



# Aplicaciones de la técnica EBSD en el análisis de la textura cristalográfica y recristalización del magnesio y sus aleaciones

José Antonio Estrada Martínez, David Hernández Silva

Instituto Politécnico Nacional

Av. Luis Enrique Erro S/N, Unidad Profesional Adolfo López Mateos, Zacatenco, Alcaldía

Gustavo A. Madero, C.P. 07738, Ciudad de México

[jestradam1202@alumno.ipn.mx](mailto:jestradam1202@alumno.ipn.mx)

## Introducción

La Difracción de Electrones Retrodispersados, mejor conocida como EBSD por sus siglas en inglés (Electron Backscatter Diffraction) es una técnica de caracterización relativamente nueva y bastante bien aceptada por los investigadores en ciencia de materiales, ya que ha abierto nuevas perspectivas en el análisis de la textura cristalográfica. Esta permite determinar la orientación cristalográfica de cada uno de los granos, la textura local, la correlación de orientación entre un punto de la microestructura y otro, identificar las fases presentes y su distribución dentro de un policristal, así como analizar las características de los límites de grano del material [1-4].

Por otra parte, el magnesio y sus aleaciones son ampliamente usados en la industria automotriz y aeroespacial, debido a que es el metal estructural más ligero y el uso de este tipo de materiales conduce a una

mejora en la eficiencia del combustible y, por lo tanto, reduce la emisión de gases contaminantes y el impacto ambiental. Sin embargo, el magnesio tiene algunas limitaciones, como lo son su alta anisotropía mecánica y su baja formabilidad a temperatura ambiente, a consecuencia de su estructura hexagonal compacta (hcp), por lo cual, debe ser conformado a altas temperaturas. No obstante, los productos obtenidos poseen una formabilidad marginal por la fuerte textura adquirida por los granos al rotar durante dichos tratamientos termomecánicos y la baja contribución de los procesos de recristalización a la nucleación de nuevos granos con orientación aleatoria, lo que ha dado origen a un sinnúmero de investigaciones que pretenden esclarecer el fenómeno de la formación de la textura del magnesio y proponer alternativas con la cuales esta pueda evitarse, siendo la Difracción de Electrones Retrodispersados (EBSD) una de las principales herramientas en esta labor [5-7].

## Antecedentes

Para comprender mejor la técnica de EBSD, primero tenemos que hablar sobre textura cristalográfica. En algunos metales, existe una tendencia a la aparición de ciertas orientaciones cristalográficas, provocada principalmente por procesos termomecánicos, esta tendencia se conoce como orientación preferencial o más concretamente, textura. Es decir, una familia de planos o direcciones dentro de los granos de la muestra se orienta de manera preferencial hacia una dirección o plano de la geometría total de la muestra. Para un mejor entendimiento de este fenómeno, establezcamos 2 sistemas de referencia, uno correspondiente a una muestra ortogonal de un material laminado definido por las direcciones de laminación (RD), la dirección normal (ND) y la dirección transversal (TD). El segundo sistema está constituido por el sistema cristalino del metal, para el caso del magnesio, recordemos que tiene una estructura HCP. Ahora, con ayuda de estos sistemas de referencia, describiremos la textura basal del magnesio, la cual, consiste en la aparición de una orientación preferencial en la que la dirección cristalográfica (0001) se orienta paralelamente a la dirección normal de la muestra (ND), o bien, el plano basal de los cristallitos se orienta paralelo al plano de laminación de la muestra [4].

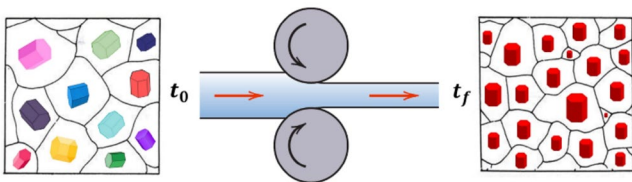


Figura 1. Representación de la formación de la textura basal del magnesio durante el laminado. Se observa como la microestructura inicial es aleatoria y, después del proceso de laminación, las celdas de cada grano tienden a orientarse con su eje c paralelo a la dirección ND de laminación o, en otras palabras, el plano basal se orienta paralelo al plano RD-TD de la lámina.

