



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN
NICOLÁS DE HIDALGO**

**INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN
METALURGIA Y MATERIALES**



**PROGRAMA DE DOCTORADO EN
CIENCIAS EN METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES**

**“FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE COMPUESTOS DE MATRIZ
METÁLICA AZ91/SiC Y SUS PRECURSORES”**

**Tesis que para obtener el Grado de
Doctor en Ciencias presenta:**

M.C. Carlos Arreola Fernández

**Director de Tesis
Dr. José Lemus Ruiz**

**Codirector de Tesis
Dr. Lázaro Abdiel Falcón Franco**

Morelia, Michoacán, México, diciembre 2022



Instituto de Investigación
en Metalurgia y Materiales

Of. Num. IIMM-ST-043-2022

Morelia, Mich., a 02 de Diciembre de 2022

M.C. CARLOS ARREOLA FERNANDEZ

Presente

Por medio de la presente, esta dirección del Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, tiene a bien informarle que para presentar su examen de grado de Doctor en Ciencias en Metalurgia y Ciencias de los Materiales con la tesis titulada: "Fabricación y caracterización de compuestos de matriz metálica AZ91/SiC y sus precursores", le ha sido asignada la siguiente mesa sinodal:

01001531	DR. JOSE LEMUS RUIZ	(PRESIDENTE)
14020155	DR. LAZARO ABDIEL FALCON FRANCO	(CO-PRESIDENTE)
01003062	DR. ARNOLDO BEDOLLA JACUINDE	(Vocal)
05002699	DR. VICTOR HUGO LOPEZ MORELOS	(Vocal)
01000489	DR. JORGE ALEJANDRO VERDUZCO MARTINEZ	(Vocal)
19000243	DR. FRANCISCO VAPEANI GUERRA LOPEZ	(Suplente)

Agradeciendo de antemano las atenciones que se sirva prestar a la presente, aprovecho para enviarle un cordial saludo.

Atentamente

V. López Morelos
Dr. Víctor Hugo López Morelos

Director



Instituto de Investigación
en Metalurgia y Materiales
DIRECCIÓN

Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo

AGRADECIMIENTOS Y DEDICATORIA

Este trabajo de investigación inició con la convicción de ser ideal, un gran proyecto de investigación realizado de manera expedita. Sin embargo, la vida en ocasiones te saca de ruta y te lleva por senderos que no imaginaste, debes esforzarte por llegar a meta, aunque la ruta no sea la original.

Primero que nada, doy gracias a Dios, a un dios muy particular, al mío.

Mi más sincero y profundo agradecimiento a mis padres, Carlos y Margarita, por todos los esfuerzos, sacrificios, luchas, pesares y cambios a los que sometieron sus vidas por mí y por sus hijos. Siempre presentes, educando, ayudando, apoyando, sin los cuales yo no sería lo que soy ahora. Les estaré eternamente agradecido en donde sea que ustedes o yo estemos.

A Edaenna, por su cariño, paciencia y apoyo, por estar presente.

A mis hermanos, Araceli, Alejandrina y Tulio, por sus palabras de aliento, por creer que podría lograr esta meta, por estar ahí.

A mi asesor, Dr. José Lemus Ruiz, por su apoyo durante mi formación como investigador, las enseñanzas académicas y el soporte y la paciencia mostrado durante el complicado proceso para la obtención del grado, así como la realización del presente trabajo de investigación.

A mi codirector de tesis, el Dr. Lázaro Abdiel Falcón Franco, por su invaluable apoyo durante todo el desarrollo de este trabajo de investigación y en particular al final, para poder concluir este proyecto.

Al Dr. José Egberto Bedolla Becerril, particularmente por las enseñanzas no académicas durante el proceso para la obtención del grado.

A mis sinodales, Doctores: Arnoldo Bedolla Jacuinde, Víctor Hugo López Morelos, Jorge Verduzco y Francisco Vapeani, y profesores del IIMM (UMSNH), los cuales me apoyaron como si fueran mis asesores guiando y ayudando en todo momento.

Al Dr. Didier Bouvard y a su equipo de Simap-Grenoble quienes me dieron la oportunidad de trabajar y desarrollar nuevos alcances del proyecto.

Agradezco mis compañeros, técnicos del IIMM y todos aquellos que de una u otra manera me ayudaron y apoyaron en la formación y realización del presente trabajo de investigación, Simón, Lee, Xiang, Ing. Francisco, Tony, Roy, Alex, Karlita, Toño, Rocío, Sayíl, Sra. Vicky, Héctor, Reme y todos los que me puedan faltar.

Mi gratitud a CONACYT por su apoyo económico durante esta investigación. A la UMSNH y al IIMM, por las facilidades y apoyo otorgado.

DEDICATORIA

Este trabajo está dedicado para todos los que me apoyaron en el desarrollo de este trabajo de investigación durante todos estos años, este es también en parte, su trabajo.

Para mis padres, de quienes estoy seguro será motivo de orgullo y satisfacción.

Para José Carlos y Javier Alejandro, ojalá algún día sea motivo de orgullo para ustedes y sirva de motivación en algún aspecto de sus vidas.

¡¡GRACIAS!!

INDICE

ÍNDICE DE FIGURAS.....	9
ÍNDICE DE TABLAS.....	12
LISTA DE ABREVIATURAS, SÍMBOLOS Y SUBÍNDICES.....	13
RESUMEN.....	15
ABSTRACT.....	17
CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN.....	20
1.1 Justificación.....	23
1.2 Hipótesis.....	24
1.3 Objetivos.....	25
1.3.1 <i>Objetivo general.</i>	25
1.3.2 <i>Objetivos específicos.</i>	25
CAPÍTULO II. REVISIÓN Y DISCUSIÓN DEL ESTADO DE ARTE.....	27
2.1 Materiales compuestos.....	27
2.1.1 <i>Clasificación de los materiales compuestos.</i>	28
2.1.2 <i>Clasificación en base al tipo de matriz.</i>	29
2.1.3 <i>Clasificación en base al tipo de refuerzo.</i>	30
2.1.4 <i>Aplicaciones de los materiales compuestos.</i>	32
2.2 Procesamiento de materiales compuestos.....	35
2.2.1 <i>Fabricación por infiltración.</i>	36
2.2.2 <i>Proceso de fabricación por rociado y depositación.</i>	39
2.2.3 <i>Fabricación in situ.</i>	40
2.2.4 <i>Fabricación en estado sólido primario.</i>	40
2.2.5 <i>Fabricación en estado sólido secundario.</i>	40
2.2.6 <i>Fabricación por fundición o dispersión.</i>	41
2.3 El proceso de fabricación de fundición con agitación.....	43
2.3.1 <i>Descripción de la fundición con agitación (stir casting).</i>	43
2.3.2 <i>Solidificación de los compuestos de matriz metálica.</i>	45
2.3.3 <i>El comportamiento de las partículas.</i>	46
2.3.4 <i>Relación de solidificación del compuesto líquido.</i>	47
2.3.5 <i>Viscosidad y fluidez del compuesto en estado líquido.</i>	48
2.3.6 <i>Principales problemas en la fundición con agitación.</i>	49
2.3.7 <i>Distribución de las partículas de refuerzo.</i>	50

2.4 El magnesio y sus aleaciones	51
2.4.1 Antecedentes y consideraciones generales	51
2.4.2 Consideraciones metalúrgicas y propiedades	52
2.4.3 Fabricación	54
2.4.4 Aplicaciones	55
2.4.5 Aleaciones base magnesio	59
2.5 Materiales precursores	65
2.5.1 Aleación base magnesio AZ91	65
2.5.2 Carburo de silicio (SiC)	67
2.6 Interfases	69
2.6.1 Compuestos Mg-SiC	70
2.6.2 Efecto del dióxido de silicio en la interfase	70
2.7 Mojabilidad	74
2.8 Porosidad	78
2.9 Propiedades mecánicas y comportamiento al desgaste de CMM	79
2.9.1 Dureza	79
2.9.2 Módulo de elasticidad	80
2.9.3 Desgaste	81
2.10 Comportamiento a la corrosión del magnesio y sus aleaciones	86
2.10.1 Mecanismos de corrosión	87
2.10.2 Factores que influyen en el comportamiento a la corrosión	87
2.10.3 Tipos de corrosión	90
CAPÍTULO III. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	93
3.1 Materiales precursores	95
3.1.1 Aleación de magnesio AZ91 como matriz metálica	95
3.1.2 Carburo de silicio	96
3.1.3 Recubrimiento de las partículas de refuerzo	97
3.1.4 Viscosidad	97
3.1.5 Mojado	98
3.2 Fabricación de materiales compuestos	100
3.2.1 Selección de equipo	100
3.2.2 Establecer el proceso inicial	101
3.3 Caracterización microestructural	102
3.3.1 Microscopía óptica (MO)	102

3.3.2 <i>Difracción de rayos X (DRX)</i>	102
3.3.3 <i>Microscopio electrónico de barrido (MEB)</i>	102
3.4 Caracterización física	104
3.4.1 <i>Densidad</i>	104
3.4.2 <i>Porosidad</i>	104
3.5 Caracterización mecánica	105
3.5.1 <i>Dureza</i>	105
3.5.2 <i>Módulo de elasticidad</i>	106
3.5.3 <i>Desgaste mecánico</i>	107
3.6 Caracterización química	109
3.6.1 <i>Corrosión</i>	109
CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	111
4.1 Materiales precursores	111
4.1.1 <i>Precursores de la matriz</i>	111
4.1.2 <i>Matriz, AZ91</i>	112
4.1.3 <i>Refuerzo, SiC</i>	116
4.1.4 <i>Análisis de viscosidad y velocidades de asentamiento</i>	119
4.2 Ángulo de contacto	121
4.2.1 <i>Ángulo de contacto vs tiempo y temperatura</i>	121
4.2.2 <i>Análisis Interfacial</i>	123
4.3 Materiales compuestos	128
4.3.1 <i>Microscopía óptica (distribución del refuerzo en la matriz)</i>	128
4.3.2 <i>Análisis por rayos X</i>	129
4.3.3 <i>MEB, composición superficial de los CMM</i>	130
4.3.4 <i>Interfase, matriz-refuerzo</i>	132
4.3.5 <i>Densidad</i>	134
4.3.6 <i>Porosidad</i>	135
4.3.7 <i>Dureza</i>	136
4.3.8 <i>Modulo de Young</i>	136
4.4 Desgaste mecánico	138
4.4.1 <i>Coefficiente de fricción</i>	138
4.4.2 <i>Temperaturas de contacto</i>	140
4.4.3 <i>Caracterización micrográfica de las superficies desgastadas</i>	141
4.4.4 <i>Mecanismos de desgaste</i>	148

4.4.5 Resistencia al desgaste.....	151
4.5 Caracterización electroquímica.....	155
4.5.1 Potencial de circuito abierto.....	155
4.5.2 Curvas de polarización.....	156
4.5.3 Espectroscopia de impedancia electroquímica.....	157
4.5.4 Caracterización de los productos de corrosión.....	158
CAPÍTULO V. CONCLUSIONES	166
CAPÍTULO VI. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	171

ÍNDICE DE FIGURAS

CAPÍTULO 2

FIGURA 2.1	FASES PRESENTES EN UN MATERIAL COMPUESTO.....	27
FIGURA 2.2.	EJEMPLOS DE MATERIALES COMPUESTOS EN LA ELECTRÓNICA (SITES.GOOGLE.COM).....	33
FIGURA 2.3	EJEMPLOS ACTUALES DE MATERIALES COMPUESTOS (HTTP://FIBRAPLUS.COM/LOS-MATERIALES-COMPUESTOS-EN-EL-MUNDO/).....	33
FIGURA 2.4	USO DE COMPUESTOS EN AVIONES AIRBUS (HTTP://WWW.NANOTUBO.COM.AR).....	34
FIGURA 2.5	INFILTRACIÓN POR INMERSIÓN PARCIAL.....	37
FIGURA 2.6	INFILTRACIÓN POR INMERSIÓN COMPLETA.....	37
FIGURA 2.7	INFILTRACIÓN POR CONTACTO.....	38
FIGURA 2.8	INFILTRACIÓN POR PRESIÓN EXTERNA MECÁNICA.....	38
FIGURA 2.9	SISTEMA OSSPRAY [HTTPS://TECNOATOCHA.WORDPRESS.COM/TECNICAS-DE-PROYECCION/]..	39
FIGURA 2.10	ESQUEMA E IMAGEN DE LA FUNDICIÓN CON AGITACIÓN.....	42
FIGURA 2.11	DIFERENTES TIPOS DE CUCHILLAS/AGITADORES [AMAR EQUIPMENTS PVT.LTD].....	44
FIGURA 2.12	DISTRIBUCIÓN DE PARTÍCULAS FASE A) SÓLIDA Y B) LÍQUIDA [14].....	46
FIGURA 2.13	DISOCIACIÓN DE AGLOMERADOS DURANTE EL CORTE (AGITACIÓN) A BAJAS VELOCIDADES [3]..	49
FIGURA 2.14	CELDA UNIDAD Y PRINCIPALES DIRECCIONES Y PLANOS DEL MAGNESIO [6].....	53
FIGURA 2.15	MÉTODOS DE PRODUCCIÓN DE MAGNESIO [26].....	54
FIGURA 2.16	TIPOS DE PROCESADO DE MAGNESIO [37].....	55
FIGURA 2.17	USOS DEL MAGNESIO PRIMARIO PRODUCIDO EN 2011 [31].....	56
FIGURA 2.18	APLICACIONES EN PARTES DE AUTOMÓVIL.....	57
FIGURA 2.19	APLICACIÓN ELÉCTRICAS Y ELECTRÓNICAS DE ALEACIONES BASE MG.....	58
FIGURA 2.20	APLICACIONES DE ALEACIONES BASE MG EN AERONAVES.....	58
FIGURA 2.21	APLICACIONES EN HERRAMIENTAS ELÉCTRICAS Y ELEMENTOS DEPORTIVOS.....	59
FIGURA 2.22	EVOLUCIÓN ALEACIONES DE MAGNESIO [32].....	61
FIGURA 2.23	DIAGRAMA DE FASES BINARIO MG-AL [34].....	62
FIGURA 2.24	DIAGRAMA DE FASES BINARIO MG-ZN [34].....	63
FIGURA 2.25	DIAGRAMA DE FASES MG-HASTA 5% DE Mn [34].....	64
FIGURA 2.26	DIAGRAMA DE FASES EN EL BAJO CONTENIDO EN ALUMINIO PARA EL SISTEMA AZ, CON UN CONTENIDO DEL 0,3% EN MANGANESO Y UN 1% DE ZINC [38].....	66
FIGURA 2.27	TIEMPO DE EXPOSICIÓN A) 2HORAS, B) 4 HORAS Y C) 6HORAS [80].....	72
FIGURA 2.28	UN LÍQUIDO EN EQUILIBRIO CON UN SÓLIDO CON ÁNGULO DE CONTACTO θ	76
FIGURA 2.29	PRESIÓN DE EVAPORACIÓN DE MG COMO FUNCIÓN DE LA TEMPERATURA [93].....	77
FIGURA 2.30	CAMBIO EN UNA GOTA DE AZ91E POR EFECTO DE LA EVAPORACIÓN DEL MG [94].....	77
FIGURA 2.31	DUREZA Y RESISTENCIA DE AZ91 REFORZADA CON DIFERENTES PARTÍCULAS [95].....	80
FIGURA 2.32	MÓDULO ELÁSTICO DE AZ91E-ALN EN RELACIÓN AL % DE REFUERZO [25].....	81
FIGURA 2.33	CLASIFICACIÓN DE LOS MÉTODOS DE DESGASTE POR EL MODO DE DESGASTE.....	82
FIGURA 2.34	ENSAYOS DE LABORATORIO PARA MEDIR DESGASTE.....	83
FIGURA 2.35	REACCIÓN TRIBOQUÍMICA EN CMM AL DESGASTE EN ENSAYO PERNO SOBRE DISCO [98].....	84
FIGURA 2.36	TAZA DE DESGASTE EN RELACIÓN A LA RUGOSIDAD Y LA DUREZA SUPERFICIAL [97].....	85
FIGURA 2.37	VARIACIÓN DE LA V_{CORR} EN FUNCIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE IMPUREZAS [60].....	88

CAPÍTULO 3

FIGURA 3. 1	DESARROLLO EXPERIMENTAL	94
FIGURA 3. 2	RAMPA DE OXIDACIÓN.....	97
FIGURA 3. 3	GOTAS DE AZ91 SOBRE SUSTRATOS DE A)SiC Y B)SiO ₂ A 800°C POR 1 MIN.....	99
FIGURA 3. 4	HORNO VERTICAL LINDBERG BLUE Y AGITADOR ELÉCTRICO HELDOLPH.	100
FIGURA 3. 5	DISPOSITIVO USADO PARA LA FABRICACIÓN DE ALEACIONES Y CMMs.....	100
FIGURA 3. 6	PROCESO DE MEDICIÓN DE DUREZA.	106
FIGURA 3. 7	A) EQUIPO PARA MEDIR MÓDULO DE YOUNG, GRINDOSONIC.....	107

CAPÍTULO 4

FIGURA 4. 1	PATRÓN DE RAYOS X DE LOS PRECURSORES: A) MAGNESIO, B) ALUMINIO, C) ZINC, D) MANGANESO.	111
FIGURA 4. 2	PATRÓN DE RAYOS X A LA ALEACIÓN AZ91, A) DE PROVEEDOR, B) FABRICADA EN EL LABORATORIO.	113
FIGURA 4. 3	MICROGRAFÍAS DE LA A LA ALEACIÓN CON: A) ELECTRONES SECUNDARIOS Y B) CON EDS.....	113
FIGURA 4. 4	ANÁLISIS TERMO GRAVIMÉTRICO DE LA AZ91E A) DE PROVEEDOR Y B) FABRICADA EN EL LABORATORIO.	114
FIGURA 4. 5	DIAGRAMA BINARIO DE LA ALEACIÓN MG-AL [34].	115
FIGURA 4. 6	PARTÍCULAS DE SiC, A) DIFRACTOGRAMA, B) MORFOLOGÍA, C) TAMAÑO DE PARTÍCULA.....	117
FIGURA 4. 7	A) TERMOGRAMA A PARTÍCULAS DE SiC, B) DIFRACTOGRAMA DE PARTÍCULAS OXIDADAS.....	118
FIGURA 4. 8	ANÁLISIS LINEAL (LINE-SCAN): A) PARTÍCULA SIN OXIDAR Y B) PARTÍCULA OXIDADA.	118
FIGURA 4. 9	ÁNGULO DE CONTACTO VS TEMPERATURA PARA EL SISTEMA AZ91-SiO ₂	121
FIGURA 4. 10	ÁNGULO DE CONTACTO VS TEMPERATURA PARA EL SISTEMA AZ91-SiC.	122
FIGURA 4. 11	ÁNGULO DE CONTACTO VS TIEMPO.	123
FIGURA 4. 12	SECCIÓN TRANSVERSAL DEL SISTEMA AZ91-SiO ₂ , A) ELECTRONES SECUNDARIOS, B), C), D), E) MAPEOS QUÍMICOS ELEMENTALES.	124
FIGURA 4. 13	SECCIÓN TRANSVERSAL DE LA INTERFASE GOTA-SUSTRATO (AZ91-SiC), A) ELECTRONES SECUNDARIOS B), C), D), E) MAPEO QUÍMICO ELEMENTAL.....	126
FIGURA 4. 14	CMM CON REFUERZO OXIDADO, A) 5% REF. VOL., B) 10% REF. VOL., C) 15% REF. VOL.....	128
FIGURA 4. 15	CMM CON REFUERZO SIN OXIDAR. 5% REF. VOL., B) 10% REF. VOL., C) 15% REF. VOL.	129
FIGURA 4. 16	DIFRACTOGRAMAS DE LOS CMM FABRICADOS.....	129
FIGURA 4. 17	ANÁLISIS SUPERFICIAL DE CMM FABRICADO CON 5% REF. VOL. DE SiC RECUBIERTO.	131
FIGURA 4. 18	ANÁLISIS SUPERFICIAL DE CMM FABRICADO CON 15% REF. VOL. DE SiC RECUBIERTO.	132
FIGURA 4. 19	EDS A UNA PARTÍCULA DE SiC PREVIAMENTE RECUBIERTA CON UNA CAPA DE SiO ₂ EN UN COMPUESTO FABRICADO CON 10% DE REFUERZO EN VOLUMEN.	132
FIGURA 4. 20	EDS A UNA PARTÍCULA DE SiC RECUBIERTA CON SiO ₂ EN UN CMM CON 10% REF. VOL.....	134
FIGURA 4. 21	COEFICIENTES DE FRICCIÓN PROMEDIO A: A) 0.1 M/S B) 0.5 M/S Y C) 1.0 M/S.....	138
FIGURA 4. 22	COFS PROMEDIO A: A) 0.02 MPA, B) 0.1 MPA, C) 1.0 MPA Y D) 6 MPA.	139
FIGURA 4. 23	TEMPERATURAS DE CONTACTO CON CARGAS DE: A) 0.02MPA, B) 0.1MPA.....	140
FIGURA 4. 24	TEMPERATURAS DE CONTACTO CON CARGAS DE: A) 1.0MPA Y B) 6.0MPA.	141

FIGURA 4. 25	MICROGRAFÍAS Y MAPEOS ELEMENTALES DE: A) Y C) AZ91 A 0.02MPA Y 0.1M/S Y B) Y D) CMM 5% REF. VOL. A 0.02MPA Y 0.1M/S.....	142
FIGURA 4. 26	MICROGRAFÍAS Y MAPEOS ELEMENTALES DE: A) Y C) CMM 10% REF. VOL. A 0.02MPA Y 0.1M/S Y B) Y D) CMM 15% REF. VOL. A 0.02MPA Y 0.1M/S.	143
FIGURA 4. 27	MICROGRAFÍAS Y MAPEOS ELEMENTALES DE: A) Y C) AZ91 A 0.1MPA Y 0.5M/S Y B) Y D) CMM 5% REF. VOL. A 0.1MPA Y 0.5M/S.....	144
FIGURA 4. 28	MICROGRAFÍAS Y MAPEOS ELEMENTALES DE: A) Y C) CMM 10% REF. VOL. A 0.1MPA Y 0.5M/S Y B) Y D) CMM 15% REF. VOL. A 0.1MPA Y 0.5M/S.	145
FIGURA 4. 29	MICROGRAFÍAS Y MAPEOS ELEMENTALES DE: A) Y C) AZ91 A 6.0MPA Y 1.0M/S Y B) Y D) CMM 5% REF. VOL. A 6.0MPA Y 1.0M/S.....	145
FIGURA 4. 30	MICROGRAFÍAS Y MAPEOS ELEMENTALES DE: A) Y C) CMM 10% REF. VOL. A 6.0MPA Y 1.0M/S Y B) Y D) CMM 15% REF. VOL. A 6.0MPA Y 1.0M/S.	146
FIGURA 4. 31	MICROGRAFÍAS Y MAPEOS ELEMENTALES A DEBRIS DE: A) Y C) AZ91 A 6.0MPA Y 0.1M/S Y B) Y D) CMM 5% REF. VOL. A 6.0MPA Y 0.1M/S.	147
FIGURA 4. 32	MICROGRAFÍAS Y MAPEOS ELEMENTALES A DEBRIS DE: A) Y C) AZ91E A 6.0MPA Y 1.0M/S Y B) Y D) CMM 5% REF. VOL. A 6.0MPA Y 1.0M/S.....	148
FIGURA 4. 33	DESGASTE DE LOS MATERIALES ENSAYADOS CON RESPECTO A LA VELOCIDAD BAJO PRESIONES DE: A) 0.02MPA, B) 0.1MPA, C) 1.0MPA Y D) 6.0MPA.....	151
FIGURA 4. 34	DESGASTE DE LOS MATERIALES ENSAYADOS CON RESPECTO A LA PRESIÓN BAJO VELOCIDADES DE: A) 0.1 M/S, B) 0.5 M/S Y C) 1.0 M/S.	152
FIGURA 4. 35	TASA DE DESGASTE DE LOS MATERIALES ENSAYADOS CON RESPECTO A LA PRESIÓN BAJO VELOCIDADES DE: A) 0.1 M/S, B) 0.5 M/S Y C) 1.0 M/S.	153
FIGURA 4. 36	POTENCIAL A CIRCUITO ABIERTO VS TIEMPO EN LA AZ91 Y LOS CMM ESTUDIADOS.	155
FIGURA 4. 37	CURVAS DE POLARIZACIÓN DE LOS MATERIALES ESTUDIADOS.....	156
FIGURA 4. 38	DIAGRAMA DE NYQUIST DE TODOS LOS MATERIALES ESTUDIADOS.....	158
FIGURA 4. 39	PRODUCTOS DE CORROSIÓN EN LA ALEACIÓN AZ91E, A) A 50X, ZONAS CORROÍDAS AISLADAS, B) A 500X, PICADURAS.....	159
FIGURA 4. 40	EDX DE LOS PRODUCTOS DE CORROSIÓN EN LA ALEACIÓN AZ91E.	159
FIGURA 4. 41	SUPERFICIE CORROÍDA EN EL CMM 5%, A) 50X, GRAN ÁREA CUBIERTA DE ÓXIDOS, B) 250X, PELÍCULA POROSA CUBRIENDO TODA LA SUPERFICIE CORROÍDA.	160
FIGURA 4. 42	EDX DE LA SUPERFICIE CORROÍDA EN LOS CMM 5%.	160
FIGURA 4. 43	SUPERFICIE CORROÍDA EN LOS CMM 10%, A) A 50X, GRAN ÁREA CUBIERTA DE ÓXIDOS, B) A 250X, LA PELÍCULA DE ÓXIDOS NO CUBRE TODA LA SUPERFICIE.....	161
FIGURA 4. 44	EDX DE LOS PRODUCTOS DE CORROSIÓN EN EL CMM 10% REF. VOL.	161
FIGURA 4. 45	PRODUCTOS DE CORROSIÓN EN EL CMM 15% REF. VOL., A) A 50X, EL ÁREA CORROÍDA ES MENOR, B) A 250X, LA PELÍCULA AGRIETADA NO ES UNIFORME.....	162
FIGURA 4. 46	EDX DE LA SUPERFICIE CORROÍDA DE LOS CMM 15% REF. VOL.	162
FIGURA 4. 47	MODELO DEL MECANISMO DE CORROSIÓN EN LA ALEACIÓN AZ91 [149].	163
FIGURA 4. 48	MODELO DEL MECANISMO DE CORROSIÓN EN LOS CMM [149].	164

ÍNDICE DE TABLAS

CAPÍTULO 2

TABLA 2.1	CLASIFICACIÓN DE LOS MATERIALES COMPUESTOS [3].....	29
TABLA 2.2	REFUERZOS COMÚNMENTE UTILIZADOS EN CMM [7].	31
TABLA 2.3	PROPIEDADES GENERALES DEL MAGNESIO PURO [32].....	53
TABLA 2.4	DESIGNACIÓN DE ALEACIONES DE MAGNESIO.	60
TABLA 2.5	CÓDIGOS ASTM PARA LOS ELEMENTOS DE ALEACIÓN DEL MAGNESIO.....	60
TABLA 2.6	COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LA ALEACIÓN MG-AZ91.	66
TABLA 2.7	PROPIEDADES DE LA ALEACIÓN MG-AZ91.	67
TABLA 2.8	PROPIEDADES FÍSICAS DEL SiC.....	68
TABLA 2.9	SERIE ELECTROQUÍMICA DE LOS ELEMENTOS MÁS REPRESENTATIVOS.....	86

CAPÍTULO 3

TABLA 3. 1	COMPOSICIÓN DE LAS ALEACIONES AZ91E, B Y FABRICADA [122, 123].....	95
TABLA 3. 2	<i>PRINCIPALES PROPIEDADES DEL SiC [9, 10].</i>	96
TABLA 3. 3	COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL M2 [125].	107

CAPÍTULO 4

TABLA 4. 1	RESULTADOS DEL ANÁLISIS POR FLUORESCENCIA A LA ALEACIÓN FABRICADA AZ91.	112
TABLA 4. 2	CARACTERIZACIÓN FÍSICA Y MECÁNICA DE LA ALEACIÓN FABRICADA.	115
TABLA 4. 3	VISCOSIDADES DE LA ALEACIÓN AZ91 A DIFERENTES TEMPERATURAS.	119
TABLA 4. 4	VELOCIDADES DE ASENTAMIENTO DE LAS PARTÍCULAS EN EL BAÑO.	120
TABLA 4. 5	VALORES DE DENSIDAD DE LOS MATERIALES FABRICADOS.	135
TABLA 4. 6	POROSIDAD ENCONTRADA EN LOS CMM FABRICADOS.	135
TABLA 4. 7	VALORES DE DUREZA PARA LOS MATERIALES FABRICADOS.	136
TABLA 4. 8	VALORES DEL MÓDULO DE ELASTICIDAD EN LOS MATERIALES FABRICADOS.....	137
TABLA 4. 9	MECANISMOS DE DESGASTE ENCONTRADOS EN LOS MATERIALES ENSAYADOS.....	149
TABLA 4. 10	PARÁMETROS ELECTROQUÍMICOS DE LAS CURVAS DE POLARIZACIÓN.	157

LISTA DE ABREVIATURAS, SÍMBOLOS Y SUBÍNDICES

CMM	Material compuesto de matriz metálica
MMC	Ver CMM.
CMP	Material compuesto de matriz polimérica
CMC	Material compuesto de matriz cerámica
CT	Conductividad térmica
CET	Coeficiente de expansión térmica
MEB	Microscopio electrónico de barrido
MO	Microscopio óptico
BSE	Back-Scattered Electrons, electrones retro dispersados
EDS	Energy Dispersion Spectrometer, Espectrómetro de dispersión de energía
Whiskers	Fibras cortas desordenadas
AlN	Nitruro de aluminio
Mg	Magnesio
Vol.	Volumen
Wt.	Peso
TIG	Soldadura de tungsteno con gas inerte
MIG	Soldadura de metal con atmósfera de gas inerte
HV o NHV	Dureza en escala Vickers
GPa	Gigapascales
°C	Grados centígrados
W	Watts
m	Metros
cm	Centímetro
mm	Milímetros
K	Kelvin
In	Pulgada
ft	Pie
lb	Libra
kg	Kilogramos
kgf	Kilogramos fuerza
ASTM	American Society Testing Materials
kV	Kilovoltio
mA	Miliamperio
µm	Micrometro
Mohs	Escala arbitraria para medir dureza
g	Gramos

min	Minutos
h	Horas
rpm	Revoluciones por minuto
fig	Figuras
ΔG°	Energía libre de Gibbs a condiciones estándar
kJ	Kilojulio
mol	Moles
N	Newton
Hz	Hertz
mesh	Huecos por pulgada cuadrada, en mallas para cribado
l	Longitud de la probeta para medición del módulo de elasticidad
$\dot{\gamma}$	Viscosidad de un fluido
τ	Esfuerzo cortante, para medición de viscosidad
η_{ap}	Viscosidad aparente o dinámica
V_p	Velocidad de la partícula
R_p	Radio de la partícula
ρ	Densidad

RESUMEN

En el presente trabajo de investigación se fabricaron materiales compuestos de matriz metálica, utilizando la aleación base magnesio AZ91 la cual fue fabricada en el laboratorio, con diferentes cantidades (en % de volumen) de SiC en polvo como material de refuerzo. Los materiales compuestos fueron fabricados usando la ruta de fundición con agitación. En este proceso se utilizó un dispositivo diseñado y fabricado por el equipo de investigación, el cual permitió mantener una buena agitación del CMM en estado líquido, controlar la temperatura de fabricación y poder enfriar rápidamente los materiales fabricados en el molde; todo esto dentro de una atmósfera de argón de alta pureza, buscando controlar la oxidación del magnesio y reducir la formación de interfases no deseadas entre la matriz y el refuerzo. Se fabricaron dos tipos de CMM, los primeros con partículas recubiertas de una capa de SiO₂, para reducir la formación de interfases indeseables; y los segundos con partículas de SiC sin recubrir, en ambos casos, controlando los parámetros de fabricación, con el objetivo de comparar más adelante, ambos tipos de materiales compuestos fabricados. Se fabricaron CMM con 5, 10 y 15% de refuerzo en volumen en ambos casos.

Se realizaron estudios de mojado de la matriz base AZ91 sobre sustratos de SiC y SiO₂, para determinar la mejor temperatura de fabricación de los CMM. Se pudo determinar que el mojado se produce después de 3 minutos por encima de los 750°C.

Los materiales compuestos fabricados, se caracterizaron física y mecánicamente. Como caracterización física, se midió la densidad por el método de Arquímedes, en los compuestos se registraron densidades entre 1.805 y 2.022 g/cm³ y porosidades máximas de 6.02% en volumen, donde las mayores porosidades se observaron en los CMM con mayores porcentajes de refuerzo.

Para medir la dureza, se utilizó la escala Vickers con una carga de 5kg; el compuesto fabricado con el mayor contenido de refuerzo (15%vol.) registro una dureza de 110, siendo este el valor más alto entre todos los materiales medidos. El módulo de elasticidad paso de 42.66 GPa de la aleación base, hasta los 55.65 GPa del compuesto con 15% de refuerzo en volumen, acorde a los valores calculados por el modelo de Halpin-Tsai.

Los CMM fabricados se analizaron utilizando difracción de rayos X (DRX), con la cual se identificaron las principales fases que forman el compuesto, α -Mg, β -Mg₁₇Al₁₂, SiC y SiO₂. Utilizando microscopía óptica (MO), se pudo constatar una distribución homogénea del refuerzo en la mayoría de la superficie observada. Y gracias a la microscopía electrónica de barrido (MEB) se observó una buena unión entre las partículas de refuerzo y la matriz. Con la utilización de la espectroscopia de rayos X de energía dispersiva (EXED o EDX), fue posible determinar la interfase matriz refuerzo, así como la ubicación de las fases principales dentro de CMM.

Se realizaron ensayos de desgaste del tipo "perno sobre disco" (pin on disc) usando contrapartes de acero de alta dureza M2, con presiones entre 0.02 y 6 MPa a 0.1, 0.5 y 1 m/s de velocidad por 1000 metros, las huellas de desgaste se analizaron usando un perfilómetro óptico y con MEB, para medir el volumen de desgaste y determinar los mecanismos de desgaste presentes. Encontrándose que el COF se reduce con el incremento de la carga aplicada, por la acción lubricante de los productos triboquímicos generados. Los mecanismos de desgaste dominantes fueron el abrasivo y el oxidativo (triboquímico) y los CMM con mayor contenido de refuerzo presentaron una resistencia al desgaste mayor a presiones bajas y moderadas.

Finalmente se realizó la caracterización electroquímica de los materiales fabricados, las curvas de polarización de los materiales estudiados. En donde la aleación muestra un comportamiento más activo, con transferencia de carga como mecanismo principal y sin mostrar pasivación en la zona anódica. En los CMM, por otro lado, se identifica la transferencia de masa como mecanismo principal, el potencial exhibido fue menor en todos los compuestos analizados con respecto a la matriz, tampoco se identificó pasivación en la parte anódica

Palabras clave: *Compuesto, AZ91, SiC, mojado, desgaste, corrosión.*

ABSTRACT

In the present work, metal matrix composite materials (MMC) were manufactured, using locally manufactured AZ91 magnesium base alloy, with different amounts (in volume percent) of SiC powder as reinforcement material. Composites were manufactured using the stir casting route. For which a device, designed and manufactured locally, was used, such device allowed to maintain a good agitation of the MMC in liquid state, control the manufacturing temperature and be able to quickly cool down the manufactured materials in the mold; all this within a high purity argon atmosphere, seeking to control magnesium oxidation and to reduce the formation of unwanted interfaces between the matrix and the reinforcement. Two types of MMC were manufactured. The first, with particles coated with a layer of SiO₂, to reduce the formation of undesirable interfaces; and the second, with uncoated SiC particles; in both cases, controlling the manufacturing parameters, to later compare both types of manufactured composite materials. MMCs were made with 5, 10 and 15% reinforcement by volume in both cases.

Wetting studies of the AZ91 base matrix were carried out on SiC and SiO₂ substrates, to determine the best manufacturing temperature of the MMC, finding that above 750°C the wetting occurs after 3 minutes.

The manufactured composite materials were physically and mechanically characterized. As a physical characterization, the density was measured by the Archimedes method, finding densities between 1,805 and 2,022 g/cm³ and maximum porosities of 6.02% by volume, where the highest porosities were observed in the MMCs with higher percentages of reinforcement.

To measure hardness, the Vickers scale was used with a load of 5kg; the manufactured composites with the highest reinforcement content (15% vol.), registered a hardness of 110, being this, the highest value among all measured materials. The modulus of elasticity was from 42.66 GPa of the base alloy to 55.65 GPa of the compound with 15% reinforcement by volume, according to the results calculated by the Halpin-Tsai model.

The manufactured MMCs were analyzed using X-ray diffraction (XRD), where the main phases that form the compound, α -Mg, β -Mg₁₇Al₁₂, SiC and SiO₂ were identified. Using optical microscopy (OM), a homogeneous distribution of the reinforcement could be

verified in most of the observed surface. And thanks to scanning electron microscopy (SEM) a good bond between the reinforcing particles and the matrix was observed. With the use of energy dispersive X-ray spectroscopy (EDXS or EDX), was possible to determine the reinforcement matrix interface, as well as the location of the main phases within MMC.

Wear tests of the pin on disc type were carried out using M2 high hardness steel counterparts, with pressures between 0.02 and 6 MPa at 0.1, 0.5 and 1 m/s of velocity per 1000 meters. Wear was analyzed using an optical profilometer and with SEM, to measure the volume of wear and determine the wear mechanisms present. Finding that the COF is reduced with the increase of the applied load, due to the lubricating action of the generated tribochemical products. The dominant wear mechanisms were abrasive and oxidative (tribochemical), and the MMCs with higher reinforcement content, presented greater wear resistance at low and moderate pressures.

Finally, the electrochemical characterization of the manufactured materials was performed, the polarization curves of the studied materials, were carried out. Where the alloy showed a more active behavior, with load transfer as the main mechanism and without passivation in the anodic zone. In MMCs, on the other hand, mass transfer is identified as the main mechanism, where the exhibited potential was lower in all the analyzed composites with respect to the matrix, nor was passivation identified in the anodic part.

Keywords: Composite, AZ91, SiC, wetting, wear, corrosion.

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN

Los materiales compuestos de matriz metálica (CMM) han llamado la atención en los últimos años por sus buenas propiedades físicas y mecánicas para la aplicación en la industria aeroespacial (en componentes de las turbinas, subsistemas mecánicos y para la fabricación de secciones clave del fuselaje) como materiales estructurales y más actualmente en la automotriz por su alta resistencia y tenacidad a temperaturas elevadas, junto con la baja densidad [1].

Los CMM exhiben una rigidez y resistencia mecánica significativamente más altas en comparación con las aleaciones comerciales, pero a menudo sufren de menor ductilidad y tenacidad a la fractura.

Estos materiales se obtienen al unir en forma micro o macroscópicamente dos o más materiales diferentes en su forma y en su composición química, que no son solubles entre sí y que no pueden ser unidos entre sí de otras formas, esto se hace para conseguir una combinación de propiedades que no es posible obtener en los materiales originales [2]. Los CMM están formados por una fase continua llamada matriz que puede ser metálica, cerámica u orgánica y otra fase discontinua en la matriz llamada refuerzo la cual puede estar en forma de fibras continuas, fibras cortas (whiskers) o partículas. Generalmente uno de los materiales es duro con alto módulo de elasticidad y frágil (típicamente el refuerzo) y el otro suele ser tenaz y dúctil (generalmente la matriz) dándole una estructura homogénea al CMM obteniéndose de esta combinación buenos valores de rigidez, resistencia, densidad, resistencia a la corrosión, dureza, o conductividad [2].

Los refuerzos en forma de partículas se usan más en los materiales compuestos de matriz metálica, debido a que son más económicos de fabricar y se obtiene una mayor isotropía en las propiedades del producto terminado. Sin embargo, para tener éxito en el desarrollo de CMM es fundamental el control del tamaño y la pureza de las partículas utilizadas. En los últimos años los refuerzos de mayor uso en forma de partículas son: carburos de titanio o silicio (TiC, SiC), óxidos de titanio, silicio o zirconio (SiO₂, TiO₂,

ZrO₂) y nitruros de aluminio o silicio (AlN, SiN), aunque el uso de partículas de intermetálicos es cada vez más frecuente.

Para la elaboración de los CMM se usan diferentes rutas, tales como: la metalurgia de polvos; la fabricación "in-situ" a temperaturas elevadas; los métodos de infiltración son uno de los más utilizados, para lo cual se puede usar una presión externa (Squeeze casting) o sin aplicar presiones externas, ambas con la ventaja de que la preforma a infiltrar generalmente tiene las dimensiones y formas cercanas a la pieza requerida, aunque este proceso es bastante costoso debido, principalmente, a que previo a la infiltración, regularmente se requiere hacer una sinterización a la preforma a más de 1200°C; finalmente el método de fundición con agitación externa es el más económico de utilizar y fácilmente aplicable a altos volúmenes de producción, sin embargo presenta algunos inconvenientes como la distribución no homogénea de los refuerzos, la elevada porosidad y los volúmenes de refuerzo relativamente bajos con que se pueden fabricar los materiales compuestos.

Los CMM tienen la capacidad de soportar mayores esfuerzos de tracción y compresión debido a la transferencia y distribución de una carga aplicada desde la matriz dúctil hacia el refuerzo. Esta transferencia de carga solo es posible debido a la existencia de una unión interfacial entre los elementos de refuerzo y el material de la matriz. Por lo tanto, la selección adecuada de los materiales para conformar la matriz y el refuerzo así como un adecuado método de fabricación, influirán significativamente en las propiedades presentadas por el CMM resultante [3].

La baja densidad del magnesio, de aproximadamente 2/3 la del aluminio, aunado a una gran resistencia específica, buena capacidad de absorción de impactos, facilidad de colada y buena maquinabilidad, convierte a las aleaciones base magnesio, como la AZ91, en atractivas opciones para utilizarse como matriz metálica en la fabricación de CMM [4].

Dentro de los posibles refuerzos utilizados para la fabricación de CMM, el SiC es muy popular, debido a su bajo CET, alta dureza y un módulo de elasticidad elevado, propiedades que los hacen adecuados para aplicaciones específicas [5], donde se requieran buenas propiedades mecánicas con bajos coeficientes de expansión térmica, como carcasas, alojamientos mecánicos y estructuras para proveer protección de los efectos ambientales hostiles manteniendo capacidad de disipar los excesos de calor generados, adicional a esto, este material no presenta costos de comercialización excesivos ni problemas de abasto.

Uno de los principales problemas que presenta la producción de CMM, se debe a lo disímil de los materiales a unir, lo cual se ve reflejado en la falta de mojado del cerámico de refuerzo por parte del metal que forma la matriz, traduciéndose a una unión interfacial endeble, problema que en ocasiones se reduce utilizando altas temperaturas de procesamiento (principalmente en el método de infiltración sin presión externa), aunque esto, generalmente, promueve la reactividad entre los componentes, dando como resultado productos interfaciales (pudiendo ser convenientes o inconvenientes, según sea la aplicación) que típicamente no son convenientes y afectan el comportamiento del material terminado, con propiedades físicas o mecánicas inferiores a las esperadas.

El objetivo de este trabajo fue diseñar y fabricar materiales compuestos usando como matriz metálica la aleación de magnesio AZ91 y como refuerzo cerámico partículas de SiC, utilizando la técnica de fundición con agitación (stir casting). Estudios de mojado fueron realizados a los materiales precursores para determinar los parámetros de fabricación. Los materiales compuestos resultantes fueron caracterizado física y microestructuralmente, además de medir su dureza y el módulo de elasticidad. Estudios tribológicos para determinar la resistencia al desgaste fueron realizados a los CMM fabricados a diferentes cargas y velocidades. Además de medir su resistencia al ataque electroquímico en una solución de NaCl al 3.5% en peso.

1.1 Justificación

Las afectaciones ambientales en el mundo han incrementado la necesidad de medios de transporte altamente eficientes en materia energética. Reducir el peso de los vehículos, es una forma rápida y adecuada de lograrlo. Los metales ligeros cumplen con el requisito de baja densidad, pero presentan algunas desventajas frente a los materiales tradicionales; tienen una baja resistencia al desgaste y poseen un coeficiente de expansión térmico alto, lo que dificulta su aplicación en productos que requieren una pieza de tamaño específico que cambie poco sus dimensiones con la temperatura.

Desde hace algún tiempo, las aleaciones ligeras base magnesio se usan en estas aplicaciones, sin embargo, debido a su relativamente baja resistencia al desgaste (mecánico y químico), se usan de manera limitada. Utilizar métodos de fabricación convencionales, se traduce a un ahorro energético y económico, lo cual también es benéfico para aplicaciones automotrices y aeroespaciales.

El presente trabajo tiene como finalidad diseñar un material que pueda sustituir materiales utilizados actualmente en aplicaciones estructurales con elevado desgaste mecánico por otro material con propiedades similares de menor costo y menor densidad.

1.2 Hipótesis

La adición del refuerzo de carburo de silicio en forma de partículas a la matriz de aleación de magnesio AZ91, incrementará las propiedades mecánicas como, el módulo de elasticidad, la dureza y la resistencia al desgaste, al tiempo que reducirá el coeficiente de expansión térmica en relación con la aleación AZ91. Esto debido a las mejores propiedades del refuerzo.

La oxidación a alta temperatura en atmosfera rica en aire de las partículas de carburo de silicio (SiC), formará una capa homogénea de SiO₂ alrededor de estas, que funcionará como protección para inhibir la formación del indeseado carburo de aluminio (Al₄C₃); al mismo tiempo, debido a la reactividad del SiO₂ con el aluminio y el magnesio, servirá como activador para que se lleve a cabo el mojado entre matriz y refuerzo, mejorando la unión entre estos e incrementando las propiedades del CMM resultante.

El manejo adecuado de la temperatura de fabricación y una agitación mecánica que rompa capas superficiales de gas en el refuerzo, promoverán el mojado del refuerzo en la matriz, el uso de atmósfera controlada inhibirá la incubación de subproductos de reacción no deseados. Por otro lado, la agitación adecuada de la suspensión y un enfriamiento rápido del CMM permitirán una distribución homogénea del refuerzo y minimizará la reacción del magnesio con el oxígeno.

1.3 Objetivos

1.3.1 Objetivo general.

El objetivo del proyecto es diseñar y fabricar un material compuesto, adecuado para aplicaciones estructurales, utilizando una matriz metálica base magnesio como la AZ91, reforzado con partículas cerámicas de SiC, mediante el método de fundición con agitación.

1.3.2 Objetivos específicos.

- Fabricar la aleación base magnesio AZ91.
- Cubrir las partículas de SiC de una capa de SiO₂ que limite la formación del indeseable carburo de silicio (Al₄C₃).
- Medir el ángulo de contacto entre los precursores.
- Fabricar materiales compuestos de matriz metálica AZ91/SiC con diferentes cantidades de refuerzo y como mínimo de 15% de refuerzo en volumen.
- Realizar la caracterización física y mecánica de los materiales fabricados.
- Estudiar la resistencia al desgaste de los CMM fabricados.
- Medir el comportamiento corrosivo de los compuestos fabricados

CAPÍTULO II
REVISIÓN Y DISCUSIÓN
DEL ESTADO DEL ARTE

CAPÍTULO II. REVISIÓN Y DISCUSIÓN DEL ESTADO DE ARTE

2.1 Materiales compuestos

Los materiales se clasifican principalmente en: metálicos, cerámicos y polímeros.[6] Los materiales compuestos se obtienen de la unión de dos o más materiales en una escala micro o macroscópica para obtener una combinación de propiedades que no es posible obtener mediante los componentes originales [7]. Por lo menos una de las fases es discontinua, típicamente la más dura, rígida, resistente, frágil y con mayor módulo de elasticidad, a esta fase se le denomina refuerzo. Otra de las fases es menos rígida, continúa, típicamente es más maleable, y con la capacidad de hacer el material compuesto monolítico, esta es llamada matriz, la figura 2.1 esquematiza el refuerzo, matriz e interfase en un material compuesto.

La interacción química u otros efectos de procesamiento pueden dar como resultado una fase adicional entre el material de refuerzo y la matriz llamada interfase. La interfase está definida como una superficie que limita a la partícula y el contacto de esta con la matriz, esta superficie comúnmente cambia el comportamiento físico y mecánico del compuesto terminado en aspectos como el módulo elástico, el coeficiente de expansión térmica u otros.

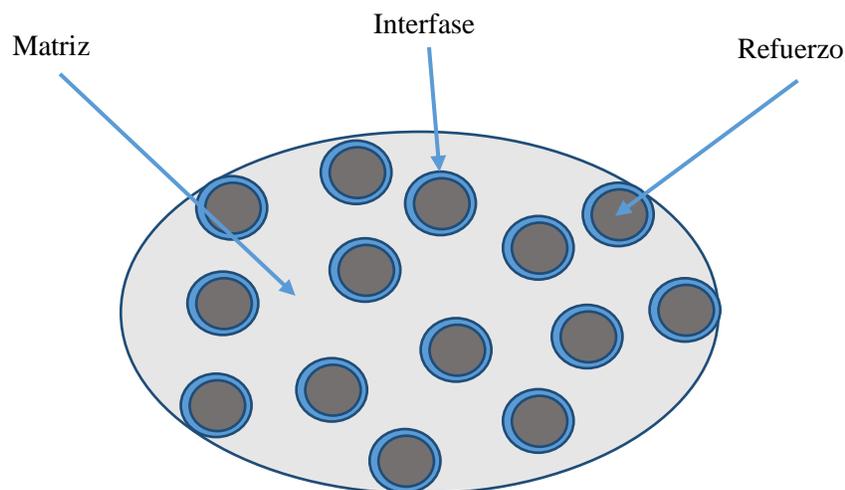


Figura 2.1 Fases presentes en un material compuesto.

Los materiales compuestos pueden seleccionarse para proporcionar combinaciones poco usuales de rigidez, resistencia, densidad, rendimiento a alta temperatura, resistencia a la corrosión, dureza, o conductividad y pueden ser, metal-metal, metal-cerámico, metal-polímero, cerámico-cerámico, cerámico-polímero o polímero-polímero. En la naturaleza encontramos ejemplos de estos materiales como los huesos, en los que la matriz hecha con minerales es reforzada con fibras de colágeno o la madera donde la matriz de lignina es reforzada con fibras de celulosa.

Los factores más importantes por considerar a la hora de elaborar los compuestos son:

- Elección de los elementos del compuesto (matriz y refuerzo).
- Características del refuerzo.
- Método de procesamiento para la producción del compuesto.
- Propiedades físicas o mecánicas buscadas.
- Posibles reacciones interfaciales.

Si bien las ventajas son varias, los materiales compuestos también tienen algunas limitaciones tales como el costo con algunos métodos de fabricación, elevado para ciertas aplicaciones, además de lo delicado de la fabricación de algunos compuestos y las limitaciones en formas y tamaños si se emplean ciertos métodos de fabricación, solo por citar algunas.

2.1.1 Clasificación de los materiales compuestos.

Los materiales compuestos se clasifican comúnmente de dos maneras, de acuerdo con su tipo de matriz y al tipo de refuerzo utilizado. La tabla 2.1 muestra ambas clasificaciones.

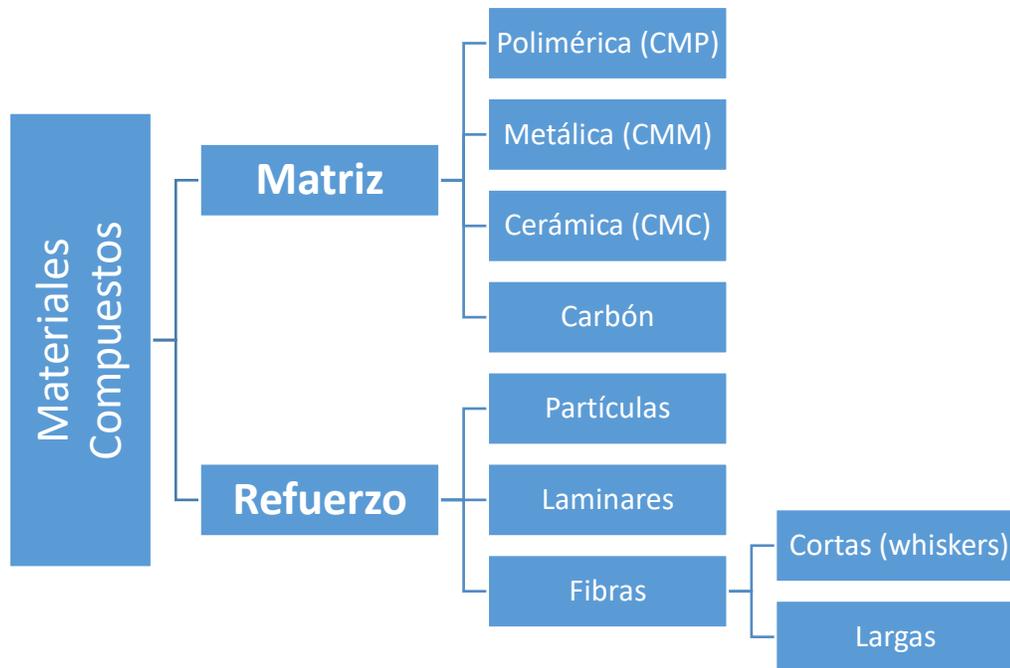


Tabla 2.1 Clasificación de los materiales compuestos [3].

