



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA QUÍMICA E INDUSTRIAS EXTRACTIVAS

SECCIÓN DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

“COMPORTAMIENTO MECÁNICO A TEMPERATURAS  
INTERMEDIAS DE ALEACIONES DE MAGNESIO AZ80 Y  
ZK60 MODIFICADAS CON CERIO E ITRIO”

T E S I S  
QUE PARA OBTENER EL GRADO DE  
MAESTRO EN CIENCIAS EN INGENIERÍA METALÚRGICA

P R E S E N T A

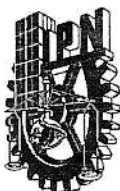
**ING. CESAR PALACIOS TRUJILLO**

DIRECTORES DE TESIS: DR. DAVID HERNÁNDEZ SILVA  
DR. JOSÉ VICTORIA HERNÁNDEZ



CIUDAD DE MÉXICO

MAYO 2017



**INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL**  
**SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO**

SIP 14 BIS

*ACTA DE REVISIÓN DE TESIS*

En la Ciudad de México siendo las 12:00 horas del día 20 del mes de Febrero del 2017 se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de Tesis designada por el Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación de ESIQIE para examinar la tesis titulada:

**“Comportamiento mecánico a temperaturas intermedias de aleaciones de magnesio AZ80 y ZK60 modificadas con cerio e itrio”**

Presentada por el alumno:

**PALACIOS**  
Apellido paterno

**TRUJILLO**  
Apellido materno

**CESAR**  
Nombre(s)

Con registro: 

A	1	5	1	0	8	9
---	---	---	---	---	---	---

aspirante de:

**MAESTRÍA EN CIENCIAS EN INGENIERÍA METALÚRGICA**

Después de intercambiar opiniones los miembros de la Comisión manifestaron **SU APROBACIÓN DE LA TESIS**, en virtud de que satisface los requisitos señalados por las disposiciones reglamentarias vigentes.

LA COMISIÓN REVISORA

Directores de Tesis

  
 DR. DAVID HERNÁNDEZ SILVA

  
 DR. JOSÉ VICTORIA HERNÁNDEZ (EXTERNO)

  
 DR. CARLOS GÓMEZ YÁÑEZ

  
 DRA. MANUELA DÍAZ CRUZ

  
 DR. ALEJANDRO CRUZ RAMÍREZ

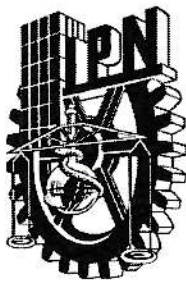
  
 DR. FEDERICO CHÁVEZ ALCALÁ

EL PRESIDENTE DEL COLEGIO

  
 M. EN E, DANTE REAL MIRANDA



SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA  
 INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL  
 ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA QUÍMICA  
 E INDUSTRIAS EXTRACTIVAS  
 DIRECCIÓN



**INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL**  
**SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO**

**CARTA CESIÓN DE DERECHOS**

En la Ciudad de México, D.F. el día 28 del mes de Abril del año 2017, el que suscribe **Cesar Palacios Trujillo** alumno del Programa de **Maestría en Ciencias en Ingeniería Metalúrgica**, con número de registro **A151089**, adscrito a la **Sección de Estudios de Posgrado e Investigación – E.S.I.Q.I.E.**, manifiesto que es el autor intelectual del presente trabajo de Tesis bajo la dirección del **Dr. David Hernández Silva** y el **Dr. José Victoria Hernández** y cede los derechos del trabajo titulado **“Comportamiento mecánico a temperaturas intermedias de aleaciones de magnesio AZ80 y ZK60 modificadas con cerio e itrio”**, al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso del autor y/o directores del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a las siguientes direcciones **[cpt17\\_azul@hotmail.com](mailto:cpt17_azul@hotmail.com)**, **[dhs07670@yahoo.com](mailto:dhs07670@yahoo.com)**, **[jvhciber@hotmail.com](mailto:jvhciber@hotmail.com)**. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.

**Ing. Cesar Palacios Trujillo**

Nombre y firma

## AGRADECIMIENTOS

*A Dios, por permitirme llegar a esta etapa de mi vida.*

*A mis padres Obdulio Palacios y Esperanza Trujillo por tener la capacidad de guiar e iluminar mi camino y por corregirme cuando me he equivocado, es por ello que este logro es de ustedes.*

*A mi esposa Edith Alejandra Avila Morales por su apoyo incondicional y su compañía en los momentos más difíciles de este ciclo.*

*A mis hermanos Ma. Eugenia y Juan Antonio, por la motivación que me brindan para lograr mis objetivos.*

*Dedico este trabajo a mis dos pequeños hijos Cesar Tadeo y Gema Edith, los llevo dentro de mi corazón, y a mis sobrinos Leila y Lisandro, los quiero mucho.*

*Muy contento y orgulloso de formar parte del Instituto Politécnico Nacional, en especial con la ESIQIE la cual ha sido mi segunda casa durante varios años.*

*Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT) por el sustento económico brindado durante este estudio, tanto en México como en Alemania.*

*Infinitamente agradecido con mis directores de tesis; Al Dr. David Hernández Silva, por brindarme todo su apoyo y confianza durante mis estudios de licenciatura y maestría.*

*Al Dr. José Victoria Hernández por su gran amistad, apoyo e innumerables consejos compartidos tanto profesionales como personales, durante mi estancia en el Helmholtz Zentrum Geesthacht en Alemania, y por hacerme sentir en casa estando tan lejos de ella.*

*Al Dr. rer. nat. Dietmar Letzig, Dr. rer. nat. Jan Bohlen y al Dr. Sangbong Yi por la oportunidad de trabajar en el Magnesium Innovation Centre MagIC de dicho instituto, y a los técnicos, por facilitar los materiales y equipos requeridos para este estudio.*

*A mis amigos y colegas del cubículo 10; Luis Melo, Jorge Domínguez, Ulises Talonia, Rodrigo, Nicolás y Antonio del CEPROMIM, por sus opiniones y por esos momentos agradables que pasamos.*

*Gracias !!!*

**Soy politécnico por convicción y no por circunstancias.**



---

# RESUMEN

En el presente trabajo se estudió el comportamiento mecánico a temperaturas intermedias en aleaciones de magnesio deformables AZ80 y ZK60 modificadas con cerio e itrio. La aleación AZ80 modificada tiene adiciones de 0.7 y 0.2 % en peso de cerio e itrio, respectivamente. Por otro lado, la aleación ZK60 modificada tiene adición de 0.7 % en peso de cerio.

El proceso termomecánico utilizado tanto en aleaciones comerciales como modificadas fue extrusión indirecta. Después del tratamiento termomecánico, se llevó a cabo la caracterización microestructural en el cual la aleación AZ80 comercial presentó una microestructura homogénea con tamaño de grano promedio de 8  $\mu\text{m}$ , por otro lado, la aleación AZ80 modificada mostró un refinamiento de grano, esto atribuido al efecto del cerio e itrio, debido a que estos elementos promueven la formación de partículas de segunda fase así como la recristalización.

Caso contrario, la aleación ZK60 modificada con cerio inhibe el proceso de recristalización durante la extrusión. Esto permite el desarrollo de una microestructura bimodal (grandes granos alargados y pequeños granos recristalizados) con tamaño de grano promedio de 7  $\mu\text{m}$ . En comparación, la aleación ZK60 comercial exhibe un refinamiento del grano después de la extrusión con un tamaño promedio de 4  $\mu\text{m}$ .

Se realizó medición de textura global para cada aleación después del tratamiento termomecánico. Las figuras de polo inversas indican una textura prismática de doble fibra  $\langle 10\bar{1}0 \rangle - \langle 11\bar{2}0 \rangle$  para la aleación comercial AZ80, la cual orienta los planos basales paralelo a la dirección de extrusión obteniendo una intensidad máxima de 6.3. Las adiciones de Ce e Y sobre la aleación AZ80 modificada tienen un efecto positivo en el debilitamiento de la textura cristalográfica, reduciendo la intensidad máxima a 2.3.

La aleación ZK60 comercial, presentó un componente de textura  $\langle 11\bar{2}1 \rangle$  paralela a la dirección de extrusión, comúnmente este tipo de textura se observan en aleaciones de Mg con adiciones de tierras raras (RE), con intensidad máxima de 7. La aleación ZK60 modificada presentó el mismo componente de textura incrementando la intensidad máxima a 7.7.

Se llevaron a cabo ensayos de tensión a 150, 200 y 250°C con tres diferentes velocidades de deformación  $10^{-2}$ ,  $10^{-3}$  y  $10^{-4}$   $\text{s}^{-1}$ . Las adiciones de Ce e Y sobre la aleación AZ80 tienen un efecto positivo en la ductilidad, ya que existe un incremento substancial del 30% en comparación a la aleación AZ80 comercial.

Por un lado, la aleación ZK60 comercial presentó un comportamiento superplástico alcanzando 464% de elongación a la fractura a condiciones de 250°C/ $10^{-4}$   $\text{s}^{-1}$ . Por otro lado, la aleación ZK60 dopada con cerio mostró muy baja ductilidad en todas las condiciones de ensayo, debido a la presencia de partículas de segunda fase que originaron la formación de cavidades.

Las muestras ensayadas en tensión fueron utilizadas para observar el desarrollo microestructural en función de la temperatura y la velocidad de deformación, así como también, se realizó la medición del tamaño de grano.

Por último, se determinó el parámetro Zener–Hollomon ( $Z$ ) con la finalidad de relacionar los parámetros (temperatura y velocidad de deformación) utilizados durante las pruebas de tensión, utilizando el esfuerzo máximo a partir de las curvas esfuerzo real-deformación real como el único valor significativo. En general, para todas las aleaciones se observó que a valores altos de  $Z$ , el esfuerzo máximo es alto y a valores bajos de  $Z$  se consiguieron las más altas elongaciones.

Palabras clave: aleaciones de magnesio, textura cristalográfica, propiedades mecánicas, proceso de recristalización.

---

---

# ABSTRACT

*In this work, the mechanical behavior at intermediate temperatures of wrought AZ80 and ZK60 alloys modified with cerium and yttrium were investigated. Additions of 0.7 wt. % Ce and 0.2 wt. % Y to a commercial AZ80 alloy and 0.7 wt. % Ce to a commercial ZK60 alloy were carried out.*

*Magnesium alloys, commercial and modified, were processed by indirect extrusion and microstructural analysis was carried out. Commercial AZ80 alloy presented a homogeneous microstructure with an average grain size of 8  $\mu\text{m}$ . A refinement of grain size was observed to modify AZ80 alloy obtaining an average grain size of 4  $\mu\text{m}$ . This was attributed to the addition of Ce and Y, since these elements promote the formation of second phase particles and prevent the grain growth during the thermomechanical treatment.*

*In contrast, the addition of Ce to the ZK60 alloy exhibits an incomplete recrystallization process after extrusion which leads to the development of a bimodal microstructure (large elongated grains and small recrystallized grains) with average grain size of 7  $\mu\text{m}$ . On the other hand, commercial ZK60 alloy exhibits a refinement of grain with size of 4  $\mu\text{m}$ .*

*After thermomechanical treatment, global texture measurements were made for all alloys. The inverse pole figures indicate a prismatic  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ – $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  double fiber texture in commercial AZ80 alloy. This implies that the basal planes are oriented parallel to the extrusion direction with a maximum intensity of 6.3. Additions of Ce and Y to the AZ80 alloy have a positive effect on weakening the texture, decreasing the maximum intensity to 2.3. In contrast, commercial alloy ZK60 presented a  $\langle 11\bar{2}1 \rangle$  texture component parallel to the extrusion direction, which is commonly known as RE textures, with a maximum intensity of 7 and this maximum intensity was further increased to modified ZK60 alloy to 7.7.*

*In order to evaluate and compare the mechanical properties of commercial and modified alloys, tension tests were carried out at 150, 200 and 250  $^{\circ}\text{C}$  with three different strain rates of  $10^2$ ,  $10^3$  and  $10^4$   $\text{s}^{-1}$ . It was observed that the addition of RE elements to the AZ80 also had a positive effect in ductility, due to an increase of 30% compared to the commercial AZ80 alloy.*

*On the one hand, the ZK60 alloy presented a superplastic behavior, reaching elongation to failure up to 464% at conditions of 250  $^{\circ}\text{C}/10^4$   $\text{s}^{-1}$ . On the other hand, the ZK60 alloy doped with Ce showed a poor ductility in all conditions tested, due to the presence of second phase particles that promote cavity formation.*

*Samples tested to fracture were used to study the microstructural development as a function of temperature and strain rate.*

*Finally, the Zener-Hollomon parameter was calculated for each alloy in order to relate the parameters (temperature and strain rate) used during tension test. In this work, the peak stress is taken from the flow curves as the only significant parameter for evaluation. In general, it was observed that at high values of Z the maximum stress was high and at low Z values the highest elongations were obtained.*

*Keywords: magnesium alloys, crystallographic texture, mechanical properties, recrystallization process.*

ÍNDICE

<b>RESUMEN</b>		<i>i</i>
<b>ABSTRACT</b>		<i>iii</i>
<b>ÍNDICE</b>		<i>iv</i>
<b>ÍNDICE DE FIGURAS</b>		<i>vi</i>
<b>ÍNDICE DE TABLAS</b>		<i>x</i>
<b>LISTA DE ABREVIATURAS Y SÍMBOLOS</b>		<i>xii</i>
<b>CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN</b>		
1.1	<i>Introducción</i>	<i>1</i>
1.2	<i>Objetivos específicos</i>	<i>4</i>
<b>CAPÍTULO 2. MARCO TEÓRICO</b>		
2.1	<i>Historia</i>	<i>5</i>
2.1.1	<i>Magnesio</i>	<i>5</i>
2.1.2	<i>Obtención</i>	<i>6</i>
2.2	<i>Generalidades del magnesio</i>	<i>7</i>
2.2.1	<i>Ventajas y desventajas</i>	<i>8</i>
2.3	<i>Aleaciones de magnesio</i>	<i>9</i>
2.3.1	<i>Influencia de las adiciones de elementos en aleaciones de magnesio</i>	<i>10</i>
2.3.2	<i>Aleaciones de la serie AZ</i>	<i>13</i>
2.3.3	<i>Aleaciones de la serie ZK</i>	<i>15</i>
2.4	<i>Mecanismos de deformación</i>	<i>15</i>
2.4.1	<i>Deslizamiento cristalográfico</i>	<i>16</i>
2.4.2	<i>Maclado</i>	<i>16</i>
2.4.2.1	<i>Maclas de tensión</i>	<i>17</i>
2.4.2.2	<i>Maclas de compresión</i>	<i>18</i>
2.4.2.3	<i>Maclas dobles</i>	<i>18</i>
2.5	<i>Sistemas de deslizamiento</i>	<i>18</i>
2.6	<i>Métodos de procesamiento utilizados para obtener aleaciones de magnesio de grano fino</i>	<i>20</i>
2.6.2	<i>Extrusión en caliente</i>	<i>21</i>
2.6.2.1	<i>Extrusión directa</i>	<i>21</i>
2.6.2.2	<i>Extrusión indirecta</i>	<i>21</i>
2.6.2.3	<i>Extrusión hidrostática</i>	<i>22</i>
2.7	<i>Recristalización durante los tratamientos termomecánicos</i>	<i>24</i>
2.7.1	<i>Recristalización en aleaciones de magnesio</i>	<i>25</i>
2.8	<i>Textura cristalográfica</i>	<i>28</i>
2.8.1	<i>Determinación experimental de las texturas cristalográficas</i>	<i>30</i>

2.8.2	<i>Métodos globales</i>	30
2.8.3	<i>Determinación de la función de distribución de orientaciones</i>	31
2.8.4	<i>Texturas características del magnesio</i>	32
2.9	<i>Estado del arte</i>	33

**CAPÍTULO 3. DESARROLLO EXPERIMENTAL**

3.1	<i>Desarrollo experimental</i>	37
3.2	<i>Barras extruidas</i>	38
3.3	<i>Caracterización microestructural</i>	38
3.4	<i>Tratamiento térmico de recristalización</i>	39
3.5	<i>Textura global</i>	40
3.6	<i>Caracterización mecánica</i>	41
3.7	<i>Determinación del parámetro Zener-Hollomon</i>	43

**CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

4.1	<i>Análisis químico de la aleaciones AZ80 y ZK60</i>	45
4.2	<i>Tratamiento termomecánico</i>	46
4.2.1	<i>Análisis microestructural (MO)</i>	46
4.2.2	<i>Tratamiento térmico de recristalización</i>	48
4.2.3	<i>Análisis microestructural (MEB)</i>	51
4.2.4	<i>Tamaño de grano de las aleaciones</i>	59
4.3	<i>Textura global después de la extrusión</i>	60
4.4	<i>Pruebas mecánicas</i>	62
4.4.1	<i>Ensayos de tensión a temperatura ambiente</i>	63
4.4.2	<i>Ensayos de tensión a temperaturas intermedias</i>	65
4.4.3	<i>Muestras deformadas</i>	72
4.5	<i>Cambios microestructurales después de los ensayos de tensión</i>	75
4.6	<i>Parámetro Zener-Hollomon</i>	80
4.6.1	<i>Relación del valor Z con el comportamiento mecánico</i>	87
4.7	<i>Importancia de la energía de activación (Q)</i>	88
	<b>Conclusiones</b>	95
	<b>Referencias</b>	97
	<b>Anexos</b>	102



# ÍNDICE DE FIGURAS

No	LEYENDA	PÁG
1	<i>Diferencia en esfuerzo máximo y porcentaje de elongación entre aleaciones de magnesio en condición de colada y tratadas termomecánicamente.</i>	1
2	<i>Variación de los CRRS de los sistemas de deslizamiento prismático &lt;a&gt; y piramidal &lt;c + a&gt; con la temperatura en una aleación AZ31 extruida.</i>	2
3	<i>a) Arreglo atómico de la estructura HCP y b) Red HCP.</i>	7
4	<i>a) Diagrama de Fases Mg-Al b) Sección rica en Mg del sistema Mg-Al.</i>	10
5	<i>Efecto de % peso de Aluminio en las propiedades mecánicas de aleaciones base magnesio.</i>	11
6	<i>Diagrama de fases del sistema Mg-Zn.</i>	12
7	<i>Diagrama de fases del sistema Mg-Zr.</i>	12
8	<i>Diagrama de fase ternario del sistema Mg-Al-Zn.</i>	14
9	<i>Diagrama de fase del sistema Mg-Al-Mn-Zn, indicando la zona rica en Mg.</i>	14
10	<i>Sección isotérmica a 345°C del sistema ternario Mg-Zn-Zr.</i>	15
11	<i>a) Diagrama de esfuerzo para el cálculo del esfuerzo cortante resuelto, b) fórmula para el cálculo del factor de Schmid.</i>	16
12	<i>Representación esquemática de la deformación por maclado.</i>	17
13	<i>Representación esquemática de: a) maclas de tensión y b) maclas de compresión</i>	18
14	<i>Sistemas de deslizamiento del Mg.</i>	20
15	<i>Esquema de extrusiones convencionales: a) Directa, b) Indirecta y c) extrusión hidrostática.</i>	23
16	<i>Curva de esfuerzo-deformación ingenieril de una aleación ZK30 extruida con una carga paralela a la dirección de extrusión.</i>	24
17	<i>Diagramas esquemáticos que ilustran los principales procesos de recocido: a) estado deformado, b) recuperación, c) parcialmente recristalizado, d) totalmente recristalizado, e) crecimiento de grano y f) recristalización secundaria.</i>	26
18	<i>a) Distribución aleatoria de las orientaciones de los granos en un policristal, b) Material texturizado (orientación de cubo). KA se refiere al sistema de coordenadas asociado a la muestra. KB es el sistema de coordenadas asociado a los cristales.</i>	28
19	<i>Convenios utilizados para expresar la orientación cristalográfica.</i>	29
20	<i>(a) Elementos de distribución de orientaciones en el EE: componente de textura (CT), tubo de textura (TT) y componente ideal (CI). (b)</i>	30

## ÍNDICE DE FIGURAS

---

	<i>Representación de la función de distribución de orientaciones en el espacio de Euler mediante isolíneas para el corte de <math>\varphi_2 = 45^\circ</math>.</i>	
21	<i>(a) y (b) Principio físico de la medición de las figuras de polos.</i>	31
22	<i>Figuras de polo ideales características del magnesio: a) Figura de polo plano basal, b) Figura de polo de plano prismático.</i>	32
23	<i>Figuras de polos A) plano basal y B) prismático experimentales de AZ31 sin tratamiento térmico.</i>	32
24	<i>Procedimiento experimental.</i>	37
25	<i>a) Microscopio Leica™ DM1500M y b) equipo de cómputo acoplado a microscopio usado en HZG.</i>	39
26	<i>Equipo utilizado en HZG para el tratamiento térmico de recristalización para la aleación ZK60 modificada.</i>	40
27	<i>a) Equipo de difracción de rayos X, b) goniómetro de texturas PANalytical Xpert™ y c) muestras para la medición de textura global, utilizado en el HZG.</i>	40
28	<i>Metodología para el maquinado de probetas.</i>	41
29	<i>Probeta para realizar los ensayos de tensión.</i>	42
30	<i>Máquina de tensión universal Zwick™ Z050 utilizada en el HZG: a) mordazas de la máquina, b) colocación del horno eléctrico para el calentamiento de las probetas y c) imagen adquirida durante un ensayo de tensión.</i>	42
31	<i>Microestructuras obtenidas después del tratamiento termomecánico para las aleaciones: a) AZ80 comercial, b) AZ80 modificada, c) ZK60 comercial y d) ZK60 modificada.</i>	46
32	<i>Zona en la cual se obtuvieron las muestras para análisis microestructural.</i>	47
33	<i>Microestructuras obtenidas después del tratamiento térmico de recristalización de la aleación ZK60 modificada: a) TT a 400°C por 120 min, b) TT a 400°C por 180 min y c) TT a 400°C por 240 min.</i>	48
34	<i>a) Diagrama de fases del sistema Mg-Zn-Zr-Ce, con variación de cerio, b) TT a 435°C por 120 min y c) TT a 435°C por 240 min.</i>	50
35	<i>Microanálisis de las aleaciones: a) AZ80 comercial, b) AZ80 modificada, c) ZK60 comercial y d) ZK60 modificada.</i>	51
36	<i>Diagrama de fases del sistema Mg-Al-Zn-Mn, con variación de manganeso.</i>	53
37	<i>Diagrama de fases del sistema Mg-Al-Zn-Mn-Ce-Y, con variación de cerio.</i>	54
38	<i>Diagrama de fases del sistema Mg-Zn-Zr, con variación de zirconio</i>	56
39	<i>Diagrama de fases del sistema Mg-Zn-Zr-Ce, con variación de cerio.</i>	57
40	<i>Microanálisis de la aleación ZK60 modificada y con TT.</i>	58
41	<i>Tamaño de grano promedio de cada aleación.</i>	59
42	<i>Figuras de polo inversa (0001); a) AZ80 comercial, b) AZ80</i>	60

---

---

<i>modificada, c) ZK60 comercial y d) ZK60 modificada con TT.</i>	
43 <i>Muestra la típica orientación de los cristales de magnesio después de la extrusión [49], de una textura similar a la aleación AZ80 comercial de este estudio.</i>	61
44 <i>Manera en que podrían estar orientados los cristales de magnesio después de la extrusión en la aleación ZK60 comercial [49].</i>	62
45 <i>Intensidad máxima VS aleación, textura global después del tratamiento termomecánico.</i>	62
46 <i>Curvas Esfuerzo Ingenieril VS Deformación Ingenieril: a) aleación AZ80 comercial y modificada y b) aleación ZK60 comercial y modificada con TT.</i>	63
47 <i>Propiedades Mecánicas a temperatura ambiente de todas las aleaciones.</i>	64
48 <i>Microestructura obtenida después del ensayo de tensión a temperatura ambiente a una velocidad de deformación de <math>10^{-3} \text{ s}^{-1}</math>, en la zona de fractura de la aleación: a) AZ80 comercial, b) AZ80 modificada, c) ZK60 comercial y d) ZK60 modificada con TT.</i>	65
49 <i>Curvas esfuerzo real-deformación real para la aleación AZ80 comercial a) ensayo a 150°C, b) a 200°C y c) a 250°C y para la aleación AZ80 modificada d) ensayo a 150°C, e) a 200°C y f) a 250°C, con velocidades de deformación de <math>10^{-2} \text{ s}^{-1}</math>, <math>10^{-3} \text{ s}^{-1}</math> y <math>10^{-4} \text{ s}^{-1}</math> para ambas aleaciones.</i>	66
50 <i>Curvas esfuerzo real-deformación real para la aleación ZK60 comercial a) ensayo a 150°C, b) a 200°C y c) a 250°C y para la aleación ZK60 modificada con TT d) ensayo a 150°C, e) a 200°C y f) a 250°C, con velocidades de deformación de <math>10^{-2} \text{ s}^{-1}</math>, <math>10^{-3} \text{ s}^{-1}</math> y <math>10^{-4} \text{ s}^{-1}</math> para ambas aleaciones.</i>	68
51 <i>Representación gráfica de las propiedades mecánicas: a), b), c) AZ80 COM y d), e), f) AZ80 MOD.</i>	71
52 <i>Representación gráfica de las propiedades mecánicas: a), b), c) ZK60 COM y d), e), f) ZK60 MOD con TT.</i>	72
53 <i>Muestras deformadas en tensión a temperatura ambiente con velocidad de deformación constante de <math>\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}</math>; a) AZ80 comercial, b) AZ80 modificada, c) ZK60 comercial y d) ZK60 modificada con TT.</i>	73
54 <i>Muestras deformadas en tensión de la aleación AZ80 comercial a: a) 150, b) 200 y c) 250°C y de la aleación AZ80 modificada a: d) 150, e) 200 y f) 250°C.</i>	74
55 <i>Muestras deformadas en tensión de la aleación ZK60 comercial a: a) 150, b) 200 y c) 250°C y de la aleación ZK60 modificada a: d) 150, e) 200 y f) 250°C.</i>	74
56 <i>Microestructuras obtenidas después de las pruebas de tensión de la aleación AZ80 comercial: a) 150, b) 200 y c) 250°C</i>	75
57 <i>Microestructuras obtenidas después de las pruebas de tensión de la aleación AZ80 modificada: a) 150, b) 200 y c) 250°C.</i>	77

---

## ÍNDICE DE FIGURAS

---

58	<i>Microestructuras obtenidas después de las pruebas de tensión de la aleación ZK60 comercial: a) 150, b) 200 y c) 250°C.</i>	78
59	<i>Microestructuras obtenidas después de las pruebas de tensión de la aleación ZK60 modificada con TT: a) 150, b) 200 y c) 250°C</i>	79
60	<i>Graficas <math>\text{Ln}(\sigma_p)</math> VS <math>\text{Ln}(\dot{\epsilon})</math>, para la determinación preliminar de <math>n</math>, de las aleaciones: a) AZ80 comercial, b) AZ80 modificada, c) ZK60 comercial y d) ZK60 modificada con TT.</i>	81
61	<i>Graficas <math>\sigma_p</math> VS <math>\text{Ln}(\dot{\epsilon})</math>, para la determinación hallar <math>\alpha</math>, de las aleaciones: a) AZ80 comercial, b) AZ80 modificada, c) ZK60 comercial y d) ZK60 modificada con TT.</i>	82
62	<i>Gráficas <math>\text{Ln}(\sinh(\alpha^*\sigma))</math> VS <math>1/T</math>, para hallar <math>Q</math>, de las aleaciones: a) AZ80 comercial, b) AZ80 modificada, c) ZK60 comercial y d) ZK60 modificada con TT.</i>	84
63	<i>Gráficas <math>\text{Ln}(\sinh(\alpha^*\sigma))</math> VS <math>\text{Ln}(\dot{\epsilon})</math>, para hallar <math>Q</math>, de las aleaciones: a) AZ80 comercial, b) AZ80 modificada, c) ZK60 comercial y d) ZK60 MOD con TT.</i>	85
64	<i>Gráficas <math>\text{Ln}(\sinh(\alpha^*\sigma))</math> VS <math>\text{Ln}(Z)</math>, para hallar <math>A</math> y <math>n</math>, de las aleaciones: a) AZ80 COM, b) AZ80 MOD, c) ZK60 COM y d) ZK60 MOD con TT.</i>	86
65	<i>Esfuerzo máximo y % de elongación a la fractura de VS <math>\text{Ln}(Z)</math>, de las aleaciones: a) AZ80 comercial, b) AZ80 modificada, c) ZK60 comercial y d) ZK60 modificada con TT.</i>	88
66	<i>Mapa de mecanismos de deformación (DMM) para aleaciones de magnesio de la serie AZ.</i>	91
67	<i>Mapa de mecanismos de deformación (DMM) para aleaciones de magnesio.</i>	92
A1	<i>Norma europea DIN 50125 M6</i>	102
A2	<i>Mapeo de la aleación ZK60 modificada con TT, a) indica la zona de elección, b) distribución del elemento Mg en esa zona, c) distribución de Zn, d) distribución de Ce y e) distribución de Zr.</i>	104
A3	<i>Figuras de polo: a) aleación AZ80 comercial y b) aleación AZ80 modificada.</i>	105
A4	<i>Figuras de polo: a) aleación ZK60 comercial y b) aleación ZK60 modificada con TT.</i>	105

---

# ÍNDICE DE TABLAS

No	LEYENDA	PÁG
1	<i>Comparación de densidades del hierro, aluminio y magnesio.</i>	6
2	<i>Propiedades del magnesio en comparación con otros materiales estructurales como el acero, aluminio y titanio</i>	7
3	<i>Sistemas de deslizamiento del Magnesio HCP.</i>	20
4	<i>Parámetros utilizados durante el tratamiento térmico de recristalización.</i>	39
5	<i>Figuras de polos y sus ángulos de Bragg correspondientes a difracción CuK<math>\alpha</math>.</i>	41
6	<i>Variables a utilizar durante las pruebas de tensión.</i>	44
7	<i>Análisis químico de la aleación AZ80 comercial y modificada.</i>	45
8	<i>Análisis químico de la aleación ZK60 comercial y modificada.</i>	45
9	<i>Microanálisis cualitativo y cuantitativo para las aleaciones AZ80 comercial y AZ80+Ce+Y.</i>	52
10	<i>Microanálisis cualitativo y cuantitativo para las aleaciones ZK60 comercial y ZK60+Ce.</i>	52
11	<i>Parámetros de red de Mg y Zr.</i>	55
12	<i>Comparación entre la aleación ZK60 modificada con TT y ZK60 modificada sin TT.</i>	58
13	<i>Propiedades mecánicas a temperatura ambiente.</i>	63
14	<i>Propiedades mecánicas de las cuatro aleaciones.</i>	70
15	<i>Valores de <math>\alpha_{promedio}</math> de cada aleación.</i>	83
16	<i>Constantes de cada aleación y energía de activación.</i>	86
17	<i>Mecanismo de deformación que predomina en cada aleación de acuerdo a la literatura.</i>	89
18	<i>Valores de <math>\sigma/E</math> y tamaño de grano de acuerdo a los parámetros de ensayo para AZ80 COM y AZ80 MOD.</i>	90
19	<i>Valores de <math>\sigma/E</math> y tamaño de grano de acuerdo a los parámetros de ensayo para ZK60 COM y ZK60 MOD con TT.</i>	93
20	<i>Comparación de mecanismos de deformación predominantes en cada aleación.</i>	94
A1	<i>Calculo de zona recristalizada.</i>	103
A2	<i>Calculo de zona recristalizada.</i>	103
A3	<i>Valores de Q para aleación AZ80 comercial.</i>	106
A4	<i>Valores de Q para aleación AZ80 modificada.</i>	106



## ÍNDICE DE TABLAS

---

A5	Valores de Q para aleación ZK60 comercial.	107
A6	Valores de Q para aleación ZK60 modificada con TT.	107
A7	Valores de Z para aleación AZ80 comercial.	108
A8	Valores de Z para aleación AZ80 modificada.	108
A9	Valores de Z para aleación ZK60 comercial.	109
A10	Valores de Z para aleación ZK60 modificada con TT.	109

# Lista de Abreviaturas y Símbolos

Mg	Magnesio
Ce	Cerio
Y	Itrio
$\mu\text{m}$	Micra
RE	Tierras Raras (siglas en inglés)
HCP	Estructura Hexagonal Compacta
CRSS	Esfuerzo de Corte Crítico Resuelto (siglas en inglés)
ED	Dirección de extrusión
DRX	Recristalización Dinámica (siglas en inglés)
ECR	Esfuerzo de Corte Crítico
b	Vector de Burgers
$\Delta\sigma$	Asimetría de Cedencia
CDRX	Recristalización Dinámica Continua (siglas en inglés)
DDRX	Recristalización Dinámica Discontinua (siglas en inglés)
PNS	Nucleación Estimulada por Partículas (siglas en inglés)
g	Conjunto de Rotaciones
KA	Sistemas de Coordenadas
KB	Sistema Fijo
EE	Espacio de Euler
CT	Componente de Textura
TEM	Microscopía Electrónica de Transmisión (siglas en inglés)
EBSD	Difracción de electrones Retrodispersados (siglas en inglés)
SEM	Microscopía Electrónica de Barrido (siglas en inglés)
ODF	Función de Distribución de Orientaciones (siglas en inglés)
FP	Figura de Polo
GBS	Deslizamiento de Limite de Grano (siglas en inglés)
UTS	Esfuerzo Máximo (siglas en inglés)
TD	Dirección Transversal (siglas en inglés)
OPS	Silica coloidal (siglas en inglés)
TT	Tratamiento Térmico
HZG	Helmholtz-Zentrum Geesthacht
XRF	Fluorescencia de rayos X (siglas en inglés)
IPF	Figura de Polo Inversa (siglas en inglés)
DE	Dirección de Extrusión
MPa	Mega pascales
$\epsilon$	% de Elongación a la Fractura
$\dot{\epsilon}$	Velocidad de deformación
E	Módulo de elasticidad
Z	Parámetro Zener-Hollomon
Q	Energía de activación
DMM	Mapa de mecanismo de deformación (siglas en inglés)
A	Constante del material de acuerdo con el parámetro Zener- Hollomon
n	Constante del material de acuerdo con el parámetro Zener- Hollomon
$\alpha$	Constante del material de acuerdo con el parámetro Zener- Hollomon
m	Coefficiente de sensibilidad a la velocidad de deformación
COM	Comercial
MOD	Modificada
Tm	Punto de fusión en escala absoluta

# CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN



naturaleza, solo presenta 3 sistemas de deslizamiento [10]. La activación del sistema de deslizamiento basal,  $(0001) \langle 1\bar{1}20 \rangle$ , sucede durante la deformación a temperatura ambiente debido a que posee los valores más bajos de esfuerzo cortante crítico resuelto (CRSS por sus siglas en inglés), ver figura 2. Es necesario mencionar que el maclado,  $(10\bar{1}2) \langle 10\bar{1}1 \rangle$ , es otro importante mecanismo de deformación que se activa fácilmente ya que reporta el segundo valor más bajo de CRSS [11]. En el caso de los valores CRSSs de los sistemas de deslizamiento prismático  $(10\bar{1}0)$  y piramidal  $(10\bar{1}1)$  disminuyen a medida que aumenta la temperatura, por lo que se puede predecir que los valores de CRSSs para los sistemas de deslizamiento no basales serán menores que los del maclado a temperaturas superiores a  $230^\circ\text{C}$  [12]. Por lo tanto, esta es la razón principal de emplear los tratamientos termomecánicos (es decir, procesos de deformación en caliente como laminación, extrusión, forja, entre otros) [1].

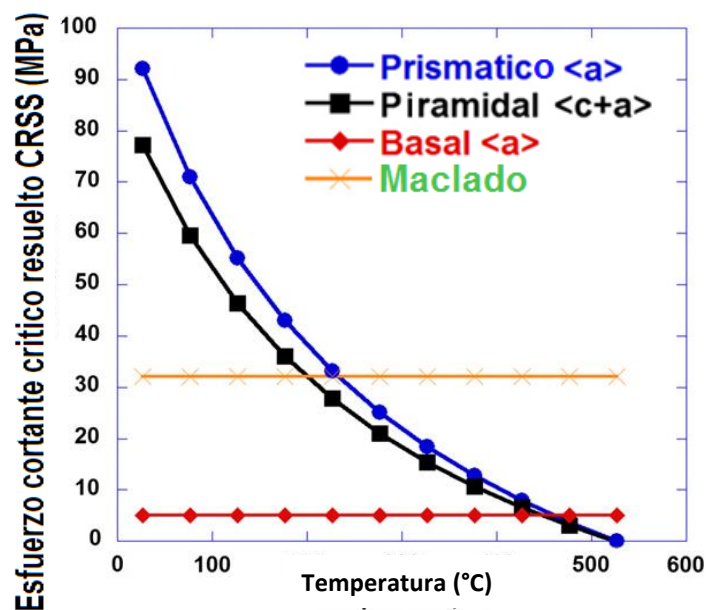


Figura 2. Variación de los CRSS de los sistemas de deslizamiento prismático  $\langle a \rangle$  y piramidal  $\langle c + a \rangle$  con la temperatura en una aleación AZ31 extruida [13].

Las aleaciones de magnesio comerciales, normalmente desarrollan una fuerte textura basal durante los procesos termomecánicos. En aleaciones de magnesio extruidas, frecuentemente se encuentra una textura prismática de doble fibra  $\langle 10\bar{1}0 \rangle - \langle 11\bar{2}0 \rangle$ , de modo que los planos basales se orientan paralelamente a la dirección de extrusión. Es conocido que tales texturas restringen la activación del deslizamiento basal durante la deformación, especialmente a temperatura ambiente y por lo tanto es desfavorable para la ductilidad [14-15].

Recientemente, varios estudios han afirmado que adiciones de elementos de tierras raras (RE) son un método eficaz para modificar la textura cristalográfica durante la extrusión, y por lo tanto conduce la formación de una nueva



componente de textura  $\langle 11\bar{2}1 \rangle$  paralela a la dirección de extrusión (ED), la cual promueve que la mayoría de los granos sean favorables para deslizamiento basal, resultando una mejora en la ductilidad a temperatura ambiente [16]. Por ejemplo, I. Polmear et. al. [17] en su trabajo concluye que aleaciones de magnesio con contenidos de itrio y neodimio desarrollan una textura más aleatoria durante la extrusión. Varios autores han atribuido que este cambio de textura cristalográfica en aleaciones de magnesio con adiciones de tierras raras es consecuencia del proceso de recristalización dinámica (DRX) que sucede durante los tratamientos termomecánicos [18].

Además, otros estudios confirman que pequeñas adiciones de elementos de tierras raras (RE) pueden mejorar las propiedades mecánicas en aleaciones de magnesio extruidas, por el refinamiento de tamaño de grano y debilitamiento de la textura cristalográfica [19-20], pero en particular se mejora la ductilidad a temperatura ambiente.

Por otro lado, una forma más completa para observar la relación entre las propiedades mecánicas y los parámetros utilizados durante la deformación, es a través del cálculo del parámetro Zener-Hollomon. Algunos autores como J. Victoria y colaboradores [21], relacionan el valor de Z con las microestructuras resultantes después de ensayos de tensión, estos bajo diferentes condiciones de deformación, de la misma forma realizan esta relación con el desarrollo de la textura cristalográfica, para finalmente concluir en términos de mecanismos de deformación y recristalización.

La importancia del estudio de las aleaciones base magnesio sigue creciendo, aún más con la implementación de adiciones de tierras raras (RE). Es conocido que los elementos de tierras raras y otros elementos como el itrio alteran los mecanismos de deformación que sin duda repercuten sobre las propiedades mecánicas [22-23]. Además, este tipo de aleaciones con adiciones de RE tienen un gran potencial para aplicaciones estructurales [24].

Por otro lado, también es necesario mencionar que existen pocos estudios sistemáticos del comportamiento mecánico en aleaciones comerciales y modificadas a temperaturas intermedias ( $<0.5 T_m$ ) en combinación con la velocidad de deformación.

Por lo anterior el objetivo principal es observar el desarrollo de la textura cristalográfica en aleaciones deformables de magnesio AZ80 y ZK60 modificadas con cerio e itrio y examinar su efecto en el comportamiento mecánico mediante pruebas de tensión a temperaturas intermedias y diferentes velocidades de deformación, y compararlas con las aleaciones comerciales.

## 1.2 OBJETIVOS PARTICULARES

- Análisis microestructural después del tratamiento termomecánico en aleaciones comerciales y aleaciones modificadas.
- Observar las fases que se forman con la adición de cerio e itrio en cada aleación mediante microanálisis y corroborarlo con los diagramas de fase.
- Observar el efecto de Cerio e Ytrio en el desarrollo de la textura cristalográfica en aleaciones modificadas después del tratamiento termomecánico y compararlas con las aleaciones comerciales.
- Comparación de las propiedades mecánicas en aleaciones comerciales y modificadas después de las pruebas de tensión a temperaturas intermedias ( $<0.5 T_m$ ) y diferentes velocidades de deformación.
- Determinación del parámetro Zener-Hollomon (Z), a partir de datos obtenidos de las pruebas de tensión, y relacionar los valores (Z) con las propiedades mecánicas.

# CAPÍTULO 2

MARCO TEÓRICO

---

## 2 MARCO TEÓRICO

### 2.1 Historia

La historia del magnesio como elemento químico se enmarca en el periodo durante el que fueron descubiertos la inmensa mayoría de los elementos químicos conocidos actualmente, el periodo que comprende los siglos XVIII y XIX. Concretamente, la historia del magnesio se inicia en 1754-1755, en Edimburgo (Escocia), cuando Joseph Black, durante su investigación sobre la descomposición del calcio y el carbonato de magnesio, reconoció que el magnesio (magnesia) era una sustancia separable. Posteriormente, el descubrimiento de Joseph Black sería reconocido en el "Traité Élémentaire de Chimie" de Antoine Lavoisier [25].

No sería hasta el año 1808 cuando el magnesio fue obtenido como metal puro por Sir Humphry Davy a través de sus trabajos con la electrolisis. Por otra parte, Antoine Bussy investigaría en 1828 el aislamiento del magnesio mediante técnicas químicas, preparando cloruro de magnesio anhídrido, por medio de la cloración en presencia de carbono, que después se reduce mediante potasio [25].

Las líneas de investigación térmica y electroquímica serían desarrolladas por Justus Von Liebig y Michael Faraday. En 1833, el asistente de Sir Humphry Davy, Michael Faraday, lograría producir magnesio mediante electrolisis a partir de  $MgCl_2$ , aunque sería Robert Bunsen quien desarrollaría la electrolisis del magnesio a nivel comercial en 1852. La producción de magnesio en aquella época era reducida y se limitaba a aplicaciones en la pirotecnia o en el campo de la fotografía. Las primeras aplicaciones del magnesio serían presentadas en la exposición universal de Londres de 1862 [25-26].

#### 2.1.1 Magnesio

El magnesio es uno de los principales elementos en la Tierra, estando entre los más abundantes componentes del sistema corteza-manto, junto a otros como el aluminio, calcio y hierro, representando una composición del 1.93% en masa de la corteza terrestre [27-28]. Igualmente, el magnesio ocupa un lugar destacado en la composición del agua marina. Se estima que el magnesio existente en el agua de mar representa un 0.13% en masa en la composición de los océanos [28].

Debido a la alta reactividad del magnesio, la forma natural de encontrarlo en la naturaleza es en forma de compuestos. Los más habituales son los clorhidratos: en el agua marina ( $MgCl_2 \cdot 12H_2O$ ), en salmueras y en depósitos salados como carnalita ( $MgCl_2 \cdot KCl \cdot 6H_2O$ ), y los carbonatos: en las piedras dolomitas ( $MgCO_3 \cdot CaCO_3$ ) y magnesita ( $MgCO_3$ ). También es posible encontrar magnesio en minerales superficiales o en flujos de desechos [29].

A pesar de la gran cantidad de magnesio sobre la tierra, este no se encuentra en forma pura sino en forma de sales y óxidos, de igual manera lo podemos encontrar disuelto en el agua de mar, hasta 0.13 %. Considerando que la tierra está cubierta en un 75% por agua y que el 97% del agua es salada se puede decir que existe una fuente enorme de magnesio. Es menos denso que el hierro y otros metales. Posee un punto de fusión de 650°C y buena resistencia a la corrosión cuando se encuentra en estado de alta pureza, pero también es altamente reactivo y no puede deformarse a temperatura ambiente. Ya que el magnesio puro no posee la capacidad de deformarse en frío es por eso que se ha buscado mejorar sus capacidades aleándolo con otros materiales, como aluminio, zinc, tierras raras, etc. [30].

Su baja densidad (1.74 g/cm<sup>3</sup>), junto con su resistencia específica hace que el magnesio sea la mejor opción como material estructural para componentes en los cuales el peso es un punto crítico. La baja densidad le otorga importantes ventajas en el campo de las aleaciones ligeras donde generalmente se encuentra aleado con Al, Mn, Cu, Li, Zr y elementos lantánidos.

