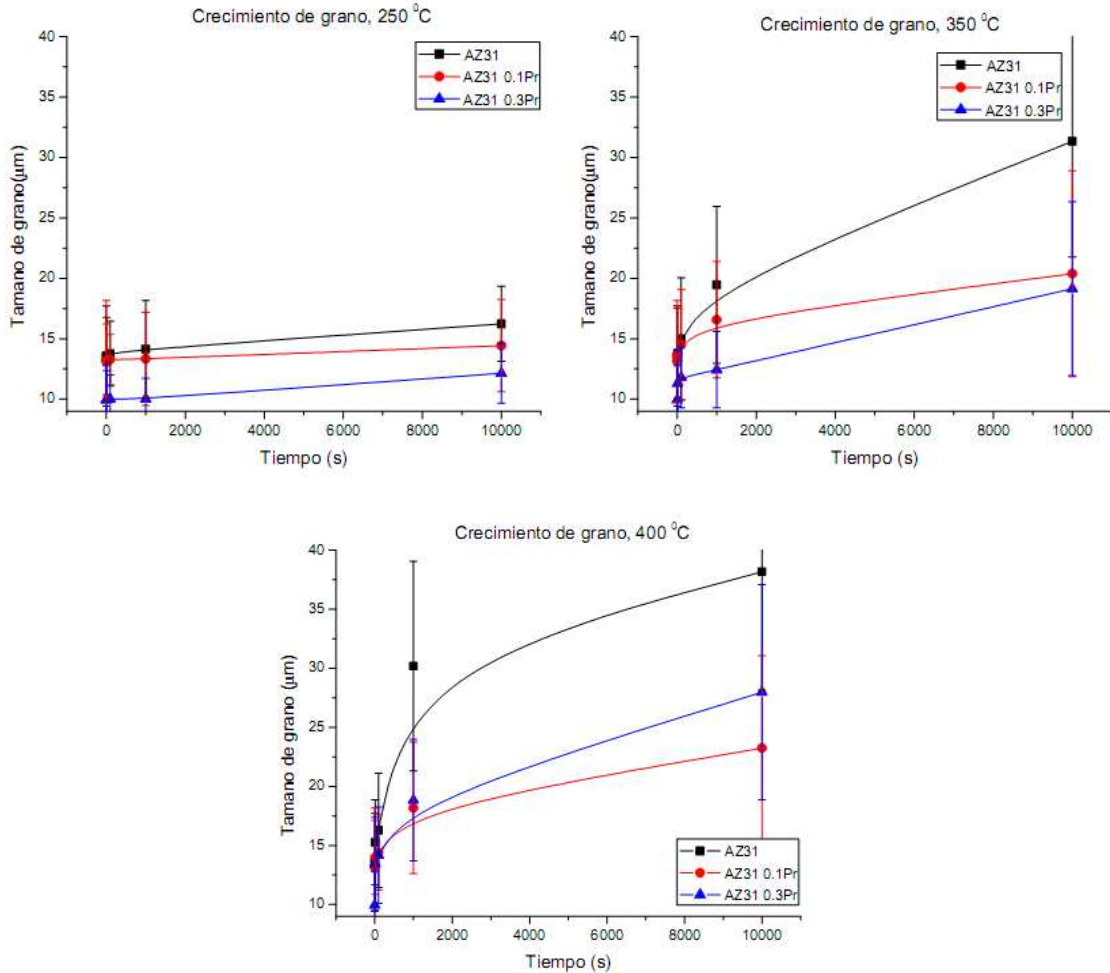


Figura 3. 18 Evolución del tamaño de grano a los distintos tiempos y temperaturas del tratamiento.

### Coefficiente de tiempo y relación con el crecimiento de grano.

En el capítulo 1, se mostró que una ecuación para el estudio de la cinética de crecimiento de grano es:

$$D - D_0 = Kt^n \quad (\text{Ec. 1})$$

Para el cálculo del coeficiente  $n$ , esta se reescribe como:

$$\ln(D - D_0) = \ln K + n \ln t \quad (\text{Ec. 2})$$

En la cual, como ya se ha explicado,  $D$  es el tamaño promedio de grano,  $D_0$  es el tamaño inicial,  $t$  es el tiempo de tratamiento,  $K$  la constante de temperatura de la ecuación de Arrhenius y  $n$  el exponente de tiempo.

Mediante la ecuación 2 y aplicando los datos obtenidos en la cuantificación del tamaño de grano, se obtuvieron los modelos de crecimiento para cada muestra de las distintas aleaciones, como se presenta en la tabla 3.5.

Aleación	Temperatura del tratamiento, °C.	Ecuación de crecimiento.	Coefficiente de tiempo (n).
<b>AZ31</b>	250	$\ln D = -1.43177 + 0.25831 \ln t$	0.25831
	350	$\ln D = -0.816024 + 0.40061 \ln t$	0.40061
	400	$\ln D = 0.031887 + 0.360354 \ln t$	0.360354
<b>AZ31 0.1 Pr</b>	250	$\ln D = -4.10684 + 0.442299 \ln t$	0.442299
	350	$\ln D = -1.47494 + 0.381765 \ln t$	0.381765
	400	$\ln D = -1.17987 + 0.380322 \ln t$	0.380322
<b>AZ31 0.3 Pr</b>	250	$\ln D = -0.53296 + 0.14939 \ln t$	0.14939
	350	$\ln D = 0.22058 + 0.19946 \ln t$	0.19946
	400	$\ln D = 0.91848 + 0.20034 \ln t$	0.20034

Tabla 3. 4 Coeficientes de crecimiento de grano para las aleaciones fabricadas.

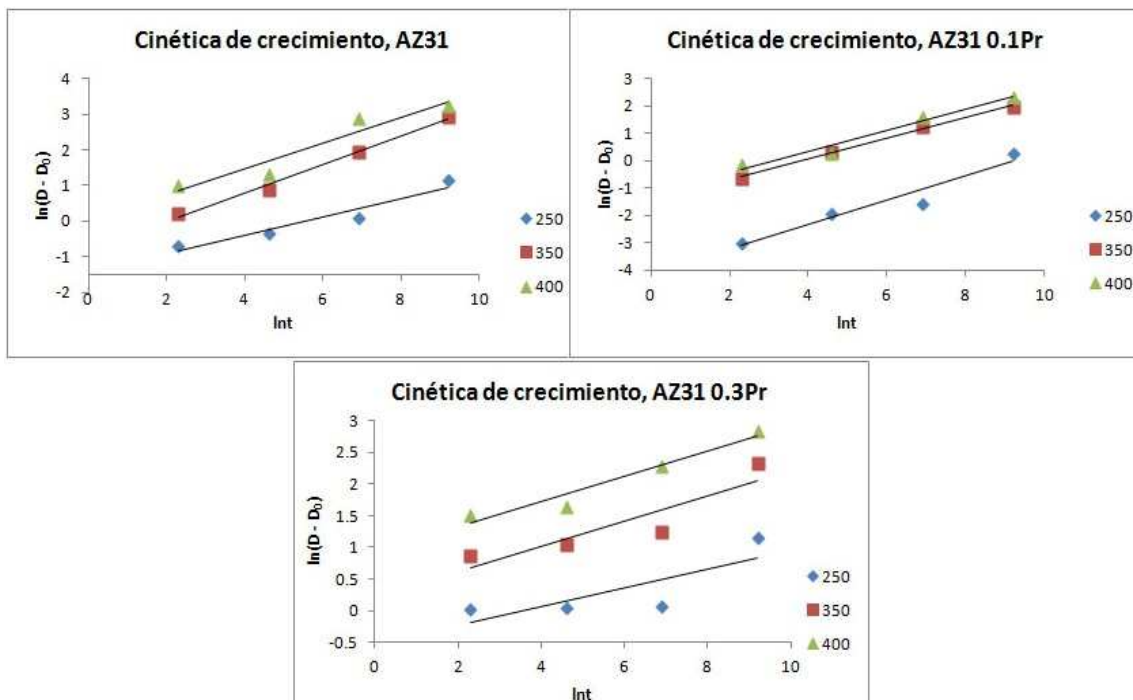


Figura 3. 19 Comportamiento del crecimiento de grano en la aleación AZ31, a distintas temperaturas de tratamiento.

