

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE  
MÉXICO

FACULTAD DE INGENIERÍA

**Fabricación y caracterización microestructural del sistema Mg-Li-Al-Zn microaleado con Pr sometido a tratamientos termomecánicos.**

---

**Tesis**

Para obtener el título de:  
Ingeniero Mecánico

Presenta:

**Sebastián Medrano Azpíroz**

**Director: Dr. Gabriel Ángel Lara Rodríguez**

México D.F. 2011

## Índice

Índice de figuras .....	4
Índice de tablas .....	6
Introducción .....	7
Capítulo 1. Aspectos teóricos sobre el magnesio y sus aleaciones .....	10
1.1. El magnesio como material estructural .....	10
1.2. Descripción del sistema Mg-Li.....	11
- Sistema Mg-Li: fases, propiedades y comportamiento.....	13
1.3. Sistema Mg-Li+ Al, Zn .....	14
1.3.1. Mg-Li+ Al.....	14
1.3.2. Mg-Li+ Zn.....	16
1.4. Sistema Mg-Li-Al-Zn .....	16
1.5. Sistema Mg-Li-Al-Zn + X.....	17
1.6. Adición de tierra raras al Mg.....	17
- Comportamiento de aleaciones Mg +Tierras raras con deformación en frío.....	19
- Comportamiento de aleaciones Mg-Tierras raras con deformación en caliente .....	21
1.7. Sistema Mg-Li-Al-Zn + RE.....	21
Capítulo 2. Tratamientos térmomecánicos .....	22
2.1. Recuperación y recristalización en metales .....	22
2.2. Tratamientos térmicos sobre aleaciones de Mg .....	25
2.3. Recristalización en aleaciones de Mg con adición de tierras raras deformadas a altas temperaturas y posteriormente recocidas. ....	25
Capítulo 3. Sección experimental .....	28
3.1. Fusión .....	28
- Desarrollo experimental .....	28
3.2. Proceso de laminación .....	30
- Desarrollo experimental.....	30
3.3. Tratamientos térmicos .....	31
Desarrollo experimental.....	31
3.4. Microscopía óptica .....	32
Desarrollo experimental.....	32
3.5. Análisis por microscopía electrónica de barrido (MEB) .....	34

Desarrollo experimental.....	34
3.6. Difracción de rayos X.....	35
Desarrollo experimental.....	35
3.7. Microdureza .....	35
Desarrollo experimental.....	35
Capítulo 4. Resultados y análisis de resultados .....	37
4.1. Maleabilidad .....	37
4.2. Microscopía óptica .....	37
4.3. Microscopía electrónica de barrido .....	42
4.4. Difracción de rayos X.....	50
4.5. Microdureza .....	54
Conclusiones .....	57
Anexos.....	59
Anexo 1: Horno de inducción eléctrica .....	59
Anexo 2: Protocolo de laminación .....	61
Anexo 3: Microscopía óptica .....	63
Anexo 4: microscopía electrónica de barrido .....	66
Anexo 5: difracción de rayos X.....	69
Anexo 6: microdureza .....	71

## Índice de figuras

### Capítulo 1

Figura 1. 1: Principales planos de deformación de la estructura HPC del magnesio.....	11
Figura 1. 2: Diagrama de fases del sistema Mg-Li .....	12
Figura 1. 3: Detalle del diagrama de fases del sistema Mg-Li con una masa del 0 al 15% de masa de litio.....	13
Figura 1. 4: Ensayos de tracción sobre aleaciones de tipo LA con diferentes concentraciones de AL. ....	15
Figura 1. 5: Diagramas de fase Mg-La, Mg-Ce y Mg-Pr .....	18
Figura 1. 6: Propiedades mecánicas de la aleación Mg-3%Nd contra temperatura de envejecimiento. (24 Hrs.) .....	20

### Capítulo 2

Figura 2. 1: Tamaño de grano promedio de las aleaciones Mg-Sm y Mg-Tb recocido a 500°C por 5 hrs. después de extrusión. ....	27
--	----

### Capítulo 3

Figura 3. 1: Crisol recubierto con elementos constitutivos de la aleación en la cámara de fusión del horno.....	29
Figura 3. 2: Lingotera utilizada para el proceso de fundición y lingote obtenido.....	30
Figura 3. 3: Proceso de laminado. ....	30
Figura 3. 4: Sección de material laminado. ....	31
Figura 3. 5: Probetas para tratamiento térmico. ....	32
Figura 3. 6: Sales de tratamiento térmico y termopar.....	32
Figura 3. 7: Microscopio óptico utilizado para análisis. ....	33
Figura 3. 8: Muestras encapsuladas.....	34
Figura 3. 9: Probeta para MEB. ....	35
Figura 3. 10: Microdurómetro.....	36

### Capítulo 4

Figura 4. 1: LAZ811 a 20x. ....	38
Figura 4. 2: LAZ11+0.1Pr a 20x. ....	38
Figura 4. 3: LAZ811+0.3Pr a 20x.....	38
Figura 4. 4: LAZ811 a 50x. ....	38
Figura 4. 5: LAZ811+0.1Pr a 50x. ....	38
Figura 4. 6: LAZ811+0.3Pr a 50x.....	38
Figura 4. 7: LAZ811 tratada a 50x. ....	40

Figura 4. 8: LAZ811+0.1Pr a 50x. ....	40
Figura 4. 9: LAZ811+0.3Pr a 50x. ....	40
Figura 4. 10: LAZ811 a 50x. ....	41
Figura 4. 11: LAZ811+0.1 a 50x. ....	41
Figura 4. 12: LAZ811+0.3Pr a 50x. ....	41
Figura 4. 13: LAZ811 a 1Kx. ....	43
Figura 4. 14: LAZ811+0.1Pr a 1Kx. ....	43
Figura 4. 15: LAZ811+0.3Pr a 1Kx. ....	43
Figura 4. 16: LAZ811 a 5Kx. ....	43
Figura 4. 17: LAZ811+0.1Pr a 5 KX. ....	43
Figura 4. 18: LAZ811+0.3Pr a 5 Kx. ....	43
Figura 4. 19: Espectro de rayos X obtenido por análisis de espectrometría de rayos X de las fases ricas en Pr encontradas en las aleaciones LAZ811+0.1Pr y LAZ811+0.3Pr. ....	44
Figura 4. 20: LAZ811 a 1KX. ....	45
Figura 4. 21: LAZ811+0.1Pr a 1KX. ....	45
Figura 4. 22: LAZ811+0.3Pr a 1KX. ....	45
Figura 4. 23: LAZ811 a 5KX. ....	45
Figura 4. 24: LAZ811+0.1Pr a 5KX. ....	45
Figura 4. 25: LAZ811+0.3Pr a 5KX. ....	45
Figura 4. 26: LAZ811 a 1KX. ....	46
Figura 4. 27: LAZ811+0.1 a 1KX. ....	46
Figura 4. 28: LAZ811+0.3 Pr a 1KX. ....	46
Figura 4. 29: LAZ811 a 5KX. ....	47
Figura 4. 30: LAZ811+0.1Pr a 5KX. ....	47
Figura 4. 31: LAZ811+0.3Pr a 5KX. ....	47
Figura 4. 32: LAZ811 a 1KX. ....	47
Figura 4. 33: LAZ811+0.1Pr a 1KX. ....	47
Figura 4. 34: LAZ811+0.3Pr a 1KX. ....	47
Figura 4. 35: LAZ811 a 5KX. ....	48
Figura 4. 36: LAZ811+0.1Pr a 5KX. ....	48
Figura 4. 37: LAZ811+0.3 a 5KX. ....	48
Figura 4. 38: Patrones de difracción A) LAZ811 B) LAZ811+0.1Pr C) LAZ811+0.3Pr provenientes de la fundición. ....	50
Figura 4. 39: Patrones de difracción A) LAZ811 B) LAZ811+0.3Pr provenientes de laminación. ....	51
Figura 4. 40: Patrones de difracción A) LAZ811 B) LAZ811+0.3Pr provenientes de laminación y tratamiento durante 1000s. ....	52
Figura 4. 41: Patrones de difracción A) LAZ811 B) LAZ811+0.3Pr provenientes de laminación y tratamiento durante 10000s. ....	53
Figura 4. 42: Dureza HV vs % de Pr con amplitud de error de fase $\alpha$ y fase $\beta$ . ....	55
Figura 4. 43: Dureza HV vs % de Pr con amplitud de error de muestras provenientes de fundición y laminación. ....	55

## Índice de tablas

### Capítulo 1

Tabla 1. 1: parámetros de celda de la estructura HCP del magnesio a temperatura ambiente..... 10

Tabla 1. 2: Efecto de la adición de Nb en las propiedades mecánicas del Mg..... 19

### Capítulo 2

Tabla 3. 1: Composición nominal de las aleaciones conformadas..... 28

Tabla 3. 2: distribución de tratamientos térmicos..... 31

### Capítulo 3

Tabla 4. 1: deformación máxima antes de presentar indicios de fractura. .... 37

Tabla 4. 2: Descripción de fases detectadas en aleaciones LAZ811, LAZ88+0.1Pr y LAZ811+0.3Pr. 51

## Introducción

El desarrollo de nuevos materiales estructurales ligeros obedece a la necesidad de disminuir el consumo de energéticos, principalmente en el área del transporte. Cualquier desplazamiento de una masa requiere un gasto energético, al reducirse la masa a desplazar, se requiere menor energía para lograr su movimiento, permitiendo que con una misma cantidad de energía se dé un desplazamiento mayor. Lo anterior es cierto para automóviles, aeroplanos y otros medios de transporte que, al ser construidos con materiales más ligeros, logran mayores distancias recorridas con una misma cantidad de combustible.

Dentro de los materiales estructurales ligeros que comúnmente se usan encontramos el aluminio, el magnesio, ciertas aleaciones de hierro, entre otros materiales. Dentro de estos materiales, el magnesio resulta particularmente interesante por poseer una densidad aún menor que el aluminio ( $\rho_{Al}= 2.7 \text{ g/cm}^3$  vs  $\rho_{Mg}=1.738 \text{ g/cm}^3$ , ambas a  $20^\circ\text{C}$ ) [1,2]. Entre los elementos estructurales que se hoy en día se constituyen de magnesio, encontramos soportes, carcasas, columnas de dirección, cubiertas, abrazaderas, entre otros elementos automotrices; en industrias como la textil o la imprenta se ha usado el magnesio para elementos que se mueven a altas velocidades; lo anterior con el fin de minimizar las fuerzas inerciales. Naturalmente, la industria aeroespacial ha aprovechado la baja densidad y buena resistencia de este material en la construcción de armaduras, secciones de fuselaje y elementos móviles en aviones de última generación [5,10].

Además de una densidad relativamente menor, el magnesio presenta una buena relación de resistencia contra masa, y buena conductividad térmica y eléctrica. La principal limitante para una amplia aplicación de este material es el hecho de que el magnesio es un material frágil a temperatura ambiente, consecuentemente la mayoría de las piezas hechas de este material se conforman a través de procesos de fundición. La razón de su fragilidad es atribuida a su estructura cristalina de tipo hexagonal compacta (HCP), caracterizada por poseer planos de deslizamiento limitados [10].

Con el fin de mejorar las propiedades mecánicas de las fundiciones de magnesio se han seguido diferentes líneas de investigación:

- Adición de uno o más elementos aleantes: Este proceso se ha realizado con base en la búsqueda del mejoramiento de propiedades específicas del material. Existen alrededor de 25 elementos que poseen un tamaño atómico compatible para formar una aleación; sin embargo, existen factores como la solubilidad y la valencia que limitan la lista a sólo 10 elementos que pueden formar compuestos estables, consecuentemente, una aleación. Estos elementos son: aluminio, calcio, manganeso, silicio, plata, torio, itrio, zinc, zirconio y el litio [2].
- La adición de tierras raras: La incorporación de porcentajes que van desde el 0.1% al 6% de composición en masa de tierras raras ha demostrado mejorar la resistencia mecánica a altas temperaturas, la capacidad del material para tolerar la fatiga y la resistencia mecánica. Entre las tierras raras comúnmente adicionadas encontramos: cerio, lantano, neodimio, praseodimio y combinaciones de éstas y otras tierras raras [2,3].
- Procesos termomecánicos: Los procesos termomecánicos como la laminación, extrusión, entre otros, permiten la disminución del tamaño de grano a través de una gran deformación plástica y, basándose en la teoría de Hall-Petch<sup>i</sup>, incrementa la resistencia del material [8,10]. También permite activar mecanismos como el deslizamiento de límites de grano y/o rotación de límites de grano además de eliminar los vacíos entre granos adyacentes.

En el presente trabajo, se ha realizado una investigación sobre el estado del arte de las aleaciones basadas en magnesio con el fin obtener una composición base que haya demostrado disminuir las deficiencias mecánicas asociadas al magnesio. Se adicionó una

---

<sup>i</sup> El esfuerzo a la cedencia es incrementado con la disminución del tamaño de grano. La dependencia del tamaño de grano con el esfuerzo a la cedencia y resistencia a la tracción es comúnmente expresada a través de la ecuación de Hal-Petch:

$$\sigma_{yd} = \sigma_0 + K_y d^{-1/2}$$

Donde  $\sigma_0$  es una constante del material,  $K_y$  es el factor de intensidad de esfuerzo para deformación plástica, dependiente de la temperatura, textura, composición y preparación, y  $d$  es el diámetro de grano promedio.

tierra rara específica (Pr), de la cual no existen reportes sobre el efecto que tiene esta sobre la aleación base seleccionada y obtenida. A las probetas resultantes se hizo un análisis microestructural a través de microscopía óptica, difracción de rayos x, microscopía electrónica de barrido, pruebas de microdureza y pruebas de laminación.

La presente tesis tiene el objetivo:

- Analizar el efecto de la adición de Pr en la microestructura de una aleación magnesio-litio.
  - Obtención de una aleación basada en magnesio-litio, favorable a ser deformada plásticamente, para ser adicionada con Pr.
  - Modificar la microestructura de las aleación base y con Pr a través de un tratamiento termomecánico.
  - Analizar la evolución de la morfología de la microestructura de las aleaciones previa y posterior al tratamiento termomecánico.

## Capítulo 1. Aspectos teóricos sobre el magnesio y sus aleaciones

En la presente sección se presentará la información referente a las propiedades del magnesio y su combinación con otros elementos que dan como lugar a aleaciones con propiedades muy diferentes al magnesio base. La información expuesta mostrará la importancia de cada elemento empleado en la aleación final expuesta en este trabajo de tesis y los beneficios de la adición de ciertos tipos de tierras raras.

### 1.1. El magnesio como material estructural

Como se menciona en la parte introductoria, el magnesio posee una limitada capacidad para ser deformado debido a su estructura cristalina tipo hexagonal compacta (HCP). Esta estructura posee los parámetros de red mostrados en la Tabla 1. 1.

Parámetro	Medida [nm] / razón
a	0.3292
c	0.52105
c/a	1.6236

Tabla 1. 1: parámetros de celda de la estructura HCP del magnesio a temperatura ambiente.

La estructura HCP del magnesio se deforma, a temperatura ambiente, a través de 2 sistemas de deslizamiento, el primero en el plano basal (0001) en la dirección  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  y el segundo de tipo secundario se da en el grupo de caras verticales  $\{10\bar{1}0\}$  en la dirección  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  (Figura 1. 1 a y b). La teoría de Von-Mises menciona la necesidad de poseer más de 5 sistemas de deslizamiento operando independiente en un material policristalino para tener la capacidad de ser deformados uniformemente y sin fracturarse en los límites de grano. Con base en lo antes mencionado se deduce que la limitada capacidad de deformación del magnesio, a temperatura ambiente, es debida a su falta de sistemas de deslizamiento independientes, requiriendo de mecanismos alternativos de deformación como el maclado. A temperaturas elevadas el deslizamiento puede darse en los planos  $\{10\bar{1}1\}$  en dirección  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  y en los planos  $\{11\bar{2}2\}$  en dirección  $\langle \bar{1}1\bar{2}3 \rangle$  (Figura 1. 1 c), permitiendo aplicar al magnesio una mayor cantidad de procesos de técnicos de deformación [2].

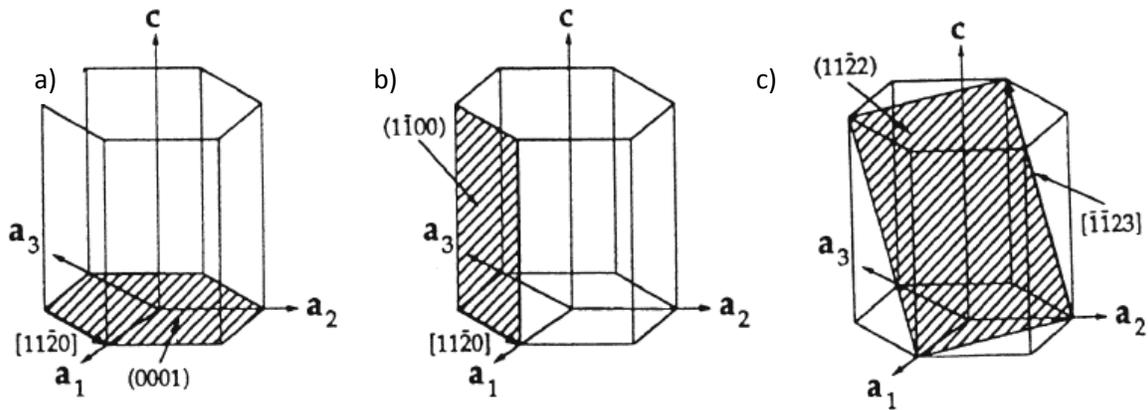


Figura 1. 1: Principales planos de deformación de la estructura HCP del magnesio.

Todo lo anterior nos hace inferir una capacidad muy limitada del Mg puro como un material estructural y, a su vez, explica los esfuerzos realizados para mejorar la conformabilidad de este material. Entre las líneas de investigación existentes, se ha encontrado que la adición de litio al magnesio puede activar más planos de deformación al modificar los parámetros de red y, con un mayor efecto sobre el material, estabilizar la estructura HCP original a una estructura con mejores propiedades mecánicas como la cúbica centrada en el cuerpo (BCC, Body cubic centered) [10].

## 1.2. Descripción del sistema Mg-Li

Las aleaciones Mg-Li, además de ser materiales más conformables, son materiales metálicos superligeros, poseyendo una densidad que va de los 1.35 a los 1.65 g/cm<sup>3</sup>; las densidades anteriores significan que estas aleaciones son de 1.5 a 2 veces más ligeras que las aleaciones de aluminio comerciales [4].

- Fases de relevancia en el diagrama Mg-Li

En diagrama de fases binario del sistema Mg-Li [5] (Figura 1. 2), se presentan las siguientes zonas de interés: la fase  $\alpha$  posee una estructura atómica de tipo hexagonal compacta (HCP) (nomenclatura Pearson<sup>ii</sup> *hP2*) característica del magnesio en el intervalo del 0 y

<sup>ii</sup> Este sistema, desarrollado por William B. Pearson, consiste en el uso de una letra minúscula para identificar el sistema cristalino y una letra capital para identificar la malla espacial. El número final indica el número de átomos dentro de la celda unitaria.

hasta el 5.5% de masa de litio. En este último porcentaje encontramos la máxima solubilidad del litio en la estructura del magnesio. La fase  $\beta$  posee una estructura atómica de tipo cúbica centrada en la cuerpo (c12), con una solubilidad máxima de 91.5% de masa de Mg. En la Figura 1. 3

se muestra un detalle del diagrama Mg-Li donde se aprecia una reacción eutéctica ( $L \leftrightarrow Mg+Li$ ) en la composición de 7.9 % de masa de litio a una temperatura de 588 °C [6]. Bajo este punto se tiene una estructura eutéctica compuesta por las estructuras  $\alpha$  y  $\beta$  antes mencionadas. Esta región está comprendida entre el 5.5 y el 11.5% de masa de litio a temperatura ambiente [7,8].