Tabla 1. Comparación de densidades del hierro, aluminio y magnesio [31].

<i>Material</i>	<i>Densidad (g/cm<sup>3</sup>)</i>
Hierro	7.87
Aluminio	2.70
Magnesio	1.74

## 2.1.2 Obtención

La obtención del magnesio se puede realizar por diversos métodos, citándose, los electrolíticos: acuosos (desarrollados por Dow Chemical Company), que emplean MgCl<sub>2</sub> preparado a partir de agua marina, y no acuosos (desarrollados por I.G. Farbenindustrie, Norsk Hydro y Vami), que emplean MgCl<sub>2</sub> anhídrido [32].

Otra opción para la obtención de magnesio es el empleo de procesos térmicos, como el proceso Pidgeon, el Magnetherm y el de Bolzano (o Bagley o Brasmag) [33]. Destaca el fuerte desarrollo del proceso Pidgeon en la industria china, con menores costos de inversión que los procesos electrolíticos [34-35]. El magnesio también es reciclable, sin embargo posee ciertas limitantes físicas, las cuales han disminuido el uso de éstas aleaciones. La tabla 2 muestra la comparación de algunas propiedades mecánicas de aleaciones convencionales de Mg, Al y Fe, así como las de un polímero [36].

La alta reactividad del magnesio también es una limitante para su fabricación; sin embargo, se han ideado técnicas de protección con atmósferas especiales para la fusión y vaciado.

Tabla 2. Propiedades del magnesio en comparación con otros materiales estructurales como el acero, aluminio y titanio [38].

Propiedad	Acero	Aluminio	Magnesio	Titanio
Densidad ( $\text{kgm}^{-3}$ )	7830	2800	1740	4500
Módulo de Elasticidad (GPa)	210	70	45	110
Resistencia a la tracción ( $10^6 \text{Nm}^{-2}$ )	300-1200	150-680	100-380	910-1190
Resistencia específica ( $10^3 \text{NmKg}^{-1}$ )	38-153	54-243	57-218	202-264
Rigidez específica ( $10^6 \text{NmKg}^{-1}$ )	26.8	25.0	25.9	24.4
Resistencia a la abolladura ( $\text{N}^{1/2} \text{m}^2 \text{Kg}^{-1}$ )	4.4	9.3	11.2	7.7

## 2.2 Generalidades del magnesio

El magnesio cristaliza en una estructura hexagonal compacta HCP, la cual consta de capas de arreglos hexagonales de átomos. Los átomos de la primera capa tienen una posición "A", la segunda capa es colocada en la parte superior de la primera de tal manera que los átomos colocados en los huecos, referidos en la Figura 3 a), como "B". La tercera capa es colocada de forma similar a la primera capa, de tal manera que los átomos toman la posición "A", siguiendo un arreglo ABABAB...

La figura 3 b), muestra una estructura HCP obtenida de la secuencia de apilamiento explicada anteriormente, junto con los ejes cristalográficos en donde las distancias  $c$  y  $a$  son diferentes. La relación de  $c$  y  $a$  en magnesio puro es:  $c/a=1.624$ , donde  $c=0.52 \text{ nm}$  y  $a=0.32 \text{ nm}$ .

Si la estructura hexagonal fuera compuesta de esferas del mismo tamaño de una forma compacta, de tal manera que éstas se tocan entre sí, en el plano basal y en los planos adyacentes, la relación  $c/a$  sería 1.633.

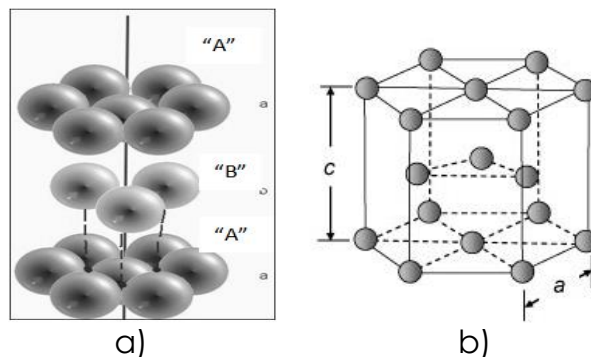


Figura 3. a) Arreglo atómico de la estructura HCP y b) Red HCP.

La relación  $c/a$  en los metales hexagonales es de gran importancia, debido a que influye en la activación de mecanismos de deformación los cuales son deslizamiento cristalográfico y maclado mecánico [37].

Puesto que el magnesio puro posee una estructura cristalina hexagonal compacta o HCP dificulta la posibilidad de deformarlo plásticamente a temperatura ambiente, debido a la restricción del desplazamiento según los planos basales, mientras que a temperaturas elevadas otros planos de deslizamiento se convierten en operativos. Por ello, las aleaciones de magnesio se deforman a temperaturas superiores a los 226.7°C, en general, entre 343.3 y 510°C. Otra de las características que le proporciona la estructura HCP es la anisotropía para sus propiedades mecánicas, lo cual dificulta su conformado en frío.

En comparación con algunos de los principales materiales estructurales: acero, aluminio y titanio, las propiedades del magnesio lo hacen altamente competitivo cuando se consideran la resistencia y rigidez específica, la resistencia a la abolladura y la rigidez de la celda, debido a su reducida densidad. Así, la ligereza del magnesio lo hace recomendable en la fabricación de piezas cuando el peso juegue un papel importante, permitiendo mejorar notablemente los resultados obtenidos por otros materiales ligeros como el aluminio [38], como se observa en tabla 2.

### 2.2.1 Ventajas y Desventajas

El magnesio posee un amplio conjunto de ventajas que posibilitan su empleo en diferentes aplicaciones. Entre las principales ventajas se citan [38]:

- Densidad más baja entre todos los materiales estructurales.
- Alta resistencia específica.
- Capacidad para el moldeo.
- Facilidad para el mecanizado (fresado/torneado) a altas velocidades.
- Buena soldabilidad bajo atmósfera controlada.
- Alta resistencia a la corrosión en el caso del magnesio puro.
- Buena disponibilidad.
- Frente a los materiales poliméricos: mejores propiedades mecánicas, resistencia al envejecimiento, mejor conductividad eléctrica y térmica, y reciclado.

De igual modo, el magnesio presenta una serie de desventajas que deben tenerse en cuenta. Así, se identifican [38-39]:

- Pobre resistencia a fluencia para temperaturas superiores a 100°C.
- Baja resistencia a la corrosión debida: a la influencia del ambiente, a su alta electronegatividad en comparación con el aluminio y el acero, o a las

variaciones en los requerimientos (corrosión debida a fractura por esfuerzos).

- Bajo módulo de elasticidad.
- Elevada contracción durante la solidificación.
- Dificultad para ser trabajado en frío y rigidez.
- Alta reactividad química.

## 2.3 Aleaciones de magnesio

La necesidad de mejorar las características del magnesio puro lleva al desarrollo de las aleaciones de magnesio. El utilizar distintos elementos para formar aleaciones se debe a las diferentes características que proporcionan a la aleación resultante.

El desarrollo de las aleaciones de magnesio se inició poco después de la primera producción industrial de este metal. Las aleaciones de magnesio se utilizaron durante la Segunda Guerra Mundial. Sin embargo, no hubo desarrollo constante como en el caso de aleaciones de aluminio. Sin embargo, el aumento de los costos de combustible, las preocupaciones ecológicas, la baja densidad y el buen comportamiento mecánico de las aleaciones de magnesio son suficientemente atractivos para un nuevo enfoque.

Los principales elementos de aleación en magnesio son: aluminio, zinc, manganeso, zirconio y tierras raras. Estos mejoran principalmente la resistencia tanto a temperatura ambiente como a temperaturas más altas. Aleaciones de magnesio fundidas contienen hasta un 10% de aluminio, 6.5% de zinc, 0.5% de manganeso, 1.5% de silicio y trazas de cobre, níquel y hierro. Aleaciones especiales tienen adiciones de elementos de tierras raras de hasta un 4%. Las adiciones de plata (máximo 3%) y zirconio (máximo 1%) también son posibles. Recientemente se han desarrollado aleaciones que pueden tener contenido de elementos de tierras raras de hasta 10% y altos niveles de litio. Y las aleaciones deformables tienen hasta un 10% de aluminio, 2% de manganeso, 6% de zinc, 1.5% de silicio y rastros de cobre, níquel y hierro. Aunque presente rastros en la concentración de metales pesados, como cobre, níquel y hierro es muy importante para incrementar la resistencia a la corrosión [40].

Las aleaciones a base de magnesio son designadas generalmente por dos letras mayúsculas que representan los dos aleantes principales. La primera indica la de concentración más alta. Dos números siguen a estas letras, cada uno representa el contenido porcentual de los elementos señalados, por ejemplo, la aleación ZH31 tiene como aleante principal zinc (letra Z), el primer número indica que este elemento está en un 3%, además la aleación contiene torio (letra H) en un 1%.

Además de las primeras dos letras y dos dígitos, si después se incluye una letra, esta expresa que la composición ha sido modificada, la misma letra indica el elemento que ha sido alterado. Frecuentemente los elementos como el aluminio y



zinc están presentes en las aleaciones base magnesio deformables y también en las de colada. El torio y circonio se emplean en aleaciones base magnesio para uso a mayores temperaturas [41].

### 2.3.1 Influencia de las adiciones de elementos en aleaciones de magnesio

El magnesio puro no puede ser usado para aplicaciones estructurales debido a su baja resistencia y baja ductilidad [42]. Por lo tanto, algunos elementos son usados para desarrollar las aleaciones de magnesio las cuales son apropiadas para aplicaciones deseadas. Las propiedades mecánicas de las aleaciones de magnesio son superiores a las del magnesio puro, principalmente por la contribución de los mecanismos de endurecimiento tales como: endurecimiento por solución sólida, endurecimiento por reducción de tamaño de grano y endurecimiento por precipitación [42].

- Aluminio:

Tiene el efecto más favorable dentro de los aleantes del magnesio. Aumenta la tenacidad y dureza, resultado de la precipitación de la fase  $Mg_{17}Al_{12}$ , la cual se ha observado arriba de  $120^{\circ}C$  [40], la figura 4 muestra el sistema Mg-Al.

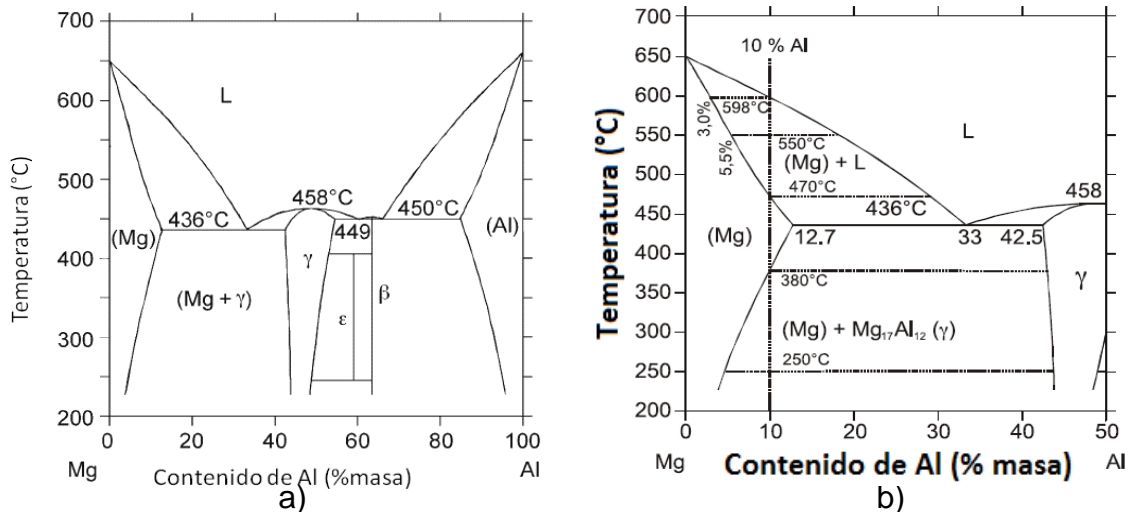


Figura 4. a) Diagrama de Fases Mg-Al b) Sección rica en Mg del sistema Mg-Al [36].

La microestructura de algunas aleaciones de magnesio, tal como la AZ91 es caracterizada por la presencia de éste compuesto intermetálico eutéctico en los límites de grano, el cual es incoherente con la matriz de magnesio y existe en un intervalo de composición de 48% a 52% de aluminio, éste compuesto intermetálico

tiene un punto de fusión de 458°C, por lo que puede contribuir a la baja resistencia a la fluencia de la aleación a altas temperaturas [43].

La solubilidad del aluminio en la matriz de magnesio alcanza 12.7% a 437°C y se reduce 3% a 93°C, la figura 5 muestra el efecto del contenido de aluminio sobre las propiedades mecánicas de aleaciones Mg-Al.

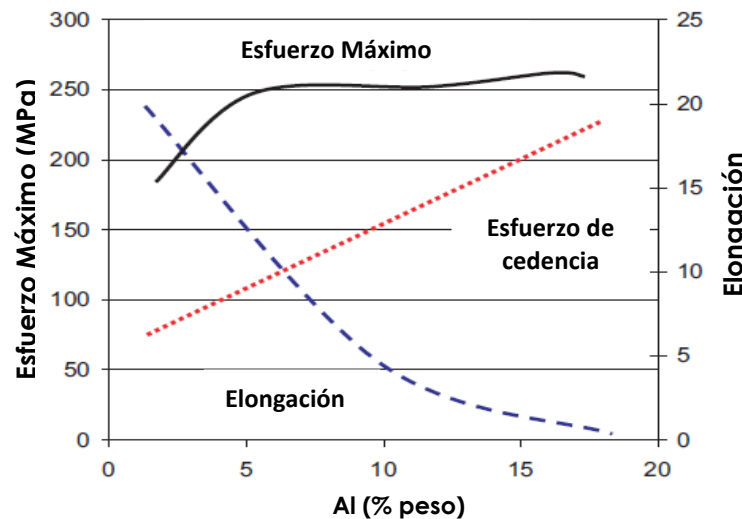


Figura 5. Efecto de % peso de aluminio en las propiedades mecánicas de aleaciones base magnesio.

- Zinc:

Se utiliza en combinación con el aluminio para producir mejoras en la tenacidad a temperatura ambiente [44]. El zinc también ayuda a contrarrestar el efecto corrosivo de las impurezas de hierro y níquel en aleaciones de magnesio. Contenidos mayores a 3% en adición de Zn incrementan la resistencia a la tensión, debido a la fase MgZn que se forma (visualizar el diagrama fase del sistema Mg-Zn en la figura 6), pero, tiende a formar microporosidades, y al adicionar más de 2% de Zn, la fractura a alta temperatura suele ocurrir. La adición de Zn en aleaciones base magnesio induce el refinamiento de grano durante la fusión de la aleación.

- Manganeso:

Incrementa ligeramente el límite elástico sin influencia en la resistencia a la tracción, y se puede observar una leve disminución del tamaño de grano al incrementar el contenido de Mn [46]. La solubilidad del Mn es menor del 1% a 482°C. En aleaciones que contienen Al, se forman precipitados de MnAl, MnAl<sub>4</sub>, y después del tratamiento térmico de recocido, la fase que predomina es la MnAl<sub>6</sub>. El Mn atrapa impurezas de Fe es por ello que la resistencia a la aumenta.

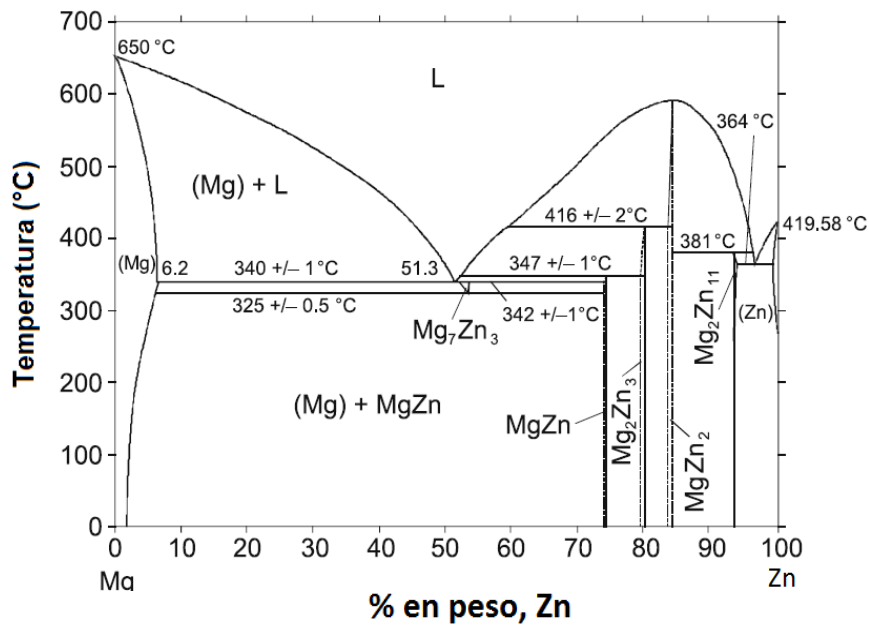


Figura 6. Diagrama de fases del sistema Mg-Zn [45].

- Zirconio:

El zirconio tiene un efecto muy positivo en el refinamiento del tamaño en aleaciones de magnesio, el refinamiento se atribuye a la reacción peritética que se forma entre Zr y Mg a temperatura de ~654° C que se ilustra en la figura 7, la solución sólida que se forma se constituye por núcleos ricos en Zr [47].

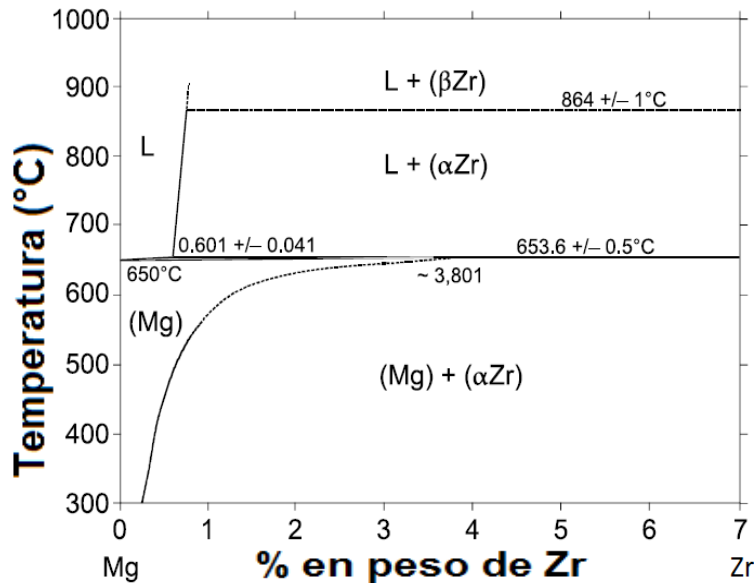


Figura 7. Diagrama de fases del sistema Mg-Zr [48].

- Tierras raras:

La adición de tierras raras en las aleaciones de magnesio provoca un endurecimiento por precipitación, aumenta la resistencia a la corrosión y aumenta la resistencia a alta temperatura.

También está bien establecido que la adición de elementos de tierras raras conduce a la formación de textura después de tratamientos termomecánicos (por ejemplo, de extrusión y de laminación) es claramente diferente a las aleaciones convencionales de Mg-Al-Zn [49-50].

- Itrio:

El itrio es usado en conjunto con las tierras raras para mejorar la resistencia a alta temperatura y la resistencia a la termofluencia por encima de los 300 °C [51].

## 2.3.2 Aleaciones de la serie AZ

Con respecto a las aleaciones de magnesio con contenidos de aluminio, la serie AZ (la figura 8 representa el diagrama de fase ternario del sistema Mg-Al-Zn en él se puede observar las fases que se forman al variar la composición de cada elemento), son las más utilizadas principalmente como un resultado de su facilidad de procesarlas termomecánicamente y sus buenas propiedades mecánicas que adquieren. La aleación AZ31 es la más conocida de esta serie (3% en peso Al y 1% en peso Zn), ya que presenta buena resistencia y ductilidad a temperatura ambiente. Comercialmente esta aleación normalmente se encuentra como AZ31B, ya que contiene alrededor de 0.2% de Mn con el fin de mejorar su resistencia a la corrosión [52]. Adiciones de manganeso incluso en pequeñas cantidades altera al sistema Mg-Al-Zn, como se puede observar en la figura 9, debido a que se promueven fases como MnAl y MnAl<sub>4</sub> las cuales incrementan el esfuerzo de cedencia y mejoran la resistencia a la corrosión[40].

La aleación AZ31B a temperatura ambiente presenta las fases  $\alpha$  (Mg) y  $\gamma$  (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>) como la aleación AZ31 sin Mn, sino que también presenta la fase Al<sub>11</sub>Mn<sub>4</sub> [52].



### 2.3.3 Aleaciones de la serie ZK

Aleaciones de magnesio con contenidos de Zn y Zr forman el sistema ternario Mg-Zn-Zr conocidos como las serie ZK. Ren y colaboradores [55] experimentalmente investigaron este sistema ternario en un rango intermedio de temperatura de 300-400°C, debido al hecho de que las aleaciones Mg-Zn-Zr se someten a procesos termomecánicos (como extrusión) en este rango de temperatura. Una sección isotérmica del sistema ternario Mg-Zn-Zr a 345°C revela la existencia de tres compuestos intermetálicos:  $ZnZr$ ,  $Zn_2Zr_3$ ,  $(Mg, Zn)_2Zr$ , y una fase líquida en equilibrio con la fase Mg- $\alpha$ . Por otra parte, observaron la presencia de otras dos regiones de tres fases en equilibrio,  $liquid + MgZn + (MgZn)_2Zr$  y  $MgZn + Mg_2Zn_3 + (MgZr)Zn_2$ , como se observa en la figura 10. La adición de Zn incrementa considerablemente la solubilidad de Zr en la matriz Mg- $\alpha$  y el Zirconio tiene un efecto recíproco sobre la solubilidad de Zn en la matriz Mg- $\alpha$  [55].

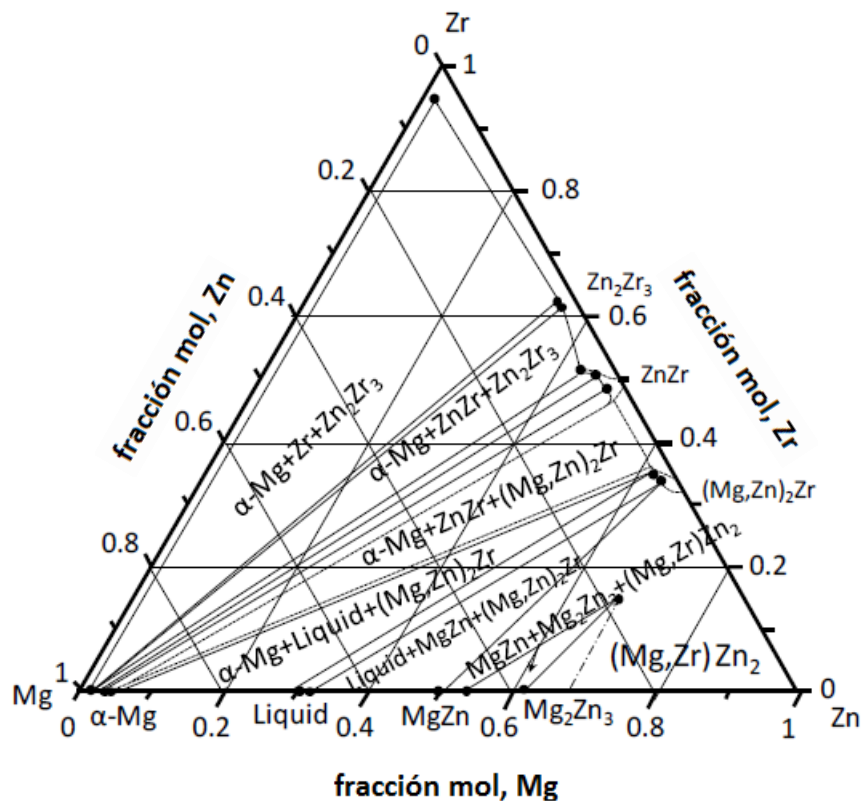


Figura 10. Sección isotérmica a 345°C del sistema ternario Mg-Zn-Zr [55].

## 2.4 Mecanismos de deformación

La deformación plástica de los materiales cristalinos ocurre por esfuerzo cortante revelando un cambio físico en su forma externa conservando su estructura cristalina. Esto es usualmente asociado con una rotación de la red y por lo tanto

un cambio en la orientación de los cristales. Este cambio de orientación depende de los mecanismos de deformación y de su cristalografía. Existen dos principales mecanismos de deformación los cuales son deslizamiento cristalográfico por movimiento de dislocaciones y maclado [56].

## 2.4.1 Deslizamiento cristalográfico

El deslizamiento cristalográfico es el más importante y predominante mecanismo de deformación en materiales dúctiles. Durante el deslizamiento bloques completos del cristal son desplazados paralelamente a los planos cristalográficos por múltiplos enteros de espaciamentos atómicos. El inicio de la deformación plástica es usualmente caracterizado por el esfuerzo de cedencia y está relacionado con el inicio del movimiento de dislocaciones. Este movimiento de dislocaciones toma lugar a lo largo de los planos de mayor densidad atómica y en la dirección de mayor empaquetamiento y es impulsado por un esfuerzo de corte resuelto (ECR) paralelo a la dirección de los planos de deslizamiento [56].

Para calcular este esfuerzo de corte la fuerza de tensión aplicada se debe de resolver como se muestra en la figura 11. Donde  $k$  es el ángulo entre la dirección de tensión y la normal al plano de deslizamiento y  $\lambda$  es el ángulo entre la dirección de deslizamiento y la dirección de tensión, el esfuerzo de corte resuelto  $\tau$ ,  $\sigma$  es el esfuerzo de tensión y  $m$  es el factor de Schmid.

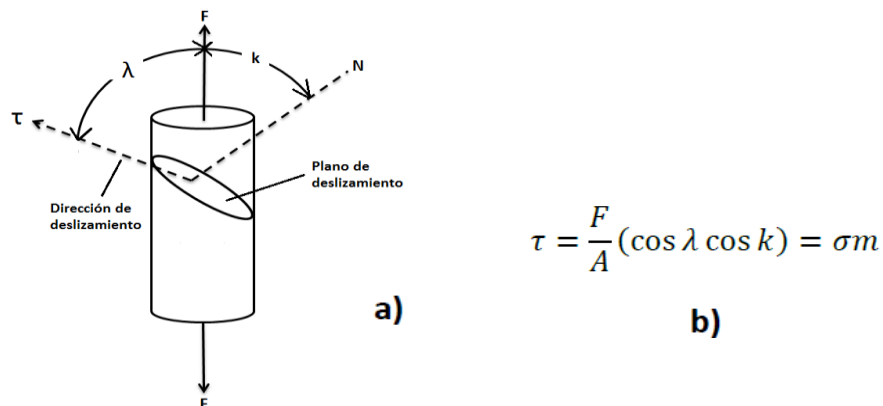


Figura 11. a) Diagrama de esfuerzo para el cálculo del esfuerzo cortante resuelto, b) fórmula para el cálculo del factor de Schmid [57].

## 2.4.2 Maclado

El maclado es una deformación causada por un esfuerzo cortante en el cual una región del cristal es transformada a una imagen espejo del cristal original. El plano de simetría entre las dos regiones del cristal maclado se conoce como plano de maclado. En la figura 12 se muestra un diagrama esquemático de la deformación por maclado generada por un esfuerzo cortante.

En la figura 12 a) se muestra una superficie pulida a la cual se le aplica un esfuerzo cortante, en la figura 12 b) se muestra superficie después de la deformación por maclado, los círculos sólidos representan los átomos que fueron desplazados.

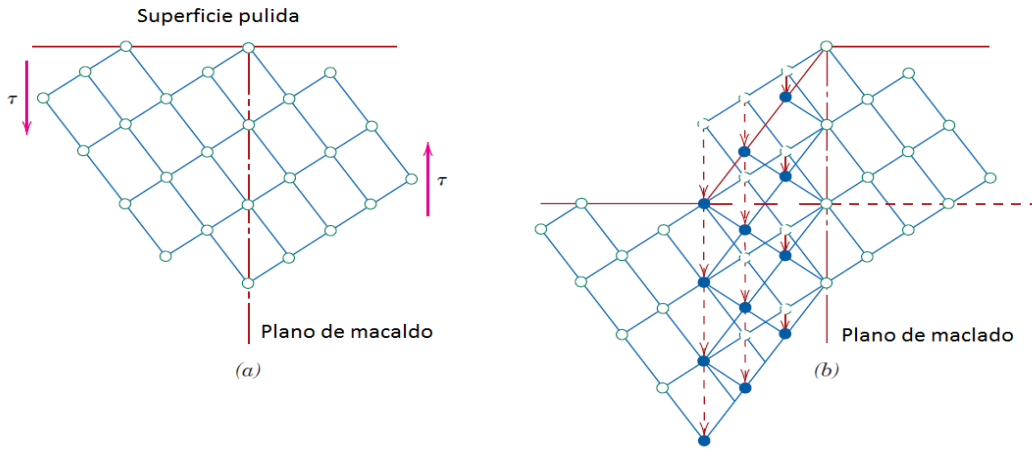


Figura 12. Representación esquemática de la deformación por maclado [57].

En magnesio el maclado es un mecanismo de deformación, que es particularmente importante a temperatura ambiente, debido a la falta de suficientes sistemas de deslizamiento. A temperatura ambiente el maclado es el único mecanismo de deformación a lo largo del eje c. Para todos los metales hexagonales a bajas temperaturas, la deformación por maclado ocurre en el plano  $(10\bar{1}2)$ .

El esfuerzo necesario para producir una macla en un cristal es pequeño, de modo que la cantidad de deformación total que puede ser producida por maclado es pequeña. El punto importante de maclado en deformación plástica no proviene de la deformación producida por el proceso de maclado, sino de los cambios de orientación resultantes de maclado.

### 2.4.2.1 Maclas de tensión

Las maclas en tensión proporcionan extensión a lo largo del eje c en magnesio. Por ejemplo cuando un cristal con su plano basal está orientado perpendicular al plano de laminación, éste experimentará una rotación de  $86.3^\circ$  y  $\{10\bar{1}2\}$   $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  se convertirá en una orientación muy cercana a la basal y entonces un futuro maclado no podrá ocurrir. Este tipo de maclado es llamado maclas de tensión (tension twinning) y se ve favorecido cuando el eje c está bajo extensión o cuando la contracción es aplicada perpendicular al eje c, ver figura 13 a).



## 2.4.2.2 Maclas de compresión

A diferencia, el plano  $\{10\bar{1}1\}$  en la dirección  $\langle 10\bar{1}2 \rangle$  puede acomodar compresión a lo largo del eje c y éste se activa cuando hay una componente de deformación paralela al eje c, o cuando se aplica una extensión macroscópica perpendicular al eje c. En este sistema los planos basales son rotados en la misma dirección  $\langle 10\bar{2}0 \rangle$  como en el maclado en tensión  $\{10\bar{1}2\}$  pero con una rotación de  $56.2^\circ$ , ver figura 13 b).

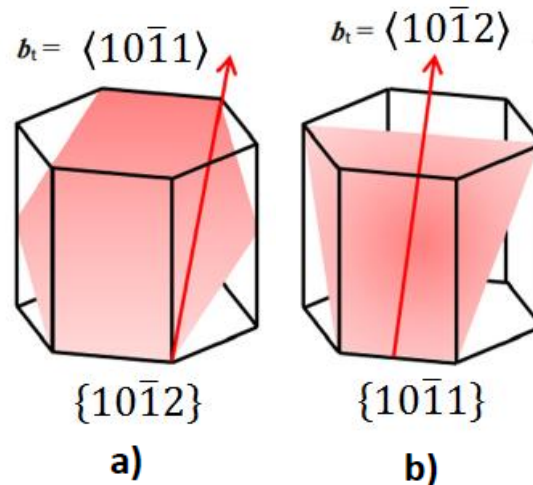


Figura 13. Representación esquemática de: a) maclas de tensión y b) maclas de compresión [58].

## 2.4.2.3 Maclas dobles

Cuando un segundo mecanismo de maclado ocurre dentro de maclas primarias, se dice que hubo un maclado secundario (Double twinning) y generalmente se forman maclas en compresión, seguido de un segundo maclado en tensión  $\{10\bar{1}2\}$ . La primera condición para que ocurra es la presencia de maclas de compresión  $\{10\bar{1}1\} \langle 10\bar{1}2 \rangle$  y si esto ocurre entonces el material se somete a un maclado secundario, si existe la presencia de estos dos fenómenos entonces se producirá una rotación en el mismo eje  $\langle 10\bar{2}0 \rangle$ .

## 2.5 Sistemas de deslizamiento

Durante el deslizamiento, bloques completos de un cristal son desplazados paralelamente a los planos cristalográficos, el comienzo de la deformación plástica es usualmente caracterizado por el esfuerzo de cedencia y esto es relacionado al comienzo de una larga escala de movimiento de dislocaciones.

El movimiento de dislocaciones se presenta a lo largo de los planos y direcciones más compactas en la estructura cristalina, el deslizamiento se produce cuando el esfuerzo cortante que actúa en la dirección de deslizamiento sobre el plano de deslizamiento llega a un cierto valor crítico. Éste esfuerzo cortante crítico está relacionado con el esfuerzo requerido para mover las dislocaciones en todo el plano de deslizamiento. Usualmente el esfuerzo crítico resuelto (ECCR) necesario para activar determinados sistemas de deslizamiento depende del mismo sistema de deslizamiento, la temperatura y velocidad de deformación, las tensiones acumuladas previamente y otras características microestructurales.

Por debajo de 225°C, solo el sistema de deslizamiento  $\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$  se activa y en el sistema  $\{10\bar{1}2\} \langle 1011 \rangle$  se macla. El maclado es un mecanismo adicional que puede compensar la ausencia de deslizamiento, sin embargo, éste presenta solo la mitad de un sistema independiente, por otra parte el maclado puede asistir la activación del deslizamiento prismático piramidal, ya que éste mecanismo produce un cambio en la orientación del cristal, el cual puede favorecer el deslizamiento no basal, con respecto al eje en que se aplica el esfuerzo.

Durante el maclado, los átomos se mueven uno respecto a otro solo una fracción de la distancia interatómica. La red de la macla es una imagen espejo del cristal original, el maclado es un mecanismo de deformación en magnesio, especialmente a temperatura ambiente, éste ocurre cuando los sistemas de deslizamiento son restringidos, lo cual explica la aparición del éste mecanismo de deformación a bajas temperaturas o elevados grados de deformación en metales HCP en donde el deslizamiento basal no es favorable.

La importancia del maclado durante la deformación plástica no es precisamente la deformación producida, sino el cambio de orientación como resultado del maclado. Éste mecanismo puede orientar de manera favorable los sistemas de deslizamiento con respecto al eje en el que se está aplicando la fuerza, entonces podrá ocurrir un deslizamiento adicional.

El magnesio puro y sus aleaciones convencionales muestran una tendencia de fragilidad debido a defectos intercristalinos y fracturas transcristalinas en zonas macladas o en el plano basal  $\{0001\}$  con tamaños de grano grande. Sobre los 225°C, se activan nuevos sistemas de deslizamiento y el magnesio repentinamente muestra un buen comportamiento de deformación, sugiriendo que grandes deformaciones sólo ocurren arriba de ésta temperatura [30, 56, 57]. La tabla 3 y la figura 14 muestran los sistemas de deslizamiento del Magnesio.

Tabla 3. Sistemas de deslizamiento del Magnesio HCP.

<i>Sistemas de deslizamiento en magnesio HCP.</i>		
<i>Nombre del sistema de deslizamiento.</i>	<i>Plano de deslizamiento.</i>	<i>Dirección de deslizamiento.</i>
<b>Basal</b>	{0001}	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$
<b>Prismático</b>	{10 $\bar{1}0$ }	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$
<b>Piramidal</b>	{10 $\bar{1}1$ }	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$

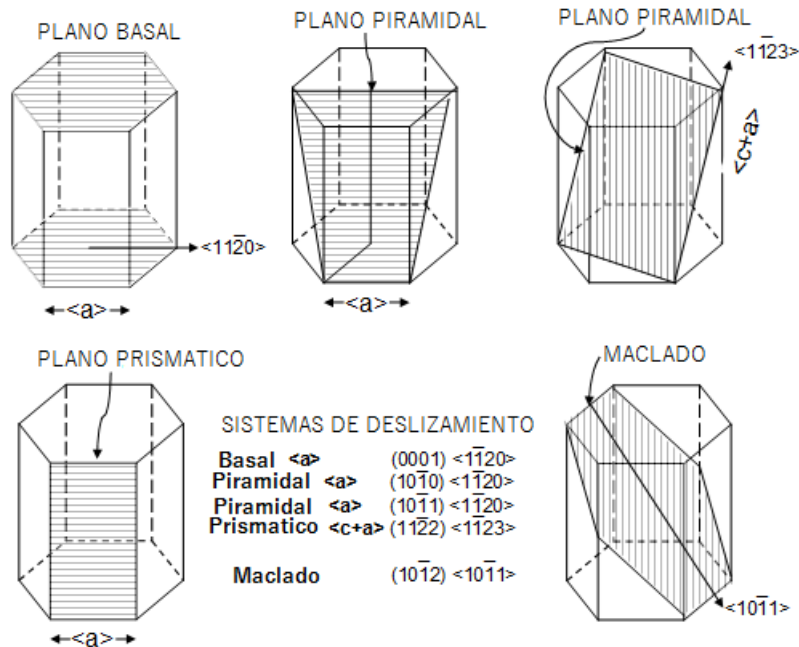


Figura 14. Sistemas de deslizamiento del Mg [59].

## 2.6 Métodos de procesamiento utilizados para obtener aleaciones de magnesio de grano fino

Aleaciones deformables de Magnesio pueden ser procesadas por los tratamientos termomecánicos convencionales, como laminación, extrusión, forja, entre otras.

Sin embargo, solo se presenta el proceso de extrusión ya que fue utilizado para este estudio.

## 2.6.2 Extrusión en caliente

La extrusión en caliente se hace a temperaturas elevadas para reducir las cargas empleadas y hacer más fácil el paso del material a través del troquel. La mayoría de la extrusión en caliente se realiza en prensas hidráulicas horizontales con rango de 250 a 12.000 t. Rangos de presión de 30 a 700 MPa (4400 a 102.000 psi), por lo que la lubricación es necesaria, puede ser aceite o grafito. La mayor desventaja de este proceso es el coste de las maquinarias y su mantenimiento [60].

### 2.6.2.1 Extrusión Directa

La extrusión directa, también conocida como extrusión delantera, es el proceso más común de extrusión. Éste trabaja colocando la barra en un recipiente fuertemente reforzado. La barra es empujada a través del troquel por el tornillo o carnero. Hay un disco de empuje reusable entre el tornillo y la barra para mantenerlos separados. La mayor desventaja de este proceso es la fuerza requerida en la extrusión de la barra, es mayor que la necesitada en la extrusión indirecta porque la fuerza de fricción introducida por la necesidad de la barra de recorrer completamente el contenedor. Por eso la mayor fuerza requerida es al comienzo del proceso y decrece según la barra se va agotando. Al final de la barra la fuerza aumenta grandemente porque la barra es delgada y el material debe fluir no radialmente para salir del troquel. El final de la barra, llamado tacón final, no es usado por esta razón [60].

### 2.6.2.2 Extrusión Indirecta

En la extrusión indirecta, también conocida como extrusión retardada, la barra y el contenedor se mueven juntos mientras el troquel está estacionario. El troquel es sostenido en el lugar por un soporte el cual debe ser tan largo como el contenedor. La longitud máxima de la extrusión está dada por la fuerza de la columna del soporte. Al moverse la barra con el contenedor, la fricción es eliminada [60].

Ventajas:

- Una reducción del 25 a 30 % de la fuerza de fricción, permite la extrusión de largas barras.
- Hay una menor tendencia para la extrusión de resquebrajarse o quebrarse porque no hay calor formado por la fricción.

- El recubrimiento del contenedor durará más debido al menor uso.
- La barra es usada más uniformemente tal que los defectos de la extrusión y las zonas periféricas ásperas o granulares son menos probables.

Desventajas:

- Las impurezas y defectos en la superficie de la barra afectan la superficie de la extrusión. Antes de ser usada, la barra debe ser limpiada o pulida con un cepillo de alambres.
- Este proceso no es versátil como la extrusión directa porque el área de la sección transversal es limitada por el máximo tamaño del tallo.

### 2.6.2.3 Extrusión hidrostática

En la extrusión hidrostática la barra es completamente rodeada por un líquido a presión, excepto donde la barra hace contacto con el troquel. Este proceso puede ser hecho caliente, tibio o frío. De cualquier modo, la temperatura es limitada por la estabilidad del fluido usado. El fluido puede ser presurizado por dos vías [60]:

Razón de extrusión constante: el émbolo es usado para presurizar el fluido dentro del contenedor.

Razón de extrusión constante: una bomba es usada, posiblemente con un intensificador de presión, para presurizar el fluido, el cual es bombeado al contenedor.

Las ventajas de este proceso incluyen:

- No fricción entre el contenedor y la barra, reduciendo la fuerza requerida. Esta finalmente permite mayores velocidades, proporciones de la reducción más altas y menores temperaturas de la barra.
- Usualmente la ductilidad del material disminuye cuando altas presiones son aplicadas.
- Largas barras y largas secciones transversales pueden ser extruidas.

Desventajas:

- Las barras deben ser preparadas, adelgazando un extremo para que coincida con el ángulo de entrada del troquel. Esto es necesario para formar un sello al principio del ciclo.
- Usualmente las barras enteras necesitan ser pulidas para quitarles cualquier defecto de la superficie.
- Contener el fluido en altas presiones puede ser difícil.

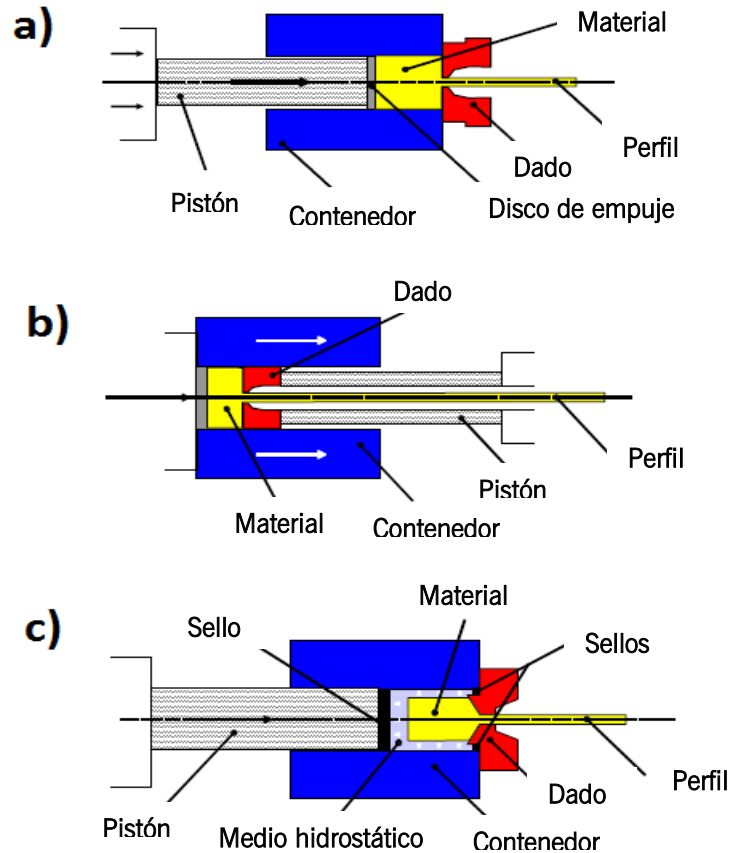


Figura 15. Esquema de extrusiones convencionales: a) Directa, b) Indirecta y c) extrusión hidrostática [60].

Después de la extrusión, las aleaciones de magnesio muestran anisotropía en las propiedades mecánicas o bien llamados en inglés yield asymmetry ( $\Delta\sigma = \text{TYS} - \text{CYS}$ ), cuando se aplica una carga de tensión o de compresión a la textura del material. Un requisito para la aplicación comercial de aleaciones de magnesio deformables es una reducción de la anisotropía, es decir, que se tenga un comportamiento mecánico isotrópico.

Existe un fenómeno después de la extrusión en las aleaciones de magnesio, debido a la asimetría de la estructura de hexagonal compacta que posee el magnesio y el desarrollo de textura después de un tratamiento termomecánico, los perfiles de aleaciones de magnesio muestran una diferencia de esfuerzo  $\Delta\sigma = \text{TYS} - \text{CYS}$ , cuando se aplica una carga de tensión o de compresión a la textura del material. Esta diferencia en las propiedades mecánicas se muestra en la figura 16.