Como ya se ha mencionado en el capítulo 1, el valor del coeficiente o exponente de tiempo  $n$  está relacionado con la cinética de crecimiento de grano, la cual a su vez, es condicionada por el tratamiento aplicado y el contenido de impurezas. La relación con la cinética de crecimiento, se puede justificar mediante la explicación proporcionada por Yue y Zhang (et.al) [20] donde se establece lo siguiente:

La solución general, a partir de la cual es obtenida la ecuación 1, corresponde a la forma:

$$D = Kt^n \quad (\text{Ec. 3})$$

La cual, de acuerdo a lo mencionado Yue y Zhang [20] se puede reescribir como:

$$D^m = Kt \quad (\text{Ec. 4})$$

Ecuación que para el caso –mismo que la ecuación 1- donde el tamaño de grano inicial es considerable [20] adquiere la forma:

$$D^m - D_0^m = Kt \quad (\text{Ec. 5})$$

Que es un modelo equivalente a la ecuación 1 para el análisis del crecimiento de grano.

Analizando las ecuaciones 3 y 4, es posible deducir que  $m$  es igual a  $(1/n)$  ya que este debe ser el exponente necesario para poder despejar a  $t$  de la ecuación 3. Para el caso de la ecuación 4,  $m$  es definido como el coeficiente o exponente de crecimiento de grano, cuyo valor es de 2 para metales puros [20]. Por lo tanto, comparando este con el valor del exponente de tiempo de 0.5, queda clara la reciprocidad de ambos, ya que:

$$m = \left(\frac{1}{n}\right); \text{ si } n = 0.5; m = \left(\frac{1}{0.5}\right) = 2$$

De acuerdo a lo establecido para  $m$ , su valor aumenta debido a factores que afecten la cinética de crecimiento de grano- como lo es la presencia de impurezas- pudiéndose encontrar este dentro de un rango de 2 a 8 [12].

Dado que es posible establecer que el coeficiente de tiempo es el inverso del coeficiente de crecimiento de grano. El incremento en la magnitud de este último implica un decremento del coeficiente de tiempo. Por lo tanto, la interpretación física de su disminución es la presencia de elementos que ocasionan un crecimiento de grano más lento.

Lo anterior, se corrobora en la tabla 3.4, donde se muestra que la aleación AZ31 0.3 Pr registró los coeficientes de tiempo más bajos, debido a la presencia de una fracción considerable de

precipitados de Pr en los límites de grano –como se ha señalado en el análisis microestructural-. La presencia de precipitados, controla la velocidad de difusión de los átomos en los límites de grano [25] lo cual dificulta su migración, retardando el crecimiento.

Otro aspecto importante es la disminución –salvo en la AZ31 0.1Pr- del exponente de tiempo en las muestras tratadas a 250 °C. Principalmente, esto se debe a que la transferencia de átomos a esta temperatura ocurre con mayor lentitud que a 350 o 400 °C. Esto también se puede explicar por el incremento de la temperatura de recristalización ocasionado por la presencia de impurezas, ya que – como se ha mencionado- estas disminuyen la tasa de difusión y además, durante el proceso de recuperación, representan un obstáculo para el escalamiento de dislocaciones [2] retardando con ello el proceso de recristalización y crecimiento. Por lo tanto, el sistema requerirá el aporte de mayor energía (altas temperaturas) para poder llevar a cabo este proceso ó incrementar su rapidez. A 250 °C, dado que el aporte energético al sistema no es tan elevado como en los otros casos, la movilidad es relativamente baja y el coeficiente de tiempo decae.

Por último, mediante los valores de  $n$  y  $\ln K$  obtenidos, se realizó la estimación de crecimiento de grano, la cual se aprecia en la figura 3.20.

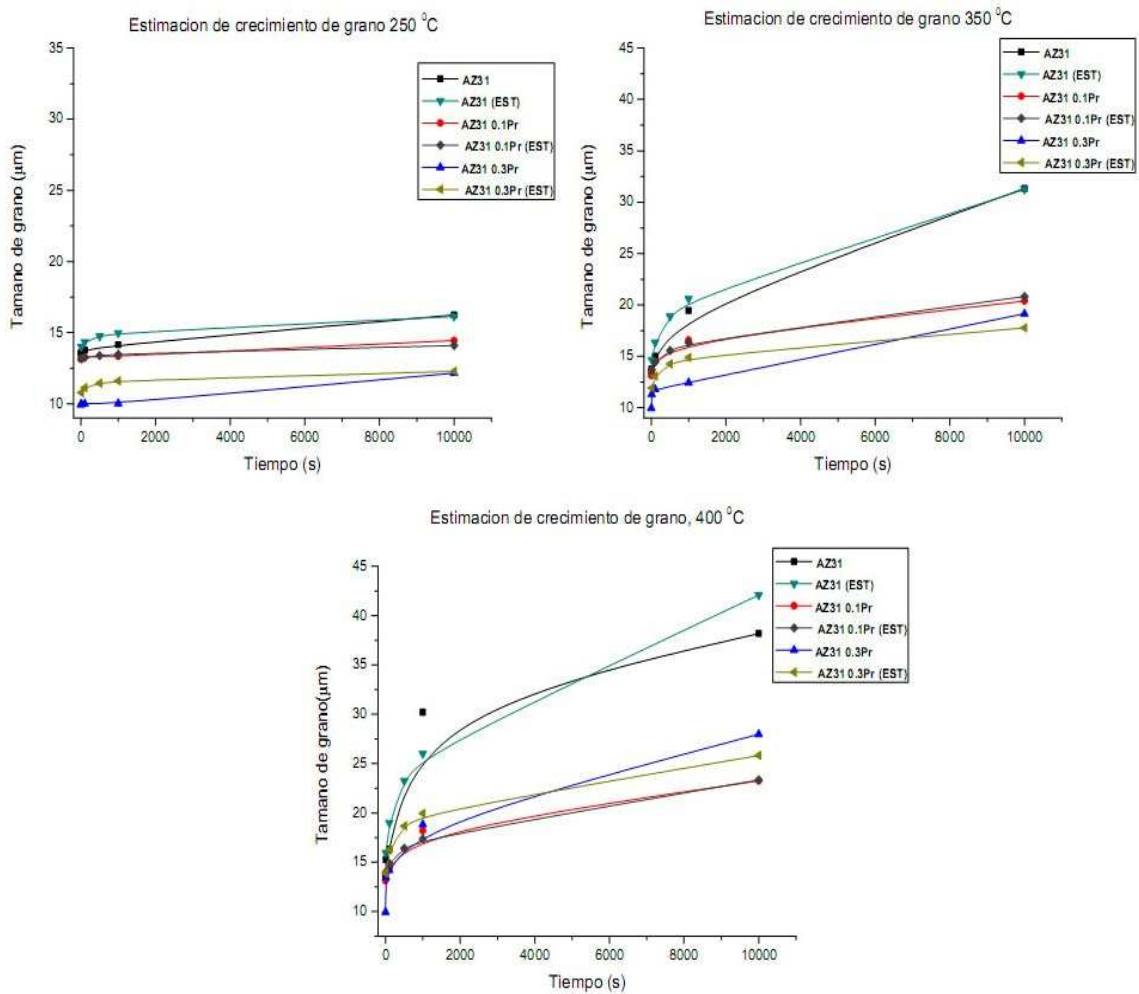


Figura 3. 20 Comparación entre el crecimiento de grano real contra el estimado mediante la sustitución de datos en la ecuación de cinética de crecimiento de grano.

Como se puede observar de la figura anterior, los valores de tamaño de grano estimados coinciden en orden de magnitud con los cuantificados durante el respectivo análisis. La aproximación es sumamente precisa para la aleación AZ31 0.1Pr, en la cual la curva generada por los valores estimados casi no presenta variación con respecto a la correspondiente obtenida con los datos experimentales; a diferencia de lo ocurrido con el resto de las aleaciones, donde existe una variación en los tiempos iniciales. No obstante, la aproximación es aun adecuada (por encontrarse los valores estimados dentro del margen de error obtenido en la obtención del tamaño de grano promedio) y permite comprobar la validez de los valores del coeficiente de tiempo obtenidos. Por

lo tanto, se puede construir un modelo para la estimación del tamaño de grano para tratamientos de distinta duración.

