



Instituto Politécnico Nacional



Escuela Superior de Ingeniería Química e
Industrias Extractivas

“Efecto del contenido de Aluminio en las propiedades
mecánicas, textura y microestructura de las aleaciones
Magnesio-Aluminio”

Tesis

Que para obtener el grado de:

Maestro en Ciencias en Ingeniería Metalúrgica

Presenta:

Ing. Nicolás Rodríguez Madriz

Directores de tesis:

Dr. David Hernández Silva (IPN-ESIQIE)

Dr. José Victoria Hernández (Helmholtz-Zentrum Geesthacht)

Ciudad de México, Junio 2018



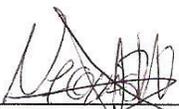


INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

CARTA CESIÓN DE DERECHOS

En la Ciudad de México, D.F. el día 22 del mes de junio del año 2018, el (la) que suscribe **Nicolás Rodríguez Madriz** alumno del Programa de **Maestría en Ciencias en Ingeniería Metalúrgica**, con número de registro **A160312**, adscrito a la **Sección de Estudios de Posgrado e Investigación - ESIQIE**, 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 “**Efecto del contenido de Aluminio en las propiedades mecánicas, textura y microestructura de las aleaciones Magnesio-Aluminio**”, 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 nicoexplo@hotmail.com, dhs07670@yahoo.com, jvhciber@hotmail.com. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.



Ing. Nicolás Rodríguez Madriz
Nombre y firma

Resumen

En el presente trabajo se estudió el efecto del aluminio en la evolución de la microestructura, textura y propiedades mecánicas, de 3 aleaciones Mg-Al con composiciones de 4, 6 y 8 % en peso de contenido de aluminio. Estas fueron homogenizadas después del vaciado a 400°C por 24 horas, para después aplicar un tratamiento termomecánico de laminación a 400 y 450 °C para las 3 concentraciones con porcentajes de reducción de 10% por paso hasta llegar a un porcentaje total de reducción del 66.6 %.

Después del laminado se realizó una medición de textura global para cada aleación. Los resultados indican una textura basal en cada una de las muestras, registrando las intensidades más fuertes en las concentraciones Mg-6%Al y dentro de estas concentraciones la laminada a 450 °C es la que destaca con una intensidad de 25.20.

En las aleaciones ya deformadas se aplicó un recocido por 12 horas a 400 °C y enfriadas en agua para retener la mayor cantidad de aluminio disuelto en la matriz del magnesio.

Mediante pruebas de tensión a temperatura ambiente e intermedia (150 y 200°C) se analizó el comportamiento mecánico. En las 3 temperaturas de ensaye los mejores valores de resistencia a la tensión se registraron en la aleación laminada a 400°C y con mayor contenido de aluminio (Mg-8%Al) siendo la muestra ensayada a temperatura ambiente la que muestra el valor más alto con 386 MPa.

Mediante difracción de electrones retrodispersados (EBSD) se obtuvo la textura local de las muestras laminadas a 400°C, esta serie es la que tiene mejor comportamiento mecánico, la muestra que presenta menor intensidad es la ensayada a temperatura ambiente y con 8%Al.

Abstract

In the present work, the effect of aluminum on the evolution of the microstructure, texture and mechanical properties of 3 Mg-Al alloys with compositions of 4, 6 and 8% by weight of aluminum content was studied. These were homogenized after casting at 400 ° C for 24 hours, to then apply a thermomechanical treatment of rolling at 400 and 450 ° C for the 3 concentrations with 10% reduction percentages per step until reaching a total percentage reduction of 66.6%.

After the rolling, a global texture measurement was made for each alloy. The results indicate a basal texture in each of the samples, registering the strongest intensities in the concentrations Mg-6%Al and within these concentrations the laminated to 450 ° C is the one that stands out with an intensity of 25.20.

In the already deformed alloys, an annealing was applied for 12 hours at 400 ° C and cooled in water to retain the greater amount of aluminum dissolved in the magnesium matrix.

By means of tension tests at ambient and intermediate temperatures (150 and 200°C) the mechanical behavior was analyzed. At the 3 test temperatures, the best values of tensile strength were recorded in the alloy laminated at 400 ° C and with higher aluminum content (Mg-8%Al). The sample tested at room temperature showed the highest value with 386 MPa.

By means of EBSD, the local texture of the samples laminated at 400 ° C was obtained, this series is the one with the best mechanical behavior, and the sample with the least intensity is the one tested at room temperature and with 8% Al.

Índice

Contenido

Resumen.....	iii
Abstract.....	iv
Índice.....	v
Relación de figuras.....	vii
Lista de Tablas.....	x
Abreviaturas y Simbología.....	xi
Capítulo 1 Introducción.....	1
1.1 Introducción.....	2
1.2 Justificación.....	5
1.3 Objetivos.....	6
1.3.1 Objetivo general.....	6
1.3.2 Objetivos particulares.....	6
Capítulo 2 Marco Teórico.....	7
2.1 Antecedentes del Magnesio.....	8
2.2 Propiedades y consideraciones metalúrgicas.....	9
2.2.1 Síntesis y obtención.....	9
2.2.2 Metalurgia del Mg.....	10
2.2.3 Aleaciones del magnesio.....	12
2.3 Sistema Mg-Al.....	15
2.4 Tratamientos termomecánicos.....	19
2.4.1 Mecanismos de un tratamiento termomecánico.....	19
2.4.2 Laminado.....	22
2.4.3 Tratamientos térmicos sobre aleaciones de Mg [2].....	23
2.5 Textura cristalográfica.....	24
2.5.1 Métodos globales.....	27
2.5.2 Métodos locales.....	28
2.6 Mecanismos de deformación.....	29
2.6.1 Deslizamiento cristalográfico.....	30

2.6.2 Maclado.....	31
2.6.3 Sistemas de deslizamiento	33
Capítulo 3 Desarrollo Experimental.....	35
3.1 Fusión.....	36
3.2 Tratamiento térmico de homogeneizado.....	39
3.3 Tratamiento termomecánico (laminado)	39
3.4 Microscopía óptica.....	41
3.5 Tratamiento térmico de recocido.....	42
3.6 Textura Global (DRX).....	43
3.7 Caracterización mecánica	44
3.8 Microscopía electrónica de barrido (MEB).....	46
Capítulo 4 Análisis y discusión de resultados.....	48
4.1 Análisis químico de las aleaciones	49
4.2 Análisis microestructural del tratamiento termomecánico	50
4.3 Textura global.....	55
4.4 Propiedades mecánicas	57
-Ensayo de tensión a temperatura ambiente	57
-Ensayo de tensión a 150 °C.....	59
-Ensayo de tensión a 200 °C.....	61
-Serie laminada a 400°C	63
4.2 Análisis microestructural de la Caracterización Mecánica	64
1. Tension a temperatura ambiente.....	64
2. Tension a 150 °C	66
3. Tension a 200 °C	68
4.5 Textura local (EBSD).....	70
Capítulo 6 Anexos	75
Capítulo 7 Referencias	77

Relación de figuras

Capítulo 1

Figura 1.1 Partes de magnesio (Courtesy: POSCO, VW AG, Georg Fischer Automotive).

Figura 1.2 Desarrollo necesario en aleaciones [2].

Capítulo 2

Figura 2. 1: 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 [25].

Figura 2. 2: Principales planos de deformación de la estructura HCP del magnesio.

Figura 2.3 Diagrama de fases del sistema Mg-Al [2].

Figura 2.4 Sección rica en Mg de sistema Mg-Al [2].

Figura 2.5 Efecto del contenido de Al en el tamaño de grano [2].

Figura 2.6 Efecto del contenido de Al en la ductilidad. En condición de vaciado en arena [2].

Figura 2.7 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 [28].

Figura 2.8 Convenios utilizados para expresar la orientación cristalográfica [28].

Figura 2.9 (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 $\phi = 45^\circ$ [28].

Figura 2.10 (a) y (b) Principio físico de la medición de las figuras de polos [28].

Figura 2.11 Principio para la adquisición y procesamiento automático de los patrones EBSD.

Figura 2.12 a) Diagrama de esfuerzo para el cálculo del esfuerzo cortante resuelto, b) fórmula para el cálculo del factor de Schmid [36].

Figura 2.13 Representación esquemática de la deformación por maclado [36].

Figura 2.14. Representación esquemática de: a) maclas de tensión y b) maclas de compresión [38].

Figura 2.15. Sistemas de deslizamiento del Mg [37].

Capítulo 3

Figura 3.1 Diagrama del proceso experimental.

Figura 3.2 Crisol de grafito montado en el horno eléctrico.

Figura 3.3 Lingotera.

Figura 3.4 Lingote después de vaciado.

Figura 3.5 Lingote después de maquinado y homogenizado.

Figura 3.6 Esquema de proceso de laminación.

Figura 3.7 Laminas después del tratamiento termomecánico.

Figura 3.8 Molino de laminación Sir Jones Norton DP 008.

Figura 3.9 Microscopio óptico marca Leica, modelo DM 1500.

Figura 3.10 Pulidora automática marca ATM modelo SAPHIR 350 con brazo ATM modelo RUBIN 520.

Figura 3.11 Horno marca Nabertherm.

Figura 3.12 a) Equipo de difracción de rayos X [26], b) y c) goniómetro de texturas PANalytical Xpert™, utilizado en el HZG.

Figura 3.13 Maquinado de probetas.

Figura 3.14 Plano de probetas de tensión.

Figura 3.15 Máquina de ensayos universales marca Zwick Z050.

Figura 3.16 Electropulidora Lectro Pol 5 de la marca Struers.

Capítulo 4

Figura 4.1 Metalografías después de vaciado Mg - a) 4%, b) 6% y c) 8% Al (lingotes).

Figura 4.2 Metalografías después de homogeneizado Mg - a) 4%, b) 6% y c) 8% Al (lingotes).

Figura 4.3 Metalografías después de laminado a 400 °C Mg - a) 4%, b) 6% y c) 8% Al.

Figura 4.4 Metalografías después de laminado a 450 °C Mg - a) 4%, b) 6% y c) 8% Al.

Figura 4.5 texturas globales después de laminado, figuras de polo (0002):

Laminadas a 400 °C Mg – {a) 4%, b) 6% y c) 8%} Al y

Laminadas a 450 °C Mg – {d) 4%, e) 6% y f) 8%} Al.

Figura 4.6 A) Microestructura con orientación aleatoria, B) desarrollo de orientación preferencial durante laminación, C) Microestructura con orientación preferencial.

Figura 4.7 Curvas esfuerzo ingenieril vs deformación ingenieril, prueba de tensión a temperatura ambiente.

Figura 4.8 Valores promedio de UTS y e, prueba de tensión a temperatura ambiente.

Figura 4.9 Curvas esfuerzo ingenieril vs deformación ingenieril, prueba de tensión a 150 °C.

Figura 4.10 Valores promedio de UTS y e, prueba de tensión a 150°C.

Figura 4.11 Curvas esfuerzo ingenieril vs deformación ingenieril, prueba de tensión a 200 °C.

Figura 4.12 Valores promedio de UTS y e, prueba de tensión a 200°C

Figura 4.13 Valores promedio de UTS para la serie laminada a 400°C.

Figura 4.14 Metalografías después de tensión a temperatura ambiente:
Laminadas a 400 °C Mg – {a) 4%, b) 6% y c) 8%} Al y
Laminadas a 450 °C Mg – {d) 4%, e) 6% y f) 8%} Al.

Figura 4.15 Metalografías después de tensión a 150 °C:
Laminadas a 400 °C Mg – {a) 4%, b) 6% y c) 8%} Al y
Laminadas a 450 °C Mg – {d) 4%, e) 6% y f) 8%} Al.

Figura 4.16 Metalografías después de tensión a 200 °C:
Laminadas a 400 °C Mg – {a) 4%, b) 6% y c) 8%} Al y
Laminadas a 450 °C Mg – {d) 4%, e) 6% y f) 8%} Al.

Figura 4.17 Texturas locales de las muestras laminadas a 400°C ensayadas en tensión a temperatura ambiente y 150°C.

Capítulo 6

Figura 6.1 Horno de resistencia eléctrica.

Figura 6.2 Patrones de EBSD de Níquel bajo diferentes condiciones, a) buenos patrones obtenidos, b) patrones débiles obtenidos [35].

Lista de Tablas

Tabla 1.1	Comparación de densidades entre el hierro, aluminio y magnesio.
Tabla 2.1	Propiedades del Magnesio Puro.
Tabla 2.2	Parámetros de celda HCP del magnesio a temperatura ambiente.
Tabla 2.3	Propiedades mecánicas de Mg y otras aleaciones.
Tabla 2.4	Códigos ASTM para los elementos de aleación del magnesio.
Tabla 2.5	Sistemas de deslizamiento del Magnesio HCP
Tabla 3.1	Composición nominal de las aleaciones conformadas.
Tabla 4.1	Composición nominal real de la aleación Mg- Al 4%.
Tabla 4.2	Composición nominal real de la aleación Mg- Al 6%.
Tabla 4.3	Composición nominal real de la aleación Mg- Al 8%.
Tabla 4.4	Valores de grafica esfuerzo deformación de prueba de tensión a temperatura ambiente.
Tabla 4.5	Valores de grafica esfuerzo deformación de prueba de tensión a 150 °C.
Tabla 4.6	Valores de grafica esfuerzo deformación de prueba de tensión a 200 °C.
Tabla 6.1	Protocolo de laminación a una velocidad de 20m/min con un espesor inicial de 15 mm.

Abreviaturas y Simbología

Mg	Magnesio
Al	Aluminio
Fe	Hierro
ρ	Densidad
μm	micra
HCP	Estructura Hexagona Compacta
CRSS	Esfuerzo de Corte Critico Resuelto (siglas en inglés)
ED	Dirección de extrusión
EBSD	Difracción de electrones Retrodispersados (siglas en inglés)
OPS	Silica coloidal (siglas en inglés)
TT	Tratamiento Térmico
HZG	Helmholtz-Zentrum Geesthacht
MPa	Mega pascales
ϵ	% de Elongación a la Fractura

Capítulo 1 Introducción

Capítulo 1 Introducción

1.1 Introducción

La imperante necesidad de reducir el consumo de recursos energéticos en nuestros días incentiva la investigación y desarrollo de nuevas tecnologías, nuevos métodos y por supuesto nuevos materiales.

Los materiales juegan un papel decisivo, ya que son los responsables de brindar las propiedades que se ajusten en mejor medida a los requerimientos de diseño de cualquier producto. Dentro de las propiedades podemos encontrar que la densidad del material es en mayor medida la encargada de reducir los consumos energéticos.

Un material que se ajusta a los requerimientos antes mencionados es el magnesio (Mg) que resalta particularmente por su baja densidad de $\rho_{Mg}=1.738 \text{ g/cm}^3$, si lo comparamos con los otros materiales estructurales como el aluminio (Al) con una densidad de $\rho_{Al}= 2.7 \text{ g/cm}^3$ y el hierro (Fe) cuya densidad es $\rho_{Fe}=7.15 \text{ g/cm}^3$, así que por unidad de volumen es un 36% más ligero que el aluminio y un 78% que el hierro.

Material	Densidad (g/cm^3)
Hierro	7.15
Aluminio	2.7
Magnesio	1.738

Tabla 1.1 Comparación de densidades entre el hierro, aluminio y magnesio.

Entre las ventajas del magnesio se incluye alta resistencia específica, su alta disponibilidad (2.5% de la superficie terrestre y 0.14% en agua de mar), buenas propiedades de procesamiento, reciclabilidad y bajo costo de obtención por fusión [6].

Entre los elementos estructurales que se hoy en día se constituyen de magnesio, encontramos soportes, carcasas, columnas de dirección, cubiertas, abrazaderas, entre otros elementos automotrices.

La industria automotriz es el principal usuario de aleaciones de magnesio a gran escala, debido a la posibilidad de producción de piezas en serie, ejemplos de piezas de magnesio en vehículos incluyen: cajas de cambios de velocidades, en el

VW Passat, Audi A4, la cubierta de tanque del Mercedes-Benz SLK, tableros e instrumentos, por ejemplo, en el Audi A8 [7].

En industrias como la textil o la imprenta han usado el magnesio para elementos que se mueven a altas velocidades; lo anterior con el fin de minimizar las fuerzas inerciales. Naturalmente, la industria aeroespacial ha aprovechado la baja densidad y buena resistencia de este material en la construcción de armaduras, secciones de fuselaje y elementos móviles en aviones de última generación [4,1].

Además de una densidad relativamente menor, el magnesio presenta una buena relación de resistencia/peso, y buena conductividad térmica y eléctrica. La principal limitante para una amplia aplicación de este material es el hecho de que el magnesio es un material frágil a temperatura ambiente, consecuentemente la mayoría de las piezas hechas de este material se conforman a través de procesos de fundición. La razón de su fragilidad es atribuida a su estructura cristalina de tipo hexagonal compacta (HCP), caracterizada por poseer planos de deslizamiento limitados [1].

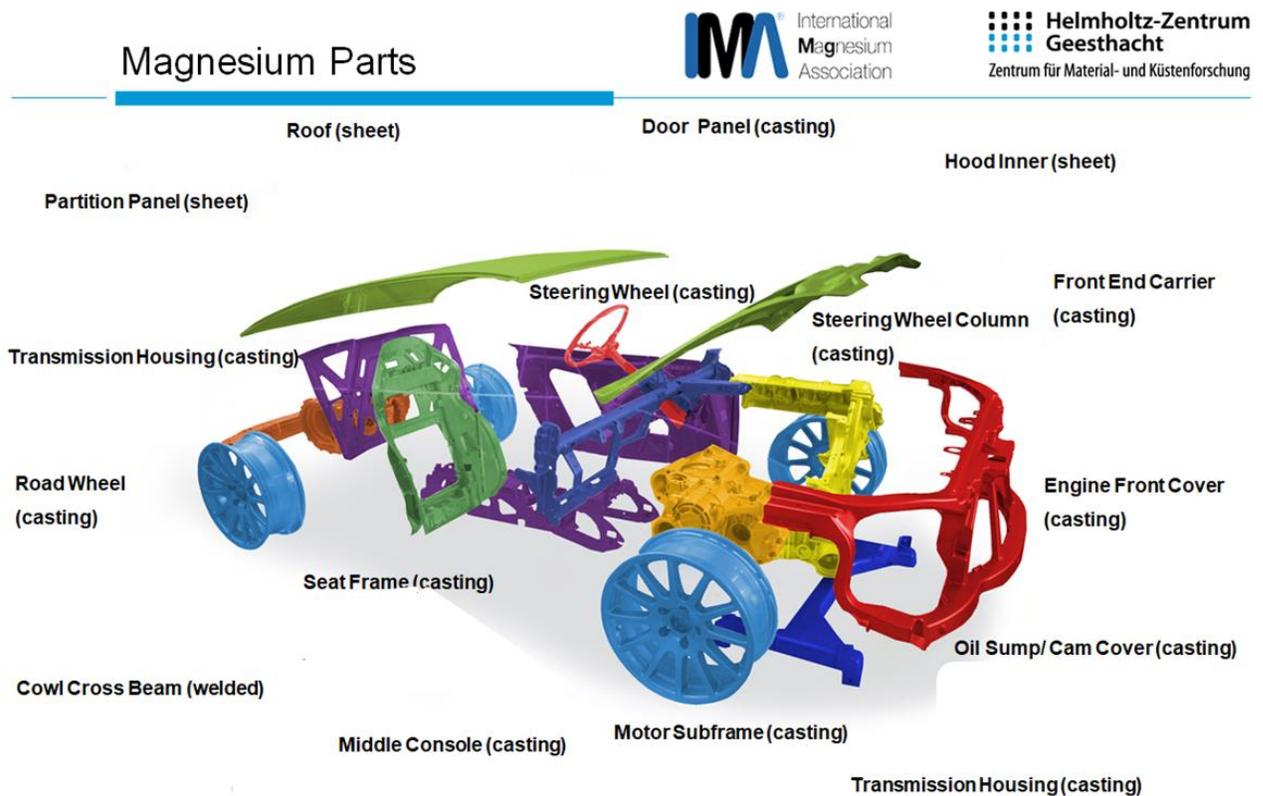


Figura 1.1 Partes de magnesio (Courtesy: POSCO, VW AG, Georg Fischer Automotive)

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

- Adición de uno o más elementos aleantes: Este proceso se ha realizado con base en la búsqueda del mejoramiento de propiedades específicas del material. Existen alrededor de 25 elementos que poseen un tamaño atómico compatible para formar una aleación; sin embargo, existen factores como la solubilidad y la valencia que limitan la lista a sólo 10 elementos que pueden formar compuestos estables, consecuentemente, una aleación. Estos elementos son: aluminio, calcio, manganeso, silicio, plata, torio, itrio, zinc, zirconio y el litio [2].
- La adición de tierras raras: La incorporación de porcentajes que van desde el 0.1% al 6% de composición en masa de tierras raras ha demostrado mejorar la resistencia mecánica a altas temperaturas, la capacidad del material para tolerar la fatiga y la resistencia mecánica. Entre las tierras raras comúnmente adicionadas encontramos: cerio, lantano, neodimio, praseodimio y combinaciones de éstas y otras tierras raras [2,3].
- Procesos termomecánicos: Los procesos termomecánicos como la laminación, extrusión, entre otros, permiten la disminución del tamaño de grano a través de una gran deformación plástica y, basándose en la teoría de Hall-Petch₁, incrementa la resistencia del material. También permite activar mecanismos como el deslizamiento de límites de grano y/o rotación de límites de grano además de eliminar los vacíos entre granos adyacentes [5,1].

1.2 Justificación

Las aleaciones forjadas de magnesio (figura 1.2) tienen un gran potencial como materiales estructurales ligeros sustituyendo piezas de acero y aluminio (Al), particularmente en aplicaciones automotrices. Sin embargo, aleaciones de Mg laminadas en caliente generalmente exhiben una fuerte textura basal, que hace que la mayoría de los granos sean desfavorables para la deformación a través del deslizamiento basal y aumenta la dificultad en la deformación y reducción de espesor. Esta baja capacidad de adelgazamiento de las hojas resulta en una muy limitada capacidad de deformación a temperatura ambiente y por lo tanto restringe severamente las aplicaciones de las hojas de aleación de Mg.