La textura resultante también puede influir en la activación de mecanismos de deformación y, por tanto, en las propiedades mecánicas, por ejemplo, la anisotropía (yield asymmetry). Sin embargo, la influencia del tamaño de grano en la anisotropía puede ser más fuerte que la de la textura. Considerando una

microestructura refinada conduce a un mayor esfuerzo de cedencia y ductilidad junto con la posibilidad de reducir la anisotropía; granos grandes promueven el maclado y al mismo tiempo aumenta la anisotropía.

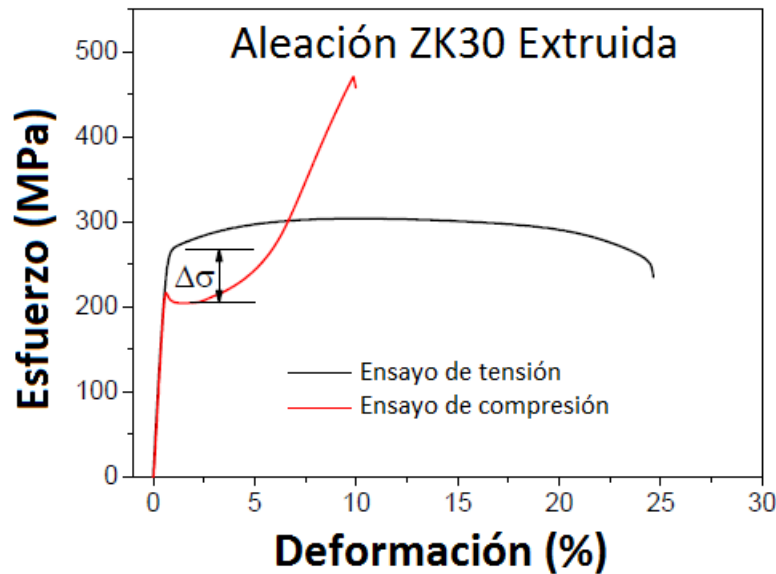


Figura 16. Curva de esfuerzo-deformación ingenieril de una aleación ZK30 extruida con una carga paralela a la dirección de extrusión [61].

## 2.7 Recristalización durante los tratamientos termomecánicos

Durante la deformación en caliente el material es susceptible a someterse a recristalización dinámica, que afecta la textura cristalográfica y por lo tanto la anisotropía del material. Se entiende que la recristalización procede por la nucleación de granos libres y su subsecuente crecimiento.

La recristalización dinámica en aleaciones de magnesio ha sido reportada en mecanismos de deformación severa, estos mecanismos de recristalización se clasifican como continuos y discontinuos. Un proceso de recristalización dinámica continua es un proceso de recuperación y un proceso por absorción continua de dislocaciones en límites de subgranos (límites de ángulo bajo) los cuales eventualmente pueden resultar en la formación de límites de ángulo alto y finalmente nuevos granos.

Teniendo en cuenta que la temperatura de fusión del magnesio puro es alrededor de 650°C, la recristalización ocurre durante la deformación a 200°C, este proceso se conoce como recristalización dinámica a baja temperatura [62].

## 2.7.1 Recristalización en aleaciones de magnesio

La recristalización frecuentemente ocurre durante los procesos termomecánicos. El proceso de recristalización influye sobre la microestructura, la textura cristalográfica, así como en las propiedades mecánicas; en consecuencia, se requiere una comprensión básica de este fenómeno para el desarrollo de las aleaciones de magnesio. Una vista general esquemática de los diversos procesos de recuperación y de recristalización que se producen durante la deformación en caliente se muestra en la figura 17.

Durante la deformación, la energía libre de los materiales cristalinos se incrementa debido a la presencia de dislocaciones e interfaces. Desde el punto de vista termodinámico, teóricamente, estos defectos deben desaparecer espontáneamente. Sin embargo, en la realidad, los mecanismos atómicos requeridos son extremadamente lentos a bajas temperaturas, lo que resulta en un retenimiento de defectos inestables después de la deformación [63]. Vale la pena señalar que hay una falta de información en la literatura sobre las aleaciones de magnesio deformadas en frío debido al hecho de que las aleaciones de magnesio muestran limitada formabilidad a bajas temperaturas [64]. Cuando el material es recocido, térmicamente se pueden activar varios mecanismos, lo que resultaría en una eliminación o reorganización de los defectos en configuraciones de energía más bajas. Cuando un material es trabajado en frío es recocido, su microestructura y en consecuencia sus propiedades pueden retornar casi a sus valores originales. Este proceso de recuperación, se lleva a cabo la aniquilación y el reordenamiento de las dislocaciones, por lo general conduce a una restauración parcial de las propiedades, debido al hecho de que las dislocaciones no se eliminan completamente, pero llega a un estado metaestable, ver figura 17 b).

Otro proceso de restauración, por el cual se forman nuevos granos libres de dislocaciones dentro de la estructura deformada o recuperada es recristalización. Recristalización es un método muy efectivo para producir una microestructura completamente nueva con un tamaño de grano modificado, forma y textura [64]. La temperatura de recocido tiene un efecto fundamental sobre la recristalización [64]. La temperatura de recristalización se define como la temperatura de recocido en el que 95% de la recristalización se produce en 1 hora [65]. La fuerza impulsora para la recristalización es proporcionado por la energía almacenada de las dislocaciones introducidas durante la deformación (figura 17 c). En este proceso los antiguos granos se consumen y una nueva microestructura con granos de baja densidad de dislocaciones nuclea en la microestructura deformada [8 y 63]. Por lo tanto, la orientación de los nuevos granos formados es conforme la estructura deformada [66]. La recristalización que tiene lugar durante el recocido de recristalización se llama estática.



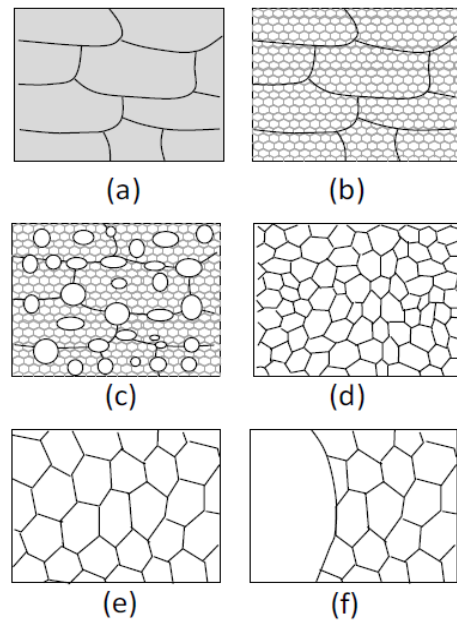


Figura 17. Diagramas esquemáticos que ilustran los principales procesos de recocido: a) estado deformado, b) recuperación, c) parcialmente recristalizado, d) totalmente recristalizado, e) crecimiento de grano y f) recristalización secundaria.

Cuando la recristalización ocurre simultáneamente durante la deformación, en general a elevadas temperaturas, se hace referencia a una recristalización dinámica (DRX). Varias investigaciones han mostrado que las aleaciones de magnesio se someten a recristalización dinámica durante los procesos de trabajo en caliente [67, 68, 69]. Además, se cree que la recristalización dinámica es dominante en materiales con baja energía de falla de apilamiento, tales como el magnesio, mientras que en materiales con alta energía de falla de apilamiento la recuperación dinámica de la se ve favorecida [63]. Para conseguir buenas propiedades mecánicas, el tamaño de grano debe permanecer muy fino y el volumen de la DRX debe mejorarse, en consecuencia, es probable que se forme una microestructura con una alta homogeneidad.

El proceso de recristalización dinámica se puede clasificar en proceso continuo (CDRX) y discontinuo (DDRX). Por lo general, el proceso continuo corresponde a un proceso de recuperación en el que ocurre un aumento progresivo en la desorientación del límite de grano y se puede producir una conversión de los límites de ángulo bajo en límites de alto ángulo. La recristalización discontinua implica la nucleación de nuevos granos, en los límites de grano originales, y su posterior crecimiento. DDRX es más probable que ocurra si el tamaño de grano inicial es lo suficientemente grande para que el deslizamiento cristalográfico sea heterogéneo. En aleaciones de magnesio, debido a la dificultad de activar sistemas de deslizamiento, el proceso de DDRX es favorable [63].

El uso intencional de partículas de segunda fase para modificar el desarrollo de texturas durante los procesos termomecánicos y controlar el tamaño de grano por

la influencia de la recristalización ha atraído mucho interés en las aleaciones de magnesio. De hecho, las partículas son un elemento clave en los procesos de recristalización y, dependiendo de su tamaño y el volumen de la fracción puede apoyar o restringir la recristalización [63 y 70].

En otros sistemas de aleación, el efecto de las partículas grandes durante la recristalización es a través de nucleación estimulada por partículas (sigla en inglés PSN) esto es bien conocido y documentado [63]. Con respecto al magnesio, se ha informado la aparición de PSN [71-72] y consiste en una rápida migración del sub-límite en la zona de deformación. La zona de deformación puede ser descrita por las rotaciones de la red y, por consiguiente encierra un gradiente de desorientación.

La ocurrencia de PSN es favorable cuando la acumulación de desorientación por la rápida migración del sub-límite es lo suficientemente alto para crear los límites de ángulo alto que se requieren. Posteriormente, se forman nuevos granos, que puede crecer para generar un grano recristalizado [63 y 70].

La característica más beneficiosa ofrecida por la recristalización por vía PSN es que los granos nucleados por lo general asumen diferentes orientaciones que los granos originalmente deformados. Esta característica puede ser muy positiva, principalmente para las aleaciones de magnesio deformables, para superar la formación de texturas de fibra después de los procesos termomecánicos [63].

El maclado también puede jugar un papel significativo en la recristalización dinámica. Aunque las aleaciones de magnesio procesadas termomecánicamente tienden a mostrar fuertes texturas basales, favorables para la formación de maclas de tensión y compresión es el sitio preferido para la recristalización. Esto ocurre principalmente debido a las zonas de deformación no homogéneas, localizadas en granos basalmente orientados [73]. Estas zonas siguen pasando por cambios de orientación y microestructurales, convirtiéndose entonces en los sitios eficaces de nucleación [74, 75, 76]. Además, el deslizamiento basal proporciona una microestructura estable y las maclas de tensión se caracterizan por límites de maclas móviles. Estos no son sitios de nucleación adecuados para la recristalización, debido a que las altas deformaciones no se acumulan a nivel local.

Aunque la recristalización elimina dislocaciones, los límites de grano todavía permanecen en la microestructura. Subsecuentemente el recocido promoverá el crecimiento de grano y la eliminación de granos más pequeños [63]. La fuerza impulsora de este proceso es la reducción de la energía libre obtenida por la eliminación de la zona de límite de grano. Como consecuencia, los granos más grandes sobreviven y sus límites de grano adoptan configuraciones de baja energía. Otro procedimiento llamado recristalización secundaria (figura 17 f) también puede ocurrir, en el que crecerán unos granos grandes, resultando en un crecimiento anormal del grano [63].

## 2.8 Textura cristalográfica

El término "textura" fue utilizado originalmente para describir la forma en que se distribuyen las fibras de materiales no metálicos como tejidos o maderas. La textura, en términos cristalográficos, se refiere a la distribución de las orientaciones asociadas a los cristales que conforman un policristal. Se sabe que para conocer la orientación que presenta un material cristalino es necesario hacer una medición de esta orientación. Esta orientación puede ser de distintas maneras y siempre es producto de los procesos de conformado. Formalmente la textura se refiere a la distribución de las orientaciones asociadas a los granos (idealmente referidos como cristales) que conforman un policristal [77].

Una muestra de metal de grano fino en el que los granos tienen orientaciones al azar, es decir orientación aleatoria, podría poseer propiedades idénticas en todas las direcciones siempre que no haya inclusiones alargadas, segregaciones o impurezas. Sin embargo, una muestra con una orientación preferencial definida podrá tener propiedades direccionales o anisotrópicas, que puede ser deseables o indeseables, dependiendo del uso del material. La mayoría de materiales policristalinos contienen granos con orientaciones de la red que no son al azar sino que se agrupan en cierta medida en una orientación particular o sobre un conjunto de orientaciones. La historia mecánica y térmica de una muestra determina la naturaleza de la textura que se desarrolla [77].

La orientación de un cristal en un policristal se caracteriza por el conjunto de rotaciones  $g$  que permite orientar un sistema de coordenadas  $KA$ , asociado a la misma, paralelo a un sistema  $KB$  fijo en el policristal. Si las orientaciones de los distintos cristales que conforman el policristal no se reparten de forma aleatoria entre todas las posibles orientaciones, se dice que el policristal presenta una orientación preferencial o textura. Un ejemplo de esto se muestra en la figura 18 (b) para la denominada textura de cubo.

La caracterización completa de la textura de un material se realiza especificando, para cada posible orientación, la rotación que se le asocia a ésta y la fracción volumétrica de los cristales que poseen dicha orientación en el mismo [78].

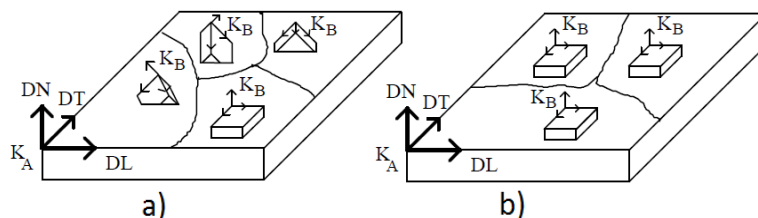


Figura 18. a) Distribución aleatoria de las orientaciones de los granos en un policristal, b) Material texturizado (orientación de cubo).  $KA$  se refiere al sistema de coordenadas asociado a la muestra.  $KB$  es el sistema de coordenadas asociado a los cristales [78].

Se conoce que la textura es también influenciada por la temperatura de la muestra durante la deformación, especialmente si la temperatura es suficientemente alta para permitir que la recristalización se produzca durante la deformación [77].

La orientación  $g$  puede expresarse de diversas formas. Los dos convenios ampliamente utilizados son: los ángulos de Euler en notación de Bunge [79],  $\varphi_1$ ,  $\varphi$  y  $\varphi_2$  y la notación cristalográfica  $(hkl)$   $[uvw]$  [40], como se muestra en la figura 19. En el primer caso  $\varphi$  y  $\varphi_2$ , constituyen los ángulos necesarios para especificar completamente la posición de la dirección normal a la muestra DN en KB, mientras que  $\varphi_1$  sirve para fijar la dirección de laminado (DL).

En la representación  $(hkl)$   $[uvw]$ ,  $(hkl)$  específica, en KB, un plano cristalográfico paralelo al plano de laminación (dirección DN) de la muestra, mientras que  $[uvw]$  fija una dirección paralela a DL. Estas dos representaciones de  $g$  son equivalentes y existen expresiones que relacionan los índices  $(hkl)$   $[uvw]$  con  $(\varphi_1, \varphi$  y  $\varphi_2)$  [79].

La figura 19 ejemplifica gráficamente los convenios utilizados para expresar la orientación cristalográfica, tanto como los ángulos de Euler y la notación cristalográfica  $(hkl)$   $[uvw]$ .

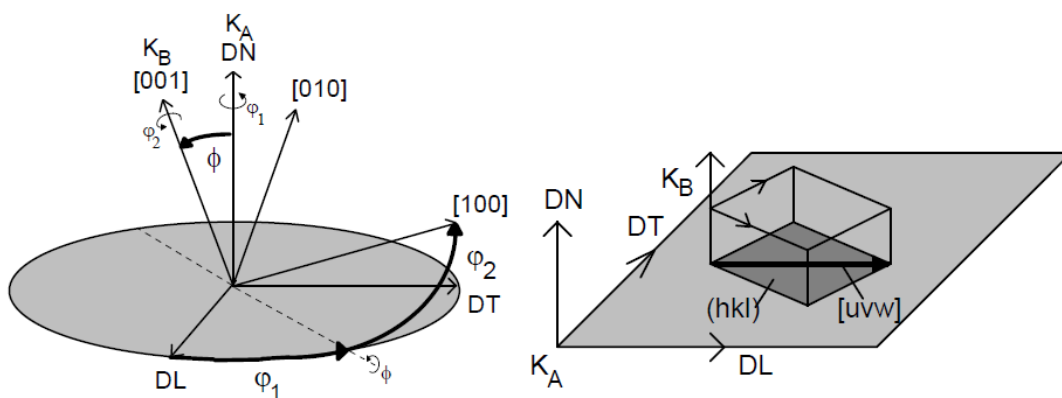


Figura 19. Convenios utilizados para expresar la orientación cristalográfica [78].

Los ángulos de Euler constituyen las coordenadas de un espacio tridimensional continuo conocido como espacio de Euler (EE) como se puede observar en la figura 20 [78].

Las orientaciones  $g$  de los distintos cristales en el policristal se representan por puntos de ese espacio, en tanto que, la fracción volumétrica de los cristales asociados a cada orientación  $g$  se expresa a través del valor de la denominada función de distribución de orientaciones cristalinas (FDOC),  $f(g)$ , en dichos puntos.

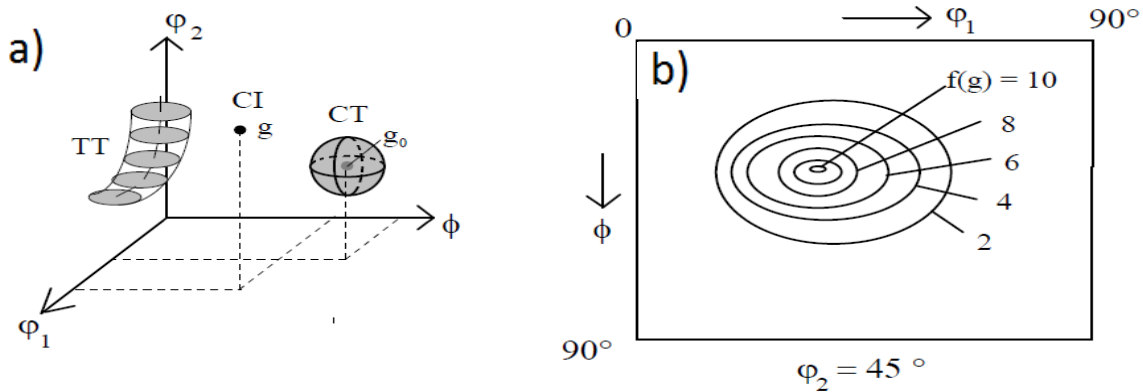


Figura 20. (a) Elementos de distribución de orientaciones en el EE: componente de textura (CT), tubo de textura (TT) y componente ideal (CI). (b) Representación de la función de distribución de orientaciones en el espacio de Euler mediante isolíneas para el corte de  $\phi_2 = 45^\circ$  [78].

### 2.8.1 Determinación experimental de las texturas cristalográficas

Existen diferentes métodos experimentales para la determinación de la textura, los cuales pueden ser tan detallados como la evaluación de la orientación individual de cada grano. Existen métodos globales y métodos locales [78].

### 2.8.2 Métodos globales

En el caso de las texturas globales la principal suposición que se hace es que la textura es la misma en todos los puntos del material, es decir no se considera el efecto de la microtextura. Los datos experimentales necesarios para describir la textura global de las aleaciones se obtienen a partir de las figuras de polos medidas por difracción de rayos X, empleando el método de reflexión. El fundamento de esta técnica es la ley de Bragg. Para la medición de las figuras de polos, se utiliza un dispositivo conocido como goniómetro de textura. En un arreglo experimental se elige la posición relativa entre el detector y el tubo de rayos X (dada por el ángulo  $2\theta$ ) de forma tal que, en el material estudiado y los planos (hkl) seleccionados para la medición de la figura de polo, se cumpla la relación:  $2d_{hkl} \sin \theta = \lambda$ .

Los cristales para los cuales la dirección = [hkl] (planos (hkl) con normales = [hkl], simetría cristalina cúbica, donde = [hkl] se toma como la dirección cristalográfica normal a un plano (hkl). En los materiales cúbicos la normal coincide con la dirección = [hkl] de la red directa sea paralela a la bisectriz estarán en condición de difracción. La intensidad del máximo obtenido será entonces proporcional a la cantidad de éstas que en la muestra cumplen dicha condición. Si se barren todas las posibles direcciones, se obtendrá la distribución espacial de las normales [hkl] respecto al sistema de referencia asociado a la muestra. Para lograr esto, se

utiliza un dispositivo conocido como goniómetro de textura [80], el cual se representa de forma simplificada en la figura 21.

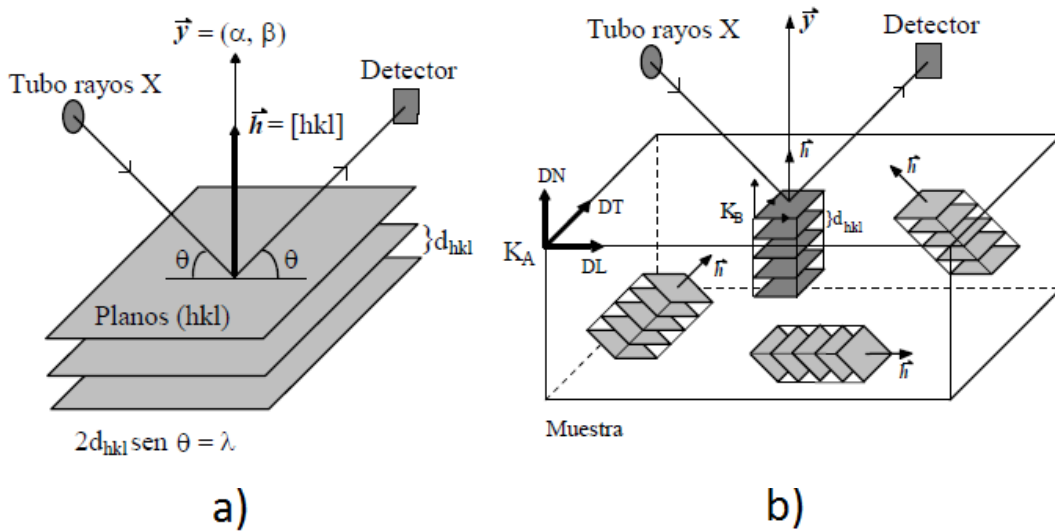


Figura 21. (a) y (b) Principio físico de la medición de las figuras de polos [78].

### 2.8.3 Determinación de la función de distribución de orientaciones

Obteniendo la medición de textura, el siguiente paso es determinar la función de distribución de orientaciones cristalinas (ODF, de sus siglas en inglés: *Orientation Distribution Function*), la cual se utiliza para realizar estudios cuantitativos de textura y permite obtener predicciones cuantitativas de algunas propiedades físicas de los materiales. En la mayoría de los casos la determinación de la ODF se realiza indirectamente, a partir de los datos que aportan mediciones estadísticas como las FP obtenidas por difracción de rayos X [81].

La ODF se debe utilizar debida a que las figuras de polos no permiten realizar estimaciones cuantitativas de la textura del material, y por tanto, solo deben utilizarse para efectos comparativos. Los procedimientos para la determinación de la ODF han sido implementados en forma de algoritmos de cómputo que reciben los datos experimentales, aportados por las figuras de polos. Estos programas se encargan del cálculo y representación en el espacio de Euler, de la función de distribución de orientaciones, el cálculo de la fracción volumétrica asociada a cada componente de textura y la representación de las figuras de polos recalculadas a partir de la ODF calculada [77].

## 2.8.4 Texturas características del magnesio

Los estudios para tener control sobre la textura en el magnesio ha atraído interés los últimos años. Numerosas posibles aplicaciones han surgido, debido su bajo peso y buena resistencia mecánica, siendo un material con grandes posibilidades en el desarrollo tecnológico. Abriendo la posibilidad de ser usado como material estructural en vehículos de transporte.

Generalmente el magnesio desarrolla una fuerte textura basal y es representada por las figuras de polo (0001), (10 $\bar{1}$ 0) y (11 $\bar{2}$ 0) correspondientes al plano basal, prismático y piramidal respectivamente.

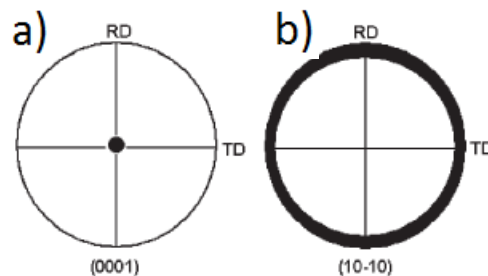


Figura 22. Figuras de polo ideales características del magnesio: a) Figura de polo plano basal, b) Figura de polo de plano prismático [82].

En la figura 22 se observa las figuras de polo ideales del magnesio, las cuales nos describen la distribución de intensidades. La textura característica de las aleaciones de magnesio es descrita a través de las figuras de polo características (0001), (10 $\bar{1}$ 0) y (11 $\bar{2}$ 0) que corresponden al plano basal, prismático y piramidal respectivamente.

En la figura 23 se muestran las figuras de polo experimentales de la aleación AZ31 en condición laminada, donde podemos observar la presencia de una fuerte textura basal al tener valores de intensidad de 16 en el centro de la figura orientada hacia la dirección del plano basal (0001) y una textura débil en el plano prismático, lo que indica la poca actividad que presenta el magnesio en ese plano [82].

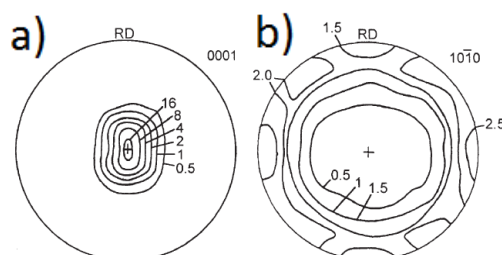


Figura 23. Figuras de polos a) plano basal y b) prismático experimentales de AZ31 sin tratamiento térmico [82].

## 2.9 Estado del arte

En esta sección se presenta el estado de la ciencia y tecnología relacionada con este tema.

L. Melo y J. Victoria [31] estudiaron el efecto del itrio sobre la microestructura, textura y propiedades mecánicas de la aleación AZ31, concluyendo que el mejor efecto de refinamiento de grano en condición de vaciado es cuando se añade 0.9% en peso de itrio. Esto es debido a que el aluminio y el itrio promueven la formación de partículas de segunda fase ( $Al_2Y$ ).

El itrio no afecta el desarrollo microestructural y la textura cristalográfica, comportándose la aleación con itrio de manera similar a una aleación AZ31 convencional, así como las bandas de corte generadas durante el proceso termomecánico no tiene un efecto en el debilitamiento de la textura.

El efecto del itrio en las propiedades mecánicas revelaron un 30% mejor ductilidad con respecto a la aleación AZ31 en la dirección de laminado, mientras que en la dirección transversal los valores son menores que pueden ser atribuidos a la formación de grietas producidas durante el laminado.

Este aumento en la ductilidad es debido a la activación de sistemas de deslizamiento piramidal y prismático. El esfuerzo de cedencia permanece relativamente sin cambios en comparación con la AZ31 convencional.

Lizi Liu y colaboradores [83], estudiaron la aleación ZK60 con bajos contenidos de elementos de tierras raras, ( $Mg-5Zn-1Ce-0.5Y-0.6Zr$ ), procesadas por extrusión, posteriormente, se llevaron a cabo tratamientos térmicos de envejecido. Pruebas de tensión fueron hechas a temperatura ambiente en una dirección paralela a la dirección de extrusión.

La técnica de difracción de rayos-X fue utilizada para identificar las fases presentes en aleaciones con y sin tratamiento térmico de envejecido, ambas aleaciones presentaron las mismas fases;  $Mg-\alpha$ ,  $MgZn_2$ ,  $Mg_3Zn_3Y_2$ , y  $Mg-Zn-Ce$ , estas fases promueven el fenómeno de recristalización dinámica durante la extrusión, de tal forma obteniendo un microestructura con un tamaño de grano ultra fino de  $1.3 \mu m$ , por otro lado, ambas aleaciones, es decir con y sin tratamiento de envejecido, presentan una textura basal fuerte.

Los resultados de propiedades mecánicas para la aleación con tratamiento térmico de envejecido son ligeramente mayores que los de la aleación sin tratamiento, (esfuerzo de cedencia 407 y 389 MPa, esfuerzo máximo 421 y 401 MPa, % de elongación de 7.1 y 3.5%, respectivamente), los altos valores de esfuerzo máximo y esfuerzo de cedencia obtenidos lo atribuyen a la eliminación del deslizamiento basal durante los ensayos de tensión, también a la microestructura de grano ultra fino que se obtuvo después de la extrusión.



El incremento de la ductilidad en la aleación con tratamiento térmico es debido al bajo número de defectos obtenidos después del envejecido. Por otra parte, la fuerte textura basal obtenida después de la extrusión no beneficia al incremento de la ductilidad.

S.M. He y colaboradores [84] estudiaron la influencia de gadolinio (1.3% en peso) en la microestructura y propiedades mecánicas de la aleación ZK60 (Mg-6Zn-0.4Zr) fundida y extruida en caliente en diferentes condiciones, temperaturas de extrusión de 350, 400 y 450° C. Los resultados muestran que la adición de Gadolinio conduce a una reducción considerable del endurecimiento por envejecimiento y una pequeña disminución en el esfuerzo de cedencia y en el esfuerzo máximo en la aleación de fundición y la extruida, debido a la formación del compuesto intermetálico Mg-Zn-Gd el cual consume algunos de los átomos de Zn en la matriz. Sin embargo, el refinamiento del grano causado por la adición de Gd es notable, que compensa en parte por la pérdida del esfuerzo de cedencia y el UTS debido al consumo de Zn en la matriz y mejora la elongación de la aleación, especialmente a elevadas temperaturas.

Es sabido que los precipitados MgZn y MgZn<sub>2</sub> son las principales fases de endurecimiento de las aleaciones de la serie ZK. Sin embargo, la adición de Gd con lleva a la formación del compuesto intermetálico Mg-Zn-Gd, que no se pueden resolver por completo en la matriz durante el tratamiento en solución. Por otra parte, no hay existencia detectable de Gd en la matriz de magnesio. Por lo tanto, la supersolubilidad sólida de Zn en magnesio se reduce y ningún otro soluto se introduce en la matriz, lo que resulta en la disminución de la fracción de volumen de los precipitados de Mg-Zn a fin de reducir la respuesta de endurecimiento por envejecimiento. Se deduce que la mayor adición de Gd a la aleación de Mg-Zn-Zr con un alto contenido de Zn, se logrará la contribución del endurecimiento por precipitación.

Concluyendo que el refinamiento del grano causado por la adición de Gd puede ser introducido para los dos siguientes factores. El primero, la adición de Gd eleva el solidus y, por lo tanto, resulta una disminución en el tiempo de solidificación el cual refina la microestructura de colada al acortar la distancia entre los brazos dendríticos. En segundo lugar, el compuesto intermetálico Mg-Zn-Gd el cual consume algunos de los átomos de Zn en la matriz que se encontraban fijos en los límites de grano, restringe el crecimiento del tamaño de grano durante el tratamiento de solución sólida y recristalización en la extrusión en caliente. Sin embargo, la pérdida de esfuerzo de cedencia y esfuerzo máximo causado por el consumo de Zn en la matriz y el alargamiento es mayor, especialmente a elevadas temperaturas, por el refinamiento de grano notable debido a la adición de Gd.

Xie Jian-chang y colaboradores, [85] estudiaron la microestructura y propiedades mecánicas a temperaturas elevadas de una aleación de magnesio AZ81 con adiciones de Itrio y Neodimio.

Utilizaron cinco aleaciones en condición de colada: AZ81, AZ81+0.6Y+0.4Nd, AZ81+1.2Y+0.8Nd, AZ81+1.8Y+1.2Nd y AZ81+2.4Y+1.6Nd, posteriormente realizaron tratamiento en solución sólida a 420°C por 10 horas y un tratamiento de envejecido 250°C por 8 horas. Los resultados obtenidos muestran que al incrementar el contenido de RE provoca un obvio refinamiento del grano, por otro lado, cuando el contenido de RE incrementa la fase  $\beta$  ( $Mg_{17}Al_{12}$ ) se reduce y las fases  $Al_2Y$  y  $Al_2Nd$  se forman.

Después de los tratamientos, se llevaron a cabo pruebas de tensión a temperatura ambiente, 150 y 250°C. Cuando el contenido de RE incrementa la resistencia máxima para todas las aleaciones incrementa a temperatura ambiente y a 150°C, pero a 250° disminuye. Cuando el contenido de RE (AZ81+1.8Y+1.2Nd y AZ81+2.4Y+1.6Nd) está por encima de 2% el esfuerzo máximo disminuye drásticamente, la aleación AZ81+1.2Y+0.8Nd presentó la mejor ductilidad a 150°C y 200°C de 15% en ambas temperaturas.

J. Victoria y colaboradores [86], estudiaron las aleaciones AZ31, AZ61 y AZ80 las cuales fueron procesadas por extrusión hidrostática a una temperatura de 150°C con una alta velocidad de extrusión de 8 m/min, este tratamiento termomecánico fue muy efectivo para el refinamiento de la microestructura en las tres aleaciones ya que se obtuvieron valores de tamaño de grano menor a 10  $\mu m$ . También menciona que el efecto del contenido de Al está directamente relacionado con el proceso de recristalización durante la extrusión, es decir, que se observa una microestructura bien recristalizada a medida que el contenido de Al incrementa.

En general, las tres aleaciones presentaron un comportamiento superplástico a baja temperatura durante las pruebas de tensión; 200°C para la aleación AZ31, 175°C para AZ61 y 225°C para la AZ80. La aleación AZ61 fue la que logró mayor % de elongación y fue de 520% a una velocidad de deformación de  $10^{-4} s^{-1}$  y 175°C, la máxima elongación para la aleación AZ31 fue de 395% a 225°C y  $10^{-4} s^{-1}$  y para la AZ80 fue de 390% a 225°C y  $10^{-3} s^{-1}$ .

Como un resultado de la recristalización dinámica a baja temperatura, se observó una caída del esfuerzo durante los ensayos de tensión. La microestructura producida por DRX fue equiaxial y homogénea y se mantuvo hasta el final de las pruebas, concluyendo, que esto podría intensificar al deslizamiento del límite de grano (GBS) como el mecanismo predominante para alcanzar los altos alargamientos.

En otro de sus trabajos J. Victoria [21], continuó con el estudio de las aleaciones AZ31 y AZ61, estas procesadas por extrusión hidrostática, después, se llevaron a cabo ensayos de tensión a diferentes temperaturas y velocidades de deformación, a partir de los datos obtenidos de las pruebas mecánicas, se realizaron cálculos para obtener el parámetro Zener-Hollomon para cada aleación de acuerdo a sus parámetros utilizados durante la deformación, reportando que el esfuerzo máximo y el porcentaje de elongación a la fractura están en función del valor Z, es decir, existe un incremento continuo del esfuerzo máximo con el incremento de Z para ambas aleaciones. Por otro lado, para la aleación AZ31 muestra una disminución

de la elongación a la fractura cuando Z incrementa, mientras que la AZ61 presenta un comportamiento más complejo, en primer lugar la elongación a la fractura incrementa al aumentar Z y enseguida disminuye con el incremento progresivo de Z. En el mismo estudio el autor relaciona el valor Zener-Hollomon con los cambios que suceden sobre la textura cristalográfica.

A. Bussiba y colaboradores [87], estudiaron dos aleaciones convencionales de magnesio AZ31 y ZK60, las cuales fueron extruidas, como resultado de este proceso, la aleación AZ31 obtuvo una microestructura de granos equiaxiales con tamaño de grano de 15  $\mu\text{m}$ , mientras que la aleación ZK60 obtuvo una microestructura bimodal con tamaño de grano de 2  $\mu\text{m}$  para granos recristalizados y 25  $\mu\text{m}$  para los granos grandes.

Realizaron ensayos de tensión a 177°C con velocidades de deformación en un rango de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  a  $1 \text{ s}^{-1}$ , la aleación ZK60 presentó mejor elongación que fue de 220% a una velocidad de deformación de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  mientras que la aleación AZ31 reportó 120% de elongación a la misma velocidad.

Finalmente, concluyen que el comportamiento superplástico no es considerado para la aleación AZ31 debido al crecimiento del grano durante las pruebas de tensión. Por otro lado, para la aleación ZK60 se podría presentar un comportamiento superplástico a baja temperatura, debido al fenómeno de recristalización dinámica que presenta durante las pruebas de tensión, sin embargo, la microestructura bimodal que presenta después de la extrusión es una problemática ya que son sitios en el cual se pueden iniciar las microgrietas. Por último, mencionan que el mecanismo que predomina durante la deformación en caliente es deslizamiento de límite de grano (GBS), esto basado en sus observaciones en el microscopio electrónico de transmisión (TEM).

H. Watanabe y colaboradores [88], estudiaron una aleación ZK60 convencional procesada por extrusión de canal angular (siglas en inglés ECAE) con el cual se obtuvo un tamaño de grano de 1.4  $\mu\text{m}$ , y que al realizar ensayos de tensión a una temperatura de 200°C con una velocidad de deformación de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , obtuvieron elongaciones por encima de 400%, por otro lado, calcularon el coeficiente de sensibilidad a la velocidad de deformación ( $m$ ) el cual resultó con valores en un rango de 0.4-0.5, a lo que concluyen que dicha aleación presentó un comportamiento superplástico, ya que la literatura menciona que el valor  $m$  debe ser mayor a 0.3 para que el material manifieste superplasticidad.

# CAPÍTULO 3

DESARROLLO EXPERIMENTAL

### 3.1 Desarrollo Experimental

La figura 24 muestra el procedimiento experimental realizado en este trabajo.

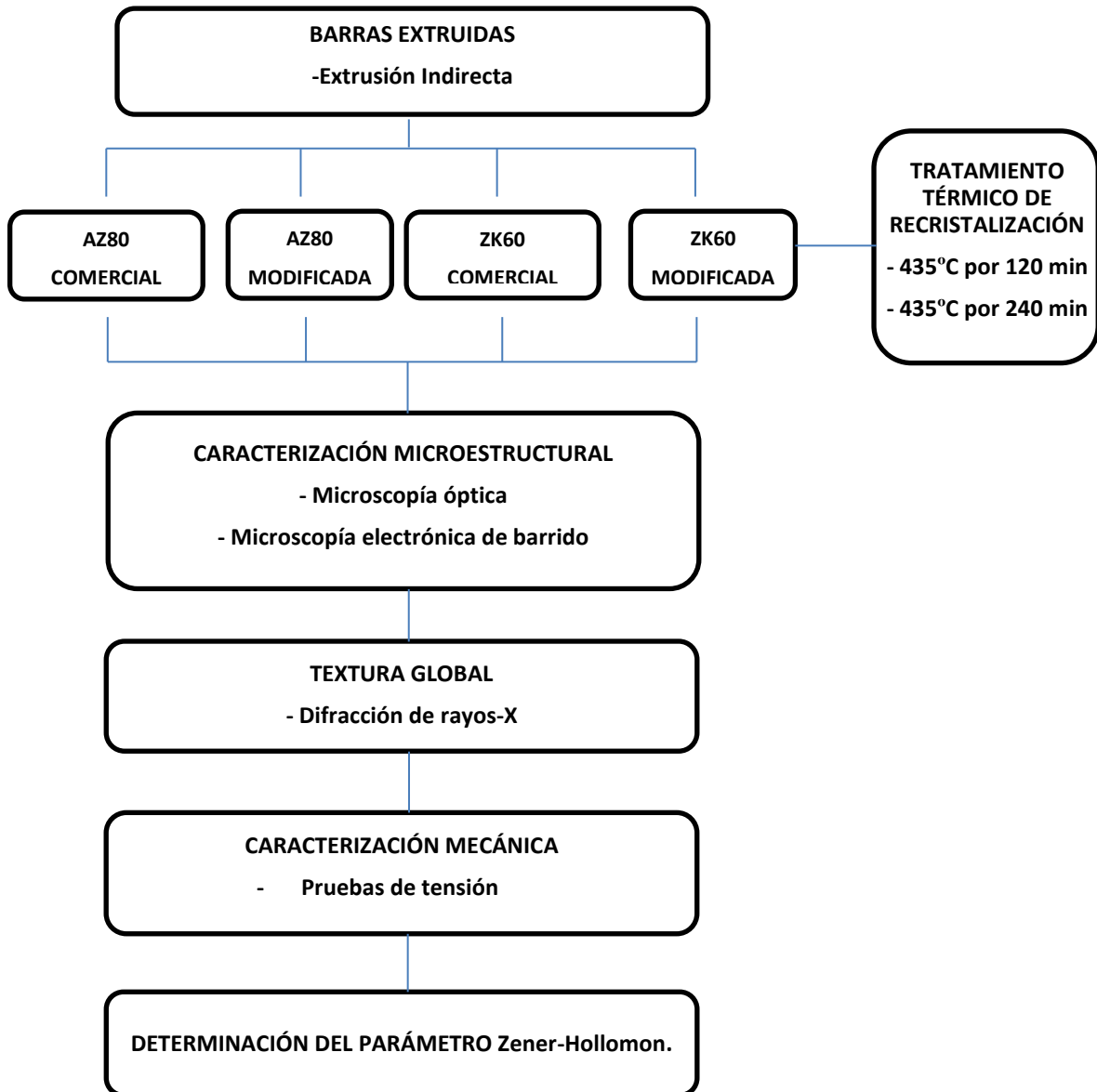


Figura 24. Procedimiento experimental.

## 3.2 Barras Extruidas

Las aleaciones de magnesio AZ80 y ZK60 tanto comerciales como modificadas fueron proporcionadas por un consorcio de asociaciones industriales, empresas y organizaciones de investigación que han comenzado recientemente a trabajar en la forja de magnesio. Su objetivo general es proporcionar tecnologías adaptadas y rentables para la fabricación componentes de magnesio forjado en aplicaciones de gran volumen sobre todo en vista de uso final dentro de la industria automotriz [89-90].

El tratamiento termomecánico utilizado fue extrusión indirecta, sin embargo, los parámetros como temperatura de extrusión, relación de extrusión, velocidad y carga aplicada son confidenciales. Las aleaciones utilizadas en este estudio ya tienen algunas aplicaciones y los resultados demuestran ofrecen la posibilidad de producir componentes de geometrías complejas similares a piezas elaboradas de aluminio [91].

## 3.3 Caracterización Microestructural

Para poder llevar a cabo la caracterización microestructural, las muestras fueron montadas en frío con resina (DEMOTEC 30) en dirección paralela a la carga aplicada durante la extrusión. Posteriormente fueron desbastadas con lijas de carburo de silicio de 600, 1000, 1500, 2000 y 2500, para posteriormente ser pulidas usando un paño de Neopreno y una solución de pulido de OPS (silica coloidal) 0.05  $\mu\text{m}$ , usando como lubricante una solución de agua destilada, jabón líquido e hidróxido de Sodio.

El ataque químico para revelar la microestructura se realizó con una solución de ácido pícrico; 150 ml de etanol, 36 ml de agua destilada, 6.5 ml de ácido acético y 36 g de ácido pícrico. Se atacó por 10 segundos y se retiró el reactivo de la superficie con agua destilada y etanol. Posteriormente se obtuvieron fotografías en el microscopio óptico marca Leica<sup>TM</sup>, modelo DM 1500, con una cámara marca Color View (ver figura 25 a y b). El software AnalySIS Pro fue utilizado para tomar las fotos y medir el tamaño de grano.

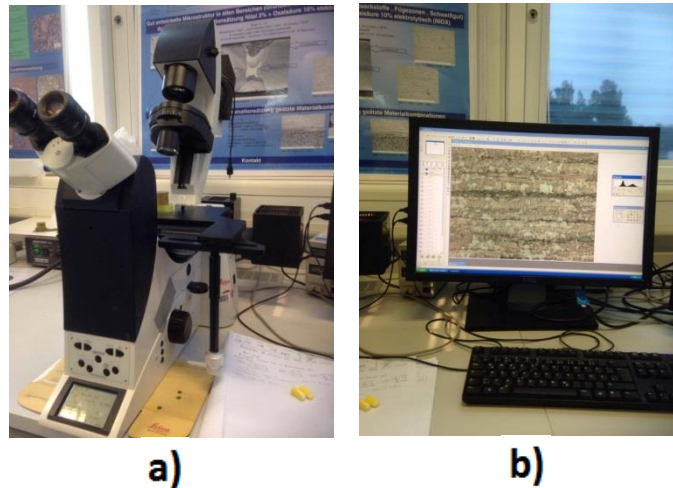


Figura 25. a) Microscopio Leica™ DM1500M y b) equipo de cómputo acoplado a microscopio usado en HZG.

## 3.4 Tratamiento Térmico de Recristalización

Una vez obtenido el análisis microestructural después del tratamiento termomecánico, se realizaron tratamientos térmicos de recristalización únicamente para la aleación ZK60 modificada ya que no presentó una completa recristalización una vez concluida la extrusión, los parámetros utilizados se muestran en la tabla 4 y la figura 26 ilustra el equipo utilizado para el tratamiento térmico.