### Energía de Activación.

En el capítulo 1 se ha mostrado que la constante  $K$ , de la ecuación de crecimiento de grano, es dependiente de la temperatura, cuya relación queda establecida mediante la ecuación de Arrhenius:

$$K = K_o \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (\text{Ec. 6})$$

Reescribiendo la ecuación 6 en forma logarítmica e igualando con 2, se tiene:

$$\ln(D - D_o) = -\left(\frac{Q}{R}\right) * \left(\frac{1}{T}\right) + n \ln t + \ln K_o$$

Lo cual puede reescribirse como:

$$\ln(D - D_o) = -\left(\frac{Q}{R}\right) * \left(\frac{1}{T}\right) + B$$

El cual, es un modelo que relaciona a la temperatura, la energía de activación y la variación en el tamaño de grano. Graficando los valores de  $1/T$  vs  $\ln(D-D_o)$  y haciendo una regresión lineal, se obtuvieron los valores de energía de activación  $Q$  para cada una de las aleaciones (Tabla 3.4) así como la relación entre el tamaño de grano y el inverso de la temperatura (Figura 3.21).

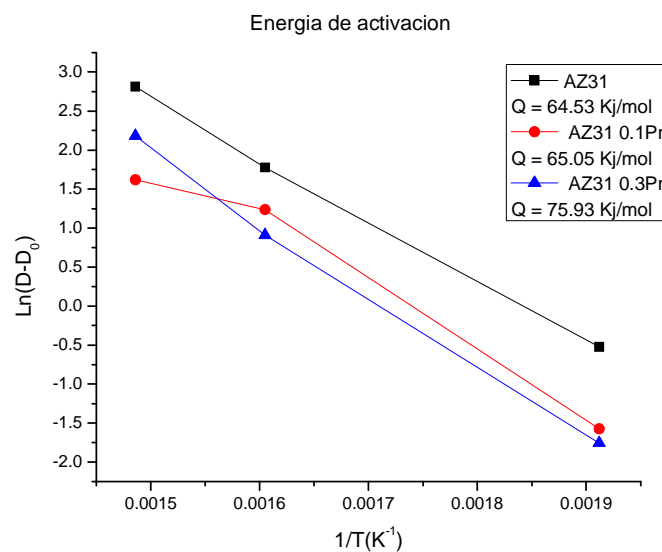


Figura 3. 21 Grafico  $\ln(D-D_o)$  vs  $1/T$  para los sistemas fabricados.

Aleación	Modelo de Arrhenius	Energía de activación Q, KJ/mol
<b>AZ31</b>	14.2982 - 7761.31 (1/T)	64.53
<b>AZ31 0.1 Pr</b>	13.4746 - 7823.74 (1/T)	65.05
<b>AZ31 0.3 Pr</b>	15.6765 - 9132.34 (1/T)	75.93

Tabla 3. 5 Energías de activación calculadas para los sistemas estudiados.

En la literatura se ha mencionado que el valor de energía de activación obtenido mediante el método expuesto resulta, en ocasiones, difícil de interpretar debido a la gran cantidad de factores a los que puede estar asociado su magnitud [25] tanto matemáticos como físicos. Por ejemplo, en este caso, la variación en el valor de  $\ln(D-D_0)$  correspondiente a la aleación con 0.1Pr (Figura 3.21) obtenido, el cual pudo originarse por el margen de error de los datos durante su cálculo. Por su parte, en el aspecto físico, se tiene a la contribución de la energía almacenada en la red cristalina por la deformación. Es decir, que el valor no corresponda solamente a la energía requerida para los procesos difusivos involucrados en la recuperación y recristalización (Ver capítulo 1). Pese a lo anterior, el modelo ha sido empleado en diversos estudios, como el realizado por Miao [12], ya que permite aproximar el tipo de fenómeno cinético ocurrido (durante el tratamiento) mediante la comparación entre los valores de energía de activación de difusión en la red y de difusión en límites de grano y los calculados.

Como lo reporta Prasad [14] la energía de activación de difusión en la red, para el Magnesio puro, es de 135 KJ/mol, mientras que la de difusión en límites de grano es de 92 KJ/mol. En esta misma publicación [14] se ha establecido que cuando la energía de activación calculada tiene un valor más cercano a la necesaria para difusión en los límites de grano (92 KJ/mol) se puede señalar a este último como el mecanismo principal ocurrido durante la recristalización y el crecimiento de grano. Por lo tanto, con base en este fundamento y los valores calculados (Tabla 3.5) puede decirse que, para las aleaciones tratadas en el presente trabajo, el mecanismo principal ocurrido durante el crecimiento de grano y la recristalización ha sido la difusión a través de los límites de grano. No obstante, destaca el hecho de que estos valores sean menores que los reportados para un metal puro, siendo que las impurezas (que en este caso son, incluso, los precipitados de Al y Zn) disminuyen la rapidez de los procesos difusivos y provocan, por el contrario, un aumento de la energía de activación.



Una de las principales causas de la variación registrada en la energía de activación, respecto al valor mencionado para magnesio puro- es la influencia de la micro-estructura [12] lo cual se debe a que durante la recristalización existe una fracción de granos que aun no ha comenzado ó se encuentra iniciando el proceso, por lo que existen límites de grano en una posición de no equilibrio con elevada energía de distorsión, misma que promueve la migración de átomos [13] y no puede ser cuantificada mediante el método descrito, afectando al valor de la energía de activación calculado. Por lo tanto, para determinar esta de manera que represente solo factores cinéticos, debe emplearse otra técnica de caracterización, como la calorimetría diferencial de barrido.

Por otra parte los valores calculados permiten (aunque sólo de manera cualitativa por todo lo mencionado anteriormente) estimar los efectos de la adición de Pr en la energía de activación de la AZ31. En la tabla 3.5, se puede apreciar una diferencia entre la energía de activación de la AZ31 y la de la AZ31 0.3Pr. Este incremento se puede atribuir a la considerable fracción de precipitados en esta aleación, donde los efectos ya mencionados en el crecimiento de grano por estos ocasionaran una mayor demanda de energía para poder realizar los procesos cinéticos.

### 3.3 Pruebas mecánicas.

Las pruebas mecánicas realizadas, tuvieron por objetivo la determinación del esfuerzo máximo (ó último) a tensión y la elongación máxima, de las aleaciones fabricadas, para la determinación de los efectos del Pr en dichas propiedades; lo anterior tanto para muestras sin tratamiento de recristalización y crecimiento de grano, como para muestras sometidas a este.

#### Probetas sin tratamiento térmico.

Para este grupo de muestras se registró un elevado esfuerzo de tensión con una elongación reducida. En las aleaciones con Pr, el valor del esfuerzo máximo a la tensión resulto superior al registrado por la aleación base. Sin embargo, la elongación máxima que alcanzan es hasta un 2 % menor, indicando una menor ductilidad. En el gráfico esfuerzo vs deformación mostrado en la figura 3.22, es posible observar que el esfuerzo máximo se alcanza en el comienzo de la región elástica. Posteriormente de manera casi inmediata (sobre todo para las aleaciones con Pr) se presenta la fractura.

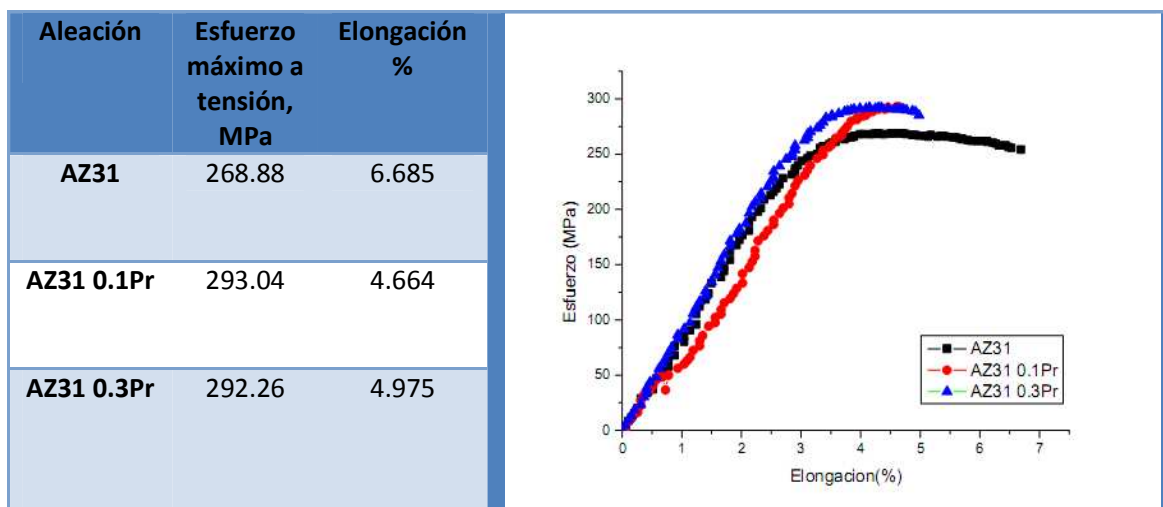


Figura 3. 22 Curva esfuerzo vs deformación y valores máximos para las probetas sin tratamiento térmico.

