

## SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE LOS ALEADOS Mg<sub>20</sub>Ti Y Mg<sub>40</sub>Ti PREPARADOS POR ALEACIÓN MECÁNICA



V. González<sup>1\*</sup>, N. Luiggi<sup>2</sup>

1: M.Sc. en Ciencia de los Materiales, IIBCA-UDO. Universidad de Oriente. Cumaná. Venezuela.

2: Ph.D. en Metalurgia, Grupo de Física de Metales. Dpto. de Física. UDO. Cumaná. Venezuela.

\* [veronica\\_malave@hotmail.com](mailto:veronica_malave@hotmail.com)

PALABRAS CLAVE	RESUMEN
Aleaciones de Mg-Ti Aleación Mecánica MEB DSC	Aleados de Mg conteniendo 20 y 40% en masa de Ti (Mg <sub>20</sub> Ti) (Mg <sub>40</sub> Ti), han sido sintetizados por aleación mecánica y caracterizados mediante Difracción de Rayos-X (DRX) y Microscopia Electrónica de Barrido (MEB con EDS). Los estudios de DRX sugieren la incorporación de Ti en la fase Mg, y luego de 40 horas de molienda se aprecia la aparición de dos picos de difracción identificadas como óxidos de Mg-Ti. El oxígeno se incorpora al proceso de síntesis debido a las continuas fracturas y soldaduras que ocurren durante la molienda, y hace posible también la formación de la solución sólida de Ti, TiMg. A medida que el tiempo de molienda se incrementa, la talla de cristalitas (D y D <sub>s</sub> ) muestra un decrecimiento hasta valores cercanos a 5 nm, corroborándose este comportamiento mediante MEB, donde la disminución de talla de partículas alcanza aproximadamente 20 nm. La morfología del aleado va variando, hasta observarse de forma globular o conglomerados de partículas. El análisis EDS confirmó además de Ti y Mg, la presencia de otros elementos.

## SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF Mg and Ti ALLOYS PREPARED BY MECHANICAL ALLOYING

KEYWORDS	ABSTRACT
Mg-Ti Alloys Mechanical Alloying SEM DSC	Mg alloys containing 20 and 40 wt. % of Ti (Mg <sub>20</sub> Ti and Mg <sub>40</sub> Ti), have been synthesized by mechanical alloying and characterized by both X-ray diffraction (XRD) and Scanning Electron Microscopy (SEM with EDS). The XRD studies suggest the incorporation of Ti in the Mg phase, and after 40 hours of grinding, the appearance of two diffraction peaks identified as Mg-Ti oxides can be seen. Oxygen is incorporated into the synthesis process due to the continuous fractures and welds that occur during milling, which also makes possible to form a solid solution of Ti, TiMg. As the milling time increases, the size of crystallites (D and D <sub>s</sub> ) shows a decrease to values close to 5 nm, being this behavior corroborated by SEM, where the decrease in particle size reaches approximately 20 nm. The morphology of the alloy varies, until it is observed in a globular shape or conglomerates of particles. In addition to Ti and Mg, the presence of other elements were confirmed by EDS.

## 1. INTRODUCCIÓN

La abundancia del Mg y sus características químicas particulares hacen de este metal una fuente inagotable de estudios. Su aleación con otros metales refuerza sus características biodegradables, mejorando además su comportamiento mecánico, su plasticidad, su rigidez y su resistencia a la corrosión; haciendo que estas aleaciones sean frecuentemente utilizadas en las industrias médica, de transporte y aeroespacial [1].

La incorporación de aleantes al Mg y a sus aleaciones, que mantengan su funcionalidad por unidad de peso [2], encuentran en el Ti una gran elección, por su compatibilidad estructural y mejoras en la resistencia y dureza de la matriz, manteniendo en la aleación formada muchas de las ventajas que el Ti posee [3-4], además de formar una capa de autoprotección a la corrosión propiciada por su bajo potencial galvánico [5].

Debido a la baja solubilidad del Ti en Mg líquido y las grandes diferencias en el punto de fusión entre ellos, es difícil obtener aleaciones de Mg-Ti de alta calidad, sin embargo esta dificultad puede ser aliviada mediante el uso de métodos de síntesis adecuados que permitan mantener el proceso de aleación lejos del equilibrio, tales como Aleación Mecánica (AM). Esta técnica puede extender la solubilidad tanto del Mg como del Ti, dando lugar a estructuras metaestables, nanométricas, o amorfas, imposibles de obtener por procesos metalúrgicos convencionales [6]. En el proceso de aleación mecánica se producen colisiones entre el polvo y el medio de molienda, generándose una gran cantidad de energía que se transforma en deformación plástica, fractura y soldadura en frío de las partículas, obteniéndose disminución del tamaño de cristalitas y refinamiento estructural. Debido a este refinamiento se produce una

deformación localizada que genera un incremento en la densidad de dislocaciones, con aniquilación y recombinación de las mismas que conducen a la formación de bordes de ángulo pequeño y el desarrollo de nuevos granos con ordenamiento aleatorio entre los granos vecinos [7].