El método más común para la medición de la textura cristalográfica es la medición de figuras de polo mediante la Difracción de Rayos X, usando un goniómetro de texturas. Este tipo de mediciones nos dicen la fracción volumen de la muestra que tiene una orientación en particular a partir de las intensidades medidas para cada una de las familias de planos cristalográficos de interés, por ejemplo {0001}, que estuvieron orientados para difracción dentro de la muestra. Por tanto, los valores que se obtienen son un valor promedio del volumen total de la muestra y, debido a la penetración del haz de rayos X, normalmente el volumen irradiado comprende miles de granos, por esta razón a este tipo de estudio de la textura se le conoce como "macrotextura". Sin embargo, la macrotextura (medida por rayos X) no nos dice cómo se distribuyen estos granos dentro de todo el material. El estudio que abarca la ubicación espacial de estos granos, es decir, la topografía de orientación se ha denominado "microtextura" y necesita de una técnica en la que el haz generado fuese varias veces más pequeño que el tamaño de los granos que conforman al metal, esto dio origen a la Difracción de Electrones Retrodispersados (EBSD).

La EBSD se basa en colocar una muestra dentro de la cámara del Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) de manera que se forme un ángulo, típicamente de  $70^\circ$ , entre el haz de electrones y la superficie de la muestra. Esta inclinación mejora la proporción de electrones difractados que no son absorbidos por la muestra y logran salir de ella.

Cuando un haz de electrones entra en un sólido cristalino, se dispersa en todas las direcciones. Esto significa que algunos de estos electrones van a incidir precisamente

en el ángulo de Bragg ( $\theta$ ) de cada una de las familias de planos del cristal, y a su vez sufrir una dispersión elástica para dar origen a un haz difractado. Dado que la difracción de los electrones a través del ángulo de Bragg se produce en todas las direcciones, el lugar geométrico del haz difractado es una superficie en forma de cono, conocido como cono de Kossel, que se abre a partir de la normal de los planos de difracción un ángulo de  $90-\theta$ . Por el tamaño del haz de electrones, se puede considerar que este se encuentra entre los planos de la red cristalina, por lo tanto, se formaran 2 conos por cada familia de planos, uno de cada lado del haz. Si algún medio de grabación/detector (una pantalla de fósforo conectada a una cámara) se coloca de tal manera que intercepte los conos de difracción dentro de la cámara del MEB, justo frente a la muestra, en dicha ventana cada cono generará una proyección de dos líneas paralelas, conocidas como bandas de Kikuchi [1-4].

Ahora, para poder comprender mejor la naturaleza de las bandas de Kikuchi es necesario revisar ciertas consideraciones, una de ellas es que la longitud de onda  $\lambda$  del haz de electrones está controlada por el voltaje de aceleración  $U$  del microscopio electrónico y se puede calcular a partir de la relación de Broglie [4]:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meU}} = \frac{h}{\sqrt{2m_0eU(1+eU/(2m_0C^2))}}$$

donde  $h$ =constante de Planck,  $e$ =carga del electrón,  $m$ =masa del electrón,  $m_0$ =masa del electrón en reposo y  $C$ =velocidad de la luz. Para un voltaje de aceleración típico de un microscopio electrónico de barrido, por ejemplo,  $U=20$  kV, la longitud de onda resultante es de  $0.00859$  nm.