2.1.2 Clasificación en base al tipo de matriz.

La principal función de la matriz es la de transmitir las cargas al refuerzo, es importante ahondar un poco en los tipos de matriz empleados debido a la diferente naturaleza de estas.

Materiales compuestos de matriz polimérica.

Debido a su bajo costo, baja densidad, fácil moldeabilidad, además de ser aislante y resistentes a la corrosión, esta matriz es de las más utilizadas, pueden ser termoplásticas o termoestables y los refuerzos más utilizados son vidrio, carbono o aramid. La principal limitante son las temperaturas máximas de operación (menores a 300°C) debido a la enorme pérdida de resistencia. Sus aplicaciones son enormes y en crecimiento como en equipo deportivo, piezas de automóvil, industria aérea y componentes aeroespaciales de baja temperatura [7, 8].

Materiales compuestos de matriz metálica

Los compuestos de matriz metálica (CMM) son capaces de soportar temperaturas de trabajo superiores a la de los compuestos de matriz polimérica. Estas matrices se recomiendan para aplicaciones que requieran alta resistencia, resistencia al desgaste, baja expansión térmica, ductilidad y dureza a alta temperatura, aunque está limitada por el punto de fusión de la matriz. Las más utilizadas son aleaciones de aluminio, magnesio y cobre con refuerzos en partículas y fibras cortas [7, 8].

Materiales compuestos de matriz cerámica

Cuando se requieren aplicaciones a elevadas temperaturas (1000°C) se usan las matrices cerámicas, las más utilizadas son vidrio, vidrio cerámico, cerámicos y de carbono. Los materiales cerámicos pueden ser cristalinos, no cristalinos o una mezcla de ambos y generalmente presentan dureza elevada, resistencia a altas temperaturas, peso ligero, resistentes a varias atmósferas de trabajo, al desgaste y alta rigidez, presentan poca fricción así como buena estabilidad dimensional y propiedades aislantes, aunque tienen fragilidad mecánica elevada y los compuestos de matriz cerámica (CMC) son difíciles de producir debido a que se requieren condiciones de procesamiento más complejas respecto a los CMM, además del elevado costo de los materiales [7, 8].

Materiales compuestos de matriz de carbono

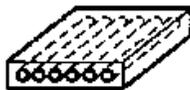
Los materiales compuestos carbono-carbono (fibras de grafito con matriz de carbón) ofrecen la posibilidad de un material resistente capaz de operar a muy altas temperaturas (2600°C). Estos compuestos presentan la particularidad de ser más resistentes a alta que a baja temperatura. Muestran una resistencia hasta 20 veces superior al grafito convencional y una densidad 30% inferior [7, 8].

2.1.3 Clasificación en base al tipo de refuerzo.

También es muy común clasificar los materiales compuestos por el tipo, geometría y orientación del refuerzo utilizado. La tabla 2.2 muestra los tipos de refuerzo utilizados en los materiales compuestos. En la gran mayoría de los casos el

refuerzo es más fuerte y duro que la matriz, aunque hay algunas excepciones, y su función es mejorar alguna o varias propiedades en la matriz.

Tabla 2.2 Refuerzos comúnmente utilizados en CMM [7].

Estructura	Refuerzo	Material compuesto	Propiedades
	Partículas	Particulado	Isotrópico
	Fibras cortas	De fibra discontinua	Aleatorio-isotrópico Alineado-anisotrópico
	Fibra continua	De fibra continua	Ortotrópico
	Láminas o capas	Laminados	Anisotropía en todo el espesor; isotropía/anisotropía en el plano

Materiales compuestos reforzados con partículas.

Son aquellos compuestos reforzados con partículas (típicamente polvos) de diferentes tamaños y formas (esféricas, cúbicas o plaquetas irregulares) dispersas de manera aleatoria en la matriz. Estos compuestos frecuentemente son isotrópicos, es decir presentan propiedades uniformes en todas las direcciones [7].

Materiales compuestos reforzados con fibras.

Existen dos tipos de fibras, las fibras cortas que son discontinuas en la matriz y las fibras largas o continuas. Las características más frecuentemente buscadas en las fibras son alta resistencia, alta rigidez y baja densidad. Sin embargo, tienden a ser frágiles motivo por el cual se emplea una matriz blanda y dúctil la cual debe transmitir los esfuerzos a las fibras y proteger estas del medio ambiente. En este tipo de materiales compuestos las propiedades dependen fuertemente de la forma (relación

longitud/diámetro) y orientación de las fibras de refuerzo, así como de la efectividad con que la matriz transmite las cargas a dichas fibras (unión matriz/fibras) [7].

Materiales compuestos reforzados con láminas.

Este tipo de materiales compuestos consisten en capas delgadas de diferentes materiales (matriz, refuerzo) unidas en una secuencia específica. Los materiales disponibles para su fabricación son limitados y no es fácil orientar correctamente las láminas en la fabricación tipo sándwich. Sin embargo, presentan alto módulo de flexión, alta resistencia y facilidad para altos volúmenes de fabricación. Los materiales compuestos más conocidos son el triplay, el vidrio laminado, la mica, entre otros [7].

2.1.4 Aplicaciones de los materiales compuestos.

Los primeros materiales compuestos usados en aplicaciones funcionales datan de hace mucho tiempo, los ejemplos más sencillos los podemos encontrar en los muros de las casas, en el triplay de los muebles o en los cristales de las ventanas. Algunas de las primeras aplicaciones de los materiales compuestos de matriz metálica se encuentran en la industria aeroespacial. Pero hasta en la década de los 80 cuando Toyota uso un pistón de aluminio reforzado con fibras de alúmina producido por fundición con presión externa que comienza el gran desarrollo de los CMM [3].

Para el caso de las aplicaciones en el sector eléctrico y electrónico, el diseño de propiedades termo-mecánicas y termo-físicas con una máxima transferencia de calor, combinada con una mínima distorsión térmica es la clave para que estos materiales sean los candidatos ideales. La figura 2.2 ilustra ejemplos de compuestos en la industria electrónica.

Los materiales compuestos ejercen una influencia en la vida diaria de mucha gente en sociedades industrializadas.



Figura 2.2. Ejemplos de materiales compuestos en la electrónica (sites.google.com).

Muchos transportes personales están hechos en parte en base a CMM; varias aerolíneas comerciales tienen algunas partes de la estructura primaria y muchos equipos internos de materiales compuestos; diferentes equipos deportivos tales como botes, planeadores esquís y raquetas son hechas usando materiales compuestos. La figura 2.3 muestra algunos productos y equipos con un alto uso de materiales compuestos.



Figura 2.3 Ejemplos actuales de materiales compuestos (<http://fibraplus.com/los-materiales-compuestos-en-el-mundo/>).

El uso de los materiales compuestos ha crecido en un mundo cada vez más preocupado por el medio ambiente, la eficiencia energética de todo tipo de transporte es muy importante ya que eso los hace más económicos y amigables con el medio ambiente, la mejor forma de lograr esto es el bajo peso o con elementos complejos de gran fortaleza, este es uno de los factores que últimamente ha hecho crecer la demanda de los llamados materiales compuestos.

En los últimos 10 años la demanda por materiales compuestos ha crecido de manera exponencial, la demanda es principalmente por elementos estructurales con buena resistencia y bajo costo, su uso sigue creciendo en la industria aérea y automotriz. La figura 2.4 ilustra el incremento en el uso de materiales compuestos en la construcción de los aviones de la empresa Airbus.

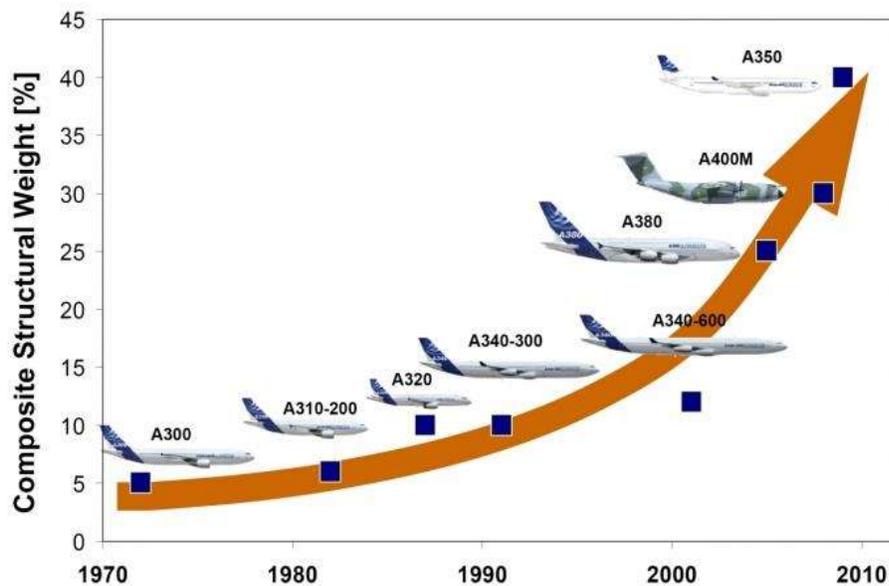


Figura 2.4 Uso de compuestos en aviones Airbus (<http://www.nanotubo.com.ar>).

2.2 Procesamiento de materiales compuestos

Existen diferentes métodos y técnicas para el procesamiento de los materiales compuestos, estos varían en gran medida por el tipo de matriz y de refuerzos empleados, además la cantidad de refuerzo a usar también pueden determinar que método usar. Se debe tener en cuenta que los resultados en cuanto a forma, tamaño y propiedades del compuesto resultante dependerán en buena medida del método de fabricación empleado.

Los procesos de fabricación se pueden clasificar en dos grandes grupos [10]; procesamiento en estado líquido (infiltración, deposición, in situ y fundición) y procesamiento en estado sólido (primario y secundario). Los procesos en estado líquido son más usados que los de estado sólido ya que son más económicos, técnicamente más sencillos de aplicar y algunos de estos se pueden usar en gran escala y con formas muy variadas; sin embargo, hay algunos materiales compuestos que no pueden ser fabricados usando procesos líquidos por lo que hace que estos procesos se mantengan vigentes en la actualidad. Desde el inicio del desarrollo de los materiales compuestos para aplicaciones eléctricas y aeroespaciales se han desarrollado diversas técnicas para su procesamiento. CMM base AlN-Cu fueron procesados con la finalidad de obtener materiales apropiados para disipadores de calor mediante la técnica de sinterización por corriente de pulsos eléctricos (PECS) obteniendo conductividades de 62.7, 82.2 y 95.1 W/mK [11]; valores similares fueron obtenidos en CMM de AlN-Cu fabricados mediante la técnica de infiltración por presión externa.

Otra ruta importante para la fabricación CMM es la metalurgia de polvos aplicada a una mezcla de polvos metálicos y cerámicos. Otros investigadores reportaron la producción de un CMM de matriz de aluminio utilizando dicha tecnología, utilizando una ruta de tres etapas, molienda mecánica, prensado uniaxial en frío, y sinterización en atmósfera inerte obteniendo una dureza máxima de 80 MPa y una resistencia a la flexión que va desde 33 a 140 MPa [12]. Con el prensado en caliente se obtiene el CMM final en una

sola etapa, otros materiales compuestos Al–Cu–SiC_p y Al–Cu–B₄C_p con aplicaciones enfocadas en resistencia al desgaste han sido producidos usando este método [13].

La infiltración mediante el fenómeno de capilaridad es una de las técnicas de procesamiento para CMM más utilizadas y que ha sido de interés debido al alto contenido de refuerzo que se puede manejar, aparte de ser relativamente fácil de realizar y con buenos resultados a comparación de otros procesos.

Finalmente, el proceso de fundición con agitación (stir casting) es el más usado a nivel industrial debido a los bajos costos y a la fácil adecuación con procesos ya utilizados en la industria actual además de la amplia posibilidad de formas que pueden fabricarse por este método.

2.2.1 Fabricación por infiltración.

El proceso de producción de materiales compuestos por infiltración se refiere a aquel donde un cuerpo poroso que es llamado preforma es ocupado o llenado con un metal fundido que fluye a través de los intersticios para llenar los espacios vacíos (poros) y así producir un compuesto. Esta puede darse sin presión externa (de manera espontánea) o con el uso de la presión externa. La mojabilidad es clave para tener una buena unión entre matriz y refuerzo. Dentro de las ventajas de este proceso se puede mencionar: gran variedad de formas que se pueden fabricar, tener un producto con las dimensiones casi finales, volúmenes de refuerzo altos, y otras.

Mientras que algunas limitaciones son: no poder manejar volúmenes bajos de refuerzo, la necesidad de tener una preforma resistente, el tamaño de las piezas a fabricar y lo costoso y lento del proceso.

Fabricación por infiltración sin presión externa

En este método de fabricación, un metal líquido se mueve a través de un sistema de poros de una fase sólida de polvos compactados. El líquido al contacto con el sólido

poroso produce fuerzas de capilaridad induciéndolo al interior. De acuerdo al arreglo físico del metal y del preformado, hay diferentes técnicas de infiltración sin presión externa [14]:

Infiltración por inmersión parcial. La preforma se sumerge de manera parcial en el baño del metal fundido. La figura 2.6 ilustra esta técnica.

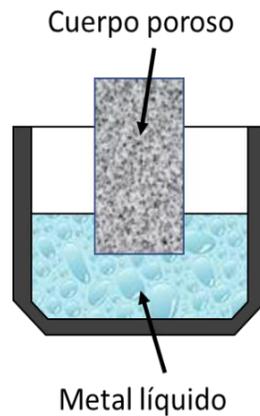


Figura 2.5 Infiltración por inmersión parcial.

Esta técnica se ha utilizado para la producción de materiales compuestos de aleación de aluminio Al-2024, Al-6061 y Al-7075 reforzados con partículas de carburo de titanio (TiC) [15].

Infiltración por inmersión completa. Aquí el preformado es completamente sumergido en el metal fundido, para evitar el atrapamiento del gas, la inmersión debe ser lenta, por etapas o con uso de vacío, el exceso de metal es inevitable. En la figura 2.6 se ilustra esta técnica.

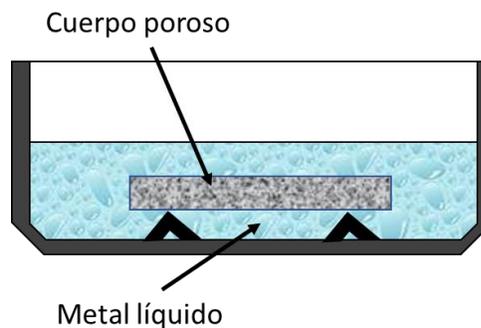


Figura 2.6 Infiltración por inmersión completa.

Infiltración por contacto. La infiltración es llevada a cabo por contacto del metal con la preforma, este puede hacer contacto con la preforma en cualquier parte. Después de la fusión, una película del líquido se forma y penetra los poros [14]. La figura 2.7 ilustra una variante de esta técnica.

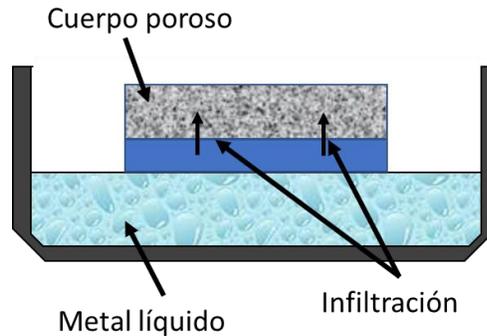


Figura 2.7 Infiltración por contacto

Una variante de la infiltración por capilaridad consiste en la penetración del líquido a los poros por medio de una presión externa. Una estrategia para vencer un mojado pobre es suministrar un trabajo mecánico o usar un gas para forzar al metal a ocupar los poros de la preforma. El argón es típicamente usado con presiones de 1 a 10MPa por periodos de tiempo corto, cuando se usa una fuerza mecánica, como un pistón, las presiones ejercidas van desde los 10 hasta los 100MPa y en este caso el pistón se mantiene en posición hasta la solidificación de la pieza. Esta técnica reduce la porosidad, acelera el procesamiento y reduce el riesgo de interfases [10]. En la figura 2.8 se esquematiza la infiltración por presión externa mecánica.

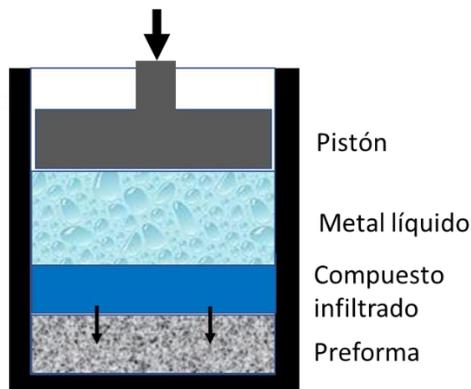


Figura 2.8 Infiltración por presión externa mecánica.

Infiltración por vacío.

Existen dos técnicas para aplicar este método:

La primera consiste en aplicar succión a la fase líquida a través del sistema de poros interconectados del preformado, permitiendo que la presión atmosférica sobre el metal a infiltrar sea la fuerza inductora de la infiltración.

La segunda técnica es la más usada e implica el posicionamiento del arreglo crisol-metal-preformado en un horno con posibilidades de realizar vacío [10].

2.2.2 Proceso de fabricación por rociado y depositación.

En este proceso de fabricación gotas del metal fundido junto con la fase del refuerzo son rociados y colectados en el sustrato donde solidifica, o el refuerzo puede permanecer en el sustrato y el metal fundido puede rociarse sobre éste. Los parámetros críticos del proceso son la temperatura inicial, tamaño, distribución y velocidad de las gotas de metal; la velocidad, temperatura y velocidad de alimentación del refuerzo; y la posición, naturaleza y temperatura del sustrato que colecta el material, figura 2.9.

Estos métodos se caracterizan por la solidificación rápida, por el bajo contenido de óxidos, por sus niveles de porosidad baja y la dificultad de obtener distribuciones homogéneas del refuerzo.

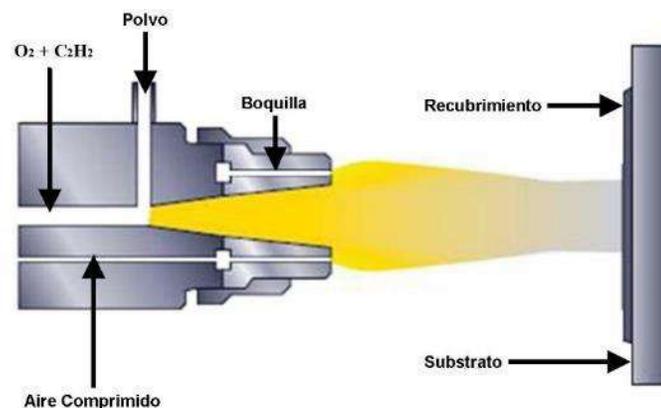


Figura 2.9 Sistema osspray [<https://tecnoatocha.wordpress.com/tecnicas-de-proyeccion/>].

2.2.3 Fabricación in situ.

Este término fue primero utilizado para materiales producidos por solidificación de aleaciones polifásicas. La mayor ventaja de los materiales compuestos in situ es que la fase de refuerzo es distribuida homogéneamente y el espaciado o tamaño del refuerzo están limitadas, y la cinética de los procesos (en el caso de las reacciones), o la forma de las fases de refuerzo son algunas veces difíciles de controlar.

2.2.4 Fabricación en estado sólido primario.

Este método de fabricación incluye las técnicas de aleado mecánico, unión por difusión, consolidación a alta velocidad, recubrimientos por procesos electroquímicos seguido por métodos de consolidación en estado sólido, además de la metalurgia de polvos (mezclado y consolidación de polvos).

La metalurgia de polvos es el método más común para la fabricación de compuestos metal-cerámico y metal-metal, en donde se mezclan los polvos de la matriz con partículas (o fibras cortas) cerámicas de refuerzo. El mezclado es crucial para obtener un material homogéneo con buenas propiedades. Después se utiliza un prensado isostático en frío o en caliente que debe ser des-gacificado y forjado. La principal dificultad de este proceso es remover el ligante usado para mantener las partículas juntas. Los ligantes orgánicos frecuentemente dejan contaminación residual que causa deterioro en las propiedades mecánicas.

2.2.5 Fabricación en estado sólido secundario.

Existen varios procesos secundarios que pueden aplicarse a compuestos de matriz metálica con el objetivo de consolidar el material (reducir o eliminar la porosidad), generando una alineación de fibras o la formación de una forma requerida. Estos

procesos tienden a incrementar las propiedades mecánicas de los materiales. Algunos procesamientos secundarios son: extrusión, rolado y procesos termo-mecánicos, por mencionar algunos.

2.2.6 Fabricación por fundición o dispersión.

En los procesos de fundición o dispersión, el refuerzo es incorporado en forma libre a la matriz metálica, en los sistemas metal-refuerzo que presentan buena mojabilidad no se hace necesaria una fuerza mecánica para combinar estas fases, aunque generalmente se utiliza la agitación. Este método es actualmente la manera más barata de producir CMM, y se presta para producir grandes cantidades del material, los cuales pueden ser procesados por colada o extrusión y sujetos a procesos secundarios si así se requiere.

Dentro de estos métodos el más usado actualmente es el de fundición con agitación (o vortex), el cual consiste en una agitación vigorosa de un metal líquido y la adición gradual de partículas en el vórtice generado con la agitación. También es utilizado un método que consiste en mantener la temperatura del baño entre la línea de solidus y liquidus para incrementar la viscosidad aparente de la suspensión y mejorar la distribución de partículas de refuerzo en la fundición entre otras (compocasting) [3], [16].

Los procesos anteriormente mencionados, no son favorables para refuerzos de fibras largas u orientadas por la dificultad en el mezclado y la necesidad para procesos de deformación secundarios que mejoren la distribución del refuerzo y la eliminación de algunos poros. La figura 2.10 muestra una representación esquemática de este proceso, así como una fotografía de un equipo real.

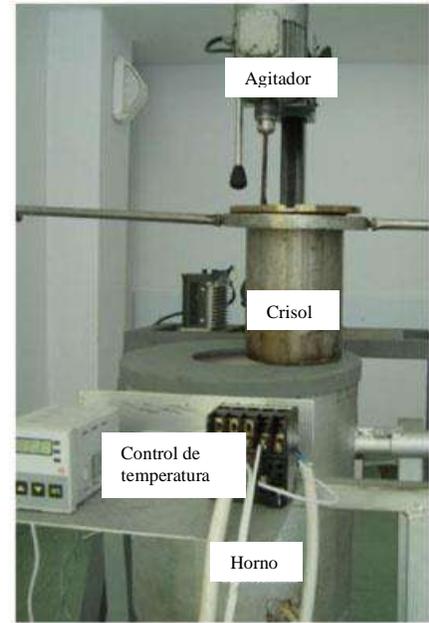
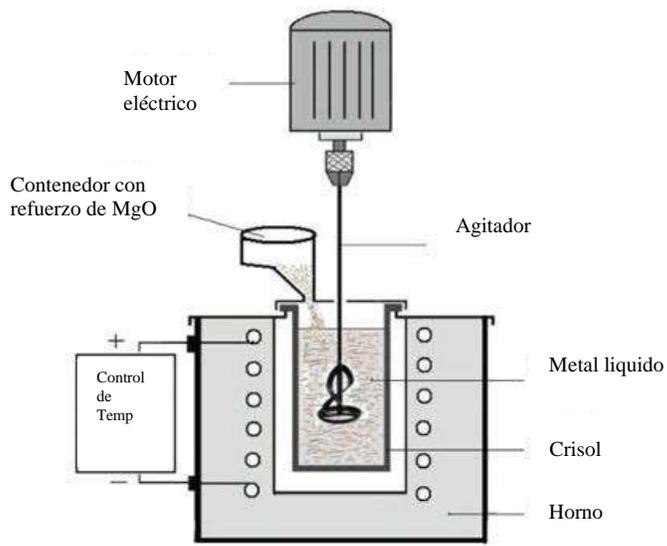


Figura 2. 10 Esquema e imagen de la fundición con agitación.
[http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid].

2.3 El proceso de fabricación de fundición con agitación

Entre varios fabricantes de materiales compuestos de matriz metálica, el método de fundición con agitación es bien aceptado y actualmente es el más utilizado debido a sus ventajas como la simplicidad, flexibilidad y capacidad de producción a gran escala. Además, debido a que permite métodos convencionales de producción y bajos requerimientos energéticos, esta técnica de metalurgia líquida es la más económica en una relación que va desde 2 a 1 (en bajos volúmenes de producción) hasta 10 a 1 (en altos volúmenes de producción) con respecto a otras técnicas de fabricación de CMM, además permite amplias gamas de tamaños de las piezas a fabricarse.

2.3.1 Descripción de la fundición con agitación (stir casting).

En general la fundición con agitación de CMM involucra el fundir la matriz seguido de la introducción del material de refuerzo dentro de la matriz fundida y lograr una dispersión sostenida de este a través de la agitación de la mezcla, el siguiente paso es la solidificación de la fundición en un dado (molde) con las partículas de refuerzo suspendidas en la fundición.

Existen dos variaciones a este proceso, en la primera, las partículas de refuerzo se introducen al crisol al mismo tiempo que la matriz eliminándose la introducción de estas a la matriz fundida, con la ventaja de que la viscosidad de la fundición no cambia al agregar las partículas a diferente temperatura, pero la desventaja de que se puede dar una sedimentación mayor al estar desde un inicio en el fondo del crisol [16].

La otra variación, implica el que el proceso se lleve a cabo a una temperatura ligeramente inferior a la de la línea de liquidus, o a la temperatura de fusión manteniendo parcialmente el rango sólido de la aleación, esta técnica se conoce como el proceso de compo-casting y es muy efectivo para hacer materiales compuestos con un alto contenido de refuerzo [3].

Las partículas de refuerzo, son adicionadas gradualmente mientras se mantiene la agitación a una velocidad constante [3], para obtener una buena incorporación de las partículas la adición de estas, debe darse poco a poco con un decremento en el tamaño de las partículas. Otros investigadores agregan las partículas en un tiempo que va de 5 a 10 minutos [17], aunque en ocasiones las partículas se incorporan usando un chorro de gas, nitrógeno.

Las partículas de refuerzo pueden usarse en las condiciones en que se reciben o pueden ser térmicamente tratadas para oxidarlas y mejorar su capacidad de mojado, sin embargo, debe recordarse que la adición de las partículas de refuerzo cambia drásticamente la viscosidad de la fundición con serias implicaciones en el proceso de vaciado.

La mayoría de los investigadores han usado el metal de la matriz en forma de lingote o de barras extruidas [17]. Generalmente el lingote se funde por encima de la línea de liquidus, aproximadamente con un sobrecalentamiento de 100°C [3]

Es muy importante mantener la agitación de la mezcla en todo momento con un agitador motorizado para evitar que se asienten las partículas de refuerzo, si estas son más densas que la matriz, tenderán a desplazarse hacia el fondo del baño, algunas de las cuchillas (agitadores) usadas comúnmente se muestran en la figura 2.11.

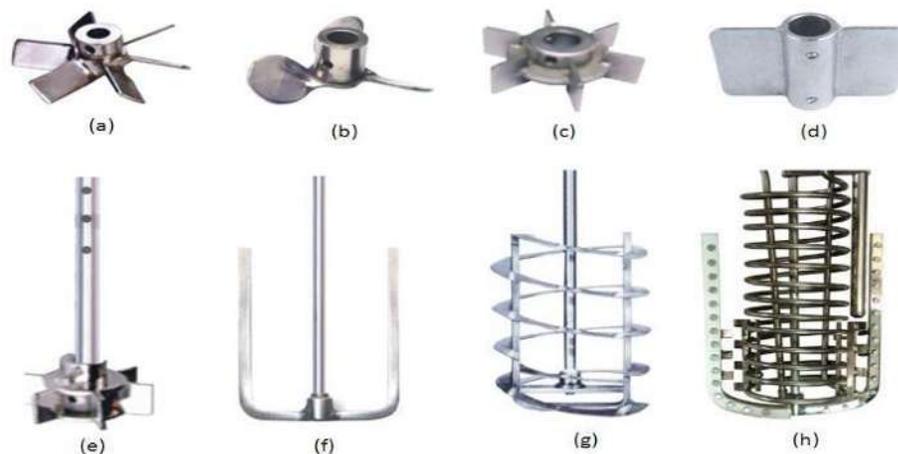


Figura 2. 11 Diferentes tipos de cuchillas/agitadores [Amar Equipments PVT.LTD].

El método de dispersión por agitación con cuchillas fue introducido por Ray S. en 1969, se dio cuenta de que aceleraba el proceso de mojado entre matriz y refuerzo al ponerlos en contacto más rápidamente, ya que ayudaba a eliminar las películas de gas que recubren las partículas de refuerzo; además este método, mejora la distribución del refuerzo en la matriz. Se pueden usar diferentes tipos de agitadores como los de grafito, los recubiertos con cerámicos o de cerámica, de una, dos o más cuchillas y estas con diferentes formas. Las velocidades de operación utilizadas son muy variadas desde 100 rpm, 580 rpm, 600 rpm, 1000 rpm, o mayores y el tiempo en que son agitadas las mezclas también pueden ser desde 5 minutos hasta 45 minutos [17, 18]. Sin embargo, se debe tener en cuenta que velocidades altas de agitación tienden a atrapar burbujas de aire, gas u otras impurezas que quedarían atrapadas en el material compuesto final, lo mismo puede ocurrir al agregar las partículas de refuerzo, burbujas de aire pueden quedar atrapadas en las partículas lo cual podría retardar la mojabilidad entre refuerzo y matriz, además de generar reacciones secundarias o porosidad cerrada. Por un lado, las partículas pequeñas permiten volúmenes más altos de refuerzo además de que tienden a sedimentarse más lentamente, pero por el otro, es más fácil que se aglomeren entre ellas.

La mezcla deberá vaciarse en los moldes predefinidos antes de que se presente el asentamiento de las partículas y la solidificación debe ser lo suficientemente rápida para mantener una distribución homogénea del refuerzo y evite la sedimentación.

2.3.2 Solidificación de los compuestos de matriz metálica.

Al agregar las partículas en la matriz fundida esta cambia su viscosidad de inmediato, ya que las partículas están y se mantienen en estado sólido todo el tiempo, en otras palabras, si se agrega un 15% en volumen de refuerzo lo que se tiene es una mezcla donde el 15% está en estado sólido, lo que altera bastante la viscosidad [20]. Durante la solidificación es importante mantener las partículas de refuerzo homogéneamente distribuidas, recordemos que las propiedades de los compuestos dependen altamente de la distribución del refuerzo, motivo por el cual las solidificaciones rápidas son benéficas para este fin, pero hay que tener cuidado, ya que

solidificaciones muy rápidas pueden generar porosidades por encogimiento del material o micro fracturas internas, en general los moldes se precalientan a temperaturas de alrededor de 300°C antes de realizar el vaciado sobre ellos.

2.3.3. El comportamiento de las partículas.

Durante la solidificación, las partículas de refuerzo individuales serán empujadas hacia la última zona de enfriamiento por el desplazamiento de la interfase solido-líquido, o serán capturadas por las celdas de sólido. Las partículas cerámicas, típicamente tienen una conductividad térmica menor a la matriz, por lo que la última parte de metal en solidificar estará cerca o será parte de la interfase refuerzo matriz.

Se ha observado que existe una velocidad de solidificación crítica para cada tamaño de partícula: bajo la cual, las partículas son empujadas por el frente de solidificación; y sobre la cual, son atrapadas por la fase sólida [3]. El modelo de predicción del desplazamiento de las partículas de refuerzo de Uihman, [19], introduce las velocidades críticas bajo y sobre las cuales ocurren los fenómenos. La distribución de las partículas será muy diferente en la fase sólida que, en la fase líquida, figura 2.12.

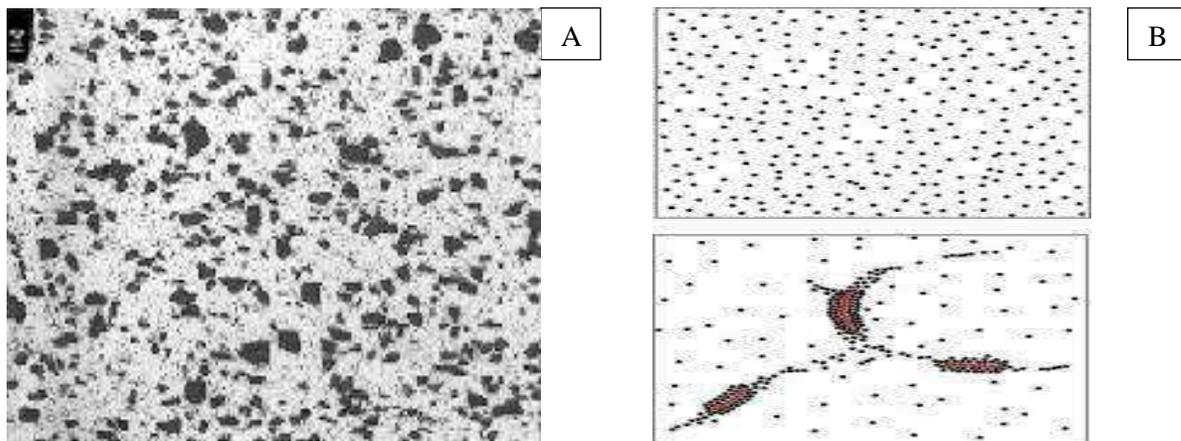


Figura 2. 12 Distribución de partículas fase A) sólida y B) líquida [14].

En los métodos con suspensión en estado líquido las partículas de refuerzo tienden a depositarse en el fondo del crisol cuando el compuesto está en fase líquida o durante

una solidificación lenta. Esto se da por la gravedad actuante sobre las partículas o por diferentes densidades en el compuesto fundido, en otras palabras, por diferencia de densidades. La agitación mecánica se usa para la distribución de las partículas de refuerzo. Se vuelve muy importante identificar y controlar los parámetros como la temperatura de la fundición (compuesto en estado líquido); tipo, características y cantidad de las partículas; y las condiciones de la agitación mecánica, para controlar este problema.

Si se consideran partículas esféricas sin interacción entre ellas y su distribución uniforme en la suspensión líquida, por la Ley de Stokes se puede predecir su asentamiento, usando:

$$V_p = \frac{2R_p^2(P_p - P_m)g}{9\mu} \quad (\text{Ec. 2.1})$$

Donde:

V_p = velocidad de asentamiento de partículas

P_p = densidad de las partículas

μ = viscosidad de la fundición

R_p = radio de las partículas

P_m = densidad de la matriz

g = gravedad

2.3.4 Relación de solidificación del compuesto líquido.

Recientemente, se ha trabajado en la solidificación rápida del compuesto, para combinar las ventajas de una dispersión homogénea de las partículas de refuerzo y una estructura con tamaños más finos de grano, reduciendo la cantidad de refuerzo necesario a ser distribuido en la matriz. Investigadores encontraron, que entre más finas sean las distancias de los brazos dendríticos, más uniforme es la distribución de las partículas de refuerzo [21].

El tamaño del grano en la fundición, está determinado por la relación de la nucleación resultante de: la cantidad de los granos formados y el flujo de la suspensión, durante la solidificación. La relación de la nucleación está influenciada por la velocidad de enfriamiento, así como de la presencia de algún catalizador nucleante. Las partículas de refuerzo pueden influir en este proceso y modificar el tamaño de grano resultante, siempre y cuando la superficie de la partícula promueva la nucleación heterogénea de

la matriz, lo cual generará un grano más fino; como el caso del carburo de titanio, que es conocido como un refinador de grano del aluminio [22].

Se compararon las curvas de enfriamiento entre la aleación A356 reforzada con 15% en volumen de SiC. La temperatura de la línea de liquidus del material compuesto fue 5.5 °C más alta que la de la aleación A356 sin refuerzo. La adición de partículas cerámicas en el material fundido introduce lugares de nucleación y reduce el efecto de subenfriamiento. El CMM puede usarse inmediatamente después de la colada en la forma seleccionada o puede colarse en lingotes para posteriormente ser sometidos a tratamientos térmicos u otros procesos para adecuar sus características a la aplicación deseada [23].

2.3.5 Viscosidad y fluidez del compuesto en estado líquido.

El material compuesto en estado líquido tiene partículas sin fundir, las cuales presentarán cierta resistencia a fluir superior al líquido. Las aleaciones en estado líquido generalmente se comportan como los líquidos Newtonianos [3], donde el esfuerzo cortante mínimo para iniciar y mantener el flujo laminar es directamente proporcional al gradiente de velocidad. En los fluidos con partículas sólidas la relación de esfuerzo cortante mínimo no es directamente proporcional al gradiente de velocidad; es decir son fluidos no newtonianos. Para estos se maneja el término de viscosidad aparente (η_{ap}), que no es otra que la viscosidad dinámica (g/cm•s) porque no es afectada por la presión y quedaría como sigue [3]:

$$\eta_{ap} = \tau/\dot{\gamma} \quad \text{ó} \quad \eta_{ap} = k (\dot{\gamma})^m \quad \text{(Ec. 2.2)}$$

$$\dot{\gamma} = \text{viscosidad}; \quad \text{y} \quad \tau = \tau (\dot{\gamma}, t) \quad \text{(Ec. 2.3)}$$

donde: k y m son constantes

La viscosidad incrementa con el incremento de la fracción volumétrica de las partículas de refuerzo y la reducción del tamaño de estas. La viscosidad aparente del compuesto en estado líquido además se reducirá con el incremento en el gradiente del esfuerzo

cortante, lo cual corresponde a un comportamiento pseudo-elástico no Newtoniano. La figura 2.13 muestra el efecto del esfuerzo cortante en la viscosidad de un CMM.

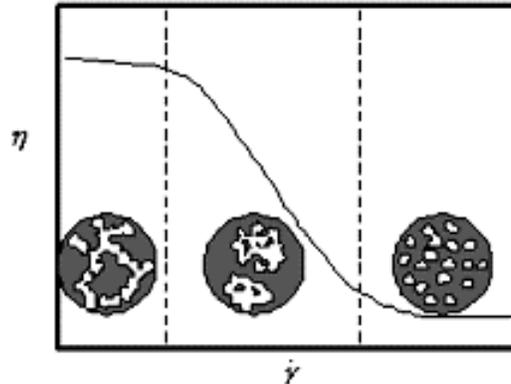


Figura 2. 13 Disociación de aglomerados durante el corte (agitación) a bajas velocidades [3].

Si bien, una mayor viscosidad ayuda a que las partículas de refuerzo permanezcan suspendidas en el baño, retrasando su asentamiento, logrando con esto una mezcla más estable y mejor distribución de refuerzo, también limita la complejidad de las piezas a ser fabricadas por este método.

2.3.6 Principales problemas en la fundición con agitación.

Los factores para considerar en la fabricación de CMM por fundición con agitación son:

- I La dificultad para lograr una distribución uniforme del material de refuerzo.
- II La baja mojabilidad entre las dos sustancias principales.
- III La propensión a la porosidad en la pieza fundida del material compuesto.
- IV Reacciones químicas indeseables entre la matriz y el material de refuerzo.

Para alcanzar las propiedades óptimas del material compuesto, la distribución del material de refuerzo sobre la matriz debe ser uniforme y la mojabilidad de unión entre las dos sustancias optimizadas, al mismo tiempo las reacciones químicas indeseadas

entre la matriz metálica y las partículas de refuerzo, así como la porosidad de la matriz debe minimizarse o evitarse completamente. Un enlace suficientemente fuerte se logra solamente cuando se tiene una buena mojabilidad entre la matriz y el refuerzo y esto depende de las propiedades superficiales de las dos fases [24]. Se sabe que una unión fuerte entre la matriz y el refuerzo resulta en un incremento de la resistencia y del módulo elástico [25].

2.3.7 Distribución de las partículas de refuerzo.

La distribución de las partículas de refuerzo en la matriz está fuertemente influenciada por las tres principales etapas del proceso, la etapa de fundido, la etapa de solidificación y la etapa de post-solidificación. Las etapas de fundido y de solidificación están interrelacionadas y deben de ser continuamente controladas, el proceso de post-solidificación puede ayudar a homogeneizar la distribución de las partículas en el producto final.

La distribución de las partículas en la matriz durante la etapa de fundido depende principalmente de la viscosidad de la suspensión, la efectividad con que las partículas se incorporan a la suspensión y a las características de las partículas de refuerzo, las cuales influyen en la relación de asentamiento de las mismas partículas y la efectividad de la agitación en romper los aglomerados y distribuir las partículas al tiempo que minimiza el atrapamiento del gas por la suspensión.

El vaciado del compuesto generalmente ocurre en estado semisólido, lo cual es una ventaja, ya que permite una mejor distribución de las partículas. Esto ocurre, ya que cuando la suspensión está en el rango de temperatura donde la matriz es parcialmente sólida, como en el compocasting, muy poca o nada de gravedad induce la sedimentación de las partículas, inclusive si no se tiene agitación [18]. Debido a que la fase sólida de la matriz tiene aproximadamente la misma densidad que la suspensión (slurry), no ocurre ni asentamiento, ni flotación de las partículas de refuerzo y estas permanecen en el mismo lugar.

2.4 El magnesio y sus aleaciones

2.4.1 Antecedentes y consideraciones generales.

El magnesio es un elemento conocido en la sociedad mundial desde 1755, fue reconocido como elemento químico por Joseph Black; sin embargo, hasta 1808 Humphrey Davy consiguió aislar este elemento mediante el uso de la electrolisis [26]. El magnesio es el cuarto elemento más disponible en la naturaleza [27], constituye, aproximadamente, el 2% de la corteza terrestre, no se encuentra en estado puro, pero sí en forma combinada. El magnesio forma silicatos como el olivino, serpentina y talco, que son poco usados como materia prima para la obtención de Mg.

Las formas más usadas para la obtención del magnesio elemental son: la magnesita (MgCO_3), dolomita ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$), y carnalita $\text{KMgCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, con un contenido de magnesio de 27%, 13% y 8% respectivamente; así como en el agua de mar, que contiene 0,13% de Mg, siendo el tercer catión más abundante en el agua de mar. Las formas más comunes de obtener el Mg son por electrólisis de cloruro de magnesio (MgCl_2), por reducción térmica de dolomita o por extracción de óxido de magnesio procedente del agua mar. Su producción a escala industrial no se produjo hasta 1862, por el método de Saint-Claire Deville, basado en la extracción de magnesio a partir del MgCl_2 descrita por el científico alemán Robert Bunsen en 1852 [26].

La obtención industrial de magnesio a mayor escala comenzó en Alemania en 1886 con una producción de tan solo 10 toneladas/año a nivel mundial, desde entonces y hasta la década de 1940 su producción mostro alzas y caídas; sin embargo, a partir de la década de 1950 su consumo y aplicación han crecido a ritmo constante.

En los últimos años, la necesidad de medios de transporte más eficientes y amigables con el medio ambiente ha provocado un aumento en el uso de materiales base magnesio como material estructural, ya que su uso en aeronáutica y automoción pueden rebajar significativamente las emisiones de gases contaminantes y reducir sus costos energéticos. Así, mediante el uso de estos materiales en diferentes partes del

automóvil como: llantas, cajas de cambios, estructuras de asientos, tableros o la misma carrocería, se puede reducir el consumo de combustible de manera significativa, lo cual incrementa la eficiencia del transporte y reduce las emisiones. Se ha calculado que, si sustituimos 10 kg de acero por 4 kg de magnesio, se lograra una reducción de 100 kg de gases emitidos a lo largo de la vida del vehículo [28]. Además, se puede reciclar más del 50% de la aleación primaria consumiendo únicamente un 3% de la energía que utilizada durante su producción por electrolisis [29].

A mediados de los noventa, la producción mundial de Mg fue de alrededor de 400 mil toneladas de las cuales, el 75% se realizó por electrólisis de sales fundidas y el 25% por reducción térmica [30]. Por estas razones, la producción mundial de magnesio ha pasado de 284.000 t en el año 2000 a 910.000 t [31]. En la actualidad más de un 35% del magnesio producido se destina a aleaciones con fines estructurales.

En la actualidad, los principales productores de magnesio en el mundo son: Estados Unidos, China, Turquía, Rusia y Canadá [31].

2.4.2 Consideraciones metalúrgicas y propiedades.

El Magnesio es un elemento metálico alcalinotérreo, el cual presenta un enorme potencial como material estructural, debido a sus propiedades y abundancia [32] [33]. El Mg cristalino, presenta una estructura de tipo hexagonal compacta (HC), con una relación c/a de 1,624, por debajo de la ideal 1,633, lo que dificulta el deslizamiento de los planos basales y le obliga a deslizarse en los planos prismáticos y piramidales (Figura 2.14) lo que dificulta su conformación en frío [34]. Al incrementar la temperatura, sus parámetros de red aumentan, favoreciendo su conformación en caliente [35]. La dependencia de los parámetros de red con la temperatura puede ser expresada como:

$$a = 0,32075 + (7,045 \Delta T + 0,0047 \Delta T^2) \times 10^{-6} \text{ nm} \quad (\text{Ec. 2.4})$$

$$c = 0,52076 + (11,758 \Delta T + 0,0080 \Delta T^2) \times 10^{-6} \text{ nm} \quad (\text{Ec. 2.5})$$

donde ΔT es la temperatura en $^{\circ}\text{C}$.

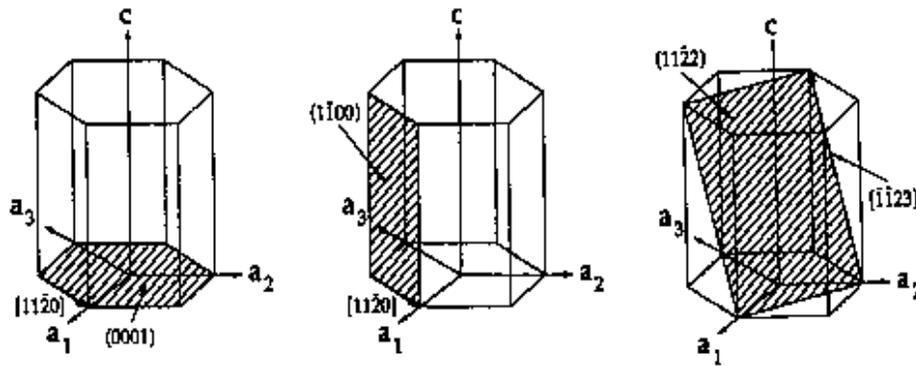


Figura 2. 14 Celda unidad y principales direcciones y planos del magnesio [6].

El magnesio es pirofórico, con riesgo de explosión durante la fundición y el mecanizado, especialmente si se encuentra en forma de polvo y a elevada temperatura.

Entre sus propiedades, destaca su baja densidad de $\rho=1,7 \text{ g/cm}^3$ (2/3 la del aluminio o 1/5 la del hierro) y alta resistencia específica; cualidades que lo hacen un material recomendable, entre otros, para uso estructural. Otras características atractivas de este metal son su conductividad térmica y eléctrica media-alta, su no-toxicidad, un comportamiento no magnético o su capacidad de ser mecanizado por métodos convencionales. Las principales propiedades del magnesio metálico se ilustran en la Tabla 2.3.

Tabla 2.3 Propiedades generales del magnesio puro [32].

	Valor	Unidad de medida
Radio atómico	150	pm
Densidad (25°C)	1,738	gcm-3
Módulo de Young	45	GPa
Tensión de rotura	80-180	MPa
Deformación a rotura	12-Jan	%
Resistencia a tracción (extruido)	165-205	MPa
Resistencia a tracción (laminado)	180-220	MPa
Conductividad eléctrica esp. a T°	22,4	mΩ-1mm-2
Potencial normal de reducción -	2,37	VSHE
Temperatura de fusión	650	°C
Temperatura de ebullición	1090	°C
Presión de vapor (a 20 °C)	189	kPa
Calor de fusión	195	kJkg-1
Capacidad específica térmica	1,05	kJkg-1K-1
Coefficiente de expansión lineal	26×10^{-6}	K-1
Contracción (de líquido-sólido)	4,20	%
Contracción (sólido)	5	%

Entre sus mayores inconvenientes como material estructural, destacan su baja resistencia a la corrosión y su limitada resistencia mecánica, por lo que debe ser aleado o reforzado para incrementar estas propiedades.

2.4.3 Fabricación.

En cuanto a los procesos de reducción térmica, pueden clasificarse en función de la naturaleza del reductor utilizado (reducción por carbono, por silicio y por CaC_2). La figura 2.15 muestra un esquema de los diferentes métodos de producción [26]. En cualquier caso, todos los procesos de extracción de magnesio son altamente energéticos.

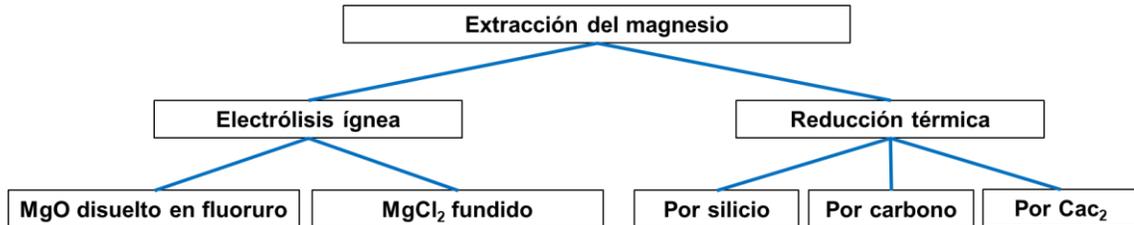


Figura 2. 15 Métodos de producción de magnesio [26].

La fabricación de piezas de magnesio puede darse por moldeo o por forja (Fig. 1.2). Sin embargo, debido a su estructura hexagonal compacta, presenta limitaciones a la deformación plástica, teniendo, por otro lado, muy buen comportamiento al fabricar piezas por moldeo. Pese a que las piezas de magnesio forjadas presentan una menor porosidad y mejores propiedades mecánicas frente a las moldeadas [33, 35], actualmente, el 98% de los componentes estructurales que utilizan como base el magnesio, son fabricados por diferentes procesos de moldeo [37]. El mayor coste de las piezas fabricadas por forjado frente al de aquellas manufacturadas por moldeo, junto con la aparición de procesos de moldeo que permiten minimizar problemas asociados a esta técnica, han llevado a que la fabricación de piezas de magnesio usen el procesado por forja muy poco [38].

Los diferentes tipos de procesado por forja o moldeo pueden observarse en la figura 2.16 [37].

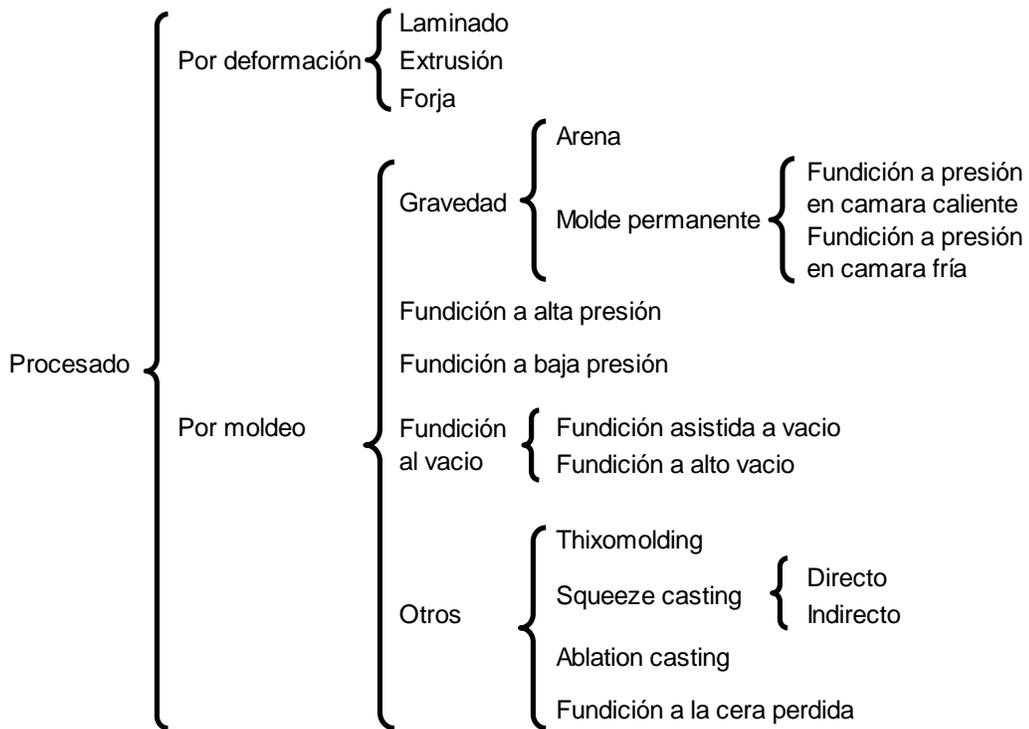


Figura 2. 16 Tipos de procesado de magnesio [37].