El comportamiento de este grupo de muestras se debe, principalmente, al endurecimiento por deformación originado durante el proceso de laminación. La gran cantidad de dislocaciones generada durante la deformación plástica ocasiona mecanismos de bloqueo que impiden el

deslizamiento de los planos atómicos y las dislocaciones restantes; incrementando el esfuerzo y reduciendo la plasticidad.

Como ya se ha mostrado en las micrografías de MO y MEB, la cantidad de maclas en los granos de las aleaciones procesadas por laminación es considerable, por lo que su efecto en la plasticidad también es notable. Es importante tener en cuenta que la formación de maclas representa un mecanismo auxiliar, principalmente en los metales con estructura hexagonal, para el deslizamiento de los planos atómicos bajo la aplicación de una carga. Sin embargo estas formarán bandas de corte, que servirán como obstáculos para el movimiento de las dislocaciones, reduciéndose también la plasticidad del material. Este fenómeno es bastante común en las aleaciones base Mg [5, 16].

Por su parte, el deslizamiento de límites de grano también es un mecanismo auxiliar para la deformación de las aleaciones de Magnesio. Sin embargo, este ocurre con mayor facilidad cuando los límites se encuentran libres de una cantidad excesiva de impurezas. Según lo mostrado en el análisis microestructural, las aleaciones con 0.1 y 0.3 Pr –únicamente procesadas por laminación– presentan una gran cantidad de precipitados en los límites de grano, lo cual para el fenómeno de deslizamiento de límites de grano representa un obstáculo [5], disminuyendo la movilidad. Lo anterior, puede ser otra causa de la fractura prematura en las aleaciones con Pr de este grupo de muestras.

#### Probetas tratadas a 350 °C, durante 100 segundos.

En este grupo de muestras el esfuerzo máximo a tensión se reduce en comparación con las anteriores. La ductilidad, por su parte, se incrementa considerablemente. La aleación AZ31 0.1Pr es la que presenta mayor resistencia a la tensión, así como la elongación de mayor magnitud (Figura 3.23) siendo la más dúctil del grupo.

Por su parte, en la AZ31 el esfuerzo máximo a tensión, así como la elongación resultaron inferiores respecto a la AZ31 0.1Pr. No obstante, el valor de elongación reportado es más elevado en comparación con la misma muestra sin tratamiento.

Por último, la probeta de AZ31 0.3Pr registró el esfuerzo máximo a tensión más bajo. A su vez, la elongación registrada resultó inferior a la obtenida para la muestra de AZ31 0.1Pr, pero siendo ambos valores superiores a los de la aleación base.

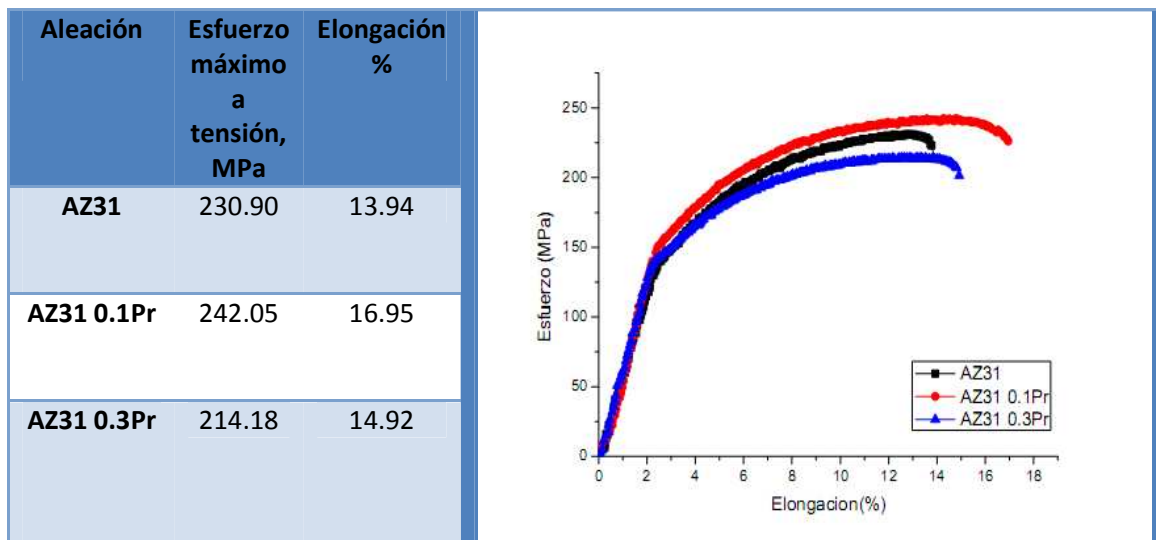


Figura 3. 23 Curva esfuerzo vs deformación y valores máximos para las probetas de las muestras tratadas a 350 C por 100 segundos.

Analizando la figura 3.23, es posible identificar claramente tanto la región elástica como la plástica. Ambas presentan un comportamiento sumamente definido (Lineal en la zona elástica y no lineal en la plástica). La mayor plasticidad presentada por este grupo de muestras, se debe principalmente a que el tratamiento térmico aplicado (350 °C por 100 segundos) ha permitido la recristalización completa de los granos y con ello, la presencia de una red liberada de esfuerzos internos. Por lo tanto, ya no se encuentran presentes los efectos del endurecimiento por deformación. Así mismo, como también se ha mostrado en el análisis microestructural, las maclas desaparecen también por efecto de la recristalización, por lo que ya no existen bandas de corte que bloqueen el movimiento de dislocaciones [16].

Por otro lado, la mayor resistencia a la tensión de la AZ31 0.1Pr fue ocasionada, principalmente, por la reducción del tamaño de grano, esto debido a que una mayor cantidad de fronteras de grano impide el movimiento de las dislocaciones a través de la matriz. Condición que se puede comprobar con la relación de Hall-Petch ( $\sigma = \sigma_i + Kd^{-\frac{1}{2}}$ ) la cual establece que el esfuerzo será mayor si el tamaño de grano decrece.

Otra posible causa, en conjunto con la anterior, es la presencia de precipitados dispersos en la matriz. En secciones anteriores, se mostró que las muestras con 0.1 % de Pr tratadas a 350 °C redistribuían sus precipitados totalmente debido a la mayor facilidad (por el reducido contenido

de Pr) para colocar más Pr en solución sólida, descomponiéndose esta posteriormente, formando un conjunto de nuevos precipitados, los cuales -distribuidos uniformemente por la matriz- pudieron haber aumentado la resistencia mediante dos fenómenos. El primero, endurecimiento por la existencia de coherencia entre los precipitados y la matriz, generando distorsión en las zonas cercanas a los mismos, dificultándose así el movimiento de dislocaciones. El segundo, endurecimiento por acumulación de dislocaciones (Mecanismo de Orowan [27]) el cual indica la presencia de precipitados ya incoherentes, cuyo ángulo de tensión de línea (formado entre el precipitado y el segmento de dislocación durante la aplicación de un esfuerzo [27]) es casi igual a 90 grados, lo que hará que estos se comporten como obstáculos no deslizables, ocasionando acumulación de dislocaciones alrededor de las partículas, promoviendo endurecimiento por deformación y requiriéndose un mayor esfuerzo para el deslizamiento de las siguientes dislocaciones.

La plasticidad adicional observada en esta aleación, puede deberse a que la redistribución de los precipitados contribuye a la purificación de los límites de grano. Además, se ha reportado que los elementos de Tierras raras tienden a unirse con las impurezas en este tipo de aleaciones [2], lo cual las desplaza de los límites de grano. Como ya se ha mencionado, el mecanismo de deslizamiento de granos se da con mayor facilidad cuando los límites están libres de partículas y/o impurezas. Por lo tanto, dado que en este caso la concentración de precipitados de Pr ha disminuido considerablemente, el deslizamiento de granos es más factible, incrementándose la plasticidad [5].