Tabla 4. Parámetros utilizados durante el tratamiento térmico de recristalización.

<b>TRATAMIENTO TÉRMICO DE RECRISTALIZACIÓN</b>	<b>TEMPERATURA (° C)</b>	<b>TIEMPO (min)</b>
	400	120
		180
		240
	435	120
240		



Figura 26. Equipo utilizado en HZG para el tratamiento térmico de recristalización para la aleación ZK60 modificada.

## 3.5 Textura Global

Para medir la textura global se realizó un análisis por medio de un difractómetro de rayos X PANalytical™, usando un goniómetro de texturas como se muestra en la figura 27 a y b. Las muestras fueron desbastadas y pulidas en forma circular (1 cm de diámetro) para cada aleación y posteriormente se montaron en una placa de acrílico figura 27 c. Para llevar a cabo la experimentación, la superficie de las muestras se colocó paralelamente a la base del portamuestras, usando un haz monocromático de rayos X de cobre.

Los resultados obtenidos se procesaron con ayuda del software X'Pert Texture, para finalmente obtener las figuras de polo de cada aleación.

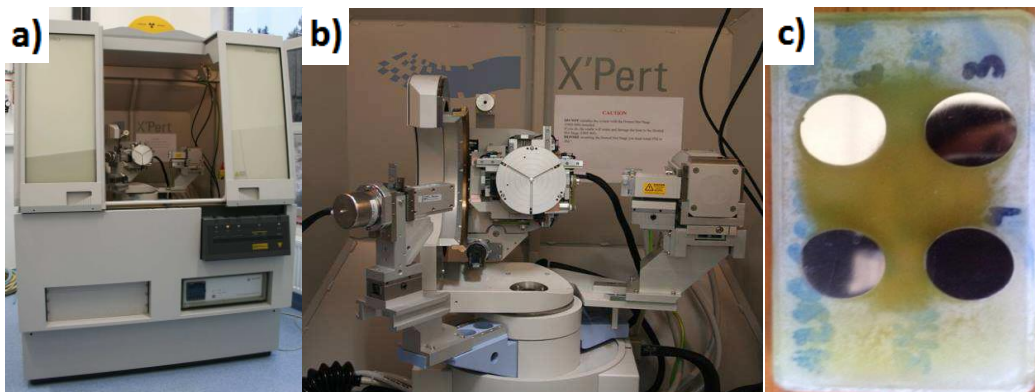


Figura 27. a) Equipo de difracción de rayos X, b) goniómetro de texturas PANalytical Xpert™ y c) muestras para la medición de textura global, utilizado en el HZG.



En la tabla 5 se muestran los ángulos de Bragg, correspondientes a cada figura de polo analizada durante difracción de rayos X.

Tabla 5. Figuras de polos y sus ángulos de Bragg correspondientes a difracción CuK $\alpha$ .

Plano	Figura de polo (Miller)	Figura de polo (Miller-Bravais)	Ángulo de Bragg
Plano prismático	(100)	(10 $\bar{1}$ 0)	32.28°
Plano basal	(001)	(0002)	34.43°
Plano piramidal	(101)	(10 $\bar{1}$ 1)	36.68°
Plano piramidal	(102)	(10 $\bar{1}$ 2)	47.86°
Plano prismático	(110)	(11 $\bar{2}$ 0)	57.41°
Plano piramidal	(103)	(10 $\bar{1}$ 3)	63.18°

## 3.6 Caracterización mecánica

A partir de las barras se fabricaron probetas para ensayos de tensión como se muestra en la figura 28, éstas fueron maquinadas en dirección paralela a la dirección de extrusión de acuerdo a la norma DIN 50125 M6.

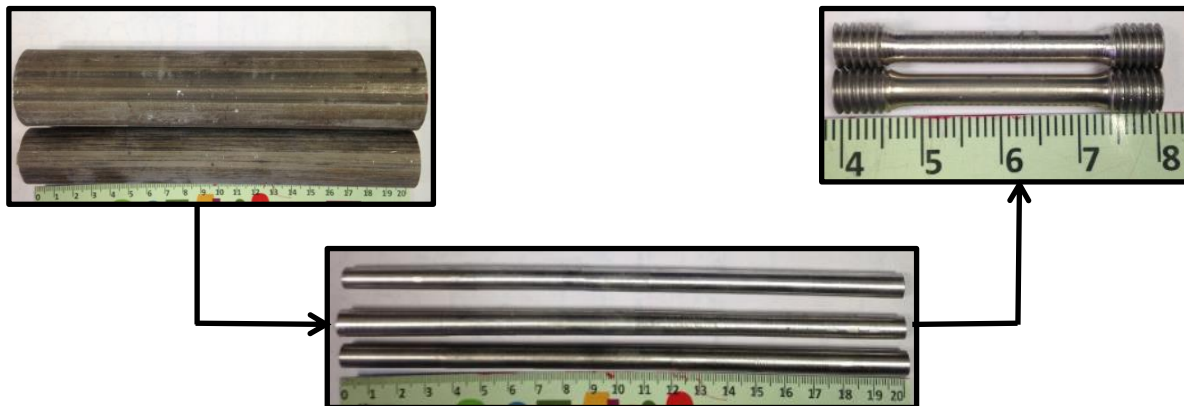
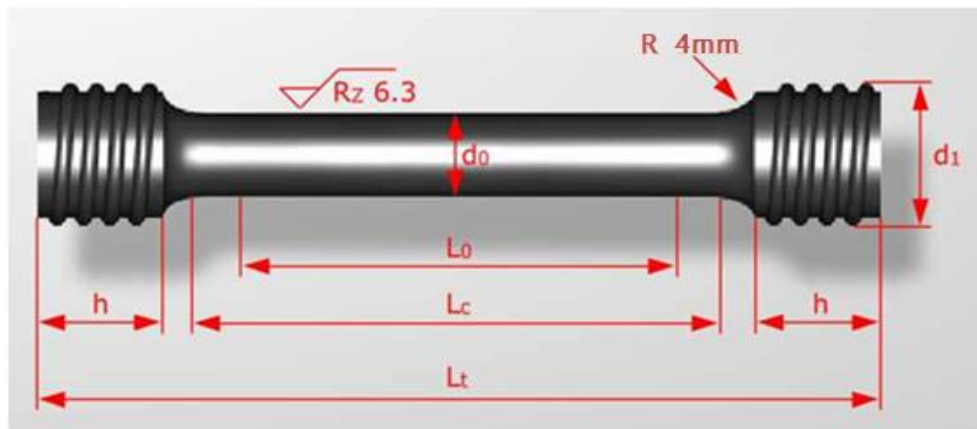


Figura 28. Experimentación para el maquinado de probetas.

En la figura 29 se observa la probeta utilizada y las dimensiones, (también ver anexo I).



$d_0$	$L_0$	$d_1$	$h$	$L_c$	$L_t$
4 mm	20 mm	M6	6 mm	24 mm	40 mm

Nota: M6 se refiere al tipo de rosca que posee la probeta en los extremos.

Figura 29. Probeta para realizar los ensayos de tensión.

Se utilizó una máquina de tensión universal Zwick™ Z050. Se realizaron ensayos de tensión para las aleaciones comerciales y modificadas a diferentes temperaturas: 150, 200 y 250° C con velocidad de deformación de  $10^{-2}$ ,  $10^{-3}$  y  $10^{-4}$   $s^{-1}$ , como se muestra en la tabla 6.

El calentamiento de las probetas durante el ensayo fue aplicado mediante un horno eléctrico, el cual mantiene las probetas a una temperatura constante dentro de un rango de  $\pm 1^\circ C$ . Antes de comenzar la prueba, las probetas fueron precalentadas a la temperatura seleccionada por 10 minutos con el fin de tener una temperatura homogénea y estable. Una vez que la probeta fracturo, éstas fueron inmediatamente templadas en agua para retener la microestructura en el momento de la fractura. Por ultimo las gráficas esfuerzo vs deformación fueron arrojadas por el software testXpert®.

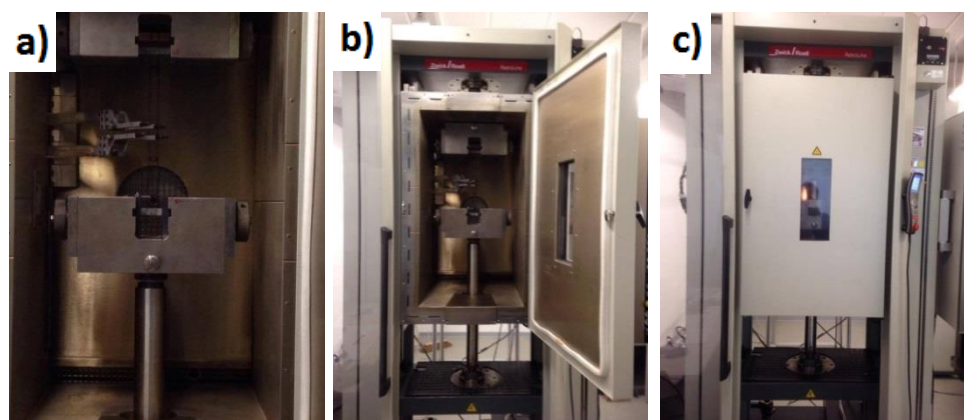


Figura 30. Máquina de tensión universal Zwick™ Z050 utilizada en el HZG: a) mordazas de la máquina, b) colocación del horno eléctrico para el calentamiento de las probetas y c) imagen adquirida durante un ensayo de tensión.

### 3.7 Determinación del parámetro Zener-Hollomon

Con la finalidad de relacionar el esfuerzo y la deformación en términos de variables de temperatura y velocidad de deformación (utilizados durante las pruebas de tensión) en un solo factor, fue a través del cálculo del parámetro Zener-Hollomon.

Es reconocido que el esfuerzo de flujo depende de la temperatura y la velocidad de deformación y puede ser descrita en un solo factor  $Z$ , la velocidad de deformación compensada por temperatura [21].

$$Z = \dot{\varepsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right)$$

**Z:** parámetro Zener-Hollomon

**$\dot{\varepsilon}$ :** Velocidad de deformación

**Q:** Energía de activación efectiva para la deformación

**R:** constante universal de los gases

**T:** temperatura

La dependencia del esfuerzo de flujo de un experimento puede entonces reducirse a este parámetro. Una descripción general que es de uso común [21] es una ley hiperbólica:

$$Z = \dot{\varepsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) = A \cdot (\sinh(\alpha\sigma))^n$$

Donde **A**,  **$\alpha$** , **n** son constantes del material y que son independientes de la temperatura, velocidad de deformación y el esfuerzo. Existen varios procedimientos para derivar las constantes del material, sin embargo, este trabajo está basado en el estudio realizado por Juan Liu [92], utilizando el esfuerzo máximo a partir de las curvas esfuerzo real-deformación real como el único valor significativo

Tabla 6. Variables a utilizar durante las pruebas de tensión.

ALEACIÓN	CONDICIÓN	TEMPERATURA DE ENSAYO (°C)	VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN (s <sup>-1</sup> )
<b>AZ80</b>	COMERCIAL	150	10 <sup>-2</sup>
			10 <sup>-3</sup>
			10 <sup>-4</sup>
		200	10 <sup>-2</sup>
			10 <sup>-3</sup>
			10 <sup>-4</sup>
	MODIFICADA (Ce+Y)	150	10 <sup>-2</sup>
			10 <sup>-3</sup>
			10 <sup>-4</sup>
		200	10 <sup>-2</sup>
			10 <sup>-3</sup>
			10 <sup>-4</sup>
<b>ZK60</b>	COMERCIAL	150	10 <sup>-2</sup>
			10 <sup>-3</sup>
			10 <sup>-4</sup>
		200	10 <sup>-2</sup>
			10 <sup>-3</sup>
			10 <sup>-4</sup>
	250	10 <sup>-2</sup>	
		10 <sup>-3</sup>	
		10 <sup>-4</sup>	
MODIFICADA (Ce) con TT (435°C por 240 min)	150	10 <sup>-2</sup>	
		10 <sup>-3</sup>	
		10 <sup>-4</sup>	
	200	10 <sup>-2</sup>	
		10 <sup>-3</sup>	
		10 <sup>-4</sup>	
250	10 <sup>-2</sup>		
	10 <sup>-3</sup>		
	10 <sup>-4</sup>		

# CAPÍTULO 4

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

## 4.1 Análisis Químico de las Aleaciones

Para el análisis químico, una muestra de cada aleación fue analizada por la técnica de fluorescencia de Rayos X (X-Ray Fluorescence, XRF).

Los datos obtenidos del análisis químico se muestran en la tabla 7 para la aleación AZ80 y tabla 8 para la aleación ZK60. Como se puede observar, las aleaciones comerciales utilizadas en éste trabajo, cumplen con las composiciones nominales reportadas en la literatura. Se observan las cantidades adicionadas de los elementos cerio e itrio en el caso de aleaciones modificadas, por un lado, la aleación AZ80 tiene bajo contenido de itrio y contenido relativamente alto de cerio, por otro lado, la aleación ZK60 solo contiene el elemento cerio.

Tabla 7. Análisis químico de la aleación AZ80 comercial y modificada.

<i>ELEMENTO</i>	<i>Mg</i> (% peso)	<i>Al</i> (% peso)	<i>Mn</i> (% peso)	<i>Zn</i> (% peso)	<i>Ce</i> (% peso)	<i>Y</i> (% peso)
<i>TEÓRICO [97]</i>	Balance	7.8-9.2	0.12-0.5	0.4-1.5	-----	-----
<i>COMERCIAL</i>	90.94	8.40	0.15	0.51	-----	-----
<i>MODIFICADA</i>	90.42	8.0	0.18	0.5	0.7	0.2

Tabla 8. Análisis químico de la aleación ZK60 comercial y modificada.

<i>ELEMENTO</i>	<i>Mg</i> (% peso)	<i>Zn</i> (% peso)	<i>Zr</i> (% peso)	<i>Ce</i> (% peso)
<i>TEÓRICO [97]</i>	Balance	4.8-6.2	0.45-0.7	-----
<i>COMERCIAL</i>	94.55	5.0	0.45	-----
<i>MODIFICADA</i>	93.20	5.6	0.5	0.7



## 4.2 Tratamiento Termomecánico

### 4.2.1 Análisis Microestructural (MO)

En la figura 31 se muestra la microestructura de las aleaciones AZ80 comercial, AZ80 modificada, ZK60 comercial y ZK60 modificada obtenidas después del tratamiento termomecánico (extrusión indirecta).

La figura 32 indica la zona en la cual las muestras fueron tomadas para analizar la microestructura.

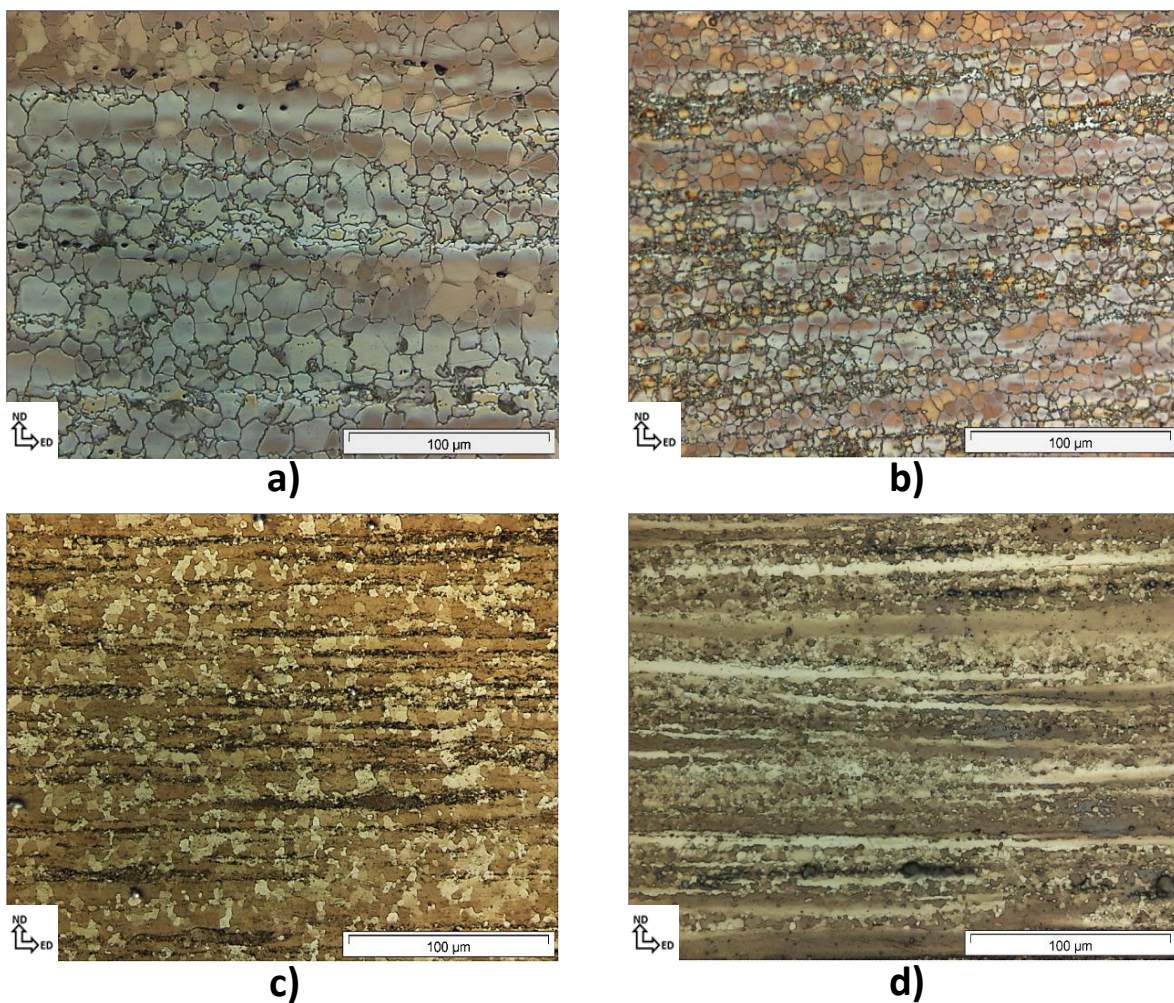


Figura 31. Microestructuras obtenidas después del tratamiento termomecánico para las aleaciones: a) AZ80 comercial, b) AZ80 modificada, c) ZK60 comercial y d) ZK60 modificada.

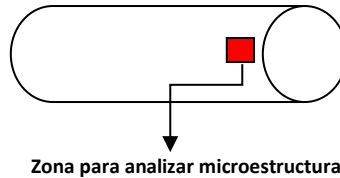


Figura 32. Zona en la cual se obtuvieron las muestras para análisis microestructural.

La figura 31 a) muestra la aleación AZ80 comercial, después del tratamiento termomecánico, se puede observar una microestructura relativamente homogénea, esto se debe al alto contenido de aluminio (de 7.8 a 9.2% en peso) [86 y 93]. La mejora en la microestructura se debe al resultado del proceso de recristalización dinámica que se manifiesta durante el tratamiento termomecánico. La temperatura de solidus disminuye al aumentar el contenido de aluminio y, por lo tanto, también influye en la recristalización la cual conduce a una microestructura más homogénea [86].

Una característica importante de las aleaciones de la serie AZ, es la formación de la fase  $Mg_{17}Al_{12}$ , este compuesto intermetálico se ubica en la zona de los límites de grano por tal motivo es difícil observarla.

Un notorio refinamiento del tamaño de grano es observado en la aleación AZ80 modificada (figura 31 b), además, presenta una microestructura no homogénea, debido al efecto que tienen los elementos cerio e itrio, ya que promueven la formación de partículas de segunda fase, también, se observan bastantes bandas de segregación en dirección paralela a la dirección de extrusión (ver figura 31 b), en las cuales existe acumulación de las nuevas fases formadas con dichas adiciones (más adelante se presentan los resultados de microanálisis que afirman las fases formadas y se corrobora con el diagrama de fases).

La aleación ZK60 comercial (ver figura 31 c), de igual manera, presenta una microestructura relativamente homogénea, a simple vista se percibe que posee un tamaño de grano pequeño, también se observan bandas de segregación paralelamente a la dirección de extrusión, en mayor cantidad comparado con las aleaciones anteriores, las cuales repercuten fuertemente sobre las propiedades mecánicas y textura cristalográfica.

Por otra parte, la aleación ZK60 con adición de cerio (ver figura 31 d) presenta zonas en las cuales el grano es muy refinado y en algunas zonas no lo es, es decir, que posee una microestructura bimodal, pequeños granos recristalizados y zonas en las cuales no existe una completa recristalización (o grandes granos deformados) lo que es más difícil cuantificar el tamaño de grano, también se observan la precipitación de una segunda fase sobre las bandas de deformación. Por ello, se realizó el estudio de microanálisis cualitativo y cuantitativo en la zona general, sobre las bandas de segregación y en los precipitados, por la técnica de MEB.



## 4.2.2 Tratamiento térmico de recristalización

El análisis microestructural de la aleación ZK60 modificada, no mostró una completa recristalización, como se observó en figura 31 d). Debido a esto, se realizaron tratamientos térmicos de recristalización, con el fin de obtener una microestructura homogénea y disminuir la presencia de los grandes granos deformados.

La figura 33 muestra la evolución microestructural después de los tratamientos térmicos, realizados a 400 °C por: a) 120 min, b) 180 min y c) 240 min.

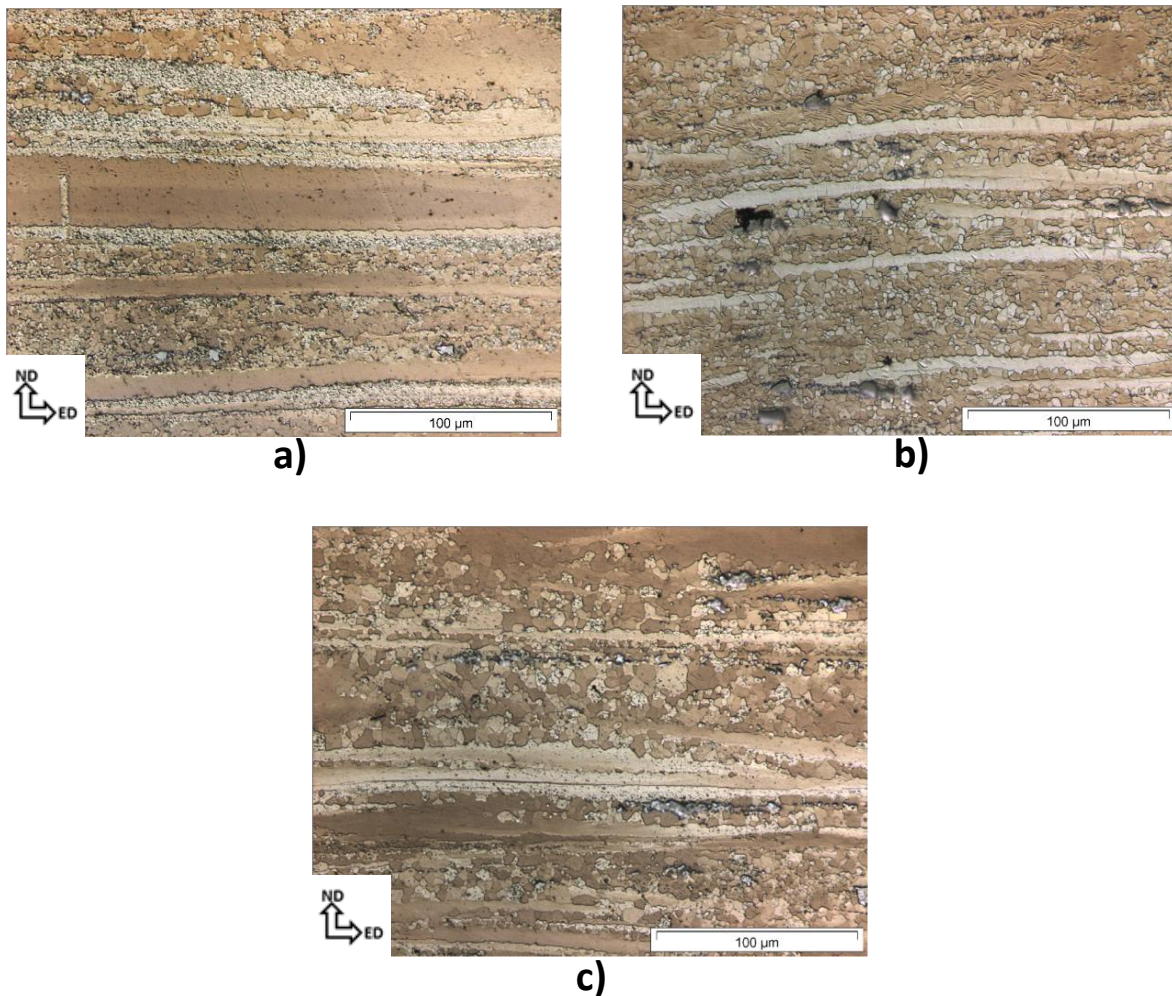


Figura 33. Microestructuras obtenidas después del tratamiento térmico de recristalización de la aleación ZK60 modificada: a) TT a 400 °C por 120 min, b) TT a 400 °C por 180 min y c) TT a 400 °C por 240 min.

Con el tratamiento a 400 °C por 120 min (ver figura 33 a), no se observa recristalización, debido a la continua existencia de áreas sin recristalizar, los granos que se observan son muy pequeños indicando que el fenómeno de refinamiento del grano está presente. El tratamiento a 400 °C por 180 min (ver figura 33 b), se comienzan a observar menos granos alargados, además, el tamaño de grano comienza a crecer. Tratamiento térmico a 400 °C por 240 min (ver figura 33 c), es notorio que el crecimiento del grano va en aumento y aún existen algunas zonas sin recristalización, en general, con los parámetros mencionados aún no se consigue una microestructura homogénea.

Por último, se realizaron los TT a 435 °C por 120 min y 240 min como se ilustran en la figuras 34 b) y 34 c), respectivamente, con ayuda del diagrama de fases construido con el software PANDAT [94], se puede observar la zona en la cual se está llevando a cabo el TT (ver figura 34 a) con la finalidad de evitar la formación de una fase líquida, las zonas sin recristalizar continúan, pero en comparación a los otros tratamientos térmicos mostrados en figura 33, éstas disminuyen considerablemente, sin embargo, el crecimiento del grano va en aumento a medida que el tiempo incrementa.

Por lo tanto, la tendencia que se observó fue; que al incrementar el tiempo con una temperatura fija los sitios sin recristalizar se reducían pero no lo suficiente, por ello, la temperatura fue una segunda variable, al incrementarla con un tiempo mayor (240 min), la recristalización es mejor, sin embargo, existe crecimiento del tamaño de grano.

Muchos autores ya han trabajado con aleaciones de la serie ZK con adiciones de otros elementos, por ejemplo, Lizi Liu y colaboradores [83], estudiaron una aleación Mg-Zn-Zr-Y-Ce procesada por extrusión en caliente, posteriormente, llevaron a cabo tratamientos térmicos de envejecido a 180 °C a un rango de tiempo de 0-50 horas, donde el mejor tiempo fue a 15 horas, ambas aleaciones presentaron las mismas fases; Mg- $\alpha$ , MgZn<sub>2</sub>, Mg<sub>3</sub>Zn<sub>3</sub>Y<sub>2</sub>, y Mg-Zn-Ce, sin embargo, el incremento de la ductilidad en la aleación con tratamiento térmico es debido al bajo número de defectos obtenidos (se inhibe el movimiento de dislocaciones) después del envejecido. Es decir, que los tratamientos térmicos juegan un papel muy importante ya que promueven modificación de la microestructura y textura cristalográfica, esto a partir del fenómeno de recristalización estática que sucede durante el tratamiento térmico.

En algunos casos benefician al material, en el caso de este estudio la microestructura no es la que se esperaba, sin embargo, es una aportación, ya que podremos observar el efecto de los parámetros establecidos sobre comportamiento mecánico de esta aleación.

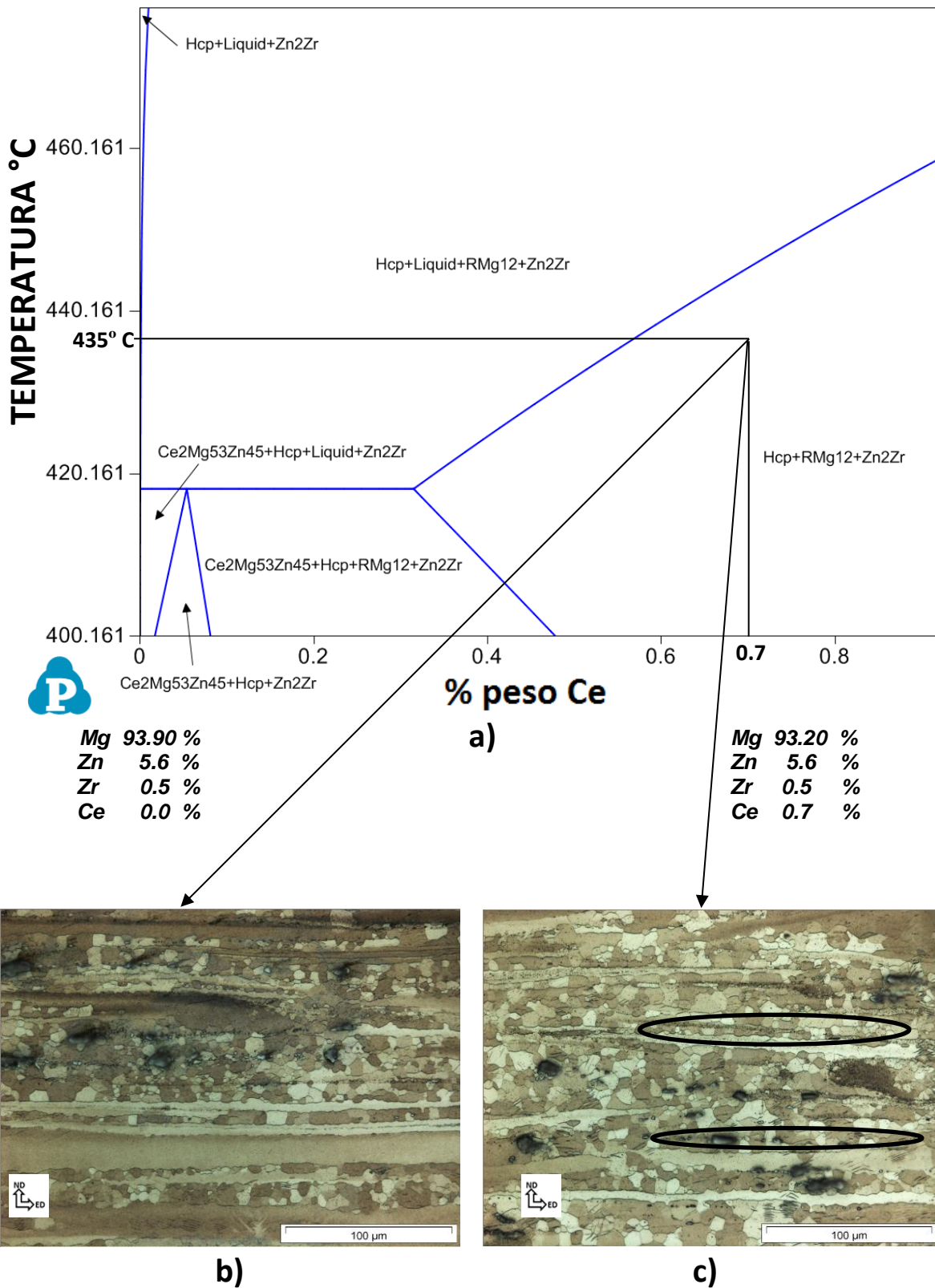


Figura 34. a) Diagrama de fases del sistema Mg-Zn-Zr-Ce, con variación de cerio, b) TT a 435 °C por 120 min y c) TT a 435 °C por 240 min.

### 4.2.3 Análisis Microestructural (MEB)

La figura 35 ilustra los resultados obtenidos de MEB para cada una de las aleaciones, y en seguida se aprecian las tablas 9 y 10 para las aleaciones de la serie AZ y ZK, respectivamente, en donde presentan los contenidos de cada elemento (% en peso) que se encuentra presente en cada aleación indicados por puntos en la figura 35.

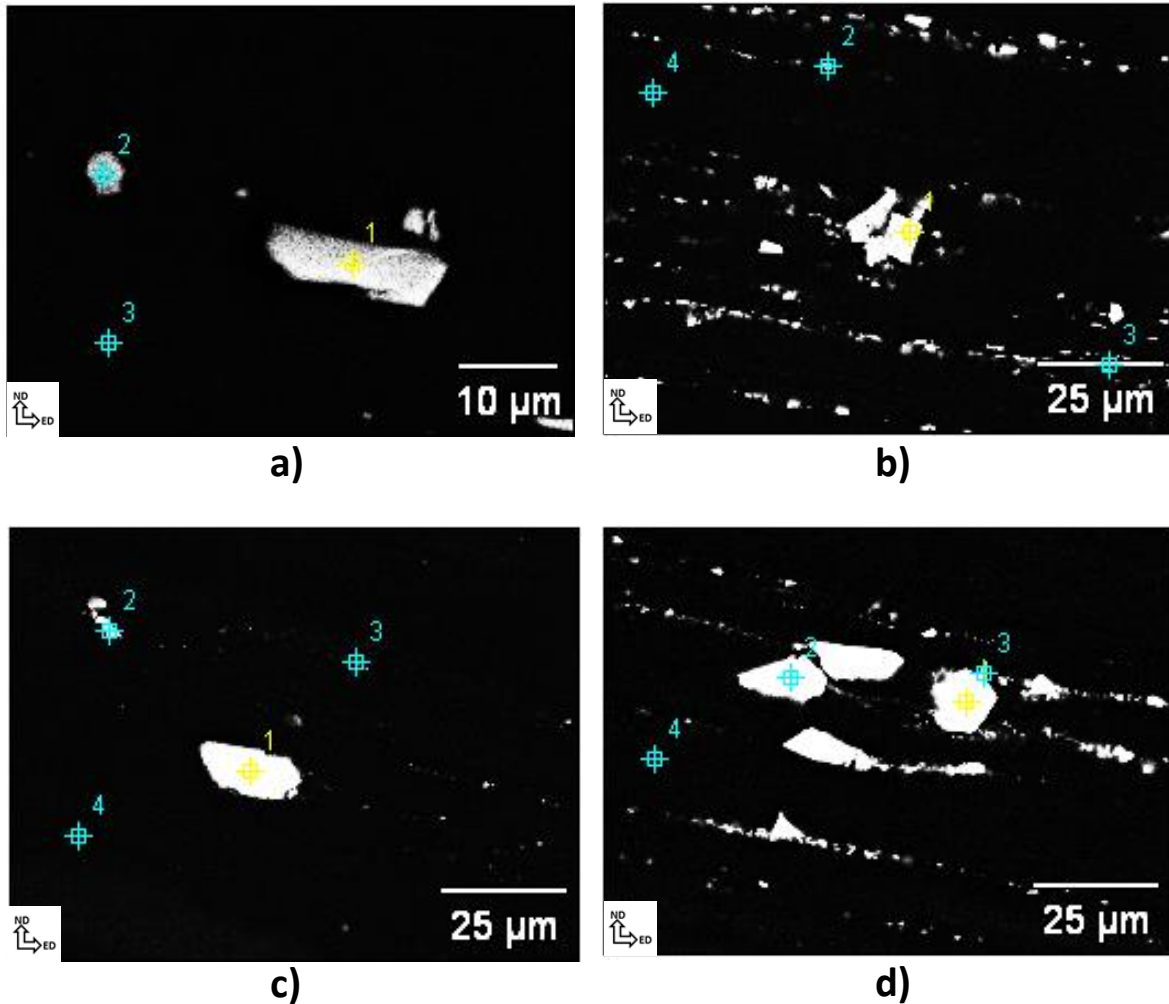


Figura 35. Microanálisis de las aleaciones: a) AZ80 comercial, b) AZ80 modificada, c) ZK60 comercial y d) ZK60 modificada.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Tabla 9. Microanálisis cualitativo y cuantitativo para las aleaciones AZ80 comercial y AZ80+Ce+Y.

Figura	Aleación	# Punto	Mg (% peso)	Al (% peso)	Mn (% peso)	Y (% peso)	Ce (% peso)
36 a)	AZ80 COMERCIAL	1	4.36	42.36	53.28		
		2	51.21	29.86	18.94		
		3	94.54	5.46			
36 b)	AZ80 MODIFICADA	1	2.20	35.10	34.13	10.49	18.08
		2	72.88	12.82		4.48	9.82
		3	67.53	9.80	1.21	2.07	19.39
		4	97.40	2.60			

Tabla 10. Microanálisis cualitativo y cuantitativo para las aleaciones ZK60 comercial y ZK60+Ce.

Figura	Aleación	# Punto	Mg (% peso)	Zn (% peso)	Zr (% peso)	Ce (% peso)
36 c)	ZK60 COMERCIAL	1		32.52	67.48	
		2	23.09	36.93	39.98	
		3	74.86	17.35	7.79	
		4	94.83	5.17		
36 d)	ZK60 MODIFICADA	1	30.09	44.44		25.47
		2	30.23	43.61		26.16
		3	42.83	41.55	15.00	
		4	95.14	4.86		

Para el caso de la aleación AZ80 comercial (figura 35 a) el punto 3 indica la matriz que es completamente de magnesio, en el punto 2 se encuentra la fase intermetálica  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> debido a que el magnesio y el aluminio son totalmente solubles en el estado líquido, finalmente teniendo una reacción eutéctica que forma a este compuesto.

Durante el enfriamiento de las aleaciones de aproximadamente el 8% de Al (dependiendo de la velocidad de enfriamiento), dicha precipitación, Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>, comienza en los límites de grano y tiene una forma laminar [95], esta forma laminar también se observó dentro de algunos granos de la aleación mencionada.

También en el mismo punto 2 se cuantifica una cantidad considerable de Mn y aparece en mayor proporción en el punto 1, la cual con la presencia de aluminio,





## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Para la aleación AZ80 modificada, en el punto 1 (ver figura 35 b), con respecto a lo analizado conlleva a concluir que existe la formación de fase intermetálicas entre los elementos Mg-Al-Y-Ce-Mn (con muy poca cantidad de Mg) las cuales son partículas que relativamente grandes que se ubican de manera incoherente en la matriz de magnesio y de acuerdo al diagrama de fases de este sistema, figura 37, los compuestos presentes son  $Al_4MgY$ ,  $Al_4Mn$  y  $Ce_3Al_{11}$ . El punto 2 presenta una composición similar al punto 1, solo que existe un aumento de Mg con una disminución de Al, Ce e Y, sin aparición de Mn, por lo tanto las fases presentes podrían ser:  $Mg_{17}Al_{12}$ ,  $Al_4MgY$  y  $Ce_3Al_{11}$ . El punto 3 existe una disminución de Mg, Al e itrio, un incremento de Ce además se suma el Mn, con respecto al punto 2 y de igual manera dichas partículas se ubica sobre las banda de segregación, por último el punto 4 indica la zona de la matriz.

Fases similares reportó Xie Jian-chang y colaboradores [85], observaron que al adicionar itrio y neodimio a una aleación AZ81, promueven la formación de las fases  $Al_2Y$  y  $Al_2Nd$ , y que obviamente provocan un refinamiento del tamaño del grano, L. Melo y colaboradores [31], encontraron la misma fase ( $Al_2Y$ ) sobre una aleación AZ31. Sin embargo, la aleación AZ80 modificada de este estudio contiene pequeñas cantidades de cerio e itrio lo cual promueve la formación de compuestos diferentes.

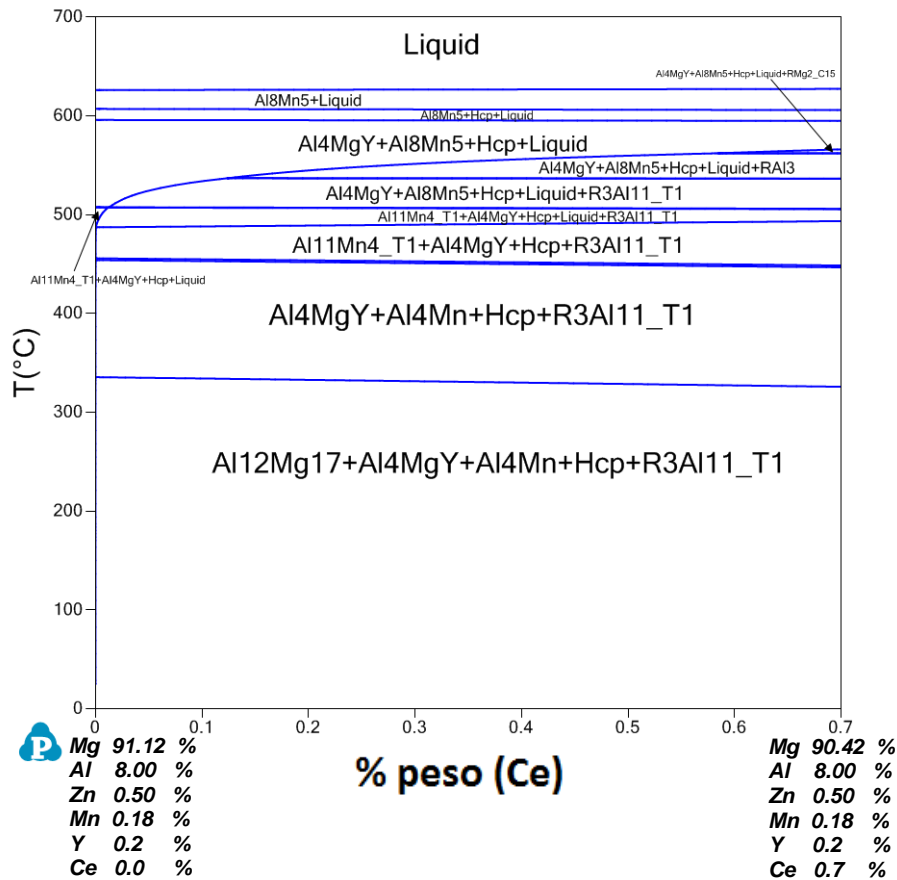


Figura 37. Diagrama de fases del sistema Mg-Al-Zn-Mn-Ce-Y, con variación de cerio.

Por otro lado, para la aleación ZK60 comercial (ver figura 35 c), el punto 4 corresponde a la matriz, el punto 1 es un precipitado con una composición aproximada de  $Zr_2Zn$  (rico en Zr) sobre la matriz de magnesio y que es la responsable del refinamiento del grano, aunque el mecanismo exacto sigue siendo objeto de investigación [97], hay una serie de factores clave que contribuyen al refinamiento de grano, 1) La similitud de los parámetros de red entre el magnesio y zirconio (ver Tabla 11).

Tabla 11. Parámetros de red de Mg y Zr [111].

<i>ELEMENTO</i>	<i>a (nm)</i>	<i>c (nm)</i>	<i>c/a</i>	<i>ESTRUCTURA</i>
<i>Mg</i>	0.320	0.514	1.606	HCP
<i>Zr</i>	0.323	0.520	1.610	HCP

2) La presencia de una reacción peritética entre Zr y Mg cerca del punto de enfriamiento, 3) La necesidad de que el magnesio líquido sea saturado por zirconio justo por encima del punto de enfriamiento y por lo tanto, núcleos ricos en zirconio comienzan a formarse en zona del límite de grano y sobre las bandas de deformación y/o segregación.

Los puntos 2 y 3 corresponden a pequeñas partículas que se ubican sobre los límites de grano:  $MgZn$  y  $MgZn_2$ , es sabido dichas partículas son las principales fases de endurecimiento de las aleaciones de la serie ZK [98, 99, 100].