González y Luiggi [8] sintetizaron mediante el proceso de aleación mecánica, aleaciones de Ti: Ti10Mg, Ti20Mg, mostrando la formación de una solución sólida TiMg, una transición estructural de hcp a fcc, así como la variación en la forma y decrecimiento del tamaño de las partículas respecto a la inicial. Mediante Análisis Calorimétrico Diferencial (DSC) identificaron transformaciones exotérmicas de carácter difusivo en torno a 400 °C y energía de activación de 200 kJ/mol.

Çakmak *et al.* [9], realizaron la síntesis de la aleación Mg10Ti, para el almacenamiento de hidrógeno mediante dos rutas: AM y síntesis de plasma por radiofrecuencia (RF), obteniendo estructuras compuestas de aglomerados grandes de Mg con partículas de Ti embebidas uniformemente. Y polvos de Mg extremadamente finos con partículas de Ti separadas del nanopolvo de Mg.

Rousselot *et al.* [10] sintetizaron aleaciones Mg-Ti-H mediante molienda de alta energía. El análisis de DRX con refinamiento Rietveld, reveló que luego de 60 h de molienda se obtuvieron dos fases fcc, en diferentes proporciones dependiendo de la composición inicial de la mezcla. Las aleaciones Mg-Ti-H mostraron una capacidad de descarga de hidrógeno mayor durante el primer ciclo y decreció con la cantidad de ciclos.

Asano *et al.* [11-12] sugieren una fuerte influencia de las condiciones de molienda sobre la estructura de la aleación sintetizada, obteniendo aleaciones de Mg-Ti, con estructuras hcp, bcc, fcc o mezclas de ellas.



Finalmente, la síntesis de aleaciones de Mg y Ti está llamando poderosamente la atención para ser utilizadas como reservorios en estado sólido de energía limpia, ya que tanto el Mg como el Ti, en forma de hidruros, presentan una elevada capacidad de retención de hidrogeno, y si bien como hidruros independientes el proceso de deshidrogenación no es rentable, como hidruros compuestos Mg-Ti, si lo es, ya que el Ti relaja la unión Mg-H [13-14].

El objetivo de este trabajo fue sintetizar aleados de Mg con 20 y 40% en masa de Ti, mediante el proceso de aleación mecánica y posterior sinterizado. La caracterización de los polvos iniciales y su evolución producto de la molienda, se realizó mediante difracción de rayos X (DRX) y Microscopía Electrónica de Barrido (MEB con EDS).

## 2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

En un molino planetario de alta energía PULVERISETTEZ 7, fueron procesados polvos de Mg (99% en peso malla 20-235) y Ti (99,9% en peso malla -325), para la síntesis de aleados de Mg 20 y 40% en masa de Ti. Se pesaron 5 g de la mezcla de los polvos, que junto a 10 bolas de acero templado de 4 g, mantuvieron una relación bola:polvo de 8:1. No se utilizó agente de control de proceso. Todo lo anterior se llevó a un vial de acero templado, bajo una atmósfera de argón para minimizar la contaminación. La velocidad de rotación fue de 600 rpm con descansos intermedios de 15 minutos tras cada hora de molienda. Se realizó la síntesis hasta por 40 y 50 horas.

En cada etapa de la molienda se estudiaron los polvos, usando un difractómetro X-Pert PRO de PANalytical. Los difractogramas se realizaron en un rango de  $2\theta = (30^\circ - 80^\circ)$ , con radiación de Cu-K $\alpha$  ( $\lambda=1,540598 \text{ \AA}$ ). La talla de cristalitas y su deformación relativa,

fue calculada del DRX, mediante las fórmulas de Scherrer, Williamson y Hall.

En la ecuación de Scherrer, la anchura media (FWHM) de los picos de difracción recibe contribuciones sólo de la geometría de las cristalitas, obviando los efectos de la deformación relativa por microtensiones internas ( $\epsilon$ ). Williamson y Hall [15], basándose en una serie de suposiciones, integran los efectos de talla y deformación en la siguiente ecuación:

$$\beta_{hkl} \cos\theta = \frac{k\lambda}{D} + 4\epsilon \sin\theta \quad [1]$$

La ecuación de Scherrer [16] está definida por la relación:

$$D_s = \frac{k\lambda}{\beta_{hkl} \cos\theta} \quad [2]$$

donde, ( $\beta_{hkl}$ ) es el ancho de la altura media (FWHM) para los planos (h k l), ( $\theta$ ) es el ángulo de difracción,  $\lambda = 1,541874 \text{ \AA}$ , ( $\kappa$ ) es una constante dependiente de la forma (0,94 en este cálculo), D y  $D_s$  representan la talla de cristalita de Williamson, Hall y Scherrer, respectivamente y ( $\epsilon$ ) es la deformación relativa generada por los esfuerzos internos [17].  $\beta_{hkl} \cos\theta$  en la ecuación (1) muestra un comportamiento lineal con  $\sin\theta$ , lo que nos permite acceder tanto a la talla D de las cristalitas como a la deformación relativa  $\epsilon$ .