En la probeta de AZ31 0.3 Pr, la disminución del esfuerzo de tensión se puede atribuir a la distribución de los precipitados obtenida bajo el tratamiento aplicado. En las micrografías de MEB mostradas es posible ver que para esta aleación una considerable fracción de los precipitados originalmente situados en los límites de grano permanece en este sitio y no se redistribuyen en la matriz como en el caso de la aleación AZ31 0.1Pr. Por lo tanto, no ocurren los mecanismos de endurecimiento como el de acumulación de dislocaciones dentro de los granos, pudiéndose desplazar estas con mayor facilidad, disminuyendo el esfuerzo requerido para causar la deformación [27]. Finalmente, los precipitados presentes en los límites de grano también son la causa de la menor elongación, ya que en esta zona los precipitados sí causarían los mecanismos de endurecimiento por deformación ya mencionados [27], disminuyendo la plasticidad.

Probetas tratadas a 350 °C, por 10000 segundos.

En general, este conjunto de muestras presentó los valores de esfuerzo máximo a tensión más bajos; mientras que la elongación presentó valores similares a los registrados por las muestras sin tratamiento. Al igual que en el caso anterior, la muestra de la aleación AZ31 0.1Pr registró los valores de esfuerzo máximo y elongación más elevados, mientras que los más bajos (esfuerzo y elongación) correspondieron a los obtenidos por las probetas de AZ31 y AZ31 0.3Pr, respectivamente (Figura 3.24).

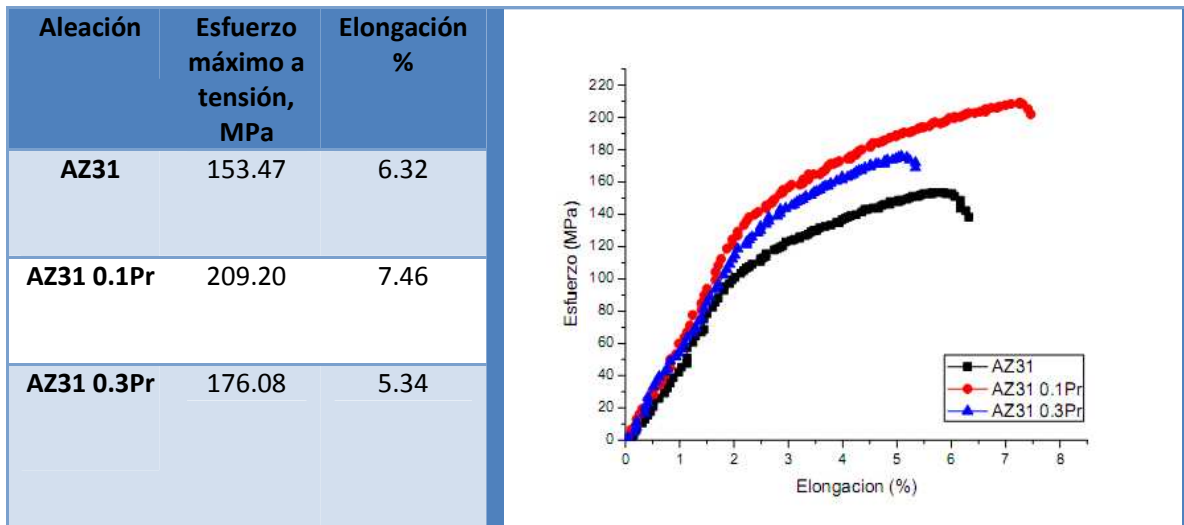


Figura 3. 24 Curva esfuerzo vs deformación y valores máximos para las probetas tratadas por 10000seg a 350 °C.

En el gráfico de la figura 3.24, se pueden identificar las regiones elástica y plástica. La región plástica exhibe al inicio un comportamiento similar al grupo de probetas anteriores; sin embargo, casi inmediatamente después de alcanzarse el esfuerzo máximo, ocurre la fractura del material.

La disminución del esfuerzo a tensión, en comparación con el grupo anterior, se debe principalmente al elevado crecimiento de grano ocurrido por el tratamiento térmico aplicado, ya que una baja cantidad de límites de grano implica menos obstáculos para el movimiento de dislocaciones, requiriéndose de una menor fuerza para su desplazamiento, deformándose la matriz con una menor carga [27]. Aun así, es notable en las aleaciones con Pr un valor de esfuerzo superior al registrado por la AZ31; lo cual puede explicarse por la presencia de precipitados de gran tamaño ocasionando endurecimiento por acumulación de dislocaciones (AZ31 0.1Pr, principalmente) ó por la resistencia al corte de los precipitados (para la muestra de AZ31 0.3 Pr,

dada la mayor cantidad de precipitados distribuidos en la matriz) el cual ocasiona un incremento en la fuerza necesaria para el movimiento de dislocaciones a través de los precipitados [27]. Sin embargo, para este caso también es necesario considerar el daño corrosivo ocasionado en las probetas por el tratamiento de larga duración (Figura 3.25) mismo que pudo haber afectado en el resultado final, añadiendo un factor de error. No obstante, el comportamiento físico observado es congruente con la microestructura de las aleaciones.

Por su parte, la falta de plasticidad se atribuye también a el daño mencionado, mismos que pudieron haber causado una alta concentración de esfuerzos en zonas específicas de la probeta, ocasionando de forma prematura su fractura. En caso de no haberse dañado las probetas por corrosión, la elongación reportada pudo haber sido de una magnitud similar a la obtenida por el grupo anterior de muestras, esto por la menor cantidad de límites de grano, lo cual reduce el endurecimiento por deformación, mejorando la plasticidad [27].



Figura 3. 25 Probeta dañada por tratamiento de 10000 segundos, aleación AZ31.

### **Evaluación general.**

Es importante mencionar que todos los grupos de muestras probados representan una selección inicial, cuyo objetivo fue verificar los parámetros del equipo de medición para el tipo de muestras, así como determinar un primer comportamiento de las aleaciones fabricadas. Para poder establecer con mayor exactitud la magnitud de las propiedades mecánicas analizadas –en todas las aleaciones- resulta indispensable la fabricación y prueba de un mayor número de muestras. Esto con el objetivo de evitar al máximo variaciones debidas a agentes externos como daños en las muestras o imprecisiones de la medición.

Sin embargo, pese a la reducida cantidad de muestras probadas, la magnitud de las propiedades determinadas se encuentra en el orden correspondiente con lo publicado en otros trabajos. Wei y En-hou [16] reportan los resultados de varios ensayos de tensión para muestras de una aleación AZ31, mismos que (comparados a su vez con los obtenidos en la presente tesis para la misma aleación) se presentan en la tabla 3.6.

Preparación de la muestra [16]	Esfuerzo máximo a tensión [16], MPa	Elongación [16], %	Preparación de la muestra	Esfuerzo máximo a tensión, MPa	Elongación, %
Laminación, reducción de 86 %, sin tratamiento térmico.	285	6.23	Laminación, reducción de 80 %, sin tratamiento térmico.	268	6.68
Laminación, reducción de 86 %. Tratada a 200 °C por 1800 s	265	14.9	Laminación, reducción de 80 %. Tratada a 350 °C por 100 s	231	13.94

Tabla 3. 6 Comparativo de resultados de los ensayos de tensión publicados [16] y los analizados en el presente estudio. En ambos casos, las pruebas se llevaron a cabo a temperatura ambiente.

Como se puede observar, los valores reportados para las muestras sin tratamiento son sumamente similares, donde la variación entre los valores de esfuerzos de tensión pudiera deberse a aspectos del procesamiento. Por ejemplo, la diferencia en la reducción aplicada durante la laminación. Por otro lado, las elongaciones también son casi iguales en magnitud.

Para las muestras tratadas térmicamente, la comparación resultó más compleja debido a que los tratamientos térmicos aplicados no fueron iguales. De lo publicado por Wei [16] se eligieron los datos de las muestras tratadas lo mas cercanamente a 350 °C. No obstante, extrapolando el resultado de este autor, es admisible que el esfuerzo obtenido a 350 °C sea menor, aun habiéndose tratado la muestra por un lapso de tiempo mucho más corto. Esto último se debe, principalmente, a que la recristalización ocurre más rápidamente a esta temperatura que a 200 °C.