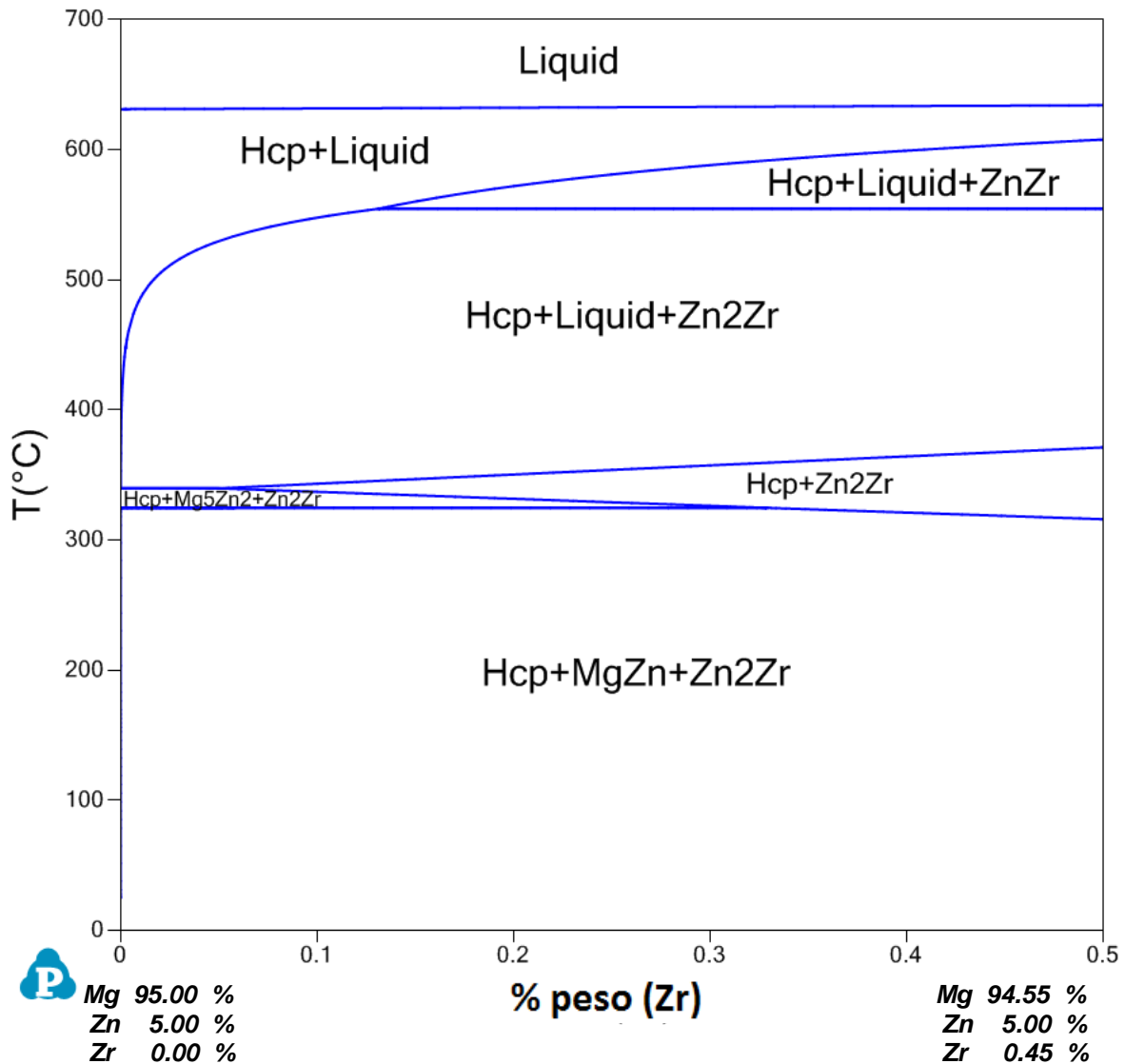


Figura 38. Diagrama de fases del sistema Mg-Zn-Zr, con variación de zirconio.

Por último la aleación ZK60 modificada (ver figura 35 d), en el punto 1 y 2 se encuentra presente el compuesto intermetálico Mg-Zn-Ce, marcado en el diagrama como:  $Ce_2Mg_{53}Zn_{45}$ , además de presentar la fase  $CeMg_{12}$  trabajos previos han reportado fases similares, por ejemplo: Mg-Zn-Gd [84] y Mg-Zn-Ce [83]. El punto 3, se refieren a pequeñas partículas compuestas por MgZn y  $Zn_2Zr$ , como en la aleación comercial y finalmente el punto 4 representa la matriz.

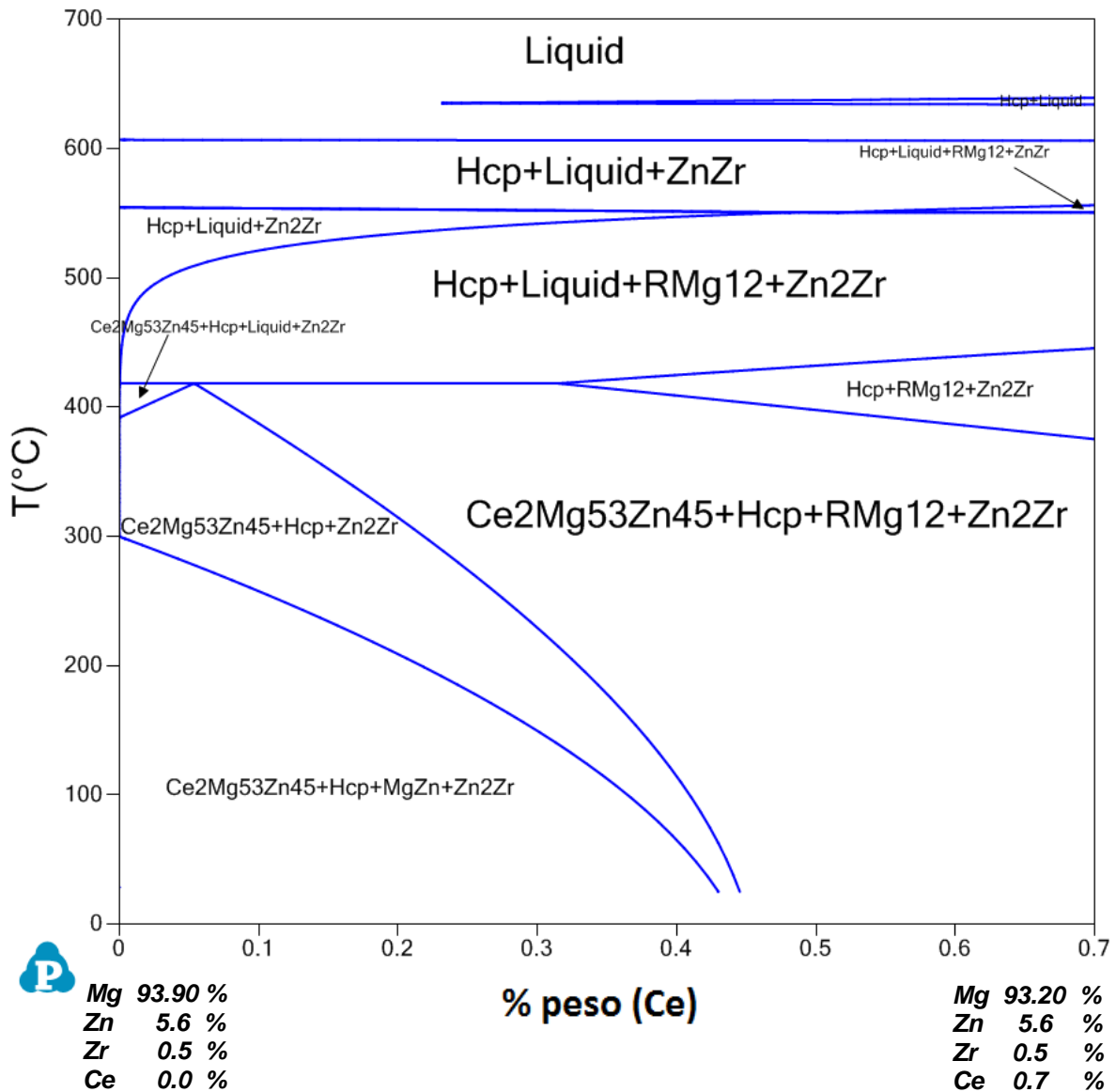


Figura 39. Diagrama de fases del sistema Mg-Zn-Zr-Ce, con variación de cerio.

Como ya se había observado y/o mencionado anteriormente, el principal objetivo de realizar tratamientos térmicos de recristalización para la aleación ZK60 modificada, fue el de obtener una estructura homogénea, sin embargo, esto no fue posible debido a la existencia de zonas sin recristalizar, además de presentar crecimiento del tamaño de grano, a medida que la temperatura y el tiempo incrementaban, para ello también se realizó microanálisis para la aleación modificada con TT, con el fin de observar si existen diferencias con resultados que presenta la aleación sin TT.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La figura 40 muestra el microanálisis de la aleación ZK60 modificada y con TT y la tabla 12 compara la aleación ZK60 modificada sin TT y la aleación ZK60 modificada con TT.

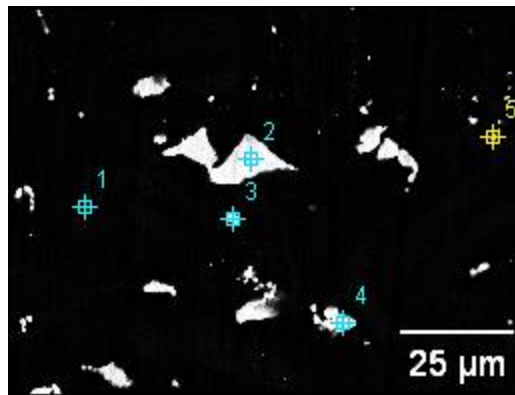


Figura 40. Microanálisis de la aleación ZK60 modificada y con TT.

Se entiende que el Zr es el principal inhibidor del crecimiento del grano en aleaciones de la serie ZK, como se puede observar en la tabla 12, el microanálisis que presentó la aleación ZK60 modificada con TT no contiene mucha cantidad de zirconio, es decir, la mayor cantidad de zirconio que se cuantificó en la aleación sin TT se encuentra sobre los precipitados del punto 3, en cambio, el poco zirconio presente en la aleación con TT dopada se concentra en la matriz, ver mapeo [Anexo III]. Por otro lado, los puntos 2, 3 y 4, se encuentran los elementos Mg, Zn y Ce, los cuales podrían formar fases similares a la aleación sin TT que se encuentran en los puntos 1 y 2 de la figura 35 d), que anteriormente se ha mencionado ser las fases Mg-Zn-Ce y CeMg<sub>12</sub>.

Tabla 12. Comparación entre la aleación ZK60 modificada con TT y ZK60 modificada sin TT.

Figura	Aleación	# Punto	Mg (% peso)	Zn (% peso)	Zr (% peso)	Ce (% peso)
41	ZK60 MODIFICADA CON TT	1	91.50	7.04	1.46	
		2	35.86	37.31		26.83
		3	62.13	22.97		14.90
		4	43.15	32.57		24.28
		5	94.11	5.89		
36 d)	ZK60 MODIFICADA SIN TT	1	30.09	44.44		25.47
		2	30.23	43.61		26.16
		3	42.83	41.55	15.00	
		4	95.14	4.86		

## 4.2.4 Tamaño de grano de las aleaciones

El tamaño de grano promedio fue medido con ayuda del software AnalySIS Pro, obteniendo tamaños de  $8\pm 3 \mu\text{m}$  para AZ80 comercial,  $4\pm 2 \mu\text{m}$  para AZ80 modificada,  $4\pm 2 \mu\text{m}$  para la aleación ZK60 comercial, la aleación modificada ZK60 registro un área recristalizada del  $\sim 50\%$  [Anexo II], con un tamaño de promedio de  $3\pm 3 \mu\text{m}$  en las zonas recristalizadas y la aleación ZK60 modificada con TT obtuvo tamaño de  $7\pm 7 \mu\text{m}$ , la figura 41 resume estos valores.

Se observa la influencia de la cantidad de itrio y cerio en el tamaño de grano, es decir, para la aleación AZ80 modificada después de la extrusión desarrolló un tamaño de grano más fino al igual que la aleación ZK60 modificada sin embargo, esta, presenta grandes zonas sin recristalizar (grandes granos alargados), por lo que fue necesario realizarle tratamientos térmicos de recristalización, al final del TT, las zonas sin recristalizar disminuyeron, pero, se obtuvo un tamaño de grano grande.

La baja desviación estándar en aleaciones AZ80 modificada y ZK60 comercial significa la homogeneidad del tamaño de grano en la microestructura, es decir, la mayoría de los granos son de un tamaño muy similar, caso contrario se observa en las aleaciones AZ80 comercial y ZK60 modificada con y sin TT, en estas dos últimas con mayor desviación estándar debido a la microestructura bimodal.

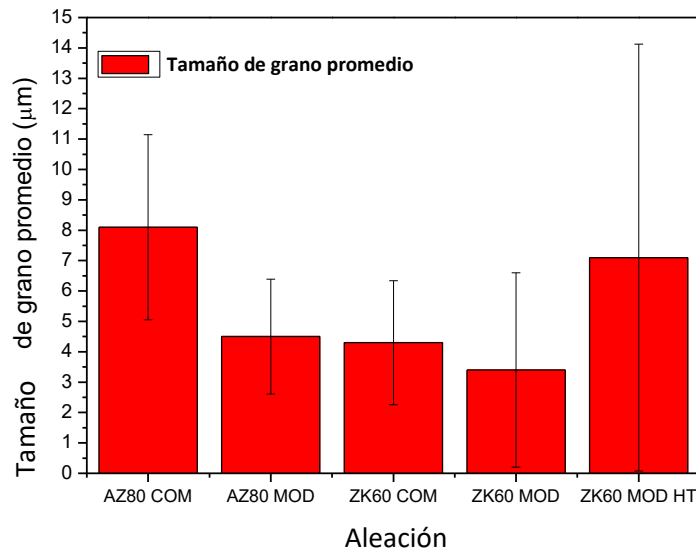


Figura 42. Tamaño de grano promedio de cada aleación.

### 4.3 Textura global después de la extrusión

Para la medición de textura global se utilizaron las figuras de polo inversas (IPFs), para cada una de las aleaciones y se visualizan en la figura 42.

Debido a la simetría de la barra extruida, la IPF contiene toda la información relevante para describir la textura y, por lo tanto, se utilizará esta representación. Previamente, se obtuvieron las figuras de polo de cada aleación de los planos basales, prismáticos y piramidales [Anexo IV], para posteriormente el cálculo de las IPFs con ayuda del software MTEX®.

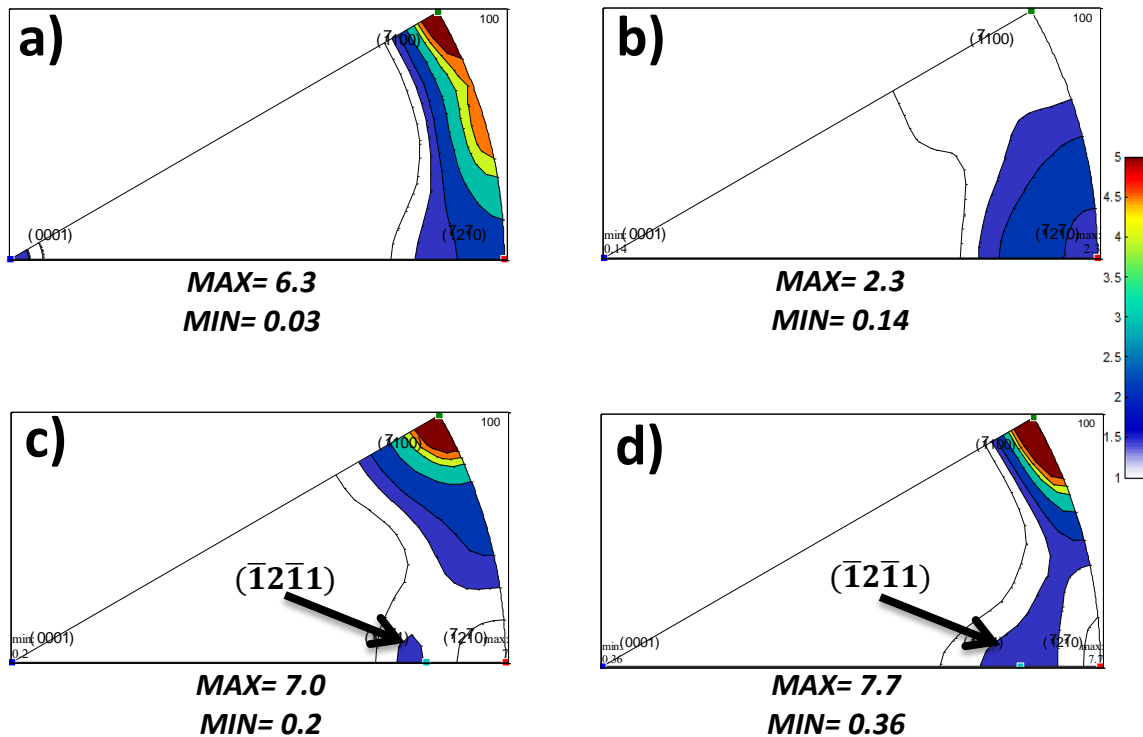


Figura 42. Figuras de polo inversa (0001); a) AZ80 comercial, b) AZ80 modificada, c) ZK60 comercial y d) ZK60 modificada con TT.

La figura 42 a) muestra la figura de polo inversa (IPF) de la aleación AZ80 comercial después de la extrusión, se observa una textura prismática de doble fibra  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ – $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ , típica de las aleaciones de magnesio bajo este tratamiento termomecánico [14, 15], esta característica puede ser relacionada con granos no recrystalizados, de modo que los planos basales se orientan paralelamente a la dirección de extrusión. Es conocido que tales texturas restringen la activación del deslizamiento basal durante la deformación, especialmente a temperatura ambiente y por lo tanto es desfavorable para la ductilidad [14,15]. Las intensidades más altas se encuentran a lo largo del arco entre los polos  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ – $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ , la intensidad máxima fue de 6.3.

La figura 43 muestra la típica orientación de los cristales de magnesio después de la extrusión.

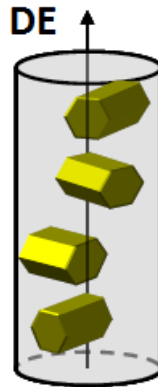


Figura 43. Muestra la típica orientación de los cristales de magnesio después de la extrusión [49], de una textura similar a la aleación AZ80 comercial de este estudio.

En la figura 42 b) se muestra la textura global de la aleación AZ80 modificada, claramente se observa un cambio significativo comparado con la aleación comercial, la intensidad del polo  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  es más débil y la distribución de intensidad hacia el polo  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  es más significativa. La adición de los elementos cerio e itrio en la aleación modificada permite la formación de granos recristalizados (ver figura 32 b), sin embargo, en la microestructura aún existen granos deformados pero con menor intensidad. Es por esta razón que el resultado de la textura fue diferente que la aleación AZ80 comercial. En este caso la intensidad del polo  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  fue más débil y el polo  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  fue más visible. La reducción de la intensidad se puede atribuir a un mejor proceso de recristalización en AZ80 modificada. Se ha reportado que los granos sin recristalizar están orientados principalmente al polo  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ , mientras que la mayoría de los granos recristalizados tienden a orientarse preferentemente hacia el polo  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  [60]. Esto puede explicar el haber reducido la textura en la aleación AZ80 dopada con Ce e Y.

La aleación ZK60 comercial presenta una fuerte textura prismática figura 42 c), es decir, la mayor intensidad se encuentra en el polo  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ . Una mayor intensidad en el polo mencionado indica un menor grado de DRX, este mismo efecto fue observado por Muhammad Shahzad [101].

Por otro lado, es muy notorio la modificación de la textura cristalográfica en esta aleación ya que durante la extrusión, se desarrolló la componente de textura  $\langle 11\bar{2}1 \rangle$  paralela a la dirección de extrusión (ED), la cual promueve que la mayoría de los granos sean favorables para deslizamiento basal, resultando una mejora en la ductilidad a temperatura ambiente [16]. Este tipo de componentes de textura no es frecuente encontrarlas en aleaciones convencionales, se han visto con mayor frecuencia en aleaciones de magnesio con adiciones de tierras raras (RE), tales como Ce, Nd, Gd e Y [102, 103].

La figura 44 muestra la manera en que podrían estar orientados los cristales de magnesio después de la extrusión en la aleación ZK60 comercial.

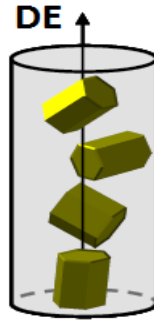


Figura 44. Manera en que podrían estar orientados los cristales de magnesio después de la extrusión en la aleación ZK60 comercial [49].

Por último la aleación ZK60 modificada figura 42 d, presenta una textura similar a la aleación comercial, indicando una intensidad aun mayor en el polo  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ , de igual manera demostrando que no existió el proceso de recristalización dinámica durante el tratamiento termomecánico, además, presenta el componente de textura  $\langle 11\bar{2}1 \rangle$  con mayor intensidad debido a la adición de Cerio, tal y como se esperaba.

La figura 45 resume, la intensidad máxima con respecto a las aleaciones utilizadas en este estudio.

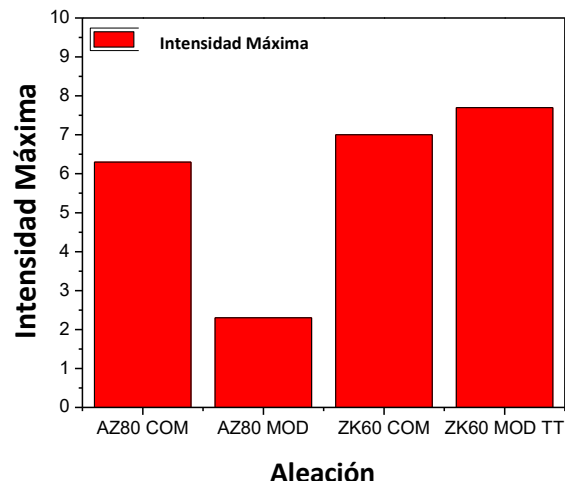


Figura 45. Intensidad máxima VS aleación, textura global después del tratamiento termomecánico.

## 4.4 Pruebas Mecánicas

Después de analizar el efecto de los elementos de cerio e itrio en las aleaciones AZ80 y ZK60 sobre el desarrollo de la textura cristalográfica, se estudiaron las

propiedades mecánicas, en condición de extrusión. Para esto, se llevaron a cabo ensayos de tensión utilizando probetas bajo la norma europea DIN 50125 M6 [anexo I].

Se realizaron pruebas de tensión a 150, 200 y 250°C con velocidad de deformación de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ,  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  y  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  para todas las aleaciones obtenidas en la dirección de extrusión.

## 4.4.1 Ensayos de tensión a temperatura ambiente

La figura 46 muestra las curvas esfuerzo ingenieril-deformación ingenieril de las aleaciones tanto comerciales como modificadas a temperatura ambiente con velocidad de deformación de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

La figura 47 tabla 13 se encuentra los valores de propiedades mecánicas de las aleaciones ensayadas a temperatura ambiente.

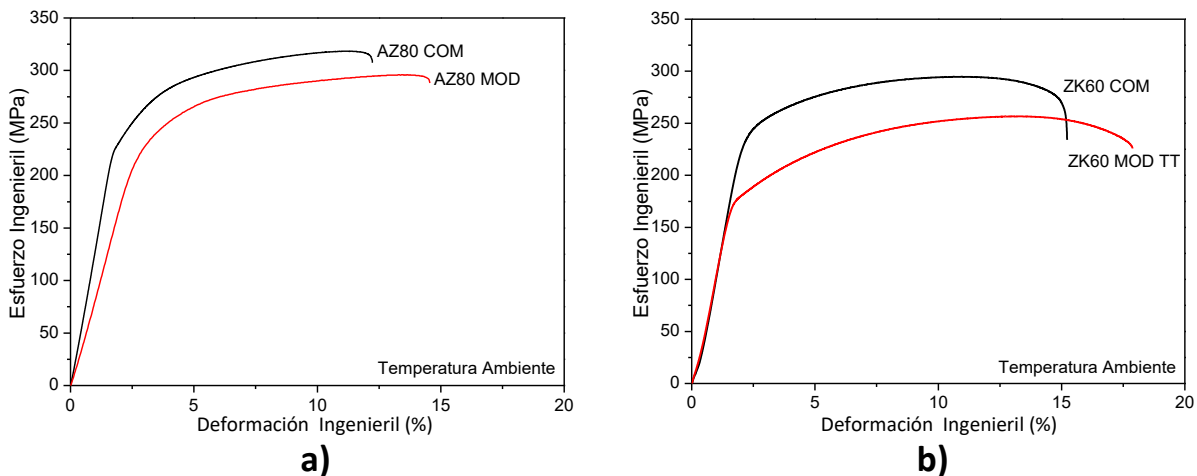


Figura 46. Curvas Esfuerzo Ingenieril VS Deformación Ingenieril: a) aleación AZ80 comercial y modificada y b) aleación ZK60 comercial y modificada con TT.

Tabla 13. Propiedades mecánicas a temperatura ambiente.

Aleación	Esfuerzo de Cedencia (MPa)	Resistencia a la Tensión (MPa)	Elongación a la fractura (%)
AZ80 <i>Literatura [40]</i>	215	300	8
AZ80 COMERCIAL	277	318	12
AZ80 MODIFICADA	230	296	14
ZK60 <i>Literatura [40]</i>	235	315	8
ZK60 COMERCIAL	252	294	15
ZK60 MODIFICADA TT	180	256	17



## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La aleación ZK60 modificada con TT obtuvo la mejor ductilidad a temperatura ambiente, debido a la textura resultante después del tratamiento termomecánico, sin embargo, posee los valores más bajos de esfuerzo de cedencia y esfuerzo máximo debido a la tamaño de grano grande. Por otro lado, la ductilidad más baja fue por parte de la aleación AZ80 comercial, debido a su fuerte textura basal que presenta, la cual promueve que la deformación se limite a temperatura ambiente, pero sin duda obtuvo los valores más altos de esfuerzo de cedencia y esfuerzo máximo, esto consecuente por la presencia del maclado. Las aleaciones AZ80 modificada y ZK60 comercial, obtuvieron tamaño de grano similar, de  $4\pm 1$  y  $4\pm 2$   $\mu\text{m}$ , respectivamente, esto explica el hecho de que tienen valores de propiedades mecánicas casi iguales, en especial en la ductilidad.

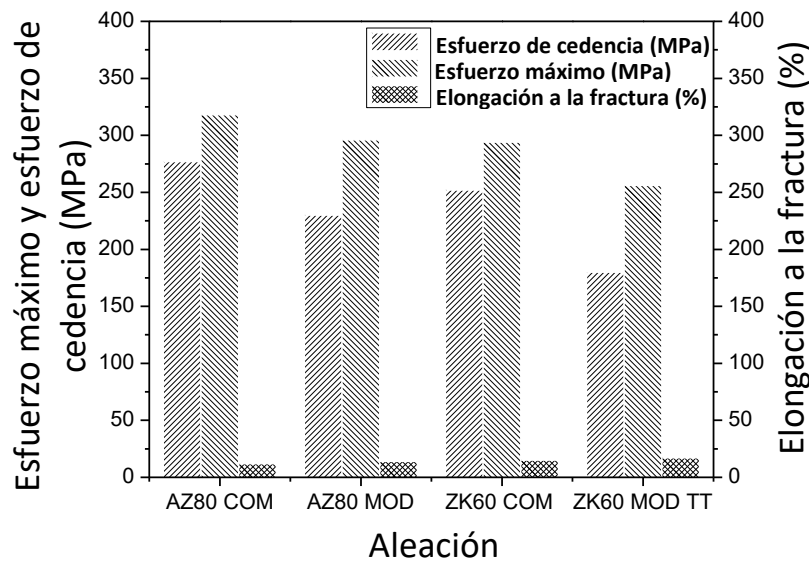


Figura 47. Propiedades Mecánicas a temperatura ambiente de todas las aleaciones.

La figura 48 ilustra las microestructuras obtenidas después del ensayo de tensión a temperatura ambiente de cada una de las aleaciones en la zona de fractura.

En general, el análisis microestructural de las muestras ensayadas a temperatura ambiente, indican que todas las aleaciones sufrieron el mecanismo de deformación por deslizamiento (ya que existen algunos granos deformados libres de maclas) y maclado.

La literatura menciona que el magnesio y sus aleaciones pueden ser deformados fácilmente sólo en su plano basal a temperatura ambiente. Por lo tanto, algunos otros sistemas de deslizamiento no basales que tienen un componente en la dirección  $c$  deben ser activados o bien la deformación debe producirse por maclado [104].

El predominio de un sistema de deslizamiento o maclado depende de la temperatura de deformación, así como de la textura cristalográfica [105]. Deslizamiento basal y maclado son los mecanismos de deformación predominantes en policristales orientadas al azar a bajas temperaturas (incluyendo temperatura ambiente) y bajas velocidades de deformación [105].

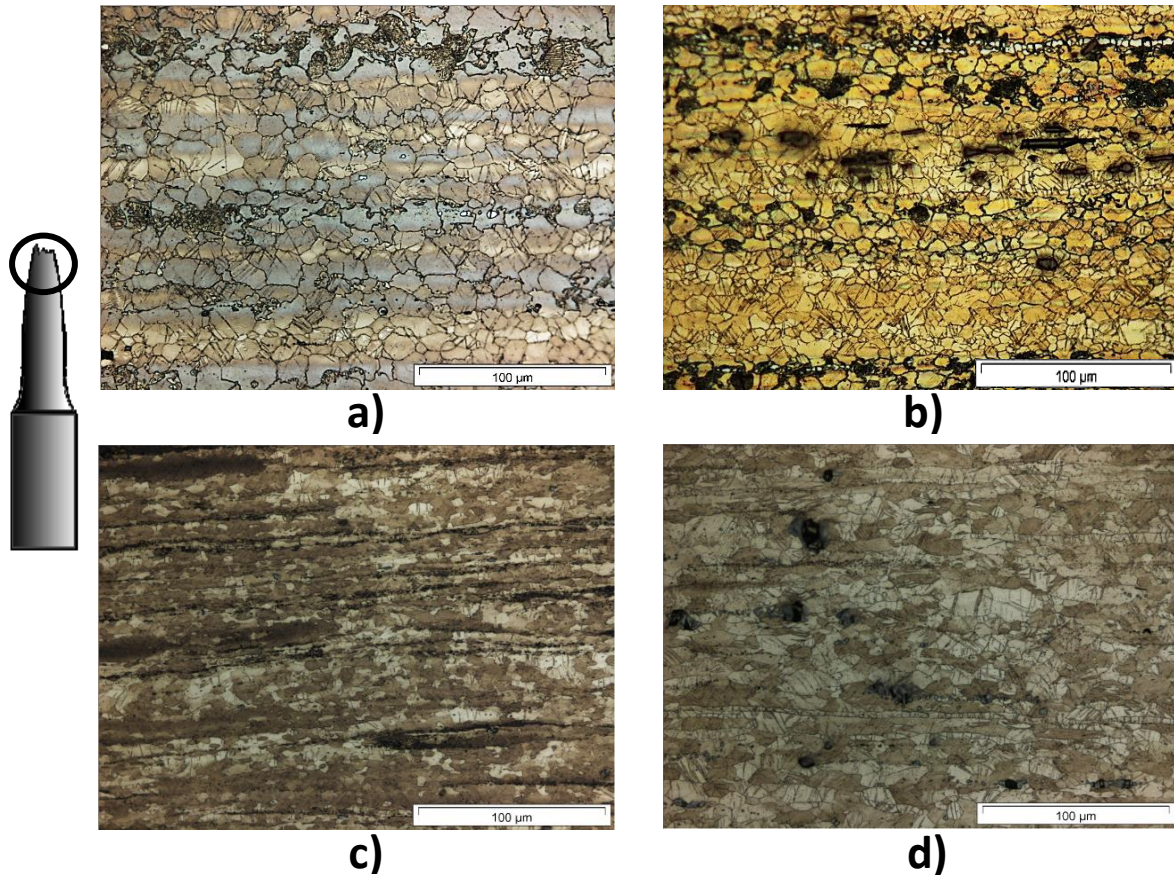


Figura 48. Microestructura obtenida después del ensayo de tensión a temperatura ambiente a una velocidad de deformación de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , en la zona de fractura de la aleación: a) AZ80 comercial, b) AZ80 modificada, c) ZK60 comercial y d) ZK60 modificada con TT.

## 4.4.2 Ensayos de tensión a temperaturas intermedias

La figura 49 muestra las curvas esfuerzo real-deformación real de la aleación AZ80 tanto comercial como modificada a temperaturas intermedias de 150, 200 y 250°C con velocidad de deformación de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ,  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  y  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

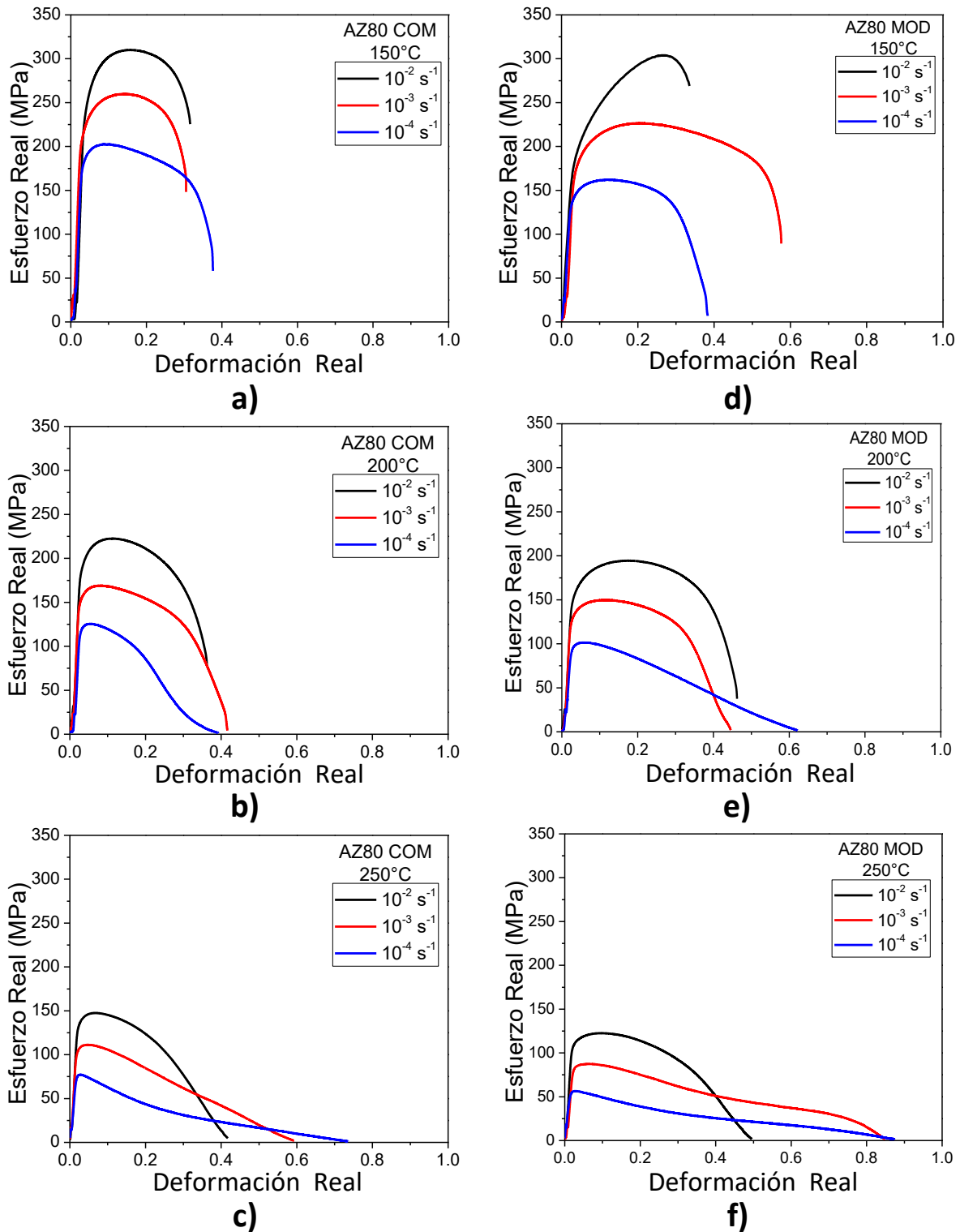


Figura 49. Curvas esfuerzo real-deformación real para la aleación AZ80 comercial a) ensayo a 150°C, b) a 200°C y c) a 250°C y para la aleación AZ80 modificada d) ensayo a 150°C, e) a 200°C y f) a 250°C, con velocidades de deformación de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ,  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  y  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  para ambas aleaciones.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

---

La aleación AZ80 comercial presenta comportamiento similar en las tres diferentes temperaturas de ensayo, es decir, a una velocidad de deformación de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  y una temperatura de  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  reporta valores de esfuerzo máximo de  $310 \text{ MPa}$  y esfuerzo de cedencia de  $248 \text{ MPa}$ , ligeramente por debajo a los valores obtenidos a temperatura ambiente ( $318 \text{ MPa}$  y  $277 \text{ MPa}$ , respectivamente, ver tabla 18), sin embargo, se adquiere un ligero incremento de la ductilidad que fue de  $37\%$  en comparación al ensayo a temperatura ambiente que fue de  $12\%$ . A medida que la velocidad de deformación disminuye ( $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) el esfuerzo máximo y esfuerzo de cedencia disminuye y la ductilidad no presenta cambios significativos, al disminuir aún más la velocidad de deformación ( $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) existe un incremento de la ductilidad del  $10\%$ , con respecto a la velocidad de deformación de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , a una temperatura de ensayo de  $200 \text{ }^\circ\text{C}$  con  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  la ductilidad incrementa solo  $6\%$  comparado con el ensayo a  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  a la misma velocidad, al disminuir la velocidad de ensayo a  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  existe un ligero incremento de ésta, sin embargo, a la velocidad de deformación de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  existe una caída de la ductilidad incluso menor a la que se obtiene a  $150 \text{ }^\circ\text{C}$ , esto sucede debido por varios factores como es el endurecimiento por deformación, maclas, textura, dislocaciones, el tamaño de grano y formación de microcavidades [106]. Para poder determinar la causa de la caída de ductilidad es necesario realizar un análisis microestructural, lo cual se muestra más adelante. Por último, a una temperatura de  $250 \text{ }^\circ\text{C}$ , la ductilidad incrementa con la disminución de la velocidad de deformación, alcanzando  $108\%$  de elongación a la fractura.

Por otro lado, la aleación AZ80 modificada muestra una tendencia de cierto modo diferente a la aleación comercial, por ejemplo, a una temperatura de  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  con velocidad de deformación relativamente alta ( $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ) existe una disminución de esfuerzo máximo y esfuerzo de cedencia en comparación a la aleación comercial, y la ductilidad es casi igual, el incremento en la ductilidad ocurre al disminuir la velocidad de deformación, alcanzando un porcentaje de elongación a la fractura aceptable, sin embargo, a la velocidad de deformación más baja existe la caída de ésta, teniendo un  $\%$  de elongación a la fractura muy similar al de la aleación comercial bajo las mismas condiciones ( $150 \text{ }^\circ\text{C}$  con  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ). Durante los ensayos a  $200$  y  $250 \text{ }^\circ\text{C}$  el comportamiento parece estabilizarse en cuanto a la ductilidad, esfuerzo de cedencia y esfuerzo máximo disminuye a medida que la velocidad de deformación disminuye, logrando obtener  $86$  y  $139\%$  de elongación a la fractura ambas con la velocidad de deformación más baja a temperaturas de  $200$  y  $250 \text{ }^\circ\text{C}$ , respectivamente. De manera similar, el comportamiento mecánico de esta aleación es justificada, adelante se observan los fenómenos microestructurales que se presentan bajo las condiciones asignadas.

La figura 50 se refiere a las curvas esfuerzo real-deformación real de la aleación ZK60 tanto comercial como modificada.

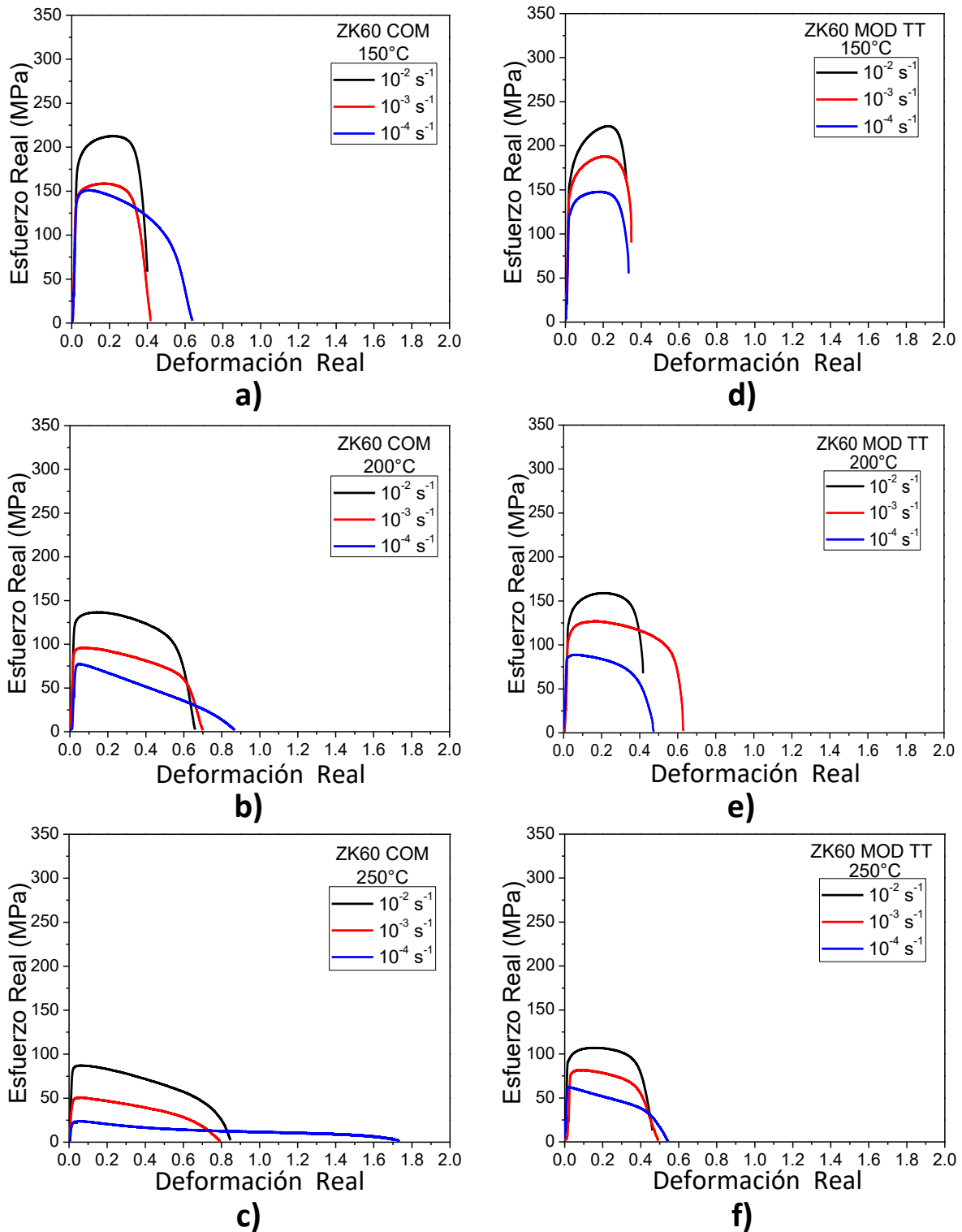


Figura 50. Curvas esfuerzo real-deformación real para la aleación ZK60 comercial a) ensayo a 150°C, b) a 200°C y c) a 250°C y para la aleación ZK60 modificada con TT d) ensayo a 150°C, e) a 200°C y f) a 250°C, con velocidades de deformación de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ,  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  y  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  para ambas aleaciones.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

---

A una temperatura de 150 °C con una velocidad de deformación de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  la aleación ZK60 comercial presenta buena ductilidad de 49%, a medida que la velocidad de ensayo disminuye la ductilidad incrementa alcanzando 89% de elongación a la fractura, notar que las aleaciones AZ80 comercial y modificada alcanzan una de elongación a la fractura similar a la mencionada, a una temperatura de 250 °C a velocidades intermedias, por otro lado, el esfuerzo de cedencia y esfuerzo máximo disminuyen cuando la velocidad disminuye. Al incrementar la temperatura de ensayo a 200 °C el comportamiento es muy similar a la temperatura de 150 °C, a la velocidad de ensayo más baja se obtiene 137% de elongación a la fractura, mismo porcentaje adquirido por la aleación AZ80 modificada a una temperatura de 250 °C con velocidad de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

A temperatura de ensayo de 250 °C con velocidad de deformación de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  está presentó un comportamiento superplástico ya que alcanzó 464% de elongación a la fractura, es cierto que varios autores ya han reportado grandes porcentajes de elongación sobre está aleación, por ejemplo W. J. Kim [107] reporto ~1000% utilizando una temperatura de 250 °C con una velocidad de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , esto debido a un tamaño de grano muy fino de 1.4  $\mu\text{m}$  que obtuvo después del tratamiento termomecánico, otro ejemplo es A. Bussiba [87] quien observó un comportamiento superplástico alcanzando 220% de elongación a la fractura, a una temperatura ligeramente menor a la utilizada en este estudio, de 177 °C, sin embargo, emplearon una velocidad de deformación de  $1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , a partir de una microestructura bimodal obtenida por extrusión, de 2  $\mu\text{m}$  para granos pequeños y 25  $\mu\text{m}$  para granos grandes. También se suma el autor H. Watanabe y colaboradores [88] quienes obtuvieron una microestructura refinada con tamaño de grano de 1.4  $\mu\text{m}$  procesada por extrusión de canal angular, ECAE, (por sus siglas en inglés) el cual es un proceso muy costoso a nivel industrial, alcanzando porcentajes de elongación por encima de 400% a bajas velocidades deformación a una temperatura de 200 °C. El valor alcanzado en este estudio resulta ser bastante aceptable ya que está aleación fue procesada por extrusión indirecta, además, utilizando temperaturas intermedias.