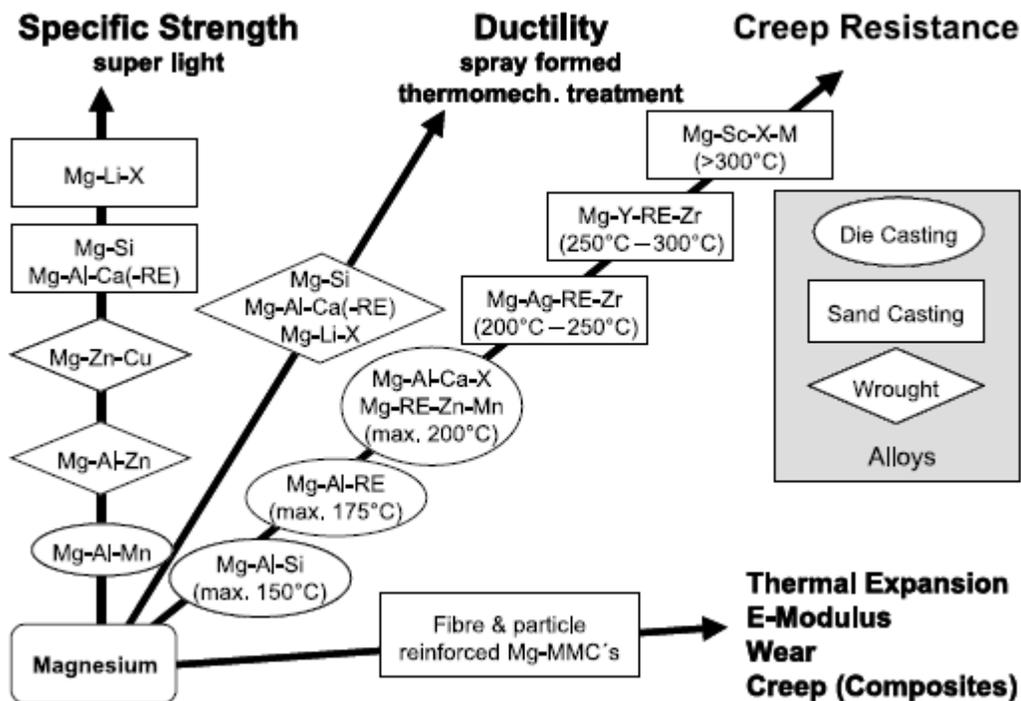


Figura 1.2 Desarrollo necesario en aleaciones [2].

Recientemente ha sido reportado que se pueden mejorar la elongación en pruebas de tensión y la formabilidad de aleaciones AZ31 mediante el laminado a alta temperatura teniendo como principal característica la reducción en la intensidad de la textura.

1.3 Objetivos

1.3.1 Objetivo general

- El objetivo general del presente trabajo es realizar un análisis del efecto de diferentes contenidos de aluminio en la microestructura, textura y propiedades mecánicas en tensión de aleaciones Magnesio - Aluminio.

1.3.2 Objetivos particulares

- Investigar el estado del arte de las aleaciones Magnesio – Aluminio, para establecer concentraciones, parámetros y condiciones; estas en conjunto darán la mejor combinación para el análisis.
- Analizar el efecto de los diferentes contenidos de aluminio y tratamientos termomecánicos en el desarrollo de la microestructura.
- Evaluar las propiedades mecánicas de las aleaciones mediante pruebas de tensión a temperatura ambiente e intermedia.
- Analizar la evolución de la textura bajo las diferentes condiciones de tratamiento.
- Estudiar el efecto del aluminio en la activación de diferentes mecanismos de deformación durante la deformación.

Capítulo 2 Marco Teórico

Capítulo 2 Marco Teórico

2.1 Antecedentes del Magnesio

En 1775, el químico escocés Joseph Black descubrió que la magnesia contenía un nuevo elemento, magnesio; pero fue incapaz de aislar este elemento. En 1808, el magnesio fue descubierto y aislado por el químico y científico británico Sir Humphrey Davy, a través de la descomposición del sulfato de magnesio húmedo por electrólisis usando una celda voltaica y un cátodo de mercurio. Los usos iniciales del magnesio como material estructural fueron muy pocos. La mayor parte se utilizó como elemento de aleación en las aleaciones de aluminio. También se utilizó para la desoxidación de los aceros, productos pirotécnicos e industria química, superando éstos a los usos estructurales [2].

Las aplicaciones del magnesio se extendieron tanto en la Primera como en la Segunda Guerra Mundial, principalmente en la aviación militar y en la industria nuclear. En 1944, el consumo había llegado hasta 228.000 toneladas, para desplomarse después de la guerra a sólo 10.000 toneladas por año [8].

Las aleaciones de magnesio se utilizaron por primera vez en la fabricación de automóviles con el modelo T1 (Vocho o escarabajo) de Volkswagen. La necesidad de reducir el peso de los componentes de los coches para cumplir con la legislación que limitaba las emisiones contaminantes y el consumo de combustibles fósiles por razones de tipo medio ambiental, económico y conservación de reservas energéticas, ha renovado el interés en el magnesio. Por eso la tecnología tiende a emplear componentes con el menor peso posible. En el campo de la industria del automóvil, se ha llegado a estimar que si los motores se hicieran, algún día, de aleaciones de magnesio, el peso de los automóviles disminuiría entre 900 y 1.200 kg [9,10].

En la actualidad, los materiales para uso tecnológico deben poseer elevadas propiedades mecánicas, físicas y químicas a fin de asegurar un uso prolongado y fiable. Los requisitos antes mencionados y expectativas con respecto a los materiales se satisfacen en muchas ocasiones por los metales no féreos. En este sentido, debido principalmente a la baja densidad y alta resistencia en relación a su peso de las aleaciones de magnesio y sus aleaciones, es previsible que amplíen su campo de aplicación de forma considerable en los próximos años [11].

2.2 Propiedades y consideraciones metalúrgicas

2.2.1 Síntesis y obtención

El magnesio es el sexto elemento más abundante, constituyendo el 2% de la masa total de la corteza de la Tierra, no se encuentra en forma elemental en la naturaleza, pero sí en su estado combinado. El magnesio forma silicatos como el olivino, serpentina y talco que no son materia prima para su obtención, siendo por tanto otros los compuestos más frecuentemente usados.

Las formas más importantes en las que se encuentra presente el magnesio son: la magnesita $MgCO_3$ (27% Mg), dolomita $MgCO_3 \cdot CaCO_3$ (13% Mg), y carnalita $KCl \cdot MgCl_2 \cdot 6H_2O$ (8% Mg), así como en el agua de mar, que contiene 0,13% Mg es decir 1300 ppm (tercer catión más abundante entre los minerales disueltos en el agua de mar).

El magnesio se obtiene por electrólisis de $MgCl_2$ anhidro fundido, por reducción térmica de dolomita o por extracción de óxido de magnesio procedente del agua mar. A modo de ejemplo, en 1997 de la producción mundial de alrededor de 436.000 toneladas [12] el 75% se realizó por electrólisis de sales fundidas y el 25% por reducción térmica [13].

El magnesio puede presentar riesgo de explosión durante la fundición y el mecanizado, ya que se combina con facilidad con el oxígeno y puede arder, especialmente si se encuentra en forma de polvo y a alta temperatura. En la Tabla 2.1 se muestran las propiedades más importantes del magnesio puro.

Densidad, d (g/cm^3)	1,738 (20°C)
Módulo de Young (GPa)	45
Límite elástico (MPa)	69-100
Resistencia a la tensión (MPa)	80-180
Alargamiento a la fractura	1-12%
Dureza Vickers	30-45
Temperatura de fusión (°C)	650
Calor latente de fusión (kJ/kg)	195
Coefficiente de expansión lineal (K^{-1})	26×10^{-6}
Conductividad eléctrica específica ($m/\Omega \text{ mm}^{-2}$)	22.4
Potencia normal (V_{H^+ / H_2})	-2.37

Tabla 2.1 Propiedades del Magnesio Puro.

2.2.2 Metalurgia del Mg

Como se menciona en la parte introductoria, el magnesio posee una limitada capacidad para ser deformado debido a su estructura cristalina tipo hexagonal compacta (HCP). Esta estructura posee los parámetros de red mostrados en la Tabla 2.2.

Parámetro	Dimensión (nm)
a	0.3292
c	0.52105
c/a	1.6236

Tabla 2.2 Parámetros de celda HCP del magnesio a temperatura ambiente.

La estructura HCP del magnesio se deforma, a temperatura ambiente, a través de 3 sistemas de deslizamiento, el primero en el plano basal (0001) en la dirección $\langle 11\bar{2}0 \rangle$, el cual sucede durante los esfuerzos cortantes críticos resueltos más bajos (CRSS por sus siglas en inglés) y el segundo se da en el grupo de caras verticales ($10\bar{1}0$) en la dirección $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ (Figura 2. 1 a y b).

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 [23].

En el caso de los valores CRSS 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 CRSS para los sistemas de deslizamiento no basales serán menores que los del maclado a temperaturas superiores a 230°C [24].

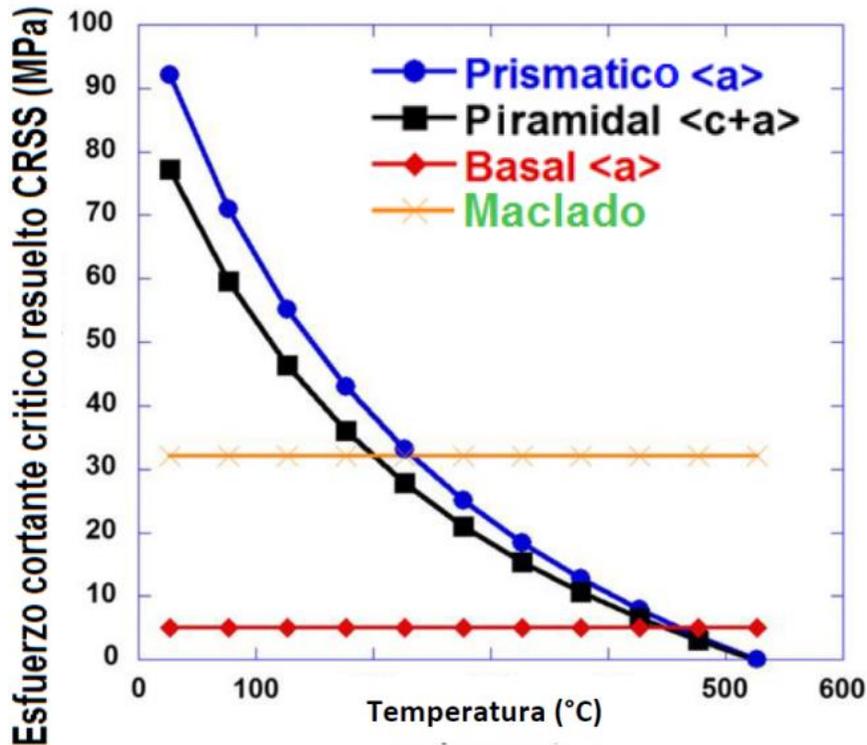


Figura 2. 1: Variación de los CRSS de los sistemas de deslizamiento prismático <a> y piramidal <c + a> con la temperatura en una aleación AZ31 extruida [25].

La teoría de Von-Mises menciona la necesidad de poseer más de 5 sistemas de deslizamiento operando independiente en un material policristalino para tener la capacidad de ser deformados uniformemente y sin fracturarse en los límites de grano.

Con base en lo antes mencionado se deduce que la limitada capacidad de deformación del magnesio, a temperatura ambiente, es debida a su falta de sistemas de deslizamiento independientes, requiriendo de mecanismos alternativos de deformación como el maclado.

A temperaturas elevadas el deslizamiento puede darse en los planos $\{10\bar{1}1\}$ en dirección $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ y en los planos $\{11\bar{2}2\}$ en dirección $\langle \bar{1}1\bar{2}3 \rangle$ (Figura 2.1 c), permitiendo aplicar al magnesio una mayor cantidad de procesos de deformación [2].

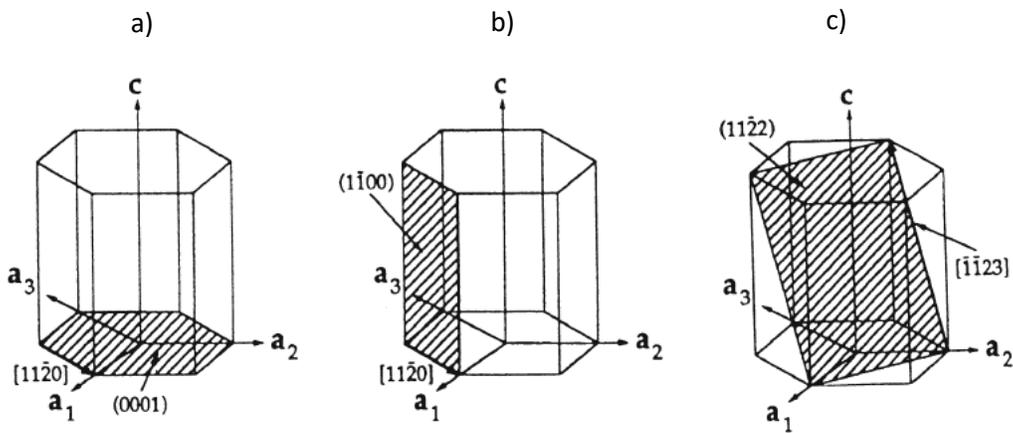


Figura 2. 2: Principales planos de deformación de la estructura HCP del magnesio.

Todo lo anterior nos hace inferir una capacidad muy limitada del Mg puro como un material estructural y, a su vez, explica las investigaciones realizadas para mejorar las propiedades de este material.

2.2.3 Aleaciones del magnesio

El magnesio posee un amplio conjunto de ventajas que posibilitan su empleo en diferentes aplicaciones. Entre las principales ventajas se citan [17]:

- 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 [17-18]:

- 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.

El magnesio puro tiene un uso restringido para aplicaciones estructurales debido a su baja resistencia y baja ductilidad. Por lo tanto, algunos elementos son usados para desarrollar las aleaciones de magnesio las cuales son apropiadas para aplicaciones deseadas.

Aleación	Composición	Resistencia a la tensión (MPa)	Limite elástico (MPa)	% de alargamiento
Mg puro				
Recocido		160	90	3-15
Trabajado en frío		180	120	2-10
Aleaciones para moldeo				
AM 100-T6	10%Al-0.1%Mn	280	150	1
AZ18A-T4	7.6%Al-0.7%Zn	280	81.6	15
ZK61A-T6	6%Zn-0.7%Zr	310	200	10
Aleaciones para forja				
AZ80A-T5	8.5%Al-0.5%Zn	380	280	7
ZK40A-T5	4%Zn-0.45%Zr	280	250	4
HK31A-H24	3%Th-0.6%Zr	260	210	8

Tabla 2.3 Propiedades mecánicas de Mg y otras aleaciones.

Se puede observar que 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 [19].

Para utilizar el magnesio en aplicaciones para ingeniería, se le debe alea con otros metales. La clasificación empleada tradicionalmente ha sido según su forma de fabricación con subdivisiones indicando su composición. Consecuentemente la primera clasificación es, por ejemplo, moldeado en arena, moldeado en troquel

, fundición, forja, extrusión, laminado (plancha o lamina).

A partir de éstas, se clasifican después de acuerdo a su composición. La identificación de las aleaciones de magnesio se realiza según la norma ASTM, cada aleación está denominada con letras que indican los principales elementos de aleación, seguido por un número que indica el porcentaje en peso de cada uno de ellos (generalmente dos) redondeado a un entero.

La Tabla 2.4 muestra las letras para cada elemento de aleación. La última letra en cada identificación indica la etapa de desarrollo de la aleación (A, B, C,...). En muchos casos, estas letras indican el grado de pureza (HP).

Letra	Elemento de aleación	Letra	Elemento de aleación
A	Aluminio	M	Manganeso
B	Bismuto	N	Níquel
C	Cobre	P	Plomo
D	Cadmio	Q	Plata
E	Tierras Raras	R	Cromo
F	Hierro	S	Silicio
H	Torio	T	Estaño
J	Fósforo	W	Ytrio
K	Zirconio	Y	Antimonio
L	Litio	Z	Zinc

Tabla 2.4 Códigos ASTM para los elementos de aleación del magnesio.

La aleación AZ91D, por ejemplo, es una aleación con un contenido nominal de 9% de aluminio (A) y 1% de zinc (Z) en la cuarta modificación del fabricante (D). La norma ASTM indica también la siguiente composición para esta aleación (todos los valores en % en masa): Al: 8,3-9,7; Zn: 0,35-1,0; Si máx.: 0,10; Mn máx.: 0,15; Cu máx.: 0,30; Fe máx.: 0,005; Ni máx.: 0,002; mientras que de otros aleantes el máx. 0,02. El hierro, níquel y cobre tienen efectos negativos sobre la resistencia a la corrosión y por lo tanto, estos valores están estrictamente limitados.

Aunque hay alrededor de 25 metales, con un tamaño atómico adecuado para formar aleaciones con el magnesio, hay en realidad pocos elementos apropiados para su aleación. La solubilidad es a menudo limitada por el efecto de valencia

relativa y por la afinidad química para la formación de compuestos intermetálicos [14-16].

El magnesio forma compuestos intermetálicos con la mayoría de los elementos de aleación y, la estabilidad de la fase aumenta con la electronegatividad de los otros elementos.

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 [2].

2.3 Sistema Mg-Al

El Aluminio es el elemento de aleación más común y constituye la base de las aleaciones de magnesio. Las aleaciones más comunes contienen hasta un 10% en masa, por ejemplo, AZ, AE, AM y AS.

La solubilidad máxima del Al en Mg a temperatura eutéctica a 436 °C es de 11,5% at. (12,7% en masa) y disminuye hasta en 1% a temperatura ambiente, tal como se muestra en la Figura 2.2 para el sistema Mg-Al. Por encima del límite de solubilidad, precipita un intermetálico frágil, $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$.

La combinación óptima de resistencia y ductilidad se observa alrededor del 6%, siendo estas aleaciones fácilmente moldeables y tratadas térmicamente para mejorar su resistencia. La resistencia a la fluencia está limitada debido a la pobre estabilidad térmica de la fase de $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$.

Las aleaciones comerciales base Mg-Al normalmente implican adiciones de otros elementos de aleación como el zinc, por ejemplo, AZ91, AZ81 y AZ63.

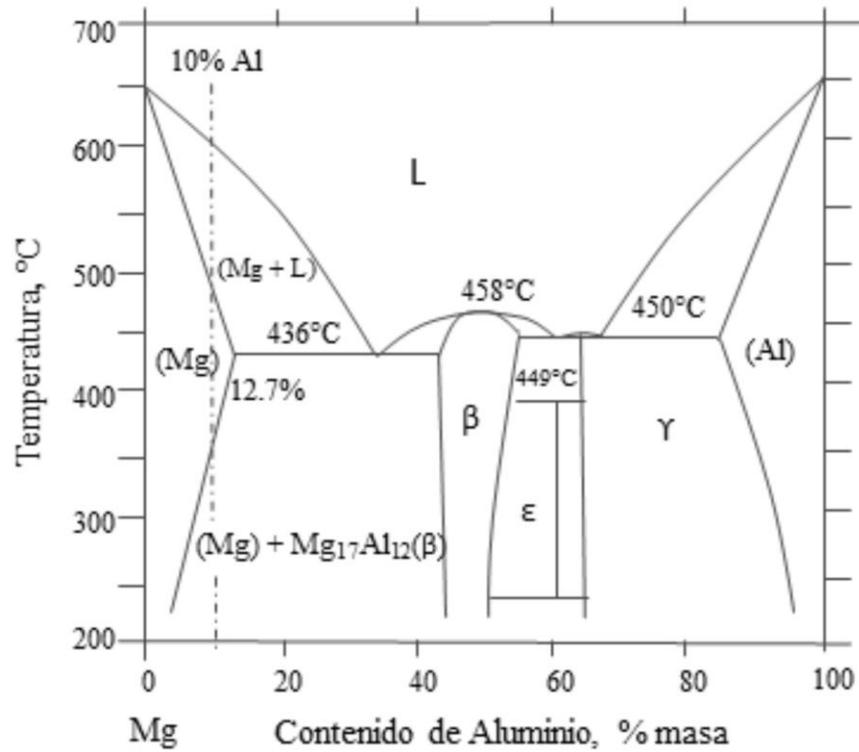


Figura 2.3 Diagrama de fases del sistema Mg-Al [2].

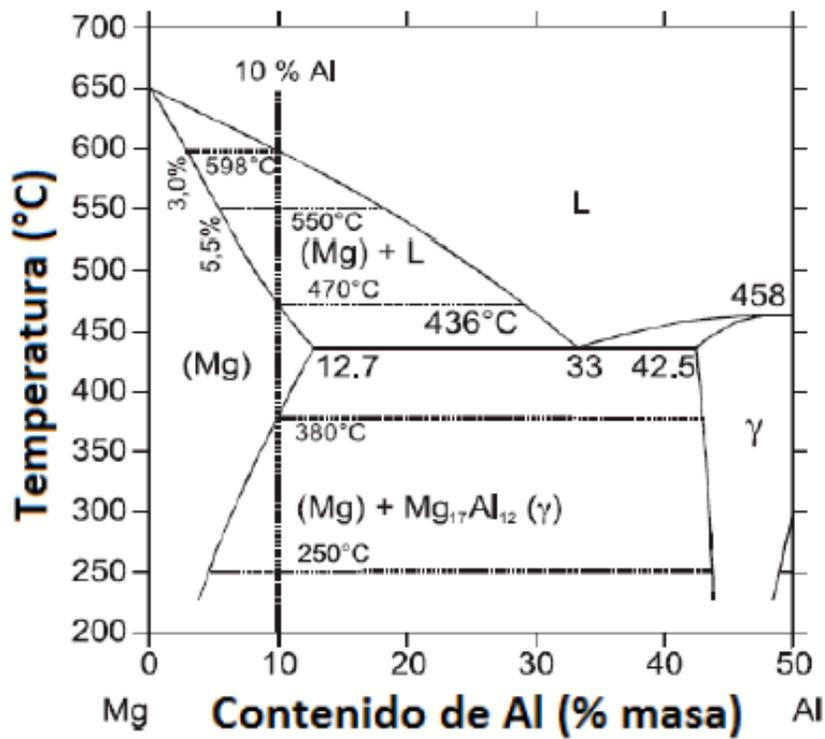


Figura 2.4 Sección rica en Mg de sistema Mg-Al [2].

Las aleaciones de magnesio, a excepción de algunas aleaciones especiales que contienen Li, exhiben estructura cristalina hexagonal. Esto significa que a temperatura ambiente, el número de los sistemas de deslizamiento operativo limita la conformabilidad del metal.

