



**EDUCACIÓN**  
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO

Instituto Tecnológico de Saltillo

# **INSTITUTO TECNOLÓGICO DE SALTILLO**

**DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN**



**“DESARROLLO DE MATERIALES HÍBRIDOS DE MATRIZ DE MAGNESIO  
REFORZADOS CON PARTÍCULAS DE  $\text{SiO}_2$  Y  $\text{CaSiO}_3$  POR MEDIO DE  
ALEADO MECÁNICO”**

**TESIS**

QUE PRESENTA:

**Ing. Nereida Nataly Lara Ramirez**

PARA OBTENER EL GRADO DE:

**MAESTRA EN CIENCIAS DE LOS MATERIALES**

DIRIGIDA POR:

**Dr. Mario Rodríguez Reyes**

**Director**

**SALTILLO, COAHUILA, MEXICO**

**Octubre 2022**



**EDUCACIÓN**  
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO  
NACIONAL DE MÉXICO

Instituto Tecnológico de Saltillo

Saltillo, Coahuila, **30/septiembre/2022**  
Oficio DEPI 125/2022

ING. NEREIDA NATALY LARA RAMÍREZ  
CANDIDATA AL GRADO DE MAESTRA EN CIENCIAS DE LOS MATERIALES  
PRESENTE.

Por este conducto tengo el agrado de comunicarle que el Comité Tutorial nombrado para dar seguimiento a su trabajo de tesis titulado "Desarrollo de materiales híbridos de matriz de magnesio reforzados con partículas de  $\text{SiO}_2$  y  $\text{CaSiO}_3$  por medio de aleado mecánico", ha informado a esta División de Estudios de Posgrado e Investigación, que su trabajo satisface los requerimientos necesarios para su presentación. Así mismo, se cuenta en esta División con las evidencias de que Usted cumple con los requisitos académicos necesarios para la presentación de este trabajo. Por lo anterior, se le autoriza a que proceda con la Impresión Definitiva de su trabajo de tesis.

Esperando que el logro de sus metas sea acorde con sus aspiraciones profesionales, reciba un cordial saludo.

**A T E N T A M E N T E**  
Excelencia en Educación Tecnológica.

DR. JAIME ENRIQUE PÉREZ TERRAZAS  
JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

ccp. Archivo

JEPT/jept



Blvd. Venustiano Carranza No. 2400, Col. Tecnológico, C.P. 25120,  
RAC 01-05-11  
Saltillo, Coahuila. Tel: 844 402-00-00 [www.itn.mx](http://www.itn.mx)  
Rev-17



2022 Flores  
Año de Magón  
PRESENCIA DE LA EDUCACIÓN TECNOLÓGICA

Instituto Tecnológico de Saltillo

Saltillo, Coahuila, 12/Septiembre/2022



Asunto: Carta de cesión de derechos

**DR. JAIME ENRIQUE PÉREZ TERRAZAS**  
**JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E**  
**INVESTIGACIÓN PRESENTE.**

Por medio de la presente, quienes suscriben, NEREIDA NATALY LARA RAMIREZ Y DR. MARIO RODRÍGUEZ REYES, nos permitimos informarle que declaramos nuestra conformidad para ceder los derechos del documento de tesis, titulado "DESARROLLO DE MATERIALES HÍBRIDOS DE MATRIZ DE MAGNESIO REFORZADOS CON PARTÍCULAS DE  $\text{SiO}_2$  Y  $\text{CaSiO}_3$  POR MEDIO DE ALEADO MECÁNICO", el cual certificamos es trabajo original, al Instituto Tecnológico de Saltillo.

Lo anterior con el fin de que sea dispuesto de manera pública por el Instituto Tecnológico de Saltillo, para su libre consulta y, de ser el caso, su contenido sea citado y referenciado por terceros.

Estando de acuerdo y conformes en lo establecido en la cesión de derechos, firmamos el documento para constancia y efectos legales necesarios.

Cedentes	
 Nereida Nataly Lara Ramirez	 Dr. Mario Rodríguez Reyes



## **AGRADECIMIENTOS**

Agradezco a la vida y a Dios por proveerme de salud y determinación para culminar con éxito esta etapa de educación de posgrado en mi vida. Agradezco al Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Saltillo mi alma mater y a la División de estudios de Posgrado e Investigación (DEPI) por permitirme crecer a lo largo de mi formación profesional.

Agradezco al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por becarme durante mis estudios de posgrado.

Agradezco a mi director de tesis, Dr. Mario Rodríguez Reyes por brindarme su apoyo incondicional, paciencia y sabiduría a través de sus conocimientos para culminar mis estudios en la Maestría de Ciencias de los Materiales, agradezco a mis revisores, Dr. Dagoberto Vázquez Obregón y Dr. José Alonso Diaz Guillen por las sugerencias que me brindaron para mi crecimiento académico.

Agradezco a mis padres y hermanos por nunca desistir en su apoyo y amor para mi formación académica y personal. A mi compañero de vida por ser siempre cómplice en mis proyectos y a mi motor mi hijo.

## INDICE

<b>RESUMEN .....</b>	<b>2</b>
<b>ABSTRACT.....</b>	<b>4</b>
<b>OBJETIVOS.....</b>	<b>6</b>
<b>General:.....</b>	<b>6</b>
<b>Específicos: .....</b>	<b>6</b>
<b>PROBLEMÁTICA. ....</b>	<b>7</b>
<b>JUSTIFICACIÓN.....</b>	<b>8</b>
<b>I. INTRODUCCIÓN.....</b>	<b>10</b>
<b>II. MARCO TEORICO.....</b>	<b>11</b>
<b>2.1 Material compuesto.....</b>	<b>11</b>
<b>2.1.2 Procesamiento de materiales compuestos de matriz metálica (MCMM).....</b>	<b>14</b>
<b>2.2 Aleado mecánico.....</b>	<b>15</b>
<b>2.2.1 Variables involucradas en el proceso de aleado mecánico.....</b>	<b>15</b>
<b>2.2.2 Influencia de tamaño de partícula. ....</b>	<b>19</b>
<b>2.2.3 Proceso de conformado.....</b>	<b>20</b>
<b>2.2.4 Sinterización.....</b>	<b>21</b>
<b>2.3 Magnesio.....</b>	<b>23</b>
<b>2.3.1 Aleaciones de Magnesio .....</b>	<b>23</b>
<b>2.3.2 Aleaciones de magnesio en la industria automotriz.....</b>	<b>25</b>
<b>2.3.3 Aplicación.....</b>	<b>26</b>
<b>2.3.4 Materiales compuestos con matriz de magnesio.....</b>	<b>31</b>
<b>2.3.5 Nanocompuestos con matriz de magnesio.....</b>	<b>31</b>
<b>2.4 Refuerzos utilizados para la fabricación de materiales compuestos. ....</b>	<b>33</b>
<b>2.4.1 Materiales híbridos. ....</b>	<b>34</b>
<b>2.4.2 Sílice (SiO<sub>2</sub>).....</b>	<b>35</b>
<b>2.4.3 Wollastonita (CaSiO<sub>3</sub>) .....</b>	<b>40</b>
<b>2.5 Técnicas de análisis.....</b>	<b>41</b>
<b>2.5.1 Difracción de rayos x (DRX).....</b>	<b>41</b>

2.5.2 Microscopía electrónica de barrido (MEB).	43
2.5.3 Microscopía óptica (MO).	44
2.5.4 Análisis térmico.	44
2.5.5 Dureza Vickers (HV).	46
2.5.6 Dureza Rockwell (HR).	47
2.5.7 Resistencia a la compresión.	48
2.5.8 Densidad.	51
2.5.9 Ensayo de degradación.	52
2.5.10 Análisis fractográfico.	53
2.5.11 Mecanismos de deslizamiento.	58
2.5.12 Mecanismos de reforzamiento.	59
<b>III. METODOLOGIA EXPERIMENTAL</b>	<b>62</b>
3.1 Diagrama de procesamiento experimental.	62
3.1.1 Acondicionamiento de materia prima.	63
3.2 Caracterización química, física y microestructural de la materia prima.	63
3.2.1 Análisis por microscopía electrónica de barrido (MEB).	63
3.2.2 Análisis por difracción de rayos x (DRX).	64
3.3 Procesamiento del material compuesto.	64
3.3.1 Aleado mecánico.	64
3.3.2 Análisis Térmico Diferencial (ATD).	65
3.3.3 Compactación.	65
3.3.4 Sinterización.	65
3.4 Caracterización y evaluación de propiedades físicas, estructurales y mecánicas de las probetas sinterizadas.	65
3.4.1 Análisis por microscopía óptica (MO).	66
3.4.2 Evaluación de dureza Vickers.	66
3.4.3 Evaluación de dureza Rockwell.	66
3.4.4 Resistencia a la compresión.	66
3.4.5 Evaluación de la densidad y porosidad.	67
3.4.6 Evaluación de la degradación.	67
3.4.7 Evaluación fractográfica.	67
<b>IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.</b>	<b>67</b>

<b>4.1 Caracterización química, estructural y microestructural de la materia prima. ....</b>	<b>68</b>
<b>4.1.1 Microscopía electrónica de barrido.....</b>	<b>68</b>
<b>4.1.2 Difracción de rayos X. ....</b>	<b>69</b>
<b>4.2 Caracterización química y microestructural de los polvos obtenidos por aleado mecánico. ....</b>	<b>70</b>
<b>4.2.1 Microscopía electrónica de barrido.....</b>	<b>70</b>
<b>4.2.2 Análisis Térmico Diferencial.....</b>	<b>71</b>
<b>4.3 Caracterización y evaluación de propiedades físicas, estructurales y mecánicas de las probetas sinterizadas .....</b>	<b>73</b>
<b>4.3.1 Evaluación de la densidad. ....</b>	<b>73</b>
<b>4.3.2 Análisis por difracción de rayos x (DRX).....</b>	<b>75</b>
<b>4.3.3 Análisis por microscopía óptica.....</b>	<b>78</b>
<b>4.3.4 Evaluación de dureza Vickers. ....</b>	<b>80</b>
<b>4.3.5 Evaluación de la dureza Rockwell F.....</b>	<b>81</b>
<b>4.3.6 Evaluación de la resistencia a la compresión.....</b>	<b>82</b>
<b>4.3.7 Análisis fractográfico. ....</b>	<b>87</b>
<b>4.3.8 Evaluación de la degradación.....</b>	<b>89</b>
<b>4.3.9 Evaluación de los productos de reacción obtenidos de la prueba de degradación. ....</b>	<b>90</b>
<b>4.3.10 Resistencia a la compresión después de la degradación.....</b>	<b>92</b>
<b>V. CONCLUSIONES.....</b>	<b>93</b>
<b>VI. REFERENCIAS.....</b>	<b>96</b>
<b>VII. ANEXOS .....</b>	<b>109</b>

## **Simbología**

Mg: Magnesio.

EM: Escoria metalúrgica.

SiO<sub>2</sub>: Sílice.

MgO: Óxido de Magnesio

Mg<sub>2</sub>Si: Siliciuro de Magnesio.

Mg (OH): Hidróxido de Magnesio.

NaCl: Cloruro de Sodio.

ATD: Análisis Térmico Diferencial.

ATG: Análisis Termogravimétrico.

DRX: Difracción de Rayos X.

MEB: Microscopía Electrónica de Barrido.

EDX: Espectroscopía de energía dispersa de rayos X.

MO: Microscopía Óptica.

HV: Dureza Vickers.

HRF: Dureza Rockwell F.

RPM: Revoluciones por minuto.

h: horas.

$\epsilon$ : Esfuerzo.

$\sigma$ : Deformación.

$\mu$ V: MicroVolts.

$\rho$ : Densidad.

CET: Coeficiente expansión térmica.



## RESUMEN

En la actualidad los materiales requieren de una constante innovación por lo que se requiere de la implementación de materiales ligeros, para ser aplicados en la industria automotriz, biomédica y aeroespacial. Los materiales compuestos de matriz metálica han abarcado esta alta demanda de aplicaciones, debido a su alto rendimiento y conservación de energía siendo una de las principales prioridades en los materiales. El magnesio y sus aleaciones poseen con esta característica principal al poseer una baja densidad ( $1.7 \text{ g/cm}^3$ ) por lo que actualmente ha alcanzado un gran auge en el área automotriz, sin embargo, los métodos de procesamiento para el magnesio poseen ciertas dificultades. El aleado mecánico es un proceso que se realiza al estado sólido y presenta diversas bondades en el procesamiento de los materiales, aquí el material es sometido a ciclos constantes de soldadura y fractura generando un refinamiento del material además de ser posible la obtención de fases que comúnmente se presentan a altas temperaturas.

En la presente investigación, se fabricaron y analizaron materiales compuestos de matriz metálica de magnesio reforzados con una varianza de partículas reforzantes de escoria metalúrgica ( $\text{CaSiO}_3$ ) y sílice (nano- $\text{SiO}_2$ ) por medio de la ruta de aleado mecánico, además de los procesos de conformación como la compactación axial en frío y la sinterización de polvos compactados se llevó a cabo en atmósfera de argón durante una hora a la temperatura de  $450 \pm 5^\circ\text{C}$ , determinada por análisis térmico diferencial.

La morfología y química del material compuesto, se analizó mediante Microscopía electrónica de barrido, EDX y mapeo. En el análisis por difracción de rayos X se identificaron las fases Mg,  $\text{CaSiO}_3$ , MgO y  $\text{Mg}_2\text{Si}$ . En base al plano principal (001) se evaluó el tamaño de cristalita utilizando la ecuación de Scherrer revelando una disminución de esta y una expansión de la celda unitaria, a consecuencia de la integración de los materiales reforzantes en la matriz de magnesio.

El estudio microestructural de los diferentes sistemas evaluados reveló una disminución del tamaño de grano al incrementar el contenido de los reforzantes. En cuanto a las propiedades mecánicas, para la resistencia mecánica se obtuvieron valores de 320 y 321 MPa en los sistemas Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub> y Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub> valores superiores al resto de los sistemas, conservando una relación congruente al asociar dicho comportamiento con la disminución del tamaño de grano y a la presencia del refuerzo. En el análisis fractográfico se identificó en los diferentes sistemas, la presencia de fractura frágil y la dureza Vickers aumentó un 96% con la presencia de CaSiO<sub>3</sub>-nano-SiO<sub>2</sub> en comparación con el sistema de Mg. La evaluación de degradación en solución de cloruro de sodio de 0 a 6 h, reveló la ganancia en peso en todos los sistemas, debido a la formación de Mg(OH) producto de la interacción del Mg con el ambiente salino.

## ABSTRACT

At present, materials need constant innovation, so the implementation of lightweight materials is required, to be applied in the automotive, biomedical and aerospace industries. Metal matrix composites have covered this high demand of applications, due to their high performance and energy conservation being one of the main priorities in materials. Magnesium and its alloys have this main characteristic as they have a low density ( $1.7 \text{ g/cm}^3$ ), which is why they have currently reached a great boom in the automotive area; however, the processing methods for magnesium have certain difficulties. The mechanical alloying is a process that is performed in the solid state and presents several benefits in the processing of materials, here the material is subjected to constant cycles of welding and fracture generating a refinement of the material in addition to being possible to obtain phases that commonly occur at high temperatures.

In the present research, magnesium metal matrix composites reinforced with a variance of metallurgical slag ( $\text{CaSiO}_3$ ) and silica (nano- $\text{SiO}_2$ ) reinforcing particles were fabricated and analyzed by mechanical alloying route, in addition to the forming processes such as axial cold compaction and sintering of compacted powders was carried out in argon atmosphere for one hour at the temperature of  $450 \pm 5^\circ\text{C}$ , determined by differential thermal analysis.

The morphology and chemistry of the composite was analyzed by scanning electron microscopy, EDX and mapping. The X-ray diffraction analysis identified the phases Mg,  $\text{CaSiO}_3$ , MgO and  $\text{Mg}_2\text{Si}$ . Based on the principal plane (001), the crystallite size was evaluated using the Scherrer equation, revealing a decrease of the crystallite size and an expansion of the unit cell, because of the integration of the reinforcing materials in the magnesium matrix.

The microstructural study of the different systems evaluated revealed a decrease in grain size as the content of the reinforcing agents increased. Regarding mechanical properties, for mechanical strength, values of 320 and 321 MPa were obtained in the systems Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub> and Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub>, values higher than the rest of the systems, maintaining a congruent relationship when associating such behavior with the decrease in grain size and the presence of the reinforcement. In the fractographic analysis, the presence of brittle fracture was identified in the different systems, and the Vickers hardness increased by 96% with the presence of CaSiO<sub>3</sub>-nano-SiO<sub>2</sub> in comparison with the Mg system.

The degradation evaluation in sodium chloride solution from 0 to 6 h, revealed weight gain in all systems, due to the formation of Mg(OH) product of the interaction of Mg with the saline solution.

## **OBJETIVOS**

### **General:**

Desarrollar materiales híbridos de matriz de magnesio reforzados con partículas cerámicas de  $\text{SiO}_2$  y  $\text{CaSiO}_3$  empleando la ruta de aleado mecánico y evaluar sus características microestructurales, químicas, físicas y mecánicas.

### **Específicos:**

- I. Evaluar la materia prima Mg, EM y  $\text{SiO}_2$  de los materiales compuestos mediante las técnicas de Difracción de Rayos X (DRX) y Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).
- II. Alear mecánicamente en un atricionador de alta energía, los reforzantes cerámicos con 8.5% EM, 2.5% y 5%  $\text{SiO}_2$  con magnesio por 4 horas con reposos de 10 minutos entre cada hora.
- III. Obtener productos consolidados del polvo aleado mecánicamente, mediante compactación axial en frío y sinterización a una temperatura de 450°C.
- IV. Evaluar las propiedades físicas (densidad y porosidad), estructurales (Difracción de rayos X), microestructurales (microscopía electrónica de barrido y microscopía óptica) y mecánicas (dureza Vickers, dureza Rockwell F, y resistencia a la compresión) de los consolidados.
- V. Evaluar la degradación de los consolidados en soluciones salinas y su caracterización.

## **PROBLEMÁTICA.**

La industria automotriz requiere de una constante innovación para estar a la vanguardia de los requerimientos del mundo actual. Uno de los grandes atractivos y requerimientos en el área automotriz es la fabricación de vehículos de transporte eficientes y limpios que sean procesados con materiales que ofrezcan buenas propiedades mecánicas y que posean estructuras de bajo peso, siendo de beneficio ya que se tiene una mejora en el rendimiento del automóvil, provocando una reducción considerable de combustible que esto generaría, así mismo el ahorro de energía y por consecuencia la disminución de las emisiones generadas por el efecto invernadero es también una responsabilidad social evitando más contaminación en el planeta.

El procesamiento de los materiales compuestos con matriz metálica y refuerzos cerámicos es uno de los atractivos hoy en día, ya que mediante la combinación de diversos materiales es posible obtener propiedades únicas. La fabricación de estos materiales es llevada a cabo mediante diversas rutas ya sea en estado líquido, semisólido y sólido. Más sin embargo el desarrollo de estos materiales posee diversos problemas de procesamiento como lo es la generación de porosidad debido a una baja mojabilidad entre el material cerámico en el metal en estado líquido, así como mismo la generación de partículas aglomeradas las cuales a su vez generan porosidad, induciendo con esto efectos negativos en las propiedades mecánicas del material deseado. Además, el metal en estado líquido acepta bajos contenido de fase cerámica, y la posible reacción entre el metal y el cerámico puede promover la generación de productos de reacción indeseables y una alteración en el aumento de la viscosidad del metal lo cual es indeseable en el proceso en estado líquido.

## **JUSTIFICACIÓN.**

La implementación de materiales ligeros en los diseños de estructuras de peso reducido, así como el ahorro de combustible y energía, coloca al magnesio y sus aleaciones en este sector ya que su principal atractivo es la baja densidad que posee ( $1.7 \text{ g/cm}^3$ ) teniendo gran auge en las últimas décadas, también posee una buena amortiguación al ruido, buen conformado, vibraciones, módulo de elasticidad, y su alta resistencia específica es considerado en este campo de aplicación en estructuras de peso ligero. La producción de estos materiales puede realizarse por diversas vías, una de ellas es la fundición, sin embargo, por ser el magnesio un material altamente reactivo debido a su afinidad por el oxígeno requiere de un manejo adecuado, por lo que el control en su procesamiento puede ser complicado.

La incorporación de materiales cerámicos es otro de los obstáculos debido a su difícil homogenización, ya que tienden a generarse partículas aglomeradas las cuales generan defectos y porosidad afectando negativamente teniendo bajas propiedades mecánicas en el material.

El uso de materiales reforzantes como la escoria metalúrgica proveniente de la industria de la fundición se le da un segundo favoreciendo el medio ambiente.

Por lo anteriormente expuesto, en el presente trabajo se pretende obtener un material híbrido con matriz metálica base magnesio (Mg) y materiales reforzantes de escoria metalúrgica (EM) y Sílice ( $\text{SiO}_2$ ) mediante la ruta de aleado mecánico, así como realizar el estudio de sus propiedades físicas, estructurales, microestructurales y mecánicas.

## **HIPÓTESIS.**

En el procesamiento de materiales compuestos de matriz metálica, la incorporación de los materiales cerámicos como reforzantes es un aspecto importante, la incorporación del material reforzante es uno de los principales problemas ya que en ocasiones estos no se distribuyen de manera homogénea en la matriz, ocasionando aglomeraciones que dan como resultado propiedades no homogéneas en el producto.

Mediante la ruta de aleado mecánico, se pretende obtener una distribución homogénea y una adherencia adecuada del refuerzo en la matriz metálica de magnesio, mediante un proceso de conformado y sinterización se busca un incremento de la dureza y la disminución de densidad y porosidad.

Además de la posible generación de fases termodinámicamente más estables, con la incorporación de los materiales reforzantes con un tamaño micrométrico y nanométrico, se pretende obtener una modificación positiva de la resistencia mecánica, la ductilidad y la resistencia a la degradación en ambientes salinos.

Se espera que la adicción de los materiales reforzantes (EM y SiO<sub>2</sub>) con diversos porcentajes incorporados a la matriz metálica (Mg) se obtengan resultados superiores de dureza 60 HV, 60 HRF y 214-240 MPa en su resistencia a la compresión además de una densidad inferior a 2.5 g/cm<sup>3</sup> para su aplicación como pistón en el área automotriz.



## I. INTRODUCCIÓN.

En la actualidad la contaminación ambiental es una preocupación general y el sector automotriz no es ajeno a esto, por lo que se ha enfocado en el desarrollo e implementación de materiales ligeros, generando un menor consumo de combustible y minimizar las emisiones generadas por los gases de efecto invernadero, es por ello que los materiales de compuestos de matriz metálica reforzados con materiales cerámicos son considerados viables debido a su buena relación de resistencia además de poseer, una baja densidad, por lo que se ha aumentado la demanda del magnesio y sus aleaciones en el área automotriz.

El proceso de aleado mecánico como ruta de procesamiento en estado sólido ofrece un mayor control de variables, una buena incorporación de forma homogénea del material cerámico a la matriz y una disminución del tamaño de partícula lo cual es benéfico ya que esto incrementa las propiedades como la dureza y resistencia a la compresión en el compuesto.

Es por ello por lo que en la presente investigación se busca obtener un material compuesto, considerando un análisis profundo de la materia prima, la matriz constituida por el magnesio (Mg) de pureza comercial y los reforzantes, Escoria metalúrgica (EM) y la Sílice ( $\text{SiO}_2$ : nanopartículas grado reactivo), además de la incorporación de estos materiales reforzantes en el magnesio mediante aleado mecánico en el cual se pretende obtener una distribución homogénea de los reforzantes en la matriz. El material compuesto se caracterizó física, química y mecánicamente por diversas técnicas como Difracción de Rayos X (DRX), Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), Análisis Térmico Diferencial (ATD), dureza Vickers (HV), dureza Rockwell F(HRF), resistencia a la compresión, densidad y se evaluó la degradación en ambientes salinos, con el fin de proporcionar una visión general de las múltiples oportunidades que tiene este material con respecto a otros, así mismo su potencia para ser desarrollado en la industria automotriz.

## II. MARCO TEORICO.

A continuación, se presentan los diversos temas que engloban las variables del presente estudio, con el fin de tener información valiosa para el entendimiento de este, basado en revisión bibliográfica.

### 2.1 Material compuesto.

Los materiales compuestos son aquellos obtenidos de una variedad de combinaciones entre materiales de diversa naturaleza, debido a esta unión entre dos o más materiales, se logra obtener propiedades únicas que de forma individual no son capaces de alcanzar. [1]

En la figura 1 se muestran los diversos materiales que pueden conformar un material compuesto. [2]

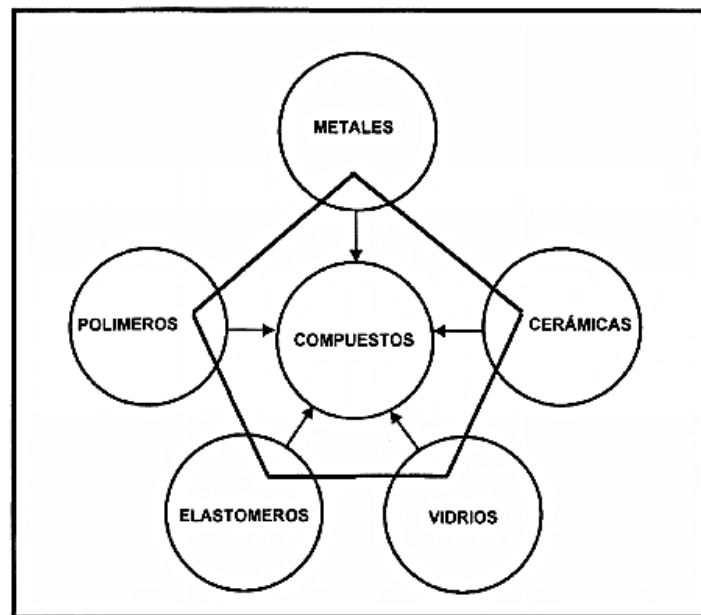


Figura 1. Grupos de materiales que pueden conformar un material compuesto. [2]

### **2.1.1 Materiales compuestos de matriz metálica (MCMM).**

Los materiales compuestos de matriz metálica (MCMM) se encuentran constituidos por dos grupos, el primer grupo en donde dominan los materiales con matrices de metales de transición (Co, Fe, Ni) y el segundo grupo enfocado en las aleaciones ligeras (base Mg, Ti, Al). [2]

En los materiales compuestos la matriz metálica cumple con:

- Proteger el material de refuerzo de ambiente exteriores.
- Repartir y transmitir la carga de los reforzantes.
- La matriz debe de poseer buena resistencia a la corrosión y una buena resistencia mecánica en caliente.

Algunas de las funciones que tienen los materiales reforzantes en los materiales compuestos de matriz metálica son:

- Amortiguar la tensión ejercida sobre el material compuesto.
- Mejorar las propiedades mecánicas de la matriz.
- Frenar los defectos generados cuando es sometido a temperaturas altas y así mismo detener la propagación de grietas.

La interfase generada entre la matriz y refuerzo proporciona las propiedades mecánicas del compuesto en donde el reparto de las cargas aplicadas se llevará por la unión entre matriz y refuerzo. Ya que, de lo contrario, la matriz soportará la mayor cantidad de carga y la función de los reforzantes será nula.

Para obtener una interfase ideal se requiere de los siguientes parámetros:

- La buena mojabilidad entre la matriz y el reforzante.
- La interfase debe permanecer estable en el tiempo y temperatura de utilización del material compuesto.
- La reacción entre matriz y refuerzo deben de ser mínimas.
- Los coeficientes de dilatación térmica de la matriz y reforzantes deben poseer cierta similitud esto para disminuir tensiones internas en la interfase.

Las propiedades de la matriz de material compuesto (MMC), es el referente de las propiedades del compuesto (ver tabla 1), siendo el Al, Mg y Ti los de mayor aplicación.

Tabla 1. Propiedades de los diversos materiales ligeros empleados como matriz metálica entre ellos el Magnesio. [2]

	Al		Mg		Ti
<b>Estructura cristalina</b>	FCC		HCP		HCP 882 °C BCC
<b>Propiedades físicas</b>					
<b>Punto de fusión (°C)</b>	660		650		1660
<b>Densidad (g/cm<sup>3</sup>)</b>	2.7		1.7		4.5
<b>Propiedades térmicas</b>					
<b>Calor específico a 25 °C (JK<sup>-1</sup>Kg<sup>-1</sup>)</b>	900		1.020		523
<b>Conductividad térmica 0-100°C</b>	237		155		21.9
<b>Propiedades mecánicas</b>					
<b>Tipo de material</b>	Blando	Duro	Blando	Duro	Recocido
<b>Dureza (HV)</b>	21	35-48	30-35	35-45	60
<b>Limite elástico (MPa)</b>	10-35	110-170	69	100	140-250

### **2.1.2 Procesamiento de materiales compuestos de matriz metálica (MCMM).**

Los métodos de procesamiento aplicados a los materiales compuestos de matriz metálica base magnesio se describen a continuación: [3]

- **Fundición por agitación:** Procesamiento más económico, se puede utilizar partículas, whiskers como reforzantes. Se requiere de una fuerza de agitación para evitar la mala humectabilidad entre el refuerzo y la matriz.
- **Fundición por ultrasonido:** Es aplicado para la introducción de nanopartículas en donde se requiere principalmente de una desegregación para tener una buena distribución de las nanopartículas, debido a energía superficial comparada con las de tamaño micrométrico.
- **Metalurgia de polvos:** Consiste en la mezcla de polvos metálicos y refuerzos. En este proceso se requiere de menor temperatura en comparación con los procesos que involucran compuestos en estado líquido, por lo cual se tiene un mayor control sobre las reacciones interfaciales indeseadas. [4]
- **Molienda Mecánica:** Esta técnica tiene como objetivo la disminución del tamaño de partícula del material, mediante la introducción del material a un molino de energía, así mismo la molienda mecánica permite la generación de materiales de estructura amorfa.
- **Forjado líquido:** En este proceso los refuerzos más utilizados son whiskers, consiste en la fabricación de una preforma de material cerámico en combinación de un aleante, esta preforma es colocada en la matriz, posteriormente se añade metal líquido, mediante presión, este se introduce en la preforma. [4]

## **2.2 Aleado mecánico.**

El aleado mecánico es un proceso en seco el cual permite obtener composiciones específicas. Esta técnica fue establecida por John S. Benjamín en los años 60. [5]

El aleado mecánico es la una de las técnicas de la metalurgia de polvos que involucra la constante fractura y soldadura en frío en un equipo de molino de alta energía. Esta técnica nos permite alear en estado sólido múltiples materiales. [6]

El aleado mecánico para el desarrollo de los materiales compuestos de matriz metálica (MCMM) es uno de los procesos más eficaces, por realizarse en estado sólido, es posible eliminar los puntos de fusión y solubilidades relativas por lo cual se obtiene una aleación difícil de obtener por otra vía en forma de polvo.