El software X Powder12, suministra directamente el tamaño promedio de las cristalitas ( $D_s$ ), mientras que D y  $\epsilon$  se evalúan mediante un ajuste lineal de la ecuación (1).

Los aleados en polvo deben ser compactados y sinterizados para que adopten la forma de piezas con la resistencia mínima que permita su manipulación e incrementen la fuerza y la resistencia de la pieza [18]. Los polvos fueron



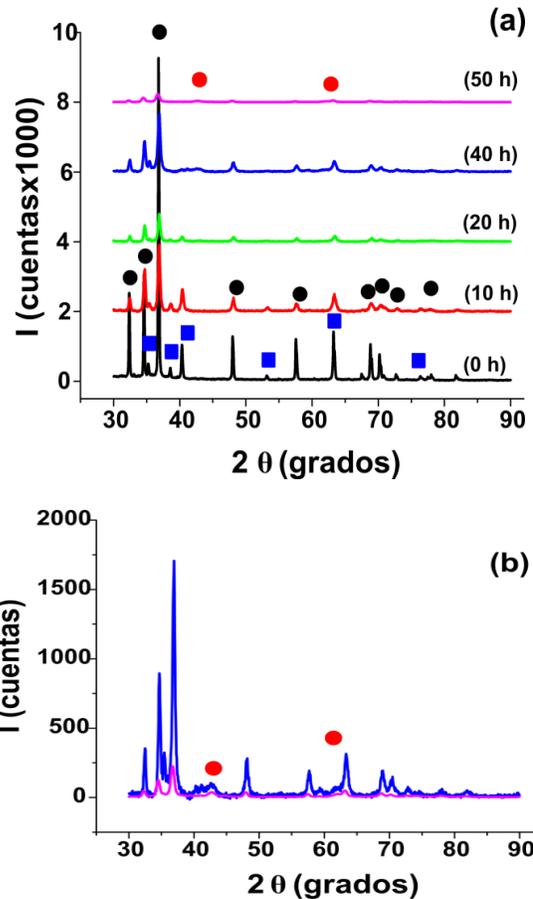
compactados uniaxialmente bajo presiones de hasta 12 (Tm) y sinterizados a 450 °C por 1 hora, bajo una atmósfera de 25 psi de nitrógeno.

La microestructura de los aleados se caracterizó mediante MEB, empleando dos microscopios SEM: 1) FEI QUANTA INCA 200, para la observación de muestras en polvo y 2) EDAX TEAM - FEI INSPECT F50, para observar los polvos en estado compactado y sinterizado.

### 3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

#### 3.1. Estudio de DRX

En la Figura 1 se muestran los difractogramas para los aleados de Mg (Mg<sub>20</sub>Ti). Las posiciones y amplitudes de las máximas intensidades medidas para cada tiempo de molienda son: (36,79°, 9952), (36,84°, 2092), (36,91°, 856), (36,94°, 1853), (36,72°, 282) para 0, 10, 20, 40 y 50 horas de molienda respectivamente. En ella se muestra la intensidad (cuentas) para cada uno de los tiempos de molienda señalados. Los difractogramas para 10, 20, 40 y 50 horas de molienda han sido desplazados en el eje de intensidad en 2, 4, 6 y 8k, para evitar la superposición de los mismos. En la Figura 1a, para los polvos iniciales (0 horas de molienda), se observan los picos de difracción correspondientes al Mg y al Ti puros. 9 picos de Mg son emparejados en el rango estudiado con el patrón: COD 969013058, de estructura hexagonal, grupo espacial P 63/m mc, y parámetros de red a=3.2036Å, c=5.2017Å, mientras que 7 picos de Ti se emparejan con: COD 969016191, de estructura hexagonal, igual grupo espacial y parámetros de red a=2.9500Å y c=4.6800Å. Trazas de óxido de Mg y de Ti se enmascaran con los picos de difracción del Mg y del Ti puro.



**Figura 1.** a) Difractogramas de los polvos aleados Mg<sub>20</sub>Ti a diferentes horas de molienda. b) Ampliación de los difractogramas a — 40 horas y — 50 horas de molienda. Fases presentes. ● Mg; ■ Ti; ● Mg-Ti.

A las 10 h de molienda ocurre un drástico decrecimiento de la intensidad en los picos de Mg, así como un engrosamiento de los mismos, lo cual refleja la maleabilidad del Mg y la tendencia a la incorporación de otros elementos extras en esos picos de difracción. El aumento del FWHM, confirma esta aseveración, y es producto de una disminución en el tamaño de cristalitas. Los picos de Ti, de menor intensidad que los de Mg, se mantienen poco afectados en esta primera etapa, esto es debido a su mayor resistencia a la deformación. Pocos picos son detectados más allá de los 75°. Se resalta la correspondencia de este resultado con el difractograma mostrado por Asano *et al.* [12].