En el caso de la aleación ZK60 dopada con cerio y con TT, a la temperatura de 150 y 250 °C presenta el típico comportamiento mecánico, es decir, los valores de esfuerzo de cedencia y esfuerzo máximo disminuye a medida que la temperatura incrementa y cuando la velocidad de deformación disminuye con un ligero aumento en ductilidad. A 200 °C está aleación tiene una caída de la ductilidad a una velocidad de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , comportamiento similar se observó en la aleación AZ80 comercial de este estudio, por esta razón se evaluarán los cambios microestructurales después de los ensayos de tensión. Por otro lado, la mejor ductilidad se obtuvo a 200 °C con velocidad de deformación de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , y fue de 87% de elongación.

Para mejor visualización de los valores de propiedades mecánicas para las cuatro aleaciones utilizadas en este estudio, bajo las condiciones conocidas de temperatura y velocidad de deformación, se presentan en la siguiente tabla 14.

# RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Tabla 14. Propiedades mecánicas de las cuatro aleaciones.

<b>Aleación</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Velocidad de Deformación (s<sup>-1</sup>)</b>	<b>Esfuerzo de cedencia (MPa)</b>	<b>Esfuerzo máximo. (MPa)</b>	<b>Elongación a la fractura. (%)</b>
<b>AZ80 COMERCIAL</b>	150	10 <sup>-2</sup>	248	310	37
		10 <sup>-3</sup>	192	259	35
		10 <sup>-4</sup>	173	202	45
	200	10 <sup>-2</sup>	202	222	43
		10 <sup>-3</sup>	121	168	51
		10 <sup>-4</sup>	101	125	48
	250	10 <sup>-2</sup>	134	147	51
		10 <sup>-3</sup>	102	111	80
		10 <sup>-4</sup>	72	77	108
<b>AZ80 MODIFICADA</b>	150	10 <sup>-2</sup>	218	304	40
		10 <sup>-3</sup>	168	226	77
		10 <sup>-4</sup>	121	162	46
	200	10 <sup>-2</sup>	109	194	58
		10 <sup>-3</sup>	104	149	56
		10 <sup>-4</sup>	69	101	86
	250	10 <sup>-2</sup>	103	122	64
		10 <sup>-3</sup>	72	87	133
		10 <sup>-4</sup>	51	56	139
<b>ZK60 COMERCIAL</b>	150	10 <sup>-2</sup>	177	212	49
		10 <sup>-3</sup>	140	158	51
		10 <sup>-4</sup>	139	151	89
	200	10 <sup>-2</sup>	121	136	93
		10 <sup>-3</sup>	87	95	101
		10 <sup>-4</sup>	60	77	137
	250	10 <sup>-2</sup>	81	87	133
		10 <sup>-3</sup>	45	50	120
		10 <sup>-4</sup>	21	23	464
<b>ZK60 MODIFICADA con TT</b>	150	10 <sup>-2</sup>	178	222	37
		10 <sup>-3</sup>	160	187	41
		10 <sup>-4</sup>	127	147	39
	200	10 <sup>-2</sup>	132	158	51
		10 <sup>-3</sup>	111	126	87
		10 <sup>-4</sup>	84	88	60
	250	10 <sup>-2</sup>	92	106	58
		10 <sup>-3</sup>	75	81	63
		10 <sup>-4</sup>	52	62	72



# RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Las figuras 51 y 52 representan gráficamente la tendencia de las principales propiedades mecánicas resultantes de los ensayos de tensión, en función de la temperatura y velocidad de deformación.

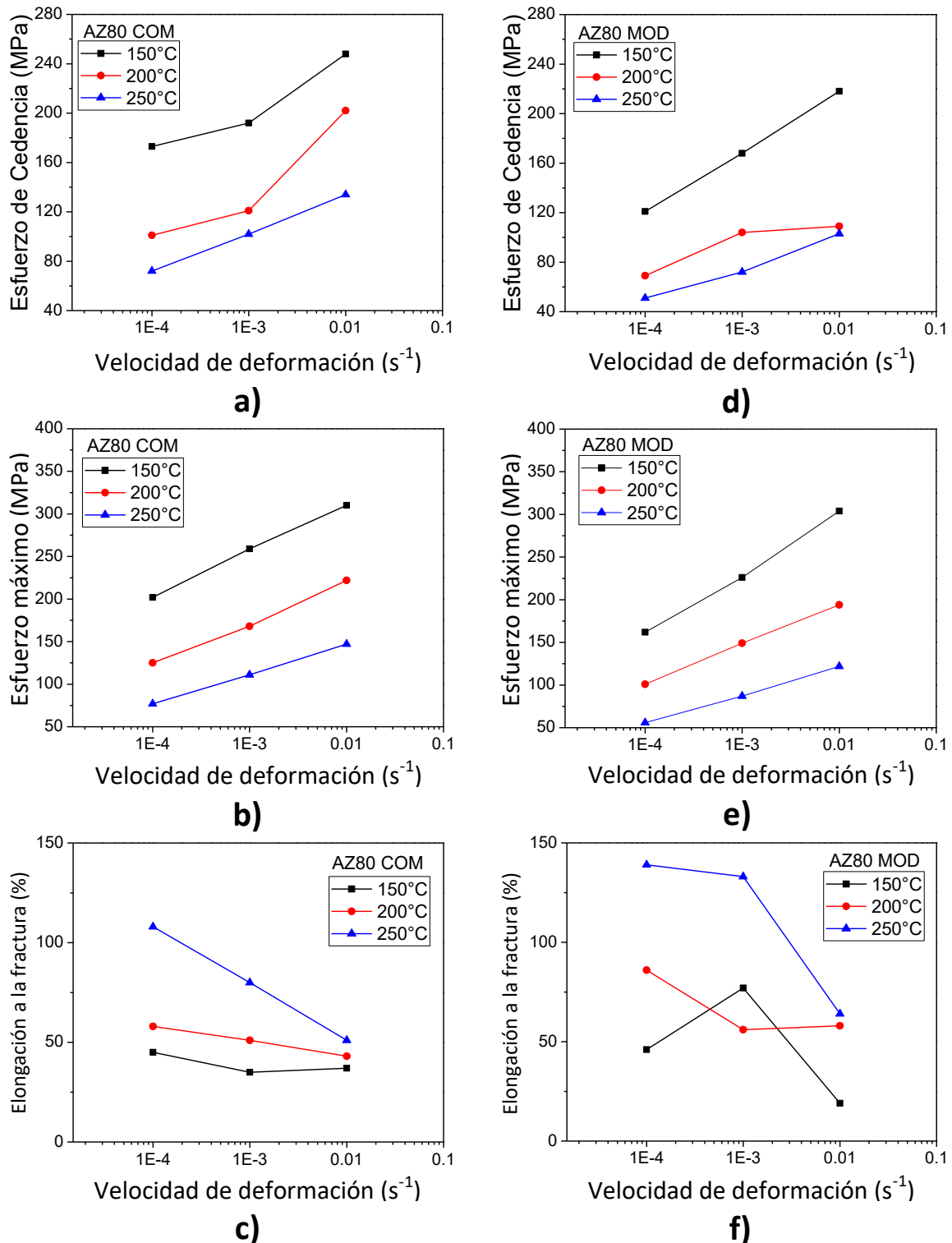
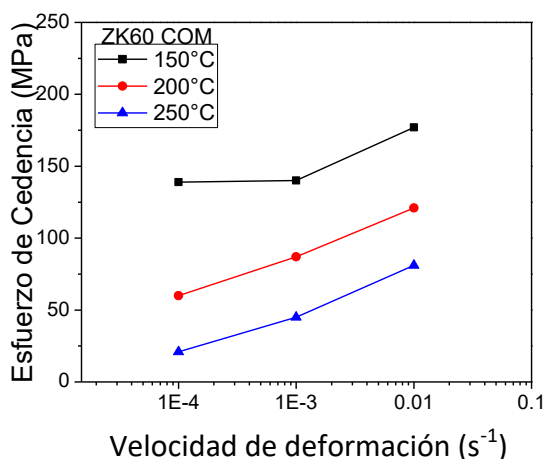
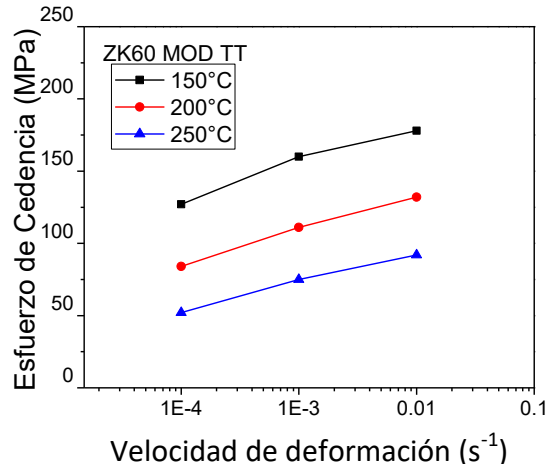


Figura 51. Representación gráfica de las propiedades mecánicas: a), b), c) AZ80 COM y d), e), f) AZ80 MOD.

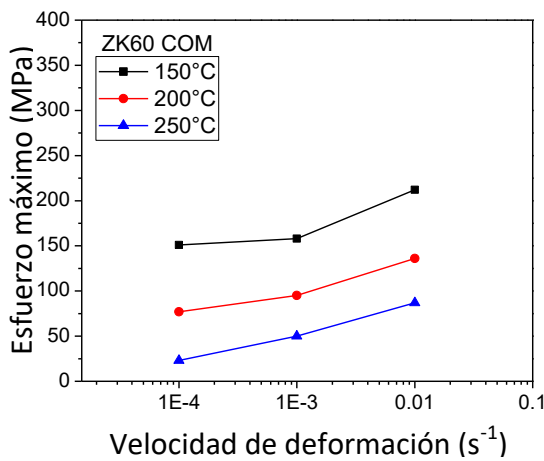




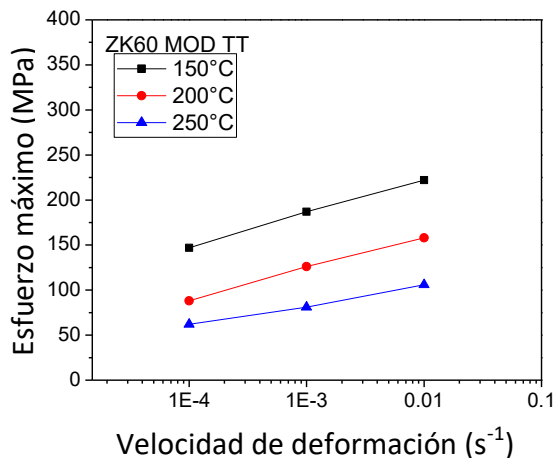
**a)**



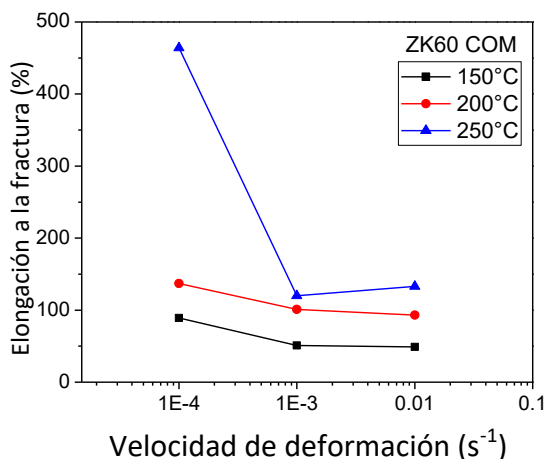
**d)**



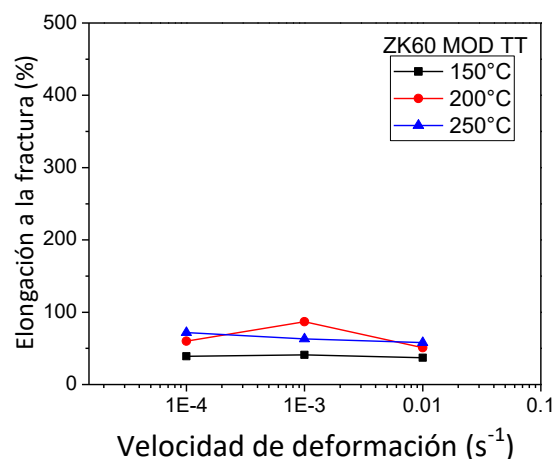
**b)**



**e)**



**c)**



**f)**

Figura 52. Representación gráfica de las propiedades mecánicas: a), b), c) ZK60 COM y d), e), f) ZK60 MOD con TT.

### 4.4.3 Muestras deformadas

La Figura 53 muestra las probetas deformadas en tensión a temperatura ambiente.

Los ensayos de tensión a temperatura ambiente mostraron porcentajes de elongación similar en un rango de 10 a 20%, como se observa en la tabla 13 y figura 47. Además, bajo esta condición de ensayo todas las aleaciones presentaron fractura frágil. Principalmente este tipo de fractura ocurre cuando las temperaturas son muy bajas y cuando se aplican esfuerzos elevados, ya que no existe ningún movimiento atómico [57].

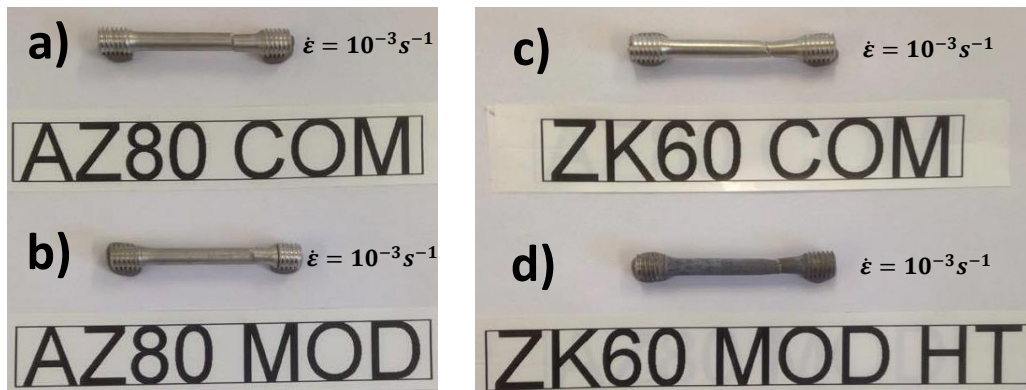


Figura 53. Muestras deformadas en tensión a temperatura ambiente con velocidad de deformación constante de  $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ; a) AZ80 comercial, b) AZ80 modificada, c) ZK60 comercial y d) ZK60 modificada con TT.

Las muestras deformadas en tensión a temperaturas intermedias, para las aleaciones AZ80 comercial y modificada, las aleaciones ZK60 comercial y modificada con TT en las figura 54 y 55, respectivamente.

En general, las muestras presentan una fractura dúctil, este tipo de fractura ocurre cuando el material es sometido a una deformación plástica severa o excesiva [57]. Además, este tipo de fractura se puede reconocer por las siguientes características: formación de cuello en el área fracturada, sin embargo, este cuello fue menos pronunciado a velocidades de deformación más bajas, otra de las características es que tienen deformación plástica permanente, elongaciones considerables y reducción del área transversal.

Las probetas se encuentran ordenadas, por temperatura y velocidad de deformación, es decir, comenzando por temperatura más baja hasta llegar a las más alta, y velocidad de deformación en un orden de mayor a menor. Además, se identifican las condiciones en las cuales se lograron obtener elongaciones dentro de un rango de 70 a 140% en aleaciones AZ80 comercial, modificada y ZK60 modificada con TT. Caso especial es la aleación ZK60 comercial, ya que fue

# RESULTADOS Y DISCUSIÓN

capaz de alcanzar 464% de elongación a la fractura a 250°C con la velocidad de deformación más baja utilizada en este estudio.

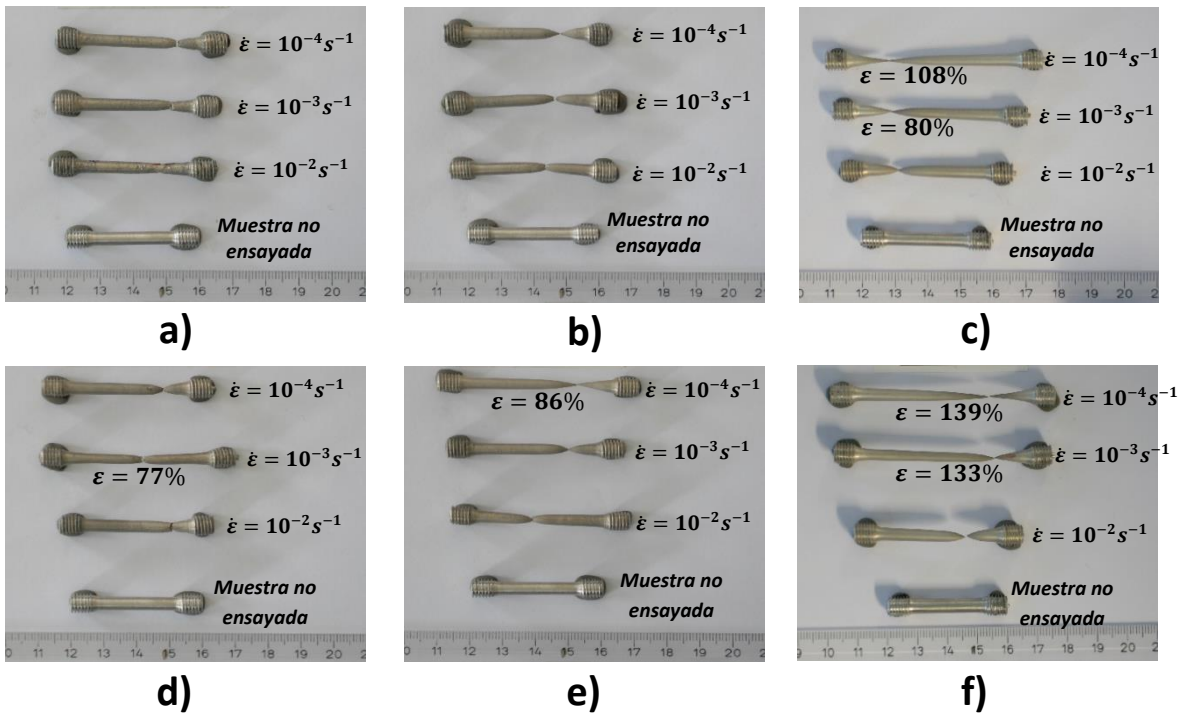


Figura 54. Muestras deformadas en tensión de la aleación AZ80 COM a: a) 150, b) 200 y c) 250 °C y de la aleación AZ80 MOD a: d) 150, e) 200 y f) 250 °C.

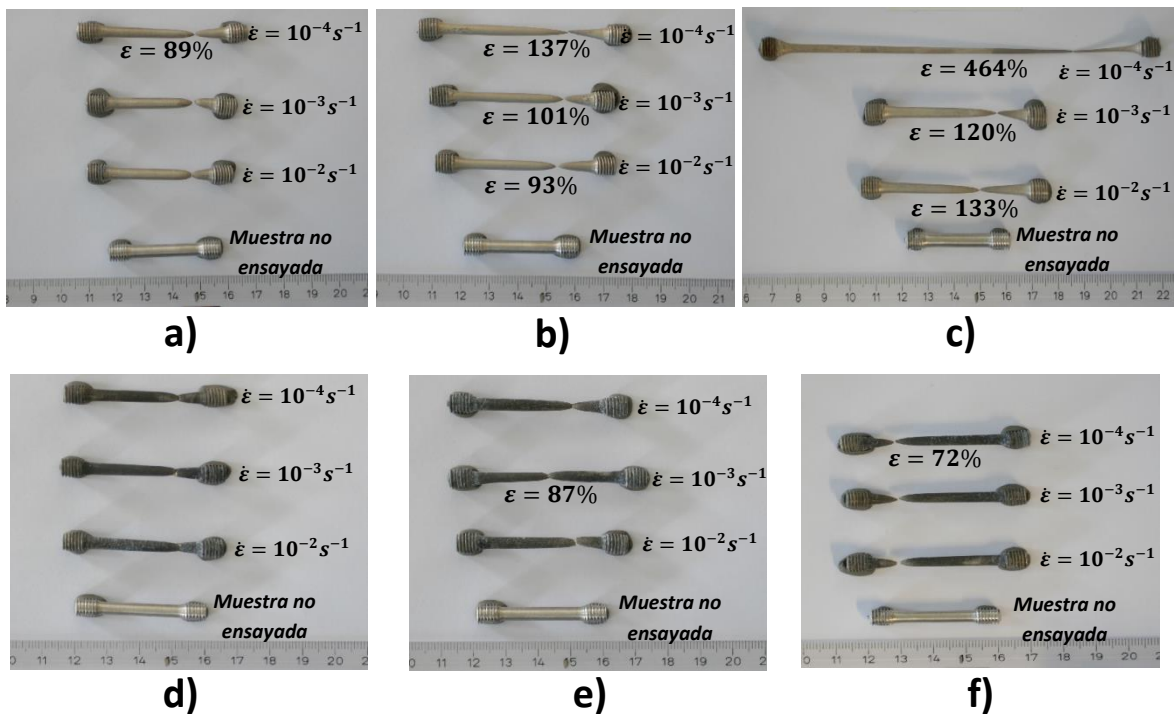


Figura 55. Muestras deformadas en tensión de la aleación ZK60 COM a: a) 150, b) 200 y c) 250 °C y de la aleación ZK60 MOD con TT a: d) 150, e) 200 y f) 250 °C.



## 4.5 Cambios microestructurales después de los ensayos de tensión

La figura 56 se muestra los cambios microestructurales observados después de las pruebas de tensión para la aleación AZ80 comercial, de acuerdo a los parámetros establecidos de temperatura y velocidad de deformación, analizando la zona de fractura.

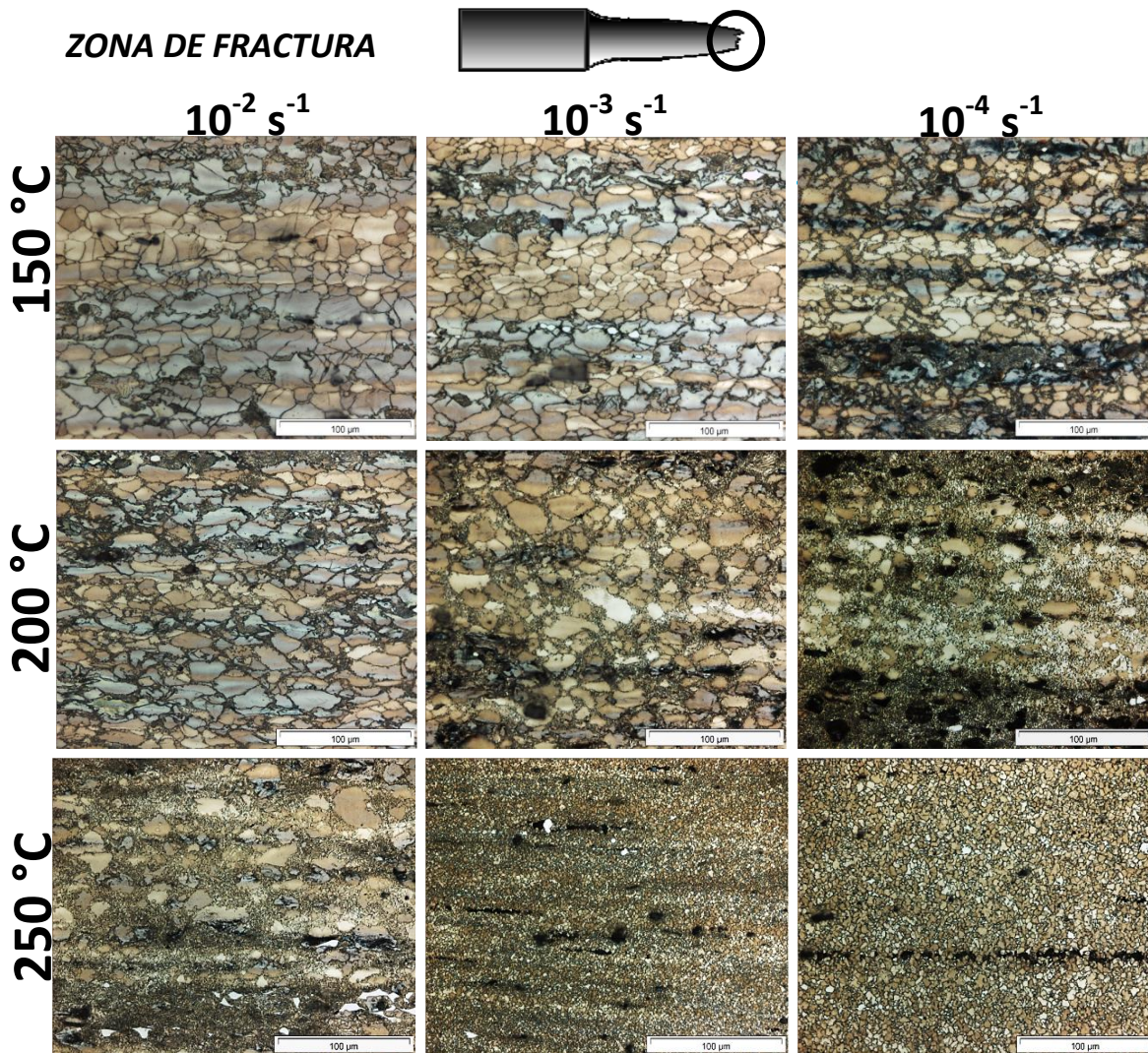


Figura 56. Microestructuras obtenidas después de las pruebas de tensión de la aleación AZ80 comercial: a) 150, b) 200 y c) 250 °C.

La aleación AZ80 comercial después de la prueba de tensión a 150 °C con  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , presentó el mecanismo de deformación por maclado. En general a las tres diferentes velocidades de deformación (150 °C) se observa una microestructura bimodal (figura 56 a), a la velocidad de deformación más baja, se encuentran pequeños granos rodeando los granos alargados, de la misma forma, se visualiza gran cantidad de fase  $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ , la cual influyo en la fractura del material, ya que la formación de microhuecos es causada por incompatibilidad de deformación de los granos adyacentes o por la localización de flujo a lo largo del grano y entre los límites de las fases durante el deslizamiento. Debido a que el deslizamiento puede ser bloqueado por varias irregularidades, específicamente por partículas de mayor dureza, tal como partículas de segundas fases y precipitados que actúen como elevadores de las concentraciones de esfuerzos, y esto puede llevar a la formación de grietas que pueden producir vacantes intergranulares y por ende a la falla [10].

A una temperatura de ensayo de 200 °C, la microestructura se vuelve más bimodal a medida que la velocidad de deformación disminuye, de este modo, notándose que el fenómeno de recristalización dinámica está presente, mismo comportamiento se observa a  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Posteriormente, la microestructura obtenida a 250 °C con la velocidad más alta, es muy similar a la microestructura presentada a 200 °C con  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , por esta razón, se obtuvieron valores muy similares de propiedades mecánicas en especial en la ductilidad. Al disminuir la velocidad de deformación a  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  a 250 °C se observa una microestructura totalmente recristalizada y homogénea, un posterior crecimiento del grano se observa a la velocidad de deformación más baja. También se muestran la formación de cavidades, estas se propagan paralelamente a la carga aplicada durante el ensayo a medida que la velocidad de deformación disminuye, para finalmente llegar a la fractura del material.

La figura 57 representa el análisis microestructural después de los ensayos de tensión de la aleación AZ80 modificada, en la zona de fractura.

Como ya se había observado anteriormente la aleación AZ80 modificada muestra un tamaño de grano más pequeño que la aleación comercial, efecto de los elemento Ce e Y, que promueven compuestos intermetálicos diferentes, e inmediatamente se observa recristalización dinámica a temperaturas de 200 y 250 °C con velocidades de deformación de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  y  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , en estos últimos parámetros mencionados, las microestructuras son totalmente refinadas y homogéneas, mientras tanto, las microestructuras restantes son bimodales, de la misma forma estas presentan la formación de nuevos granos pequeños sobre los límites de grano, por último, también presenta cavidades que se propagan a medida que la velocidad de deformación disminuye.



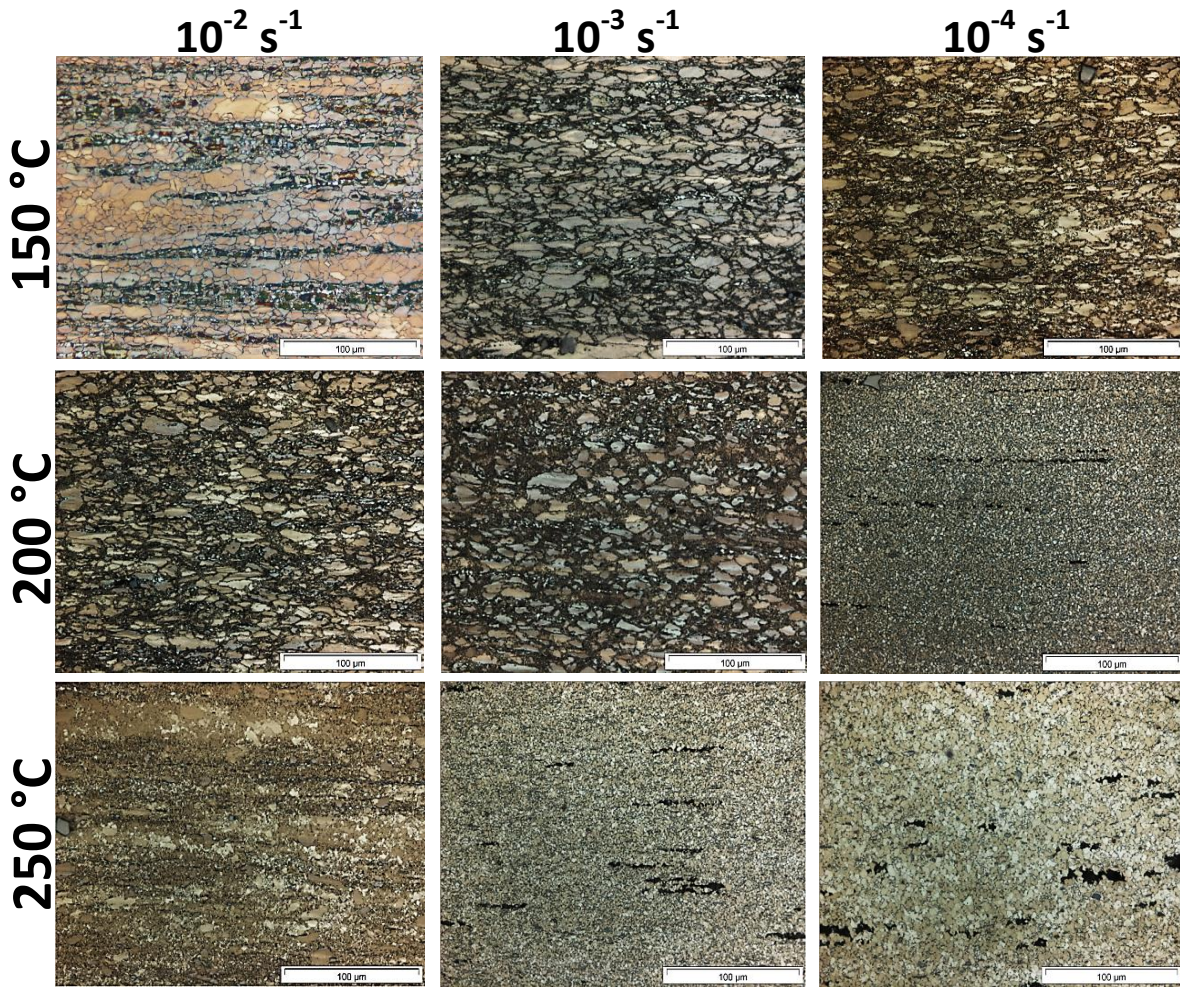


Figura 57. Microestructuras obtenidas después de las pruebas de tensión de la aleación AZ80 modificada: a) 150, b) 200 y c) 250 °C.

En general, la siguiente figura 58 que corresponde a las microestructuras de la aleación ZK60 comercial, muestran un tamaño de grano muy fino a la temperatura más baja utilizada en este estudio (150 °C con velocidad de deformación intermedia de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ), indicando que el fenómeno de recristalización dinámica se anticipa tempranamente y la posterior etapa ocurre lentamente lo que permitió que se alcanzaran altas deformaciones por encima de 450%.

En la última condición de ensayo se obtuvo una microestructura totalmente homogénea con tamaño de grano promedio de  $4 \pm 2 \mu\text{m}$ , es muy importante el haber obtenido una microestructura con esas características, porque con ello se justifica el comportamiento superplástico en esta aleación.



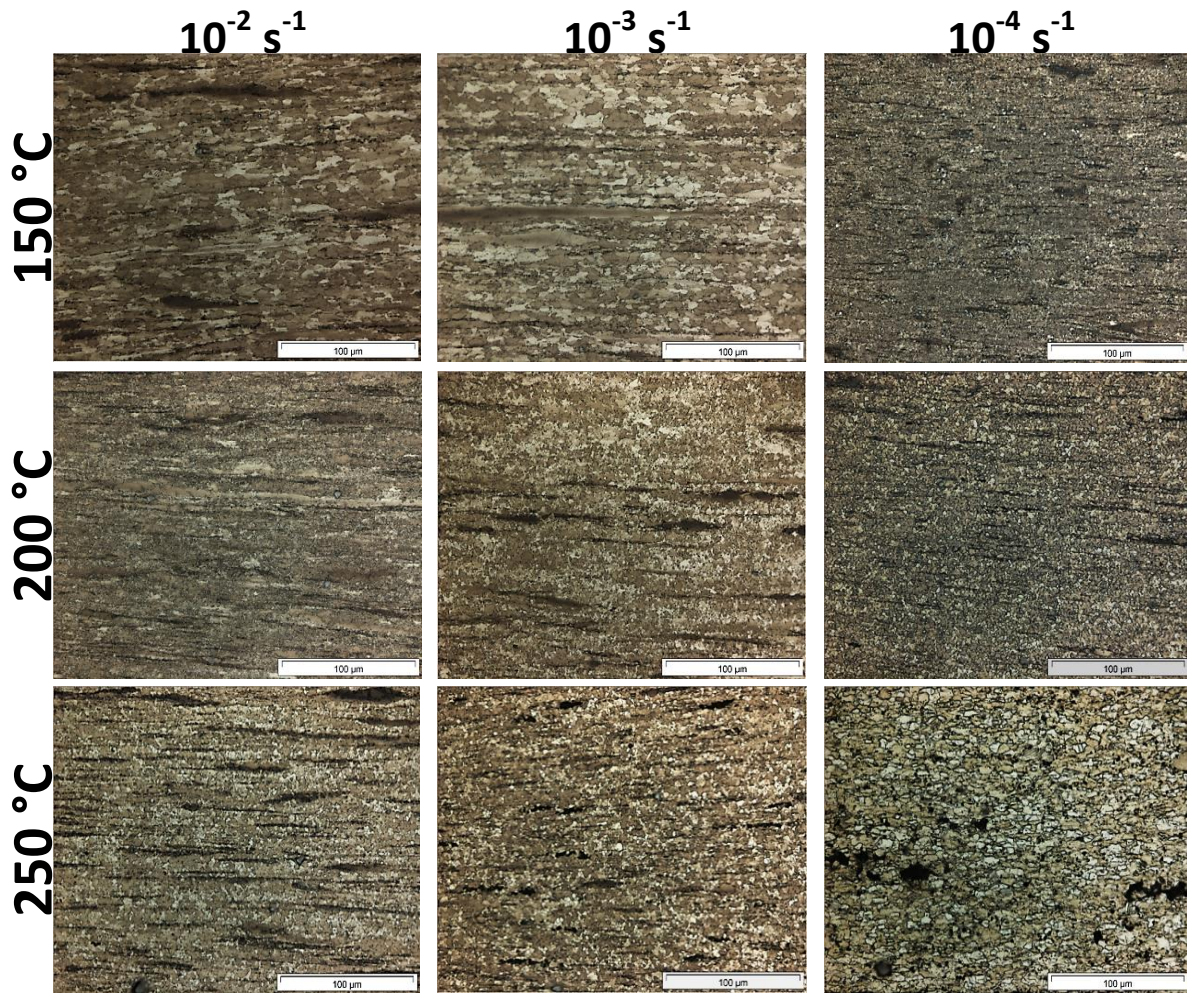


Figura 58. Microestructuras obtenidas después de las pruebas de tensión de la aleación ZK60 comercial: a) 150, b) 200 y c) 250 °C.

Por último se presenta la figura 59 que corresponde a la aleación ZK60 modificada con TT, presenta microestructuras bimodales a 150 y 200 °C a las tres diferentes velocidades de deformación, es decir granos muy alargados en dirección a la carga aplicada durante el ensayo, por otro lado, la cavitación también contribuye a la baja ductilidad presentada por esta aleación. Durante los ensayos a 250 °C, la recrystalización comienza a manifestarse con mayor intensidad cuando la velocidad disminuye, ya que se observa un cambio microestructural significativo, en comparación a las microestructuras obtenidas a 150 y 200 °C, debido a la nucleación de pequeños granos en las zonas deformadas (grandes granos deformados), y por consecuencia notándose una microestructura más cercana a la homogeneidad, sin embargo, estas microestructuras resultantes no influyeron fuertemente sobre las propiedades mecánicas en particular con la ductilidad, pero sí lo tuvo sobre la textura cristalográfica.



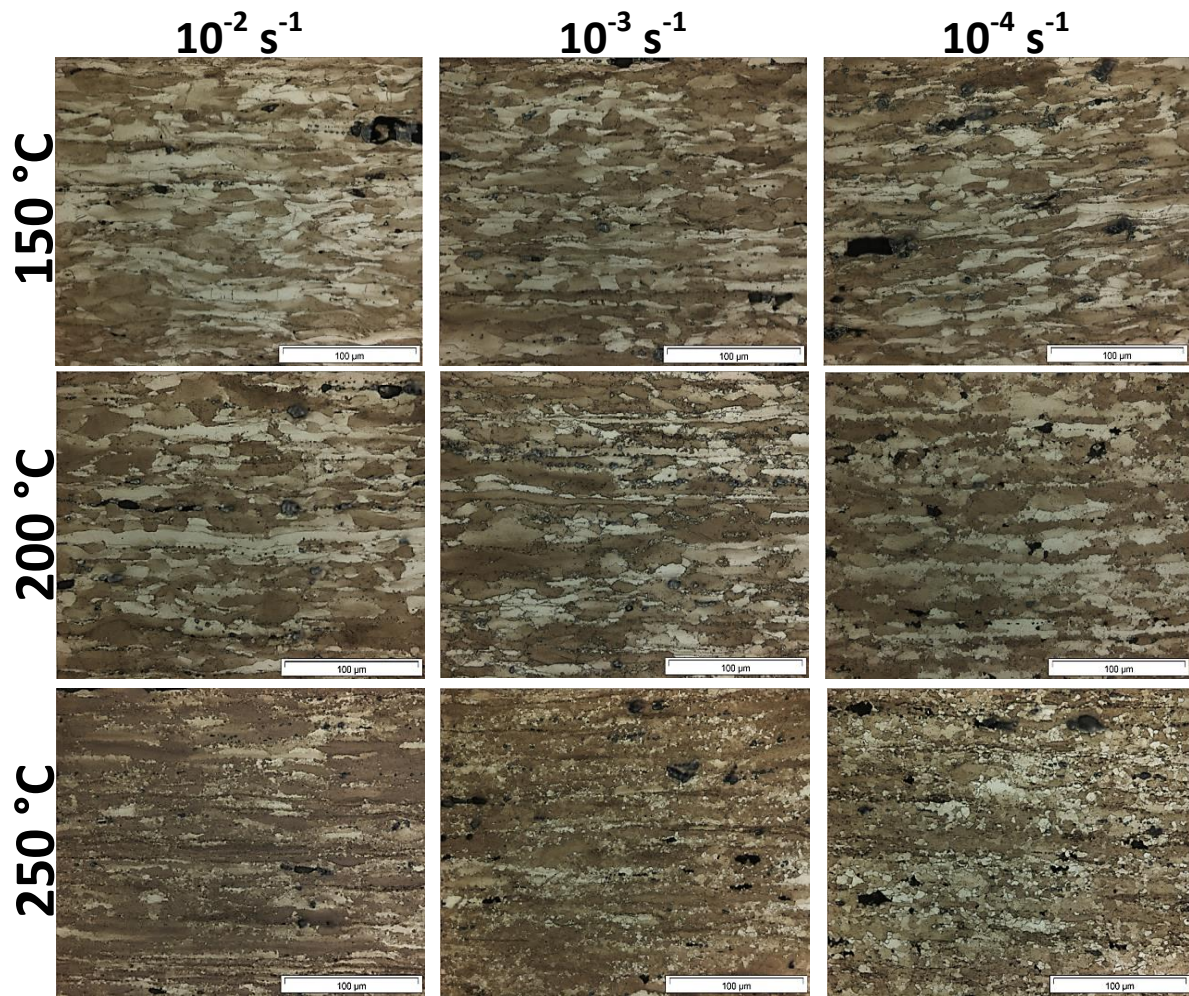


Figura 59. Microestructuras obtenidas después de las pruebas de tensión de la aleación ZK60 modificada con TT: a) 150, b) 200 y c) 250 °C.



## 4.6 Parámetro Zener-Hollomon

A continuación se muestran los resultados obtenidos del parámetro Z para las cuatro diferentes aleaciones utilizadas en este estudio, así como el procedimiento utilizado. Esto se realizó con el fin de relacionar los valores de Z con los parámetros establecidos durante tensión (velocidad de deformación y temperatura).

Debido a que se reconoce que la dependencia de los esfuerzos de flujo sobre la temperatura (T) y la velocidad de deformación ( $\dot{\epsilon}$ ), estos pueden ser reducidos a un solo factor (Z), una velocidad de deformación compensada en temperatura, este es un parámetro nombrado de Zener-Hollomon [92]

$$Z = \dot{\epsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) = A \cdot (\sinh(\alpha\sigma))^n \text{-----} (1)$$

**Z:** parámetro Zener-Hollomon  
 **$\dot{\epsilon}$ :** Velocidad de deformación  
**Q:** Energía de activación efectiva para la deformación  
**R:** constante universal de los gases  
**T:** temperatura  
**A,  $\alpha$ , n:** Constantes del material

Existen varios procedimientos usados para derivar las constantes del material (A,  $\alpha$  y n). En este trabajo se tomó el esfuerzo máximo a partir de las curvas esfuerzo real vs deformación real como el único parámetro significativo para la evaluación, tal como lo sugiere J. Liu [92] en su estudio en una aleación AZ31B y J. Bohlen [113].

Paso 1: Determinación preliminar de n:

Trabajo en caliente:  $Z \approx A_1 \cdot \sigma^{n'}$  Ley de potencia: alto nivel de esfuerzo  
 $Z \approx A_2 \cdot \exp(\beta\sigma)$  Ley exponencial: bajo nivel de esfuerzo  
 Suposición:  $n = n'$  n es la pendiente de la gráfica:  $\ln(\dot{\epsilon})$  VS  $\ln(\sigma_p)$

$$Z \approx A_1 \cdot \sigma^{n'} \text{ y } n = n' \Rightarrow \dot{\epsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \approx A_1 \cdot \sigma^n \text{-----} (2)$$

$$\Rightarrow \ln(\dot{\epsilon}) + \left(\frac{Q}{RT}\right) \approx A_1 + n \cdot \ln(\sigma) \text{-----} (3)$$

# RESULTADOS Y DISCUSIÓN

$$\Rightarrow \frac{\partial \ln(\sigma)}{\partial \ln(\dot{\epsilon})} = \frac{1}{n} = m \text{ ----- (4)}$$

A continuación la figura 60 muestra las gráficas  $\ln(\sigma_p)$  VS  $\ln(\dot{\epsilon})$  en las cuales se obtiene el valor de  $m$ , para cada una de las aleaciones y de acuerdo con el procedimiento de las ecuaciones (2),(3) y (4) se obtiene el valor de  $n$ .