A partir de la sustitución de valores típicos de longitud de onda de los electrones y de distancias interplanares en la ley de Bragg [1] se puede calcular el ángulo de Bragg  $\theta$ , el cual resulta en aproximadamente  $0.5^\circ$ . donde  $d_{hkl}$ =distancia interplanar,  $n$ =orden de reflexión y  $\lambda$ =longitud de onda del haz de electrones.

$$2d_{hkl} \text{Sen}\theta = n\lambda$$

Recordemos que el ángulo medio del vértice del cono Kossel es igual a  $90-\theta$ , lo cual quiere decir que el ángulo total del vértice del cono será cercano a los  $180^\circ$ , describiendo a un cono prácticamente plano. Esta es la razón por la cual se obtienen como proyección una banda delimitada por dos líneas brillantes que parecen ser paralelas (bandas de Kikuchi), cada banda tendrá un ancho distinto y corresponderá a un plano cristalográfico distinto. El ancho de cada una de las bandas será igual  $2\theta$  y, tomando en cuenta esta consideración, el ancho de la banda estará relacionado con el espacio interplanar,  $d_{hkl}$ , mediante la ley de Bragg. Debido a que todos los planos de la red cristalina difractan, siempre aparecerá más de una banda de Kikuchi en la pantalla y los ángulos entre estas corresponderán a los ángulos interplanares. La intersección de las bandas corresponderá a un eje de zona (polo) y los ejes de zona principales se reconocen por la intersección de varias bandas. Al conjunto de estas bandas de Kikuchi se le conoce como patrón de Kikuchi el cual contiene, de manera implícita, la simetría del cristal.

Después de la adquisición del patrón de Kikuchi, un software especializado lo almacena y comienza su preprocesamiento de manera automática para obtener las condiciones óptimas de reconocimiento

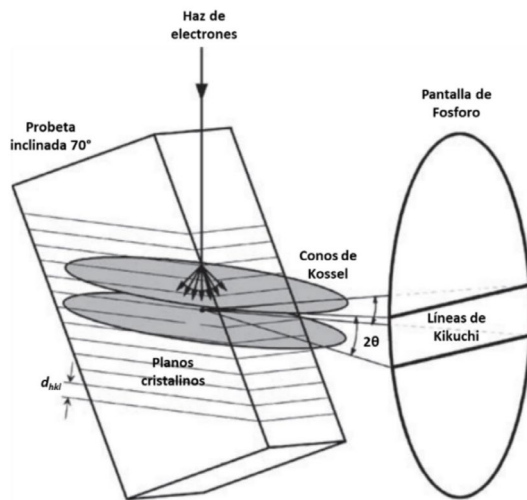


Figura 2. Esquema de la formación de los patrones de Kikuchi por EBSD en MEB.

de bandas y el indizado de los patrones. Por lo general, el procesamiento consiste en la sustracción del fondo, la mejora del contraste y una calibración que determina el promedio de varios patrones medidos.

El siguiente paso del procesamiento es la transformación del patrón mediante el método de la transformada de Hough [1,4]. En el cual, cada punto con coordenadas  $(x_i, y_i)$  de la imagen original se transforma en una curva sinusoidal en un espacio de acumulación, comúnmente llamado espacio de Hough, descrito por las coordenadas  $\rho$  y  $\theta$  según la relación:

$$\rho = x_i \cdot \cos\theta + y_i \cdot \sin\theta, \quad \theta \in (0^\circ, 180^\circ), \rho \in (-R, R)$$

donde  $\rho$ =distancia desde el origen y  $R$ =radio de la imagen. En la figura 2 se observa que los puntos que constituyen a una línea en la imagen original, mediante la transformada de Hough, se convertirán en curvas sinusoidales que se intersecan en un punto común dentro del espacio de Hough, que está definido por las coordenadas  $\rho$  y  $\Phi$  de la línea original. Por lo tanto, la transformada de Hough convierte la difícil labor

de detectar líneas en la imagen original en una más fácil, detectar puntos en el espacio de Hough.