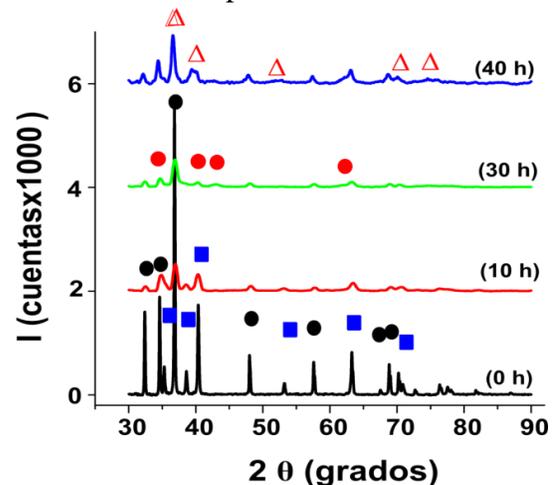
A las 20 h de molienda los efectos señalados a 10 h se acentúan, se hace evidente la desaparición de los picos de Ti inicialmente ubicados en  $35,14^\circ$ ,  $38,57^\circ$  y  $53,21^\circ$  y los de Mg más allá de los  $67^\circ$ . Para 40 h de molienda se realiza el comportamiento anterior y los picos muestran una ligera variación angular respecto al inicial. Se insinúa la presencia de una nueva reflexión en torno a los  $42,90^\circ$ .

Este efecto es ampliado para 40 y 50 horas de molienda como se señala en la Figura 1b. El comportamiento observado es propio de las continuas fracturas y soldaduras que ocurren durante la molienda, que hace posible la formación de una solución sólida. En esta posición Machio *et al.* [19] para aleados Ti10Mg y Ti20Mg reportaron la presencia de una solución sólida Mg-Ti fcc.

A las 50 h, la baja intensidad de los picos de difracción, hace prever que ocurrió la amorfización. Todas los picos característicos del Ti desaparecieron, siendo estas absorbidas en gran parte por la red de Mg. Sin embargo, esto no significa que la totalidad de los átomos de Ti se han disuelto en la red Mg a nivel atómico [20]. La reflexión mostrada a  $42,55^\circ$  es reforzada y una incipiente reflexión tiende a emerger a  $63,12^\circ$  (Figura 1b). Debido a la muy baja solubilidad del Ti en Mg estos nuevos picos de difracción corresponden a una fase metaestable Mg-Ti hcp, coexistente en ambos casos con la presencia de óxidos de titanio. Algunos autores [21-22] en estas posiciones, han identificado la presencia de una solución sólida de Mg-Ti fcc, observando que estas diferencias en la estructura cristalina de las aleaciones de Mg-Ti, dependía de la energía dinámica proporcionada por el equipo de molienda y los materiales de las bolas y viales de molienda. En este estudio, para menores tiempos de molienda y previo a la formación de dicha fase ha sido detectada la presencia de otros óxidos de Ti y Mg ( $Mg_2O_4Ti$ -fcc, MgO-fcc y  $O_2Ti$ -Triclinico).

Las diferentes fases reportadas por Asano *et al* [11], para bajos ángulos de difracción en nuestro caso están enmascaradas por la presencia de oxígeno.

En la Figura 2 se muestran difractogramas para los aleados (Mg40Ti), luego de 0, 10, 30 y 40 horas de molienda. Esta secuencia de difractogramas muestra como ocurren las transformaciones en las intensidades de los picos de difracción a medida que avanza la molienda, hasta alcanzar una amorfización parcial y la obtención de una nueva fase. El difractograma en la parte inferior de la Figura 2 (polvos iniciales), muestra picos bien definidos, característico de la cristalinidad de los elementos presentes. Los picos de Mg se emparejan con la misma base COD del primer estudio, no así para el Ti donde la base COD96-900-8518 generó la mayor figura de mérito entre otros patrones de Ti testeados.



**Figura 2.** Difractogramas de los polvos aleados Mg40Ti a diferentes horas de molienda. Fases presentes: ● Mg; ■ Ti; ● óxidos de Mg y de Ti; ▲ Mg-Ti bcc.

En el difractograma, para 10 h de molienda, se observa un ensanchamiento y la disminución de las intensidades de los picos de difracción, indicativo de la disminución del tamaño de cristalitas y del aumento en los esfuerzos internos [19]. Una nueva reflexión donde se superponen óxidos de Ti y Mg es revelada a  $42,80^\circ$ . Para 30 h de molienda los

picos continúan disminuyendo su amplitud, desapareciendo los correspondientes a Ti en 38,50° y 53,17°.