2.4.4 Aplicaciones.

Inicialmente, el magnesio se usó poco como material estructural, la mayor parte de este elemento fue empleada para la desoxidación de los aceros, como elemento de aleación en aleaciones de aluminio, en la fabricación de productos pirotécnicos y en la industria química [29].

Durante la primer guerra mundial los usos del del magnesio se extendieron, y durante la segunda guerra sus aplicaciones crecieron exponencialmente, principalmente en la aviación militar y de explosivos, más tarde, también en la industria nuclear, [38].

De todo el magnesio producido en 2011, aproximadamente un 76% fue utilizado para la fabricación de aleaciones base Mg y base Al (Figura 2.17) [31]. Alrededor de un 4% se utilizó en la producción de titanio por el proceso Kroll y el restante en la producción de aleaciones por forja y otras aplicaciones, como ánodos de sacrificio, bombas incendiarias o fuegos artificiales.

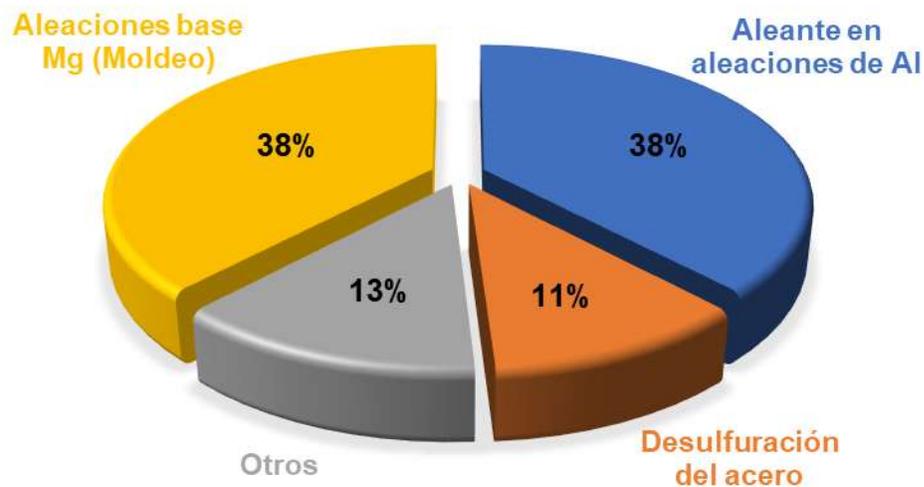


Figura 2. 17 Usos del magnesio primario producido en 2011 [31].

En la actualidad el magnesio y sus aleaciones son el tercer elemento metálico más usado de manera estructural, solo por detrás del aluminio y del hierro [37]. Si bien en el pasado, la fuerza impulsora para el desarrollo tecnológico de las aleaciones de magnesio fue su potencial aplicación para aplicaciones militares y aeronáutica. Hoy en día, el énfasis se ha desplazado hacia el ahorro de peso en la industria del automóvil, con el fin de satisfacer las demandas de reducción, tanto de combustible como de emisiones contaminantes, en un momento de creciente impacto ambiental [38].

Si bien en la industria automotriz, las aleaciones de magnesio fueron usadas por primera vez en la fabricación del modelo “Escarabajo” de Volkswagen por el año 1930, esto se debió, más que nada, a la falta de acero para su fabricación, ya que la industria bélica de esos tiempos acaparaba casi todo este estratégico material. Actualmente, la necesidad de una mayor eficiencia energética en los medios de transporte, para poder cumplir legislaciones medioambientales, así como hacer sus vehículos económicamente competitivos, lleva a los fabricantes de los transportes a reducir el peso de sus vehículos y una de las maneras más efectivas de hacerlo es el empleo de aleaciones de magnesio en la fabricación de algunas de sus piezas.

En la actualidad, la industria automotriz es el principal usuario de las aleaciones base magnesio, debido a la posibilidad de producir las piezas en serie, usando el moldeo a presión (Figura 2.18) y logrando una elevada calidad a costes razonables.

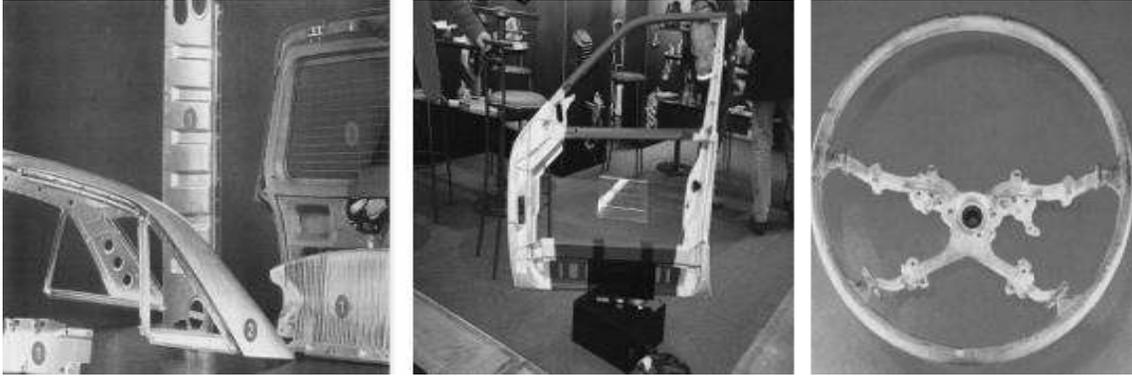


Figura 2. 18 Aplicaciones en partes de automóvil.

Ejemplos de piezas de magnesio en los vehículos incluyen:

- Caja de cambios en el Audi A4.
- Portón del Lupo, (se fabrica con 3,2 kg de AM50).
- Tapa del depósito en el Mercedes-Benz SLK.
- Tapas de la cabeza del cilindro (AZ91HP por colada en cámara fría, 1,4 kg [39]).
- Tablero del Audi A8, Buick Park Avenue y Le Sabre [40].
- Estructuras de asientos en varios modelos [41].
- Volantes en autos Toyota, Lexus, Honda y otros [40].
- Llantas en el Porsche Carrera RS (9,8 kg AM70 HP).

La baja densidad, su blindaje contra la radiación electromagnética, y la posibilidad de la producción de piezas delgadas, son propiedades que impulsan el uso de aleaciones base magnesio en la industria de la electrónica e informática, donde dan forma a las estructuras de las cámaras de video, computadoras, teléfonos móviles, televisiones, radares y multitud de componentes más (Figura 2.19) [42].



Figura 2. 19 Aplicación eléctricas y electrónicas de aleaciones base Mg.

Sin embargo, en la actualidad el magnesio no es utilizado como material estructural por grandes compañías aeronáuticas como Boeing o Airbus, esto es debido a restricciones legislativas relacionadas con su relativa baja temperatura de inflamación [42, 43]. Sin embargo, las aleaciones de magnesio si son usadas en las estructuras de los asientos de los aviones, así como en otros elementos estructurales dentro de las cabinas de los aviones. Las aleaciones base magnesio, si se utilizan en aeronaves más pequeñas y en helicópteros, donde es posible encontrarlo formando cajas de cambios u otros componentes no estructurales (Figura 2.20) [33, 34].



Figura 2. 20 Aplicaciones de aleaciones base Mg en aeronaves.

El magnesio y sus aleaciones también se encuentra en piezas de uso deportivo como raquetas y palos de golf. [34, 35]. Por otro lado, la industria de las herramientas eléctricas depende cada vez más de componentes fundidos de magnesio para ofrecer diseños más ligeros y duraderos que son más fáciles de manejar (Figura 2.21) [45], por ejemplo: sierras de cadena, lijadoras, taladros, atornilladores, pulidoras, cortadoras, etc.



Figura 2. 21 Aplicaciones en herramientas eléctricas y elementos deportivos.

2.4.5 Aleaciones base magnesio.

Como se ha explicado anteriormente, el magnesio presenta algunas propiedades mecánicas y corrosivas limitadas, así que para poder utilizarlo en algunas aplicaciones ingenieriles es necesario combinarlo con otros metales formando aleaciones [46]. De una manera muy simplista, podemos dividir las aleaciones de magnesio en dos tipos:

1).- Aleaciones con alto contenido de aluminio y otros elementos (2-10%); presentan buenas propiedades mecánicas a temperaturas inferiores a 120°C y se fabrican a coste moderado.

2).-Aleaciones con otro tipo de elementos aleantes, como tierras raras, plata o zinc, sin contenido de aluminio; más costosas, pero mantienen sus propiedades mecánicas a temperaturas más elevadas.

De acuerdo con la norma ASTM, las aleaciones de magnesio se denominan usando una nomenclatura con cuatro partes. La primera parte indica los dos principales elementos de aleación mediante dos letras del alfabeto latino; la segunda parte está constituida por dos números enteros que indican, de manera aproximada, el porcentaje en peso de cada uno de estos elementos de aleación; en tercer lugar, se añade una letra, relacionada con el porcentaje de los elementos no principales de aleación y finalmente, la cuarta parte indica las condiciones de fabricación mediante una letra y uno o dos números enteros. En la tabla 2.4 se esquematiza la nomenclatura de las aleaciones de magnesio.

Tabla 2.4 Designación de aleaciones de magnesio.

Primera Parte	Segunda Parte	Tercera Parte	Cuarta Parte
Indica los dos principales elemento de aleación	Indica la cantidad de los dos elementos principales de aleación	Distingue entre las aleaciones con iguales porcentajes de elementos principales pero diferente contenido de elementos secundarios	Indica las condiciones de fabricación

Es habitual designar las aleaciones únicamente mediante las dos o tres primeras partes. Así, por ejemplo, la aleación con un 3% de aluminio y un 1% de Zinc se denomina como AZ31. La ASTM mantiene una nomenclatura específica para representar los elementos aleantes presentes en las aleaciones base magnesio, para lo cual utiliza una letra asignada a cada posible elemento aleante (Tabla 2.5).

Tabla 2.5 Códigos ASTM para los elementos de aleación del magnesio.

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

Existen varias familias y tipos de aleaciones en función de las propiedades que se busquen. Por ejemplo, mientras las aleaciones con altos contenidos en aluminio y manganeso presentan buena ductilidad, como la AZ91; las aleaciones con altos contenidos en ytrio y tierras raras se caracterizan por su resistencia a la fluencia y su capacidad de endurecimiento por precipitación, un ejemplo de estas es la WE54-T6. La figura 2.22 muestra un esquema de la tendencia para mejorar las propiedades mecánicas de las aleaciones de magnesio como material estructural.

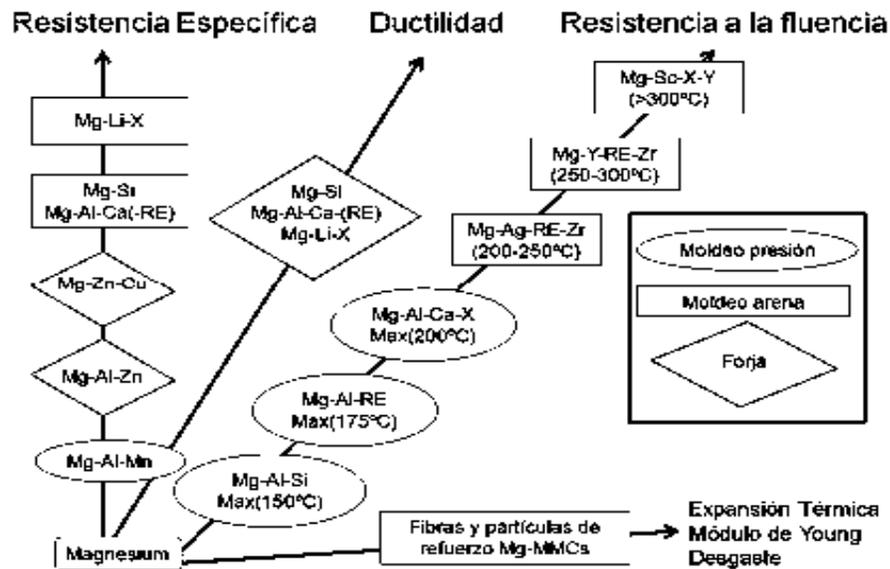


Figura 2. 22 Evolución aleaciones de magnesio [32].

Los principales elementos de aleación en el magnesio son aluminio y zinc y su influencia en la aleación se describen a continuación:

-Aluminio: Se adiciona para aumentar la resistencia mecánica y la moldeabilidad. El diagrama de fases binario Mg-Al está representado en la figura 2.23, donde se observa que la máxima solubilidad del aluminio en magnesio es de 12.7% a 437°C y que disminuye con la temperatura, hasta alcanzar un 2% a temperatura ambiente. Por encima de su límite de solubilidad se produce la precipitación de $Mg_{17}Al_{12}$ (fase β), compuesto intermetálico frágil, que puede deteriorar la ductilidad y la tenacidad de la aleación, así como disminuir la resistencia a la corrosión de esta. Si se añade en cantidades específicas, puede tener un efecto beneficioso en la resistencia a la corrosión [47], sin embargo, existen dos efectos asociados a la presencia de aluminio en la aleación con resultados contrapuestos:

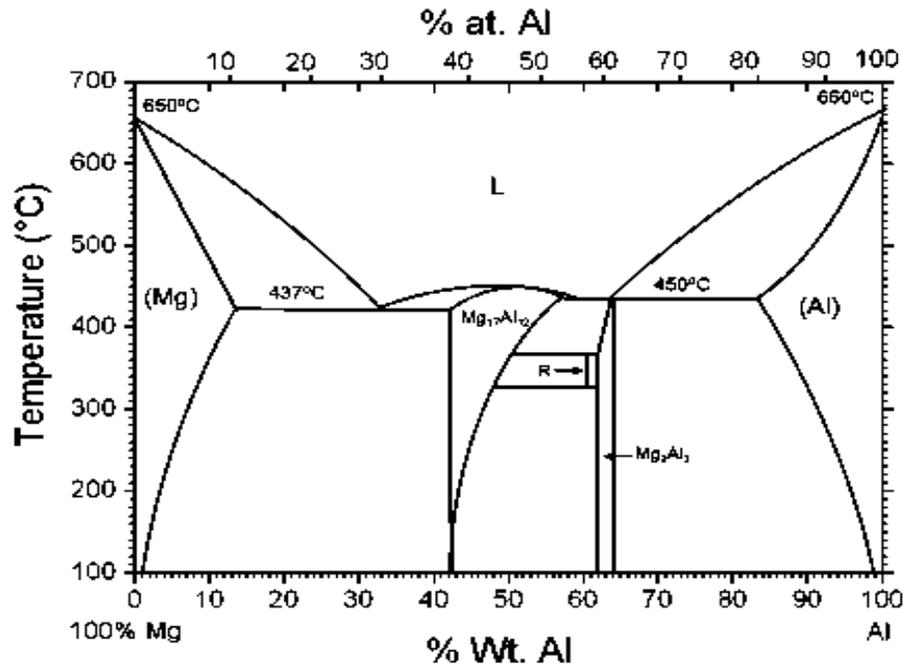


Figura 2. 23 Diagrama de fases binario Mg-Al [34].

En primer lugar, se ha reportado que un aumento en el contenido de aluminio en la fase α , sin precipitación de fase β , mejora la resistencia a la corrosión [48, 50]. Investigadores han encontrado que para aleaciones del sistema AZ (Mg–Al–Zn), el contenido en aluminio de la matriz puede variar desde el centro de grano hasta su borde, alcanzando valores de 2 a 12% respectivamente [51]; esto, puede originar que la corrosión comience en el interior de los granos α con menor contenido en aluminio en lugar de en el límite de grano como suele ser habitual [52].

También se ha reportado que concentraciones superiores a 4% de Al en las aleaciones de Mg aumentan significativamente la resistencia a la corrosión debido a la influencia de Al en la película pasiva MgO [53, 54]. Sin embargo, parece que el límite de tolerancia de hierro en la aleación, disminuye al aumentar el contenido en aluminio [55, 56]. Por otro lado, la presencia de fase β puede tener un efecto perjudicial en la resistencia a la corrosión. Si esta segunda fase se encuentra de manera discontinua en los límites de grano, forma micro pares galvánicos que aceleran la corrosión [57]. Sin embargo, si la cantidad de esta fase β es suficiente como para formar una estructura continua, puede ejercer un efecto barrera que disminuye la velocidad de corrosión [58].

-Zinc: se añade principalmente para disminuir el tamaño de grano y aumentar la plasticidad y la resistencia a la tracción de las aleaciones de magnesio. También se ha reportado un efecto positivo en la corrosión al aumentar el nivel de tolerancia de impurezas como Fe, Cu y Ni de las aleaciones Mg-Al [59]. La figura 2.24, muestra el diagrama de fases binario magnesio con Zinc.

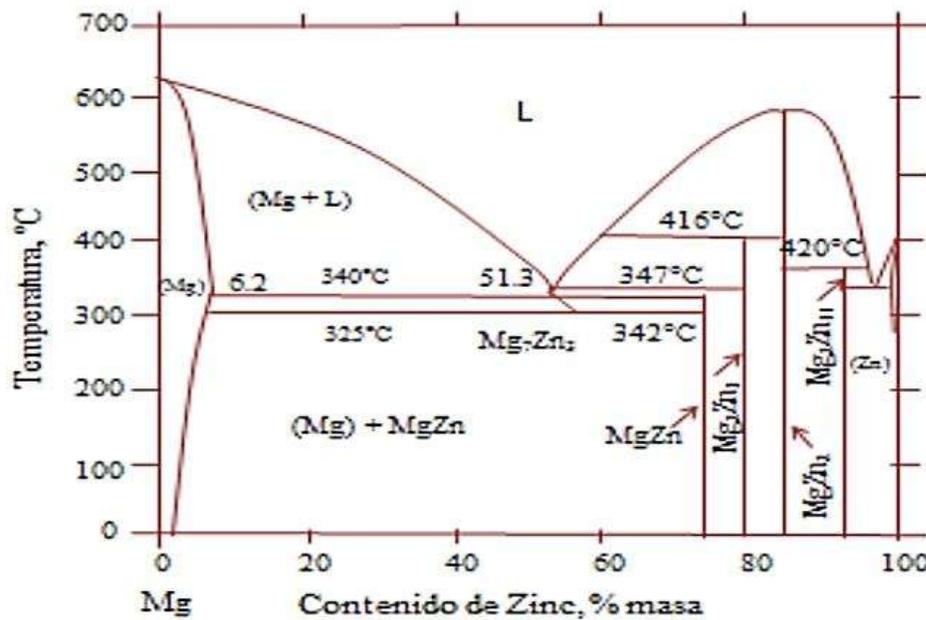


Figura 2. 24 Diagrama de fases binario Mg-Zn [34].

-Manganeso: se añade para mejorar la resistencia a la corrosión de las aleaciones de Mg-Al y Mg-Al-Zn ya que el Mn se combina con Al formando compuestos del tipo MnAl, MnAl₆ o MnAl₄, los cuales disminuyen el efecto perjudicial del aluminio. Además, estas fases también minimizan el efecto perjudicial de las impurezas de hierro que quedan contenidas en los compuestos Mn-Al [60, 61]. La figura 2.25, muestra el diagrama de fases binario magnesio con hasta 5% de manganeso.

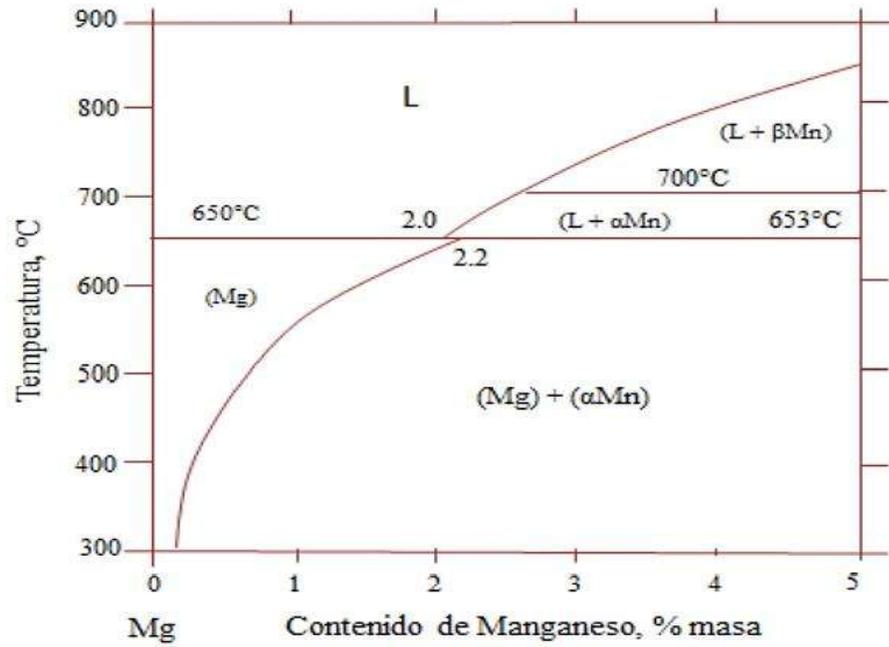


Figura 2. 25 Diagrama de fases Mg-hasta 5% de Mn [34].

2.5 Materiales precursores

2.5.1 Aleación base magnesio AZ91.

Los materiales precursores deben seleccionarse de acuerdo con las propiedades que se deseen obtener, disminuyendo otras que tengan una menor importancia para la aplicación deseada. La selección de la matriz es de alta importancia, debe poseer propiedades adecuadas para lograr el material deseado, así mismo debe exhibir buena mojabilidad con el refuerzo seleccionado, el cual complementará a la matriz, mejorando propiedades de ésta al tiempo que ayudará a minimizar subproductos de reacción no deseados.

Entre las aleaciones comerciales de magnesio, la aleación Mg-25Zn-2Y exhibe un bajo coeficiente de fricción y una buena resistencia al desgaste [62]. Sin embargo, la AZ91 puede presentar una mayor resistencia al desgaste que la aleación de aluminio AS21, a ciertas velocidades [64, 65]. Esta aleación, pertenece a la serie de aleaciones base magnesio que constituyen hasta el 85% de aplicación industrial. Presentan una combinación óptima de resistencia y ductilidad junto con una buena resistencia a la corrosión y bajo coste [26]. Gracias a la presencia del Zn, su resistencia mecánica es mayor que las aleaciones del sistema MgAl, por lo que su campo de aplicación es más amplio. Sus propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión son generalmente buenas y pueden utilizarse hasta temperaturas de 110–120 °C, por encima de las cuales presentan problemas de fluencia [26].

En la figura 2.26 puede observarse el diagrama de fases para las aleaciones del grupo AZ, conteniendo un porcentaje del 1% de Zn, 0.3% de Mn y una cantidad variable de Al.

Cabe destacar la presencia de fases AlMn, las cuales son muy características de la aleación AZ91, así como de la fase β ($Mg_{17}Al_{12}$), habitual en las aleaciones con alto contenido de aluminio.

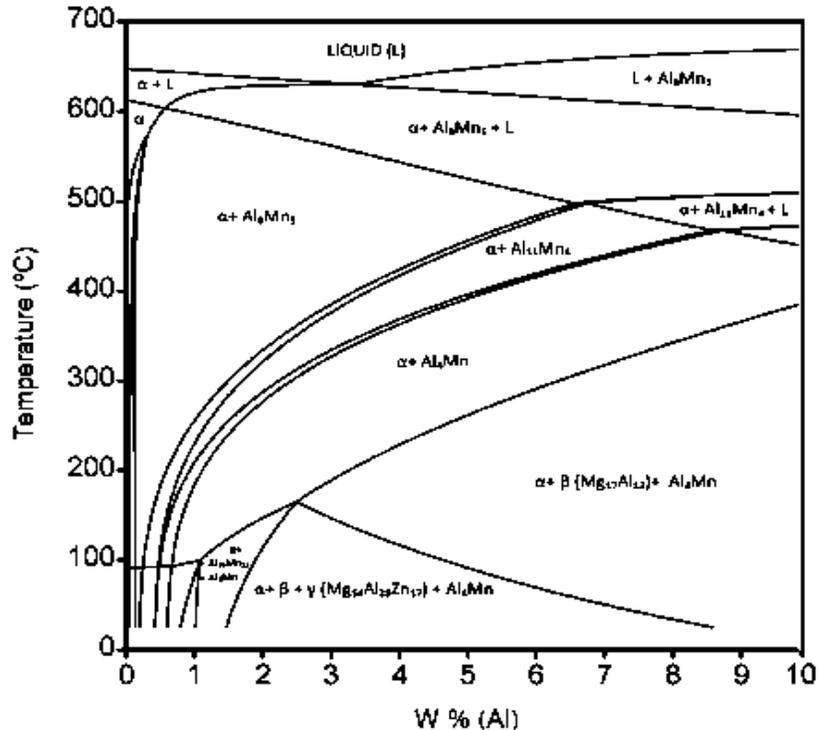


Figura 2. 26 Diagrama de fases en el bajo contenido en aluminio para el sistema AZ, con un contenido del 0,3% en Manganeso y un 1% de Zinc [38].

Para el presente trabajo de investigación, se seleccionó la aleación Mg AZ91 como matriz, la cual se fabricó localmente partiendo de Mg, Zn y Mn puro. La Tabla 2.6 muestra la composición química de la aleación AZ91, la cual puede tener diferentes niveles de otros materiales como Fe o Cu, y de acuerdo con estos niveles de pureza se agrega una letra al final de su nomenclatura para.

Tabla 2.6 Composición química de la aleación Mg-AZ91.

	Al	Mn	Zn	Si máx.	Fe máx.	Cu máx.	Ni máx.	Otros	Mg
AZ91	8.1-9.3%	0.17-0.35%	0.4-1.0%	0.20%	0.01%	0.02%	0.00%	0.30%	balance

Sus buenas propiedades mecánicas son atribuidas a una microestructura heterogénea formada, principalmente, por la fase alfa (MgAl), la precipitación del intermetálico Mg₁₇Al₁₂ (fase beta) y la formación de fases AlMn [19]. Algunas propiedades físicas de la aleación AZ91 se muestran en la tabla 2.7.

Tabla 2.7 Propiedades de la aleación Mg-AZ91.

Material	Dureza (HV)	CT 300K (W/mK)	CET 20-100°C (µm/m°C)	Fusión (°C)	Módulo de Young (GPa)	Densidad (gr/cm3)
AZ91	68	71.7	26	468-598	44	1.81

2.5.2 Carburo de silicio (SiC).

Es posible procesar un compuesto Al-9% Si-20 vol% reforzado con partículas de SiC que tenga una resistencia al desgaste igual o mejor que una fundición gris [65]. Por otro lado, el carburo de silicio posee un módulo de elasticidad alto, elevada dureza y bajo coeficiente de expansión térmica, sin embargo, presenta una gran desventaja que es la elevada fragilidad por lo cual dificulta su aplicación en las áreas mencionadas anteriormente. La combinación de estos materiales puede llevar a la creación de materiales con propiedades adecuadas para aplicaciones específicas [5]. Las propiedades de los CMM dependen fuertemente de las propiedades de los componentes y sus propiedades finales se ven influenciadas por el procesamiento. De ahí radica la importancia de seleccionar los materiales adecuados con los que se fabricará el compuesto y la ruta de obtención [1].

El carburo de silicio (SiC) es uno de los cerámicos de mayor desarrollo y uso en aplicaciones estructurales y de ingeniería en los últimos años. Desde 1907, cuando la Marconi Company observó que este material poseía electroluminiscencia, no han cesado los esfuerzos por obtener de él un mejor desempeño en diversas aplicaciones tales como: semiconductores a baja y alta temperatura, diodos de alto voltaje, diodos emisores de luz azul (Blue LEDs), componentes de radiación resistiva, detectores de luz ultravioleta, resistencias eléctricas, refractarios y medios abrasivos para el mecanizado y pulido de materiales, entre muchas otras; que han sido posibles gracias a sus excelentes propiedades eléctricas, térmicas, mecánicas y químicas.

Las propiedades del SiC se deben principalmente a su estructura cristalina, la cual puede ser cúbica (b) o hexagonal (a), siendo esta última la más estable química y mecánicamente, incluso a temperaturas superiores a 2000°C. El tipo de estructura

obtenida depende en gran medida del método utilizado para su producción [66]. La tabla 2.8 muestra algunas de las propiedades físicas del SiC.

Tabla 2.8 Propiedades físicas del SiC.

Material	Dureza (HV)	CT 300K (W/mK)	CET 20-100°C (µm/m°C)	Fusión (°C)	Módulo de Young (GPa)	Densidad (gr/cm ³)
SiC	3000	260	4.63x10 ⁻⁶	2697	302	3.22

A pesar de que este material fue descubierto en estado natural desde 1893 por el premio Nobel Dr. Henry Moissan, la mayoría del polvo de carburo del silicio que se consume actualmente a nivel industrial es producido por el proceso de Acheson, que consiste en la reducción de la arena de sílice en contacto con coque del petróleo o con antracita a una temperatura cercana a 2400 °C durante 36 horas, para formar el SiC α de grado comercial.

Para suplir las necesidades de SiC de mayor pureza se han desarrollado otros procesos tales como el compactado por reacción, la sinterización en caliente con y sin presión, la deposición química de vapor (CVD) y el proceso de síntesis bio-mórfica, entre otros [67].

Por otro lado, a pesar de las múltiples aplicaciones que se le han dado a este material, aún quedan muchas otras por descubrir, ya que la combinación de propiedades tales como: alta conductividad térmica, alto punto de fusión, expansión térmica relativamente baja, alta resistencia relativa (relación resistencia mecánica/densidad), excelente dureza, resistencia a la abrasión y a la corrosión, y estabilidad mecánica a temperaturas hasta de 1650°C, ofrece múltiples oportunidades de uso. Una de ellas, es la de cámara de calentamiento de hornos y tubo radiante en sistemas de calentamiento, ya que gracias a sus propiedades térmicas, puede transferir eficientemente el calor generado por la fuente [68], al mismo tiempo puede hacer las veces de refractario y por su baja expansión térmica conserva su estabilidad dimensional sin fallar ni poner en riesgo otros sistemas con los que se encuentre en contacto.

Otros materiales como los aceros son ampliamente utilizados para esta aplicación, dada su buena conductividad térmica, sin embargo, su uso y vida útil son limitadas por la resistencia a la temperatura y alta expansión térmica.

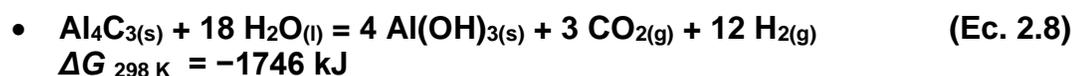
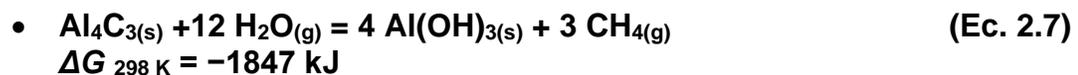
2.6 Interfases

Cuando los materiales compuestos se producen utilizando la metalurgia de polvos, generalmente la matriz y refuerzo no son expuestos a elevadas temperaturas por periodos largos de tiempo, lo que evita la formación de subproductos de reacción no deseados. Sin embargo, en la fabricación por fundición con agitación (stir casting), la matriz se encuentra en estado líquido a elevadas temperaturas, y el refuerzo es mezclado por periodos de tiempo relativamente, largos. Como resultado, las partículas de refuerzo pueden reaccionar con el metal líquido y generar subproductos no deseados [69]. Uno de los principales productos de reacción entre aluminio líquido y partículas de SiC es el carburo de aluminio, Al_4C_3 [70]. La formación de carburo de aluminio es detrimental por diversas razones, [25, 27, 29]. Obviamente degrada el refuerzo, pero el Al_4C_3 también es susceptible a la corrosión y su formación, está acompañada de un incremento de los niveles de Si en la aleación, modificando, por lo tanto, la composición de la matriz, lo cual puede ser detrimental para las propiedades finales del compuesto.

Se ha estudiado la interfase del sistema Al-SiC con el fin de encontrar los productos interfaciales que ocurren en este sistema. Los compuestos que contienen aluminio y carbono, fabricados mediante la ruta líquida, reaccionan para dar paso a la formación de carburo de aluminio (Al_4C_3) de acuerdo con la siguiente reacción:



Esta reacción es nociva para este tipo de materiales, además de lo mencionado anteriormente, debido a que es inestable en ambientes de humedad, dando como resultado la formación de $\text{Al}(\text{OH})_3$, como se esquematiza a continuación [73]:



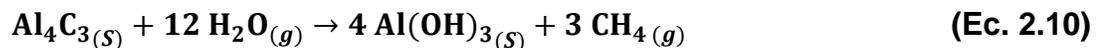
Para prevenir este tipo de reacciones se han estudiado diversos métodos, como el recubrir las partículas de SiC con una capa de dióxido de silicio (SiO₂) o agregar polvo de silicio, buscando la formación de una espinela de magnesio (MgAl₂O₄) la cual posee buenas propiedades mecánicas y térmicas.

2.6.1 Compuestos Mg-SiC.

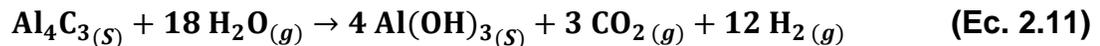
De acuerdo a la literatura [74], se ha encontrado que el aluminio en interacción con carbono, da paso a la formación del carburo de aluminio (Al₄C₃). Para el sistema actual, la reacción ocurre como se presenta en la ecuación 2.9, donde el Al se une al C y Si del SiC para formar el Al₄C₄Si. El cambio de energía libre, al tener un valor negativo elevado, sugiere que efectivamente la reacción se llevará a cabo.



Esta reacción es nociva para este tipo de materiales debido a su elevada inestabilidad en ambientes húmedos, siendo éste susceptible a la degradación por su alta afinidad con la humedad, dando como resultado la formación de Al(OH)₃ como se esquematiza en las reacciones 2.10, para las interacciones con la humedad ambiental y 2.11 para contacto directo con el agua [73].



$$\Delta G_{298 \text{ K}} = -1847 \text{ kJ}$$



$$\Delta G_{298\text{K}} = -1746 \text{ kJ}$$

2.6.2 Efecto del dióxido de silicio en la interfase.

Con el objetivo de prevenir la formación de este indeseable carburo de aluminio, Kim Y. y Lee J.C. [75], encontraron que los recubrimientos con capas pasivas son una manera efectiva de evitar reacciones entre el aluminio y las partículas de carburo de silicio. Diversos métodos han sido estudiados, como el recubrir las partículas de carburo de silicio con una capa de dióxido de silicio (SiO₂). Estudios previos hechos por M. Rodríguez et al. [76], plantea la formación de una capa de 55 nanómetros de SiO₂ generada a después de dos horas de exponer el SiC a 1200°C en una atmosfera rica en oxígeno (Ec. 2.12). Otros autores utilizaron diferentes temperaturas y tiempos de permanencia, logrando la formación de la capa de SiO₂ sobre la superficie del SiC, aunque con resultados variables [32, 33]. Aunando un poco en las reacciones interfaciales la capa producida por la oxidación del carburo de silicio obedece a la reacción propuesta por Zhongliang et al. [79].



Es importante cuidar el tiempo de exposición del carburo a la atmósfera oxidante. Xue C. y J.K. Yu [80], concluyeron que una exposición demasiado corta del carburo de silicio a la atmósfera oxidante, no generaría una capa de SiO₂ adecuada que cubra toda la superficie del SiO, lo que no evitaría la formación del carburo de aluminio. Un tiempo de exposición adecuado provoca que toda la superficie se recubra, generando además una capa lo suficientemente gruesa para mantener las partículas protegidas incluso en la eventual degradación de esta capa protectora por la posible reacción del SiO₂ protector en la etapa de fabricación del CMM. Por último, una exposición prolongada al ambiente oxidante genera una capa demasiado grande, la cual puede no ser homogénea, disminuyendo las propiedades del compuesto. La figura 2.27 muestra ejemplos de capas protectoras de SiO₂. Resultados similares han sido encontrados por diversos autores [34–38].

De acuerdo con Ren Shubin et al. [84], ellos adicionaron una capa pasiva de dióxido de silicio para controlar la reacción interfacial del compuesto Al/SiC.

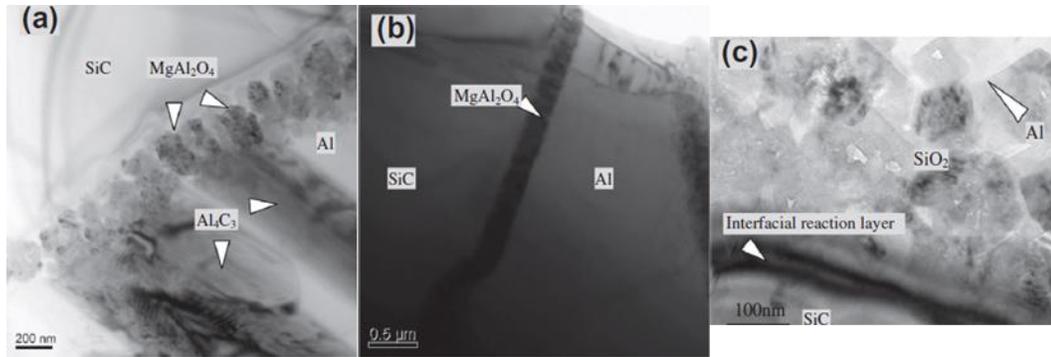
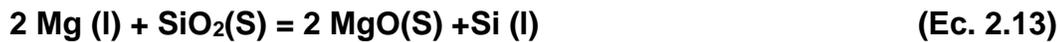


Figura 2. 27 Tiempo de exposición a) 2horas, b) 4 horas y c) 6horas [80].

La adición de la capa evitó el contacto del aluminio con el carburo de silicio, sin embargo, el contacto Al–SiO₂, dio paso a otras reacciones, como las siguientes:



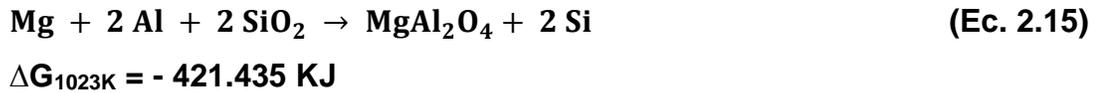
$$\Delta G_{1273} \text{ K} = -256 \text{ kJ/mol}$$



$$\Delta G_{1273} \text{ K} = -271 \text{ kJ/mol}$$

Dentro de estas reacciones destaca la formación de la espinela de magnesio (MgAl₂O₄). De la cual C. Xue [80], manifiesta que promueve la adhesión entre refuerzo y matriz.

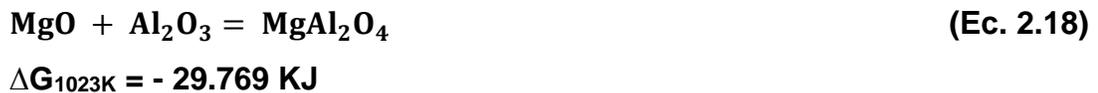
Existen diversos mecanismos que influyen en la formación de dicho compuesto [79]. La alta reactividad tanto del aluminio como del magnesio en estado líquido, propician las reacciones entre estos elementos y la capa de dióxido de silicio formada sobre las partículas de carburo de silicio, reduciéndolo de acuerdo con la ecuación 2.15. Aun cuando el SiC estuviera expuesto al Al y Mg presentes en la aleación, las reacciones 2.13 y 2.15 estarían en competencia, sin embargo, a la temperatura de 1023 °K (800°C) la energía libre de la reacción 2.13 es menos negativa comparada con la energía libre de la reacción 2.15, sugiriendo una mayor probabilidad de que ocurra esta última reacción.



Adicionalmente, tanto el aluminio como el magnesio tienen gran afinidad con el oxígeno, más aún, a elevadas temperaturas, por lo cual pueden reaccionar de forma independiente con el SiO₂ o con cualquier rastro de oxígeno presente al momento de su fabricación, como se muestra en las reacciones 2.16 y 2.17.



Estos óxidos pueden reaccionar entre sí, para dar paso a la espinela de magnesio, de acuerdo con la reacción 2.18. La cual puede ser beneficiosa para el sistema al promover el mojado de los materiales precursores [129, 130]. Otros investigadores [74] encontraron partículas de MgO en la interfase fibra/matriz en magnesio comercial y la aleación ZE41A reforzada con fibras de αAl₂O₃.



Kaneda y Choh [86], reportan la formación de productos de reacción Mg₂Si y MgO en el compuesto SiCp/Mg con diferentes tamaños de partícula preparados por un fenómeno de infiltración espontánea. En este proceso se mezclaron polvos de SiO₂ con los polvos de SiC. Los mismos productos de reacción se han reportado en el compuesto SiC W/Mg.

Si bien en la literatura existen otras propuestas de formación, estas son las que se encuentran como más probables.

2.7 Mojabilidad

En un CMM es posible que se presente más de un mecanismo de unión; por ejemplo, unión mecánica y electrostática; aunado a que dicho mecanismo puede variar durante las diferentes etapas de procesamiento, como puede ser el cambio de unión electrostática a unión por reacción. El tipo de unión varía de sistema a sistema y depende de detalles tales como la presencia de contaminantes o de agentes activos superficiales.

El contacto entre los refuerzos sólidos y la matriz líquida a elevada temperatura puede promover reacciones químicas que formen capas de otro material, entre las interfases matriz/refuerzo como resultado de estas reacciones químicas. Estas zonas de reacción usualmente son frágiles y podrían estar fuerte o débilmente unidas al refuerzo o la matriz.

La unión interfacial ocurre por la adhesión entre el refuerzo y la matriz. Para que la adhesión pueda ocurrir durante la manufactura de un material compuesto, el refuerzo y la matriz deben mantener un contacto íntimo; en la misma etapa de la manufactura del compuesto, la matriz, frecuentemente está en una condición donde es capaz de fluir y su comportamiento se aproxima o es de un líquido.

Un concepto clave en este contexto es la mojabilidad, la cual define la magnitud a la cual un líquido se esparce sobre una superficie sólida. Una buena mojabilidad significa que el líquido (matriz) fluirá sobre el refuerzo cubriendo cada protuberancia y pendiente de la superficie rugosa del sólido por desplazamiento del gas o aire presente entre las dos interfases.

Es importante entender que la mojabilidad y la unión no son sinónimos. La mojabilidad describe la magnitud del contacto íntimo entre un líquido y un sólido, y no significa, necesariamente, una unión fuerte en la interfase; puede haber una excelente mojabilidad y una unión débil del tipo Van der Waals. Entonces, un ángulo de contacto bajo significa buena mojabilidad, lo cual es un requisito, pero no una condición

suficiente para una unión fuerte [87]. Es muy común que los cerámicos no sean mojados por aleaciones metálicas, lo cual se debe, principalmente, a la poca compatibilidad entre los enlaces iónicos y covalentes de los materiales cerámicos con las especies metálicas [88].

Debido a que la reactividad y mojabilidad determinan en gran medida la calidad de la unión en los materiales compuestos [89], identificar las características de mojado entre los materiales precursores utilizados, es uno de los fenómenos más importantes a conocer previo a la fabricación de los materiales compuestos.

Para facilitar el mojado, la viscosidad de la matriz no debe ser demasiado alta; en dicho caso el mojado implica una disminución en la energía libre del sistema. Consideremos lo último en más detalle estudiando una película delgada de líquido (matriz) extendiéndose sobre la superficie sólida (refuerzo). Todas las superficies tienen una energía asociada y la energía libre por unidad de área de las interfases sólido-gas, líquido-gas y sólido-líquido son γ_{SG} , γ_{LG} y γ_{SL} respectivamente. Para un incremento de área cubierta dA por la película propagada, se requiere un extra de energía por las nuevas áreas de las interfases sólido-líquido y líquido-gas. Esta energía extra es $(\gamma_{SL}dA + \gamma_{LG}dA)$, mientras que $\gamma_{SG}dA$ es recuperada cuando la superficie sólida es cubierta. Para que el esparcimiento del líquido sea espontáneo, tiene que ser energéticamente favorable. Por lo tanto, se debe cumplir la condición:

$$\gamma_{SL}dA + \gamma_{LG}dA < \gamma_{SG}dA \quad \text{Dividiendo por } dA \text{ tenemos: } \gamma_{SL} + \gamma_{LG} < \gamma_{SG} \quad (\text{Ec. 2.19})$$

$$\text{Así, el coeficiente de esparcimiento } CE = \gamma_{SG} - (\gamma_{SL} + \gamma_{LG}) \quad (\text{Ec. 2.20})$$

El cual tiene que ser positivo para que ocurra el mojado [90]. De la ecuación anterior se observa que si γ_{SG} es similar o menor que γ_{LG} entonces el mojado no ocurrirá. La figura 2.28 ilustra el ejemplo de una gota de líquido a la cual se le ha permitido alcanzar el equilibrio y ha mojado parcialmente al sólido. La energía libre de una interfase es medida en J/m^2 y es igual a la tensión superficial, la cual tiene unidades de fuerza por longitud (N/m). Como estamos en equilibrio se obtiene:

$$\gamma_{SG} = \gamma_{SL} + \gamma_{LG} \cos \theta \quad (\text{Ec. 2.21})$$

$$\text{Reacomodando: } \cos \theta = \frac{(\gamma_{SG} - \gamma_{SL})}{\gamma_{LG}} \quad (\text{Ec. 2.22})$$

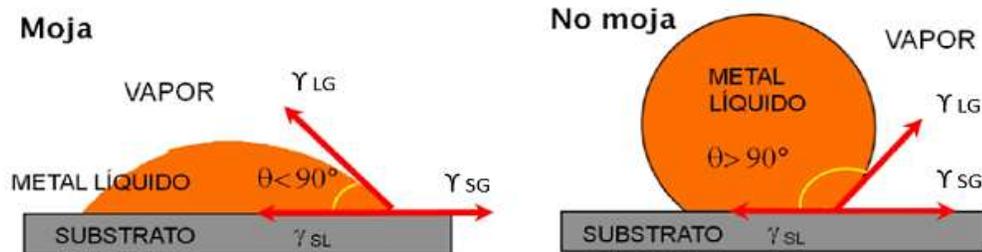


Figura 2. 28 Un líquido en equilibrio con un sólido con ángulo de contacto θ .

Donde θ es el ángulo de contacto y para $\theta = 180^\circ$, la gota es esférica con únicamente un punto de contacto con el sólido y el mojado no ocurre. En el otro extremo, si $\theta = 0^\circ$ el mojado es perfecto.

Así pues, la mojabilidad entre un sólido y un líquido (metal fundido) está determinada por la relación entre las tensiones superficiales (interfaciales) de las fases: sólido-líquido (SL), líquido-vapor (LV) y sólido-vapor (SV). Esta relación de las tensiones, determina el ángulo de contacto entre un sólido y un líquido, el cual se describe mediante la ecuación de Young [91], como se muestra en la Ec. 2.22.

Otro aspecto a tener en cuenta en la medición del mojado es la evaporación, que ocurre con la aleación al realizar la medición del ángulo de contacto. La presión de evaporación del Mg es elevada a temperatura ambiente, pero a temperaturas de fusión (913 K), está más cercana a la presión atmosférica [92]. Si tenemos en cuenta que las temperaturas de fabricación de los materiales compuestos están 100 o 200 grados por encima de la temperatura de fusión, Fig. 2.29, y que los equipos donde se realizan las mediciones de los ángulos de contacto normalmente operan a presiones muy por debajo de las presiones atmosféricas.

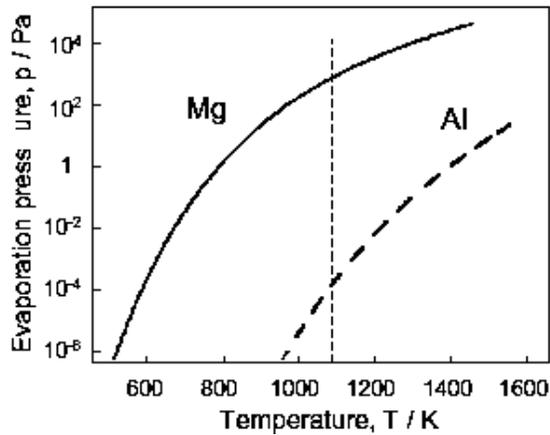


Figura 2. 29 Presión de evaporación de Mg como función de la temperatura [93].

Lo que significa que, si exponemos una gota de Mg o sus aleaciones a estas temperaturas por más de 10 minutos, se evaporará una cantidad considerable de Mg presente en la aleación, como se ilustra en la Fig. 2.30, afectando el ángulo de contacto real entre la aleación metálica y la placa de refuerzo.

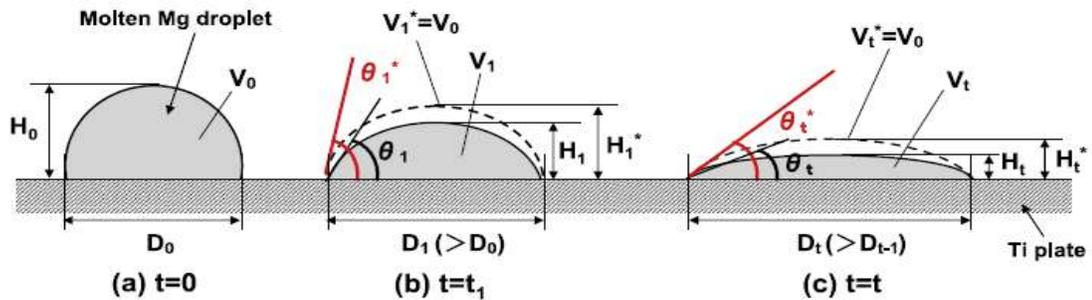


Figura 2. 30 Cambio en una gota de AZ91E por efecto de la evaporación del Mg [94].

2.8 Porosidad

La porosidad es uno de los grandes problemas que se tienen en la fabricación con agitación, la cantidad de porosidad cerrada que presenta el material tiene un rol importante en las propiedades mecánicas del compuesto final [25]. En general la porosidad tiene tres causas principales:

1. Atrapamiento de gas durante el agitado.
2. Evolución del hidrógeno.
3. Contracciones del material durante la solidificación.

Los parámetros de agitación tales como el tamaño y la velocidad de giro de las cuchillas, así como la posición de esta en el crisol influyen en la formación de porosidad [17,18]. El trabajo experimental muestra que al colocar las cuchillas a 2/3 de profundidad o mayor, ayuda a minimizar la generación de porosidades [18]. La afinidad del aluminio con el oxígeno lleva a una rápida reducción del vapor de agua y a la formación de hidrógeno el cual puede disolverse en aluminio o magnesio.

Al darse la solidificación, lo primero que ocurre es la contracción y generación de micropartículas (situación normal). Para minimizar este efecto existen estrategias como:

- Vaciado del CMM al vacío o atmósfera inerte durante el proceso.
- Uso extensivo de gas inerte burbujeando en la mezcla.
- Vaciado bajo presión.
- Proceso mecánico posterior al vaciado del composite, para reducir los poros.
- Pre calentamiento de las partículas de refuerzo [21].

Finalmente, parece que una agitación suave durante un tiempo no muy prolongado bajo una cubierta protectora de hidrógeno o argón en suspensión, así como el pre calentamiento de partículas y una temperatura de la suspensión relativamente alta reducirían la formación de la porosidad en el material compuesto, mismas que solo podrían reducirse a través de un trabajo mecánico como rolado o destruido.

2.9 Propiedades mecánicas y comportamiento al desgaste de CMM

Investigadores en las industrias aeroespacial, automotriz, marina y de defensa requieren de materiales con una fortaleza específica alta y buena resistencia al desgaste. Los materiales compuestos juegan un rol vital en la ciencia de materiales moderna, ya que son de los pocos capaces de cumplir con estas características.

La dureza y el módulo elástico son propiedades que dependen directamente de la cantidad de refuerzo que posee un compuesto, estas junto a la resistencia al desgaste son de las propiedades más buscadas en materiales estructurales. La porosidad del material y la distribución homogénea de las partículas de refuerzo, son claves para los valores finales del módulo de elasticidad y de la dureza del CMM, si se logra fabricar un compuesto controlando estos defectos, será posible incrementar las propiedades mecánicas en relación casi directa al incremento en el porcentaje de refuerzo.

2.9.1 Dureza.

La forma más común de medir la dureza es con indentadores normalizados, de la gran cantidad de escalas para medir la dureza las más comunes son la Brinell, Rockwell y Vicker. Schroeder [64], muestra cómo mejora la dureza y el esfuerzo último de materiales compuestos de matriz AZ91 reforzados en un 15% en volumen con diferentes tipos de partículas, los materiales fabricados presentaron porosidades reducidas y una distribución homogénea de refuerzos. En la figura 2.31 se puede observar el incremento en la dureza de varios CMM con relación a la matriz.

Otros autores obtuvieron valores de hasta 60Hv en compuestos Mg-SiC 30% vol., en comparación a los 45Hv que presenta el Mg puro.

