



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN
NICOLÁS DE HIDALGO

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES
METALÚRGICAS

“FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE ALEACIONES
Mg-Al-Li PARA APLICACIONES AUTOMOTRICES”

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

MAESTRO EN METALURGIA Y CIENCIAS
DE LOS MATERIALES

PRESENTA:

ING. MIGUEL GONZÁLEZ FUENTES

ASESOR:

DR. ARNOLDO BEDOLLA JACUINDE

MORELIA, MICH.

AGOSTO 2008



ÍNDICE

<i>ABSTRACT.</i>	1
<i>RESUMEN.</i>	2
<i>OBJETIVOS.</i>	3
<i>JUSTIFICACIÓN.</i>	3
<i>HIPÓTESIS.</i>	4
<i>INTRODUCCIÓN.</i>	5
<i>CAPÍTULO I.- REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.</i>	7
<i>1.1.- Aleaciones de Magnesio.</i>	7
<i>1.2.- Propiedades Mecánicas en las Aleaciones de Magnesio.</i>	9
<i>1.3.- Fabricación de Aleaciones de Magnesio.</i>	12
<i>1.3.1.- Aleaciones Coladas.</i>	13
<i>1.3.2.- Aleaciones Conformadas.</i>	14
<i>1.4.- Clasificación de las Aleaciones de Magnesio.</i>	15
<i>1.4.1.- Condición de las Aleaciones de Magnesio.</i>	16
<i>1.5.- Tratamientos Térmicos Aplicables a las Aleaciones de Magnesio.</i>	17
<i>1.5.1.- Tratamiento Térmico de Solución.</i>	17
<i>1.5.2.- Tratamiento Térmico de Precipitación o Envejecido.</i>	18
<i>1.5.3.- Recocido.</i>	19
<i>1.6.- Creep en las Aleaciones de Magnesio.</i>	19
<i>1.7.- Aleaciones Magnesio-Aluminio (Mg-Al).</i>	23
<i>1.8.- Desarrollo Reciente de Aleaciones de Magnesio Resistentes a Temperaturas Elevadas.</i>	25

<i>1.8.1.- Aleaciones Mg-Al-Zn.</i>	26
<i>1.8.2.- Aleaciones Mg-Al-Si.</i>	28
<i>1.8.3.- Aleaciones Mg-Al-Re.</i>	32
<i>1.8.4.- Aleaciones Mg-Al-Sr.</i>	36
<i>CAPÍTULO II.- DESARROLLO EXPERIMENTAL.</i>	40
<i>2.1.- Fabricación de las Aleaciones.</i>	41
<i>2.1.1.- Materiales y Métodos.</i>	41
<i>2.1.2.- Preparación de los Elementos para la Fusión.</i>	42
<i>2.1.3.- Balance de Carga.</i>	43
<i>2.1.4.- Fusión de los Elementos de Aleación.</i>	45
<i>2.2.- Preparación Metalográfica.</i>	46
<i>2.2.1.- Desbaste, Pulido y Ataque.</i>	46
<i>2.3.- Caracterización de las Aleaciones.</i>	48
<i>2.3.1.- Microscopia Óptica.</i>	48
<i>2.3.2.- Difracción de Rayos X.</i>	48
<i>2.3.3.- Microscopía de Barrido</i>	49
<i>2.3.4.- Microscopía Electrónica de Transmisión.</i>	49
<i>2.4.- Tratamiento Térmico.</i>	50
<i>2.4.1.- Tratamiento Térmico de Solución.</i>	50
<i>2.4.2.- Tratamiento de Precipitación.</i>	51
<i>2.5.- Ensayo de Dureza.</i>	52
<i>2.6.- Ensayo de Creep.</i>	53
<i>2.6.1.- Fabricación de las Probetas.</i>	53

<i>2.6.2.- Mecanismo para el Ensayo de Creep.</i>	<i>54</i>
<i>2.6.3.- Cálculo de la Carga y Esfuerzo que Actúa Sobre la Probeta.</i>	<i>56</i>
<i>CAPÍTULO III.- ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.</i>	<i>57</i>
<i>3.1.- Caracterización Microestructural.</i>	<i>57</i>
<i>3.1.1.- Aleación Mg96Al4.</i>	<i>57</i>
<i>3.1.2.- Aleación Mg95.5-Al3.5-Li1.</i>	<i>61</i>
<i>3.1.3.- Aleación Mg95.5-Al3.5-Li1 Tratada Térmicamente en Solución.</i>	<i>68</i>
<i>3.1.4.- Aleación Mg95.5-Al3.5-Li1 Tratada Térmicamente en Precipitación.</i>	<i>74</i>
<i>3.2.- Ensayo de Microdureza Vickers.</i>	<i>80</i>
<i>3.3.- Ensayo de Creep.</i>	<i>82</i>
<i>CAPÍTULO IV.- CONCLUSIONES.</i>	<i>87</i>
<i>REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.</i>	<i>89</i>

ABSTRACT.

The present research work deals with the fabrication and characterization of two types of magnesium alloys based on the Mg-Al system, lithium was added to one of the alloys as strengthening element. The composition of the fabricated alloys is 96%Mg-4%Al and 95.5%Mg-3.5%Al-1%Li. A solution heat treatment was applied to the alloy with lithium addition at 350 °C for 3 hours, then a precipitation heat treatment was performed by holding samples at 180 °C for different times in order to find the peak properties as a function of the microstructure. Vickers testing was performed to follow the microstructural evolution of the aged samples and the creep behavior of the binary and ternary alloys was evaluated.

The Mg-Al system has been the base of the broadly used magnesium alloys in the automotive industry, however, these alloys present poor creep resistance at temperatures above 125 °C, which has made them inadequate for applications at higher temperatures. The responsible mechanisms of the poor creep resistance in magnesium alloys are the grain boundary sliding and the dislocation climb. Addition of lithium to the Mg-Al system was carried out with the purpose to form intergranular phases, particularly the cubic phase LiMgAl_2 , since this phase precipitates preferentially at grain boundaries, it can be useful to pin the grain boundary sliding phenomenon, or as an obstacle for the dislocation movement when is dispersed within the grains as a result of the heat treatment. The characterization of the 96%Mg-4%Al alloy revealed that its microstructure is composed by coarse grains of the primary α phase. Towards the grain boundaries there is a higher concentration of aluminum forming a α phase rich in aluminum, besides small fractions of the Mg_2Si phase were found due to the fabrication method employed. The microstructure of the 95.5%Mg-3.5%Al-1%Li alloy is characterized by the presence of the primary α phase with high fractions of the $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ phase towards the grain boundaries. By using the transmission electron microscope, small particles of the LiMgAl_2 phase were detected. The maximum hardness value achieved in the precipitation treated alloy was of 116 HV for an aged time of 24 hours. The results of the creep test in the alloys 96%Mg-4%Al and 95.5%Mg-3.5%Al-1%Li solution treated are comparable with those obtained in the case of the alloys with strontium addition AJ51X and AJ52X, showing a slight improvement the alloy with addition of lithium.

RESUMEN.

El presente trabajo de investigación trata acerca de la fabricación y caracterización de dos tipos de aleaciones de magnesio basadas en el sistema Mg-Al, a una de las aleaciones se le añadió litio como elemento de refuerzo. La composición de las aleaciones fabricadas es 96%Mg-4%Al y 95.5%Mg-3.5%Al-1%Li. A la aleación con adición de litio se le aplicó un tratamiento térmico de solución a 350 °C por 3 horas seguido de un tratamiento térmico de precipitación manteniendo las muestras a 180 °C a diferentes tiempos para encontrar las mejores propiedades en función de la microestructura. Fue realizado un ensayo de microdureza Vickers para seguir la evolución microestructural de las muestras envejecidas y fue evaluado el comportamiento en fluencia de las aleaciones binarias y terciarias.

El sistema Mg-Al ha sido la base de las aleaciones de magnesio más ampliamente utilizadas en la industria automotriz, sin embargo, estas aleaciones tienen una pobre resistencia a la fluencia a temperaturas mayores de 125 °C, lo cual las ha hecho inadecuadas en aplicaciones a temperaturas elevadas. Los mecanismos responsables de la baja resistencia en fluencia de las aleaciones de magnesio son el deslizamiento de los límites de grano y el trepado de las dislocaciones. La adición del elemento litio al sistema de aleación Mg-Al se realizó con el propósito de formar fases intergranulares, particularmente la fase cúbica LiMgAl_2 , ya que esta fase se precipita preferencialmente en los límites de grano, puede ser muy útil para fijar el fenómeno de deslizamiento de los límites de grano, o como un obstáculo para el movimiento de las dislocaciones cuando se dispersen en los granos mediante el tratamiento térmico. La caracterización de la aleación 96%Mg-4%Al reveló que su microestructura está compuesta por granos gruesos de la fase α primaria. Hacia los límites de grano existe una concentración de aluminio mayor formando una fase α rica en aluminio, además se encontraron pequeñas fracciones de la fase Mg_2Si debido al método de fabricación empleado. La microestructura de la aleación 95.5%Mg-3.5%Al-1%Li se caracteriza por la presencia de la fase α primaria con grandes fracciones de la fase $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ hacia los límites de grano. Utilizando el microscopio electrónico de transmisión fueron detectadas pequeñas partículas de la fase LiMgAl_2 . La máxima dureza alcanzada en la aleación tratada térmicamente en precipitación fue de 116 HV para un tiempo de envejecido de 24 horas.

Los resultados del ensayo de fluencia en las aleaciones 96%Mg-4%Al y 95.5%Mg-3.5%Al-1%Li tratadas en solución son comparables con los obtenidos en el caso de las aleaciones con adición de estroncio AJ51X y AJ52X, mostrando una ligera mejoría la aleación con adición de litio.

OBJETIVOS.

Fabricar dos tipos de aleaciones basadas en el sistema Mg-Al y adicionarle a una de ellas una pequeña cantidad de litio como elemento de refuerzo con el propósito de mejorar la resistencia al creep (fluencia) de la aleación binaria.

Aplicar a la aleación con adición de litio un tratamiento térmico solución seguido de un tratamiento térmico de precipitación variando los tiempos de envejecido, para encontrar las propiedades mecánicas pico al optimizar su microestructura.

Realizar una caracterización completa de estas aleaciones, mediante las técnicas de microscopía óptica, difracción de rayos-X, microscopía electrónica de barrido y microscopía electrónica de transmisión para identificar las fases presentes y determinar cualitativamente los contenidos en la microestructura.

Finalmente comprobar que tan benéfico es el efecto del elemento de refuerzo en el sistema de aleación Mg-Al, al evaluar la resistencia al creep de estas aleaciones.

JUSTIFICACIÓN.

Debido a que las aleaciones comerciales de magnesio para aplicaciones en la industria automotriz, sufren de una baja resistencia al creep a elevadas temperaturas, su uso está limitado únicamente a componentes sujetos a bajas temperaturas, por lo tanto deben desarrollarse nuevos sistemas de aleación que sean capaces de superar este problema.

Se eligió al litio como elemento de refuerzo debido a que en aleaciones que contienen más de 2 % magnesio que son envejecidas a temperaturas relativamente altas, se forma una fase cúbica no coherente LiMgAl_2 , ya que esta fase precipita preferencialmente en los límites de grano nos puede ser muy útil para mejorar la resistencia al creep de la aleación. El litio presenta también una alta solubilidad en aluminio con un máximo de 4 wt % a 610 °C, esto es importante debido a la baja densidad de este elemento (0.54 gr cm^{-3}), lo cual significa que por cada 1 wt % de adición, la densidad de una aleación de aluminio se reduce en un 3 %. El litio es también único entre los elementos más solubles ya que provoca un marcado incremento en el módulo de Young del aluminio (6 % por cada 1 % adherido). Más aun, aleaciones binarias y más complejas que contienen litio responden al endurecimiento por precipitación. Debido a todas estas características el contenido de litio en las aleaciones esta siendo desarrollado como una nueva generación de materiales de baja densidad y alta rigidez para el uso en estructuras aeroespaciales [2].

HIPÓTESIS.

La adición de una pequeña cantidad del elemento litio al sistema de aleación Mg-Al, se espera que forme fases intergranulares, particularmente la fase cúbica LiMgAl_2 . Debido a que esta fase precipita preferencialmente en los límites de grano puede ser muy útil para fijar el fenómeno de deslizamiento de los límites de grano, o como un obstáculo para el movimiento de las dislocaciones cuando se disperse en los granos mediante el tratamiento térmico de precipitación, ya que estos mecanismos han sido identificados como los responsables de la baja resistencia al creep en las aleaciones de magnesio, se espera que la presencia de esta fase ayude a mejorar la resistencia al creep en nuestra aleación.

INTRODUCCIÓN.

El magnesio es un metal blanco brillante relativamente blando. Es uno de los elementos más abundantes (23000 ppm en la corteza terrestre). Como polvo, es extremadamente reactivo pero como sólido se oxida lentamente al aire y reacciona lentamente en el agua. No se encuentra naturalmente sino combinado con minerales como la magnesita ($MgCO_3$) y la dolomita ($MgCO_3 \cdot CaCO_3$, carbonato doble de magnesio y calcio). Como otros elementos de las series 1 y 2 de la tabla periódica, puede obtenerse por electrólisis o también por reducción del óxido de magnesio mediante ferrosilicio [1].

El magnesio esta disponible comercialmente con purezas que exceden los 99.8 % pero es rara vez utilizado para aplicaciones en ingeniería sin estar aleado con otros metales. Factores clave que dominan la metalurgia física de las aleaciones son la estructura de red hexagonal del magnesio y el hecho de que su diámetro atómico (0.320 nm) es tal, que goza de factores de tamaño favorables con un diverso rango de elementos de soluto. El aluminio, zinc, cerio, plata, torio y circonio son ejemplos de los diferentes elementos que están presentes en las aleaciones comerciales. Otra característica de los sistemas de aleación en la cual la solubilidad es influenciada en gran medida por los factores de tamaño atómico es aquella en la que la solubilidad sólida generalmente disminuye conforme disminuye la temperatura. Tal característica es un requerimiento necesario para el endurecimiento por precipitación y la mayoría de las aleaciones de magnesio son propensas a este fenómeno aunque las respuestas son significativamente menores que las observadas en algunas aleaciones de aluminio [2].

Las aleaciones de magnesio coladas han predominado siempre sobre las aleaciones conformadas, particularmente en Europa, donde tradicionalmente, abarcan el 85-90 % de todos los productos. Los principales elementos aleantes en ser usados comercialmente fueron el aluminio, zinc y manganeso y el sistema Mg-Al-Zn es aún, uno de los más ampliamente usados en las coladas [2]. Los dos tipos de productos de aleaciones de magnesio colados y conformados son tratados térmicamente en la práctica para alterar las propiedades mecánicas. El tipo de tratamiento térmico depende de la naturaleza y la magnitud de los cambios que se vayan a hacer. Mediante un tratamiento térmico, la resistencia a la tensión y la elongación pueden incrementarse sustancialmente. Mediante otro tratamiento térmico, la resistencia a la

cedencia y la dureza puede ser considerablemente incrementada pero con una apreciable pérdida en la ductilidad [3]. Se aplican comúnmente tres tipos de procesos básicos de tratamientos térmicos a las aleaciones de magnesio. Estos son: tratamiento térmico de solución, precipitación o envejecido y recocido [3].

El magnesio es el metal estructural más liviano ($\sim 1.74 \text{ g/cm}^3$ de densidad), y por lo tanto, el más atractivo para aplicaciones estructurales en la industria automotriz, donde la reducción en el peso de los componentes del automóvil es la mayor preocupación. Las aleaciones de magnesio para aplicaciones automotrices deben tener muy buenas propiedades de resistencia al creep. Estas aleaciones deben ser térmica y metalúrgicamente estables y resistentes a fluir durante la carga por creep. Además, deben tener una adecuada resistencia a la corrosión y colabilidad [4-6]. La mayoría de las aleaciones de magnesio para aplicación en la industria automotriz están hechas a base del sistema magnesio aluminio (Mg-Al) [2]. Las aleaciones comerciales de magnesio más comunes para aplicaciones automotrices son: AZ91D (Mg-9Al-0.7Zn), AM50A (Mg-5Al-0.4Mn) y AM60B (Mg-6Al-0.4Mn). Estas aleaciones ofrecen una excelente combinación de propiedades mecánicas, resistencia a la corrosión y colabilidad. Sin embargo, estas aleaciones presentan una pobre resistencia al creep a temperaturas mayores de $125 \text{ }^\circ\text{C}$, lo cual las ha hecho inadecuadas para aplicaciones en trenes de potencia; las cajas de transmisión automática pueden operar arriba de $175 \text{ }^\circ\text{C}$, el monoblock arriba de $200 \text{ }^\circ\text{C}$ y los pistones a más de $300 \text{ }^\circ\text{C}$ [7]. El creep (fluencia) se define como la deformación permanente del material, dependiente del tiempo, bajo una carga y esfuerzo constante a altas temperaturas, en esencia, el material comienza a “fluir” con lentitud [8]. Se reportan como mecanismos de creep en las aleaciones de magnesio, el ascenso de las dislocaciones y el deslizamiento de los límites de grano, dependiendo del sistema de aleación, microestructura y lo más importante, el régimen de tensión y temperatura. Posibles aproximaciones para mejorar la resistencia al creep en las aleaciones de magnesio incluyen: adicionar elementos aleantes con una alta afinidad con el aluminio para suprimir la formación de la fase $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ en la microestructura de las aleaciones basadas en Mg-Al, precipitar partículas de fases secundarias en los límites de grano para fijar el fenómeno de deslizamiento y propiciar una dispersión fina de precipitados estables o un soluto, el cual sea fuertemente atraído a la dislocaciones y se difunda lentamente a través de la matriz [9].

CAPÍTULO I. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.

1.1 ALEACIONES DE MAGNESIO.

El magnesio, como la mayoría de los otros metales, es relativamente débil y blando en su estado elemental, pero se alea eficazmente con el aluminio, zinc, manganeso, estaño, circonio y cerio para producir aleaciones muy útiles como materiales de ingeniería. Casi todas las aleaciones de magnesio que han tenido éxito en la práctica llevan aluminio, zinc y manganeso, pero se usan en cantidades crecientes aleaciones que contienen circonio con zinc o elementos de las tierras raras, en especial el cerio. El magnesio es el material ideal para aplicaciones donde la ligereza del componente sea prioritaria, ya que tiene la densidad más baja de todos los metales estructurales ($1.74 \text{ gr} / \text{cm}^3$ de densidad). La estructura del magnesio es HCP. Como es casi tan ligero como el plástico, el magnesio ofrece la ventaja de una mayor resistencia y rigidez, junto con una durabilidad, disipación de calor y plena capacidad de reciclaje inherentes [1]. La tabla 1.1 compara la resistencia a la cedencia y la resistencia a la cedencia dividida entre la gravedad específica de una aleación de magnesio, una aleación de aluminio, una aleación de titanio, un acero inoxidable austenítico y un acero de baja aleación alta resistencia. Note que la aleación de magnesio tiene la resistencia a la cedencia más baja en este grupo pero tiene una relación resistencia/peso casi igual que la aleación de aluminio y de titanio y superior a las de los dos aceros [10].

Tabla 1.1 Comparación de la Relación Resistencia/Peso de una Aleación de Magnesio con Otras Aleaciones.

Aleación	Gravedad Especifica	Resistencia a la Cedencia, psi	Resistencia a la Cedencia Dividida entre la Gravedad Especifica
Aleación de Magnesio Tipo AZ80X Extruida HTA	1.8	40,000	22,000
Aleación de Aluminio 7075 T6	2.8	72,000	25,500
Aleación de Titanio Completamente Endurecida	4.5	110,000	24,500
Acero Inoxidable Tipo 302 30 % Trabajado en Frió	7.9	140,000	17,500
Acero de Baja Aleación Alta Resistencia	7.9	55,000	7000

Fuente [11].

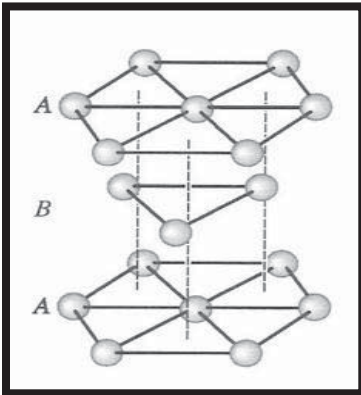
Un problema con las aleaciones de base magnesio es su baja ductilidad. Estas aleaciones tienen un empaquetamiento hexagonal (o al menos la matriz lo tiene), y por lo tanto tiene solo tres sistemas de deslizamiento. Sin embargo, algunas operaciones de formado plástico (rolado, extrusión) tienen un componente de compresión, y por lo tanto, las aleaciones de base magnesio pueden ser fabricadas mediante tales operaciones de formado en frío [10].

Hay que tomar precauciones especiales al realizar el mecanizado debido a las limitaciones de creep de las aleaciones de magnesio. Es importante tener en consideración los efectos causados por el medio ambiente y conocer que con el transcurso del tiempo y/o a temperaturas elevadas se produce un cambio en la estructura metalúrgica de la aleación que afecta a sus propiedades mecánicas. Este efecto de envejecimiento surge del hecho de que las piezas fundidas se producen en condiciones de solidificación rápida que no permiten que la aleación alcance el equilibrio (de hecho, las reacciones entre los componentes de la aleación no se han completado). La mejor aleación para una aplicación específica de alta temperatura no puede seleccionarse en base a la resistencia a corto plazo en condiciones normales de funcionamiento [1].

Como el creep es un aspecto importante a tomar en consideración en las piezas de magnesio para uso a altas temperaturas, deben conocerse los esfuerzos y los tiempos de funcionamiento tanto para las condiciones extremas como las normales. Por lo tanto, los límites de esfuerzo, tiempo, y deformación permisible durante el funcionamiento, a una temperatura dada, determinan la mejor aleación para cada aplicación. Estas aleaciones presentan una excelente capacidad de amortiguación y atenuación de vibraciones en comparación con las aleaciones de aluminio para piezas fundidas a presión [1].

1.2 PROPIEDADES MECÁNICAS EN LAS ALEACIONES DE MAGNESIO.

El magnesio puro tiene poca resistencia mecánica y plasticidad, su poca plasticidad es debida a que su red es hexagonal y posee pocos planos de deslizamiento (Figura 1.1). Las bajas propiedades mecánicas excluyen la posibilidad de utilizarlo en estado puro como material estructural, pero aleado y tratado térmicamente puede mejorar sus propiedades mecánicas. Como el metal estructural más liviano disponible, la combinación de baja densidad y buena resistencia mecánica de las aleaciones de magnesio resulta en una alta relación resistencia-peso. Sobre esta base, es comparable con la mayoría de los materiales estructurales comunes [1].



Planos y Direcciones Compactas		
Estructura	Direcciones	Planos
SC	$\langle 100 \rangle$	Ninguno
BCC	$\langle 111 \rangle$	Ninguno
FCC	$\langle 110 \rangle$	{111}
HCP	$\langle 100 \rangle, \langle 110 \rangle$ o $\langle 11-20 \rangle$	(0001), (0002)

Figura 1.1 Red cristalina y sistemas de deslizamiento presentes en la estructura HCP [8].

La resistencia y rigidez específica de los materiales y las estructuras son importantes en el diseño de componentes ligeros. El ahorro en el peso es particularmente importante en las carrocerías automotrices, componentes y otros productos donde el consumo de energía es la principal preocupación [12]. La resistencia y rigidez específica del magnesio son comparadas con las del aluminio y el hierro en la figura 1.2. Hay una pequeña diferencia en la rigidez específica entre el magnesio, aluminio y el hierro. La rigidez específica del aluminio y el hierro es mayor que la del magnesio 0.69 % y 3.752 % respectivamente. Por otro lado, la resistencia específica del magnesio es considerablemente mayor que la del aluminio y el hierro 14.075 % y 67.71 % respectivamente, como se muestra en la figura 1.2. [13]

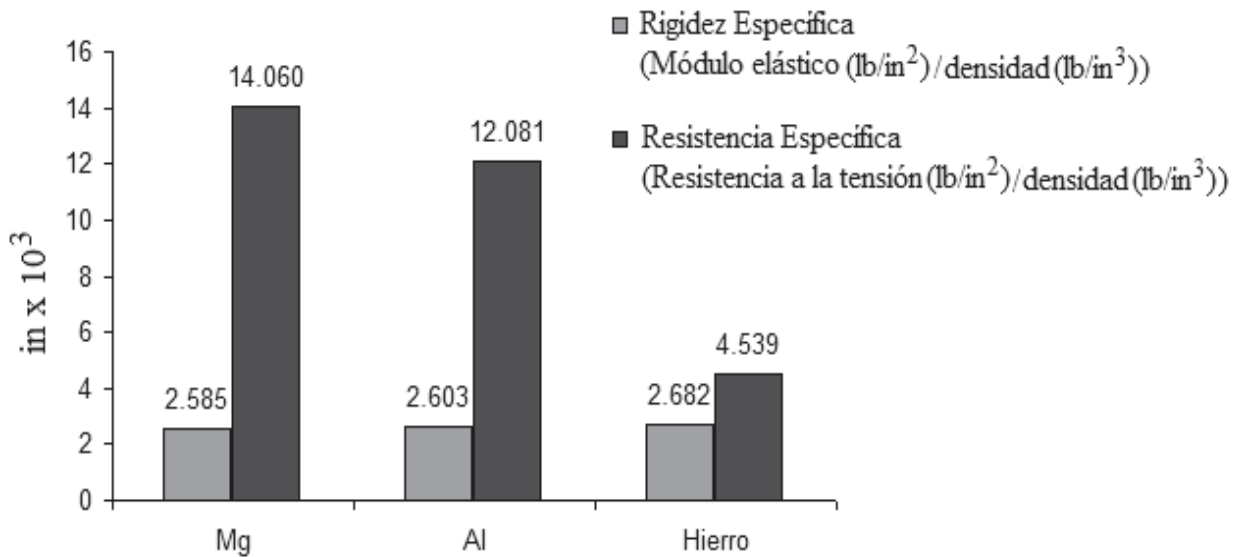


Figura 1.2 Comparación de las propiedades estructurales básicas del magnesio con el aluminio y el hierro [13].

Debido a su bajo módulo de elasticidad, las aleaciones de magnesio pueden absorber energía elásticamente. Combinado con tensiones moderadas, esto provee excelente resistencia al rallado y alta capacidad de amortiguamiento. El magnesio aleado posee buena resistencia a la fatiga y se comporta particularmente bien en aplicaciones que involucran un gran número de ciclos de tensiones relativamente bajas. Sin embargo, el metal es sensible a la concentración de tensiones, por lo que deberían evitarse muescas, aristas agudas y cambios abruptos de sección. Entre los aleantes más comunes, el aluminio y el zinc se introducen para elevar la resistencia mecánica, el manganeso para elevar la resistencia a la corrosión y afinar el tamaño de grano, para esto último se pueden utilizar el circonio y los metales de las tierras raras, el berilio se utiliza para disminuir la tendencia a la inflamación durante la colada [1].

Las piezas de magnesio son generalmente utilizadas a temperaturas que varían desde la temperatura ambiente hasta los 175 °C. Algunas aleaciones pueden ser usadas en ambientes de servicio de hasta 370 °C por breves exposiciones. A temperaturas elevadas el magnesio se oxida intensamente e incluso se inflama espontáneamente. Las piezas fundidas tienen una resistencia compresiva prácticamente igual al esfuerzo de fluencia a la tracción, mientras que en las aleaciones para forja la resistencia a la compresión es considerablemente menor que la

fluencia de tracción. Las aleaciones para forja poseen un mayor alargamiento a la fractura, una mayor tensión a la fractura y una mayor resistencia a la fatiga [1].

Las propiedades mecánicas de la mayoría de las aleaciones de magnesio se pueden mejorar aplicando un tratamiento térmico. Las aleaciones coladas pueden agruparse en 6 clases generales de importancia comercial en base a su composición como sigue:

- Magnesio-Aluminio-Manganeso
- Magnesio-Aluminio-Zinc
- Magnesio-Zinc-Zirconio
- Magnesio-Tierras Raras-Zinc-Zirconio
- Magnesio-Tierras Raras-Plata –Zirconio, con o sin Torio
- Magnesio-Torio-Zirconio, con o sin Zinc [14].

En la mayoría de las aleaciones conformadas, las propiedades mecánicas máximas se desarrollan a través del endurecimiento por deformación, y estas aleaciones generalmente son usadas ya sea sin el subsecuente tratamiento térmico o únicamente envejecidas a un temple T5. Ocasionalmente, sin embargo, las propiedades mecánicas mejoran sustancialmente con el tratamiento de solución, o una combinación del tratamiento de solución con el endurecimiento por deformación y el envejecimiento artificial [14].

Las aleaciones conformadas que pueden ser endurecidas mediante el tratamiento térmico se agrupan en cuatro clases generales de acuerdo a su composición:

- Magnesio-Aluminio-Zinc
- Magnesio-Torio-Zirconio
- Magnesio-Torio-Manganeso
- Magnesio-Zinc-Zirconio [14].

La tabla 1.2 muestra una lista de las propiedades de las aleaciones de magnesio comunes.

Tabla 1.2 Propiedades de Aleaciones de Magnesio Comunes

Aleación	Composición	Resistencia a la tensión (lb/in ²)	Resistencia a la cedencia (lb/in ²)	% de alargamiento
Mg puro:				
Recocido		23 000	13 000	3-15
Trabajado en frío		26 000	17 000	2-10
Aleaciones coladas				
AM100-T6	10% Al-0.1% Mn	40 000	22 000	1
AZ81A-T4	7.6% Al-0.7% Zn	40 000	12 000	15
ZK61A-T6	6% Zn-0.7% Zr	45 000	28 000	10
Aleaciones conformadas				
AZ80A-T5	8.5% Al-0.5% Zn	55 000	40 000	7
ZK40A-T5	4% Zn-0.45% Zr	40 000	37 000	4
HK31A-H24	3% Th-0.6% Zr	38 000	30 000	8

Fuente [8].

1.3 FABRICACIÓN DE ALEACIONES DE MAGNESIO.

El principal problema para las aleaciones de magnesio encontrado durante la fabricación y su uso, es el riesgo de ignición, especialmente en los procesos de maquinado y molienda debido a su punto de fusión relativamente bajo [15]. La oxidación del magnesio fundido es una característica persistente y acelerada. Debido a esto, la fusión debe realizarse bajo una atmósfera controlada [16]. Las aleaciones de magnesio pueden contener más inclusiones que las aleaciones de aluminio si no se toman las medidas necesarias durante los procesos de fusión y refinamiento. Las impurezas en el magnesio fundido no tienden naturalmente a flotar a la superficie. El método que ha sido probado supera este problema consiste en rociar el metal fundido con gas argón, lo cual trae las impurezas a la superficie haciendo más fácil su remoción [17].