Un engrosamiento particular es observado en los picos de difracción de Ti en 34,46°, 63,01° y 70,11°, lo que sugiere una incorporación de Ti en la fase Mg. A 34,45°, 40°, 42,63° y 63°, se aprecia la aparición de picos de difracción correspondientes a  $O_{11}Ti_6$  y OMg, con estructura monoclinica y bcc respectivamente. Picos de difracción en esa posición han sido identificadas [11] en aleados de Mg35Ti como una solución sólida Mg-Ti hcp, mientras que en aleados Mg50Ti hidrogenados reporta una solución sólida de Mg-Ti fcc [22]. La disminución de intensidad, desaparición de picos característicos y aparición de nuevos picos como es mostrado en la Figura 2, hace prever una tendencia a la amorfización hacia las 40 h de molienda (amplificado 10 veces en dicha figura). Un amplio pico debido al solapamiento con uno de la difracción de Ti en torno a 39° es evidenciado. Este pico es reportado por Asano *et al.* [11] en esa posición y corresponde a una solución sólida de Mg-Ti bcc. Los otros picos de difracción de muy baja intensidad no son reportadas en la referencia [11] y por dicha misma razón ha resultado difícil indexarla. A las 40 h de molienda el pico en 39° es aun más ancho, se evidencian otros picos característicos de la solución sólida de Mg-Ti bcc, en torno a 37°, 39°, 54°, 69° y 75° [11]. Esta transición de hcp a bcc ocurre en la muestra estudiada debido al proceso de molienda y a la participación de óxidos de Mg y Ti formados, con estructuras cristalinas diferentes a los polvos originales. En la muestra sin moler los picos detectados son acompañados con trazas de óxidos, que en cantidades inferiores a 1,5% en masa, son identificados. Estas cantidades se incrementan de manera notoria luego de la molienda, distribuyéndose el Ti principalmente en óxidos de Ti y óxidos de Mg-Ti. Una de las desventajas del proceso de

AM, es el riesgo de contaminación con elementos que proceden tanto de los medios de molienda (bolas) y/o las paredes de los contenedores (principalmente hierro), así como el oxígeno de la atmósfera.

### 3.2. Cálculo de la talla de cristalitas

La estimación del tamaño de cristalitas se obtuvo mediante la relación (1) de Scherrer-Debye, donde  $D_s$  es evaluado a través del programa X Powder12, mientras que la talla de cristalitas  $D$  y la deformación relativa ( $\epsilon$ ) generada por los esfuerzos internos se determinan por medio de la relación (2) de Williamson-Hall. Las Tablas 1 y 2, presentan la variación de la talla de cristalitas  $D_s$  y  $D$ , en función del tiempo de molienda ( $t_{mol}$ ), y la Figura 3 muestra estos resultados para el aleado Mg20Ti (Figura 3a) y Mg40Ti (Figura 3b). Un decrecimiento de la talla es mostrado a medida que el tiempo de molienda se incrementa, con ciertas fluctuaciones producto del amalgamamiento y la fractura continua de los polvos. Alrededor de las 20 y 15 h de molienda, respectivamente, el decrecimiento se atenúa, mostrando hacia el final de la molienda tanto  $D$  como  $D_s$ , valores cercanos a los 5 nm.

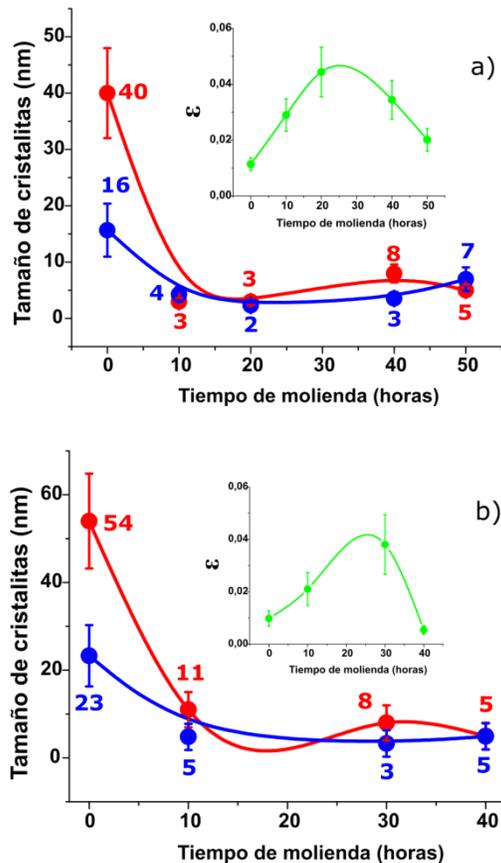
Tabla 1. Variación de la talla de cristalitas ( $D_s$  y  $D$ ) y la deformación relativa ( $\epsilon$ ) del aleado Mg20Ti.

$t_{mol}$ (h)	$D_s$ (nm)	$D$ (nm)	( $\epsilon$ )
0	15.67	40	0.0114
10	4.26	3	0.0289
20	2.33	3	0.0444
40	3.55	8	0.0344
50	6.96	5	0.0201

Tabla 2. Variación de la talla de cristalitas ( $D_s$  y  $D$ ) y la deformación relativa ( $\epsilon$ ) del aleado Mg40Ti.