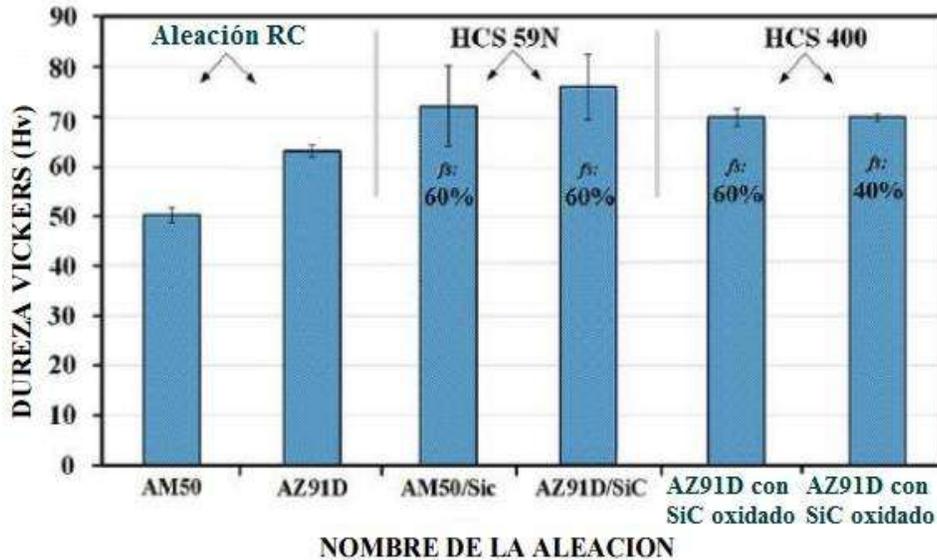


Figura 2. 31 Dureza y resistencia de AZ91 reforzada con diferentes partículas [95].

2.9.2 Módulo de elasticidad.

Para los materiales estructurales el módulo de elasticidad o de Young es un valor que da una idea clara del posible desempeño de estos, la prueba tradicional de tracción con probetas normalizadas da el módulo de elongación, el módulo de elasticidad y el esfuerzo último, sin embargo, pruebas actuales no destructivas con ultrasonido o de resonancia son opciones factibles para la determinación de este.

Bedolla y colaboradores [25], encontraron que el módulo de elasticidad de una aleación AZ91E-AIN fabricada por infiltración sin presión externa incrementaba de una manera no lineal desde los 44GPa de la aleación base hasta los 133GPa con un contenido de refuerzo del 50% aproximadamente. La figura 2.32 muestra diferentes módulos elásticos para diferentes porcentajes de refuerzo en volumen del CMM AZ91E-AIN.

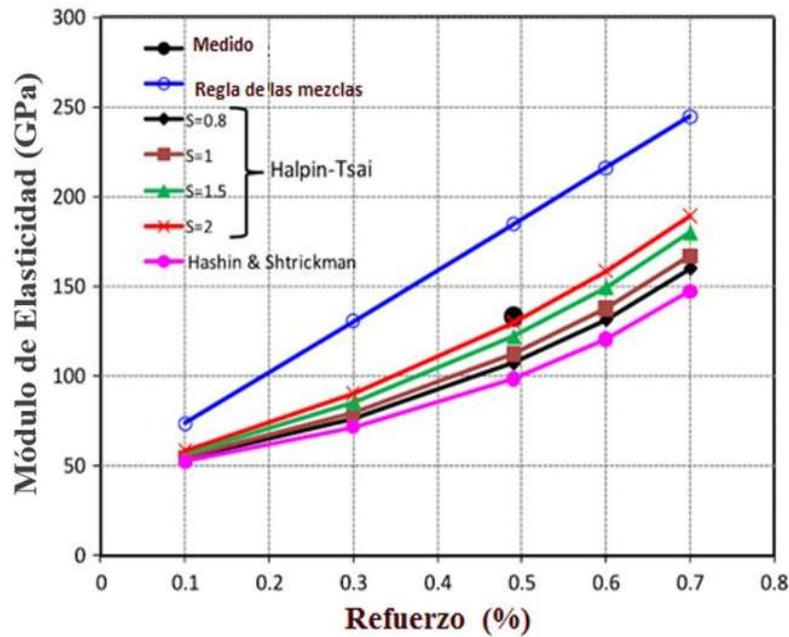


Figura 2. 32 Módulo elástico de AZ91E-AlN en relación al % de refuerzo [25].

2.9.3 Desgaste.

Estudios llevados a cabo por investigadores indicaron que las deficiencias tribológicas de los equipos en USA cuestan el equivalente al 1% del producto interno bruto de esta nación, una lubricación adecuada, diseños robustos, así como materiales con una mayor resistencia al desgaste son sinónimo de mayor rentabilidad.

Debido a que es muy complejo y poco preciso poder predecir el comportamiento al desgaste de los materiales, los ensayos para medir el desgaste son muy comunes y necesarios. Las formas o procesos en las que los materiales pueden trabajar bajo desgaste son muy variados y el desempeño que un mismo material puede presentar a esa variedad de procesos de desgaste puede ser muy diferente. La figura 2.33 ilustra los procesos de desgaste más usuales por el modo de desgaste, los cuales son:

- Desgaste por deslizamiento.
- Desgaste por rodadura.
- Desgaste por oscilación.

- Desgaste por impacto.
- Desgaste por erosión (-por partículas -por gotas -por fluidos).

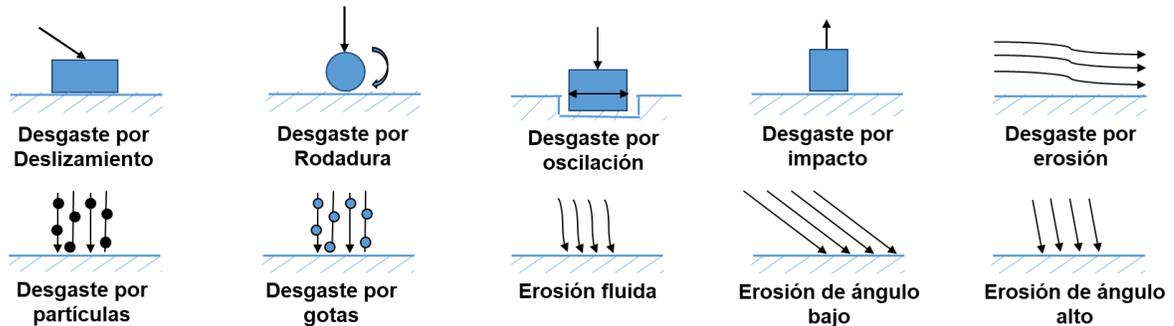


Figura 2. 33 Clasificación de los métodos de desgaste por el modo de desgaste.

Los discos de freno en un automóvil están sujetos a un desgaste característico, las esferas de acero de un balero bajo un desgaste diferente, los pistones en un motor de combustión interna a otro y las alas de un avión también es diferente. Investigadores sometieron CMM a desgaste usando el ensayo de perno sobre disco (pin on disc), debido a que probaban la viabilidad de compuestos como materiales para frenos de disco en el sector automotriz [96].

Los modos de desgaste son muy diversos y un mismo material puede tener un desempeño muy diferente bajo diferentes modos de desgaste, la mejor manera de probar cualquier material a un proceso de desgaste es bajo uno real, pero esto suele ser muy lento y costoso, motivo por el cual existen varios dispositivos de ensayo que prueban los materiales a los diferentes modos de desgaste. Los ensayos de laboratorio para desgaste más comunes son (figura 2.34):

- Desgaste de un perno sobre un disco giratorio (pin on disc).
- Desgaste de un perno sobre un anillo giratorio (pin on ring).
- Desgaste de una esfera sin girar sobre una placa (desgaste reciprocante).
- Cualquiera de las anteriores con lubricación.
- Desgaste con un material abrasivo (típicamente arena).

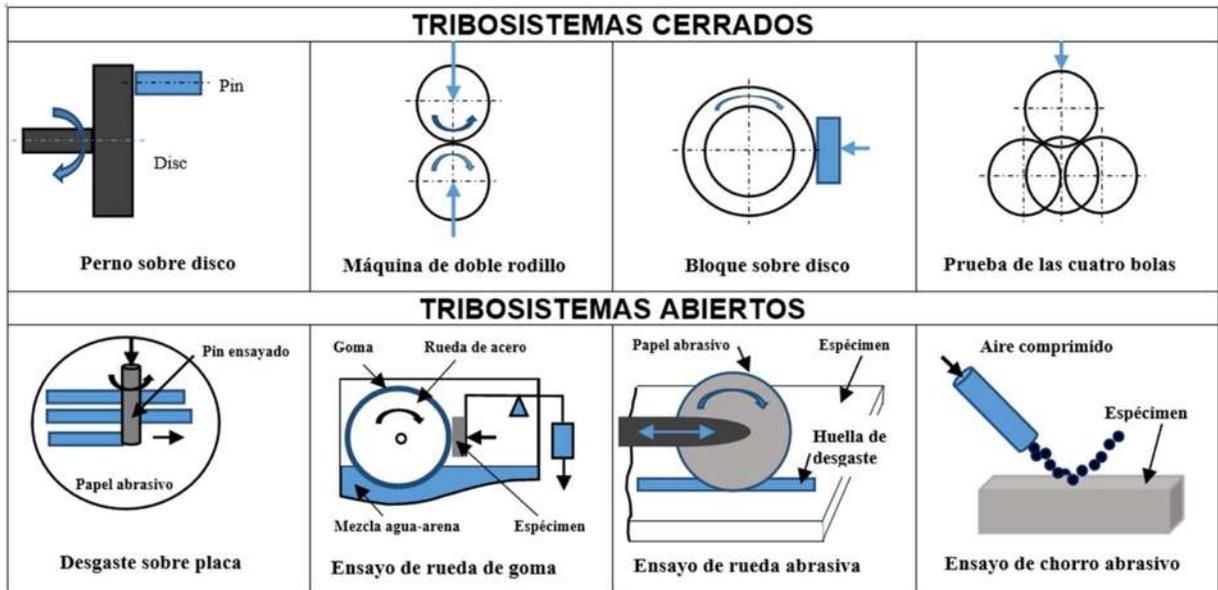


Figura 2. 34 Ensayos de laboratorio para medir desgaste.

Los frenos de los carros son configuraciones verticales de pin on disc. Independientemente de las pruebas a las que se sujete el material, este presentará alguno de los cuatro mecanismos de desgaste principales, adhesión, abrasión, por reacción triboquímica, y por fatiga superficial [97].

Adhesión, es la formación y desprendimiento de enlaces adhesivos en la interfaz, se presenta cuando las superficies en contacto se adhieren entre sí por un instante y la fuerza motriz las separa de manera violenta, pero en un punto diferente al de la unión, generando una pérdida de material en alguna de las partes en contacto, el desgaste por este mecanismo crece con las subsecuentes adhesiones y desprendimientos en el resto del área de las superficies en contacto [97].

Abrasión, remoción de material debido a ralladuras, algún elemento más duro en una de las interfases raya la otra interfaz, esto se repite cíclicamente deformando las superficies en contacto hasta lograr el desprendimiento del material por fatiga o corte puro [97].

Reacción triboquímica, formación de productos químicos como resultado de las interacciones químicas en un tribo-sistema, átomos de las interfases reaccionan con

otros elementos degradando la interfase en el proceso [97]b. Falcón y colaboradores [98], encontraron reacciones triboquímicas en su CMM AZ91E-TiC, al someterlo a un ensayo de perno sobre disco (pin on disc) a 200rpm y bajo una carga de 1MPa contra un disco de acero al carbono. En la figura 2.35 se muestra el CMM sujeto a desgaste de Falcón y colaboradores.

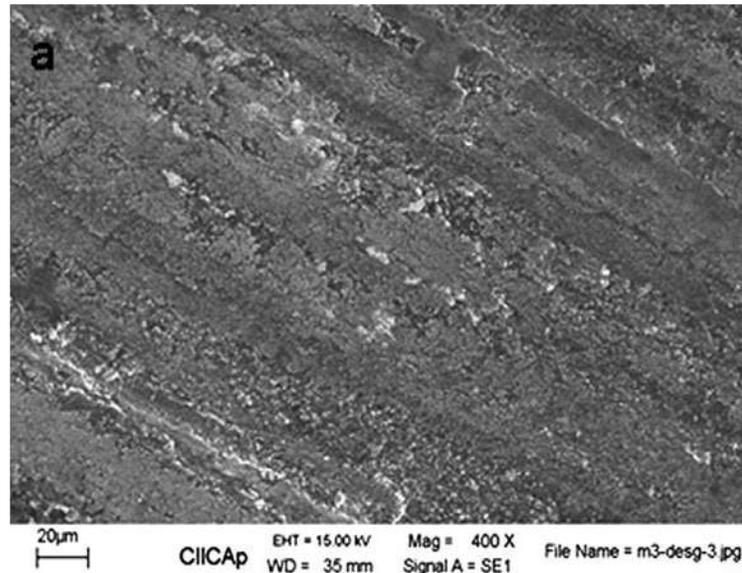


Figura 2. 35 Reacción triboquímica en CMM al desgaste en ensayo perno sobre disco [98]

Fatiga superficial, formación y crecimiento de grietas superficiales y no superficiales debido a ciclos de esfuerzo que ocasionan el desprendimiento de partículas del material por fatiga [97].

Ablandamiento o fusión, se da cuando se alcanza un incremento de temperatura tal que el material pierde sus propiedades mecánicas, caracterizado por una pérdida masiva de material.

En condiciones normales de deslizamiento, en una atmósfera de aire, el aumento en la dureza del material disminuye la intensidad de desgaste. Esto debido a que la dureza disminuye la superficie real de contacto, reduciendo la adhesión y dándose en cierta medida una reacción triboquímica que reducirá el desgaste, y reducirá la fatiga superficial debido a la dureza superficial. Se ha comprobado que, a mayor tamaño de las partículas abrasivas, mayor será el desgaste, similar efecto ocurre con la rugosidad

superficial, mientras más alta sea, el desgaste será mayor, en la figura 2.36 se muestran las tasas de desgaste del CMM a diferentes durezas y rugosidades.

En la mayoría de los procesos de desgaste se presentan más de solo un mecanismo de desgaste, lo más común es que en las primeras etapas se presente solo uno de ellos, y conforme las superficies en contacto van cambiando aparezcan otros mecanismos de desgaste los cuales pueden actuar al mismo tiempo que otros, pero al final del ensayo normalmente se puede identificar al dominante, aquel mecanismo que domina el ensayo y determina el volumen de material desgastado [99].

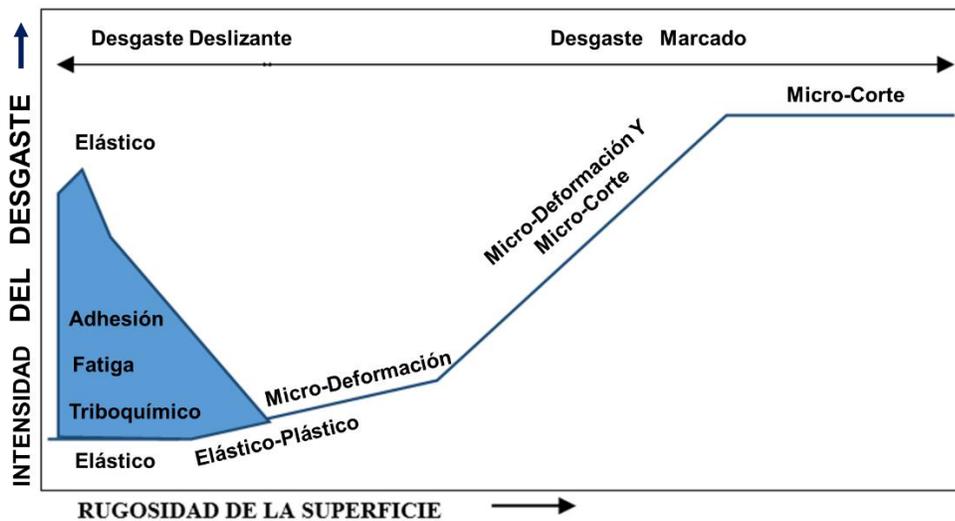


Figura 2. 36 Taza de desgaste en relación a la rugosidad y la dureza superficial [97].

Existen varias formas de medir el desgaste de los materiales, la ecuación de Reye-Archard es ampliamente usada en todo el mundo, Sin embargo, cada vez se usa más el presentar la tasa de desgaste (T_{desg}) como una relación del volumen total del material perdido (V_{perd}) en relación con la carga normal total aplicada (W_{norm}) y la distancia total recorrida durante el ensayo (L_{rec}), como se muestra en la ecuación.2.23:

$$T = \frac{(V_{perd} / W_{norm})}{L_{rec}} \quad (\text{Ec. 2.23})$$

2.10 Comportamiento a la corrosión del magnesio y sus aleaciones.

Una de las características que limita la utilización de las aleaciones de magnesio como material estructural, es la rápida corrosión que sufren, esto se debe a la elevada reactividad de este metal con el oxígeno y el medio [100]. Es debido a esta alta reactividad que su potencial estándar de reducción con respecto al electrodo de hidrogeno (SHE) es bajo, de apenas -2.38V [101]. Como puede apreciarse en la tabla 2.9, este es uno de los potenciales más bajos de todos los metales.

Tabla 2.9 Serie electroquímica de los elementos más representativos.

Media reacción E° (VSHE)	
$\text{Li}^+(\text{aq}) + \text{e}^-$	$\rightarrow \text{Li}(\text{s}) -3,05$
$\text{Na}^+(\text{aq}) + \text{e}^-$	$\rightarrow \text{Na}(\text{s}) -2,71$
$\text{Mg}^{2+}(\text{aq}) + 2\text{e}^-$	$\rightarrow \text{Mg}(\text{s}) -2,38$
$\text{Be}^{2+}(\text{aq}) + 2\text{e}^-$	$\rightarrow \text{Be}(\text{s}) -1,85$
$\text{Al}^{3+}(\text{aq}) + 3\text{e}^-$	$\rightarrow \text{Al}(\text{s}) -1,68$
$\text{Ti}^{2+}(\text{aq}) + 2\text{e}^-$	$\rightarrow \text{Ti}(\text{s}) -1,63$
$\text{Ti}^{3+}(\text{aq}) + 3\text{e}^-$	$\rightarrow \text{Ti}(\text{s}) -1,21$
$\text{Mn}^{2+}(\text{aq}) + 2\text{e}^-$	$\rightarrow \text{Mn}(\text{s}) -1,18$
$\text{Zn}^{2+}(\text{aq}) + 2\text{e}^-$	$\rightarrow \text{Zn}(\text{s}) -0,76$
$\text{Cr}^{3+}(\text{aq}) + 3\text{e}^-$	$\rightarrow \text{Cr}(\text{s}) -0,74$
$\text{Fe}^{2+}(\text{aq}) + 2\text{e}^-$	$\rightarrow \text{Fe}(\text{s}) -0,44$
$\text{Ni}^{2+}(\text{aq}) + 2\text{e}^-$	$\rightarrow \text{Ni}(\text{s}) -0,25$
$\text{Ag}^+(\text{aq}) + \text{e}^-$	$\rightarrow \text{Ag}(\text{s}) 0,8$
$\text{Hg}^{2+}(\text{aq}) + 2\text{e}^-$	$\rightarrow \text{Hg}(\text{l}) 0,85$
$\text{Au}^{3+}(\text{aq}) + 3\text{e}^-$	$\rightarrow \text{Au}(\text{s}) 1,52$
$\text{Au}^+(\text{aq}) + \text{e}^-$	$\rightarrow \text{Au}(\text{s}) 1,83$

Con respecto a otros metales y aleaciones, el magnesio muestra un comportamiento anódico. Lo que en aplicaciones estructurales es un problema que debe reducirse al máximo, por lo que se realizando grandes esfuerzos de investigación. Sin embargo, es esta característica, la que permite usar el Mg como ánodo de sacrificio [102].

En soluciones acuosas su potencial de corrosión se encuentra alrededor de $-1,5$ SHE [101]. Esto está asociado, a la formación de capas parcialmente protectoras de una mezcla de MgO e $\text{Mg}(\text{OH})_2$, en la superficie del metal, lo que eleva el potencial a estos valores menos, desde -2.38 VSHE. Esta protección se ha reportado como una

monocapa de $\text{MgO}/\text{Mg}(\text{OH})_2$ [103], o una mezcla de $\text{MgOx}(\text{OH})$ y H_2O [104] e inclusive de una bicapa formada por una capa interna de MgO y una capa externa de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ [30]. Algunos investigadores [105], han propuesto que inicialmente se forma una película de MgO que posteriormente se hidrata formando $\text{Mg}(\text{OH})_2$.

2.10.1 Mecanismos de corrosión.

En contacto con la atmosfera, la presencia de oxígeno es un factor importante en la corrosión del Mg [106]. Sin embargo, en ambientes acuosos, la reacción catódica es por contacto con el agua, por lo que no es sensible a la concentración de oxígeno en el medio.

A pesar de que lleva estudiándose más de un siglo, el mecanismo de corrosión del magnesio y sus aleaciones no está totalmente clarificado y se continúa investigándolo para mejorar su comprensión. El magnesio experimenta lo que se conoce como efecto diferencial negativo (negative difference effect, NDE) [107]. El cual se caracteriza por un aumento en la cantidad de hidrógeno generado al aplicar una polarización anódica, lo cual puede ser contradictorio al comportamiento esperable según la teoría electroquímica general [108].

2.10.2 Factores que influyen en el comportamiento a la corrosión.

Existen varios factores que ocasionan la corrosión en el magnesio y sus aleaciones. Esta puede deberse tanto a factores metalúrgicos: concentración de impurezas, elementos aleantes, fases secundarias, microestructura; como a factores ambientales tales como: temperatura, pH, concentración de iones cloruro, humedad relativa [109].

a) Factores metalúrgicos.

Impurezas. En el magnesio, el hierro, el níquel y el cobre son las impurezas más perjudiciales, esto es porque tienen baja solubilidad en solución sólida y presentan una baja sobretensión para la descarga de hidrógeno. Es debido a esto que actúan como

cátodos, formando micro zonas de gran actividad catódica favoreciendo fenómenos de micro corrosión galvánica; en concentraciones similares, el níquel es más dañino que el hierro, y este más que el cobre [100, 108]. Cuando la concentración de estas impurezas aumenta por encima de su límite de tolerancia, las velocidades de corrosión se multiplican por un factor de entre 10 y 100 (Figura 2.37) [60]. Además, estos límites de tolerancia están influenciados por otros elementos presentes, por ejemplo, el límite de hierro en las aleaciones Mg-Al está ligado a la concentración de manganeso [110].

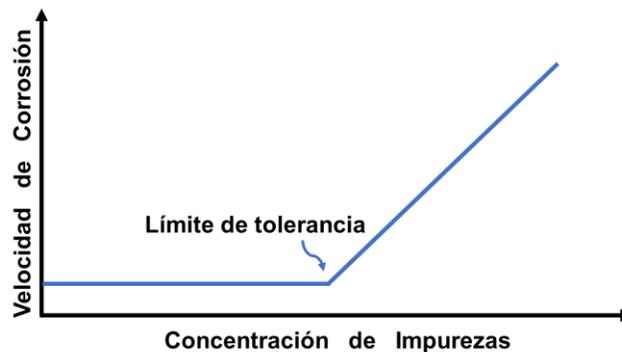


Figura 2. 37 Variación de la V_{corr} en función de la concentración de impurezas [60].

Autores como Hanawalt [109], encontró que en concentraciones por arriba de 0.2%, el hierro, níquel, cobre y cobalto tienen efectos muy perjudiciales sobre la corrosión de aleaciones base magnesio en agua salada; por otro lado, la plata, calcio y zinc, tienen poca influencia en concentraciones de entre 0.5 a 5%; algo similar ocurre con el estaño, cadmio, manganeso, silicio y sodio, en concentraciones de hasta 5%.

Elementos Aleantes. La adición de elementos aleantes para mejorar las propiedades mecánicas favorece la formación de compuestos intermetálicos, que influyen tanto en las propiedades mecánicas como en, la resistencia a la corrosión del material. La influencia en la corrosión de estas fases depende en gran medida de su comportamiento electroquímico respecto a la matriz que se puede cuantificar por su diferencia de potencial respecto a la misma. Por lo tanto, aquellas fases electroquímicamente más nobles que la matriz actuarán como cátodos, formando micro pares galvánicos que aceleran la disolución de la matriz [106].

En general, la adición de elementos aleantes favorece la formación de fases secundarias o compuestos intermetálicos catódicos respecto a la matriz de magnesio que aceleran su corrosión. El magnesio es muy mal cátodo, ya que presenta una de las menores corrientes de intercambio para de la generación de hidrógeno, por lo tanto, cuando se combina con otros elementos capaces de soportar la reacción catódica, la corrosión aumenta en gran medida. Recientemente, fue publicado que el arsénico es capaz de reducir la corrosión del magnesio puro al reducir la reacción catódica sobre este metal [100].

Fases secundarias. En función de su composición, los compuestos intermetálicos pueden tener un impacto más o menos negativo en la corrosión de la aleación. Así, por ejemplo, el Al_3Fe , formado en aleaciones con alto contenido de aluminio y hierro, es el intermetálico más perjudicial en las aleaciones de magnesio, debido a la elevada diferencia de potencial existente con la matriz de magnesio. Sin embargo, al añadir manganeso a la aleación se forman intermetálicos Al-Mn-Fe que son menos perjudiciales que Al_3Fe [106].

Microestructura. Además de la presencia de fases secundarias y compuestos intermetálicos, también existen otros parámetros que juegan un papel importante en el comportamiento a la corrosión de las aleaciones de magnesio, como, por ejemplo, el tamaño de grano o la microestructura [58]. Varios estudios sugieren que la presencia de fases secundarias de microestructura fina, continua y homogénea puede ejercer un efecto barrera frente a la corrosión disminuyendo la corrosión, mientras que cuando se encuentran de manera discreta ejercen un efecto perjudicial sobre la misma [111].

b) Influencia del medio

pH. En medios básicos, las aleaciones base magnesio presentan cierta protección debido a la relativa estabilidad del $Mg(OH)_2$ formado [106].

Humedad relativa. El magnesio y sus aleaciones tienen buena resistencia a la corrosión atmosférica, algunas aleaciones base Mg pueden tener resistencias a la corrosión

superiores a algunas aleaciones de aluminio. En una atmósfera húmeda, el magnesio tiende a recubrirse de una capa de $Mg(OH)_2$ medianamente protectora. Sin embargo, el ataque aumenta considerablemente por encima del 90% de humedad relativa [112].

Temperatura. En términos generales, la velocidad de corrosión aumenta con la temperatura [113].

Concentración de especies en el medio. La presencia de aniones agresivos, como los cloruros, resultan muy perjudiciales, ya que rompen las películas protectoras y facilitan la corrosión localizada por picaduras [101]. Se ha observado una alta susceptibilidad a la corrosión en presencia de NaCl y ausencia de CO_2 , con corrosión localizada y formación de hidróxido de magnesio como el producto de corrosión principal [114]. En presencia de CO_2 , el mecanismo de corrosión aparece en forma de corrosión generalizada con desarrollo de una capa gris de óxido sobre la superficie, debido a la formación de carbonatos de magnesio superficiales que bloquean el proceso [115].

2.10.3 Tipos de corrosión.

Las aleaciones de magnesio presentan diferentes morfologías de corrosión dependiendo de la composición, de la microestructura y de la naturaleza del medio al que están expuestas [48]. Así, por ejemplo, la corrosión atmosférica es mayoritariamente uniforme mientras que en inmersión aparece corrosión filiforme [117]. Se pueden distinguir más de 9 tipos de corrosión en base a la morfología del ataque. Sin embargo, por su peculiaridad y características particulares en el magnesio destacan las siguientes:

a) Corrosión galvánica. Este tipo de corrosión ocurre cuando el magnesio está en contacto con otros metales menos activos que él o existen segundas fases o impurezas en la aleación que actúan como cátodos. La corrosión galvánica aumenta con la conductividad del medio, la diferencia de potencial entre el ánodo y cátodo, la relación área cátodo/ánodo y la menor distancia entre ánodo y cátodo [116].

b) Corrosión por picadura. Al igual que en otros metales, este tipo de ataque solo se produce cuando el material opera a un potencial de corrosión (E_{corr}), superior al potencial de picadura (E_{pic}), ya que, por debajo de este valor, la picadura pierde su actividad. En el magnesio, este tipo de ataque, normalmente se inicia en forma de picaduras irregulares, las cuales crecen y terminan cubriendo toda la superficie [117, 118]. El mecanismo parece diferente al de la picadura auto catalítica que se da en aceros inoxidable y la tendencia mayoritaria es a una picadura menos profunda debida al aumento de pH y la posterior formación de la película protectora de hidróxido de magnesio ($\text{Mg}(\text{OH})_2$) que dificulta el avance de la picadura [120]. Pese a todo, en determinadas situaciones y casi siempre debido a la influencia de la microestructura de la aleación, se pueden observar picaduras más profundas. Como es habitual, este tipo de corrosión depende del tipo de anión agresivo y su concentración, de la composición del material metálico, el pH, la temperatura y la geometría de la superficie.

c) Corrosión filiforme. Este tipo de corrosión es común en las aleaciones de magnesio inmersas en soluciones acuosas [99, 100]. Sin embargo, al ser insensibles a la concentración de oxígeno en solución, el mecanismo por el que se produce debe ser diferente a la aeración diferencial, comúnmente utilizado para explicar este proceso [121]. En este sentido, estudios utilizando técnicas de exploración de electrodo vibrante (SVET) revelaron que el borde de ataque del filamento es anódico mientras que el área corroída detrás del filamento de avance es un cátodo activo [122].

d) Corrosión por hendidura. Al igual que ocurre durante la corrosión filiforme, el mecanismo por el cual aparece este tipo de corrosión debe estar relacionado con un mecanismo diferente a la aireación diferencial. En este sentido, se ha propuesto que la corrosión en resquicio puede deberse a hidrólisis del magnesio y los cambios de pH asociados [58].

CAPÍTULO III

PROCEDIMEITNO EXPERIMENTAL

CAPÍTULO III. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En el presente capítulo, se describe de forma breve el desarrollo experimental que se llevó a cabo para la fabricación de los CMM. En la gráfica de jerarquías de la figura 3.1, se muestra un diagrama de las etapas seguidas en la presente investigación.

Como paso inicial, se realizó la selección y caracterizado de los materiales precursores, conocer sus propiedades físicas y mecánicas, así como su microestructura, es importante para correlacionar las propiedades de los materiales compuestos finales. La manufactura se llevó a cabo por el método de fundición con agitación, en una atmosfera inerte y con gran control de los parámetros de fabricación. Al terminar la caracterización del polvo de SiC, se procedió a recubrir una parte de estas partículas con una película de SiO₂, la literatura indica que esta capa, es efectiva para evitar la formación del perjudicial carburo de aluminio, muy presente en este tipo de materiales compuestos fabricados por vía húmeda. Esto se realizó por oxidación temperatura elevada. De manera paralela, con apoyo del Instituto Politécnico de Grenoble, Francia, en un dilatómetro óptico marca Fraunhofer, se llevaron a cabo estudios de mojado entre los precursores, lo cual apporto información útil sobre las posibles interfases formadas a diferentes temperaturas de fabricación.

La fabricación de los CMM se realizó por la ruta de fundición con agitación y atmósfera controlada, en un equipo construido para tal efecto.

Previo a la fabricación de los CMM, se estudió el tiempo de asentamiento de las partículas de refuerzo en el baño, las posibles reacciones interfaciales y la técnica necesaria para un vaciado rápido a adecuado. Se fabricaron compuestos con dos tipos de partículas de refuerzo y tres volúmenes de refuerzo diferentes.

Los materiales compuestos fabricados fueron caracterizados física, mecánica y químicamente. La caracterización física consistió en la medición de la densidad y porosidad. Como caracterización mecánica, se midió la dureza, el módulo de Young y se realizaron pruebas de desgaste mecánico. Finalmente, la caracterización química, consistió en pruebas electrostáticas en una solución de agua y NaCl al 3% en peso. Para ayudar en la comprensión de los resultados obtenidos, los análisis se complementaron con estudios de los materiales fabricados a través del uso de quipos

tales como: Difracción de rayos X (XRD), microscopios ópticos (MO), microscopios electrónicos de barrido (MEB), balanzas termogravimétricas (TGA) fluorescencia de rayos X, entre otros.

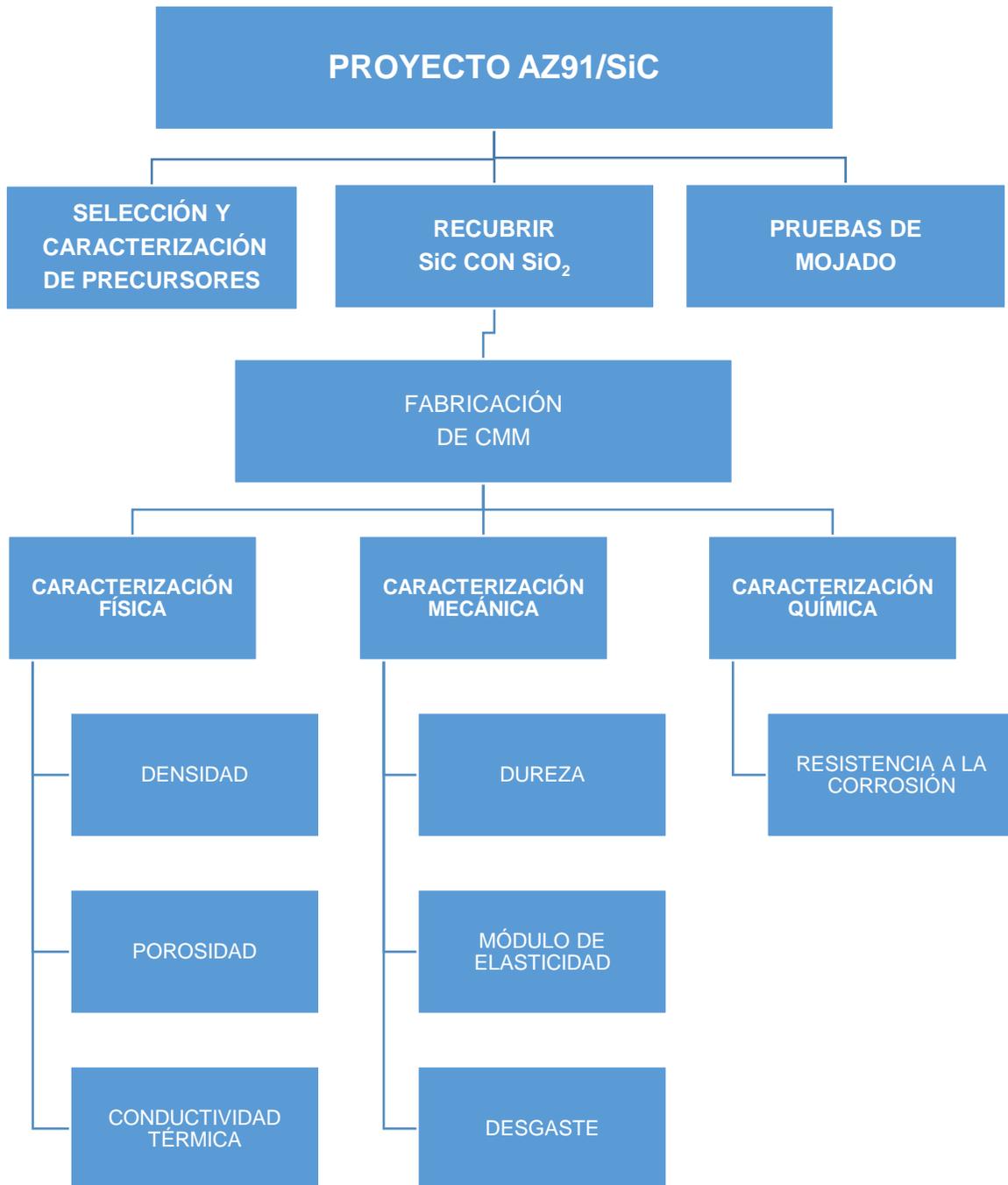


Figura 3. 1 Desarrollo experimental.

3.1 Materiales precursores

3.1.1 Aleación de magnesio AZ91 como matriz metálica.

Para la fabricación de los CMM, se utilizó una aleación base magnesio del tipo AZ91 fabricada localmente, para elaborar esta aleación, se utilizó un lingote de magnesio con una pureza del 99.99%, se agregó 1% en peso de zinc, 0.3% en peso de manganeso en forma de escamas y 8.8% en peso de aluminio (Tabla 3.1), cortados de un lingote de aleación Al 1001, con una composición de 99.5% Al, 0.9% Si y 0.1% otros. La tabla 3.1, muestra la composición química nominal de algunas de las aleaciones más comerciales en la industria, la AZ91E y la AZ91B [122, 123], las principales diferencias entre ambas es el nivel de elementos considerados contaminantes.

Tabla 3. 1 Composición de las aleaciones AZ91E, B y fabricada [122, 123].

Aleación	Mg	Al	Zn	Mn	Si	Fe	Cu	Ni	Otros
AZ91E	Balance	8.1-9.3%	0.4-1.0%	0.17-0.35%	0.2% máx	0.005% máx	0.015% máx	0.001% máx	0.001% máx
AZ91B	Balance	8.0-10%	0.3-1.0%	0.17-0.35%	0.3% máx	0.03% máx	0.2% máx	0.01% máx	0.01% máx

La aleación fue fabricada de dos maneras:

Primero; de manera independiente, para obtener la aleación pura y poder realizar pruebas físicas, mecánicas y microestructurales necesarias.

Segundo, junto con las partículas de refuerzo, para agilizar la fabricación de los diferentes materiales compuestos necesarios en el presente trabajo de investigación.

La fabricación de ambos materiales se realizó en crisoles independientes (un crisol solamente para la aleación y otro crisol solo para los materiales compuestos) de acero al bajo carbono. Donde el magnesio y el aluminio fueron colocados en el fondo del crisol y, por otro lado, el manganeso y el zinc se adicionaron en etapas diferentes a la aleación, cuando el magnesio y aluminio se encontraban en estado semisólido.

Se llevaron a cabo análisis termogravimétricos a los materiales base y las aleaciones fabricadas. El análisis termogravimétrico (TGA) es una técnica analítica utilizada para

determinar la estabilidad térmica de un material, su fracción de componentes volátiles, el comportamiento de la desorción de las moléculas líquidas o gaseosas en un material sólido, para estimar la energía de activación de la desorción (descomposición), vía reacciones químicas durante el proceso de calentamiento en una atmósfera controlada. El análisis se lleva a cabo con un alto grado de precisión. El equipo utilizado para el análisis fue un calorímetro de escaneo diferencial (DSC) modelo Q200 de TA.

La aleación fabricada fue caracterizada por espectroscopía de fluorescencia de rayos X, para determinar de manera precisa su composición química elemental (cualitativa y cuantitativa) y comprobar el tipo de aleación AZ91 desarrollada de acuerdo con ASTM y DIN.

3.1.2 Carburo de silicio.

El material de refuerzo empleado en la fabricación de los CMM consistió en partículas de carburo de silicio (SiC) de la marca *Sigma Aldrich* con tamaños inferiores a 20 micras, y una pureza de +98%. Algunas de las principales propiedades reportadas por el proveedor se enlistan en la tabla 3.2.

Tabla 3. 2 Principales propiedades del SiC [9, 10].

	CT a 300 K (W/m K)	CET 20-100°C (µm/m °C)	Punto de Fusión (°C)	Módulo de Young (GPa)	Densidad (g/cm ³)
SiC	260	4.63	2697	302	3.22

Para confirmar algunos datos suministrados por el proveedor, se midió el tamaño de partícula con un analizador centrífugo (Beckman Coulter LS100Q). El equipo mide el tamaño de las partículas por difracción del haz de luz láser, la cual es usada como analizador y las partículas sedimentarias que lo atraviesan difractan la luz que es analizada en un detector que lleva la cuenta de las partículas y su tamaño. Se realizaron pruebas termogravimétricas (TGA) para confirmar la limpieza del material. Así mismo, se analizó el refuerzo cerámico con un equipo de difracción de rayos X

(Bruker D8 Advance Davinci), para determinar las fases presentes en los polvos, y se observaron con un equipo de microscopia electrónica de barrido (JEOL JSM6400) para conocer la morfología de las partículas que forman el polvo de refuerzo de SiC.

3.1.3 Recubrimiento de las partículas de refuerzo.

La mitad de los materiales compuestos fabricados fueron reforzados con partículas de SiC recubiertas de una capa de SiO₂, y la otra mitad con partículas sin recubrir. Para generar la cubierta de SiO₂ sobre las partículas de SiC, estas fueron sujetas a un proceso de oxidación en horno horizontal LINDBERG/BUE STF55433C con tubo de mullita, en una atmósfera de aire a 1200°C por 180 minutos. Las partículas oxidadas fueron analizadas con el MEB para determinar la presencia de la capa de óxido, así como su espesor. La figura 3.2, ilustra el ciclo de oxidación de las partículas de SiC.

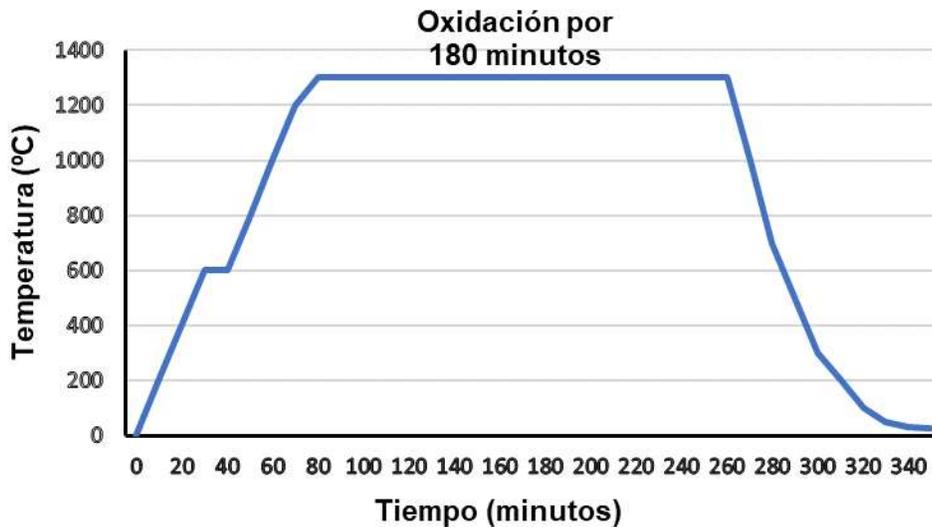


Figura 3. 2 Rampa de oxidación.

3.1.4 Viscosidad.

Conocer la velocidad a la cual las partículas de refuerzo se depositan sobre el fondo del crisol, cuando el CMM se encuentra en estado líquido, puede resultar de gran utilidad

para determinar la velocidad de agitación del compuesto, las temperaturas de mezclado y adición de refuerzo, así como la temperatura y los tiempos de vaciado.

Previo a la fabricación de los CMM y usando la ley de Stokes (Ec. 3.1), se calculó la viscosidad del CMM en estado líquido a diferentes temperaturas de fabricación y vaciado.

$$V_p = \frac{2Rp^2(\rho_p - \rho_f)g}{9\mu} \quad (\text{EC. 3.1})$$

Adicional a los cálculos realizados, se realizaron simulaciones considerando diferentes velocidades de agitación. Para tal efecto, se utilizó un recipiente transparente, un líquido base agua y glicerina ajustado a las diferentes viscosidades del compuesto de acuerdo con las diferentes temperaturas de fabricación y utilizando el mismo equipo de agitación a ser empleado en la fabricación del CMM.

Estas pruebas, permitieron determinar las velocidades de agitación, la temperatura de vaciado y como conocer los tiempos disponibles para el vaciado, para evitar el asentamiento de las partículas de refuerzo.

3.1.5 Mojado.

Ortech Inc. suministró placas de SiC con una pureza del 99% y una densidad del 97% (información del proveedor). Antes de la medición del ángulo de contacto, las superficies densas de SiC se pulieron hasta 10 nm (Ra). Después del pulido, la mitad de los sustratos se trataron a 1573 K durante 3 horas en atmósfera de aire para generar una capa uniforme de SiO₂ sobre los sustratos. Para obtener la gota de aleación fundida se utilizaron en todos los casos cubos de 50 mg (aproximadamente) con bordes suavizados de AZ91, cuya composición se mostró anteriormente. Antes de cada ensayo, se lijó y pulió cada cubo de aleación para eliminar los rastros visibles de óxido, y finalmente se limpiaron con alcohol.

Las pruebas de medición de mojado se realizaron en un dilatómetro óptico marca Fraunhofer. El procedimiento de medición de ángulo de contacto contiene varios pasos: Primero, la cámara se evacuó a 3×10^{-3} Pa; posteriormente, se hizo fluir argón de alta pureza (99,997%) hacia la cámara. Inmediatamente después se inicia el ciclo de calentamiento, que en este caso se llevó hasta 973-1173 K, a una velocidad de calentamiento de 50 K/min, y se enfrió libremente hasta los 50°C. En todo momento se mantuvo un caudal de 3 litros por minuto de Argón. La propagación de la gota se registró con una cámara a una velocidad máxima de 2 cuadros/segundo, posteriormente se analizaron las imágenes capturadas para determinar el ángulo de contacto (Θ) y el diámetro de contacto (d), (Figura 3.3).

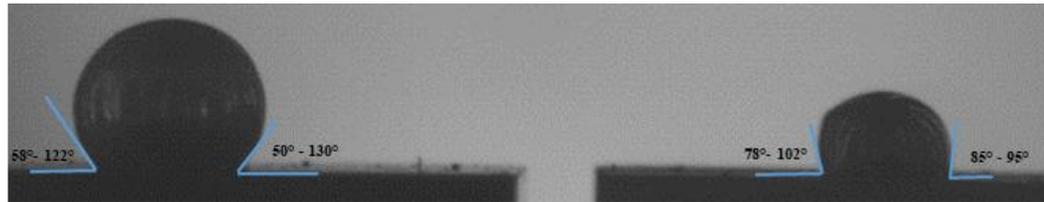


Figura 3. 3 Gotas de AZ91 sobre sustratos de a)SiC y b)SiO₂ a 800°C por 1 min.

Las temperaturas de estudio se fijaron en 973, 1073 y 1173 K, mientras que el tiempo de análisis de los ángulos de contacto fue de 10 minutos. Después de una velocidad de enfriamiento de 50 K/min, las muestras seleccionadas fueron seccionadas y preparadas metalográficamente para ser analizadas utilizando un microscopio electrónico JEOL JSM-6400 y análisis por energía dispersiva (EDS).

3.2 Fabricación de materiales compuestos.

3.2.1 Selección de equipo.

Para la fabricación de los CMM se utilizó un dispositivo fabricado en acero de bajo carbono, el cual contiene el crisol, adicionador de refuerzo, sección del agitador y molde en un solo dispositivo (Figura 3.5). Esto permite controlar la atmósfera de fabricación, no solo en el crisol, sino en la cámara del refuerzo, el molde y la ruta crisol-molde. Este dispositivo se introduce en un horno vertical Lindberg Blue CF56622C con la parte inferior aislada, para llevar a cabo el ciclo de calentamiento previamente programado (Figura 3.4).



Figura 3. 4 Horno vertical LindBerg Blue y agitador eléctrico Heldolph.

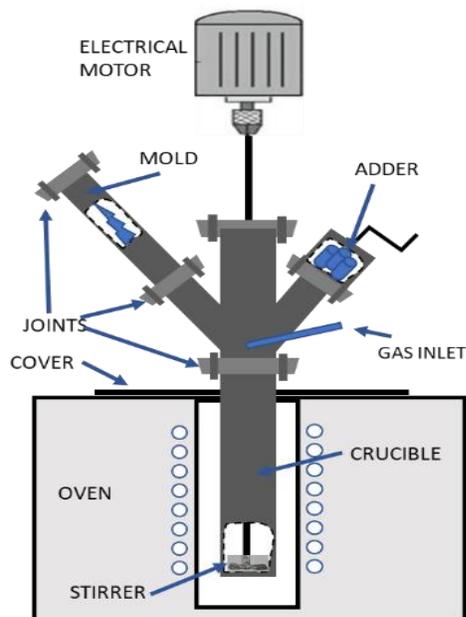


Figura 3. 5 Dispositivo usado para la fabricación de aleaciones y CMMs.

La agitación de la mezcla se llevó a cabo empleando un agitador eléctrico de hasta 2200 rpm, y cuchillas dobles con ángulo progresivo desde 90° hasta 60°, de acero inoxidable libre de níquel, la flecha del agitador tiene un diámetro de 1/4 de pulgada y 50 cm de longitud. Se utilizó una atmósfera de argón de alta pureza (99.95%), suministrado por INFRA.

3.2.2 Establecer el proceso inicial.

Debido a la gran cantidad de variables que involucra el proceso, se definieron algunas antes de iniciar la fabricación, las cuales fueron ajustándose de acuerdo con los resultados, quedando de la siguiente manera:

- ✓ Los porcentajes de refuerzo utilizados para la fabricación de los materiales compuestos fueron de 5, 10, 15% en volumen de SiC y SiC recubierto de SiO₂.
- ✓ La distancia inicial del agitador con respecto al fondo del crisol fue de 5mm, con el objetivo de mejorar la dispersión del polvo de refuerzo.
- ✓ La velocidad de agitación inicial se estableció en 280 rpm (rango mínimo del motor) reduciendo la posibilidad de que el líquido salpique dentro del crisol, y fue subiendo gradualmente hasta 650 rpm.
- ✓ El vaciado se llevó a cabo en pocos segundos sobre un molde precalentado a 300°C seguido de un enfriamiento rápido del CMM en aire.
- ✓ EL programa de calentamiento del horno consistió en un calentamiento hasta 750°C en 35 min., seguido de una espera de 10 min a esa temperatura, inmediatamente después bajar a 25°C y apagarlo.
- ✓ Inyectar un flujo de 3 L/min de argón de alta pureza durante toda la rampa de calentamiento y en enfriamiento hasta que el molde alcance los 50°C.

3.3 Caracterización microestructural

Con el objetivo de caracterizar los materiales precursores, identificar la calidad de los compuestos fabricados y mecanismos que determinan el comportamiento físico y mecánico de los materiales fabricados, se realizará la caracterización microestructural de los materiales precursores y compuestos fabricados.

3.3.1 Microscopia óptica (MO).

Con el fin de observar la distribución del refuerzo y microestructura, se seccionaron con un disco de diamante de baja velocidad los diferentes materiales fabricados. Las muestras metalográficas fueron previamente pulidas a grado espejo con pasta de diamante de 1 μm ., para ser observadas con aumentos desde 50x hasta 500x.

3.3.2 Difracción de rayos X (DRX).

Esta técnica está basada en las propiedades de difracción que presentan los materiales cristalinos, cuando se les hace incidir un haz de rayos X y en que cada sustancia analizada produce un patrón de difracción característico. La difracción de rayos X es la técnica más utilizada para identificación de fases presentes en un material cristalino.

Para identificar las fases y productos de reacción presentes en cantidades mayores al 1%, tanto en los materiales precursores como en la aleación y materiales compuestos fabricados.

Las probetas, fueron analizadas en un equipo Bruker D8 ADVANCE DAVINCI usando radiación monocromática $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1.54056$) con una aceleración de voltaje de 40 keV y una intensidad de corriente de 20 mA; las muestras se barrieron en un rango 2θ de 20 a 80° , con un paso de 0.2° y una velocidad de 0.6 grados por minuto.

3.3.3 Microscopio electrónico de barrido (MEB).

La morfología de los precursores originales y de los compuestos finales, fueron observadas en un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6400 con una aceleración de voltaje de 15 kV. Los polvos de SiC fueron recubiertos con una capa delgada de carbono (grafito) para mejorar la conductividad de los electrones en la muestra. Las muestras de la aleación base y los compuestos AZ91/SiC, se prepararon de la misma manera que los compuestos preparados para microscopía óptica, con acabado espejo.

Adicionalmente, microanálisis por EDS (espectrometría de dispersión de energía) se llevaron a cabo en el material compuesto para identificar la distribución cuantitativa y cualitativa de los elementos presentes en la muestra, tanto en la matriz como en el refuerzo y así analizar las fases formadas, subproductos tribológicos o corrosivos.

En las probetas ensayadas a desgaste, se identificaron productos triboquímicos que ayudaron a determinar los mecanismos de desgaste presentes y dominantes. También se observó la morfología y alcance de las huellas dejadas por el desgaste.

En las muestras sujetas a pruebas de corrosión, se buscó identificar a los subproductos de la corrosión superficial, así como observar daños superficiales que permitan corroborar los tipos de corrosión presentes en los materiales fabricados.

3.4 Caracterización física

Como caracterización física, se midió la densidad y porosidad de los materiales compuestos fabricados.