### **2.2.1 Variables involucradas en el proceso de aleado mecánico.**

En el proceso de aleado mecánico, se introduce la mezcla de polvos en un recipiente cerrado en presencia de bolas, las cuales colisionan constantemente con el polvo provocando eventos repetitivos de fractura y soldadura de las partículas, generando una distribución homogénea y una disminución constante del tamaño de partículas, aspecto que favorece la dureza y la resistencia al desgaste en el material compuesto metal – cerámico. [7]

Es por ello que se requiere tomar en cuenta los siguientes parámetros: [5]

- Molino por utilizar: Existen diferentes tipos de molinos como los horizontales, los controlados por fuerzas magnéticas y los molinos de impacto, destacando entre ellos los molinos de alta energía (atricionador). La diferencia entre ellos radica en la eficacia que se tiene con respecto a la cantidad de energía de molienda suministrada al material.

El molino atricionador se caracteriza por contener hélices en su interior, las cuales proporcionan el movimiento y velocidad de las bolas, elevando la cantidad de energía generada durante el proceso.

- Relación entre la carga y bolas: En este radica el número de colisiones que el polvo recibirá por unidad de tiempo el cual crece a medida que el número de bolas aumenta este favorece el fenómeno de soldadura en frío y fractura.
- La atmósfera durante el proceso: Se utiliza para la prevención de oxidación y contaminación durante el proceso, sometiendo al material a un flujo de gas inerte, usualmente suele ser argón, aunque también se suele emplear helio y nitrógeno.

Durante el aleado mecánico hay un el ciclo repetitivo de fractura y soldadura en frío, provocando deformación plástica, entre las partículas metálicas y el material reforzante el cual se sitúan en los límites interfaciales de las partículas metálicas, hasta que la fractura y soldadura alcanzan un equilibrio, teniendo una distribución uniforme de reforzante en la matriz metálica. [8]

Los polvos iniciales de matriz y reforzantes determinan la evolución del proceso, clasificándose: [5]

- a) Dúctil- dúctil: En este predomina la soldadura, por lo cual se forma una estructura laminar, obteniendo un intermetálico o aleación.
- b) Dúctil-frágil: En este las partículas frágiles se van introduciendo dentro del material dúctil. La temperatura favorece la difusión que sucede dentro del atricionador, obteniendo una homogenización del producto.

En la figura 2 se muestra esta evolución estructural anteriormente mencionada, en la cual se parte de, 1) Material de partida 2) Soldadura y fractura de las partículas. 3) Predominio de la soldadura, obtención del polvo compuesto. 4) Afino de la estructura, predominio permanente.

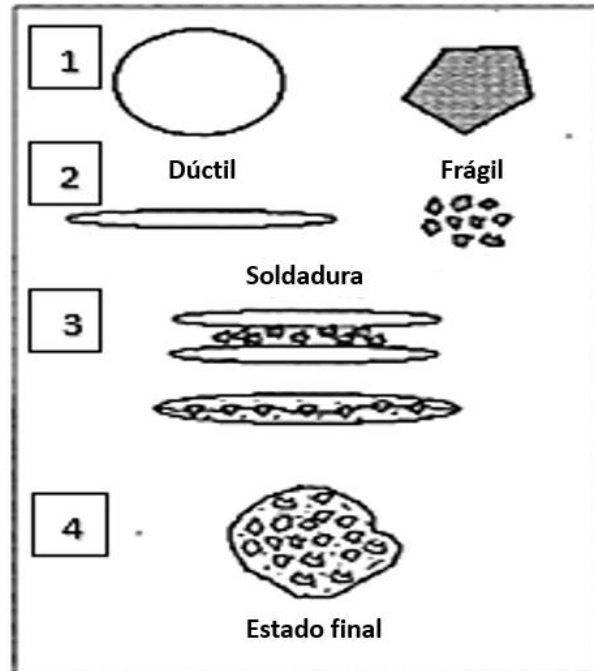


Figura 2. Etapas durante el proceso de aleado mecánico en un material dúctil-frágil. [5].

c) Frágil – frágil: En este caso predomina la fractura, dando lugar a la formación de capas ultrafinas.

B. Fogagnolo y col. [9] estudiaron el cambio de morfología (ver figura 3) en base al tiempo de aleado mecánico, para un material con 15% de reforzante mostraba una morfología equiaxial a 4.5 h generando una menor compresibilidad, el material reforzado con 5% muestra una morfología aplanada indicativo de poseer una buena compresibilidad, este necesitaría 8 h de proceso para llegar a la morfología esférica o equiaxial, por lo que el porcentaje de reforzante añadido sin duda es un factor clave durante el proceso.



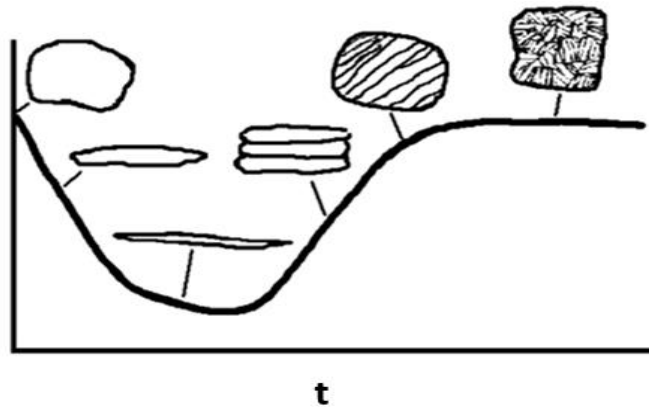


Figura 3. Esquema de la evolución de la morfología de los polvos con respecto al tiempo, en el aleado mecánico.

La técnica de aleado mecánico es eficaz para la fabricación de nanocompuestos [8] debido a:

- a) Se obtiene una distribución uniforme de las partículas nanométricas.
- b) Se puede procesar mayor volumen de material reforzante.
- c) Se reduce el tamaño de grano del material metálico (matriz) a la escala nanométrica.

Una mayor duración de tiempo en el proceso provoca una mayor deformación y por consecuencia un incremento de la dureza de las partículas, las cuales se distribuyen uniformemente y disminuyen de tamaño. [8]

El aleado mecánico es un método de procesamiento prometedor y económico en el cual se supera la aglomeración de nanopartículas, en los materiales de refuerzo de tamaño a micras mejoran la resistencia de los materiales de matriz metálica, suele disminuir la ductilidad. Por lo cual al incorporar partículas nanométricas se busca aumentar la resistencia y ductilidad simultáneamente. [10]

Mediante la combinación de aleado mecánico, métodos de compactación en frío y sinterización se ha logrado producir nanocompuestos de magnesio, en los cuales el material reforzante de nanopartículas se distribuye uniformemente. Obteniendo una estructura más fina gracias al aleado mecánico, así mismo el sinterizado cierra los

poros del material en su mayoría, obteniendo una densidad casi total, mejor resistencia mecánica y ductilidad. [10]

La distribución homogénea en la matriz de magnesio, el decrecimiento en el tamaño de grano y la disminución de poros mejora las propiedades mecánicas en el compuesto. [11]

### 2.2.2 Influencia de tamaño de partícula.

En las partículas de polvo, su tamaño y distribución, es importante debido a que tiene un efecto en las propiedades del compuesto. Cuando se tiene un mismo tamaño de partícula se obtendrá mayor porosidad, si se tiene una distribución de dos diferentes tamaños de partícula esta porosidad disminuye, así mismo, si se añade un tercer tamaño de partícula esta disminuirá considerablemente y la resistencia del material aumentará. [12]

Para la medición del tamaño de partícula existen diversas técnicas (tabla 2), que permiten asegurar tamaños de partículas adecuados.

Tabla 2. Técnicas para la medición de tamaño de partícula. [12]

Método	Tamaño de partícula ( $\mu\text{m}$ )
Cribado	> 45
Microscopía con luz blanca	100 a 0.25
Microscopía con luz ultravioleta	1 a 0.11
Microscopio electrónico	1 a 0.004
Absorción de gases	20 a 0.002
Sedimentación	10 a 0.050
Permeabilidad	100 a 0.5
Difusión	0.01 a 0.001
Rayos - X	0.01 a 0.001

### 2.2.3 Proceso de conformado.

El objetivo en esta etapa es la obtención del máximo empaquetamiento y uniformidad de las partículas, obteniendo un mínimo encogimiento y porosidad. [12]

#### 1. Formado por presión:

Es un método por compactación de polvos el cual se lleva a cabo dentro de un dado rígido, ejerciendo presión de manera axial o uniaxial ya sea en frío o aplicando temperatura (ver figura 4).

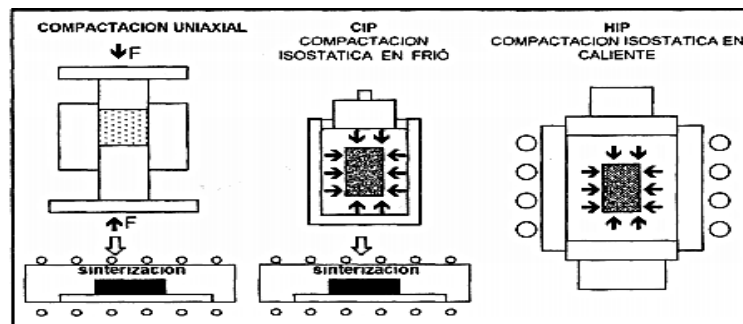


Figura 4. Esquema donde se muestra los diversos tipos de conformados de polvos. [4]

El proceso de conformado consiste en el llenado de molde, compactación y obtención del producto final. Cuando es aplicada la presión el esfuerzo es transmitido por el contacto por las primeras partículas, ocurriendo un deslizamiento entre una con otra y ocasionando un reacomodo, obteniendo una disminución de porosidad e incrementando el número de contactos intergranulares, como se muestra en la figura 5.

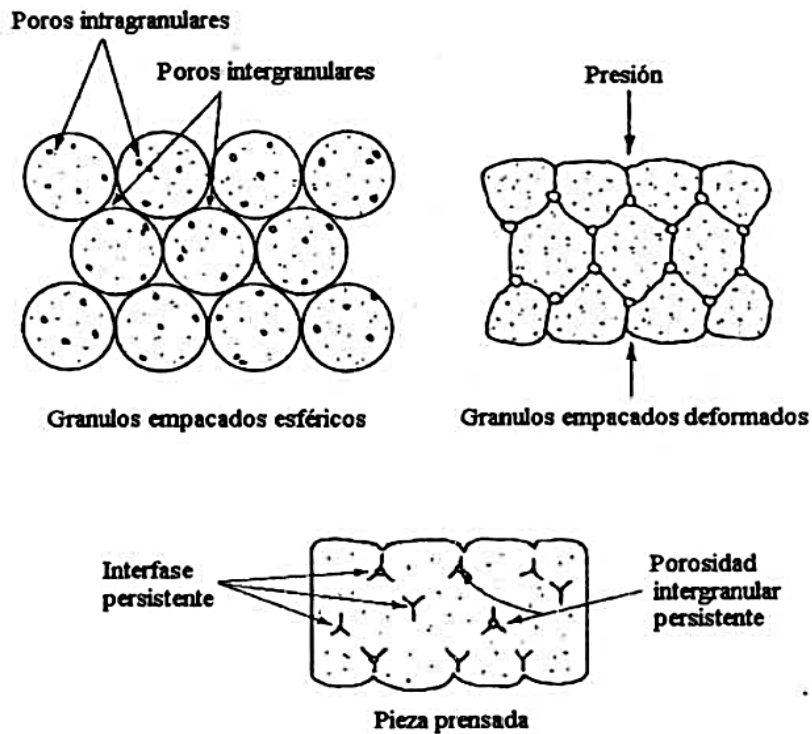


Figura 5. Cambios generados en las partículas de polvo y distribución de tamaño durante el proceso de compactación. [12]

Las diversas etapas del comportamiento de la compresibilidad del polvo consisten (etapa 1) en aplicar una carga sobre los polvos generando que estos se desplacen y llenen los huecos, por lo cual su densificación es alta, sin embargo al aumentar la presión habrá un aumento de deformación plástica (etapa 2) [13].

#### 2.2.4 Sinterización.

El proceso de sinterización se considera como la densificación de un material compactado, en el cual su objetivo es minimizar los poros y la obtención de una buena cohesión entre las partículas mediante aplicación de calor. [12]

En este proceso las partículas formaran un área de contacto  $x$  (ver figura 6), conocida como interfase, en la cual como consecuencia el centro de las partículas se ha movido a su partícula vecina por una distancia  $y$ , este movimiento es producto de la sinterización.

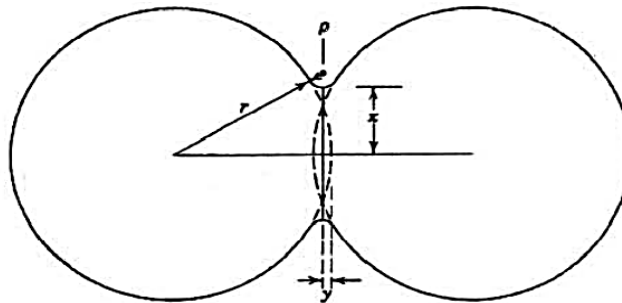


Figura 6. Modelo de sinterización. [12]

La sinterización en estado sólido involucra la cohesión mediante el movimiento de las partículas. Para que se tenga una buena sinterización en estado sólido la fuerza impulsora es la energía libre o potencial químico (ver tabla 3) de la partícula y sus puntos de contacto entre las partículas vecinas. [12]

Tabla 3. Diversos mecanismos de sinterización. [12]

Tipo de sinterizado	Mecanismos de transporte de material	Energía impulsora
Fase vapor	Evaporación - condensación	Diferencias en fase vapor
Estado sólido	Difusión	Diferencias en energía libre o potencial químico
Fase líquida	Flujo viscoso, difusión	Presión capilar, tensión superficial

## 2.3 Magnesio.

El magnesio fue descubierto como elemento en 1808 por Sir Humphrey Davy, este es producido a partir del cloruro de magnesio, el cual es extraído de minerales como la dolomita y magnesita. [14]

Es uno de los materiales más abundantes, su densidad es de  $1.74 \text{ g/cm}^3$ , siendo 33% más ligero que el Al. El magnesio posee una estructura hexagonal la cual es asociada con sus propiedades. [15]

### 2.3.1 Aleaciones de Magnesio

La codificación de las aleaciones de magnesio se encuentra designada por la ASTM B275, las primeras dos letras se indica los dos componentes principales de la aleación, los dos números seguidos de estos se refieren a la composición con respecto a los componentes. [16]

Sus aleaciones suelen ser comúnmente con Al, Zn y Cu, las cuales son aplicadas en el área médica, de transporte y la industria aeroespacial (figura 7). [15]

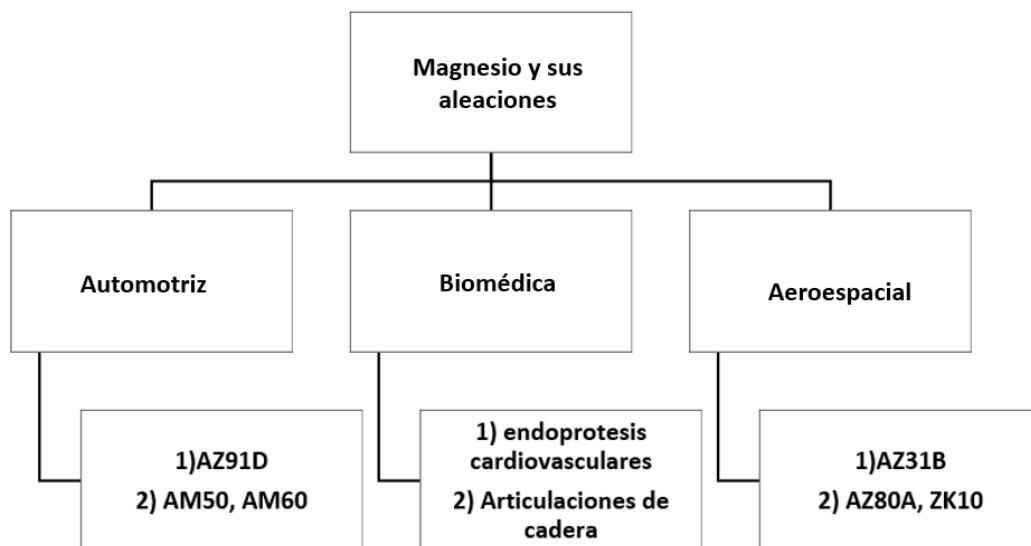


Figura 7. Aplicaciones de aleaciones de magnesio. [15]

El magnesio y sus aleaciones han alcanzado un amplio campo de aplicación por su buena relación resistencia – peso colocándose para su aplicación en el área automotriz. En la tabla 4. Se muestran propiedades mecánicas de aleaciones de magnesio, procesadas por diversos procesos entre ellos la metalurgia de polvos. [15]

Tabla 4. Aleaciones de magnesio aplicadas en el área automotriz.

S. No	Material	Propiedades	Metodología
1	ZK60/SiC	Elongación 350%	Metalurgia de polvos
2	AZ61	Resistencia a la tensión: 220 MPa, porosidad: 44.2	Metalurgia de polvos
	AZXE7113	Resistencia a la tensión: 236 MPa, porosidad: 25	Metalurgia de polvos
3	ZK61	Elongación máxima: $659\% \cdot 1 \times 10^{-3} \text{ S}^{-1}$ . Máxima elongación: $283\% \cdot 1 \times 10^{-2} \text{ S}^{-1}$ .	Metalurgia de polvos
4	WE43-B	Resistencia en tensión: 220 MPa	Fundición
5	WE43	Limite elástico: 170 MPa, Resistencia en tensión ultima: 220 MPa y elongación 2%	Metalurgia de polvos
6	AZ31	Limite elástico: 145.8 MPa, Resistencia en tensión: 256.4 MPa y elongación: 10.2 %	Fundición por rodillo
7	ZK60	Resistencia máxima en tensión: 456 MPa	Metalurgia de polvos
8	Mg-1 Al-0,3 wt%	Resistencia máxima en tensión: 246 MPa	Metalurgia de polvos

### 2.3.2 Aleaciones de magnesio en la industria automotriz.

En la actualidad se estima un 70% de aplicaciones del magnesio en el área automotriz, dado que en sistemas móviles su peso se ve disminuido aumentando su desempeño con respecto a la cantidad de energía siendo una fuente de energía más sostenible. [14]

El magnesio mejora la seguridad en automóviles debido a su relación entre resistencia mecánica y densidad, además de poseer buena ductilidad y absorción de energía, su buena conformabilidad de piezas con geometrías complejas le permite ganar mayor área de aplicación automotriz, una de sus limitantes es su baja resistencia al desgaste y corrosión. [14]

Las aleaciones mayormente utilizadas en la industria automotriz son las AZ y AM como las AZ91D, AM50A y AM60B estas poseen buenas propiedades mecánicas, resistencia a la corrosión. [17]

En la figura 8 se muestran algunas piezas fabricadas en la industria automotriz, se encuentran las columnas de dirección, volantes de conducción, paneles de instrumentos, silletería, pedales, carcasas de motor, contenedores para bolsas de aire y embrague.



Figura 8. Ejemplos de componentes automotrices de aleaciones de magnesio, a) marco de la puerta, b) colector de aceite, c) estructura del asiento. [18]



Las aleaciones de magnesio se han incorporado continuamente a la industria automotriz, en la tabla 5 se muestran algunas aplicaciones en el área automotriz con respecto a las aleaciones AZ y AM.

Tabla. 5. Aplicaciones de aleaciones de magnesio para componentes automotrices. [18]

Transmisión del motor y de las piezas	Partes internas	Componentes del chasis	Componentes estructurales
Bloque de motor	Núcleos del volante	Ruedas de varilla	Soporte del radiador
Caja de cambios	Componentes del asiento	Brazos de suspensión	Interior de la puerta
Colector de admisión	Instrumentos del panel	Cuna de motor	Componentes de fundición
Soportes	Componentes de la columna de dirección	Soporte trasero	Tapa del perno de la puerta
Convertidor	Pedal de freno y columna		
Colector de aceite	Retenedor de bolsa de aire		

### 2.3.3 Aplicación.

Un pistón es un componente en el motor, el cual se desliza en el interior del cilindro, posee una geometría en forma de cilindro y formando parte de la cámara de combustión, este tiene como objetivo transferir la fuerza de los gases en el cilindro a través de la biela generando movimiento al cigüeñal. Los pistones son comúnmente fabricados de aleaciones de aluminio-silicio. [19]

El pistón debe de cubrir con las siguientes características: [19]

- Transmitir la fuerza de los gases la biela.
- Asegurar la estanquidad de los gases y aceite.
- Absorber el calor producido durante la combustión y desplazarlo a las paredes del cilindro para una posterior evacuación.

Para poder realizar lo anterior mencionado, el pistón debe de cumplir con lo siguiente: [19]

- Fabricación precisa para que tenga un buen ajuste en el cilindro.
- Dilatación mínima para las temperaturas en las cuales estará expuesto.
- Estar hecho de un material ligero el cual le de las posibilidades de alcanzar mayores velocidades.
- Buena resistencia al desgaste y agentes corrosivos.

Las aleaciones aluminio silicio poseen alta resistencia al desgaste, así mismo un bajo coeficiente de expansión térmica. [20]

En la tabla 6 se citan las propiedades físicas, químicas y mecánicas del pistón. [21]

Tabla 6. Propiedades de las aleaciones del pistón. [21]

Características físicas, químicas y mecánicas del material del pistón	
Composición química	Aleación Al-Si
Conductividad térmica	155 W/m °C
Expansión térmica	19.4 10 <sup>6</sup> /K
Dureza	20 – 76 HRB
Calor específico	850 J / Kg °C
Densidad	2.69 g/ cm <sup>3</sup>

Los gases generados en el proceso de combustión provocan un movimiento de “vaivén” al pistón, lo que hace que este transmita energía al cigüeñal mediante la biela y posteriormente, empuje los gases de combustión fuera del cilindro. El pistón va sujeto a la biela por el perno, así mismo en la cabeza del pistón se encuentran los anillos de compresión y engrase. [22]

En las aleaciones de aluminio-silicio, el silicio aumenta la vida del pistón, sin embargo, no puede mejorar a retener las altas temperaturas durante su funcionamiento. [23]

Los materiales compuestos de aleaciones ligeras poseen un alto potencial en la aplicación dentro del motor como el pistón, los cuales ofrecen una alta resistencia en rigidez, temperatura, además poseen bajo coeficiente térmico, conducción térmica y resistencia a el desgaste. El Intermetálico  $Mg_2Si$  proporciona mejor resistencia en las aleaciones aluminio-silicio proporcionando la obtención de tamaño de grano más fino, el cual mejora la resistencia mecánica.

Los pistones de combustión interna mediante gasolina trabajan por medio de una chispa (ver figura 9). Su proceso de fabricación es mediante fundición o forjado una vez obtenido el material de la colada, se le realiza un tratamiento térmico de envejecido para eliminar esfuerzos internos y homogenizar la aleación para obtener la dureza requerida en la pieza. [24]



Figura 9. Proceso de combustión interna. [24]

Partes del pistón (figura 10):

- Cabeza: Parte del pistón que en conjunto con la cabeza del motor, válvulas y cilindro conforman la cámara de combustión, esta puede tener diversas formas basada en el tipo de combustión y con el acomodo de las válvulas de escape y admisión.
- Landas: Es el espacio en el cual se colocan los anillos. Estos se localizan en el pistón; los cuales ayudan a prevenir el escape de los gases de combustión entre las paredes del cilindro y el pistón, además estos deben garantizar un buen sellado. También se cuenta con anillos de engrase o aceite los cuales actúan para limpiar el exceso de aceite localizado en las paredes del cilindro, haciendo que este regrese al Carter de aceite. [25]
- Falda: Parte inferior del pistón la cual es la que mayor contacto tiene con el cilindro de manera ascendente y descendente.
- Barreno de perno: Es la cavidad que posee el pistón donde se alojara el perno el cual une al pistón con la biela.

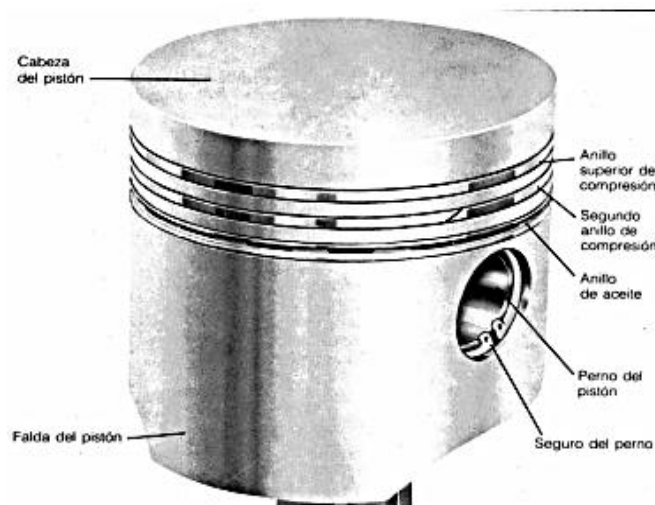


Fig.10. Partes del pistón. [24]

Las principales causas que provocan desgaste en el pistón son: [24]

1. Rozamiento con el cilindro.
2. Abrasión por pequeñas partículas.
3. Efectos corrosivos de los productos de combustión (PH=2).

Se ha encontrado que la densidad del pistón tiene un efecto sobre la fricción, al reducirse el peso, se obtiene una reducción de fricción de hasta un 20%. La disminución de masa permite que los motores de combustión interna alcanzando a una mayor cantidad de revoluciones generando grandes potencias y mayores aceleraciones. [26]

Aldape y col. [27] realizaron una simulación de elementos finitos (ver figura 11), encontraron que la temperatura máxima de 209.04°C se genera en la parte superior del pistón (cabeza) y la temperatura más baja fue de 92.3°C situada en la parte inferior de la falda del pistón. También realizaron un análisis a los esfuerzos generados siendo a 221.64 MPa situado en el orificio del perno.

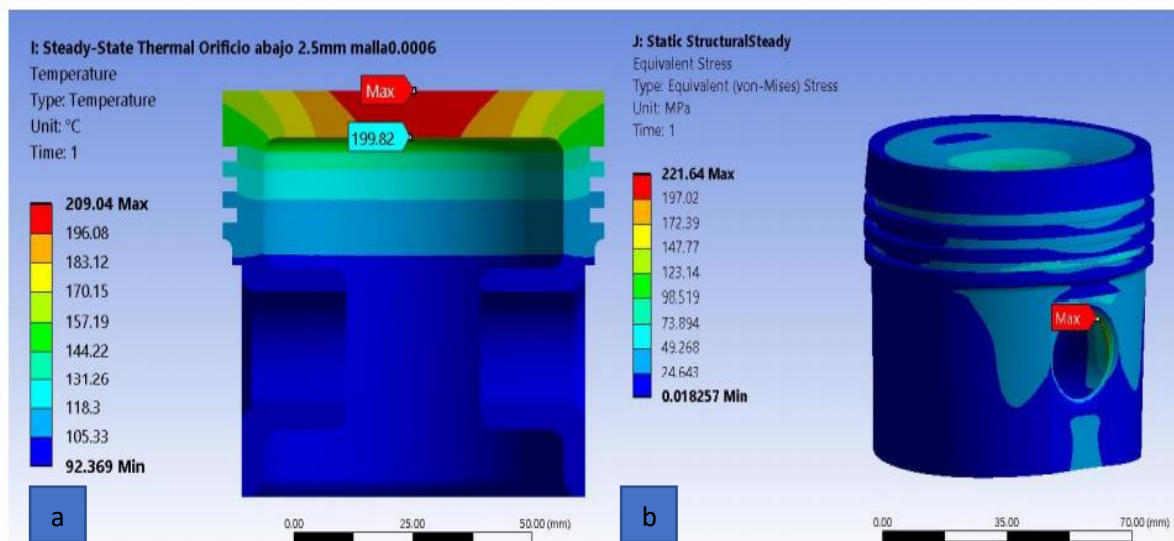


Figura 11. a) Análisis de temperatura, b) Análisis de esfuerzos. [27]

### **2.3.4 Materiales compuestos con matriz de magnesio.**

Los materiales compuestos de matriz de magnesio en la actualidad son materiales potenciales, debido a su baja densidad, además de las buenas propiedades mecánicas y físicas como la mejora de propiedades como la dureza, amortiguación, su buen comportamiento ante el desgaste, fatiga y fluencia, todo esto por la adición de materiales reforzantes a la matriz metálica de magnesio. [28]

Las propiedades del magnesio por sí solo son relativamente buenas, pero su combinación con materiales reforzantes es lo que hacen a los materiales compuestos de matriz metálica de magnesio únicos.

Los refuerzos deben de cumplir con ciertas características como un tamaño adecuado de partícula y ser estables térmicamente. Los refuerzos que mayormente son usados son el carburo de silicio (SiC), carburo de titanio (TiC), óxido de aluminio ( $Al_2O_3$ ). La morfología de los materiales reforzantes es también importante ya que tienen un efecto en la resistencia y estabilidad del material compuesto. Los compuestos de matriz de magnesio suelen ser procesados mediante la metalurgia de polvos, fundición por agitación y técnicas de deposición por pulverización. [28]

### **2.3.5 Nanocompuestos con matriz de magnesio.**

La incorporación de nanopartículas, exhiben un buen efecto en el fortalecimiento del compuesto, manteniendo la dureza de la matriz. Aplicándose en el campo aeroespacial, industrial, electrónico y biomédico. [29]

Mediante la adición menor de 3% de nanopartículas, se logra un considerable incremento de las propiedades mecánicas del compuesto, además de mejorar la resistencia a la compresión.