$t_{mol}$ (h)	$D_s$ (nm)	$D$ (nm)	( $\epsilon$ )
0	23.3	54	0.0098
10	4.8	11	0.0210
20	3.3	8	0.0380
40	4.9	5	0.0054





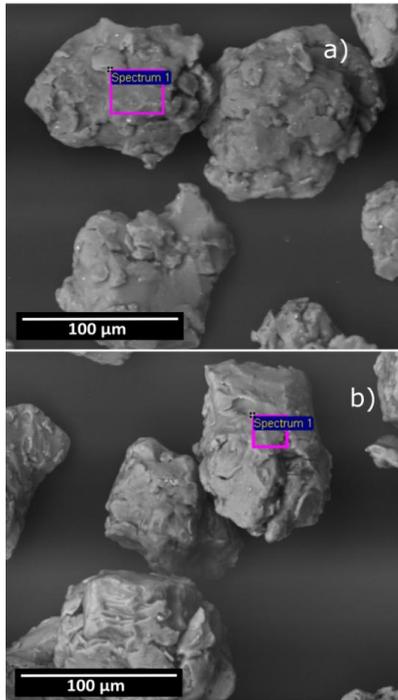
**Figura 3.** Tamaño promedio de las cristalitas ( $D$ ), de los polvos aleados a) Mg<sub>20</sub>Ti y b) Mg<sub>40</sub>Ti. ●  $D_S$  ( $D$ , usando la fórmula de Scherrer). ●  $D$  ( $D$ , usando la fórmula de Williamson y Hall). ● Deformación relativa ( $\epsilon$ ) en función del tiempo de molienda.

Cualitativamente, las diferencias en estas dos estimaciones provienen de no considerar en el esquema de Scherrer- Debye la afectación que las tensiones internas tienen sobre el (FWHM). En los recuadros internos de la Figura 3, se muestra la deformación relativa ( $\epsilon$ ), que se produce por la energía aplicada durante la molienda. Para ambos aleados el comportamiento de ( $\epsilon$ ) es contrario al obtenido para la talla de cristalitas, reflejado en un incremento de la deformación hasta las 25 horas de molienda, tiempo a partir del cual la deformación comienza a disminuir.

### 3.3.- Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y análisis de EDS

Un estudio de MEB y análisis de EDS se realizó sobre muestras de cada composición en la etapa final de la síntesis. Este estudio permitió determinar los porcentajes de Mg y Ti en las partículas del nuevo polvo aleado en cada caso. Además de los otros elementos presentes ya sea por contaminación u oxidación. Adicionalmente se detectó el carbono, que proviene del soporte o taco y de la cinta conductora, que se usa para llevar la muestra al microscopio. Por supuesto que la presencia de otros elementos alteran los valores porcentuales de magnesio y titanio en cada partícula, ya que ellos interfieren en el conteo elemental. La Figura 4 de los aleados en estado de polvo, revela partículas globulares que en algunos casos estaban formando aglomerados de partículas más pequeñas soldadas. Esta evolución de la morfología está en línea con el proceso de molienda de bolas que procede mediante soldadura repetida, fracturación y nueva soldadura de partículas de polvo. La Figura 4a del polvo Mg<sub>20</sub>Ti, muestra partículas de tallas ligeramente superiores a los 100 $\mu$ m, donde los porcentajes de cada elemento están cerca de la mitad de lo esperado y la proporción Mg-Ti es de aproximadamente 4:1. Para el polvo Mg<sub>40</sub>Ti (Figura 4b), las partículas tienen menos de 100  $\mu$ m y los porcentajes de cada elemento presente están por debajo de 20% de lo esperado.

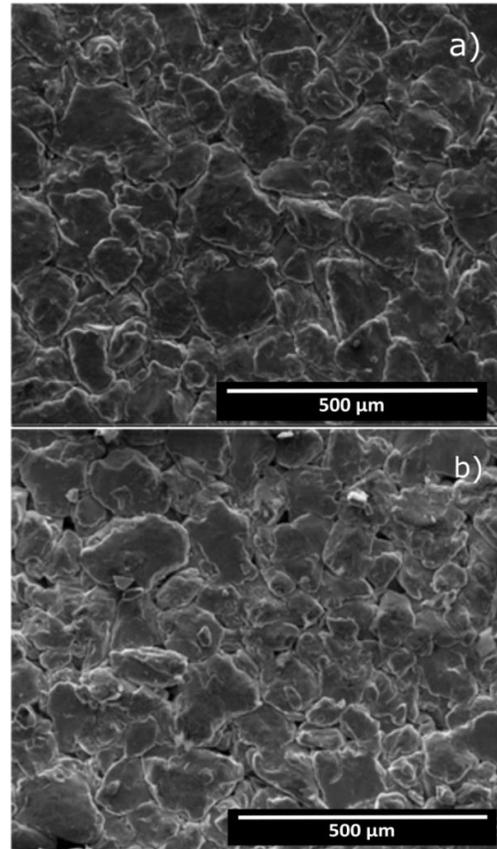




**Figura 4.** Micrografías por MEB de los polvos aleados de Mg a) Mg20Ti y b) Mg40Ti.

En contraste a las micrografías de la Figura 4, la Figura 5 son micrografías de los aleados en estado compactado. La microestructura mostrada es más homogénea y compacta, implicando una posible mejora en la formabilidad del aleado.

Al trabajar con piezas pulvimetalúrgicas, se observa la presencia de poros irregulares en las dos composiciones. La presión aplicada en la compactación de polvos, inicialmente produce un re-empaqueamiento de manera más eficiente, que reduce la porosidad del compactado, aumenta la densidad, mejora sus propiedades mecánicas y contribuye a un mejor control sobre las dimensiones y forma del producto final [23].