Esto se debe a la localización del deslizamiento y acumulación de tensiones en los límites de grano en lugares donde la deformación localizada ocurre. Cuanto mayor sea el tamaño del grano, mayor será la acumulación de tensiones.

El resultado es que las aleaciones de grano grueso muestran solo limitaciones de formabilidad a temperatura ambiente. Además, el límite elástico es bajo debido a factores de concentración de estrés extremadamente altos como resultado de la localización del deslizamiento.

Es bien sabido que se obtiene un cierto efecto de refinación de grano mediante la adición de elementos de aleación, especialmente si el coeficiente de partición es menor que uno, como es común para sistemas eutécticos.

Este tipo de refinación de grano se debe a una desaceleración de la tasa de crecimiento debido a la acumulación de solutos. Incluso si la tasa de nucleación no se ve influenciada, esto conducirá a la formación de una estructura de grano más fino. En el sistema binario Mg-Al- se ha demostrado que el efecto es considerable (Fig. 2.5).

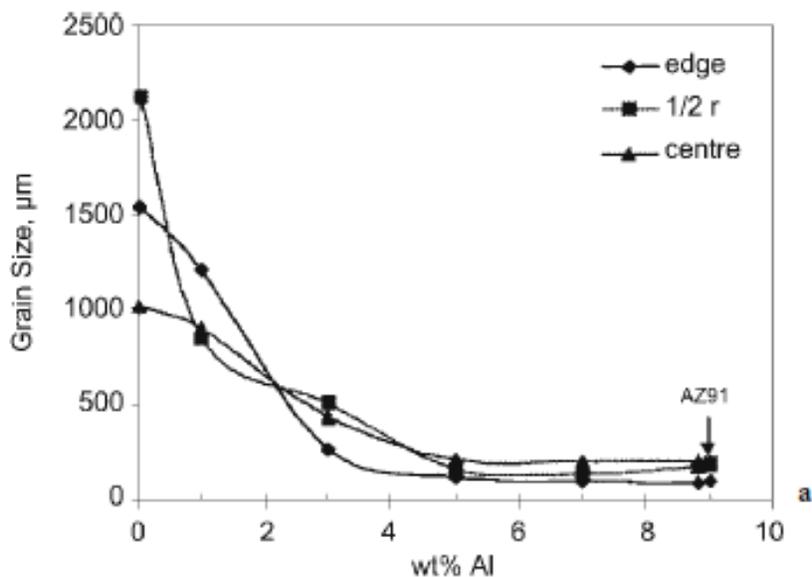


Figura 2.5 Efecto del contenido de Al en el tamaño de grano [2].

En las aleaciones de Mg-Al, el eutéctico consiste en α -Mg y β -Mg₁₇Al₁₂, la fase β -Mg₁₇Al₁₂ es frágil. Esto significa que las aleaciones con grandes cantidades de aluminio tienden a fragilizarse, y el contenido de Aluminio máximo en las aleaciones comerciales está limitado a aproximadamente 10% en peso.

Desde el punto de vista de fundición, se prefiere una aleación con hasta 30% en peso de aluminio. Tal aleación sería, sin embargo, tan frágil como el vidrio. El efecto debilitador del eutéctico es ilustrado en la Fig. 2.6.

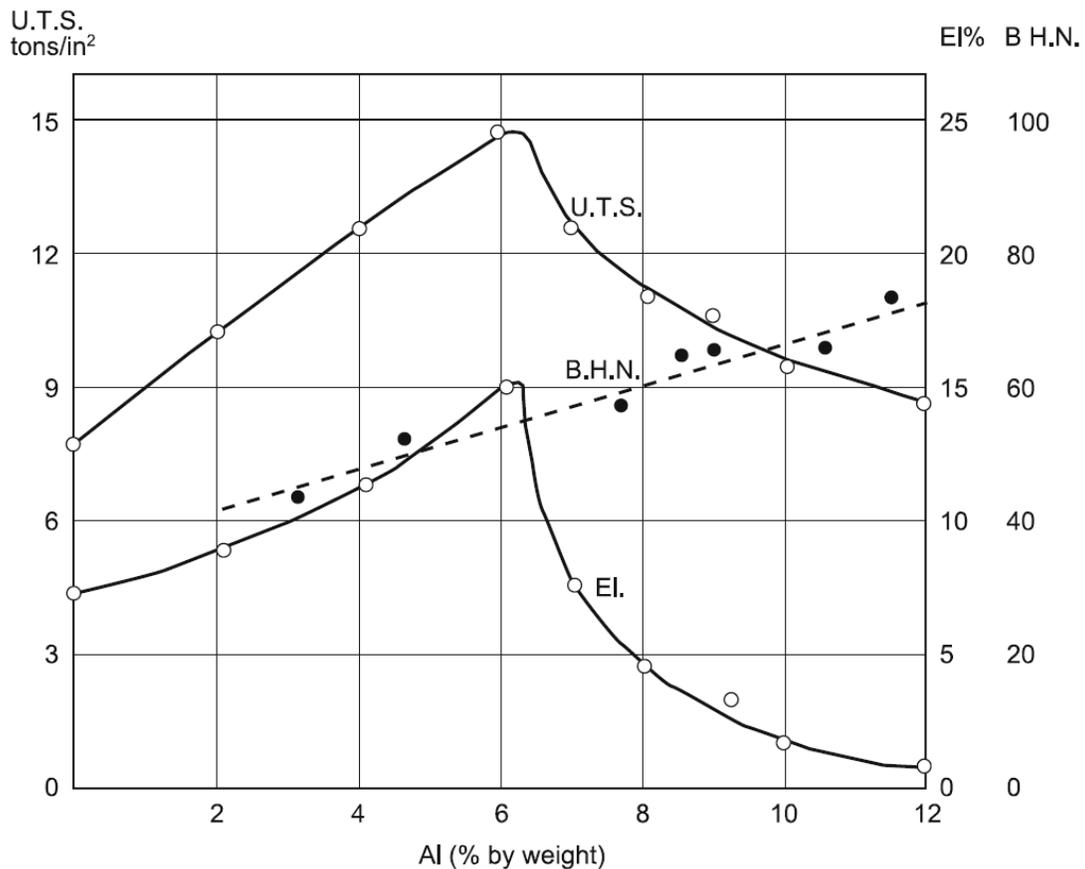


Figura 2.6 Efecto del contenido de Al en la ductilidad. En condición de vaciado en arena [2].

2.4 Tratamientos termomecánicos

La aplicación de un tratamiento termomecánico a un material es un proceso que tiene como fin modificar la microestructura y, consecuentemente, las propiedades mecánicas de los metales provenientes del proceso de fundición.

El proceso básico de un tratamiento termomecánico consiste en deformar plásticamente el material en un grado importante, generando una microestructura de granos alargados.

La mayor parte de la energía utilizada en la deformación se convierte en calor, mientras que otra fracción se almacena en el material como energía de esfuerzo asociada a varios defectos en la red provocados por la deformación [20].

Al elevar la temperatura del metal, la energía almacenada en forma de defectos empieza a liberarse, cuando es mayor la liberación de energía, se empiezan a generar nuevos cristales libres de esfuerzos internos que crecen a partir de los cristales deformados.

Una vez terminado el proceso de formación de los nuevos granos, estos proceden a crecer de forma a una menor velocidad en relación con el proceso de aparición de estos [21].

2.4.1 Mecanismos de un tratamiento termomecánico

El mecanismo básico de un tratamiento termomecánico es:

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

a) Recuperación

El proceso de recuperación como todos los fenómenos asociados a un tratamiento térmico antes de la aparición de nuevos granos sin esfuerzos internos.

La recuperación implica el cambio en la distribución y la densidad de defectos con cambios asociados en las propiedades físicas y mecánicas, lo anterior antes de

que un proceso de recristalización o de alteración en la orientación de los granos constituyentes del material.

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

El reordenamiento de las dislocaciones es logrado a través de la activación térmica [21].

b) Recristalización

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

En esta etapa la red deformada es completamente reemplazada por una nueva sin deformaciones asociadas, donde obtendremos granos prácticamente sin esfuerzos, los cuales provienen de los núcleos formados en la matriz deformada.

La orientación de los nuevos granos difiere radicalmente de los cristales de los cuales provienen, generando límites de granos de amplio ángulo entre los cristales crecidos [20].

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

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

Posterior a la deformación severa, un proceso de poligonización se dará en regiones deformadas en una escala reducida, teniendo como resultado la formación de un grupo de regiones donde la energía asociada a la deformación será menor que en la matriz que las rodea, dando una primera condición necesaria para la nucleación.

Los límites de grano producidos por la poligonización son reducidos (menores a un grado), haciendo que en este periodo inicial los subgranos se formen y crezcan rápidamente hasta que los límites de grano empiecen a presentar un mayor ángulo, reduciendo dramáticamente la velocidad de crecimiento a partir de otros granos.

Transcurrido algún tiempo, algunos de los subgranos crecerán lo suficiente para lograr que la movilidad de sus límites de grano empiece a aumentar a partir del incremento de ángulo.

Un límite de grano de ángulo alto (30° - 40°), posee una alta movilidad por las amplias irregularidades o por los espaciamentos que existen en la capa de transición del límite.

Los átomos en aquellos límites de grano pueden transferir fácilmente de un cristal a otro, permitiendo que estos subgranos puedan crecer a una tasa tan rápida como los subgranos que lo rodean y así actuar como un núcleo de granos recristalizados.

Mientras mayor sea el crecimiento, mayor será la diferencia de orientación entre el nuevo núcleo y la matriz con la que está en contacto, matriz que también consume para crecer. El grano crecerá hasta que finalmente sea un nuevo cristal libre de deformaciones con límites de grano de ángulo alto.

Gracias al proceso descrito anteriormente podemos analizar la influencia de las diferentes variables que afectan la recristalización. La severa deformación controlará la extensión de la región con curvatura que permita una poligonización (Ver anexo: Poligonización).

Una mayor deformación implicará una mayor curvatura y consecuentemente los subgranos serán más pequeños que poseerán límites de granos de ángulo alto. De esta forma se requerirá menor tiempo, para una temperatura dada, para que el subgrano se vuelva un núcleo activo.

De forma inversa, mientras mayor sea la temperatura, se incrementará la velocidad de difusión y será menor el tiempo requerido para formar subgranos con límite de grano del ángulo alto.

La importancia del contenido de impurezas en la temperatura de recristalización también es evidente por el efecto de las impurezas sobre la movilidad de las dislocaciones dentro de los subgranos y en los límites de grano [21].

c) Crecimiento de grano

Una vez sustituida la red original altamente deformada por una con una deformación mínima, un segundo mecanismo para la disminución de energía en el material es el crecimiento de grano, lo anterior es logrado a través de la reducción de área superficial en los granos. En este proceso los granos pequeños tienden a reducirse y desaparecer mientras que los grandes tienden a crecer [21].

2.4.2 Laminado

El laminado es un proceso de deformación volumétrica, en el que se reduce el espesor inicial del material trabajado mediante fuerzas de compresión, que ejercen dos rodillos sobre la pieza o material de trabajo.

En el proceso los rodillos giran en sentidos opuestos y a la misma velocidad para que fluya el material entre ellos, ejerciendo esfuerzos de compresión y de corte originados por la fricción que se produce entre los rodillos y el metal (ver figura 3.). Los procesos de laminado requieren gran inversión de capital debido a ello, los molinos de laminado se usan para la producción de grandes cantidades de productos estándar (láminas, placas, etc.) [22].

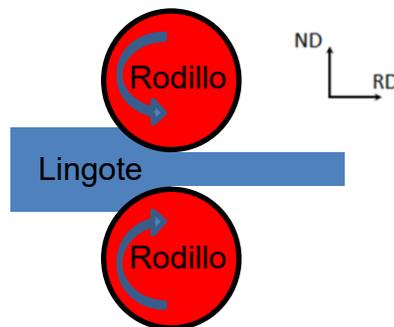


Figura 3.6 Esquema de proceso de laminación.

2.4.2.1 Laminado en caliente

La laminación en caliente generalmente se lleva a cabo en el rango de temperatura entre 300°C y 480°C dependiendo de la aleación y el pretratamiento del material a trabajar. Las aleaciones forjadas con Mg-Al como AZ31 o AZ61 necesitan, por ejemplo, un tratamiento de homogeneización intensivo de hasta 24 horas a 400 ° C para disolver fases intermetálicas de bajo punto de fusión [7].

Inicialmente, el proceso de deformación en caliente conduce a una descomposición eficiente de la estructura de grano grueso proveniente de fundición o tratamiento de solubilizado, en un material de grano fino, con un tamaño de grano promedio de 20 μm [39]. Se puede llevar a cabo una reducción de espesor de 10-30% por paso sin agrietarse, pero el bajo contenido de calor volumétrico del magnesio combinado con la limitada ventana de proceso del laminado en caliente normalmente requiere varios recalentamientos intermedios.

Las propiedades mecánicas de la hoja procesada por laminación están determinadas principalmente por el tamaño de grano final. Las reacciones termomecánicas benéficas pueden activarse mediante interferencia controlada de los efectos de endurecimiento, recuperación y recristalización, que son sensibles a la composición de la aleación, temperatura del proceso, parámetros de deformación, ciclos de recalentamiento, enfriamiento final a temperatura ambiente y tratamiento térmico adicional [7].

2.4.3 Tratamientos térmicos sobre aleaciones de Mg [2]

El tipo de tratamiento térmico aplicado a la aleación basada en Mg depende de su composición química, su forma de procesamiento (proveniente de fundición o después de ser trabajado plásticamente), entre otros parámetros.

Los tratamientos para aleaciones de magnesio son comúnmente aplicados con el fin de mejorar las propiedades mecánicas o como una operación intermedia con el fin de preparar la aleación para un proceso de tratamiento específico.

El tratamiento de solubilización en las aleaciones de magnesio mejora su resistencia, con un máximo de ductilidad y resistencia a las cargas dinámicas. El envejecimiento de las aleaciones provenientes de tratamiento de solubilización permite obtener una máxima dureza y punto de cedencia, con un decremento en la ductilidad.

El tratamiento de envejecimiento sin solubilización previa, de igual forma que el recocido, resulta en un decremento de los esfuerzos provenientes de la fundición e incremento parcial de las propiedades mecánicas bajo cargas de tracción. Un recocido general reduce las propiedades mecánicas; sin embargo, incrementa la plasticidad, ayudando para tratamientos posteriores.

2.5 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 [27].

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 [27].

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 equiprobable 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 2.7 (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 [28].

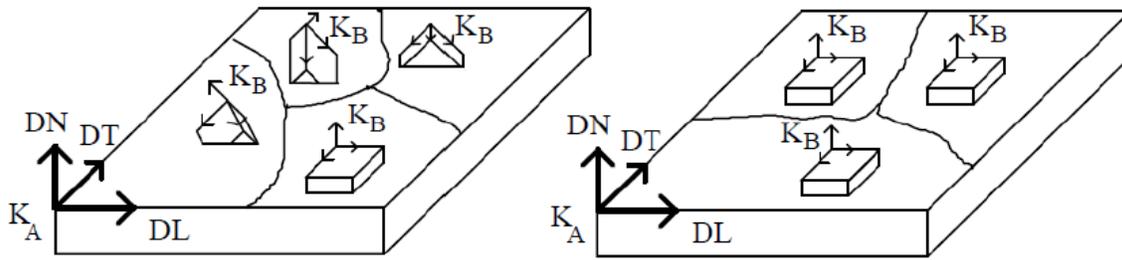


Figura 2.7 a) Distribución aleatoria de las orientaciones de los granos en un policristal. b) Material texturizado (orientación de cubo). K_A se refiere al sistema de coordenadas asociado a la muestra. K_B es el sistema de coordenadas asociado a los cristales [28].

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 [27].

La orientación g puede expresarse de diversas formas. Los dos convenios ampliamente utilizados son: los ángulos de Euler en notación de Bunge [31], ϕ_1 , ϕ y ϕ_2 y la notación cristalográfica (hkl) $[uvw]$ [32], como se muestra en la figura 2.8. En el primer caso ϕ y ϕ_2 , constituyen los ángulos necesarios para especificar completamente la posición de la dirección normal a la muestra DN en K_B , mientras que ϕ_1 sirve para fijar la dirección de laminado DL.

En la representación $(hkl)[uvw]$, (hkl) específica, en K_B , 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 $(\phi_1, \phi$ y $\phi_2)$ [31]. La figura 2.8 ejemplifica gráficamente los convenios utilizados para expresar la orientación cristalográfica, tanto como los ángulos de Euler y la notación cristalográfica (hkl) $[uvw]$.

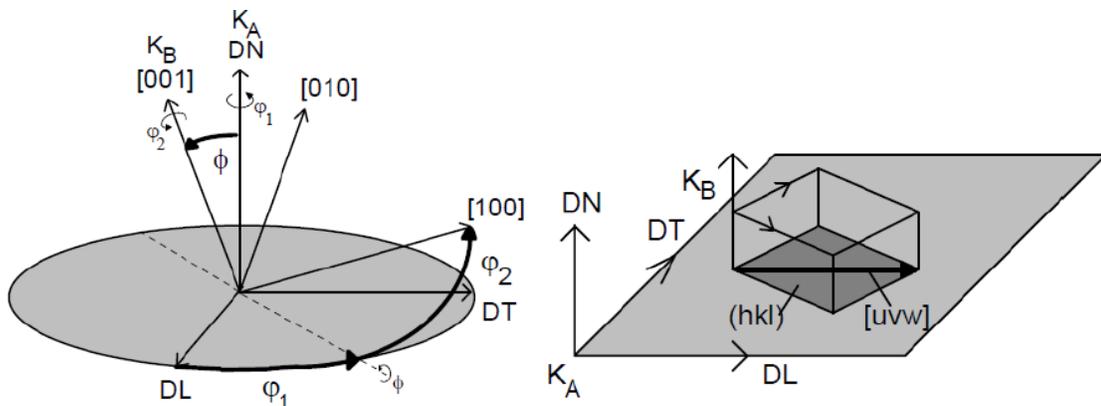


Figura 2.8 Convenios utilizados para expresar la orientación cristalográfica [28].

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 2.9 [28].

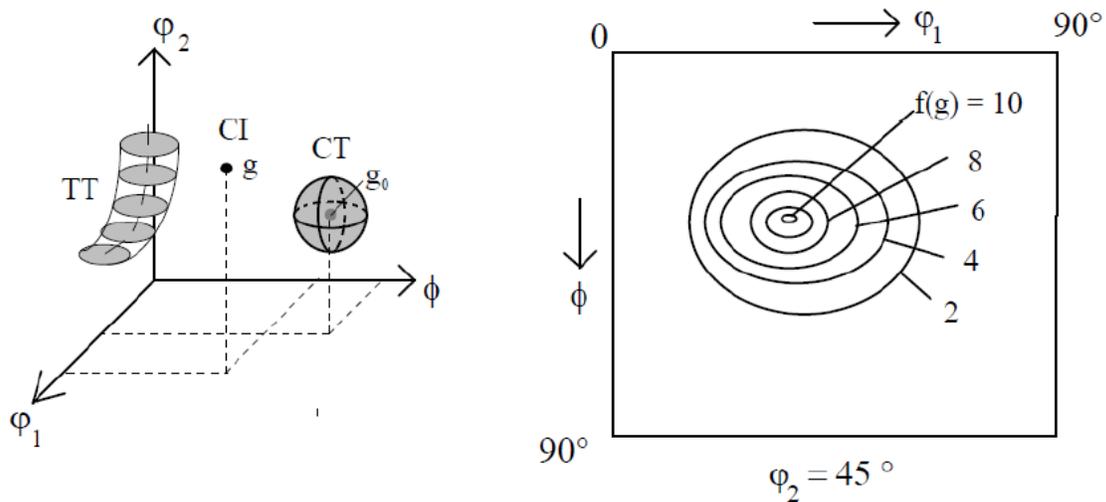


Figura 2.9 (a) Elementos de distribución de orientaciones en el EE: componente de textura (CT), tubo de textura (TT) y componente ideal (CI). (b) Representación de la función de distribución de orientaciones en el espacio de Euler mediante isolíneas para el corte de $\phi_2 = 45^\circ$ [28].

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.

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 [28].

2.5.1 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 2θ) 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 las 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 [30], el cual se representa de forma simplificada en la Figura 2.10.

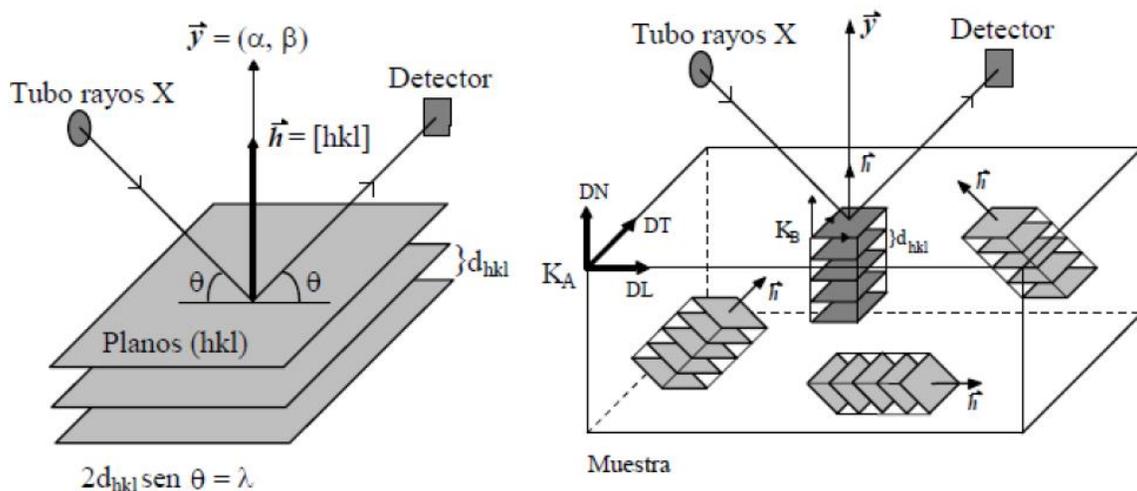


Figura 2.10 (a) y (b) Principio físico de la medición de las figuras de polos [28].

2.5.2 Métodos locales

La importancia de los métodos de medición de la orientación individual de los granos o cristales radica en que permiten la determinación directa de la textura. Estos métodos brindan además, la posibilidad de estudiar la relación textura-microestructura, propiedades y explicar fenómenos que dependen del carácter local de la textura y no de su comportamiento global [29].