Existen dos tipos de aleaciones de magnesio:

- Coladas
- Conformadas

1.3.1 Aleaciones Coladas.

Los componentes de aleaciones de magnesio se producen normalmente por diferentes procesos de colada. La contracción del magnesio del estado líquido al sólido es de 3.9 % a 4.2 % y de líquido a temperatura de fusión a sólido a temperatura ambiente es de 9.7 % [18, 19]. Los métodos mayormente utilizados son la colada de alta presión en moldes metálicos y la colada por gravedad, particularmente en arena y en moldes permanentes. Otros tipos de tecnologías de producción relevantes son las siguientes: la thixo-colada y el thixo-moldeo [17].

Las coladas en molde permanente (permanent mold-casting) son tan resistentes como las de molde de arena (sand-casting), y pueden proporcionar tolerancias dimensionales más ajustadas, con mejor terminación superficial. Las aplicaciones típicas de la colada por gravedad son componentes de motores de aviación y llantas de vehículos de competición. El diseño de piezas de magnesio por colada por inyección sigue los mismos principios establecidos para otros metales. Las máximas propiedades mecánicas en una aleación típica son desarrolladas en un espesor de pared entre 1,9 y 3,8 mm. Las aplicaciones típicas de la colada por inyección son: carcasas de herramientas a motor, sierras de dientes articulados, palancas, mandos y bastidores [1].

La colada en dados metálicos es uno de los métodos de fabricación más efectivos para producir componentes de magnesio en la industria automotriz. Sin embargo, el número de aleaciones de base magnesio disponibles para la colada en moldes metálicos es muy limitada. La aleación AZ91D es la principal aleación, la cual representa el 80 % de los componentes de magnesio colados para su uso en aplicaciones a temperaturas de cerca de 95 °C debido a sus bajas propiedades de Creep, tal como en los trenes de potencia automotrices, lo cual limita la actual aplicación del magnesio en partes no críticas como lo son las cubiertas para válvulas

[20]. La colada en moldes metálicos de las aleaciones de magnesio reduce parcialmente el peso, la vibración y el ruido, a la vez que mejora la precisión dimensional y la repetibilidad de las piezas. La colada en moldes metálicos de las aleaciones de magnesio da como resultado una mejor elongación y un mayor periodo de vida útil de los dados metálicos en comparación con las aleaciones de aluminio. El alto costo es el mayor obstáculo para incrementar en gran medida el uso del magnesio en la industria automotriz. El desarrollo de nuevas aleaciones, las cuales presenten mejor formabilidad puede hacer posible una reducción de costos [4].

1.3.2 Aleaciones Conformadas.

A temperatura ambiente, el magnesio se endurece por trabajado rápidamente, reduciendo la conformabilidad en frío; de este modo, el conformado en frío esta limitado a deformación moderada o curvado por rodillo de gran radio. El magnesio es fácil de trabajar en caliente, por lo que usualmente requiere menos etapas de forjado que otros metales. Curvado, calado y terminado son usualmente las únicas operaciones que se necesitan [1]. El comportamiento del magnesio al conformado es pobre a temperatura ambiente, pero cuando el material es calentado a temperaturas de 230 °C a 370 °C se pueden llevar a cabo la mayoría de los procesos convencionales. Los productos de magnesio conformados y estirados son manufacturados en estos rangos de temperatura generalmente sin utilizar una atmósfera protectora [20, 21].

Las aleaciones conformadas generalmente presentan una mayor resistencia y ductilidad en comparación con las aleaciones coladas. La estructura hexagonal del magnesio generalmente requiere temperaturas de conformado altas para activar más sistemas de deslizamiento y permitir una mejor formabilidad, provocando un mayor consumo de energía en el proceso y también una apariencia superficial más pobre [16, 22].

La calidad superficial y los requerimientos de resistencia a la corrosión que poseen actualmente las láminas de magnesio no son suficientes para su aplicación en forma de paneles. Por lo tanto, se necesitan desarrollar nuevos procesos para solucionar este problema. En el mercado mundial están disponibles láminas de la aleación AZ31 en espesores de 0.8 a

30 mm y con un ancho de hasta 1850 mm [23]. La lámina de la aleación AZ31 presenta características similares de estirado en caliente que una lamina de acero y de aluminio [21]. A 225 °C el rango de estirado de la aleación AZ31 es 2.6 y es mayor que para el estirado de aluminio y de aceros en uso común, los cuales tienen un rango de 2.5 y 2.2 respectivamente [20]. Para componentes de aleaciones de magnesio extruidos el espesor de pared más delgado es de aproximadamente 1.5 mm, dependiendo de la geometría de la sección [19]. La potencial aplicación de los perfiles de magnesio depende en gran medida de si pueden ser adoptados fácilmente en el magnesio los procesos establecidos de conformado para el aluminio y el acero [20, 24-26].

1.4 CLASIFICACIÓN DE LAS ALEACIONES DE MAGNESIO.

No existe un código internacional para clasificar a las aleaciones de magnesio aunque ha habido una tendencia hacia adoptar el método usado por la ASME (American Society for Testing Materials). En este sistema, las primeras dos letras indican los principales elementos aleantes de acuerdo al siguiente código:

<i>CODIGO</i>	<i>ELEMENTO</i>	<i>CODIGO</i>	<i>ELEMENTO</i>	<i>CODIGO</i>	<i>ELEMENTO</i>	<i>CODIGO</i>	<i>ELEMENTO</i>
A	Aluminio	F	Hierro	M	Manganeso	S	Silicio
B	Bismuto	G	Manganeso	N	Níquel	T	Estaño
C	Cobre	H	Torio	P	Plomo	W	Itrio
D	Cadmio	K	Zirconio	Q	Plata	Y	Antimonio
E	Tierras Raras	L	Litio	R	Cromo	Z	Zinc

Se usa primero la letra que corresponde al elemento presente en mayor cantidad en la aleación, y si los elementos están en la misma cantidad las letras se designan alfabéticamente. Las dos letras (o una) están seguidas de números que representan las composiciones nominales de los principales elementos aleantes en % en peso, redondeado al número entero más cercano. Por ejemplo, AZ91 indica la aleación Mg-9Al-1Zn los rangos de composición actuales son 8.3-9.7 Al y 0.4-1 Zn. Una limitación es que no se da la información concerniente a otros elementos adicionados intencionalmente, y el sistema podría necesitar ser modificado debido a

esto. Las letras A, B, C, etc. usadas como sufijos se refieren a variaciones en la composición dentro del rango especificado y la letra X indica que la aleación es experimental [2].

A continuación se presentan algunos ejemplos de la clasificación y composición de algunos sistemas de aleación desarrollados recientemente [7].

SISTEMA DE ALEACIÓN	CLASIFICACIÓN	COMPOSICIÓN
Mg-Al-RE	AE42	Mg-4Al-2RE
Mg-Al-Si	AS21	Mg-2Al-1Si
Mg-Al-Ca	AX51	Mg-5Al-0.8Ca
Mg-Zn-Al-Ca	ZAX8512	Mg-8Zn-5Al-1.2Ca
Mg-Al-Ca-RE	ACM522	Mg-5Al-2Ca-2RE
Mg-Al-Sr	AJ51x	Mg-5Al-1.2Sr
Mg-RE-Zn	MEZ	Mg-2.5Re-0.35Zn-0.3Mn

1.4.1 Condición de las Aleaciones de Magnesio.

Las condiciones de tratamiento térmico o de endurecimiento por trabajado se especifican de la misma manera que para las aleaciones de aluminio. Las aleaciones suministradas en la condición de fabricado o en condiciones de recocido se designan con los sufijos *F* y *O* respectivamente [2]. Se aplica un sistema diferente de nomenclatura para las aleaciones que son tratables térmicamente. Los tratamientos que son diferentes de *O* se denotan por la letra *T* seguidos de uno o más dígitos. Las designaciones más comunes son:

- **T4.** La cual indica que la aleación ha sido sometida a un tratamiento de solución, templada y envejecida naturalmente.
- **T5.** La aleación ha sido rápidamente enfriada después de estar a una temperatura elevada por extrusión y después envejecida artificialmente.
- **T6.** Denota tratamiento de solución, temple y envejecimiento artificial.
- **T7.** La aleación ha sido sometida a un tratamiento de solución y después estabilizada.
- **T8.** Los productos son trabajados en frío entre el temple y el envejecido artificial para mejorar la resistencia, la cantidad de trabajado en frío se indica por el segundo dígito. Por ejemplo para el caso de T85, el 5 significa 5 % de trabajado en frío.

1.5 TRATAMIENTOS TERMICOS APLICABLES A LAS ALEACIONES DE MAGNESIO.

Las aleaciones de magnesio usualmente son tratadas térmicamente ya sea para mejorar las propiedades mecánicas o como medio de preparación para llevar a cabo operaciones específicas de fabricación. El tipo de tratamiento térmico seleccionado depende de la composición de la aleación, de su forma (colada o conformada) y de las condiciones de servicio que se requieran. El tipo de tratamiento térmico depende de la naturaleza y la magnitud de los cambios que se vayan a hacer. Mediante un tratamiento térmico, la resistencia a la tensión y la elongación pueden incrementarse sustancialmente. Mediante otro tratamiento térmico, la resistencia a la cedencia y la dureza puede ser considerablemente incrementada pero con una apreciable pérdida en la ductilidad [14]. Se aplican comúnmente tres tipos de procesos básicos de tratamientos térmicos a las aleaciones de magnesio. Estos son:

- Tratamiento térmico de solución
- Precipitación o envejecido
- Recocido.

Además, se usan en la práctica tratamientos de estabilización y de relevado de esfuerzos. El primero es del tipo de precipitación y el segundo esta relacionado al recocido [14].

1.5.1 Tratamiento Térmico de Solución.

Consiste en el calentar el material de la aleación a una temperatura en la cual ciertos constituyentes están en solución y después se hace un temple para mantener estos constituyentes en solución durante el enfriamiento. El temple se hace con o sin movimiento de aire, los líquidos no se usan ordinariamente. Para las aleaciones de magnesio coladas, la temperatura del tratamiento térmico de solución cae en el rango de 340 °C a 565 °C, la temperatura precisa depende de la composición y detalles de operación. Los períodos de exposición pueden ser entre 16 y 24 horas. El material tratado térmicamente por solución tiene la designación de temple T4, por ejemplo, la aleación AZ63-T4. El tratamiento T4 se indica para coladas que requieren alta resistencia y máxima tenacidad [3].

El tratamiento térmico de solución mejora la resistencia y da como resultado una tenacidad y resistencia al impacto máximas [14].

En el tratamiento de solución de las aleaciones de magnesio-aluminio-zinc, las piezas deben ser cargadas en el horno a una temperatura de aproximadamente 260 °C y después elevarla lentamente a una temperatura de tratamiento de solución apropiada, para evitar la fusión de compuestos eutécticos y la formación resultante de poros. El tiempo requerido para llevar la carga de 260 °C a la temperatura del tratamiento de solución se determina por el tamaño y la composición de la carga, el peso y el espesor de las piezas, pero 2 horas es un periodo normal [14].

1.5.2 Tratamiento Térmico de Precipitación o Envejecido.

Consiste en calentar la aleación templada a una temperatura moderadamente elevada para efectuar la precipitación de los constituyentes mantenidos en solución sólida. La temperatura del tratamiento puede estar en el rango de 150 °C a 260 °C, con exposiciones de 3 a 16 horas. La temperatura y el tiempo dependen de la composición y de otros factores. La designación de temple para un material tratado térmicamente por solución y después envejecido artificialmente es T6. Se desarrollan mediante el tratamiento T6 una resistencia a la cedencia y dureza altas. Se recomienda para coladas con altos niveles de estrés [3].

El tratamiento térmico de precipitación aplicado después del tratamiento térmico de solución da como resultado una dureza y resistencia a la cedencia máximas, pero sacrifica algo de tenacidad. El envejecido artificial aplicado a las coladas, sin realizar previamente el tratamiento térmico de solución o recocido es un tratamiento térmico de relevado de esfuerzos que de alguna manera aumenta también las propiedades de tensión [14]. Durante el envejecido, las piezas de la aleación de magnesio deben ser cargadas en el horno a la temperatura del tratamiento, mantenidas a esta temperatura por el periodo de tiempo apropiado y después enfriadas en aire sin movimiento. Existe la opción para algunas aleaciones de tratamientos de envejecido artificial; los resultados son muy similares para los tratamientos alternativos mencionados [14].

1.5.3 Recocido.

Consiste en calentar el material de la aleación a una temperatura moderada para efectuar la recristalización, aglomerar precipitados, o remover esfuerzos internos. La temperatura de recocido para la mayoría de las aleaciones trabajadas en frío es aproximadamente 340 °C [3]. El recocido de productos forjados disminuye considerablemente las propiedades de tensión y aumenta la ductilidad, facilitando algunos tipos de fabricación de esta manera. Se han desarrollado modificaciones de estos tratamientos térmicos básicos en aleaciones específicas, para obtener la combinación de propiedades más deseable. Las aleaciones de magnesio forjadas en varias condiciones de endurecimiento por deformación o temple pueden ser recocidas siendo calentadas de 290 °C a 455 °C, dependiendo de la aleación, por una o más horas. Este procedimiento proveerá usualmente un producto con el máximo recocido práctico. Debido a que la mayoría de las operaciones de formado del magnesio se llevan a cabo a temperaturas elevadas, la necesidad de un material forjado recocido completamente es menor que para muchos otros materiales [14].

1.6 CREEP EN LAS ALEACIONES DE MAGNESIO.

El creep se define como la deformación permanente del material, dependiente del tiempo, bajo un esfuerzo constante a altas temperaturas, en esencia, el material comienza a “fluir” con lentitud [8]. Hay tres etapas en la deformación por creep (fluencia) en los metales y aleaciones, la fluencia primaria, la fluencia secundaria y la fluencia terciaria, (figura 1.3). La secundaria o la fluencia en estado estable es la más importante para aplicaciones en los trenes de potencia automotrices [27].

Se esta generalmente de acuerdo que el índice de fluencia secundario $\dot{\epsilon}$ de aleaciones basadas en magnesio y Mg-Al se describe por una ecuación en los rangos de interés para aplicaciones automotrices de tensión σ y temperatura T , ($\sigma = 20-100$ MPa y $T = 100-250$ °C).

$$\dot{\epsilon} = A \sigma^n \exp(-Q/RT) \quad \text{Ec. (1)}$$

Donde: A es una constante relacionada al material, R es la constante de los gases, Q es la energía aparente de activación para la fluencia y n es el exponente de la tensión.

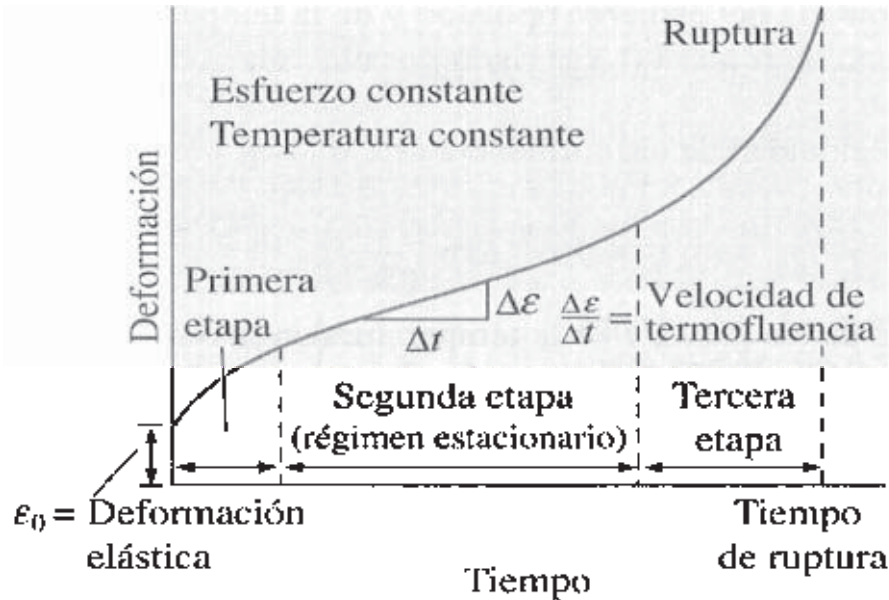


Figura 1.3 Curva típica de creep a σ y T constantes [8].

Basado en la ecuación (1) la pendiente del logaritmo de ϵ contra el logaritmo de σ graficada a una temperatura dada es el exponente de la tensión n , y de una gráfica de Arrhenius ($\log \epsilon$ contra $1/T$) a un nivel específico de tensión obtendremos la energía aparente de activación Q . Los parámetros n y Q se pueden usar para inferir los mecanismos de fluencia dominantes para un material en rangos específicos de tensión y temperatura [28-36]. Los parámetros de creep y los mecanismos propuestos para varias aleaciones de magnesio se resumen en la tabla 1.2.

Shi y Northwood [28] estudiaron el creep del magnesio policristalino puro en los rangos de $\sigma = 20-50$ MPa y $T = 150-250$ °C. El exponente de tensión ($n = 5.86$) y la energía aparente de activación ($Q = 106$ KJ mol⁻¹) sugirieron un mecanismo basado en el ascenso de la dislocación. La difusión que conduce al ascenso de la dislocación fue propuesta también por Miller como la razón que controla el mecanismo de creep para la aleación de magnesio colada

en datos AZ91 (Mg-9Al-0.7Zn) a temperatura ambiente y esfuerzos de tensión de 60-120 MPa. El exponente de tensión n para el creep a temperatura ambiente de la aleación AZ91 fue calculado con un valor de 4.6. El exponente de tensión $n = 4-6$ se reporta generalmente para el creep con ascenso de la dislocación [28].

Tabla 1.2 Parámetros y Mecanismos Propuestos de Creep para Varias Aleaciones de Magnesio.

T, °C	Esfuerzo, MPa	n	Q, kJ mol ⁻¹	Mecanismo propuesto de creep
Mg puro, conformado 150-250	20-50	5.86	106	Ascenso de las dislocaciones
AZ91D, colado en dados Temperatura Ambiente	60-120	4.6	NA	Ascenso de las dislocaciones
AZ91D, colado en dados 150	40-100	6.9	NA	Ascenso de las dislocaciones
180	40-100	5.4	NA	Ascenso de las dislocaciones
AM60B, colado en dados 180	20-60	4.0	NA	Ascenso de las dislocaciones
AZ91D, colado en dados 125	26-60 60-100	1.5 5.0	NA NA	Deslizamiento de límites de grano Ascenso de las dislocaciones
150	20-40 40-80	1.6 5.7	NA NA	Deslizamiento de límites de grano Ascenso de las dislocaciones
125-175	30	NA	44	Deslizamiento de límites de grano
AS21, colado en dados 125	30-80	2.1	NA	Deslizamiento de límites de grano
150	20-60 60-90	2.1 5.4	NA NA	Deslizamiento de límites de grano Ascenso de las dislocaciones
125-175	30 50 > 50	NA NA NA	36 42 94	Deslizamiento de límites de grano Deslizamiento de límites de grano Deslizamiento de límites de grano
AE42, colado en dados 125-175	20-40 40-80	~ 2 ~ 5	30-45 NA	Deslizamiento de límites de grano Ascenso de las dislocaciones

Fuente [7].

Estudios recientes en aleaciones basadas en Mg-Al, AZ91 [30-35], AM60 (Mg-6Al-0.4Mn), [36] AS21 (Mg-2Al-1Si), [33, 34] y AE42 (Mg-4Al-2RE), [33, 37] se han enfocado para el creep a temperaturas elevadas (120-180 °C) bajo esfuerzos de tensión aplicados de 20-80MPa. *Regev et al*, [32] reporto $n = 5.4 - 6.9$ para la aleación AZ91 en el rango de temperaturas de 150-180 °C bajo el rango de tensión de 40-100 MPa; mientras que $n = 4$ fue reportado por *Agnew et al* [36], para el creep a 180 °C de la aleación AM60 bajo esfuerzos de tensión aplicados de 20-60 MPa. Basado en los valores de n , el ascenso de la dislocación controlada por difusión se propuso como el mecanismo de creep para las aleaciones basadas en Mg-Al. [36]

Sin embargo, para las tres aleaciones (AZ91, AS21 y AE42) probadas por Dargush y colaboradores, [33, 34] el exponente de tensión n es aproximadamente 2 a tensiones bajas y 5 a tensiones mas altas. Se ha observado en estas aleaciones el deslizamiento de los limites de grano como el mecanismo de creep a bajas tensiones ($n = 2$), el cual es acompañado por la precipitación discontinua de la fase $Mg_{17}Al_{12}$ de una matriz α -Mg supersaturada en la microestructura de colada. Para el creep a tensiones mas altas ($n = 5$), se propuso como el mecanismo dominante el ascenso de las dislocaciones [33]. El nivel de tensión en el cual ocurre la transición entre estos dos mecanismos depende de la aleación en particular y de la temperatura. De acuerdo a Dargush y sus colaboradores, [33, 34] hay una cantidad considerable de precipitación discontinua en la aleación AZ91 la cual genera el desplazamiento y el deslizamiento de los límites de grano, lo cual da como resultado una pobre resistencia al creep en la aleación. Sin embargo, las aleaciones coladas en dados AS21 y AE42 contienen mucho menos α -Mg supersaturada y ocurre considerablemente menos precipitación discontinua durante la exposición a temperaturas elevadas. Además, estas dos aleaciones contienen fuertes fases intergranulares (Mg_2Si en la aleación AS21 y Al_4RE en la aleación AE42) las cuales se espera que fijen los límites de grano e impidan el desplazamiento y deslizamiento de los límites de grano [34].

En resumen, se reportan como mecanismos de creep en las aleaciones de magnesio, el ascenso de la dislocación y el deslizamiento de los límites de grano, dependiendo del sistema de aleación, microestructura y lo más importante el régimen de tensión y temperatura. La

pobre estabilidad térmica de la fase $Mg_{17}Al_{12}$ (con una temperatura eutéctica de 437 °C) y su precipitación discontinua pueden dar como resultado un deslizamiento considerable de los límites de grano a temperaturas elevadas. La difusión acelerada del soluto de aluminio en la matriz de magnesio y la auto-difusión del magnesio a temperaturas elevadas también contribuyen a la deformación por creep en las aleaciones basadas en Mg-Al [36].

Basado en los argumentos anteriores, posibles aproximaciones para mejorar la resistencia al creep en las aleaciones de magnesio incluyen:

- Adicionar elementos aleantes con una alta afinidad con el aluminio para suprimir la formación de la fase $Mg_{17}Al_{12}$ en la microestructura de las aleaciones basadas en Mg-Al.
 - Precipitar partículas de fases secundarias en los límites de grano para fijar el fenómeno de deslizamiento.
 - Propiciar una dispersión fina de precipitados estables o un soluto, el cual sea fuertemente atraído a la dislocaciones y se difunda lentamente a través de la matriz.
- [36]

1.7 ALEACIONES MAGNESIO-ALUMINIO (Mg-Al).

Las aleaciones magnesio-aluminio son el mayor grupo entre las aleaciones basadas en magnesio. La resistencia de estas aleaciones es mejorada formando una solución sólida donde 12.7 % atómico de aluminio es soluble en una matriz de magnesio a 437 °C [6, 38]. La microestructura de estas aleaciones se caracteriza por la presencia de la fase eutéctica ($Mg_{17}Al_{12}$) en los límites de grano. La fase β ($Mg_{17}Al_{12}$), aparece en las aleaciones de magnesio que contienen más de 2 % de aluminio, tiene un punto de fusión de aproximadamente 460 °C y es comparativamente suave a bajas temperaturas (Figura 1.4) [2]. Debido a su pobre coherencia, si las aleaciones magnesio-aluminio son expuestas a temperaturas elevadas (> 150 °C) por largos periodos de tiempo, la solución sólida supersaturada de magnesio se transforma a una matriz de magnesio con precipitados de aluminio ($Mg_{17}Al_{12}$) ampliamente dispersos y contribuye a la migración de límites de grano y

a la deformación por creep. Además, los precipitados de aluminio ($Mg_{17}Al_{12}$) son susceptibles al envejecimiento natural y tienen una pobre estabilidad metalúrgica, lo cual limita su aplicación a temperaturas elevadas [6, 38]. En conclusión, la adición de aluminio a las aleaciones de magnesio provee una buena fluidez y nos lleva a la formación de una fase eutéctica $Mg_{17}Al_{12}$, la cual tiene un efecto adverso en la resistencia al creep como se muestra en la figura 1.5. Las aleaciones basadas en el sistema Mg-Al son apropiadas únicamente para el uso a temperaturas de hasta 110-120 °C, ya que arriba de estas temperaturas, la resistencia al creep no es aceptable [13].

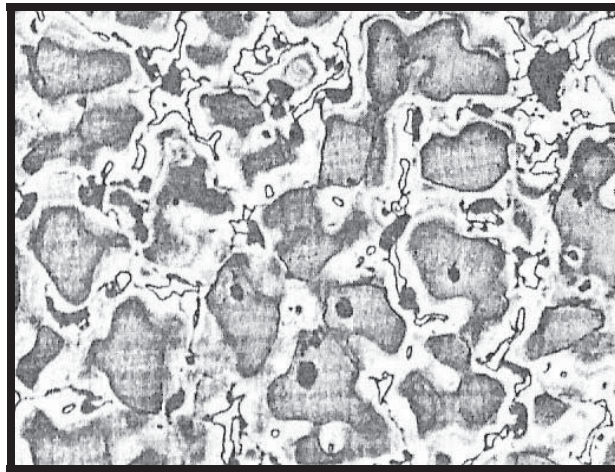


Figura 1.4 Fase β ($Mg_{17}Al_{12}$) presente en los límites de grano de la aleación AZ80 (x 200) [2].

Las aleaciones forjadas muestran significativamente una mejor combinación de resistencia y ductilidad en comparación con las aleaciones coladas. Sin embargo, las aleaciones forjadas actualmente están siendo utilizadas de manera limitada debido a la falta de aleaciones convenientes y algunas restricciones tecnológicas impuestas por la estructura cristalina hexagonal del magnesio [23].

Se necesitan nuevas aleaciones de magnesio para aplicación en componentes de automóviles que cumplan con los requerimientos de resistencia a elevadas temperaturas y resistencia al Creep. Ha sido observado el deslizamiento de límites de grano como el principal mecanismo de Creep en las aleaciones de magnesio en los rangos de interés de esfuerzo y

temperatura para aplicaciones automotrices [39]. El magnesio suele presentar Creep incluso a baja temperatura mediante el mecanismo de recuperación de esfuerzos. El mecanismo de Creep a baja temperatura consiste en el deslizamiento basal dentro de los granos y en la formación de subgranos mientras que a temperaturas más elevadas se vuelve predominante el mecanismo dependiente de la difusión [5].

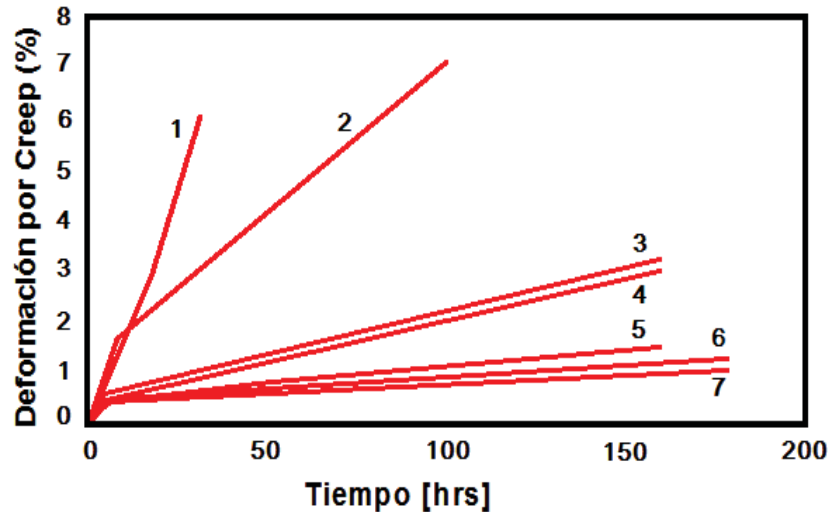


Figura 1.5 Resistencia al Creep de las nuevas aleaciones en comparación con las aleaciones AZ91 y AE42 a 135 °C bajo un esfuerzo de 85 MPa: (1) AZ91; (2) AE42; (3) MRI 155; (4) MRI 153; (5) MRI 154; (6) MRI 151; (7) MRI 152 [17].

1.8 DESARROLLO RECIENTE DE ALEACIONES DE MAGNESIO RESISTENTES A TEMPERATURAS ELEVADAS.

Las aleaciones de magnesio para aplicaciones automotrices deben tener muy buenas propiedades de resistencia al creep. Estas aleaciones deben ser térmica y metalúrgicamente estables y resistentes a fluir durante la carga por creep. Además, deben tener una adecuada resistencia a la corrosión y capacidad de colada [4-6, 38]. Las aleaciones comunes de magnesio se muestran en la tabla 1.3.

Tabla 1.3 Aleaciones Comunes de Magnesio y sus Aplicaciones.

Aleación	Composición	Tipo	Propiedades y Aplicaciones Básicas
AZ91	9.0 % Al, 0.7 % Zn, 0.13 % Mn	Aleación colada	Buena capacidad de moldeo y buenas propiedades mecánicas a $T < 150\text{ }^{\circ}\text{C}$
AM60	6.0 % Al, 0.15 % Mn	Colada en dados a alta presión	Mayor rigidez y ductilidad que la aleación AZ91, ligeramente menor resistencia. Con frecuencia se prefiere para aplicaciones estructurales automotrices
AM50	Sistema Mg-Al	Aleación colada	Buena resistencia, ductilidad, propiedades de absorción de energía y capacidad de moldeo
AE44	Sistema Mg-Al-RE	Aleación colada	Mejor resistencia al creep y capacidad de moldeo que la aleación AE42
AE42	4 % Al, 2 % RE,	Aleación colada	Baja capacidad de moldeo y buen comportamiento al creep
AS41	4.2 % Al, 1.0 % Si	Aleación colada	Mejor resistencia al creep que la aleación AZ91 a temperaturas elevadas
ZE41	4.2 % Zn, 1.2 % RE, 0.7 % Zr	Colada especial	La adición de tierras raras mejora la resistencia al creep a temperaturas elevadas.
AZ31	3.0 % Al, 1.0 % Zn, 0.2 % Mn	Conformada	Buena capacidad de extrusión
AM20	Sistema Mg-Al	Aleación colada	Alta ductilidad, rigidez y pobre capacidad de moldeo en dados
MRI153M	Sistema Mg-Al-Ca-Sr	Aleación colada	Para aplicación a alta temperatura de hasta $150\text{ }^{\circ}\text{C}$
MRI230D	Sistema Mg-Al-Ca-Sr	Aleación colada	Para aplicación a alta temperatura de hasta $190\text{ }^{\circ}\text{C}$
AS21	Sistema Mg-Al-Si	Aleación colada	Para uso a temperaturas en exceso de $120\text{ }^{\circ}\text{C}$
AJ62	Sistema Mg-Al-Sr	Colada en dados a alta presión	Buena resistencia térmica y mecánica, superior capacidad de moldeo, resistencia a la corrosión y comportamiento al creep.