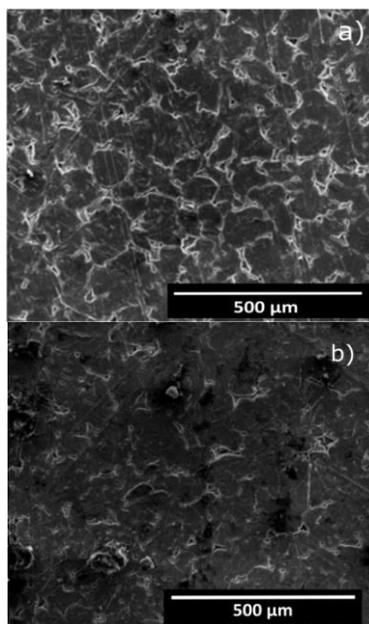
**Figura 5.** Micrografías por MEB del aleado de Mg en estado compactado. a) Mg20Ti con 40h de molienda y b) Mg40Ti con 20 h de molienda.

En la Figura 5a del compactado del aleado Mg20Ti con 40 h de molienda y a 300X de magnificación, la muestra se ve muy homogénea, la morfología es de partículas aplanadas y aglomerados de partículas pequeñas, con reducido espacio entre ellas y miden en promedio unas 200μm. Su microanálisis de EDS arrojó que las partículas están conformadas por Mg y Ti en una proporción cercana a 80:20. Además observamos la presencia de O, en porcentajes muy pequeños. La Figura 5b muestra el compactado del aleado Mg40Ti con 20 h de molienda. El tamaño y la morfología de las partículas son irregulares, donde se pueden encontrar partículas de 110, 35 y hasta 8 μm, con formas muy variadas y espacios muy grandes entre las partículas. El microanálisis

de la Figura 5b, mostró que además de Mg y Ti, existe la presencia de O. La proporción entre Mg y Ti es de 60:30, lo cual indica una menor cantidad de Ti en el área analizada.

En la Figura 6 se muestran las micrografías obtenidas por MEB de aleados de Mg<sub>20</sub>Ti con 20 horas (Figura 6a) y de Mg<sub>40</sub>Ti con 10 horas de molienda (Figura 6b) en estado compactado y sinterizado.

En las micrografías se observa la mejor unión entre partículas, debido a que el calor ayuda a eliminar gran cantidad de poros en la muestra, tras la sinterización. El compactado ha reducido de tamaño y se detectó un cambio morfológico en las partículas observadas con tamaños que van desde 180 hasta 34  $\mu\text{m}$ . Tanto en los compactados de Mg<sub>40</sub>Ti, como en los de Mg<sub>20</sub>Ti, no se aprecian los bordes de partículas, evidenciando que los primeros mejor sinterización, con poros ligeramente más pequeños.



**Figura 6.** Micrografías por MEB de los aleados de Mg en estado compactado y sinterizado. a) Mg<sub>20</sub>Ti con 20 h de molienda, b) Mg<sub>40</sub>Ti con 10 h de molienda.

#### 4. CONCLUSIONES

Fue posible obtener los polvos aleados: Mg<sub>20</sub>Ti y Mg<sub>40</sub>Ti, mediante el proceso de aleación mecánica, el cual es una gran alternativa a la hora de procesar este tipo de materiales, ya que ofrece grandes ventajas frente a otros procesos de síntesis.

Mediante el estudio de difracción de rayos-x se identificaron picos de difracción correspondientes a cada fase cristalina presente. Los picos de difracción en las posiciones angulares: 42,55°, 63,12°, 37°, 39°, 54°, 69° y 75°, son atribuidas a la solución sólida de Ti y TiMg, en concordancia con la literatura, detectándose una transición estructural importante de los polvos originales hcp hacia la solución sólida TiMg de estructuras hcp y bcc, respectivamente. Siendo esta transición posible por la presencia de compuestos oxigenados de TiMg y su descomposición por la difusión de oxígeno, reforzada por la deformación relativa, introducidas durante la molienda.

Los cálculos del tamaño promedio de cristalitas mediante la fórmula de Scherrer y el método de Williamson-Hall, mostraron en general un decrecimiento de la talla a medida que aumentaba el tiempo de molienda. El leve crecimiento observado es debido a las soldaduras propias del proceso de aleación mecánica. Tallas cercanas a 5 nm son obtenidas para ambos aleados. Mientras la deformación relativa muestra un comportamiento contrario al crecimiento de la talla de cristalitas.

El estudio de microscopía reveló la misma tendencia: disminución del tamaño de partículas a medida que aumentaban las horas de molienda, así como la variación de la morfología desde hojuelas hasta partículas globulares o conglomerados de partículas,

debido a las repetidas fragmentaciones y soldaduras, que ocurren durante el proceso de aleación. El análisis EDS evidenció la presencia de Mg y Ti en los polvos aleados, no así en el porcentaje esperado, que se vio afectado por la presencia de carbono y el oxígeno, que influye en las transformaciones estructurales que ocurren durante la molienda.