El establecimiento de la relación textura-microestructura-propiedades presupone la determinación de seis parámetros: los tres ángulos de Euler que caracterizan la orientación del cristal en un punto dado y las tres coordenadas que definen la posición de ese punto. Para lograr esto, numerosas técnicas locales de caracterización de la textura pueden ser utilizadas.

Las mismas se auxilian de la difracción de rayos X (diagramas de Laue) [30] y de electrones (microscopía electrónica de transmisión TEM: Transmission Electron Microscopy), patrones de tunelaje de área seleccionada (Selected Area Channeling Patterns, SACP) y patrones de difracción de electrones retrodispersados [33] (por sus siglas en inglés EBSP o EBSD) [29]. Los patrones de difracción de electrones retrodispersados (en inglés: Electron Back Scattered Diffraction Patterns EBSPs o Back Scattered Kikuchi Diffraction Patterns BKSP) se originan debido a la dispersión inelástica de los electrones que conforman el haz incidente (primario) por los átomos de la red cristalina de la muestra y su posterior difracción por los planos cristalográficos en regiones del material que poseen orientación constante y baja densidad de defectos cristalinos [28].

Los patrones EBSD se obtienen en el microscopio electrónico de barrido (MEB) utilizando la configuración llamada de “reflexión” (los patrones se observan en un plano que se ubica por encima de la superficie de la muestra a través de la cual penetra el haz primario). Esta técnica se conoce como técnica de difracción de electrones retrodispersados (en inglés: Electron Backscatter Diffraction EBSD) y los patrones EBSP así obtenidos suelen denominarse “patrones EBSD” [28].

La formación de patrones EBSD requiere un haz de electrones altamente colimado y focalizado sobre una muestra situada en un portamuestra inclinado a 70.5° . Este portamuestra puede ser desplazado en pequeños pasos ($<1\mu\text{m}$). Debido a la interacción del haz con la muestra se producen patrones EBSD que se hacen visibles en una pantalla fosforescente acoplada a una cámara CCD de bajo ruido a través de fibras ópticas.

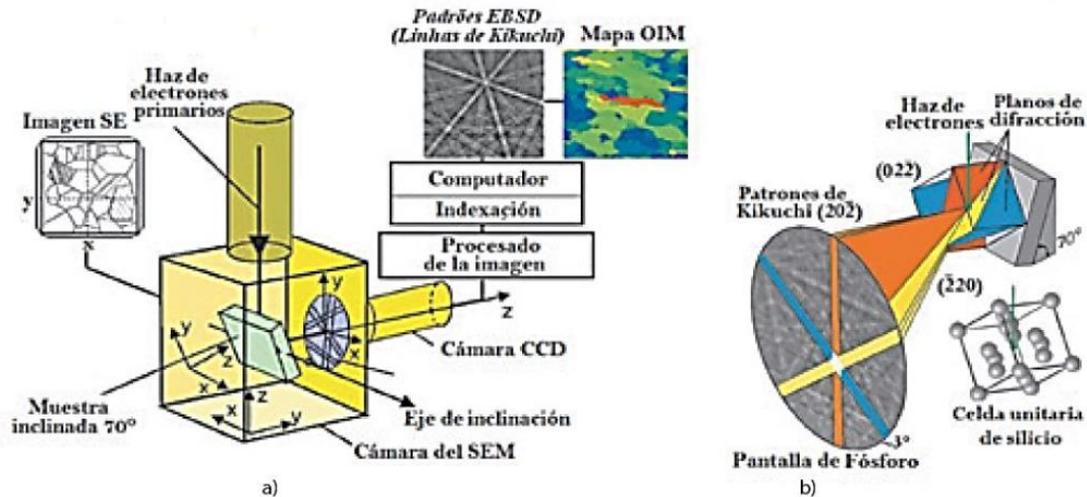


Figura 2.11 Principio para la adquisición y procesamiento automático de los patrones EBSD.

En un mismo punto, varias imágenes del patrón EBSD resultante son promediadas y se les resta el fondo. El diagrama de la instalación experimental de un sistema EBSD típico se muestra en la figura 2.11. La técnica EBSD permite obtener una descripción no solo local de la textura del material, sino también global, cuando el número de orientaciones y cristales analizados es suficientemente elevado.

Esta técnica es también muy utilizada debido a su elevada resolución espacial ($0.5\mu\text{m}$), su precisión en la determinación de la orientación ($0.5 - 1^\circ$) y su capacidad de realizar un número elevado de mediciones (3000 por hora) gracias a la automatización avanzada que posee el equipamiento asociado a estas mediciones. En esas condiciones, los resultados obtenidos se asemejan a los reportados por los métodos globales utilizados en los análisis de textura [28].

2.6 Mecanismos de deformación

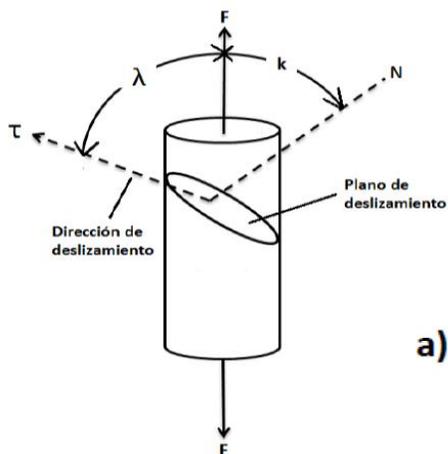
La deformación plástica de los materiales cristalinos ocurre por esfuerzo cortante revelando un cambio físico en su forma externa conservando su estructura cristalina. Esto es usualmente asociado con una rotación de la red y por lo tanto un cambio en la orientación de los cristales. Este cambio de orientación 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 [1].

2.6.1 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 [1].

Para calcular este esfuerzo de corte la fuerza de tensión aplicada se debe de resolver como se muestra en la figura 2.12. Donde k es el ángulo entre la dirección de tensión y la normal al plano de deslizamiento y λ es el ángulo entre la dirección de deslizamiento y la dirección de tensión, el esfuerzo de corte resuelto τ , σ es el esfuerzo de tensión y m es el factor de Schmid.



$$\tau = \frac{F}{A} (\cos \lambda \cos k) = \sigma m$$

a)

b)

Figura 2.12 a) Diagrama de esfuerzo para el cálculo del esfuerzo cortante resuelto, b) fórmula para el cálculo del factor de Schmid [36].

2.6.2 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 2.13 se muestra un diagrama esquemático de la deformación por maclado generada por un esfuerzo cortante.

En la figura 2.13 a) se muestra una superficie pulida a la cual se le aplica un esfuerzo cortante, en la figura 2.13 b) se muestra superficie después de la deformación por maclado, los círculos sólidos representan los átomos que fueron desplazados.

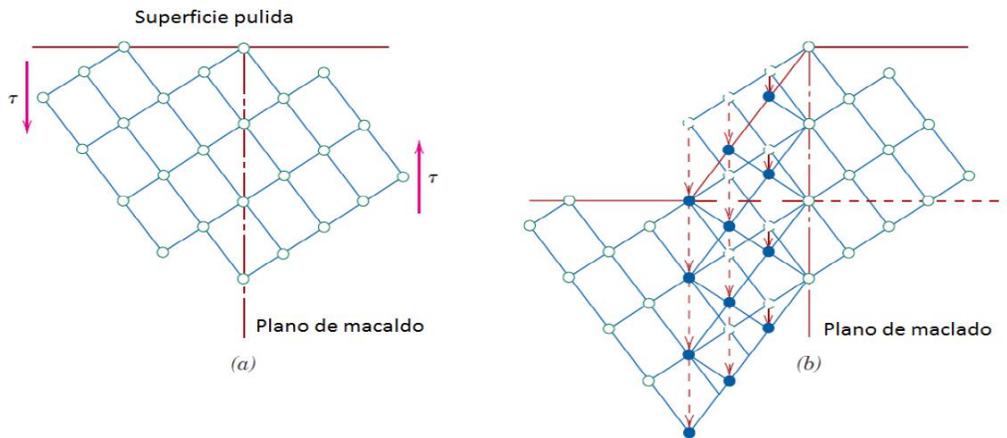


Figura 2.13 Representación esquemática de la deformación por maclado [36].

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.

2.6.2.1 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° y $\{10\bar{1}2\}$ $\{10\bar{1}0\}$ 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 2.14 a).

2.6.2.2 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° , ver figura 2.14 b).

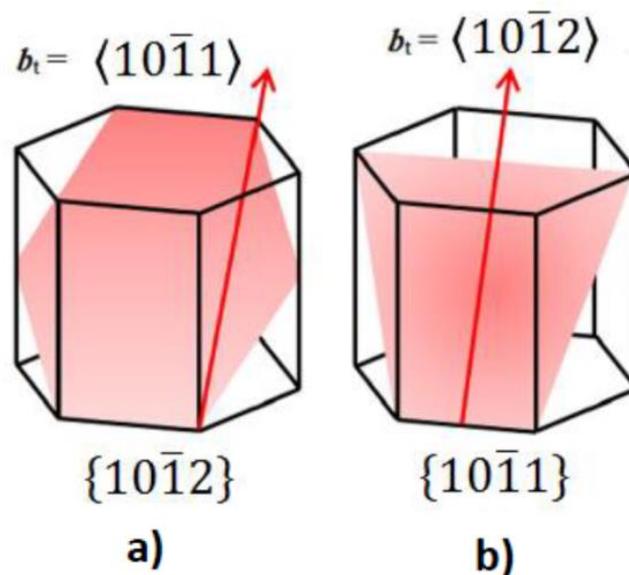


Figura 2.14. Representación esquemática de: a) maclas de tensión y b) maclas de compresión [38].

2.6.2.3 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 $\langle 10\bar{2}0 \rangle$.

2.6.3 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 intercrystalinos 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 [7, 1, 36]. La tabla 3 y la figura 2.15 muestran los sistemas de deslizamiento del Magnesio.

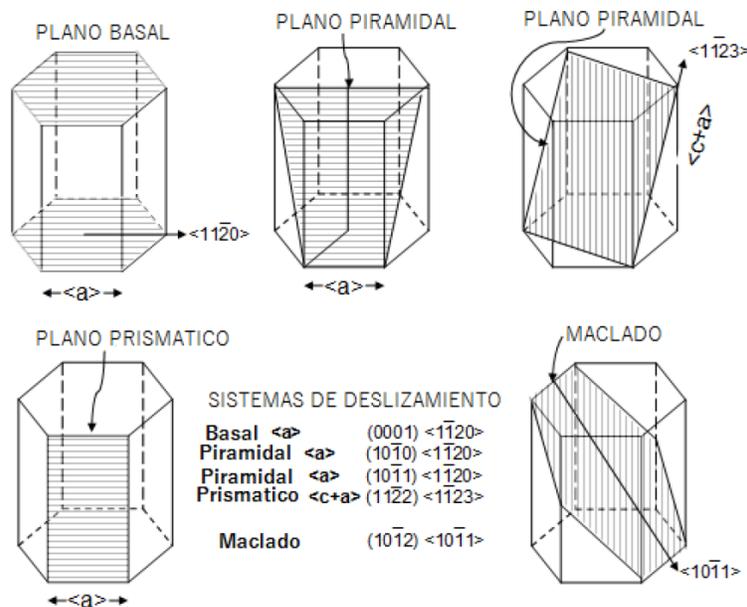


Figura 2.15. Sistemas de deslizamiento del Mg [37].

Nombre del sistema de deslizamiento	Plano de deslizamiento	Dirección de deslizamiento
Basal	$\{0001\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$
Prismático	$\{10\bar{1}0\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$
Piramidal	$\{10\bar{1}1\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$

Tabla 2.5 Sistemas de deslizamiento del Magnesio HCP.

Capítulo 3 Desarrollo Experimental

Capítulo 3 Desarrollo Experimental

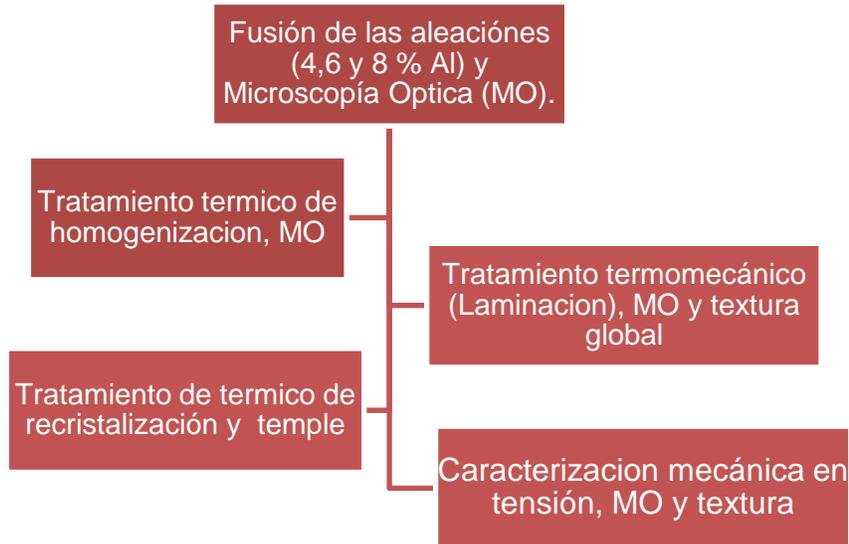


Figura 3.1 Diagrama del proceso experimental.

3.1 Fusión

Para el análisis de las diferentes adiciones de aluminio en la aleación se realizaron las mediciones pertinentes para 3 composiciones con la proporción en peso nominal que se muestra en la tabla 3.1.

Aleación	Composición
Mg4Al	Mg (balance) - 4 % Al
Mg6Al	Mg (balance) - 6 % Al
Mg8Al	Mg (balance) - 8 % Al

Tabla 3.1 Composición nominal de las aleaciones conformadas.

Para la composición de las aleaciones se utilizaron barras de magnesio al (99.8%) y aluminio (99%). Se midió la peso de cada material haciendo uso de una precisión de una centésima de gramo.

La fusión de las aleaciones se realizó en los laboratorios pesados del IPN-ESIQIE-Zacatenco en un crisol de grafito, utilizando un horno eléctrico marca KerrLab modelo Diamantex (Figura 3.2).



Figura 3.2 Crisol de grafito montado en el horno eléctrico.

Los elementos de aleación fueron previamente limpiados químicamente, con el fin de retirar las impurezas que pudieran estar presentes en la superficie. Para el magnesio puro se utilizó solo una solución al 100% de ácido nítrico (HNO_3) y para el aluminio una solución de 80% en volumen de HNO_3 y 20% en volumen de ácido fluorhídrico (HF).

Para evitar la oxidación durante la fusión se empleó una atmosfera protectora de argón, el crisol fue precalentado a 800 °C.

Una vez alcanzada la temperatura se dejó homogeneizar la temperatura por 15 minutos, para posteriormente introducir la carga en el crisol, inyectando argón por la parte superior en una abertura en la tapa del mismo.

Ya fundida la carga se procedió a homogeneizar manualmente la aleación con una lanceta de acero inyectando argón de alta pureza durante 5 minutos.

El vaciado se llevó a cabo en una cámara cerrada con atmósfera inerte para evitar reacción con el oxígeno del medio ambiente, la atmósfera utilizada fue una mezcla de gases compuesta de: 0.3 % SF₆ + 49.85 % CO₂+ 49.85 % aire, el vaciado se realizó en una lingotera de acero de 65 mmX115 mmX20 mm (Figura 3.3).



Figura 3.3 Lingotera.

Dejando enfriar al aire libre para poder desmoldar y proceder al maquinado de las probetas (Lingotes, Figura 3.4) y así poder iniciar el tratamiento termomecánico.



Figura 3.4 Lingote después de vaciado.

3.2 Tratamiento térmico de homogeneizado

Con la finalidad de obtener una muestra homogeneizada se realizó un tratamiento térmico de recocido, a 400°C por 24 horas, a todos los lingotes antes de pasarlos por el tratamiento termomecánico.

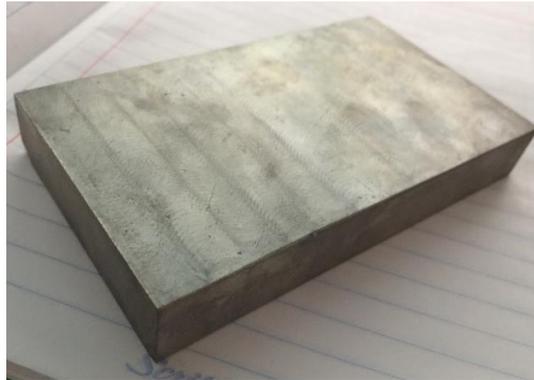


Figura 3.5 Lingote después de maquinado y homogeneizado.

3.3 Tratamiento termomecánico (laminado)

Para el proceso de laminado se partió de probetas (Lingotes) maquinadas de una dimensión aproximada de 60 mm X 105mm X 15mm provenientes del lingote original de cada aleación. Se realizaron dos condiciones de laminado: laminado en caliente a 400°C y 450°C siguiendo los protocolos mostrados en el anexo: Laminación.

Antes de iniciar los pasos de laminación se procedió a precalentar y homogeneizar el horno, para posteriormente insertar el lingote y llevarlo a la temperatura deseada de trabajo, esto lográndose dejando homogeneizar el lingote por 30 minutos antes de iniciar el tratamiento, y posteriormente entre cada paso se dejó 15 minutos para mantener la temperatura de trabajo en la muestra.



Figura 3.7 Laminas después del tratamiento termomecánico.

El equipo utilizado para este proceso fue un molino de laminación Sir Jones Norton DP 008 en el IPN-ESIQIE, con una velocidad de 20 m/min y con un porcentaje de reducción en el espesor constante del 10% por paso; hasta lograr un espesor de 4.7 mm de espesor en la lámina ideal para el posterior maquinado de probetas de tensión.



Figura 3.8 Molino de laminación Sir Jones Norton DP 008.

3.4 Microscopía óptica

Para el análisis microestructural se usó un microscopio óptico marca Leica, modelo DM 1500, con aumentos de 16x hasta 1000x con una cámara marca Color View. El software Analysis Pro fue utilizado para tomar las fotos y medir el tamaño de grano (en el HZG). Se tomaron diversas fotos en distintas zonas debido a que no son homogéneas todas las zonas debido al efecto del proceso termomecánico y posteriormente se realizó el cálculo del tamaño de grano.



Figura 3.9 Microscopio óptico marca Leica, modelo DM 1500.

La caracterización microestructural necesita una serie de pasos, los cuales se enumeran a continuación:

1. Selección de las muestras a analizar que en este caso son las probetas ensayadas en tensión.
2. Corte de las muestras, el corte que nos interesa es el transversal por en medio de la probeta siempre paralela a la dirección de carga aplicada.
3. Montaje en frío con la resina DEMOTEC 30 siguiendo la dirección de aplicación de la carga.
4. Desbaste con una secuencia de lijas (600, 1000, 1500, 2000 y 2500 en este orden) en una pulidora automática marca ATM modelo SAPHIR 350 con brazo ATM modelo RUBIN 520 (Figura 3.9.).
5. Pulido a espejo con paño de neopreno u una solución de OPS (sílica coloidal) de $0.5 \mu\text{m}$, lubricando con una solución de agua destilada, jabón líquido y perlas de hidróxido de sodio; y para limpiar cualquier residuo por

último se limpia con agua destilada y etanol (en ese orden) para posteriormente secar con secadora en un ángulo aproximado de 45°-70°.



Figura 3.10 Pulidora automática marca ATM modelo SAPHIR 350 con brazo ATM modelo RUBIN 520.

6. Para revelar la microestructura se utilizó una solución de ácido pícrico (150ml de etanol, 36 ml de agua destilada, 6.5 ml de ácido acético y 36 g de ácido pícrico). El tiempo estimado de ataque es aproximadamente 5 segundos en inmersión limpiando con agua destilada y etanol.
7. Las fotografías se obtuvieron para tomar fotografías y medir el tamaño de grano.

Todo lo anterior se realizó para todas las micrografías, para las muestras después de laminado se tomaron de la vista superior de la placa (plano normal) y para las muestras después de las pruebas de tensión fueron del perfil haciendo corte al centro de la misma. La medición de tamaño de grano se realizó con el método de intersección lineal.

3.5 Tratamiento térmico de recocido

El tratamiento de recocido se realizó a 400°C por 12 Horas en un horno Nabertherm en el IPN-ESIQIE(Figura 3.11), con la finalidad de restaurar las propiedades físicas de las aleaciones, ya que la densidad de dislocaciones decrece y los efectos de endurecimiento por deformación se eliminan.

Estos parámetros se emplearon para reducir en lo posible la influencia del tamaño de grano y precipitaciones de segunda fase.



Figura 3.11 Horno marca Nabertherm.

3.6 Textura Global (DRX)

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 3.12 a y b (en el HZG).

El plano normal de la probeta fue usado para medir la textura global usando el goniómetro de texturas. Estas muestras fueron desbastadas y pulidas y usando medidas finales de 3x3 cm cada muestra y posteriormente se montaron en una placa de acrílico como se muestra en la figura 3.12 c.

Para llevar a cabo la experimentación, la superficie de las muestras se colocó paralelamente a la base del porta muestras, 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 3.12 a) Equipo de difracción de rayos X [26], b) y c) goniómetro de texturas PANalytical Xpert™, utilizado en el HZG

3.7 Caracterización mecánica

A partir de las láminas se fabricaron probetas para ensayos de tensión como se muestra en la figura 3.13, estas fueron maquinadas paralelas a la dirección de laminación (instalaciones del HZG).



Figura 3.13 Maquinado de probetas.

En la figura 3.14 se observan las dimensiones de las probetas maquinadas.

DIMENSIONES DE LA PROBETA

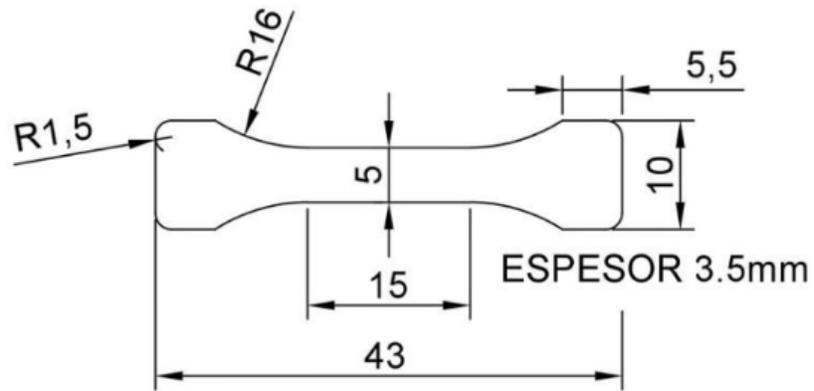


Figura 3.14 Plano de probetas de tensión.