Fuente [13]

1.8.1 Aleaciones Mg-Al-Zn.

La aleación AZ91D (Mg-9Al-0.7Zn-0.2Mn) es la que se usa más ampliamente, debido a que posee una buena combinación de propiedades mecánicas, resistencia a la corrosión y capacidad de moldeo. Examinando algunas aleaciones comerciales comenzamos con la AZ92A, una aleación que esta compuesta básicamente de Mg-9%Al-2%Zn. En la aleación Mg-9Al-2Zn, la fase sólida en equilibrio con la solución sólida rica en Mg es $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$, la

misma fase que en la aleación binaria. Esta fase se forma por una reacción eutéctica, y aún cuando la aleación pasa de líquido a la región de solución sólida rica en Mg en el enfriamiento lento, en particular sin que ocurra la reacción eutéctica, la reacción eutéctica puede ocurrir como resultado de la nucleación si la aleación es enfriada lo suficientemente rápido desde el líquido [10].

Microestructura.

Una microestructura típica de colada para la aleación Mg-9Al-2Zn se muestra en la figura 1.6a, donde la fase masiva γ ($Mg_{17}Al_{12}$) se presenta producto de la reacción eutéctica. (Las regiones oscuras son producto de la reacción de estado sólido las cuales se forman en el enfriamiento en la región de baja temperatura). Si una aleación con esta fase es recalentada a la temperatura recomendada para el tratamiento de solución de 408 °C, después enfriada rápidamente a 25 °C, se forma la microestructura típica en la figura 1.6b. Los límites de grano son ligeramente ondulados debido a la formación de un precipitado discontinuo incluso en el enfriamiento rápido. Las regiones oscuras son partículas de Mn y Mg_2Si las cuales no se disolvieron en la temperatura de solución [10].

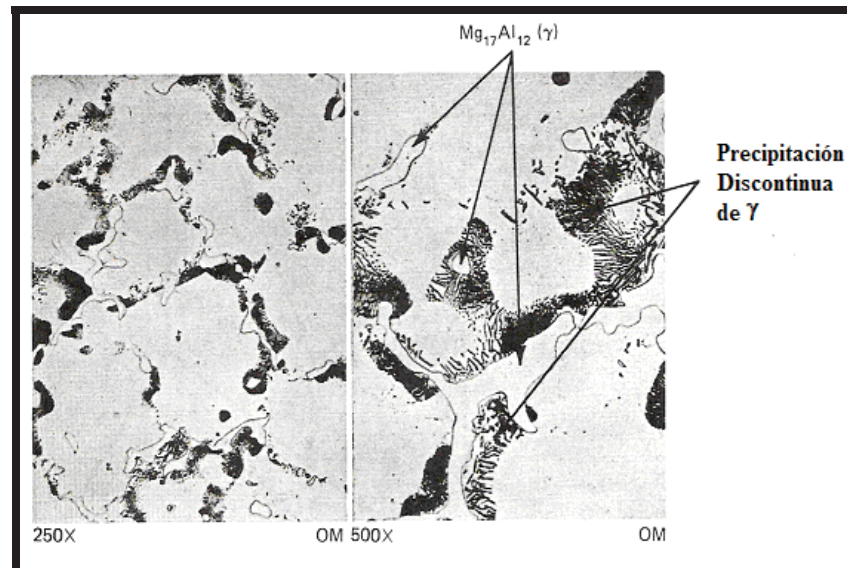


Figura 1.6a Microestructura de una aleación Mg-9Al-2Zn en la condición de colada [10].

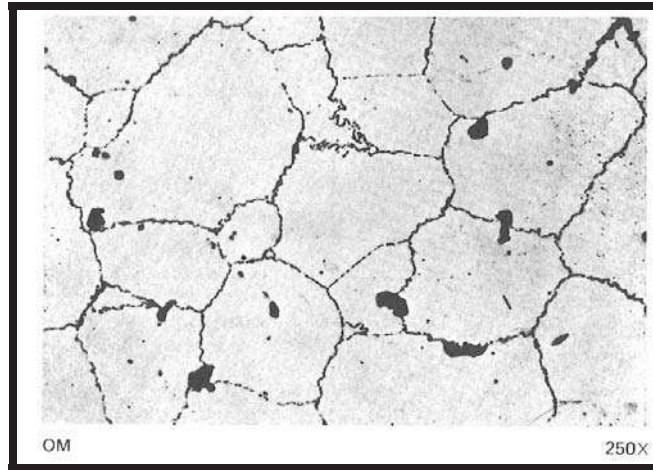


Figura 1.6b Microestructura de una aleación Mg-9Al-2Zn que ha sido tratada en solución. Los límites de grano son causados por pequeñas cantidades de precipitados discontinuos que se forman incluso en el enfriamiento rápido [10].

Resistencia al Creep.

La aleación de magnesio AZ91D ha mostrado presentar creep a temperatura ambiente bajo un esfuerzo inicial de solo 39 % su resistencia a la cedencia [40]. La aleación colada en dados más comúnmente utilizada AZ91D, comienza a presentar creep a temperaturas arriba de 100 °C y tiene una temperatura máxima de operación de 125 °C [41]. Debido a su pobre comportamiento al creep, no es conveniente utilizar esta aleación en trenes de potencia y en los bloques del motor. Ambos operan a temperaturas de 100 °C o más y son unidos mediante tornillos roscados de manera que el creep se convierte en factor clave para estas aplicaciones [6].

1.8.2 Aleaciones Mg-Al-Si.

Los primeros desarrollos en la mejora de las propiedades de creep del magnesio fueron hechos en el año 1960 por Volkswagen [20], se basaba en el sistema Mg-Al-Si. El silicio tiene el efecto de reducir la cantidad de la fase $Mg_{17}Al_{12}$ al combinarse con el magnesio para formar partículas finas relativamente duras del compuesto Mg_2Si en los límites de grano. La fase Mg_2Si tiene varias ventajas en el sistema Mg-Al, tales como alto punto de fusión (1085 °C), alta dureza (460 HV0.3), baja densidad (1.9 gr cm^{-3}), y bajo coeficiente de expansión térmica ($7.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) [42].

Estas aleaciones presentan una muy pobre mejora en la resistencia al creep, pero son difíciles de colar en dados metálicos, solo se pueden obtener buenas propiedades de tensión y creep en las condiciones de colada en dados cuando el enfriamiento rápido resulta en una dispersión fina de la fase Mg_2Si . Dos ejemplos de este tipo de aleaciones son: AS41 (Mg-4Al-1Si) y AS21 (Mg-2Al-1Si). Las aleaciones AS prueban que las adiciones de Si por debajo del punto eutéctico Mg- Mg_2Si (1.34 % Si como se muestra en la figura 1.7) ofrecen una mejora muy limitada en la resistencia a la fluencia, debido a las pequeñas fracciones de volumen de partículas de Mg_2Si presentes. Mejoras significativas en la resistencia a la fluencia requerirían un mayor contenido de silicio, es decir, aleaciones hipereutécticas.

El diagrama de fase Mg-Si (figura 1.7) muestra que la línea de liquidus de las aleaciones hipereutécticas Mg-Si, aumenta 40 °K por cada 1 % de adición de silicio, lo cual es un serio desafío para las operaciones de colada en dados. En consecuencia, las aleaciones hipereutécticas Mg-Si se han dirigido para aplicaciones en colada por gravedad o en colada por presión. Otro inconveniente en este sistema de aleación es que la gran morfología dendrítica de la fase Mg_2Si en la microestructura daña las propiedades mecánicas y la colabilidad de las aleaciones [42].

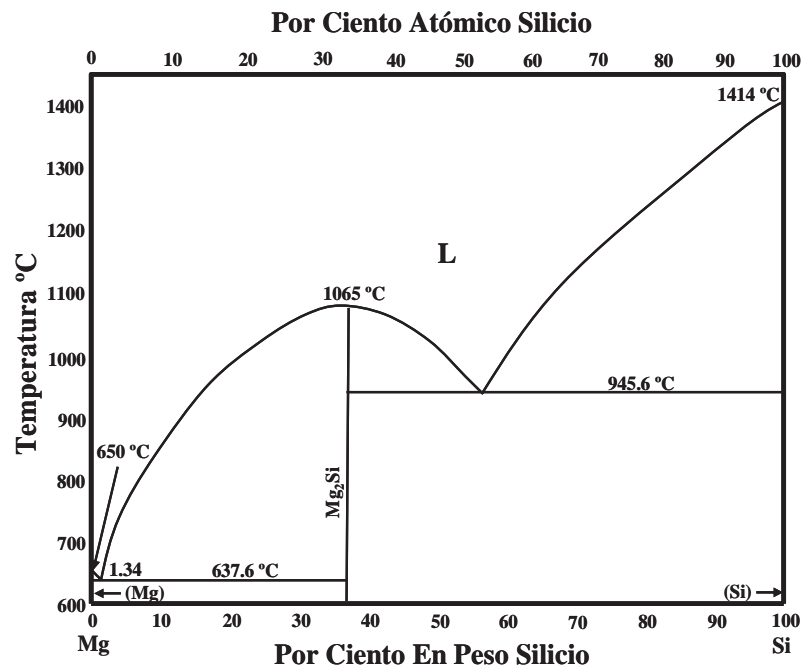


Figura 1.7 Diagrama de Fase Mg-Si [52].

La adición de otros elementos aleantes puede reforzar y endurecer el magnesio así como alterar su reactividad química. Se encontró que los elementos de las tierras raras pueden modificar la fase Mg_2Si , llevando a una redistribución homogénea de las partículas finas de Mg_2Si [42]. Recientemente, la aleación AS21 fue modificada por Hydro Magnesium con una adición de 0-15 % RE (mishmetal rico en cerio) y un bajo contenido de manganeso (0.05-0.35 % Mn). La aleación resultante, AS21X, reportó tener una resistencia a la corrosión similar a la aleación AZ91D sin pérdida en resistencia a la fluencia y otras propiedades mecánicas en comparación con la aleación AS21 [42, 43].

Microestructura.

La figura 1.8 muestra las diferencias en la microestructura entre las aleaciones AS21 y AS21X estudiadas por Pettersen *et al* [44]. Es evidente que, además del reforzamiento de la fase principal, Mg_2Si , la adición de RE a la aleación AS21 cambió las fases intermetálicas binarias Al-Mn y Si-Mn a fases ternarias Al-RE-Mn y Si-RE-Mn. La mejorada resistencia a la corrosión en la aleación AS21X se atribuyó a tales diferencias metalúrgicas en las partículas intermetálicas.

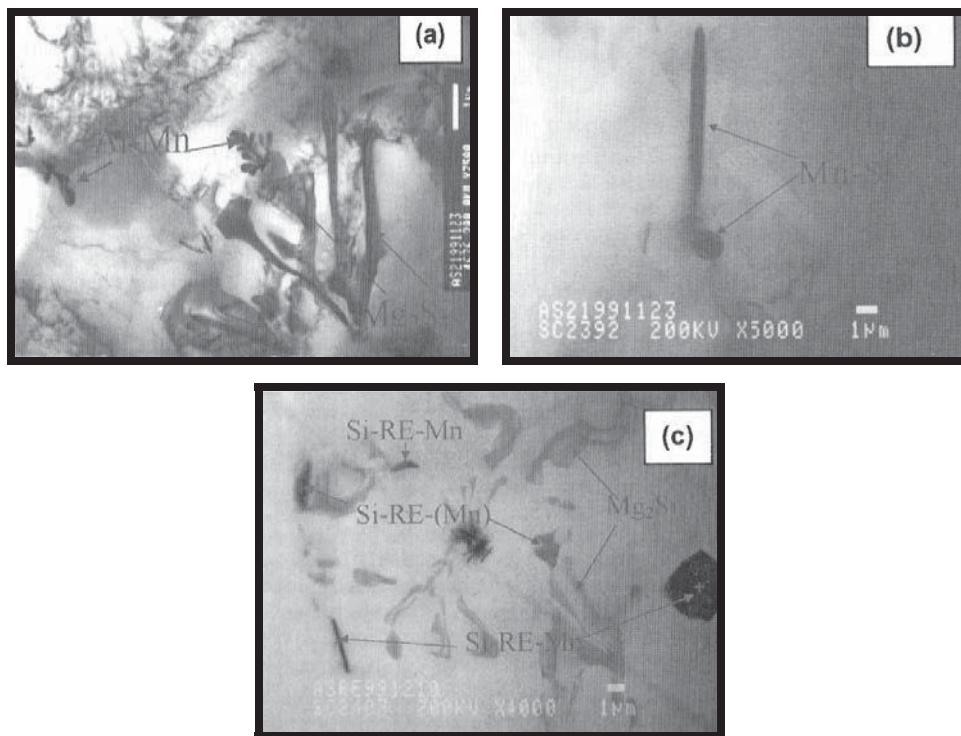
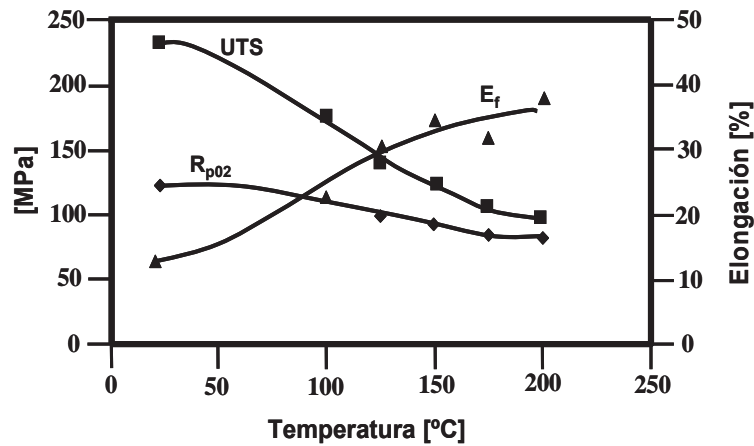


Figura 1.8: a, b) AS21 con Mg_2Si , c) AS21X con Mg_2Si y partículas Si-RE-Mn; Al-RE-Mn [44].

Propiedades de Tensión y Resistencia al Creep.

La figura 1.9 [44] muestra las propiedades de tensión de la aleación AS21X a temperaturas de 200 °C; los resultados sugieren que la resistencia a la cedencia solamente disminuye ligeramente con la temperatura mientras que la resistencia a la tensión final disminuye significativamente y la elongación aumenta dramáticamente. Como se muestra en la figura 1.10, la deformación por creep es moderada para esfuerzos de 50 MPa y temperaturas de 175 °C. Sin embargo, la deformación por creep aumenta rápidamente cuando el esfuerzo es mayor de 50 MPa, especialmente a temperaturas arriba de 150 °C [44].



UTS = Resistencia a la tensión final; R_{p0.2} = 0.2 % Resistencia a la cedencia
 Ef = Elongación a la fractura

Figura 1.9 Propiedades de tensión de la aleación AS21X [44].

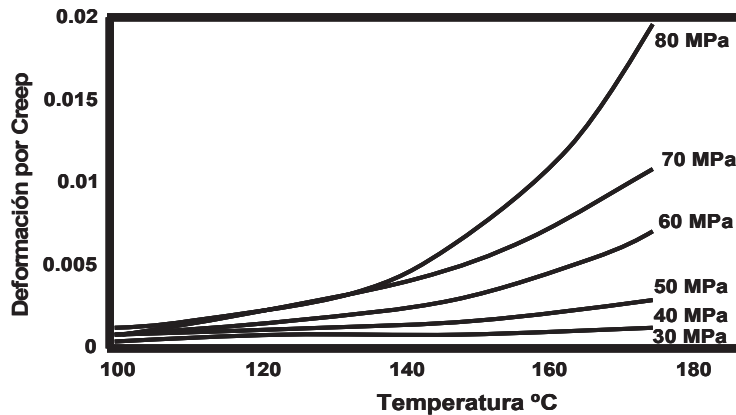


Figura 1.10 Deformación en tensión por creep en 100hrs para la aleación AS21X [44].

1.8.3 Aleaciones Mg-Al-Re.

El efecto benéfico de los elementos de las tierras raras en la resistencia de las aleaciones de magnesio fue descubierto en los años 30 [45]. En 1972, se reportó [46] que la adición de 1 % de RE en la forma de mischmetal mejora la resistencia al creep de las aleaciones basadas en Mg-Al, especialmente cuando el contenido de aluminio era bajo (menor del 4 %). Esto llevó al desarrollo de las series de aleaciones AE (AE41, AE42 y AE21) las cuales contienen de 2-4 % Al.

Las RE usadas en la aleación AE42 consisten principalmente de cerio (cerca de 67 %) y lantano (cerca de 33 %), las cuales forman la fase Al_4RE en la aleación que es una mezcla de Al_4Ce y Al_4La . Ya que estas fases se presentan en los límites de grano, proveen una barrera muy efectiva para el deslizamiento de los límites de grano [47], que es el mecanismo dominante para la fluencia en las aleaciones coladas en dados basadas en Mg-Al. Esto explica por que la aleación AE42 tiene una resistencia a la fluencia superior comparada con las aleaciones convencionales basadas en Mg-Al. Los estudios en la aleación AE42 muestran que posee un mayor porcentaje de carga compresiva inicial que la aleación AZ91D [6, 41]. Las aleaciones de la serie AE tienen una mejor resistencia al creep con respecto de la aleación AZ91D. La aleación AE42 (Mg-4 % atómico Al-2 % atómico RE) tiene una resistencia al creep mejorada sobre otras aleaciones como se muestra en la figura 1.11.

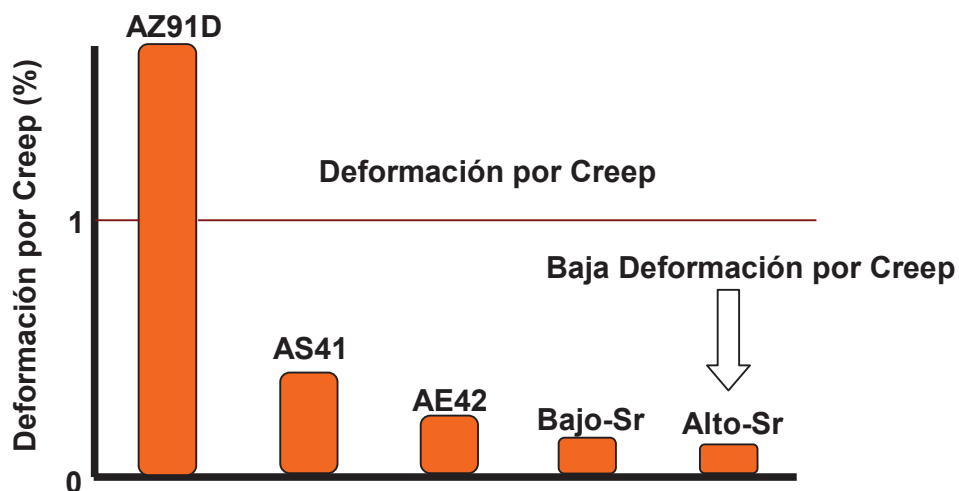


Figura 1.11 Comparación de la deformación por creep en aleaciones de magnesio. (35MPa, 150 °C, 200 hrs) [6].

A principios de los años 90, General Motors (GM) comenzó un proyecto para evaluar la aleación AE42 (Mg-4Al-RE) para aplicaciones en cajas de transmisión y cubiertas laterales [48]. La aleación AE42 es funcionalmente aceptable a temperaturas cercanas a 150 °C, pero se deteriora abruptamente arriba de esta temperatura. Estos resultados sugieren que la aleación AE42 es viable para el uso en componentes tales como cajas de transmisión, pero no se recomienda para el uso en partes del motor que están sujetos a altas temperaturas [49].

Microestructura.

La microestructura de las aleaciones de Mg-Al-RE dictamina la resistencia al creep de la aleación AE42. Para la colada de la aleación AE42 colada en dados, los investigadores están de acuerdo en los siguientes detalles microestructurales: [35, 47, 50, 51]

El Al_4RE lamelar (también reportado como $Al_{11}RE_3$) domina la microestructura interdendrítica, la cual contiene cantidades menores de la fase particular Al_2RE (figura 1.12a). [50] Debido a que la fase Al_4RE se presenta en los límites de grano, provee una barrera muy efectiva para el deslizamiento de los límites de grano.

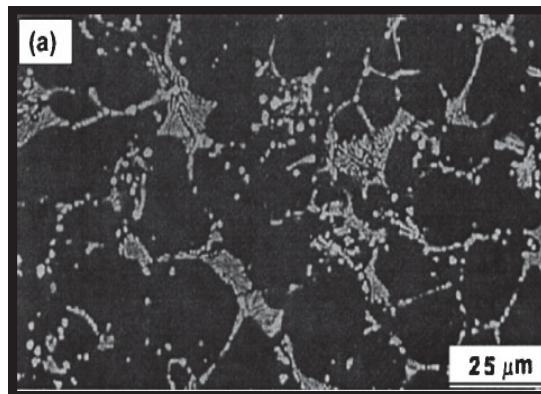


Figura 1.12a Microestructura típica de la aleación AE42 en condición de colada [50].

La fase Al_4RE tiene un punto de fusión arriba de $1200\text{ }^\circ C$ [52], lo cual explica la resistencia superior a la fluencia de la aleación AE42 así como los puntos de fusión de las fases se correlacionan con su estabilidad térmica. Desafortunadamente, la estabilidad térmica de la fase Al_4RE no va más allá de $150\text{ }^\circ C$, y por lo tanto, la aleación AE42 pierde resistencia a la fluencia arriba de esta temperatura. Un análisis microestructural muestra que la fracción de volumen de la fase Al_4RE disminuye mientras que las fases menos estables Al_2RE y $Mg_{17}Al_{12}$ se incrementan a través de las transformaciones de fase a temperaturas más elevadas tal como $175\text{ }^\circ C$ (figura 1.12b) [50].

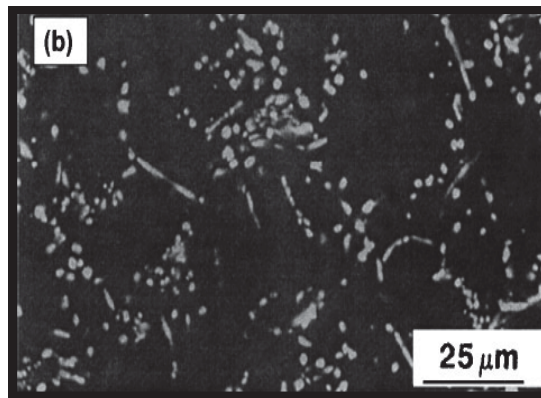


Figura 1.12b Microestructura típica de la aleación AE42 después de ser ensayada a $175\text{ }^\circ C$ [50].

Propiedades de Tensión y Creep.

La figura 1.13 compara la resistencia a la cedencia (YS) y la resistencia a la tensión final (UTS) de varias aleaciones de magnesio coladas en dados [53]. Es evidente que la aleación AE42 tiene una resistencia ligeramente menor que la aleación AZ91D a temperaturas mayores de $130\text{ }^\circ C$. Sin embargo, para temperaturas mayores de $150\text{ }^\circ C$, la resistencia de la aleación AE42 es la mayor entre todas las aleaciones comerciales coladas en dados, incluyendo las aleaciones AM (Mg-Al-Mn) y AS (Mg-Al-Si). Para la aleación AE42, las tablas 1.4 y 1.5, resumen las propiedades de tensión a temperatura ambiente y a temperaturas elevadas, y los datos de expansión por creep en 100 hrs a $177\text{ }^\circ C$ a diferentes niveles de tensión [37]. La figura 1.14 muestra una comparación de una resistencia al creep de 0.1 %

contra la temperatura para varias aleaciones de magnesio así como también una aleación de aluminio A380 [54]. Los datos muestran que la aleación AE42 tiene el mejor desempeño en creep entre las aleaciones comerciales de magnesio coladas en dados, pero continua siendo inferior que la resistencia al creep de la aleación A380.

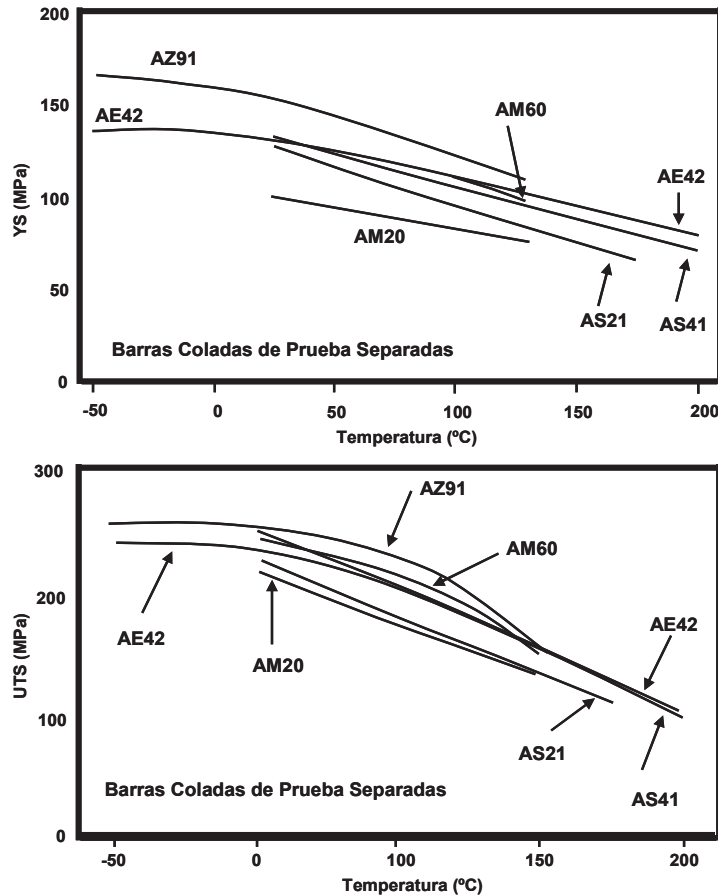


Figura 1.13 Resistencia a la cedencia (YS) y la resistencia a la tensión final (UTS) de varias aleaciones de magnesio coladas en dados [53].

Tabla 1.4 Propiedades de Tensión de la Aleación AE42 (Mg-Al-RE)

T °C	0.2 % YS, MPa	UTS, MPa	El., %
21	137	226	11
121	118	177	23
177	106	135	28
260	74	81	...
316	48	54	...

YS = Resistencia a la cedencia; UTS = Resistencia a la tensión final; El = Elongación [37].

Tabla 1.5 Expansión Total por Creep en 100 hrs (ϵ_t %) para la aleación AE42 (Mg-Al-RE) a 177 °C.

Esfuerzo, MPa	34	48	58	62
ϵ_t %	0.080	0.097	0.141	0.188

Fuente [37].

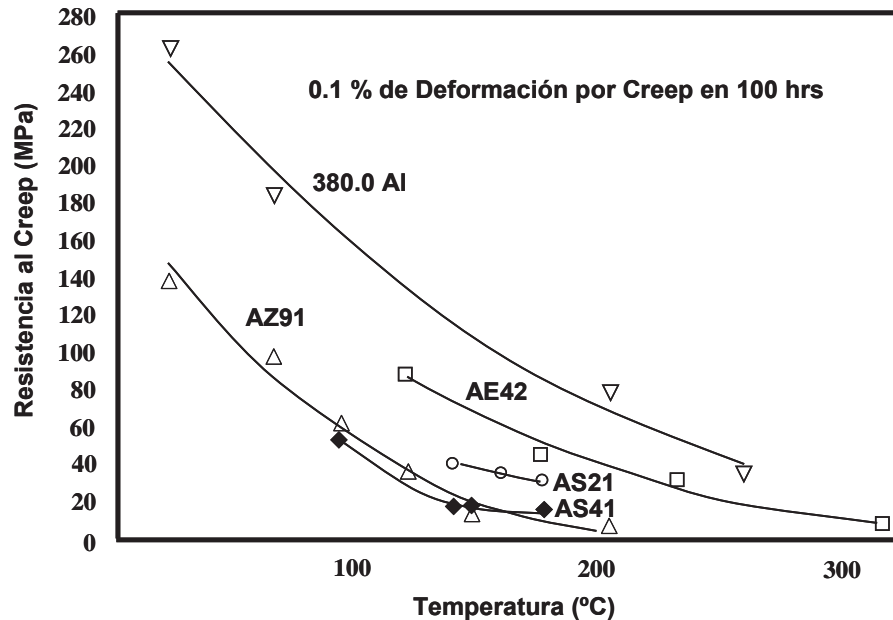


Figura 1.14 0.1% de resistencia al creep contra temperatura para varias aleaciones de magnesio en comparación con la aleación de aluminio A380 [54].

1.8.4 Aleaciones Mg-Al-Sr.

El desarrollo del sistema Mg-Al-Sr fue dirigido a reemplazar las adiciones de RE al magnesio con elementos de las tierras alcalinas [55]. Dos aleaciones experimentales desarrolladas por Noranda, AJ51x (Mg-5Al-1.2Sr) y AJ52x (Mg-5Al-1.8Sr) mostraron tener propiedades superiores de tensión a elevadas temperaturas y resistencia al creep que las aleaciones de magnesio convencionales coladas en dados [55]. Estudios de colabilidad [56-58] en las aleaciones AJ sugirieron que se requerían para obtener coladas de buena calidad una alta temperatura de fusión, alta temperatura en la superficie de los dados y una modificación en los dados para llenar de manera rápida sus cavidades. Con ciertas modificaciones a los procesos, la aleación AJ52x fue exitosamente colada en las paredes delgadas de partes tales

como cámaras de aceite y cubiertas de válvulas [58]. El sistema Mg-Al-Sr es una aleación recientemente desarrollada dentro de las aleaciones ligeras de magnesio resistentes a alta temperatura. El sistema Mg-Al-Sr es usado por la BMW en la fabricación de bloques de motor colados en dados [59]. Este sistema tiene excelentes propiedades mecánicas, buena resistencia a la corrosión y excelente colabilidad. Las aleaciones de magnesio con adición de estroncio tienen una mejor resistencia al creep que otros sistemas de aleación como se muestra en la figura 1.11. Las propiedades de tensión del sistema Mg-Al-Sr a 150 °C fue superior que para la aleación AE42. La resistencia a la corrosión de las aleaciones Mg-Al-Sr es similar a la de la aleación AZ91D y mejor que para la aleación AE42, lo cual indica que el estroncio no tiene un efecto perjudicial en las propiedades de corrosión [20].