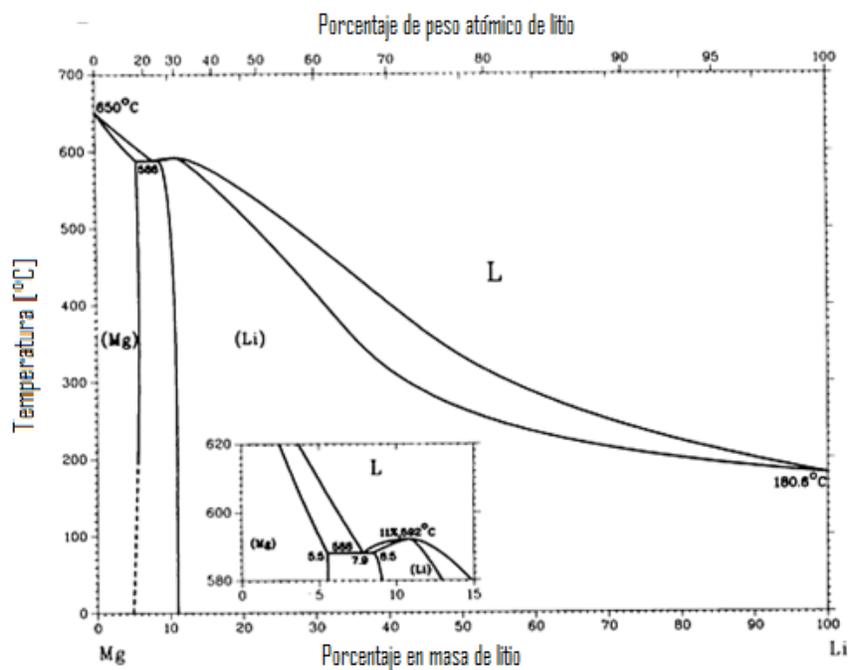


Figura 1. 2: Diagrama de fases del sistema Mg-Li [5].

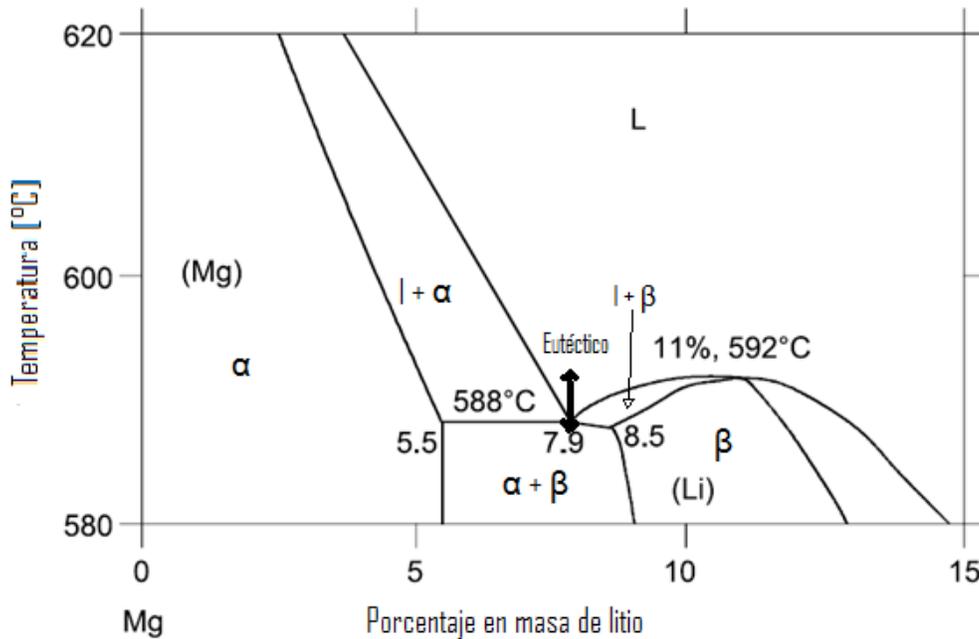


Figura 1. 3: Detalle del diagrama de fases del sistema Mg-Li con una masa del 0 al 15% de masa de litio.

La fase líquida puede ser dividida en dos: líquido rico en Mg, la cual es encontrada en el diagrama desde el 0 hasta alrededor del 13% en masa de litio, la segunda es rica en Li y está comprendida entre el 13% hasta alrededor del 100% en masa de litio [6].

- **Sistema Mg-Li: fases, propiedades y comportamiento.**

El magnesio se ve fuertemente afectado con la adición de litio en su estructura. Con una adición de hasta 5.5% en masa de litio, se presenta una solución sólida gracias a la similitud de radio atómico entre los elementos (Mg: 1.72 Å, Li: 2.05 Å) [2], la estructura hexagonal compacta (HCP) del magnesio (fase α) prevalece; sin embargo, la relación c/a disminuye de 1.624 a 1.607 en la concentración Mg–5.5%Li en porcentaje de masa, permitiendo la activación de un mayor número de planos de deslizamiento y mejorando la capacidad para ser deformado. A pesar de lo anterior, esta fase sigue caracterizándose por tener muy baja formabilidad, limitando su aplicación a productos de fundición y forja [9,10].

Con una adición mayor del 5.5% en masa de Li, se presenta la fase β, de tipo cúbica centrada en el cuerpo, donde existe una mayor solubilidad del litio. Esta fase posee una

plasticidad superior, es suave y tiene buena ductilidad. Por su baja resistencia, inestabilidad a temperatura ambiente, baja resistencia a la fatiga y alto costo de producción, la capacidad de aplicación estructural para esta fase es muy baja [8,10,11].

La zona eutéctica, al poseer una estructura  $\alpha + \beta$ , ha sido ampliamente estudiada por el hecho de ofrecer un punto intermedio entre la resistencia de la fase  $\alpha$  y la capacidad para ser deformado de la fase  $\beta$ . Las investigaciones realizadas en estas aleaciones han mostrado un mejoramiento de las propiedades mecánicas generales en comparación con las aleaciones monofásicas de Mg-Li; incluso se ha reportado comportamiento superplástico con deformaciones de 610% y 460% en proporciones de Mg-8.5% Li y Mg-9% Li respectivamente. Las propiedades estructurales de este tipo de aleaciones, aunque mejoradas, no son del todo adecuadas debido a su baja resistencia, inestabilidad térmica y una menor resistencia a la corrosión que la del magnesio puro debido a la adición de litio [12,13].

Las líneas de investigación para mejorar las propiedades estructurales, conformabilidad y resistencia a la corrosión de las aleaciones de magnesio-litio se han centrado en la adición de otros elementos aleantes, haciendo especial énfasis en los mismos que han demostrado mejorar las propiedades mecánicas y químicas del magnesio puro. Entre estos aleantes utilizados están el aluminio, el zinc y el manganeso. También se han realizado adiciones de diversas tierras raras mezcladas.

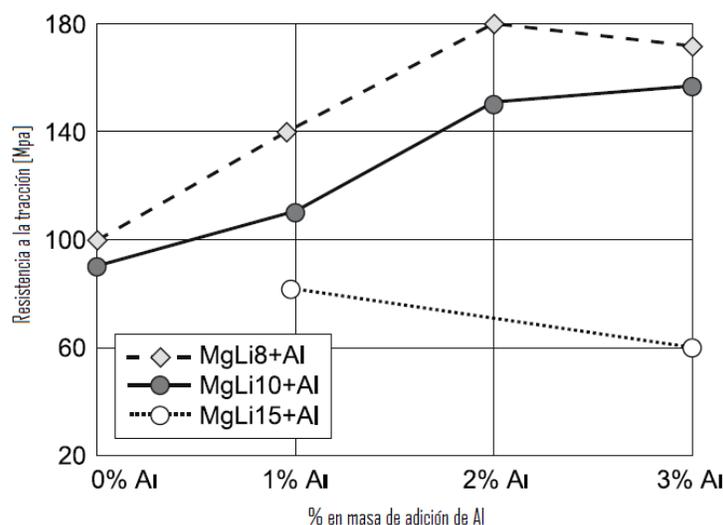
### **1.3. Sistema Mg-Li+ Al, Zn**

La adición de Al y de Zn al sistema Mg-Li se relaciona con los buenos resultados obtenidos en aleaciones Magnesio-Aluminio, Magnesio-Zinc y Magnesio-Aluminio-Zinc, en las cuales las propiedades deseables del magnesio son notoriamente mejoradas por estos dos últimos elementos.

#### **1.3.1. Mg-Li+ Al**

El aluminio es uno de los elementos aleantes más comunes para el magnesio. El aluminio posee una alta solubilidad en el Mg alcanzando un máximo de 12.7 % de masa a 437°C y

3.0% a 93°C [14]. Las adiciones de este elemento al sistema Mg-Li han dado como resultado el mejoramiento de la resistencia a la tracción, además permite mejorar la ductilidad en concentraciones moderadas, también tiene un efecto incremental de la dureza y, con un grado de importancia fundamental, mejora la resistencia a la corrosión [8,2,15]. Los principales mecanismos de mejoramiento de las propiedades mecánicas del sistema Mg-Li, que se dan por la adición de aluminio, son la solución sólida y la formación de precipitados metaestables coherentes, principalmente  $MgLi_2Al$ ; estos refuerzan la fase  $\beta$  al transformarse en la fase de equilibrio  $AlLi$  a través de envejecimiento [8]. En la Figura 1. 4 se muestra el comportamiento mecánico de una aleación tipo  $LA^{iii}$  respecto al porcentaje de adición del Al en masa. Se ha mostrado que, con concentraciones mayores al 3% en masa de aluminio, el incremento en las propiedades mecánicas varía de forma despreciable y resultan afectadas negativamente en concentraciones mayores al 8% en masa.



**Figura 1. 4: Ensayos de tracción sobre aleaciones de tipo LA con diferentes concentraciones de AL [2].**

<sup>iii</sup> Nomenclatura estándar de la ASTM para designar aleaciones de magnesio. La primera parte denota los elementos aleantes con una sola letra asignada en el estándar, la segunda parte indica el porcentaje de masa en números enteros de, la tercera parte sirve para distinguir aleaciones de composiciones iguales pero con algún elemento aditivo menor ó una cualidad de pureza específica, por último, la cuarta parte indica el proceso termomecánico al cual haya sido sometida la aleación.

A pesar de que este tipo de aleaciones tienen la capacidad de ser endurecidas a través de tratamientos térmicos, comúnmente a través de envejecimiento, se suavizan y presentan una baja resistencia a los esfuerzos cíclicos a temperaturas relativamente bajas (50-70°C) por la alta movilidad de los átomos de litio [4].

### 1.3.2. Mg-Li+ Zn

El zinc posee, al igual que el Al, una alta solubilidad en el magnesio en relación con otros elementos aleantes comúnmente adicionados. La solubilidad máxima del zinc en el magnesio es de 6.2% en masa a una temperatura de 340 °C, la solubilidad a 204°C es de 2.8% en masa de zinc y continúa disminuyendo a bajas temperaturas. La adición de Zn a las aleaciones de magnesio tiene el efecto de mejorar la resistencia a la tracción y a la cedencia [14]. En las aleaciones Mg-Li comúnmente se adiciona alrededor 1% de Zn para mantener la solubilidad en la aleación. El zinc tiene la capacidad de disolverse en las fases  $\alpha$  y  $\beta$  del sistema Mg-Li, mejorando la resistencia por efecto de la solución sólida y presentando una formabilidad a temperatura ambiente mejorada [15,16]. Se ha encontrado que una muestra extruida de aleación LZ81 ( $\varnothing$  3mm) posee el mayor porcentaje de elongación (44%) comparada con aleaciones de magnesio LA81 y LAZ811 [8]. En altas adiciones de Zn, se presenta la fase  $MgLi_2Zn$ ; esta fase es una estructura metaestable que se descompone parcialmente en  $MgLiZn$  después de su precipitación y tiene como resultado el reforzamiento de la aleación [8]. Adicionalmente, el zinc tiene la capacidad de mejorar la estabilidad de las fases en la aleación y la resistencia a los esfuerzos cíclicos.

### 1.4. Sistema Mg-Li-Al-Zn

Como se ha mostrado en los dos apartados anteriores, el Zn y el Al tienen un importante efecto en el sistema Mg-Li al mejorar la capacidad estructural de la aleación. La adición simultánea de estos dos elementos al sistema Mg-Li da pie a una importante línea de investigación dadas las ventajas que ofrece la adición de cada uno, principalmente el reforzamiento y mejoramiento de la resistencia a la corrosión que implica la adición de aluminio y la estabilidad térmica y el mejoramiento de la capacidad de conformado en frío que nos da la adición de zinc. Un ejemplo de lo anterior es la comparativa hecha por

Xiangrui [12] entre sistemas LA, LZ y LAZ donde la aleación Mg-8%Li-1%Al-1%Zn presentó el mejor balance entre resistencia a la tensión y porcentaje de deformación (233.38MPa y 9.2%).

Cabe hacer la mención de que toda adición de Al y Zn tiene como consecuencia natural el incremento de la densidad, afectando el principal atractivo del sistema Mg-Li y la posible precipitación de nuevas fases frágiles que lleguen a debilitar la estructura. Lo anterior ha hecho que en la literatura sea generalmente vista una adición máxima de 3% en masa en las adiciones de Zn y de Al a los sistemas Mg-Li.

### **1.5. Sistema Mg-Li-Al-Zn + X**

Entre los elementos aleantes comúnmente adicionados al sistema Mg-Li-Al-Zn encontramos:

- Manganeseo: este elemento posee una buena solubilidad en las fases  $\alpha$  y  $\beta$  del sistema Mg-Li-Al-Zn. Incluso en bajas cantidades, ayuda a mejorar la resistencia a la corrosión [4]. A pesar del beneficio anterior, se ha reportado [17] una disminución de la resistencia mecánica de aleaciones del sistema Mg-Li-Al-Zn.
- Cadmio: este aleante es comúnmente usado con el fin de mejorar la resistencia a los esfuerzos mecánicos y la estabilidad estructural. Se hace uso de porcentajes que van del 4 al 5% en masa. Posee solubilidad en la fase  $\alpha$  y en la fase  $\beta$ .

### **1.6. Adición de tierra raras al Mg**

La adición de tierras raras a los sistemas de Mg-Li suele ser realizada a través de una mezcla de éstas denominadas "mischmetal" (literalmente: mezcla de metales) donde se tienen proporciones variables de cerio, lantano, neodimio y praseodimio [2]. Los diagrama de fases binarios del magnesio, con las diferentes tierras raras del periodo de los actínidos, presentan una morfología muy similar, variando ligeramente en temperaturas y concentraciones para los puntos invariantes y fases; lo anterior se puede ver en los diagramas de fase de la Figura 1. 5 .

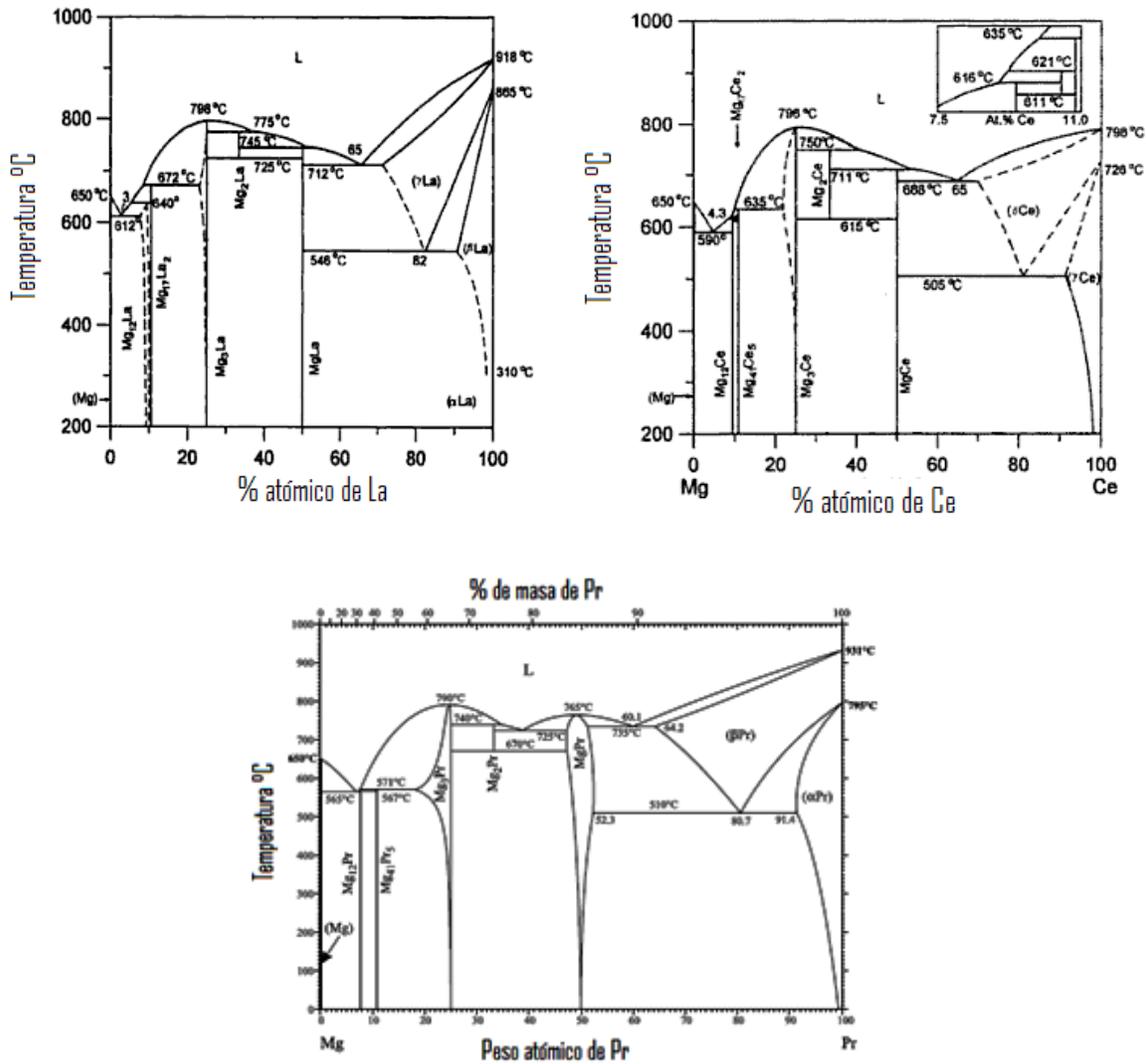


Figura 1. 5: Diagramas de fase Mg-La, Mg-Ce y Mg-Pr [21].

Al adicionar tierras raras al magnesio se ha observado que mejora su capacidad de ser deformado a temperaturas cercanas a la ambiente, incluso con adiciones menores al 1% en masa y, dependiendo de la tierra rara utilizada, se incrementa esta capacidad con adiciones de hasta 6 % en masa de adición [18].

La realización de pruebas mecánicas sobre muestras de Mg-Nd, las cuales fueron extruidas a temperatura ambiente, recocidas a 535°C y enfrías en agua, muestran el comportamiento de la Tabla 1. 2. Los datos experimentales demuestran la misma tendencia en el cambio de propiedades mecánicas de la Tabla 1. 2, hasta adiciones de

alrededor del 4% en masa, donde se tiene una mayor presencia de fases frágiles de Nd en la estructura del material [19].

<b>% masa Nd</b>	<b>% Elongación</b>	<b>% reducción de área</b>	<b>Tamaño de grano promedio [mm]</b>
<b>0</b>	3.8	2.6	0.86
<b>0.16</b>	9.6	11.7	.14
<b>0.81</b>	17.0	14.8	0.092
<b>1.49</b>	18.6	16.4	0.15

**Tabla 1. 2: Efecto de la adición de Nb en las propiedades mecánicas del Mg.**

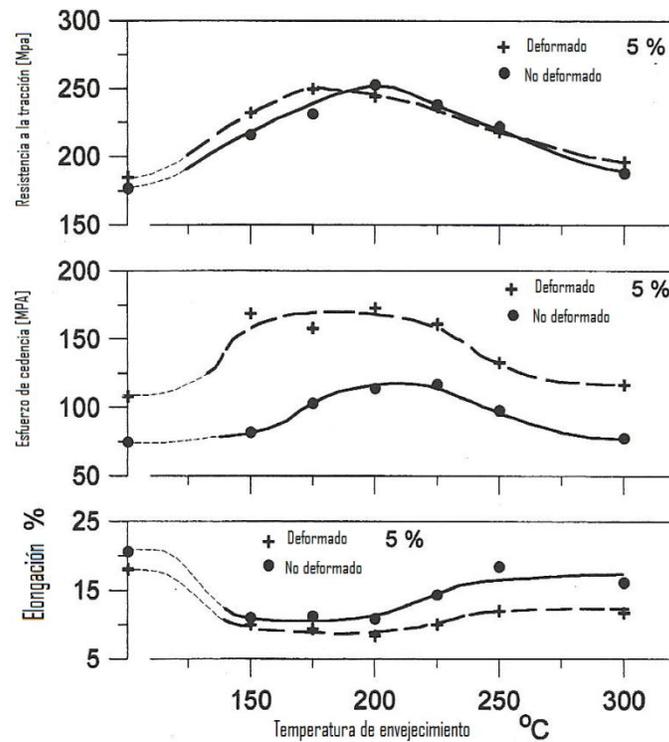
El tamaño de grano es claramente afectado por la adición de tierras raras, presentando la reducción más importante con la adición de 0.16% en masa de Nd, demostrando un comportamiento similar en aleaciones de magnesio con adición de otras tierras raras. Esto confirma el mejoramiento de las propiedades mecánicas asociadas a la disminución del tamaño de grano por la adición de tierras raras. También se considera que las tierras raras pueden asociarse con impurezas del material y formar compuestos estables y distribuidos, generando sitios de nucleación adicional, promoviendo una reducción de tamaño de grano adicional [21].