Para llevar a cabo las pruebas de tensión se usó una máquina de ensayos universales marca Zwick Z050, con una carga máxima aplicada de 50 KN para determinar los diagramas esfuerzo-deformación.



Figura 3.15 Máquina de ensayos universales marca Zwick Z050.

Las pruebas para todas las aleaciones se realizaron en dirección de laminación a temperatura ambiente, 150°C y 200°C, con una velocidad de deformación de 10^{-3}s^{-1} . Las muestras ensayadas a las temperaturas de 150 y 200 °C se enfriaron en agua para conservar la microestructura.

El calentamiento de las probetas durante el ensayo fue aplicado mediante un horno eléctrico (incluido en la maquina universal), el cual mantiene las probetas a una temperatura constante dentro de un rango de $\pm 1^\circ\text{C}$.

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. Por ultimo las gráficas esfuerzo vs deformación fueron arrojadas por el software testXpert®.

3.8 Microscopía electrónica de barrido (MEB)

Los patrones de orientación local fueron medidos por difracción de electrones retrodispersados en un microscopio electrónico de barrido marca Zeiss ultra 55 usando un detector Hikari. Las muestras fueron tomadas de la sección longitudinal de la hoja (realizado en HZG).

Para poder realizar el análisis de las texturas mediante EBSD en el MEB es necesario preparar la muestra a detalle para evitar defectos topográficos siguiendo los mismos pasos que para MO, posterior a ello se realiza un electropulido con el fin de obtener una superficie limpia de imperfecciones.

Se utilizó una electropulidora Lectro Pol 5 de la marca Struers (Figura 3.16), del cual se utiliza un electrolito AC2 especialmente para muestras de magnesio, usando una temperatura de electropulido de -25°C .



Figura 3.16 Electropulidora Lectro Pol 5 de la marca Struers.

Posterior al pulido las muestras fueron atacadas químicamente para revelar la microestructura. La solución de ataque consiste en un reactivo compuesto de 140 ml de etanol, 35 ml de agua destilada, 6.5 ml de ácido acético y 7 gr de ácido pícrico. La superficie de la muestra fue atacada por un periodo aproximado de 4 a 7 segundos y se retiró la solución de ataque con etanol.

Capítulo 4 Análisis y discusión de resultados

Capítulo 4 Análisis y discusión de resultados

4.1 Análisis químico de las aleaciones

El análisis químico fue realizado mediante la técnica de espectrometría de emisión por chispa.

Elemento	Mg	Al	Cu	Mn	Zn	Fe	Ni	Si
%	95.86	4.07	0.0008	0.025	0.0041	0.0053	0.0005	0.019
Elemento	Be	Ca	Sn	Ce	Zr	Ag	La	
%	0.000020	0.0022	0.0005	0.0017	0.0029	0.0001	0.0002	

Tabla 4.1 Composición nominal real de la aleación Mg- Al 4%.

Elemento	Mg	Al	Cu	Mn	Zn	Fe	Ni	Si
%	94.34	5.57	0.0013	0.033	0.014	0.0071	0.0002	0.018
Elemento	Be	Ca	Sn	Ce	Zr	Ag	La	
%	0.000019	0.0090	0.0018	0.0014	0.0026	0.0001	0.0002	

Tabla 4.2 Composición nominal real de la aleación Mg- Al 6%.

Elemento	Mg	Al	Cu	Mn	Zn	Fe	Ni	Si
%	92.18	7.74	0.0014	0.034	0.048	0.0057	0.0002	0.019
Elemento	Be	Ca	Sn	Ce	Zr	Ag	La	
%	0.000015	0.0071	0.0036	0.0013	0.0023	0.0001	0.0002	

Tabla 4.3 Composición nominal real de la aleación Mg- Al 8%.

4.2 Análisis microestructural del tratamiento termomecánico

-Vaciado

Posterior al vaciado, se obtuvieron las siguientes metalografías (Fig. 4.1) en donde se procedió a hacer un análisis microestructural, con un tamaño de grano promedio de $58.5 \mu\text{m}$ para las concentraciones de 4 y 6 %, mientras que la concentración de 8 % presenta gran cantidad de precipitación de segunda fase por lo cual la medición de tamaño de grano no es tan certera dando un valor aproximado de $40 \mu\text{m}$ promedio.

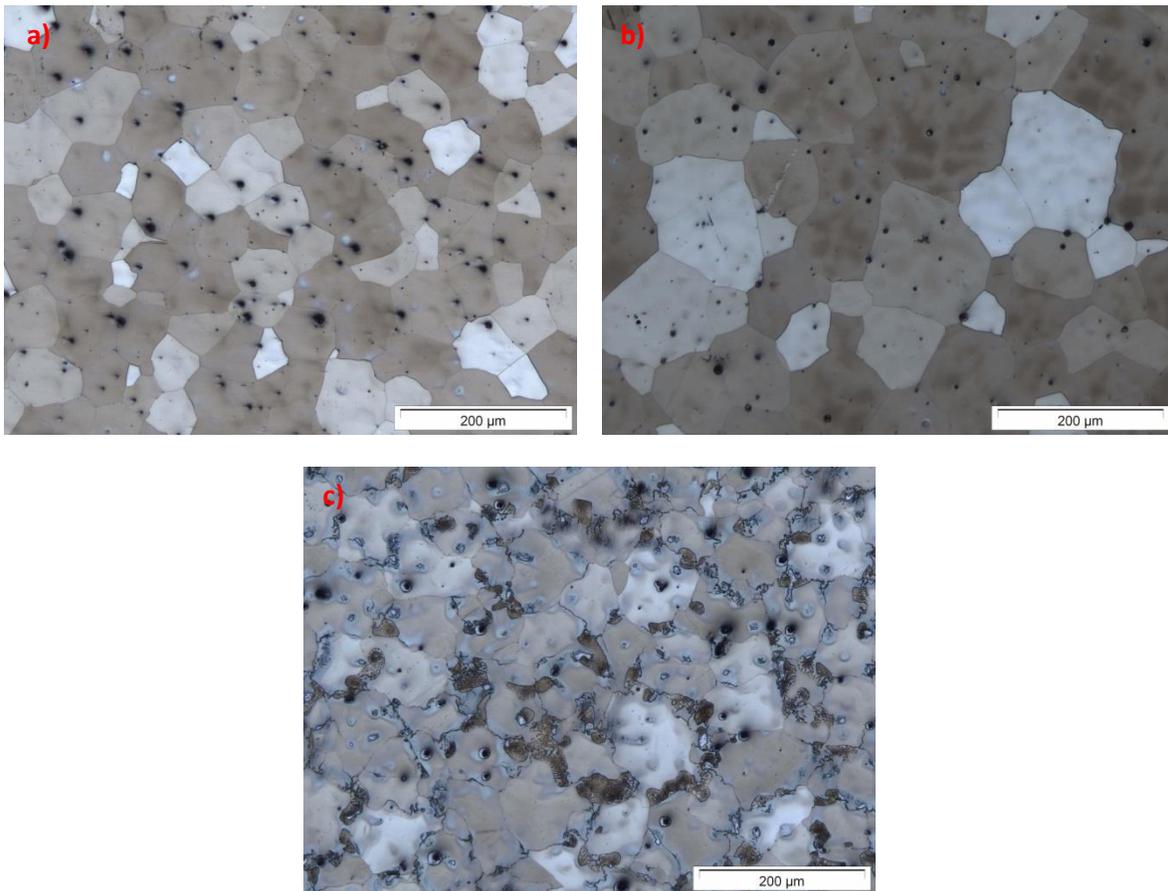


Figura 4.1 Metalografías después de vaciado Mg - a) 4%, b) 6% y c) 8% Al (lingotes).

En la aleación de Mg8Al (Fig. 4.1 c), podemos observar una variación en la microestructura; se observa la precipitación de la fase $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ en los límites de grano.

Debido a esto la muestra presentaba problemas a la hora del ataque y por esta razón se ajustó la concentración de la solución de ataque (300ml de etanol, 36 ml de agua destilada, 8 ml de ácido acético y 36 g de ácido pícrico).

-Homogenizado

En la figura 4.2 podemos apreciar las metalografías de las muestras después de tratamiento térmico de homogenizado, se observa un crecimiento de grano en los 3 casos, con un tamaño de grano homogéneo de 67 μm promedio, en las aleaciones de Mg – 6 y 8 % Al (Fig. 4.2 b y c) se registró un incremento en tamaño de grano del 27.3 % y 65% respectivamente.

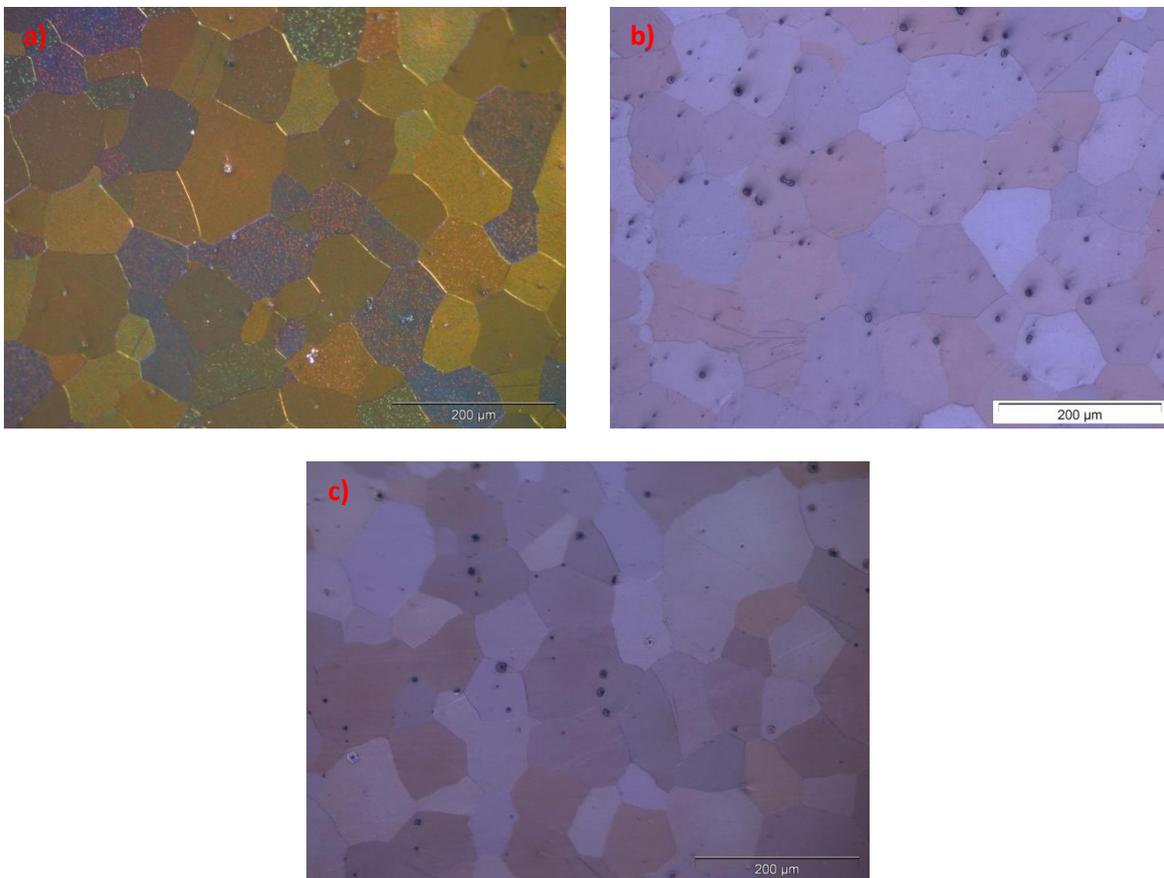


Figura 4.2 Metalografías después de homogeneizado Mg - a) 4%, b) 6% y c) 8% Al (lingotes).

La precipitación de segunda fase se vio disminuida en la concentración de 8% puesto que una mayor cantidad de aluminio se disolvió en la matriz del magnesio.

-Laminado

Después del tratamiento termomecánico se obtuvieron las siguientes metalografías de las muestras laminadas a 400 °C (Figura 4.3):

1. Laminadas a 400°C

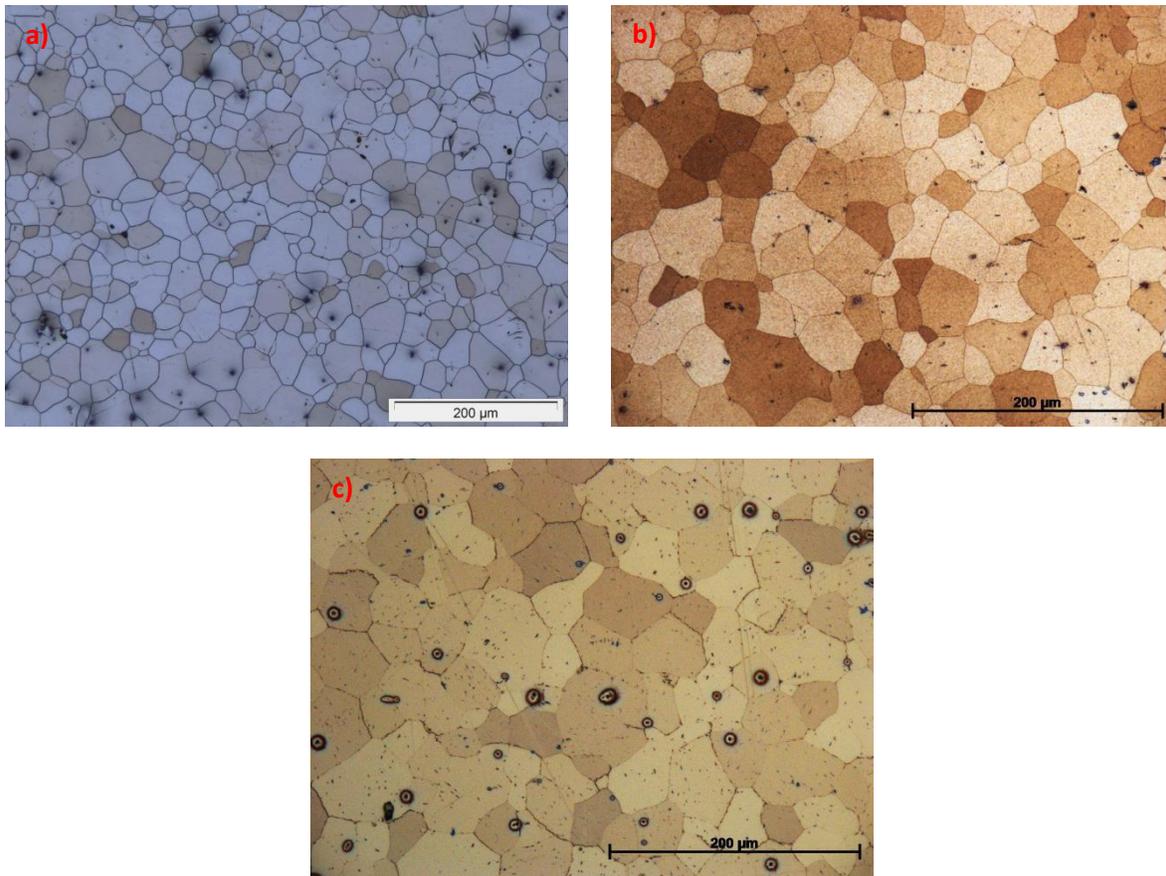


Figura 4.3 Metalografías después de laminado a 400 °C Mg - a) 4%, b) 6% y c) 8% Al.

En la figura 4.3 podemos apreciar las metalografías de las muestras después del tratamiento termomecánico (laminado a 400 °C), en los 3 casos se observa una reducción de tamaño grano comparando con el tratamiento de homogenizado, con un tamaño de grano de 32 μm promedio para la aleación con 4% en contenido de aluminio (Fig. 4.3 a), el decremento del tamaño de grano fue aproximadamente de un 50%. Mientras que para los contenidos de 6 y 8 % Al, se obtuvo un promedio de tamaño de grano 46 μm (Fig. 4.3 b y c) siendo una reducción del 31.34 %.

Observándose un tamaño de grano no homogéneo en las aleaciones pero siendo más evidente en la Mg4Al, indicando que no hubo una completa recristalización dinámica durante la laminación contrario a lo que obtuvieron Xinsheng Huang et. al. [40].

2. Laminadas a 450 °C

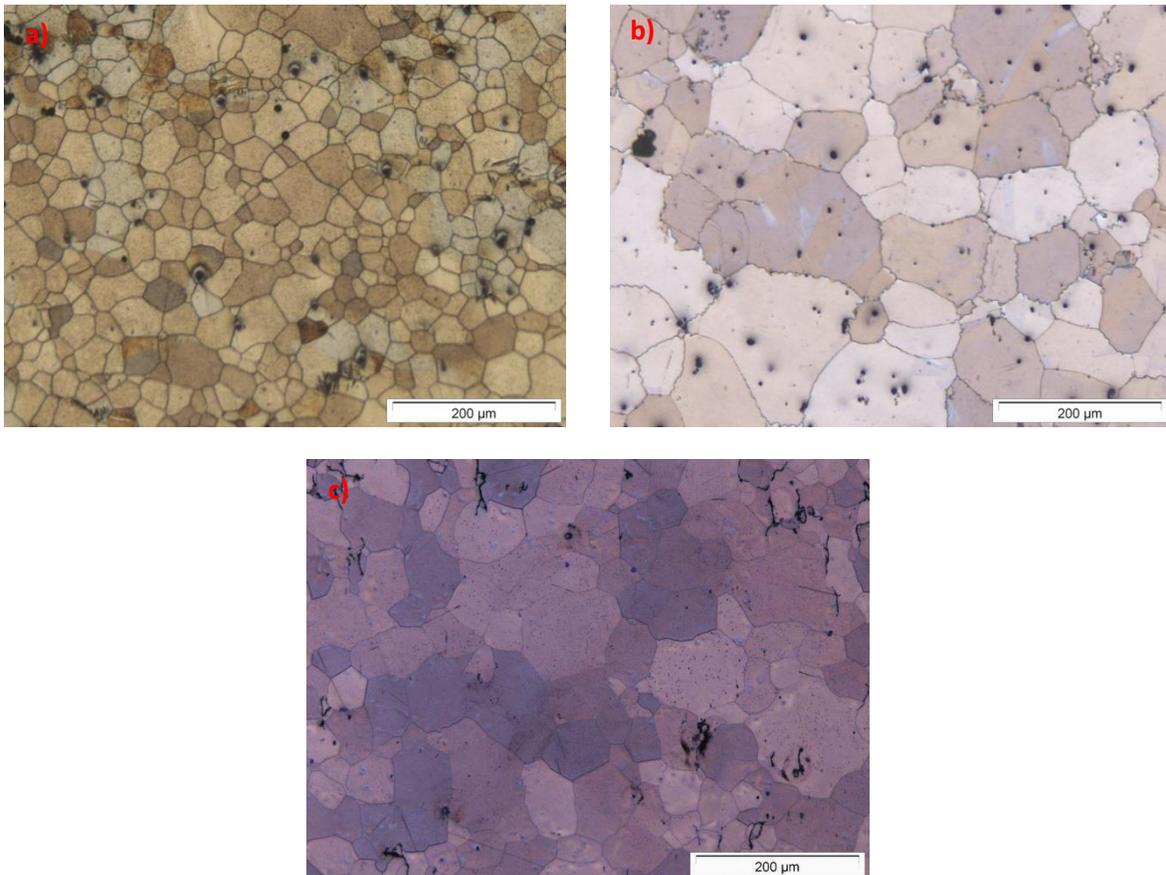


Figura 4.4 Metalografías después de laminado a 450 °C Mg - a) 4%, b) 6% y c) 8% Al.

En la figura 4.4 podemos apreciar las metalografías de las muestras después del tratamiento termomecánico (laminado a 450 °C), en los 3 casos se observa una reducción de tamaño grano comparando con el tratamiento de homogenizado, el decremento del tamaño de grano fue aproximadamente de un 50% para el contenido de 4% Al puesto que cuenta con 36 μm promedio, mientras que para los contenidos de 6 y 8 % Al se obtuvo un promedio de tamaño de grano 51 μm (Figura 4.4 b y c) siendo una reducción del 23.88 %.

Comparando con las laminadas a 400°C aumento un 12% para la aleación Mg4Al y un 10% para las aleaciones Mg6Al y Mg8Al, esto atribuyéndolo a un posible enfriamiento después del laminado.

Observando una tendencia al incrementar el contenido de aluminio crece el tamaño de grano en ambos casos (Laminado a 400 y 450 °C), con la diferencia que en las muestras laminadas a menor temperatura (400 °C) se observa un tamaño de grano más uniforme y con una diferencia de alrededor de 4 y 5 μm en cuanto al tamaño.

En ambos casos no se observa precipitados indicando que la mayoría de los átomos de aluminio están disueltos en la matriz.