Como último punto, los resultados obtenidos también permiten hacer una primera evaluación cuantitativa de los efectos del Pr en las propiedades mecánicas de la aleación AZ31. Por ejemplo,



para todas las muestras de AZ31 0.1Pr el efecto siempre es positivo, presentándose un incremento en el esfuerzo de tensión y en la elongación. Para el caso de la muestra tratada a 350 °C por 100 segundos, el esfuerzo a tensión registrado (Tabla 3.6) fue de 242 MPa, mismo que se encuentra cercano al valor reportado para una muestra de aleación AZ31 tratada por 1800 segundos a 200 °C [16]; teniendo a su vez una elongación mayor. Por lo tanto, si resulta posible obtener un conjunto de propiedades similares (o superiores) empleando un tratamiento de mayor temperatura, pero de mucha menor duración, se puede tener una ventaja importante -en cuanto a productividad- respecto a la aleación AZ31. Todo ello, utilizando un mínimo contenido de microaleante; por lo que su costo no se elevaría demasiado con respecto a la aleación ya existente (AZ31). Naturalmente, lo reportado en el presente trabajo establece las primeras bases para este análisis, siendo necesaria la realización de una mayor cantidad de tratamientos térmicos y pruebas para determinar el mejor conjunto composición-procesamiento-tratamiento final.

# Conclusiones

## **Se determinaron los parámetros para la incorporación del Pr en la estructura de la aleación AZ31.**

La incorporación del Pr no requiere de la preparación de una aleación maestra debido a que la temperatura de fusión del Pr (935 °C) es inferior a la temperatura de evaporación más baja de los elementos empleados en la aleación AZ31, la cual corresponde a la del Mg (1091 °C). Mediante el análisis estructural de las aleaciones AZ31 con adiciones de Pr (0.1 y 0.3 % en peso) se observó que el Pr se distribuye por la matriz en forma de precipitados.

## **La adición de Pr contribuye al refinamiento microestructural de la aleación AZ31.**

En las aleaciones AZ31 0.1 Pr y AZ31 0.3 Pr se observó una reducción en el tamaño de grano respecto a la aleación AZ31, siendo esta reducción en la aleación con 0.3 Pr. Esta tendencia se mantuvo en todas las muestras procesadas, salvo en las tratadas por 1000 y 10000 segundos a 400 °C; condiciones en las cuales la aleación con 0.1 Pr presentó un tamaño de grano menor. Lo anterior, pudo deberse a la presencia de granos con crecimiento anormal. Por su parte, mediante de los resultados de MEB se observó que la morfología y distribución de los precipitados de Pr dentro de la matriz varían de acuerdo al contenido de Pr y al tratamiento termo-mecánico aplicado.

## **La presencia de Pr disminuye la tasa de crecimiento de grano durante la aplicación de los distintos tratamientos térmicos, afectando la cinética de este proceso.**

En el análisis del tamaño de grano en función del tratamiento térmico realizado, se observó que el coeficiente de tiempo – el recíproco del coeficiente de crecimiento de grano- con el valor más bajo se obtuvo en la aleación con 0.3Pr, para todas las temperaturas. Esto podría indicar que el cambio en la cinética de crecimiento, al incrementarse el contenido de Pr, se debe a que los precipitados de Pr controlan la velocidad de difusión en los límites de grano, dificultando la migración de los átomos y, por ende, disminuyendo la tasa de crecimiento. Por otra parte, la energía de activación, cuyo valor se incremento en las aleaciones con Pr, indica que los precipitados también influyen en los procesos difusivos ocurridos durante la recuperación y recristalización.

**La adición de 0.1% en peso de Pr ocasiona un incremento en la resistencia máxima a tensión y en la elongación de la aleación AZ31.**

La muestra con 0.1% de Pr con un tratamiento térmico a 350 °C por 100 segundos presenta la mejor relación entre resistencia máxima a tensión y elongación. Lo anterior podría ser ocasionado por la recristalización ocurrida bajo esta condición, al refinamiento microestructural generado por el Pr y a la distribución y tamaño de los precipitados formados, siendo estos últimos óptimos para la AZ31 0.1 Pr. La presencia de precipitados de tamaño reducido y distribuidos uniformemente en la matriz incrementa el esfuerzo debido a la presencia de campos de distorsión alrededor de los mismos. A su vez la plasticidad adicional puede deberse a la ocurrencia de un mecanismo de deslizamiento de grano. Para las muestras sin tratamiento, estas propiedades no son adecuadas por la gran cantidad de defectos ocasionados por la deformación plástica, mientras que en las muestras tratadas por 10000 segundos el gran tamaño de grano, así como el daño sufrido por las probetas durante el tratamiento de larga duración, afectan el desempeño de las aleaciones.

# **Anexo 1.**

## **Fundamentos teóricos de las técnicas de caracterización MO, MEB y DRX.**

## **Anexo 1. Fundamentos teóricos de las técnicas de caracterización MO, MEB Y DRX.**

### **Microscopia óptica.**

#### *Fundamentos*

La microscopia óptica es una de las técnicas más utilizadas en el área de metalurgia e ingeniería de materiales, ya que permite la obtención rápida de información cualitativa e incluso, cuantitativa de la muestra. Por ejemplo, la evolución de la microestructura de un metal, posterior a un tratamiento térmico. Además, resulta menos costosa que otras técnicas y requiere un nivel de preparación menor por parte del técnico.

En el área de investigación, la microscopia óptica se divide en microscopia de luz reflejada (especímenes opacos) y en microscopia de luz transmitida (especímenes transparentes). La primera es sumamente utilizada debido a que gran parte de los materiales para ingeniería son opacos.

#### **Funcionamiento.**

El microscopio óptico posee tres componentes básicos para la magnificación y visualización de imágenes. Estos son la fuente de luz, el lente objetivo y el ocular.

**Lente objetivo.** Su función es concentrar la luz proveniente del cuerpo y formar la imagen primaria (a menudo denominada imagen real). Mientras mayor sea su capacidad para capturar los rayos de luz, mayor será la resolución que pueda otorgar. Consiste, básicamente, en un lente plano-convexo con una superficie frontal plana y una trasera cóncava. Por lo general este se compone de un arreglo tubular de varias lentes.

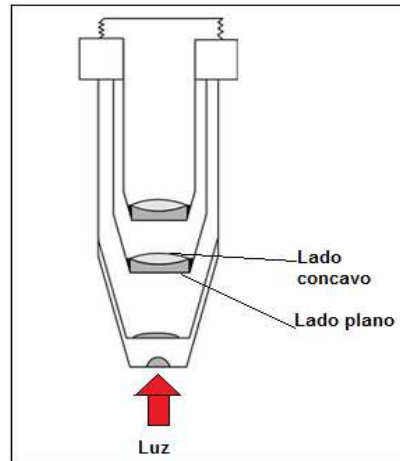


Figura A. 1 Lente objetivo. El conjunto de lentes plano-convexas concentran la luz proveniente del espécimen y forman la imagen.

**Ocular.** Su propósito es amplificar la imagen formada por el lente objetivo, la cual proyectara hacia el ojo del observador o el lente de una cámara fotográfica. Está conformado también por un juego de lentes dentro de un tubo.

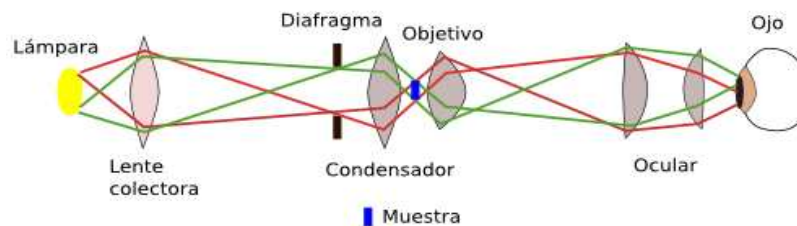


Figura A. 2 Diagrama esquemático de funcionamiento de los lentes ocular y objetivo.

**Fuente de luz.** Proporciona la iluminación necesaria para la generación de imágenes. Esta puede proveer distintos tipos de luz para mejorar la resolución, ya que esta última se incrementa al reducir la longitud de onda de la luz recibida.

**Longitud del tubo.** Para funcionar adecuadamente, los lentes objetivo y ocular deben estar situados a una distancia específica, denominada longitud del tubo. Esta se define como la distancia entre el plano focal trasero del objetivo y el plano focal frontal del ocular. Por esta razón, no es recomendado el intercambio de lentes entre microscopios.

### **Aplicaciones.**

Como ya se ha mencionado, en el área de investigación de materiales, la técnica más utilizada es la microscopía óptica de luz reflejada. Esta fue desarrollada para el análisis de especímenes opacos y se caracteriza, principalmente, por proyectar el haz de luz de forma paralela al eje óptico. Para dicho fin, emplea dispositivos de iluminación vertical, mismos que se han ido optimizando para evitar la formación de sombras y mejorar la resolución de la imagen otorgada.