3.4.1 Densidad.

La medición de la densidad se realizó utilizando 3 probetas de cada material, de acuerdo con el principio de Arquímedes, descrito en la norma ASTM-C373. Este método requiere de una serie de pasos, descritos a continuación:

- 1- Pesar la muestra completamente seca (D).
- 2- Hervir la muestra por 5 horas en agua destilada y mantenerla inmersa otras 19 horas como mínimo. Después, pesar la muestra suspendida en agua (S).
- 3- Extraer la muestra, retirar exceso de agua y pesarla suspendida en aire (W).
- 4- Finalmente, utilizando la ecuación 3.2, calcular la densidad.

$$\rho_v = \frac{D}{V} = \frac{D}{W-S} \quad (\text{Ec. 3.2})$$

3.4.2 Porosidad.

La porosidad aparente del material (P), la densidad volumétrica (ρ_v) y la densidad relativa (ρ_r) pueden ser calculadas de la siguiente manera: Donde ρ_t corresponde a la densidad teórica, la cual se calculó a partir de la expresión de la regla de las mezclas, considerando que la fracción volumétrica de la fase matriz corresponde al total de porosidad abierta ocupada por la aleación fundida al momento de la infiltración y V es el volumen exterior. Determinando así, la porosidad de los compuestos [125].

$$\rho_r(\%) = \frac{\rho_v}{\rho_t} \times 100 \quad (\text{Ec. 3.3})$$

$$\rho(\%) = \frac{(W-D)}{V} = \frac{W-D}{W-S} \times 100 \quad (\text{Ec. 3.4})$$

3.5 Caracterización mecánica

La caracterización mecánica consistió en la medición de la dureza, el módulo de Young, las propiedades tribológicas de los compuestos fabricados.

3.5.1 Dureza

Se empleó el ensayo de dureza Vickers con una carga de 5kg. Este ensayo se basa en la ley de semejanza que expresa que cuando dos cuerpos semejantes y homogéneos bajo cargas semejantes se deformaran en el mismo grado tanto dentro como fuera de los límites elásticos. El proceso consiste en la penetración de un diamante piramidal tetraédrico con un ángulo entre aristas de 136° en la superficie que se ensaya, la carga seleccionada debe aplicarse gradualmente y mantenerse por 10 o 15 segundos. La dureza Vickers se expresa por el valor numérico de la dureza, que se obtiene dividiendo la carga (kgf) entre la superficie lateral de la huella (mm²) calculada por las diagonales y usando la fórmula:

$$Hv = 1.8544 \frac{P}{d^2} \quad (\text{Ec. 3.5})$$

Donde:

P es la carga aplicada (F)

d es la distancia entre aristas.

Las muestras utilizadas para la medición de dureza fueron desbastadas con lijas de carburo de silicio hasta obtener una superficie plana. Se realizaron 7 mediciones en 3 probetas de cada compuesto en diferentes zonas, la medición más alta y baja, fueron eliminadas, quedando al final 5 mediciones con las cuales se reportó el valor de dureza final. La figura 3.6 ilustra los valores clave.

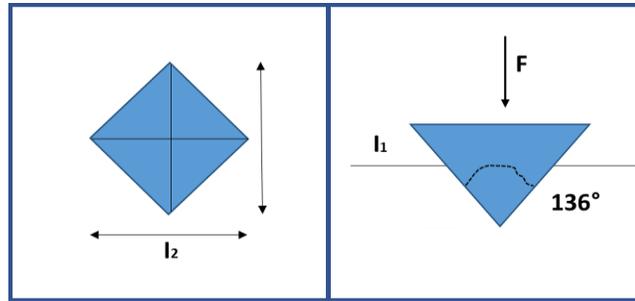


Figura 3. 6 Proceso de medición de dureza.

3.5.2 Módulo de elasticidad

La prueba mecánica fundamental para determinar la eficiencia de un material en aplicaciones electrónicas y/o estructurales, es su grado de rigidez, el cual fue determinado por medio de una prueba no destructiva de acuerdo con la norma ASTM E1876-97.

Se realizaron ensayos en las barras de los materiales compuestos utilizando un equipo ultrasónico de ensayos no destructivos Grindosonic MK5, J. W. Lemmens N.V (Figura 3.7). En la técnica de excitación por impulsos, los módulos de elasticidad y la amortiguación son calculados a partir de frecuencias emitidas por la muestra al sufrir un pequeño batimiento (golpe) mecánico. Este sonido, o respuesta acústica, está compuesto por las frecuencias naturales de vibración de la muestra que son proporcionales al módulo de elasticidad, mientras que la amplitud disminuye de acuerdo con la amortiguación del material.

Para realizar la prueba la muestra debe ser apoyada en soportes adecuados para ser excitada por el golpe de un pequeño martillo en las posiciones correctas. La respuesta acústica es registrada por un transductor propiamente colocado en la muestra. Las lecturas de la frecuencia de vibración de la muestra son procesadas con el software EMOD-9.15 obteniendo el módulo elástico, calculado por la ecuación:

$$E = \rho (2 \cdot l \cdot f / m)^2 \quad \text{(Eq. 3.6)}$$

Donde ρ es la densidad calculada con las dimensiones, l la longitud de la barra en mm, f es el orden de la frecuencia de resonancia en la oscilación armónica y m es la masa de la muestra.



Figura 3. 7 a) Equipo para medir módulo de Young, Grindosonic.

3.5.3 Desgaste mecánico.

Ensayos de desgaste deslizante en seco del tipo perno sobre disco fueron llevados a cabo con un tribómetro marca Tribotechnique. Para tal efecto se prepararon pernos con sección rectangular de 5x10 mm y de 1x2 mm, los cuales fueron cortados rectificadas y lijados. La superficie de las probetas se preparó usando lija de SiC desde grado 320 hasta 1500 en todos los casos, para lograr superficies homogéneas con rugosidades promedio (R_a) inferiores a 8 micras, finalmente fueron limpiadas con alcohol antes de cada ensayo.

Los discos contrapartes utilizados fueron fabricados de M2, cuya composición química se muestra en la tabla 3.3, el espesor de los discos fue de 20 mm por 63 mm de diámetro, la dureza media en todos los discos utilizados fue de 63 HRc (820 Vicker, 5kg).

Tabla 3. 3 Composición química del M2 [126].

Material	C (%)	Mn (%)	Si (%)	Cr (%)	V (%)	W (%)	Mo (%)	Fe (%)
M2	0.85	0.30	0.30	4.00	2.00	6.00	5.00	Resto

Los ensayos fueron realizados utilizando velocidades de 0.1, 0.5 y 1 m/s bajo presiones de 0.02, 0.1, 1.0 y 6 MPa, por una distancia de mil metros en una atmósfera de aire con humedades relativas entre 50 y 70 %. El volumen desgastado se obtuvo al medir la

masa perdida de las probetas ensayadas (después de remover todo el escombros o debris suelto) en una balanza analítica con una precisión de hasta 0.00001 g, y multiplicarlo por la densidad de la probeta ensayada. Las tasas de desgaste volumétricas fueron calculadas como el promedio entre el volumen perdido por la distancia recorrida entre la carga relativa aplicada. El tribómetro utilizado registra el coeficiente de fricción (COF) como la relación de la fuerza transversal y la carga aplicada. Promedios de los COF fueron graficados y analizados para un posible mejor entendimiento de los procesos de desgaste en el sistema estudiado.

La temperatura superficial del contacto fue medida utilizando un termopar tipo k (cromo-aluminio), el cual fue colocado a 3 mm de la superficie de contacto, en una de las caras del pin ensayado, varias tomas durante la duración del ensayo fueron realizadas. Los cambios de temperatura fueron registrados como una función de las distancias de los ensayos a diferentes cargas y velocidades.

Micrografías y análisis químicos elementales adicionales de las superficies desgastadas, así como del material desprendido (debris) fueron llevados a cabo para identificar posibles mecanismos de desgaste y su alcance.

Dos o más ensayos se realizaron sobre un mismo tipo de probeta y con las mismas condiciones para validar la repetitividad del ensayo, pequeñas variaciones (principalmente iniciales) pueden deberse a diferencias en los precipitados superficiales de los materiales ensayados, algo muy común en pruebas tribológicas de este tipo [127]. En los casos donde no se tenían resultados (curvas del COF o volúmenes perdidos) congruentes, se realizaron ensayos adicionales para obtener la repetitividad buscada, cuando esto ocurrió, se determinó la causa de las variaciones en los resultados, debiéndose siempre a errores de ejecución del ensayo (mala sujeción de probetas, mala sujeción de la contraparte y errónea programación de parámetros) así pues, una vez realizados los ajustes necesarios, los ensayos observaron un comportamiento homogéneo que permitió validar la reproducibilidad de todos los ensayos realizados.

3.6 Caracterización química

3.6.1 Corrosión.

Para medir la resistencia a la corrosión, se utilizó un potencio-galvanostato SOLARTRON 1280B y una solución de NaCl al 3.5% en peso, a temperatura ambiente con un pH inicial de 5.8 pH y condiciones estáticas de acuerdo a la norma ASTM G 44-99 para soluciones salinas [128].

Un arreglo convencional de celda de tres electrodos fue usado con un electrodo de referencia de calomel y un electrodo secundario de platino. El area de exposición del electrodo de trabajo fue de 50 mm².

Durante los ensayos, primero se midió el potencial de circuito abierto (PCA), hasta su estabilización. Posteriormente se obtuvieron las curvas de polarización dinámica (CPD) en el interevalo de -500 mV hasta +500 mV, de acuerdo al valor del PCA y una velocidad de 60 mV/min. Los valores de densidad de corriente de corrosión (i_{corr}) fueron calculados usando el método de extrapolación de Tafel, y finalmente la velocidad de corrosión se obtuvo utilizando la ecuación 3.7 [129].

$$MPY = 0.129 \frac{i_{corr}}{\rho} EW \quad (\text{Ec. 3.7})$$

Donde:

velocidad de corrosión (MPY) está en mm/año

densidad (ρ) en g/cm³,

densidad de corriente (i_{corr}) en $\mu\text{A}/\text{cm}^2$

peso equivalente (EW) en gramos.

Las pruebas de espectroscopia de impedancia electroquímica (EIE), se llevaron a cabo usando una sola señal con una amplitud de 10mV y un intervalo de frecuencia de 0.01–10kHz, tomando 10 puntos por cada decada.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

4.1 Materiales precursores

4.1.1 Precursores de la matriz.

Para la fabricación de la aleación se partió de un lingote de magnesio puro, un lingote de Al-1010 para obtener el aluminio necesario, padecería de zinc puro y manganeso en forma de escamas. Se realizaron difractogramas a estos materiales precursores de la aleación, para identificar las fases presentes en ellos (Figura 4.1), estos estudios identificaron solo la fase alfa en todos los casos, salvo en el Al-1010, donde coincide con la fase Al_{0.99}Si_{0.01}, sugiriendo que este material contiene aprox. 1% de silicio.

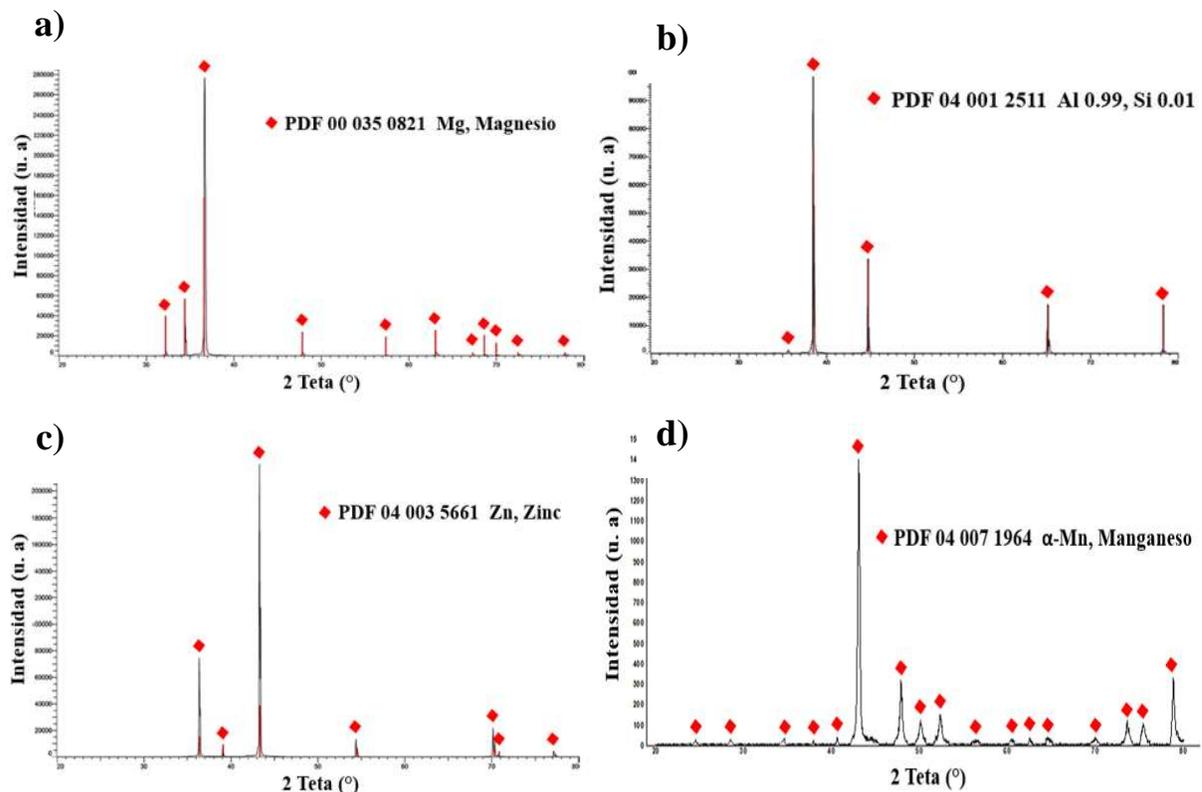


Figura 4. 1 Patrón de rayos X de los precursores: a) magnesio, b) aluminio, c) zinc, d) manganeso.

Si bien la difracción de rayos X no es capaz de detectar de manera precisa aquellos elementos que estén presentes en menos de 1% [130]. Estos resultados muestran que estos materiales presentan una alta pureza y pueden ser buenos precursores para la elaboración de la aleación base, AZ91.

4.1.2 Matriz, AZ91.

Una vez fabricada la aleación AZ91, se le realizaron análisis por fluorescencia de rayos X y los resultados fueron contrastados con los valores determinados por la norma. La tabla 4.1 muestra las cantidades de Mg, Al, Zn y Mn en porcentajes en peso. Con respecto a una aleación AZ91E, los contenidos de silicio y hierro están excedidos en un 0.055% y 0.32% respectivamente; sin embargo, con respecto a la aleación AZ91B, se cumplen todos los porcentajes (mínimos y máximos) de todos los elementos necesarios.

Tabla 4. 1 Resultados del análisis por fluorescencia a la aleación fabricada AZ91.

Aleación	Mg	Al	Zn	Mn	Si	Fe	Cu	Ni	Otros
Fabricada	400.01 KCps	40.7 KCps	9.3 KCps	3.9 KCps	0.4 KCps	7.9 KCps	0.1 KCps	0.1 KCps	0.0 KCps
Fabricada	89.477%	9.14%	0.70%	0.214%	0.135%	0.030%	592 ppm (0.00592%)	840 ppm (0.0084%)	570 ppm (0.0057%)
AZ91E	Balance	8.1-9.3%	0.4-1.0%	0.17-0.35%	0.2% máx	0.005% máx	0.015% máx	0.001% máx	0.001% máx
AZ91B	Balance	8.0-10%	0.3-1.0%	0.17-0.35%	0.3% máx	0.03% máx	0.2% máx	0.01% máx	0.01% máx

Adicionalmente, análisis por DRX fueron realizados a la aleación fabricada localmente para identificar las fases presentes, en la imagen 4.2 se muestra este difractograma y se compara con el obtenido de una aleación AZ91E suministrada por Thomson Aluminum Casting Co. USA.

Puede observarse que ambas gráficas presentan los picos característicos de las fases α -Mg [96-151-2520] y otros coincidentes con la fase β -Mg₁₇Al₁₂, intermetálico característicos de la aleación AZ91, aunque en diferentes intensidades, ambos difractogramas son perfectamente atribuibles a aleaciones AZ91 [16].

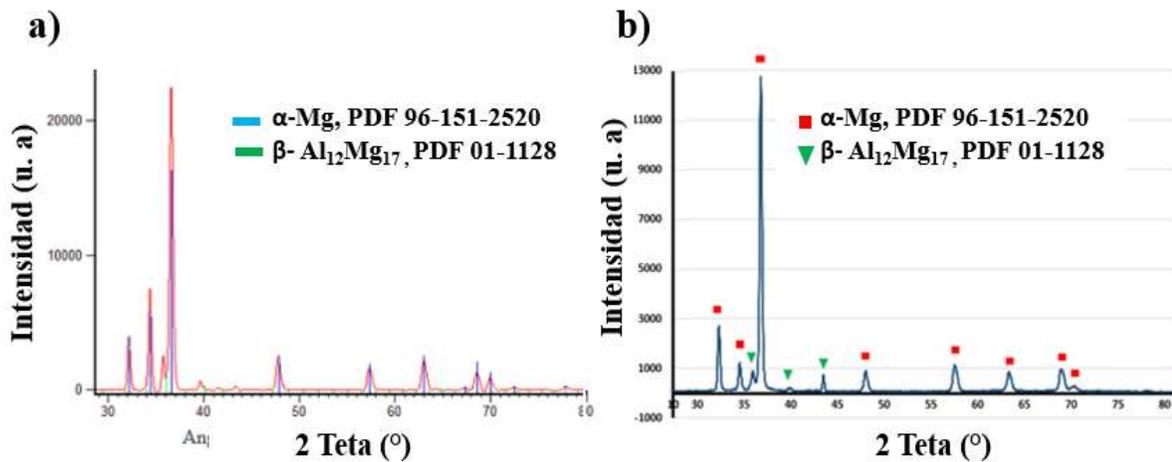


Figura 4. 2 Patrón de rayos X a la aleación AZ91, a) de proveedor, b) fabricada en el laboratorio.

La figura 4.3, muestra micrografías obtenidas por MEB, tomadas de la aleación fabricada localmente, en estas se aprecia la distribución de precipitados dentro de otra fase mayoritaria. A través de un análisis por EDS (figura 4.3b), se identifican estas segregaciones como correspondientes a la fase β ($Mg_{17}Al_{12}$) dentro de la fase α (Mg), características de la aleación AZ91 [74], y en mucha menor cantidad zinc distribuido dentro de la fase α -Mg.

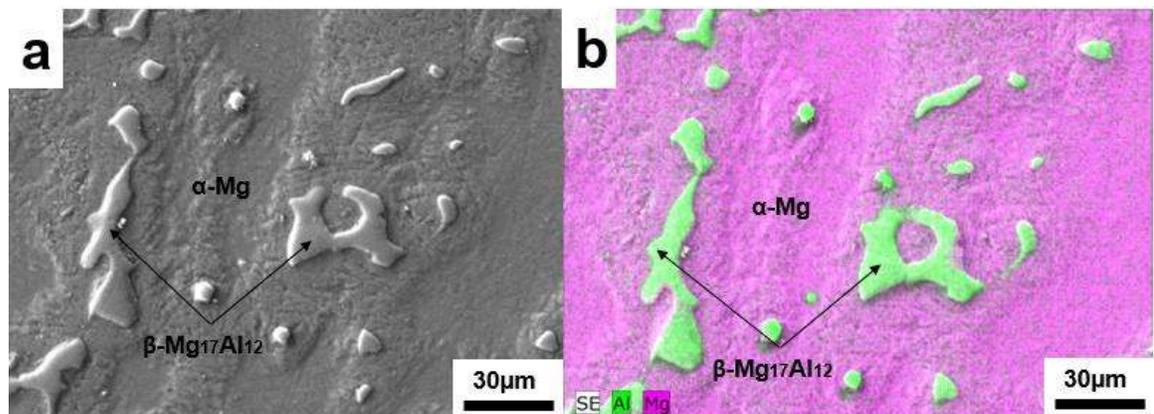


Figura 4. 3 Micrografías de la a la aleación con: a) electrones secundarios y b) con EDS.

Las cuatro imágenes son congruentes con lo encontrado por Jie Chen y otros autores [67, 131] en micrografías relacionadas a la aleación AZ91, donde la fase $Mg_{17}Al_{12}$ se

encontró dispersa en forma de precipitados multiformes y distribuidos de manera uniforme sobre toda la aleación AZ91.

Adicionalmente, análisis termo-gravimétricos fueron realizados a una muestra de 30.42 mg de la aleación fabricada, (figura 4.4b), la línea negra muestra la pérdida de peso a lo largo del ensayo, con una gran pérdida a los 250°C, seguido de una estabilización y posterior ganancia a los 600°C, para perder nuevamente masa a los 700°C, característico del magnesio y sus aleaciones a elevadas temperaturas como Katsuyoshi Kondoh y col. [94] lo identificaron al estudiar la mojabilidad del magnesio puro sobre sustratos de titanio.

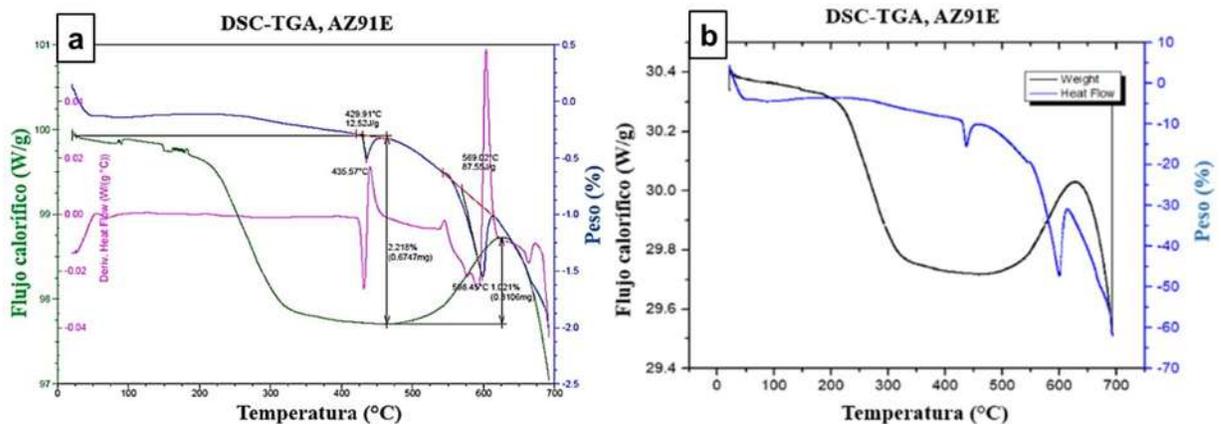


Figura 4. 4 Análisis termo gravimétrico de la AZ91E a) de proveedor y b) fabricada en el laboratorio.

Por otro lado, la línea azul, indica el flujo calórico de la muestra, los dos picos principales señalan la intersección con las líneas de solidus y liquidus a 443°C y 571°C respectivamente, mientras que la aleación suministrada por el proveedor estableció estos mismos puntos a 429 y 569 (liquidus y solidus respectivamente), valores cercanos a los reportados por otros autores [4].

Esto es congruente a lo encontrado en el diagrama binario Mg-Al (10% peso de contenido de Al), con temperaturas de alrededor de 450°C y 475°C para la línea de solidus y liquidus respectivamente (figura 4.5).

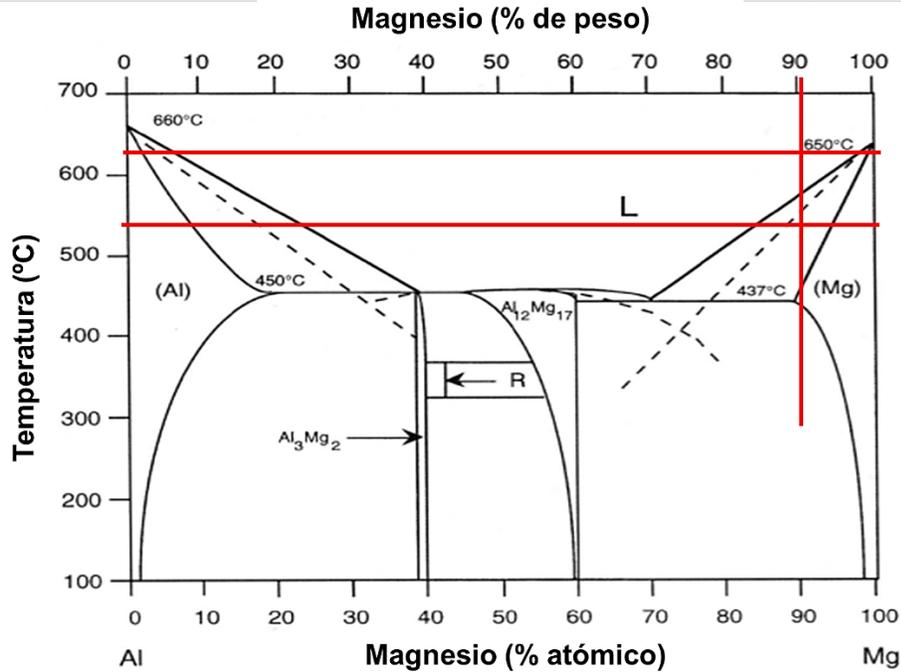


Figura 4. 5 Diagrama binario de la aleación Mg-Al [34].

Las características físicas y mecánicas tales como la densidad, dureza y módulo de Young fueron medidos a ambas aleaciones y enlistados en la tabla 4.2.

En la aleación adquirida, la densidad fue muy cercana a los valores reportados en la literatura, con un valor medido por el principio de Arquímedes fue de 1.716 g/cm^3 y una porosidad de solo 0.22% en volumen, sin embargo, la aleación fabricada de manera local arrojó una densidad de 1.70 g/cm^3 , con una porosidad de 1.16% en relación con los valores reportados en la literatura.

Tabla 4. 2 Caracterización física y mecánica de la aleación fabricada.

Material	Densidad (g/cm^3)	Porosidad (% vol.)	Dureza (vickers 5kg)	Módulo de Young (GPa)
AZ91E adquirida	1.72	0.22	66.97	43.9
AZ91E fabricada	1.70	1.16	79.18	42.66

La dureza exhibida, también fue diferente en ambas aleaciones, la local, con valores de dureza promedio de 79 Vickers, 12 unidades superior a la dureza de la aleación adquirida y casi 12 unidades inferior al valor de dureza reportado por Schroder y

colaboradores [64], que reportan durezas de 92 Vickers para la matriz empleada y hasta 140 Vickers para su compuesto fabricado de matriz AZ91 y. Estas diferencias en los valores de dureza podrían ser atribuibles a un tamaño de grano inferior en la aleación fabricada, producto de una velocidad de enfriamiento más rápida en el proceso de fabricación. Sin embargo, estos análisis aún están pendientes de ser concluidos.

4.1.3 Refuerzo, SiC.

La morfología, las fases presentes y la distribución del tamaño de las partículas que forman el polvo cerámico de SiC utilizado como refuerzo, se muestran en la figura 4.6. El difractograma de la imagen 4.6a, indica un material monofásico (SiC, 73-1663), con una estructura hexagonal compacta, correspondiente a la reportada por el proveedor. Por otro lado, en la micrografía de la imagen 4.6b, se observan partículas con forma irregular, no elongadas, y con superficies homogéneas y aparentemente lisas, similares a las reportadas por otros autores [130].

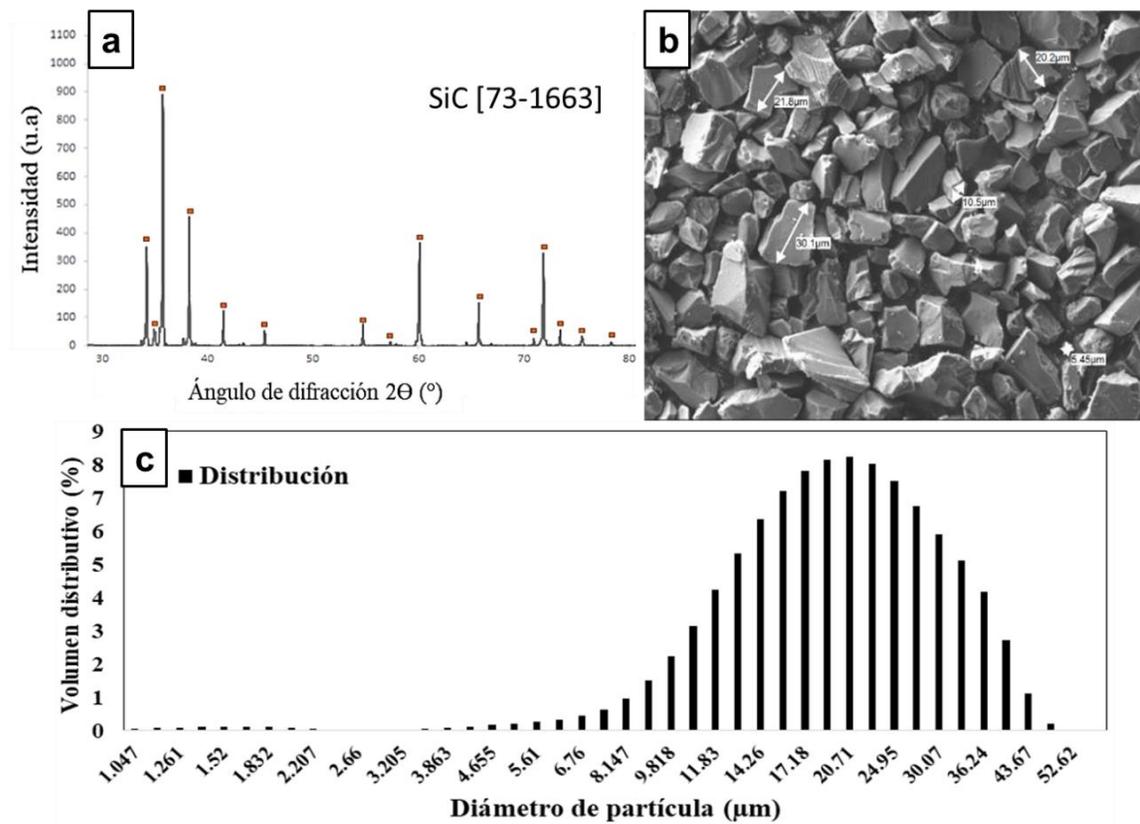


Figura 4. 6 Partículas de SiC, a) difractograma, b) morfología, c) tamaño de partícula

La imagen 4.6c, muestra las mediciones del tamaño de partícula, con una distribución monomodal y un tamaño de partícula promedio $D_{50} = 20.65 \mu\text{m}$, el tamaño inferior es de $5 \mu\text{m}$ y el mayor de $50 \mu\text{m}$, son estos 3 valores los utilizados para el cálculo de la viscosidad y la velocidad de asentamiento de partículas.

Algunos autores [83], encontraron que a partir de 1200°C ocurría la formación de una capa de SiO_2 sobre la superficie de partículas de SiC. John A. Costello y col. [132], midieron el espesor de la capa de SiO_2 formada sobre las partículas de SiC desde 1200°C hasta 1400°C , encontrando que esta es de 250 nanómetros para 1300°C por dos horas en una atmosfera de aire seco. Para determinar la mejor temperatura de oxidación de las partículas de SiC utilizadas en la presente investigación, termografías fueron realizadas a muestras de 30 mg del polvo de SiC a utilizar como refuerzo.

La figura 4.7 muestra que desde 1200°C (flecha naranja) existe un cambio en el flujo calórico del SiC, pero es a partir de 1300°C que este es más significativo y continua de esta manera hasta 1400°C (flecha roja). Este flujo calórico es debido al proceso de oxidación superficial de las partículas de SiC; a temperaturas mayores a 1400°C otras reacciones pueden ocurrir. Para evitar reacciones no deseadas, las partículas de SiC fueron oxidadas a 1300°C por 2 horas en atmosfera de aire y 1 atm. de presión.

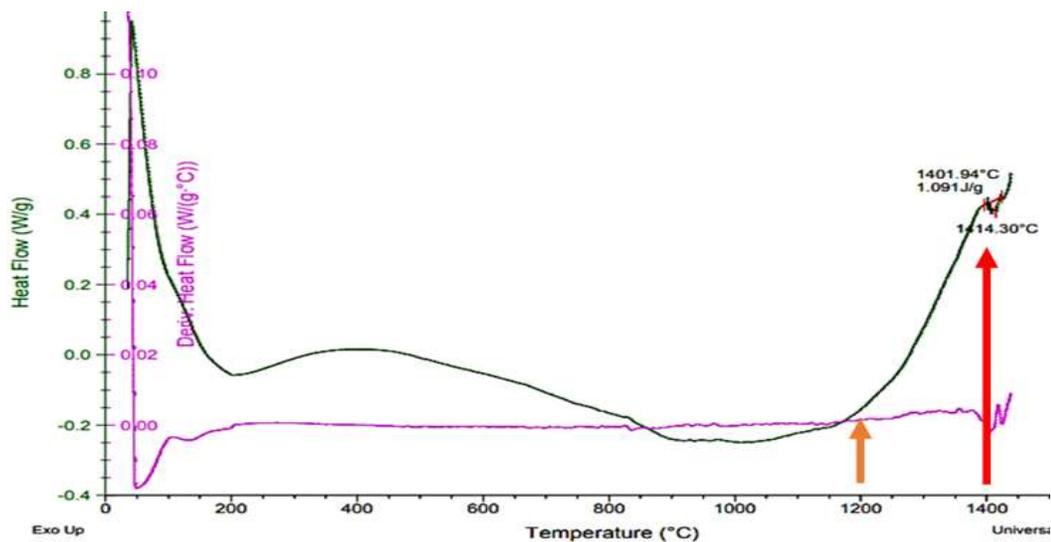


Figura 4. 7 a) Termográmama a partículas de SiC, b) difractograma de partículas oxidadas.

De acuerdo con Takeda y col. [133], este proceso de oxidación debería recubrir las partículas con una capa de SiO₂ de aproximadamente 300 micras. Al observar las partículas bajo el microscopio, no se detecta ningún cambio morfológico en estas, salvo por unas aristas un poco suavizadas.

La figura 4.8 muestra un análisis químico elemental lineal (line-scan) realizado sobre una de estas partículas sujeta al proceso de oxidación superficial. La partícula fue previamente metalizada con cobre y montada en una cinta de grafito, para realizar dicho análisis se descartaron los valores de cobre presentes en los resultados. Cabe resaltar que la penetración de este tipo de análisis es de varias micras, superior al espesor teórico de la cubierta de dióxido de silicio (SiO₂).

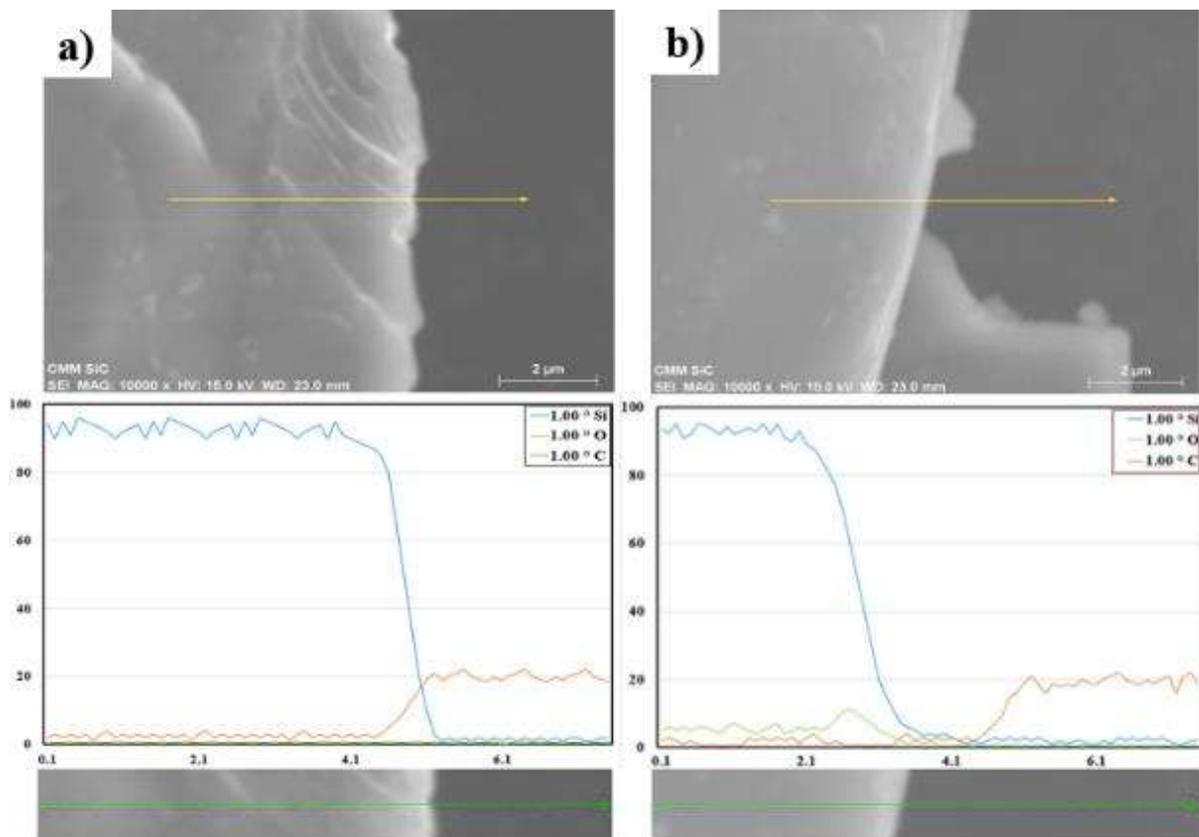


Figura 4. 8 Análisis lineal (line-scan): a) partícula sin oxidar y b) partícula oxidada.

El análisis muestra bajas concentraciones de oxígeno para la partícula no oxidada, y medianas para la partícula sujeta al proceso de oxidación, conforme la partícula termina y comienza la cinta de grafito, hay un cambio gradual en las concentraciones de silicio y carbono, congruentes con dicho cambio; pero justo antes de terminar la partícula, hay un pico en la concentración de oxígeno, este ligero incremento se explicaría por la medición transversal de la capa de óxido de silicio que cubre la partícula de SiC examinada, lo que ayudaría a validar la formación de la capa de óxido sobre las partículas de SiC a utilizar como refuerzo, [133–135].

4.1.4 Análisis de viscosidad y velocidades de asentamiento.

Para calcular la velocidad de asentamiento de las partículas en el baño a diferentes temperaturas y con diferentes tamaños de partículas (tabla 4.4), se utilizó la Ley de Stokes (3.1), las viscosidades de la aleación AZ91 proporcionados por la International Magnesium Association (tabla 4.3) [135], así como los datos siguientes:

$$\begin{array}{ll}
 \text{Radio de las partículas} = & R1 = 50 \mu\text{m}, R2= 20 \mu\text{m}, R3= 5 \mu\text{m} \\
 \text{Densidad de las partículas} = & \rho_p = 3.22 \text{ g/cm}^3 \\
 \text{Densidad de la matriz} = & \rho_m = 1.81 \text{ g/cm}^3 \\
 \text{Fuerza de gravedad} = & g = 9.81 \text{ m/s}^2
 \end{array}$$

Tabla 4. 3 Viscosidades de la aleación AZ91 a diferentes temperaturas.

Temperatura (°C)	Viscosidad (mPa/s)
600	0.87
650	0.77
700	0.69
750	0.63
800	0.58
850	0.56

Las velocidades de asentamiento promedio de las partículas de refuerzo en el baño a diferentes temperaturas deben de ir desde 0.09 cm/s hasta 1.14 cm/s, mostrando sin embargo valores promedio de 0.5 centímetro por segundo.

Tabla 4. 4 Velocidades de asentamiento de las partículas en el baño.

Radio de la partícula	Temperatura del Baño					
	600°C	650°C	700°C	750°C	800°C	850°C
R1	0.88	0.99	1.11	1.12	1.13	1.14
R2	0.35	0.39	0.44	0.48	0.53	0.55
R3	0.09	0.1	0.11	0.12	0.13	0.14

Estos valores no consideran corrientes ni fuerzas tangenciales producto de la agitación durante el baño, las cuales reducen más la velocidad de asentamiento. Para obtener información sobre la afectación de estas fuerzas, se realizaron simulaciones en un crisol transparente utilizando una mezcla de agua y glicerina para obtener las viscosidades del baño en el rango de temperaturas arriba descrito, los volúmenes del líquido y de las partículas de refuerzo fueron los utilizados durante la fabricación de los materiales compuestos, simulaciones similares fueron realizadas por otros autores [73].

Los resultados revelaron diferentes velocidades de asentamiento toda vez que existen partículas de diferente diámetro y estas están dispersas a diferente altura con respecto al fondo del crisol, de la misma manera, las velocidades de asentamiento varían con respecto a la velocidad de agitación. Con el agitador bi-pala empleado, se detectó que a velocidades inferiores a 180 rpm no se logra una buena dispersión de las partículas en el baño, S Naher y col. encontraron que en fluidos con viscosidad elevada no se logra una adecuada dispersión de las partículas de refuerzo a velocidades por debajo de 150 rpm [64, 73]. Por otro lado, los tiempos de asentamiento de las partículas son muy cortos (alrededor de 10 segundos), a partir de 280 rpm y hasta 600 rpm se logra una dispersión homogénea de las partículas de refuerzo por más de 20 segundos y hasta 40 segundos antes de que comiencen a asentarse, sin embargo, velocidades de agitación superiores no muestran un incremento notable de los tiempos de asentamiento y por otro lado si generan salpicaduras dentro del baño incrementando el

atrapamiento de gas dentro del compuesto líquido, J. Hashim y col. [15, 88]. propone la fabricación de materiales compuestos muy cerca de la temperatura de solidus para incrementar la viscosidad y con ello reducir los tiempos de asentamiento de las partículas para mejorar su distribución en los materiales fabricados.

4.2 Ángulo de contacto

4.2.1 Ángulo de contacto vs tiempo y temperatura.

Sistema AZ91-SiO₂.

La Figura 4.9 muestra los ángulos de contacto para el sistema AZ91-SiO₂, en función del tiempo y la temperatura. Las curvas a 700, 800 y 900°C, muestran tres regiones características de los ángulos de contacto con respecto al tiempo: la primera, representada por una pendiente pronunciada, (desoxidación de la gota AZ91), la segunda presenta una pendiente suave (debido a la reacción química interfacial), y el tercero, donde la pendiente es casi plana, (poca o nula reacción interfacial que provoque un cambio en el ángulo de contacto).

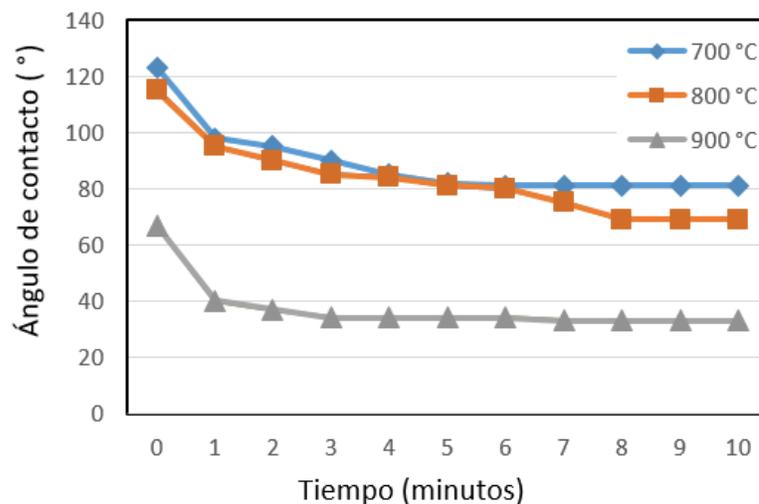


Figura 4. 9 *Ángulo de contacto vs temperatura para el sistema AZ91-SiO₂.*

En todos los casos, el ángulo de contacto se estabilizó pasados 10 minutos. De manera similar, el ángulo de contacto fue menor de 85°, siendo a 900°C donde se observó el valor más bajo, de 37°.

Por encima de 670°C, la aleación se funde, a partir de este momento, el ángulo de contacto decreciente rápidamente debido a las reacciones interfaciales que reducen la energía superficial gota-sustrato, de acuerdo con la ecuación 2.21. Lo anterior es congruente con Fritze et al. [14], quienes reportaron ángulos de contacto de 120° a 20° entre 750-850°C para un sistema de Mg-SiO₂. Otros investigadores [15], informaron ángulos de contacto de 25° a 4° en un rango de temperatura de 700-800°C para un sistema de Mg-SiO₂. Una vez que se han producido la mayoría de estas reacciones químicas, la tensión superficial cambia debido a reacciones provocadas por elementos con alta afinidad con el oxígeno residual del entorno, como el Mg y el Al.

Sistema AZ91-SiC.

La Figura 4.10, muestra la variación del ángulo de contacto de una gota de la aleación AZ91 sobre una superficie de SiC. Un comportamiento de no mojado es evidente entre 700 y 800°C, si bien el ángulo de contacto mejora con el paso del tiempo, nunca es inferior a 120°.

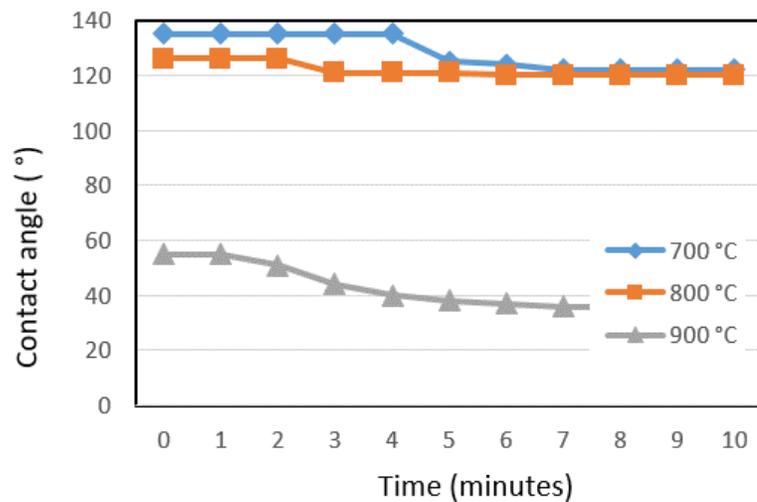


Figura 4. 10 Ángulo de contacto vs temperatura para el Sistema AZ91-SiC.

En el caso de las pruebas realizadas a 900°C, el gráfico del ángulo de contacto con respecto al tiempo muestra dos regiones características: la primera con una leve disminución del ángulo de contacto (debido a las reacciones químicas interfaciales), y la segunda con una forma casi plana, que ilustra la estabilidad del ángulo de contacto final.

Después de la fusión de la aleación, las reacciones interfaciales entre la aleación AZ91_(L) y el SiC_(s), no logran una reducción significativa del ángulo de contacto. Las reacciones adicionales generadas por el oxígeno presente alrededor de la gota reducen un poco el ángulo de contacto, sin ser determinantes para lograr el mojado del sistema. Laixin Shi y col. [15], reportaron ángulos de contacto de 8° a una temperatura de 800°C, para un sistema Mg-Si.

De acuerdo con los resultados presentados hasta ahora, la transición de no mojado a mojado, para el sistema AZ91-SiO₂ puede ocurrir por debajo de 700°C (Fig. 6). Sin embargo, esta transición depende del tiempo, ya que para que esto suceda deben pasar cinco minutos a esa temperatura, como se muestra en la Figura 4.11.

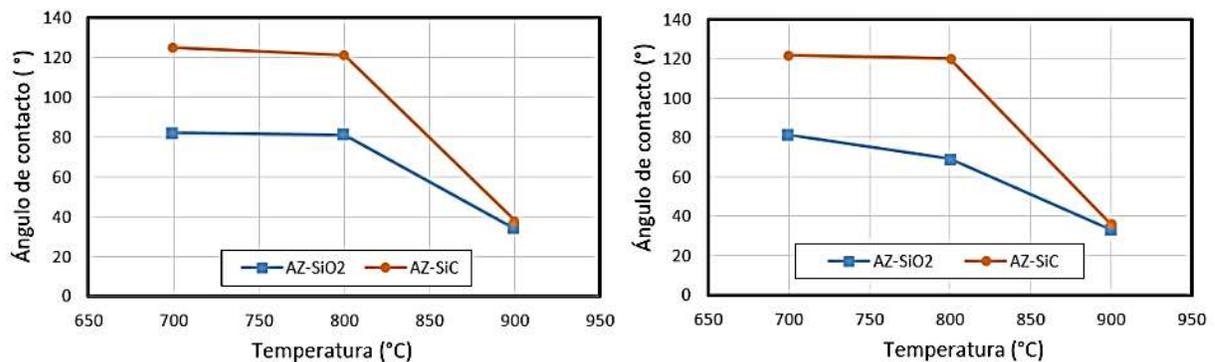


Figura 4.11 *Ángulo de contacto vs tiempo.*

Contreras et al. [16], también encontraron que para un sistema Al-Ti, en un rango de temperatura entre 800 - 1000°C, la cinética dependía del tiempo.

4.2.2 Análisis Interfacial.

Sistema AZ91E-SiO₂.

En el sistema AZ91-SiO₂, la capa de reacción interfacial mostró un espesor menor con respecto al sistema AZ91-SiC, (Figura 4.12a). Análisis químicos puntuales realizados en partes específicas de la interfase, permitieron identificar las estequiometrías correspondientes al MgO y Mg₂Si, así como la presencia de Al₂O₃ a lo largo de la capa interfacial. Mapeos químicos elementales realizados en la sección transversal del sustrato-gota (Figura 4.12b, c, d y e), muestran segregaciones ricas en manganeso del tipo Mn_xAl_yO_z, cerca de la interfaz. Esto se atribuye al hecho de que la nucleación y solidificación ocurren antes que las otras fases, debido a su mayor temperatura de fusión.

Laixin Shi y Col. [15], encontraron capas alternas de MgO y Mg₂Si en la interfaz formada entre una gota de magnesio puro y un sustrato de dióxido de silicio. Mientras que otras investigaciones [17], encontraron que para sistemas AlMg_x-Al₂O₃ con concentraciones de magnesio superiores a 9% molar, el principal producto de reacción en la interfaz sustrato-gota era MgO; sin embargo, para concentraciones más bajas de magnesio, o cuando la evaporación de magnesio era considerable, el principal producto de reacción encontrado fue la espinela MgAl₂O₄.

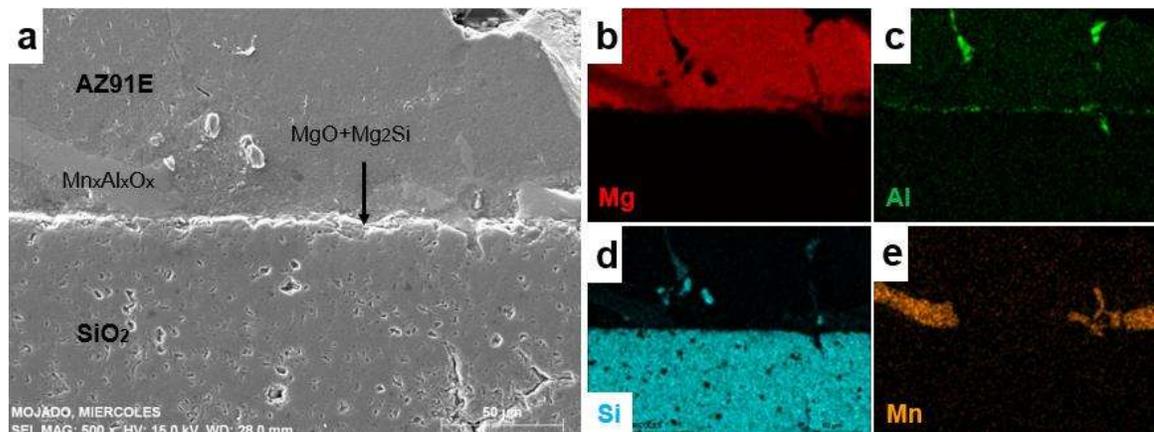


Figura 4. 12 Sección transversal del sistema AZ91-SiO₂, a) electrones secundarios, b), c), d), e) mapeos químicos elementales.

La microestructura interfacial en los sistemas AZ91-SiO₂ es compleja. La formación de esta interfase está relacionada con la reacción y posterior difusión de Mg y Si. Podemos inferir que tan pronto como se produzca el contacto entre la aleación AZ91 en estado líquido (gota) y el sustrato de SiO₂, tendrá efecto la siguiente reacción:



De acuerdo con Laixin Shi et al [15], no existen interfases estables entre Mg₂Si y SiO₂, por lo que el silicio liberado en la reacción de la Eq. 2, no puede nuclear directamente en SiO₂, difundiéndose hacia el magnesio para formar Mg₂Si, de acuerdo con la siguiente reacción:



De todas las reacciones posibles, es, principalmente, a la formación de Mg₂Si a la que se atribuye la reducción de las tensiones superficiales que mejoran la reducción del ángulo de contacto en este tipo de sistemas.

Sistema AZ91-SiC.