Debido a que las fuerzas de unión entre las nanopartículas son fuertes, la humectabilidad del magnesio y las nanopartículas es muy baja, por lo que se requiere de procesos que permitan una eficiente dispersión.

Los procesos mayormente empleados para la fabricación de nanocompuestos de matriz de magnesio son: Vibración ultrasónica, deposición de fusión desintegrada (DMD), agitación por fricción y aleado mecánico.

Los nanocompuestos con matriz de magnesio son un excelente candidato para ser introducido en la industria automotriz, de ser así, el consumo de combustible se reduciría en un 7% si el peso se redujera en un 10%, si los materiales de la industria automotriz se remplazan por magnesio y sus compuestos habría una reducción de 22-77% en su peso.

Los nanocompuestos desarrollados poseen estabilidad térmica y dimensional, los cuales pueden ser usados como bloques de motor, la industria aeroespacial demanda el ahorro de peso por lo que la aplicación de magnesio y sus compuestos minimizarían considerablemente el consumo de combustible.

Un estudio donde se utilizaron nanopartículas de MgO como reforzante en la matriz de Mg se obtuvo un aumento del 75% en la microdureza, también se observó una mejora considerable en el límite elástico, con la adición de 0.5% volumen de nanopartículas. [30]

Los nanocompuestos tienen menos posibilidades de fallar debido a la descohesión interfacial entre las nanopartículas y la matriz metálica logrando una reducción del área, también el coeficiente de expansión térmica es más estable en los nanocompuestos en comparación con los materiales compuestos convencionales.

Estudios revelan que los materiales reforzantes de tamaño nanométrico mejoran las propiedades mecánicas sin generar ningún efecto en la ductilidad. A las cuales se les atribuye a: [31]

- a. La presencia de partículas cerámicas o metálicas con mayor dureza, las cuales actúan como una restricción a la deformación de la matriz.
- b. El aumento de la cantidad de dislocaciones en la matriz.
- c. La reducción de tamaño de grano.

La producción de material compuesto base magnesio con diversos porcentajes de nanopartículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  como material reforzante por aleado mecánico, fue reportado con una distribución homogénea en la matriz y mínima porosidad, un aumento de dureza, del módulo elástico y la resistencia a la tensión; con la adición de 0.66% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  se logró una mejora considerable en las propiedades mecánicas, demostrando que la adición de nanopartículas cambia la matriz de magnesio de frágil a dúctil. [32]

#### **2.4 Refuerzos utilizados para la fabricación de materiales compuestos.**

Los materiales reforzantes se pueden clasificar en tres diversas morfologías: [2]

- a. Fibras continuas: Suelen emplearse muy poco debido a una posible reacción con la matriz por el uso de temperaturas altas.
- b. Whiskers: Deben de poseer un diámetro menor de  $1\ \mu\text{m}$  y longitud máxima de  $100\ \mu\text{m}$ , por lo cual se les considera refuerzos discontinuos. Estos suelen presentar mejores propiedades que las fibras continuas y así mismo menor costo.
- c. Partículas: Suelen ser los refuerzos más económicos, obteniendo una mayor isotropía en propiedades. Su control de tamaño como la pureza deben de ser sus principales características.
- d. Refuerzo tamaño nanométrico: Estos ofrecen una amplia gama de propiedades en comparación con los de tamaño micrométrico. Se han utilizado  $\text{SiC}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  y  $\text{SiO}_2$  e incluso nanotubos de carbono. [3]



Las partículas reforzantes utilizadas en las aleaciones de magnesio, suelen ser partículas cerámicas como nitruros, carburos, óxidos y boruros. [33] En la figura 12 se muestra las diversas morfologías en que se pueden encontrar los materiales reforzantes.

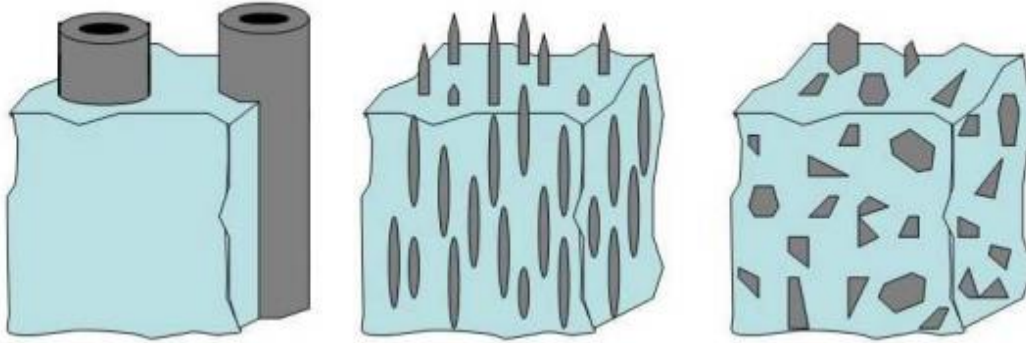


Figura 12. Materiales compuestos de matriz metálica reforzados con fibras continuas, whiskers y partículas. [33]

#### 2.4.1 Materiales híbridos.

Cuando se utiliza más de un tipo de material reforzante el material compuesto se denomina compuesto híbrido, en el cual se aprovecha las características particulares de cada uno de los reforzantes. La clasificación de materiales híbridos en base a su naturaleza química se establece de la siguiente manera: [34]

- Clase I: Toma en cuenta las interacciones de materiales orgánicos e inorgánicos de acuerdo con su estructura, aquellos que poseen uniones débiles, como lo son las de Vander Waals, enlaces por puente de hidrogeno.
- Clase II: Se producen en una fuerte interacción entre los diversos componentes estructurales, basados en enlaces covalentes o enlaces de coordinación obteniendo una estabilidad en el material híbrido.

Mediante el desarrollo de la tecnología híbrida se ha prestado mayor atención a los compuestos de matriz de magnesio híbridos los cuales presentan mejores propiedades mecánicas y resulta más económico. [35]

Se han fabricado materiales híbridos de matriz magnesio puro (99%) con cerámicos tales como SiC y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> (mullita), obteniendo un aumento de la resistencia a la tensión del material compuesto, generando una disminución en la plasticidad en el material compuesto de matriz de magnesio y por tanto obtuvieron una mayor capacidad de amortiguación que el magnesio puro. [35]

#### 2.4.2 Sílice (SiO<sub>2</sub>).

La sílice o dióxido de silicio (SiO<sub>2</sub>) posee tres formas cristalinas: cuarzo, cristobalita y tridimita, las cuales son sumamente complejas, sus enlaces se encuentran relativamente abiertos y sus átomos no se encuentran empaquetados al máximo, por lo que como consecuencia poseen densidades bajas (ver tabla 7). [36]

Tabla 7. Propiedades químicas y mecánicas de la sílice. [36]

Sílice SiO <sub>2</sub>	
Temperatura de fusión	1713 °C
Densidad	
Cuarzo	2.65 g/cm <sup>3</sup>
Tridimita	2.27 g/cm <sup>3</sup>
Cristobalita	2.32 g/cm <sup>3</sup>
Resistividad eléctrica	10 <sup>14</sup> Ω – cm
Módulo de Young	69 GPa
Módulo de ruptura	110 MPa
Tensión	69 MPa

La sílice posee enlaces covalentes, sus átomos de silicio están enlazados con cuatro átomos de oxígeno como vecinos por lo que posee una estructura tetraédrica. Los tetraedros en la sílice tienen un comportamiento como grupos iónicos, en donde los iones de oxígeno se encuentran en las esquinas de los tetraedros atraídos por otros iones, con el fin de establecer un equilibrio entre las cargas. [37]

En los materiales cerámicos es común el polimorfismo, existen dos tipos, la primera transformación de desplazamiento la cual es reversible, contrario a las transformaciones reconstructivas ya no regresan a su estado original. Las transformaciones desplazamiento y transformaciones reconstructivas son comunes en los silicatos. [36]

En la sílice se llevan a cabo las transformaciones de desplazamiento y reconstructivas, la sílice a temperatura ambiente se presenta como cuarzo, la tridimita y la cristobalita, se encuentran en componentes cerámicos en formas metaestables, ya que que la transformación reconstructiva en la sílice es muy lenta. En la figura 13 se muestran las transformaciones polimórficas de la sílice, con respecto a sus transformaciones de desplazamiento y reconstructivas según sea el caso.

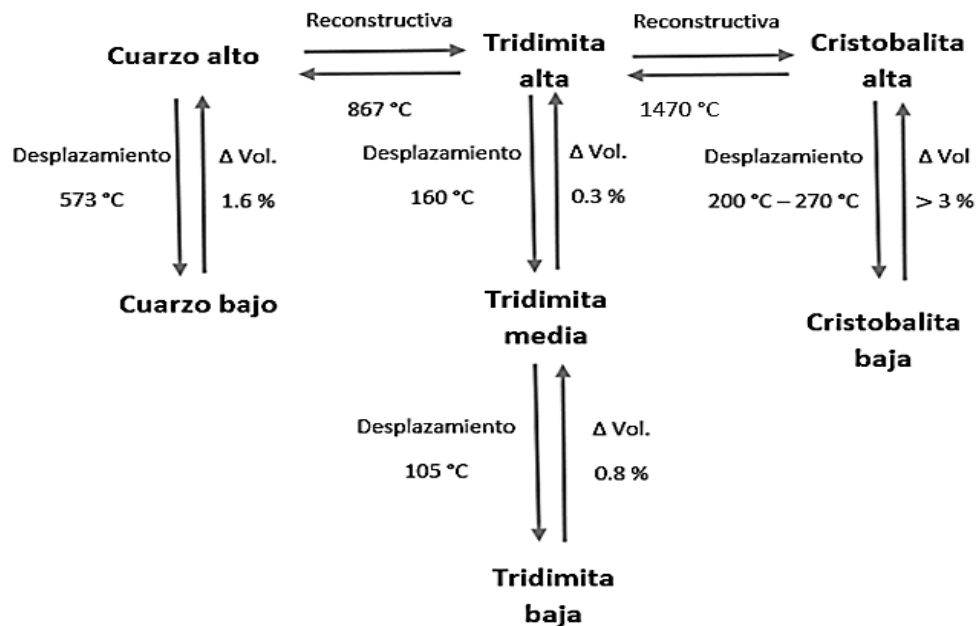


Figura 13. Formas cristalinas que presenta la sílice  $\text{SiO}_2$ . [36]

En la figura 14 se presenta el diagrama de fases de la sílice, donde se muestra cada una de sus formas cristalinas con respecto a la presión y temperatura.

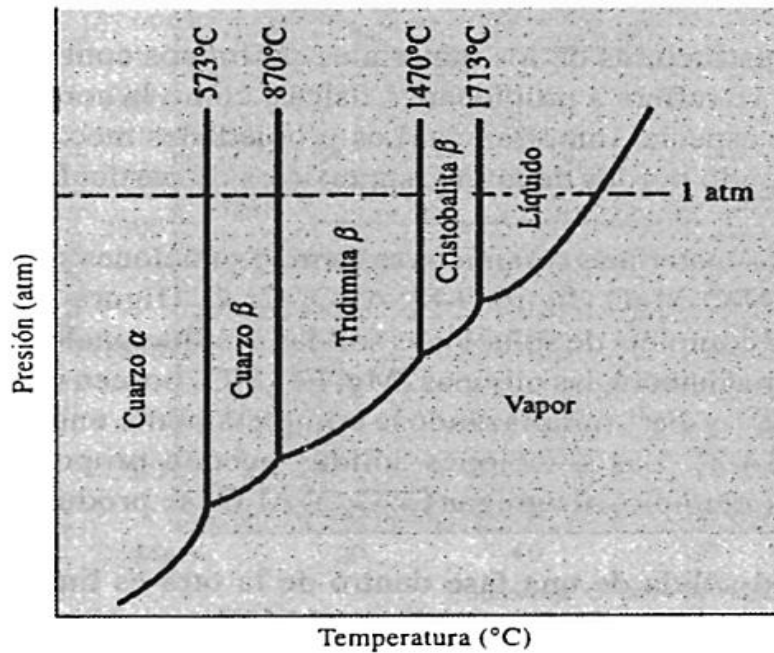


Figura 14 Diagrama de fases presión – temperatura de la sílice SiO<sub>2</sub>. [37]

Como se ha mencionado la sílice (SiO<sub>2</sub>) es uno de los minerales más abundantes de la tierra, este se encuentra de forma tetraédrica mediante enlaces de átomos de silicio con oxígeno, se presenta de forma cristalina como el cuarzo, tridimita y cristobalita que poseen un ordenamiento de largo alcance en sus átomos y una homogénea distribución de su estructura. [38]

La sílice también puede presentarse de forma no cristalina, la sílice amorfa se encuentra en la naturaleza en el ópalo, tierra de diatomeas, así como en depósitos de metales, su ordenamiento es de corto alcance. La sílice amorfa posee una baja densidad en comparación con la sílice cristalina, esto asociado a su falta de estructura cristalina. [39-40]

A continuación, en la figura 15, se muestra la distribución de la sílice en su estado cristalino y amorfo.

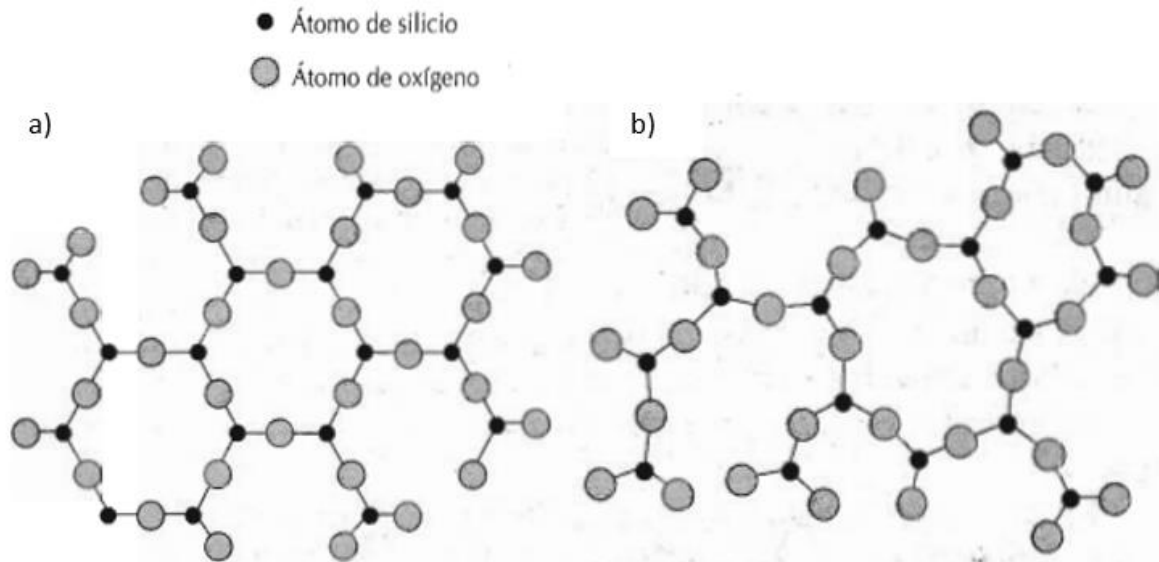


Figura 15. a) estado cristalino y b) estado amorfo. [36]

En la industria de revestimientos y pinturas, la sílice amorfa es utilizada para aumentar la viscosidad, debido a que la sílice amorfa posee grupos silanol (Si-OH) reaccionan formando enlaces de hidrogeno entre sí, formando redes tridimensionales que generan un alto volumen de esta red limitando la movilidad de las moléculas de líquido, generando un gel coloidal, para su uso en dicha aplicación. [41-43]

Las nanopartículas de sílice amorfa poseen una óptima reacción en estado sólido a temperatura baja, debido a su área superficial y al estar en contacto con el polvo de magnesio la sílice amorfa es un material precursor del siliciuro de magnesio donde los átomos de Mg reaccionan con el  $\text{SiO}_2$ , formando una capa de  $\text{Mg}_2\text{Si}$  alrededor del grano en la etapa de sinterización. [44]

También se ha identificado mediante DRX la existencia de  $\text{MgO}$  y  $\text{Mg}_2\text{Si}$  entre las reacciones entre Mg y  $\text{SiO}_2$ , siendo estos productos *in situ* entre ambos materiales en el proceso de sinterización. [45]

La fase MgO y Mg<sub>2</sub>Si son fases intermetálicas generadas durante el tratamiento de sinterización y no por la activación mecánica durante el aleado mecánico, sin embargo, éste ayuda a la acelerada formación de estas fases, en el cual estos mecanismos de refuerzo dependen del endurecimiento, efecto de la dispersión de las finas partículas de Mg<sub>2</sub>Si y MgO distribuidas homogéneamente en la matriz. El intermetálico Mg<sub>2</sub>Si ayuda a la mejora de las propiedades mecánicas, a la resistencia a la corrosión y al desgaste del compuesto de magnesio. [46]

Asgari y col. [47] Estudiaron la incorporación de SiO<sub>2</sub> en la aleación MgAZ91D, identificaron la presencia de Intermetálicos como óxido de magnesio (MgO) y el siliciuro de magnesio (Mg<sub>2</sub>Si), este actúa como obstáculo para las dislocaciones generando una mayor resistencia mecánica, posee una baja densidad (1.99 g/cm<sup>3</sup>), puntos de fusión (1085 °C), alta dureza, así mismo un bajo coeficiente de expansión térmica y alto módulo de Young (120 GPa).

Hincapié y col. estudiaron el efecto de la micro-sílice como cristobalita y nano-sílice amorfa sobre las propiedades del fibrocemento, en donde se encontró que mediante el porcentaje añadido de nano-sílice amorfa al 5% tiene un efecto positivo sobre las propiedades mecánicas, así como la buena interacción de la nano-sílice amorfa y la portlandita generando como producto *in situ* a la tobermorita en este tipo de materiales. [48]

El estudio realizado por Ureña y col. analizaron recubrimiento de nano-sílice amorfa en compuestos de matriz de aluminio reforzados con partículas de SiC con el objetivo de prevenir la degradación durante fusiones, encontrando que la nano-sílice amorfa actúa como un retardante en la degradación del material permitiendo a el material estar más tiempo en contacto durante la colada. [49]

### 2.4.3 Wollastonita (CaSiO<sub>3</sub>)

La Wollastonita es un metasilicato de calcio, este se produce a partir de procesos metamórficos hidrotermales proveniente de sedimentos de calizas con sílice, en el cual la sílice avanza por los planos de fractura en la masa calcárea reaccionando y dando origen a la depositación de wollastonita. [50]

Esta se presenta a baja temperatura ( $\alpha - CaSiO_3$ ) que se presenta de dos tipos: la forma monoclinica Wollastonita (parawollastonita) y la estructura triclínica Wollastonita, ambos tipos son similares, sin embargo, se diferencian por su inclinación del plano axial en la estructura triclínica.

La Wollastonita a alta temperatura ( $\beta - CaSiO_3$ ) denominada pseudowollastonita posee una estructura triclínica con planos perpendiculares a los tres ejes cristalográficos, por lo que su estructura se determina como pseudo hexagonal, esta transforma a 1125 °C. [50]

En la tabla 8 se describen las propiedades generales de la wollastonita ( $\beta - CaSiO_3$ ) en forma triclínica conocida como pseudowollastonita.

Tabla 8. Características generales de la wollastonita (forma triclínica). [50]

Wollastonita ( $\beta - CaSiO_3$ )	
Composición	48.3% CaO, 51.7% SiO <sub>2</sub> (% e.p)
Masa molecular	116 g/mol
Densidad	2.8-2.9 g/cm <sup>3</sup>
Punto de fusión	1544 °C
Dureza (Mohs)	4-5

La wollastonita en el área cerámica posee una baja contracción, una alta resistencia en flexión, baja expansión en humedad y baja expansión térmica. Existe una demanda creciente de la wollastonita para su enfoque en materiales híbridos en los cuales se requiere resistencia al choque térmico y capacidad de aislamiento térmico a altas temperaturas, por lo cual la wollastonita puede contribuir significativamente como material reforzante, debido a que ofrece un mejoramiento en la compactibilidad entre la carga – material. [50]

Investigaciones confirman que conforme se va adicionando como material reforzante  $\text{CaSiO}_3$  a la matriz de magnesio, el material compuesto adquiere mayor dureza y resistencia a la compresión.[7]

## **2.5 Técnicas de análisis.**

### **2.5.1 Difracción de rayos X (DRX).**

Con ésta técnica una variedad de información es posible obtener gracias al fenómeno de la difracción que sufre un haz de rayos X emitido por el tubo generador, viajando en forma de ondas y al impactar la muestra, el fenómenos de la difracción se lleva a cabo, teniendo como requisito indispensable la generación de ondas constructivas al momento de la difracción lográndose cuando se lleva a cabo a un ángulo específico que permite la coherencia de las ondas, cumpliendo con la ley conocida como ley de Bragg. [37]

$$\text{sen } \theta = \frac{\lambda}{2d_{hkl}} \quad (1)$$

Donde el ángulo  $\theta$  es la mitad del ángulo generado entre el haz difractado y la dirección del haz,  $\lambda$  es la longitud de onda de los rayos x y  $d_{hkl}$  es la distancia interplanar. [37]



Las ondas constructivas, difractadas, son captadas por el detector a diferentes ángulos, generando un gráfico conocido como difractograma y es mediante una adecuada interpretación que se puede tener acceso a una gran diversidad de información como la fase presente, estructura cristalina y mediante refinamiento de difractograma, la cuantificación de fase y microdeformaciones, etc.

Cuando el material se encuentra en forma de polvo, siempre habrá celdas unitarias cuyos planos (hkl) queden orientados en el ángulo adecuado que satisfagan la ley de Bragg. Por lo cual se producirá un haz difractado, a un ángulo  $2\theta$ , el difractómetro registra los ángulos  $2\theta$  difractados, originando patrones de difracción conocidos como difractogramas.

La técnica de difracción de rayos X permite determinar el tamaño de cristalita, mediante la ecuación de Scherrer en base a la reflexión de un plano en específico. La ecuación de Scherrer se expresa como: [51]

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2)$$

Donde: D es el tamaño de cristalita (nm), K es la constante de Scherrer (0.9),  $\lambda$  es la longitud de onda de la radiación de rayos X (0.15406 nm),  $\beta$  FWHM es el ancho de la reflexión a la mitad de la altura y  $\theta$  es el ángulo de difracción de la reflexión.

### **2.5.2 Microscopía electrónica de barrido (MEB).**

La microscopía electrónica de barrido es una técnica para caracterizar materiales y evaluar morfologías de partículas, además de conocer la composición elemental de la muestra a través de imágenes y microanálisis respectivamente.

El microscopio electrónico de barrido es un equipo que es capaz de generar dos tipos de imágenes, imágenes de electrones secundarios y retrodispersados, con los primeros es posible definir morfologías de superficies, de partículas, de fases, etc. y en las segundas se permite la evaluación de la distribución composicional de los elementos en la muestra, dando un indicativo de la composición diferente de la muestra, sin definir los elementos presentes, solo por tonalidades de grises relacionadas con el número atómico de cada uno de los elementos presentes en la muestra.

El microanálisis se realiza en base a la evaluación de los valores energéticos de las radiaciones que emiten los átomos de la muestra al llevarse a cabo saltos cuánticos de sus electrones al buscar un estado de mínima energía de los átomos cuando han sido llevados a un estado de excitación por el impacto de los electrones del filamento del microscopio sobre la muestra.

El haz de electrones “barre” la muestra, produciendo electrones secundarios y retrodispersados que al ser captados por los detectores identificados por los nombres de los mismos tipos de electrones (secundarios y retrodispersados) transforman la señal en imágenes de los tipos descritos anteriormente.

Un detector de energía evalúa los valores energéticos de las radiaciones y por ser características de cada elemento, es posible generar un difractograma con valores energéticos asociados a cada elemento.

### 2.5.3 Microscopía óptica (MO).

La microscopía óptica permite tomar imágenes de la superficie de una muestra, posterior a una preparación metalográfica, a diferentes aumentos (no más de 1000X), con ello es posible definir la presencia de fases, cuantificarlas y realizar análisis diversos como medición del tamaño de grano. La muestra es iluminada por la parte posterior, obteniendo así una imagen invertida en el plano focal el cual posteriormente es recombinado debido a las lentes proyectoras para obtener una imagen aumentada.

### 2.5.4 Análisis térmico.

El análisis térmico permite conocer el comportamiento del material cuando es sometido a calentamiento. Las diversas técnicas permiten medir una propiedad física en específico o productos de reacción en base al sometimiento del material al calor. [52]

En la tabla 9 se muestran algunas de las diferentes técnicas de análisis térmico, enfocada a la propiedad de estudio. [53]

Tabla 9. Técnicas de análisis térmico. [53]

Técnica	Abreviación	Propiedad
Termogravimetría	TGA	Masa
Análisis Térmico Diferencial	ATD	Temperatura
Calorimetría Diferencial de Barrido	CDB	Entalpia
Análisis Termomecánico	ATM	Propiedades mecánicas
Termodilatometría		Dimensiones

Existen diversos tipos de análisis térmicos entre los que destacan:

- El análisis termogravimétrico (ATG) permite medir la variación de peso en base a la temperatura, ya sea bajo condiciones de velocidad de calentamiento o enfriamiento controlado. [53]

La termogravimetría permite estudiar descomposiciones, la estabilidad térmica, composiciones, la determinación de contenidos de humedad, formación o liberación de compuestos.

La curva termogravimétrica o termograma de un material puro puede considerarse como la “huella dactilar” debido a que muestra el comportamiento de este ante determinadas temperaturas, permitiendo conocer los procesos fisicoquímicos que experimenta el material.

- Análisis térmico diferencial (ATD) consiste en comparar una muestra de referencia con la muestra analizada, en función con la variación de temperatura mediante el sometimiento de la sustancia a un programa de temperatura controlada. [54]

Los cambios que se presentan se deben a procesos exotérmicos o endotérmicos, manifestados en un termograma como una alteración en la gráfica y que deben asociarse a las reacciones de la muestra ante el cambio de temperatura. Reacciones como la deshidratación, reducción o cambios de fases dan lugar a efectos endotérmicos (absorción de calor), en el caso de reacciones de oxidación, descomposición o procesos de adsorción se deben a efectos exotérmicos (desprendimiento de calor), produciendo un termograma.

### 2.5.5 Dureza Vickers (HV).

El ensayo de microdureza se basa en la ASTM – E384 [55], implica la resistencia de un material a ser penetrado por ende a ser deformado. La dureza Vickers permite evaluar la dureza en superficies de área muy pequeña, así como la dureza de microconstituyentes presentes en el material, por lo que la superficie de la probeta debe contar con acabado metalográfico y con ataque en el caso de ser necesario ubicar el área de ensayo.

En el ensayo de dureza Vickers se emplea un penetrador de diamante de forma piramidal de base cuadrada con ángulos de cara de  $136^\circ$ , esta se define como la relación de la carga al área de la superficie de la huella, donde se obtiene una huella perfecta de forma cuadrada, aunque esta depende del material como se muestra en la figura 16. [56]

La determinación del valor de dureza se obtiene al ingresar en la ecuación de la figura 16, el valor de la diagonal de la huella cuadrada dejada por el indentador, donde la huella debe ser lo más perfecta posible, en la figura 17 se observan diferentes huellas obtenidas en condiciones anormales (b y c).

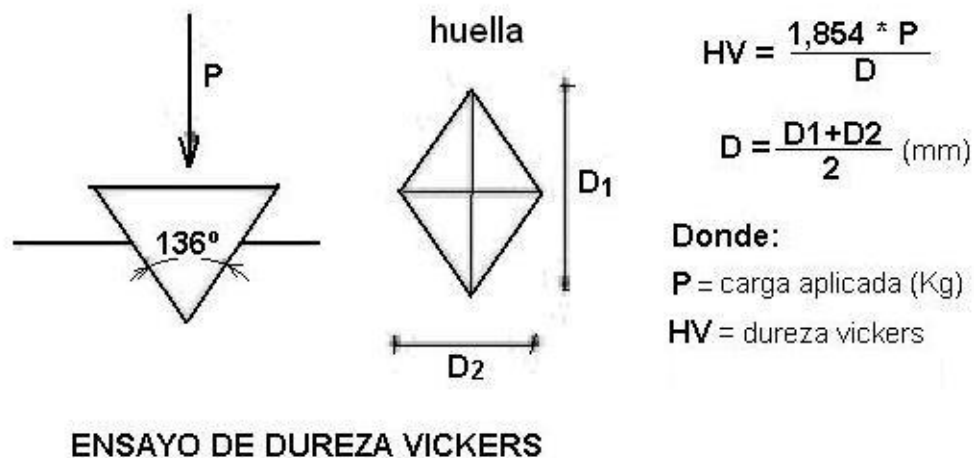


Figura 16. Esquema de la indentación del ensayo Vickers y la fórmula para el cálculo de dureza.

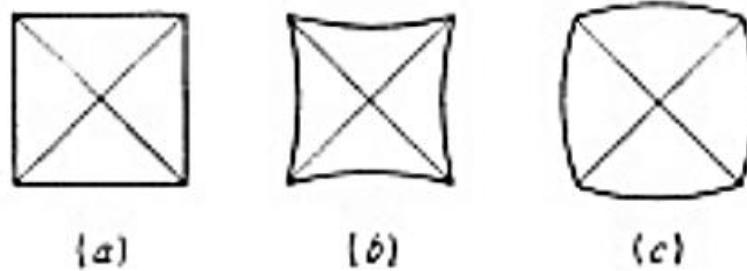


Figura 17. Tipo de huellas obtenidas en microdureza Vickers a) huella perfecta, b) huella forma de almohadilla debido a un hundimiento, c) huella abarrilada producida por rebordeado. [56]

### 2.5.6 Dureza Rockwell (HR).

El ensayo de dureza Rockwell bajo la norma ASTM-E18 se basa a la profundidad de la oposición de un material a ser penetrado bajo una carga constante, como medida de la dureza. Aplicándose inicialmente una carga preliminar con el fin de asentar la probeta para que ésta no se mueva, para este ensayo no se requiere de una preparación previa de la superficie más que esta sea plana lo cual es beneficioso debido a que se aminora la tendencia al rebordeado o el hundimiento en la superficie del material por el indentador.