Microestructura.

La microestructura de las aleaciones Mg-Al-Sr (figura 1.15) fue caracterizada por Pegguleryuz y Baril [55]. No se observó ninguna partícula de la fase $Mg_{17}Al_{12}$ en la microestructura de las aleaciones AJ51x y AJ52x coladas en dados. Se cree que la remoción de la fase $Mg_{17}Al_{12}$ es la responsable de la mejor resistencia al creep. La super saturación del aluminio en la matriz del magnesio que rodea a las partículas de la segunda fase fue relativamente baja. Se propusieron varios posibles compuestos ternarios Mg-Al-Sr para la segunda fase en la microestructura colada en dados, pero no se dio ninguna identificación o confirmación de la estructura cristalina en el artículo [55].

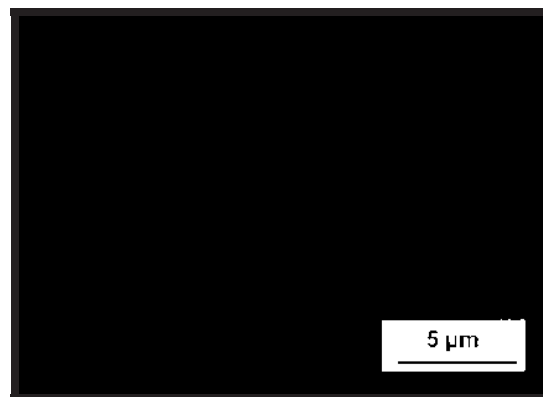


Figura 1.15 Microestructura de la Aleación AJ51x [55].

Propiedades de Tensión y Resistencia al Creep.

La tabla 1.6 nos da las propiedades de tensión de dos aleaciones AJ, indicando que las resistencias a la tensión de las aleaciones Mg-Al-Sr a temperaturas elevadas son mayores que aquellas para las aleaciones AE42 y AS41. La resistencia a la cedencia y la resistencia a la tensión final de las aleaciones a 175 °C sobrepasaron también a la aleación AZ91D [55].

Tabla 1.6 Propiedades de Tensión de las Aleaciones AJ (Mg-Al-Sr) a Temperatura Ambiente, 150 °C y 175 °C.

Aleación	UTS, MPa	YS, MPa	El, %
Temperatura Ambiente			
AZ91D	239	157	4.7
AE42	226	135	9.2
AS41	249	132	8.9
AJ52x	202	145	4.0
AJ51x	233	138	8.8
A380	290	155	3.2
150 °C			
AZ91D	170	105	18.0
AE42	142	87	22.5
AS41	153	94	16.8
AJ52x	164	108	13.6
AJ51x	149	102	16.4
A380	255	149	6.4
175 °C			
AZ91D	138	89	20.5
AE42	121	81	23.1
AS41	127	85	18.0
AJ52x	148	103	14.8
AJ51x	133	97	21.4
A380	248	154	7.1

Fuente [55].

La tabla 1.7 nos da las propiedades de creep por tensión de las aleaciones AJ a 150 °C y 175 °C bajo una carga de esfuerzos de 35-50 MPa [55]. Como se puede observar en la tabla 1.7, ambas aleaciones AJ52x y AJ51x tienen una mayor resistencia al creep que las otras aleaciones de magnesio y que las aleaciones de aluminio A380 a 150 °C y 175 °C bajo esfuerzos de tensión de 35 MPa. Resultados similares en las pruebas de retención de cargas fijas indican que la aleación AJ52x tiene una mejor resistencia al creep bajo una carga compresiva [58, 60].

La tabla 1.7 muestra también que la resistencia a la corrosión por salpicaduras de sal de las aleaciones Mg-Al-Sr es comparable a la de las aleaciones AZ91D y AE42. Se reportan también otras propiedades tal como conductividad térmica y módulo de Young contra temperatura de servicio [60].

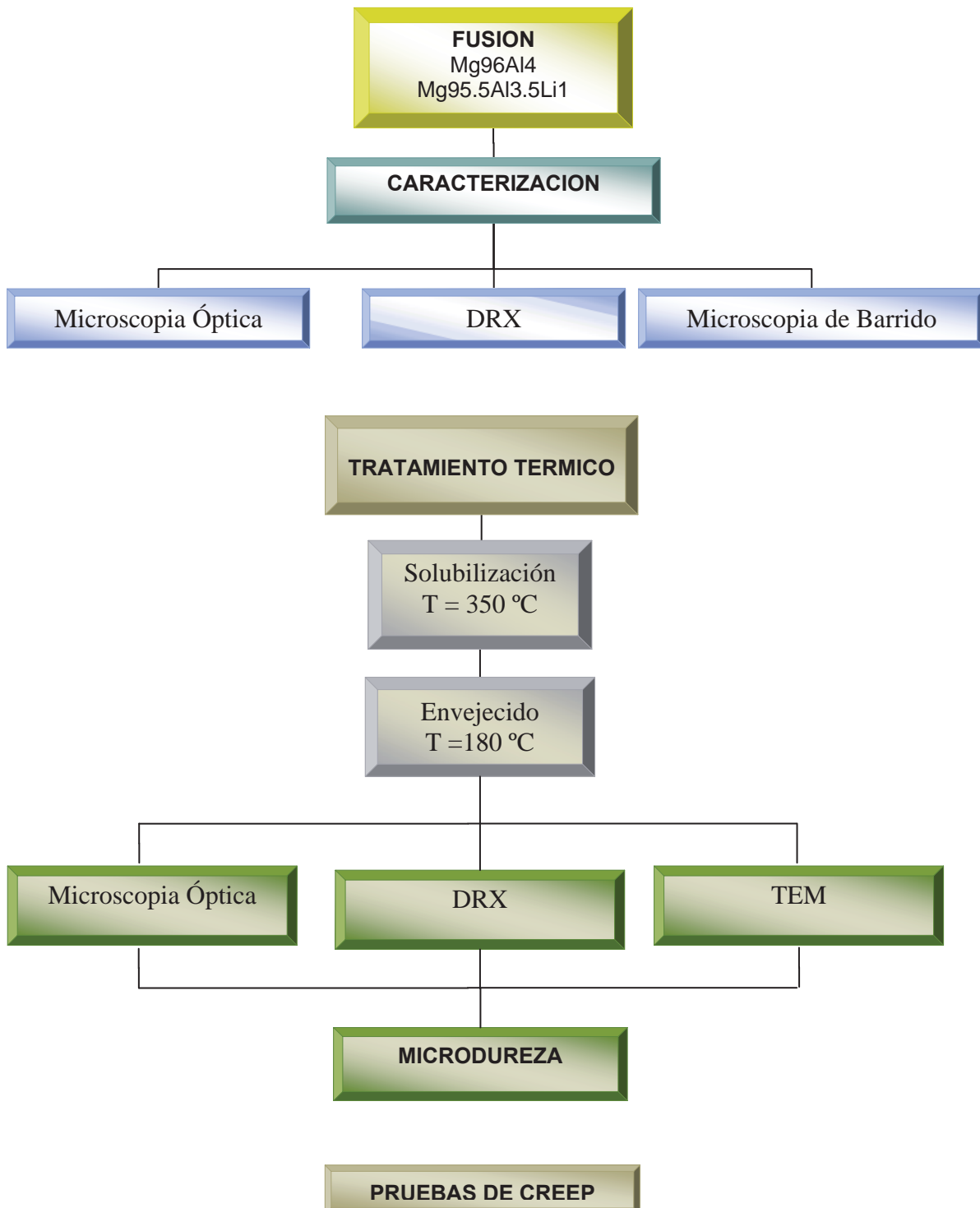
Tabla 1.7 Propiedades de Creep (valores de ϵ_t) y de Corrosión de las Aleaciones AJ (Mg-Al-Sr).

Aleación	35 MPa/200 hrs		50 MPa/150 °C		Índice de Corrosión mg cm ⁻² por día
	150 °C	175 °C	200 hrs	500 hrs	
AZ91D	1.21	1.84	2.7	6.35	0.10
AE42	0.07	0.14	0.06	0.084	0.21
AS41	0.13	0.50	0.45	0.735	0.16
AJ52x	0.03	0.09	0.03	0.033	0.09
AJ51x	0.07	0.05	0.07	0.092	0.14
A380	0.18	0.15	0.08	0.099	0.34

Fuente [55].

CAPÍTULO II. DESARROLLO EXPERIMENTAL.

La fabricación, caracterización y ensayos para las aleaciones de magnesio se llevó a cabo de acuerdo al siguiente diagrama.



2.1 FABRICACIÓN DE LAS ALEACIONES.

Como el objetivo del trabajo es fabricar y caracterizar una aleación basada en el sistema Mg-Al, al cual se le va a adicionar como material de refuerzo el elemento litio, se optó por fabricar dos tipos de aleaciones: una sin la adición del elemento litio (Mg96Al4), y otra con la adición de litio (Mg95.5Al3.5Li1), con el propósito de hacer más evidente el efecto del litio en la aleación.

2.1.1 Materiales y Métodos.

La fusión de las aleaciones se llevó a cabo en un horno de inducción (Inductotherm, Power-Trak 35-39) figura 2.1, dentro del laboratorio de fundición del IIM. Se adquirieron para este propósito tubos de vidrio pyrex (borosilicato) resistentes a elevadas temperaturas con la finalidad de llevar a cabo la fusión de los elementos de aleación en el interior de los mismos y obtener después de la solidificación, aleaciones con sección cilíndrica del orden de la dimensión de los tubos, las dimensiones de los tubos son 2.5 cm de diámetro x 25 cm de longitud. Los elementos utilizados con los que se contaba para llevar a cabo la fabricación de las aleaciones son: barras rectangulares de magnesio con una pureza mayor de 99.8 %, gránulos de aluminio con 99.9 % de pureza y una barra de litio de 5.7 cm de diámetro con un 99.9 % de pureza.



Figura 2.1 Horno de Inducción (Inductotherm, Power-Trak 35-39).

2.1.2 Preparación de los Elementos para la Fusión.

La preparación de los elementos de aleación se llevó a cabo de la siguiente forma: de una barra rectangular de magnesio se cortaron utilizando una segueta mecánica, pequeñas secciones de 2.54 cm x 2.54 cm x 16 cm aproximadamente, posteriormente se les hizo un maquinado en un torno con el propósito de cambiar la sección rectangular a cilíndrica para maximizar el espacio ocupado al interior del tubo, ver figura 2.2.



Figura 2.2 Preparación del magnesio.

En el caso del aluminio no fue necesario hacerle ninguna preparación ya que su presentación es en forma de gránulos, Figura 2.3.

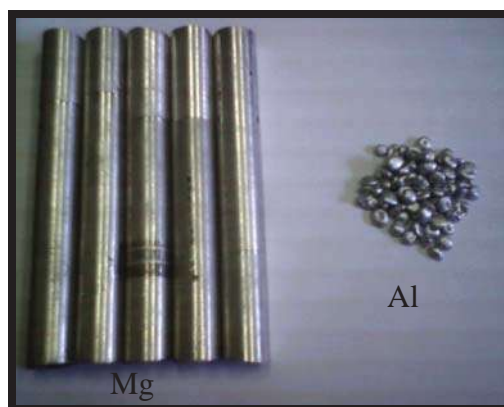


Figura 2.3 Magnesio y aluminio preparados para la fusión.

Debido a la alta reactividad del elemento litio (Figura 2.4) con el medio ambiente, justo antes de realizar la fusión se cortaron de una barra cilíndrica de 5.7 cm de diámetro pequeñas secciones equivalentes al porcentaje en peso de la carga necesaria, estas pequeñas secciones fueron recubiertas con papel aluminio para minimizar el efecto de oxidación provocado por el ambiente y se insertaron en una varilla de acero de bajo carbón con el propósito de hacer más fácil la incorporación de este elemento a la aleación.



Figura 2.4 Secciones de litio.

2.1.3 Balance de Carga.

Una vez realizada la preparación de los elementos de aleación se procedió a realizar el balance de carga para obtener dos tipos de aleaciones: Mg96Al4 y Mg95.5Al3.5Li1. Se pesaron cada uno de los elementos para que concordaran con el porcentaje en peso: Mg 96 wt %, Al 4 wt %, y Mg 95.5 % wt %, Al 3.5 wt %, Li 1 wt %. A continuación se muestra un ejemplo de cómo se obtuvo el balance de carga para la fabricación de las aleaciones:

Para la aleación Mg96Al4: Como las barras cilíndricas de magnesio tienen un peso aproximado de 100 gr y esto corresponde al 96 % del peso de la aleación se aplica una regla de tres para encontrar la cantidad en peso necesaria de aluminio correspondiente al 4% de la aleación.

$$100 \text{ gr Mg} \rightarrow 0.96 \text{ wt } \%$$

$$\underline{(x) \text{ gr Al} \rightarrow 0.04 \text{ wt } \%}$$

$$(x) \text{ gr Al} = \frac{(100 \text{ gr})(0.04 \text{ wt } \%)}{0.96 \text{ wt } \%} = 4.166 \text{ gr Al}$$

$$\text{Mg} = 100 \text{ gr}$$

$$\text{Al} = 4.166 \text{ gr}$$

De la misma manera se hace el cálculo para la fabricación de la aleación Mg95.5Al3.5Li1 el cual nos da:

$$100 \text{ gr Mg} \rightarrow 0.955 \text{ wt } \%$$

$$(x) \text{ gr Al} \rightarrow 0.035 \text{ wt } \%$$

$$\underline{(x) \text{ gr Li} \rightarrow 0.01 \text{ wt } \%}$$

$$(x) \text{ gr Al} = \frac{(100 \text{ gr})(0.035 \text{ wt } \%)}{0.955 \text{ wt } \%} = 3.66 \text{ gr Al}$$

$$(x) \text{ gr Li} = \frac{(100 \text{ gr})(0.01 \text{ wt } \%)}{0.955 \text{ wt } \%} = 1.047 \text{ gr Li}$$

$$\text{Mg} = 100 \text{ gr}$$

$$\text{Al} = 3.66 \text{ gr}$$

$$\text{Li} = 1.047 \text{ gr}$$

Una vez hecho el balance de carga para la fabricación de la aleación Mg 96Al4 se coloca en primer lugar el aluminio dentro del tubo y después el magnesio, al tubo se le colocó un tapón hecho de cemento refractario con dos aberturas para inducirle un flujo de gas argón con el propósito de evitar la oxidación e inflamación del magnesio al momento de la fusión, ver figura 2.5.



Figura 2.5 Tubo Preparado para la Fusión.

2.1.4 Fusión de los Elementos de Aleación.

Ya que el tubo esta listo se verifica que el horno de inducción se encuentre en las condiciones óptimas de operación para llevar a cabo la fusión, a continuación se introduce el tubo preparado dentro del horno el cual se enciende a una intensidad de corriente baja, y esta se incrementa después de un período de tiempo de 10 a 15 minutos, para evitar la oxidación e inflamación del magnesio se protege la atmósfera al interior del tubo haciendo pasar un flujo de gas argón a través de una de las aberturas del tapón hecho con cemento refractario hasta que la fusión del magnesio y del aluminio esta completa, la aleación resultante se agita con una varilla de acero de bajo carbón. Posteriormente se retira el tubo de vidrio del horno con la ayuda de unas pinzas metálicas y se deja solidificar la aleación a temperatura ambiente. Para obtener la aleación se rompe el tubo de vidrio, el cual deja una capa negra que recubre la aleación, esto hace necesario hacer un maquinado en un torno con el propósito de retirar esta capa.

Para el caso de la aleación con adición de litio Mg95.5Al3.5Li1 se siguen los mismos pasos que en la aleación anterior, una vez que la fusión del magnesio con el aluminio esta completa se le agrega el elemento litio (1 wt %) a través de una de las aberturas del tapón con

la ayuda de la varilla de acero de bajo carbón, una vez incorporado el litio a la mezcla se retira la varilla completando de esta manera la fusión de la aleación. A manera de recomendación se debe tener especial cuidado al momento de introducir el litio ya que este es extremadamente reactivo y tiende a provocar una pequeña explosión al momento de hacer contacto con el metal fundido. De igual manera, para obtener la aleación es necesario hacer un maquinado en un torno con el propósito de retirar la capa negra que recubre a la aleación.

2.2 PREPARACIÓN METALOGRAFICA.

De las aleaciones obtenidas se cortaron mediante un disco abrasivo pequeñas secciones de aproximadamente 2.3 cm de diámetro x 0.5 cm de espesor en un discothon, estas secciones son útiles para realizar tanto la caracterización microestructural de las muestras como el tratamiento térmico (Figura 2.6). Cabe señalar que las secciones fueron cortadas de la parte del fondo, la parte media y la parte superior de la aleación, con el propósito de observar si existía variación microestructural producto de la solidificación.



Figura 2.6 Secciones de la parte del fondo, la parte media y la parte superior de la aleación para realizar el análisis microestructural.

2.2.1 *Desbaste, Pulido y Ataque.*

Se debe poner especial cuidado al momento de realizar el procedimiento de desbaste y pulido, ya que durante las abrasiones de estas aleaciones se pueden producir uniones mecánicas. Por lo tanto se necesitan tratamientos especiales completos para el pulido de asperezas. Cuando se usan los tratamientos estándar de pulido ocurre un ataque corrosivo serio. Se recomienda en algunas ocasiones que un inhibidor, tal como el bicromato de potasio, se adhiera al paño de pulido para eliminar este ataque; el inhibidor puede ser exitoso en este respecto pero

usualmente forma una película en la superficie la cual puede interferir seriamente con el subsecuente ataque con ácido. Las mejores precauciones que pueden tomarse son: usar un líquido no ionizable tal como el glicol propileno al momento de pulir, usar los mínimos tiempos de pulido, y lavar la superficie de la muestra con alcohol inmediatamente después de removerla del paño.

Las muestras fueron sometidas a desbaste utilizando abrasivos de carburo de silicio de números 80, 400, 600 y 1500. El desbaste se recomienda hacerlo sin agua con suaves pasadas aplicado muy poca presión a la muestra ya que de lo contrario se corre el riesgo de formar maclas debido a la suvidad de la aleación.

Posterior al desbaste, a las muestras se les realizó un pulido grueso en un paño de nylon, utilizando una suspensión de diamante con partícula de 6 μm como abrasivo y lubricado con alcohol, seguido de un pulido fino en un paño mas suave con una suspensión de diamante de 1 μm , para obtener un mejor acabado se les aplicó un pulido final con suspensión de diamante de $\frac{1}{2}$ μm . Debido a la suavidad de la superficie, esta es muy susceptible al rallado y por tanto, para obtener mejores resultados se recomienda utilizar revoluciones del orden de las 350 r.p.m y mantener todo el tiempo perfectamente bien lubricado el paño para evitar la aparición de manchas en la superficie de las muestras.

Una vez libres de ralladuras y con acabado espejo, las muestras fueron atacadas utilizando como reactivo Nital al 2 % (Ácido Nítrico, conc 2 ml + Alcohol Etílico, abs 100ml) para revelar la estructura. La forma más simple de realizar el ataque, es colocar la muestra en el fondo de un vaso de precipitado que contiene la solución de ácido para el ataque, la superficie pulida de la muestra debe estar en posición horizontal y con la cara hacia arriba. El tiempo de exposición de las muestras con el reactivo no debe exceder los 5 segundos para evitar sobre atacar las muestras.

2.3 CARACTERIZACIÓN DE LAS ALEACIONES.

Se realizó una completa caracterización de estas aleaciones, mediante las técnicas de microscopía óptica, difracción de rayos-X, microscopía de electrónica de barrido y microscopía electrónica de transmisión para determinar la morfología e identidad de las fases presentes en la microestructura.

2.3.1 Microscopía Óptica.

Las muestras fueron observadas en un microscopio metalúrgico invertido Nikon EPHIPHOT 300 (figura 2.7), equipado con una cámara digital Nikon COLPIX 9500 para fotografía. El propósito fue observar si existía variación microestructural producto de la solidificación así como la naturaleza de cada una de las aleaciones.

2.3.2 Difracción de Rayos X.

Sobre las muestras metalográficas preparadas se realizaron ensayos de difracción de rayos-X (XRD), para la identificación de las fases presentes en cada una de las aleaciones. El ensayo se realizó para cada muestra en un difractómetro SIEMENS 5000 (figura 2.7), utilizando radiación Cu-K α en un rango de 2θ de 10° a 90° , con un paso de 0.020.



Figura 2.7 Microscopio óptico y difractómetro de rayos-X utilizados en la observación y en la adquisición digital de la microestructura de las aleaciones.

2.3.3 Microscopía Electrónica de Barrido.

Sobre las mismas muestras se realizó la caracterización de las aleaciones en el microscopio electrónico de barrido, marca Jeol 6400 (Figura 2.8) operado a 20 kV para obtener imágenes y fotografía a mucha mayor magnificación que el microscopio óptico y también para efectuar microanálisis por energía dispersiva (EDS) a las fases presentes en la microestructura.



Figura 2.8 Microscopio electrónico de barrido utilizado en la caracterización de las aleaciones Mg96Al4 y Mg95.5Al3.5Li1 en condición de colada.

2.3.4 Microscopía Electrónica de Transmisión.

Se completó la caracterización de las aleaciones en el microscopio electrónico de transmisión. Para llevar a cabo el análisis, se seleccionó en base a los resultados obtenidos del ensayo de microdureza la muestra tratada térmicamente en solución y la muestra envejecida 24 horas, de estas muestras se cortaron pequeñas secciones transversales de 1 mm de espesor con una sección rectangular de aproximadamente 0.4 cm x 2 cm utilizando una cortadora de disco de diamante (Figura 2.9). La cortadora de disco de diamante de baja velocidad es un equipo fundamental en el laboratorio de materiales para el corte y seccionamiento de una amplia variedad de muestras de tamaño pequeño y manipulación delicada. Proporciona una superficie de corte de alta calidad, sin deformaciones importantes y con mínima rebaba.

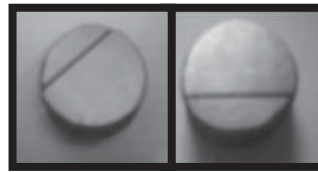


Figura 2.9 Cortadora de disco de diamante utilizada para obtener las secciones de las muestras para el análisis por MET y las muestras tratadas térmicamente de las cuales fueron retiradas las secciones para realizar los análisis.

A las secciones obtenidas se les realizó un desbaste con abrasivo de carburo de silicio de número 1500 para obtener un espesor del orden de las micras. La preparación final de las muestras fue realizada en el lugar donde se llevó a cabo el análisis.

2.4 TRATAMIENTO TÉRMICO.

Los tratamientos térmicos aplicados a las aleaciones fabricadas fueron seleccionados de acuerdo a la bibliografía como aquellos que mejoran las propiedades mecánicas de este tipo de aleaciones, los cuales son: tratamiento térmico de solución y tratamiento térmico de precipitación o envejecido.

2.4.1 Tratamiento Térmico de Solución.

El tratamiento térmico de solución se aplicó a las muestras utilizando un horno de resistencias eléctricas, ver figura 2.10, a una temperatura de 350 °C por un período de 3 horas para posteriormente aplicarles un temple en agua con el propósito de retener la estructura de alta temperatura.



Figura 2.10 Horno de resistencias eléctricas utilizado para los tratamientos térmicos de solución (3 horas a 350 °C) y precipitación (2, 4, 6, 8, 12, 15, 18, 24, 30, 40, 50 horas a 180 °C) aplicados a las aleaciones.

2.4.2 Tratamiento de Precipitación.

El tratamiento de precipitación fue aplicado a las muestras a las cuales se les realizó el tratamiento de solución, este se llevó a cabo a una temperatura de 180 °C con la siguiente variación en tiempos: 2, 4, 6, 8, 12, 15, 18, 24, 30, 40, 50 hrs., se utilizó una muestra para cada tiempo de envejecido y el tratamiento fue realizado de manera independiente para cada una de ellas con el propósito de evitar la pérdida de calor y por ende de temperatura en las muestras producto de la apertura del horno. Una vez completado el tiempo de precipitación las muestras fueron retiradas del horno con ayuda de unas pinzas metálicas y dejadas enfriar a temperatura ambiente.

A continuación se presenta un diagrama del tratamiento térmico aplicado a las aleaciones.

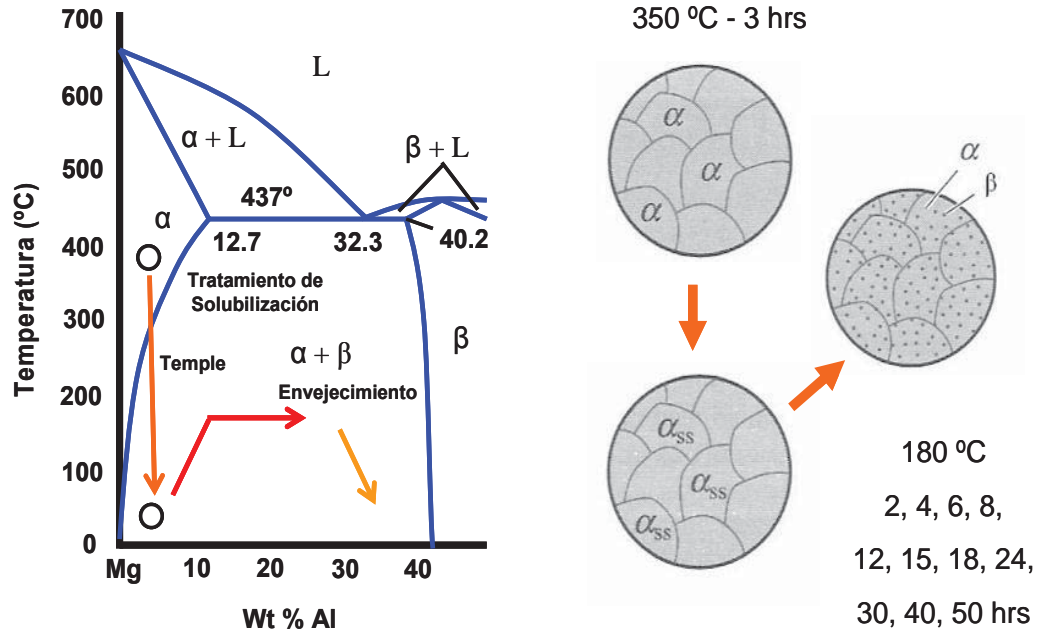


Figura 2.11 Diagrama del tratamiento térmico aplicado a las aleaciones.

2.5 ENSAYO DE DUREZA

A las muestras tratadas térmicamente se les aplicó un ensayo de microdureza Vickers con la finalidad de encontrar el tiempo de envejecido al cual se obtienen las mejores propiedades. De cada muestra se obtuvo un promedio de la medición de tres indentaciones para obtener su dureza de acuerdo a la siguiente formula:

$$HV_{5P} = \frac{9,266.67}{d^2}$$

donde: 5P=0.005 kg

d = valor promedio de las diagonales medidas en las improntas

2.6 ENSAYO DE CREEP

El índice secundario de creep ($\dot{\epsilon}$) de aleaciones basadas en magnesio y Mg-Al se encuentra en los siguientes rangos de interés para aplicaciones automotrices: tensión ($\sigma = 20\text{-}100$ MPa) y temperatura ($T = 100\text{-}250$ °C), por lo tanto se eligió llevar a cabo el ensayo de creep en un rango intermedio de estos valores, las condiciones elegidas fueron $\sigma = 45$ MPa y $T = 150$ °C. Para llevar a cabo el ensayo se diseñó y mandó a construir un dispositivo tipo palanca que permitiera alcanzar estos rangos de tensión y se adquirió un control de temperatura cuyo rango de control abarca desde los 0 °C hasta los 400 °C mediante calentamiento por resistencia eléctrica.

Como las condiciones de esfuerzo en tensión y la temperatura aplicada en un ensayo de creep son constantes, el único valor medible es la deformación de la probeta con respecto al tiempo, para tal efecto se colocó un medidor de desplazamiento para registrar la deformación de la probeta, el medidor de desplazamiento utilizado es capaz de medir desplazamientos pequeños del orden de las milésimas de pulgada. La deformación de la probeta fue constantemente monitoreada y registrada visualmente de la carátula del medidor de desplazamiento.

2.6.1 Fabricación de las Probetas.

Para el ensayo de creep se fabricaron en un torno CNC (control numérico computarizado) DYNA 3000, probetas de tensión de las aleaciones con las siguientes características (figura 2.12).

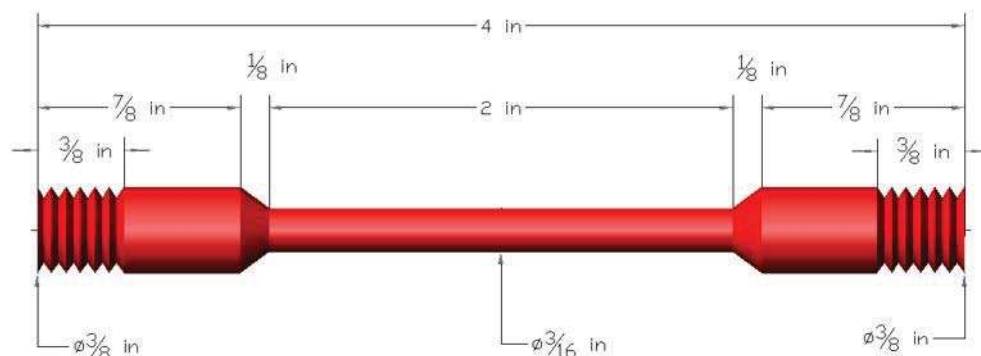


Figura 2.12 Probeta para el ensayo de creep.

Originalmente se había planteado realizar el ensayo de creep tanto a la muestra sin adición de litio Mg96Al4 en condición de colada y en condición de tratamiento térmico, así como a la muestra con adición de litio Mg95.5Al3.5AlLi1 en condición de colada y para las muestras tratadas en solución y en precipitación por 24 horas a manera de tener un punto de comparación entre ellas, pero debido a que se presentó dificultad al momento de realizar el maquinado de las probetas en el torno convencional ya que las probetas se fracturaban, se optó por realizar el maquinado de las mismas en un torno de control numérico para evitar el factor de error humano, pero aún así llegó a ocurrir la fractura de las mismas debido al diámetro de la probeta y a la penetración del inserto ya que la muestra es demasiado suave. Por tal motivo únicamente se logró realizar el ensayo de creep en las probetas que pudieron ser maquinadas en el torno de control numérico, estas corresponden a dos muestras de la aleación Mg96Al4 y a una de la muestra Mg95.5Al3.5AlLi1, a dos de las probetas obtenidas se les realizó un tratamiento térmico de solución a una temperatura de 350 °C por tres horas, estas corresponden a la muestras con y sin adición de litio a manera de tener un punto de comparación. Como recomendación, para la fabricación de las probetas en el torno de control numérico, el número de pasadas con el inserto debe ser el mayor posible para que la penetración del mismo sea muy pequeña para disminuir el riesgo de fractura en las probetas.