- **Comportamiento de aleaciones Mg +Tierras raras con deformación en frío.**

La mayor capacidad de deformación plástica en frío, alcanzada por la adición de tierras raras, permite obtener una mayor resistencia mecánica del material deformado, empero, una menor capacidad plástica. Para obtener un punto intermedio entre resistencia y plasticidad, se ha hecho uso de un tratamiento térmico que permita una descomposición de la solución sólida en aleaciones deformadas en frío [18].

El comportamiento de este tipo de aleaciones se analizó con la realización de pruebas comparativas entre una aleación Mg-3% Nd con una deformación del 5% en frío y la misma aleación sin deformar. Ambas aleaciones fueron originalmente extruidas en caliente y posteriormente tratadas a 535°C. El proceso de envejecimiento fue realizado a

diferentes temperaturas durante 24 hrs y aplicado a ambos materiales, el deformado y no deformado [18]. Los resultados son mostrados en la Figura 1. 6.



**Figura 1. 6: Propiedades mecánicas de la aleación Mg-3%Nd contra temperatura de envejecimiento. (24 Hrs.) [21].**

Las pruebas mecánicas muestran un incremento significativo del esfuerzo a la cedencia en las aleaciones deformadas, del esfuerzo aplicado necesario (mayor módulo de elasticidad) y una reducida diferencia de elongación entre el material deformado y no deformado. Los valores máximos de esfuerzo de cedencia y de esfuerzo aplicado, obtenidos en la muestra deformada, ambos a temperaturas bajas de tratamiento, dando señales de un proceso de descomposición de la solución sólida.

Estudios de resistividad eléctrica realizados sobre aleaciones Mg-2.5%Nd confirman la descomposición de la solución sólida a través de la deformación en frío [19]. Lo anterior se asocia al crecimiento de defectos de red tales como dislocaciones, maclado, entre otros, los cuales son sitios favorables para la precipitación de fases ricas en tierras raras, confirmando el efecto de descomposición de la fase sólida a través de deformación plástica.

## - **Comportamiento de aleaciones Mg-Tierras raras con deformación en caliente**

En deformación en caliente de aleaciones de Mg con adición de tierra raras se aprecia un proceso de descomposición de la solución sólida original para dar paso a la formación de fases duras, térmicamente estables y ricas en tierras raras. La formación de estas últimas puede darse desde el proceso de deformación plástica, inhibiendo el movimiento de dislocaciones y los procesos relacionados con éstas, como el deslizamiento entre límites de grano, la migración de límites de grano, entre otros. Adicionalmente, al redistribuirse las imperfecciones en la estructura del grano, las partículas ricas en tierras raras se ven obligadas a migrar [21]. La adición de tierras raras también tiene el efecto de elevar la temperatura de transición de frágil a dúctil [21].

### **1.7. Sistema Mg-Li-Al-Zn + RE**

La adición de tierras raras ha tenido como resultado el refuerzo de las aleaciones de los sistemas Mg-Li-Al-Zn al incrementar la resistencia a la tracción y el porcentaje de deformación máximo. Lo anterior se asocia, como se mencionaba en el apartado anterior, a la capacidad de refinado de grano de las tierras raras al ser elementos muy activos superficialmente y que pueden formar una capa alrededor de los precipitados cuando se encuentran en el proceso de solidificación, restringiendo el crecimiento de estos. La estructura final de estas aleaciones presenta un refinamiento y disminución de la fase AlLi con el incremento de tierras raras [20]. Con el incremento de proporciones mayores al 2% en tierras raras, se tiene un decremento en las propiedades mecánicas por el exceso de fases secundarias [21, 21].

## Capítulo 2. Tratamientos termomecánicos

### 2.1. Recuperación y recristalización en metales

La aplicación de un tratamiento termomecánico a un material es un proceso que tiene como fin modificar la microestructura y, consecuentemente, las propiedades mecánicas de los metales provenientes del proceso de fundición. El proceso básico de un tratamiento termomecánico consiste en deformar plásticamente el material en un grado importante, generando una microestructura de granos alargados. La mayor parte de la energía utilizada en la deformación se convierte en calor, mientras que otra fracción se almacena en el material como energía de esfuerzo asociada a varios defectos en la red provocados por la deformación [22].

Al elevar la temperatura del metal, la energía almacenada en forma de defectos empieza a liberarse, cuando es mayor la liberación de energía, se empiezan a generar nuevos cristales libres de esfuerzos internos que crecen a partir de los cristales deformados. Una vez terminado el proceso de formación de los nuevos granos, estos proceden a crecer de forma a una menor velocidad en relación con el proceso de aparición de estos [23].

El mecanismo básico de un tratamiento termomecánico es:

- a) Recuperación.
- b) Recristalización.
- c) Crecimiento de grano.

- Recuperación [23]

El proceso de recuperación como todos los fenómenos asociados a un tratamiento térmico antes de la aparición de nuevos granos sin esfuerzos internos. La recuperación implica el cambio en la distribución y la densidad de defectos con cambios asociados en las propiedades físicas y mecánicas, lo anterior antes de que un proceso de recristalización o de alteración en la orientación de los granos constituyentes del material.

La estructura de un material severamente deformado consiste en densas redes de dislocaciones, formadas por el deslizamiento y la interacción de dislocaciones. El proceso de recuperación está principalmente relacionado con el reordenamiento de estas dislocaciones para reducir la energía asociada a la red. El reordenamiento de las dislocaciones es logrado a través de la activación térmica.

- Recristalización [22, 23]

Se hace hincapié en esta fase del proceso por darse aquí los cambios más significativos en las propiedades estructurales. La recristalización se da a través de un proceso de nucleación y crecimiento. Durante un tratamiento isotérmico, este proceso empieza a una velocidad muy reducida, logra una máxima velocidad de reacción y por último se desarrolla de forma lenta.

En esta etapa la red deformada es completamente reemplazada por una nueva sin deformaciones asociadas, donde obtendremos granos prácticamente sin esfuerzos, los cuales provienen de los núcleos formados en la matriz deformada. La orientación de los nuevos granos difiere radicalmente de los cristales de los cuales provienen, generando límites de granos de amplio ángulo entre los cristales crecidos.

La velocidad de recristalización está en función de diferentes factores como:

- a) La cantidad de deformación inicial donde, a mayores grados de deformación, menor es la temperatura de recristalización y el tamaño de grano resultante.
- b) La temperatura utilizada en el tratamiento térmico.
- c) La pureza de la muestra y las características de estas.

Posterior a la deformación severa, un proceso de poligonización<sup>iv</sup> se dará en regiones deformadas en una escala reducida, teniendo como resultado la formación de un grupo de regiones donde la energía asociada a la deformación será menor que en la matriz que

---

<sup>iv</sup> El proceso de poligonización se refiere al proceso en el cual un monocristal (grano) es doblado de tal forma que internamente el material poseerá un exceso de dislocaciones de borde las cuales, al someterse a un tratamiento térmico, se alinearán generando límites de grano de ángulo reducido que harán que el grano original se fragmente en pequeño bloques monocristalinos [22].

las rodea, dando una primera condición necesaria para la nucleación. Los límites de grano producidos por la poligonización son reducidos (menores a un grado), haciendo que en este periodo inicial los subgranos se formen y crezcan rápidamente hasta que los límites de grano empiecen a presentar un mayor ángulo, reduciendo dramáticamente la velocidad de crecimiento a partir de otros granos. Transcurrido algún tiempo, algunos de los subgranos crecerán lo suficiente para lograr que la movilidad de sus límites de grano empiece a aumentar a partir del incremento de ángulo. Un límite de grano de ángulo alto ( $30^\circ$ -  $40^\circ$ ), posee una alta movilidad por las amplias irregularidades o por los espaciamientos que existen en la capa de transición del límite. Los átomos en aquellos límites de grano pueden transferir fácilmente de un cristal a otro, permitiendo que estos subgranos puedan crecer a una tasa tan rápida como los subgranos que lo rodean y así actuar como un núcleo de granos recristalizados. Mientras mayor sea el crecimiento, mayor será la diferencia de orientación entre el nuevo núcleo y la matriz con la que está en contacto, matriz que también consume para crecer. El grano crecerá hasta que finalmente sea un nuevo cristal libre de deformaciones con límites de grano de ángulo alto.

Gracias al proceso descrito anteriormente podemos analizar la influencia de las diferentes variables que afectan la recristalización. La severa deformación controlará la extensión de la región con curvatura que permita una poligonización. Una mayor deformación implicará una mayor curvatura y consecuentemente los subgranos serán más pequeños que poseerán límites de granos de ángulo alto. De esta forma se requerirá menor tiempo, para una temperatura dada, para que el subgrano se vuelva un núcleo activo. De forma inversa, mientras mayor sea la temperatura, se incrementará la velocidad de difusión y será menor el tiempo requerido para formar subgranos con límite de grano del ángulo alto. La importancia del contenido de impurezas en la temperatura de recristalización también es evidente por el efecto de las impurezas sobre la movilidad de las dislocaciones dentro de los subgranos y en los límites de grano [23].

- Crecimiento de grano

Una vez sustituida la red original altamente deformada por una con una deformación mínima, un segundo mecanismo para la disminución de energía en el material es el crecimiento de grano, lo anterior es logrado a través de la reducción de área superficial en los granos. En este proceso los granos pequeños tienden a reducirse y desaparecer mientras que los grandes tienden a crecer [23].

## **2.2. Tratamientos térmicos sobre aleaciones de Mg [2]**

El tipo de tratamiento térmico aplicado a la aleación basada en Mg depende de su composición química, su forma de procesamiento (proveniente de fundición o después de ser trabajado plásticamente), entre otros parámetros. Los tratamientos para aleaciones de magnesio son comúnmente aplicados con el fin de mejorar las propiedades mecánicas o como una operación intermedia con el fin de preparar la aleación para un proceso de tratamiento específico.

El tratamiento de solubilización en las aleaciones de magnesio mejora su resistencia, con un máximo de ductilidad y resistencia a las cargas dinámicas. El envejecimiento de las aleaciones provenientes de tratamiento de solubilización permite obtener una máxima dureza y punto de cedencia, con un decremento en la ductilidad. El tratamiento de envejecimiento sin solubilización previa, de igual forma que el recocido, resulta en un decremento de los esfuerzos provenientes de la fundición e incremento parcial de las propiedades mecánicas bajo cargas de tracción. Un recocido general reduce las propiedades mecánicas; sin embargo, incrementa la plasticidad, ayudando para tratamientos posteriores.

## **2.3. Recristalización en aleaciones de Mg con adición de tierras raras deformadas a altas temperaturas y posteriormente recocidas.**

El recocido adicional de las aleaciones deformadas a altas temperaturas (en caliente), resulta en una competencia entre recristalización y crecimiento de grano. El tamaño de

grano formado depende del contenido de tierras raras y de la solubilidad de las tierras raras en la estructura del magnesio en la temperatura de tratamiento, tal y como se muestra en la Figura 2. 1, y en los resultados de pruebas hechas sobre Mg con adiciones de Sm y de Tb [21] (el primero con baja solubilidad en el Mg y el segundo con alta solubilidad en él), que se muestran en la Figura 2. 1. Estos últimos sistemas fueron extruidos en caliente hasta una reducción del 90%, para un posterior recocido a 500°C durante 5 hrs.

Como se menciona en la sección 1.6, la explicación más aceptada sobre el efecto reductor de grano de las tierras raras consiste en la asociación de éstas con los límites de grano y, por lo tanto, la disminución de la energía superficial en estas regiones. Lo anterior tendría como consecuencia la limitación del crecimiento de los granos. La suposición antes hecha se apoya de la diferencia de radios atómicos entre las tierras raras y el magnesio, siendo un factor que limita el tamaño de grano desde concentraciones pequeñas. Se puede apreciar que el escalonamiento progresivo que se da en la disminución de grano está relacionado con la transición bifásica encontrada en los diagrama de fases de las adiciones de tierras rara. La secuencia anterior es más marcada en las adiciones de tierras raras con menor solubilidad en el magnesio (como el neodimio o como el praseodimio), denotando un mayor efecto limitante de tamaño de grano por parte de la segregación de fases ricas en tierras raras, más que la solución sólida de éstas.

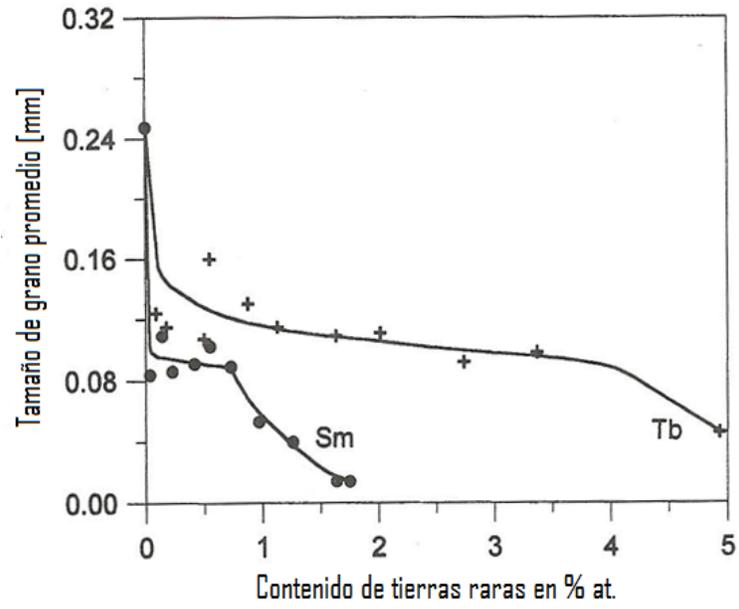


Figura 2. 1: Tamaño de grano promedio de las aleaciones Mg-Sm y Mg-Tb recocido a 500°C por 5 hrs. después de extrusión.

### Capítulo 3. Sección experimental

Para el análisis de las diferentes adiciones de praseodimio en la aleación se realizó el conformado de 3 muestras con la proporción de masa nominal que se muestra en Tabla 3.

1. Los porcentajes de tierras raras están basados en el efecto de la adición de Sm y Tb en magnesio como se ve en la Figura 2. 1.

Aleación	Composición
<b>LAZ811</b>	Mg (balance) – 8% Li – 1% Al – 1% Zn
<b>LAZ811+0.1Pr</b>	Mg (balance) – 8% Li – 1% Al – 1% Zn – 0.1% Pr
<b>LAZ811+0.3Pr</b>	Mg (balance) – 8% Li – 1% Al – 1% Zn – 0.3% Pr

Tabla 3. 1: Composición nominal de las aleaciones conformadas.

#### 3.1. Fusión

La descripción del fenómeno físico que permite el funcionamiento del horno de inducción eléctrica y los elementos básicos del equipo se muestran en el anexo 1 de la presente tesis.

##### - Desarrollo experimental

Para el conformado de la aleación base y de las dopadas se utilizaron barras de magnesio al (99.8%), litio (99.8%), zinc (99.9%), aluminio (99%) y praseodimio (99.9%). Se midió la masa de cada material haciendo uso de una precisión de una centésima de gramo.

Para la obtención de la aleación base y las adicionadas con Pr se hizo uso de un horno de inducción Leybold-Heraeus con una atmósfera controlada de argón de ultra alta pureza (99.999%) por la reactividad del magnesio, el litio y el praseodimio a altas temperaturas. Los elementos que componen la aleación fueron introducidos en un crisol de grafito recubierto de nitruro de boro coloidal para evitar contaminación o difusión con el crisol (Figura 3. 1). Una vez sellada la cámara de fusión, se realizó un proceso de vacío e introducción de gas argón; lo anterior se hizo 3 veces para asegurar la menor cantidad de oxígeno posible. La homogeneidad de la aleación fue asegurada a través de agitación por

el campo magnético del horno de inducción y a través de agitación mecánica sobre el crisol.



**Figura 3. 1: Crisol recubierto con elementos constitutivos de la aleación en la cámara de fusión del horno.**

La aleación en estado líquido fue vaciada en una lingotera (dimensión 115mm X 122 mm X 7.45 mm), posicionada dentro de la misma cámara de fusión. La lingotera fue previamente recubierta de nitruro de boro para evitar cualquier tipo de contaminación y facilitar el proceso de desmolde del lingote resultante (Figura 3. 2). El proceso de enfriamiento de la aleación se realizó dentro de la misma cámara bajo un ambiente inerte de gas argón, el mismo utilizado para el proceso de fundición.



**Figura 3. 2: Lingotera utilizada para el proceso de fundición y lingote obtenido.**

### **3.2. Proceso de laminación**

#### **- Desarrollo experimental**

Para el proceso de laminado se partió de probetas de una dimensión aproximada de 55 mm X 70mm provenientes del lingote original de cada aleación conformada. Se realizaron dos condiciones de laminado: la primera en frío (22°C) y laminado en caliente a 200°C, siguiendo los protocolos mostrados en el anexo 2.

El proceso en frío se realizó con el fin de determinar el porcentaje máximo de deformación antes de presentar señales de fractura como las reportadas por Wemping Li et ál [24].



**Figura 3. 3: Proceso de laminado.**

El proceso en caliente fue utilizado para obtener una lámina, con un espesor de 1.4mm, para posteriormente ser sometida a tratamientos térmicos. La temperatura de laminado (200°C) se estableció con el fin de evitar la generación de fases tipo óxido, como las encontradas en el trabajo de Xiangru [12]. La estructura final fue enfriada en agua después del último proceso de laminación para preservar la estructura deformada.



Figura 3. 4: Sección de material laminado.

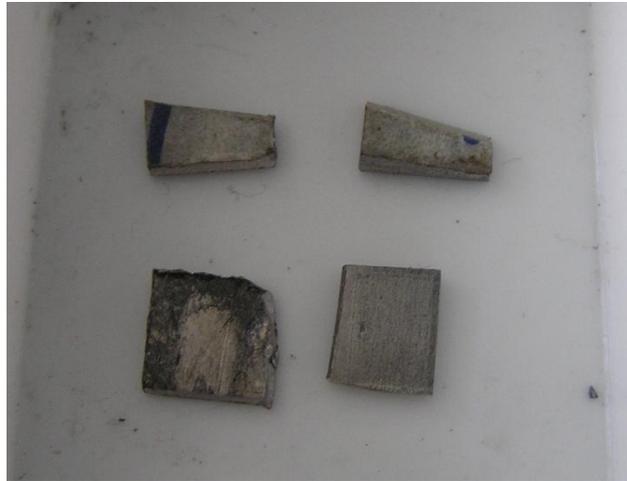
### 3.3. Tratamientos térmicos

#### Desarrollo experimental

De las muestras resultantes del proceso de laminado se cortaron probetas cuadradas, de alrededor de 7mm de lado, para la realización de tratamientos térmicos. Para el proceso de recristalización asociado al tratamiento térmico, se establecieron los periodos y temperaturas de tratamiento mostrados en la Tabla 3.2.

Temperatura/Tiempo	1s	10s	100s	1000s	10000s
150°C	X	X	X	X	X
250°C	X	X	X	X	X
350°C	X	X	X	X	X

Tabla 3. 2: distribución de tratamientos térmicos.



**Figura 3. 5: Probetas para tratamiento térmico.**

Los tratamientos fueron realizados en un horno de sales de nitruro, para así garantizar la estabilidad de la temperatura para los tratamientos térmicos. Se monitoreó la de la temperatura de los tratamientos térmicos a través de un termopar tipo K.



**Figura 3. 6: Sales de tratamiento térmico y termopar.**

### **3.4. Microscopía óptica**

#### **Desarrollo experimental**

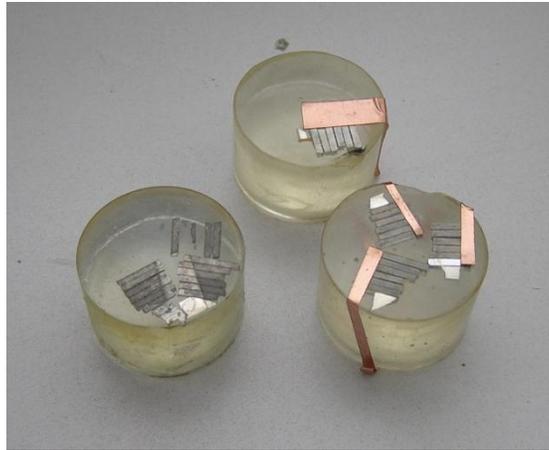
Las piezas fueron analizadas a través de un microscopio óptico Olympus Vanox AHMT3 (Figura 3. 7) usando objetivos de 5x, 10x, 20x y 50x (La descripción de la técnica y del

principio de operación del equipo con que se realiza el análisis se muestra en el Anexo 3).