Se emplean tres tipos de indentadores: Diamante en forma de cono el cual se le conoce como penetrador Brale y otros dos esféricos de acero 1/16 y 1/8 de pulgada. En el ensayo Rockwell se depende de la carga y del tipo de indentador utilizado por lo cual es necesario especificar siempre la combinación empleada. La dureza Rockwell se indica como HR seguido de la letra de la escala utilizada [56]

Hay dos clasificaciones generales de Rockwell: Dureza Rockwell y Rockwell superficial la diferencia entre ellas se debe a las fuerzas utilizadas en el ensayo (ver tabla 10). Para dureza Rockwell la fuerza preliminar es de 10 kgf y las fuerzas máximas totales son de 60 kgf, 100 kgf, 150 kgf, para Rockwell superficial la fuerza de ensayo preliminar es de 3 kgf y las fuerzas totales son de 15 kgf, 30 kgf y 45 kgf. [57]

Tabla 10. Escalas de dureza Rockwell.

Símbolo escala	Indentador	Fuerza total (Kgf)
B	Bola 1/16 in (1.588 mm)	100
C	Diamante	150
A	Diamante	60
D	Diamante	100
E	Bola 1/8 in (3.175 mm)	100
F	Bola 1/16 in (1.588 mm)	60
G	Bola 1/16 in (1.588 mm)	150
H	Bola 1/8 in (3.175 mm)	60
K	Bola 1/8 in (3.175 mm)	150
L	Bola 1/4 in (6.350 mm)	60
M	Bola 1/4 in (6.350 mm)	100
P	Bola 1/4 in (6.350 mm)	150
R	Bola 1/2 in (12.70 mm)	60
S	Bola 1/2 in (12.70 mm)	100
V	Bola 1/2 in (12.70 mm)	150

### 2.5.7 Resistencia a la compresión.

El ensayo de compresión bajo la norma ASTM E9. [58] La resistencia a la compresión es la oposición que tiene un material al aplastamiento, este ensayo es común en materiales que deben de soportar cargas. En este ensayo se somete a una carga compresiva, la muestra es cilíndrica o prismática, influyendo los defectos como, grietas, poros, impurezas en el material, así mismo el tamaño de grano. [12]

En este ensayo se genera un estado de compresión axial en una probeta con una geometría establecida, el cual parte de la carga longitudinal aplicada a la probeta a través de una fuerza de compresión, esta es aumenta continua y lentamente hasta que la probeta fractura. [59]

Para determinar la fuerza a la compresión presentada en la ecuación 3,  $\sigma_F$  es calculada con la fuerza máxima  $F_F$  y el área inicial de la probeta  $A_o$ .

$$\sigma_F = \frac{F_F}{A_o} \quad (3)$$

Cuando se tiene una probeta circular se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$A_o = \frac{\pi d^2}{4} \quad (4)$$

Donde  $A_o$  es la sección transversal inicial ( $\text{mm}^2$ ), y  $d$  es el diámetro de la probeta (mm). Cuando se llega a la fractura  $\varepsilon_F$  (ver ecuación 5) se relaciona el cambio de las longitudes iniciales  $L_o$ , calculando la longitud final  $L_F$  después de esta (figura 18).

$$\varepsilon_F = \frac{L_o - L_F}{L_o} \times 100\% \quad (5)$$

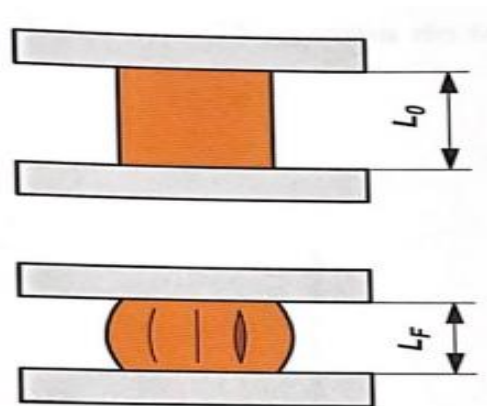


Figura 18. Diagrama de cambio de longitudes con respecto a el ensayo de compresión.



La cantidad y tipo de deformación generado en la probeta depende de la resistencia de los enlaces atómicos del material, y este se interpreta mediante el diagrama esfuerzo – deformación. En donde se puede deducir:

- Módulo de elasticidad: Segmento de recta, en el cual se deduce la relación entre la zona elástica y plástica.
- Limite elástico: En este segmento, el material regresa a su estado original.
- Esfuerzo máximo: Es la carga máxima del material visualizada en la curva esfuerzo-deformación.
- Esfuerzo de Rotura: Es el último esfuerzo generado en el material durante la rotura.

En los materiales compuestos al ser incorporado un material reforzante a la matriz, se elevan sus propiedades mecánicas y se disminuye la ductilidad, como se muestra en la figura 19. [60]

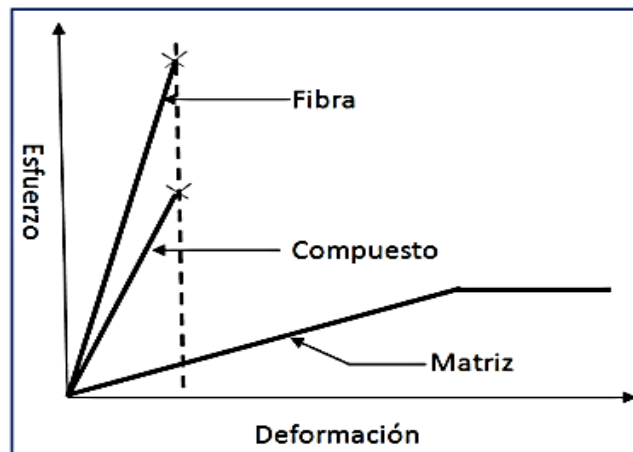


Figura 19. Diagrama esfuerzo – deformación con respecto a un material compuesto. [60]

Aboudzadeh y col.[61] desarrollaron un material compuesto conformado por Mg, Zn y Ca, por medio de metalurgia de polvos en el cual se añadió cuatro diferentes porcentajes de refuerzo (0, 1, 2.5 y 5% e.p) de hidroxiapatita de tamaño nanométrico, en el ensayo de compresión se obtuvo un aumento de 295 a 322, 329 y 318 MPa con respecto a los diversos porcentajes añadidos, obteniendo el siguiente diagrama esfuerzo – deformación (figura 20).

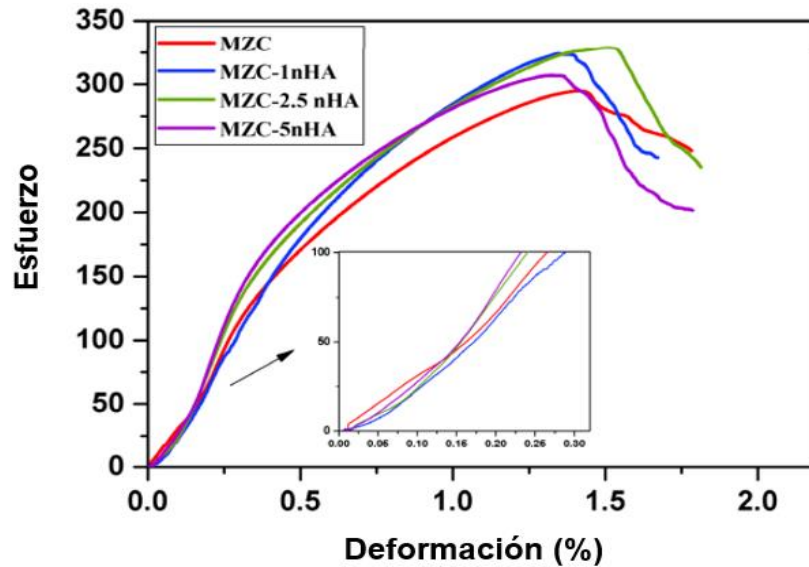


Figura 20. efecto de los diversos porcentajes de reforzante en la curva esfuerzo – deformación en el compuesto MZC. [61]

### 2.5.8 Densidad.

La densidad es una propiedad que mide la masa por unidad del volumen. Existen diversos tipos de densidad:

1. Densidad cristalográfica: Es la densidad ideal la cual es calculada a partir de datos en la cual la red se encuentra libre de defectos, en la cual se toman en cuenta el tamaño, peso y empaquetamiento de los elementos.
2. Densidad teórica: Es considerada como la densidad cristalográfica, pero es considerado soluciones sólidas y fases múltiples, la cual se calcula a partir de la regla de las mezclas (ver ecuación 6), donde  $W$  representa la fracción en peso y  $\rho$  la densidad de cada uno de los materiales involucrados. [62]

$$\rho_t = \rho_{matriz} * W_{matriz} + \rho_{ref} * W_{ref 1} + \rho_{ref 2} + W_{ref 2} \quad (6)$$

3. Densidad total: Es la densidad en la cual se incluye los defectos presentes en la red, sus fases y porosidad debidos al procesamiento del material, esta es determinada por el principio de Arquímedes, donde se basa en la diferencia entre el peso del cuerpo en aire comparado con su peso en agua.

La densidad del material híbrido se determina para estimar el nivel de porosidad, la cual se calcula en base al principio de Arquímedes. [62]

$$\rho_{experimental} = \frac{m_{aire}}{m_{aire} - m_{agua}} \times \rho_{agua} \quad (7)$$

J. Kumar y col. [62] desarrollaron un material híbrido reforzado Al–SiC–Cr, en el cual reportaron que al incrementarse el porcentaje de reforzante aumenta la densidad, además se observó un incremento de la porosidad con respecto al aumento de reforzante.

El % de porosidad se calcula por medio de: [62]

$$\% \text{ porosidad} = \left( 1 - \frac{\rho_{experimental}}{\rho_{teorica}} \right) \times 100 \quad (8)$$

### **2.5.9 Ensayo de degradación.**

El magnesio y sus aleaciones poseen una alta reactividad en sistemas salinos, así como en la humedad del ambiente, por lo que tiene una alta tendencia a la formación a la formación de productos como el MgO y Mg (OH)<sub>2</sub>, ocasionando un aceleramiento en la corrosión del material por lo que resulta desventajoso por lo que se requiere de mayores estudios para evaluar sus propiedades mecánicas en estos ambientes. [63]

La morfología superficial se puede observar en MEB después de ser sumergidas en las soluciones analizando los productos de reacción después de su inmersión y así mismo el cambio de pH de la solución. [64]

En base en la ASTM G44 - 99 el procedimiento para el ensayo de corrosión mediante la inmersión alternativa bajo tensión en cloruro de sodio (NaCl) al 3.5%. Este ensayo puede ser aplicado diferentes metales y sus aleaciones los cuales muestren susceptibilidad a los iones de cloruro. [65]

### 2.5.10 Análisis fractográfico.

La fractografía es el estudio de la superficie de fractura de los materiales utilizando diversos métodos fractográficos con el fin de conocer el comportamiento del material ante ensayos mecánicos o fallas en estructuras ingenieriles.

La fractura de los materiales inicia con la formación de pequeñas cavidades, bajo un esfuerzo aplicado, en un tiempo determinado la grieta avanza hacia la superficie. Existen dos tipos de fractura: frágil o dúctil en base a la deformación plástica presente en el material. La fractura frágil tiene una rápida propagación de una grieta, con un mínimo o nula deformación plástica, contrario a esto, la fractura dúctil ocurre posterior a una considerable deformación plástica generando una fractura en forma de cono previo a la falla como se presenta en la figura 21. [66]

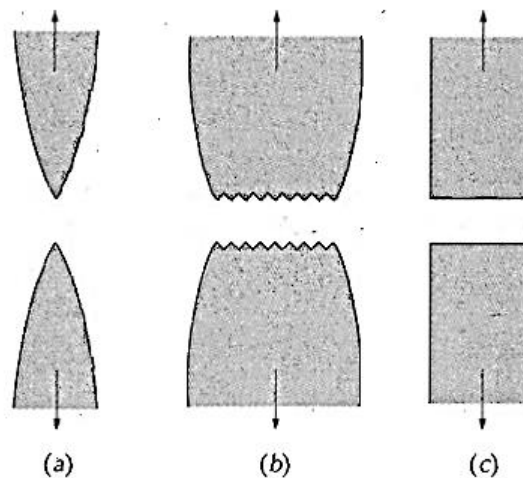


Figura 21. a) Fractura dúctil, b) fractura moderadamente dúctil y c) fractura frágil.

[36]

La propagación de la grieta es generada a la sucesiva y constante rotura de los enlaces atómicos a lo largo de ciertos planos cristalográficos. Clasificándose como transgranular cuando la propagación de la grieta se da través del grano (figura 22a) y la fractura intergranular ocurre a lo largo de los bordes del grano (figura 22b).

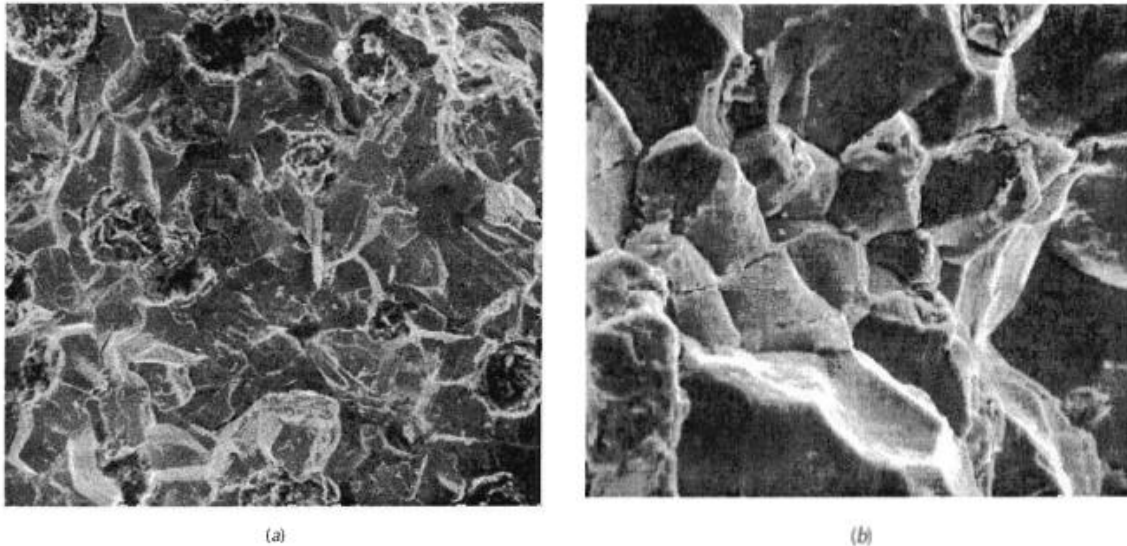


Figura 22. Imágenes de MEB a) fractura transgranular y b) fractura intergranular.

[36]

Modos de fractura:

- Hoyuelos (Dimples): Es una fractura de alta energía que se origina debido a la aplicación de una sobrecarga al material. La causa principal de la fractura es mediante la coalescencia de hoyuelos, estos se pueden originar en regiones de alta tensión, la presencia de partículas como segunda fase y la presencia de dislocaciones en el límite de grano. Entre mayor sea la tensión en el material, mayor crecimiento tendrá el hoyuelo, uniéndose con otros y generando la propagación de la fractura. Cuando los hoyuelos se nuclean en límites de grano la fractura se presenta de forma intergranular, la profundidad de estos puede ser más profunda o superficial dependiendo de la plasticidad del material.

En materiales con una resistencia alta y poca deformación estos hoyuelos se unen con las grietas, y se propagan a lo largo de bandas de deslizamiento presentándose una fractura por cizallamiento como se muestra en la figura 23. [67-68]

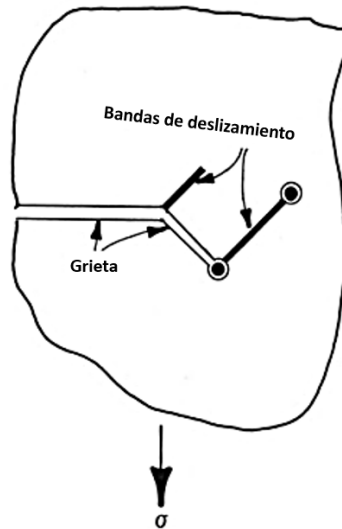


Figura 23. Hoyuelos que se unen por bandas de deslizamiento. [67]

- Clivaje: Esta fractura es de baja energía, esta se propaga a través de los planos cristalográficos. Las imperfecciones de los materiales provocan que la propagación de la fractura no sea homogénea por lo que se forma los conocidos escalones de clivaje, marcas de pluma o patrones de río, estas marcas se unen en dirección de la fractura (ver figura 24). [67]

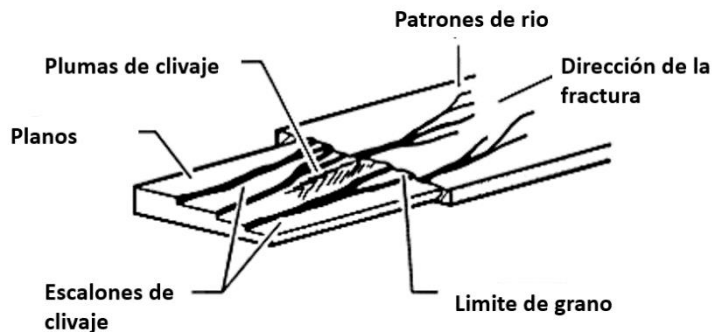


Figura 24. Esquema de fractura por clivaje. [67]

Cuasi-Clivaje: Es la superficie de fractura que presenta clivaje y deformación plástica. La fractura de cuasi-clivaje se inicia como clivaje, más sin embargo a medida que la grieta crece esta se mezcla con hoyuelos y se genera lo que se conoce como crestas de desgarro como se muestra en la figura 25.

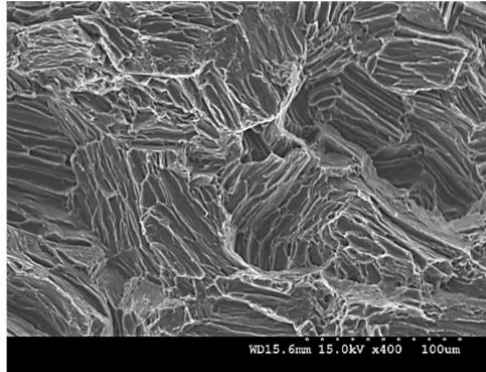


Figura 25. Fractura por cuasi-clivaje en Mg Puro. [69]

- Fatiga: Esta fractura es resultado de la aplicación de una carga cíclica, estas suelen producirse por el agrietamiento de planos de deslizamiento, pero puede cambiar su dirección cuando se presenta ante defectos en el material como el límite de grano iniciando su propagación hacia la fractura. Su característica principal son las marcas de detención de las grietas llamadas estrías de fatiga, consecuencia de la oposición del material frente a la grieta de fatiga y constantes ciclos de carga. [70]
- Estructura columnar: Este concepto se le da a ese escalonamiento que presenta la superficie de fractura, asemejándose a largas columnas o pliegues muy espaciados dentro del material (ver figura 26), esta morfología es el resultado de la deformación plástica generada en el material y suele presentarse en materiales con una estructura HCP.

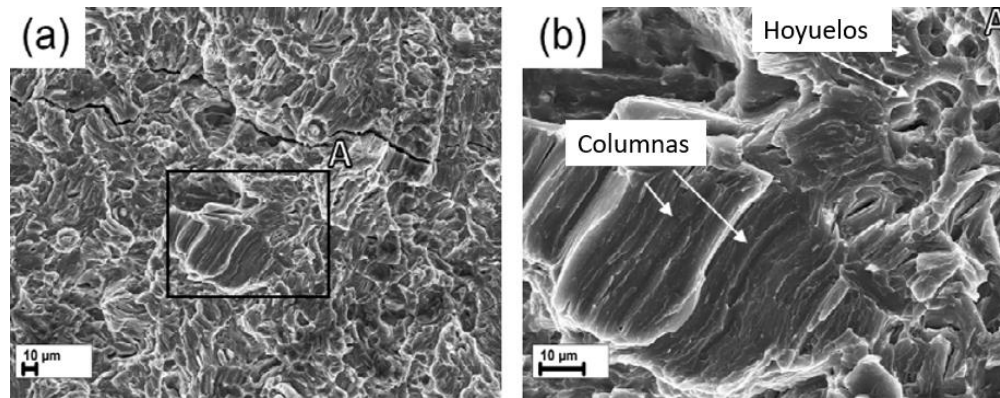


Figura 26. Imágenes de MEB de la aleación ZK60 de magnesio (a) vista general y (b) región ampliada señalando las columnas y hoyuelos en la superficie de fractura. [71]

En el comportamiento de fractura del magnesio, Sankaranarayanan y col. concuerdan que éste presenta una tendencia a fracturar en ángulos de  $45^{\circ}$  a  $60^{\circ}$  bajo el eje de ensayo de compresión, en los materiales compuestos es importante tomar en cuenta el refuerzo, más sin embargo el comportamiento en fractura es el de la matriz de magnesio. [72-73]

El estudio realizado por Wong y col. a compuestos de  $Mg/Al_2O_3$  con diversos porcentajes de reforzamientos, indican que estos materiales presentan una tendencia hacia la fractura frágil lo cual está asociado con la estructura cristalina HCP del magnesio. [74]

Se ha investigado que, debido a la naturaleza del magnesio, es un gran candidato para materiales estructurales, al poseer una baja deformación a temperatura ambiente presentando sistemas de deformación como maclas, clivaje y cizallamiento como un mecanismo de deformación que predominan en este material. [75-76]



### **2.5.11 Mecanismos de deslizamiento.**

En los materiales la resistencia y ductilidad son propiedades que se relacionan altamente con la estructura cristalina del material, al generar un esfuerzo al material es genera la deformación ya sea plástica o elástica.

Esta deformación activa ciertos mecanismos de deslizamientos el cual se conoce como el movimiento de planos, este deslizamiento no solo puede presentarse en un plano si no por regiones de planos paralelos conocidos como bandas de deslizamiento. [66]

En condiciones de temperatura ambiente los metales con estructura HCP como es el caso del magnesio poseen 3 sistemas de deslizamiento por lo que se tiene una menor deformación debido a su limitada zona plástica, Von Mises establece que se requiere de la activación de 5 sistemas de deslizamiento para que se tenga una deformación plástica homogénea.

En el magnesio los planos que se activan bajo carga a temperatura ambiente la deformación se da en el plano basal (0001), a temperaturas criogénicas y superiores a los 200°C son activados los planos prismáticos y piramidales generando una mayor movilidad de sus átomos. En el difractograma del magnesio, el plano prismático  $(10\bar{1}0)$  ó  $(100)$  se localiza en  $32^\circ$  en  $2\theta$ , el plano basal (0001) correspondiente a (001) difracta en  $34^\circ$  en  $2\theta$  y el plano piramidal  $(10\bar{1}1)$  ó  $(101)$  se presenta en  $36^\circ$  en  $2\theta$ .

En la figura 27 se muestra los planos de deslizamiento del magnesio. [77-78]

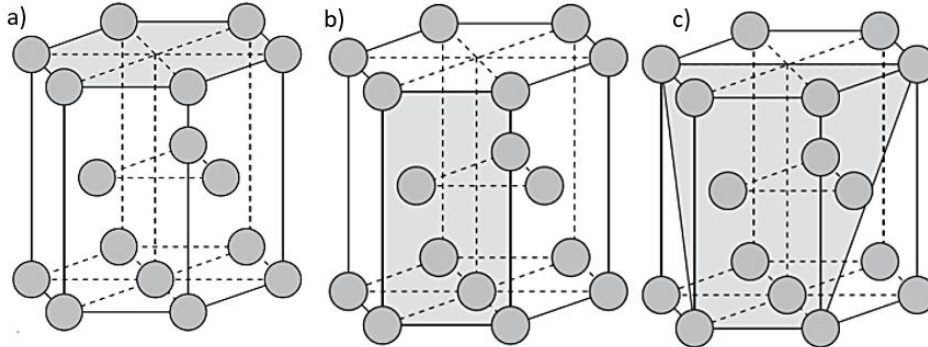


Figura 27. Planos del magnesio a) Basal (0001), b) Prismático (10 $\bar{1}$ 0) y c) Piramidal (10 $\bar{1}$ 1). [77]

### 2.5.12 Mecanismos de endurecimiento.

En los materiales compuestos de matriz metálica, la adición de un refuerzo a la matriz genera un cambio en el módulo de elasticidad del material. Para determinar las propiedades elásticas de los materiales compuestos se elaboraron diversos modelos basados en la teoría de la elasticidad, estos nos permiten calcular teóricamente el límite de cedencia. [79]

Hall-Petch:

En este mecanismo se analiza el efecto del tamaño de grano sobre la resistencia, los cuales son inversamente proporcionales, ya que al poseer un tamaño de grano grande la resistencia es baja y el decrecimiento del tamaño de grano mejora la resistencia del material. A continuación, se muestra la ecuación 9 Hall-Petch: [80]

$$\sigma_{Hall-Petch} = KD^{-0.5} \quad (9)$$

Donde K es el coeficiente de Hall-Petch en el Mg (280 MPa  $\mu\text{m}^2$ ) y D es el diámetro del tamaño de grano del material.

En los materiales compuestos, el tamaño de grano depende altamente de la cantidad añadida de reforzante, a medida disminuye el tamaño de las partículas de reforzamiento disminuye el tamaño de grano.

Orowan:

El mecanismo de reforzamiento Orowan asocia el efecto que tiene el material de reforzamiento en la resistencia del material. El aumento de la resistencia asociado al efecto de las partículas dentro de la matriz del Mg se expresa mediante la siguiente ecuación:

$$\sigma_{Orowan} = \frac{0.13 Gb}{\lambda} \ln \frac{r}{b} \quad (10)$$

Donde, G es el módulo de cizallamiento del Mg (17.3 GPa = 17300 MPa), b es el vector de Burgers del Mg ( $3.21 \times 10^{-10}$  m), r y dp son el radio y el diámetro medio de las partículas y  $\lambda$  es el espacio entre partículas entre el material reforzante dentro de la matriz metálica de Mg. [81-82]

Taylor:

Relaciona la contribución de la densidad de dislocaciones en el material, generado por el desajuste del módulo elástico de la matriz y refuerzo que generan la presencia de dislocaciones durante la deformación. [83]

$$\sigma_{EM} = \sqrt{3} * \alpha * G * b * \sqrt{\rho_{EM}} \quad (11)$$

Donde:  $\rho_{EM}$  es la densidad de dislocaciones,  $\alpha$  (0.5) es una constante, G es el módulo de cizallamiento del Mg (17.3 GPa) y b es el vector de burgers del Mg ( $3.21 \times 10^{-10}$  m).

Coefficiente de expansión térmica:

El efecto del desajuste del CET entre la matriz y el refuerzo es importante a medida que aumenta temperatura. Esto ocurre porque la diferencia de expansión de la matriz y las partículas aumenta con el aumento de la temperatura, la generación de dislocaciones alrededor de las partículas genera un desajuste del CET, la ecuación 12 describe este mecanismo: [83]

$$\sigma_{CET} = A * M * G * b * \rho_{th}^{0.5} \quad (12)$$

Donde M es una constante del magnesio (6.5), A (0.2), b es el vector de Burgers ( $3.21 \times 10^{-10}$  m) y G es el módulo de cizallamiento del Mg (17.3 GPa).

Transferencia de carga:

En los materiales compuestos de matriz metálica la unión entre matriz y partícula es importante ya que, al aplicar una carga en el material, la transferencia de carga es generada en la matriz y en los materiales reforzantes. Por lo que se establece la ecuación 13. [84]

$$\sigma_{LT} = 0.5 V_p \sigma_{Mg} \quad (13)$$

Donde,  $V_p$  es la fracción de volumen de las partículas añadidas a la matriz metálica, y  $\sigma_{Mg}$  es el límite elástico de la matriz de Mg.

### III. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

#### 3.1 Diagrama de procesamiento experimental.

En la figura 28, se presenta el diagrama experimental que se llevó a cabo en el presente trabajo de investigación.

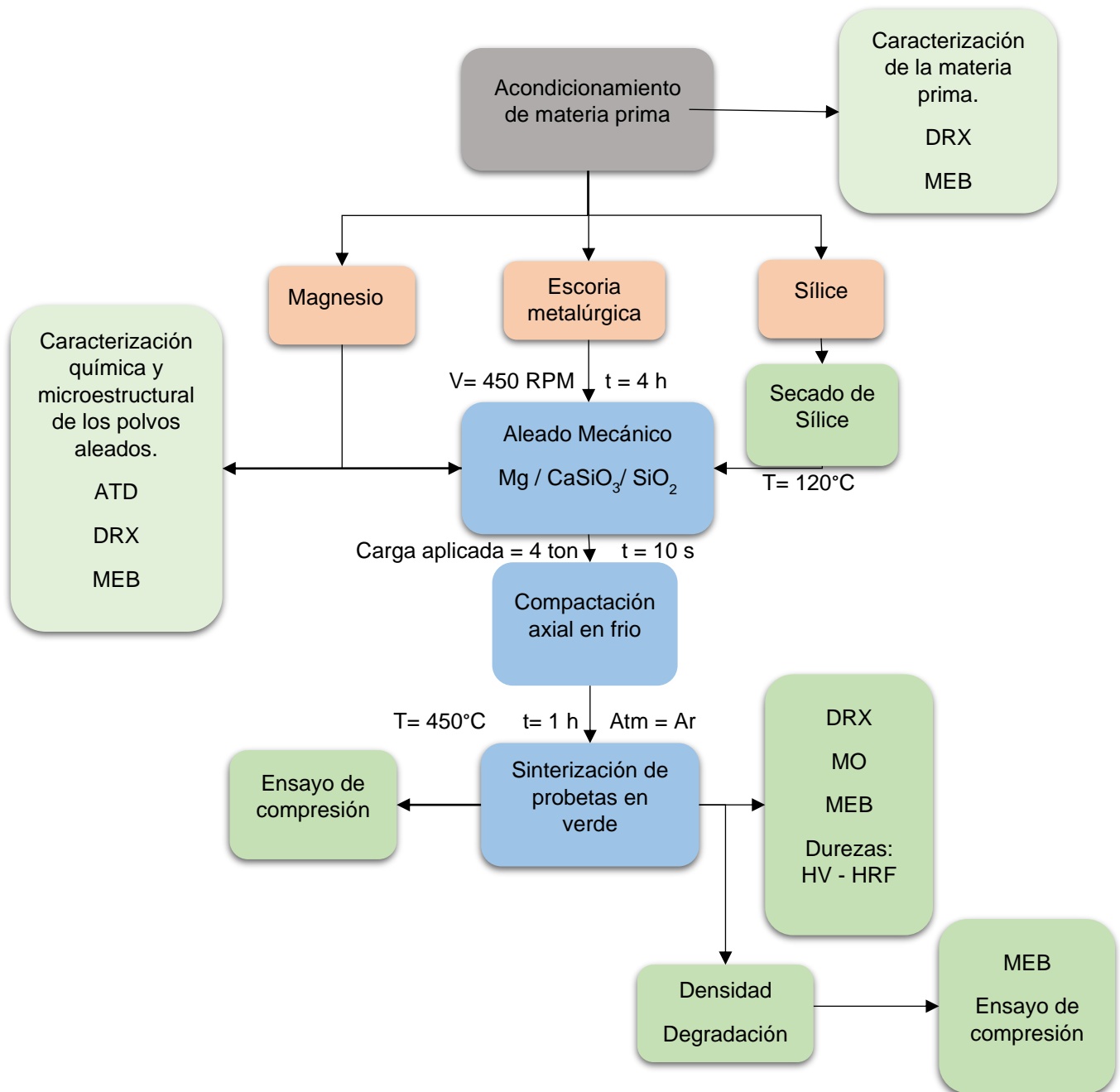


Figura 28. Diagrama experimental.