La figura 4.13 muestra la sección transversal de la interfase gota-sustrato en el sistema AZ91-SiC. En sistemas reactivos, el mojado ocurre, con frecuencia, por la formación de un nuevo componente en la interfase metal-cerámico; producto de diversas reacciones químicas. En la Figura 4.13a, se puede apreciar una delgada línea interfásial, debido a su espesor, no es posible utilizar la técnica de XRD para determinar las fases que la componen, sin embargo, un análisis químico puntual (EDS) permitió identificar una relación estequiométrica que indica la presencia de Mg₂Si, así como algunas formas de carburos del tipo Al_xC_y.

Los mapeos químicos elementales que se muestran en las Figuras 4.13b, c, d y e, indican la presencia de precipitados ricos en manganeso y aluminio, en la interfase. Esto puede explicarse debido a que sus temperaturas de solidificación son mayores con respecto a las fases α-magnesio y β-Mg₁₇Al₁₂, de tal manera que su nucleación se da

primero en la pared sólida del sustrato. Laixin Shi y col. [15], encontró que el Mg_2Si se precipita en la triple interfase formada entre el medio gaseoso, la gota de magnesio y el sustrato sólido de silicio [$X_{(g)}-Mg_{(l)}-Si_{(s)}$].

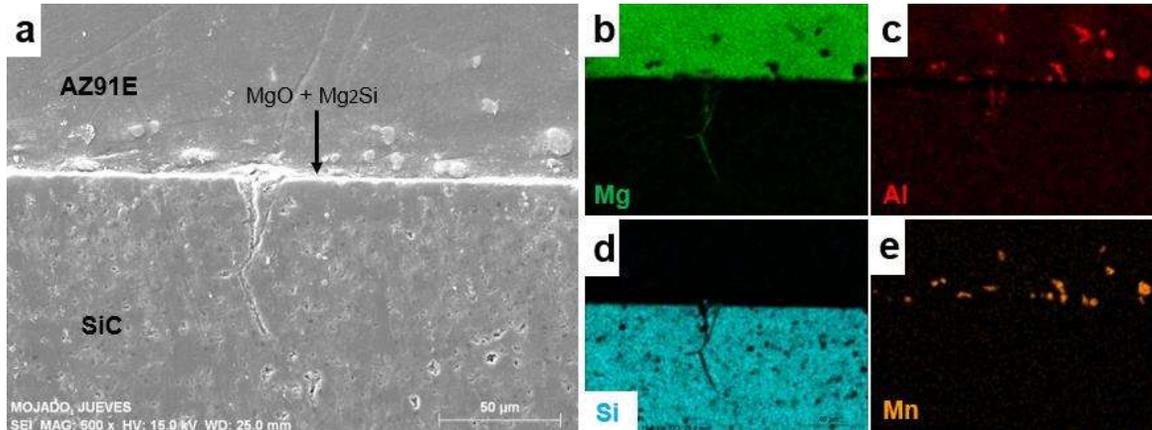
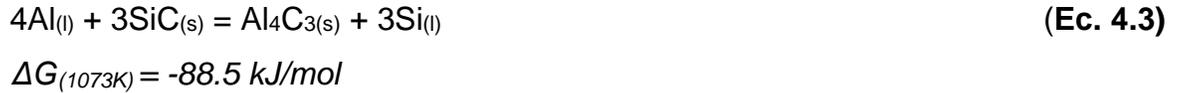


Figura 4. 13 Sección transversal de la interfase gota-sustrato (AZ91-SiC), a) electrones secundarios b), c), d), e) mapeo químico elemental.

Otros trabajos de investigación, [17], encontraron que para sistemas $AlMg_x-Al_2O_3$ con concentraciones de magnesio superiores al 9% molar, el producto de reacción principal en la interfase gota-sustrato era MgO , sin embargo, para concentraciones más bajas de magnesio o cuando la evaporación de magnesio es alta, el principal producto de reacción encontrado fue $MgAl_2O_4$. Aunque la energía libre de formación del óxido de magnesio es más negativa que la de la espinela, en sistemas con alta concentración de Al, la formación de este último sobre el óxido de magnesio tiende a ser mayor.

En sistemas donde interactúan en estado líquido aluminio, magnesio y carburos, como en el caso del sistema AZ91E-SiC, se esperan varias reacciones. Primero, debería ocurrir la formación de MgO (Ec. 4.1), por la interacción de magnesio líquido con el oxígeno presente sobre la superficie y alrededores del SiC; liberando importantes cantidades de átomos de silicio, los cuales se desplazarían desde la superficie del sustrato hacia la gota líquida, para reaccionar con el magnesio presente en esta y formar Mg_2Si (Ec. 4.2). Posteriormente, el contacto de aluminio en estado líquido con

carburo de silicio (SiC), promoverá la formación de un inestable carburo de aluminio (Al₄C₃) [88], de acuerdo a la siguiente ecuación (Ec. 4.3):



El cual puede alojarse, junto con el MgO, a lo largo de la interfase, en cantidades acordes a la presencia de oxígeno. La cuarta reacción es la formación de alúmina (Al₂O₃), por la interacción de Al_(l) con el oxígeno del SiO₂ presente sobre la superficie del cerámico, la ecuación 4.4 sugiere la forma de esta interacción química:



Finalmente, y de acuerdo con Candan y col. [136], cuando existe la presencia de Mg en el sistema, tendrá lugar la formación de espinela (MgAl₂O₄) y/o óxido de magnesio (MgO), para el caso de la espinela podrá seguir la siguiente ecuación:



En este sistema, la menor presencia de oxígeno sobre la superficie cerámica reduce la formación de MgO, lo que limita la liberación de silicio, minimizando con ello, la formación de Mg₂Si, la cual es, la principal reacción que reduce las tensiones superficiales que mejoran la mojabilidad, en este tipo de sistemas.

4.3 Materiales compuestos

4.3.1 Microscopía óptica (distribución del refuerzo en la matriz).

La distribución de las partículas de refuerzo recubiertas con una capa de SiO₂ en la matriz fue homogénea para compuestos con contenidos de refuerzo de 5, 10 y 15% en volumen, como se puede observar en las micrografías de la figura 4. 14, obtenidas a través de microscopía óptica.

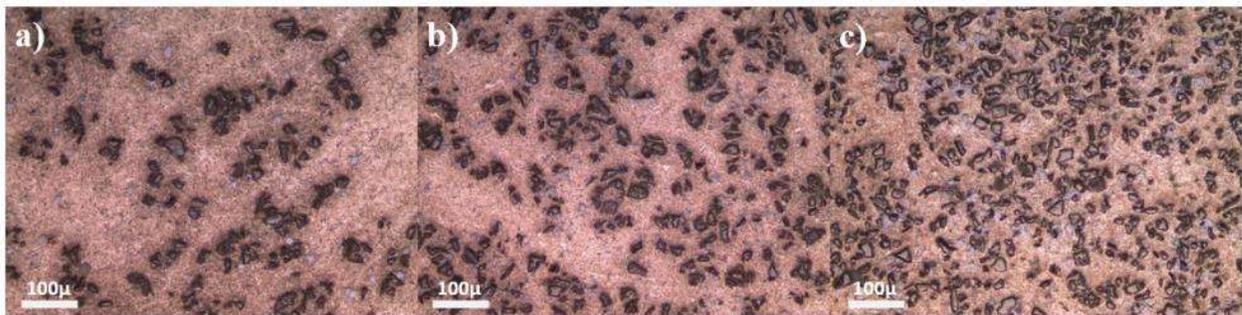


Figura 4. 14 CMM con refuerzo oxidado, a) 5% ref. vol., b) 10% ref. vol., c) 15% ref. vol.

En la figura 4.15, se puede observar una distribución también homogénea del refuerzo, pero con pequeñas aglomeraciones en algunas partes del compuesto y varias porosidades de diferentes tamaños, las porosidades irregulares comúnmente se deben al desprendimiento del refuerzo aglomerado al momento de la preparación metalúrgica, mientras que las porosidades esféricas están relacionadas con la generación o atrapamiento de gas dentro del material fabricado, particularmente a la posible formación de carburo de aluminio (Al₄C₃) y su posterior reacción con la humedad atrapada para formar Al(OH)₃, reacciones 3.2 y 3.3, liberando gases de CO₂ y H₂ los cuales serían los principales responsables de la formación de porosidades dentro del compuesto [73].



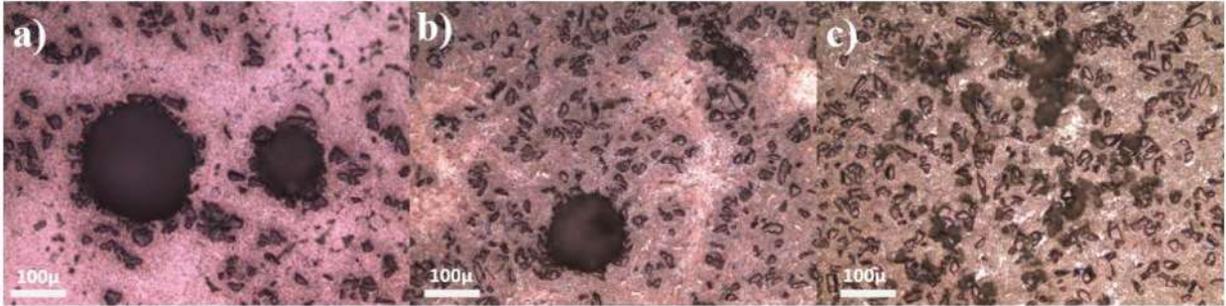


Figura 4. 15 CMM con refuerzo sin oxidar. 5% ref. vol., b) 10% ref. vol., c) 15% ref. vol.

4.3.2 Análisis por rayos X.

Los difractograma de la figura 4.16, muestran el patrón de rayos X de los compuestos fabricado con partículas de SiC.

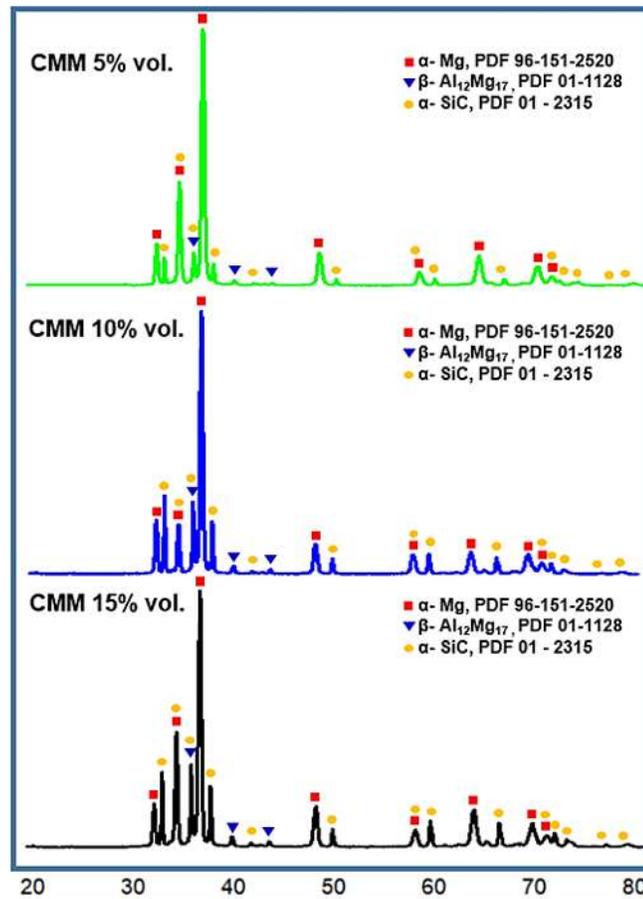


Figura 4. 16 Difractogramas de los CMM fabricados.

En dicho difractograma 3 fases coinciden claramente con los picos del espectro, la fase α -Mg, la cual es el componente mayoritario de la aleación usada; el intermetálico $Mg_{17}Al_{12}$, que contiene la mayoría del Al presente en la AZ91; la fase SiC, que corresponde a las partículas de refuerzo.

La fase SiO_2 [90 06300], la cual se ingresó al sistema en forma de recubrimiento de las partículas de refuerzo, parece coincidir con picos de baja intensidad en el espectro analizado, sin embargo, el difractograma de rayos X no es precisa para detectar fases cuyo contenido sea inferior al 1% del total de la muestra.

4.3.3 MEB, composición superficial de los CMM.

La micrografía de la figura 4.17, muestra una sección de la superficie de un compuesto fabricado con 5% de refuerzo en volumen recubierto de SiO_2 , sobre esta se realizan diferentes análisis puntuales utilizando la técnica de EDS para identificar la composición química elemental de secciones morfológicamente diferentes y poder conocer la composición superficial de los compuestos fabricados. Cabe recalcar que los análisis por EDS identifican la presencia del carbono en cantidades inferiores a las realmente presentes.

El área número 1 presenta grandes cantidades de silicio y magnesio, y menores cantidades de carbono y oxígeno, lo que sugiere que se trata de una partícula de SiC previamente recubierta de SiO_2 y cubierta en esta probeta por una capa delgada de magnesio. El punto número 2 con gran presencia de magnesio y oxígeno y menores cantidades de aluminio y silicio, sugieren que se trata de un óxido, posiblemente MgO y alúmina. El área número 3 indica una zona con mucho magnesio y bastante aluminio, lo que correspondería con el intermetálico $Mg_{17}Al_{12}$, esta área es prácticamente igual al área 6. El punto 4 señala un área que parece ser la aleación base AZ91E. El área 5 con solamente silicio y carbono confirma que se trata de una partícula de SiC. Estos resultados coinciden por lo reportado por otros autores [73].

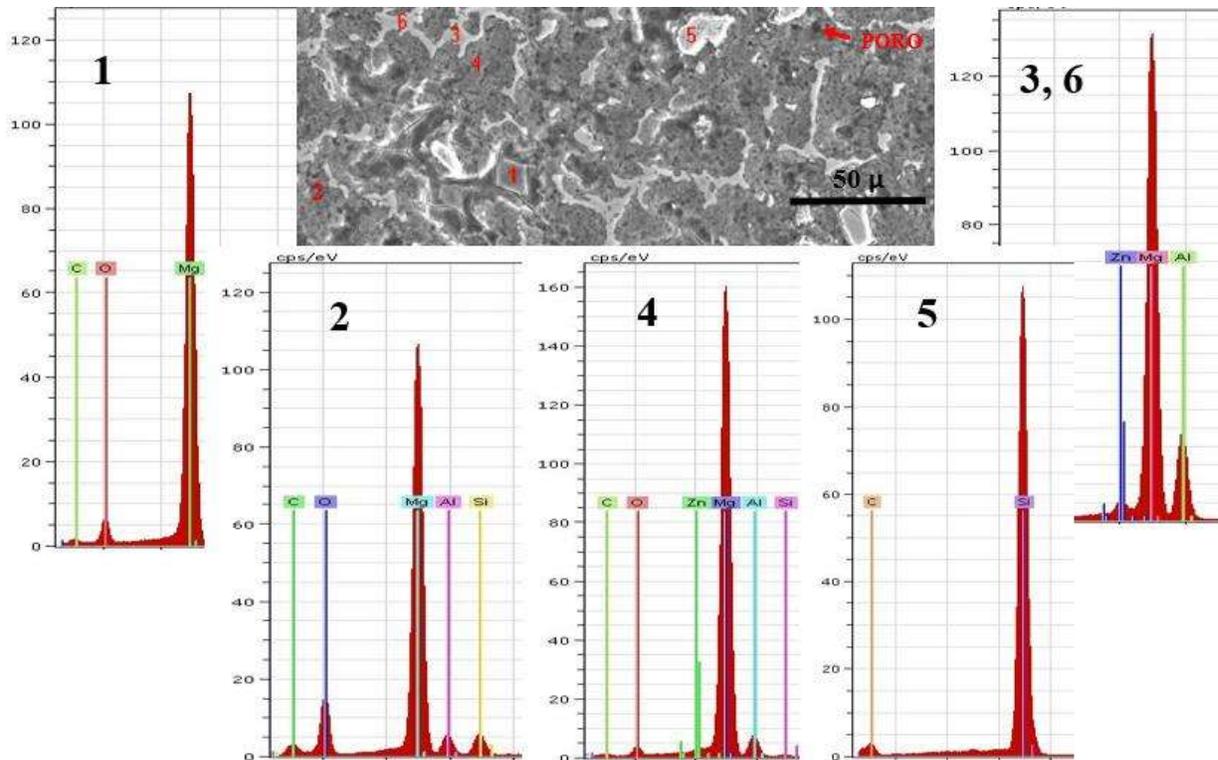


Figura 4. 17 Análisis superficial de CMM fabricado con 5% ref. vol. de SiC recubierto.

De manera similar, fue analizada la superficie de un compuesto fabricado con 15% de ref. vol. de partículas de SiC recubiertas con SiO₂. Lo primero que se observa en esta imagen (figura 4.18), es una correcta unión matriz-refuerzo, característica necesaria para que los materiales compuestos exhiban buenas propiedades físicas y mecánicas [83]. A través de EDS se realizaron microanálisis a las secciones morfológicamente diferentes para identificar la composición superficial de los materiales fabricados.

El análisis realizado en el área 1 indica la presencia de óxidos de magnesio, aluminio y silicio, coincidente con secciones morfológicamente similares en otros compuestos analizados. El punto 2 indica que se trata de la aleación base AZ91, de la misma manera que en otros CMM analizados; finalmente, el análisis realizado en el área 3 confirma la presencia de una partícula de SiC. El análisis superficial resulta similar al reportado Jie Chen et al. [131].

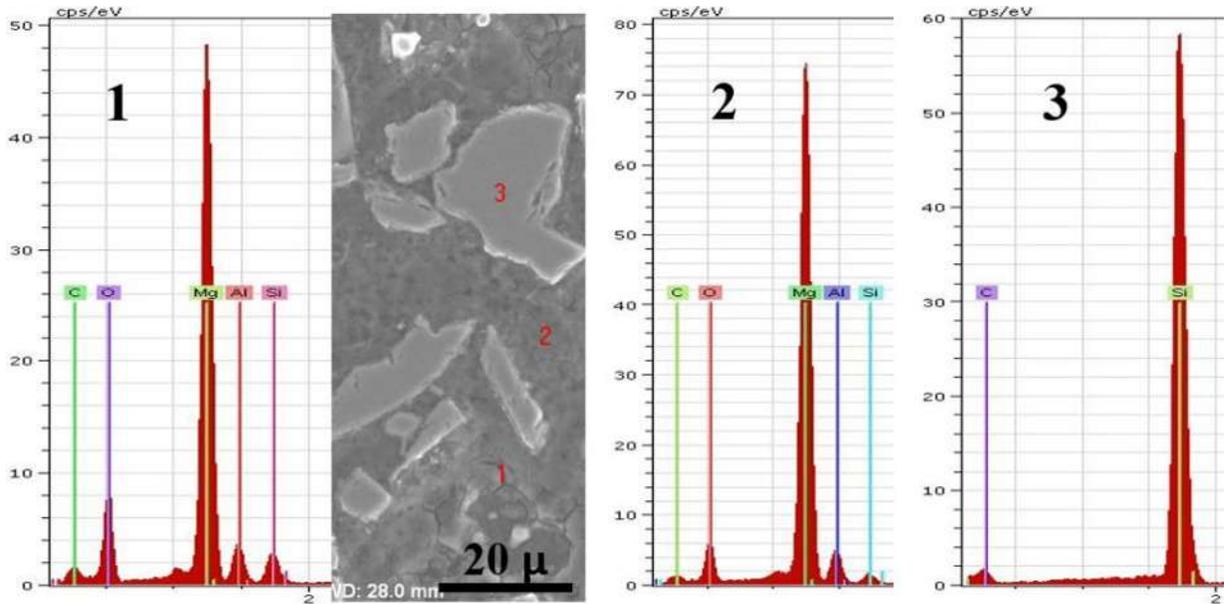


Figura 4. 18 Análisis superficial de CMM fabricado con 15% ref. vol. de SiC recubierto.

4.3.4 Interfase, matriz-refuerzo.

La imagen 4.19, muestra el mapeo químico elemental realizado sobre la superficie de una partícula de SiC previamente recubierta con una capa de SiO₂.

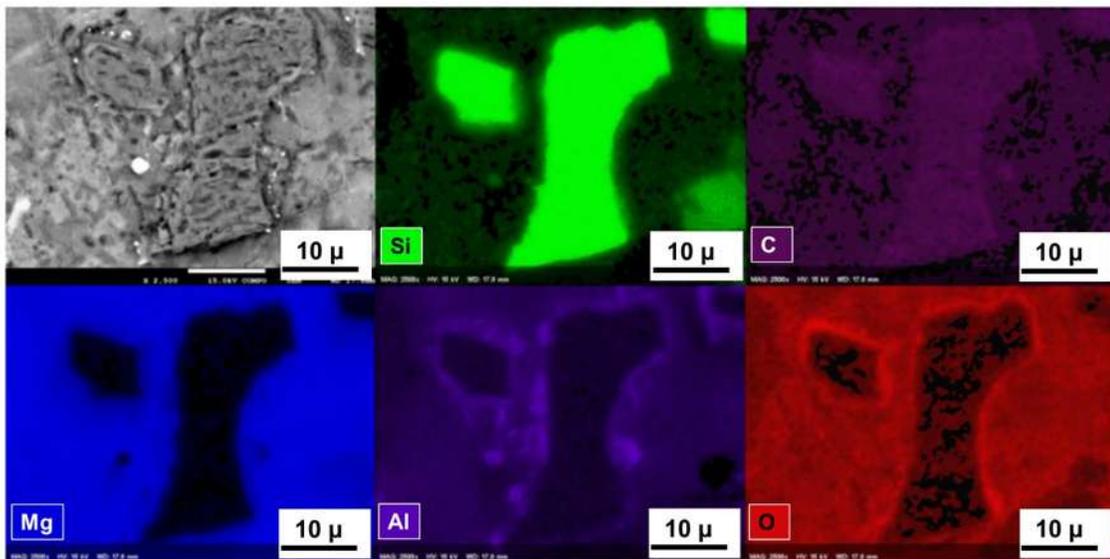


Figura 4. 19 EDS a una partícula de SiC previamente recubierta con una capa de SiO₂ en un compuesto fabricado con 10% de refuerzo en volumen.

En dicho análisis, se puede identificar claramente que el silicio (verde) y el carbono (morado), están presentes sobre las partículas analizadas, el magnesio (azul rey) fuera de las partículas y muy poco alrededor de estas, el aluminio (lila) en áreas específicas (intermetálicos) y alrededor de las partículas de SiC y finalmente el oxígeno (rojo) concentrado alrededor de las partículas. Lo anterior sugiere una interfase compuesta de óxido de aluminio sobre las superficies analizadas.

Estos hallazgos coinciden con lo reportado por Ercan Candan y col. [136], los cuales mencionan como las interfases más probables, las formadas por Al_2O_3 y MgAl_2O_4 , de acuerdo con sus energías de formación a 800°C :



Por lo que termodinámicamente es posible la reducción del SiO_2 que cubre las partículas de SiC para formar el Al_2O_3 el cual es más estable. La rápida presencia del aluminio alrededor de las partículas recubiertas posibilita esta primera reducción, sin embargo, el procesamiento rápido del compuesto limita la segunda reacción.

La imagen de la figura 4.20 muestra este mismo efecto, de una forma más clara, donde es evidente que en la periferia de la partícula analizada existe poco Mg y por el contrario altas concentraciones de oxígeno y aluminio, lo cual confirmaría los hallazgos presentados en la figura anterior.

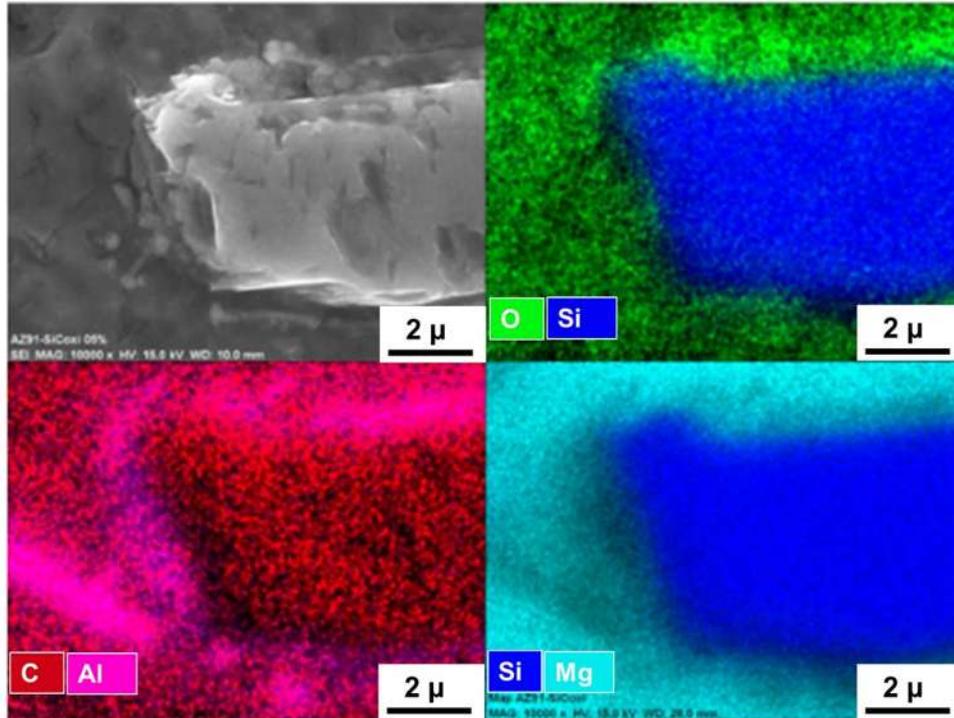


Figura 4. 20 EDS a una partícula de SiC recubierta con SiO₂ en un CMM con 10% ref. vol.

4.3.5 Densidad.

La tabla 4.5 muestra los resultados de la densidad medida de acuerdo con la norma ASTM 373 y compara los resultados con los teóricos calculados por la regla de las mezclas (los valores de refuerzo son en volumen):

$$\rho = (\rho_a) \cdot (f_a) + (\rho_b) \cdot (f_b) \quad \text{(Ec. 4.10)}$$

La densidad en los materiales compuestos fabricados con partículas recubiertas de SiO₂ está muy cercana a la calculada por la regla de las mezclas, de la misma manera la porosidad es reducida y en concordancia con la reportada por Hashim [3] al fabricar CMM Al/SiC por fundición con agitación y similares a los de Bedolla y colaboradores [25] al fabricar CMM AZ91E/AlN 50% volumen por infiltración no asistida. Sin embargo, los CMM fabricados con partículas de SiC sin recubrir, exhibieron densidades más bajas en todos los casos, indicativo de una mayor porosidad.

Tabla 4. 5 Valores de densidad de los materiales fabricados.

Material	Densidad (g/cm ³)			
	0% ref.	5% ref.	10% ref.	15% ref.
Regla Mezclas	1.81	1.881	1.951	2.022
AZ91/SiC _{Rec.}	---	1.843	1.892	1.941
AZ91/SiC	---	1.805	1.853	1.9

4.3.6 Porosidad.

Una vez medida la densidad real de los compuestos fabricados, la porosidad fue calculada de acuerdo con la ecuación 4.11 y plasmadas en la tabla 4.6. Los valores de porosidad encontrados en los CMM fabricados con partículas recubiertas fue menor a 6% en todos los casos.

$$\text{Porosidad: } Po = (\rho - \rho_r) / \rho \quad (\text{Ec. 4.11})$$

Dónde: Po es porosidad total del material,

ρ es la densidad teórica,

ρ_r es la densidad real medida.

Por otro lado, los materiales fabricados con partículas de SiC sin recubrir presentaron una mayor porosidad, lo cual puede deberse a una mayor reactividad del carburo de silicio con la matriz AZ91 en comparación con la sílice. La posible formación de carburo de aluminio (Al₄C₃) y su posterior reacción con la humedad para formar Al(OH)₃, reacciones 4.6 y 4.7, liberando gases de CO₂ y H₂ los cuales serían los principales responsables de la formación de porosidades dentro del compuesto [73].

Tabla 4. 6 Porosidad encontrada en los CMM fabricados.

Material	Porosidad (% vol.)			
	0% ref.	5% ref.	10% ref.	15% ref.
AZ91/ SiC _{Rec.}	0.12	1.99	3	3.99
AZ91/SiC	0.12	4.02	4.97	6

4.3.7 Dureza.

Se utilizó la escala Vickers con carga de 49.03 N (5kg), se promediaron 5 mediciones en diferentes partes de 3 probetas del compuesto, los resultados ya promediados se muestran en la tabla 4.7.

Schroder y colaboradores [64], reportan durezas de hasta 140 Vickers para un CMM AZ91/AIN 15% vol., sin embargo, reportan la dureza de la matriz en 92 Vickers, esto es 13 unidades superior que la matriz fabricada localmente y 25 vickers más dura que la AZ91E adquirida a proveedor. La diferencia en los valores de dureza puede ser atribuida a un tamaño de grano menor, generado principalmente, por velocidades de enfriamiento menores en ambos casos.

Tabla 4. 7 Valores de dureza para los materiales fabricados.

Material	Dureza Vickers, (5 kg)							Promedio
	Baja	P1	P2	P3	P4	P5	Alta	
AZ91E fabricada	38.8	62.2	80.7	92.2	75.8	85	95.4	79.18
AZ91E adquirida	59.8	68.1	63.7	65.5	64.9	67.7	71.9	66.97
5% oxidada	77.1	79.6	84.7	81.1	92.6	84.5	191.5	84.50
5% sin oxidar	80.2	87.5	86	90.8	83.7	90.7	91.5	87.80
10% oxidada	89.2	96.5	98.5	94.3	89.2	95	104.1	94.70
10% sin oxidar	81.9	91.5	98.6	89	85.6	90.5	275.9	91.04
15% oxidada	100	110.8	103.9	110.4	115	114	122.6	110.82
15% sin oxidar	90.6	108.1	93.4	103	102.2	100.1	135.4	101.36

Cabe resaltar que, en estas mediciones de dureza, hubo poca variación en los valores obtenidos en las diferentes secciones de las muestras, reforzando los hallazgos sobre la homogénea distribución del refuerzo en los compuestos.

4.3.8 Modulo de Young.

La tabla 4.8, enlista los valores del módulo de Young registrados para los materiales fabricados, se puede observar que estos se encuentran entre los valores obtenidos por

los modelos matemáticos de Hashin Shtrikman y de Halpin-Tsai, salvo en el caso del compuesto fabricado con un 5% de SiC sin recubrir.

Tabla 4. 8 Valores del módulo de elasticidad en los materiales fabricados.

Material	Módulo de Young (GPa)		
	Hashin Shtrikman	Halpin-Tsai	Medido
AZ91E fabricada	42.66	42.66	42.66
CMM 5% vol. Oxi.	46.13	47.34	47.80
CMM 5% vol. S/O	46.13	47.34	43.89
CMM 10% vol. Oxi.	49.90	52.38	53.57
CMM 10% vol. S/O	49.90	52.38	51.84
CMM 15% vol. Oxi.	54.01	57.81	55.59
CMM 15% vol. S/O	54.01	57.81	55.65

Estos valores están en concordancia con los reportados por otros autores que investigaron compuestos de matriz metálica reforzados por partículas cerámicas [3, 24, 132].

4.4 Desgaste mecánico.

Debido a la superficie acabado espejo de los materiales ensayados, al inicio del ensayo se presenta un coeficiente de fricción (COF) bajo, una vez degradada dicha superficie, el COF incremento hasta su estabilización pasados los 200 metros en todos los casos.

4.4.1 Coeficiente de fricción.

En la figura 4.21 se comparan los coeficientes de fricción promedio de los cuatro materiales ensayados en relación con la presión aplicada a diferentes velocidades.

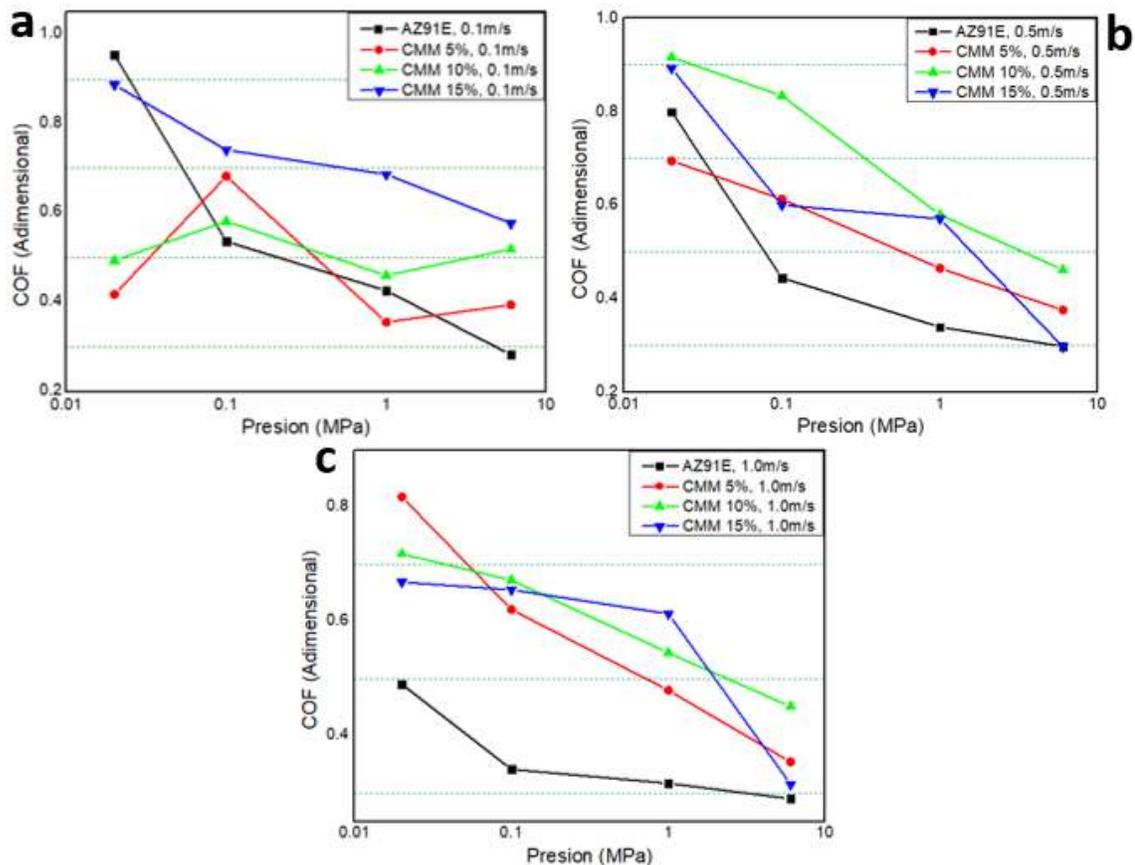


Figura 4. 21 Coeficientes de fricción promedio a: a) 0.1 m/s b) 0.5 m/s y c) 1.0 m/s.

En las tres imágenes se puede apreciar que los coeficientes de fricción COF disminuyen conforme se aumenta la presión del ensayo, siendo más claro a

velocidades de 0.5 y 1.0 m/s. A bajas velocidades (0.1 m/s) el comportamiento de los compuestos es más irregular, debido a que a bajos esfuerzos y velocidades el COF puede variar mucho con cambios en los precipitados superficiales de los compuestos ensayados.

Algo que puede apreciarse también en las gráficas de la figura 4.21, es que el COF es menor en la aleación base, debido a su menor dureza y ausencia de partículas de refuerzo que actúan como frenos en el desgaste deslizante incrementando la fuerza tangencial necesaria para el contacto deslizante y con ello el COF.

La figura 4.22, muestra los coeficientes de fricción promedio con relación a la velocidad de deslizamiento para cada una de las presiones ejercidas a las probetas.

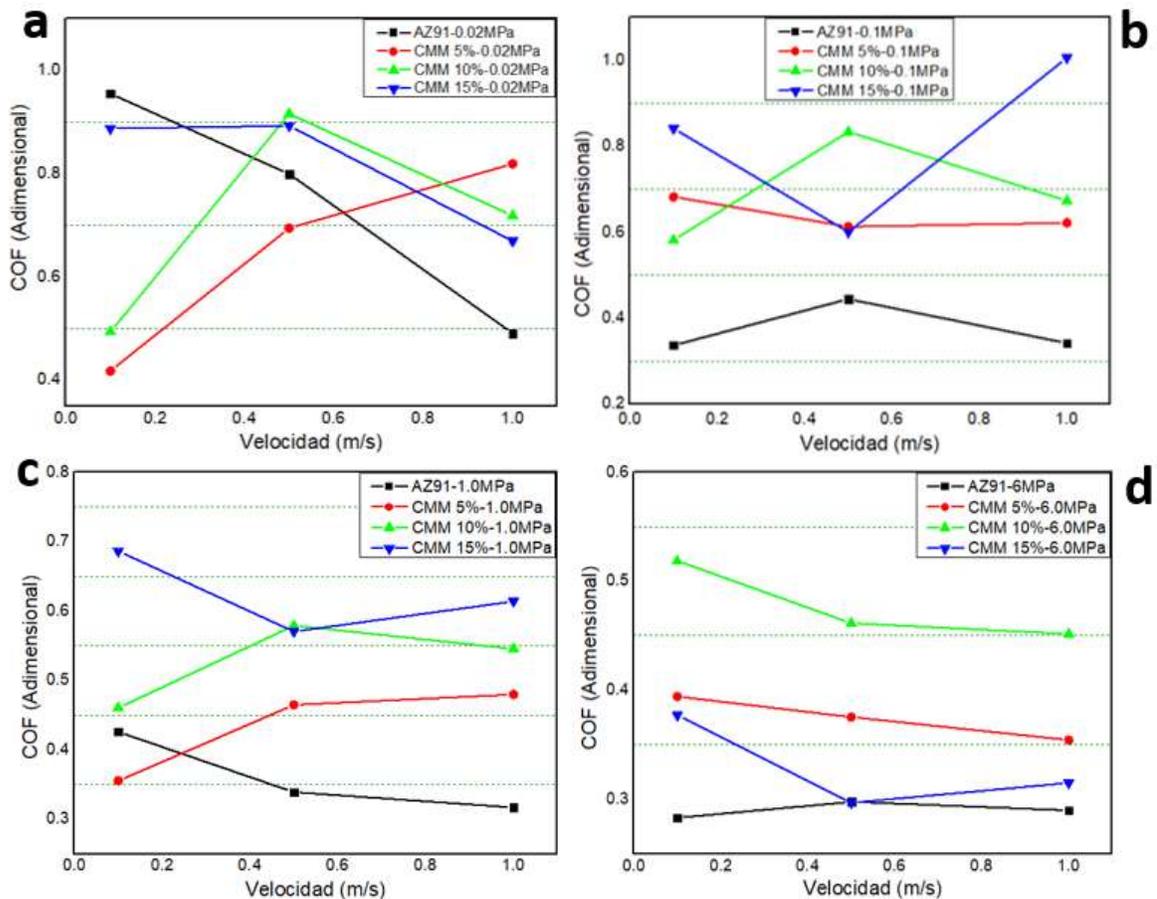


Figura 4. 22 COFs promedio a: a) 0.02 MPa, b) 0.1 MPa, c) 1.0 MPa y d) 6 MPa.

En la gráfica 4.22a), los COF no muestran una tendencia clara con respecto a la velocidad ni al tipo de material, sin embargo, en las gráficas b, c y d es claro que la velocidad afecta poco al coeficiente de fricción, con una pequeña tendencia a disminuir a velocidades mayores. Esto puede deberse que a velocidades mayores la temperatura de contacto que promueve la generación de productos triboquímicos se alcance antes, reduciendo ligeramente el coeficiente de fricción promedio del ensayo. Investigadores [97, 138, 139] encontraron que conforme incrementaban la carga normal en Mg-CMM los coeficientes de fricción (COF), disminuían sus valores promedio máximos, consistente con lo observado en el presente trabajo de investigación.

4.4.2 Temperaturas de contacto.

Las gráficas de las figuras 4.23 y 4.24 muestran la distribución de la temperatura con respecto a la distancia en los diferentes ensayos realizados. Las temperaturas más bajas se registraron a la menor presión de ensayo, con rangos entre 21 y 26°C, donde los materiales más suaves alcanzan las temperaturas menos elevadas y los duros las más bajas.

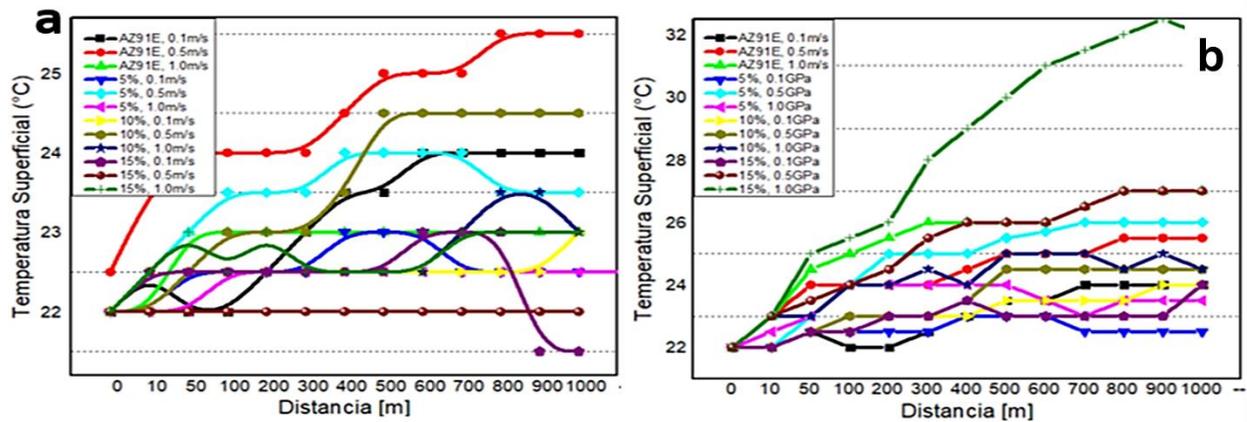


Figura 4. 23 Temperaturas de contacto con cargas de: a) 0.02MPa, b) 0.1MPa.

Por otro lado, los ensayos sujetos a presiones mayores exhiben la mayor temperatura de contacto, donde los materiales más duros alcanzan las temperaturas mayores, con

máximos de hasta 45°C. En ambos casos, la temperatura superficial depende en gran medida de la intensidad de la fuerza longitudinal durante el ensayo, producto de la fricción generada. La temperatura medida en las probetas, no es la que ocurre entre las superficies en contacto en un instante dado, es la suma de las energías generadas por los picos o materiales en contacto sino la suma de estas. Aquellos materiales que desarrollaron temperaturas elevadas durante el ensayo generaron capas de productos triboquímicos gruesas y extendidas (se revisara más a detalle en el siguiente tema), indicativo de que temperaturas elevadas promueven el desarrollo de productos de reacción.

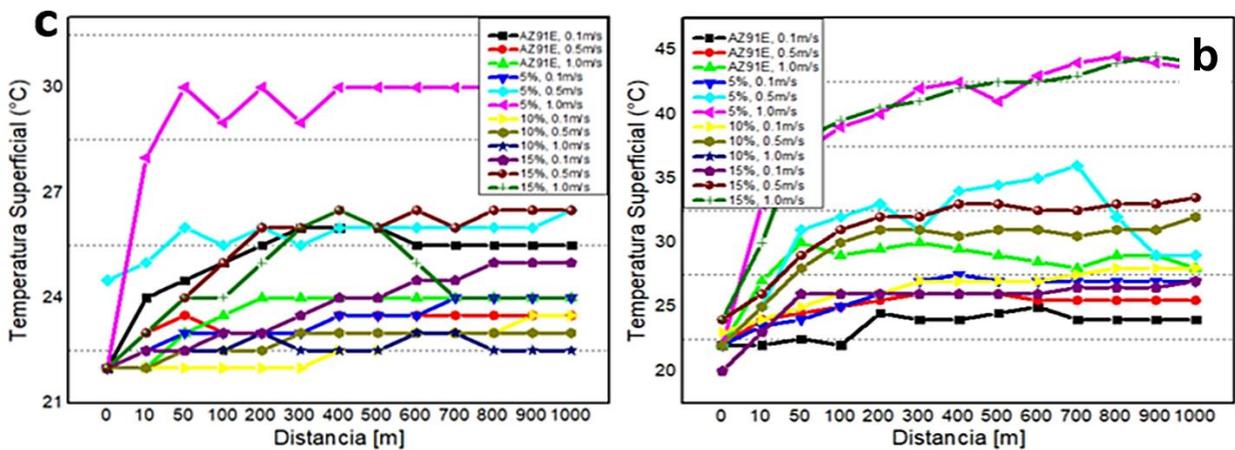


Figura 4. 24 Temperaturas de contacto con cargas de: a) 1.0MPa y b) 6.0MPa.

4.4.3 Caracterización micrográfica de las superficies desgastadas.

Las micrografías y mapeos químicos elementales llevados a cabo son usados para identificar los posibles mecanismos de desgaste, así como la extensión de estos durante los ensayos realizados.

La figura 4.25, muestra huellas generadas bajo una presión de 0.02MPa a 0.1m/s sobre la AZ91 y CMM 5% ref. vol., respectivamente. Se aprecian numerosas marcas de daño mecánico superficial, rozamientos y surcos, mayormente paralelos a la dirección de deslizamiento, típicas del mecanismo de desgaste abrasivo.

Trabajos previos en compuestos AZ91E/SiC [140, 141], muestran que, a velocidades y presiones bajas, la abrasión fue el mecanismo de desgaste dominante. Los mapeos químicos elementales de las figuras 4.25c y 4.25d permiten identificar las probables fases presentes, tales como α -Mg, β -Mg₁₇Al₁₂, MgO y Al₂O₃. Adicionalmente, es posible calcular de manera aproximada, la cantidad de estas fases presentes sobre las superficies desgastadas y con ello identificar el o los mecanismos de desgaste dominantes. En las imágenes, es posible identificar zonas ricas en aluminio (β -Mg₁₇Al₁₂) y en Mg (α -Mg), además de otras con altas concentraciones de oxígeno y aluminio o magnesio (Al₂O₃, MgO). Puede observarse líneas en forma de surcos sobre las superficies de las probetas, características del mecanismo de desgaste abrasivo.

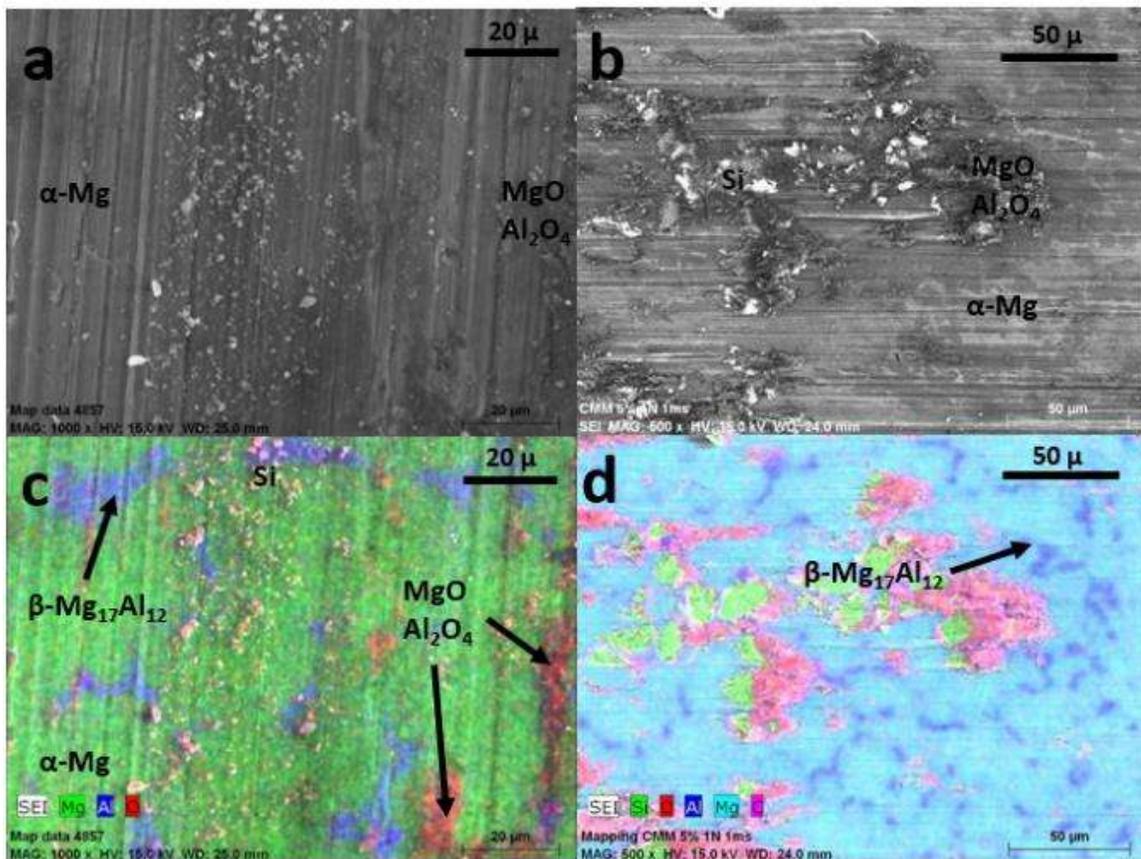


Figura 4. 25 Micrografías y mapeos elementales de: a) y c) AZ91 a 0.02MPa y 0.1m/s y b) y d) CMM 5% ref. vol. a 0.02MPa y 0.1m/s.

En las imágenes de la figura 4.26, correspondientes a probetas de materiales compuestos, se identifican partículas de refuerzo (SiC), así como cantidades importantes de hierro mezclado con oxígeno, indicando desprendimiento de material de la contraparte el cual se oxidó durante el ensayo.

El desprendimiento de material de una contraparte tan dura como la aleación M2 tratada térmicamente es posible por las partículas de refuerzo cerámicas, las cuales logran el desprendimiento del material por abrasión y micro corte, principalmente [97].

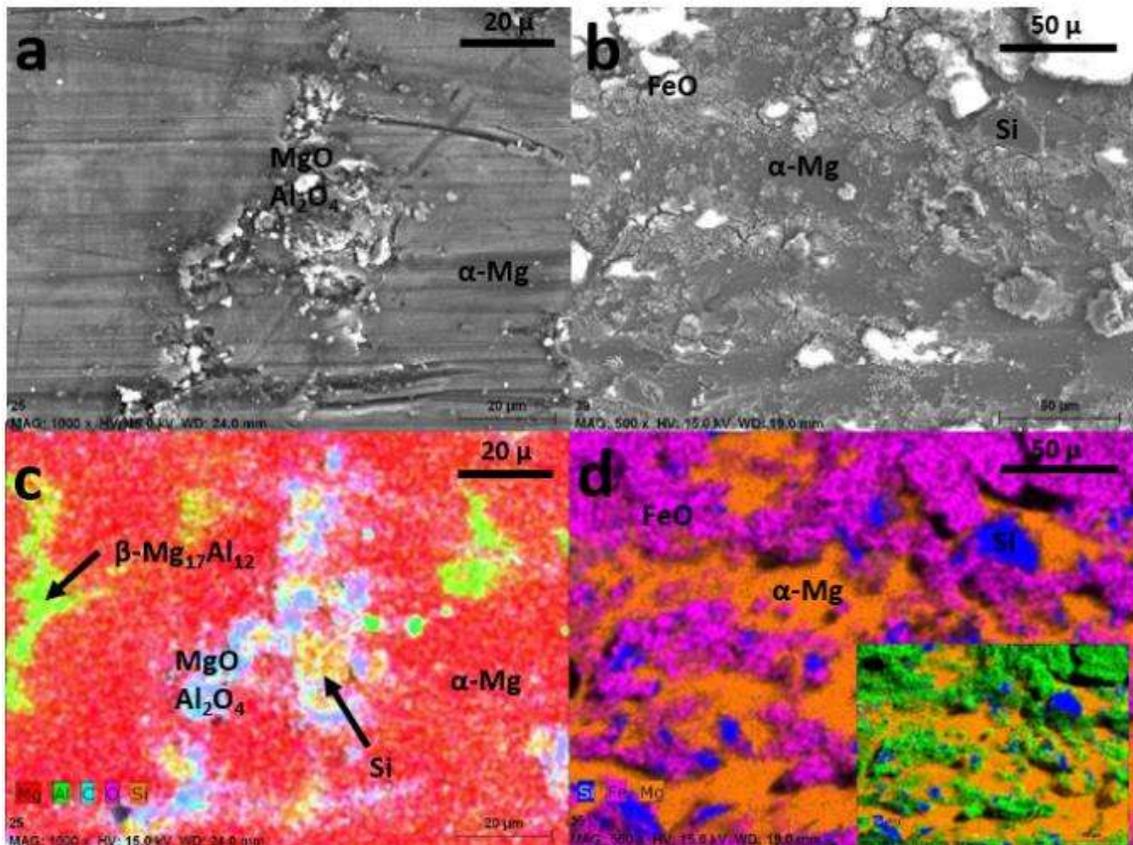


Figura 4.26 Micrografías y mapeos elementales de: a) y c) CMM 10% ref. vol. a 0.02MPa y 0.1m/s y b) y d) CMM 15% ref. vol. a 0.02MPa y 0.1m/s.