**Figura 3. 7: Microscopio óptico utilizado para análisis.**

Para llevar a cabo el análisis de microscopía óptica fue necesario realizar un proceso de pulido para mostrar la microestructura. En cada material conformado se cortó una muestra de una dimensión aproximada de 10 mm x 10 mm x 8mm. El primer paso de pulido se realizó con lijas de SiC en el siguiente orden de tamaño: 600, 1000, 1500 y 2000. El segundo paso de pulido se hizo mediante alúmina de tamaño 1.0  $\mu\text{m}$  con paño de pulido estándar y posterior pulido con alúmina de tamaño 0.3  $\mu\text{m}$ . Se realizó un proceso de encapsulado en resina epóxica de las muestras laminadas y tratadas térmicamente con el fin de facilitar el proceso de pulido y análisis (Figura 3. 8). Todas las muestras resultantes fueron atacada con ácido acético-nítrico (20 ml de ácido acético, 1 ml de ácido nítrico 60 ml de etilenglicol y 20ml de agua destilada) durante 20 segundos para revelar la microestructura de las muestras [25].



**Figura 3. 8: Muestras encapsuladas.**

### **3.5. Análisis por microscopía electrónica de barrido (MEB)**

#### **Desarrollo experimental**

Con el fin de analizar la microestructura, las fases presentes y la composición del material obtenido, se hizo uso de la técnica de microscopía electrónica de barrido (la descripción de la teoría, y del principio de operación del equipo con que se realiza ésta, se muestra en el Anexo 4). Para el análisis del material proveniente de la fundición, se cortaron muestras de 10mm X 10mm X 8mm sobre las cuales se realizó un pulido con lija de SiC de tamaño 600, 1000, 1500 y 2000, siguiendo ese orden en el desbastado (Figura 3. 9). Una vez sometido el material a desbastado mediante lijas se procedió a realizar un pulido con alúmina de tamaño de  $1\mu\text{m}$ , la lubricación se hizo con agua desmineralizada para evitar la corrosión o el depósito de sales. Para comprobar la calidad del pulido se hizo uso de un microscopio óptico, usando ampliaciones de 5X, 10X y 20X; se buscó que la superficie del material poseyera la menor cantidad posible de rayas. Una vez alcanzado el grado de pulido necesario, la pieza fue sometida a una limpieza mediante ultrasonido para remover todo rastro de alúmina remanente sobre la superficie del material. Posteriormente, se realizó un ataque con ácido acético-nítrico durante 20 segundos para revelar los límites de grano y mejorar la imagen obtenida en el MEB.



**Figura 3. 9: Probeta para MEB.**

Para el análisis sobre las muestras sometidas al tratamiento termomecánico, se encapsularon las láminas resultantes en resina epóxica. Estas fueron sometidas al mismo proceso de lijado, pulido y ataque que el descrito para las muestras provenientes de la fundición.

El análisis se realizó a través de un microscopio electrónico de barrido Leica Stereoscan 440 y el análisis de dispersión de energía de rayos x (EDX por sus siglas en inglés) se hizo a través de un detector Oxford PentaFet.

### **3.6. Difracción de rayos X**

#### **Desarrollo experimental**

Para el análisis de rayos X, se cortaron muestras de 10mm x 10mm x 8mm y se pulieron con lija de SiC de tamaño 600, 1000 y 1500, siguiendo el orden anterior para el desbastado. El análisis fue realizado en un difractómetro de rayos X Bruker modelo D8, desde un ángulo  $2\theta$  de  $15^\circ$  y  $7^\circ$  hasta  $120^\circ$  (La descripción de la técnica y del principio de operación del equipo con que se realiza este análisis, está contenido en el Anexo 5).

### **3.7. Microdureza**

#### **Desarrollo experimental**

Para la medición de microdureza se hizo uso de un microdurómetro Shumadzu HMV-2 (Figura 3. 10) y se seleccionó la muestra obtenida de fundición y la laminada y tratada

a 350°C durante 10000 s, esto debido a que la muestra presentó el mayor tamaño de grano, con lo cual fue posible realizar la medición de dureza. La teoría relacionada con la medición de microdureza, además de las características del equipo usado para la medición de esta propiedad, se encuentran en el anexo 6. Las dos anteriores con las tres concentraciones de Praseodimio manejadas: 0%, 0.1% Y 0.3%. En la operación del equipo de microdureza se seleccionó una fuerza de 98.07N, un tiempo de 10s de carga y 10 ensayos para cada medición. Para la aleación estudiada en esta tesis, se realizaron 10 ensayos sobre cada fase observada, haciendo un total de 20 ensayos por cada muestra (fase  $\alpha$  y  $\beta$ ).



**Figura 3. 10: Microdurómetro.**

## Capítulo 4. Resultados y análisis de resultados.

### 4.1. Maleabilidad

Las muestras laminadas en frío siguieron el protocolo mostrado en el anexo 2. Las deformaciones totales antes de presentar señales de fractura se muestran en la tabla 3.1.

Aleación	% de deformación total
LAZ811	57.4
LAZ811+0.1Pr	62.1
LAZ811+0.3Pr	59.9

Tabla 3. 1: deformación máxima antes de presentar indicios de fractura.

#### 4.1.1. Análisis de resultados

La maleabilidad fue analizada como primera aproximación al comportamiento de la aleación base y las aleaciones adicionadas con Pr. Bajo las condiciones experimentales mencionadas en el capítulo 3, se pudo analizar que el comportamiento de las aleaciones en bloque no parecen modificarse radicalmente con la adición del Pr, lo anterior basado en el hecho de que las señales de fractura en las 3 aleaciones se presentaron alrededor del mismo porcentaje de deformación. A partir de este resultado se establece que, para un análisis más detallado de las propiedades mecánicas, es necesario un ensayo de tracción que se considera realizar en la posterior continuación del análisis de las aleaciones obtenidas.

### 4.2. Microscopía óptica

Las imágenes obtenidas a través de microscopía óptica de las muestras provenientes de fundición, de los procesos de laminado y tratamiento térmico se muestran a continuación.

#### - Descripción de muestras provenientes de la fundición

En análisis por microscopio óptico se observa que las muestras de las aleaciones LAZ811, LAZ811+0.1Pr y LAZ811+0.3Pr, provenientes de la fundición, presentan una estructura bifásica  $\alpha + \beta$  congruente con lo reportado sobre los sistemas Mg-Li de este tipo. Estas

estructuras de tipo eutéctico, poseen zonas con morfología laminar y otras parcialmente dendríticas, tal y como se muestra de la Figura 4. 1 a la Figura 4. 1.

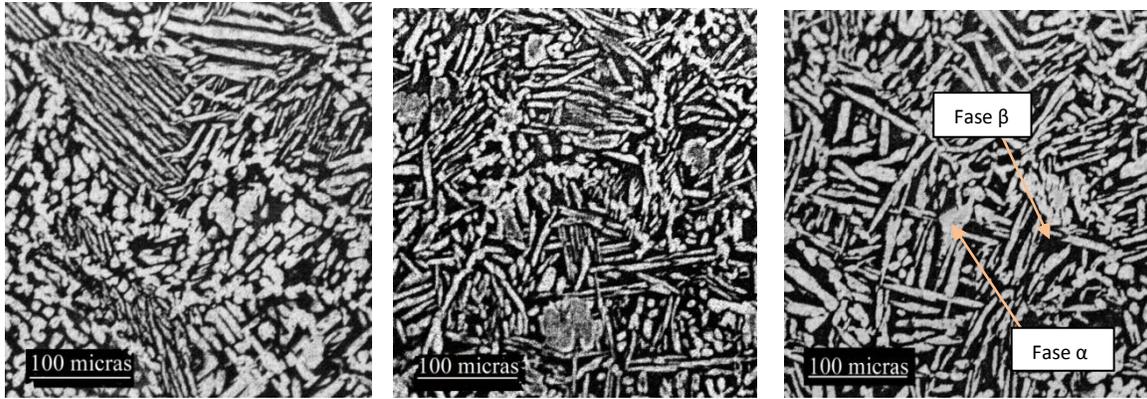


Figura 4. 1: LAZ811 a 20x.

Figura 4. 2: LAZ11+0.1Pr a 20x.

Figura 4. 3: LAZ811+0.3Pr a 20x.

#### - Muestras Laminadas

La microestructura de las 3 aleaciones analizadas, después de ser sometidas a laminación en caliente, observadas a través de microscopía óptica, son mostradas en Figura 4. 4, 4.5 y 4.6. Las figuras antes mencionadas denotan con claridad la dirección de laminación; comparando la aleación LAZ811 con la LAZ811+0.1Pr y LAZ811+0.3Pr se aprecia una microestructura más fina de las fases  $\alpha$  y  $\beta$  respecto de las aleaciones con adiciones de Pr.

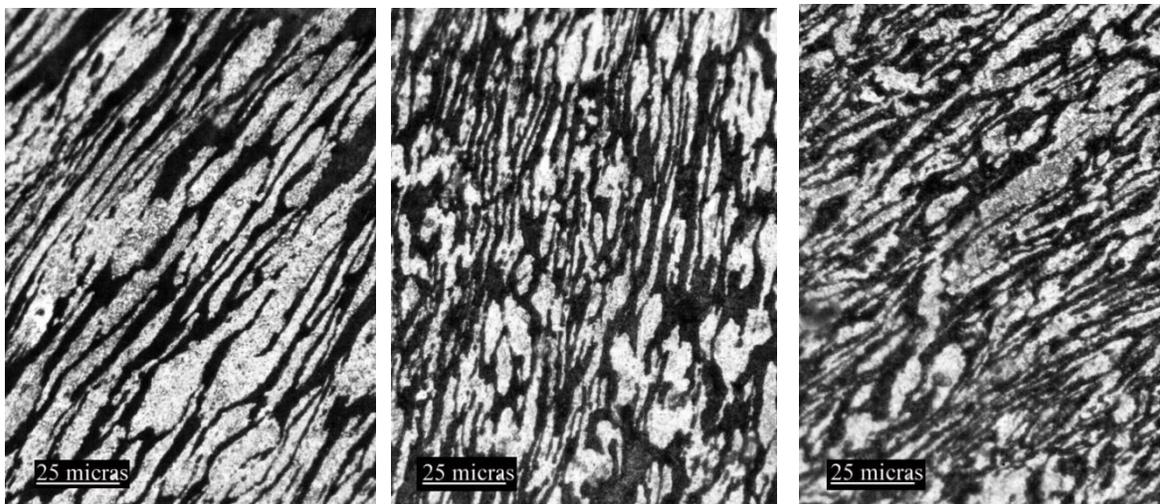


Figura 4. 4: LAZ811 a 50x.

Figura 4. 5: LAZ811+0.1Pr a 50x.

Figura 4. 6: LAZ811+0.3Pr a 50x.

- **Laminadas y tratadas**

Como se mostró en la Tabla 4.2 los tratamientos se realizaron utilizando tres temperaturas durante cinco periodos de tiempo diferentes. Para la exposición de resultados de los tratamientos térmicos, se presentan las temperaturas y tiempos de las muestras cuyos resultados brindaron mayor información sobre la estabilidad de las fases y el comportamiento cinético de recristalización.

○ **Probetas tratadas a 350°C durante 1000s**

La probeta de LAZ811 tratada a 350°C por 1000s (Figura 4. 7) sigue mostrando una estructura bifásica  $\alpha + \beta$ , sin embargo, se ha perdido por completo el direccionamiento que estas presentaban en la muestra laminada original (Figura 4. 4), mostrando una estructura de bloques monofásicos y de granos equiaxiados.

La aleación LAZ811+0.1Pr (Figura 4. 7) mantuvo la estructura direccionada formada por bloques de una sola fase, se aprecia un incremento del tamaño de los bloques antes mencionados, a comparación de la misma aleación, sin tratamiento térmico, mostrada en la Figura 4. 4.

La aleación LAZ811+0.3Pr ( Figura 4. 9), procesada de la misma forma que las anteriores, posee una microestructura que, a pesar de no presentar claramente los límites de grano en la micrografía mostrada, se observa una tendencia a una recristalización tanto de la fase  $\alpha$  como de la fase  $\beta$  a una morfología equiaxiada.

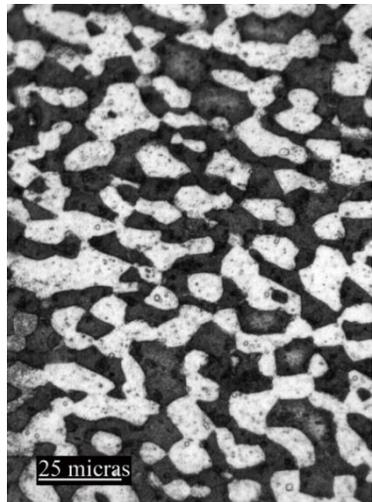
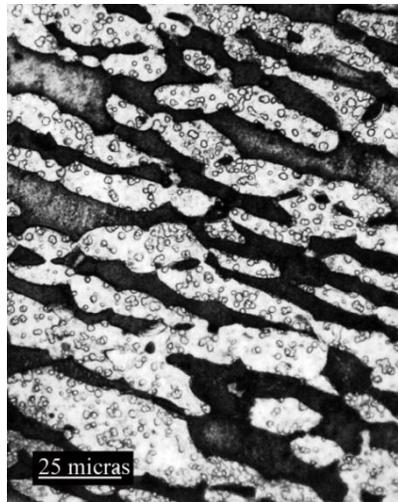
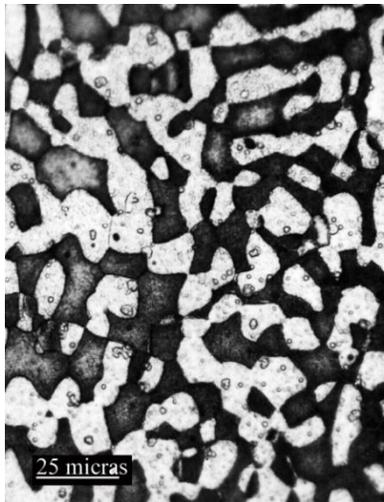


Figura 4. 7: LAZ811 tratada a 50x.

Figura 4. 8: LAZ811+0.1Pr a 50x.

Figura 4. 9: LAZ811+0.3Pr a 50x.

- Probetas tratadas a 350°C durante 10000s

La probeta de LAZ811 mostrada en la Figura 4. 10 demuestra un notorio crecimiento de grano comparándolo con el mostrado en la Figura 4. 7. Se pueden apreciar de mejor forma los límites de grano en las fases  $\alpha$  y  $\beta$ .

La aleación LAZ811+0.1Pr mostrada en la Figura 4. 11 posee una microestructura similar a la observada en la muestra de LAZ811; respecto al tamaño de grano, morfología y agrupación de fases. En la muestra de LAZ811+0.3Pr ( Figura 4. 12), se observa que la estructura posee características similares a las aleaciones ya mencionadas.

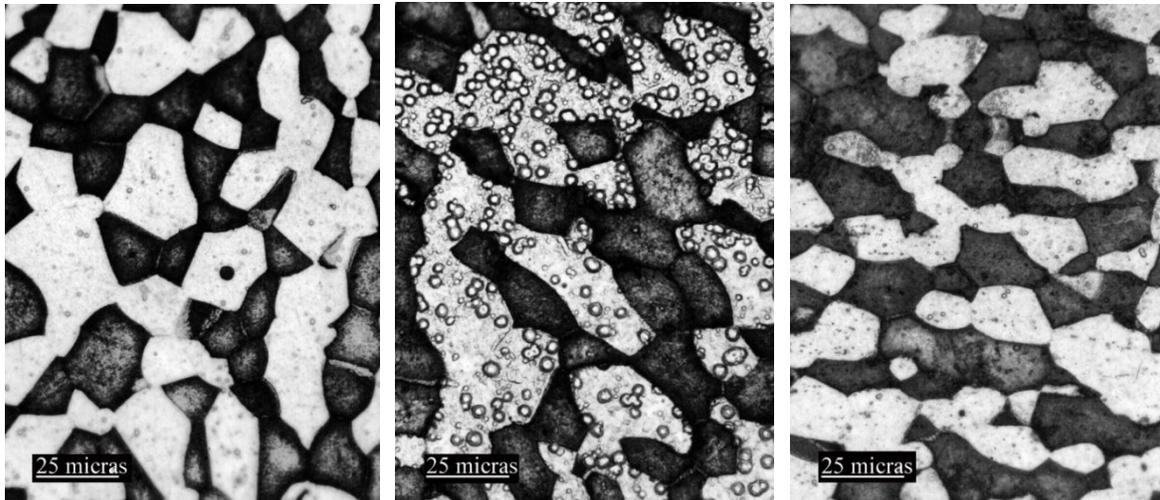


Figura 4. 10: LAZ811 a 50x.

Figura 4. 11: LAZ811+0.1 a 50x.

Figura 4. 12: LAZ811+0.3Pr a 50x.

#### - Análisis de resultados

En el análisis de microscopía óptica realizado sobre las probetas provenientes de la fundición, a diferentes magnificaciones, no se aprecia ningún cambio microestructural relacionado al incremento de la concentración de praseodimio. En las muestras laminadas se puede ver un refinamiento en la estructura eutéctica  $\alpha + \beta$  para las muestras con algún contenido de Pr, este refinamiento parece mantener una relación con el porcentaje de adición en masa de Pr como se observa entre la Figura 4. 7 y la Figura 4. 7.

De las muestras laminadas y tratadas, podemos inferir que la microestructura de la imagen correspondiente a la aleación LAZ811+0.3Pr (Figura 4. 7 y Figura 4. 10) posee la microestructura con características mayormente homogéneas en el tamaño de grano y distribución de las fases. La aleación LAZ811+0.1Pr presenta bloques monofásicos de mayor tamaño (Figura 4. 7), este comportamiento se asocia a un proceso de recuperación a menor velocidad, en el proceso de recristalización por la adición del Pr. En las muestras tratadas durante 10000s podemos observar una recristalización consecuente del tratamiento térmico durante mayor tiempo. La microestructura observada en las tres aleaciones parecen poseer morfología y tamaño de grano similar con tamaños que van de las 5 a las 20 micras aproximadamente; se pueden observar límites de grano bien definidos en la fase  $\beta$  y se pueden observar parcialmente en la fase  $\alpha$ . La presencia de

alguna fase rica en Pr como las reportadas en la literatura [24] no pudo ser confirmada por esta técnica de caracterización. Los círculos observados en la fase  $\alpha$  son producto del ataque químico usado para revelar la microestructura de la muestra.

### 4.3. Microscopía electrónica de barrido

#### - Muestras provenientes de fundición

A través de la microscopía electrónica de barrido, fue obtenido un análisis más detallado sobre la microestructura de las muestras de fundición. Se muestran las imágenes resultantes de la aplicación de esta técnica desde la Figura 4. 13 hasta Figura 4. 16. En las muestras de LAZ811 (Figura 4. 13 y Figura 4. 16) podemos apreciar la estructura bifásica  $\alpha + \beta$  donde la zona más brillante corresponde a la estructura  $\alpha$  rica en Mg y la más opaca corresponde a la estructura  $\beta$  rica en Li<sup>v</sup>.

Las aleaciones LAZ811+0.1Pr y LAZ811+0.3Pr (Figura 4. 13 y Figura 4. 13 respectivamente) presentan una estructura similar a la observada en la LAZ811; sin embargo, se aprecia la presencia de fases más brillantes que resultaron ser ricas en Pr bajo el análisis de EDS, cuyo espectro de rayos X se muestra en la Figura 4. 19. Las fases antes mencionadas poseen una forma laminar y del tipo “carácter chino”, esta última con mayor presencia en la aleación LAZ811+0.3Pr ( Figura 4. 16: LAZ811 a 5Kx. Figura 4. 17: LAZ811+0.1Pr a 5 KX. Figura 4. 18).

---

<sup>v</sup> En el MEB las zonas formadas por átomos con mayor número atómico muestran un mayor brillo en las imágenes formadas.