### **3.1.1 Acondicionamiento de materia prima.**

En la presente investigación, se utilizó para la síntesis del material híbrido polvo de magnesio de pureza comercial (> 99.9 % e.p.) obtenido del desbaste del lingote de Magnesio.

Como materiales de refuerzo se utilizaron: polvos de escoria metalúrgica (EM) de composición química (% e.p.): (49.0% CaO, 38% SiO<sub>2</sub>, 5% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 2% MnO, 2% Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y otros 4% (tamaño de partícula < 100 μm) los cuales fueron previamente acondicionados por el grupo de investigación al que se pertenece. [85-86]

Como segundo material reforzante se trabajó con nanopartículas de SiO<sub>2</sub> grado reactivo suministrados por Aldrich® (> 99.5 % e.p.) con tamaño de partícula < 20 nm, a las cuales fueron sometidas a calor bajo una temperatura de 120°C en un horno de secado.

### **3.2 Caracterización química, física y microestructural de la materia prima.**

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

Los polvos iniciales, así como los provenientes de aleado mecánico se analizaron por microscopía electrónica de barrido utilizando un equipo JEOL JSM-6610LV: Los polvos se colocaron en cinta de grafito para su análisis, usando un filamento de tungsteno, mediante alto vacío y un voltaje de 20kV.

Las muestras se analizaron para visualizar la morfología del polvo y se determinó el tamaño de partícula, así mismo se llevó a cabo un análisis de área y puntual por EDX para obtener cuantitativa y cualitativamente los elementos presentes en las muestras, también se realizó un mapeo de área para visualizar la distribución elemental en los polvos.

### 3.2.2 Análisis por difracción de rayos x (DRX)

La caracterización de los polvos de inicio se llevó a cabo por medio de difracción de rayos X utilizando un equipo XRD Panalytical Empyrean modelo Empyrean, en un rango de barrido de 10° a 80° en 2θ, a un paso de 0.02°/s, radiación de tipo CuKα, para conocer las fases presentes en el material y con apoyo de la ecuación, la determinación del tamaño de cristalita.

### 3.3 Procesamiento del material compuesto.

#### 3.3.1 Aleado mecánico.

La síntesis de los materiales híbridos con diferentes porcentajes de reforzantes EM y SiO<sub>2</sub> se procesaron en un molino atricionador marca Szegvari Attritor System tipo B para la etapa de aleado mecánico con una relación de carga/bolas 1:20, las bolas utilizadas durante el proceso fueron de acero inoxidable con diámetro de 9.16 mm, el equipo opero durante 4 h con reposos de 10 minutos cada hora, a una velocidad de 450 rpm en una atmósfera de aire. Los diferentes sistemas de trabajo se presentan en la tabla 11.

Tabla 11. Sistemas de estudio en el material compuesto.

Sistema	Mg (% e.p)	CaSiO <sub>3</sub> (% e.p)	SiO <sub>2</sub> (% e.p)
1	100	-	-
2	85	15	-
3	97.5	-	2.5
4	95	-	5
5	85	12.5	2.5
6	85	10	5

Posteriormente, los polvos provenientes de aleado mecánico se analizaron mediante MEB bajo las condiciones anteriormente mencionadas.

### **3.3.2 Análisis Térmico Diferencial (ATD).**

La temperatura de sinterización se determinó por medio de Análisis Térmico Diferencial (ATD) utilizando un equipo TA Instruments Q600 SDT, con un calentamiento de 30°C/min y en un rango de temperatura de 25 a 800°C con atmósfera al aire.

### **3.3.3 Compactación.**

Los polvos obtenidos del aleado mecánico de los diferentes sistemas fueron introducidos en un dado, prosiguiendo con la compactación de forma axial en frío aplicando una carga de 4 ton para la obtención de probetas en verde de forma cilíndrica con un diámetro de 7.7 mm y altura de 6.5 mm (ASTM E9-09).

### **3.3.4 Sinterización.**

Las probetas cilíndricas en verde se introdujeron a un molde de tabla de fibra cerámica recubierta con pintura de nitruro de boro, durante el proceso de sinterización en un horno Lindberg/Blue® utilizando gas argón como atmósfera a una velocidad de calentamiento de 30°C/min, esta etapa tiene como objetivo obtener una mayor interacción entre la matriz y los reforzantes.

La temperatura de sinterización se estableció mediante las pruebas de ATD.

## **3.4 Caracterización y evaluación de propiedades físicas, estructurales y mecánicas de las probetas sinterizadas.**

Una vez obtenidas las probetas sinterizadas fueron analizadas mediante difracción de rayos X, como se indicó con anterioridad (ver sección 3.2.2)



### **3.4.1 Análisis por microscopía óptica (MO)**

Las probetas obtenidas de sinterizado se analizaron por medio de un microscopio óptico Nikon Eclipse MA100 en el cual se determinó el tamaño de grano mediante el software Image Pro-Plus mediante la norma ASTM E112. [87]

La preparación metalográfica consistió en desbaste en seco con lijas de SiC con granulometría de 500 hasta 2400, y el pulido de las probetas utilizando pasta de diamante de 0.25 y 1  $\mu\text{m}$  como medio abrasivo. Posteriormente estas fueron atacadas por inmersión con Nital al 2% a un tiempo de 2 seg.

### **3.4.2 Evaluación de dureza Vickers.**

La evaluación de la dureza Vickers se realizó bajo la norma ASTM E384 utilizando un durómetro Buehler Microtmet 5103, bajo una carga de 500 g durante un tiempo de 12 s, se realizaron 5 indentaciones a lo largo de la muestra con una distancia de 0.5 mm entre cada indentación, obteniendo un promedio de cada sistema.

### **3.4.3 Evaluación de dureza Rockwell.**

La evaluación de dureza Rockwell F se llevó a cabo bajo la norma ASTM E18-03 en un durómetro BUEHLER MACROMET5100T utilizando una carga de 60Kg, realizando 5 indentaciones en la muestra y obteniendo un promedio de cada uno de los sistemas.

### **3.4.4 Resistencia a la compresión.**

La resistencia a la compresión se realizó a probetas con una geometría cilíndrica las cuales tenían una relación H/D de 0.8 de acuerdo con la norma ASTM E9-09, el ensayo se llevó a cabo en una máquina de ensayos universales WP 300 GUNT HAMBURG con capacidad de 20 kN a 3 probetas de cada sistema.

### **3.4.5 Evaluación de la densidad y porosidad.**

La densidad de los materiales compuestos se determinó experimentalmente mediante el principio de Arquímedes, por medio de una balanza analítica marca OHAUS modelo Voyager Pro la cual cuenta con un kit para la medición de densidad. La evaluación de la densidad se realizó a tres probetas de cada sistema obteniendo un promedio. La densidad experimental obtenida se asoció con la densidad teórica (ver ecuación 7) y evaluar el porcentaje de porosidad (ver ecuación 8).

### **3.4.6 Evaluación de la degradación**

La evaluación de degradación en ambientes salinos se llevó a cabo en solución salina (3.5 % e.p. de NaCl en agua destilada) manteniendo un pH de 8-10 durante diferentes tiempos de inmersión (0 a 6 h). Posteriormente las probetas fueron analizadas por DRX y MEB para identificar los productos de reacción con análisis EDX, se evaluará el cambio en peso en las probetas a diferentes tiempos, posteriormente a la evaluación en soluciones salinas, las probetas fueron sometidas al ensayo de resistencia a la compresión.

### **3.4.7 Evaluación fractográfica.**

Las probetas ensayadas en compresión se analizaron por Microscopía Electrónica de Barrido, utilizando un equipo JEOL JSM-6610LV, en donde se analizaron las zonas superior e inferior, así como la zona transversal de cada muestra representativa de los diferentes sistemas de estudio para realizar el análisis fractográfico.

## IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

### 4.1 Caracterización química, estructural y microestructural de la materia prima.

#### 4.1.1 Microscopía electrónica de barrido.

En la figura 29 se presentan las imágenes y microanálisis por energía a la materia prima, en la figura 29a, las partículas de magnesio presentan morfología en forma de hojuelas, el microanálisis reveló la presencia única de magnesio; la figura 29b corresponde a la sílice, actuará como reforzante en el compuesto y presenta partículas finas aglomeradas de forma irregular con tamaños inferiores a 20 micras, manteniendo congruencia a lo descrito en la sección 3.1.1, se presentó Si y O en el microanálisis. La figura 29c corresponde a la escoria metalúrgica, se aprecian partículas con morfología angulosa e irregulares, el microanálisis indico la presencia de Si, Al, Ca, Mg, Ti, Mn, O, Al.

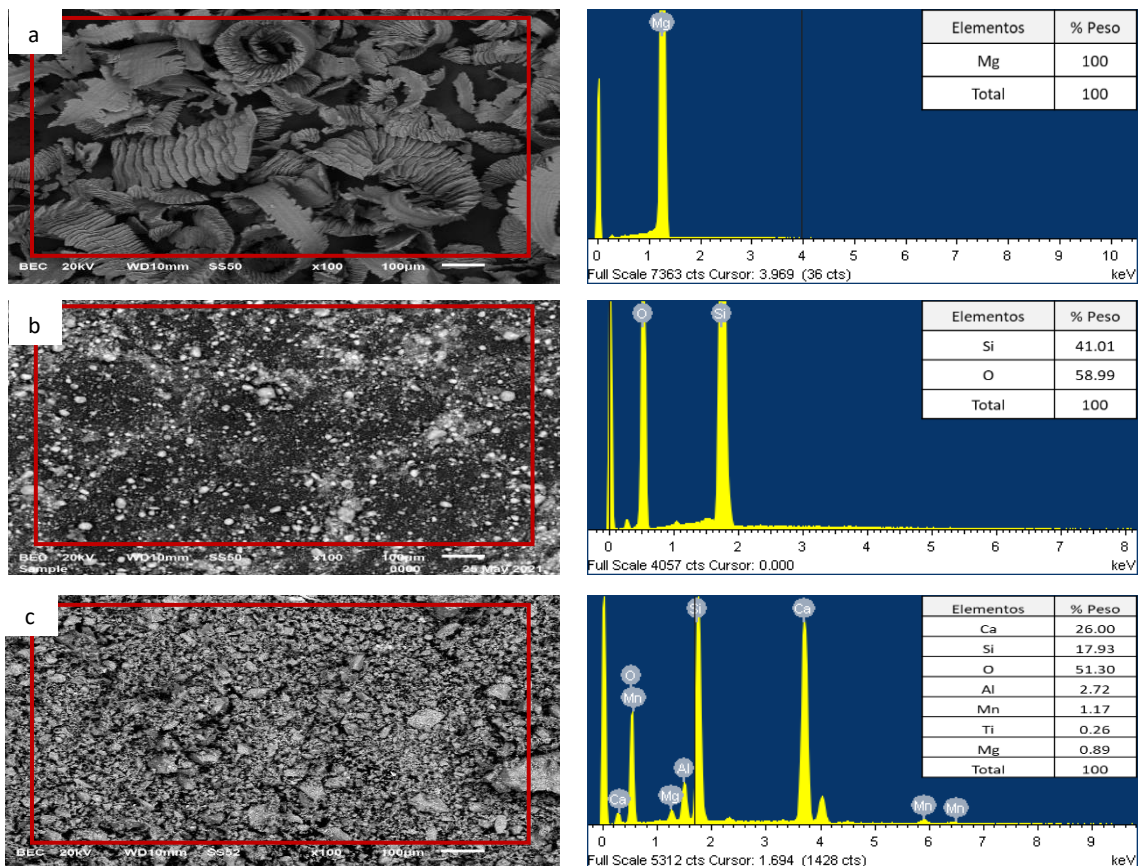


Figura 29. Imágenes por MEB y microanálisis por EDX, a) Mg, b) SiO<sub>2</sub> y c) EM.

#### 4.1.2 Difracción de rayos X.

La identificación de fases se llevó a cabo por difracción de rayos X, los difractogramas correspondientes se presentan en la figura 30. El difractograma 25a corresponde al material base de Mg, en él se identificó Mg (JCPDS 99-101-0099) además de un porcentaje bajo de MgO (JCPDS:99-100-7646). En la escoria metalúrgica (25b), se identificaron pseudowollastonita ( $\text{CaSiO}_3$ , JCPDS 99-100-2330), Anortita ( $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ , JCPDS 00-041-1486), sillimanita ( $\text{Al}_2\text{SiO}_5$ , JCPDS 00-038-0471) y calcita ( $\text{CaO}$ , JCPDS 00-037-1497). Finalmente, en el difractograma 25c corresponde a la sílice donde se identificó un halo amorfo. [88]

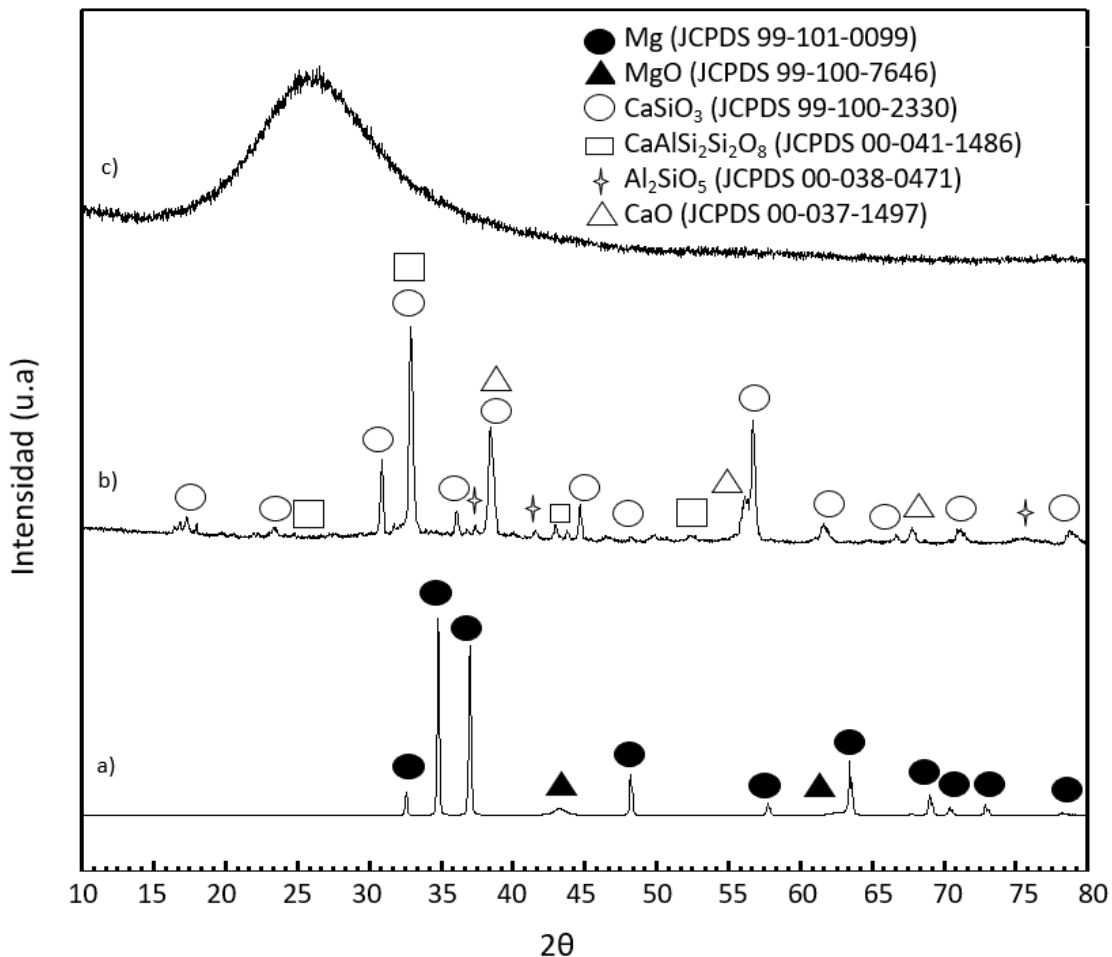


Figura 30. Patrones de difracción de los polvos de inicio: a) Mg, b) EM y c)  $\text{SiO}_2$ .

## 4.2 Caracterización química y microestructural de los polvos obtenidos por aleado mecánico.

### 4.2.1 Microscopía electrónica de barrido.

En la figura 31 se muestran imágenes en modalidad de mapeo de los polvos de aleados mecánicamente, en donde se visualiza que todos los sistemas presentan una distribución elemental de forma homogénea. Para el sistema del Mg (31a) se tiene la presencia de Mg y O, para el sistema Mg + 15% EM (31b), Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub> (31e) y Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub> (31f) contienen Mg, Ca, Si, O, en el caso de los sistemas Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub> (31c) y Mg + 5% SiO<sub>2</sub> (31d) se presenta una distribución elemental de Mg, Si y O.

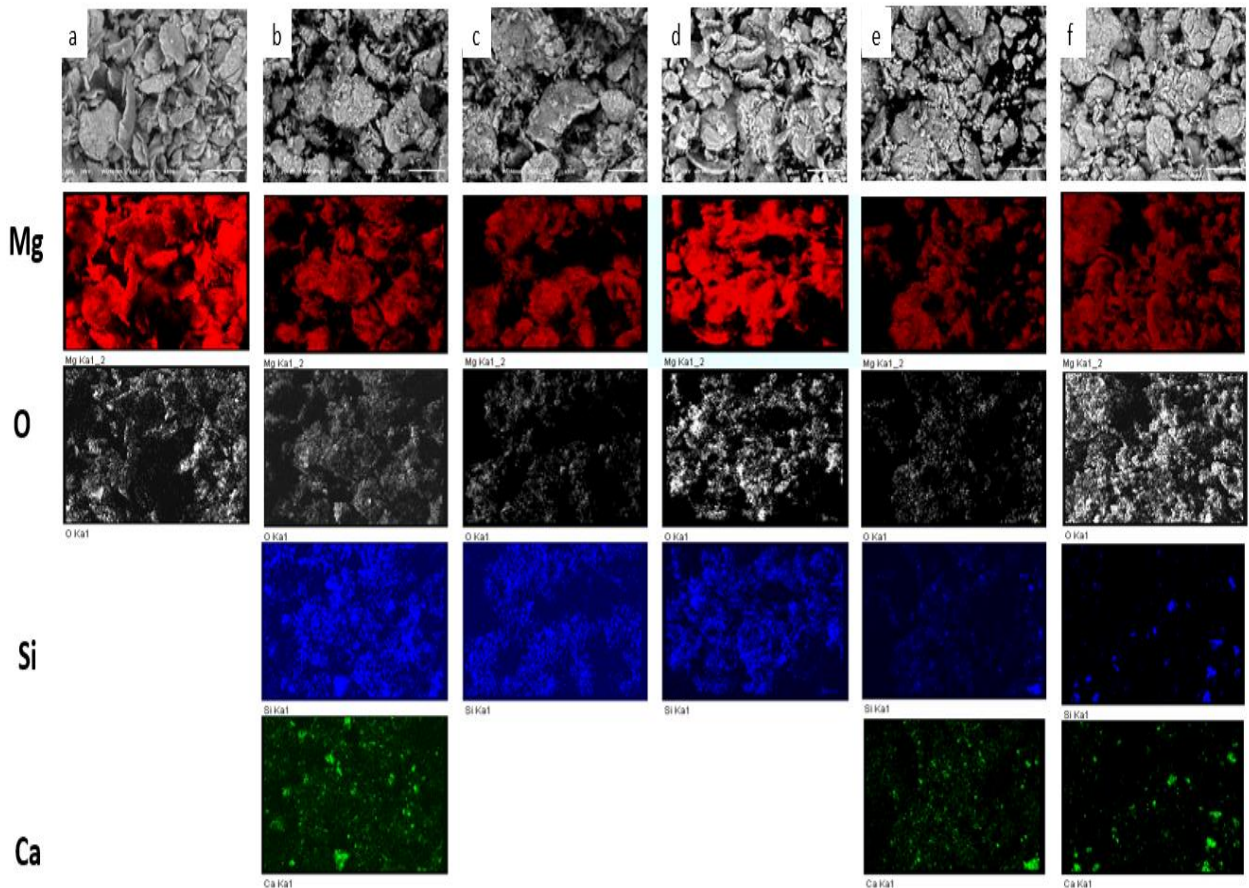


Figura 31. Imágenes por MEB y mapeo para los sistemas, a) Mg, b) Mg + 15% EM, c) Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub>, d) Mg + 5% SiO<sub>2</sub>, e) Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub>, y f) Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub>.

#### 4.2.2 Análisis Térmico Diferencial.

Por medio de ésta técnica de caracterización se definió la temperatura de sinterización de los sistemas estudiados, en el termograma de la figura 32 perteneciente al magnesio, se observan dos señales exotérmicas, ambas señales son asociadas a la oxidación del Mg, la primera de ellas a 550°C se relaciona con el inicio de oxidación del material, ya que el magnesio tiene una alta afinidad por el oxígeno, la segunda señal exotérmica se presenta en los 650°C y es asociada a la otra oxidación que ocurre de manera instantánea correspondiente a la temperatura de fusión del magnesio, debido a que esta no se encuentra en una atmósfera controlada. Tomando en consideración cuenta estos sucesos, se busca que los consolidados estén libres de óxido, además de una sinterización en estado sólido por la estabilidad estructural, se decide por lo tanto seleccionar una temperatura inferior a la que genera la primer señal de oxidación, 450°C. [89]

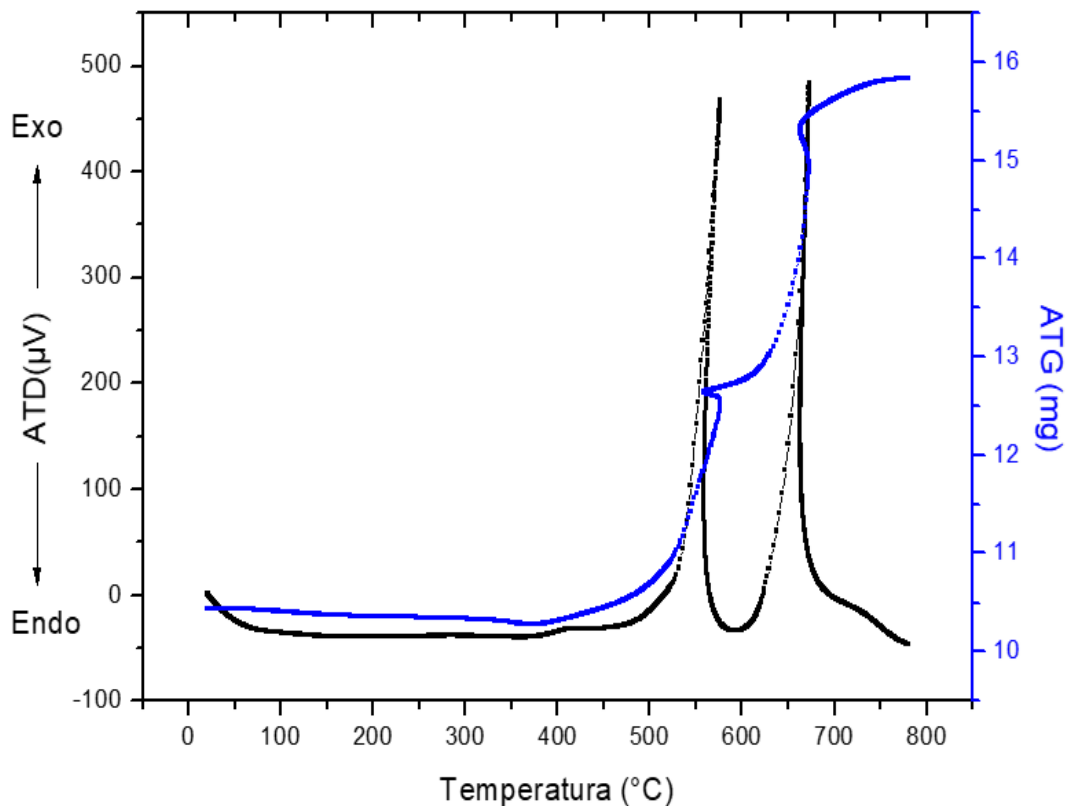


Figura 32. Análisis térmico del magnesio.

Los termogramas de la figura 33 pertenecen a los diferentes sistemas de los polvos aleados en ellos se aprecia que todos los sistemas poseen un comportamiento similar, esto debido a que el material que interactúa con respecto a la temperatura es la matriz de magnesio, se presentan las mismas señales exotérmicas (550°C y 650°C) que se mostraron en el termograma de la figura 32, obsérvese que las oxidaciones se presentan a temperaturas inferiores cuando se agregan los refuerzos correspondientes. Con éstos termogramas es posible establecer 450°C como la temperatura adecuada para el sinterizado de los polvos que serán compactados posteriormente.

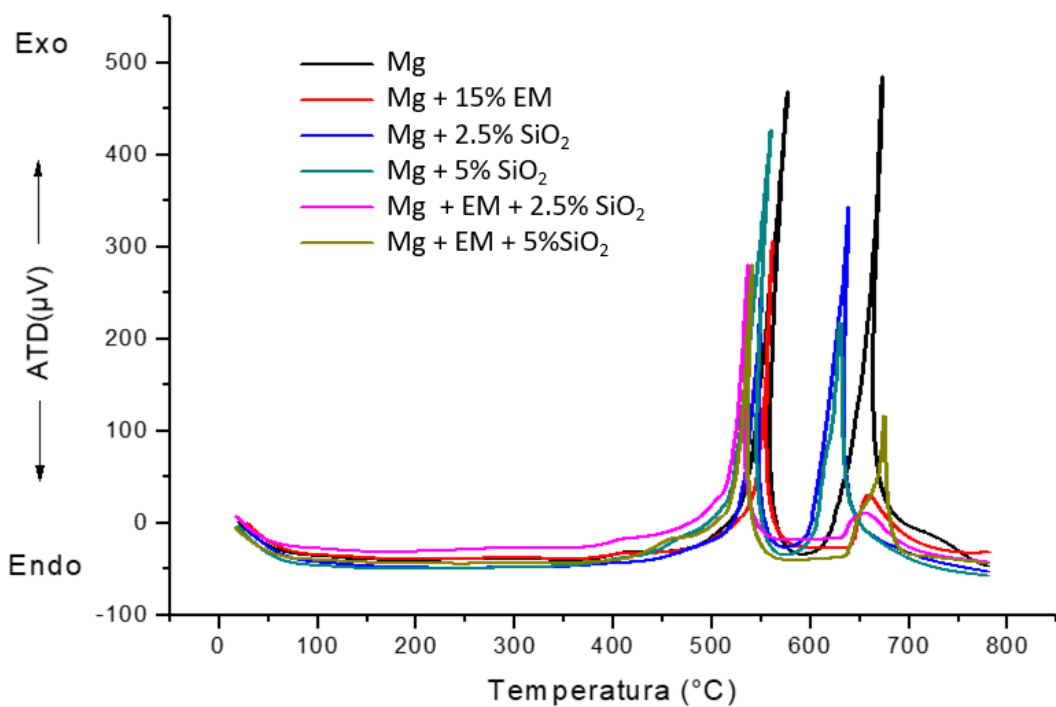


Figura 33. Termograma de los sistemas Mg, Mg + 15% EM, Mg+ 2.5% SiO<sub>2</sub>, Mg + 5% SiO<sub>2</sub>, Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub> y Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub>.

### 4.3 Caracterización y evaluación de propiedades físicas, estructurales y mecánicas de las probetas sinterizadas

#### 4.3.1 Evaluación de la densidad.

En la figura 34 se muestran los resultados obtenidos en la evaluación de la densidad por el principio de Arquímedes.

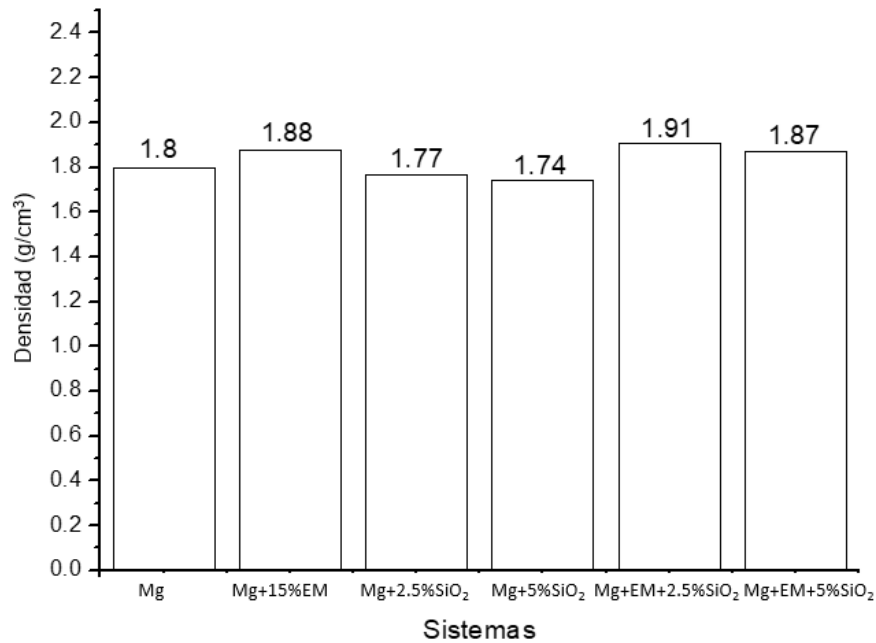


Figura 34. Valores obtenidos de la evaluación de la densidad.