Esta técnica permite analizar propiedades micro-estructurales como tamaño de grano, fracción volumétrica de fases, identificación de fases secundarias, presencia de inclusiones y cuantificación de micro-constituyentes. A su vez, la realización de estudios por estereología (microscopía cuantitativa) hace posible la obtención de imágenes tridimensionales a partir de bidimensionales.

A su vez, la microscopía óptica puede proporcionar una gran cantidad de información cualitativa, por ejemplo: grado de revenido de una aleación, determinación del tipo de material por medio de análisis microestructural, entre otros. Lo anterior dependerá en gran medida de la capacidad y experiencia del técnico.

### **Microscopía electrónica de barrido.**

#### **Fundamentos.**

La microscopía electrónica de barrido es una técnica empleada para la caracterización morfológica y superficial de un material. A diferencia de la microscopía óptica, un haz de electrones incide sobre la muestra, generando fenómenos como electrones secundarios, electrones retrodispersados, electrones Auger, rayos x, etcétera; donde cada uno proporciona –mediante el detector adecuado- diferente información del espécimen [29].

#### **Funcionamiento.**

El microscopio electrónico de barrido está conformado por una cámara de vacío a través de la cual pasa el haz de electrones. Este es enfocado y dirigido hacia la muestra por medio de un sistema de lentes electromagnéticas, el cual consta de un cañón de electrones, un lente condensador y un lente objetivo; además de las bobinas de barrido.

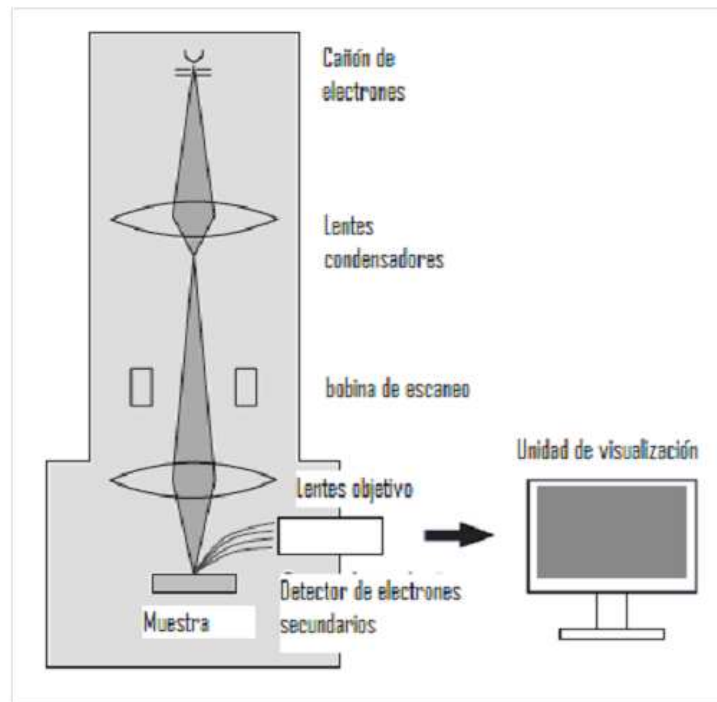


Figura A. 3 Componentes básicos de un microscopio electrónico de barrido [29].

#### Descripción y funcionamiento de los componentes.

**Cañón de electrones.** Es una pistola termoiónica constituida por un filamento de Tungsteno, el cual al calentarse (2800 K) emite termoelectrones; al aplicar una diferencia de potencial de aproximadamente 30 KV formaran el haz de electrones empleado para el barrido.

**Lente condensador.** Su función es reducir o amplificar la intensidad del haz que llega al lente objetivo. Esto se consigue por medio de la variación del campo magnético producido por la bobina acoplada al mismo.

**Lente objetivo.** Enfoca el haz proveniente del lente condensador y controla su diámetro final. Si el desempeño de este no es adecuado, resulta imposible la obtención de un haz lo suficientemente refinado para un escaneo de precisión. Por lo tanto, su performance debe ser el mayor posible.

**Bobinas de barrido.** Conforman el sistema encargado de recorrer el haz ya enfocado a través de la superficie de la muestra.

**Detectores de señal.** El microscopio electrónico de barrido está equipado con diversos sensores para adquirir información de las señales generadas por la interacción del haz de electrones con el espécimen analizado. Los principales detectores son:



- **Detector de electrones secundarios.** Como su nombre lo indica, su función es coleccionar los electrones secundarios, para transformarlos en luz y, finalmente, en una señal eléctrica. Esta es amplificada y dirigida hacia una unidad de rayos catódicos (CRT) o hacia una pantalla LCD para la generación de la imagen. El brillo de esta última dependerá de la cantidad de electrones secundarios captados.
- **Detector de electrones retrodispersados.** Son aquellos electrones de alta energía reflejados de las interacciones con la superficie. Dada su condición, suelen provenir y traer información de regiones profundas de la superficie. Además, son sensibles a la composición química del material; por lo tanto, conforme sea mayor el número atómico del elemento presente, la intensidad de su señal será mayor. Lo anterior permitirá distinguir en la imagen las zonas con distinta composición. Por su parte, el sensor está ubicado en línea recta con la señal de retrodispersados.
- **Espectrómetro de dispersión de energía (EDS).** Mediante este dispositivo se mide la energía de los rayos X característicos de un determinado elemento, por lo cual es sumamente empleado para obtener un análisis elemental de la composición química de la superficie.

#### **Información proporcionada por la técnica.**

Como se ha mencionado anteriormente, la microscopía electrónica de barrido proporciona información de las zonas con distinta composición química, siendo esto la detección de fases secundarias, cuya composición puede aproximarse mediante el uso del EDS. Lo anterior, en conjunto con la capacidad para evaluar la morfología de estas fases en el material analizado. Adicionalmente, dada la facilidad de modificar la trayectoria inicial de los electrones secundarios, se puede obtener información de zonas no alineadas con el detector, lo que permite analizar también la morfología de superficies irregulares, por ejemplo análisis de fracturas.

## Difracción de rayos X.

### Descripción.

Es una de las técnicas más poderosas empleadas en el análisis estructural de sólidos cristalinos. Permite obtener parámetros como tamaño de celda y posición de los átomos dentro de la misma, así como determinar el sistema cristalino, la simetría grupal espacial, la densidad teórica del material, la composición química, entre otros.

La gran cantidad de información obtenida de esta técnica es posible, en gran medida, a los ordenadores digitales. Estos han permitido reducir considerablemente el tiempo de procesamiento de datos, pudiéndose obtener información más detallada y precisa del espécimen analizado.

### Generación de rayos X.

Los dispositivos actuales para el análisis de rayos X disponen de un elemento de generación de radiación denominado Tubo de rayos X, cuyo esquema se muestra a continuación.

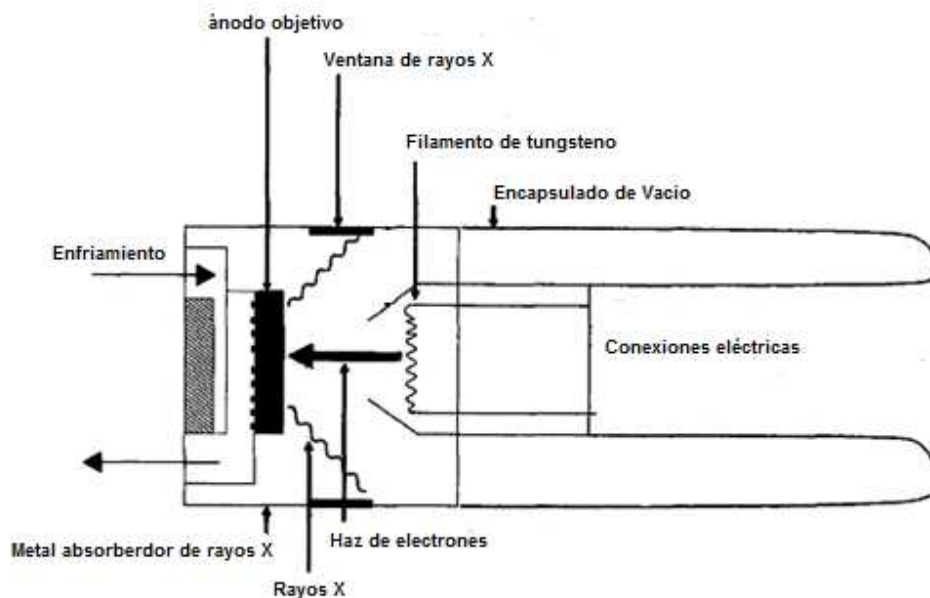


Figura A. 4 Tubo generador de Rayos X con ánodo de cobre [28].