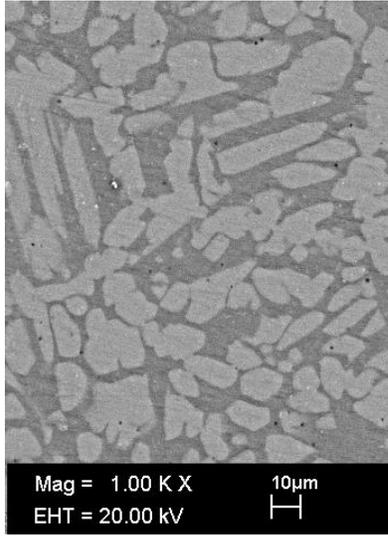


Figura 4. 13: LAZ811 a 1Kx

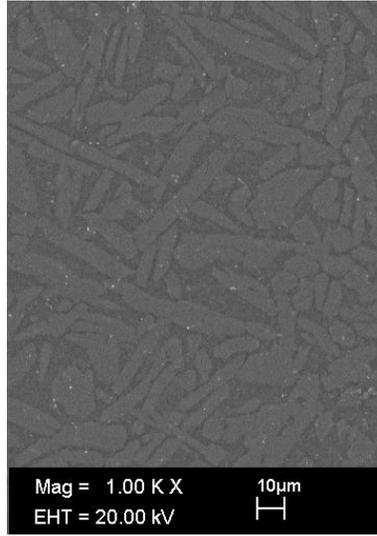


Figura 4. 14: LAZ811+0.1Pr a 1Kx

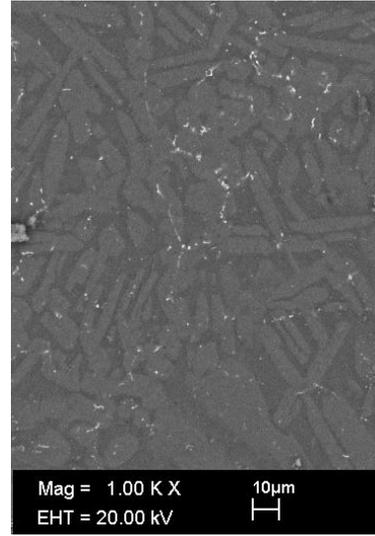


Figura 4. 15: LAZ811+0.3Pr a 1Kx.

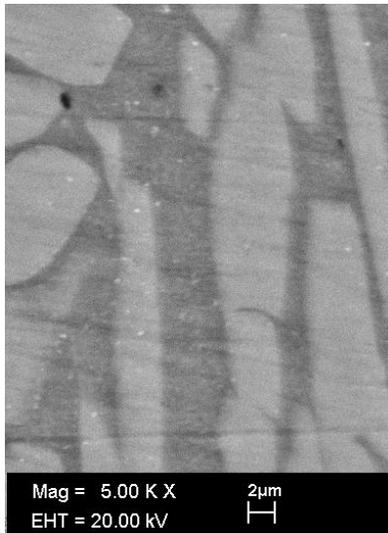


Figura 4. 16: LAZ811 a 5Kx.

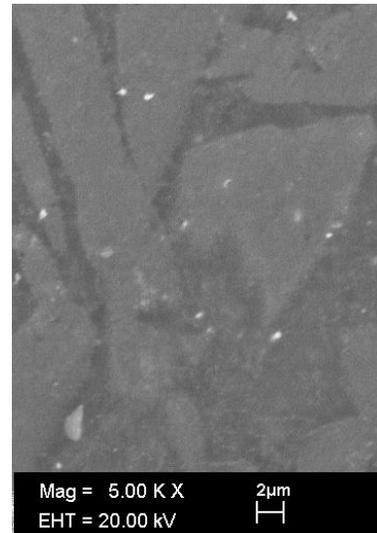


Figura 4. 17: LAZ811+0.1Pr a 5 KX.

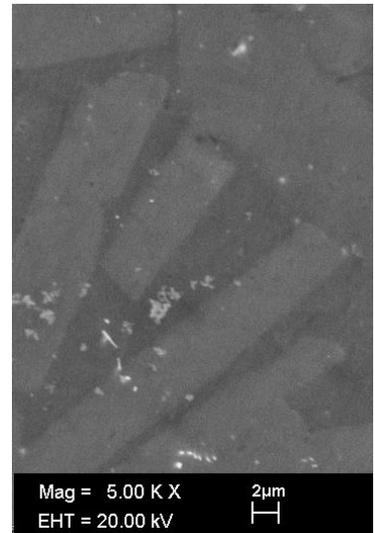
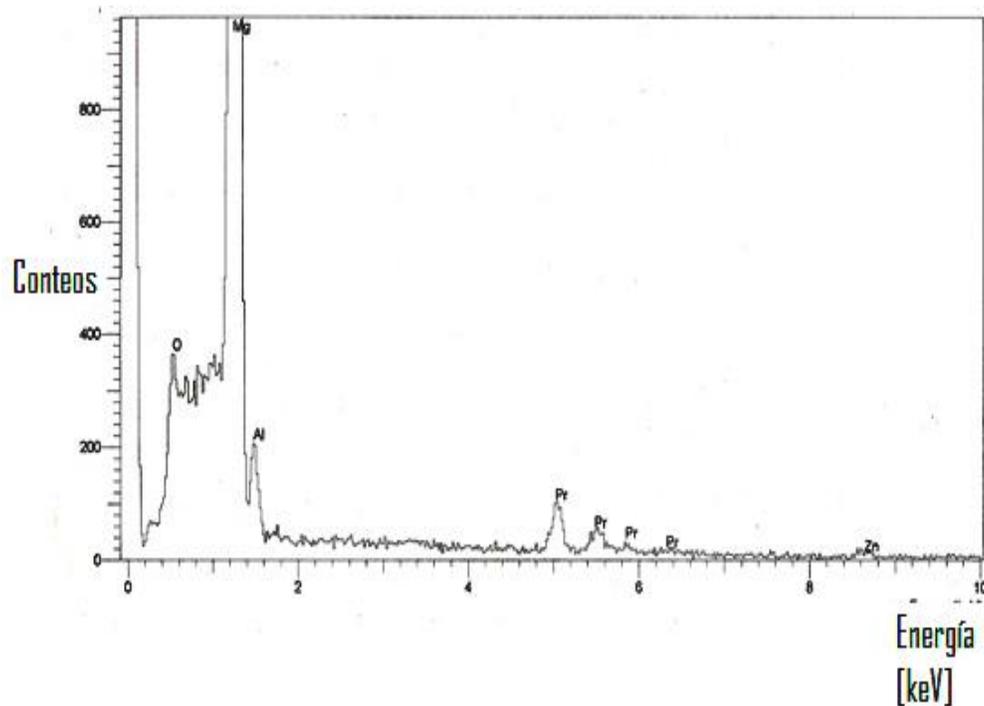


Figura 4. 18: LAZ811+0.3Pr a 5 Kx.

#### - Muestras laminadas

Las imágenes resultantes del análisis por MEB se muestran desde la Figura 4. 20 hasta la Figura 4. 24: LAZ811+0.1Pr a 5KX. Figura 4. 25. Haciendo una comparación entre las tres aleaciones se puede apreciar un refinamiento de la estructura, esto es más notorio en las imágenes tomadas a 5KX (Figura 4. 23 a Figura 4. 23) donde podemos apreciar que las fases  $\alpha$  y  $\beta$  se agrupan en bloques más reducidos con el incremento de Pr.



**Figura 4. 19: Espectro de rayos X obtenido por análisis de espectrometría de rayos X de las fases ricas en Pr encontradas en las aleaciones LAZ811+0.1Pr y LAZ811+0.3Pr.**

Las fases ricas en Pr en la aleación LAZ811+0.1Pr ( Figura 4. 24) no parecen presentar algún patrón en su distribución. La morfología que presentan es de tipo globular y minoritariamente acicular. En la aleación LAZ811+0.3Pr ( Figura 4. 24: LAZ811+0.1Pr a 5KX. Figura 4. 25) vemos el mismo comportamiento respecto a la distribución de las fases ricas en Pr, presentando una morfología completamente globular.

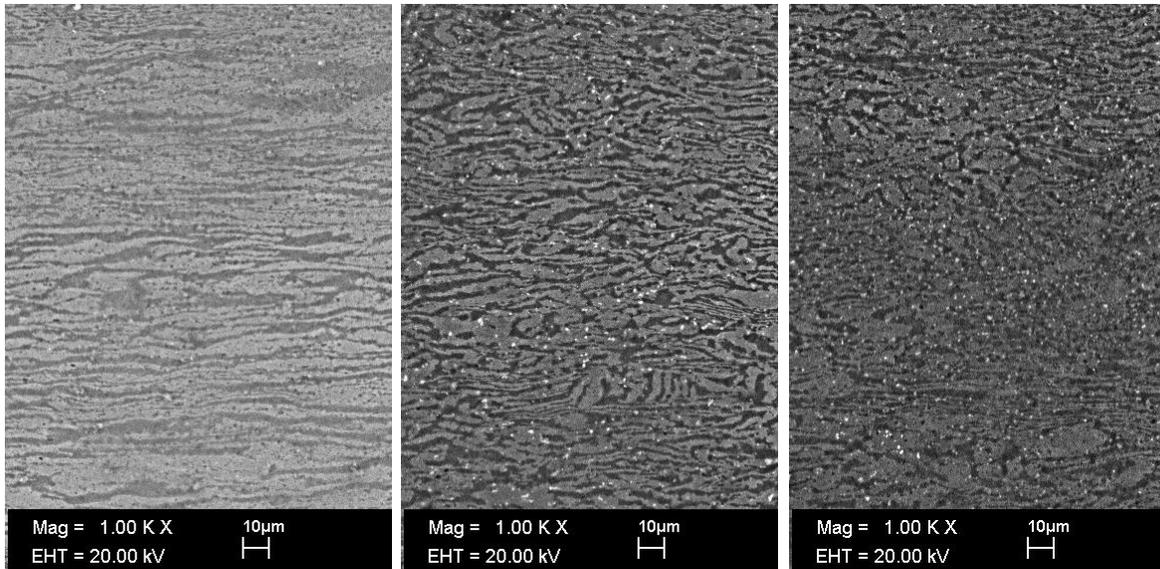


Figura 4. 20: LAZ811 a 1KX.

Figura 4. 21: LAZ811+0.1Pr a 1KX.

Figura 4. 22: LAZ811+0.3Pr a 1KX.

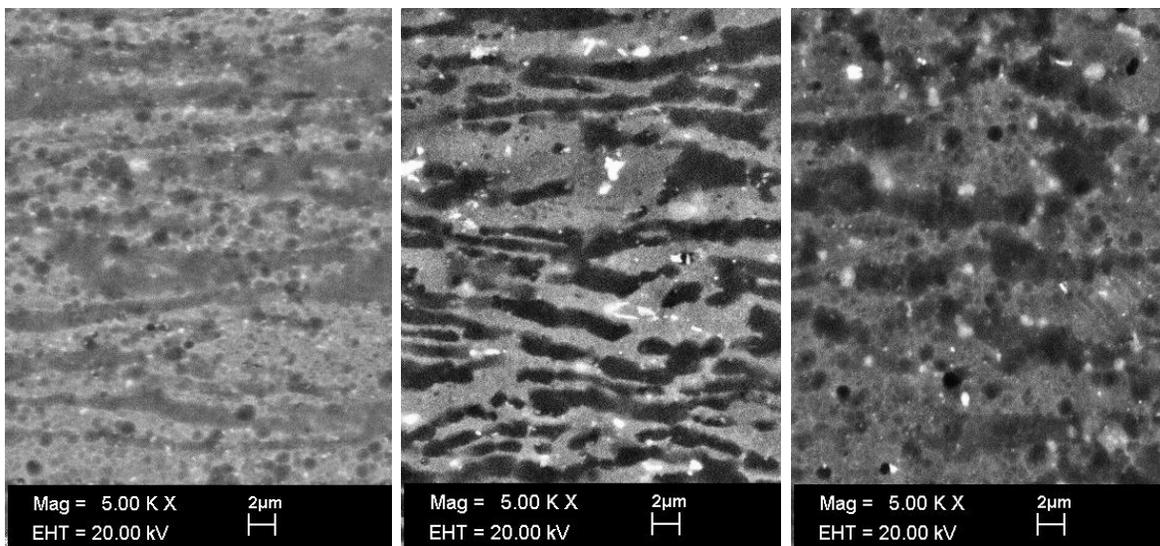


Figura 4. 23: LAZ811 a 5KX.

Figura 4. 24: LAZ811+0.1Pr a 5KX.

Figura 4. 25: LAZ811+0.3Pr a 5KX.

En la Figura 4. 23 y la Figura 4. 23 se aprecian puntos negros en la fase  $\alpha$  producto del empleo de un ataque químico excesivo para revelar la microestructura.

- **Muestras laminadas y tratada**

- Tratadas durante 1000s a 350°C

La Figura 4. 26 muestra que la aleación LAZ811 posee una microestructura eutéctica de tipo  $\alpha + \beta$  donde ya no es posible apreciar la dirección de laminación, confirmando lo visto

en el microscopio óptico. Las fases siguen presentando algunas agrupaciones en bloques monofásicos. Al realizar un análisis a un mayor aumento (Figura 4. 29), se aprecia mejor la presencia de granos equiaxiados en la microestructura.

La aleación LAZ811+0.1Pr analizada por MEB es mostrada en Figura 4. 26; podemos apreciar que la microestructura muestra una clara dirección de laminación con bloques gruesos alargados de las fases  $\alpha$  y  $\beta$ . Las fases ricas en Pr están presentes en el material, sin embargo, siguen manteniendo una distribución aleatoria entre las fases presentes, como se muestra en la Figura 4. 29.

En la Figura 4. 26 se muestra la microestructura de la aleación LAZ811+0.3Pr donde podemos apreciar que sigue mostrando un direccionamiento debido a la laminación, contrario a lo visto en el microscopio óptico. En la Figura 4. 29 podemos ver la microestructura a mayor amplificación mostrando la presencia de granos de tamaño reducido a comparación de los encontrados en las muestras de LAZ811 y LAZ811+0.1Pr.

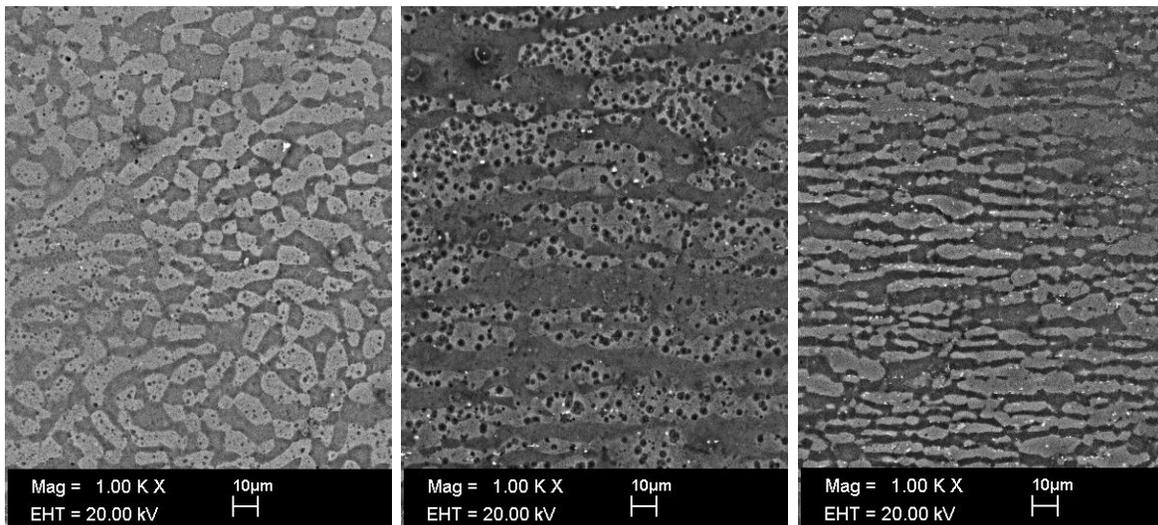


Figura 4. 26: LAZ811 a 1KX.

Figura 4. 27: LAZ811+0.1 a 1KX.

Figura 4. 28: LAZ811+0.3 Pr a 1KX.

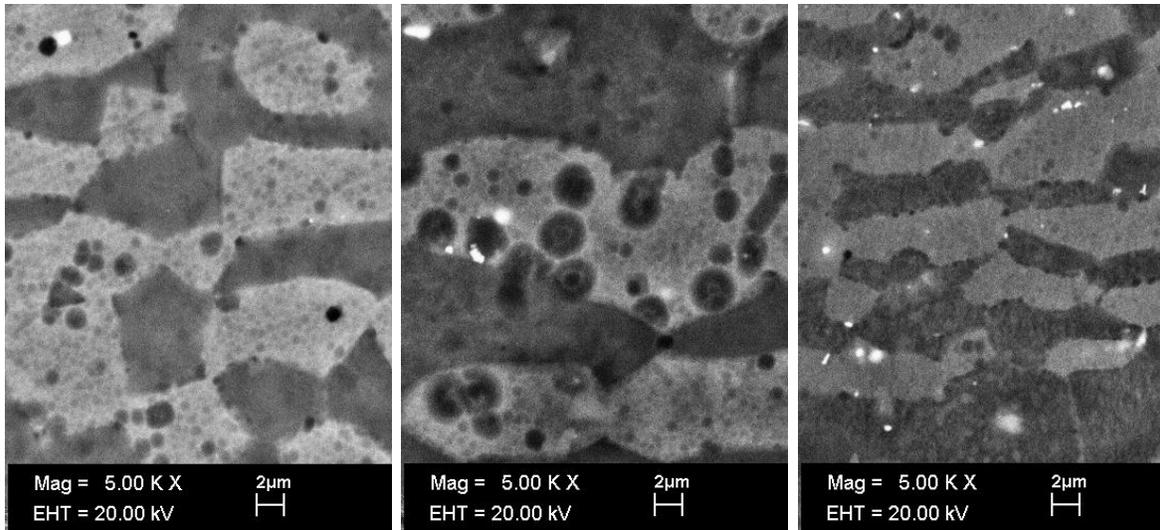


Figura 4. 29: LAZ811 a 5KX.      Figura 4. 30: LAZ811+0.1Pr a 5KX.      Figura 4. 31: LAZ811+0.3Pr a 5KX.

○ Probetas tratadas a 350°C durante 10000s

El análisis de microscopía hecho sobre las muestras tratadas se muestran de la Figura 4. 32 a la Figura 4. 35; se observa en las tres muestras una distribución homogénea de las fases y la pérdida del direccionamiento resultante del proceso de laminación. La distribución de las fases ricas en Pr en las aleaciones LAZ811+0.1Pr (      Figura 4. 35: LAZ811 a 5KX.      Figura 4. 36) y LAZ811+0.3Pr (

Figura 4. 35: LAZ811 a 5KX.      Figura 4. 36: LAZ811+0.1Pr a 5KX.      Figura 4. 37) continuó siendo homogénea sobre las dos fases constituyentes del material.

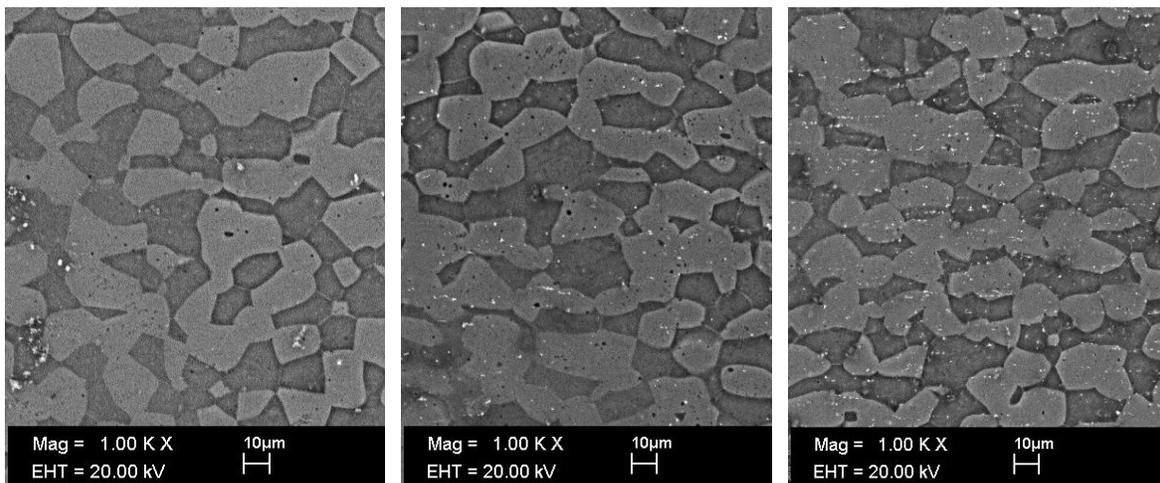


Figura 4. 32: LAZ811 a 1KX.      Figura 4. 33: LAZ811+0.1Pr a 1KX.      Figura 4. 34: LAZ811+0.3Pr a 1KX.