En los sistemas Mg y Mg+15% EM se midieron densidades de 1.8 g/cm<sup>3</sup> y 1.88 g/cm<sup>3</sup> respectivamente, el incremento del sistema reforzado representa un 4.4% de incremento, y se le atribuye directamente a la densidad del reforzante que es de 2.8 g/cm<sup>3</sup>, una relación similar se reportó en la investigación realizada por J. Mouse y col. [90]

En los sistemas Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub> (1.77 g/cm<sup>3</sup>) y Mg + 5% SiO<sub>2</sub> (1.74 g/cm<sup>3</sup>) la densidad disminuyó un 1.6% y 3.33%. En el sistema Mg + 5% SiO<sub>2</sub> se tiene la formación del Mg<sub>2</sub>Si que posee una densidad baja (1.99 g/cm<sup>3</sup>) lo cual no tiene un efecto negativo en la densidad del compuesto, ya que este se mantiene por debajo de la densidad la matriz metálica. [91-92]



Para los sistemas híbridos Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub> (1.91 g/cm<sup>3</sup>) y Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub> (1.87 g/cm<sup>3</sup>) se obtuvo un incremento del 6.1% y 3.8% respectivamente, estos sistemas poseen EM que tiene una densidad (2.8 g/cm<sup>3</sup>), la cual es mayor que la densidad de la matriz. Así mismo se hace el comparativo con las aleaciones comerciales utilizadas en pistones (2.5g/cm<sup>3</sup>), por lo que los sistemas híbridos se encuentran por debajo 23.6% y 25.2% respectivamente. [93]

#### 4.3.1 Evaluación de la porosidad.

En la figura 35 se muestran los resultados de la evaluación de la porosidad tomando los datos obtenidos de la densidad experimental en conjunto con la densidad teórica de cada uno de los sistemas, aplicando la ecuación 8.

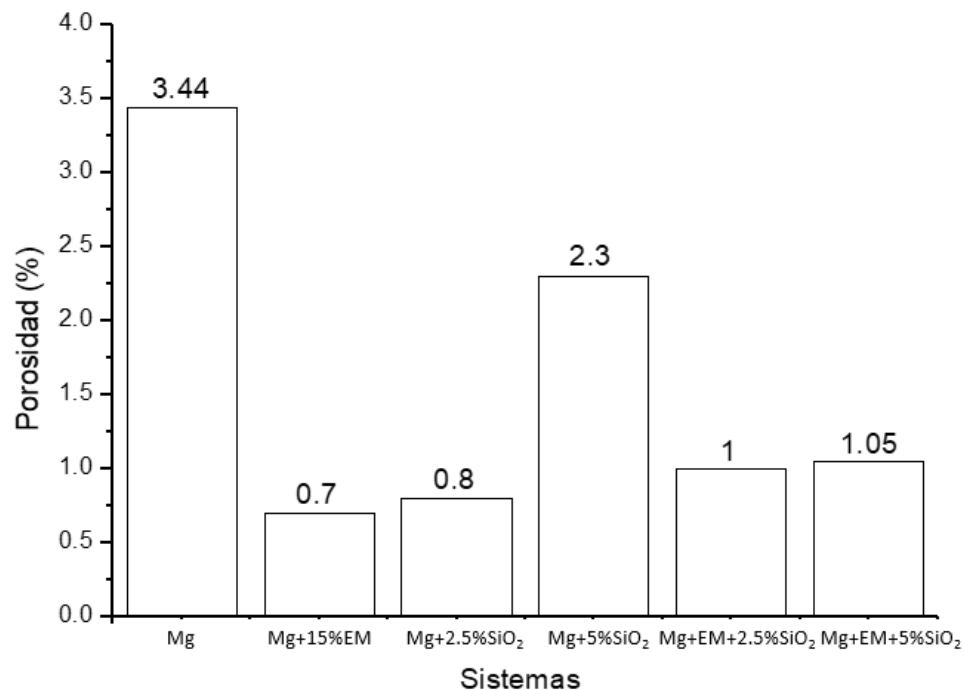


Figura 35. Valores obtenidos de la evaluación de la porosidad de los diversos sistemas.

Para el sistema de Mg se obtuvo un porcentaje de porosidad de 3.44%, en el sistema Mg + 15% EM se obtuvo un 0.73 % y en el sistema Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub> un 0.8%. En el sistema Mg + 5% SiO<sub>2</sub> se obtuvo 2.3% de porosidad esto asociado a la saturación del reforzante en la matriz, ya que este se aglomera generando que no se tenga una buena cohesión

entre las partículas en el proceso de sinterización, ocasionando una mayor porosidad. En los sistemas híbridos se obtuvo una porosidad de 1% para Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub> y 1.05% en Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub>.

#### 4.3.2 Análisis por difracción de rayos X (DRX).

En la figura 36 se presentan los difractogramas correspondientes a los sistemas sometidos a estudio en la presente investigación.

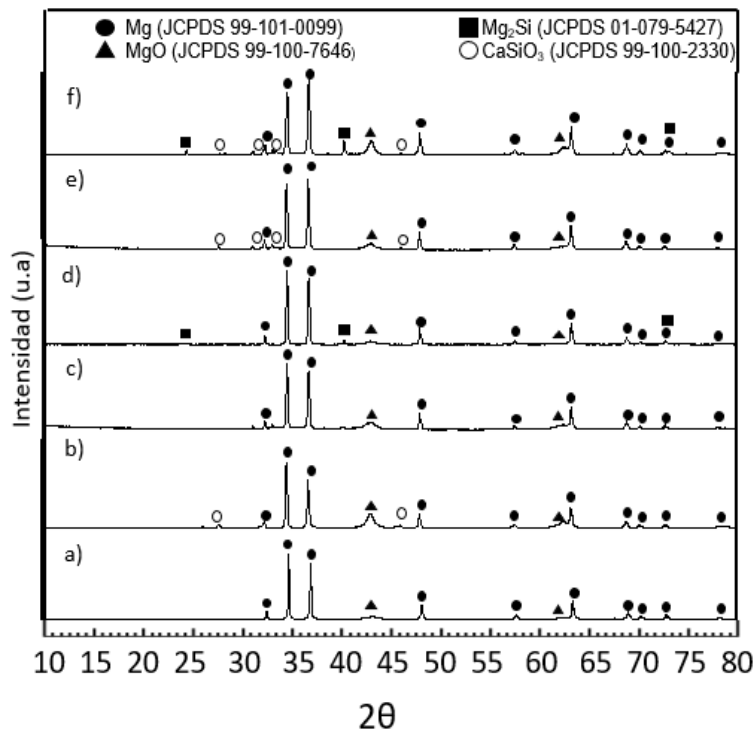
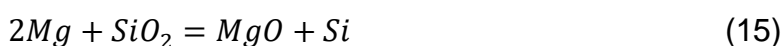


Figura 36. Patrones de difracción de DRX de los sistemas a) Mg, b) Mg + 15% EM, c) Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub>, d) Mg + 5% SiO<sub>2</sub>, e) Mg + EM + 2.5%SiO<sub>2</sub> y f) Mg+ EM + 5%SiO<sub>2</sub>.

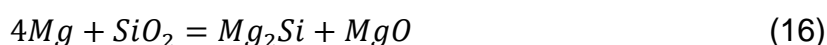
En los patrones de difracción del inciso a) Mg se identificó Mg (JCPDS: 99-101-0099) y MgO (JCPDS: 99-100-7646). La fase MgO es posible que se forme por la reacción del magnesio con el oxígeno del ambiente, debido a la alta afinidad por el O (ver ecuación 14). [94]



En el sistema b) Mg + 15% EM se visualizó la presencia Mg (JCPDS: 99-101-0099), MgO (JCPDS:99-100-7646), así mismo se identificó la fase CaSiO<sub>3</sub> conocida como pseudowallastonita (JCPDS:99-100-2330) proveniente de la escoria metalúrgica. La formación de la fase MgO puede ser generada por la reacción del Mg y SiO<sub>2</sub>, proveniente de la escoria metalúrgica, ya que el Mg tiene una alta afinidad por el oxígeno de la SiO<sub>2</sub>, esto se explica tomando como base su energía de Gibbs ya que es mayor que la que posee el Si por el O, es por ello por lo que el Mg oxida rápidamente obteniendo MgO, lo cual concuerda con el diagrama de Ellingham (ver ecuación 15). [95-98]



Para el sistema c) Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub> se obtuvo la presencia de Mg (JCPDS: 99-101-0099), y MgO (JCPDS:99-100-7646). En el sistema d) 95% Mg+ 5% SiO<sub>2</sub> las fases que se presentan son Mg (JPDF: 99-101-0099), MgO (JCPDS:99-100-7646) y Mg<sub>2</sub>Si (JCPDS:01-079-5427). La formación del MgO y siliciuro de magnesio (Mg<sub>2</sub>Si) de acuerdo a la ecuación 16 es un producto *in situ*, debido a la reacción del magnesio con el oxígeno y silicio proveniente de la sílice amorfa ya que este actúa como material percusor para la formación de Mg<sub>2</sub>Si, esto coincide con la investigación realizada por Olszówka-Myalska y col. [99-100]



En los sistemas híbridos, e) Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub> se obtuvo la presencia de Mg (JCPDS: 99-101-0099), MgO (JCPDS:99-100-7646) y (CaSiO<sub>3</sub>, JCPDS 99-100-2330) y para el sistema f) Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub> se obtuvo la presencia de Mg (JCPDS: 99-101-0099), MgO (JCPDS:99-100-7646) y Mg<sub>2</sub>Si (JCPDS:01-079-5427) y (CaSiO<sub>3</sub>, JCPDS 99-100-2330).

En la figura 37 se muestra la intensidad correspondiente a el plano basal (001) ubicado en  $34^\circ$  en  $2\theta$  del magnesio, donde se muestra en todos los sistemas un ensanchamiento y disminución de la intensidad producto del decremento del tamaño de la cristalita, así como el desplazamiento hacia grados menores en  $2\theta$  asociado con la expansión de la red cristalina del magnesio. [101-102]

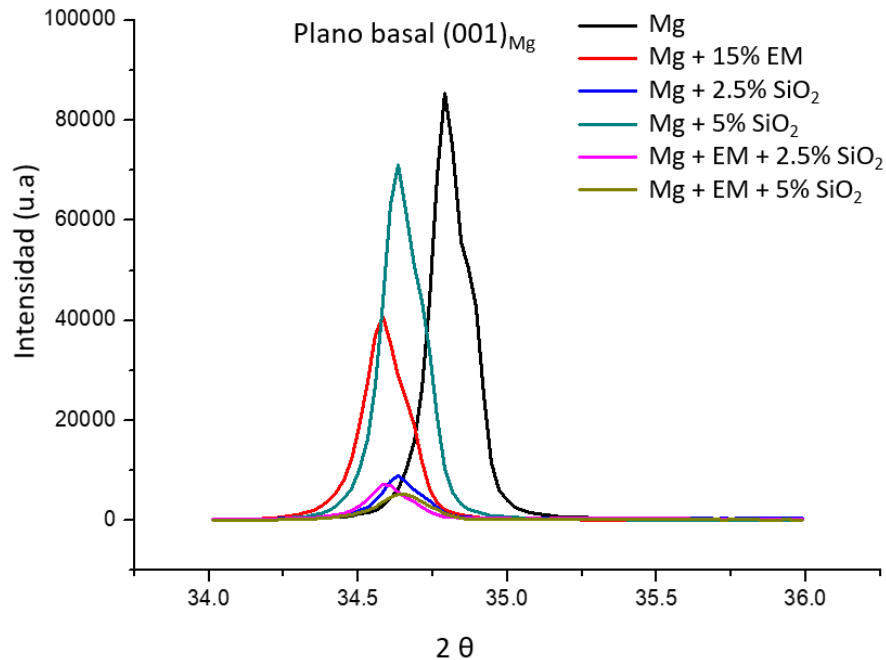


Figura 37. Difractograma de la intensidad del plano (001) del magnesio.

En la tabla 12 se muestran los resultados obtenidos de los sistemas del cálculo de cristalita de acuerdo con la fórmula de Scherrer (ecuación 2) y a si mismo se muestra disminución en porcentaje de estos comparados con el metal base Mg.

Tabla 12. Tamaño de cristalita.

Sistema	Tamaño cristalita D (nm)
<b>Mg</b>	0.878
<b>Mg + 15% EM</b>	0.799 (↓ 9.03 %)
<b>Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub></b>	0.845 (↓ 3.80%)
<b>Mg + 5% SiO<sub>2</sub></b>	0.843 (↓ 3.73 %)
<b>Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub></b>	0.845 (↓ 3.80%)
<b>Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub></b>	0.799 (↓ 9.02%)

### 4.3.3 Análisis por microscopía óptica.

En la figura 38. se observan las imágenes obtenidas por microscopía óptica tomadas a 500x de los diversos sistemas en el inciso a) perteneciente al Mg este presenta una morfología irregular de granos alargados, en el sistema b) Mg + 15% EM se observa la presencia de granos alargados y así mismo partículas de EM en la matriz (fase oscura), en el sistema c) Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub> y d) Mg + 5% SiO<sub>2</sub> se presentan granos alargados en la matriz predominio de la soldadura en el proceso de aleado mecánico, la SiO<sub>2</sub> se coloca en el límite de grano de Mg. [103-104]

En los sistemas e) Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub> y f) Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub> se tiene la presencia de granos alargados con menor tamaño, distribuidos de forma homogénea a lo largo de la matriz.

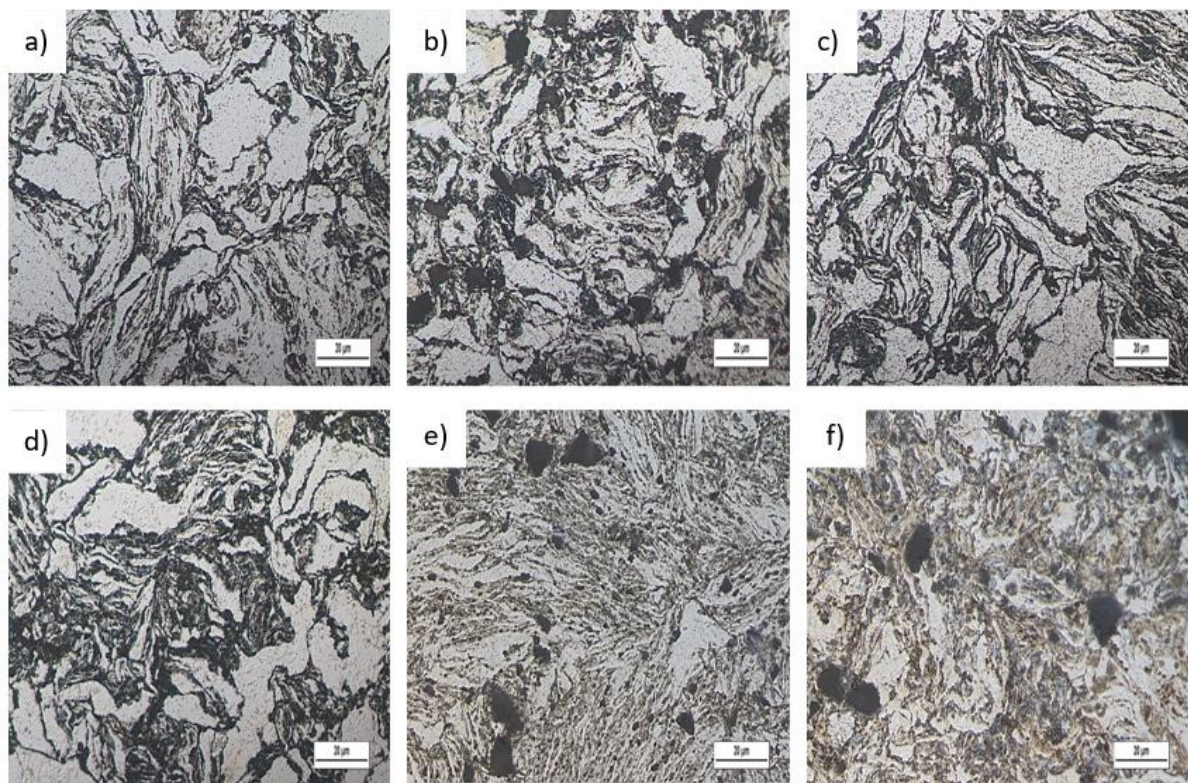


Figura 38. Imágenes por MO a 500X: a) Mg, b) Mg + 15% EM, c) Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub>, d) Mg + 5% SiO<sub>2</sub>, e) Mg + EM + 2.5%SiO<sub>2</sub> y f) Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub>.

El tamaño de grano fue calculado mediante la norma ASTM E112 (Figura 39) En el sistema 1) Mg, se tiene un tamaño de grano de 64  $\mu\text{m}$ , mediante la adición de los materiales reforzantes el tamaño de grano disminuye significativamente. En los sistemas 5 y 6 se tiene una disminución del 65% comparado con el sistema 1. Por lo que la adición de  $\text{CaSiO}_3$  y  $\text{SiO}_2$  tiene un efecto significativo en el refinamiento de la microestructura resultando benéfico para la mejora de las propiedades mecánicas de los compuestos. [105-106]

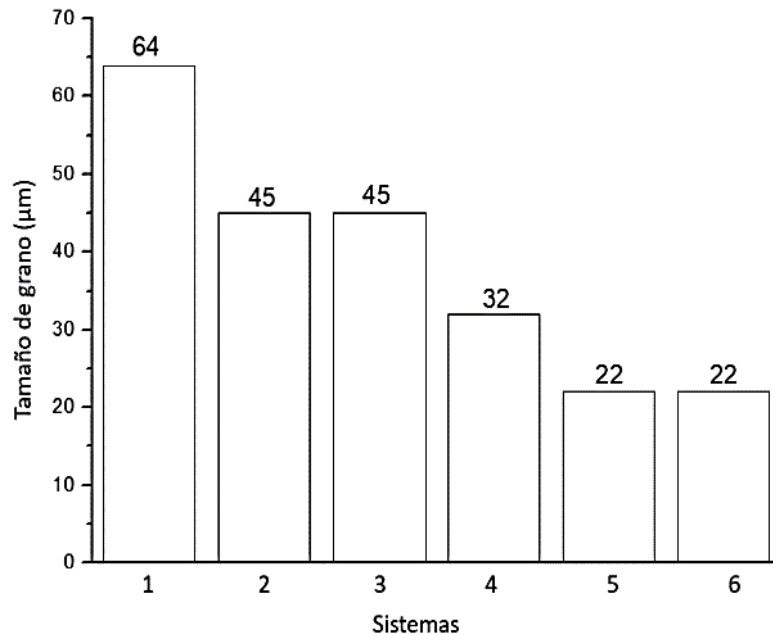


Figura 39. Tamaño de grano de los diferentes sistemas de acuerdo con la norma ASTM E112.

Wong y col.[107] realizaron estudios microestructurales del Mg con diversas cantidades de reforzante  $\text{Al}_2\text{O}_3$  con tamaño nanométrico, se obtuvo una reducción de tamaño de grano debido a la adicción del reforzante, por lo que esto concuerda con los resultados obtenidos de la presente investigación.

El tamaño de grano tiene un efecto en las propiedades mecánicas, su disminución genera una mayor resistencia, los límites de grano actúan como obstáculos para el desplazamiento de dislocaciones provocando su apilamiento en los límites generando una mayor resistencia mecánica en el material, un material con microestructura de grano fino requiere de una carga mayor para poder generar deformación en el material. [108-109]

#### 4.3.4 Evaluación de dureza Vickers.

La evaluación por dureza Vickers fue realizada a probetas sinterizadas de los diversos sistemas los cuales se muestran en la figura 40. Se obtuvo un aumento del 48% en el sistema 2 (HV: 81) con respecto al sistema 1 (HV: 55), para el sistema 3 se obtuvo un aumento (HV:62) del 13%, en los sistemas 5 (HV:91) y 6 (HV:108) reforzados con EM y SiO<sub>2</sub> se obtuvo un aumento de 65% y 96% respectivamente, lo concuerda con otras investigaciones en las cuales se concluye que al aumentar la cantidad de refuerzo se obtendrá un incremento en la dureza con respecto a la del metal base [110], en el caso del sistema 4 (HV:55) no hubo un cambio significativo manteniendo la dureza del material base, los resultados obtenidos de los diversos sistemas son superiores a los obtenidos por K.S. Tun y col.[111] en el compuesto Mg-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> obtuvieron una dureza Vickers de 37 a 45 HV.

Los resultados obtenidos fueron comparados con los valores que se requieren para la posible aplicación de pistones en la industria automotriz de acuerdo con la literatura en las aleaciones aluminio silicio tienen valores del orden de 60 HV [112] (ver línea roja) para la aplicación sugerida en la presente investigación.

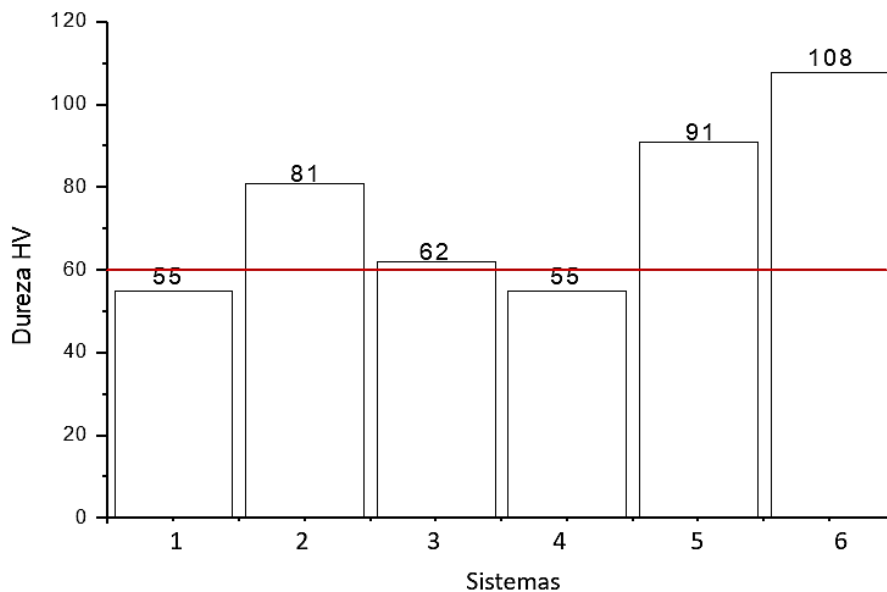


Figura 40. Resultados de dureza Vickers de los sistemas, Mg, Mg + 15% EM, Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub> y Mg + 5% SiO<sub>2</sub>, Mg + EM + 2.5%SiO<sub>2</sub> y Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub>.

### 4.3.5 Evaluación de la dureza Rockwell F.

En la figura 41 se muestran los resultados obtenidos de la dureza Rockwell F, tomando como referencia el sistema perteneciente al Mg (HRF: 53) como material base, se obtuvo un aumento del 40% en el sistema Mg + 15% EM (HRF: 73), un 27% de incremento para Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub> (HRF:67), en el sistema Mg + 5% SiO<sub>2</sub> se obtuvo un decremento del 3% (HRF: 51), en los sistemas Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub> (HRF: 84) y Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub> (HRF: 98) se obtuvo un incremento de 58% y 85% respectivamente. Los valores obtenidos son superiores a los reportados por Aragón [113] en donde se indica un valor de 30 HRF en el sistema Zn-21.6%Al-2.0%Cu.

Así mismo se muestra en la figura 41 (línea roja) el valor comparativo con la posible aplicación de pistón, tomando el valor de la aleación aluminio-silicio con una dureza rockwell F de alrededor de 60 HRF.

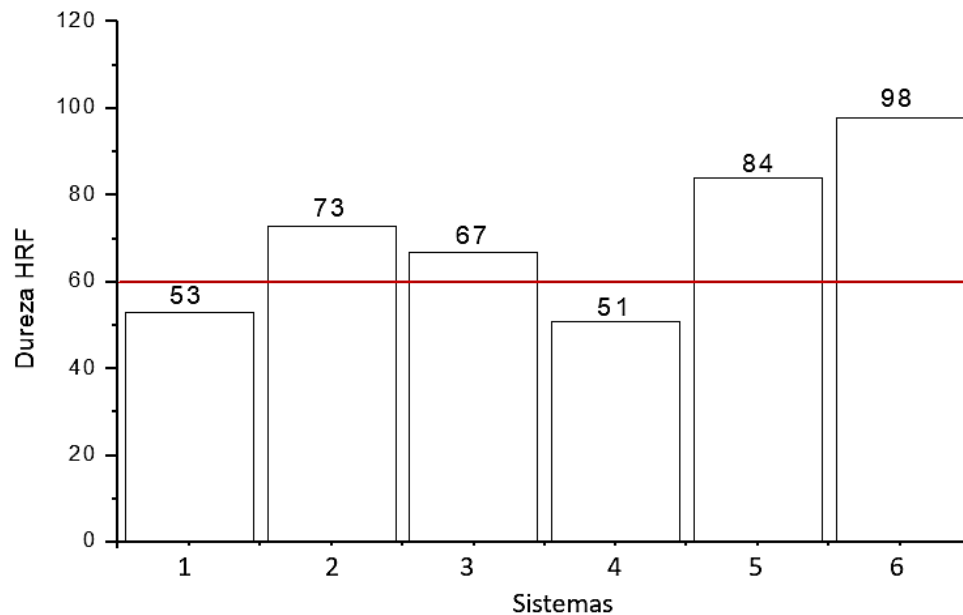


Figura 41. Resultados de dureza Rockwell F en sistemas Mg, Mg +15% EM, Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub>, Mg + 5% SiO<sub>2</sub>, Mg + EM + 2.5%SiO<sub>2</sub> y Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub>.



### 4.3.6 Evaluación de la resistencia a la compresión.

En la figura 42 se muestra la curva esfuerzo – deformación del ensayo de compresión de los compuestos de magnesio y los resultados de las propiedades mecánicas indican en la tabla 13.

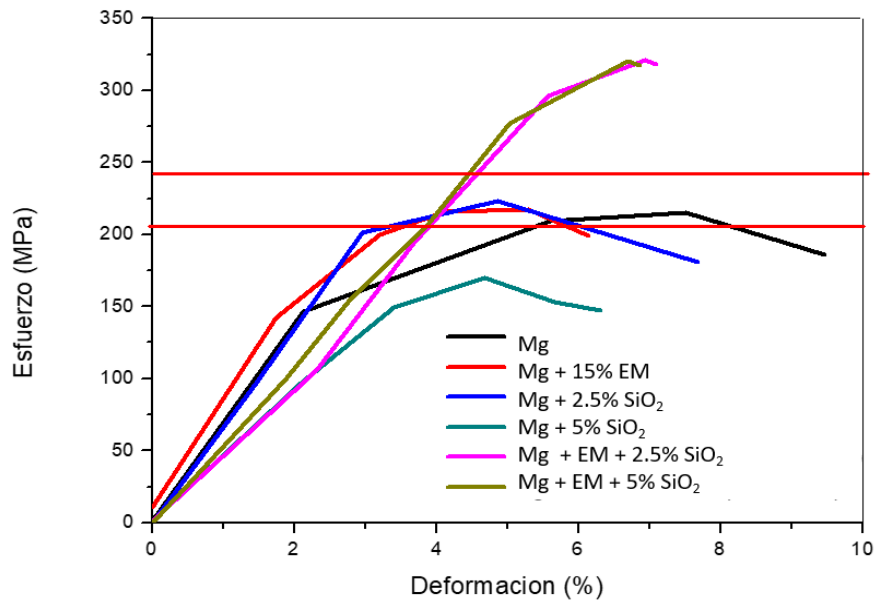


Figura 42. Curvas esfuerzo – deformación de los sistemas.

Tabla 13. Resultados de la evaluación de la resistencia a la compresión.

Sistema	Módulo de Young (MPa)	Limite cedencia (MPa)	Resistencia máxima (MPa)	Ductilidad (%)
Mg	71.4	106	215	9
Mg + 15% EM	83.3	130	217	6
Mg + 2.5% SiO <sub>2</sub>	62.5	109	223	7.5
Mg + 5% SiO <sub>2</sub>	45.4	136	170	6.3
Mg + EM + 2.5% SiO <sub>2</sub>	50.0	107	321	7.1
Mg + EM + 5% SiO <sub>2</sub>	55.5	110	320	6.8

En los materiales metálicos es común que al incrementarse la resistencia mecánica la ductilidad se vea sacrificada, en la presente investigación se aprecia que, al reforzar al Mg, la resistencia mecánica se incrementa de manera discreta con los porcentajes de refuerzo aplicados en la presente investigación, los sistemas Mg + 15% EM y Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub> incrementan la resistencia en 2.5 y 4% respectivamente.

Diversos estudios reportan que los reforzantes de tamaño nanométrico tienen una influencia en el tamaño de grano aumentando la resistencia y ductilidad en los compuestos, este comportamiento se genera en los sistemas Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub> (nanométrico) que posee una mejor ductilidad que el sistema Mg + 15% EM (micrométrico) del 6% al 7.5%, lo que resulta significativo en los compuestos de magnesio, por su escasa ductilidad la cual restringe sus aplicaciones. [114-117]

El sistema Mg + 5% SiO<sub>2</sub> requiere un análisis especial, en este sistema al incrementarse el reforzante (SiO<sub>2</sub>) la resistencia mecánica tiene un comportamiento contrario, pues decrece de manera significativa en un 21% a pesar de tener una disminución de cristalita mayor que el resto de los sistemas, aunado a esto, resulta que los valores de dureza Vickers y Rockwell son menores a los del resto de los sistemas, lo cual sigue siendo un comportamiento anormal. Algo interesante se presenta también con la ductilidad de este sistema, pues al contar con una resistencia mecánica menor a la del Mg puro, su ductilidad no es mayor. [118]

De acuerdo con los estudios realizados en la presente investigación, todas estas inconsistencias presentes en este sistema, esto demuestra que la porosidad puede alterar de manera radical el comportamiento mecánico de los refuerzos de magnesio investigados y que la adición de SiO<sub>2</sub> como reforzante deberá ser limitado a valores inferiores al 5%.