4.3 Textura global

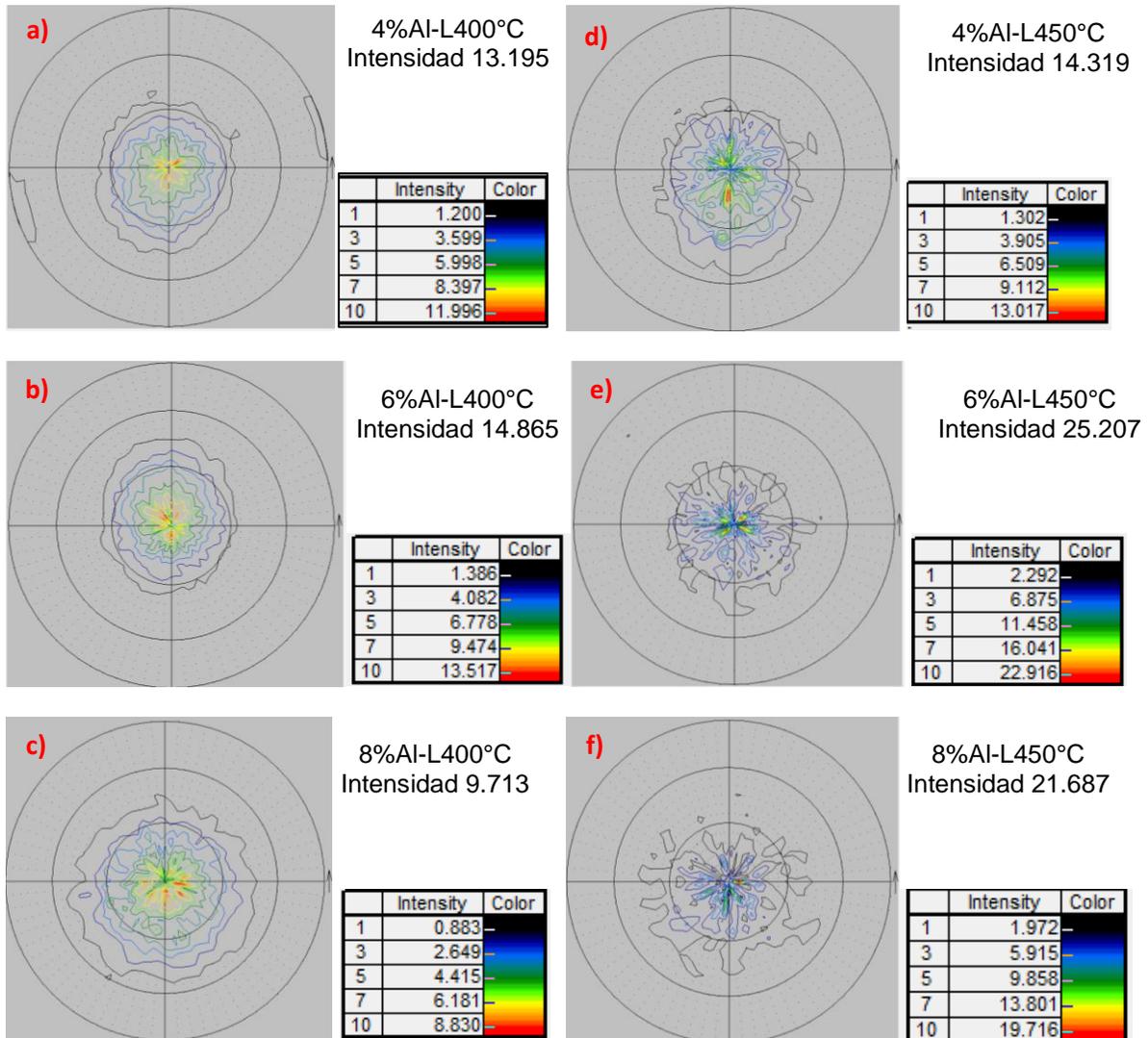


Figura 4.5 texturas globales después de laminado, figuras de polo (0002):
Laminadas a 400 °C Mg – {a) 4%, b) 6% y c) 8%} Al y
Laminadas a 450 °C Mg – {d) 4%, e) 6% y f) 8%} Al.

En la figura 4.5 se muestran las figuras de polo recalculadas de las tres concentraciones (4, 6 y 8 % Al) laminadas a 400 y 450 °C, todas las aleaciones presentan la textura basal característica del magnesio bajo este tratamiento termomecánico, ya que los planos basales se orientan paralelamente a la dirección de laminación.

Las figuras de polo no presentan inclinación hacia ningún eje, esto indica que la deformación por corte a lo largo de la lámina no fue tan intensa [40]. La mayor intensidad se presenta en la aleación Mg6Al laminada a 450 °C con una magnitud de 25.20, mientras que la aleación con menor intensidad sería la Mg8Al laminada a 400 °C.

La figura 4.6 muestra la típica orientación de los cristales de magnesio después de la laminación.

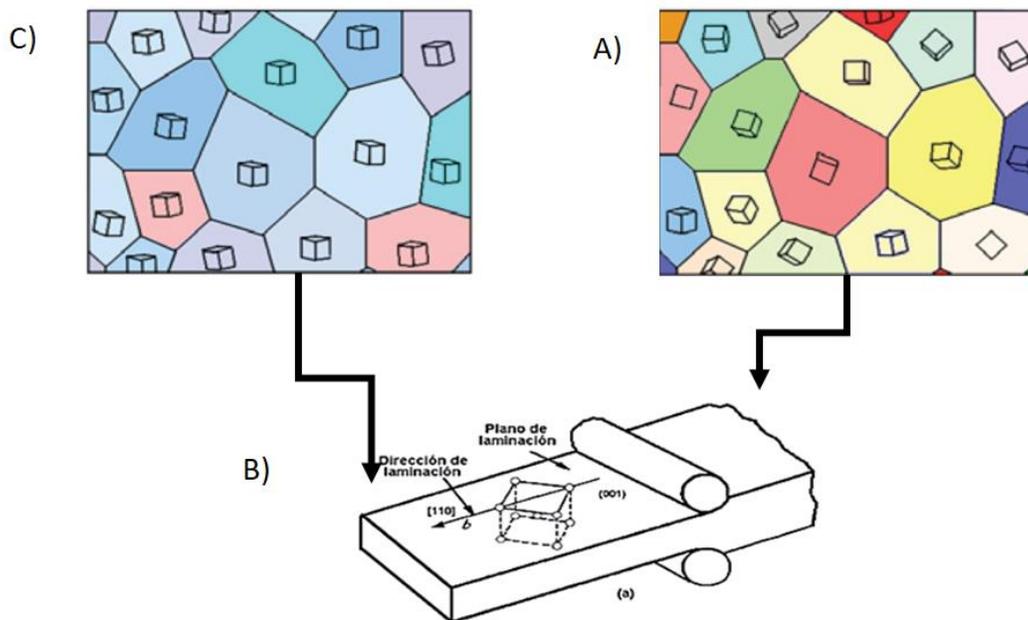


Figura 4.6 A) Microestructura con orientación aleatoria, B) desarrollo de orientación preferencial durante laminación, C) Microestructura con orientación preferencial.

En la figura 4.5 (d, e y f) podemos observar las aleaciones laminadas a 450°C, se puede observar que en los 3 casos las intensidades son mayores que su pares laminadas a 400°C, es conocido que esta textura restringe la activación del deslizamiento basal durante la deformación especialmente a temperatura ambiente y por lo tanto es desfavorable para la ductilidad.

4.4 Propiedades mecánicas

-Ensayo de tensión a temperatura ambiente

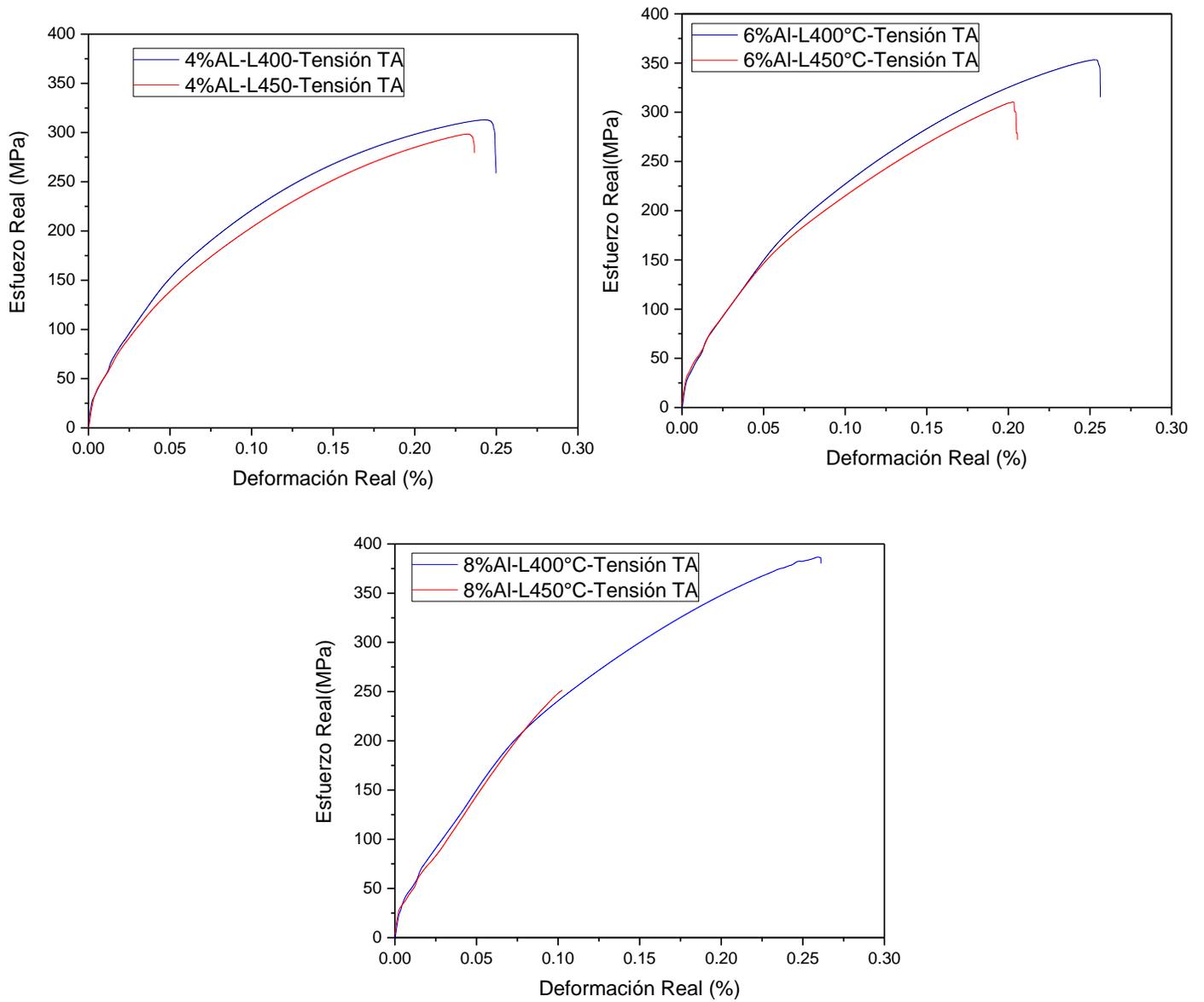


Figura 4.7 Curvas esfuerzo ingenieril vs deformación ingenieril, prueba de tensión a temperatura ambiente.

En la figura 4.7 se muestran las gráficas esfuerzo - deformación real para la prueba de tensión a temperatura ambiente en dirección de laminación (RD) con velocidad de deformación de 10^{-3} s^{-1} , dentro de las cuales destaca la muestra de 8% Al laminada a 400°C , esta muestra cuenta con el mayor valor UTS (Ver tabla 4.4).

Sample	UTS (MPa)	e (%)
4%Al-R400°C	312.91	20
4%Al-R450°C	298.44	14.65
6%Al-R400°C	353.22	19.4
6%Al-R450°C	310.49	10.75
8%Al-R400°C	386.79	17.1
8%Al-R450°C	251.29	9.53

Tabla 4.4 Valores del ensayo de tensión a temperatura ambiente.

Cabe destacar que las muestras laminadas a 400°C son las que presentan mejor comportamiento mecánico, con una tendencia a aumentar el UTS conforme se aumenta el contenido de aluminio. Esto marca una diferencia con las laminadas a 450°C que siguen la tendencia de presentar el mejor UTS en las muestras de 6%Al y decreciendo para las muestras con 8%Al.

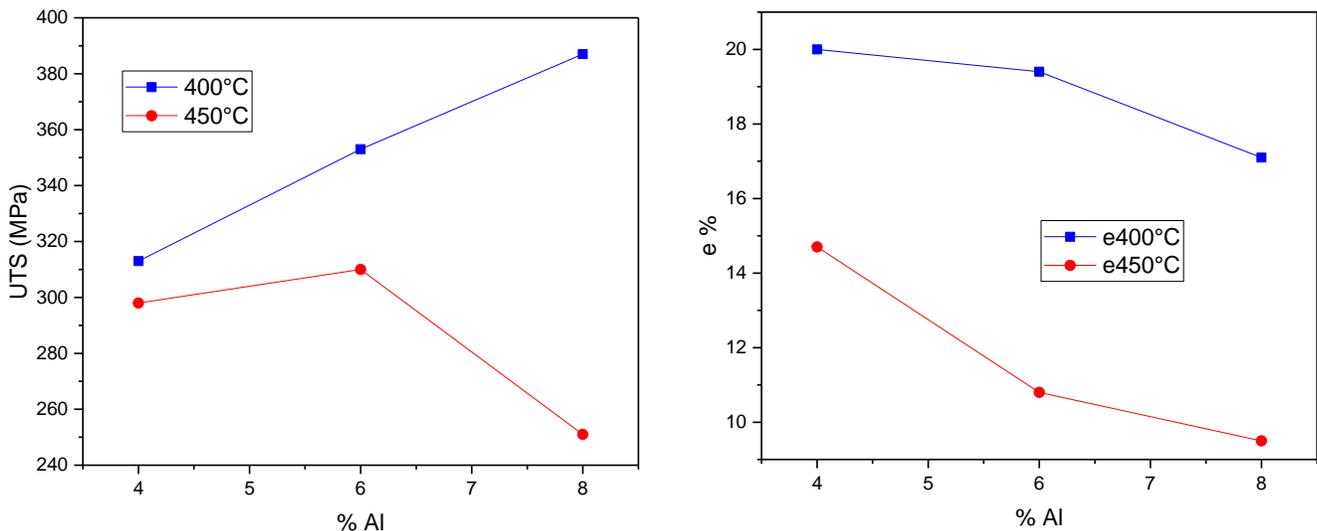


Figura 4.8 Valores promedio de UTS y e, prueba de tensión a temperatura ambiente.

-Ensayo de tensión a 150 °C

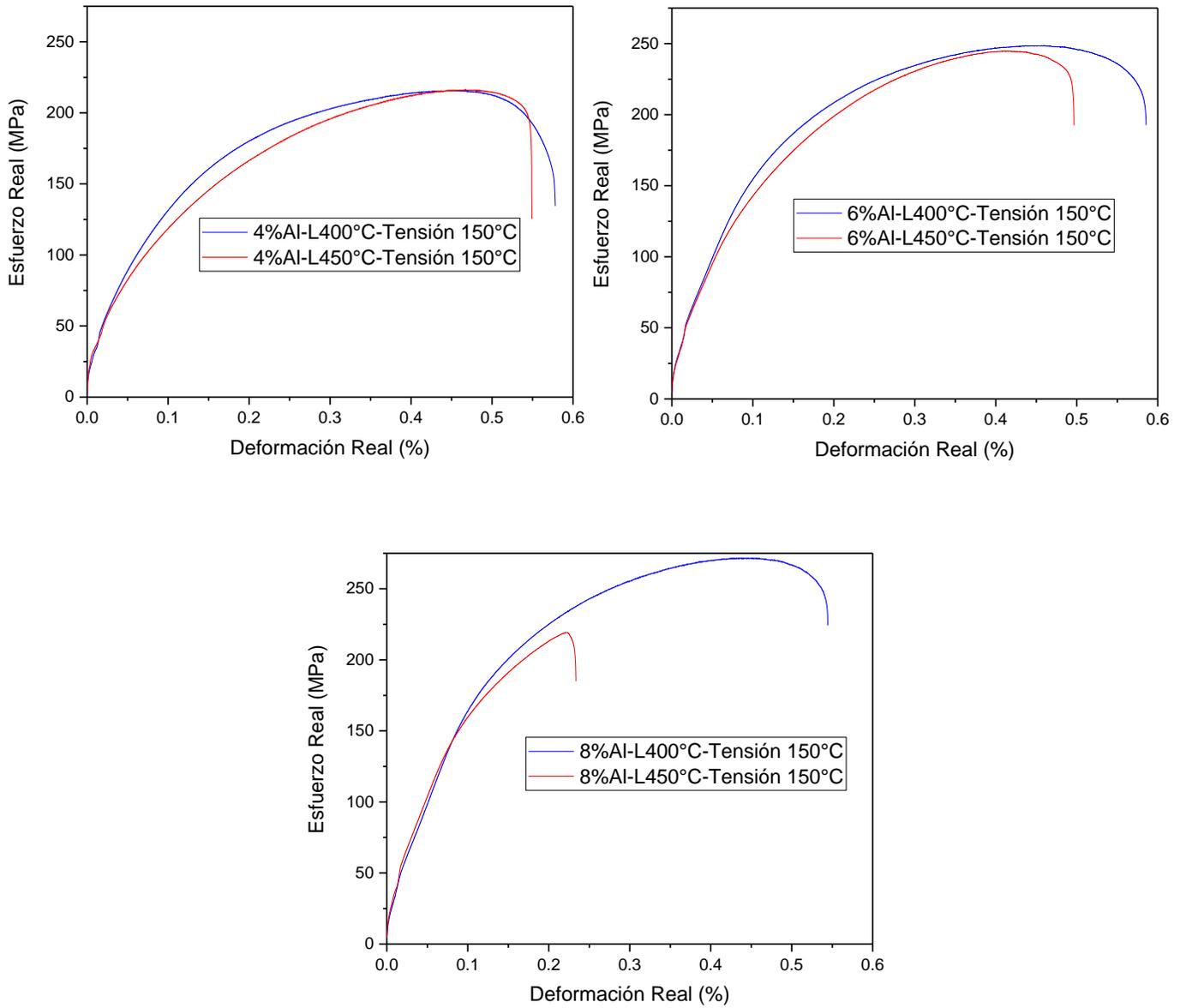


Figura 4.9 Curvas esfuerzo ingenieril vs deformación ingenieril, prueba de tensión a 150 °C.

En la figura 4.9 se muestran las gráficas esfuerzo - deformación ingenieril para la prueba de tensión a 150 °C dentro de las cuales destaca la muestra de 8 % Al laminada a 400°C, esta muestra cuenta con el valor más alto de UTS (Ver tabla 4.5).

Sample	UTS (MPa)	e (%)
4%Al-R400°C	215.72	59.8
4%Al-R450°C	216.18	46.66
6%Al-R400°C	248.63	43.33
6%Al-R450°C	244.85	35.6
8%Al-R400°C	271.64	41.33
8%Al-R450°C	219.21	14.33

Tabla 4.5 Valores del ensayo de tensión a 150 °C.

Las muestras laminadas a 400°C nuevamente son las que presentan mejor comportamiento mecánico. Las muestras laminadas a 450°C presentan la tendencia de presentar el mejor UTS en las muestras de 6% Al y decreciendo para la de 8%Al, con la diferencia que la brecha decrece en los valores de UTS de 4 y 6% Al ver figura 4.10, mientras que el mayor valor de elongación se presenta en la muestra con 4%Al y laminada a 400 °C, para la serie laminada a 450°C la brecha decrece en concreto en la aleación con 6%Al.

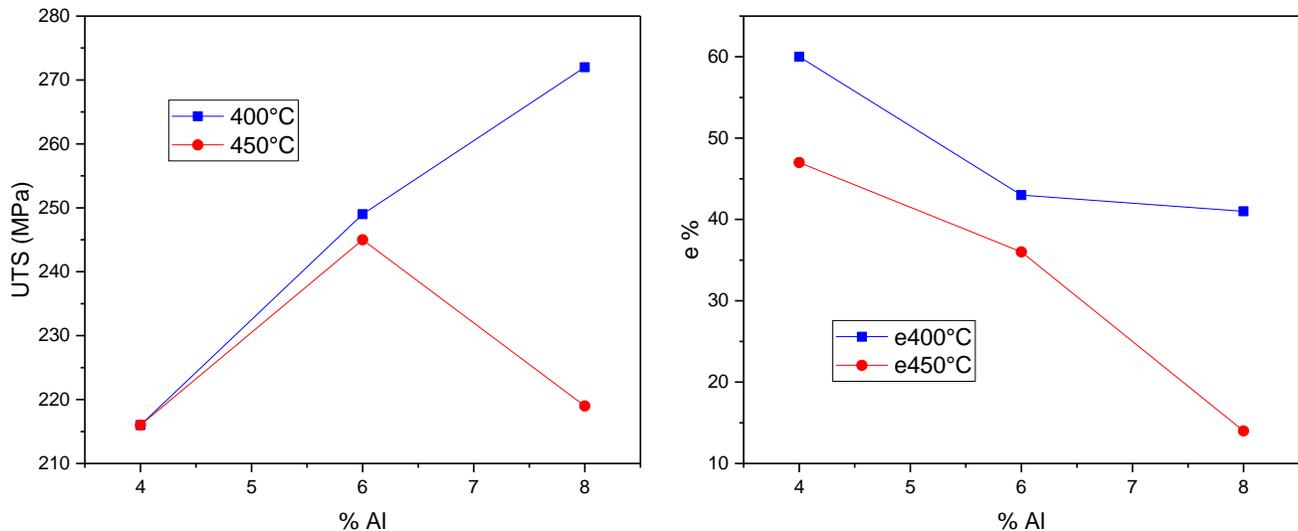


Figura 4.10 Valores promedio de UTS y e, prueba de tensión a 150°C

-Ensayo de tensión a 200 °C

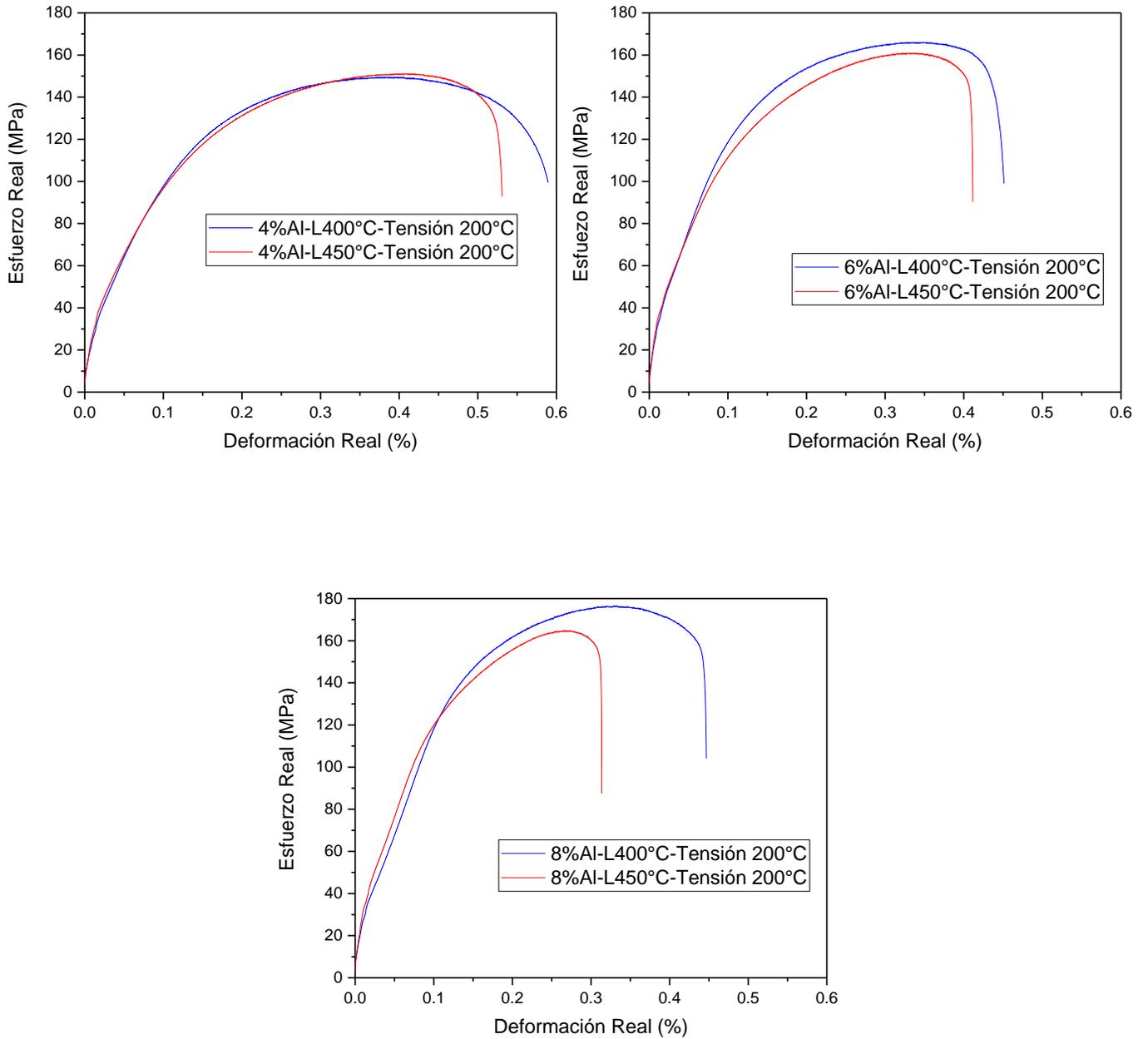


Figura 4.11 Curvas esfuerzo ingenieril vs deformación ingenieril, prueba de tensión a 200 °C.