2.6.2 Mecanismos para el Ensayo de Creep.

Se diseñó un dispositivo tipo palanca para inducir el esfuerzo en las probetas el cual fue fabricado en acero, el diseño se muestra con detalle en las figuras 2.13, 2.14 y 2.15.

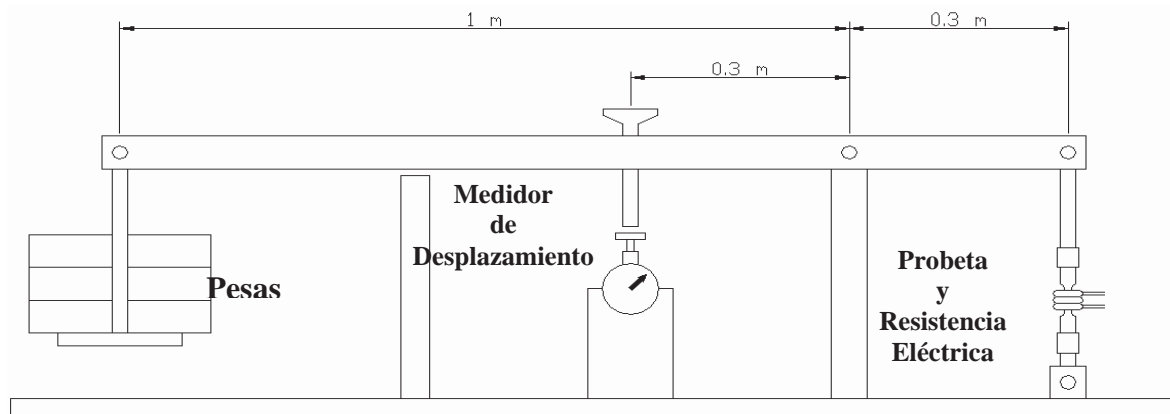


Figura 2.13 Diseño del dispositivo tipo palanca para inducir el esfuerzo en las probetas.

El calor es suministrado por una resistencia eléctrica cuya temperatura es controlada mediante un termopar en contacto con la probeta, el cual a su vez está conectado a un pirómetro con el que se ajusta la temperatura deseada en la resistencia. Una vez que la temperatura deseada es alcanzada en el termopar, el relevador del pirómetro corta y activa la corriente en la resistencia eléctrica manteniendo constante la temperatura. Para evitar la pérdida de calor al medio ambiente la resistencia fue recubierta con cemento refractario.

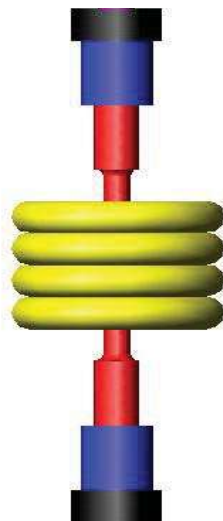


Figura 2.14 Ubicación de la resistencia eléctrica y control de temperatura utilizados en el ensayo de creep.



Figura 2.15 Ensayo de creep realizado a la aleación Mg96Al4 en condición de colada y a las aleaciones Mg96Al4 y Mg95.5Al3.5Li1 tratadas en solución ($T = 350\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 3 horas).

2.6.3 Cálculo de la Carga y el Esfuerzo que Actúa sobre la Probeta.

Además de la carga aplicada en el extremo de la palanca, deben sumarse el peso de los componentes que actúan también como carga en la probeta de manera que:

Carga total que actúa sobre la probeta:

$$m = (5.928 + 0.9 + 0.2 + 18) \text{ Kg} = 25.028 \text{ Kg}$$

Calculamos ahora la fuerza actuante:

$$\text{Como: } F = ma \Rightarrow F = (25.028 \text{ Kg}) \left(9.81 \frac{m}{seg^2} \right) = 245.52468 \text{ N}$$

De acuerdo al principio de la palanca: El efecto de cualquier fuerza aplicada a la palanca hace girar ésta con respecto al fulcro. La fuerza rotatoria es directamente proporcional a la distancia entre el fulcro y la fuerza aplicada.

$$F_{\text{carga}} \times d = F_{\text{probeta}} \times d$$

Sustituyendo Valores:

$$245.524 \text{ N} \times 1 \text{ m} = F_{\text{probeta}} \times 0.3 \text{ m}$$

De manera que la fuerza ejercida en la probeta es:

$$F_{\text{probeta}} = \frac{245.524 \text{ N} \times m}{0.3m} = 818.4156 \text{ N}$$

Calculamos ahora el esfuerzo ejercido a la probeta

Tenemos que:

$$\sigma = \frac{F}{A}$$

$$\emptyset_{\text{probeta}} = 0.1875 \text{ in}$$

El esfuerzo aplicado es entonces:

$$\sigma = \frac{F}{A} = \frac{818.4156 \text{ N}}{1.7812 \times 10^{-5} \text{ m}^2} = 459474287 \text{ Pa}$$

$$\sigma = (45947428.7 \text{ Pa}) \left(\frac{1 \text{ MPa}}{10^6 \text{ Pa}} \right) = 45.9474287 \text{ MPa}$$

CAPÍTULO III. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.

La primera parte de la sección de reporte de resultados es la caracterización completa de las aleaciones. Se ha mencionado en la sección anterior las diferentes técnicas utilizadas para analizar la estructura de las aleaciones: microscopía óptica, difracción de rayos-X, microscopía electrónica de barrido y microscopía electrónica de transmisión. A continuación se describe y discute lo obtenido mediante cada una de estas técnicas para cada una de las aleaciones.

3.1 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL.

3.1.1 Aleación Mg96Al4.

La aleación fabricada fue analizada primero mediante el microscopio óptico con el propósito de tener una idea general de la microestructura y su morfología, para posteriormente compararla con aquella con adición de litio. Este análisis, como se mencionó anteriormente en la sección de desarrollo experimental, fue realizado en diferentes regiones de la muestra así como en diferentes secciones de la aleación, para observar si existía variación microestructural producto de la solidificación, pero este no fue el caso. La Figura 3.1 muestra dos micrografías donde se observa la microestructura general de la aleación Mg96Al4 sin la adición del elemento litio. Estas micrografías fueron tomadas en regiones centrales de la muestra. La primera de ellas presenta una vista general evidenciando una estructura de granos gruesos con la presencia de pequeñas áreas de una segunda fase dispersa en los límites de grano, a mayores magnificaciones es posible observar, a mayor detalle las cantidades menores de esta segunda fase, en la micrografía se observa de color gris oscuro esa segunda fase, cuya identidad se revela más adelante. Para composiciones de magnesio y aluminio similares a esta (96 wt% - 4 wt%) de acuerdo al diagrama de equilibrio la microestructura estaría compuesta por dos fases: una solución sólida de aluminio en magnesio (α) y una fase β ($Mg_{17}Al_{12}$). A manera de comparación analizando la microestructura de la aleación con adición de zinc AZ80, mencionada en la sección de revisión bibliográfica [2], encontramos que su microestructura se

caracteriza por la presencia de precipitados de la fase $Mg_{17}Al_{12}$, dispersos a lo largo de los límites de grano, los cuales se encuentran recubiertos por un halo de color blanco, presente debido a diferencias en las características de la solución sólida α que se forma, cuyo contenido de aluminio es más alto hacia los límites de grano que en la solución sólida α presente en los granos. Esta fase α rica en aluminio es posible apreciarla en las micrografías de microscopía óptica de la microestructura de la aleación fabricada $Mg96Al4$, donde la variación en la concentración de aluminio, hacia los límites de grano provoca una variación en las características del ataque al momento de revelar la microestructura, esta fase α rica en aluminio se observa de color blanco y se presenta alrededor de los límites de grano. Debido a que el contenido de aluminio en nuestra aleación (4 wt %) es menor que el contenido de aluminio presente en la aleación AZ80 [2] (8 wt %), así como a la formación de la fase oscura, la fracción de volumen de la fase $Mg_{17}Al_{12}$ debería estar presente en menor cantidad. Para verificar la identidad de las fases presentes en la microestructura de la aleación $Mg96Al4$ se realizó un estudio de difracción de rayos X a la muestra, pero debido al bajo contenido de aluminio en la aleación así como al conteo realizado, la mayor parte de la fase $Mg_{17}Al_{12}$ se encuentra inmersa en el ruido, por lo tanto solo un pequeño pico es identificable con esta técnica. La mayoría de los picos son coincidentes con la fase magnesio. El desplazamiento hacia la derecha de los picos se debe a la distorsión de la red del magnesio por los átomos de soluto del aluminio que se encuentran en solución sólida. El patrón de difracción obtenido se muestra en la figura 3.2.

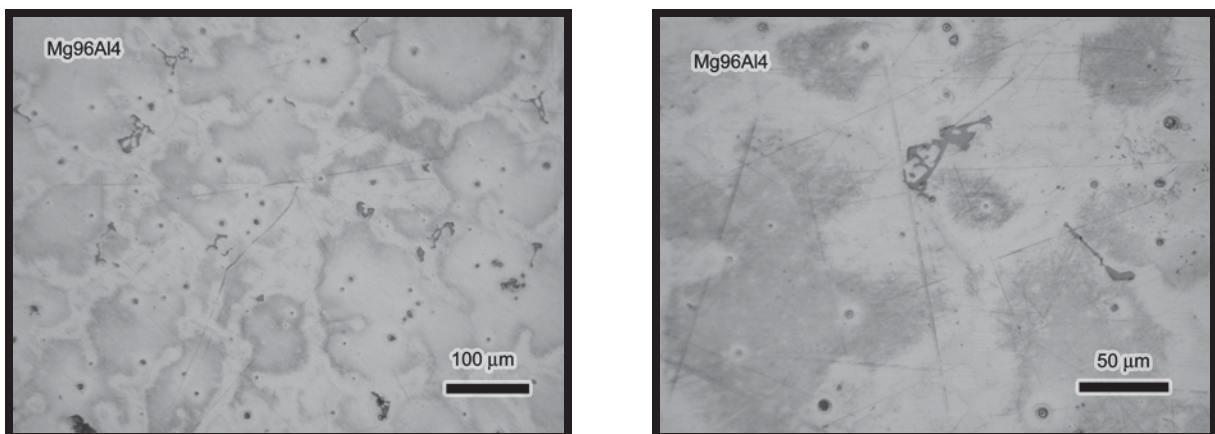


Figura 3.1 Micrografías de microscopía óptica mostrando la microestructura general y de detalle de la aleación $Mg96Al4$ (Mg 96 wt% - Al 4 wt%). La microestructura muestra la presencia de la fase α rica en aluminio hacia los límites de grano.

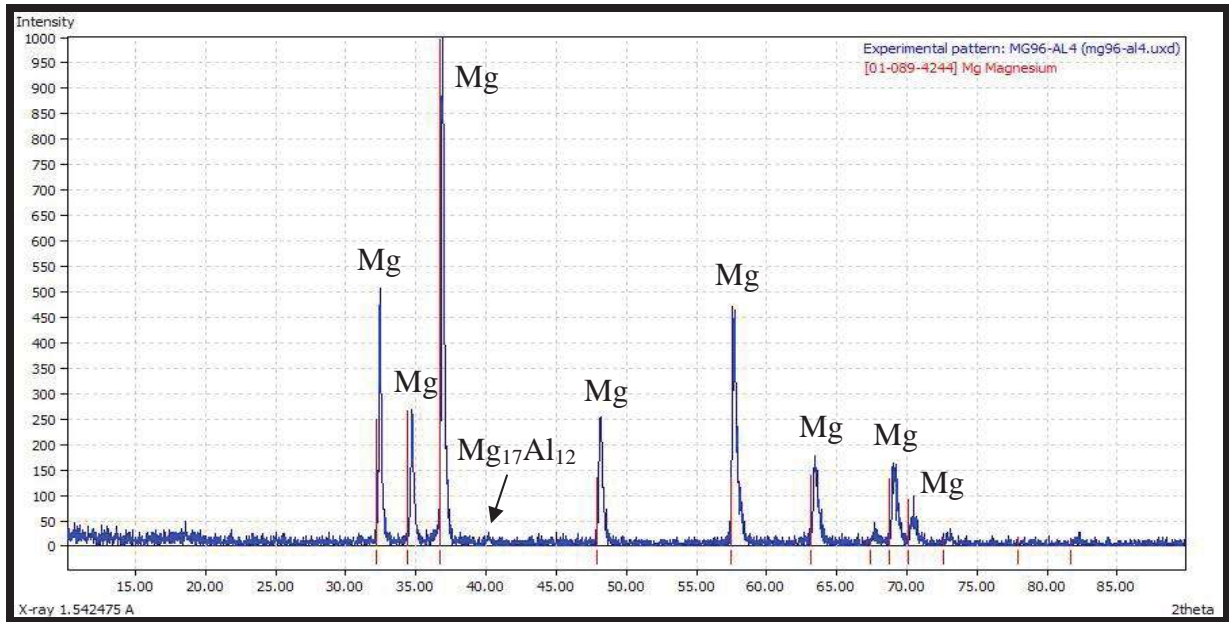


Figura 3.2 Patrón de difracción de rayos-X de la aleación Mg96Al4 (Mg 96 wt% - Al 4 wt%). En este patrón solo un pequeño pico es coincidente con la fase Mg₁₇Al₁₂, ya que la mayoría de los picos son característicos del magnesio.

Mediante la ayuda del microscopio electrónico de barrido y específicamente mediante análisis químico puntual por espectrometría de energía dispersiva (EDS), fue posible la identificación estequiométrica de las fases presentes en la microestructura. La Figura 3.3 muestra una micrografía de MEB donde se muestran las fases presentes y además un patrón de EDS tomado para el análisis químico de la fase oscura. En la micrografía obtenida del análisis por MEB, se observa además de la fase oscura presente en los límites de grano en la microestructura observada mediante microscopía óptica, una fase blanca con algo de precipitación discontinua, las características de esta fase corresponden con las obtenidas mediante MEB en la microestructura de colada para el caso de las aleaciones con adición de manganeso AM50A y AM60B [61], donde se encontró que esta fase blanca corresponde a precipitación de la fase Mg₁₇Al₁₂ proveniente de las piletas de la fase α rica en aluminio. El análisis por EDS de la fase oscura presente en la microestructura de nuestra aleación, mostró que esta fase está compuesta por magnesio y silicio. La presencia del elemento silicio puede explicarse como contaminación proveniente del tubo de boro silicato utilizado para llevar a cabo la fusión de la aleación. Al llevar a cabo el análisis estequiométrico no se omitió la presencia de oxígeno por lo que este elemento también fue detectado en el análisis puntual, de

acuerdo a la composición estequiometrica del magnesio y el silicio, la fase oscura presente en los límites de grano de la aleación Mg96Al4, correspondería a la fase Mg₂Si. Lo anterior concuerda con lo obtenido en las aleaciones con adición de silicio AS41 y AS21 [42] mencionadas en la sección de revisión bibliográfica, donde se observó que el silicio tiene el efecto de reducir la cantidad de la fase Mg₁₇Al₁₂, al combinarse con el magnesio para formar partículas del compuesto Mg₂Si en los limites de grano.

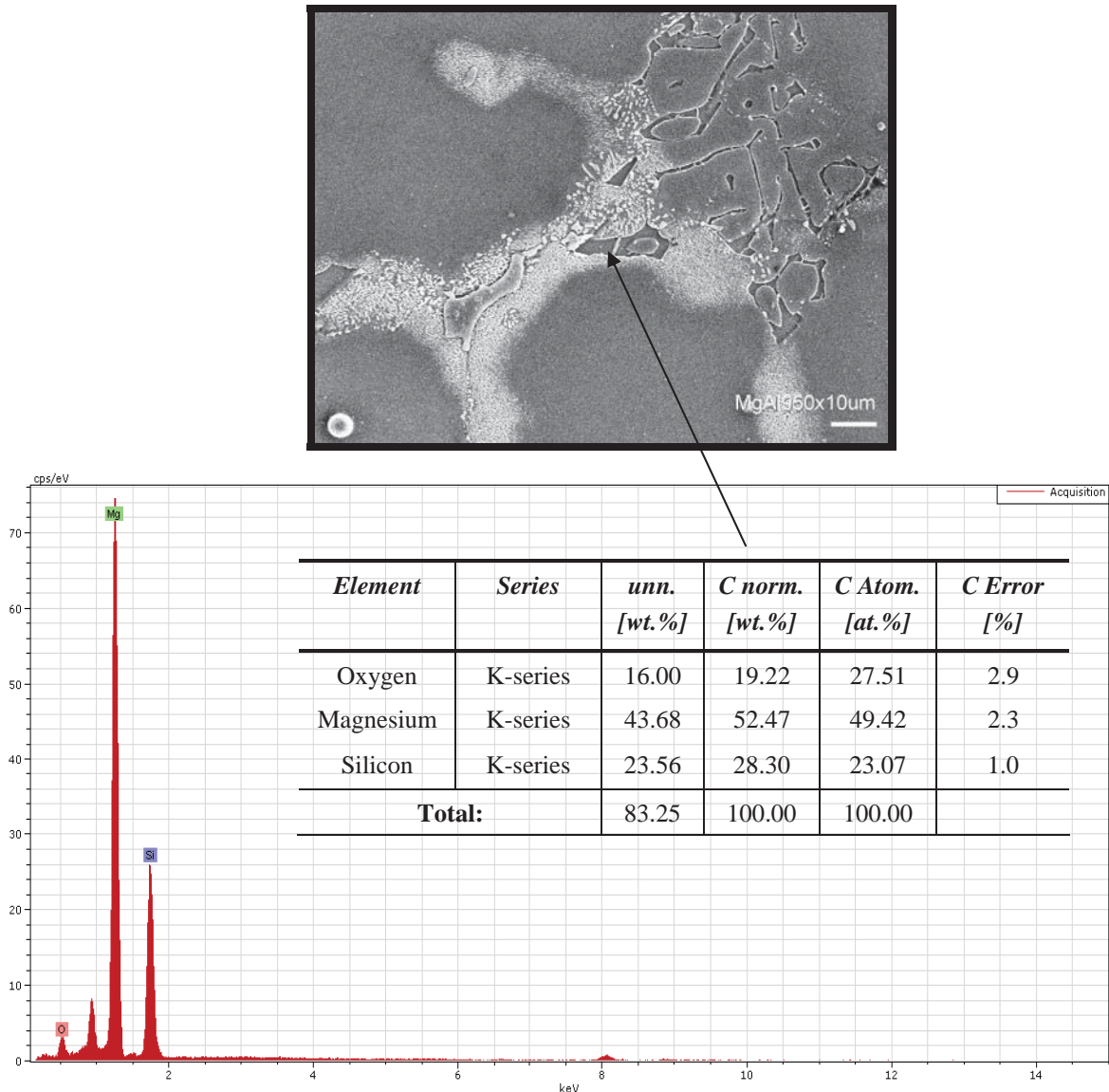


Figura 3.3 Micrografía de MEB y microanálisis por EDS de la fase oscura presente en la microestructura de la aleación Mg96Al4 (Mg 96 wt% - Al 4 wt%). El análisis estequiometrico revelo la identidad de la fase oscura como perteneciente a la fase Mg₂Si.

3.1.2 Aleación Mg95.5-Al3.5-Li1.

La aleación con adición de litio Mg95.5Al3.5Li1 fue analizada mediante el microscopio óptico con el propósito de tener una idea general de la microestructura y su morfología para tener un punto de comparación con aquella sin adición de litio (Mg96Al4). De igual manera la aleación fue analizada en diferentes regiones y secciones de la aleación con el propósito de observar si existía variación microestructural producto de la solidificación pero esto no ocurrió. La Figura 3.4 muestra dos micrografías donde se observa la microestructura en detalle de la aleación Mg95.5Al3.5Li1. Estas fotografías fueron tomadas en regiones centrales de la muestra. La primera de ellas presenta una vista general evidenciando la presencia de grandes áreas de una segunda fase, cuya morfología difiere con aquella encontrada en la microestructura de la aleación sin adición de litio, esta fase es de color blanco con pequeños puntos grises en el interior. A mayores magnificaciones es posible observar en mayor detalle esta segunda fase.

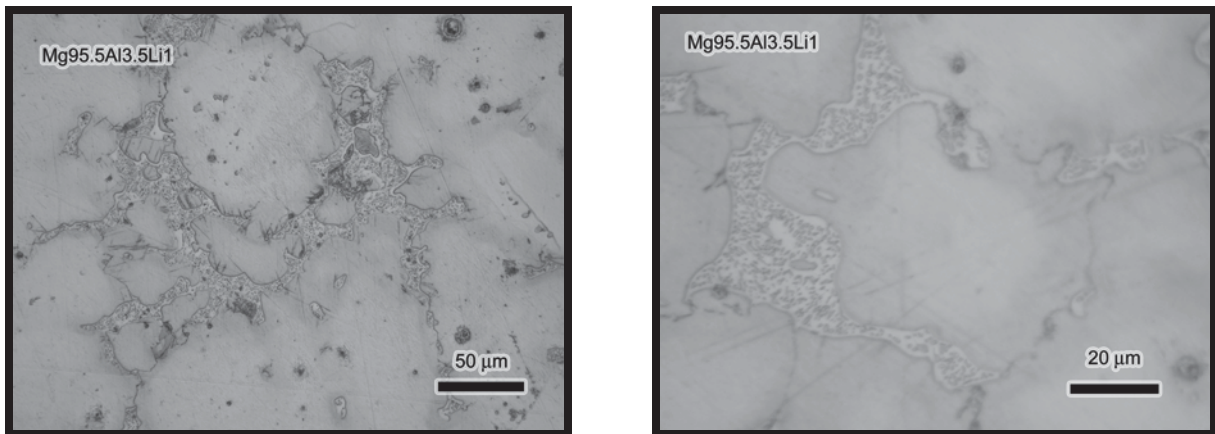


Figura 3.4 Micrografías de microscopía óptica mostrando la microestructura de detalle de la aleación Mg95.5Al3.5Li1 (Mg 95.5 wt% Al 3.5 wt% Li 1 wt%). La microestructura esta formada principalmente por un eutectico que contiene la fase β .

Al igual que en el caso de la aleación sin adición de litio Mg96Al4 se llevó a cabo un análisis mediante difracción de rayos X con el propósito de verificar la identidad de las fases presentes en la microestructura. El primer estudio mediante difracción de rayos X realizado a la muestra Mg95.5Al3.5Li1 no fue de mucha ayuda, ya que nuevamente debido al bajo

contenido de aleación de los elementos aluminio y litio, así como al conteo realizado la única fase identificable del patrón de difracción corresponde con la fase magnesio. Posteriormente se realizó un análisis por difracción de rayos X más detallado, en el cual se logró detectar pequeños picos de difracción correspondientes a las fases $Mg_{17}Al_{12}$ y Mg_2Si , La figura 3.5 muestra el patrón de difracción obtenido en el análisis.

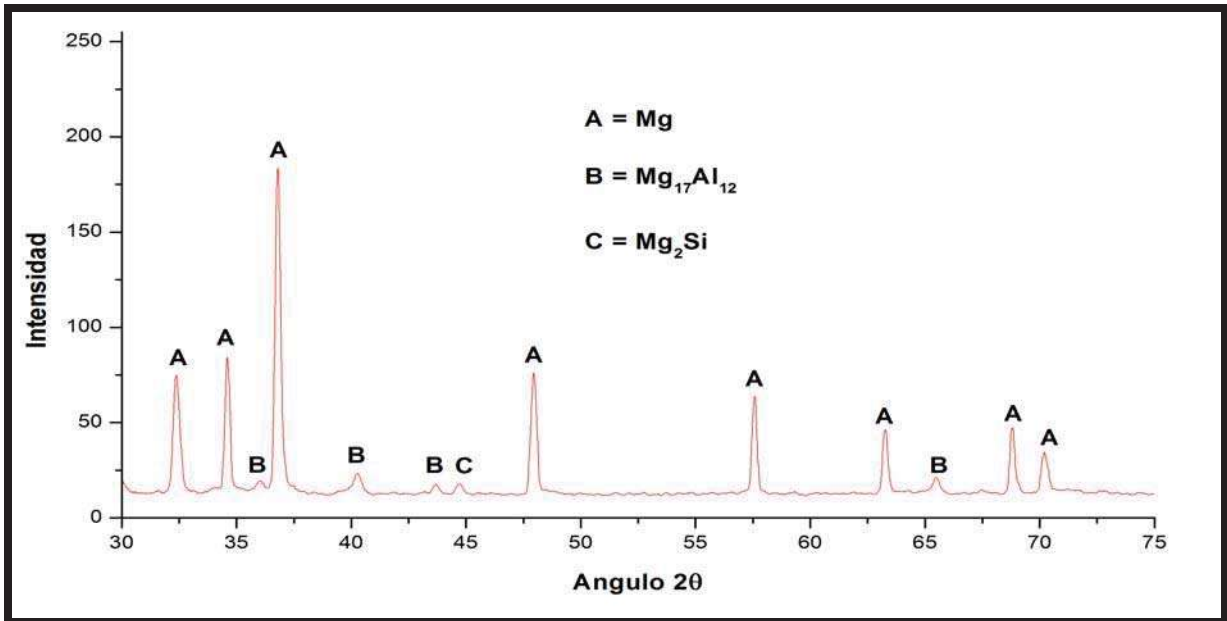


Figura 3.5 Patrón de difracción de rayos-X de la aleación $Mg_{95.5}Al_{3.5}Li_1$ (Mg 95.5 wt% Al 3.5 wt% Li 1 wt%). En este patrón se lograron detectar pequeños picos de difracción correspondientes a las fases $Mg_{17}Al_{12}$ y Mg_2Si .

La microestructura de la aleación con adición de litio $Mg_{95.5}Al_{3.5}Li_1$, presenta algunas similitudes con la microestructura de la aleación con adición de zinc AZ92, mencionada en la sección de revisión bibliográfica [10], pero debido a que el contenido de aluminio en nuestra aleación (3.5 wt %) es más bajo que en el de la aleación con adición de zinc (9 wt %), la fracción de volumen del eutéctico (solución sólida $\alpha + \beta$ ($Mg_{17}Al_{12}$)) es mucho menor. Comparando la aleación obtenida con las aleaciones con adición de silicio (serie AS), se encuentran algunas similitudes en la microestructura, para el caso de las aleaciones AS41 y AS21 [42], las pequeñas adiciones de silicio reducen la cantidad de la fase $Mg_{17}Al_{12}$ por la formación de pequeñas fracciones de volumen de partículas de la fase Mg_2Si ,

estas aleaciones fueron recientemente modificadas con la adición de tierras raras y la microestructura de la aleación resultante AS21X [43], resultó diferente ya que las adiciones de tierras raras modifican la morfología dendrítica de la fase Mg_2Si , a partículas redondas finamente dispersas. Comparando ahora la aleación obtenida con la aleación con adición de tierras raras (serie AE) se encontró que la microestructura de la aleación AE42 [50] no contiene la fase β ($Mg_{17}Al_{12}$) pero permanecen unas pequeñas áreas de la solución sólida α supersaturada, el otro constituyente en esta aleación es el eutéctico lamelar Al_4RE , el cual es dominante en la estructura interdendrítica.

Mediante la ayuda del microscopio electrónico de barrido y específicamente mediante el análisis químico puntual por espectrometría de energía dispersiva (EDS), fue posible comprobar la identidad de las fases presentes en la microestructura de nuestra aleación. La Figura 3.6 muestra dos micrografías de MEB donde se muestra en detalle la morfología de las fases presentes y además un patrón de EDS tomado para análisis químico de la fase matriz (gris). La composición estequiométrica de Mg y Al indica que la cantidad de aluminio disuelto en la fase matriz (solución sólida α primaria) es muy pequeña. Tal como se observó en el caso de la aleación sin adición de litio Mg96Al4, en la aleación Mg95.5Al3.5Li1 existe también una fase α rica en aluminio, presente alrededor de las partículas de la segunda fase, en las micrografías de MEB esta fase se puede apreciar como la zona oscura que rodea a la segunda fase (blanca). En la primera micrografía de MEB se alcanza a apreciar un poco de precipitación discontinua de las partículas de la segunda fase. Esta precipitación se puede explicar basándonos en el estudio realizado a las aleaciones con adición de manganeso AM50A y AM60B [61], cuya microestructura es muy similar a la obtenida en nuestra aleación, de acuerdo a este estudio, la reacción de precipitación toma lugar en el material sólido, la cual es causada por la alta saturación de aluminio en las regiones cercanas a los límites de grano. La rápida difusión del aluminio a lo largo de los límites de grano permite la formación de una estructura lamelar siguiendo a un límite de grano, tal como se observa en las micrografías de MEB tomadas a mayor magnificación en nuestra aleación. Los análisis por EDS de las muestras de las aleaciones Mg96Al4 y Mg95.5Al3.5Li1 se llevaron a cabo en una misma sesión, en la cual no se omitió la presencia del oxígeno de manera que esta presente los conteos.