El comportamiento más interesante se presenta en los sistemas híbridos Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub> y Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub> que incrementaron su resistencia mecánica en un 49 y 48%, respectivamente en relación a la resistencia del Mg puro, lo interesante es que este incremento se alcanzó sin un sacrificio considerable de la ductilidad, incluso, su ductilidad puede considerarse muy similar a la obtenida para los sistemas donde se alea al Mg con 15% EM y Mg con 2.5% de SiO<sub>2</sub> donde su resistencia mecánica tenía un incremento de apenas 2.5 y 4% respectivamente. En términos generales, la adición combinada de los reforzantes de escoria metalúrgica en tamaño micrométrico para incrementar la resistencia mecánica y SiO<sub>2</sub> en tamaño nanométrico para favorecer la ductilidad, obteniendo una relación resistencia-ductilidad muy importante pues se logró incrementar la resistencia mecánica sin el sacrificio de la ductilidad. [119-122]

Es importante hacer notar que en estos sistemas híbridos la porosidad se mantiene en el orden del 1%, mucho menor que el sistema con 5% de SiO<sub>2</sub>.

De acuerdo con la literatura, así como de simulaciones en piezas reales de pistones la resistencia a la compresión se encuentra en un rango de 214 MPa a 240 MPa (ver línea roja en figura 30), por lo que los sistemas Mg + 15% EM, Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub>, Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub> y Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub> de la presente investigación se encuentran dentro de lo establecido para dicha aplicación. [123-124]

#### 4.3.7 Evaluación de los mecanismos de reforzamiento.

En el mecanismo de Orowan se toma en cuenta la eficacia de la síntesis para dispersar homogéneamente las nanopartículas ya que se analiza el espacio entre partículas el cual es difícil de controlar dentro de la matriz, así mismo la aportación del mecanismo de transferencia de carga, depende inicialmente del porcentaje añadido al metal base, teniendo un margen de referencia de adicción del reforzante del 2.5% en el magnesio, lo que limita el uso de estos mecanismos. [125-126]

El mecanismo de Coeficiente de expansión térmica es insignificante en los MCMM, con partículas menores a 80 nm, además que la cantidad de reforzamiento se limita a adicciones mayores a 10% en volumen. La contribución del mecanismo de Taylor resulta irrelevante ya que se ha observado que la densidad dislocaciones generadas en los granos del material (tamaño del orden de 1000  $\mu\text{m}$ ), por lo que en granos finos este resulta despreciable. [127-129]

En la presente investigación se utilizó la siguiente ecuación y en la tabla 14 se muestran los resultados obtenidos:

$$\rho = \rho_{Mg} + \rho_{Hall-Petch} \quad (17)$$

Tabla 14. Resultados experimentales y teóricos del límite de cedencia.

Sistemas	Límite cedencia (MPa) EXPERIMENTAL	Límite de cedencia $\sigma = \sigma_{Mg} + \sigma_{Hall-Petch}$ (MPa) TEORICO	LCT / LCE
1	106	141	1.33
2	130	147	1.13
3	109	147	1.13
4	136	156	1.14
5	105	166	1.58
6	110	166	1.50

A continuación, en la figura 43. Se muestra el diagrama de los resultados obtenidos del límite de cedencia/experimental (ver tabla 14), en donde la línea horizontal color rojo simboliza el valor de unidad cuando los valores de límite de cedencia teóricos y experimentales son idénticos, los valores más cercanos a la línea horizontal indican mayor precisión hay entre los resultados experimentales y la predicción teórica bajo los mecanismos de endurecimiento. [130]

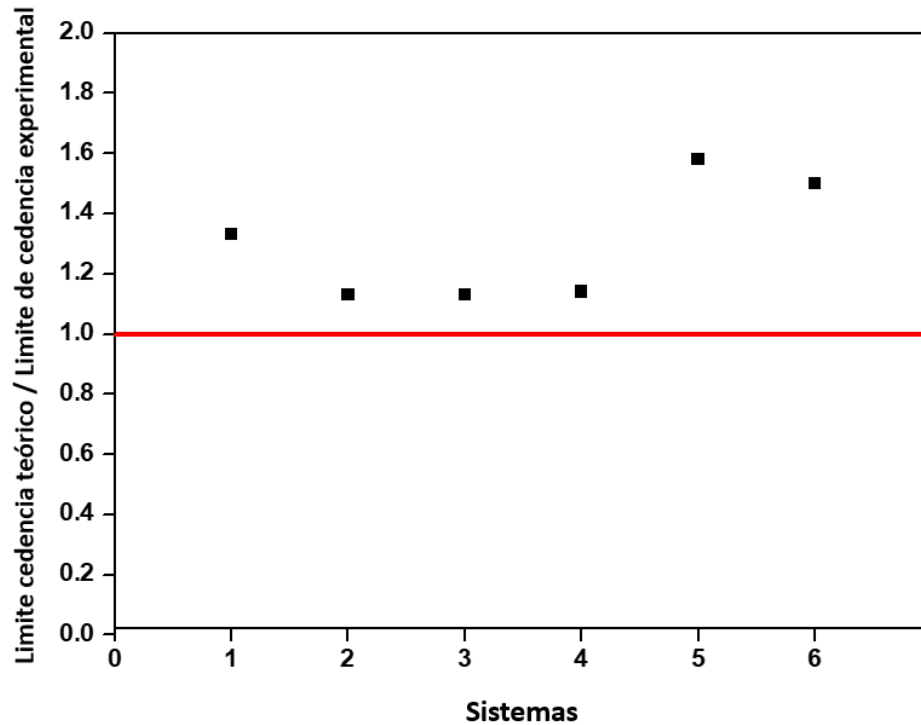


Figura 43. Diagrama de Limite de cedencia teórico/experimental.

Se observa que hay una discrepancia entre los resultados de límite de cedencia teóricos / experimentales, asociado a diversos fenómenos dentro del Mg y sus compuestos, como lo es la porosidad, defectos, así como la formación de productos *in situ* como el MgO y Mg<sub>2</sub>Si, los cuales retribuyen al no tomarse en cuenta dentro de los diversos mecanismos.

Más sin embargo el mecanismo de Hall-Petch (tamaño de grano) es el mecanismo que mayor influencia tiene dentro de los diversos sistemas de la presente investigación.

#### 4.3.8 Análisis fractográfico.

En la figura 44 se muestra el análisis de la superficie de fractura de los diversos sistemas analizados por microscopía electrónica de barrido después de ser sometidos al ensayo de compresión. Todos los sistemas presentan fracturas en ángulos aproximados de  $60^\circ$  con respecto a la dirección de la compresión. De acuerdo con la literatura se han encontrado que las fracturas en compresión se presentan entre ángulos de  $45^\circ$  a  $60^\circ$ , este tipo de fractura es típica del magnesio y sus aleaciones asociado con su estructura cristalina (HCP), además de presentar un comportamiento en el cual dependen de la relación de longitud y diámetro, las probetas bajo compresión fracturan mediante una grieta inicial que surge cerca en alguno de los extremos de la probeta propagándose de  $45^\circ$  a  $60^\circ$  con respecto al eje de compresión. [131-133]

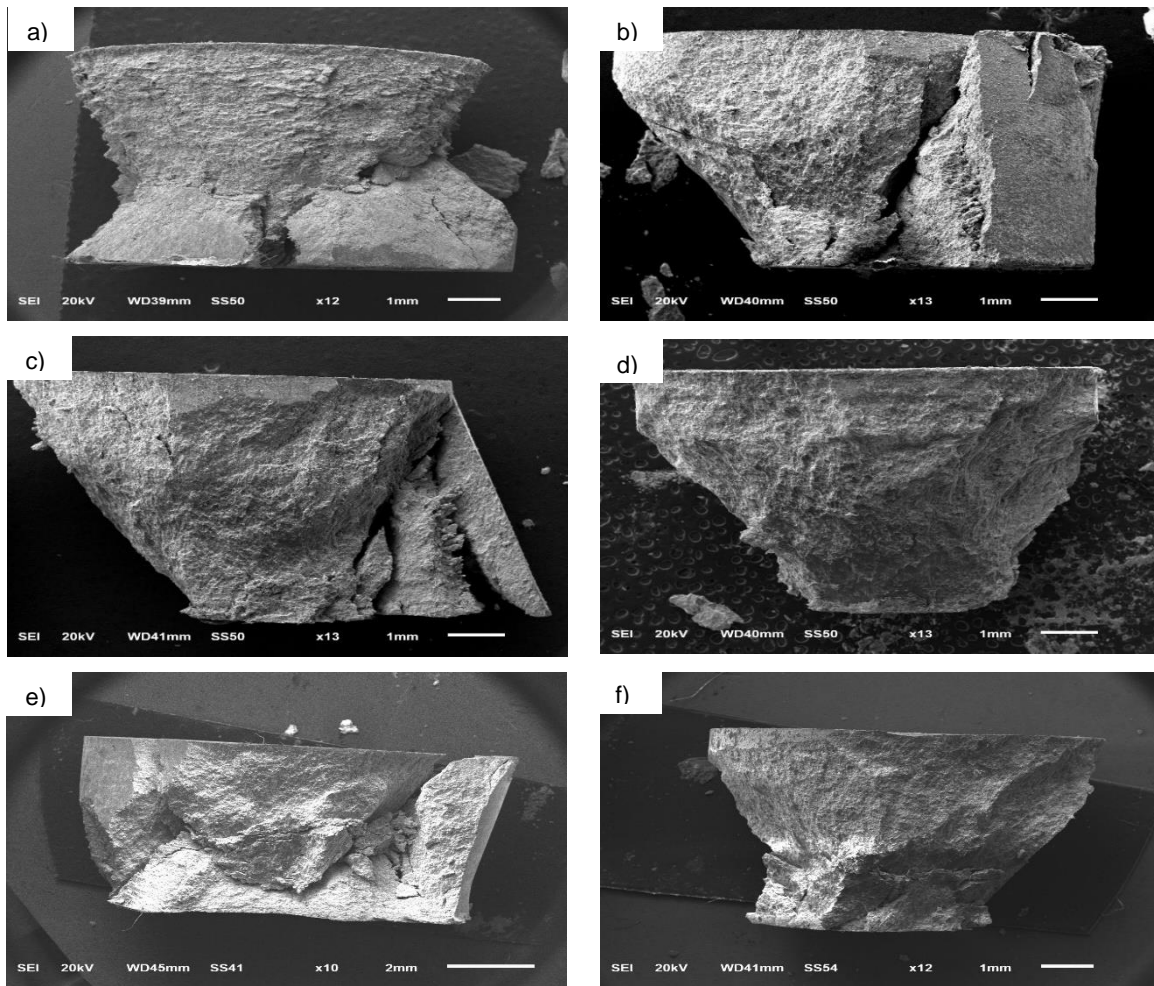


Figura 44. Imágenes por MEB, a) Mg, b) Mg + 15% EM, c) Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub> y d) Mg + 5% SiO<sub>2</sub>, e) Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub> y f) Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub>.

En la figura 45 se muestra las imágenes del análisis fractográfico por MEB de la deformación generada por compresión del Mg y sus compuestos. La imagen de fractura del a) Mg y los sistemas b) Mg + 15% EM y c) Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub> muestran una fractura intergranular por clivaje en donde se observa una morfología con hoyuelos. [134-135]

Los sistemas compuestos d) Mg + 5% SiO<sub>2</sub>, e) Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub> y f) Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub> reveló la de fractura transgranular frágil por cizallamiento, la superficie de fractura muestra la presencia de bandas de cizallamiento y estructura columnar, generadas a partir de una deformación no homogénea que surge a partir de los límites de grano. [136-137]

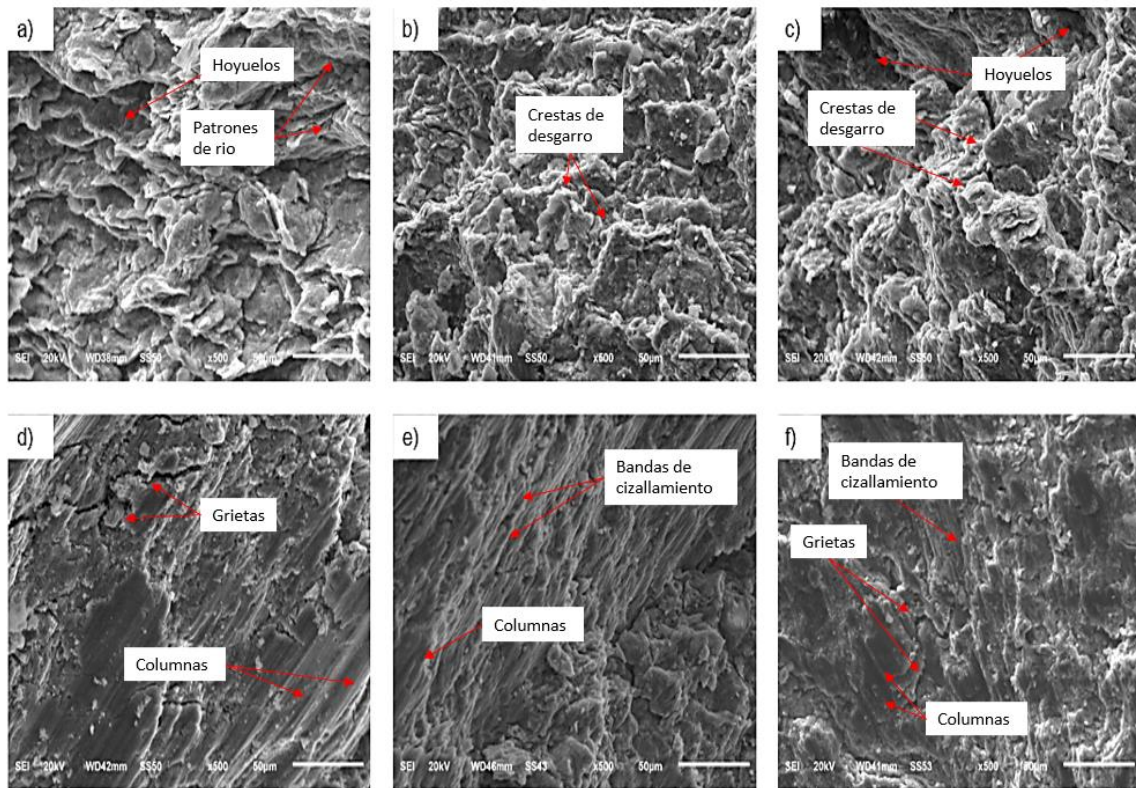


Figura 45. Imágenes por MEB a 500X, a) Mg, b) Mg + 15% EM, c) Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub>, d) Mg + 5% SiO<sub>2</sub>, e) Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub> y f) Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub>.

#### 4.3.9 Evaluación de la degradación.

En la figura 46, se muestran los resultados de degradación (ganancia o pérdida en peso) de cada uno de los sistemas sometidos a solución de 3.5% de cloruro de sodio por un lapso de 0 a 6 horas. En la figura 35 se muestra los resultados Todos los sistemas obtuvieron una ganancia en peso, en el caso del sistema de Mg se obtuvo un porcentaje de ganancia del 2%, para Mg + 15% EM del 4%, para los sistemas Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub> y Mg + 5% SiO<sub>2</sub> un 6 y 22%, así como para los sistemas híbridos Mg + EM + 2.5%SiO<sub>2</sub> y Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub> obtuvieron un incremento del 3% y 6% respectivamente.

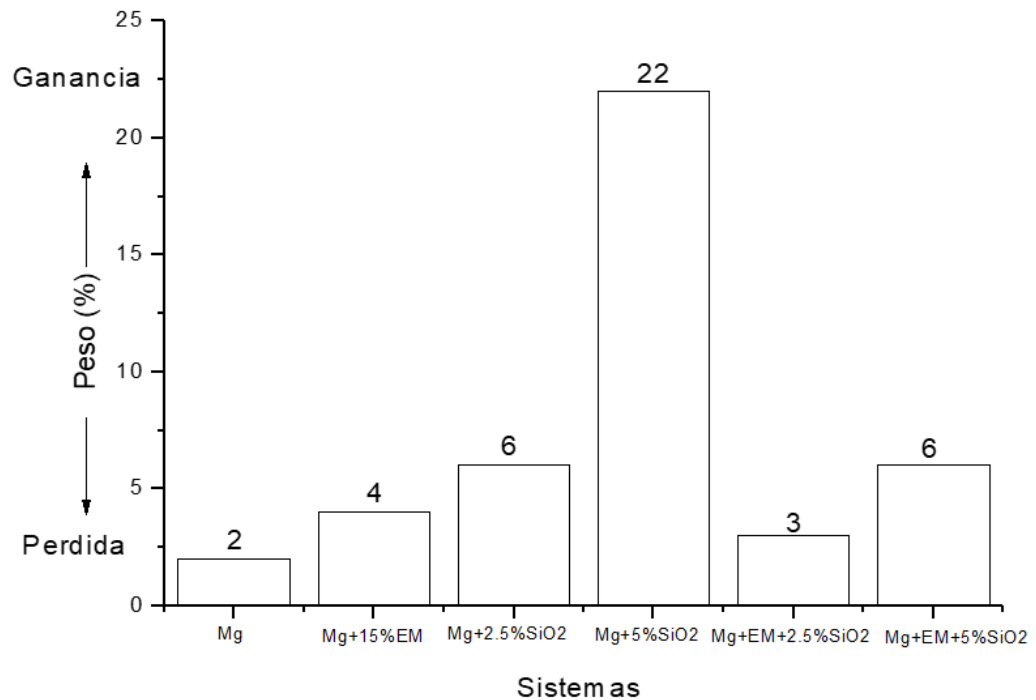


Figura 46. Evaluación de la degradación de los sistemas Mg, Mg + 15% EM, Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub>, Mg + 5% SiO<sub>2</sub>, Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub> y Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub>.



#### 4.3.10 Evaluación de los productos de reacción obtenidos de la prueba de degradación.

Una vez obtenidas las muestras se prosiguió con la identificación de los diferentes sistemas sometidos a degradación se llevó a cabo por Difracción de rayos X, los cuales se presentan en la figura 47, para el sistema a) Mg, b) Mg + 15% EM y c) Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub>, y e) Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub> se identificó la presencia de Mg (JCPDS: 99-101-0099), MgO (JCPDS: 99-100-7646), NaCl (JCPDS: 01-075-0306) y Mg(OH)<sub>2</sub> (JCPDS: 01-074-2220). En los sistemas d) Mg + 5% SiO<sub>2</sub>, y f) Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub> se identificó Mg (JCPDS: 99-101-0099), MgO (JCPDS: 99-100-7646), Mg<sub>2</sub>Si (JCPDS 01-079-5427), NaCl (JCPDS: 01-075-0306) y Mg(OH)<sub>2</sub> (JCPDS: 01-074-2220).

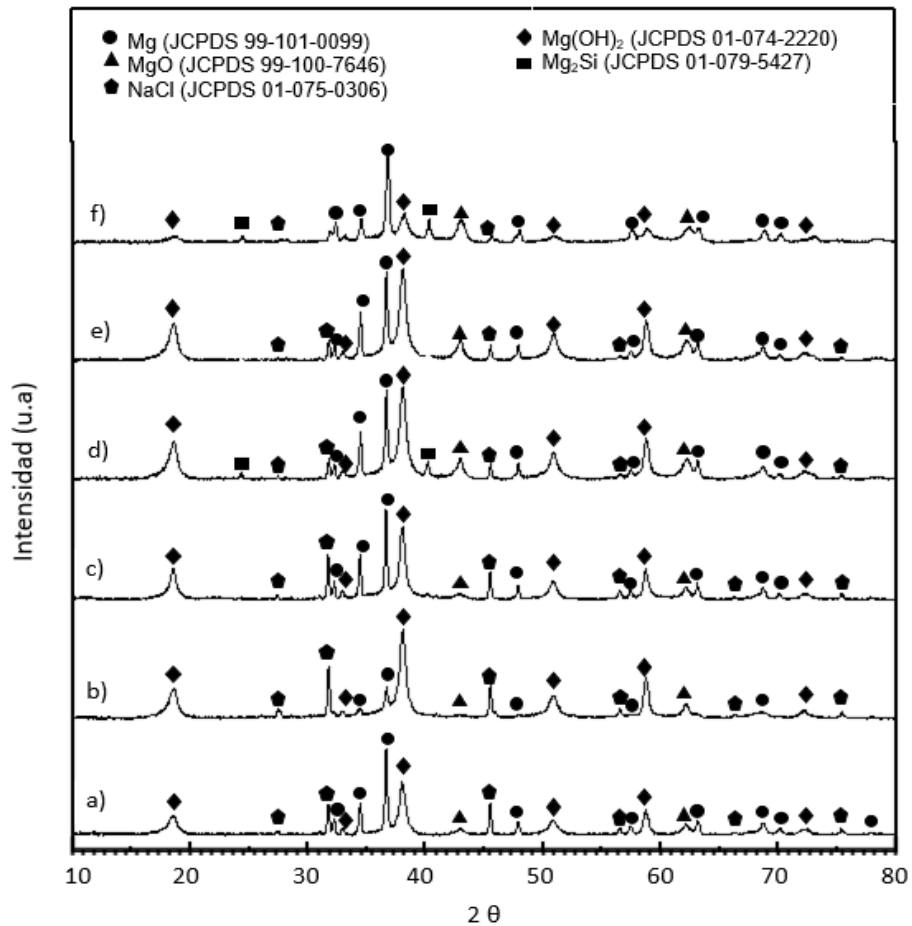
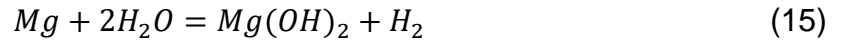


Figura 47. Patrones de difracción de rayos X de probetas degradadas de los sistemas a) Mg, b) Mg + 15% EM, c) Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub>, d) Mg + 5% SiO<sub>2</sub>, e) Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub> y f) Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub>.

Durante el periodo de inmersión se obtuvo NaCl (JCPDS: 01-075-0306) proviene de la solución salina que se utilizó en la presente investigación, y Mg(OH)<sub>2</sub> (JCPDS: 01-074-2220) hidróxido de magnesio, este un producto electroquímico generado entre la interacción del Mg y H<sub>2</sub>O como se muestra a continuación: [138-139]



Se ha determinado en otras investigaciones que la fase Mg (OH)<sub>2</sub>, actúa como una capa protectora con la solución salina, retardando la degradación del material el continuo contacto del MgO remanente con el medio salino produce más Mg (OH)<sub>2</sub> que tiene una estructura cristalina hexagonal que representa el doble de volumen que la fase MgO cúbica. [140-141]

La velocidad con que la que se producen estas reacciones depende de varios parámetros como la composición del material, en el sistema Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub> se identificó una disminución de Mg (OH)<sub>2</sub> en su intensidad en 37° esto asociado con la presencia de la fase Mg<sub>2</sub>Si, esto concuerda con la investigación realizada por G. Ben-Hamu y col. [142-143]

#### 4.3.11 Resistencia a la compresión después de la degradación.

A continuación, se muestra en la figura 48. La resistencia máxima a la compresión que presentó cada uno de los sistemas evaluados posterior a la degradación. Para el sistema Mg se obtuvo 177 MPa, en Mg + 15% EM 150 MPa lo cual representa una disminución del 15%. En los sistemas con sílice, para el sistema Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub> se tiene 141 MPa y para el sistema Mg + 5% SiO<sub>2</sub> la resistencia fue de 29 MPa, resultando una disminución 83% respectivamente, esto asociado a la porosidad presente en este material, y la interacción de la sílice amorfa con el H<sub>2</sub>O, se tiene el efecto de debilitamiento hidrolítico el cual favorece el desarrollo y propagación de fracturas y grietas en el material. [144-145]

En los sistemas híbridos Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub> con 269 MPa y Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub> con 221 MPa se obtuvo un aumento del 51% y 25%, tomando como referencia el sistema de Mg, por lo que los materiales de refuerzo tienen un efecto positivo en degradación, como la buena resistencia mecánica que poseen y así mismo la generación del Mg (OH) que actúa como capa protectora al tener contacto con la solución salina, alentando la degradación del material.

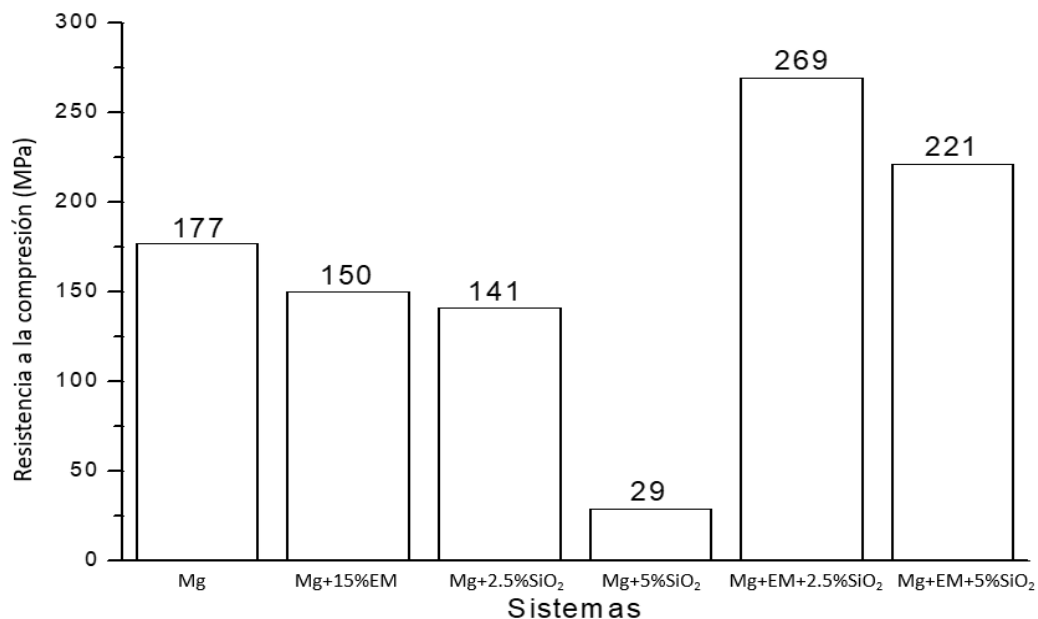


Figura 48. Resistencia a la compresión de probetas degradadas de los sistemas, a) Mg, b) Mg + 15% EM, c) Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub>, d) Mg + 5% SiO<sub>2</sub>, e) Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub> y f) Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub>.

## V. CONCLUSIONES.

- Fue posible la obtención de los materiales compuestos por el proceso de aleado mecánico con una velocidad de 450 RPM durante un tiempo de 4 horas, por lo que la caracterización por MEB de los polvos aleantes mostraron una distribución homogénea de los materiales reforzantes (EM y SiO<sub>2</sub>) dentro de la matriz (Mg).
- Mediante el análisis térmico diferencial realizado a la matriz (Mg) se determinó una temperatura de sinterización a 450°C.
- La densidad aumentó 4.4%, 6.1% y 3.8% en los sistemas Mg + 15% EM, Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub> y Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub>, respectivamente, en los sistemas reforzados con 2.5% y 5% de SiO<sub>2</sub> disminuyó 1.6% y 3.33%, esto asociado al tamaño nanométrico del refuerzo.
- La evaluación de la porosidad de los sistemas Mg, Mg + 15% EM, Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub>, Mg + 5% SiO<sub>2</sub>, Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub> y Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub> se obtuvo 3.44%, 0.73%, 0.8%, 2.3%, 1% y 1.05% respectivamente, los reforzantes influyeron en la disminución de la porosidad.
- El análisis por difracción de rayos X de los sistemas (Mg, Mg + 15% EM, Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub>, Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub> se identificó Mg, CaSiO<sub>3</sub> y MgO, en los sistemas Mg + 5% SiO<sub>2</sub> y Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub> se obtuvo Mg, CaSiO<sub>3</sub>, MgO, así como la formación de Mg<sub>2</sub>Si.
- La evaluación del tamaño de cristalita del plano basal (001) de los sistemas. mostraron un ensanchamiento y disminución de la intensidad, producto de la disminución de la cristalita.

- La microscopía óptica muestra que los materiales reforzantes tienen un efecto positivo en el tamaño de grano el cual disminuyó provocando un aumento en las propiedades mecánicas.
- La dureza Vickers y Rockwell F incremento debido a la adición de los reforzantes, generando un aumento hasta del 96% y 85%, respectivamente. El sistema Mg + 5% SiO<sub>2</sub> en ambos ensayos presentó un decremento asociado a la porosidad de dicho compuesto.
- La curva esfuerzo – deformación muestra un aumento en la resistencia máxima y límite de cedencia de los compuestos, siendo los sistemas híbridos con 2.5% y 5% con mayor resistencia 321 y 320 MPa, por lo que la adición de los reforzantes EM y SiO<sub>2</sub> tiene un efecto positivo en dicha propiedad.
- En la evaluación de los mecanismos de endurecimiento, muestra cierta discrepancia entre el límite de cedencia teórico y experimental, esto se asocia a los diversos factores como la porosidad y defectos. El mecanismo que mayor relevancia tiene en la presente investigación es Hall – Petch.
- El Análisis fractográfico por MEB mostraron que los sistemas fracturan a 60° respecto a la carga, además la deformación generada reveló la presencia de fractura por clivaje en los sistemas Mg, Mg + 15% EM y Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub>, en los sistemas Mg + 5% SiO<sub>2</sub>, Mg + EM + 2.5% SiO<sub>2</sub> y Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub> fractura por cizallamiento.
- Todos los sistemas mostraron una ganancia de peso en evaluación a la degradación, para Mg del 2%, Mg + 15% EM del 4%, para los sistemas Mg + 2.5% SiO<sub>2</sub> y Mg + 5% SiO<sub>2</sub> un 6 y 22%, así como para los sistemas híbridos Mg + EM + 2.5%SiO<sub>2</sub> y Mg + EM + 5% SiO<sub>2</sub> obtuvieron un incremento del 3% y 6%, respectivamente.