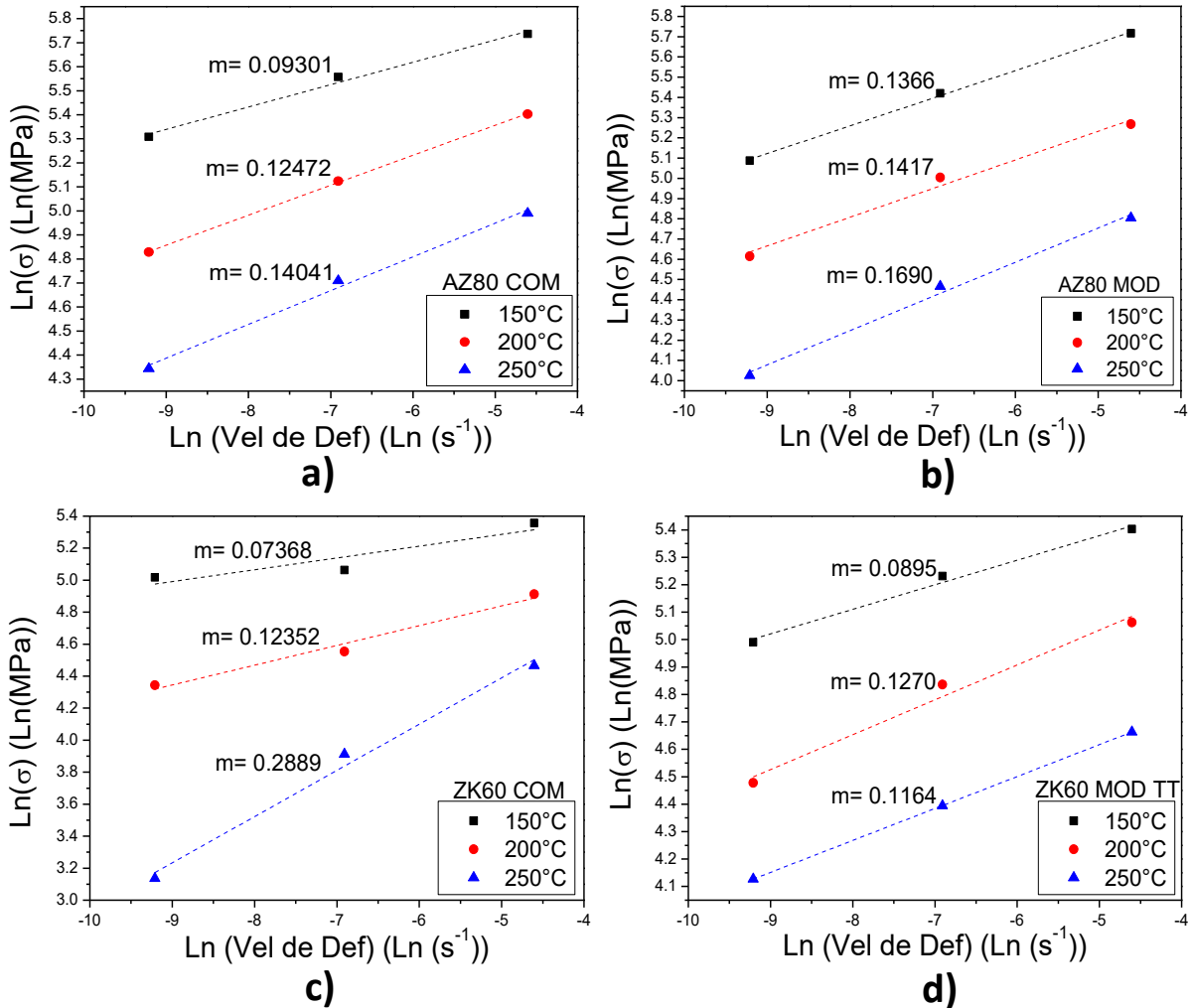


Figura 60. Gráficas  $\ln(\sigma_p)$  VS  $\ln(\dot{\epsilon})$ , para la determinación preliminar de  $n$ , de las aleaciones: a) AZ80 comercial, b) AZ80 modificada, c) ZK60 comercial y d) ZK60 modificada con TT.

Paso 2: Determinación de  $\alpha$ :

Graficar  $\sigma_p$  VS  $\ln(\dot{\epsilon})$  para encontrar el valor  $\alpha$ :

$$Z \approx A_2 \cdot \exp(\beta \sigma) \Rightarrow \ln(\dot{\epsilon}) + \left( \frac{Q}{RT} \right) \approx \ln(A_2) + \beta \cdot \sigma \text{ ----- (5)}$$

# RESULTADOS Y DISCUSIÓN

$$\Rightarrow \frac{\partial \sigma}{\partial \ln(\dot{\epsilon})} = \frac{1}{\beta} = w \quad \text{-----} \quad (6)$$

$$\Rightarrow \alpha \approx \frac{\beta}{n} \quad \text{-----} \quad (7)$$

A continuación la figura 61 representa las gráficas  $\sigma_p$  VS  $\ln(\dot{\epsilon})$  en las cuales se determina el valor  $w$ , para cada una de las aleaciones y de acuerdo con la ecuación (6) se puede determinar  $\beta$  y con el valor preliminar de  $n$  sustituir en ecuación (7) para la obtención de  $\alpha$ .

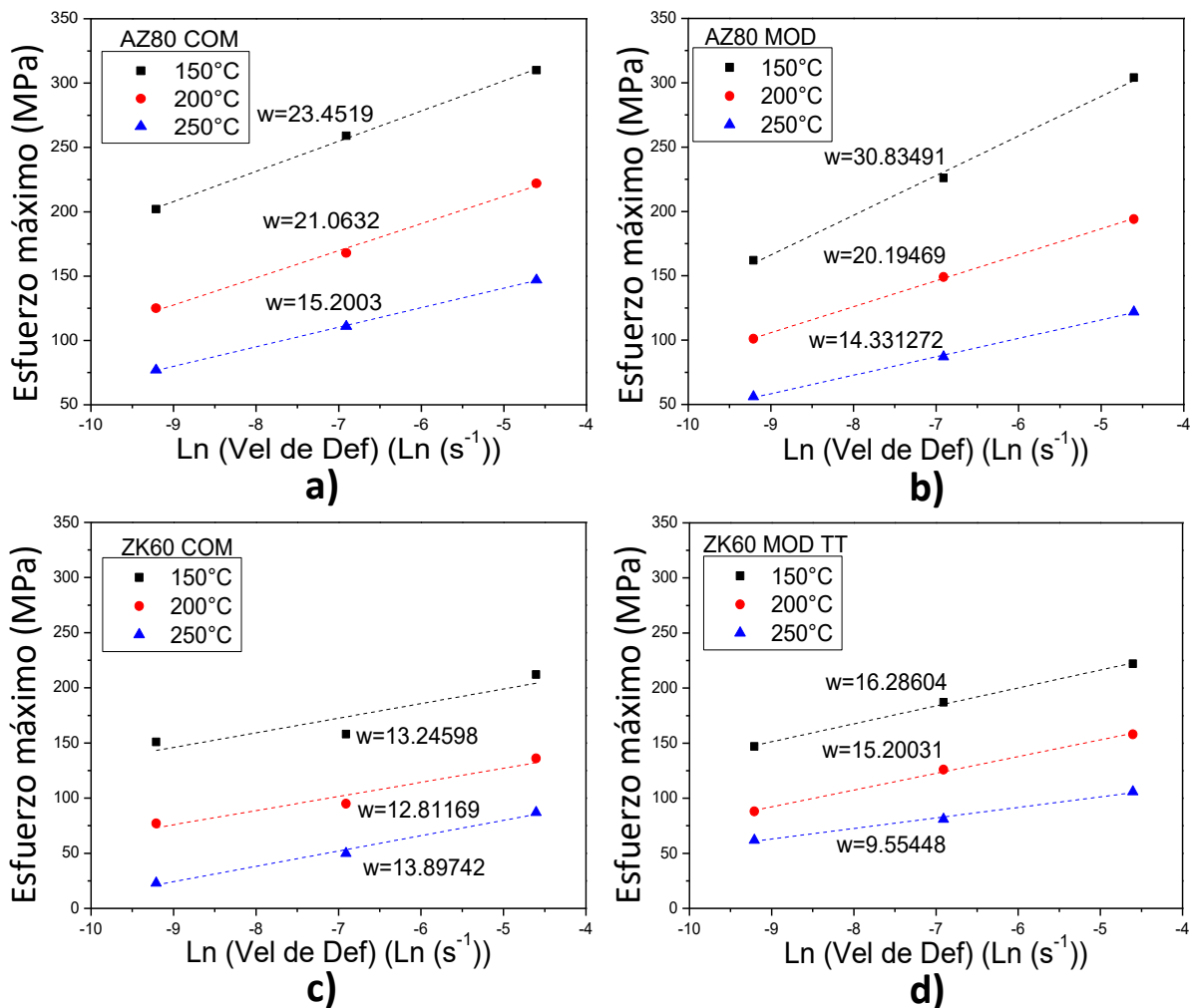


Figura 61. Gráficas  $\sigma_p$  VS  $\ln(\dot{\epsilon})$ , para la determinación de  $\alpha$ , de las aleaciones: a) AZ80 comercial, b) AZ80 modificada, c) ZK60 comercial y d) ZK60 modificada con TT.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Con los datos obtenidos de las gráficas de la figura 61, podemos obtener el valor de  $\alpha_{promedio}$  para cada una de las aleaciones (y es el que se ocupara para los próximos cálculos) como se visualiza en la tabla 15 y de esta forma continuar con la determinación de la energía de activación (Q).

Tabla 15. Valores de  $\alpha_{promedio}$  de cada aleación.

Aleación	$\alpha_{promedio} (MPa^{-1})$
AZ80 comercial	0.0028
AZ80 modificada	0.0028
ZK60 comercial	0.0056
ZK60 modificada con TT	0.0063

Paso 3: Determinación de Q:

$$\ln(Z) = \ln\left(\dot{\epsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right)\right) = \ln(\dot{\epsilon}) + \frac{Q}{RT} = \ln(A) + n \cdot \ln(\sinh(\alpha\sigma_p(T, \dot{\epsilon})))$$

$$Q = R \left[ \frac{\partial \ln(\sinh(\alpha\sigma_p(T, \dot{\epsilon})))}{\partial (1/T)} \right]_{\dot{\epsilon}} \cdot \left[ \frac{\partial \ln(\dot{\epsilon})}{\partial \ln(\sinh(\alpha\sigma_p(T, \dot{\epsilon})))} \right]_T \text{-----} (8)$$

La figura 62 representa las gráficas  $\ln(\sinh(\alpha^*\sigma))$  VS  $1/T$  de cada aleación, de acuerdo con ecuación (8) el primer término es igual a  $q1$  y a su vez es la pendiente de la gráfica  $\ln(\sinh(\alpha^*\sigma))$  VS  $1/T$  y el término es igual a  $1/q2$  y que a su vez es la pendiente recíproca de la gráfica  $\ln(\sinh(\alpha^*\sigma))$  VS  $\ln(\dot{\epsilon})$  estas últimas se presentan en la figura 63.

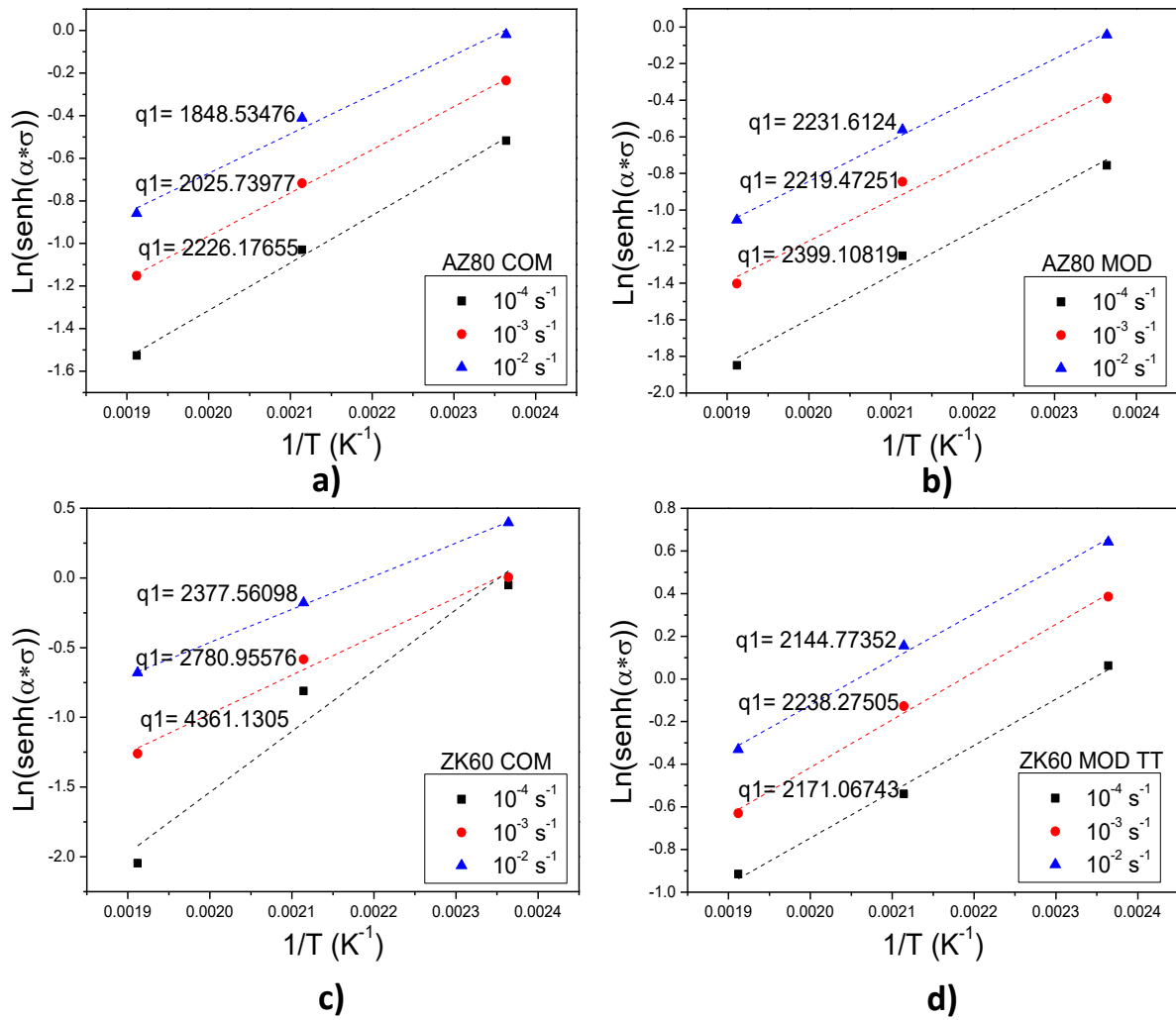


Figura 62. Gráficas  $\ln(\sinh(\alpha \cdot \sigma))$  VS  $1/T$ , para hallar  $Q$ , de las aleaciones: a) AZ80 comercial, b) AZ80 modificada, c) ZK60 comercial y d) ZK60 modificada con TT.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

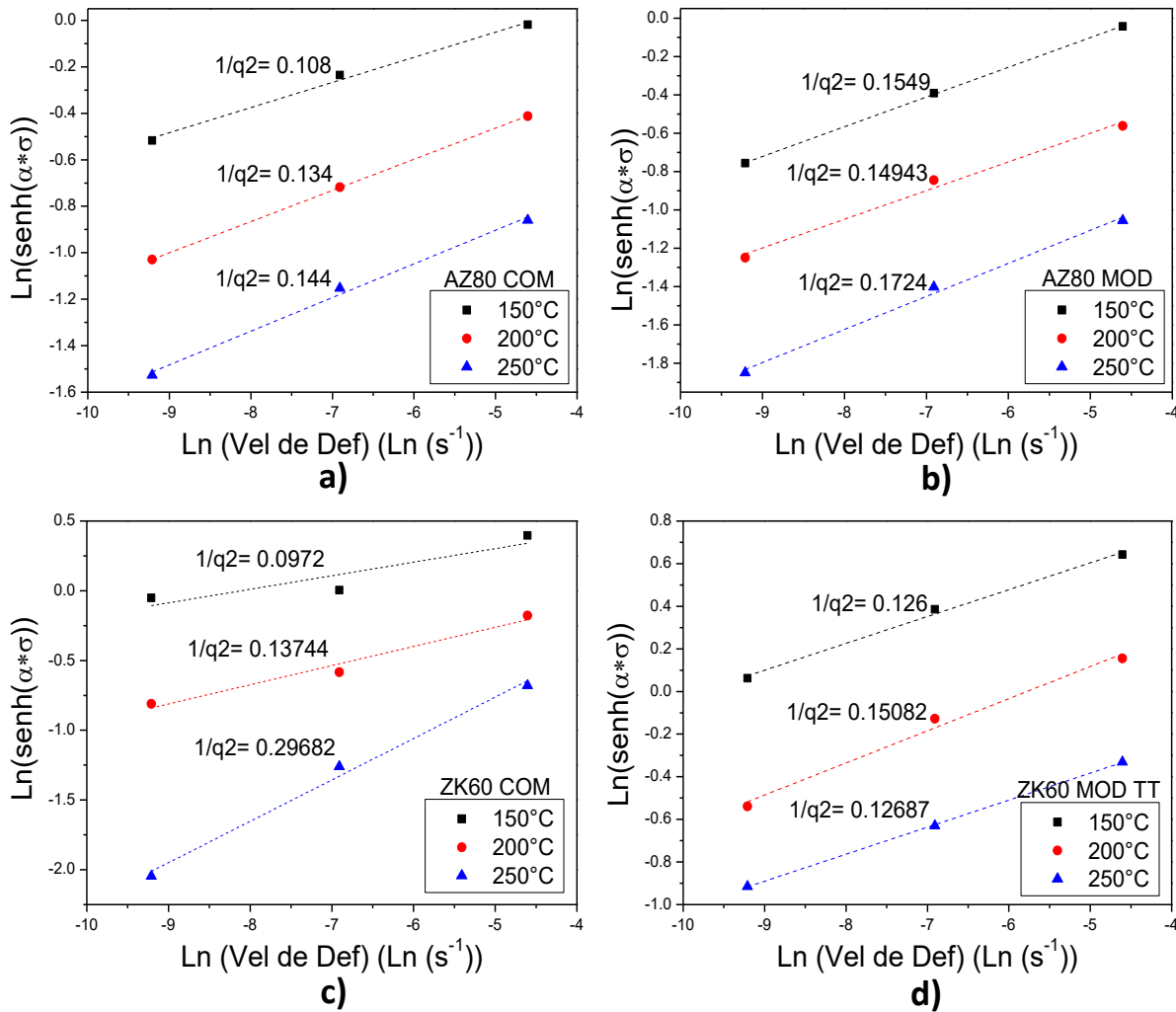


Figura 63. Gráficas  $\ln(\sinh(\alpha \cdot \sigma))$  VS  $\ln(\dot{\epsilon})$ , para hallar Q, de las aleaciones: a) AZ80 comercial, b) AZ80 modificada, c) ZK60 comercial y d) ZK60 modificada con TT.

Una vez obtenido los valores en términos de  $q_1$  y  $1/q_2$  a partir de las gráficas de las figuras 62 y 63, se sustituyen en la ecuación (8) que sugiere J. Liu, y así, finalmente se obtienen los valores energía de activación (Q) de cada aleación (ver valores de Q en el anexo V, de cada aleación y con sus respectivos parámetros de operación).

Teniendo el valor de la energía de activación y tomando en cuenta que R es la constante universal de los gases igual a 0.8314472 KJ/mol\*K, se puede determinar el valor (Z) sustituyendo como se indica en la ecuación (1), ver valores de Z en el anexo VI, de cada aleación.

Finalmente se procede a la determinación de las constantes del material A y n y estas resultan a partir de la siguiente ecuación:

# RESULTADOS Y DISCUSIÓN

$$\ln(Z) = \ln(A) + n \cdot \ln(\sinh(\alpha \sigma_p)) \quad (9)$$

Se debe graficar  $\ln(\sinh(\alpha \sigma_p))$  VS  $\ln(Z)$ , la figura 64 lo ilustra.

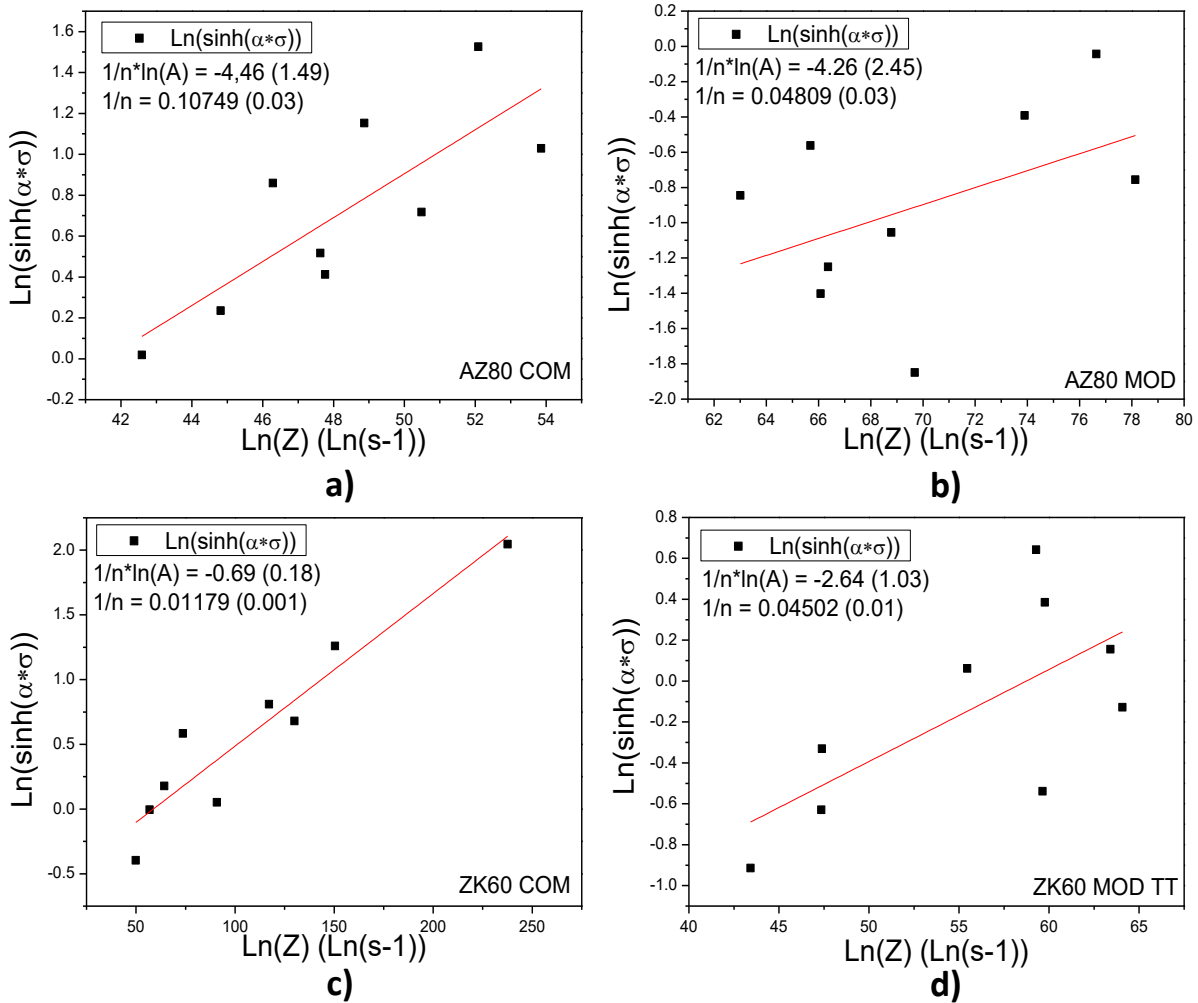


Figura 64. Gráficas  $\ln(\sinh(\alpha \sigma))$  VS  $\ln(Z)$ , para hallar A y n, de las aleaciones: a) AZ80 COM, b) AZ80 MOD, c) ZK60 COM y d) ZK60 MOD con TT.

En la siguiente tabla 16 resumen los valores de la energía de activación, así como las constantes de cada aleación (A, n y  $\alpha$ ).

Tabla 16. Constantes de cada aleación y energía de activación.

Aleación	Q (KJ mol <sup>-1</sup> )	$\alpha$ (MPa <sup>-1</sup> )	n	Ln (A)
AZ80 COM	217	0.0028	9.30	41.49
AZ80 MOD	300	0.0028	20.79	88.58
ZK60 COM	466	0.0056	84.81	58.52
ZK60 MOD TT	243	0.0063	22.21	58.73

### 4.6.1 Relación del valor Z con el comportamiento mecánico

Con la finalidad de relacionar el parámetro Zener-Hollomon con los parámetros de temperatura y velocidad de deformación de cada aleación, es necesario representar gráficamente la variación de Z con respecto al esfuerzo máximo y % de elongación a la fractura, tal como se muestra en la figura 65.

En general, para las cuatro aleaciones existe un continuo aumento del esfuerzo máximo con el incremento de Z. Por otro lado, existe una continua disminución del porcentaje de elongación a la fractura con el incremento de Z, se observa para las cuatro aleaciones.

La aleación AZ80 comercial presenta los valores de  $\ln(Z)$  más bajos en un rango de 40 a 55, mientras que la aleación AZ80 modificada estos se encuentran entre 60 y 80, sin duda los valores más altos que se reportan son para la aleación ZK60 comercial (50 a 250), la mayor ductilidad para esta aleación presenta un valor de  $\ln(Z)$  de 50, muy similar al de la aleación AZ80 comercial y modificada, solo que estas dos últimas presentan porcentajes de elongación a la fractura por debajo de 150%.

Para la aleación ZK60 modificada, sus valores de  $\ln(Z)$  están en un rango de 40 a 70, resultados similares a la de la aleación AZ80 comercial, pero, en cuanto a la ductilidad y esfuerzo máximo, la aleación ZK60 dopada con cerio, posee valores muy por debajo, comparada con las tres aleaciones restantes.

Por lo tanto, se puede establecer que a menores valores de  $\ln(Z)$  la ductilidad o porcentaje de elongación a la fractura será alto, caso similar reportó J. Victoria [21], para una aleación AZ31 con una ductilidad arriba de ~400% obtuvo un valor de  $\ln(Z)$  igual a 19, para una aleación AZ61 con valor  $\ln(Z)$  igual a 28 tiene una ductilidad por encima de 500%, valores mucho más bajos en comparación a las aleaciones de la serie AZ utilizadas en este estudio, por otro lado, los valores de esfuerzo máximo son mucho mayores de este trabajo en comparación al estudio de J. Victoria [21] y por lo tanto se obtuvieron altos valores de  $\ln(Z)$  en este trabajo.

De acuerdo a lo anterior, es diferente con lo que ocurre con las aleaciones de la serie ZK de este estudio, ya que la aleación ZK60 modificada presenta valores de  $\ln(Z)$  muy bajos comparados con la aleación comercial, con esto, se hubiera esperado obtener elongaciones mayores, sin embargo, no ocurre, debido al tipo de microestructura que obtuvo dicha aleación (ZK60 dopada con cerio), no homogénea, además de presentar cavitación durante los ensayos de tensión.

La microestructura de partida también repercute sobre Z y por lo tanto sobre la recristalización dinámica en los subsecuentes procesos de deformación en



caliente. En cuanto más grande es el tamaño de grano promedio inicial más se favorece a la recristalización dinámica a bajos valores de Z. Para pequeños tamaños de grano promedio iniciales, para obtener refinamiento del grano o recristalización es necesario conseguir valores de Z muy altos.

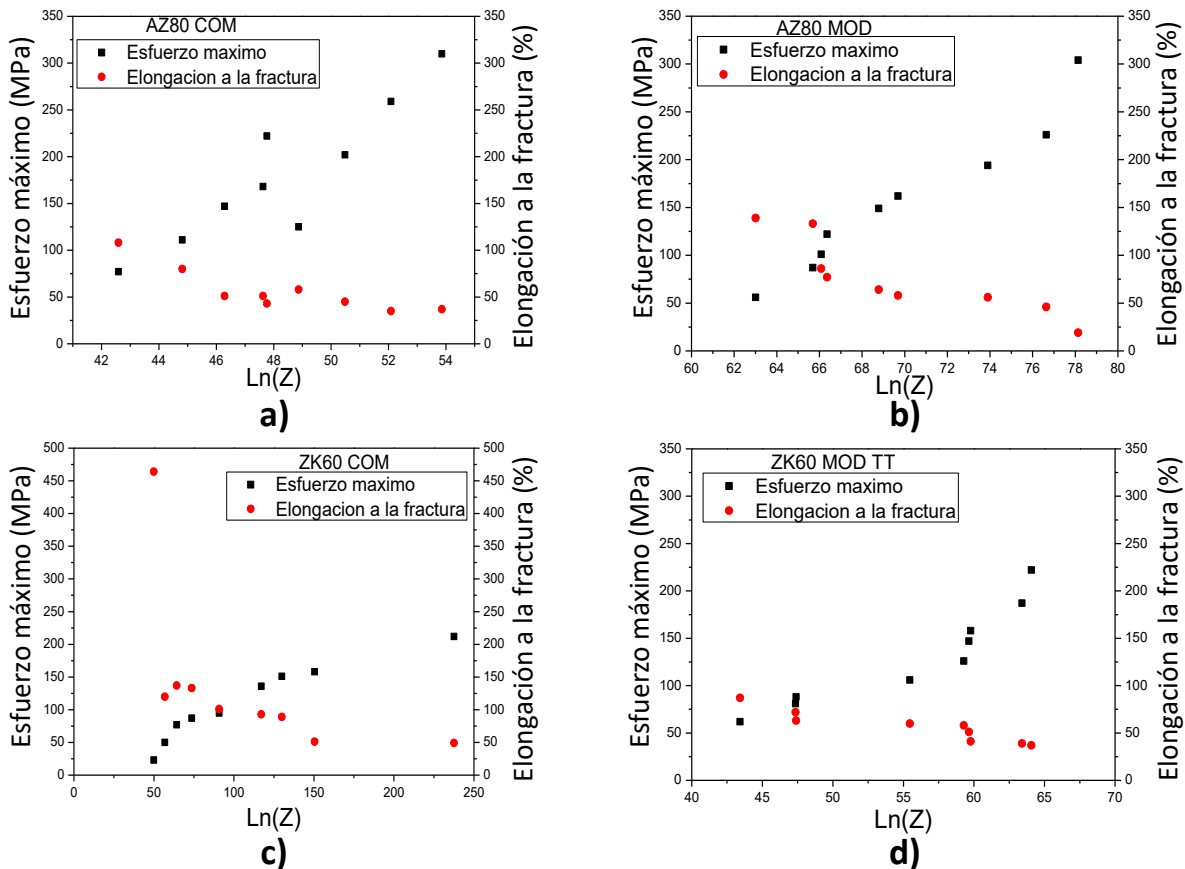


Figura 65. Esfuerzo máximo y % de elongación a la fractura de VS Ln(Z), de las aleaciones: a) AZ80 comercial, b) AZ80 modificada, c) ZK60 comercial y d) ZK60 modificada con TT.

## 4.7 La importancia de la energía de activación (Q)

La importancia de calcular la energía de activación en aleaciones de magnesio es muy útil, a partir de este resultado se puede obtener el parámetro Z y las constantes A, n y  $\alpha$ , como se realizó en este estudio, además, se puede tener una estimación más certera del mecanismo de deformación que predomina durante la deformación bajo diferentes condiciones de velocidad de deformación y temperatura. En este estudio se obtuvieron valores de 217 y 300 KJ/mol para AZ80 comercial y modificada, respectivamente. Es notable la diferencia de la energía de activación que existe entre estas, la aleación modificada tiene un valor de Q más alto, consecuente de que posee mayor cantidad de partículas de

segunda fase, semejante observación la ha realizado J. Victoria [21] en aleaciones AZ31 y AZ61, de las cuales la segunda aleación adquirió un valor de Q más alto y lo atribuyó a que existe mayor cantidad de aluminio y por lo tanto tiene mayor cantidad de precipitados.

Con los valores Q obtenidos en este estudio se puede determinar el mecanismo que predomina durante la deformación bajo condiciones específicas, ejemplo de ello, M. L. Olgún [108], obtuvo valores de Q en un rango de 143 a 160 KJ/mol para una aleación AZ61, concluyendo que el mecanismo que predomina durante la deformación es deslizamiento de dislocaciones, sin embargo, este resultado es comparado con valores de magnesio puro.

La tabla 17 compara los valores de la energía de activación (Q) obtenidos en este trabajo con los valores de magnesio puro reportados en literatura.

Tabla 17. Mecanismo de deformación que predomina en cada aleación de acuerdo a la literatura.

Aleación	Q (KJ mol <sup>-1</sup> )	Q (KJ mol <sup>-1</sup> ) Mg puro [112]	Mecanismo que predomina según literatura [112]
AZ80 COM	217	135 - 229	Deslizamiento de dislocaciones
AZ80 MOD	300	A partir de 230	Deslizamiento sobre límite de grano
ZK60 COM	466		Deslizamiento sobre límite de grano
ZK60 MOD TT	243		Deslizamiento sobre límite de grano

Existe otra manera para determinar el mecanismo de deformación, a partir de los datos obtenidos de las curvas esfuerzo real vs deformación real y son: módulo de elasticidad y esfuerzo máximo, y con el tamaño de grano obtenido después de los ensayos de tensión, es posible tener mejor certeza del mecanismo predominante, W. J. Kim y colaboradores [109], en su trabajo determinaron el mapa de mecanismo de deformación para aleaciones de la serie AZ, como se muestra en la figura 66. El cual es de gran ayuda para la determinación del mecanismo de deformación que predomina en la aleación AZ31 ensayada en tensión a 250 °C con velocidades de deformación de  $2 \times 10^{-4}$  a  $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , concluyendo que a velocidades altas, deslizamiento de dislocaciones es el mecanismo predominante durante la deformación mientras que a velocidades más bajas, deslizamiento sobre límite de grano se manifiesta, (grain boundary sliding, GBS siglas en inglés).

El presente estudio optó por realizar el mismo procedimiento, usando el esquema desarrollado por Kim [109], con la finalidad de establecer el o los mecanismo de deformación involucrados en las aleaciones AZ80 comercial y modificada.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La tabla 18 resume los valores de  $\sigma/E$  y tamaño de grano de las aleaciones mencionadas, estos valores fueron reflejados en el esquema 66, (los valores de  $\sigma/E$  se obtuvieron a partir de las gráficas esfuerzo real vs deformación real).

Tabla 18. Valores de  $\sigma/E$  y tamaño de grano de acuerdo a los parámetros de ensayo para AZ80 COM y AZ80 MOD.

<i>Aleación</i>	<i>Temperatura (°C)</i>	<i>Velocidad de deformación (s<sup>-1</sup>)</i>	<i>Tamaño de Grano (μm)</i>	<i>σ/E</i>
<i>AZ80 COMERCIAL</i>	150	10 <sup>-2</sup>	7	1x10 <sup>-1</sup>
		10 <sup>-3</sup>	6	1x10 <sup>-1</sup>
		10 <sup>-4</sup>	5.6	1x10 <sup>-1</sup>
	200	10 <sup>-2</sup>	3.6	4x10 <sup>-2</sup>
		10 <sup>-3</sup>	3.2	4x10 <sup>-2</sup>
		10 <sup>-4</sup>	2.7	4x10 <sup>-2</sup>
	250	10 <sup>-2</sup>	2.9	1x10 <sup>-2</sup>
		10 <sup>-3</sup>	1.9	1x10 <sup>-2</sup>
		10 <sup>-4</sup>	2.5	1x10 <sup>-2</sup>
<i>AZ80 MODIFICADA</i>	150	10 <sup>-2</sup>	3.2	9x10 <sup>-2</sup>
		10 <sup>-3</sup>	4.2	8x10 <sup>-2</sup>
		10 <sup>-4</sup>	3	8x10 <sup>-2</sup>
	200	10 <sup>-2</sup>	2.9	2x10 <sup>-2</sup>
		10 <sup>-3</sup>	3.7	2x10 <sup>-2</sup>
		10 <sup>-4</sup>	1.8	2x10 <sup>-2</sup>
	250	10 <sup>-2</sup>	2	1x10 <sup>-2</sup>
		10 <sup>-3</sup>	1.7	1x10 <sup>-2</sup>
		10 <sup>-4</sup>	2.7	1x10 <sup>-2</sup>

Como se puede observar en la figura 66, tanto en la aleación comercial (ver línea oscura) como en la modificada (ver línea verde) no existe un cambio en el mecanismo de deformación, a pesar de la gran diferencia en composición química, en ambas se manifiesta deslizamiento de dislocaciones, sin embargo no se encuentran en el mismo rango, la aleación modificada (ver línea verde) tiende acercarse a la zona del mecanismo de deslizamiento sobre límite de grano, esto explica el haber tenido una ductilidad ligeramente mayor a la aleación comercial.

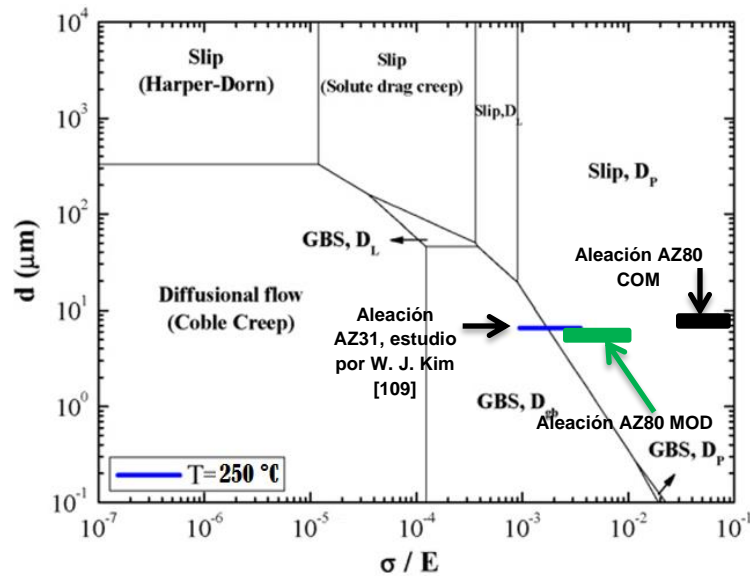


Figura 66. Mapa de mecanismos de deformación (DMM) para aleaciones de magnesio de la serie AZ [109].

De la misma manera, se determinaron los mecanismos de deformación que predominan durante los ensayos de tensión, en las aleaciones ZK60 comercial y ZK60 modificada con TT.

Como ya se había mencionado anteriormente, la aleación ZK60 comercial presentó un comportamiento superplástico a 250 °C con velocidad de deformación de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  y se atribuyó al componente de textura  $\langle 11\bar{2}1 \rangle$  que se desarrolló después del tratamiento termomecánico.

Por un lado, existen varios criterios que se deben cumplir para afirmar que el material se comporte superplásticamente [60], y esta aleación cumple con algunos de los requisitos, por ejemplo: posee una microestructura fina y estable al final del ensayo de tensión a 250 °C/ $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  con un tamaño de grano promedio de  $\sim 4 \mu\text{m}$ , existe la presencia de partículas de segunda fase que inhibe el crecimiento del grano, entre otras. Por otro lado, los materiales superplásticos generalmente exhiben valores altos de coeficiente de sensibilidad a la velocidad de deformación ( $m$ ) durante la deformación en tensión, la cual es expresada mediante la siguiente ecuación [10]:

$$\sigma = K \dot{\epsilon}^m \quad (10)$$

Donde ( $\sigma$ ) es el esfuerzo de flujo verdadero, ( $K$ ) es una constante y ( $\dot{\epsilon}$ ) es la velocidad de deformación. Los metales normalmente exhiben  $m < 0.2$  y las aleaciones superplásticas comúnmente poseen valores de  $m > 0.33$ , sin embargo, la aleación ZK60 comercial de este estudio que obtuvo 464% de elongación a la fractura, bajo condiciones ya mencionadas, posee un valor de  $m = 0.29$ , estrictamente hablando no cumple con este requisito.

Bussiba y colaboradores [87], en su estudio de una aleación ZK60 y llevada en tensión reportó 220% de elongación a la fractura a una velocidad de deformación de  $1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , con un valor de  $m=0.2$ , a pesar de haber obtenido menor ductilidad en comparación a este trabajo, concluyen que, deslizamiento sobre límite de grano (GBS) es el mecanismo que predomina.

H. Watanabe [88], demostró un comportamiento superplástico en una aleación ZK60 convencional al reportar % de elongación mayores a 400% durante tensión en rango de temperatura de 200 a 225 °C y velocidades de deformación de  $2.6 \times 10^{-6}$  a  $3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  (mucho más bajas que este estudio), reportando valores de  $m=0.5$

Para la determinación del mecanismo que predomina en la aleación comercial y modificada con TT se hizo de la misma manera, utilizando un DMM diferente al de la figura 66 ya que corresponde únicamente a los de la serie AZ, en este caso se utilizó un DMM creado por el mismo autor W. J. Kim [110], ya que este es válido para aleaciones de magnesio en general, según el autor mencionado.

La tabla 19 resume los valores de  $\sigma/E$  y tamaño de grano de las aleaciones ZK60 comercial y modificada con TT, estos valores fueron reflejados en el esquema 67, (los valores de  $\sigma/E$  se obtuvieron a partir de las gráficas esfuerzo real vs deformación real).

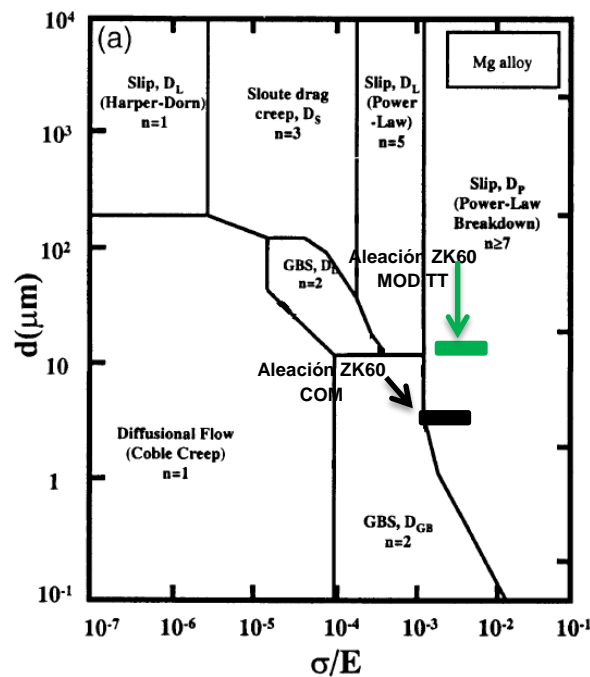


Figura 67. Mapa de mecanismos de deformación (DMM) para aleaciones de magnesio [110].

Tabla 19. Valores de  $\sigma/E$  y tamaño de grano de acuerdo a los parámetros de ensayo para ZK60 COM y ZK60 MOD con TT.

<i>Aleación</i>	<i>Temperatura (°C)</i>	<i>Velocidad de Deformación (s<sup>-1</sup>)</i>	<i>Tamaño de Grano (μm)</i>	<i><math>\sigma/E</math></i>
<i>ZK60 COMERCIAL</i>	150	$10^{-2}$	4.6	$4 \times 10^{-2}$
		$10^{-3}$	3.9	$4 \times 10^{-2}$
		$10^{-4}$	2.3	$4 \times 10^{-2}$
	200	$10^{-2}$	1.5	$3 \times 10^{-2}$
		$10^{-3}$	3	$3 \times 10^{-2}$
		$10^{-4}$	2.6	$3 \times 10^{-2}$
	250	$10^{-2}$	2.4	$1 \times 10^{-2}$
		$10^{-3}$	2.6	$1 \times 10^{-2}$
		$10^{-4}$	3.9	$1 \times 10^{-2}$
<i>ZK60 MODIFICADA Con TT</i>	150	$10^{-2}$	9.1	$5 \times 10^{-2}$
		$10^{-3}$	9.4	$5 \times 10^{-2}$
		$10^{-4}$	8	$5 \times 10^{-2}$
	200	$10^{-2}$	7.5	$4 \times 10^{-2}$
		$10^{-3}$	8.1	$4 \times 10^{-2}$
		$10^{-4}$	6.4	$4 \times 10^{-2}$
	250	$10^{-2}$	3	$2 \times 10^{-2}$
		$10^{-3}$	3.4	$2 \times 10^{-2}$
		$10^{-4}$	4.6	$2 \times 10^{-2}$

Con este análisis realizado se observa que el mecanismo que se activó durante pruebas de tensión para aleación ZK60 comercial fue deslizamiento de dislocaciones y deslizamiento sobre límite de grano, esto dependiendo de las condiciones de ensayo, y como una posible prueba del comportamiento superplástico, mientras que la aleación dopada con cerio únicamente presenta el mecanismo de deslizamiento de dislocaciones, esto va de la mano el no reportar ductilidad alta en esta aleación. Aunque el DMM de la figura 68 no corresponde al de las aleaciones de la serie ZK, nos brinda una estimación cercana para aleaciones base magnesio en general.