En la figura 4.11 se muestran las gráficas esfuerzo - deformación ingenieril para la prueba de tensión a 200 °C dentro de las cuales destaca la muestra de 8 % Al laminada a 400°C, esta muestra cuenta con el valor más alto de UTS (Ver tabla 4.6).

Sample	UTS (MPa)	E (%)
4%Al-R400°C	149.469	63.53
4%Al-R450°C	151.0811	49.33
6%Al-R400°C	165.955	38.8
6%Al-R450°C	160.8396	33.33
8%Al-R400°C	176.3633	33.93
8%Al-R450°C	164.737	25.13

Tabla 4.6 Valores del ensayo de tensión a 200 °C.

Las muestras laminadas a 400°C nuevamente son las que presentan mejor comportamiento mecánico. Las muestras laminadas a 450°C presentan en este caso tendencia de igual manera que la serie 400°C, mientras que el mayor valor de elongación se presenta en la muestra con 4%Al y laminada a 400°C, con la diferencia que en este ensayo la tendencia en ambas series (400 y 450°C) fue similar ver figura 4.12.

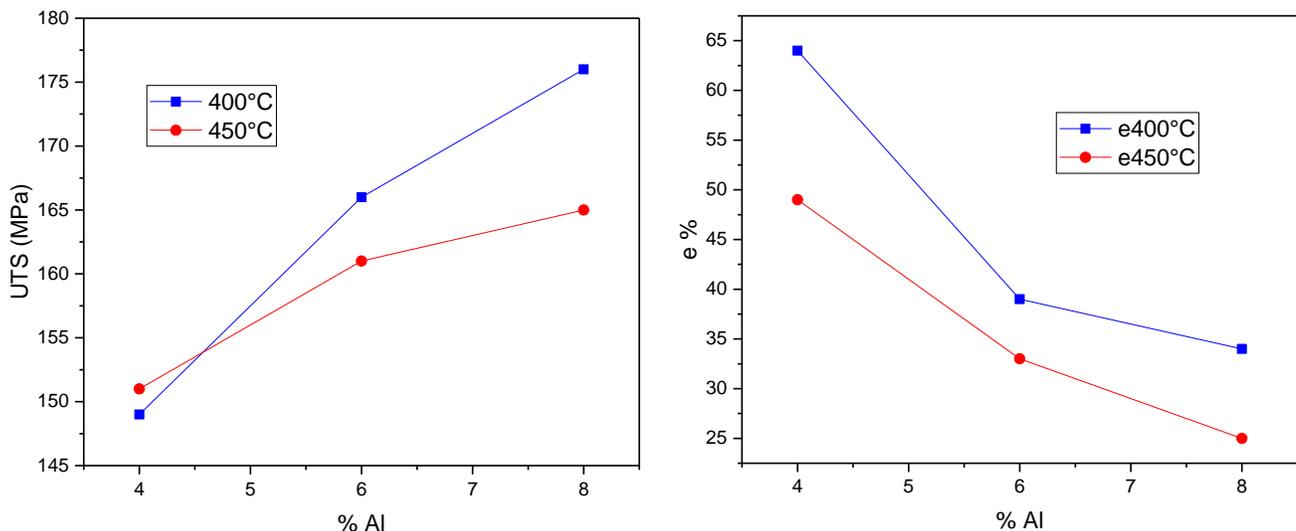


Figura 4.12 Valores promedio de UTS y e, prueba de tensión a 200°C.

-Serie laminada a 400°C

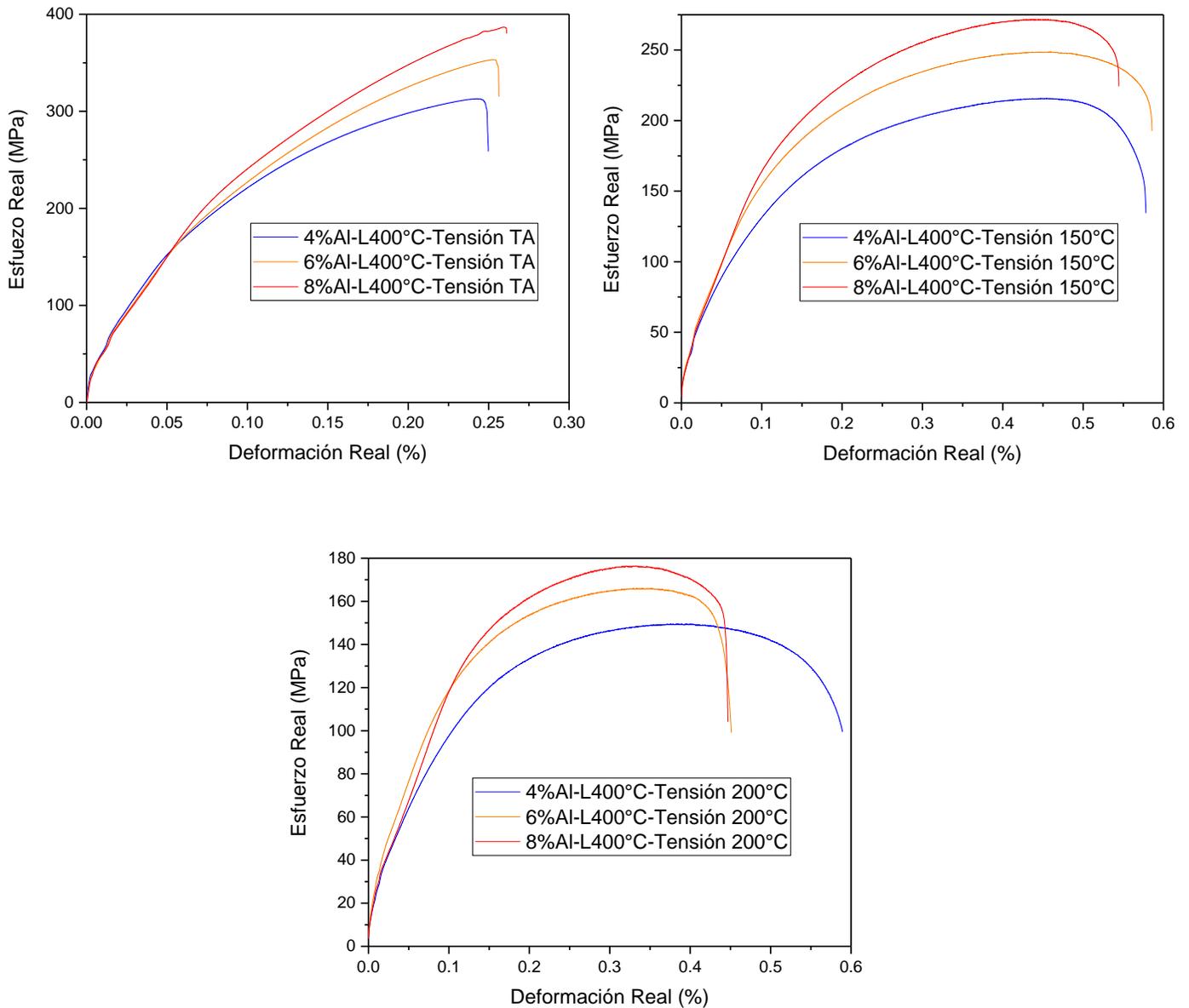


Figura 4.13 Valores promedio de UTS para la serie laminada a 400°C.

En todos los ensayos de tensión la serie laminada a 400°C fue la que mejor comportamiento mecánico presenta, marcando una tendencia de incremento de valores de UTS conforme se aumenta en contenido de aluminio. Mientras que para la elongación la tendencia es que con menores contenidos de aluminio se obtienen los mejores valores a excepción de la temperatura ambiente.

4.2 Análisis microestructural de la Caracterización Mecánica

1. Tension a temperatura ambiente

Laminadas a 400 °C

Laminadas a 450°C

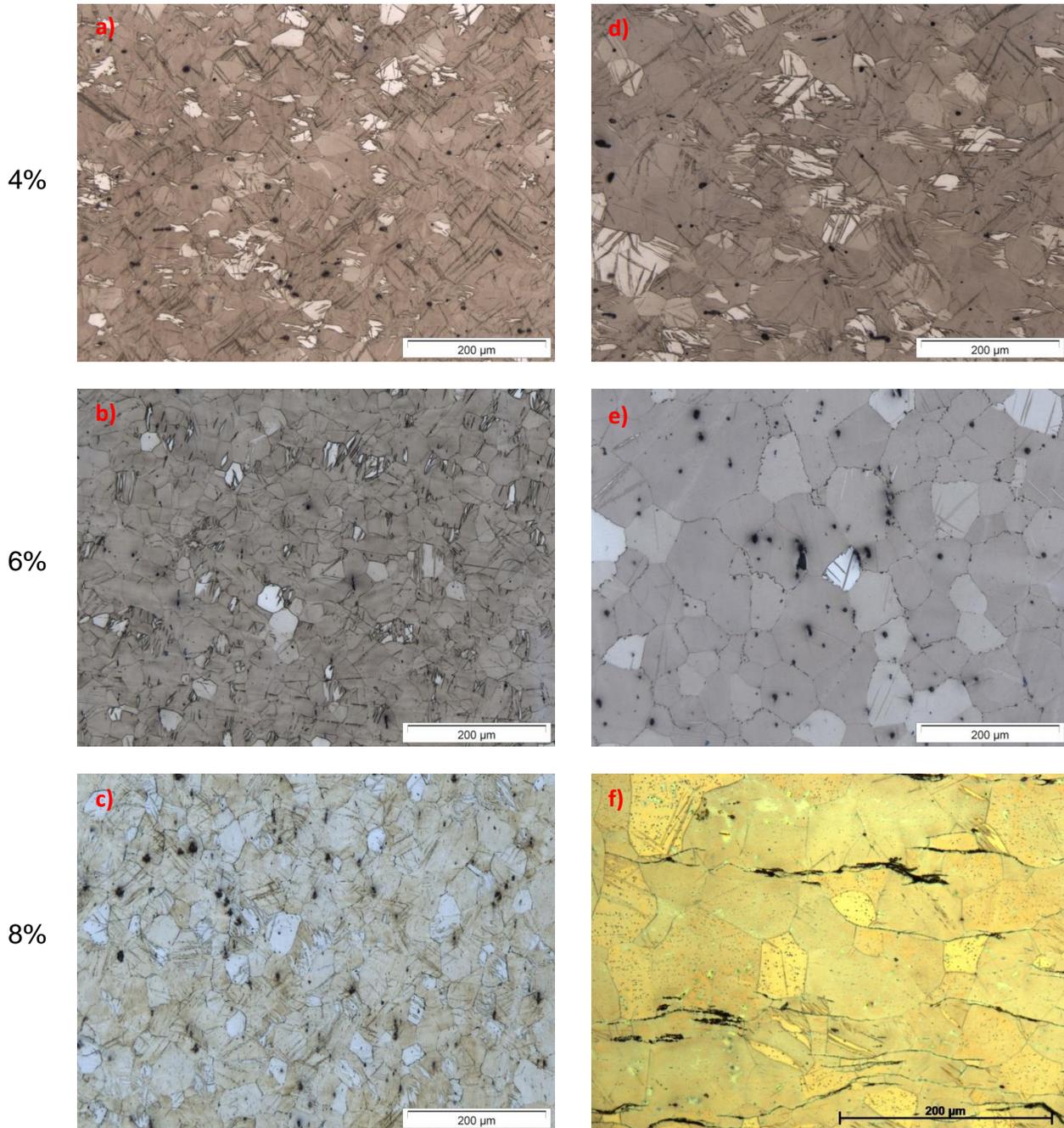


Figura 4.14 Metalografías después de tensión a temperatura ambiente:
Laminadas a 400 °C Mg – {a) 4%, b) 6% y c) 8%} Al y
Laminadas a 450 °C Mg – {d) 4%, e) 6% y f) 8%} Al.

En la figura 4.14 se muestran las metalografías de las probetas ensayadas en tensión a temperatura ambiente, en las cuales se puede apreciar las que las laminadas a 400 °C la muestra que presenta menos maclas es la de 6% Al, mientras que las concentraciones de 4 y 8 % Al presentan densidades de maclas muy similares.

En el caso de las muestras laminadas a 450 °C se observa que las concentraciones de 6 y 8 % Al muestran una baja densidad de maclas, en la muestra de 4 % Al se observa una densidad muy similar al caso anterior. Observando una tendencia que con el aumento en la temperatura de laminado y de contenido de aluminio se estarían activando con mayor facilidad otros sistemas de deslizamiento.

2. Tension a 150 °C

Laminadas a 400 °C

Laminadas a 450°C

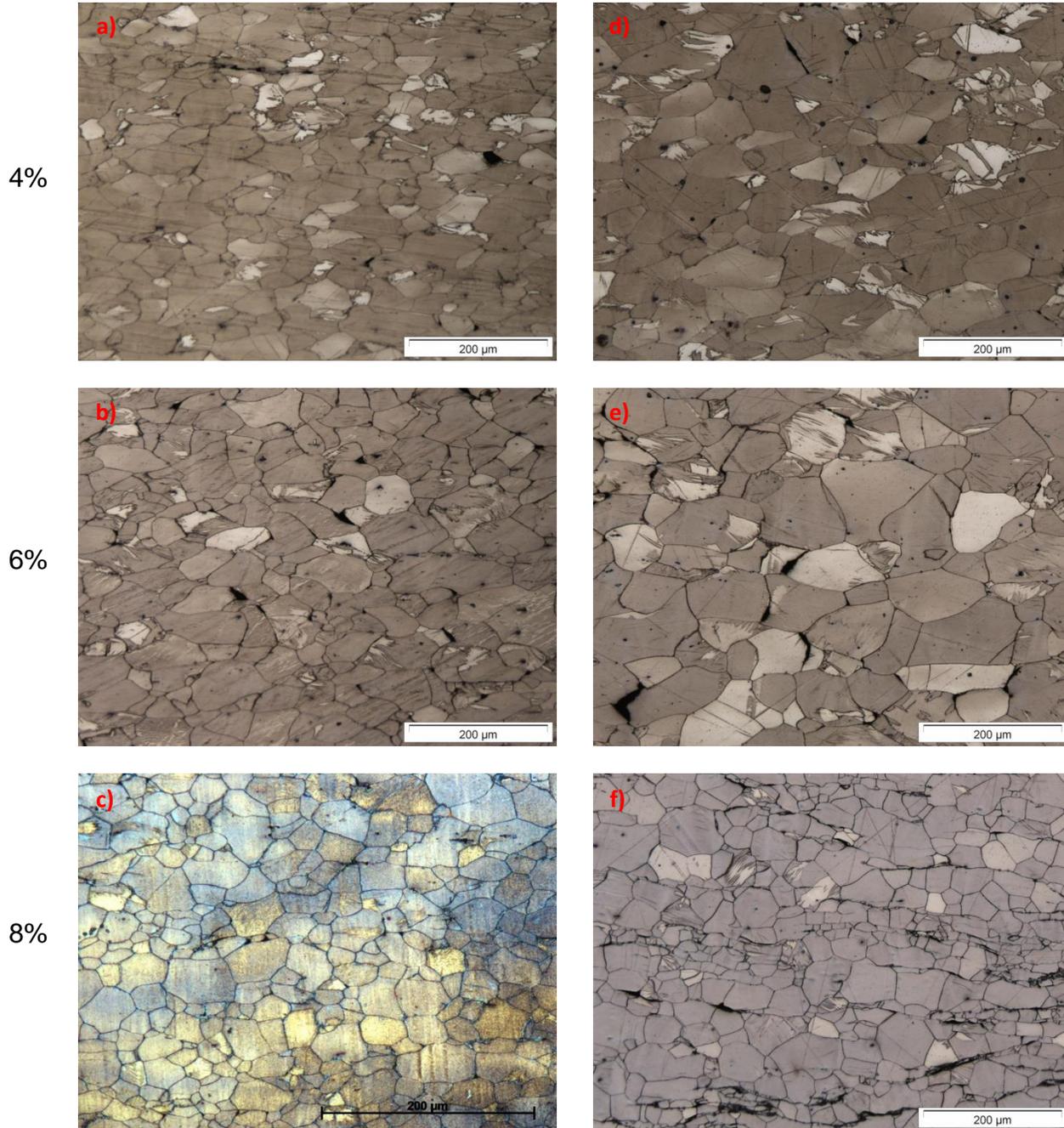


Figura 4.15 Metalografías después de tensión a 150 °C:
Laminadas a 400 °C Mg – {a) 4%, b) 6% y c) 8%} Al y
Laminadas a 450 °C Mg – {d) 4%, e) 6% y f) 8%} Al.

En la figura 4.15 se muestran las metalografías de las probetas ensayadas en tensión a 150 °C.

En las cuales se puede apreciar las que las laminadas a 400 °C las muestras ya no presentan alta densidad de maclas, mientras que el tamaño de grano comienza a crecer y se observa que los granos comienzan a perder homogeneidad, destacando en la muestra de 8% en contenido de aluminio comenzamos a observar aglomeraciones de granos pequeños dando evidencia de un bandeamiento.

En el caso de las muestras laminadas a 450 °C se observa que las concentraciones de 4 y 6 % Al muestran un aumento de tamaño de grano y se observa evidente la pérdida de homogeneidad, en la muestra de 8 % Al se observa un fenómeno similar al caso anterior, con la diferencia que ya se presentaron líneas de bandeamiento.

Observando una tendencia que con el aumento en la temperatura de tensión, temperatura de laminado y contenido de aluminio se estarían activando con mayor facilidad otros sistemas de deslizamiento.

3. Tension a 200 °C

Laminadas a 400 °C

Laminadas a 450°C

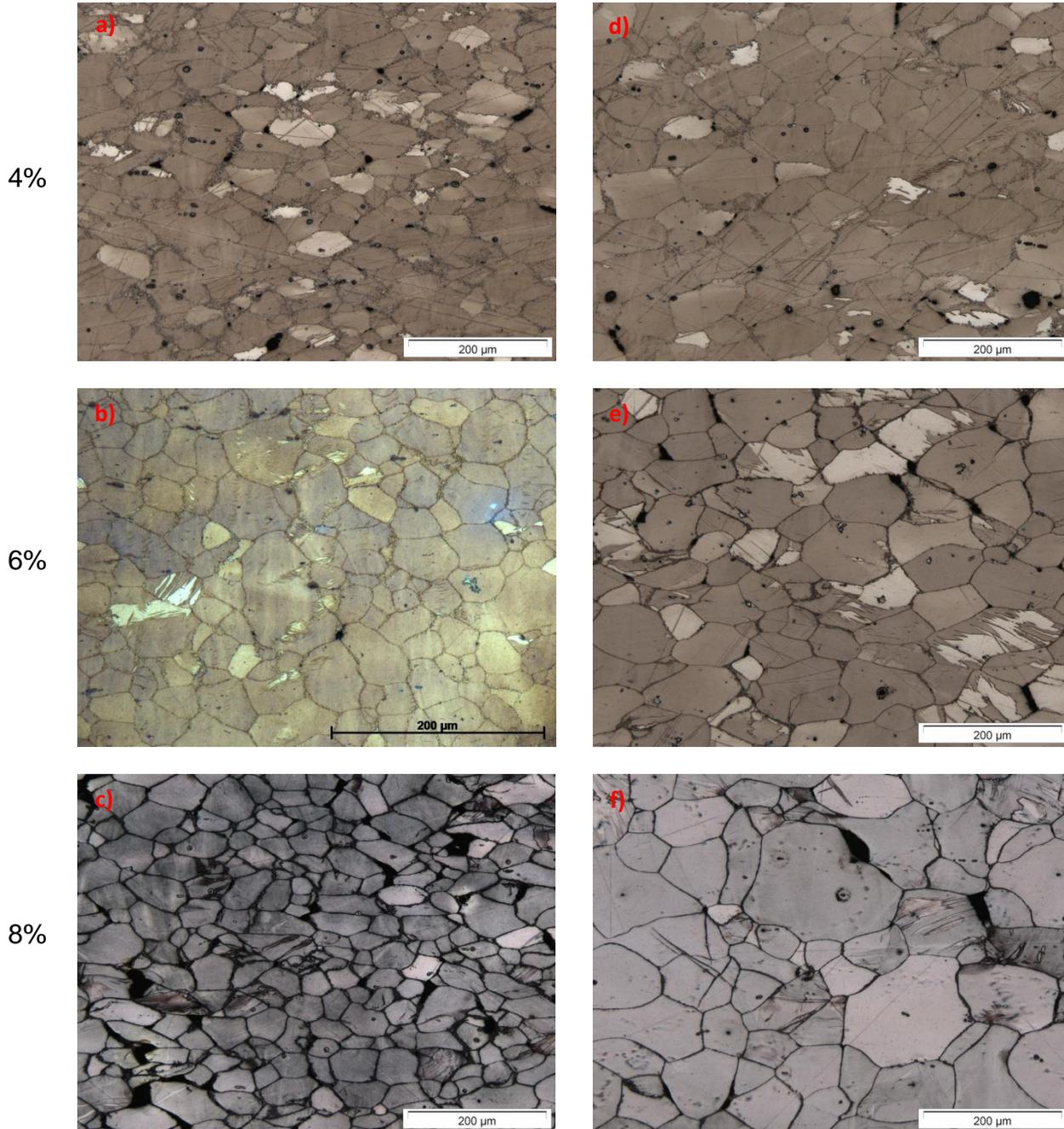


Figura 4.16 Metalografías después de tensión a 200 °C:
Laminadas a 400 °C Mg – {a) 4%, b) 6% y c) 8%} Al y
Laminadas a 450 °C Mg – {d) 4%, e) 6% y f) 8%} Al.