En materiales suaves, los productos triboquímicos están mayormente en los profundos surcos generados por la abrasión, en los reforzados con partículas cerámicas duras, estos se acumulan cerca de las partículas de refuerzo, esto es comprensible ya que en estos lugares se acumulan restos de material desprendido en el proceso de desgaste el

cual, por su área superficial y contacto mecánico en el sistema, es más propenso a la oxidación, tal como se aprecia en las imágenes de la figura 4.27.

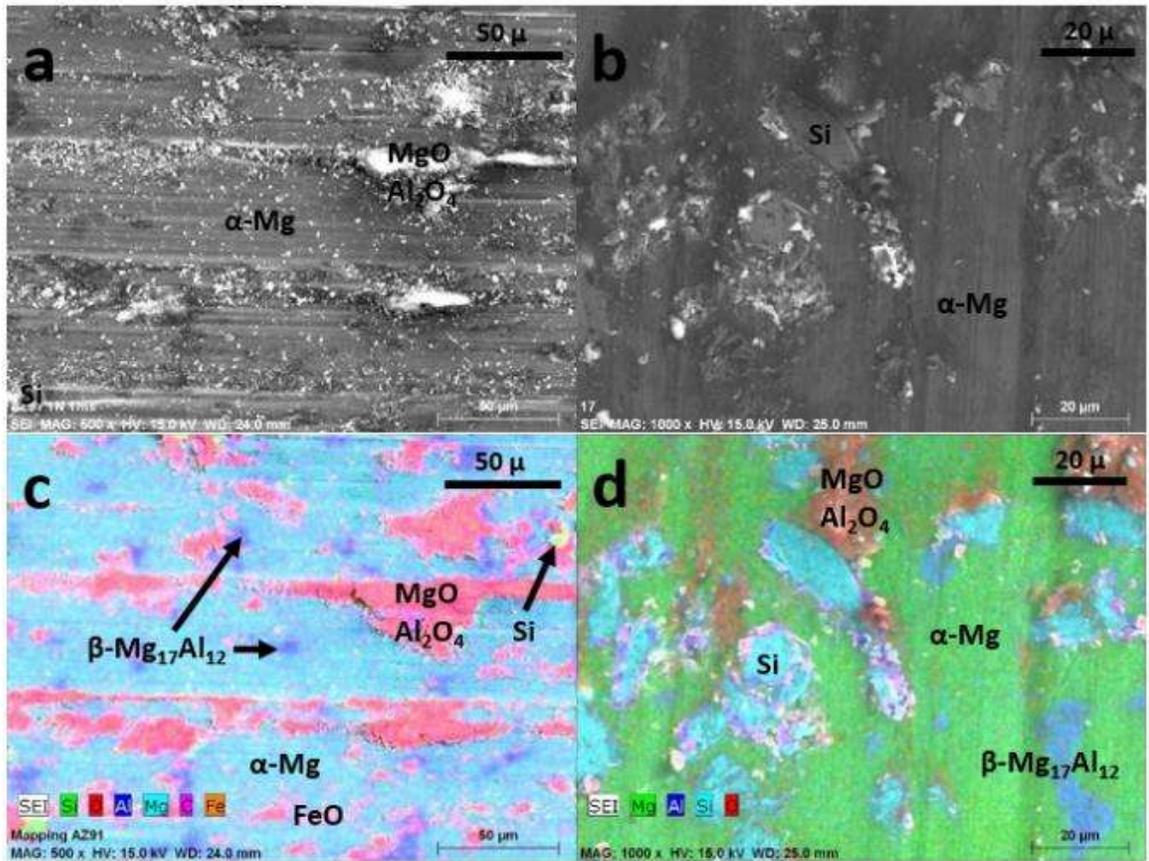


Figura 4. 27 Micrografías y mapeos elementales de: a) y c) AZ91 a 0.1MPa y 0.5m/s y b) y d) CMM 5% ref. vol. a 0.1MPa y 0.5m/s.

La figura 4.28, muestra micrografías de CMM ensayados a 0.1MPa y 0.5m/s, las líneas de abrasión aún son visibles, sin embargo, las zonas cubiertas por productos triboquímicos son mayores, formando gruesas capas de óxidos de hierro, magnesio y aluminio, en particular sobre el CMM con 15% de ref. vol. Lo anterior es congruente a lo reportado por Lym y col. [99]. A presiones y velocidades de deslizamiento mayores (6.0MPa y 1.0 m/s), la generación de productos oxidativos es mayor, pero estos están más dispersos y adheridos sobre la superficie desgastada (figura 4.29), al mismo tiempo, estos ensayos desprendieron más material durante el ensayo, esto se debe a un mayor estrés de las superficies ensayadas que reducen la resistencia al desgaste.

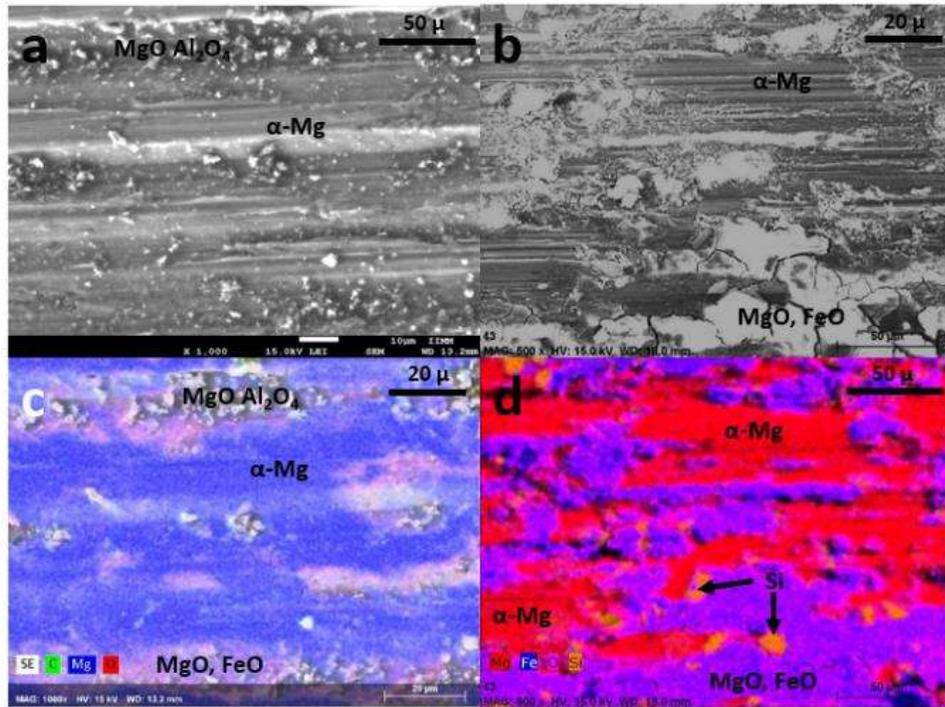


Figura 4. 28 Micrografías y mapeos elementales de: a) y c) CMM 10% ref. vol. a 0.1MPa y 0.5m/s y b) y d) CMM 15% ref. vol. a 0.1MPa y 0.5m/s.

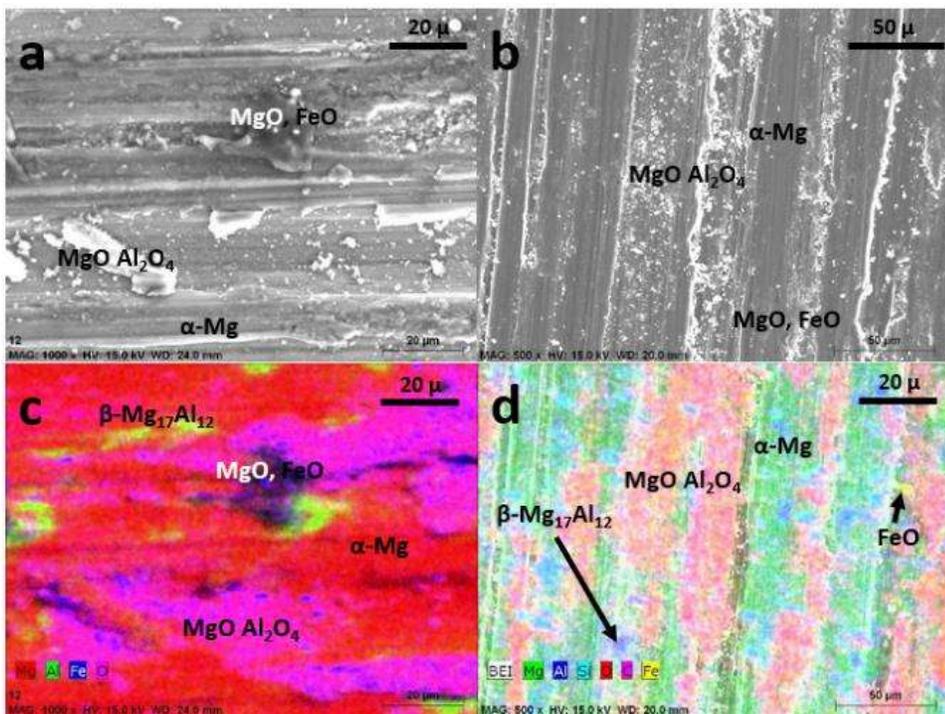


Figura 4. 29 Micrografías y mapeos elementales de: a) y c) AZ91 a 6.0MPa y 1.0m/s y b) y d) CMM 5% ref. vol. a 6.0MPa y 1.0m/s.

En la presente investigación, los materiales con mayor contenido de refuerzo generaron, en apariencia, una mayor cantidad de productos de corrosión. La figura 4.30 muestra CMM con 10 y 15% de refuerzo en volumen, donde las altas concentraciones de productos triboquímicos cubren casi completamente las huellas del desgaste abrasivo. La cantidad de hierro transferido a los compuestos también es mayor, debido a la mayor concentración de partículas de refuerzo, así como a la presión y velocidades de los ensayos, algo ya encontrado por Jie Zhang y col. [141].

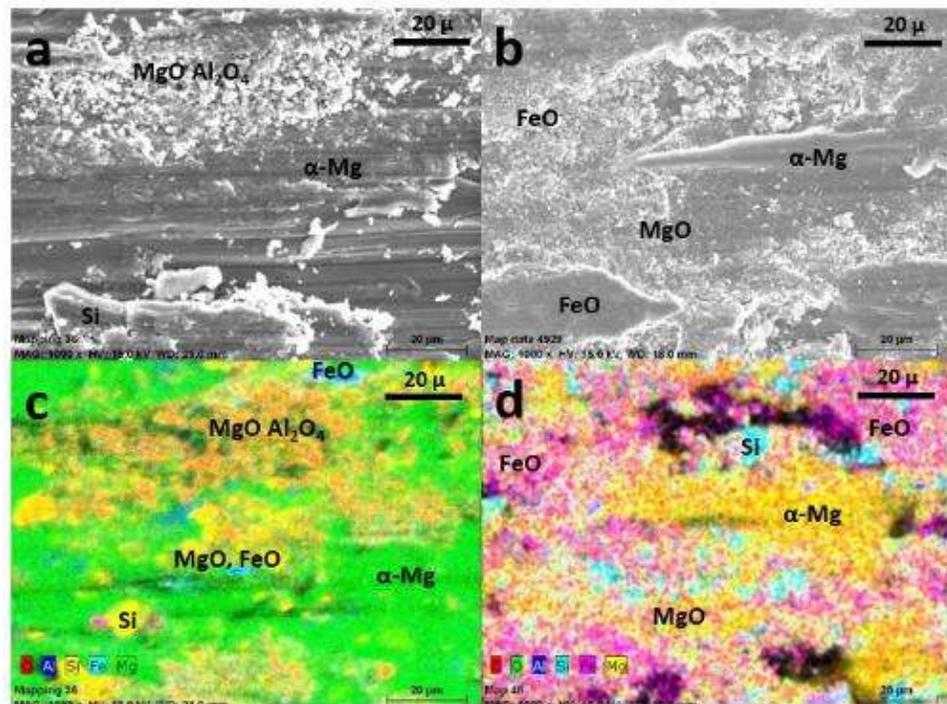


Figura 4. 30 Micrografías y mapeos elementales de: a) y c) CMM 10% ref. vol. a 6.0MPa y 1.0m/s y b) y d) CMM 15% ref. vol. a 6.0MPa y 1.0m/s.

En los ensayos realizados con 6 MPa de carga, se recuperó una mayor cantidad de material desprendido (debris), sin embargo, bajo 0.02MPa se generó muy poco. Las figuras 4.31 y 4.32, nos muestra el tipo de residuos generados en la aleación base y los CMM, el cual consta de partículas de diferentes formas y dimensiones micrométricas, como son: en escamas (características de la delaminación producidas por adhesión o fatiga superficial); alargadas (típicos del micro corte); redondeadas (por actuar como

tercer cuerpo), y las que no tienen forma definida (por haber sido plásticamente deformadas).

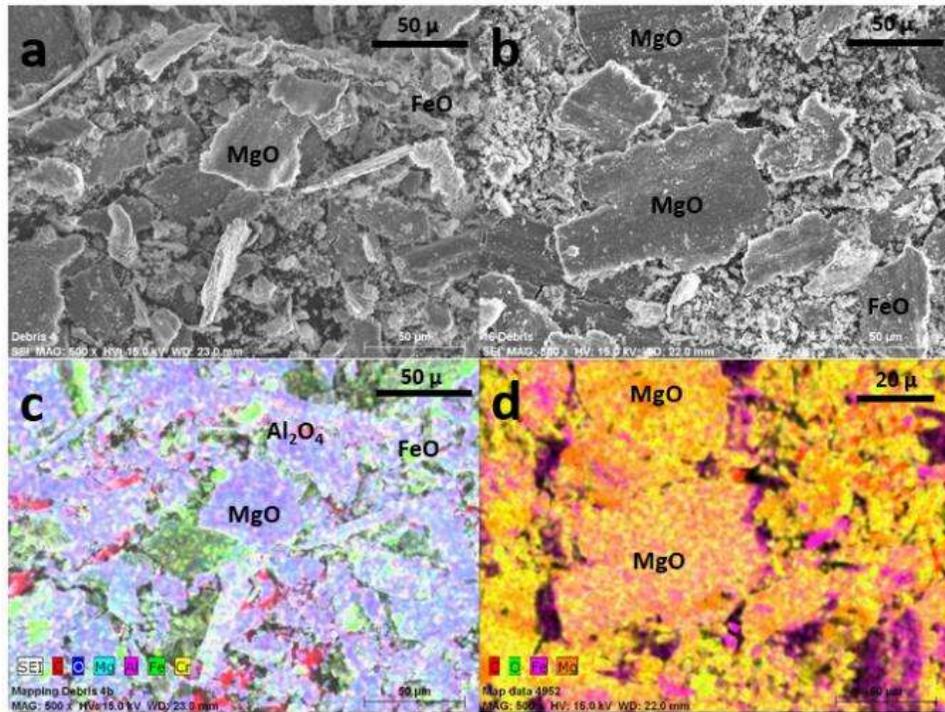


Figura 4. 31 Micrografías y mapeos elementales a debris de: a) y c) AZ91 a 6.0MPa y 0.1m/s y b) y d) CMM 5% ref. vol. a 6.0MPa y 0.1m/s.

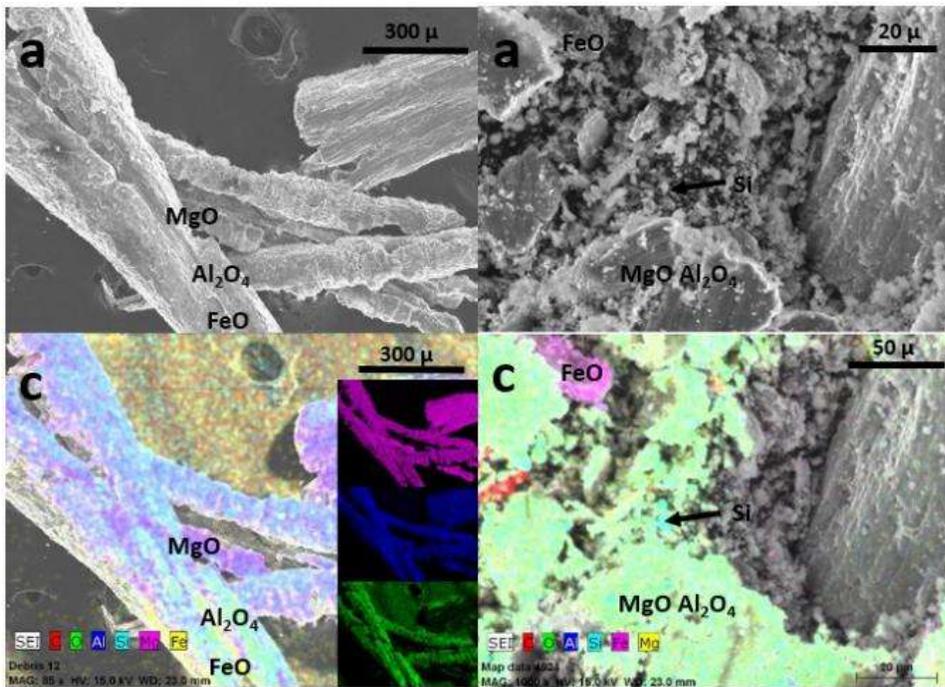


Figura 4. 32 *Micrografías y mapeos elementales a debris de: a) y c) AZ91E a 6.0MPa y 1.0m/s y b) y d) CMM 5% ref. vol. a 6.0MPa y 1.0m/s.*

El debris de la aleación base, presenta poco hierro, sin embargo, el oxígeno está presente en casi todas las partículas. En el debris de los CMM, si es posible identificar concentraciones de hierro y oxígeno sobre las partículas que forman el debris.

En la figura 4.32a, se observan partículas de hierro y SiC además de rebabas (debris) muy difíciles de encontrar en estos tamaños y compuestas de AZ91 recubiertas por óxidos de hierro, magnesio y aluminio.

4.4.4 Mecanismos de desgaste.

En los materiales ensayados, lo primero que se observa es la nula presencia de desgaste por fusión (ablandamiento), las velocidades y cargas de los ensayos no generaron la temperatura suficiente para que se presente este mecanismo de desgaste. De manera similar, el mecanismo de desgaste por adhesión solo fue visible por la presencia de algunas escamas en el material desgastado (debris) colectado de dos probetas, este mecanismo pudo presentarse en las etapas tempranas de los ensayos o más adelante, a velocidades de 1 m/s y elevadas temperaturas y presiones, C.H. Lim y colaboradores [99], reportaron la presencia de desgaste por adhesión en compuestos base magnesio bajo cargas de 30N y velocidades de 2 y 5 m/s.

Por otro lado, el desgaste por abrasión estuvo presente en todas las probetas ensayadas, siendo dominante en las probetas de la aleación base AZ91 y los compuestos con menor contenido de refuerzo (materiales con menor dureza) desgastados con bajas presiones. En las micrografías puede apreciarse que conforme creció la carga aplicada y el contenido de refuerzo de los compuestos, los productos triboquímicos incrementaron su presencia sobre la superficie de los materiales ensayados, tanto que en los compuestos con 10 y 15% de contenido de refuerzo sujetos a presiones de 1.0 y 6.0 MPa, el mecanismo de desgaste dominante fue el triboquímico (oxidativo). Las presiones mayores y el mayor contenido de material cerámico incrementan la temperatura superficial y flash, lo cual facilita la generación de

óxidos. Kumar y colaboradores [139], encontraron que a 6 y 8N de carga, la presencia de productos triboquímicos fue mayor que a 2 y 4N de carga en compuestos Mg-SiC. Otros investigadores [97, 139, 143], también encontraron la presencia de productos triboquímicos a bajas velocidades y cargas similares a las empleadas en el presente trabajo.

El desgaste por fatiga superficial se presenta a elevadas presiones en materiales duros, donde los ciclos de presión y liberación de carga generan microfracturas en una parte del material que termina fallando por fatiga y desprendiéndose en forma de pequeñas escamas.

La tabla 4.9 muestra un resumen de los principales mecanismos de desgaste presentes en los ensayos realizados. Se asignaron "X" en relación con la cantidad de área superficial cubierta por cada mecanismo de desgaste.

Tabla 4. 9 Mecanismos de desgaste encontrados en los materiales ensayados.

VELOCIDAD (m/s)	PRESION (MPa)	MATERIAL	MECANISMOS DE DESGASTE				
			Abrasión	Oxidación	Fatiga	Adhesión	Fusión
0.1	0.02	AZ91	XXXXX	X	X	0	0
		CMM 5%	XXXX	X	X	0	0
		CMM 10%	XXXX	X	X	0	0
		CMM 15%	XXXX	X	X	0	0
	0.1	AZ91	XXXXX	X	X	0	0
		CMM 5%	XXXX	X	X	0	0
		CMM 10%	XXXX	X	X	0	0
		CMM 15%	XXXX	X	XX	0	0
	1	AZ91	XXXX	X	X	0	0
		CMM 5%	XXX	X	X	0	0
		CMM 10%	XXX	XX	X	0	0
		CMM 15%	XX	XX	XX	0	0
	6	AZ91E	XXX	X	X	X	0
		CMM 5%	XXXX	X	X	0	0
		CMM 10%	XXX	XX	XX	0	0
		CMM 15%	XX	XXX	XX	0	0
0.5	0.02	AZ91E	XXXXX	X	X	0	0

		CMM 5%	XXXXX	X	X	0	0
		CMM 10%	XXXX	XX	X	0	0
		CMM 15%	XXX	XX	X	0	0
	0.1	AZ91E	XXXXX	X	X	0	0
		CMM 5%	XXXX	X	X	0	0
		CMM 10%	XXXX	X	X	0	0
		CMM 15%	XXXX	XX	XX	0	0
	1	AZ91E	XXXX	X	X	0	0
		CMM 5%	XXXX	XX	X	0	0
		CMM 10%	XXX	XX	XX	0	0
		CMM 15%	XX	XXX	XX	0	0
	6	AZ91E	XXXX	X	X	X	0
		CMM 5%	XXXX	XX	X	0	0
		CMM 10%	XX	XXX	XX	0	0
		CMM 15%	XX	XXX	XX	0	0
	1.0	0.02	AZ91E	XXXXX	X	X	0
CMM 5%			XXXXX	X	X	0	0
CMM 10%			XXXX	XX	X	0	0
CMM 15%			XXX	XX	XX	0	0
0.1		AZ91E	XXXXX	X	X	0	0
		CMM 5%	XXXX	X	X	0	0
		CMM 10%	XXXX	XX	XX	0	0
		CMM 15%	XXX	XX	XX	0	0
1		AZ91E	XXXX	X	X	0	0
		CMM 5%	XXXX	XX	X	0	0
		CMM 10%	XXX	XXX	XX	0	0
		CMM 15%	XXX	XXX	XX	0	0
6		AZ91E	XXXX	XX	X		0
		CMM 5%	XXX	XX	X	0	0
		CMM 10%	XX	XXX	XX	0	0
		CMM 15%	XX	XXX	XX	0	0
Presencia del mecanismo:		0=No presente	X=1-20%	XX=21-40%	XXX=41-60%	XXXX = 61-80%	XXXXX = 81-100%

En todos los casos se presentaron 3 mecanismos de desgaste, siendo el iniciador el abrasivo, el cual fue migrando hacia el oxidativo, con presencia del desgaste por

delaminación. En los materiales con 15% de refuerzo el desgaste oxidativo apareció primero y luego cambio hacia el abrasivo. En dos probetas ensayadas a 0.1 y 0.5 m/s bajo 6.0 MPa de presión se observaron huecos que corresponden al desgaste por adhesión.

4.4.5 Resistencia al desgaste.

La figura 4.33, muestra el volumen perdido en mm^3 de los materiales ensayados con respecto de la velocidad del ensayo.

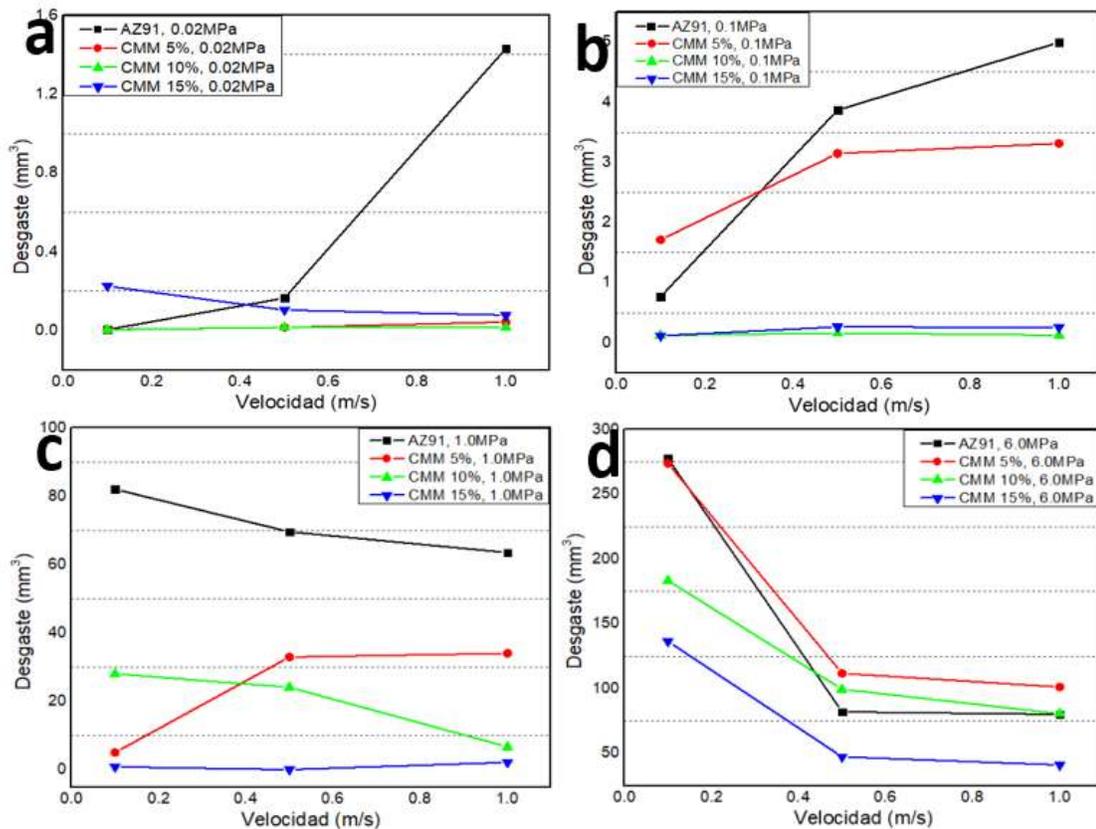


Figura 4. 33 Desgaste de los materiales ensayados con respecto a la velocidad bajo presiones de: a) 0.02MPa, b) 0.1MPa, c) 1.0MPa y d) 6.0MPa.

La cantidad de material perdido no muestra una tendencia clara con respecto a la velocidad de ejecución de los ensayos, con presiones de 0.1MPa incrementa (gráfica 4.33b), sin embargo, bajo presiones de 6.0MPa disminuyó con el incremento en la

velocidad, mientras que bajo 1MPa, unos materiales decrecen su material perdido y otros lo incrementan con respecto a la velocidad del ensayo. Con presiones bajas, el incremento en la velocidad reduce la cantidad de partículas que actúan como tercer cuerpo (third party) incrementando el contacto de dos cuerpos y con ello la pérdida de material. Sin embargo, a presiones mayores, los productos corrosivos generados al inicio del ensayo actúan como lubricantes, reduciendo el contacto entre dos cuerpos y lubricando el contacto de tres cuerpos y con ello, reduciendo la pérdida de material.

En la figura 4.34, se analiza el desgaste en relación con la presión aplicada a los materiales estudiados.

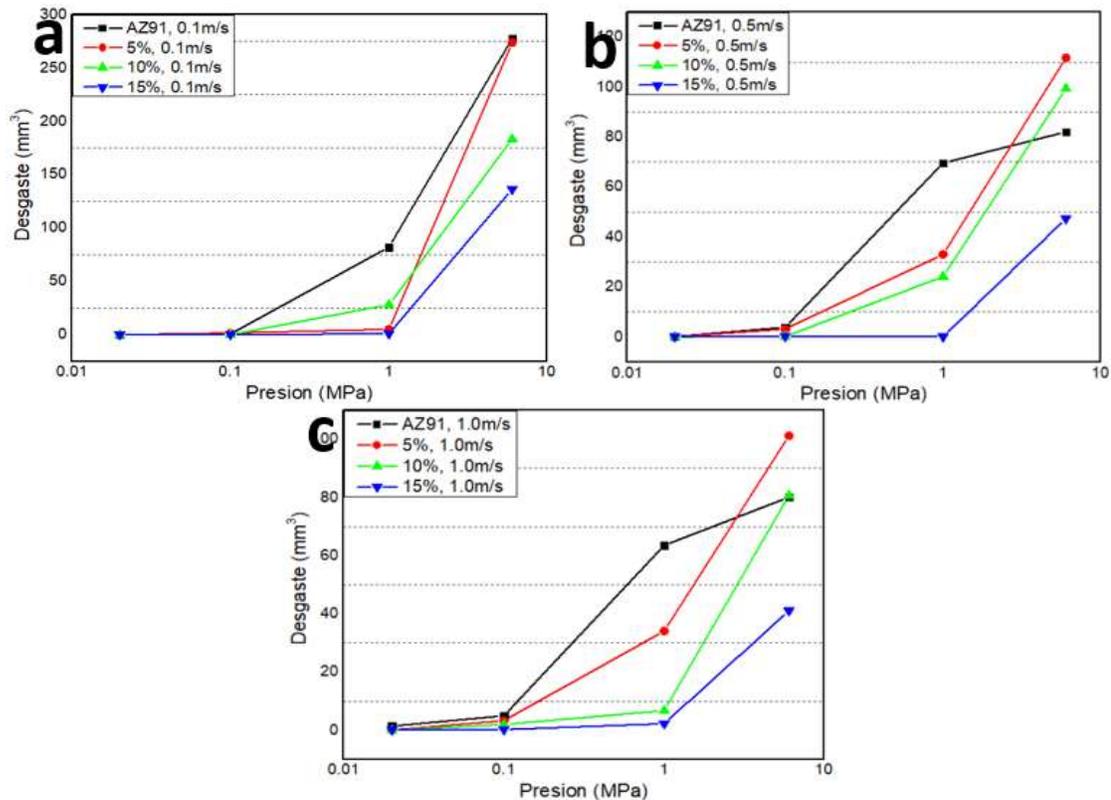


Figura 4. 34 Desgaste de los materiales ensayados con respecto a la presión bajo velocidades de: a) 0.1 m/s, b) 0.5 m/s y c) 1.0 m/s.

Es claro que conforme incrementa la presión, la pérdida de material es mayor, a presiones de 0.02MPa la pérdida de material fue menor a 1 mm³ en todos los CMM,

menor a 5 mm^3 bajo 0.1 MPa , a partir de 1 MPa la pérdida de material es ya considerable. Se observa que los materiales que más material perdieron fueron la aleación base y los CMM con 5% de refuerzo en volumen, y los que lo hicieron en menor medida fueron aquellos reforzados en mayor cantidad, lo cual es consistente con lo reportado por Chinn Yeo Lim y colaboradores [99].

Para propósitos de diseño y desarrollo de materiales es necesario tener algún parámetro cuantitativo universal para el desgaste. Usar el volumen de material desgastado no es útil ni ilustrativo debido a las diferencias en las condiciones de prueba usadas, es común el uso de la tasa de desgaste como una relación entre el volumen perdido, la carga aplicada (presión) y la distancia del ensayo. Esta relación conocida como tasa de desgaste (Ec. 2.23) es estudiada en la figura 4.35.

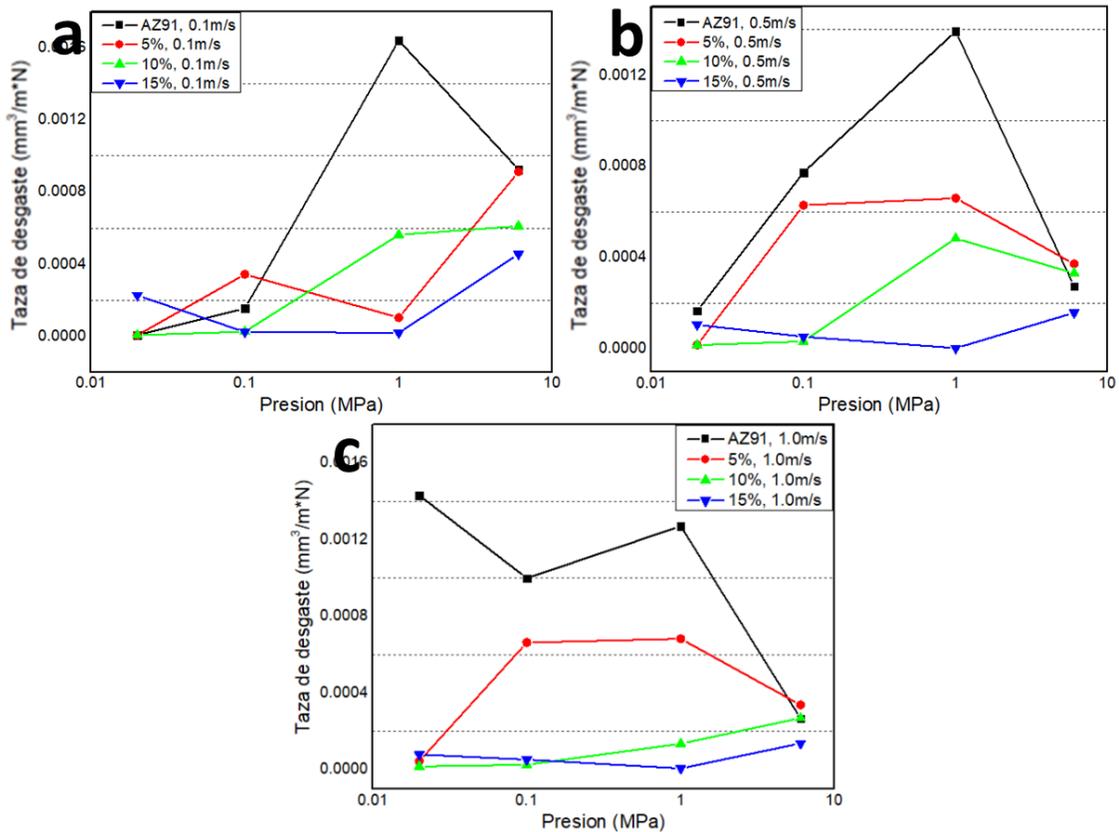


Figura 4. 35 Tasa de desgaste de los materiales ensayados con respecto a la presión bajo velocidades de: a) 0.1 m/s, b) 0.5 m/s y c) 1.0 m/s.

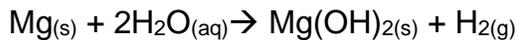
La aleación AZ91 mostró tasas de desgaste con un comportamiento irregular, sin embargo, se puede observar que esta tiene su mejor comportamiento a bajas cargas y velocidades. Por otro lado, los materiales con mayor contenido de refuerzo se comportan de manera más homogénea en las diferentes condiciones ensayadas. Sin embargo, la mayor resistencia al desgaste en los materiales ensayados se observó a bajas y moderadas velocidades y presiones de trabajo.

Otros investigadores encontraron comportamientos similares en materiales compuestos reforzados por partículas cerámicas [128, 142, 144].

4.5 Caracterización electroquímica.

4.5.1 Potencial de circuito abierto.

La matriz base magnesio (AZ91) exhibió una gran reactividad en la solución de NaCl 3.5% peso (Fig. 4.36). Este comportamiento está relacionado con la disolución de la fase alfa y la creación de una nueva superficie, mayor y formada principalmente, por la fase beta y productos de corrosión, tales como $Mg(OH)_2$ (Ec. 4.12), el cual reduce la permeabilidad de la solución hacia la fase alfa y con ello su disolución, incrementando la resistencia a la corrosión de la aleación. Autores como Singh et al. [129], reportaron un potencial estable de 1.6 V después de 30 minutos de exposición de la AZ91 a NaCl 3.5% peso.



(Ec. 4.12)

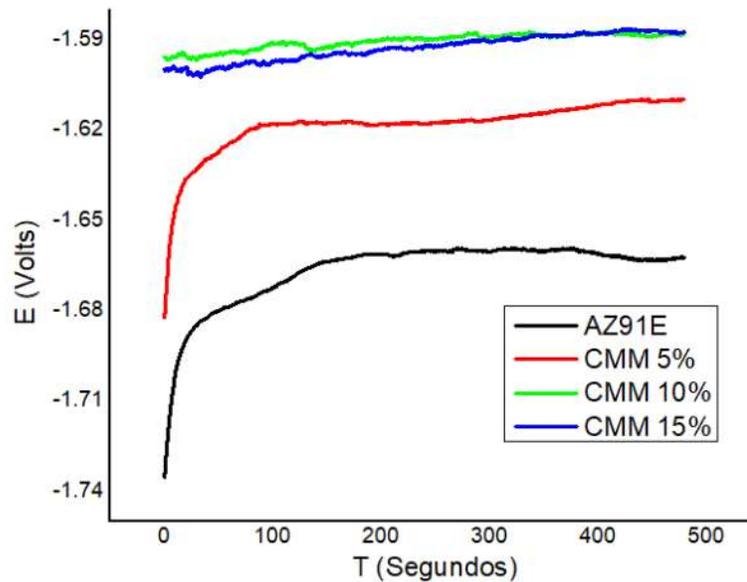


Figura 4. 36 Potencial a circuito abierto vs tiempo en la AZ91 y los CMM estudiados.

Por otro lado, los materiales compuestos de matriz metálica fabricados en la presente investigación presentaron una menor reactividad, atribuible a la presencia del refuerzo cerámico.

4.5.2 Curvas de polarización.

La figura 4.37 muestra las curvas de polarización de los materiales estudiados, La tabla 4.10 enlista los parámetros utilizados para la realización de estas pruebas. En la figura 4.37, se observa que la aleación muestra un comportamiento más activo, con transferencia de carga como mecanismo principal y sin mostrar pasivación en la zona anódica.

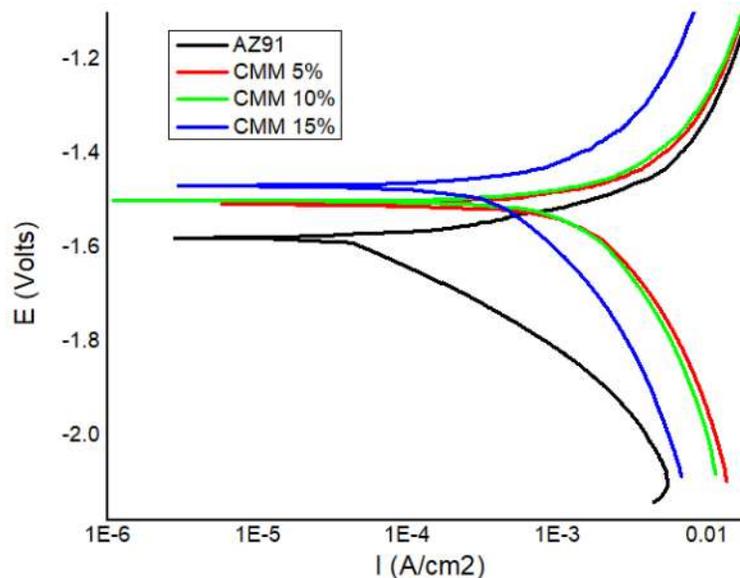


Figura 4. 37 Curvas de polarización de los materiales estudiados

En los CMM, por otro lado, se identifica la transferencia de masa como mecanismo principal, el potencial exhibido fue menor en todos los compuestos analizados con respecto a la matriz, tampoco se identificó pasivación en la parte anódica. Singh et al. [142] reportó un potencial de -1.505 V para la aleación AZ91 con el mismo electrolito,

similar a lo encontrado en esta investigación; sin embargo, otros autores reportaron valores significativamente diferentes para la aleación AZ91 [143]. Las diferencias en V_{corr} no son significativas entre los materiales estudiados, y la reducción de este valor en los CMM se debe, principalmente al incremento en volumen del refuerzo electroquímicamente estable, lo que reduce el área expuesta de la aleación AZ91.

Tabla 4. 10 Parámetros electroquímicos de las curvas de polarización.

Material	E_{corr} (V)	b_a (mV/década)	b_c (mV/década)	i_{corr} (A/cm ²)	V_{corr} (mm/año)
AZ91E	-1.580	82.30	178.90	2.78E-05	23.97
CMM 5%	-1.507	217.79	468.31	5.74E-05	45.25
CMM 10%	-1.531	222.79	453.47	4.84E-05	35.43
CMM 15%	-1.469	171.94	341.81	2.94E-05	19.96

Lunder et al. [144] al estudiar la aleación AZ91, reportó que cuando la fase β está presente de manera dispersa y separada, actúa como cátodo y la fase α como ánodo, generando un par galvánico que acelera la corrosión; sin embargo, si estas segregaciones de intermetálicos se encuentra más cerca entre sí, puede extender su capacidad protectora sobre la aleación, reduciendo la corrosión.

4.5.3 Espectroscopia de impedancia electroquímica.

Los diagramas de Nyquist de la aleación y los compuestos de la figura 4.38, muestran un semicírculo capacitivo a frecuencias altas e intermedias, lo que indica que el proceso de corrosión se realiza mediante transferencia de carga desde el metal a la interfaz a través de la doble capa electroquímica, sin embargo, a bajas frecuencias parecen ocurrir comportamientos inductivos. Otros autores [145] describieron un proceso similar para altas frecuencias encontrando que, para frecuencias bajas e intermedias, el proceso de corrosión está dominado por la difusión iónica. Singh et al. [129] y Cao et al.

[146] reportaron comportamientos inductivos en bajas frecuencias para aleaciones AZ91.

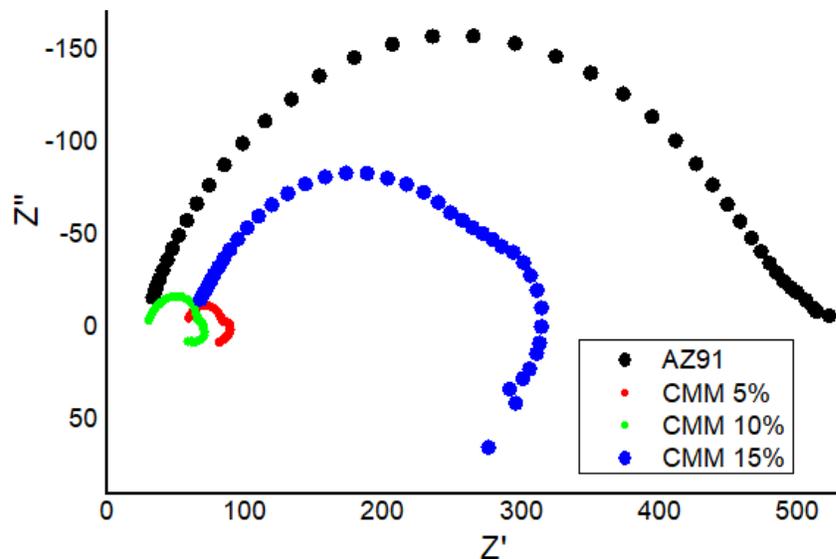


Figura 4. 38 Diagrama de Nyquist de todos los materiales estudiados.

Puede observarse que la resistencia a la transferencia de carga es mayor en la aleación que en los materiales compuestos, esto puede explicarse por la distribución homogénea del intermetálico $Al_{12}Mg_{17}$ por la matriz, maximizando su función protectora, mientras que en los CMM, el intermetálico se concentra alrededor de las partículas de refuerzo, dejando la fase α -Mg sin la protección del intermetálico $Al_{12}Mg_{17}$, que aunque ven incrementada el área resistente a la transferencia de carga (intermetálico y partículas de SiC), exponen una gran área de la fase α -Mg (magnesio puro) prácticamente sin protección.

4.5.4 Caracterización de los productos de corrosión.

La superficie corroída de la aleación AZ91, puede apreciarse en la figura 4.39, donde se observa que no toda la superficie presenta daño por corrosión (Figura 4.39a). Sin embargo, se observan picaduras y subproductos del proceso de corrosión, como

agregados base magnesio, cloro y oxígeno, como lo indica el espectrograma (EDX) de la figura 4.40. El resto de la superficie muestra una cubierta no homogénea de lo que parece ser $Mg(OH)_2$, como lo indican estudios realizados por Falcón et al., que describieron una película porosa y fracturada de $Mg(OH)_2$ sobre la superficie de la aleación AZ91E, como un producto de corrosión.

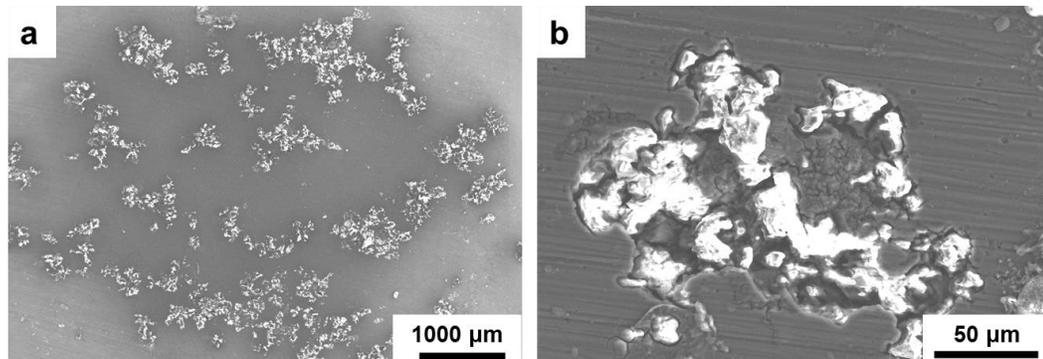


Figura 4. 39 Productos de corrosión en la aleación AZ91E, a) a 50x, zonas corroídas aisladas, b) a 500x, picaduras.

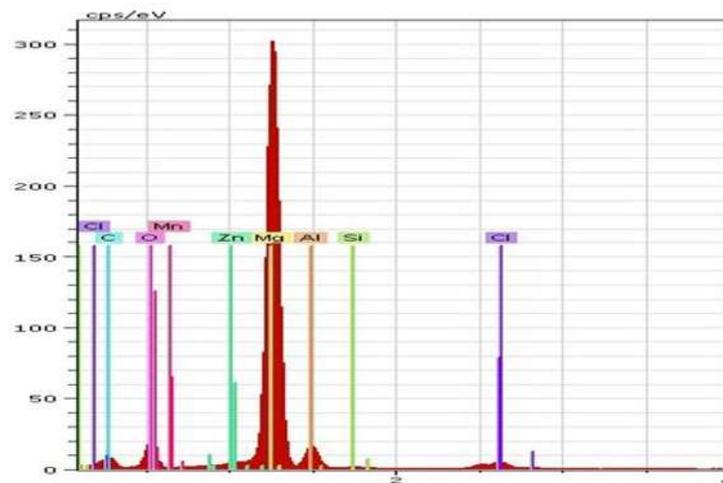


Figura 4. 40 EDX de los productos de corrosión en la aleación AZ91E.

En la figura 4.41, se observan los productos de corrosión del CMM con 5% de refuerzo. A diferencia de la aleación, los agregados parecen cubrir la totalidad de la superficie, en forma de una película fracturada a todo lo largo y con pequeñas protuberancias. El análisis por EDX de la figura 4.42, indica una mayor presencia de cloro y oxígeno,

congruente con la mayor cantidad de agregados superficiales. La presencia de Si en el espectro, es debido a las partículas de refuerzo de SiC.

Falcón et al. [145], también reportó la presencia de $Mg(OH)_2$ como un producto de corrosión en compuestos AZ91E/TiC, lo cual corresponde con la reacción electroquímica previamente descrita (Ecuación 4.12).

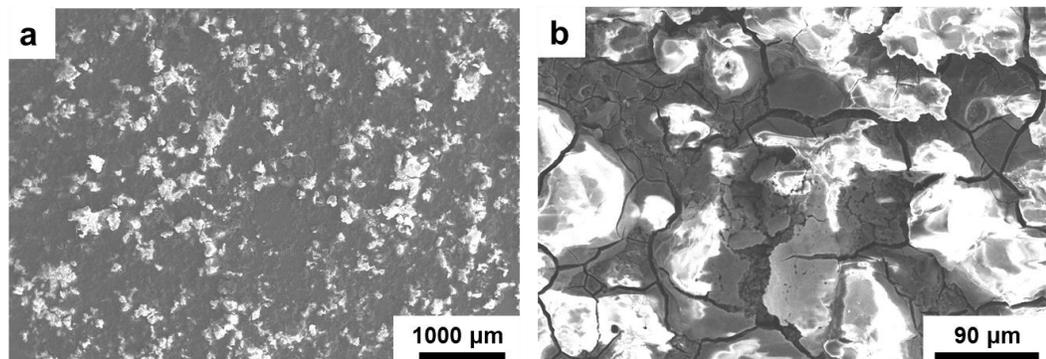


Figura 4. 41 Superficie corroída en el CMM 5%, a) 50x, gran área cubierta de óxidos, b) 250x, película porosa cubriendo toda la superficie corroída.

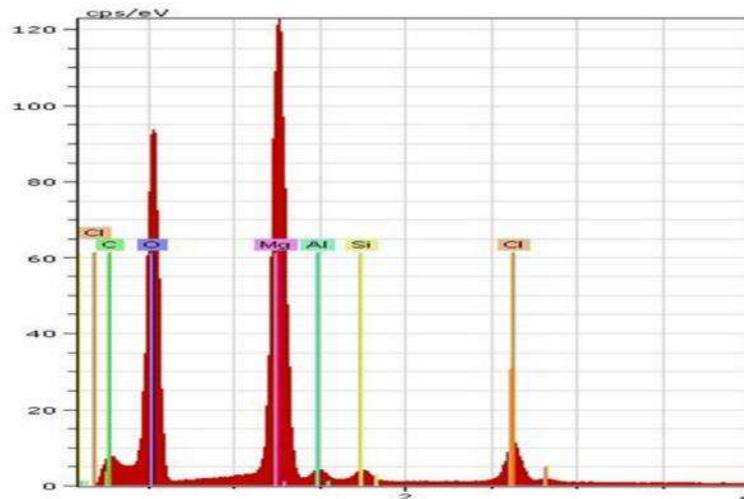


Figura 4. 42 EDX de la superficie corroída en los CMM 5%.

Las figuras 4.43 y 4.45, muestran las superficies corroídas de los CMM con 10 y 15% de refuerzo en volumen. Si bien la morfología y mecanismos de corrosión son similares

al CMM 5% ref. vol., se puede apreciar que, la superficie dañada y la cantidad de productos de corrosión, son menores, conforme la cantidad de refuerzo incrementa.

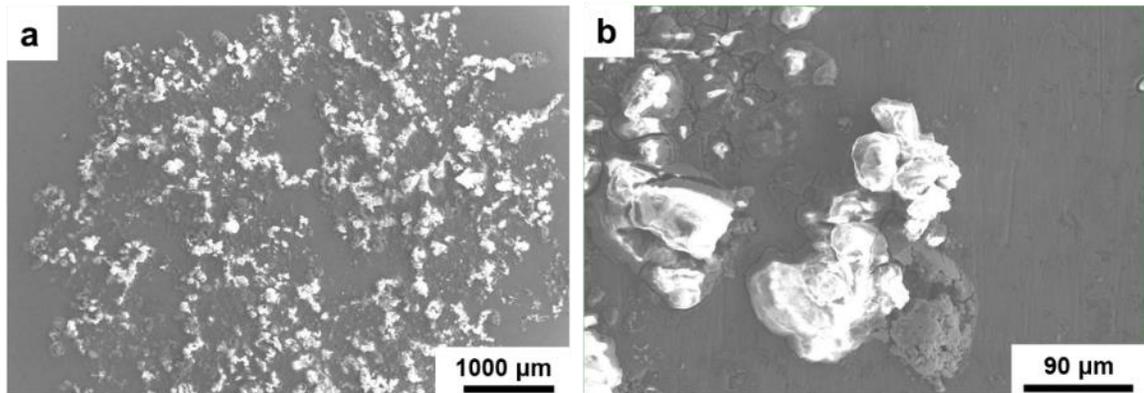


Figura 4. 43 Superficie corroída en los CMM 10%, a) a 50x, gran área cubierta de óxidos, b) a 250x, la película de óxidos no cubre toda la superficie.