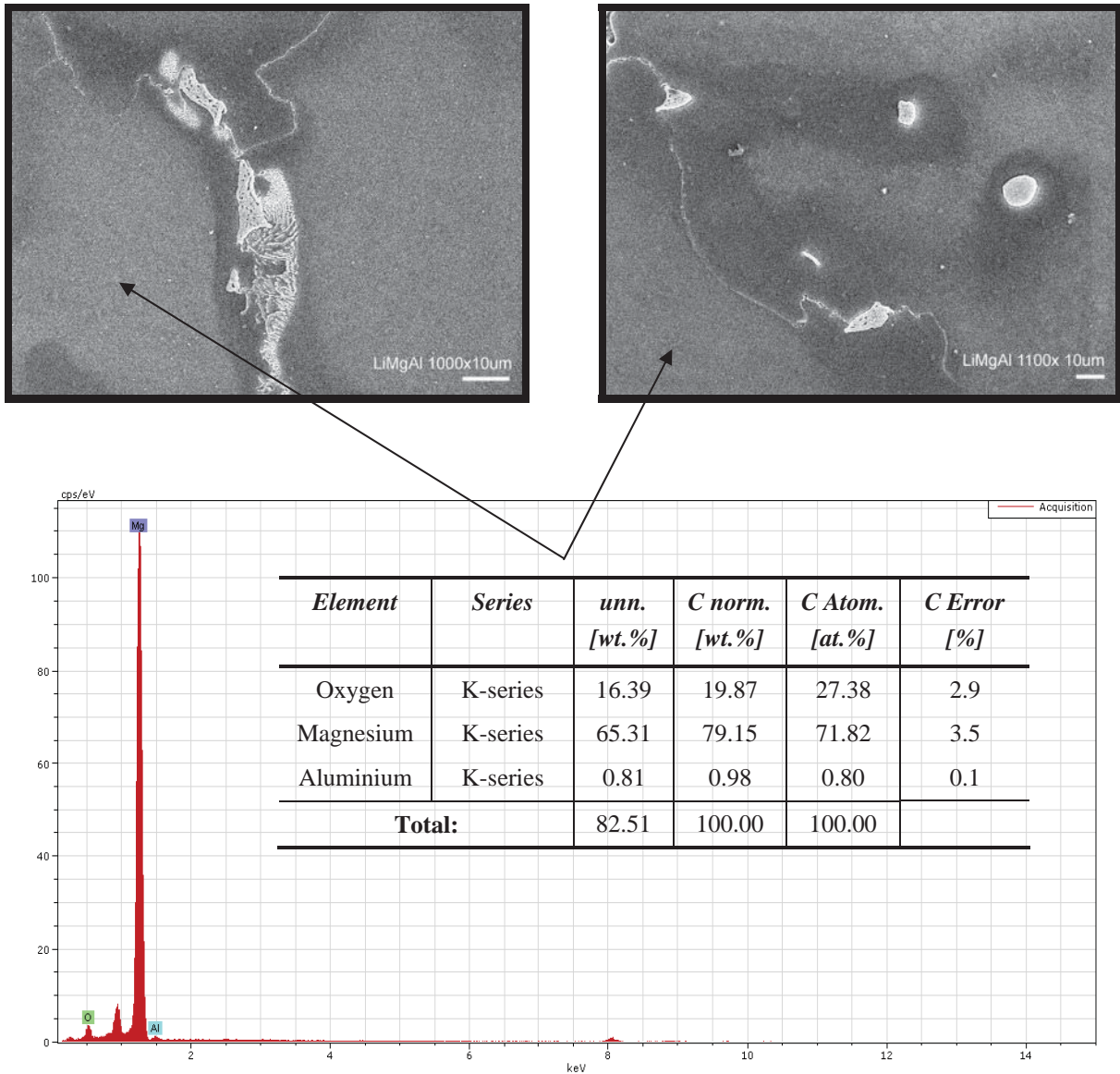


Figura 3.6 Micrografías de MEB y microanálisis por EDS de la fase matriz (gris) presente en la microestructura de la aleación Mg95.5Al3.5Li1. El análisis estequiométrico reveló que la cantidad de aluminio disuelto en la matriz es menor que en la segunda fase.

Para verificar la identidad de la segunda fase presente en la microestructura se realizó un estudio por EDS de la fase blanca. La Figura 3.7 muestra dos micrografías de MEB con el análisis por EDS correspondiente a la fase blanca. De acuerdo al análisis por EDS esta fase está compuesta únicamente de magnesio y aluminio cuya composición estequiométrica es muy cercana a la fase $Mg_{17}Al_{12}$. Cabe señalar que tanto en el caso del análisis por EDS realizado a la fase matriz como a la fase blanca no se detectó la presencia del elemento litio. Esto es debido a que por ser un elemento tan ligero (el tercer elemento de la tabla periódica) no es

posible detectarlo por EDS. Es bien sabido que solamente cantidades considerables de elementos arriba del carbono en la tabla periódica pueden ser detectados con confiabilidad por esta técnica. Sin embargo, de acuerdo al análisis mediante microscopía electrónica de transmisión realizado a la muestra Mg95.5Al3.5Li1 tratada térmicamente, el cual se muestra más adelante, se lograron detectar en la microestructura pequeñas partículas correspondientes a la fase LiMgAl_2 .

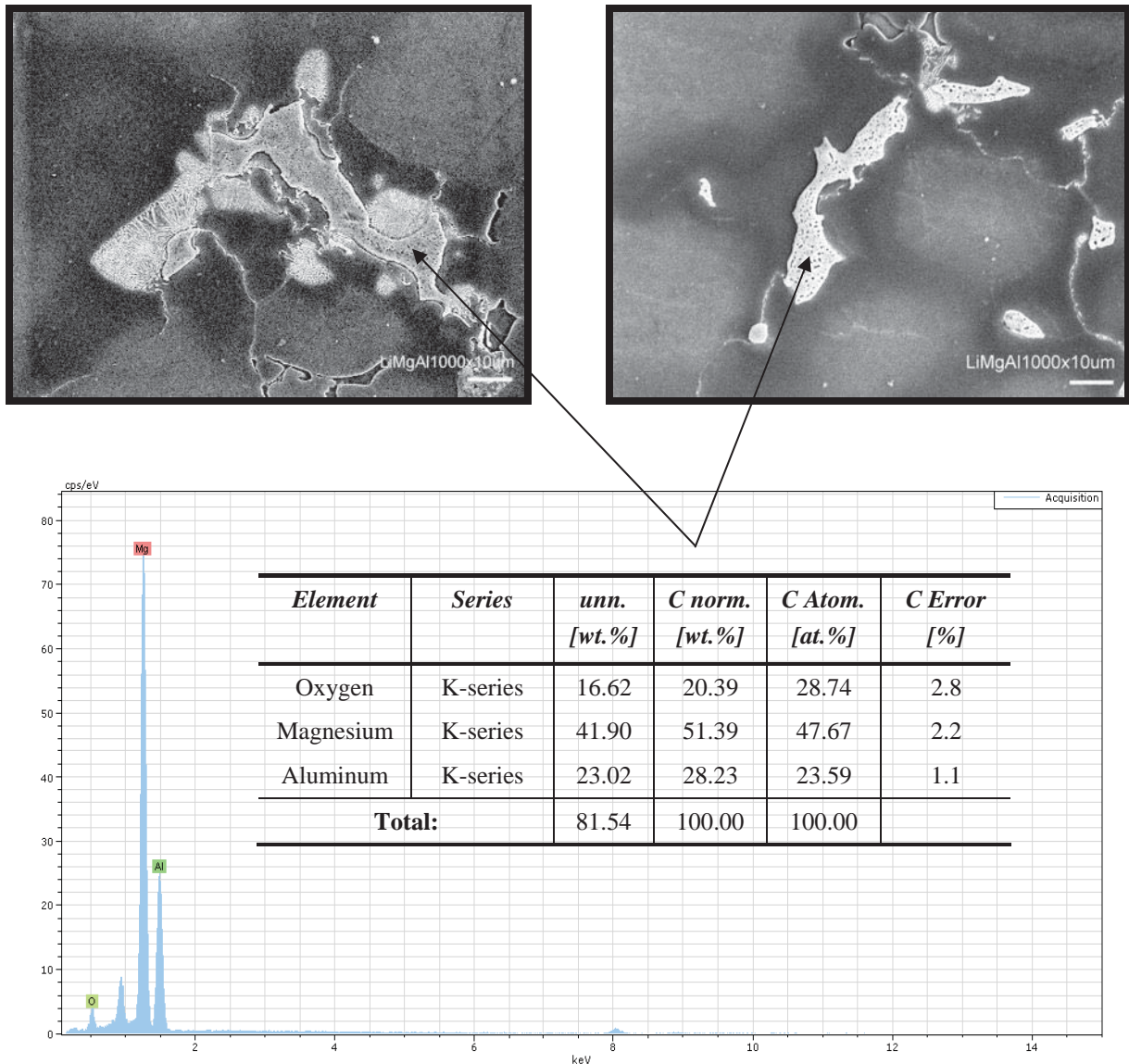


Figura 3.7 Micrografías de MEB y microanálisis por EDS de la fase blanca presente en la microestructura de la aleación Mg95.5Al3.5Li1. El análisis estequiométrico confirmó la identidad de esta segunda fase como perteneciente a partículas de $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$.

A mayores magnificaciones con la ayuda del microscopio electrónico de barrido es posible apreciar en mayor detalle la precipitación de las partículas de la segunda fase $Mg_{17}Al_{12}$ las cuales presentan una estructura lamelar orientada hacia el limite de grano. La precipitación de esta fase es causada por la alta saturación de aluminio en las regiones cercanas a los límites de grano. La figura 3.8 muestra dos micrografías de MEB con el análisis por EDS correspondiente a la fase blanca precipitada.

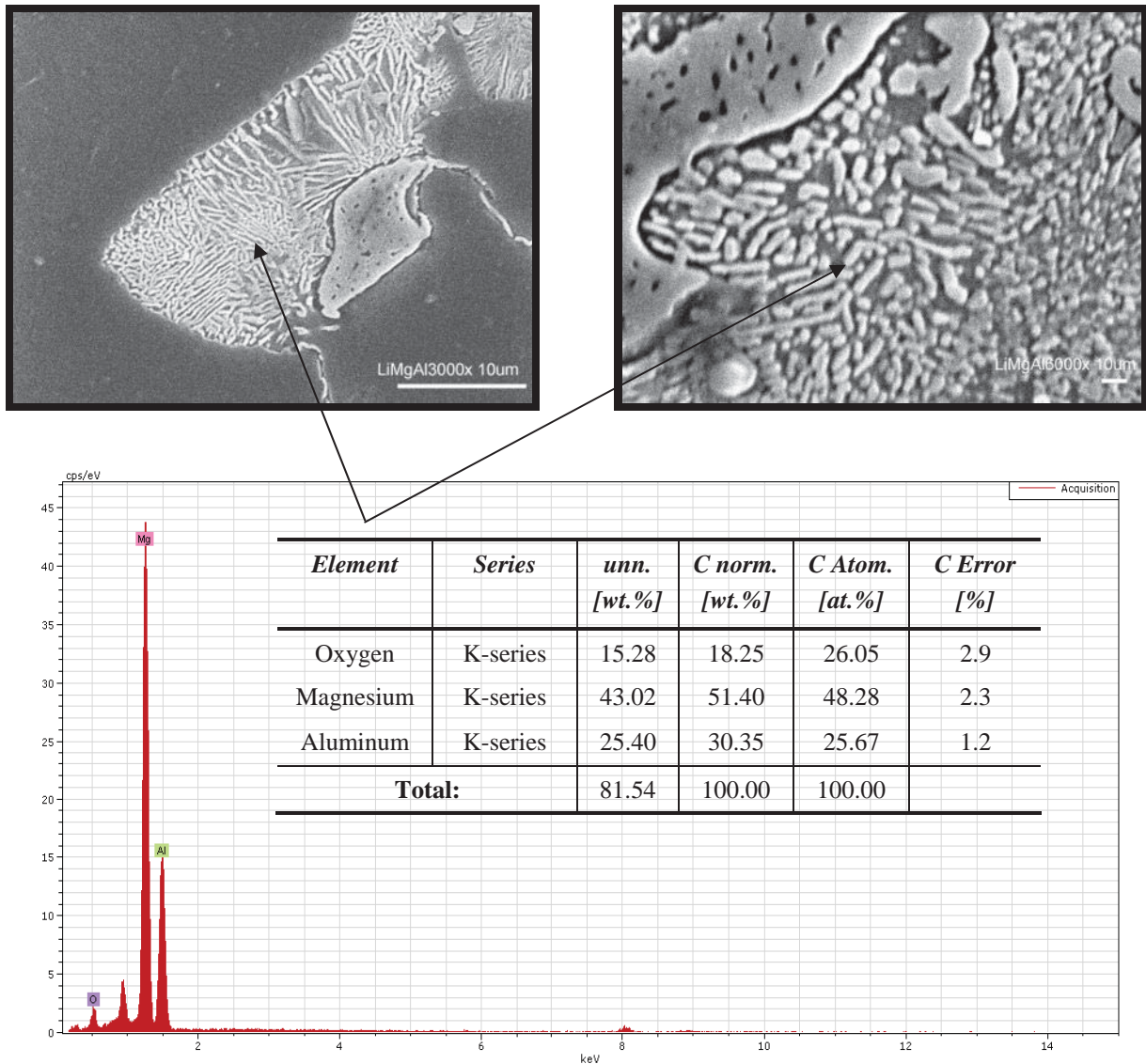


Figura 3.8 Micrografías de MEB y microanálisis por EDS de la fase blanca precipitada presente en la microestructura de la aleación $Mg_{95.5}Al_{3.5}Li_1$. El análisis estequiométrico confirmó la identidad de esta segunda fase como perteneciente a partículas de $Mg_{17}Al_{12}$.

Basándonos en el estudio realizado en la microestructura de las aleaciones AM50A y AM60B [61], podríamos explicar la microestructura obtenida en nuestra aleación, en este estudio se encontró que durante la solidificación ocurre la siguiente secuencia: los granos de magnesio α nuclean a temperaturas cercanas a la temperatura de liquidus, debido a la rápida velocidad de enfriamiento, se forma una estructura de granos y una estructura dendrítica. Mientras la temperatura disminuye, el tiempo para la difusión es demasiado corto para permitir el equilibrio en la solidificación. Esto provoca la formación de una estructura con un incremento en la concentración de aluminio hacia los límites de grano. A lo largo de los límites de grano y en las regiones interdendríticas, se forma un eutéctico a temperaturas de 430 °C de acuerdo a la siguiente ecuación: $\text{Mg (líquido)} \rightarrow \text{Mg (sólido)} + \beta (\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$. En algunas regiones una reacción de precipitación discontinua, ha tomado lugar en las zonas adyacentes a los límites de grano. La fuerza conductora para esta reacción, la cual toma lugar en el material sólido, es la alta súper saturación de aluminio en las regiones cercanas a los límites de grano. De acuerdo a lo anterior la fase blanca con puntos grises presente en la microestructura de la aleación Mg95.5Al3.5Li1, se trataría del eutéctico (solución sólida α altamente saturada y la fase $\beta (\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$). Otro elemento microestructural sería posiblemente partículas intermetálicas que contengan aluminio y litio.

En resumen, la microestructura de colada obtenida mediante MEB de la aleación fabricada Mg95.5Al3.5Li1, es muy similar a la microestructura de las aleaciones con adiciones de manganeso AM50A y AM60B [61], donde se encontró que la fase blanca corresponde a precipitación de la fase $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ proveniente de las piletas de la fase α rica en aluminio. Como ya se mencionó anteriormente, la microestructura de las aleaciones con adición de silicio AS41 y AS21 [42], el contenido de la fase $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ en la microestructura de estas aleaciones se ve reducido por la formación de partículas de la fase Mg_2Si . Para el caso de la aleación con adición de elementos de las tierras raras AE42 [50], se encontró que su microestructura no contiene la fase $\beta (\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$ pero permanecen unas pequeñas áreas de la solución sólida supersaturada α además del eutéctico lamelar Al_4RE . Las aleaciones con adición de estroncio AJ51x y AJ52x mencionadas en la sección de revisión bibliográfica estudiadas por Pegguleryuz y Baril [55], no contienen ninguna partícula de la fase $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ en su microestructura, además la súper saturación de aluminio en la matriz de magnesio que

rodea a las partículas de la segunda fase presente en su microestructura fue relativamente baja. Se propusieron varios compuestos ternarios Mg-Al-Sr para esta segunda fase, pero no se dio ninguna identificación o confirmación en el artículo.

3.1.3 Aleación Mg95.5Al3.5Li1 Tratada Térmicamente en Solución.

La figura 3.9 muestra dos micrografías de microscopía óptica donde se observa en detalle la microestructura de la aleación Mg95.5Al3.5Li1 tratada en solución. Ambas fotografías fueron tomadas en regiones centrales de la muestra y la microestructura observada se mantiene igual en diferentes regiones de la muestra. El análisis mediante microscopía óptica de la aleación con adición de litio Mg95.5Al3.5Li1 tratada térmicamente en solución, demostró que la fase blanca identificada como Mg₁₇Al₁₂ presente en la aleación, se encuentra completamente disuelta en la fase matriz formando una solución sólida supersaturada. Las pequeñas manchas oscuras presentes en la microestructura de la aleación serían en mayor medida, partículas de óxido provocado por la humedad al interior del horno en el cual fue llevado el tratamiento térmico, además de partículas muy pequeñas correspondientes a la fase Mg₂Si las cuales sobreviven al tratamiento de solución debido a su elevado punto de fusión (1085 °C) [42], al igual que en el caso de la aleación sin adición de litio la presencia de silicio en nuestra aleación se explicaría como contaminación proveniente del tubo de vidrio en el cual se llevó a cabo la fusión. El análisis por difracción de rayos X para la identificación de las fases presentes en la microestructura de la aleación Mg95.5Al3.5Li1, tratada en solución se muestra en la figura 3.10, este análisis fue realizado, con el propósito de observar si las fases presentes en la microestructura de colada se encuentran completamente en solución. El desplazamiento hacia la derecha de los picos de difracción es más notable en este caso que para la aleación en condición de colada, lo cual confirma la formación de la solución sólida super saturada, el pico de difracción correspondiente a la fase Mg₁₇Al₁₂ aún esta presente en el análisis aunque esta fase no es perceptible en la microestructura, por lo que su contenido en la misma sería mínimo.

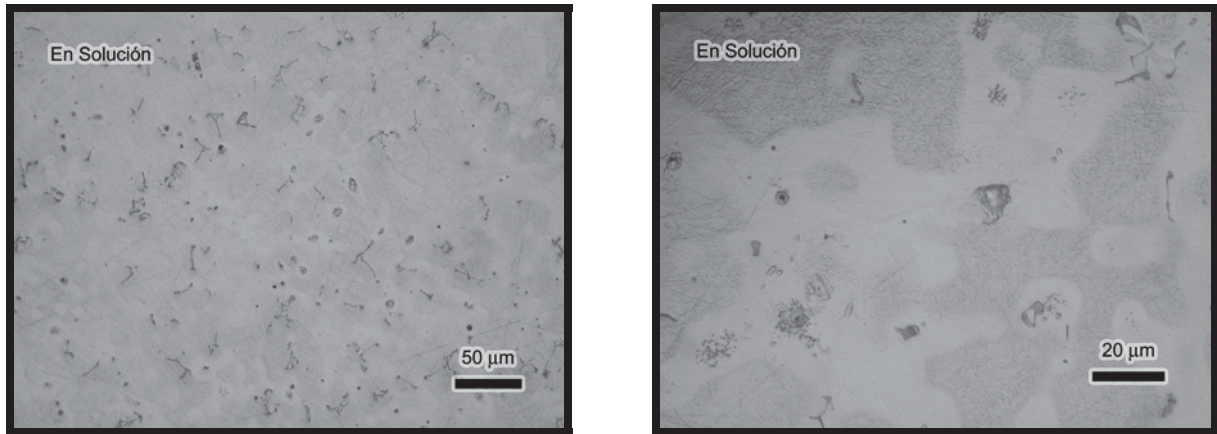


Figura 3.9 Micrografías de microscopía óptica mostrando la microestructura en detalle de la aleación Mg95.5Al3.5Li1 tratada en solución. La microestructura muestra la presencia de pequeñas manchas de óxido producto de la humedad del horno en el cual se realizó el tratamiento.

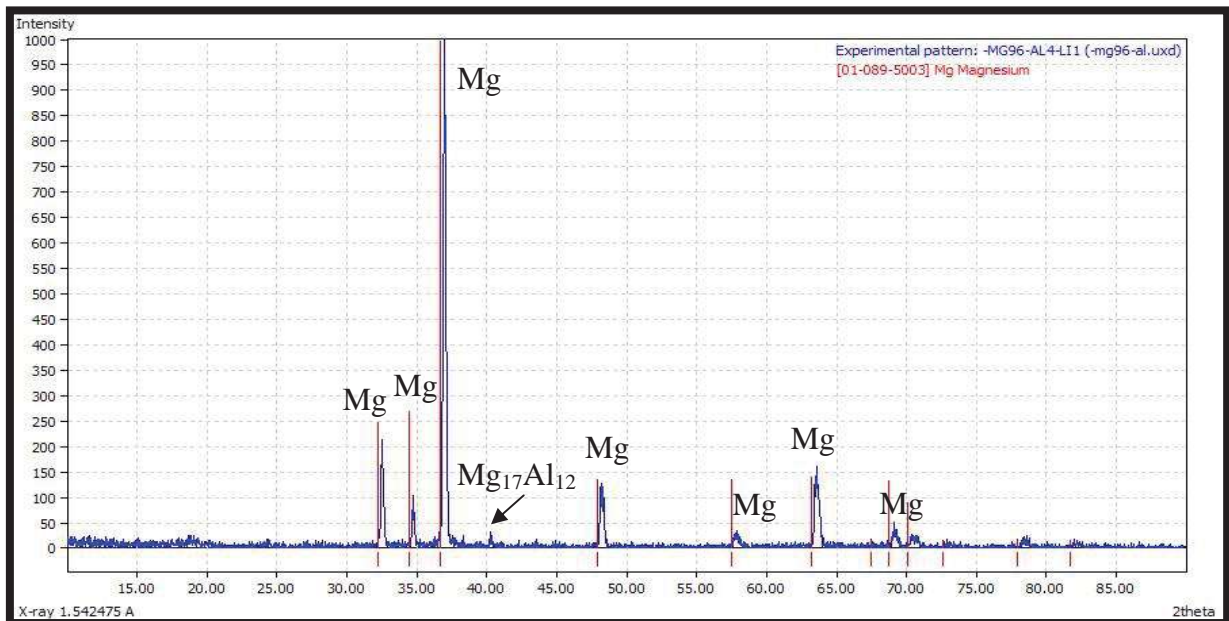


Figura 3.10 Patrón de difracción de rayos-X de la aleación Mg95.5Al3.5Li1 tratada en solución. En este patrón el desplazamiento de los picos de difracción hacia la derecha confirma la formación de la solución sólida supersaturada.

De acuerdo a los resultados obtenidos en el ensayo de microdureza Vickers, los cuales se presentan posteriormente, se utilizó el microscopio electrónico de transmisión para analizar la microestructura de la muestra tratada térmicamente en solución y de la muestra tratada térmicamente en precipitación por 24 horas. A continuación se presentan los resultados obtenidos del análisis para la muestra tratada en solución.

La figura 3.11 muestra el patrón de difracción y la micrografía electrónica de transmisión obtenidos en el análisis. En la imagen la fase matriz se presenta de color blanco, esto fue comprobado al momento de realizar la indexación del patrón de difracción, donde los planos fueron coincidentes con la fase magnesio.

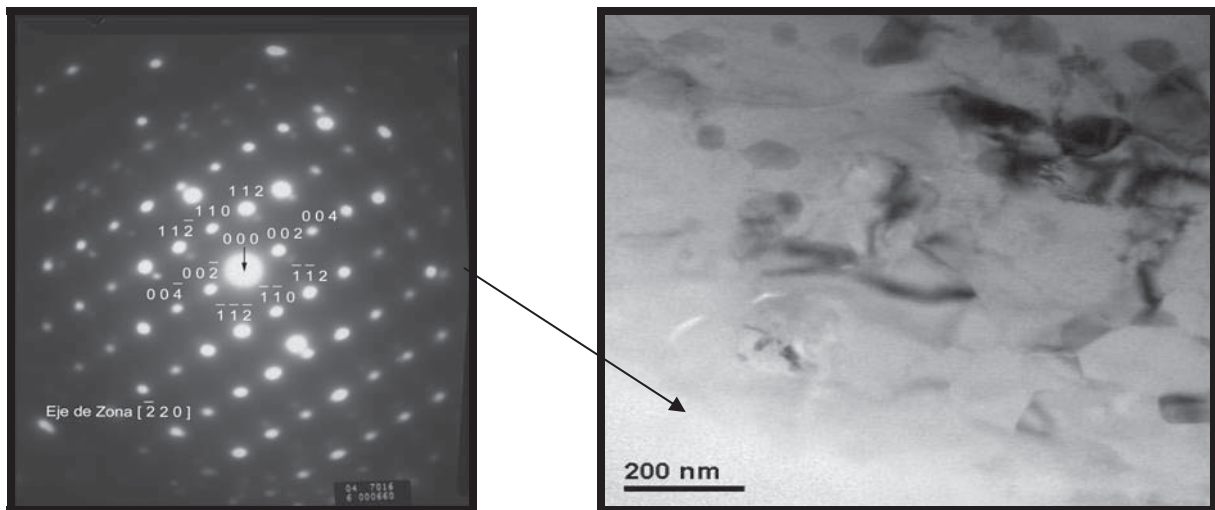


Figura 3.11 Patrón de difracción y micrografía de transmisión electrónica correspondiente a la microestructura de la Aleación $Mg_{95.5}Al_{3.5}Li_1$ en condición de colada. Con la indexación del patrón de difracción se determino que la fase blanca en la imagen corresponde a la fase matriz (Mg).

La figura 3.12 muestra el espectro de energía obtenido en el análisis de la fase matriz, el cual comprueba que la fase presente en mayor cantidad es la correspondiente al magnesio ya que presenta el pico más alto. También fue detectado en este análisis un pico pequeño correspondiente al aluminio. Lo anterior concuerda con la formación de la solución sólida primaria α donde la cantidad de aluminio en solución es muy pequeña.

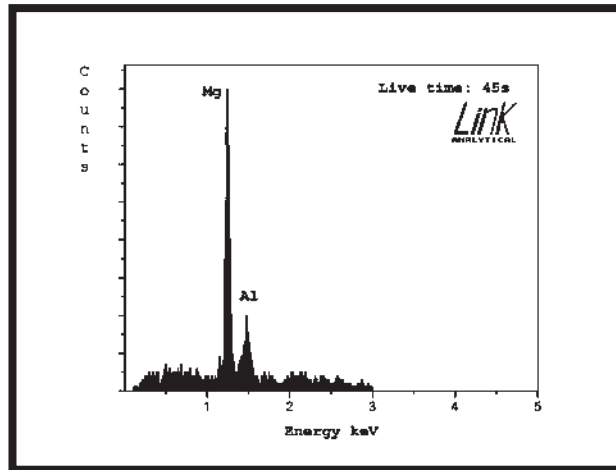


Figura 3.12 Espectro de energía de microscopía electrónica de transmisión correspondiente a la fase matriz de la Aleación Mg95.5Al3.5Li1 tratada en solución.

Las micrografías de transmisión electrónica revelaron también la presencia de pequeñas partículas de color oscuro, las cuales son claramente visibles en la imagen. Realizando un análisis a estas partículas se obtuvo un patrón de difracción con el cual al hacer su indexación dio como resultado que estas partículas corresponden a la fase LiMgAl_2 . La figura 3.13 muestra el patrón de difracción y la micrografía de transmisión electrónica obtenidas en el análisis.

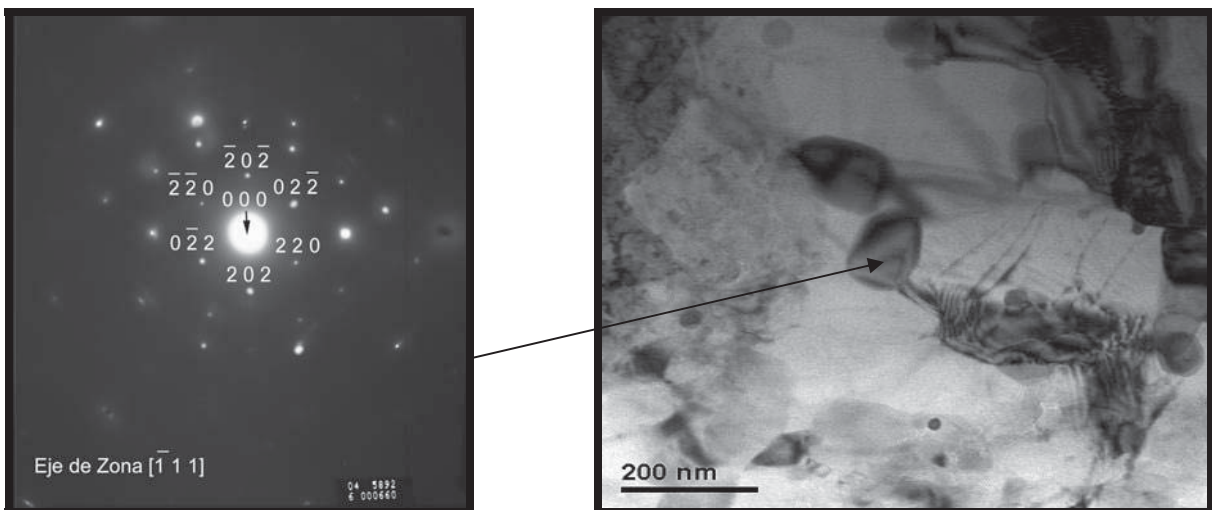


Figura 3.13 Patrón de difracción y micrografía de transmisión electrónica correspondiente a la microestructura de la aleación Mg95.5Al3.5Li1 tratada en solución. Con la indexación del patrón de difracción se determinó que la partícula oscura en la imagen corresponde a la fase LiMgAl_2 .

La figura 3.14 muestra el espectro de energía realizado a la partícula oscura identificada como LiMgAl_2 .

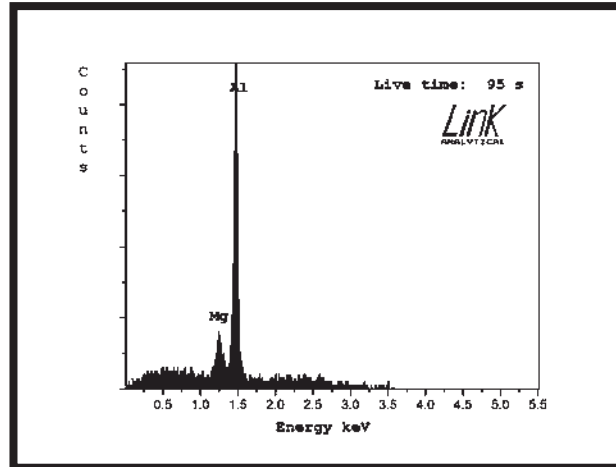


Figura 3.14 Espectro de energía de microscopía electrónica de transmisión correspondiente a la partícula LiMgAl_2 en la aleación $\text{Mg}_{95.5}\text{Al}_{3.5}\text{Li}_1$ tratada en solución.

En el análisis por MET en la microestructura de las aleaciones con adiciones de silicio modificadas por Hydro Magnesium con la adición de tierras raras AS21 y AS21X realizado por Pettersen [44], se encontró que además de la fase principal Mg_2Si , la adición de tierras raras cambio las fases intermetálicas a binarias Al-Mn y Si-Mn a fases ternarias Al-RE-Mn y Si-RE-Mn, aunque no se especificó a que compuestos intermetálicos corresponden. En el caso de nuestra aleación la adición de litio nos forma una fase ternaria identificada como LiMgAl_2 la cual coexiste con la fase $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ presente en mayor cantidad.

Un análisis más general de las pequeñas partículas presentes en la microestructura de nuestra aleación, dio como resultado un patrón de difracción de anillos (Figura 3.15), este tipo de patrones es coincidente con la refracción de los planos de varios cristales los cuales tienen una orientación diferente. La indexación del patrón de difracción indica la presencia de la fase LiMgAl_2 , además de la fase matriz, la fase LiMgAl_2 al ser tan pequeña y al contenido de la misma no fue posible detectarla con las técnicas empleadas anteriormente, es decir, no es visible mediante microscopía óptica y no fue detectada mediante las técnicas de difracción de rayos X ni por EDS.