En la figura 4.16 se muestran las metalografías de las probetas ensayadas en tensión a 200 °C.

En las cuales se puede apreciar las que las muestras presentan una mínima densidad de maclas, mientras que los granos comienzan a presentar un alargamiento en el sentido de aplicación de carga y se observa que los granos comienzan a perder homogeneidad drásticamente, destacando en la muestra de 8% en contenido de aluminio y laminada a 400 °C se observa la mayor densidad de cavitación dando paso a la inminente fractura.

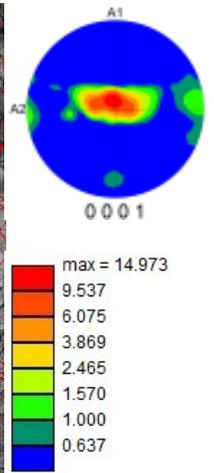
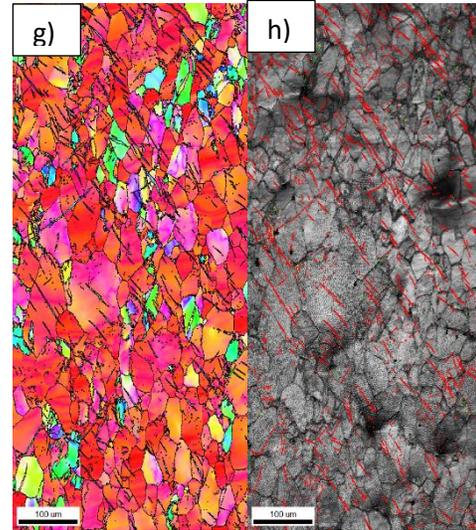
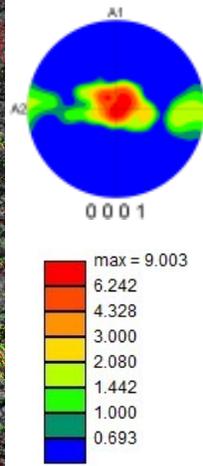
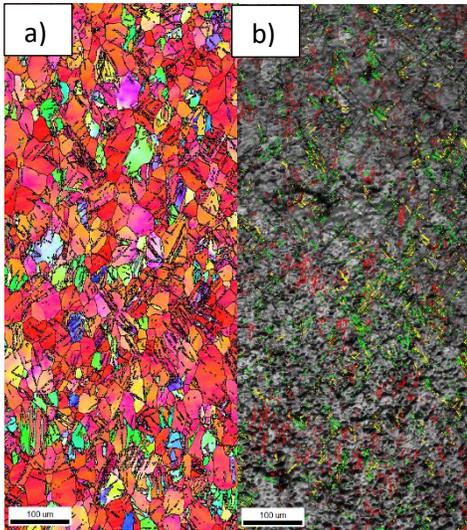
En el caso de las muestras laminadas a 450 °C se observa que las concentraciones de 4 y 6 % Al muestran un aumento de tamaño de grano y se observa evidente la pérdida de homogeneidad, en la muestra de 8 % Al se observa que el crecimiento de grano es superior de un 30 % aproximadamente.

Observando una tendencia que con el aumento en el contenido de aluminio se estarían presentando altas densidades de cavitación.

4.5 Textura local (EBSD)

4% Al - L400 °C Tensión a temperatura ambiente

4% Al - L400 °C Tensión a 150 °C



Maclas	Angulo	Fracción
Tensión	86°	6%
Compresión	56°	2.9%
Dobles	38°	4.7%

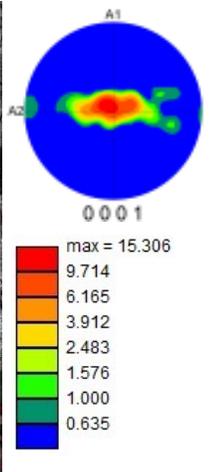
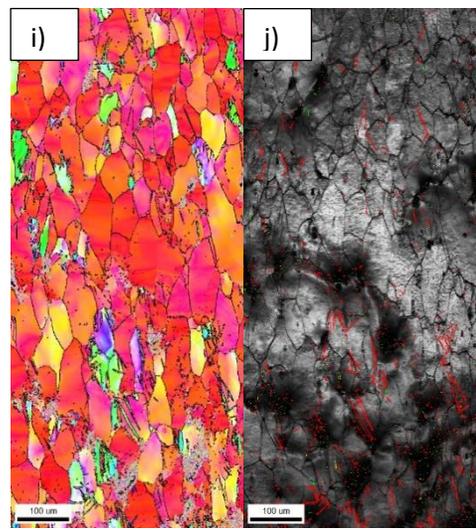
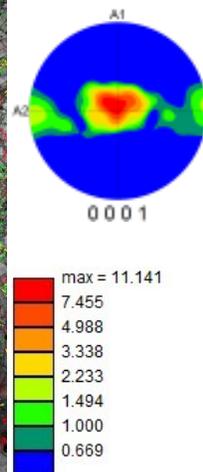
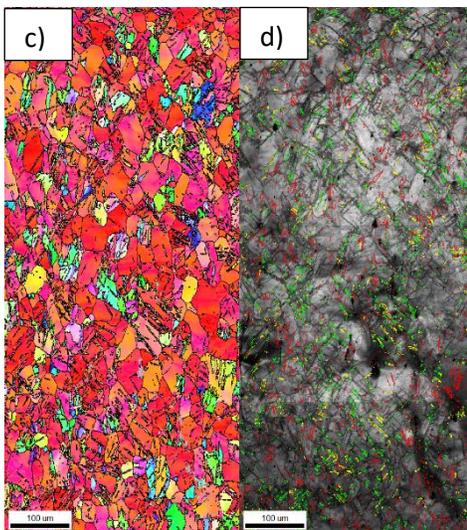
Maclas	Angulo	Fracción
Tensión	86°	11.3%
Compresión	56°	0.1%
Dobles	38°	0.1%



Dirección de tensión y laminado

6% Al - L400 °C Tensión a temperatura ambiente

6% Al - L400 °C Tensión a 150 °C



Maclas	Angulo	Fracción
Tensión	86°	5.8%
Compresión	56°	2.2%
Dobles	38°	4.7%

Maclas	Angulo	Fracción
Tensión	86°	5.6%
Compresión	56°	0.1%
Dobles	38°	0.2%



Dirección de tensión y laminado

8% Al - L400°C Tensión a temperatura ambiente

8% Al - L400 °C Tensión a 150 °C

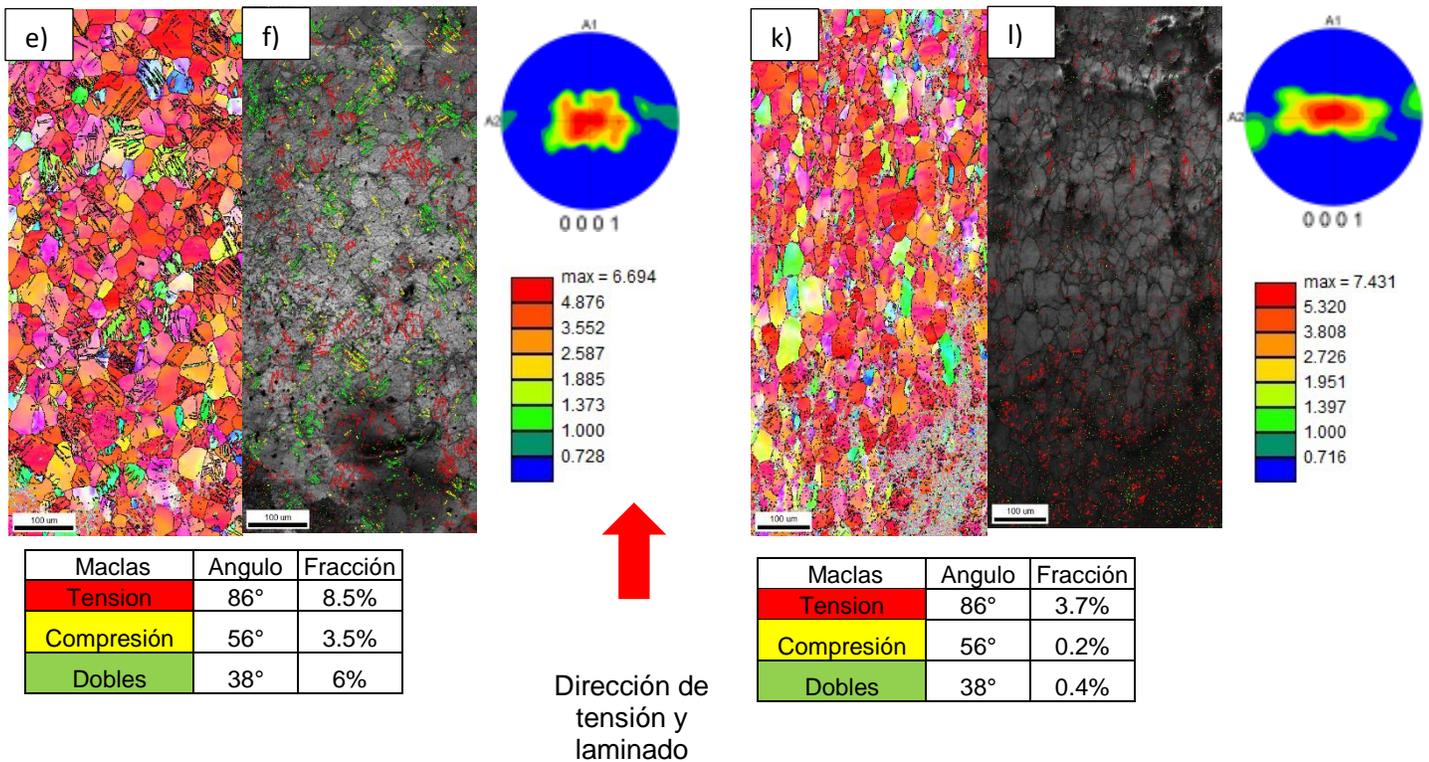


Figura 4.17 Texturas locales de las muestras laminadas a 400°C ensayadas en tensión a temperatura ambiente y 150°C.

En la Figura 4.17 podemos apreciar el efecto del contenido de aluminio en la intensidad de la textura local después de la fractura, obteniendo una intensidad máxima en la aleación Mg6Al y disminuyendo nuevamente en la de Mg8Al.

Esto muestra que en las condición de ensaye a temperatura ambiente conforme aumentamos el contenido de aluminio aumenta la densidad de maclas aunque por otro lado en el ensaye a 150°C conforme se aumenta el contenido de aluminio decrece la densidad de maclas coincidiendo en estas condiciones con lo reportado por Fei Guo et. al.[42]

En las 3 aleaciones tenemos un aumento en las intensidades de textura pero un decremento en la densidad de maclas, dando evidencia de la activación de otros mecanismos de deformación ya que el maclado puede activarse a bajos o equivalentes esfuerzos que aquellos que se requieren para el deslizamiento de dislocaciones [41].

Capítulo 5 Conclusiones

Capítulo 5 Conclusiones

Microestructura:

En las muestras se observó que conforme se aumenta el contenido de aluminio se refina el tamaño de grano, pero una vez sometidas a tratamiento termomecánico el contenido de aluminio favorece el crecimiento del mismo. Las muestras con más contenido de aluminio tienden a presentar con mayor facilidad precipitación de segunda fase (β -Mg₁₇Al₁₂) en concreto la muestra con 8% en contenido de Al, mediante el homogenizado es posible disolver el aluminio en la matriz del magnesio evitando la precipitación de segunda fase así como la homogenización del tamaño de grano.

Textura global:

Las muestras con contenido de 6% Al son las que muestran la mayor intensidad de textura, en todas las muestras se presenta la clásica orientación basal del Mg. Las figuras de polo no presentan inclinación hacia ningún eje, esto indica que la deformación por corte a lo largo de la lámina no fue tan intensa [40]. La textura restringe la activación del deslizamiento basal durante la deformación especialmente a temperatura ambiente y por lo tanto es desfavorable para la ductilidad.

Comportamiento mecánico:

La serie de muestras con mejor comportamiento mecánico fueron las laminadas a 400°C, y la de mayor UTS es la de 8% Al. Siendo las muestras con contenido de 6% Al las que mejor combinación de propiedades mecánicas posee (TYS, UTS y e). la muestra con mayor elongación fue la 4% Al Laminada a 400 °C probada en tensión a 200°C con un valor de 63.53 %. Mientras que el UTS mayor es 8%Al-Lamianda a 400°C probada en tensión a temperatura ambiente con un valor de 386.79 MPa. Y la mejor en TYS fue 4% Al Laminada a 400°C con un valor de 83.637 MPa.

Textura local:

El efecto del contenido de aluminio en la intensidad de la textura local obtenida, fue de una intensidad máxima de 15.3 en la muestra con 6% Al Laminada a 400°C probada en tensión a 150°C y una intensidad máxima menor de 6.69 en la muestra 8% Al Laminada a 400°C probada en tensión a temperatura ambiente.

Mostrando unas densidades de maclas para las muestras laminadas a 400°C siendo la de 8% Al la que mayor densidad mostraba con 2.7 puntos porcentuales por encima. Mientras que las muestras laminadas a 400°C y probadas en tensión a 150°C la muestra con 4% Al es la que muestra mayor densidad de maclas con un 11.3% siendo 5.7 puntos porcentuales mayor que las otras 2 concentraciones.

Se activaron los sistemas de deslizamiento prismático y piramidal ya que la densidad de maclas bajo, puesto que las maclas pueden activarse a bajos o equivalentes esfuerzos que aquellos que se requieren para el deslizamiento de dislocaciones.

Capítulo 6 Anexos

Capítulo 6 Anexos

- Ecuación de Hall-Petch.

El esfuerzo a la cedencia es incrementado con la disminución del tamaño de grano. La dependencia del tamaño de grano con el esfuerzo a la cedencia y resistencia a la tracción es comúnmente expresada a través de la ecuación de Hall-Petch:

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

Donde σ_0 es una constante del material, K_y es el factor de intensidad de esfuerzo para deformación plástica, dependiente de la temperatura, textura, composición y preparación, y d es el diámetro de grano promedio.

-Poligonización.

El proceso de poligonización se refiere al proceso en el cual un monocristal (grano) es doblado de tal forma que internamente el material poseerá un exceso de dislocaciones de borde las cuales, al someterse a un tratamiento térmico, se alinearán generando límites de grano de ángulo reducido que harán que el grano original se fragmente en pequeño bloques monocristalinos [20].

-Laminación.

Número de paso	% de deformación	Reducción teórica (mm)	Dimensión después de paso
1	10	1.5	13.5
2	10	1.35	12.15
3	10	1.21	10.93
4	10	1.09	9.84
5	10	0.98	8.85
6	10	0.88	7.97
7	10	0.79	7.17
8	10	0.71	6.45
9	10	0.64	5.81
10	10	0.58	5.23
11	10	0.52	4.70

Tabla 6.1: Protocolo de laminación a una velocidad de 20m/min con un espesor inicial de 15 mm.

Capítulo 7 Referencias

Capítulo 7 Referencias

- ¹ Talal al- Samman, Magnesium the role of the crystallographic texture, deformation condition and alloying element on formability. Cuvillier Verlag, (2008), 1-84,111-128, 227-2245 (2008).
- ² H.E. Friedrich, B.L. Mordike (Edit.), Magnesium Techonology –Metallurgy, Design Data, Applications, Springer, Springer Science & Business, New York, 2006.
- ³ A. Sanschagrín, R. Tremblay, R. Angers, D. Dubé. Materials Science and Engineering A220 (1996) 77.
- ⁴ A.A. Nayeb-Hashemi, A.D. Pelton, y J.B. Clark, ASM Metals Handbook Vol. 3, ASM International, United States of America, 1992, pp. 1082.
- ⁵ Horng-yu Wu, Jia-yu Lin, Zhen-wei Gao, Hung-wei Chen. Material Science and Engineering, A 523 (2009) 7.
- ⁶ 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.
- ⁷ Kainer, Magnesium- Alloys and technologies, 2003.
- ⁸ M.M. Avedesian, H. Baker, Magnesium and Magnesium Alloys, ASM Specialty Handbook, Materials Park, Ohio (EE. UU.), (1999) 12-25.
- ⁹ J.M. Tartaglia, J.C. Grebetz, Observations of Intermetallic Particle and Inclusion Distributions in Magnesium Alloys, The Minerals Metals & Materials Society, (2000).
- ¹⁰ B.L. Mordike, T. Ebert, Journal of Materials Processing Technology, 117 (2001) 37–45.
- ¹¹ D.E. Askeland, Ciencia e Ingeniería de los Materiales, Tercera Edición, México, (1998).
- ¹² B. Byron, Global Overview of Automotive Magnesium Requirements and Supply & Demand, Automotive Seminar der International Magnesium Association (IMA), Aalen, (1997).
- ¹³ Norsk Hydro Datenbank, NHMg.db (ext.), Norsk Hydro Research Centre Porsgrunn, (1996).
- ¹⁴ W. Hume-Rothery, G.E. Raynor, Structure of Metals and Alloys. Institute of Metals, London (Inglaterra), (1956).
- ¹⁵ G.W. Raynor, *Physical Metallurgy of Magnesium and its Alloys*, New York (1959) 103.
- ¹⁶ C.S. Roberts, Magnesium and its Alloys, New York (1969) 17.
- ¹⁷ Kleiner, M., Geiger, M., Klaus, A. CIRP Annals - Manufacturing Technology, 52(2), 521-542 (2003).
- ¹⁸ Mordike, B.L., Ebert, T. Materials Science and Engineering: A, 302(1), 37-45 (2001).
- ¹⁹ F. Habashi, „Magnesium, in Alloys: Preparation, Properties, Applications“, *Wiley-VCH Verlag GmbH*, p. 151-164, 1998.
- ²⁰ Red-Hill R.E., Physical Metallurgy Principles, D. Van Nostrand Company, London, 1973.
- ²¹ Smallman R.E, Ngan A.H.W., Physical Metallurgy and Advanced Materials, seventh edition, Elsevier, Oxford, 2007.
- ²² R. Roumina and C. W. Sinclair, Metall. Mater. Trans., 2008
- ²³ Ulacia I, Dudamell NV, Galvez F, Yi S, Perez-Prado MT, Hurtado I, Acta Mater 2010; 58:2988.
- ²⁴ Barnett MR, Metall Mater Trans A 2003; 34:1799.
- ²⁵ Chapuis A, Driver JH, Acta Mater 2011; 59:1986.
- ²⁶ C. Palacios Trujillo, D. Hernández Silva, J. Victoria Hernández, Mayo 2017, "COMPORTAMIENTO MECÁNICO A TEMPERATURAS INTERMEDIAS DE

ALEACIONES DE MAGNESIO AZ80 Y ZK60 MODIFICADAS CON CERIO E ITRIO”
Tesis de Maestría en Ciencias en Ingeniería Metalúrgica. ESIQIE, IPN, México D. F.

²⁷ O. Herrera Soria, “Influencia de la textura cristalográfica global en la susceptibilidad al agrietamiento inducido por hidrógeno en aceros grado tubería”, Tesis para obtener el grado de maestro en ciencias, IPN-ESIQIE, México D.F. 2009.

²⁸ Pen Cao, Scripta materialia 54 (2006) 1853-1858.

²⁹ V. Randle, The measurement of grain boundary geometry. IOP publishing Ltd. London (1993), 1834.

³⁰ Stanford, The effect of calcium on the texture, microstructure and mechanical properties of extruded Mg-Mn-Ca alloys, Materials Science and engineering A258 (2010) 314-322

³¹ Bunge, Textures and microstructures, 5, 1982.

³² Bunge and R.A. Schwarzer, Adv. Eng. Mat. 3, 25, 1991.

³³ Hernán M. D. (2010), Principles and applications of the Electron Back-Scattering Diffraction Technical (EBSD), Vereda La Julita, acta 53, 2008.

³⁴ Hernán M. D. (2010), Principles and applications of the Electron Back-Scattering Diffraction Technical (EBSD), Vereda La Julita, Universidad Tecnológica de Pereira-Colombia

³⁵ Schwartz, Electron Backscatter Diffraction in Materials Science, Library of congress cataloging, 2000, Pág. 24

³⁶ William D. Callister, Materials Science and Engineering, (2007).

³⁷ G. Kurz, J. Bohlen, D. Letzig, K. U. Kainer, “Influence of Process Parameters on Twin Roll Cast strip of the alloy AZ31”. (2013).

³⁸ Haidong Fan and Jaafar A. El-Awady, Journal of Applied Mechanics, October 2015, Vol. 82 / 101006-11

³⁹ J. Enss, T. Evertz, T. Reier, P. Juchmann, Properties and Perspectives of Magnesium Rolled Products, in: see [4] pp 590–595

⁴⁰ Xincheng Huang,* Kazutaka Suzuki and Naobumi Saito Scripta Materialia 60 (2009) 651–654

⁴¹ N.V. Dudamell, I. Ulacia, F. Gálvez, S. Yi, J. Bohlen, D. Letzig, I. Hurtado, M.T. Perez-Prado, Twinning and grain subdivision during dynamic deformation of Mg AZ31 sheet alloy at room temperature, Acta Mater. 59 (2011) 6949-6962

⁴² Fei Guo, Dingfei Zhang, Huayi Wu, Journal of Alloys and Compounds 695 (2017) 396-403