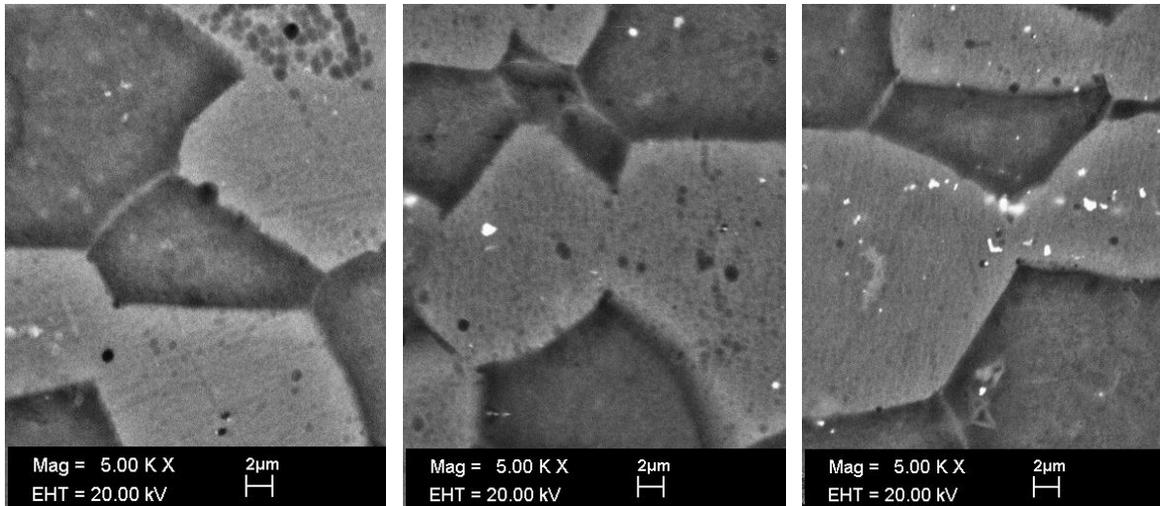


Figura 4. 35: LAZ811 a 5KX.

Figura 4. 36: LAZ811+0.1Pr a 5KX.

Figura 4. 37: LAZ811+0.3 a 5KX.

- **Análisis de resultados**

- Muestras provenientes de fundición

El análisis de MEB hecho sobre la aleación LAZ811 no revela la presencia de fases únicas ricas en Al o en Zn en ninguna de muestras analizadas, sólo la presencia de la microestructura eutéctica  $\alpha + \beta$ . Lo anterior es congruente con la alta solubilidad del Al y Zn en la estructura del Mg [14]. La distribución de las fases ricas en praseodimio, aluminio y zinc (Figura 4.19) que se presentaron en las aleaciones LAZ811+0.1Pr y LAZ811+0.3Pr (Figura 4. 16 a Figura 4. 16, fases más claras) no siguen un comportamiento específico respecto a su distribución. Podemos ver que la presencia de las fases antes mencionadas dentro de las fases  $\alpha$  y  $\beta$  se encuentran de forma arbitraria, sólo variando su morfología, al parecer en función de la cantidad de Pr adicionado.

- **Muestras laminadas**

La microestructura analizada de las aleaciones LAZ811+0.1Pr y LAZ811+0.3Pr, a través de MEB, muestra una reducción notoria en la dimensión de los bloques de las fases de la microestructura bifásica  $\alpha + \beta$  que la conforman; el comportamiento anterior parece estar en función del porcentaje de adición de Pr en la muestra. De esta forma, se confirma la tendencia mencionada en el análisis a través de microscopía óptica, respecto al refinamiento de las fases observadas.

- Tratamiento a 350°C durante 1000s

La muestra de LAZ811 tuvo un proceso de recuperación, recristalización y crecimiento de grano con mayor rapidez que las muestras con adiciones de Pr sometidas al mismo tratamiento térmico, la afirmación antes realizada se basa en el hecho de que la microestructura analizada ya no presentó ningún tipo de direccionamiento, dando indicios de encontrarse en una etapa de crecimiento de grano para el tiempo manejado, al tener granos con una morfología equiaxiada regular. La aleación LAZ811+0.1Pr presentó una tendencia asociativa entre fases del mismo tipo, generando un incremento en su dimensión relativa a la microestructura observada en la muestra laminada sin tratamiento (Figura 4. 20: LAZ811 a 1KX. Figura 4. 21). La muestra de LAZ811+0.3 Pr, la cual aún posee un direccionamiento de la microestructura, presenta fases laminadas muy finas y granos equiaxiados que aparentemente pertenecían a bloques de fases mayores, tal y como se puede observar en la Figura 4. 29. Las dos muestras antes mencionadas dan indicios de la capacidad del Pr para refinar el tamaño de grano al limitar el tamaño de los existentes, generar nuevos sitios de nucleación y limitar la movilidad atómica en las intercaras de los granos [21, 18]. Las fases ricas en Pr no presentan algún patrón claro de distribución en las dos concentraciones empleadas. Los puntos más oscuros que aparecen en las imágenes provenientes del análisis sobre la aleación LAZ811+0.1Pr son consecuencia del ataque químico revelador excesivo.

- Tratamiento a 350°C durante 10000s

Con base en las imágenes obtenidas de microscopía electrónica de barrido podemos analizar que las tres muestras presentan una morfología similar y un tamaño que va de los 10 a los 15 micrómetros aproximadamente. Podemos inferir que la homogeneidad de la microestructura, salvo por las fases ricas en Pr, se debe a que la condición de tiempo para este tratamiento resultó suficiente para homogenizar el tamaño de grano a pesar del efecto inhibitor del Pr.

#### 4.4. Difracción de rayos X

##### - Muestras provenientes de fundición

Los patrones de difracción de rayos X (Figura 4. 38), obtenidos de las tres aleaciones analizadas, muestran la presencia de la fase  $\alpha$  de tipo hexagonal compacta (HCP), la fase  $\beta$  de tipo cúbica centrada en las caras (BCC) y de la fase  $MgLi_2Al$  en todas las muestras. Los parámetros de las estructuras detectadas en los patrones de difracción se muestran en la Tabla 4.2, así como sus correspondientes fichas JCPDS.

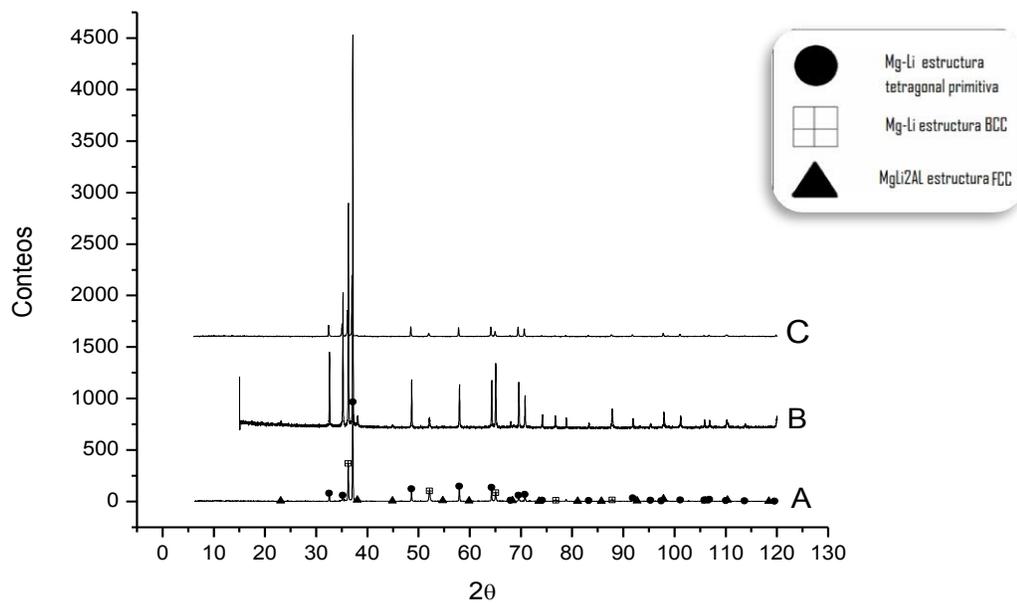


Figura 4. 38: Patrones de difracción A) LAZ811 B) LAZ811+0.1Pr C) LAZ811+0.3Pr provenientes de la fundición.

Fase	Ficha JCPDS	Estructura	Composición	A [Å]	B [Å]	C [Å]
$\alpha$ Mg-Li	03-065-4080	HCP	$\text{Li}_{0.92}\text{Mg}_{4.08}$	3.19180	3.1918	5.1319
$\beta$ Mg-Li	03-065-6742	BCC	$\text{Li}_3\text{Mg}_7$	3.3170	3.5170	3.5170
$\text{MgLi}_2\text{Al}$	03-065-5657	FCC	$\text{MgLi}_2\text{Al}$	6.7	6.7	6.7
$\text{MgLi}_2\text{Zn}$	03-065-7460	FCC	$\text{MgLi}_2\text{Zn}$	6.242	6.242	6.242
$\text{Mg}_{12}\text{Pr}$	03-065-2773	Tetragonal	$\text{Mg}_{12}\text{Pr}$	10.34	10.34	5.98

Tabla 4. 2: Descripción de fases detectadas en aleaciones LAZ811, LAZ88+0.1Pr y LAZ811+0.3Pr.

- Muestras laminadas

El patrón de difracción de rayos X sobre la muestra de LAZ811 laminada (Figura 4. 39 A) muestra la presencia de la microestructura eutéctica  $\alpha + \beta$ , con la fase  $\text{MgLi}_2\text{Al}$  y de la fase  $\text{MgLi}_2\text{Zn}$ . En el difractograma de la muestra LAZ811+0.3Pr (Figura 4. 39 B) se tiene la presencia de la microestructura eutéctica  $\alpha + \beta$ , de la fase  $\text{MgLi}_2\text{Al}$  y se obtuvo la presencia de la fase  $\text{Mg}_{12}\text{Pr}$ . En la Figura 4. 39 se muestra un detalle del difractograma realizado sobre la muestra de LAZ811+0.3Pr donde se aprecian las difracciones la fase  $\text{Mg}_{12}\text{Pr}$ .

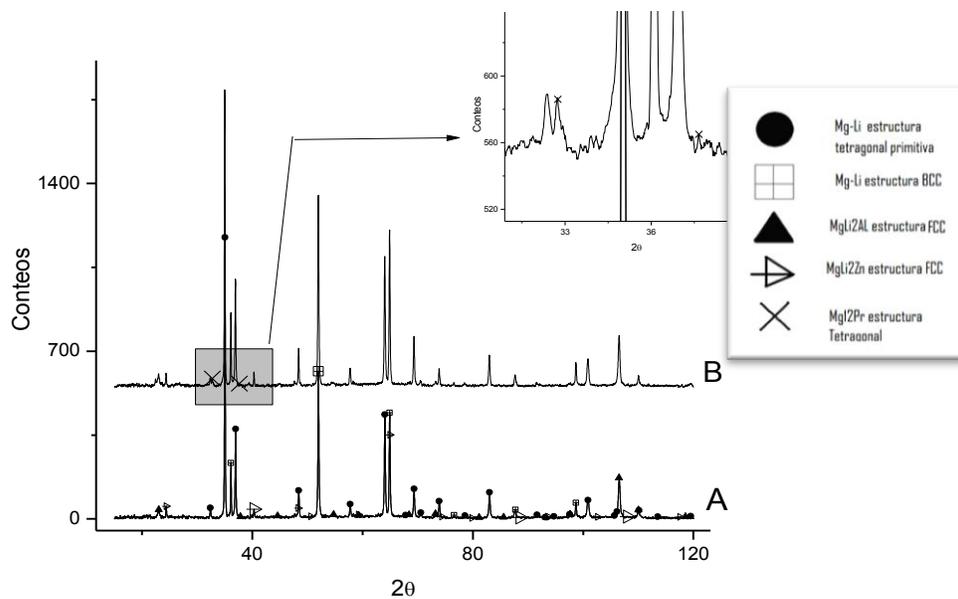
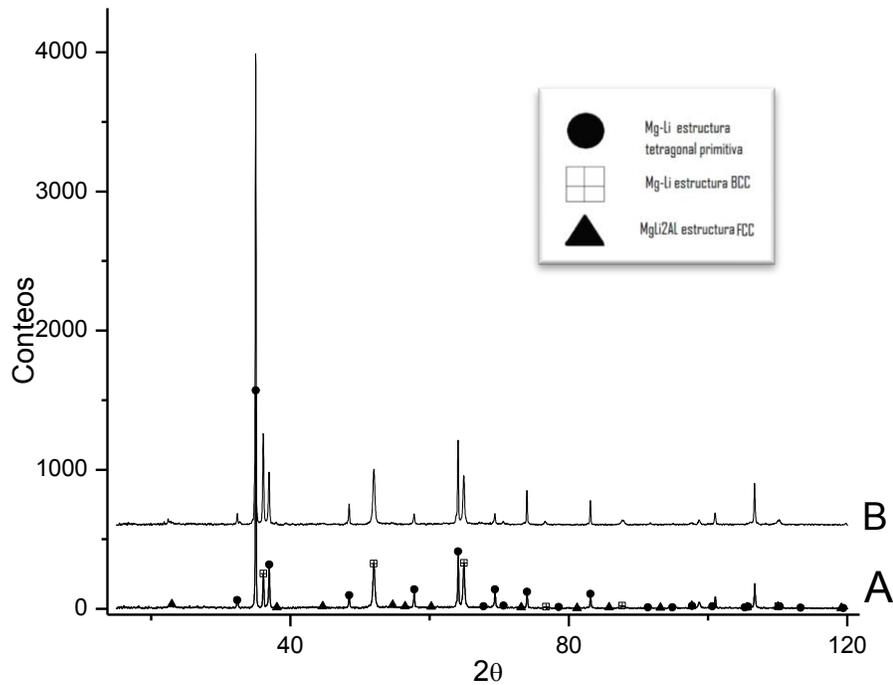


Figura 4. 39: Patrones de difracción A) LAZ811 B) LAZ811+0.3Pr provenientes de laminación.

- Muestras laminada y tratadas durante 1000s a 350°C

Los difractogramas de las aleaciones LAZ811 y LAZ811+0.3Pr (Figura 4. 40), realizados para las condiciones de tratamiento ya mencionadas, sólo revelan la presencia de las fases  $\alpha$ ,  $\beta$  y  $MgLi_2Al$  detectadas en las muestras de fundición y de laminación.



**Figura 4. 40: Patrones de difracción A) LAZ811 B) LAZ811+0.3Pr provenientes de laminación y tratamiento durante 1000s**

- Probetas tratadas a 350°C durante 10000s

Los difractogramas de las aleaciones LAZ811 y LAZ811+0.3Pr son mostrados en la Figura 4. 41. Las fases detectadas pertenecen a la fase  $\alpha$ , la  $\beta$  y  $MgLi_2Al$ .

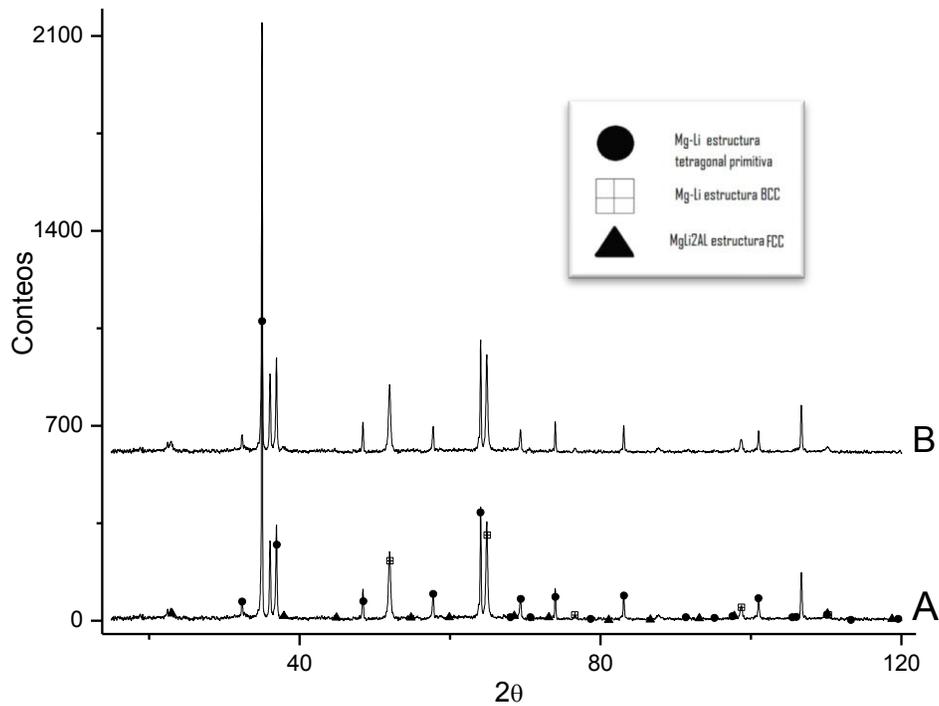


Figura 4. 41: Patrones de difracción A) LAZ811 B) LAZ811+0.3Pr provenientes de laminación y tratamiento durante 10000s

- **Análisis de resultados**

○ **Muestras provenientes de fundición**

El análisis realizado sobre los difractogramas obtenidos de las aleaciones provenientes de la fundición muestran las mismas fases. En los patrones de difracción realizados sobre las aleaciones con una adición de Pr no se tuvo algún patrón relacionado con este elemento; lo anterior es debido a que el equipo de difracción de rayos X utilizado no posee la suficiente resolución como para detectar la proporción en masa de Pr en la aleación LAZ811+0.1Pr y LAZ811+0.3Pr. La presencia de la fase  $MgLi_2Al$  es congruente con la aleación analizada [8]; su presencia tiene un efecto incremental en la resistencia de la aleación conformada.

○ **Muestras laminadas**

La muestra laminada de LAZ811+0.3Pr, fue la única que presentó un patrón asociado a la presencia de Pr en la aleación. La fase detectada  $Mg_{12}Pr$  es congruente con el diagrama de

fases del sistema Mg-Pr [Fig. 1.5]. La aleación LAZ811+0.1Pr no fue analizada a través de esta técnica por no poder brindar mayor información útil para la presente investigación.

- Tratamiento a 350°C durante 1000s

Los patrones de difracción obtenidos no revelaron ninguna fase nueva respecto a las encontradas en las muestras provenientes de fundición; las posibles fases localizables después de un tratamiento térmico se relacionan con la transformación o descomposición de las fases ya existentes. Tales transformaciones consistirían principalmente en la descomposición de las fases  $MgLi_2Al$  y  $MgLi_2Zn$  [8,24,26]. No se tuvo la presencia de alguna fase relacionada con la adición de Pr. Los tratamiento a 350°C durante 10000s tampoco presentaron fases asociadas a la descomposición de las fases ricas en Al y Zn ni de la incorporación de Pr en las muestras. En estas muestras no se detectó ninguna fase ricas en Pr.

#### 4.5. Microdureza

Las gráficas de la Figura 4. 42 y Figura 4. 43 muestran la medición de la microdureza realizada sobre la fase  $\alpha$  y  $\beta$  donde se compara la concentración de Pr contra la dureza medida.

- Fase  $\alpha$

La gráfica Figura 4. 42 muestra la medición de microdureza sobre la fase  $\alpha$  de las muestra proveniente de fundición y de la muestra proveniente de laminación. En la medición de la dureza sobre la muestra de fundición se observa que la mayor dureza se registra en la aleación LAZ811+0.1Pr y la menor en la muestra LAZ811. La gráfica de la muestra tratada presenta el mismo comportamiento respecto a la concentración de Pr que la muestra de fundición. Observamos en ambas muestra un comportamiento creciente hasta la concentración de 0.1% de masa de Pr y un comportamiento decreciente a mayores contenidos de Pr.

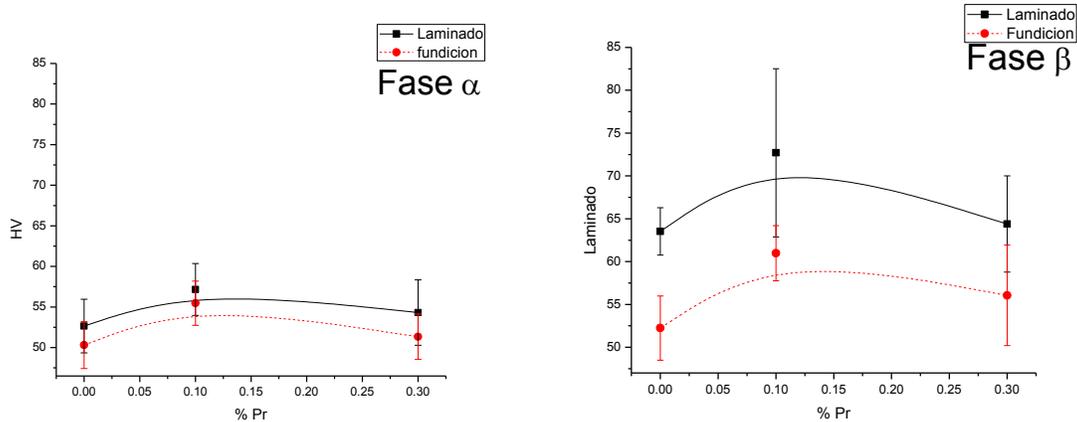


Figura 4. 42: Dureza HV vs % de Pr con amplitud de error de fase  $\alpha$  y fase  $\beta$ .