- El análisis por DRX de los compuestos en degradación, se identificó la formación de  $Mg(OH)_2$  como producto de la interacción del Mg con el ambiente salino de cloruro de sodio.
- La resistencia máxima de los sistemas en degradación fue de 177 MPa para Mg, en el sistema Mg + 15%EM 150 MPa, En los sistemas con 2.5% y 5%  $SiO_2$  se obtuvo 141 MPa y 29 MPa, esta disminución se debe al debilitamiento hidrolítico que genera la  $SiO_2$  amorfa con  $H_2O$ . En los sistemas híbridos Mg + EM + 2.5%  $SiO_2$  fue de 269 MPa y Mg + EM + 5%  $SiO_2$  de 221 MPa, presentando un aumento del 51% y 25% lo que resulta significativo en dicha evaluación.

## VI. REFERENCIAS.

- [1] G. E. Mazón Ortiz, “Caracterización mecánica del material compuesto de matriz poliéster con fibra de coco para la determinación de propiedades mecánicas en aplicaciones industriales”, 2017.
- [2] C. Edil da Costa, “Materiales compuestos de matriz metálica. I parte. Tipos, propiedades, aplicaciones”, *Rev. Metal.*, vol. 36, no. 3, pp. 179–192, 2000.
- [3] V. Kumar, “Magnesium matrix composites: State of the art and what’s the future”, *J. Alloys Compd.*, vol. 410, no. 1–2, pp. 275–278, 2020.
- [4] C. Edil da Costa, “Materiales compuestos de matriz metálica. II parte. Métodos de procesamiento y consolidación de MMCs reforzados con partículas”, *Rev. Metal.*, vol. 36, no. 3, pp. 193–197, 2000.
- [5] E. M. Ruiz-Navas, “Aleación mecánica: Método de obtención de polvos metálicos y de materiales compuestos”, *Rev. Metal.*, vol. 36, no. 4, pp. 279–286, 2000.
- [6] C. Suryanarayana, “The science and technology of mechanical alloying”, *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 304–306, no. 1–2, pp. 151–158, 2001.
- [7] B. O. Villarreal Fuentes, “Caracterización microestructural y mecánica de compuestos de matriz de magnesio reforzados con partículas de  $\text{CaSiO}_3$ ”, 2019.
- [8] S. Kamrani, “Microstructural characterization of Mg-SiC nanocomposite synthesized by high energy ball milling”, *Adv. Powder Technol.*, vol. 29, no. 7, pp. 1742–1748, 2018.
- [9] J. B. Fogagnolo, “The effects of mechanical alloying on the compressibility of aluminium matrix composite powder”, *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 355, no. 1–2, pp. 50–55, 2003.
- [10] S. Kamrani, “Enhanced strength and ductility in magnesium matrix composites reinforced by a high volume fraction of nano- and submicron-sized SiC particles produced by mechanical milling and hot extrusion”, *Materials (Basel)*, vol. 12, no. 20, pp. 1–11, 2019.

- [11] M. E. Alam, "Development of new magnesium based alloys and their nanocomposites", *J. Alloys Compd.*, vol. 509, no. 34, pp. 8522–8529, 2011.
- [12] E. Rocha Rangel, "Introducción a los materiales cerámicos", 2005.
- [13] A. Wagih, "Experimental investigation on the compressibility of Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposites", *Int. J. Mater. Prod. Technol.*, vol. 52, no. 3–4, pp. 312–332, 2016.
- [14] L. F. Berrio, "Development of the magnesium alloy industry in Colombia - an opportunity", *DYNA*, vol. 84, no. 203, pp. 55–64, 2017.
- [15] S. Jayasathyakawin, "Mechanical properties and applications of Magnesium alloy – Review", *Mater. Today Proc.*, vol. 27, pp. 909–913, 2020.
- [16] G. Leon, "Desarrollo de aleaciones de magnesio para aplicaciones aeronáuticas y automotrices", 2013.
- [17] A. Valencia Giraldo, "Magnesio reforzado con nanopartículas: Un material promisorio", *Rev. Colomb. Mater.*, vol. 1, no. 12, p. 31, 2018.
- [18] M. K. Kulekci, "Magnesium and its alloys applications in automotive industry", *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 39, no. 9–10, pp. 851–865, 2008.
- [19] V. D. Bravo Morocho, "Obtención de las propiedades mecánicas de un cabezote, biela y pistón de motor mono-cilindrico de dos tiempos 100cc , aplicando ingeniería inversa", *Concienc. Digit.*, vol. 3, pp. 510–527, 2020.
- [20] E. Silerio Benavidez, "Diseño de un dispositivo experimental de maquinado para aleaciones de aluminio silicio", 2012.
- [21] R. Tamrakar, "Finite Element Analysis of Pistons Made of Steel and Al-4032", *J. Mater. Metall. Eng.*, vol. 3, no. 2, pp. 8–12, 2013.
- [22] L. D. Ospina, "Ensamble de un banco de pruebas de fricción a un motor de combustión interna mono-cilindrico", 2015.
- [23] G. Venkatachalam, "Experimental investigations on the failure of diesel engine piston", *Mater. Today Proc.*, vol. 16, pp. 1196–1203, 2019.
- [24] E. Sanchez Camargo, "Calculo y diseño de un pistón de aluminio", 2010.
- [25] X. A. Guarderas Saldaña, "Diseño y fabricación de pistones a sobre medida (+0.010 y + 0.020) para motores honda GX120 y GX160 en torno CNC y centro de mecanizado CNC", 2013.



- [26] V. Aguirre Montoya, "Contribución al estudio experimental de la fricción piston-camisa en un motor de combustión interna", 2008.
- [27] E. F. Aldape, "Análisis termoestructural de un pistón de motor de combustión interna con recubrimiento térmico", vol. 12, no. 2, pp. 209–215, 2020.
- [28] A. Dey, "Magnesium metal matrix composites-a review", *Rev. Adv. Mater. Sci.*, vol. 42, no. 1, pp. 58–67, 2015.
- [29] K. B. Nie, "Magnesium matrix composite reinforced by nanoparticles – A review", *J. Magnes. Alloy*, vol. 9, no. 1, pp. 57–77, 2021.
- [30] C. S. Goh, "Characterization of high performance Mg/MgO nanocomposites", *J. Compos. Mater.*, vol. 41, no. 19, pp. 2325–2335, 2007.
- [31] M. Gupta, "Magnesium-based nanocomposites: Lightweight materials of the future", *Mater. Charact.*, vol. 105, pp. 30–46, 2015.
- [32] S. F. Hassan, "Development of high performance magnesium nanocomposites using nano- $\text{Al}_2\text{O}_3$  as reinforcement", *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 392, no. 1–2, pp. 163–168, 2005.
- [33] H. Dieringa, "Magnesium matrix composites: State-of the-art and what's the future", *Adv. Mater. Res.*, vol. 410, pp. 275–278, 2012.
- [34] M. T. Garcia, "Materiales híbridos orgánicos-inorgánicos basados en disilanos como unidades estructurales", 2012.
- [35] J. Gu, "Mechanical properties and damping capacity of  $(\text{SiCp} + \text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{f})/\text{Mg}$  hybrid metal matrix composite", *J. Alloys Compd.*, vol. 385, no. 1–2, pp. 104–108, 2004.
- [36] D. William, "Introducción a la ciencia e Ingeniería de los materiales", Reverté, p. 804, 1995.
- [37] Donald R. Askeland, "Ciencia e ingeniería de los materiales", 2005.
- [38] N. Z. P. Shabalala, "Effect of slurry rheology on gas dispersion in a pilot-scale mechanical flotation cell", *Miner. Eng.*, vol. 24, no. 13, pp. 1448–1453, 2011.
- [39] C. E. Nelson, "Gold Deposits in the Hot Spring Environment", *Bulk Mineable Precious Met. Depos. West. United States*, no. 417, pp. 417–431, 1987.

- [40] X. Chen, "The effect of amorphous silica on pulp rheology and copper flotation", *Miner. Eng.*, vol. 113, no. April, pp. 41–46, 2017.
- [41] P. Patra, "Impact of pulp rheological behavior on selective separation of Ni minerals from fibrous serpentine ores", *Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp.*, vol. 411, pp. 24–26, 2012.
- [42] H. Yang, "Rheological responses of fumed silica suspensions under steady and oscillatory shear", *Sci. China, Ser. E Technol. Sci.*, vol. 52, no. 4, pp. 910–915, 2009.
- [43] L. T. Zhuravlev, "The surface chemistry of amorphous silica. Zhuravlev model", *Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp.*, vol. 173, no. 1–3, pp. 1–38, 2000.
- [44] J. Umeda, "Powder metallurgy magnesium composite with magnesium silicide in using rice husk silica particles", *Powder Technol.*, vol. 189, no. 3, pp. 399–403, 2009.
- [45] I. Gutman, "Kinetics and mechanism of periodic structure formation at SiO<sub>2</sub>/Mg interface", *Acta Mater.*, vol. 54, no. 18, pp. 4677–4684, 2006.
- [46] M. Aydin, "Microstructure and hardness of Mg-based composites reinforced with Mg<sub>2</sub>Si particles", *Rare Met.*, vol. 28, no. 4, pp. 396–400, 2009.
- [47] A. Asgari, "Magnesium alloy-silicon carbide composite fabrication using chips waste", *J. Clean. Prod.*, vol. 232, pp. 1187–1194, 2019.
- [48] D. F. Hincapie, "Obtención y caracterización de nanopartículas de sílice a partir de la cascarilla de arroz para estudiar el efecto de su inclusión en las propiedades de las placas de fibrocemento", 2017.
- [49] A. Ureña, "Protection study of aluminium matrix composites reinforced with SiC particulates coated with sol-gel active barriers", *Bol. la Soc. Esp. Ceram. y Vidr.*, vol. 43, no. 2, pp. 397–400, 2004.
- [50] A. Ibañez, "La wollastonita: propiedades, síntesis y aplicaciones cerámicas", *Screen*, vol. 6, pp. 349–361, 1993.
- [51] M. E. Aparicio Ceja, "Utilidad de la difracción de rayos X en las nanociencias," *Mundo nano*, vol. 3, no. 2, pp. 62–72, 2010.

- [52] J. A. Lorenzana Gonzales, "Estudio de la evolución de la descomposición termica de magnesita (carbonato de magnesio) de dos diferentes grados de pureza, mediante análisis termogravimetrico y de densidad ASTM C 188-95 a nivel laboratorio", 2017.
- [53] A. V. Karina, "Aplicación del análisis térmico a la caracterización de materias textiles", Instituto Politecnico Nacional, 2005.
- [54] M. Faraldos, "Tecnicas de análisis y caracterización de materiales", 2011.
- [55] ASTM E384, "Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials ASTM E384", ASTM Stand, vol. 14, pp. 1–24, 2002.
- [56] G. E. Dieter, Metalurgia Mecánica. 1967.
- [57] G. Require, "ASTM e18 – 16 standard test methods for rockwell hardness of metallic materials", Am. Soc. Test. Mater., pp. 1–38, 2016.
- [58] A. International, "Standard test methods of compression testing of metallic materials at room temperature E9", no. Reapproved, 2000.
- [59] G. Hamburg, "Manuales Experimentales WP 300".
- [60] D. Elizondo Lozano, "Aspectos físicos y factores que determinan la calidad superficial en el maquinado de compósitos de matriz polimérica reforzados con fibras", tesis, 2014.
- [61] N. Aboudzadeh, "Synthesis, microstructure and mechanical properties of Mg. 5Zn. 0.3Ca/nHa nanocomposites", Iran. J. Mater. Sci. Eng., vol. 14, no. 4, pp. 58–68, 2017.
- [62] J. Kumar, "Comparative study on the mechanical, tribological, morphological and structural properties of vortex casting processed, Al-SiC-Cr hybrid metal matrix composites for high strength wear-resistant applications: Fabrication and characterizations", J. Mater. Res. Technol., vol. 9, no. 6, pp. 13607–13615, 2020.
- [63] H. Batmani, "Effects of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticle on the compression flow curve of AZ11 magnesium alloy", Int. J. Adv. Appl. Sci., vol. 2, no. 11, pp. 32–37, 2015.

- [64] S. Wang, "Investigation of Mg–Zn–Y–Nd alloy for potential application of biodegradable esophageal stent material", *Bioact. Mater.*, vol. 5, no. 1, pp. 1–8, 2020.
- [65] ASTM, "Standard practice for exposure of metals and alloys by alternate immersion in neutral 3.5 % sodium chloride solution", *Corrosion*, vol. 11, pp. 5–8, 2000.
- [66] Avner, "Introducción a la metalurgia física", 1988.
- [67] I. ASM HANDBOOK, "Fractography", vol. 12. 1987.
- [68] J. L. Mccall, "Metallography in Failure Analysis", 1978.
- [69] G. K. Meenashisundaram, "Development of high performance Mg-TiO<sub>2</sub> nanocomposites targeting for biomedical/structural applications", *Mater. Des.*, vol. 65, pp. 104–114, 2015.
- [70] N. M. Grinberg, "Stage II fatigue crack growth", *Int. J. Fatigue*, vol. 6, no. 4, pp. 229–242, 1984.
- [71] E. Merson, "Fractographic features of technically pure magnesium, AZ31 and ZK60 alloys subjected to stress corrosion cracking", *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 772, p. 138744, 2020.
- [72] S. Sankaranarayanan, "Effect of ball milling the hybrid reinforcements on the microstructure and mechanical properties of Mg-(Ti + n-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) composites", *J. Alloys Compd*, vol. 509, no. 26, pp. 7229–7237, 2011.
- [73] J. Shen, "Effect of ceramic nanoparticle reinforcements the quasistatic and dynamic mechanical properties of magnesium-based metal matrix composites", *J. Mater. Res.*, vol. 28, no. 13, pp. 1835–1852, 2013.
- [74] W. L. E. Wong , "Development of hybrid Mg/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites with improved properties using microwave assisted rapid sintering route", *J. Mater. Sci.*, vol. 40, no. 13, pp. 3395–3402, 2005.
- [75] U. M. Chaudry, "On the ductility of magnesium based materials: A mini review", *J. Alloys Compd.*, vol. 792, pp. 652–664, 2019.
- [76] J. Song, "Latest research advances on magnesium and magnesium alloys worldwide", *J. Magnes. Alloy.*, vol. 8, no. 1, pp. 1–41, 2020.

- [77] A. Rodriguez, "Propiedades mecánicas del magnesio puro y la aleación AZ31", 2019.
- [78] S. R. Agnew, "Plastic anisotropy and the role of non-basal slip in magnesium alloy AZ31B", *Int. J. Plast.*, vol. 21, no. 6, pp. 1161–1193, 2005.
- [79] P. Poza, "Mecanismos de deformación y rotura de materiales compuestos de matriz metálica", 1996.
- [80] M. Marc, "Mechanical behavior of materials", vol. 2, no. 1. 2009.
- [81] Z. Zhang, "Contribution of Orowan strengthening effect in particulate-reinforced metal matrix nanocomposites", *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 483–484, no. 1-2 C, pp. 148–152, 2008.
- [82] Z. Zhang, "Consideration of Orowan strengthening effect in particulate-reinforced metal matrix nanocomposites: A model for predicting their yield strength", *Scr. Mater.*, vol. 54, no. 7, pp. 1321–1326, 2006.
- [83] B. Q. Han, "Microstructure and mechanical properties of magnesium containing high volume fractions of yttria dispersoids", *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 277, no. 1–2, pp. 297–304, 2000.
- [84] R. Raj, "Effect of particle size and volume fraction on the strengthening mechanisms of boron carbide reinforced aluminum metal matrix composites", *Proc. Inst. Mech. Eng. Part C J. Mech. Eng. Sci.*, vol. 233, no. 4, pp. 1345–1356, 2019.
- [85] J. F. Lara Sanchez, "Estudio del reforzamiento de aleaciones de aluminio, con espumas cerámicas de escoria del horno de cubilote", 2016.
- [86] J. F. Lara-Sánchez, "Development of ceramic foams using cast iron slag as a raw material", *Adv. Ceram. Sci. Eng.*, vol. 5, no. 0, p. 11, 2016.
- [87] ASTM E112, "Standard test methods for determining average grain size e112-10", *Astm E112-10*, vol. 96, no. 2004, pp. 1–27, 2010.
- [88] M. Salavati-Niasari, "Ball Milling Synthesis of Silica Nanoparticle from Rice Husk Ash for Drug Delivery Application", *Comb. Chem. High Throughput Screen.*, vol. 16, no. 6, pp. 458–462, 2013.

- [89] D. Bhat Panemangalore, "Biocompatible silica-based magnesium composites", *J. Alloys Compd.*, vol. 772, pp. 49–57, 2019.
- [90] M. Rashad, "Improved mechanical properties of magnesium-graphene composites with copper-graphene hybrids", *Mater. Sci. Technol. (United Kingdom)*, vol. 31, no. 12, pp. 1452–1461, 2015.
- [91] Z. Razavi Hesabi, "An investigation on the compressibility of aluminum/nano-alumina composite powder prepared by blending and mechanical milling", *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 454–455, pp. 89–98, 2007.
- [92] K. Asano, "Development of short alumina fibre and in situ  $Mg_2Si$  particle reinforced magnesium alloy hybrid composite with high temperature strength", *Int. J. Cast Met. Res.*, vol. 21, no. 1–4, pp. 239–245, 2008.
- [93] A. U. Lopera, "Diseño del sistema de un bloque motor 2 tiempos para modelismo de combustión interna", 2008.
- [94] A. Flores, "Estudio del mecanismo de reacción durante la refinación de magnesio de aleaciones de aluminio líquidas usando partículas de  $SiO_2$ ", *Rev. Metal.*, vol. 44, no. 2, pp. 138–150, 2008.
- [95] X. Niu and L. Lu, "Formation of magnesium silicide by mechanical alloying", *Adv. Perform. Mater.*, vol. 4, no. 3, pp. 275–283, 1997.
- [96] M. J. Frederick, "Sequence of Mg segregation, grain growth, and interfacial  $MgO$  formation in Cu-Mg alloy films on  $SiO_2$  during vacuum annealing", *J. Appl. Phys.*, vol. 93, no. 10, pp. 5966–5972, 2003.
- [97] K. Kondoh, "New process to fabricate magnesium composites using  $SiO_2$  glass scraps", *Mater. Trans.*, vol. 44, no. 12, pp. 2468–2474, 2003.
- [98] M. Khodaei, "The effect of the nano- bioglass reinforcement on magnesium based composite", *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 100, no. August, p. 103396, 2019..
- [99] A. Olszówka-Myalska, "Microstructure of in situ mg metal matrix composites based on silica nanoparticles", *Solid State Phenom.*, vol. 191, pp. 189–198, 2012.

- [100] T. Rzychoń, "Microstructure of WE43 magnesium matrix composite reinforced with ceramic particles", *Solid State Phenom.*, vol. 211, pp. 101–108, 2014.
- [101] I. Feijó et al., "Evaluación del tamaño de cristalito y la micro-deformación durante el proceso de molienda mecánica del material compuesto AA6005A+ 10 % nano-TiC", *Mater. Compuestos*, vol. 2, no. 1, pp. 117–121, 2017.
- [102] C. Aguilar, "Análisis del tamaño de cristalita en aleaciones Cu-Mo procesadas por aleado mecánico", vol. 23, pp. 1–8, 2009.
- [103] H. Ferkel, "properties of copper reinforced by laser-generated  $\text{Al}_2\text{O}_3$  - nanoparticles", vol. 11, no. 5, pp. 595–602, 1999.
- [104] H. Ferkel, "Magnesium strengthened by SiC nanoparticles", *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 298, no. 1–2, pp. 193–199, 2001.
- [105] M. K. Habibi, "Development of hierarchical magnesium composites using hybrid microwave sintering", *J. Microw. Power Electromagn. Energy*, vol. 45, no. 3, pp. 112–120, 2011.
- [106] Q. B. Nguyen, "Enhancing hardness, CTE and compressive response of powder metallurgy magnesium reinforced with metastable  $\text{Al}_9\text{OY}_{10}$  powder particles", *Powder Metal*, vol. 59, no. 3, pp. 209–215, 2016.
- [107] W. L. E. Wong, "Improving overall mechanical performance of magnesium using nano-alumina reinforcement and energy efficient microwave assisted processing route", *Adv. Eng. Mater.*, vol. 9, no. 10, pp. 902–909, 2007.
- [108] K. S. Tun, "Enhancing tensile and compressive strengths of magnesium using nanosize ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  + Cu) hybrid reinforcements", *J. Compos. Mater.*, vol. 46, no. 15, pp. 1879–1887, 2012.
- [109] R. Reed Hill, "Physical metallurgy principles", vol. 4, 2015.
- [110] P. C. Elumalai, "Synthesis and characterisation of magnesium matrix composite reinforced with titanium dioxide nanoparticulates", *Mater. Res. Express*, vol. 7, no. 1, 2020.
- [111] K. S. Tun, "Effect of heating rate during hybrid microwave sintering on the tensile properties of magnesium and  $\text{Mg/Y}_2\text{O}_3$  nanocomposite", *J. Alloys Compd.*, vol. 466, no. 1–2, pp. 140–145, 2008.

- [112] K. Zygula, "Mechanical properties and microstructure of AlSi<sub>10</sub>Mg alloy obtained by casting and SLM technique", vol. 104, no. July, pp. 462–472, 2018.
- [113] J. A. Aragón, "Formación de la aleación Zn-21.6% Al-2.0%Cu por pulvimetalurgia: Efecto del lubricante en las briquetas", inf. tecnológica, vol. 19, no. 6, pp. 3–8, 2008.
- [114] P. Cavaliere, "Isothermal forging of metal matrix composites: Recrystallization behaviour by means of deformation efficiency", *Compos. Sci. Technol.*, vol. 66, no. 2, pp. 357–362, 2006.
- [115] S. F. Hassan, "Enhancing physical and mechanical properties of Mg using nanosized Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particulates as reinforcement", *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 36, no. 8, pp. 2253–2258, 2005.
- [116] T. Mukai, "Ductility enhancement in AZ31 magnesium alloy by controlling its grain structure", *Scr. Mater.*, vol. 45, no. 1, pp. 89–94, 2001.
- [117] Q. B. Nguyen, "Enhancing compressive response of AZ31B magnesium alloy using alumina nanoparticulates", *Compos. Sci. Technol.*, vol. 68, no. 10–11, pp. 2185–2192, 2008.
- [118] X. Zhang, "Tensile behaviour and microstructure of magnesium AM60-based hybrid composite containing Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> fibres and particles", *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 607, pp. 269–276, 2014.
- [119] Ž. Gnjidić, "The influence of SiC particles on the compressive properties of metal matrix composites", *Mater. Charact.*, vol. 47, no. 2, pp. 129–138, 2001.
- [120] K. B. Nie, "Microstructure and tensile properties of micro-SiC particles reinforced magnesium matrix composites produced by semisolid stirring assisted ultrasonic vibration", *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 528, no. 29–30, pp. 8709–8714, 2011.
- [121] C. S. Goh, "Development of novel carbon nanotube reinforced magnesium nanocomposites using the powder metallurgy technique", *Nanotechnology*, vol. 17, no. 1, pp. 7–12, 2006.



- [122] S. F. Hassan, "Effect of different types of nano-size oxide participates on microstructural and mechanical properties of elemental Mg", *J. Mater. Sci.*, vol. 41, no. 8, pp. 2229–2236, 2006.
- [123] G. Barona López, "Materiales compuestos de matriz aleación de aluminio-silicio como alternativa en la fabricación de motores de combustión interna para la reducción de combustible", *Cienc. Digit.*, vol. 3, no. 3.2, pp. 302–313, 2019.
- [124] V. G. Cioată, "Mechanical and thermal analysis of the internal combustion engine piston using Ansys", *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 163, no. 1, 2017.
- [125] A. M. Redsten, "Mechanical properties and microstructure of cast oxide-dispersion-strengthened aluminum", *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 201, no. 1–2, pp. 88–102, 1995.
- [126] G. K. Meenashisundaram, "Effects of primary processing techniques and significance of hall-petch strengthening on the mechanical response of magnesium matrix composites containing TiO<sub>2</sub> nanoparticulates", *Nanomaterials*, vol. 5, no. 3, pp. 1256–1283, 2015.
- [127] N. Chawla, "The effect of matrix microstructure on the tensile and fatigue behavior of sic particle-reinforced 2080 ai matrix composites", *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 31, no. 2, pp. 531–540, 2000.
- [128] L. Wei, "Effect of SiC particles on fatigue crack growth behavior of spray-formed SiC particulate-reinforced Al-Si alloy composites", *13th Int. Conf. Fract. 2013, ICF 2013*, vol. 7, pp. 5374–5383, 2013.
- [129] D. Witkin, "Al-Mg alloy engineered with bimodal grain size for high strength and increased ductility", *Scr. Mater.*, vol. 49, no. 4, pp. 297–302, 2003.
- [130] A. Sanaty-Zadeh, "Comparison between current models for the strength of particulate-reinforced metal matrix nanocomposites with emphasis on consideration of Hall-Petch effect", *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 531, pp. 112–118, 2012.

- [131] D. J. Towle, "Comparison of compressive and tensile properties of magnesium based metal matrix composites", *Mater. Sci. Technol.* (United Kingdom), vol. 9, no. 1, pp. 35–41, 1993.
- [132] M. Meixner, "Measurement of the evolution of internal strain and load partitioning in magnesium hybrid composites under compression load using in-situ synchrotron X-ray diffraction analysis", *Compos. Sci. Technol.*, vol. 71, no. 2, pp. 167–176, 2011.
- [133] P. . Partridge, "The crystallography and deformation modes of hexagonal close-packed metals", *Met. Rev.*, vol. 118, pp. 169–194.
- [134] S. F. Hassan, "Mg-ZrO<sub>2</sub> nanocomposite: Relative effect of reinforcement incorporation technique", *Arch. Metall. Mater.*, vol. 61, no. 3, pp. 1175–1182, 2016.
- [135] P. P. Seth, "Mechanical and electrochemical behavior of Mg-Al-Si alloys fabricated with formation of fine Mg<sub>2</sub>Si phase", *Proc. Inst. Mech. Eng. Part C J. Mech. Eng. Sci.*, vol. 235, no. 19, pp. 4129–4142, 2021.
- [136] G. Parande , "Utilizing low-cost eggshell particles to enhance the mechanical response of mg–2.5zn magnesium alloy matrix", *Adv. Eng. Mater.*, vol. 20, no. 5, pp. 1–9, 2018.
- [137] S. Jayalakshmi , "Effect of Ag and Cu trace additions on the microstructural evolution and mechanical properties of Mg-5Sn alloy", *J. Alloys Compd.*, vol. 565, pp. 56–65, 2013.
- [138] W. D. Mueller, "Critical discussion of the results from different corrosion studies of Mg and Mg alloys for biomaterial applications", *Acta Biomater.*, vol. 6, no. 5, pp. 1749–1755, 2010.
- [139] S. Kamrani "Biodegradable magnesium alloys as temporary orthopaedic implants: a review", *BioMetals*, vol. 32, no. 2, pp. 185–193, 2019.
- [140] M. P. Staiger, "Magnesium and its alloys as orthopedic biomaterials: A review", *Biomaterials*, vol. 27, no. 9, pp. 1728–1734, 2006.
- [141] T. Lei, "On the corrosion behaviour of newly developed biodegradable Mg-based metal matrix composites produced by in situ reaction," *Corros. Sci.*, vol. 54, no. 1, pp. 270–277, 2012.

- [142] G. Ben-Hamu, "The role of  $Mg_2Si$  on the corrosion behavior of wrought Mg-Zn-Mn alloy", *Intermetallics*, vol. 16, no. 7, pp. 860–867, 2008.
- [143] R. Escalera-Lozano, "The Role of  $Mg_2Si$  in the Corrosion Behavior of Al-Si-Mg Alloys for Pressureless Infiltration", *Open Corros. J.*, vol. 3, no. 1, pp. 73–79, 2010.
- [144] L. M. Ahumada, "Uso del  $SiO_2$  obtenido de la cascarilla de arroz en la síntesis de silicatos de calcio", *Rev. Académica Colomb. Ciencias*, vol. 30, no. 117, pp. 581–594, 2006.
- [145] A. V. Plyasunov, "Thermodynamics of  $Si(OH)_4$  in the vapor phase of water: Henry's and vapor-liquid distribution constants, fugacity and cross virial coefficients", *Geochim. Cosmochim. Acta*, vol. 77, pp. 215–231, 2012.

## VII. ANEXOS

1. Artículo en la memoria del 40.5 congreso Internacional de Metalurgia y Materiales con el artículo titulado “*COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE COMPUESTOS DE MAGNESIO REFORZADOS CON  $\text{CaSiO}_3$  y nano- $\text{SiO}_2$  PROCESADOS POR METALURGIA DE POLVOS*”



2. Participación en la 1º feria del posgrado.



## **ANEXOS**

### **Nota Importante**

La página actual ha sido eliminada intencionalmente debido a que presentaba facsímil de contenido derivado de artículos de investigación publicados en revistas cuyos derechos de uso no pertenecen a esta institución ni al autor de esta tesis.

Esta eliminación se realiza para cumplir con las normativas de derechos de autor de las revistas en cuestión y asegurar que la tesis pueda ser publicada en un repositorio público sin infringir ninguna restricción de uso.

La integridad y el valor académico de la presente tesis no se ven afectados por esta eliminación, ya que los elementos suprimidos corresponden únicamente a los artículos mencionados y no al trabajo de investigación original del estudiante.

Para acceder al contenido del artículo suprimido en esta página, se exhorta al lector buscarlo en el repositorio oficial de dicho artículo mediante esta información:

### **Bibliografía del artículo eliminado**

Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales 40.5

Marzo 2021

Saltillo, Coahuila

N.N. Lara Ramírez, M. Rodríguez Reyes, B.O Villarreal Fuentes, D. Vázquez Obregón, J.E Pérez Terrazas, J.A. Díaz Guillén, L.A. García Cerda, H.F. López

<sup>1</sup> Tecnológico Nacional de México/ Instituto Tecnológico de Saltillo, V. Carranza, #2400, Col. Tecnológico, C.P. 25280, Saltillo, Coahuila, México (844) 288 94 60

<sup>2</sup> Centro de Investigación en Química Aplicada, Blvd. Enrique Reyna Herмосillo #140, Col. San José de los Cerritos, Saltillo, Coahuila, México, C.P. 25294, (844) 4389830 ext. 1111

<sup>3</sup> Materials Science and Engineering Department, University of Wisconsin – Milwaukee, Wisconsin 53211, USA