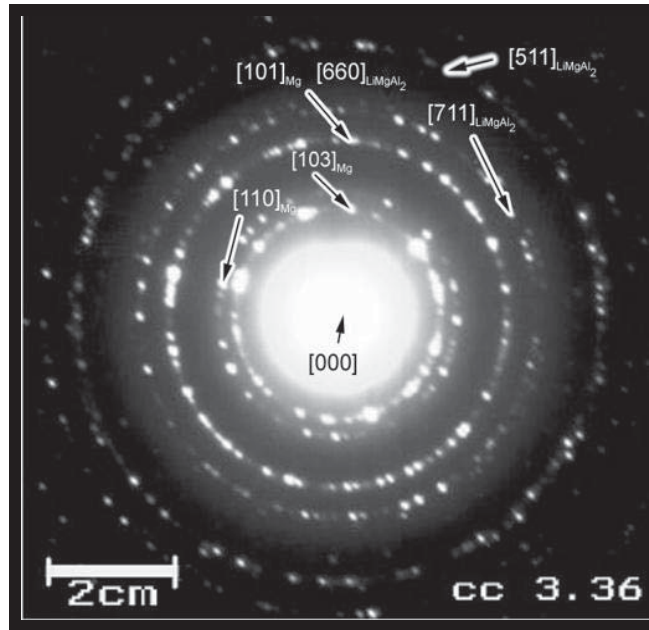


Figura 3.15 Patrón de difracción de microscopía electrónica de transmisión correspondiente a la estructura de la aleación $Mg_{95.5}Al_{3.5}Li_1$ tratada en solución. Con la indexación del patrón de difracción se determinó que las partículas oscuras en la imagen corresponden a la fase $LiMgAl_2$.

La figura 3.16 muestra la micrografía de transmisión electrónica obtenida en el análisis, en la cual es posible observar las diferentes partículas presentes en la microestructura de la muestra tratada en solución.

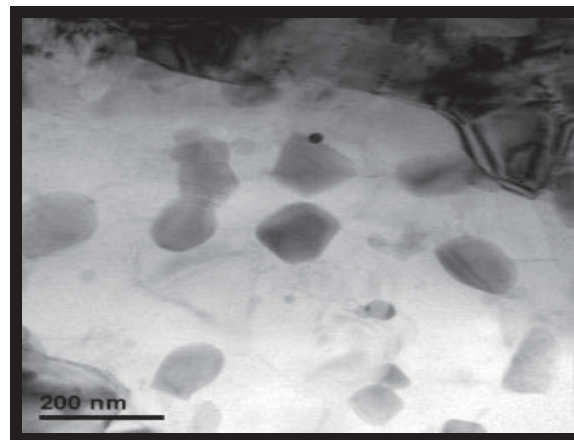


Figura 3.16 Micrografía de transmisión electrónica mostrando las partículas presentes en la microestructura de la aleación $Mg_{95.5}Al_{3.5}Li_1$ tratada en solución. Con la indexación del patrón de difracción se determinó que la partícula oscura en la imagen corresponde a la fase $LiMgAl_2$.

3.1.4 Aleación Mg95.5Al3.5Li1 Tratada Térmicamente en Precipitación.

A continuación se presentan los resultados obtenidos del análisis por microscopía óptica de las muestras tratadas térmicamente en precipitación. Todas las micrografías fueron tomadas en regiones centrales de la muestra y la microestructura observada en cada una de ellas no presentó variación en diferentes regiones de la muestra. Para el caso de la muestra envejecida por 2 horas las dos micrografías muestran una microestructura en apariencia un poco distinta a la de la muestra tratada en solución, la microestructura muestra una pequeña variación en la morfología de la segunda fase presente, esta segunda fase $Mg_{17}Al_{12}$ comienza a agruparse y distribuirse por toda la microestructura formando pequeñas líneas delgadas de tamaño variable. La microestructura obtenida en las muestras envejecidas por 4 y 6 horas es muy similar a la de la muestra envejecida por 2 horas, no existe una diferencia notable en el caso de la muestra envejecida por 4 horas pero en el caso de la muestra envejecida por 6 horas las líneas formadas de la segunda fase son un poco más gruesas y compactas con formas más complejas. La microestructura de las muestras tratadas en precipitación por 2, 4 y 6 horas se muestra en la figura 3.17.

El diagrama de fase para el sistema magnesio-aluminio, muestra una caída en la solubilidad del aluminio en magnesio conforme disminuye la temperatura, en este caso, existirá una fuerza conductora para la precipitación de partículas de la fase $Mg_{17}Al_{12}$ durante el tratamiento térmico a temperaturas donde la difusión sea suficientemente rápida. Durante el tratamiento térmico de recocido aplicado a las aleaciones con adición de manganeso AM50A y AM60B [61], el cual se llevó a cabo a 107 °C, se observó que ocurrió precipitación de la fase $Mg_{17}Al_{12}$ en las zonas cercanas a los límites de grano. Debido a la precipitación discontinua de la fase lamelar $Mg_{17}Al_{12}$ se presentó un ligero efecto de endurecimiento en la aleación. En el caso de nuestra aleación la precipitación de la fase $Mg_{17}Al_{12}$ se presenta en los límites de grano en forma de pequeñas líneas delgadas y en menor medida algo de precipitación continua de la fase $Mg_{17}Al_{12}$ se presenta dentro de los granos de la fase α primaria. Como se observó en el ensayo de microdureza, el cual se presenta más adelante, el efecto de endurecimiento es limitado, debido a que el número de partículas por volumen que se forma es bajo.

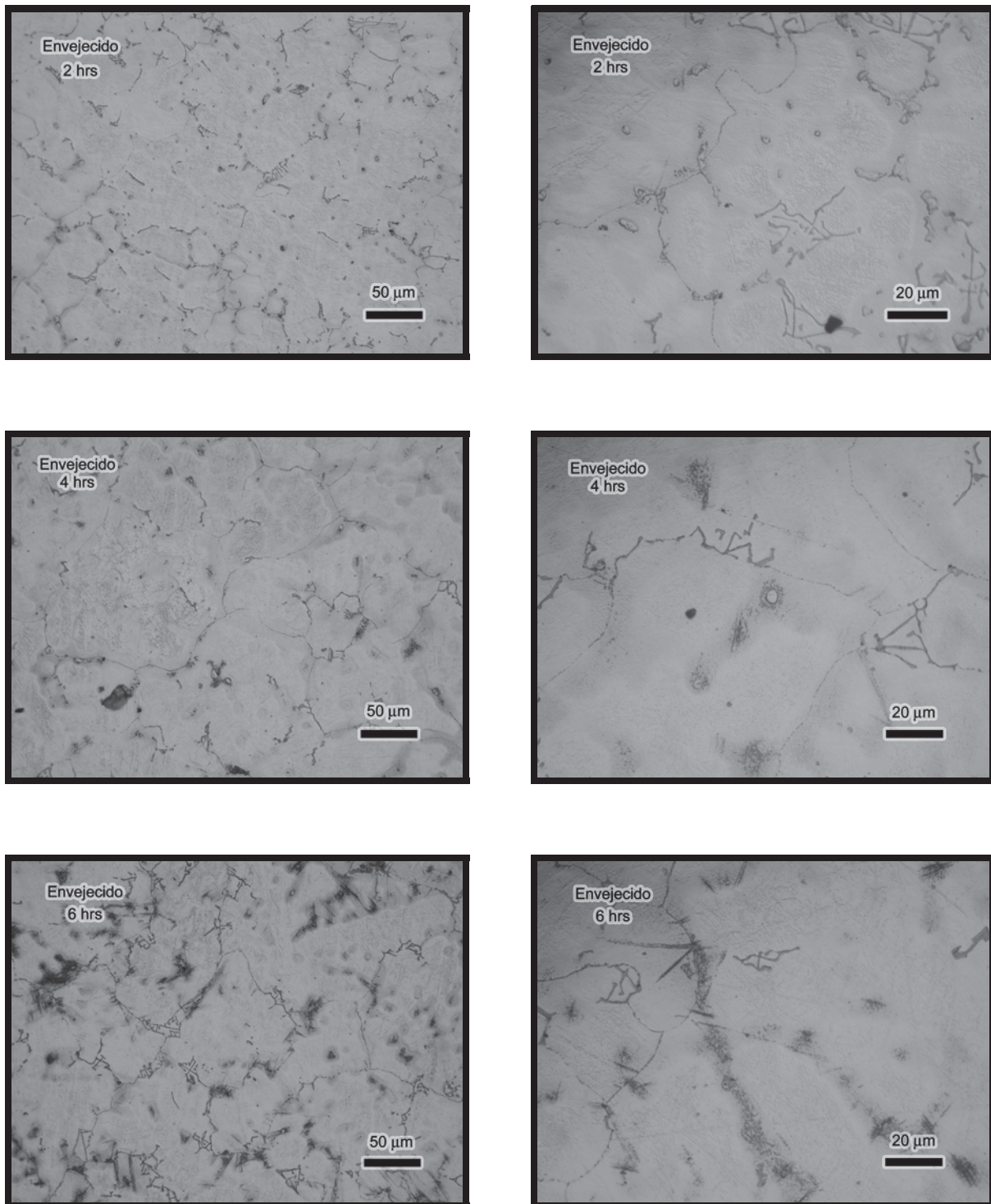


Figura 3.17 Micrografías de microscopía óptica mostrando la microestructura en detalle de la aleación Mg95.5Al3.5Li1 tratada en precipitación por 2, 4 y 6 horas. La microestructura presente en las muestras no presenta mayor variación respecto una de la otra.

Para la muestra tratada en precipitación por 8 horas, la microestructura muestra que los precipitados de la fase $Mg_{17}Al_{12}$ presentes en los límites de grano han incrementado su tamaño y se encuentran rodeados de zonas ricas en aluminio. La morfología de los precipitados de la fase $Mg_{17}Al_{12}$ no difiere respecto de la presente en las muestras envejecidas por 2, 4 y 6 horas excepto que su tamaño se ve incrementado. La microestructura de la muestra tratada en precipitación por 18 horas presenta una variación en la morfología de los precipitados de la fase $Mg_{17}Al_{12}$ que se forman, los cuales son de apariencia circular con un tamaño de partícula de aproximadamente 10 micras. La figura 3.18 muestra la microestructura de las muestras tratadas térmicamente en precipitación por 8 y 18 horas. Para estos casos, de acuerdo al ensayo de microdureza Vickers, el efecto de endurecimiento aumenta, debido a que el tamaño y el número de partículas por volumen que se forma son mayores.

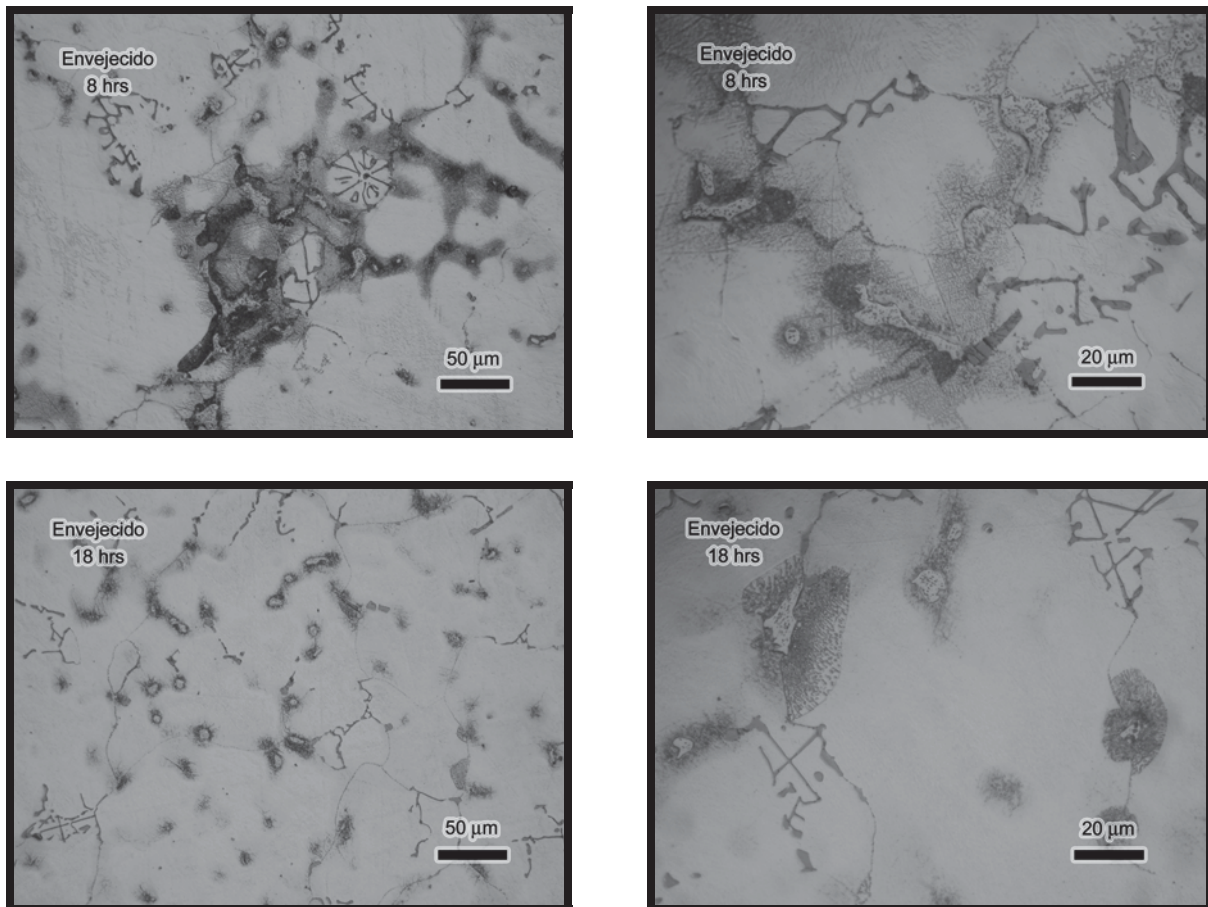


Figura 3.18 Micrografías de microscopía óptica mostrando la microestructura en detalle de la aleación $Mg_{95.5}Al_{3.5}Li_1$ tratada en precipitación por 8 y 18 horas.

Para la muestra tratada térmicamente en precipitación por 21 horas, las micrográficas de microscopía óptica muestran que la fase $Mg_{17}Al_{12}$ parece haberse agrupado formando líneas gruesas de un tamaño aproximado de entre 50 y 150 micras de longitud, las cuales se encuentran rodeadas de zonas ricas en aluminio. La muestra tratada térmicamente en precipitación por 24 horas que fue la que mejores propiedades de microdureza Vickers mostró, presenta una microestructura compuesta por precipitados de la fase $Mg_{17}Al_{12}$ en forma de pequeñas partículas con un tamaño de 10 a 30 micras distribuidas uniformemente en la fase matriz. La mejoría en las propiedades de dureza es atribuida al tamaño más pequeño de los precipitados así como a su distribución más homogénea en la matriz. La figura 3.19 muestra la microestructura de las muestras tratadas térmicamente en precipitación por 21 y 24 horas.

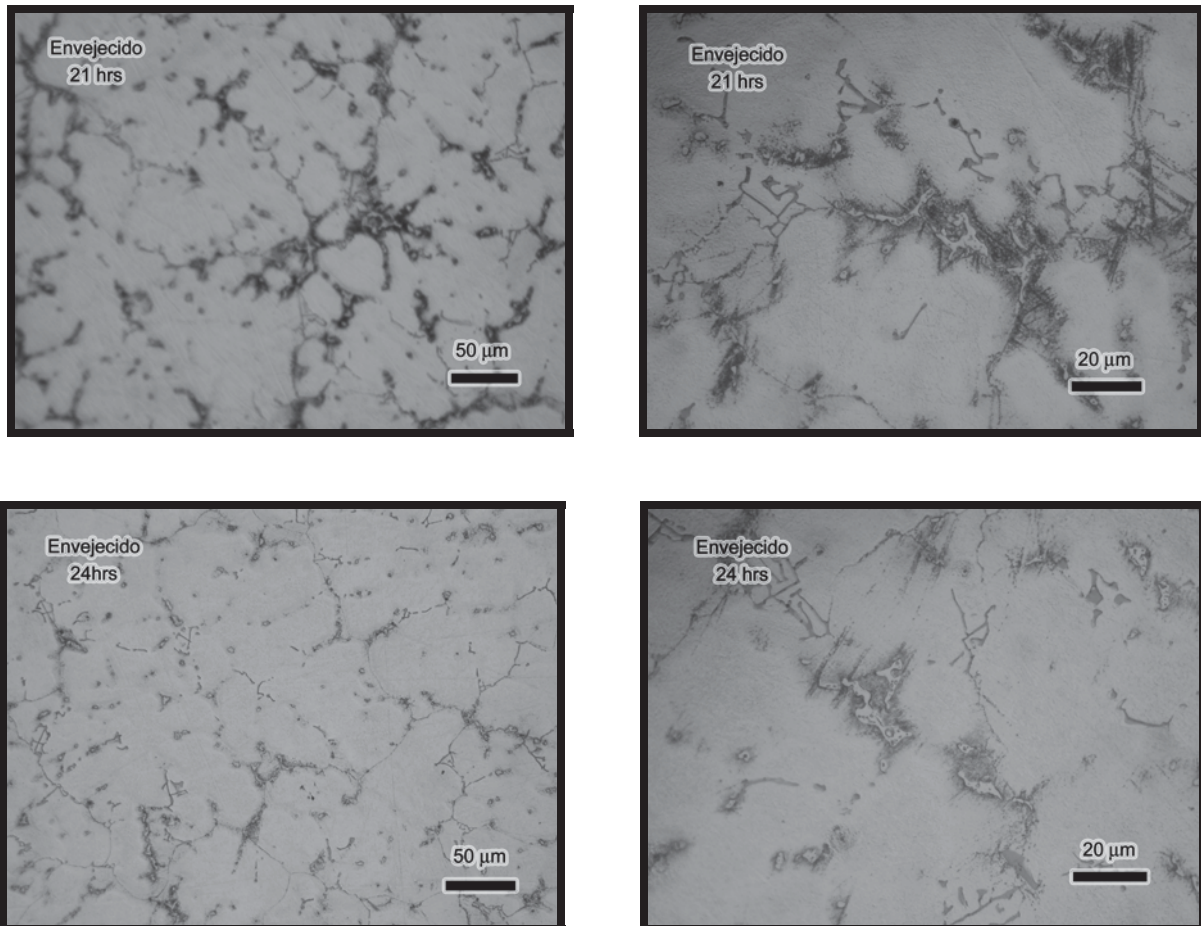


Figura 3.19 Micrográficas de microscopía óptica mostrando la microestructura en detalle de la aleación $Mg_{95.5}Al_{3.5}Li_1$ tratada en precipitación por 21 y 24 horas. La muestra envejecida 24 horas fue la que mostró mejores propiedades en el ensayo de microdureza Vickers.

La muestra tratada en precipitación por 24 horas fue analizada en el microscopio electrónico de transmisión para determinar si existía en la microestructura algún otro precipitado además de los precipitados de la fase $Mg_{17}Al_{12}$. En la figura 3.20 se muestra la micrografía electrónica de transmisión obtenida en el análisis, en esta micrografía es posible identificar la presencia de pequeñas partículas oscuras correspondientes a precipitados formados durante el tratamiento térmico. Realizando un análisis general de esta microestructura se obtuvo un patrón de difracción de anillos mostrado en la figura 3.21, haciendo uso de este patrón de difracción fue posible identificar las fases presentes en la microestructura por medio de la indexación del mismo. Algunos anillos en el patrón de difracción pueden corresponder a más de una fase ya que la refracción de los planos de las diferentes fases pueden coincidir para un determinado anillo en particular. La tabla 3.1 muestra como se realizó la indexación del patrón de difracción.

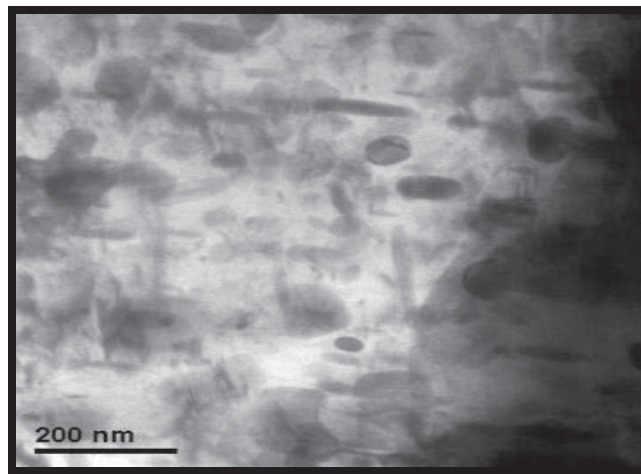
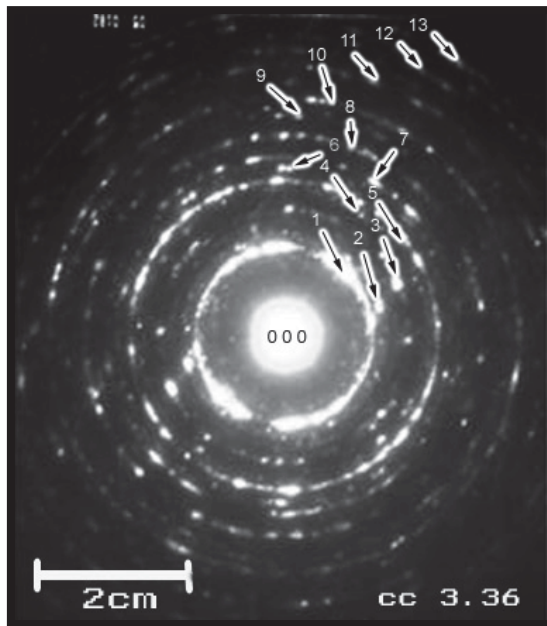


Figura 3.20 Micrografía de transmisión electrónica mostrando las partículas presentes en la microestructura de la aleación $Mg_{95.5}Al_{3.5}Li_1$ tratada en precipitación por 24 horas. Con la indexación del patrón de difracción se determinó que las partículas en la imagen corresponden a las fases Mg , $Mg_{17}Al_{12}$ y $LiMgAl_2$.



<i>Anillo</i>	<i>Fase</i>		
1		Mg ₁₇ Al ₁₂	
2		Mg ₁₇ Al ₁₂	Mg
3		Mg ₁₇ Al ₁₂	Mg
4		Mg ₁₇ Al ₁₂	Mg
5		Mg ₁₇ Al ₁₂	Mg
6		Mg ₁₇ Al ₁₂	
7	LiMgAl ₂		Mg
8	LiMgAl ₂	Mg ₁₇ Al ₁₂	
9	LiMgAl ₂	Mg ₁₇ Al ₁₂	
10	LiMgAl ₂	Mg ₁₇ Al ₁₂	Mg
11	LiMgAl ₂	Mg ₁₇ Al ₁₂	Mg
12		Mg ₁₇ Al ₁₂	
13	LiMgAl ₂	Mg ₁₇ Al ₁₂	

Figura 3.21 Patrón de difracción de microscopía electrónica de transmisión correspondiente a la estructura de la aleación Mg_{95.5}Al_{3.5}Li₁ tratada en precipitación 24 horas. Con la indexación del patrón de difracción se determino que las partículas en la imagen corresponden a las fases Mg, Mg₁₇Al₁₂ y LiMgAl₂.

Tabla 3.1 Indexación del Patrón de Difracción para la Muestra Envejecida 24 Horas

Anillo	d Anillo	d LiMgAl ₂	d Mg ₁₇ Al ₁₂	d Mg
1	1.06654809		1.11	
2	1.14748965		1.12	1.17
3	1.30218655		1.33	1.34
4	1.51047778		1.58	1.47
5	1.6186155		1.62	1.6
6	1.76999301		1.75	
7	1.95264905	1.974		1.9
8	2.13539435	2.112	2.15	
9	2.31298151	2.371	2.24	
10	2.462106	2.454	2.48	2.45
11	2.81402797	2.831	2.81	2.77
12	3.1168502		3.045	
13	3.42827406	3.556	3.33	

3.2 ENSAYO DE MICRODUREZA VICKERS

El ensayo de microdureza Vickers fue realizado para estudiar el cambio en la dureza de las aleaciones tratadas térmicamente en solución y en precipitación. La figura 3.22 muestra la gráfica obtenida de dureza contra tiempo de envejecimiento de las muestras tratadas térmicamente.

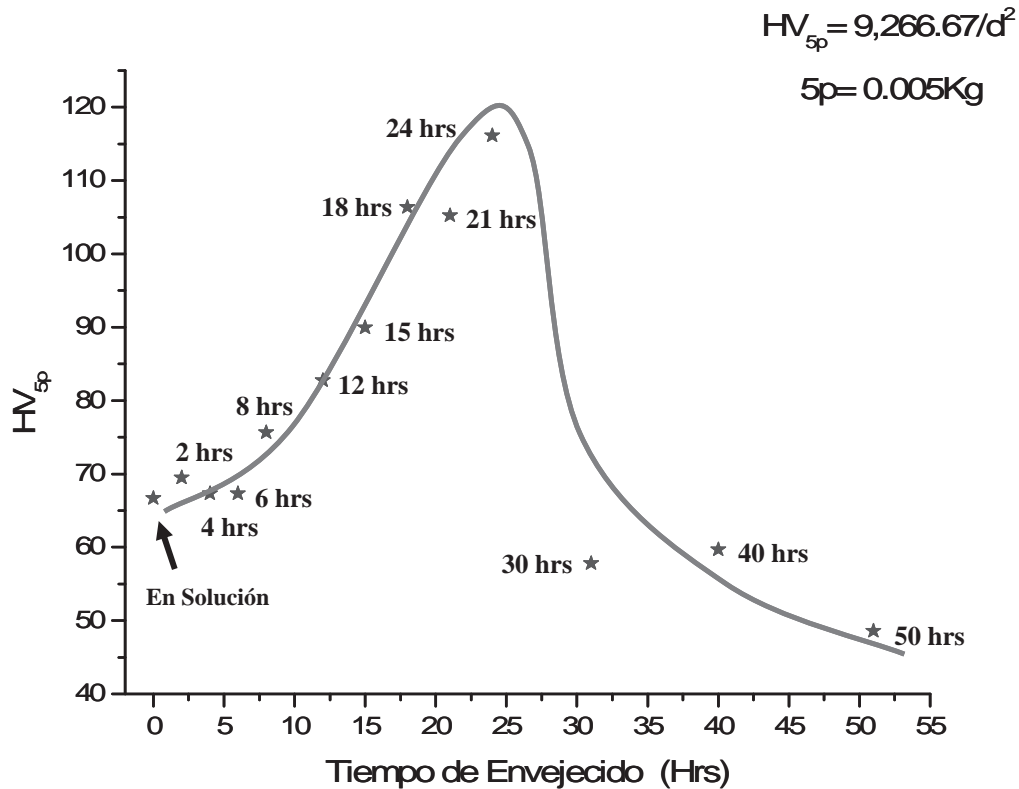


Figura 3.22 Gráfica de microdureza Vickers (HV_{5p}) contra tiempo de envejecimiento de las aleaciones tratadas térmicamente en solución y en precipitación.

Basado en el hecho de que el endurecimiento por solución sólida provee una menor resistencia que el endurecimiento por precipitación en este sistema, la interpretación que puede obtenerse de la gráfica es que inicialmente la muestra tratada en solución presenta una dureza menor que para las muestras tratadas en precipitación con una medición de aproximadamente 67 HV, posteriormente las muestras tratadas en precipitación por 2, 4 y 6 horas, presentan una dureza ligeramente mayor con un valor que alcanza los 70 HV como es el

caso de la muestra envejecida por 2 horas, el incremento en la dureza se hace más notable en el caso de las muestras tratadas en precipitación por 8, 12 y 15 horas, donde con una dureza inicial de 75 HV existe un incremento en dureza de aproximadamente 8 HV entre cada una de estas muestras hasta alcanzar los 90 HV, para las muestras envejecidas 18 y 21 horas, el valor de dureza alcanzado es muy similar el cual oscila entre 105 y 106 HV, el máximo valor de dureza alcanzado fue de 116 HV para la muestra envejecida por 24 horas, esto es atribuido en gran medida al tamaño y a la mejor distribución de las partículas de la segunda fase $Mg_{17}Al_{12}$ observada en las fotografías de microscopia óptica así como también a la formación de pequeños precipitados de la fase $LiMgAl_2$ cuya presencia fue confirmada mediante el análisis por microscopia electrónica de transmisión, para los mayores tiempos de envejecido de 30, 40 y 50 horas, se presenta una abrupta caída en dureza alcanzando valores aún menores que para la muestra tratada en solución, para las muestras envejecidas 30 y 40 horas el valor obtenido de dureza es similar rondando los 60 HV, la explicación para esto puede atribuirse a un sobre envejecimiento de las muestras debido a que los tiempos empleados en el tratamiento térmico serían considerados excesivos, ya que en la literatura el tiempo recomendado de precipitación que provee las mejores propiedades en las aleaciones de magnesio varía de 3 a 16 horas dependiendo de la composición de las aleaciones y otros factores.

G. S. Song y colaboradores [62], realizaron un ensayo de microdureza Vickers a una aleación Mg-(11-14) Li, a la cual se le adicionaron como elementos de refuerzo Al (1-3) y Be. A esta aleación se le realizó un proceso denominado “Dureza Reversible” en el cual la fase de refuerzo que se forma $MgLi_2Al$ se transforma a la fase $AlLi$ a temperaturas arriba de 75 °C. El proceso de dureza reversible consistió en suavizar la aleación realizándole un tratamiento térmico a 75 °C para posteriormente endurecerla nuevamente realizando un envejecimiento a temperatura ambiente. De este experimento se encontró que la dureza máxima fue alcanzada para un contenido de aluminio de 3 wt % después de realizarle el tratamiento de envejecimiento alcanzando una dureza de 117 HV. Este resultado es muy similar al obtenido en nuestra aleación donde la dureza máxima fue de 116 HV, con la diferencia que el contenido de los elementos de aleación es mucho menor en nuestra aleación.

3.3 ENSAYO DE CREEP.

La figura 3.23 muestra a manera de comparación los resultados obtenidos en el ensayo de creep de la aleación Mg96Al4 en condición de colada y de las aleaciones Mg96Al4 y Mg95.5Al3.5Li1 tratadas térmicamente en solución. Como se mencionó anteriormente en la sección de revisión bibliográfica los mecanismos presentes en la deformación por creep en las aleaciones de magnesio corresponden al ascenso de las dislocaciones y al deslizamiento de los límites de grano. La grafica obtenida en el ensayo de creep de las aleaciones presenta curvas típicas de creep que muestran la deformación producida en función del tiempo para un esfuerzo y temperatura constantes ($\sigma = 45 \text{ MPa}$, $T = 150 \text{ }^\circ\text{C}$).