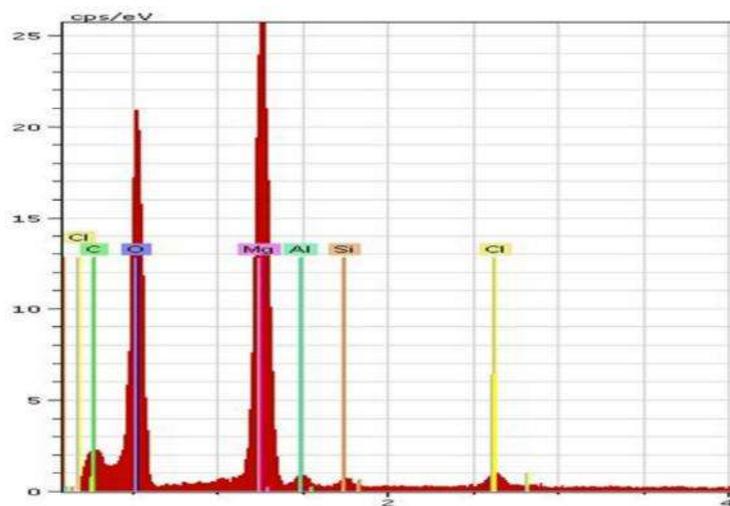


Figura 4. 44 EDX de los productos de corrosión en el CMM 10% ref. vol.

En los EDX de los materiales compuestos (Figuras 4.42, 4.44 y 4.46), los picos de oxígeno y cloro disminuyen al incrementar el volumen de refuerzo, de manera inversa a como incrementa el del silicio (Si), lo cual reafirma que, al incrementar el contenido de refuerzo, incrementa la resistencia a la corrosión en los CMM.

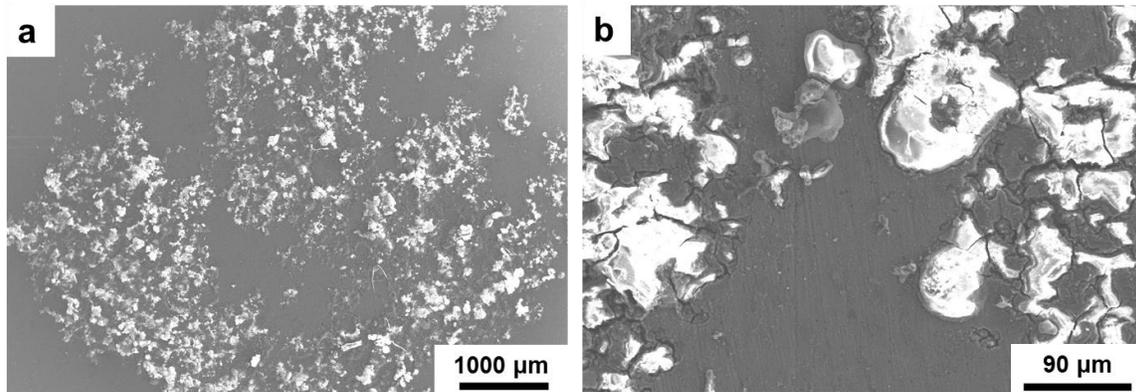


Figura 4. 45 Productos de corrosión en el CMM 15% ref. vol., a) a 50x, el área corroída es menor, b) a 250x, la película agrietada no es uniforme.

La resistencia a la corrosión de la aleación AZ91, está determinado, en gran medida por la fase β ($Mg_{17}Al_{12}$); por un lado y debido a que presenta un potencial menor al magnesio (-1.3 contra -1.6 V en NaCl [147]), puede actuar como par galvánico incrementando la corrosión, por otro lado, si esta fase está distribuida a corta distancia entre sí y de manera homogénea, su barrera protectora se extenderá por sobre toda la aleación, otorgándole gran resistencia a la corrosión [144] figura 4.47.

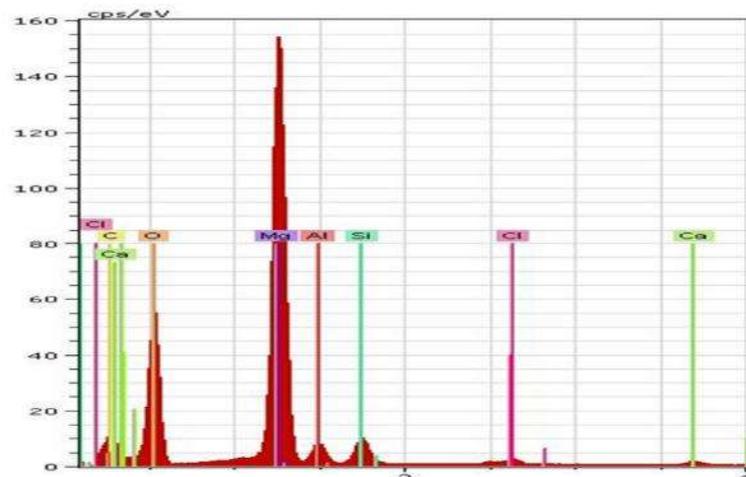


Figura 4. 46 EDX de la superficie corroída de los CMM 15% ref. vol.

De acuerdo con Pardo et al. [148], la aleación AZ91 muestra una buena resistencia a la corrosión, debido a que al degradarse la fase α , esta deja al descubierto cantidades

adicionales de fase β (resistente a la corrosión) además de subproductos de corrosión ($\text{Mg}(\text{OH})_2$) que reducen la difusión del electrolito hacia fase alfa sin reaccionar.

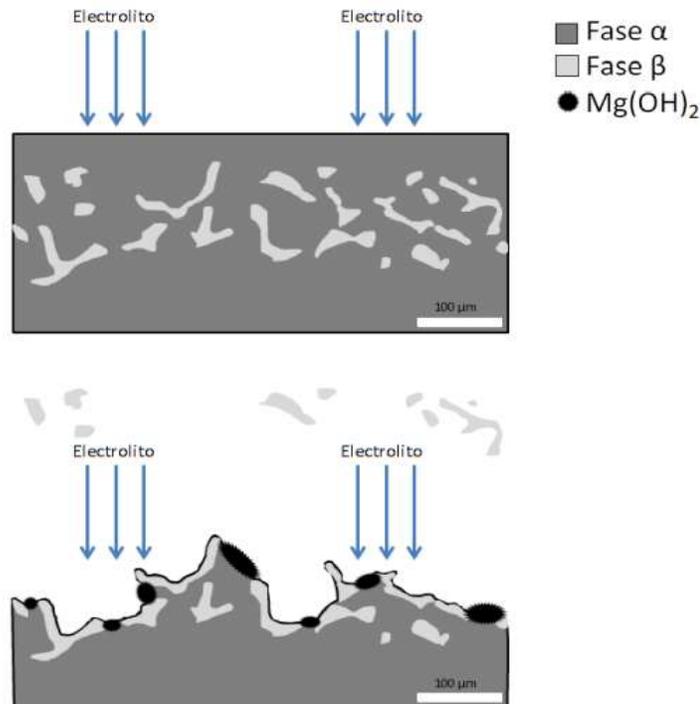


Figura 4. 47 Modelo del mecanismo de corrosión en la aleación AZ91 [149].

El mecanismo de corrosión de los CMM AZ91/SiC es similar al de la aleación; con la reducción de la fase alfa, la nueva superficie formada por la fase beta, productos de corrosión y partículas cerámicas, es más resistente a la corrosión, figura 4.48. Debido a que el aluminio (en forma de $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$) tiende a solidificar alrededor de las partículas de refuerzo, cuando el CMM contiene bajos volúmenes de refuerzo, la fase más protectora de la aleación tiende a quedar dispersa y alejada entre sí, reduciendo la resistencia a la corrosión de estos compuestos con relación a la aleación base. Sin embargo, al incrementar la cantidad de refuerzo, la distancia que separa a las partículas de refuerzo se reduce, logrando con ello, una distribución más homogénea de la fase protectora, incrementado su resistencia a la corrosión [144].

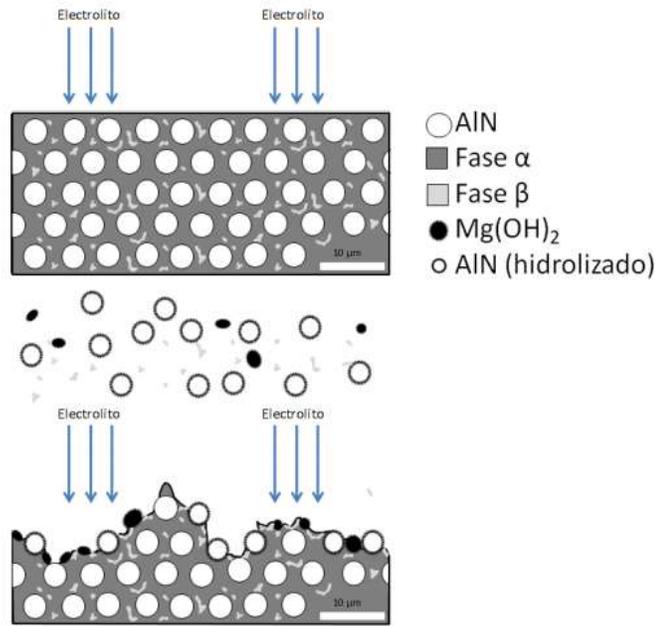


Figura 4. 48 Modelo del mecanismo de corrosión en los CMM [149].

CAPITULO V

CONCLUSIONES

CAPÍTULO V. CONCLUSIONES

En base al trabajo realizado sobre la fabricación y caracterización de materiales compuestos de matriz metálica Mg-AZ91/SiC por el método de fundición con agitación, se desprenden las siguientes series de conclusiones:

1. Después de analizar los resultados de los **ángulos de contacto** y dinámica de esparcimiento de la gota de aleación metálica Mg-AZ91 sobre sustratos de SiC y SiO₂, en el rango de temperaturas de 700-900 °C, bajo una atmósfera de argón de alta pureza, usando el método de gota estática sobre sustrato sólido (sessile drop method) se han obtenido las siguientes conclusiones:

- El sistema AZ91E-SiO₂, mostró buena mojabilidad con ángulos de contacto menores a 80° para temperaturas entre 700 y 800 °C, y menores a 35° para 900 °C, decreciendo rápidamente, conforme al tiempo transcurrió en el intervalo isotérmico.
- El sistema AZ91E-SiC, presentó ángulos de contacto superiores a 120° entre 700-800°, solo a 900°C mostro buena mojabilidad, con ángulos menores a 40°.
- Las reacciones interfaciales generaron una capa delgada de productos de reacción, consistente principalmente de Mg₂Si y MgO.
- En los ensayos realizados a altas temperaturas, la elevada evaporación del Mg incrementa la concentración de Al en la gota, promoviendo la generación de alúmina (Al₂O₃), carburos del tipo Al_xC_y, y en menor medida, espinela (MgAl₂O₄).
- Precipitados ricos en Mn, fueron detectados cerca de la película interfacial, lo cual puede explicarse, por la mayor temperatura de fusión de las fases α-Mg y β-Mg₁₇Al₁₂, fases principales de la aleación estudiada, AZ91E.
- La formación de Mg₂Si parece ser el principal contribuidor para reducir la tensión superficial, y con esto, mejorar el mojado en los sistemas estudiados.

2. A partir de los estudios realizados para determinar el **desempeño mecánico y físico** de la aleación AZ91 y los materiales compuestos AZ91/SiC fabricados, se han obtenido las siguientes conclusiones:

- Las partículas de SiC elegidas como refuerzo pueden ser efectivamente recubiertas de una capa de SiO₂ tras un proceso térmico a 1300 °C por 3 horas en atmósfera de aire.
- Se logró la distribución de las partículas de refuerzo en la matriz de AZ91 es homogénea.
- En los compuestos fabricados se presentaron varias fases, como las esperadas Mg, Mg₁₇Al₁₂, SiC y SiO₂ y otras no deseadas como el MgO y la alúmina, las cuales parecen no tener un impacto significativo en las propiedades mecánicas hasta ahora medidas.
- El intermetálico Mg₁₇Al₁₂ se agrupa, en parte, alrededor de las partículas de refuerzo, lo que promueve la reducción del SiO₂ para formar alúmina.
- La densidad en los CMM reforzados con partículas recubiertas fue mayor en 0.04 g/cm³, y con ello la porosidad fue mayor en los materiales reforzados con partículas sin recubrir en un promedio de 2%, esto debido muy probablemente a la liberación de H₂ y CO₂ por la generación y posterior reducción del carburo de aluminio (Al₄C₃) en hidróxido de aluminio [Al(OH)₃].
- La dureza medida en todos los CMM fue superior a la de la aleación base fabricada, y a mayor cantidad de refuerzo mayor dureza exhibida. También, los valores de dureza Vickers en los compuestos con partículas recubiertas, fueron ligeramente superiores a aquellos de los CMM reforzados con partículas sin recubrir, producto de una mayor porosidad, así como muy probablemente de una interfase matriz refuerzo más débil.
- El módulo de Young incrementó de manera proporcional a la cantidad de refuerzo, en todos los casos, y dentro de los valores predichos por los modelos matemáticos de Hashin Shtrikman y de Halpin-Tsai; salvo el CMM 5% ref. vol.

sin recubrir, el cual presentó valores ligeramente inferiores, debido a una mayor porosidad, producto de un proceso de fabricación deficiente.

3. Desprendido del análisis de la **resistencia al desgaste** de la aleación AZ91 y de los CMM AZ91/SiC, a través de ensayos recíprocos del tipo perno sobre disco bajo presiones desde 0.02 hasta 6 MPa y velocidades de 0.1, 0.5 y 1 m/s se han obtenido las siguientes conclusiones:

- En los compuestos fabricados se presentaron varias fases, como las esperadas Mg, $Mg_{17}Al_{12}$, SiC y SiO_2 y otras no deseadas como el MgO y la alúmina, las cuales parecen no tener un impacto significativo en las propiedades mecánicas medidas.
- El intermetálico $Mg_{17}Al_{12}$ se agrupa, en parte, alrededor de las partículas de refuerzo, lo que promueve la reducción del SiO_2 por la alúmina.
- La densidad en los CMM reforzados con partículas recubiertas fue mayor en 0.04 g/cm^3 , y con ello la porosidad fue mayor en los materiales reforzados con partículas sin recubrir en un promedio de 2%, esto debido muy probablemente a la liberación de H_2 y CO_2 por la generación y posterior reducción del carburo de aluminio (Al_4C_3) en hidróxido de aluminio [$Al(OH)_3$].
- La dureza medida en todos los CMM fue superior a la de la aleación base fabricada, y a mayor cantidad de refuerzo mayor dureza exhibida. También, los valores de dureza Vickers en los compuestos con partículas recubiertas, fueron en promedio, 3 unidades superiores a aquellos de los CMM reforzados con partículas sin recubrir, producto de una mayor porosidad, así como muy probablemente de una interfase matriz refuerzo más débil.
- El módulo de Young incrementó de manera proporcional a la cantidad de refuerzo, en todos los casos, y dentro de los valores predichos por los modelos matemáticos de Hashin Shtrikman y de Halpin-Tsai; salvo el CMM 5% ref. vol. sin recubrir, el cual presentó valores ligeramente inferiores, debido a una mayor porosidad, producto de un proceso de fabricación deficiente.

4. A partir de los estudios sobre el **comportamiento a la corrosión** de la aleación AZ91 y de los materiales compuestos AZ91/SiC en ambientes salinos (inmersión en 3,5% NaCl) se han obtenido las siguientes conclusiones:

- Capas no uniformes de hasta 5 micras de aluminio se agrupan alrededor de las partículas cerámicas de refuerzo, información por EDS indica que se trata de la fase β , el intermetálico $Mg_{17}Al_{12}$.
- La resistencia a la corrosión fue mayor en el CMM 15% ref. vol. con 19.96 mm por año, mientras que la aleación base AZ91 fue el segundo material con mayor resistencia a la corrosión al registrar 23.97 mm por año.
- En los materiales compuestos, se observó que, a mayor contenido de refuerzo, mayor resistencia a la corrosión.
- La acumulación de la fase β alrededor de las partículas de refuerzo en el material compuesto, influye negativamente, en la resistencia a la corrosión de los CMM.

CAPITULO VI
REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

CAPÍTULO VI. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] N. B. Dahotre, P. Kadolkar, and S. Shah, "Interfaces in magnesium-based composites," *Surf. Interface Anal.*, vol. 31, no. 7, pp. 682–691, 2001, doi: 10.1002/sia.1094.
- [2] L. F. Guleryuz, S. Ozan, D. Uzunsoy, and R. Ipek, "An investigation of the microstructure and mechanical properties of B4C reinforced PM magnesium matrix composites," *Powder Metall. Met. Ceram.*, vol. 51, no. 7, pp. 456–462, 2012, doi: 10.1007/s11106-012-9455-9.
- [3] Jasmi Hashim B Sc, "THE PRODUCTION OF METAL MATRIX COMPOSITES USING THE STIR CASTING TECHNIQUE," Dublin City University, 1999.
- [4] C. Arreola-Fernández, "Evaluación de propiedades mecánicas y comportamiento al desgaste de compuestos AZ91E/AlNp fabricados por fundición con agitación," UMSNH, 2017.
- [5] H. Yu, H. S. Yu, and Z. Y. Zhang, "EFFECTS OF SIC PARTICULATES ON MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF AZ91 MAGNESIUM MATRIX COMPOSITES," *18TH Int. Conf. Compos. Mater.*, p. 6, 2011.
- [6] W. D. Callister, *Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales*. Reverté, 1996.
- [7] P. P. P. ASKELAND, D.R. and P. P. PHULÉ, *Ciencia e ingeniería de los materiales*, 6a ed. CENGAJE LEARNING, 2004.
- [8] I. M. and I. O. Daniel, *Engineering mechanics of composite materials*, 2a ed., vol. 3. New York: Oxford University press, 1994.
- [9] F. L. MATTHEWS and R. D. RAWLINGS, *Composite materials: engineering and science*. Abiton, Cambridge, England: Woodhead Publishing Limited, 1999.
- [10] N. A. Suresh S., Mortensen A., *Fundamentals of metal matrix composites*. Stoneham, Ma: Butterworth - Heinemann, 1993.
- [11] K. M. Lee, D. K. Oh, W. S. Choi, T. Weissgärber, and B. Kieback, "Thermomechanical properties of AlN-Cu composite materials prepared by solid state processing," *J. Alloys Compd.*, vol. 434–435, no. SPEC. ISS., pp. 375–377, May 2007, doi: 10.1016/j.jallcom.2006.08.176.
- [12] H. Wang, R. Zhang, X. Hu, C. A. Wang, and Y. Huang, "Characterization of a powder metallurgy SiC/Cu-Al composite," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 197, no. 1–3, pp. 43–48, Feb. 2008, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2007.06.002.
- [13] F. Bedir, "Characteristic properties of Al-Cu-SiCp and Al-Cu-B4Cp composites produced by hot pressing method under nitrogen atmosphere," *Mater. Des.*, vol. 28, no. 4, pp. 1238–1244, Jan. 2007, doi: 10.1016/j.matdes.2006.01.003.
- [14] J. R. Newvy, *Metals Handbook*, Vol 8, 7.,. 1985.
- [15] A. Contreras, M. Salazar, C. A. León, R. A. L. Drew, and E. Bedolla, "Kinetic Study of the Infiltration of Aluminum Alloys into TiC Preforms," *Mater. Manuf. Process.*, vol. 15, no. 2, pp. 163–182, Mar. 2000, doi: 10.1080/10426910008912980.
- [16] J. Hashim, L. Looney, and M. S. J. Hashmi, "Metal matrix composites: production by the stir casting method," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 92–93, pp. 1–7, 1999, doi: 10.1016/S0924-0136(99)00118-1.
- [17] L. Salvo, G. L'Espérance, M. Suéry, and J. G. Legoux, "Interfacial reactions and age hardening in AlMgSi metal matrix composites reinforced with SiC particles," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 177, no. 1–2, pp. 173–183, Apr. 1994, doi: 10.1016/0921-5093(94)90489-8.
- [18] S. Naher, D. Brabazon, and L. Looney, "Simulation of the stir casting process," *J. Mater.*

- Process. Technol.*, vol. 143–144, no. 1, pp. 567–571, 2003, doi: 10.1016/S0924-0136(03)00368-6.
- [19] J. Hashim, “THE PRODUCTION OF CAST METAL MATRIX COMPOSITE BY A MODIFIED STIR CASTING METHOD Considerable research from all over the world has been devoted to metal matrix composite (MMC) research over the past few decades involving a broad area of MMC fabrication .,” *J. Teknol.*, vol. 35, pp. 9–20, 2007.
- [20] D. J. Lloyd, “The solidification microstructure of particulate reinforced aluminium/SiC composites,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 35, no. 2, pp. 159–179, Jan. 1989, doi: 10.1016/0266-3538(89)90093-6.
- [21] A. M. Samuel, A. Gotmare, and F. H. Samuel, “Effect of solidification rate and metal feedability on porosity and SiC Al₂O₃ particle distribution in an Al-Si-Mg (359) alloy,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 53, no. 3, pp. 301–315, 1995, doi: 10.1016/0266-3538(95)00001-1.
- [22] D. Clyne T.W., Hull, *An Introduction to composite materials*, 3a ed. Cambridge, UK: Cambridge, 1996.
- [23] K. J.G. and R. E. L., *Aluminum Alloy Castings, Properties, Processes and Applications*, 1a ed. Illinois: AFS and ASM, 2004.
- [24] G. Carotenuto, A. Gallo, and L. Nicolais, “Degradation of SiC particles in aluminium-based composites,” *J. Mater. Sci.*, vol. 29, no. 19, pp. 4967–4974, 1994, doi: 10.1007/BF01151086.
- [25] E. Bedolla, J. Lemus-Ruiz, and A. Contreras, “Synthesis and characterization of Mg-AZ91/AlN composites,” *Mater. Des.*, vol. 38, pp. 91–98, 2012, doi: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.02.001>.
- [26] F. G. Mur, C. Aparicio, J. Manero, and E. Al., *Aleaciones Ligeras*, 1a ed. Barcelona: UPC, 2001.
- [27] G. Williams, N. Birbilis, and H. N. McMurray, “The source of hydrogen evolved from a magnesium anode,” *Electrochem. commun.*, vol. 36, pp. 1–5, Nov. 2013, doi: 10.1016/j.elecom.2013.08.023.
- [28] H. Friedrich and S. Schumann, “Research for a ‘new age of magnesium’ in the automotive industry,” in *Journal of Materials Processing Technology*, Nov. 2001, vol. 117, no. 3, pp. 276–281, doi: 10.1016/S0924-0136(01)00780-4.
- [29] H. E. Friedrich and B. L. Mordike, “Technology of Magnesium and Magnesium Alloys,” in *Magnesium Technology: Metallurgy, Design Data, Applications*, Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2006, pp. 219–430.
- [30] B. Byron, “Global Overview of Automotive Magnesium Requirements and Supply and Demand,” *Automot. Semin. der Int. Magnes. Assoc.*, no. <https://www.intlmag.org/>, 1997.
- [31] D. A. Kramer, “Magnesium and Magnesium Alloys,” *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*. Jun. 04, 2001, doi: <https://doi.org/10.1002/0471238961.1301071423091219.a01.pub2>.
- [32] B. L. Mordike and T. Ebert, “Magnesium Properties - applications - potential,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 302, no. 1, pp. 37–45, Apr. 2001, doi: 10.1016/S0921-5093(00)01351-4.
- [33] I. Polmear, D. StJohn, J. F. Nie, and M. Qian, *Light Alloys : Metallurgy of the Light Metals*. 2017.
- [34] Nayeb-Hashemi and J. B. A.A. Clark, *Phase Diagrams of Binary Magnesium Alloys*. Park, Ohio (EE. UU.): ASM International, Materials, 1988.
- [35] E. W. Kelley and W. F. Hosford, “The Plastic Deformation of Magnesium,” *Trans. Metall. Soc. Aime*, vol. 242, no. 5-, 1968.
- [36] Z. Yang;, J. P. Li;, J. X. Zhang;, G.W.Lorimer;, and J. Robson, “Review On Research And Development Of Magnesium Alloys,” *Acta Metall. Sin. (English Lett.*, vol. 1, no. 5, pp. 313-328 ., 2008.

- [37] A. A. Luo, "Magnesium casting technology for structural applications," *J. Magnes. Alloy.*, vol. 1, no. 1, pp. 2–22, Mar. 2013, doi: 10.1016/j.jma.2013.02.002.
- [38] A. Samaniego Miracle and Alejandro, "Profundización en los mecanismos de corrosión de las aleaciones de magnesio. Estrategias para mejorar la resistencia a la corrosión," 2014, Accessed: Jun. 26, 2021. [Online]. Available: <http://hdl.handle.net/10261/103674>.
- [39] A. Luo, J. Renaud, I. Nakatsugawa, and J. Plourde, "Magnesium castings for automotive applications," *JOM*, vol. 47, no. 7, pp. 28–31, 1995, doi: 10.1007/BF03221226.
- [40] D. Magers, "Einsatzmöglichkeiten von Magnesium im Automobilbau," *Leichtmetalle im Automob.*, vol. 1, pp. 10–3, 1995.
- [41] W. H. B. Hestor, "Magnesium Die-Castings as Structural Members of the New Mercedes-Benz Roadster." 1990.
- [42] X. J. Wang *et al.*, "What is going on in magnesium alloys?," *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 34, no. 2, pp. 245–247, 2018, doi: 10.1016/j.jmst.2017.07.019.
- [43] I. Ostrovsky and Y. Henn, "PRESENT STATE AND FUTURE OF MAGNESIUM APPLICATION IN AEROSPACE INDUSTRY," *Int. Conf. "NEW CHALLENGES Aeronaut.*, vol. ASTEC'07, no. Moscow, 2007.
- [44] G. D. [Magnesium E. Wardlow Manchester (United Kingdom)], T. E. Wilks, and J. F. King, "Development of a magnesium metal matrix composite - product or process?," 1995.
- [45] M. M. AVEDESIAN and H. BAKER, *ASM Specialty Handbook, Magnesium and Magnesium Alloys*, 1a ed. Materials Park, OH, USA: ASM International, De Gruyter, 1999.
- [46] K. M. Paucar Cuba and K. M. Paucar Cuba, "Comportamiento a la corrosión de aleaciones Mg-Al con elementos lantánidos," Mar. 2013, Accessed: Jun. 26, 2021. [Online]. Available: <https://eprints.ucm.es/21667>.
- [47] J. H. Nordlien, K. Nisancioglu, S. Ono, and N. Masuko, "Morphology and Structure of Water-Formed Oxides on Ternary MgAl Alloys," *J. Electrochem. Soc.*, vol. 144, no. 2, pp. 461–466, Feb. 1997, doi: 10.1149/1.1837432.
- [48] G. L. Song and A. Atrens, "Corrosion Mechanisms of Magnesium Alloys," *Adv. Eng. Mater.*, vol. 1, no. 1, pp. 11–33, Sep. 1999, doi: [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1527-2648\(199909\)1:1<11::AID-ADEM11>3.0.CO;2-N](https://doi.org/10.1002/(SICI)1527-2648(199909)1:1<11::AID-ADEM11>3.0.CO;2-N).
- [49] A. M. Lafront, W. Zhang, S. Jin, R. Tremblay, D. Dubé, and E. Ghali, "Pitting corrosion of AZ91D and AJ62x magnesium alloys in alkaline chloride medium using electrochemical techniques," *Electrochim. Acta*, vol. 51, no. 3, pp. 489–501, Oct. 2005, doi: 10.1016/j.electacta.2005.05.013.
- [50] S. Mathieu, C. Rapin, J. Steinmetz, and P. Steinmetz, "A corrosion study of the main constituent phases of AZ91 magnesium alloys," *Corros. Sci.*, vol. 45, no. 12, pp. 2741–2755, Dec. 2003, doi: 10.1016/S0010-938X(03)00109-4.
- [51] O. Lunder, J. E. Lein, T. K. Aune, and K. Nisancioglu, "Role of Mg₁₇Al₁₂ phase in the corrosion of Mg alloy AZ91," *Corrosion*, vol. 45, no. 9, pp. 741–748, Sep. 1989, doi: 10.5006/1.3585029.
- [52] G. Song, A. L. Bowles, and D. H. StJohn, "Corrosion resistance of aged die cast magnesium alloy AZ91D," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 366, no. 1, pp. 74–86, Feb. 2004, doi: 10.1016/j.msea.2003.08.060.
- [53] T. Beldjoudi, C. Fiaud, and L. Robbiola, "Influence of Homogenization and Artificial Aging Heat Treatments on Corrosion Behavior of Mg-Al Alloys," *Corrosion*, vol. 49, no. 9, pp. 738–745, Sep. 1993, doi: 10.5006/1.3316126.
- [54] S. Feliu, C. Maffiotte, A. Samaniego, J. C. Galván, and V. Barranco, "Effect of the chemistry and structure of the native oxide surface film on the corrosion properties of commercial AZ31 and AZ61 alloys," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 257, no. 20, pp. 8558–8568, Aug. 2011, doi: 10.1016/j.apsusc.2011.05.014.

- [55] D. Eliezer, P. Uzan, and E. Aghion, "Effect of Second Phases on the Corrosion Behavior of Magnesium Alloys," *Mater. Sci. Forum*, vol. 419–422, pp. 857–866, Mar. 2003, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.419-422.857.
- [56] H. Watanabe, T. Mukai, S. Kamado, Y. Kojima, and K. Higashi, "Mechanical Properties of Mg-Y-Zn Alloy Processed by Equal-Channel-Angular Extrusion," *Mater. Trans.*, vol. 44, no. 4, pp. 463–467, 2003, doi: 10.2320/matertrans.44.463.
- [57] R. Ambat, N. N. Aung, and W. Zhou, "Evaluation of microstructural effects on corrosion behaviour of AZ91D magnesium alloy," *Corros. Sci.*, vol. 42, no. 8, pp. 1433–1455, Aug. 2000, doi: 10.1016/S0010-938X(99)00143-2.
- [58] E. Ghali, W. Dietzel, and K.-U. Kainer, "General and localized corrosion of magnesium alloys: A critical review," *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 13, no. 1, pp. 7–23, 2004, doi: 10.1361/10599490417533.
- [59] X. B. Chen, H. Y. Yang, T. B. Abbott, M. A. Easton, and N. Birbilis, "Corrosion-Resistant Electrochemical Platings on Magnesium Alloys: A State-of-the-Art Review," *Corrosion*, vol. 68, no. 6, pp. 518–535, Jun. 2012, doi: 10.5006/i0010-9312-68-6-518.
- [60] K. N. Reichel, K. J. Clark, and J. E. Hillis, "Controlling the Salt Water Corrosion Performance of Magnesium AZ91 Alloy," *SAE Trans.*, vol. 94, pp. 318–329, Jun. 1985, [Online]. Available: <http://www.jstor.org/stable/44721571>.
- [61] M. Liu and G. L. Song, "Impurity control and corrosion resistance of magnesium-aluminum alloy," *Corros. Sci.*, vol. 77, pp. 143–150, Dec. 2013, doi: 10.1016/j.corsci.2013.07.037.
- [62] Y. Zhang, S. Yu, Y. Luo, and H. Hu, "Friction and wear behavior of as-cast Mg-Zn-Y quasicrystal materials," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 472, no. 1–2, pp. 59–65, 2008, doi: 10.1016/j.msea.2007.03.006.
- [63] D. S. Mehta, S. H. Masood, and W. Q. Song, "Investigation of wear properties of magnesium and aluminum alloys for automotive applications," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 155–156, no. 1–3, pp. 1526–1531, 2004, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2004.04.247>.
- [64] J. SCHRODER, K. U. KAINER, and B. L. MORDIKE, *Developments in the Science and Technology of Composite Materials*, 1a ed. London and Bourdais: EACM and Elsevier, 1989.
- [65] M. K. Surappa, "Aluminium matrix composites: Challenges and opportunities," *S⁻adhan⁻a*, vol. 28, no. 1 and 2, pp. 319–334, 2003.
- [66] I Neila, "Applying numerical simulation to model SiC semiconductor devices," vol. 13, no. 3, pp. 13–17.
- [67] B. CASAS, "SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE UN COMPUESTO MG-AZ91E/SIC MANUFACTURADO POR UN PROCESO DE INFILTRACIÓN ESPONTÁNEA," UMSNH, 2015.
- [68] F. VARGAS, E. LÓPEZ, D. LÓPEZ, J. AREIZA, and M. MONSALVE, "Fabricación De Tubos De Carburo De Silicio Para Uso Como Cuerpo Radiante En Hornos Y Slistemas De Calentamiento," *DYNA Rev. la Fac. Minas*, vol. 76, no. 157, pp. 233–242, 2009, [Online]. Available: ISSN 0012-7353.
- [69] D. J. Lloyd, "Particle reinforced aluminium and magnesium matrix composites," *Int. Mater. Rev.*, vol. 39, no. 1, pp. 1–23, Jan. 1994, doi: 10.1179/imr.1994.39.1.1.
- [70] W. R. Mohn and V. D., "Recent applications of metal matrix composites in precision instruments and optical systems," *Opt. Eng.*, vol. 27, no. 2, pp. 90–98, 1988, doi: <https://doi.org/10.1117/12.7976651>.
- [71] K. K. Chawla, *Composite Materials-Science and Processing*. New York: Springer, 2012.
- [72] T. W. Chou, A. Kelly, and A. Okura, "Fibre-reinforced metal-matrix composites," *Composites*, vol. 16, no. 3, pp. 187–206, Jul. 1985, doi: 10.1016/0010-4361(85)90603-2.

- [73] F. Ortega-Celaya, M. I. Pech-Canul, J. López-Cuevas, J. C. Rendón-Ángeles, and M. A. Pech-Canul, "Microstructure and impact behavior of Al/SiCp composites fabricated by pressureless infiltration with different types of SiCp," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 183, no. 2–3, pp. 368–373, Mar. 2007, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2006.10.029.
- [74] Q. Zhang, X. Ma, and G. Wu, "Interfacial microstructure of SiCp/Al composite produced by the pressureless infiltration technique," *Ceram. Int.*, vol. 39, no. 5, pp. 4893–4897, Jul. 2013, doi: 10.1016/j.ceramint.2012.11.082.
- [75] Y. Kim and J. C. Lee, "Processing and interfacial bonding strength of 2014 Al matrix composites reinforced with oxidized SiC particles," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 420, no. 1–2, pp. 8–12, Mar. 2006, doi: 10.1016/j.msea.2005.12.032.
- [76] M. Rodríguez-Reyes, M. I. Pech-Canul, J. C. Rendón-Ángeles, and J. López-Cuevas, "Limiting the development of Al₄C₃ to prevent degradation of Al/SiCp composites processed by pressureless infiltration," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 66, no. 7–8, pp. 1056–1062, Jun. 2006, doi: 10.1016/j.compscitech.2005.07.025.
- [77] G. E. Jr, "Oxidation behavior of silicon carbide," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 41, no. 4888, pp. 347–352, 1958, [Online]. Available: <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/j.1151-2916.1958.tb12932.x/abstract>.
- [78] D. J. Park, Y. Il Jung, H. G. Kim, J. Y. Park, and Y. H. Koo, "Oxidation behavior of silicon carbide at 1200°C in both air and water-vapor-rich environments," *Corros. Sci.*, vol. 88, pp. 416–422, Nov. 2014, doi: 10.1016/j.corsci.2014.07.052.
- [79] Z. Shi, J. M. Yang, J. C. Lee, D. Zhang, H. I. Lee, and R. Wu, "The interfacial characterization of oxidized SiC(p)/2014 A1 composites," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 303, no. 1–2, pp. 46–53, May 2001, doi: 10.1016/S0921-5093(00)01943-2.
- [80] C. Xue and J. K. Yu, "Enhanced thermal transfer and bending strength of SiC/Al composite with controlled interfacial reaction," *Mater. Des.*, vol. 53, pp. 74–78, Jan. 2014, doi: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.06.056>.
- [81] J. C. Lee, J. P. Ahn, J. H. Shim, Z. Shi, and H. I. Lee, "Control of the interface in SiC/Al composites," *Scr. Mater.*, vol. 41, no. 8, pp. 895–900, Sep. 1999, doi: 10.1016/S1359-6462(99)00227-4.
- [82] J. Liu, Z. Zheng, J. Wang, Y. Wu, W. Tang, and J. Lü, "Pressureless infiltration of liquid aluminum alloy into SiC preforms to form near-net-shape SiC/Al composites," *J. Alloys Compd.*, vol. 465, no. 1–2, pp. 239–243, Oct. 2008, doi: 10.1016/j.jallcom.2007.10.055.
- [83] A. Urena, E. E. Martínez, P. Rodrigo, and L. Gil, "Oxidation treatments for SiC particles used as reinforcement in aluminium matrix composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 64, no. 12, pp. 1843–1854, Sep. 2004, doi: 10.1016/j.compscitech.2004.01.010.
- [84] S. Ren, X. He, X. Qu, and Y. Li, "Effect of controlled interfacial reaction on the microstructure and properties of the SiCp/Al composites prepared by pressureless infiltration," *J. Alloys Compd.*, vol. 455, no. 1–2, pp. 424–431, May 2008, doi: 10.1016/j.jallcom.2007.01.127.
- [85] A. Ureña *et al.*, "Estudio de la reactividad entre aleaciones de aluminio y partículas de SiC," *Boletín la Soc. Española Cerámica y Vidr.*, vol. 39, pp. 243–250, Apr. 2011, doi: 10.3989/cyv.2000.v39.i2.871.
- [86] H. KANEDA and T. CHOH, "Fabrication of particulate reinforced magnesium composites by applying a spontaneous infiltration phenomenon," *J. Mater. Sci.*, vol. 32, no. 1, pp. 47–56, Jan. 1997, doi: 10.1023/A:1018558612135.
- [87] J. Hashmi and L. Looney, "THE PRODUCTION OF METAL MATRIX COMPOSITES USING THE STIR CASTING By," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 93, pp. 1–7, 1999.
- [88] A. Contreras, C. . A. León, R. A. . A. L. Drew, and E. Bedolla, "Wettability and spreading kinetics of Al and Mg on TiC," *Scr. Mater.*, vol. 48, no. 12, pp. 1625–1630, Jun. 2003, doi: 10.1016/s1359-6462(03)00137-4.

- [89] C. León-Patino, A. Contreras, V. López, R. Drew, and E. Bedolla, "The relation between wetting and infiltration behavior in the Al-1010/TiC and Al-2024/TiC systems," *Adv. Technol. Mater. Mater. Process. J.*, vol. 3, pp. 27–34, 2001.
- [90] C. A. Leon, "Metalurgia de Polvos," Morelia, Mex, 2012.
- [91] T. Young, Thomas, T. JOVEN Phil, "Dr. YOUNG THOMAS, MEMORIES," *R. Soc. London*, vol. London 95, no. 95, pp. 65–87, 1805, doi: <https://doi.org/10.1098/rspl.1800.0095>.
- [92] H. Fujii, S. Izutani, T. Matsumoto, S. Kiguchi, and K. Nogi, "Evaluation of unusual change in contact angle between MgO and molten magnesium," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 417, no. 1–2, pp. 99–103, Feb. 2006, doi: 10.1016/j.msea.2005.10.055.
- [93] J. E. Hatch, *Aluminum : properties and physical metallurgy*, 1st ed. Metals Park, Ohio: ASM International, 1984.
- [94] K. Kondoh, M. Kawakami, H. Imai, J. Umeda, and H. Fujii, "Wettability of pure Ti by molten pure Mg droplets," *Acta Mater.*, vol. 58, no. 2, pp. 606–614, 2010, doi: 10.1016/j.actamat.2009.09.039.
- [95] M. Esmaily *et al.*, "A new semi-solid casting technique for fabricating SiC-reinforced Mg alloy matrix composites," *Compos. Part B Eng.*, vol. 94, pp. 176–189, 2016, doi: 10.1016/j.compositesb.2016.02.019.
- [96] R. K. Uyyuru, M. K. Surappa, and S. Brusethaug, "Tribological behavior of Al-Si-SiCp composites/automobile brake pad system under dry sliding conditions," *Tribol. Int.*, vol. 40, no. 2 SPEC. ISS., pp. 365–373, 2007, doi: 10.1016/j.triboint.2005.10.012.
- [97] E. Bedolla, "Notas Curso de Tribología," Morelia, Mex, 2014.
- [98] L. Falcon-Franco, E. Bedolla-Becerril, J. Lemus-Ruiz, J. G. Gonzalez-Rodríguez, R. Guardian, and I. Rosales, "Wear performance of TiC as reinforcement of a magnesium alloy matrix composite," *Compos. Part B Eng.*, vol. 42, no. 2, pp. 275–279, 2011, doi: 10.1016/j.compositesb.2010.11.012.
- [99] C. Y. H. Lim, S. C. Lim, and M. Gupta, "Wear behaviour of SiCp-reinforced magnesium matrix composites," *Wear*, vol. 255, no. 1–6, pp. 629–637, 2003, doi: [https://doi.org/10.1016/S0043-1648\(03\)00121-2](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(03)00121-2).
- [100] N. Biribilis, G. Williams, K. Gusieva, A. Samaniego, M. A. Gibson, and H. N. McMurray, "Poisoning the corrosion of magnesium," *Electrochem. commun.*, vol. 34, pp. 295–298, Sep. 2013, doi: 10.1016/j.elecom.2013.07.021.
- [101] G. L. Makar and J. Kruger, "Corrosion of magnesium," *Int. Mater. Rev.*, vol. 38, no. 3, pp. 138–153, Jan. 1993, doi: 10.1179/imr.1993.38.3.138.
- [102] J. A. Juárez-Islas, J. Genesca, and R. Pérez, "Improving the efficiency of magnesium sacrificial anodes," *JOM*, vol. 45, no. 9, pp. 42–44, 1993, doi: 10.1007/BF03222432.
- [103] S. Feliu Jr, M. C. Merino, R. Arrabal, A. E. Coy, and E. Matykina, "XPS study of the effect of aluminium on the atmospheric corrosion of the AZ31 magnesium alloy," *Surf. Interface Anal.*, vol. 41, no. 3, pp. 143–150, Mar. 2009, doi: <https://doi.org/10.1002/sia.3004>.
- [104] K. Asami and S. Ono, "Quantitative X-Ray Photoelectron Spectroscopy Characterization of Magnesium Oxidized in Air," *J. Electrochem. Soc.*, vol. 147, no. 4, p. 1408, 2000, doi: 10.1149/1.1393369.
- [105] HUBER and K., "Atomic formation of coatings on magnesium, zine, and cadmium," *J Electrochem Soc*, vol. 100, pp. 376–382, 1953, Accessed: Jun. 29, 2021. [Online]. Available: <http://ci.nii.ac.jp/naid/10008809704/en/>.
- [106] N. LeBozec, M. Jönsson, and D. Thierry, "Atmospheric Corrosion of Magnesium Alloys: Influence of Temperature, Relative Humidity, and Chloride Deposition," *Corrosion*, vol. 60, no. 4, pp. 356–361, Apr. 2004, doi: 10.5006/1.3287743.
- [107] G. Song, A. Atrens, D. Stjohn, J. Nairn, and Y. Li, "The electrochemical corrosion of pure magnesium in 1 N NaCl," *Corros. Sci.*, vol. 39, no. 5, pp. 855–875, 1997, doi:

[https://doi.org/10.1016/S0010-938X\(96\)00172-2](https://doi.org/10.1016/S0010-938X(96)00172-2).

- [108] D. A. Jones, *Principles and Prevention of Corrosion*. Prentice Hall, 1996.
- [109] J. D. Hanawalt, C. E. Nelson, and J. A. Peloubet, "Corrosion Studies Of Magnesium And Its Alloys." The American Institute of Mining, Metallurgical, and Petroleum Engineers, 1941.
- [110] I. Polmear, *Light alloys*, 4a ed. Burlington MA: BH, Elsevier, 2006.
- [111] A. Pardo, M. C. Merino, A. E. Coy, F. Viejo, R. Arrabal, and S. Feliú, "Influence of microstructure and composition on the corrosion behaviour of Mg/Al alloys in chloride media," *Electrochim. Acta*, vol. 53, no. 27, pp. 7890–7902, 2008, doi: <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2008.06.001>.
- [112] R. Arrabal, A. Pardo, M. C. Merino, S. Merino, M. Mohedano, and P. Casajús, "Corrosion behaviour of Mg/Al alloys in high humidity atmospheres," *Mater. Corros.*, vol. 62, no. 4, pp. 326–334, Apr. 2011, doi: <https://doi.org/10.1002/maco.200905538>.
- [113] CABRERA and N., "Theory of the oxidation of metals," *Rep. Prog. Phys.*, vol. 12, pp. 163–184, 1949, Accessed: Jun. 29, 2021. [Online]. Available: <http://ci.nii.ac.jp/naid/20001362928/en/>.
- [114] R. Lindström, J. E. Svensson, and L. G. Johansson, "The influence of carbon dioxide on the atmospheric corrosion of some magnesium alloys in the presence of NaCl," *J. Electrochem. Soc.*, vol. 149, no. 4, pp. B103–B107, 2002, doi: 10.1149/1.1452115.
- [115] R. Lindström, L.-G. Johansson, G. E. Thompson, P. Skeldon, and J.-E. Svensson, "Corrosion of magnesium in humid air," *Corros. Sci.*, vol. 46, no. 5, pp. 1141–1158, 2004, doi: <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2003.09.010>.
- [116] G. Song and A. Atrens, "Understanding Magnesium Corrosion—A Framework for Improved Alloy Performance," *Adv. Eng. Mater.*, vol. 5, no. 12, pp. 837–858, Dec. 2003, doi: <https://doi.org/10.1002/adem.200310405>.
- [117] A. Samaniego, I. Llorente, and S. Feliu, "Combined effect of composition and surface condition on corrosion behaviour of magnesium alloys AZ31 and AZ61," *Corros. Sci.*, vol. 68, pp. 66–71, 2013, doi: <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2012.10.034>.
- [118] G. Song and A. Atrens, "Recent Insights into the Mechanism of Magnesium Corrosion and Research Suggestions," *Adv. Eng. Mater.*, vol. 9, no. 3, pp. 177–183, Mar. 2007, doi: <https://doi.org/10.1002/adem.200600221>.
- [119] A. Atrens, G.-L. Song, M. Liu, Z. Shi, F. Cao, and M. S. Dargusch, "Review of Recent Developments in the Field of Magnesium Corrosion," *Adv. Eng. Mater.*, vol. 17, no. 4, pp. 400–453, Apr. 2015, doi: <https://doi.org/10.1002/adem.201400434>.
- [120] G. S. Frankel, "Pitting Corrosion of Metals: A Review of the Critical Factors," *J. Electrochem. Soc.*, vol. 145, no. 6, pp. 2186–2198, Jun. 1998, doi: 10.1149/1.1838615.
- [121] J. F. Li, B. Maier, and G. S. Frankel, "Corrosion of an Al–Mg–Si alloy under MgCl₂ solution droplets," *Corros. Sci.*, vol. 53, no. 6, pp. 2142–2151, 2011, doi: <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2011.02.035>.
- [122] G. Williams, K. Gusieva, and N. Birbilis, "Localized Corrosion of Binary Mg-Nd Alloys in Chloride-Containing Electrolyte Using a Scanning Vibrating Electrode Technique," *Corrosion*, vol. 68, no. 6, pp. 489–498, Jun. 2012, doi: 10.5006/i0010-9312-68-6-489.
- [123] D. I. für Normung, *Magnesium alloy ingots and castings*. Berlin, Germany: DIN, 1997.
- [124] A. International, *Standard Specification for Magnesium-Alloy Permanent Mold Castings*. 2007.
- [125] J. Lemus-Ruiz, "Notas curso, Materiales Compuestos," Morelia, Mex, 2014.
- [126] ASM Handbook, *Alloy phase diagrams*. ASM International, 1998.
- [127] S. Gopalakrishnan and N. Murugan, "Production and wear characterisation of AA 6061 matrix titanium carbide particulate reinforced composite by enhanced stir casting method," *Compos. Part B Eng.*, vol. 43, no. 2, pp. 302–308, 2012, doi:

- 10.1016/j.compositesb.2011.08.049.
- [128] ASTM, *STANDAR PRACTICE FOR EXPOSURE OF METALS AND ALLOYS BY ALTERNATE IMMERSION IN NATURAL 3.5% SODIUM CHLORIDE SOLUTIONS*. 2013, p. 2.
- [129] I. B. Singh, M. Singh, and S. Das, "A comparative corrosion behavior of Mg, AZ31 and AZ91 alloys in 3.5% NaCl solution," *J. Magnes. Alloy.*, vol. 3, no. 2, pp. 142–148, Jun. 2015, doi: 10.1016/j.jma.2015.02.004.
- [130] O. Zalapa, "Síntesis y evaluación de propiedades termofísicas de compuestos de matriz de AZ91E reforzados con partículas de SiC," UMSNH, 2016.
- [131] J. Chen, C. Bao, and F. Chen, "Evolutions of microstructure and mechanical properties for Mg-Al/AlN composites under hot extrusion," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 667, pp. 426–434, 2016, doi: 10.1016/j.msea.2016.05.033.
- [132] J. A. COSTELLO and R. E. TRESSLER, "Oxidation Kinetics of Silicon Carbide Crystals and Ceramics: I, In Dry Oxygen," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 69, no. 9, pp. 674–681, 1986, doi: 10.1111/j.1151-2916.1986.tb07470.x.
- [133] M. Takeda, A. Urano, J. Sakamoto, and Y. Imai, "Microstructure and Oxidation Behavior of Silicon Carbide Fibers Derived from Polycarbosilane," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 83, no. 5, pp. 1171–1176, 2010, doi: 10.1111/j.1151-2916.2000.tb01350.x.
- [134] J. Roy, S. Chandra, S. Das, and S. Maitra, "Oxidation behaviour of silicon carbide - A review," *Rev. Adv. Mater. Sci.*, vol. 38, no. 1, pp. 29–39, 2014, doi: 10.1016/j.jnucmat.2007.05.016.
- [135] I. M. Asosiation, "Magnesium properties, viscosity," *Web site*, 2021. <http://www.intlmag.org/>.
- [136] E. Candan, H. Atkinson, Y. Turen, I. Salaoru, and S. Candan, "Wettability of Aluminum–Magnesium Alloys on Silicon Carbide Substrates," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 94, p. 2011, Jan. 2011, doi: <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2010.04157.x>.
- [137] J. An *et al.*, "Dry sliding wear behavior of magnesium alloys," *Wear*, vol. 265, no. 1–2, pp. 97–104, Jun. 2008, doi: 10.1016/j.wear.2007.08.021.
- [138] K. Sikdar, S. Shekhar, and K. Balani, "Fretting wear of Mg-Li-Al based alloys," *Wear*, vol. 318, no. 1–2, pp. 177–187, 2014, doi: 10.1016/j.wear.2014.06.012.
- [139] B. V. Manoj Kumar, B. Basu, V. S. R. R. Murthy, and M. Gupta, "The role of tribochemistry on fretting wear of Mg-SiC particulate composites," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 36, no. 1, pp. 13–23, 2005, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2004.06.032>.
- [140] M. Shanthi, C. Y. H. Lim, and L. Lu, "Effects of grain size on the wear of recycled AZ91 Mg," *Tribol. Int.*, vol. 40, no. 2 SPEC. ISS., pp. 335–338, 2007, doi: 10.1016/j.triboint.2005.11.025.
- [141] J. Zhang, X. Zhang, Q. Liu, S. Yang, and Z. Wang, "Effects of Load on Dry Sliding Wear Behavior of Mg–Gd–Zn–Zr Alloys," *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 33, no. 7, pp. 645–651, 2017, doi: 10.1016/j.jmst.2016.11.014.
- [142] D. D. L. Chung, *Applied Materials Science*, no. January. 2001.
- [143] L. A. Falcon, "Comportamiento a la corrosión y al desgaste por deslizamiento del material compuesto MgAZ91E/56%TiC," UMSNH., 2011.
- [144] L. J. E. Lunder O. and N. K. Aune T. Kr., "The Role of Mg 17 Al 12 Phase in the Corrosion of Mg Alloy AZ91 *," *Corrosion*, vol. 45, no. 9, pp. 741–748, 1989.
- [145] L. A. Falcon, E. Bedolla B., J. Lemus, C. Leon, I. Rosales, and J. G. Gonzalez-Rodriguez, "Corrosion behavior of Mg-Al/TiC composites in NaCl solution," *Int. J. Corros.*, vol. 2011, no. January, 2011, doi: 10.1155/2011/896845.
- [146] F. H. Cao, V. H. Len, Z. Zhang, and J. Q. Zhang, "Corrosion behavior of magnesium and its alloy in NaCl solution," *Russ. J. Electrochem.*, vol. 43, no. 7, pp. 837–843, 2007, doi:

10.1134/S1023193507070142.

- [147] H. Inoue, K. Sugahara, A. Yamamoto, and H. Tsubakino, "Corrosion rate of magnesium and its alloys in buffered chloride solutions," *Corros. Sci.*, vol. 44, no. 3, pp. 603–610, 2002, doi: 10.1016/S0010-938X(01)00092-0.
- [148] A. Pardo, M. C. Merino, A. E. Coy, R. Arrabal, F. Viejo, and E. Matykina, "Corrosion behaviour of magnesium/aluminium alloys in 3.5 wt.% NaCl," *Corros. Sci.*, vol. 50, no. 3, pp. 823–834, 2008, doi: 10.1016/j.corsci.2007.11.005.
- [149] A. Pulido, "ESTUDIO DE LA DEGRADACIÓN POR CORROSIÓN DE UN MATERIAL COMPUESTO AZ91E/AIN TRATADO TÉRMICAMENTE," UMSNH, 2018.