La tabla 20 compara los mecanismos de deformación que predomina en cada aleación de acuerdo a literatura que contempla la energía de activación (Q) y de acuerdo a los mapas de mecanismos de deformación (DMM) desarrollados por W. J. Kim que dependen del módulo elástico, esfuerzo máximo y tamaño de grano al final del ensayo de tensión.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

---

Tabla 20. Comparación de mecanismos de deformación predominantes en cada aleación.

<i>Aleación</i>	$Q$ ( $KJ\ mol^{-1}$ )	$Q$ ( $KJ\ mol^{-1}$ ) <i>Mg puro [112]</i>	<i>Mecanismo que predomina según literatura [112]</i>	<i>Mecanismo que predomina mediante DMM</i>
AZ80 COM	217	135 - 229	Deslizamiento de dislocaciones	Deslizamiento de dislocaciones
AZ80 MOD	300	A partir de 230	Deslizamiento sobre límite de grano	Deslizamiento de dislocaciones
ZK60 COM	466		Deslizamiento sobre límite de grano	Deslizamiento de límite sobre grano
ZK60 MOD TT	243		Deslizamiento sobre límite de grano	Deslizamiento de dislocaciones



# CONCLUSIONES



---

## CONCLUSIONES

### *Microestructura:*

Con la adición de itrio y cerio sobre la aleación AZ80 refleja refinamiento del grano en comparación con la aleación AZ80 comercial, en la cual se mostró la formación de partículas de segunda fase  $\text{Al}_4\text{MgY}$  y  $\text{Ce}_3\text{Al}_{11}$ , por otro lado, la adición de cerio sobre la aleación ZK60 inhibe el proceso de recristalización dinámica durante la extrusión, promoviendo el desarrollo de una microestructura bimodal (grandes granos alargados y pequeños granos recristalizados)

### *Tratamiento térmico de recristalización:*

Con el tratamiento térmico a  $435^\circ\text{C}$  por 240 minutos se reducen las zonas sin recristalizar en la aleación ZK60 modificada, sin embargo, presenta un incremento del tamaño de grano promedio, debido a la disolución de la fase  $\text{Zn}_2\text{Zr}$  que se encontraba sobre los límites de grano.

### *Textura global:*

Existe una disminución de la intensidad máxima sobre la textura cristalográfica en aleación AZ80 modificada después del tratamiento termomecánico, comparado con la aleación comercial AZ80 debido al proceso de recristalización dinámica durante el proceso de extrusión. La aleación ZK60 comercial, fue capaz de promover la formación de la componente de textura  $\langle \bar{1}2\bar{1}1 \rangle$  paralela a la dirección de extrusión.

La microestructura desarrollada por la aleación ZK60 dopada con Ce y con TT, permitió un incremento de la intensidad en el polo  $\langle \bar{1}2\bar{1}1 \rangle$ .

### *Comportamiento mecánico:*

La aleación AZ80 modificada con cerio e itrio obtuvo un incremento sustancial en la ductilidad de 30%, con respecto a la aleación comercial AZ80 a  $250^\circ\text{C}$  con velocidad de deformación de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

La aleación ZK60 comercial presentó excelente ductilidad a  $250^\circ\text{C}$  a las tres diferentes velocidades de deformación, en especial a la velocidad más lenta, esta aleación es capaz de presentar comportamiento superplástico ya que logró obtener 464% de elongación a la fractura, dándole el crédito a la textura cristalográfica que se desarrolló durante el tratamiento termomecánico.

Por otro lado la aleación ZK60 con TT dopada con cerio mostró pobre ductilidad en la mayoría de las condiciones de prueba, debido a la microestructura bimodal obtenida después de la extrusión y a la formación de cavidades durante los

ensayos de tensión ya que las partículas de segunda fase actuaron como elevadores de las concentraciones de esfuerzo y por ende a la falla.

### *Parámetro Zener-Hollomon:*

Con la determinación de  $Z$  o  $\ln(Z)$  fue posible concretar que, si  $Z$  aumenta, mayor será el valor del esfuerzo máximo de material y a su vez la elongación a la fractura ira disminuyendo y viceversa. Demostrando que a valores más bajos de  $Z$  se obtienen las más altas elongaciones en las cuatro aleaciones, los valores de  $Z$  también dependen del tamaño de grano promedio inicial en este caso de tamaño obtenido por la extrusión indirecta.

Y por lo tanto se puede decir que:

- Si el tamaño de grano inicial es grande, se obtienen valores de  $Z$  bajos, el valor del esfuerzo máximo es alto, la intensidad máxima en la textura es alto y la ductilidad es baja y por lo tanto bajo estas condiciones se requiere menos deformación para promover recristalización dinámica.
- Si el tamaño de grano inicial es pequeño, se obtienen valores de  $Z$  altos, el valor del esfuerzo máximo es pequeño, la intensidad máxima en la textura es pequeño y la ductilidad es alta y por lo tanto bajo estas condiciones se requiere mayor deformación para promover recristalización dinámica.

### *Energía de activación:*

Con el valor de  $Q$  es posible conocer el mecanismo de deformación que predomina durante la deformación, para cada una de las aleaciones, sin embargo, el mecanismo se determinó mediante DMM que involucran la relación del esfuerzo máximo y el módulo de elasticidad en función del tamaño de grano obtenido después de los ensayos de tensión, resultando que para la aleación AZ80 comercial el mecanismo que predomina es deslizamiento de dislocaciones de igual forma para la aleación AZ80 modificada, solo que de acuerdo a la literatura, la aleación modificada se encuentra muy cercana a una zona deseable, en la cual, está aleación podría alcanzar altas ductilidades si se modifica la velocidad de deformación y/o la temperatura.

La aleación comercial ZK60 presenta el mecanismo de deslizamiento de dislocaciones a baja temperatura y a mayor temperatura y velocidad de deformación baja ( $250\text{ °C}/10^{-4}\text{ s}^{-1}$ ) el mecanismo que presenta es deslizamiento sobre límite de grano (GBS), de esta manera corroborando y justificando el comportamiento superplástico de dicha aleación, mientras que la aleación ZK60 dopada con cerio únicamente presenta el mecanismo de deslizamiento de dislocaciones.



# REFERENCIAS

## REFERENCIAS

- [1] K. Kubota, M. Mabuchi, and K. Higashi, *Journal of Materials Science* 1999; 34(10), p. 2255- 2262.
- [2] M. Wise, K. Calvin, A. Thomson, L. Clarke, B. Bond-Lamberty, R. Sands, S. J. Smith, A. Janetos, and J. Edmonds, *Science* May 2009, Vol. 324, Nr. 5931, p. 1183 –1186.
- [3] L. R. Kump, *Nature* 2002, Vol. 419, Nr. 6903, p. 188–190.
- [4] T. M. Pollock, *Science* May 2010, Vol. 328, Nr. 5981, p. 986 –987.
- [5] H. A. Patel, D. L. Chen, S. D. Bhole, and K. Sadayappan, *Materials Science and Engineering: A* Nov. 2010, Vol. 528, Nr. 1, p. 208–219.
- [6] H. T. Kang and T. Ostrom, *Materials Science and Engineering: A*, Aug. 2008, Vol. 490, Nr. 1–2, p. 52–56.
- [7] H. Chen, S. B. Kang, H. Yu, H. W. Kim, and G. Min. *Materials Science and Engineering: A*, Sep. 2008 Vol. 492, Nr. 1–2, p. 317–326.
- [8] F. A. Slooff, J. Zhou, J. Duszczuk, and L. Katgerman, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 211, Nr. 7, p. 1241–1246, Jul. 2011.
- [9] Kammer C Magnesium-Taschenbuch.Aluminium-Verlag (2000), Dusseldorf.
- [10] M. de L. Olguín, D. Hernández Silva, Agosto 2012, “*Ductilidad a alta temperatura de las aleaciones de magnesio AZ31 y AZ61*”, Tesis de Maestría en Ciencias en Ingeniería Metalúrgica. ESIQIE, IPN, México D. F.
- [11] Ulacia I, Dudamell NV, Galvez F, Yi S, Perez-Prado MT, Hurtado I, *Acta Mater* 2010; 58:2988.
- [12] Barnett MR, *Metall Mater Trans A* 2003; 34:1799.
- [13] Chapuis A, Driver JH, *Acta Mater* 2011; 59:1986.
- [14] Dillamore IL, Roberts WT, *Metall Rev* 1965; 10:271.
- [15] Bohlen J, Yi SB, Swiostek J, Letzig D, Brokmeier HG, Kainer KU, *Scripta Mater* 2005; 53: 259–64.
- [16] M.G. Jiang, C.Xu, T. Nakata, H. Yan, R.S .Chen, S. Kamado, *Materials Science & Engineering A* (2016), 667 233–239.
- [17] Polmear, *Light Alloys*, 4th ed, Butterworth-Heinemann, Oxford, 2005, pp. 237–297.
- [18] K. Hantzsche, J. Bohlen, J. Wendt, K. U. Kainer, S. B. Yi, and D. Letzig, *Scripta Materialia* Oct. 2010, Vol. 63, Nr. 7, p. 725–730.
- [19] N. Stanford, D. Atwell, A. Beer, C. Davies, M.R. Barnett, *Scripta Mater.* 59 (2008) 772.
- [20] M.R. Barnett, A. Beer, D. Atwell, C.H.J. Davies, T. Abbott, in: S.R. Agnew et al. (Eds.), *Magnesium Technology*, TMS, Warrendale, PA, 2010, pp. 253–562.
- [21] J. Victoria-Hernández, S. Yi, D. Letzig, D. Hernández, J. Bohlen, *Acta Materialia* 61 (2013) 2179-2193.
- [22] S.R. Agnew, M.H. Yoo, C.N. Tomé, *Acta Mater* 49 (2001) 4277-4289.
- [23] R. Cottam, J. Robson, G. Lorimer, B. Davis, *Mater. Sci. Eng. A* 485 (2008) 375-382.
- [24] J. Bohlen, M. R. Nürnberg, J. W. Senn, D. Letzig, and S. R. Agnew, , *Acta Materialia*, Vol. 55, Nr. 6, p. 2101–2112, Apr. 2007.

- 
- [25] Holywell, G.C, *JOM*, 57(7), 26-33 (2005).
  - [26] Witte, F. *Acta Biomaterialia*, 6(5), 1680-1692 (2010).
  - [27] McDonough, W.F. "The composition of the earth". *International Geophysics*, 76, 3-23 (2001).
  - [28] Gray, J.E., Luan, B, *Journal of Alloys and Compounds*, 336(1-2), 88-113 (2002).
  - [29] Kipouros, G.J., Sadoway, D.R. *Journal of Light Metals*, 1(2), 111-117 (2001).
  - [30] Kainer, Magnesium- Alloys and technologies, 2003, Pág. 1-2.
  - [31] L. Melo López, D. Hernández Silva, J. Victoria Hernández, Enero 2015, "Efecto del calcio e itrio sobre la microestructura, textura y propiedades mecánicas de la aleación AZ31 Tesis de Maestría en Ciencias en Ingeniería Metalúrgica. ESIQIE, IPN, México D. F.
  - [32] Castrillejo, Y., Martínez, A.M., Pardo, R., Haarberg, G.M. *Electrochimica Acta*, 42(12), 1869-1879 (1997).
  - [33] Cherubini, F., Raugei, M., Ulgiati, S. LCA of magnesium production Technological overview and worldwide estimation of environmental burdens. *Resources, Conservation and Recycling*, 52(8-9), 1093-1100 (2008).
  - [34] Du, J., Han, W., Peng, Y. *Journal of Cleaner Production*, 18(2), 112-119 (2010).
  - [35] Ingarao, G., Lorenzo, R., Micari, F. *Journal of Cleaner Production*, 19(4), 337-347 (2011).
  - [36] L. Gaines, R. Cuenca, F. Stodolsky, and S. Wu, "Potential Applications of Wrought Magnesium Alloys for Passenger Vehicles," presented at the ATD-CCM, Detroit, MI, Oct. 24 pp 2340.
  - [37] G. Gottstein *Physical Foundations of Materials Science*, Springer, Chapter 2: Atomic Structure Solids (2004).
  - [38] Kleiner, M., Geiger, M., Klaus, A. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 52(2), 521-542 (2003).
  - [39] Mordike, B.L., Ebert, T. *Materials Science and Engineering: A*, 302(1), 37-45 (2001).
  - [40] H. E. Friedrich and B. L. Mordike. "Magnesium Technology Metallurgy, Design Data, Applications", Springer, (2006) pp 80-82.
  - [41] [www.metalurgiausach.cl](http://www.metalurgiausach.cl)
  - [42] F. Habashi, „Magnesium, in Alloys: Preparation, Properties, Applications“, *Wiley-VCH Verlag GmbH*, p. 151–164, 1998.
  - [43] Yong Qi, Cheng AE, Zhen Hua, Chen AE, Wei Jun and Xia J. *Mater Sci* 42:3552–3556 (2007).
  - [44] F. Khomamizadeh, B. Nami and S. Khoshkhouei: *Met. Mater. Trans. A* 36, 3489 (2005).
  - [45] *Metals Handbook* (1973) 8th ed. vol. 8. American Society for Metals, Metals Park, Ohio.
  - [46] J.A. Del Valle, M.T. Pérez-Prado, O.A. Ruano; *Met. Mater. Trans. A* 36, 1427-1438 (2005).
  - [47] E.F. Emley. *Principles of magnesium technology*. 1966.
  - [48] A. A. Nayeb-Hashemi and J. B. Clark, *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, Vol. 6, Nr. 3, p. 246–250, Jun. 1985.
-

- 
- [49] L. Nascimento, S. Yi, J. Bohlen, L. Fuskova, D. Letzig, K.U. Kainer, *Procedia Engineering* 2 (2010) 743–750.
- [50] N. Stanford, M.R. Barnett, *Mater. Sci. Eng. A* 496 (2008), pp. 399-408.
- [51] L. Ibarra, D. Hernandez Silva, J. Victoria Hernandez, Enero 2015, “*Efecto de la laminación cruzada en la microestructura, textura cristalográfica y propiedades mecánicas en aleaciones de magnesio AZ31 y ZEW200 producidas por colada continua*”, Tesis de Maestría en Ciencias en Ingeniería Metalúrgica, ESIQIE, IPN, México D. F.
- [52] Y. Tamura, Y. Kida, H. Tamehiro, N. Kono, H. Soda, and A. McLean, *Journal of Materials Science*, Vol. 43, Nr. 4, p. 1249–1258, Dec. 2007.
- [53] H. Liang, S.-L. Chen, and Y. A. Chang, *Metall and Mat Trans A*, Vol. 28, Nr. 9, p. 1725–1734, Sep. 1997.
- [54] T. Laser, M. R. Nürnberg, A. Janz, C. Hartig, D. Letzig, R. Schmid-Fetzer, and R. Bormann, *Acta Materialia*, Vol. 54, Nr. 11, p. 3033–3041, Jun. 2006.
- [55] Y. P. Ren, Y. Guo, D. Chen, S. Li, W. L. Pei, and G. W. Qin, *Calphad*, Vol. 35, Nr. 3, p. 411–415, Sep. 2011.
- [56] Talal al- Samman. *Cuvillier Verlag*, 1-84,111-128, 227-2245 (2008).
- [57] William D. Callister, *Materials Science and Engineering*, (2007).
- [58] Haidong Fan and Jaafar A. El-Awady, *Journal of Applied Mechanics*, October 2015, Vol. 82 / 101006-11
- [59] G. Kurz, J. Bohlen, D. Letzig, K. U. Kainer, “Influence of Process Parameters on Twin Roll Cast strip of the alloy AZ31”. (2013).
- [60] J. Victoria Hernández and D. Hernández Silva, Nov 2011, “*Influence of Al on the superplastic behavior at low temperatures of fine grained Mg-Al-Zn alloys*”, Tesis de Doctor en Ciencias en Metalurgia y Materiales, Mexico D.F.
- [61] E. Meza Garcia, “Extrusion of Magnesium-Zn based alloys”, Edit. Suedwestdeutscher Verlag fuer Hochschulschriften (2011).
- [62] G.E Dieter Mechanical Metallurgic, Third Edition 1988.
- [63] F. J. Humphreys and M. Hatherly, “*Recrystallization and related annealing phenomena*”. Elsevier, 2004.
- [64] H. Y. Chao, H. F. Sun, W. Z. Chen, and E. D. Wang, *Materials Characterization*, Vol. 62, Nr. 3, p. 312–320, Mar. 2011.
- [65] Q. Miao, L. Hu, X. Wang, and E. Wang, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 493, Nr. 1–2, p. 87–90, Mar. 2010.
- [66] R. D. Doherty, D. A. Hughes, F. J. Humphreys, J. J. Jonas, D. J. Jensen, M. E. Kassner, W. E. King, T. R. McNelley, H. J. McQueen, and A. D. Rollett, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 238, Nr. 2, p. 219–274, Nov. 1997.
- [67] J. Xing, X. Yang, H. Miura, and T. Sakai, *Materials Transactions*, Vol. 48, Nr. 6, p. 1406–1411, 2007.
- [68] H. Watanabe and M. Fukusumi, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 477, Nr. 1–2, p. 153–161, Mar. 2008.
- [69] A. Galiyev, R. Kaibyshev, and G. Gottstein, *Acta Materialia*, Vol. 49, Nr. 7, p. 1199–1207, Apr. 2001.
- [70] J. D. Robson, D. T. Henry, and B. Davis, *Acta Materialia*, Vol. 57, Nr. 9, p. 2739–2747, May 2009.
-

- [71] G.W. Lorimer, L.W.F. Mackenzie, F.J. Humphreys, and T. Wilks, *Mater Sci Forum*, Nr. 488–489, p. 99–102, 2005.
- [72] M. Mabuchi, K. Kubota, and K. Higashi, *Journal of Materials Science*, Vol. 31, Nr. 6, p. 1529–1535, 1996.
- [73] X. Li, P. Yang, L.-N. Wang, L. Meng, and F. Cui, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 517, Nr. 1–2, p. 160–169, Aug. 2009.
- [74] M. R. Barnett, M. D. Nave, and C. J. Bettles, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 386, Nr. 1–2, p. 205–211, Nov. 2004.
- [75] L. Jiang, J. J. Jonas, A. A. Luo, A. K. Sachdev, and S. Godet, *Scripta Materialia*, Vol. 54, Nr. 5, p. 771–775, Mar. 2006.
- [76] H. Yoshinaga, T. Obara, and P. Morozumi, *Materials Science and Engineering*, Vol. 12, Nr. 5–6, p. 255–264, Nov.
- [77] O. Herrera Soria, 2009, “Influencia de la textura cristalográfica global en la susceptibilidad al agrietamiento inducido por hidrógeno en aceros grado tubería”, Tesis de Maestría en Ciencias en Ingeniería Metalúrgica, ESIQIE-IPN, México D.F.
- [78] Pen Cao, *Scripta Materialia* 54 (2006) 1853-1858.
- [79] Bunge, “Textures and microstructures”, 5, 1982.
- [80] Stanford, *Materials Science and engineering A* 258 (2010) 314-322.
- [81] F. Caleyó, “Estudio del desarrollo de la textura de recristalización de cubo en aleaciones Fe-Ni”, Tesis para obtener el grado de doctor en ciencia de materiales.
- [82] Y.N. Wang, J.C. Huang, *Materials Chemistry and Physics* 81 (2003) 11–26.
- [83] Lizi Liu, Xianhua Chen, Fusheng Pan, Shangyu Gao, Chaoyue Zhao, *Journal of Alloys and Compounds* 688 (2016) 537-541.
- [84] S.M. He, L.M. Peng, X.Q. Zeng, W.J. Ding, Y.P. Zhu, *Materials Science and Engineering A* 433 (2006) 175–181.
- [85] Xie Jian-chang, LI Quan-an, WANG Xiao-qiang, LI Jian-hong. *Trans. Nonferrous Met. Soc.* 18(2008) 303-308.
- [86] J. Victoria-Hernandez, D. Hernandez-Silva, J. Bohlen, S. Yi and D. Letzig, *Materials Science Forum Vol. 735 (2013) pp 307-315.*
- [87] A. Bussiba, A. Ben Artzy, A. Shtechman, S. Ifergan, M. Kupiec, *Materials Science and Engineering A*302 (2001) 56–62.
- [88] H. Watanabe, Toshiji Mukai, Koichi Ishikawa and Kenji Higashi, *Scripta Materialia* 46 (2002) 851-856.
- [89] W.H. Sillekens and D. Letzig, “The MAGFORGE Project: European Community Research on Forging of Magnesium Alloys”, *Proceedings of the 7th International Conference on Magnesium Alloys and their Applications*; Dresden, Germany (2006).
- [90] <http://www.magforge.eu/site/en/about.php>
- [91] G. Kurz, B. Clauw, W.H. Sillekens, D. Letzig, *Die forging of the alloys AZ80 and ZK60*, 2009.
- [92] J. Liu, Zhenshan Cui, Congxing Li, *Computational materials science*, 41 (2008) 375-382.
- [93] J. Swiostek, J. Bohlen, D. Letzig and K.U. Kainer, *Mater. Sci. Forum*, vol. 488-489 (2005) 491-494]
- [94] <http://www.computerm.com/index.php?route=product/category&path=71>

- 
- [95] St John DH, Dahle AK, Abbot T, Nave MD, Qian M (2003) "Solidification of cast Magnesium Alloys". Magnesium Technology 2003, Ed. Kaplan HI, TMS, pp. 95–100.
- [96] Beck A (1939), "Magnesium und seine Legierungen". Springer, Berlin Heidelberg New York.
- [97] P. Ca, M. Qian, David H. St John, *Scripta Mater.* 54 1853–1858 (2006).
- [98] I.J. Polmear, *Light Alloys*, 3rd ed., Arnold, London, 1995.
- [99] D.Y. Maeng, T.S. Kim, J.H. Lee, S.J. Hong, S.K. Seo, B.S. Chun, *Scripta Mater.* 43 (2000) 385.
- [100] S. Zhang, *Acta Metallurg. Sinica* vol. 25 (1989) A346 (in Chinese).
- [101] Muhammad Shahzad, 30.04.2010, "Influence of extrusion parameters on microstructure development and mechanical properties in wrought magnesium alloys AZ80 and ZK60", Technische Universität Clausthal.
- [102] A.A. Luo, R.K. Mishra and A.K. Sachdev, *Scripta Materialia* 64 (2011) 410–413.
- [103] D. Wu, R.S. Chen and E.H. Han, *Journal of Alloys and Compounds* 509 (2011) 2856–2863.
- [104] Tegart WJ. "Independent slip systems and ductility of hexagonal polycrystals". *Philos Mag* 9(98):339–41 (1964).
- [105] C.J. Boehlert, Z. Chen, I. Gutiérrez-Urrutia, J. Llorca and M.T. Pérez-Prado, *Acta Materialia* 60 (2012) 1889–1904.
- [106] W.J. Kim, B.G. Hwanga, M.J. Lee, Y.B. Park, *Journal of Alloys and Compounds* 509 (2011) 8510–8517.
- [107] W. J. Kim, M. J. Kim, J. Y. Wang; *Mater. Sci. Eng. A* 527 (2009) 322-327.
- [108] M. L. Olguin, D. Hernández-Silva, M. A. García Bernal, V. M. Sauce-Rangel. *Material science & engineering A* 597 (2014) 82-88.
- [109] W.J. Kim, J.D. Park, U.S. Yoon. *Journal of Alloys and Compounds* 464 (2008) 197–204.
- [110] W. -J. Kim, S. W. Chung, C. S. Chung and D. Kum. *Acta mater.* 49 (2001) 3337–3345.
- [111] Davis B (2001). "Study of Zr Grain refinement in Magnesium and Alloys by Sedimentation Techniques". Univ. Oxford. 2001. Magnesium Elektron Sponsored Post-Doc Project Report (Unpublished).
- [112] H. J. Frost, M. F. Ashby, "Deformation Mechanism Maps-The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics, Pergamon Press, Oxford. 1982.
- [113] Comunicación privada con Dr. rer. nat. Jan Bohlen, Agosto 2016, Helmholtz Zentrum Geesthacht, Alemania.





ANEXOS

## ANEXO I

Norma europea DIN 50125 M6, para ensayos de tensión.

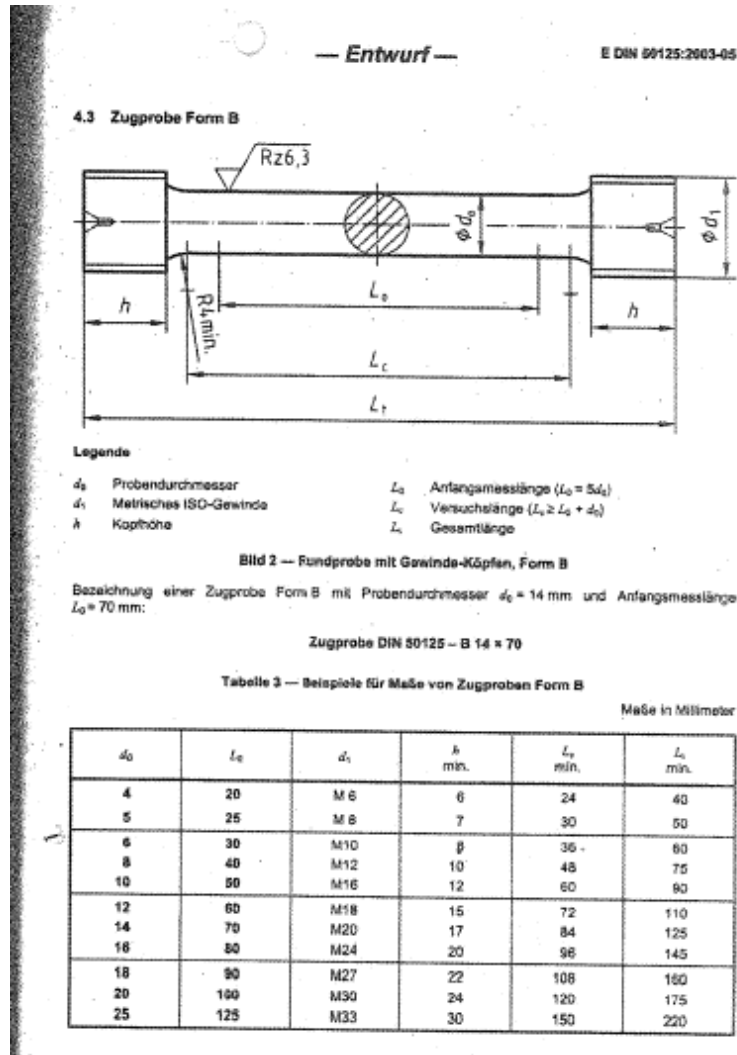


Figura A1. Norma europea DIN 50125 M6.

## ANEXO II

Calculo de las zonas sin recristalizar para la aleación ZK60 modificada con 0.7 % en peso de Cerio, en dos ocasiones para obtener menor margen de error.

Tabla A1. Calculo de zona recristalizada.

ALEACIÓN ZK60+Ce			
ZONA RECRISTALIZADA			
# PUNTOS TOTALES	%	# PUNTOS EN ZONA RECRISTALIZADA	%
72	100	34	47.2222222

$$\% \text{ Zona recristalizada} = \frac{\# \text{ puntos en zona recristalizada}}{\# \text{ puntos totales}} * 100$$

$$\% \text{ Zona recristalizada} = \frac{34}{72} * 100 = 47.2222222 \%$$

Tabla A2. Calculo de zona recristalizada.

ALEACIÓN ZK60+Ce			
ZONA RECRISTALIZADA			
# PUNTOS TOTALES	%	# PUNTOS EN ZONA RECRISTALIZADA	%
72	100	36	50

$$\% \text{ Zona recristalizada} = \frac{\# \text{ puntos en zona recristalizada}}{\# \text{ puntos totales}} * 100$$

$$\% \text{ Zona recristalizada} = \frac{36}{72} * 100 = 50 \%$$

## ANEXO III

Mapeo de la aleación ZK60 modificada con cerio y con tratamiento térmico de recristalización a 435°C por 240 minutos, para observar la distribución de los elementos presentes, en una zona de la muestra.

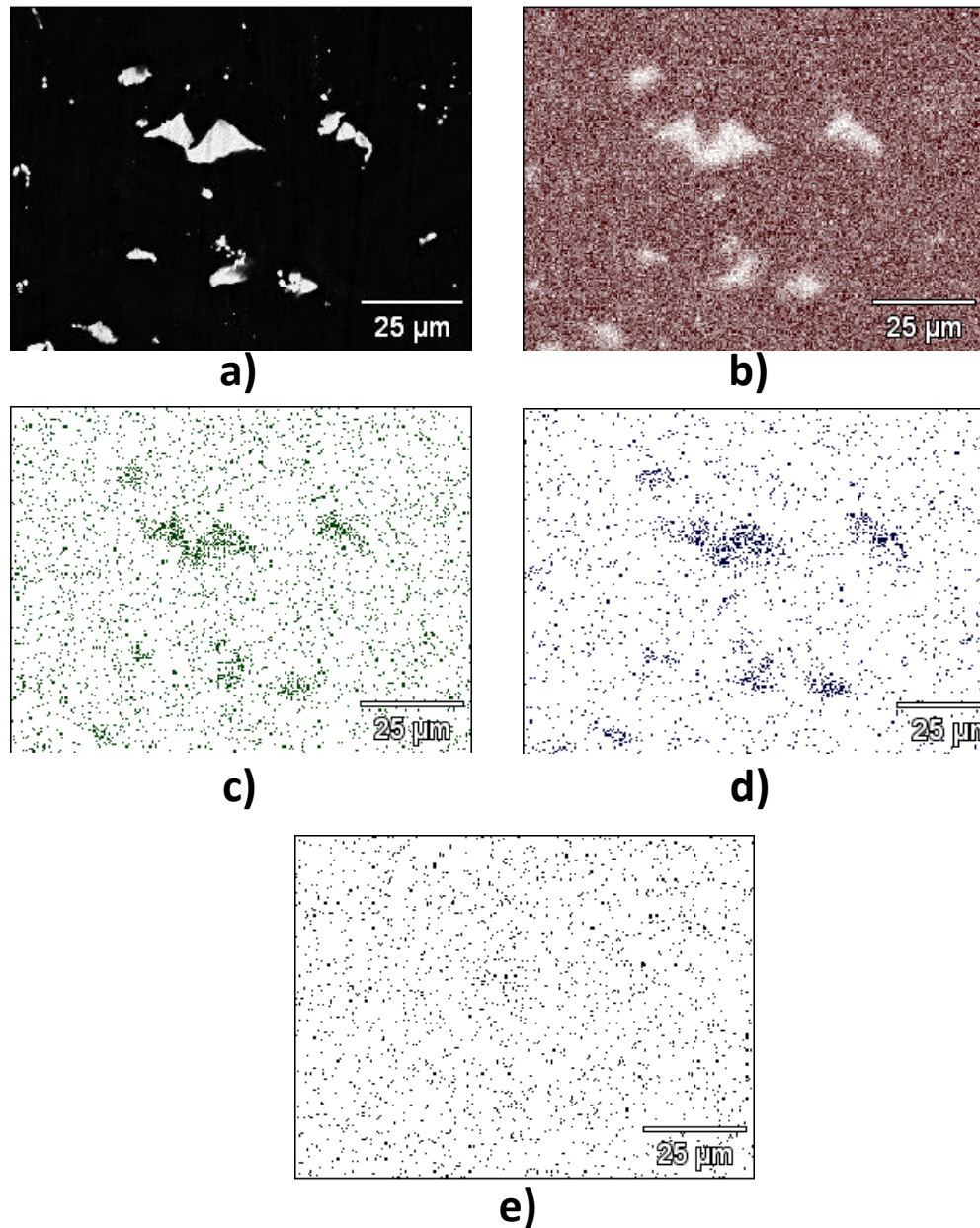


Figura A2. Mapeo de la aleación ZK60 modificada con TT, a) indica la zona de elección, b) distribución del elemento Mg en esa zona, c) distribución de Zn, d) distribución de Ce y e) distribución de Zr.

## ANEXO IV

Figuras de polo recalculadas más representativas correspondientes al plano basal (0001), prismático (10 $\bar{1}$ 0) y piramidal (10 $\bar{2}$ 1). De los datos obtenidos en el difractómetro de Rayos X PANalytical™, las figuras de polo fueron posteriormente obtenidas del software X'Pert Texture.

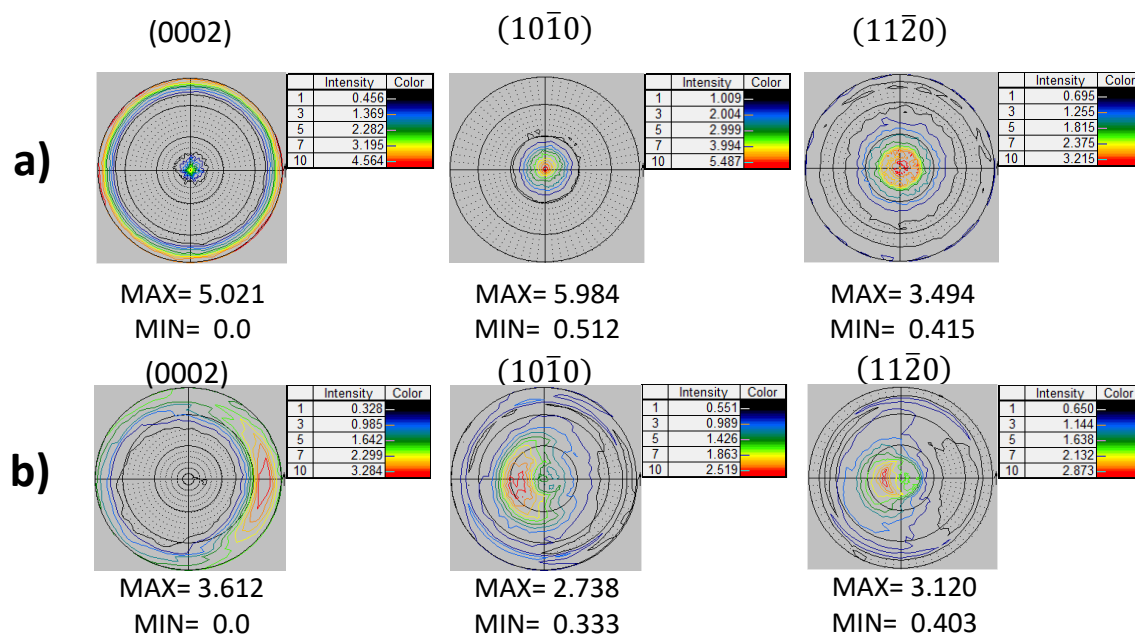


Figura A3. Figuras de polo: a) aleación AZ80 COM y b) aleación AZ80 MOD.

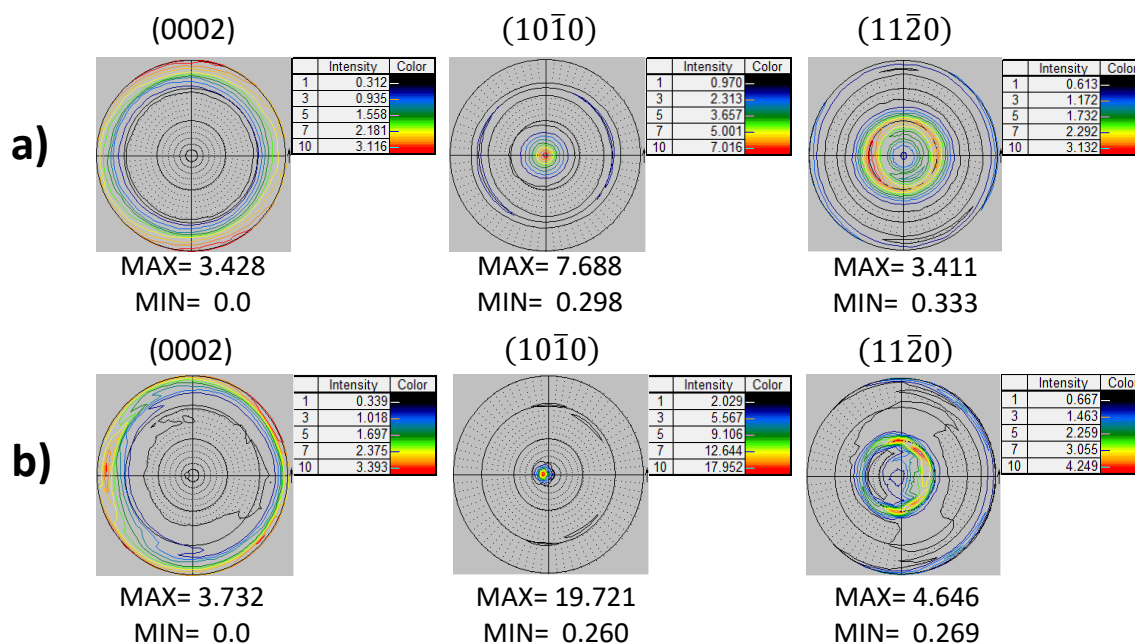


Figura A4. Figuras de polo: a) aleación ZK60 COM y b) aleación ZK60 MOD con TT.

## ANEXO V

Tabla A3. Valores de Q para aleación AZ80 comercial.

ALEACIÓN	T	velocidad de deformación	R	q1	1/q2	Q
	(°C)	(s <sup>-1</sup> )	(KJ/mol*K)			(KJ mol <sup>-1</sup> )
AZ80 COM	150	0.01	0.8314472	1848.534	0.108	165.991509
		1.00E-03		2025.739	0.108	181.903862
		1.00E-04		2226.176	0.108	199.902363
	200	0.01		1848.534	0.134	205.952428
		1.00E-03		2025.739	0.134	225.695533
		1.00E-04		2226.176	0.134	248.027005
	250	0.01		1848.534	0.144	221.322012
		1.00E-03		2025.739	0.144	242.538483
		1.00E-04		2226.176	0.144	266.536483
				Q promedio	217.55	

Tabla A4. Valores de Q para aleación AZ80 modificada.

ALEACIÓN	T	Velocidad de deformación	R	q1	1/q2	Q
	(°C)	(s <sup>-1</sup> )	KJ/mol*K			(KJ mol <sup>-1</sup> )
AZ80 MOD	150	0.01	0.8314472	2231.612	0.154	285.742003
		1.00E-03		2219.472	0.154	284.187562
		1.00E-04		2399.108	0.154	307.188671
	200	0.01		2231.612	0.149	276.464665
		1.00E-03		2219.472	0.149	274.960693
		1.00E-04		2399.108	0.149	297.215013
	250	0.01		2231.612	0.172	319.140418
		1.00E-03		2219.472	0.172	317.40429
		1.00E-04		2399.108	0.172	343.09384
				Q promedio	300.60	

Tabla A5. Valores de Q para aleación ZK60 comercial.

ALEACIÓN	T	Velocidad de deformación	R	q1	1/q2	Q	
	(°C)	(s <sup>-1</sup> )	KJ/mol*K			(KJ mol <sup>-1</sup> )	
ZK60 COM	150	0.01	0.8314472	2377.56	0.097	191.751114	
		1.00E-03		2780.955	0.097	224.285073	
		1.00E-04		4361.13	0.097	351.726785	
	200	0.01		2377.56	0.137	270.823738	
		1.00E-03		2780.955	0.137	316.773763	
		1.00E-04		4361.13	0.137	496.768758	
	250	0.01		2377.56	0.296	585.137419	
		1.00E-03		2780.955	0.296	684.416305	
		1.00E-04		4361.13	0.296	1073.3106	
						Q promedio	466.10

Tabla A6. Valores de Q para aleación ZK60 modificada con TT.

ALEACIÓN	T	Velocidad de deformación	R	q1	1/q2	Q	
	(°C)	(s <sup>-1</sup> )	KJ/mol*K			(KJ mol <sup>-1</sup> )	
ZK60 MOD TT	150	0.01	0.8314472	2144.773	0.126	224.691454	
		1.00E-03		2238.275	0.126	234.486943	
		1.00E-04		2171.067	0.126	227.446075	
	200	0.01		2144.773	0.15	267.489826	
		1.00E-03		2238.275	0.15	279.151122	
		1.00E-04		2171.067	0.15	270.769137	
	250	0.01		2144.773	0.1268	226.118066	
		1.00E-03		2238.275	0.1268	235.975749	
		1.00E-04		2171.067	0.1268	228.890177	
						Q promedio	243.90

## ANEXO VI

Tabla A7. Valores de Z para aleación AZ80 comercial.

ALEACIÓN	Velocidad de deformación	Q	R	T	T	Z	Ln(Z)
	(s <sup>-1</sup> )	(J mol <sup>-1</sup> )	(J/mol*K)	(°C)	(K)	(s <sup>-1</sup> )	(Ln(s <sup>-1</sup> ))
AZ80 COM	0.01	165991.509	8.314472	150	423	3.1422E+18	42.59144258
	1.00E-03	181903.862		150	423	2.8983E+19	44.81324047
	1.00E-04	199902.363		150	423	4.838E+20	47.6281958
	0.01	205952.428		200	473	5.5386E+20	47.7634463
	1.00E-03	225695.533		200	473	8.3876E+21	50.48104514
	1.00E-04	248027.005		200	473	2.4531E+23	53.85680212
	0.01	221322.012		250	523	1.2708E+20	46.29136825
	1.00E-03	242538.483		250	523	1.6712E+21	48.86785007
	1.00E-04	266536.483		250	523	4.1667E+22	52.08398926

Tabla A8. Valores de Z para aleación AZ80 modificada.

ALEACIÓN	Velocidad de deformación	Q	R	T	T	Z	Ln(Z)
	(s <sup>-1</sup> )	(J mol <sup>-1</sup> )	(J/mol*K)	(°C)	(K)	(s <sup>-1</sup> )	(Ln(s <sup>-1</sup> ))
AZ80 MOD	0.01	285742.003	8.314472	150	423	1.9251E+33	76.64027851
	1.00E-03	284187.562		150	423	1.2374E+32	73.89571706
	1.00E-04	307188.671		150	423	8.5657E+33	78.13307145
	0.01	276464.665		200	473	3.3892E+28	65.69296681
	1.00E-03	274960.693		200	473	2.3121E+27	63.00795889
	1.00E-04	297215.013		200	473	6.6307E+28	66.36409768
	0.01	319140.418		250	523	7.4731E+29	68.78627609
	1.00E-03	317404.29		250	523	5.0131E+28	66.08444051
	1.00E-04	343093.84		250	523	1.8442E+30	69.68957856



Tabla A9. Valores de Z para aleación ZK60 comercial.

ALEACIÓN	Velocidad de deformación	Q	R	T	T	Z	Ln(Z)
	(s <sup>-1</sup> )	(J mol <sup>-1</sup> )	(J/mol*K)	(°C)	(K)	(s <sup>-1</sup> )	(Ln(s <sup>-1</sup> ))
ZK60 COM	0.01	191751.114	8.314472	150	423	4.7656E+21	49.91570925
	1.00E-03	224285.073		150	423	4.9605E+24	56.86355323
	1.00E-04	351726.785		150	423	2.707E+39	90.79665963
	0.01	270823.738		200	473	8.0754E+27	64.2586184
	1.00E-03	316773.763		200	473	9.5817E+31	73.63998996
	1.00E-04	496768.758		200	473	7.217E+50	117.1056871
	0.01	585137.419		250	523	2.7505E+56	129.956543
	1.00E-03	684416.305		250	523	2.263E+65	150.4847266
	1.00E-04	1073310.6		250	523	1.566E+103	237.614608

Tabla A10. Valores de Z para aleación ZK60 modificada con TT.

ALEACIÓN	Velocidad de deformación	Q	R	T	T	Z	Ln(Z)
	(s <sup>-1</sup> )	(J mol <sup>-1</sup> )	(J/mol*K)	(°C)	(K)	(s <sup>-1</sup> )	(Ln(s <sup>-1</sup> ))
ZK60 MOD TT	0.01	224691.454	8.314472	150	423	5.5681E+25	59.28168513
	1.00E-03	234486.943		150	423	9.0218E+25	59.764266
	1.00E-04	227446.075		150	423	1.2186E+24	55.45974048
	0.01	267489.826		200	473	3.4594E+27	63.4108869
	1.00E-03	279151.122		200	473	6.7106E+27	64.07348151
	1.00E-04	270769.137		200	473	7.964E+25	59.63956449
	0.01	226118.066		250	523	3.829E+20	47.39429758
	1.00E-03	235975.749		250	523	3.6949E+20	47.35864434
	1.00E-04	228890.177		250	523	7.2434E+18	43.42661863