- Fase  $\beta$

La fase  $\beta$ , por otro lado, presenta el mismo comportamiento que lo observado en la fase  $\alpha$ , sin embargo, presentó una mayor dureza para las mismas concentraciones con incremento ( $\Delta$ HV) aproximado de entre 10 y 15 HV.

- Comparación de fases en muestras provenientes de fundición

En la Figura 4. 43 se muestra la comparación de dureza entre fases de las probetas obtenidas directamente de la fundición. La mayor dureza se alcanza en  $\beta$ . concentraciones de 0.1% de masa de Pr y la menor en las muestras sin adición de Pr. La mayor dureza medida fue encontrada en la fase beta en las diferentes concentraciones de Pr.

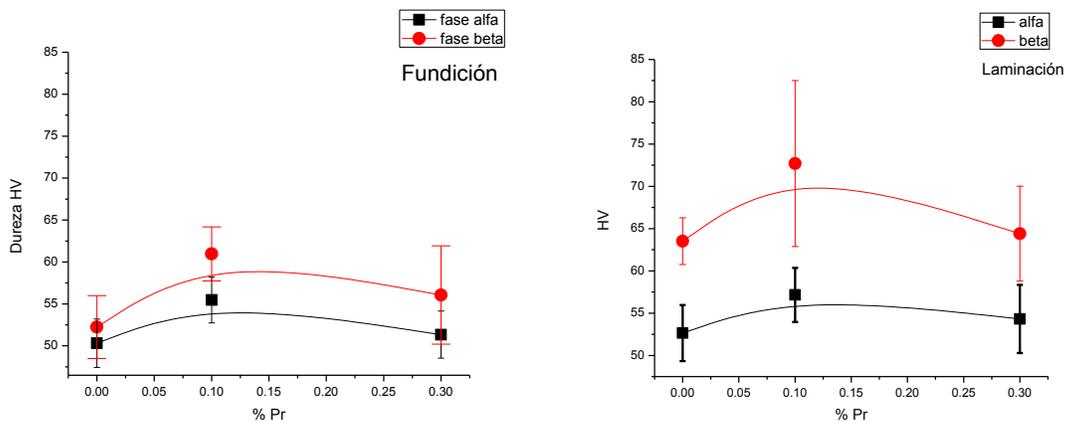


Figura 4. 43: Dureza HV vs % de Pr con amplitud de error de muestras provenientes de fundición y laminación.

- Comparación de fases en muestras laminada y tratadas

Las mediciones realizadas sobre las muestras procesadas (Figura 4. 43) indican una mayor dureza que las obtenidas de la fundición. La mayor dureza encontrada se encuentra en la concentración de 0.1% de masa de Pr.

- Análisis de resultados

○ Fases  $\alpha$  y  $\beta$ .

La fase  $\alpha$  tuvo una variación de dureza, respecto al porcentaje de adición de Pr, con una tendencia similar entre la muestra proveniente de fundición y en la muestra procesada; las mayor dureza medida en la muestra procesada se considera producto del proceso de enfriado posterior al tratamiento térmico. La fase  $\beta$  presenta un comportamiento de dureza similar a la fase  $\alpha$  respecto a la adición de Pr. La mayor dureza medida en el material procesado puede ser asociada mayor concentración de esfuerzos internos por la deformación y enfriado.

○ Comparación de muestras provenientes de fundición y laminadas.

Las mediciones hechas sobre la muestra de fundición y la procesada mostraron que la fase  $\beta$  posee una mayor dureza que la  $\alpha$  en ambos casos. Gracias a la deformación plástica y posterior temple, se observan valores de dureza mayores que los provenientes de fundición. La tendencia de observar una mayor dureza en la concentración de 0.1% de Pr requerirá futuros análisis de difracción de rayos X a altos ángulos para determinar si es debido a una solución sólida.

## Conclusiones

El material base fabricado y analizado consistió en una aleación Mg-8% Li-1% Al-1% Zn que, con base en la investigación bibliográfica y en las pruebas de maleabilidad realizadas, posee una capacidad aceptable para ser trabajado en frío. Los lingotes obtenidos presentaron una macroestructura homogénea; de estos se obtuvieron probetas para conformado y para análisis microestructural.

El análisis de las muestras provenientes de fundición, a través de microscopía óptica y electrónica de barrido, mostró una microestructura bifásica coherente con lo reportado sobre aleaciones basadas en sistemas Mg-Li. La adición de Pr al sistema empleado dio como resultado la aparición de una tercera fase rica en Pr distribuida de forma aleatoria entre las dos fases principales. El material base comparado con el adicionado con Pr, sometido al proceso de laminación, no demostró mayor capacidad para ser deformado.

El proceso de laminación sobre el material base y con adiciones de Pr dio como resultado una estructura altamente deformada propicia para un proceso de recuperación, recristalización y crecimiento de grano. Las imágenes obtenidas a través de MEB revelan que el tratamiento a 350 °C durante 1000s resulta insuficiente para eliminar el direccionamiento del material y el tratamiento a 350 °C durante 10000s es excesivo. Lo anterior hace ver la necesidad de un tratamiento poco mayor de 1000s para obtener una microestructura con un tamaño de grano favorable para presentar una buena resistencia mecánica.

La adición de Pr a la aleación parece disminuir la velocidad del proceso de recristalización, como se ve en el tratamiento a 350 °C durante 1000s, sobre todo en la muestra con 0.1% de Pr. La muestra con adición de 0.3% de Pr sometida al mismo tratamiento térmico presenta la microestructura con tamaño de grano menor de todas las muestra analizadas, dando indicios de un posible efecto refinador de grano por parte del Pr.

La adición de Pr a una aleación LAZ811 parece poseer un efecto refinador de grano al formar fases dispersas ricas en Pr propicias para la nucleación, dada su limitada

solubilidad en el Mg. El efecto anterior es confirmado al no encontrarse presencia de Pr en los límites de grano de las las fases  $\alpha$  y  $\beta$ , limitando el efecto del Pr como un mecanismo de refinamiento de grano en la aleación. La adición de Pr demostró tener un efecto limitado en microestructura de aleación LAZ811 proveniente de fundición y sometida a un tratamiento termomecánico.

## Conclusiones

- El material base fabricado y analizado consistió en una aleación Mg-8% Li-1% Al-1% Zn que, con base en la investigación bibliográfica y las pruebas de maleabilidad realizadas, posee una capacidad aceptable para ser trabajado en frío. El proceso de obtención de la aleación requirió hacer uso de cuidados especiales por la reactividad del litio con el ambiente, además de los riesgos a la salud que implica la manipulación de este elemento.
- El análisis de las muestras provenientes de fundición, a través de microscopía óptica, mostró una microestructura bifásica coherente con lo reportado sobre aleaciones basadas en sistemas Mg-Li. La adición de Pr fue determinado a través de MEB, dando como resultado fases ricas en Pr distribuidas homogéneamente.
- El material base comparado con el adicionado con Pr, sometido al proceso de laminación en frío, no demostró mayor capacidad para ser deformado. Las tres aleaciones obtenidas lograron una deformación promedio de 60%.
- El proceso de laminación en caliente sobre el material base, y con adiciones de Pr, dio como resultado una estructura altamente deformada propicia para un proceso de recuperación, recristalización y crecimiento de grano.
- La adición de Pr a la aleación sometida a deformación plástica y tratamiento térmico posterior, parece disminuir la velocidad del proceso de recristalización. Se pudo observar que el crecimiento de grano se inhibe en función de un contenido mayor de Pr, dando indicios de un posible efecto refinador de tamaño de grano. El mecanismo de inhibición de la recristalización en el material requiere estudios posteriores para ser determinado.

- La adición de Pr no demostró tener un efecto directo en la microestructura de aleación LAZ811 proveniente de fundición. Por otro lado, la adición de Pr parece poseer un efecto refinador de grano, al formar fases dispersas ricas en Pr propicias para la nucleación, dada su limitada solubilidad en el Mg. El efecto anterior está fundamentado al no encontrarse presencia de Pr en los límites de grano de las fases  $\alpha$  y  $\beta$ .

## Anexos

### Anexo 1: Horno de inducción eléctrica

Los hornos de inducción eléctrica han tenido un impulso creciente en su uso por su flexibilidad y por la gran capacidad de control sobre el material sobre el cual se opera.

#### - Teoría básica

El calentamiento por inducción consiste en dos mecanismos de disipación de energía que tienen como resultado un calentamiento. Estos son pérdidas de energía debido a calentamiento por efecto Joule, el cual es el mecanismo principal de calentamiento en materiales ferromagnéticos y el único en materiales no magnéticos, el segundo es la pérdida de energía asociada con histéresis magnética.

Las pérdidas por histéresis son una forma secundaria de generación de calor por inducción la cual es causada por la fricción entre moléculas, o por los llamados dipolos magnéticos, cuando materiales ferromagnéticos son magnetizados primero en una dirección y luego en otra. Los dipolos pueden ser considerados como pequeños magnetos los cuales giran con cada cambio en la dirección del campo magnético asociado con al cambio en la corriente. La energía requerida para hacerlos rotar es disipada como calor, la razón de emisión de este incrementa con la razón de reversión del campo magnético, en este caso de la frecuencia de la corriente.

La generación de calor por efecto Joule está asociada con las pérdidas por corrientes de tipo parásitas, las cuales son descritas con las mismas relaciones que se dan con otros circuitos de corriente alterna o corriente directa. Al igual que con otras corrientes eléctricas, las corrientes parásita requieren de un camino eléctrico completo; en una corriente parásita, existe una caída de voltaje  $V$  el cual, por pura resistencia  $R$ , es dado por la ley de Ohm  $V=IR$ , donde  $I$  indica corriente. Cuando se da una caída de voltaje, la energía eléctrica es convertida en energía térmica o calor. La caída de voltaje (o potencial) resulta en calentamiento en una razón dada por  $VI=I^2R$ . Tómese en cuenta que esta es una medida de razón de cambio de energía o potencia.

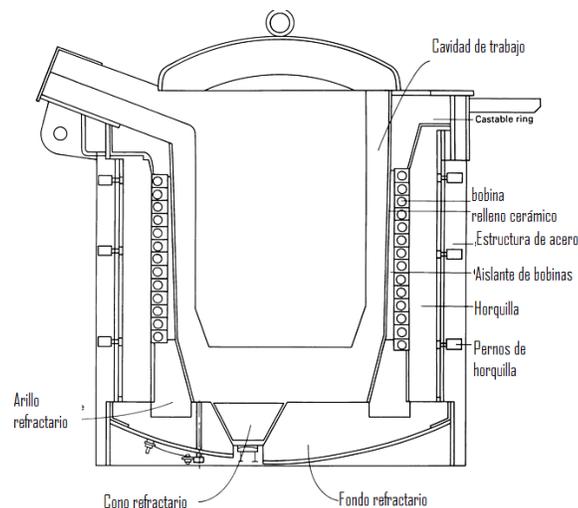
El fenómeno de inducción antes mencionado, fue descrito por Faraday a mediados del siglo XIX al descubrir que la variación de flujo antes mencionado induce un voltaje y lo modeló a través de su ley:

$$V_{mat} = -N \left( \frac{\Delta\phi_B}{\Delta t} \right)$$

Donde:

- $V_{mat}$ : es el voltaje inducido sobre la muestra [V]
- N: número de vueltas de la bobina
- $\frac{\Delta\phi_B}{\Delta t}$ : es la razón de cambio del flujo del campo magnético [Wb/s]
- Constitución de horno de inducción

Para su clasificación existen dos tipos de hornos de inducción: horno de inducción sin núcleo y horno de inducción de tipo canal. En este caso se describirá el horno de inducción sin núcleo por haber sido el del tipo utilizado para el conformado del material experimental.



**Figura A.1. 1: elementos básicos de un horno de inducción sin núcleo.**

- Cavidad de trabajo: en ella se depositan los materiales a ser fundidos.
- Bobina: genera el campo magnético que da como resultado la inducción en el material.
- Unidad de carga: en ella se encuentra el sistema de potencia y de control de frecuencia para la bobina.
- Sistema refractario: protege la cámara de fundición de los efectos de calor e inducción provocados por la bobina.

## Anexo 2: Protocolo de laminación

Número de paso	% de deformación	Deformación teórica [mm]	Dimensión después de laminación [mm]
1	10	0.755	7.47
2	10	0.747	6.83
3	10	0.683	6.12
4	10	0.612	5.5
5	10	0.55	4.9
6	5	0.245	4.63
7	5	0.2315	4.34

Tabla A 2.1: Protocolo de laminado de aleación LAZ811 a una velocidad de 10 m/min con un espesor inicial de 7.55 mm a 22°C (en frío)

Número de paso	% de deformación	Deformación teórica [mm]	Dimensión después de laminación [mm]
----------------	------------------	--------------------------	--------------------------------------

<b>1</b>	15	0.6945	4.04
<b>2</b>	15	0.606	3.43
<b>3</b>	15	0.5145	2.88
<b>4</b>	15	0.432	2.75
<b>5</b>	15	0.4125	2.44
<b>6</b>	15	0.366	2.05
<b>7</b>	15	0.3075	1.74
<b>8</b>	15	0.3393	1.45

Tabla A 2.2: Protocolo de laminado de aleación LAZ811 a una velocidad de 10 m/min con un espesor inicial de 4.5 mm a 200°C (en caliente)

<b>Número de paso</b>	<b>% de deformación</b>	<b>Deformación teórica [mm]</b>	<b>Dimensión después de laminación [mm]</b>
<b>1</b>	10	0.776	7.35
<b>2</b>	10	0.735	6.71
<b>3</b>	10	0.671	6.06
<b>4</b>	10	0.606	5.42
<b>5</b>	10	0.542	4.88

Tabla A 2.3: Protocolo de laminación de aleación LAZ811+0.1% Pr a 10 m/min con un espesor inicial de 7.85 mm a 22°C (en frío)

<b>Número de paso</b>	<b>% de deformación</b>	<b>Deformación teórica [mm]</b>	<b>Dimensión después de laminación [mm]</b>
<b>1</b>	15	0.732	4.26
<b>2</b>	15	0.639	3.56
<b>3</b>	15	0.534	3.11

4	15	0.4665	2.98
5	15	0.447	2.55
6	15	0.3825	2.21
7	15	0.3315	1.9
8	15	0.285	1.55
9	9.5	0.14725	1.37

Tabla A 2.4: Protocolo de laminación de aleación LAZ811+0.1% Pr a 10 m/min con un espesor inicial de 4.8 mm a 200°C (en caliente)

Número de paso	% de deformación	Deformación teórica [mm]	Dimensión después de laminación [mm]
1	10	0.776	7.15
2	10	0.715	6.43
3	10	0.643	5.8
4	10	0.58	5.2
5	10	0.52	4.68

Tabla A 2.5: Protocolo de laminación de aleación LAZ811+0.3% Pr a 10 m/min con un espesor inicial de 4.8 mm a 22°C (en frío).

Número de paso	% de deformación	Deformación teórica [mm]	Dimensión después de laminación [mm]
1	15	0.702	4.15
2	15	0.6225	3.51
3	15	0.5265	2.97
4	15	0.4455	2.53
5	15	0.3795	2.1
6	15	0.315	1.79
7	15	0.2685	1.49

Tabla A 2.6: Protocolo de laminación de aleación LAZ811+0.3% Pr a 10 m/min con un espesor inicial de 4.7mm a 200°C (en caliente).

### Anexo 3: Microscopía óptica [27]

El microscopio óptico hace uso de luz reflejada para el análisis de muestras [Figura A.3. 1]; a pesar de la evolución de los instrumentos metalográficos electrónicos, la microscopía óptica es nuestra primera aproximación para el estudio de la microestructura del material analizado. El procedimiento general de análisis consiste en realizar la observación primaria a bajos aumentos e ir aumentando progresivamente las magnificaciones.

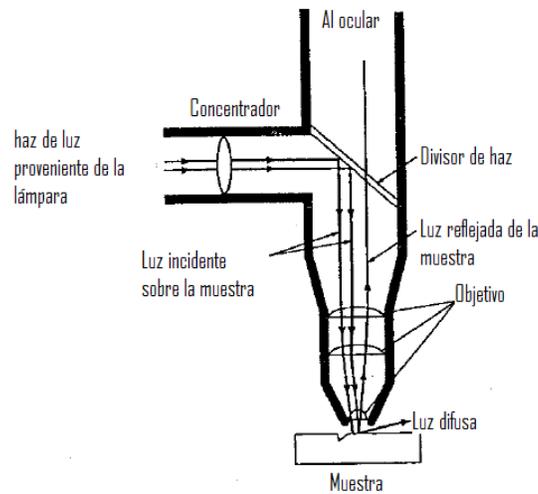
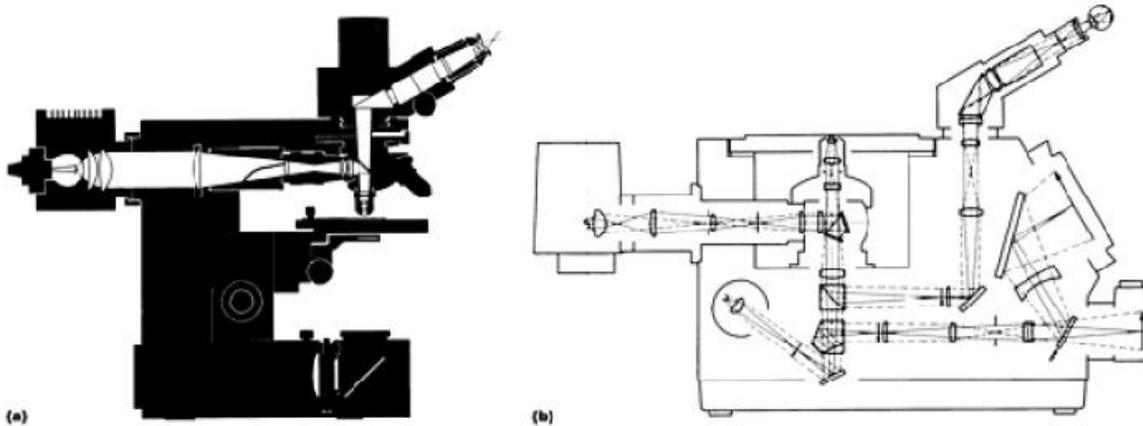


Figura A.3. 1: principio de análisis con microscopio óptico [28].

En este tipo de análisis es comúnmente usado algún tipo pulido sobre la pieza con el fin de ajustar la superficie a analizar y establecer un área de observación comparativa. La realización de un ataque químico depende del material que se estudia; el ataque químico nos permite revelar detalles de la microestructura tales como: límites de grano, diferencia de fases, morfología de grano, entre otros. Lo anterior se da gracias a que los límites de grano son regiones más reactivas químicamente que la estructura ordenada (granos), generando regiones que generan mayor dispersión de luz y, a su vez, delimitando los granos. En materiales constituidos por diferentes elementos o fases, los químicos reaccionan más o menos activamente, según el material constituyente. Del tipo de ataque dependerá el tipo de información revelada por el material.

- Constitución del microscopio óptico

Los microscopios ópticos pueden ser clasificados como “verticales” o como “invertidos”, según la posición del plano pulido del espécimen cuando se realiza la observación. En la Figura A.3. 2 se muestra la configuración general de los microscopios antes mencionados.



**Figura A.3. 2: Patrón de luz de a) microscopio vertical y b) microscopio invertido.**

Cada configuración posee ventajas y desventajas, siendo el vertical de tipo banca el más común y el utilizado para la obtención de imágenes en el presente documento. Cada microscopio posee características y elementos particulares, a continuación se hará mención de los elementos básicos de un sistema de microscopía óptica.

- Sistema de iluminación: Consiste en una fuente emisora de luz que puede ser tungsteno, gas xenón, etc.
- Condensador: este sistema consiste en un arreglo de lente y diafragmas que permiten enfocar la luz en un punto deseado del camino óptico.
- Filtros de luz: modifican la luz emitida por el sistema de iluminación para mejorar la observación o alterar contrastes.
- Lente objetivo: es el elemento óptico de mayor importancia en el microscopio; forma la imagen primaria de la microestructura al coleccionar la mayor cantidad de luz proveniente de la muestra y combinar esta para formar la imagen.