El dispositivo se compone de un filamento de tungsteno, una cámara de vacío, un ánodo objetivo (fabricado de molibdeno o cobre) y un sistema de enfriamiento. Al calentarse el filamento, se liberan electrones, mismos que son transportados, por medio de una diferencia de potencial

elevada, hacia el ánodo (objetivo). Los electrones provenientes del flujo impactarán contra los átomos del ánodo, liberando energía y electrones de este último. Debido a la alta intensidad del impacto, los electrones tenderán a convertirse en fotones, dando como resultado la generación de radiación con una determinada longitud de onda e intensidad. Finalmente esta es filtrada, dando como resultado la formación de los rayos X que interactuarán con el material a analizar.

### Difracción de rayos X. Ley de Bragg.

La interacción de los rayos X con un material cristalino puede ocasionar, de manera análoga a como pasa con la luz natural, la ocurrencia del fenómeno de difracción. W.H Bragg planteo la descripción de este fenómeno mediante un modelo matemático que relaciona a la longitud de onda de los rayos emitidos con el espacio interplanar existente entre varios arreglos de átomos. Su representación geométrica puede apreciarse en la figura A.5 [28]

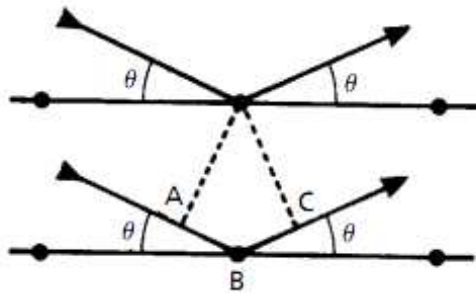


Figura A. 5 Representación geométrica de Bragg del fenómeno de difracción de rayos X [28].

A partir de esta, se deduce el modelo matemático de la ley de Bragg:

Definiendo a la diferencia en la longitud de las trayectorias entre dos ondas dispersadas por dos átomos mediante los segmentos  $AB$ ,  $BC$  y siendo estos iguales a  $d_{hkl} \text{sen} \theta$ . Entonces, se tiene para un número  $n$  de ondas incidentes, con longitud de onda  $\lambda$ :

$$n\lambda = AB + BC$$

$$AB = d_{hkl} \text{sen} \theta = BC$$

$$n\lambda = 2d_{hkl} \text{sen} \theta$$

Para que esta última ecuación se satisfaga, las ondas dispersadas deben ser paralelas y estar en fase, incidiendo a un ángulo  $\theta$  respecto al plano de átomos (Figura A.5) mientras que el número de

ondas  $n$  deberá ser un entero. De esta manera, se garantiza la condición de interferencia constructiva, por lo que la amplitud de las ondas se irá sumando, generándose así la señal que será reconocida por el detector del equipo [24,28] formando esta información al patrón de difracción.

# Bibliografía

- [1] Friedrich, H. (2006). *Magnesium Technology*. Berlín: Springer.
- [2] Rokhlin, L. (2003). *Magnesium Alloys containing Rare Earth Metals, Structure and properties*. Londres: Taylor & Francis.
- [3] Li W.P, Zhou H, Lin P, Zhao S. *Microstructure and rolling capability of modified AZ31-Ce-Gd alloys*. *Materials characterization* 2009; 60: 1298-1304.
- [4] Li W.P, Zhou H, Li Z.F. *Effect of gadolinium on microstructure and rolling capability of AZ31 alloy*. *Journal of Alloys and Compounds* 2009; 475: 227-232.
- [5] Fatemi-Varzaneh S.M, Zarei-Hanzaki A, Haghshenas M. *The room temperature mechanical properties of hot-rolled AZ31 magnesium alloy*. *Journal of Alloys and Compounds* 2009; 475: 126-130.
- [6] Zhang J. Liu K, Fang D, Qiu X. *Microstructures, mechanical properties and corrosion behavior of high-pressure die-cast Mg-4Al-0.4Mn-xPr (x=1,2,4,6) alloys*. *Journal of Alloys and Compounds* 2009; 480: 810-819.
- [7] Liu H, Chen Y, Tang Y, Huang D. *The microstructure and mechanical properties of permanent-mould cast Mg-5 wt% Sn-(0-2.6) wt% Di alloys*. *Materials Science and Engineering A* 2006; 437: 348-355.
- [8] Yang H, Huang L, Zhan M. *Coupled thermo-mechanical FE simulation of the hot splitting spinning process of magnesium alloy AZ31*. *Computational Materials Science* 2010; 47:857-866.
- [9] Maksoud I, Ahmed H, Rödel J. *Investigation of the effect of strain rate and temperature on the deformability and microstructure evolution of AZ31 magnesium alloy*. *Materials Science and Engineering A* 2009; 504: 40-48.
- [10] Fatemi-Varzaneh S.M, Zarei-Hanzaki A. *A study on the effect of thermo-mechanical parameters on the deformation behavior of Mg-3Al-1Zn*. *Materials Science and Engineering A* 2008; 497: 438-444.
- [11] Beer A.G, Barnett M.R. *Microstructure evolution in hot worked and annealed magnesium alloy AZ31*. *Materials Science and Engineering A* 2008; 485: 318-324.
- [12] Miao Q, Hu L, Wang X, Wang E. *Grain growth kinetics of a fine-grained AZ31 magnesium alloy produced by hot rolling*. *Journal of Alloys and Compounds* 2010; 493: 87-90.

- [13] Kim H.K, Kim W.J. *Microstructural instability and strength of an AZ31 Mg alloy after severe plastic deformation*. Materials Science and Engineering A 2004; 385: 300-308.
- [14] Prasad Y.V, Rao K.P. *Effect of homogenization on the hot deformation behavior of cast AZ31 magnesium alloy*. Materials and Desing 2009; 30: 3723-3730.
- [15] Zhang B.P, Tu Y.F, Chen J.Y, Zhang H.L. *Preparation and characterization of as-rolled AZ31 magnesium alloy sheets*. Journal of materials processing technology 2007; 184: 102-107.
- [16] Wei Q, En-hou H, Lu L. *Effect of heat treatment on microstructures and mechanical properties of extruded-rolled AZ31 Mg alloys*. Transactions of Nonferrous Metals Society of China 2010; 20: 481-487.
- [17] Li Z, Dong J, Qing X, Chen L, Weng J. *Influence of Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> intermetallic compounds on the hot extruded microstructures and mechanical properties of Mg-9Al-1Zn alloy*. Materials Science and Engineering A 2007; 466: 134-139.
- [18] Liu S.F, Li B, Wang X.H, Su W. *Refinement effect of cerium, calcium and strontium in AZ91 magnesium alloy*. Journal of materials processing technology 2009; 209: 3999-4004.
- [19] Masoudpanah S.M, Mahmudi R. *Effects of rare-earth elements and Ca additions on the microstructure and mechanical properties of AZ31 magnesium alloy processed by ECAP*. Materials Science and Engineering A 2009; 526: 22-30.
- [20] Yue C, Zhang L, Liao S, Gao H. *Kinetic analysis of the Austenite grain growth in GCr15 Steel*. Journal of materials engineering and performance 2010; 19: 112-115.
- [21] Raghavan V. *Al-Mg-Pr (Aluminum-Magnesium-Praseodymium)*. Journal of phase equilibria and diffusion 2008; 29: 275-277.
- [22] Raghavan V. *Al-Mg-Zn (Aluminum-Magnesium-Zinc)*. Journal of phase equilibria and diffusion 2007; 28: 203-208.
- [23] Smallman, R. (2007). *Physical Metallurgy and Advanced materials* (Séptima ed.). Oxford: Butterworth-Heinemann.
- [24] Callister, W. (2007). *Material Science and Engineering: an Introduction*. USA: John Wiley & Sons.
- [25] Humphreys, F., & Hatherly, M. (1995). *Recrystallization and related annealing Phenomena*. Oxford: Pergamon.
- [26] Cahn, R., & Hassen, P. (1996). *Physical Metallurgy* (Cuarta ed., Vol. III). Oxford: North Holland.
- [27] Dieter, G. (1988). *Mechanical Metallurgy*. McGraw Hill.

[28] Hammond, C. (2009). *The Basics of Crystallography and Diffraction* (Tercera ed.).

[29] *Scanning electron Microscope A to Z*. Manual de conceptos publicado por JEOL. 2009

[30] Aaronson, H (et.al) (1998) *ASM metals handbook, metallography and microstructures*. Vol. 9. ASM Internacional.