## 5. REFERENCIAS

- [1] S. Jayasathyakawin, M. Ravichandran, N. Baskar, “Mechanical properties and applications of Magnesium alloy – Review”, *Materials Today: Proceedings*, vol. 27, no. 2, pp. 909–913, 2020
- [2] A. Dobrzanski, T. Tanski, L. ížek, *et al.* “Structure and properties of the magnesium casting alloys”, *Journal of Materials, Processing Technology*, pp. 567–574, 2007
- [3] I. Dinaharan, S. Zhang, G. Chen, *et al.* “Titanium particulate reinforced AZ31 magnesium matrix composites with improved ductility prepared using friction stir processing”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 772, pp. 138793, 2020
- [4] X. Cai, J. Song, T. Yang, *et al.* “A bulk nanocrystalline Mg–Ti alloy with high thermal stability and strength”, *Materials Letter*, vol. 210, pp. 121–123, 2018
- [5] S. Dodd, S. Morris, M. Wardclose, “Synthesis of Lightweight Metals III”, *F.H. Froes ed., Warrendale: Minerals Metals & Materials Soc.* pp. 117–184, 1999
- [6] E. Zhou, C. Suryanarayana, F. Froes, “Effect the premilling elemental powdersousselot S on solid solubility extension of magnesium in titanium by mechanical alloying”, *Materials Letters*, vol. 23, pp 27–31,1995
- [7] P. Rojas, E. Lavernia, “Estudio comparativo de los efectos impuestos por los procesos de molienda criogénica y molienda de alta energía sobre el titanio”, *Síntesis Tecnológica*, vol. 4, no. 1, pp. 11–19, 2009
- [8] V. González, N. Luiggi, “Síntesis y caracterización de aleaciones Ti–Mg obtenidas por aleado mecánico”, *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, vol. 41, no. 2, 2021
- [9] G. Çakmak, “The processing of Mg–Ti for hydrogen storage; mechanical milling and plasma synthesis”, *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 35 no. 19, pp. 10412–10418, 2010
- [10] S. Rousselot, D. Guay, L. Roué, “Synthesis of fcc Mg–Ti–H alloys by high energy ball milling: Structure and electrochemical hydrogen storage properties”, *Journal of Power Sources*, vol. 195 pp.4370–4374, 2010
- [11] K. Asano, H. Enoki, E. Akiba, “Synthesis process of Mg–Ti BCC alloys by means of ball milling”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. L8, no. 486, pp. 115–123, 2009
- [12] K. Asano, H. Enoki, E. Akiba, “Synthesis of HCP, FCC and BCC structure alloys in the Mg-Ti binary system by means of ball milling”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 480, no. 2, pp. 558–563, 2009
- [13] V. Yartys, *et al.* “Magnesium based materials for hydrogen based energy storage: Past, present and future”, *International Journal of Hydrogen Energy*, no. 44, pp. 7809–7859, 2019.
- [14] N. Luiggi, “Electronic, elastic, and topological behavior of MgH<sub>2</sub>, MgTiH<sub>4</sub>, and



TiH<sub>2</sub> under pressure”, *Materials Today Communications*, in press 2021

[15] G. Williamson, W. Hall, “X-ray line broadening from filed aluminum and wolfram”, *Acta Metallurgica*, 1 pp. 22–31, 1953

[16] C. Barret, *Estructure of Metals*, McGraw-Hill Book Company, Inc. USA, 1957

[17] W. Kamga, F. Yilmazb, H. Kima, “Fabrication of Al-20 wt% Si powder using scrap Si by ultra-high-energy milling process”, *Journal of Alloys and Compound*, vol. 5365, pp. 545–549, 2012

[18] J. Guzmán, “Efecto de las Condiciones de Sinterizado en Compactos de Polvo de Ti c.p”, Trabajo de grado de Ingeniería Industrial, Escuela Técnica Superior de Ingenieros de la Universidad de Sevilla, España, 2013

[19] Ch. Machio, D. Nyabadza, V. Sibanda, *et al.* “Characterization of mechanically alloyed fccTi-Mg-based powders”, *Powder Technology*, vol. 207, no. 1-3, pp. 387–395, 2011

[20] S. Rousselot, M. Bichat, D. Guay, L. Roué, “Structural and Electrochemical Hydring Characteristics of Mg-Ti Based Alloys Prepared by High Energy Ballmiling”, *Jornal of the Electrochemical Society*, vol. 156, No. 12, pp. A967-A973, 2009

[21] T. Mushove, H. Chikwanda, Ch. Machio, *et al.* Presented at: 4th International Light Metals Technology Conference. Edited by M.S. Dargusch, pp. 1-4, 2009.

[22] K. Asano, E. Akiba, “Direct synthesis of Mg–Ti–H fcc hydrides from MgH<sub>2</sub> and Ti by means of ball milling”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. L8, pp. 481, 2009.

[23] P. James, “Fundamental Aspects of the Consolidation of Powders”, *Powder Metallurgy International Journal*, vol. 4 pp. 82, 1972.