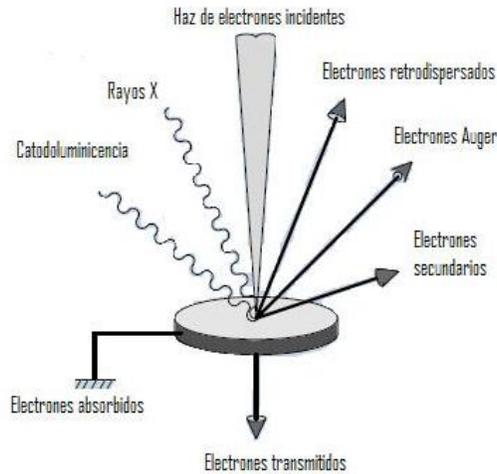
- Ocular: Permite obtener la resolución total del objetivo al amplificar la imagen proveniente de este. La imagen virtual generada del objetivo es amplificada para por ser observada a través del visor de ocular.
- Soporte fotográfico: hace uso de la luz percibida por el objetivo y enviada al ocular para la formación de una imagen en un soporte que permite generar una imagen.

#### **Anexo 4: microscopía electrónica de barrido [29]**

La microscopía electrónica de barrido (MEB) es una técnica de caracterización superficial que funciona a partir del principio de la emisión de electrones secundarios y retro-dispersados por parte de un material excitado por un haz de electrones. Esta técnica permite obtener imágenes bidimensionales, dependiendo del equipo, de hasta de una resolución de 0.5 nm. Es ampliamente utilizada por su versatilidad desde el punto de vista del manejo espacial, rangos de resolución, sencilla preparación de las muestras a estudiar y facilidad de operación del equipo. En la Figura A.4. 2 vemos el esquema general de este tipo de instrumento de análisis.

- Principio físico

Cuando los electrones inciden en la superficie de la muestra, estos son dispersados en el material y van perdiendo energía. El grado de dispersión de los electrones varía por factores como la energía del electrón, el número atómico de los elementos que conformen la muestra y también de la densidad de los átomos constituyentes. En la Figura A.4. 1 se muestran los tipos de emisión que se generan cuando un haz de electrones entra en el espécimen.



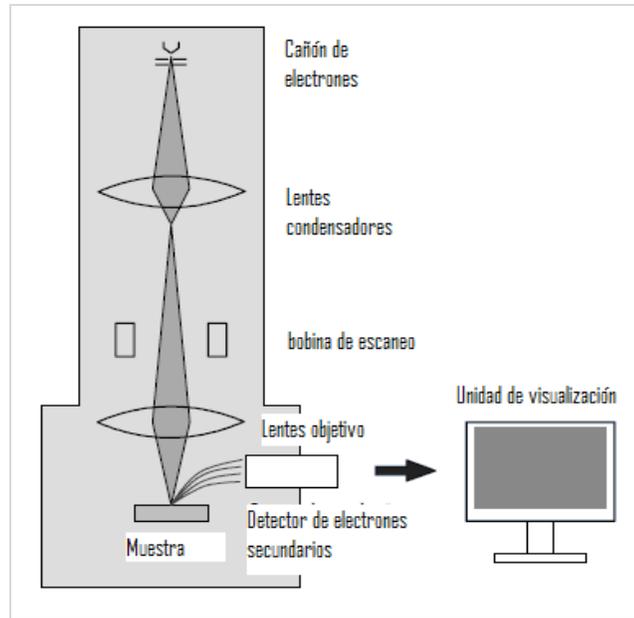
**Figura A.4. 1: señales emitidas de una muestra sometida a un haz de electrones [29].**

- Electrones secundarios: los electrones secundarios son producto de la interacción del haz de electrones que incide sobre el espécimen con los electrones de valencia de los átomos del material que se analiza.
- Electrones retrodispersados: este tipo de electrones son dispersados contrariamente a la dirección del haz incidente y son emitidos fuera del espécimen mientras los electrones incidentes se dispersan en la muestra.

#### Instrumentación del MEB

- Grupo óptico-electrónico y de sistema de detección

El MEB hace uso de un sistema de óptico-electrónico para la emisión de un haz de electrones, una zona para posicionamiento de muestras y un detector de electrones secundarios. El sistema óptico-electrónico hace uso de un cañón que genera una emisión constante de electrones, el tipo de cañón más comúnmente utilizado es el del tipo termiónico, la cual usa un filamento delgado (0.1mm) de tungsteno calentado a alrededor de los 2800 K.



**Figura A.4. 2: esquema general del microscopio electrónico de barrido [29].**

El sistema óptico-electrónico hace uso de lentes para controlar el flujo de electrones. Estos lentes son generalmente de tipo magnético y funcionan a partir de hacer pasar corriente directa a través de un embobinado, generando un campo simétrico rotacional el cual genera un haz. Como se puede apreciar, este tipo de lentes no tienen un principio óptico como tal. El sistema de lentes consiste en dos etapas: un lente concentrador y un lente objetivo. Este sistema está posicionado justo debajo de la pistola de electrónica para captar y enfocar el flujo de electrones para generar un pequeño haz electrónico, tal y como se muestra en la Figura A.4. 2.

La zona de posicionamiento de la muestra posee un sistema de desplazamiento que permite un movimiento suave en dirección horizontal (ejes X y Y), dirección vertical (Z), ángulo de inclinación y rotación respecto al eje Z.

El sistema de detección básico consiste dos tipos de sensores, cada uno en función del tipo de electrón emitido por la muestra.

- Espectrometría de rayos X (EDS por sus siglas en inglés)

Este tipo de detector es usado para analizar el espectro de rayos X emitido por la muestra cuando esta es impactada por un haz de electrones [Figura A.4. 1]. El esquema general de este tipo de detectores es mostrado en la Figura A.4. 3.

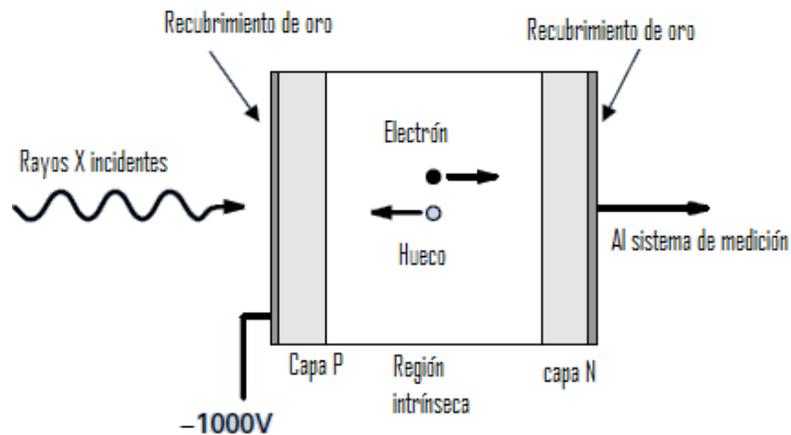


Figura A.4. 3: esquema del EDS [29]

Como se muestra en la figura anterior, cuando un rayo X emitido desde la especie entra en el semiconductor detector, pares de huecos electrónicos son generados en cantidades correspondientes a la energía del rayo X.

#### Anexo 5: difracción de rayos X [30]

La técnica de difracción de rayos X es utilizada con el fin de determinar la estructura, los elementos y las fases presentes en un material. En el trabajo realizado, el uso de esta técnica tuvo como fin comparar el material conformado y tratado con la información encontrada en la literatura consultada y analizar la posible incorporación de impurezas o formación de fases secundarias.

En términos generales, el análisis por difracción de rayos x consiste en hacer incidir un haz de rayos x sobre la muestra a analizar, variando el ángulo de incidencia del rayo. La interacción del haz con la materia puede tener varios resultados, entre ellos, la difracción de éstos. Los rayos X dispersados son detectados y comparados con el ángulo en que se da este fenómeno, brindando información sobre el ordenamiento atómico (estructura cristalina) que posee el material analizado. Entre la información que nos brinda está

técnica se encuentra la distancia entre planos atómicos, la orientación de un monocristal o grano, la estructura característica del material analizado y las medidas de éste. A continuación haremos hincapié en el fenómeno de difracción y en los elementos que constituyen un equipo de análisis de este tipo.

- El fenómeno de difracción de rayos X
  - Los Rayos X

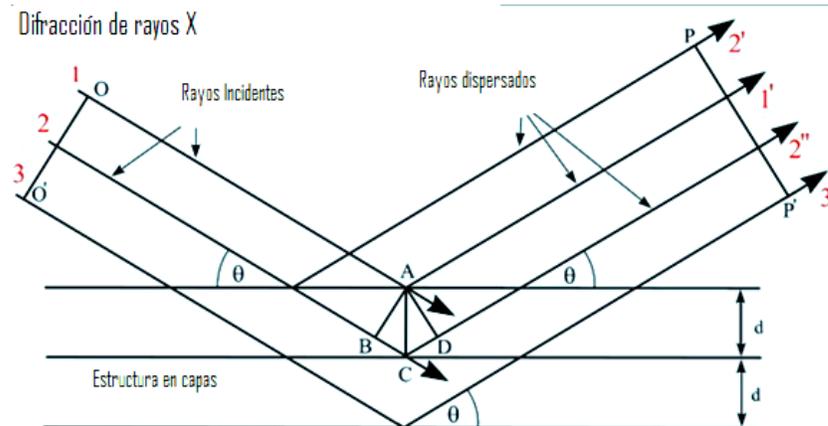
Los rayos x son un tipo de radiación electromagnética de longitud de onda muy pequeña (alta frecuencia) que va de los  $10^2$  a los  $10^{-3}$  nanómetros, permitiendo la realización de análisis medibles en Angstroms ( $1 \text{ \AA} = 1 \times 10^{-10} \text{ m}$ ).

Los rayos X son generados cuando una partícula cargada, con una energía cinética suficiente, es desacelerada con rapidez. Lo anterior es comúnmente logrado a través de electrones acelerados entre un par de electrodos. Los electrones surgen de un material que se encuentra a un voltaje de entre 30 y 50 KV (cátodo), los cuales son atraídos con una alta velocidad hacia un material que se encuentra aterrizado (ánodo); al impactar el electrón con el ánodo, la mayor parte de la energía cinética se convierte en calor y menos del 1% se convierte en rayos X.

- Difracción

Von Laue descubrió la naturaleza de onda electromagnética de los rayos x y, a su vez, comprobó la existencia de un arreglo atómico periódico en materiales. La comprobación anterior se hizo al hacer incidir un haz de rayos X en un material y colocar un material sensible a la radiación a un ángulo calculado, resultando afectado por el haz y corroborando que los rayos x presentaban el mismo comportamiento que luz visible cuando interactúa con una serie de rendijas igualmente espaciadas de dimensión, igual o mayor que la longitud de onda de la luz, generando un cambio de dirección de las ondas de luz. El fenómeno anterior es llamado difracción y, en el caso de los rayos X, las rendijas son los espacios interatómicos constantes de los átomos en el material cristalino sobre el que incide el haz.

El fenómeno anterior fue analizado por W.H. Bragg y su hijo W.L. Bragg, quienes expresaron las condiciones matemáticas necesarias para que se diera la difracción en una forma más simple que la propuesta por Von Laue. La expresión simplificada es conocida como la ley de Bragg que se deduce de la siguiente forma:



**Figura A.5. 1: esquema de difracción de rayos X.**

La ley de Bragg expresa las condiciones geométricas necesarias para que se de un interferencia constructiva entre 2 haces de rayos X a un ángulo  $\theta$  determinado, consecuentemente la difracción, es decir, que los rayos X difractados estén en fase [Figura A.5. 1: esquema de difracción de rayos X.]. A continuación de desarrolla la ley de Bragg:

$$n\lambda = \overline{BC} + \overline{CD}$$

$$\overline{BC} = d \sin \theta$$

$$\overline{CD} = d \sin \theta$$

$$n\lambda = d \sin \theta + d \sin \theta$$

$$n\lambda = 2 d \sin \theta$$

Donde:

- n debe ser un número entero
- $\theta$  es el ángulo de incidencia del haz
- d es la distancia interplanar
- $\lambda$  es la longitud de onda del rayo X

Por todo lo anterior, podemos inferir que la satisfacción de la ley de Bragg implica un arreglo cristalino periódico el cual, dependiendo del ángulo de incidencia, es característico del material analizado y nos da información sobre el grupo de planos que generan la interferencia constructiva. Lo que se observa en un difractograma es la mayor o menor interferencia constructiva (en unidades arbitrarias) en determinados ángulos sobre los que incide el haz de rayos x.

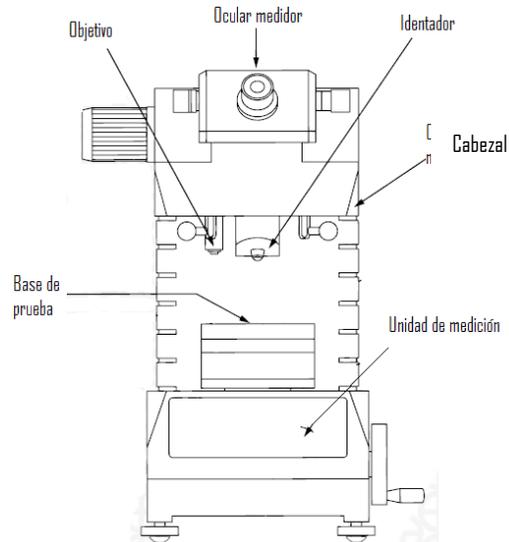
#### Anexo 6: microdureza

El ensayo de microdureza se ha ido popularizando desde la práctica industrial para la prueba de componentes pequeños, hasta el área de investigación sobre fases individuales, monocristales, gradientes de concentración, entre otros. La realización de una prueba de microdureza consiste en hacer incidir con una carga determinada una punta de diamante (identador), ayudado por un microscopio para la guía y para el análisis de la huella dejada sobre el material. La microdureza, al igual que una medición de dureza estándar, busca medir la habilidad de un material para resistir la deformación plástica hecha por un esfuerzo conocido.

Para la medición de microdureza existen dos tipos de identadores: el tipo Vickers y el tipo Knoop. El tipo Vickers posee una forma de tipo diamante con un ángulo interfacial de  $136^\circ$ , es el de mayor uso para la medición de microdureza. El tipo Knoop tiene forma rómbica y es recomendado para materiales frágiles, anisotrópicos y para recubrimientos o películas delgadas donde se busque una impresión no profunda. Para la medición de microdureza es comúnmente usada una carga que va de 1 a 100 gf ( $9.81 \times 10^{-3}$  N). El identador se hace incidir a una razón de 1 mm / min bajo condiciones libre de vibración, manteniendo un periodo de prueba que, en la práctica, es de entre 10 a 15 s. Las mediciones deben ser realizadas cuidadosamente y haciendo la mayor cantidad de ensayos posibles para obtener una medición precisa.

- Características del equipo de medición de microdureza

Los equipos de medición de microdureza tienen poseen características diferentes según el modelo. Se mencionarán los elementos básicos [Figura A.6. 1] comunes entre los modelos de medición.



**Figura A.6. 1: elementos básicos del equipo de medición de microdureza.**

- Cabezal: este elemento permite intercambiar el grupo óptico microscópico de guía con sistema de indentación, guardando la posición establecida para la realización del ensayo.
- Objetivo: Forma parte del microscopio óptico integrado a este equipo cumpliendo la misma función que un microscopio estándar.
- Identador: Realiza la carga sobre la muestra a analizar a través de un motor eléctrico de precisión y de un actuador seleccionador de carga.
- Ocular medidor: cumple la misma función de un ocular de microscopio con la adición de poseer un eje de guía con la cual se realiza la medición de la marca de indentación.
- Base de prueba: en esta zona descansa la muestra que es sometida a medición.
- Unidad de medición: a través de este sistema calcula la distancia observada a través del ocular y calcula de forma automática la dureza de cada ensayo.

## Bibliografía

- <sup>1</sup> William D. Callister, *Introducción a la ciencia e ingeniería de materiales*. Reverté 1999, pp. 245.
- <sup>2</sup> H.E. Friedrich, B.L. Mordike (Edit.), *Magnesium Technology –Metallurgy, Design Data, Applications*, Springer, Springer Science & Business, New York, 2006.
- <sup>3</sup> A. Sanschagrin, R. Tremblay, R. Angers, D. Dubé. *Materials Science and Engineering A220* (1996) 77.
- <sup>4</sup> Fedor M. Elkin, Valentin G. Davydov, *Magnesium*, Proceedings of the 6th International Conference, Magnesium Alloys and Their Applications, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2004, pp. 94.
- <sup>5</sup> A.A. Nayeb-Hashemi, A.D. Pelton, y J.B. Clark, *ASM Metals Handbook Vol. 3*, ASM International, United States of America, 1992, pp. 1082.
- <sup>6</sup> A.A. Nayeb-Hashemi y J.B. Clark, *Phase Diagrams of Binary Magnesium Alloys*, ASM International, Materials Park OH, 1988, p.536.
- <sup>7</sup> Zdenek Drozd, Zuzanka Trojanová, Stanislav Kúndela. *Journal of Alloys and Compounds*, 378 (2004) 192.
- <sup>8</sup> Horng-yu Wu, Jia-yu Lin, Zhen-wei Gao, Hung-wei Chen. *Material Science and Engineering, A* 523 (2009) 7.
- <sup>9</sup> Horng-yu Wu, Zhen-wei Gao, Jia-yu Lin, Chui-hung Chiu. *Journal of Alloys and Compounds*, 474 (2009) 158.
- <sup>10</sup> T. Al-Samman. *Acta Materialia*, 57 (2009) 2229.
- <sup>11</sup> B. Jiang, D. Qiu, M. X. Zhang, P.D. Ding, L. Gao. *Journal of Alloys and Compounds*, 492 (2010)95.
- <sup>12</sup> Xiangrui Meng, RuizhiWu, Milin Zhang, LibinWu, Chongliang Cui. *Journal of Alloys and Compounds*, 486 (2009) 722.
- <sup>13</sup> Yingwei Song, Dayong Shan, Rongshi Chen, En-Hou Han. *Corrosion Science*, 51 (2009) 1094.
- <sup>14</sup> ASM, *Metals Handbook*, 10<sup>a</sup> edición, vol. 2m 1990, pp. 455-479.
- <sup>15</sup> Tien-Chan Chang, Jian-Yih Wang, Chun-Len Chu, Shyong Lee. *Materials Letters* 60 (2006) 3272.
- <sup>16</sup> H. Takuda, S. Kikuchi, T. Tsukada, K. Kubota, N. Hatta. *Materials Science and Engineering A271* (1999) 256.
- <sup>17</sup> Tien-Chan Chang, Jian-Yih Wang, Chun-Len Chu, Shyong Lee. *Materials Letters* 60 (2006) 3272–3276.
- <sup>18</sup> M.E. Drits, Z.A. Sviderskaya, L.L. Rokhlin. *Izv. Akad. Nauk, SSSR, Metalurg. Toplivo* 5, (1962) 191-196.
- <sup>19</sup> Z.A. Sviderskaya, L.L. Rokhlin. *Magnesium alloys containing Neodymium*. Nakaua, Moscow, 1965.
- <sup>20</sup> R.Z. Wu, Y.S. Deng, M.L. Zhang. *Journal of Material Science* 44 (2009) 4132-4139.
- <sup>21</sup> M. L. Zhang, R. Z. Wu, T. Wang. *Journal of Material Science Journal of Material Science* (2009 ) 1237–1240
- <sup>22</sup> Red-Hill R.E., *Physical Metallurgy Principles* , D. Van Nostrand Company, London, 1973.

- 
- <sup>23</sup> Smallman R.E, Ngan A.H.W., Physical Metallurgy and Advanced Materials, seventh edition, Elsevier, Oxford, 2007.
- <sup>24</sup> Wenping Li, Hong Zhou, Pengyu Lin, Shizhe Zhao. Material Characterization 60 (2009) 1298-1304.
- <sup>25</sup> ASM, Metals Handbook, 10<sup>a</sup> edición, vol. 9, 1990, pp. 892.
- <sup>26</sup> T. Liu, S.D. Wu, S.X. Li, P.J. Li. Materials Science and Engineering A 460–461 (2007) 499–503.
- <sup>27</sup> ASM, Metals Handbook, 10<sup>a</sup> edición, vol. 9, 1990, pp. 89-94.
- <sup>28</sup> W. F. Smith, Fundamentos de la Ciencia e Ingeniería de Materiales, 3<sup>a</sup> edición, McGraw-Hill, España, 1998.
- <sup>29</sup> (2009 )Scanning Electron Microscope A to Z (ver. 2)  
<http://www.jeolusa.com/tabid/320/Default.aspx?EntryId=598>  
(11 de mayo de 2010)
- <sup>30</sup> B. D.Cullity, Elements of X-ray Diffraction, Addison-Wesley Metallurgy Series, Massachusetts, 1956.