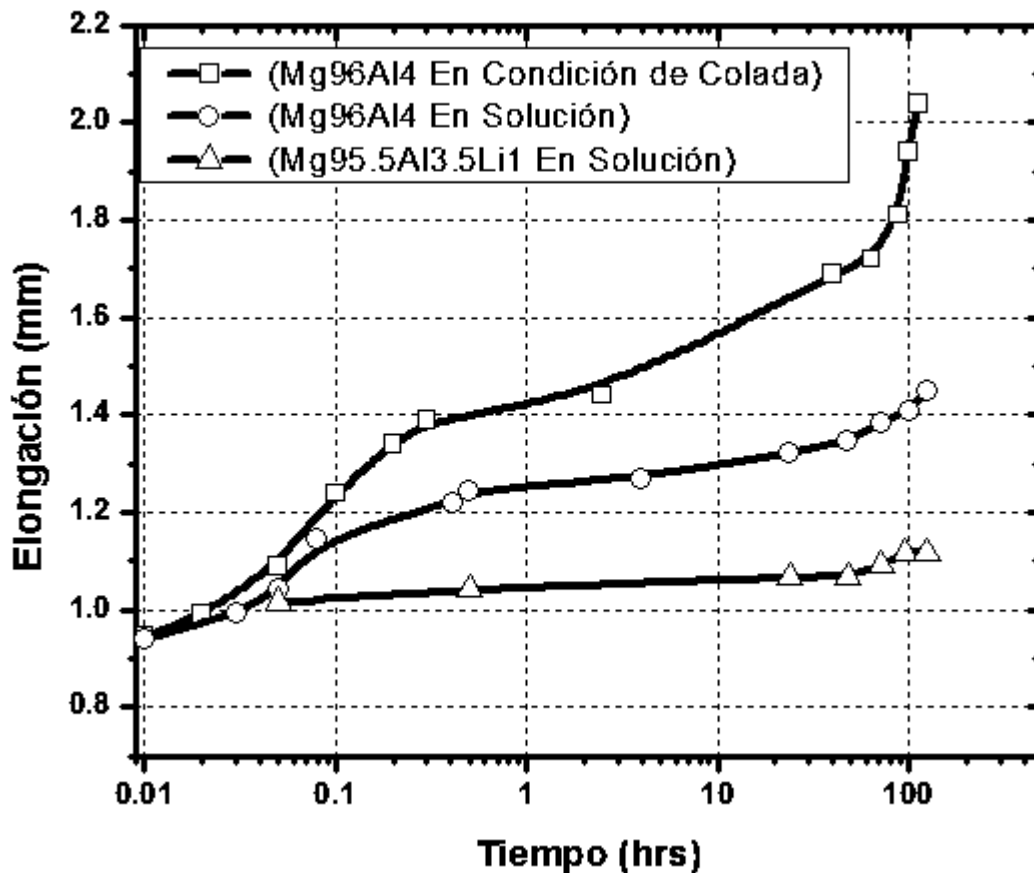


Figura 3.23 Curvas de creep que muestran la deformación producida en función del tiempo para un esfuerzo y temperatura constantes ($\sigma = 45 \text{ MPa}$, $T = 150 \text{ }^\circ\text{C}$) en la aleación Mg96Al4 en condición de colada y de las aleaciones Mg96Al4 y Mg95.5Al3.5Li1 tratadas térmicamente en solución.

En una curva típica de creep, tan pronto como se aplica el esfuerzo, la muestra se estira en forma elástica una pequeña cantidad, la cual esta en función del esfuerzo aplicado y del módulo de elasticidad del material a la temperatura elevada, en el caso de las tres aleaciones ensayadas, al aplicar el esfuerzo el estiramiento correspondiente a la deformación elástica alcanzó una elongación alrededor de 0.9 mm, a partir de ahí la curva de creep se divide en tres etapas. En la primera etapa muchas dislocaciones suben alejándose de los obstáculos, se deslizan y contribuyen a la deformación, esta primera etapa se hace más notable en el caso de la aleación Mg96Al4 en condición de colada la cual alcanza una elongación máxima de 1.4 mm en un tiempo de 30 minutos. Para la aleación Mg96Al4 tratada térmicamente en solución esta primera etapa es alcanzada con una elongación de 1.3 mm en un tiempo de 25 min. La aleación Mg95.5Al3.5Li1 tratada térmicamente en solución es la que alcanza la primera etapa más rápidamente con una elongación de 1mm en un tiempo de 10 minutos.

La segunda etapa de creep considerada como la de estado estacionario es la más útil para definir la resistencia al creep de la aleación, en esta etapa la velocidad con que las dislocaciones suben alejándose de los obstáculos es igual a la rapidez con que otras imperfecciones bloquean a las dislocaciones, en consecuencia, la deformación se lleva a cabo muy lentamente. La pendiente de la región en estado estacionario de la curva de creep es considerada como la velocidad de creep, entre más pronunciada es la pendiente, el efecto de la temperatura y el esfuerzo aplicado al material es mayor.

En la gráfica obtenida en el ensayo, la pendiente más pronunciada corresponde a la aleación Mg96Al4 en condición de colada, por lo tanto es la que presenta la menor resistencia al creep, la microestructura de esta aleación se caracteriza por la presencia de la fase Mg₁₇Al₁₂, que de acuerdo a la bibliografía, se ha reportado como la causa de la baja resistencia al creep de las aleaciones basadas en el sistema Mg-Al. La aleación Mg96Al4 tratada térmicamente en solución presenta una pendiente un poco menos pronunciada, por lo tanto, la resistencia al creep de esta aleación es un poco mayor que en el caso anterior, la razón para esto puede estar en el reforzamiento de la estructura por la formación de la solución sólida. La aleación que presentó la mejor resistencia al creep fue la aleación Mg95.5Al3.5Li1 tratada térmicamente en solución, la microestructura de esta aleación de acuerdo al análisis mediante microscopia electrónica de transmisión, reveló la presencia de pequeñas partículas correspondientes a la

fase LiMgAl_2 , la cual puede contribuir a la mejor respuesta de esta aleación al disminuir la presencia de la fase $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$.

Finalmente durante la tercera etapa de creep el material se deforma con una rapidez acelerada hasta que se presenta la falla. Para la aleación $\text{Mg}_{96}\text{Al}_4$ en condición de colada, el inicio de esta tercera etapa se dio en un tiempo de 64 horas con una elongación de 1.7 mm y finalizó al ocurrir la fractura de la probeta en un tiempo de 112 hrs con una elongación máxima de 2 mm. En el caso de las aleaciones $\text{Mg}_{96}\text{Al}_4$ y $\text{Mg}_{95.5}\text{Al}_{3.5}\text{Li}_1$ tratadas térmicamente en solución no se logró identificar el inicio de esta tercera etapa ya que se optó por suspender el ensayo al alcanzar el tiempo en el cual ocurrió la fractura en la aleación $\text{Mg}_{96}\text{Al}_4$ en condición de colada, ya que la información útil para determinar la resistencia al creep de las aleaciones sería identificable dentro de este rango de tiempo.

Utilizando los resultados obtenidos en las curvas de creep, podemos calcular la deformación por creep en nuestras aleaciones para poder compararla con la deformación por creep de las aleaciones AZ91, AS21, AE42, AJ51X y AJ52X ensayadas a 35 MPa y $T = 150^\circ\text{C}$ por 200 horas [6].

$$\% \text{ Deformación por Creep} = \frac{\Delta l}{l_0}$$

Aleación $\text{Mg}_{96}\text{Al}_4$ en condición de colada:

$$\% \text{ Deformación por Creep} = \frac{2.0787 - 2}{2} = 0.03935 \%$$

Aleación $\text{Mg}_{96}\text{Al}_4$ en Solución:

$$\% \text{ Deformación por Creep} = \frac{2.0551 - 2}{2} = 0.02755 \%$$

Aleación $\text{Mg}_{95.5}\text{Al}_{3.5}\text{Li}_1$ en Solución:

$$\% \text{ Deformación por Creep} = \frac{2.0433 - 2}{2} = 0.02165 \%$$

Comparando los valores de deformación obtenidos con los de las aleaciones antes mencionadas tenemos en apariencia una resistencia al creep similar a la de las aleaciones con adición de estroncio (serie AJ) el cual alcanza un valor de deformación por creep de 0.03 %. Sin embargo, la resistencia al creep puede disminuir con el tiempo ya que la resistencia de nuestras aleaciones fue medida en tiempo de 100 horas, ya que en este tiempo ocurrió la máxima deformación antes de ocurrir la fractura de la aleación Mg96Al4 en condición de colada. La figura 3.24 muestra una gráfica a manera de comparación de la deformación por creep de las aleaciones fabricadas con otras aleaciones de magnesio.

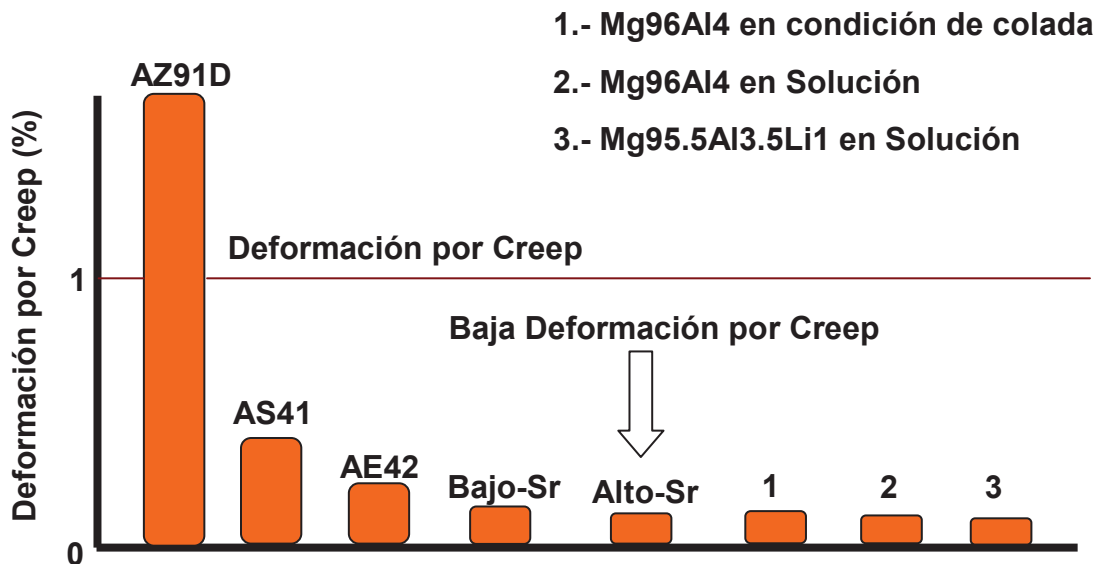


Figura 3.24 Comparación de la deformación por Creep de las aleaciones fabricadas con otras aleaciones de magnesio.

De acuerdo a las micrografías de microscopía óptica tomadas cerca de la zona de fractura de la muestra Mg96Al4 en condición de colada, se pudo establecer que el tipo de fractura que se presentó en la aleación es del tipo frágil, las fallas de ruptura frágil por esfuerzos suelen presentarse con la formación de huecos en la intersección de tres límites de grano y la incidencia de otros huecos a lo largo de los límites de grano por procesos de difusión, las fallas de ruptura frágil generalmente muestran poca formación de cuello y con frecuencia ocurren a mas bajas velocidades de creep y temperaturas altas como se observó en este caso.

En la figura 3.25 se observan tres fotografías de microscopía óptica de la muestra Mg96Al4 en condición de colada ensayada en creep en las cuales es posible apreciar las cavidades de creep que se forman en los límites de grano.

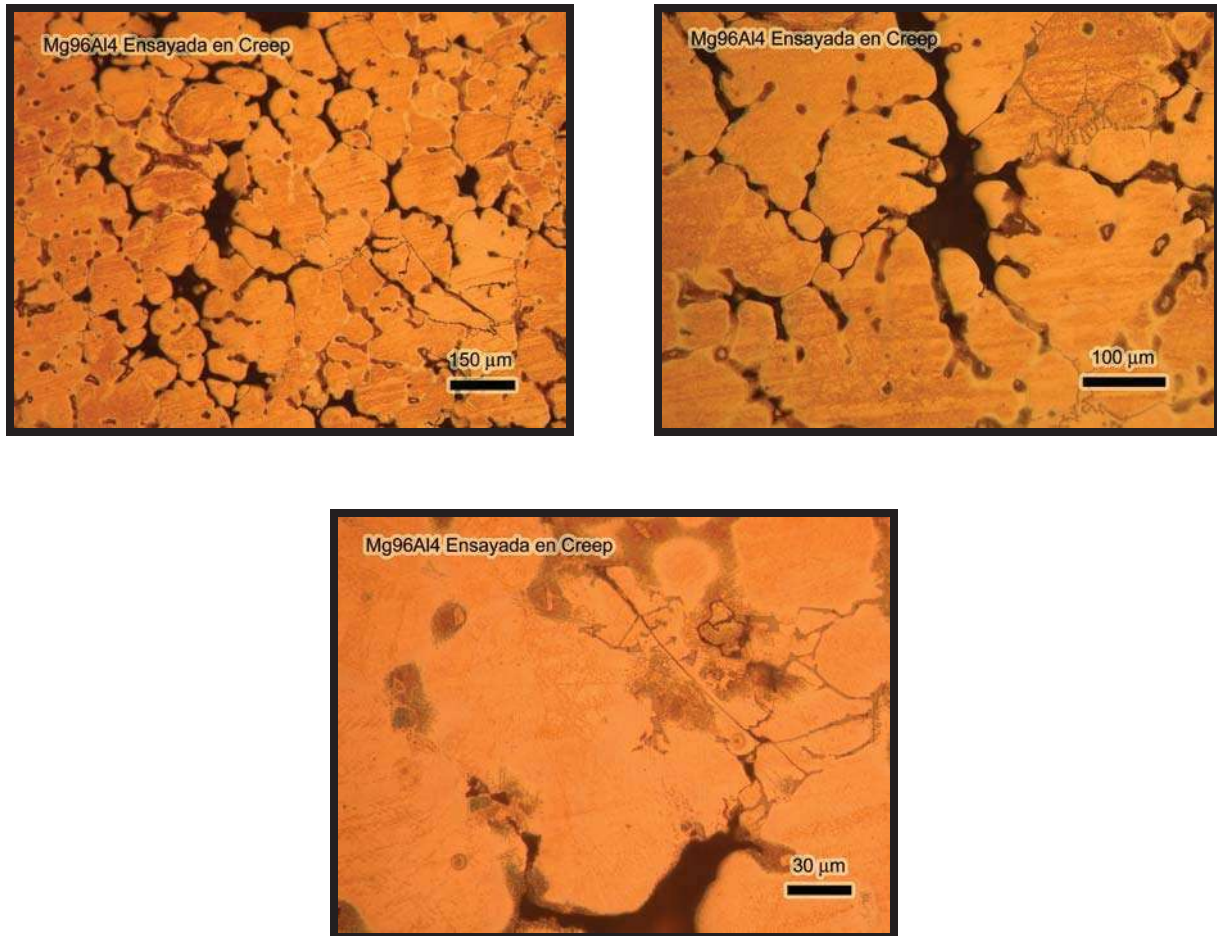


Figura 3.25 Micrografías de microscopía óptica mostrando la microestructura general y de detalle de la aleación Mg96Al4 en condición de colada, en las cuales es posible apreciar las cavidades de creep que se forman en los límites de grano.

CAPÍTULO IV. CONCLUSIONES.

En esta parte se resume a manera de conclusión los resultados obtenidos en la fabricación y caracterización de las aleaciones Mg96Al4 y Mg95.5Al3.5Li1.

1. De acuerdo al problema que representa fabricar aleaciones de magnesio en un horno de inducción convencional debido a la reactividad del magnesio, ya que en la práctica este tipo de aleaciones son fabricadas en hornos al vacío, podemos concluir que el método empleado en la fabricación de las aleaciones fue adecuado para este propósito, logrando reducir completamente la oxidación e inflamación del magnesio al momento de llevar a cabo la fusión de los elementos de aleación con la inducción del flujo de gas argón.
2. La caracterización de las aleaciones permitió comprobar que las aleaciones obtenidas Mg96Al4 y Mg95.5Al3.5Li1 son estructuralmente homogéneas, es decir, no se presentó variación microestructural a lo largo de las diferentes regiones de las aleaciones producto de la solidificación, fue posible identificar las fases presentes, su morfología así como su distribución en la microestructura.
3. Para el caso de la aleación Mg96Al4, su microestructura esta compuesta por granos gruesos de la fase α primaria, cuyos límites de grano están rodeados por un halo de color blanco cuyo contenido de aluminio es más alto hacia los límites de grano que en la solución sólida α presente en los granos, formando una fase α rica en aluminio. La presencia de la fase Mg₁₇Al₁₂ se vio reducida por la presencia de pequeñas partículas de la fase Mg₂Si producto de la contaminación de los tubos en los cuales se llevó a cabo la fusión. En las fusiones posteriores la contaminación pudo reducirse no excediendo el tiempo de permanencia de los tubos al interior del horno de inducción, evitando de esta manera el ablandamiento de los tubos y por ende el desprendimiento de partículas contaminantes.

4. La microestructura de la aleación Mg95.5Al3.5Li1 esta compuesta por la fase α primaria con cantidades mayores de partículas de la segunda fase Mg₁₇Al₁₂ distribuidas a lo largo de los límites de grano, además se lograron detectar pequeñas partículas ternarias correspondientes a la fase LiMgAl₂. La microestructura de esta aleación se vio mejorada con la aplicación del tratamiento térmico de precipitación en un tiempo de 24 horas, donde debido al tamaño y a la distribución más homogénea de los precipitados en la matriz se alcanzó una dureza máxima de 116 HV.
5. El ensayo de creep realizado a las aleaciones Mg96Al4 en condición de colada y de las aleaciones Mg96Al4 y Mg95.5Al3.5Li1 tratadas térmicamente en solución, reveló que la aleación que mostró mejores propiedades fue la aleación con adición de litio tratada térmicamente en solución, aunque la diferencia entre las aleaciones no es muy significativa, el efecto benéfico del elemento litio en el sistema de aleación Mg-Al podría ser mas notable al aplicar el tratamiento térmico de precipitación, pero desafortunadamente, no fue posible realizar el ensayo de creep a esta aleación. El porcentaje en deformación por creep en nuestras aleaciones es en apariencia muy similar a la de las aleaciones con adición de estroncio AJ51X y AJ52X mencionadas en la revisión bibliográfica.
6. Con la aplicación del tratamiento térmico de solución a las aleaciones Mg96Al4 y Mg95.5Al3.5Li1 ensayadas en creep, su microestructura se vio mejorada por la formación de la solución sólida, presente al disolver completamente la fase Mg₁₇Al₁₂ en la fase matriz. Además con la ayuda del microscopio electrónico de transmisión fueron detectadas en la microestructura de la aleación Mg95.5Al3.5Li1 partículas de la fase ternaria LiMgAl₂, la cual puede contribuir en gran medida a la mejor resistencia al creep en nuestra aleación. Se han propuesto otras explicaciones para la baja resistencia al creep de las aleaciones basadas en el sistema Mg-Al en los rangos de 125 – 175 °C [61], estas explicaciones sugieren que la descomposición de la fase α rica en aluminio a elevadas temperaturas sería la causa de la baja resistencia al creep de las aleaciones. La fracción de la fase α rica en aluminio en nuestras aleaciones es muy pequeña, de manera que esto podría ser otro factor a tomar en cuenta para explicar el mejor desempeño en creep en nuestras aleaciones.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

- [1]. Test de Industria y Materiales: El Magnesio y sus Aleaciones, Procedencia: Argentina. http://html.rincondelvago.com/magnesio_1.html.
- [2]. I. J. Polmear., Light Alloys, Metallurgy of the Light Metals, Third Edition, pp. 196, 197, 199, 213.
- [3]. KEY to METALS, Nonferrous Article: Practical Heat Treatment of Magnesium Alloys, <http://www.key-to-nonferrous.com/default.aspx?ID=CheckArticle&NM=155>.
- [4]. S. Das (2003) Magnesium for automotive applications: primary production cost assessment. JOM J Miner Metals Mater Society 55(11):22–26
- [5]. E. Baril, P. Labelle, M. O. Pekguleryuz (2003) Elevated temperature Mg-Al-Sr: Creep resistance, mechanical properties, and microstructure. Jom-Journal of the Minerals Metals & Materials Society 55(11):A34–A39.
- [6]. M. O. Pekguleryuz, E. Baril, P. Labelle, D. Argo (2003) Creep resistant Mg-Al-Sr alloys. J Adv Mater 35(3):32–38
- [7]. A. A. Luo, Recent magnesium alloy development for elevated temperature applications. International Materials Reviews 2004 VOL 49 NO 1: pp13.
- [8]. D. R. Askeland, P. P. Phulé, Ciencia e Ingeniería de los Materiales, Cuarta Edición, Thomson. Págs. 292, 295, 601.
- [9]. S. R. Agnew, K. C. Liu, E. A. Kenik and S. Viswanathan: in ‘Magnesium technology 2000’, (ed. H. I. Kaplan et al.), 285–290; 2000, Warrendale, PA, TMS.
- [10]. C. R. Brooks, Heat Treatment Structure and Properties of Nonferrous Alloys, American Society for Metals, pp. 253, 254, 264.
- [11]. D. S. Clark and W.R. Barney, Physical Metallurgy for Engineers, Copyright ©1952, Van Nostrand Reinhold Company, New York.
- [12]. V. G. Tkachenko, I. N. Maksimchuk, P. Y. Volosevich, N. K. Lashuk, A. N. Malka, V.V. Friezel (2006) Creep resistance and long-term strength of structural magnesium alloys. High Temp Mater Proc 25(1–2):97–107
- [13]. M. K. Kulekci, Magnesium and its alloys applications in automotive industry, © Springer-Verlag London Limited 2007, Int J Adv Manuf Technol DOI 10.1007/s00170-007-1279-2
- [14]. KEY to METALS, Nonferrous Article: Heat Treating of Magnesium Alloys, <http://www.key-to-metals.com/Article93.htm>.

- [15]. P. S. Sreejith, BKA Ngoi (2000) Dry machining: machining of the future. *J Mater Process Technol* 101:287–291
- [16]. G. Davies (2003) *Magnesium. Materials for automotive bodies*, Elsevier, G. London, pp 91, 158, 159
- [17]. E. P. D. Garmo, J. T. Black, R. A. Kohser (1997) *Magnesium and magnesium alloys. Materials and processes in manufacturing (8th Edition)*. Wiley, USA, pp 182–184
- [18]. *Welding Magnesium (2007)*
<http://www.robots4welding.com/magnesium-welding-automation.htm>.
- [19]. Z. H. Huang, X. F. Guo, Z. M. Zhang (2006) Effects of alloying on microstructure and mechanical property of AZ91D magnesium alloy. *Rare Met Mater Eng* 35(3):363–366
- [20]. M. Medraj, A. Parvez (2007) Analyse the importance of Magnesium-aluminum-strontium alloys for more fuel-efficient automobiles. *Automotive* 45–47
- [21]. C. Blawert, N. Hort, K. V. Kainer (2004) Automotive applications of magnesium and its alloys. *Trans Indian Inst Met* 57(4):397–408
- [22]. S. Schumann (2005) The paths and strategies for increased magnesium application in vehicles. *Mat Sci Forum* 488–489:1–8
- [23]. D. Eliezer, E. Aghion, F. H. Froes (1998) *Magnesium science and technology*. *Adv Mat Performance* 5:201–212
- [24]. H. Dieringa, K. U. Kainer (2007) *Magnesium-der zukunftswerkstoff für die automobilindustrie*. *Mat-wiss U Werkstofftech* 8(2):91–95
- [25]. Y. Kurihara (1994), The role of aluminum in automotive weight reduction. 2. *JOM J Miner Metals Mater Society* 46(2):33–35
- [26]. S. Novotny, M. Geiger (2003) Process design for hydro forming of lightweight metal sheets at elevated temperatures. *J Mater Process Technol* 138:594–599
- [27]. G. E. Dieter, *Mechanical Metallurgy*, 3rd edn, 432–457; 1986, New York, McGraw-Hill.
- [28]. L. Shi and D. O. Northwood, *Acta Metall. Mater* 1994, 42, (3), 871–877.
- [29]. W. K. Miller: *Metall. Trans. A*, 1991, 22A, 873–877.
- [30]. T. Kr. Aune and T. J. Ruden: *SAE Technical Paper 920070*; 1992, Warrendale, PA, Society of Automotive Engineers.

- [31]. M. Regev, E. Aghion, A. Rosen and M. Bamberger, *Mater. Sci. Eng. A*, 1998, A252, 6–16.
- [32]. M. Regev, E. Aghion and A. Rosen, *Mater. Sci. Eng. A*, 1997, A234–236, 123–126.
- [33]. M. S. Dargusch, G. L. Dunlop and K. Pettersen: in ‘Trans. 19th International Die Casting Congress’, 131–137; 1997, Rosemont, IL, North American Die Casting Association (NADCA).
- [34]. M. S. Dargusch and G. L. Dunlop: in ‘Magnesium alloys and their applications’, (ed. B. L. Mordike and K. U. Kainer), 277–282; 1998, Frankfurt, Werkstoff-Informationsgesellschaft.
- [35]. F. C. Chen, J. W. Jones, T. A. McGinn, J. E. Kearns, A. J. Nielsen and J. E. Allison: SAE Technical Paper 970325; 1997, Warrendale, PA, Society of Automotive Engineers.
- [36]. S. R. Agnew, K. C. Liu, E. A. Kenik and S. Viswanathan: in ‘Magnesium technology 2000’, (ed. H. I. Kaplan et al.), 285–290; 2000, Warrendale, PA, TMS.
- [37]. W. E. Mercer II: SAE Technical Paper 900788; 1990, Warrendale, PA, Society of Automotive Engineers.
- [38]. E. Aghion, B. Bronfin, F. Von Buch, S. Schumann, H. Friedrich (2003) Newly developed magnesium alloys for powertrain applications. *Jom-J Miner Metals Mater Society* 55(11):A30–A33
- [39]. M. O. Pekguleryuz, A. A. Kaya (2003) Creep resistant magnesium alloys for powertrain applications. *Adv Eng Mater* 5(12):866–878
- [40]. Grieve DJ (2001) Magnesium Die Castings.
<http://www.tech.plym.ac.uk/sme/mech330/magcast.htm>.
- [41]. E. Aghion, B. Bronfin, D. Eliezer (2001), The role of the magnesium industry in protecting the environment. *J Mater Process Technol* 117(3):381–385
- [42]. S. Beer, G. Frommeyer and E. Schmid: in ‘Magnesium alloys and their applications’, (ed. B. L. Mordike and F. Hehmann), 317–324; 1992, Oberursel, DGM Informationsgesellschaft.
- [43]. K. Pettersen, H. Westengen, J. I. Skar, M. Videm and L.-Y. Wei: in ‘Magnesium alloys and their applications’, (ed. K. U. Kainer), 29–34; 2000, Weinheim, Wiley-VCH Verlag.
- [44]. K. Pettersen, P. Bakke, J. I. Skar, C. Tian and D. Albright: in ‘Trans. 21st International Die Casting Congress’, 181–186; 2001, Rosemont, IL, North American Die Casting Association NADCA).
- [45]. A. Luo and M. O. Pekguleryuz, *J. Mater. Sci.*, 1994, 29, 5259–5271.

- [46]. G. Foerster: in 'Proc. 7th SDCE International Die Casting Congress', paper 9372; 1972, SDCE.
- [47]. G. Pettersen, H. Westengen, R. Hoier and O. Lohne, Mater. Sci. Eng., 1996, A207, 115–120.
- [48]. E. G. Sieracki, J. J. Velazquez and K. Kabiri: SAE Technical Paper 960421; 1996, Warrendale, PA, Society of Automotive Engineers.
- [49]. B. Bronfin, E. Aghion, F. von Buch, S. Schumann and M. Katsir: in 'Magnesium technology 2001', (ed. J. N. Hryn), 127–130; 2001, Warrendale, PA, TMS.
- [50]. B. R. Powell, V. Rezhets, M. Balogh and R. Waldo: in 'Magnesium technology 2001', (ed. J. N. Hryn), 175–181; 2001, Warrendale, PA, TMS.
- [51]. L. Y. Wei, G. L. Dunlop and H. Westengen, Mater. Sci. Technol., 1996, 12, 741–750.
- [52]. T. B. Massalski: 'Binary alloy phase diagrams', Vol. 1; 1986, Metals Park, OH, American Society for Metals.
- [53]. 'Data sheet: die cast magnesium alloys', Hydro Magnesium, Livonia, MI, Nov. 1996.
- [54]. W. K. Miller: General Motors R&D Internal Report, July 1992, Warren, MI.
- [55]. M. O. Pekguleryuz and E. Baril: in 'Magnesium technology 2001', (ed. J. N. Hryn), 119–125; 2001, Warrendale, PA, The Minerals, Metals and Materials Society.
- [56]. D. Argo, M. O. Pekguleryuz, P. Labelle, M. Direks, T. Sparks and T. Waltemate: in 'Magnesium technology 2001', (ed. J. N. Hryn), 131–136; 2001, Warrendale, PA, TMS.
- [57]. D. Argo, M. O. Pekguleryuz, P. Labelle and P. Vermette, R. Bouchard and M. Lefebvre: in 'Magnesium technology 2002', (ed. H. I. Kaplan), 87–93; 2002, Warrendale, PA, TMS.
- [58]. P. Labelle, M. O. Pekguleryuz, D. Argo, M. Dierks, T. Sparks and T. Waltemate: SAE Technical Paper 2001-01-0424; 2001, Warrendale, PA, Society of Automotive Engineers.
- [59]. Bavarian Motor Works (2007) Magnesium fosters rebirth of an automotive engine. International magnesium association: The global voice for magnesium (May):1–3
- [60]. P. Labelle, M. O. Pekguleryuz, M. Lefebvre and R. Bouchard: SAE Technical Paper 2002-01-0079; 2002, Warrendale, PA, Society of Automotive Engineers.
- [61]. H. Westegen, L. Y. Wei, T. Aune and D. Albright: in 'Magnesium alloys and their applications', (ed. B. L. Mordike and K.U. Kainer), 209–214; 1998.
- [62]. G. S. Song, M. Staiger, M. Kral: Some new characteristics of the strengthening phase in β -phase magnesium-lithium alloys containing aluminum and beryllium. 2004, Elsevier B.V.