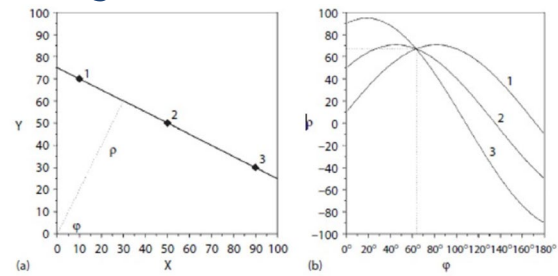


Figura 3. Representación esquemática de la transformada de Hough. (a) Línea con tres puntos en la imagen original o patrón de EBSD; (b) curvas resultantes de aplicar la transformada de Hough a los puntos de (a) [4]

Para dicha transformación de una imagen en escala de grises como un patrón EBSD, se debe tomar en cuenta la intensidad de cada punto en la imagen original. Es decir, la intensidad  $I(x,y)$  en cada píxel de la imagen de EBSD se suma al valor de los TTW píxeles  $I(\rho, \theta)$  en el espacio de Hough, que inicialmente se fijan en cero. Este procedimiento se conoce como transformada de Hough ponderada en escala de grises. Para obtener una imagen transformada homogéneamente sin efectos de sombreado solo se considera un círculo con un diámetro de  $2R$  del patrón cuadrado durante la transformación.

El siguiente paso es la identificación de los picos en el espacio de Hough. Una línea brillante con un ancho de un píxel en la imagen original se convertiría en un único punto brillante en la transformada de Hough, que se podrá identificar fácilmente mediante métodos computarizados de localización de puntos. La indexación de patrones se realiza de forma automática por el software del sistema. Este identifica los puntos dentro del espacio de Hough y los compara con patrones teóricos de la base de datos del software que a su vez corresponden al sistema de planos que difractan en el sistema cristalino en estudio [1].

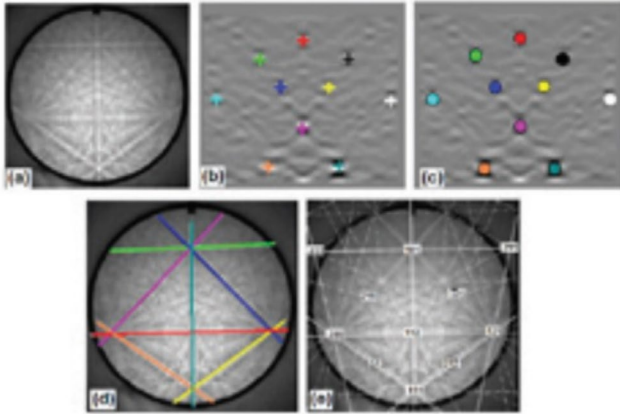


Figura 4. a) Patrón de Kikuchi capturado, (b) Transformada de Hough correspondiente al patrón en (a), (c) picos identificados en la transformada de Hough; (d) líneas de Kikuchi correspondientes a los picos identificados en la transformada de Hough, (e) patrón de difracción indizado [2].

El software realiza el procedimiento descrito anteriormente para cada punto de la zona de estudio seleccionada y para cada punto es creado un conjunto de datos que contienen las coordenadas  $(x_p, y_p)$  del punto analizado y los tres ángulos de Euler, que hacen que los ejes de la celda unitaria coincidan con los ejes coordenados de referencia de la muestra ( $\varphi_1$ ,  $\Phi$  y  $\varphi_2$ ). Estos datos obtenidos son procesados con algún software especializado para EBSD y con este se construye un mapa de orientación, el cual, colorea cada punto  $(x_p, y_p)$  en función del código de colores del triángulo estándar para cada estructura cristalina.

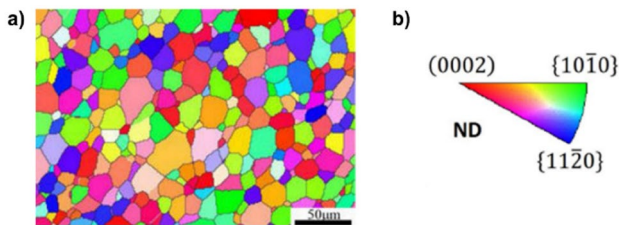


Figura 5. (a) Mapa de EBSD obtenido para una muestra de una aleación Mg-3.0Y, (b) IPF estándar para la estructura HCP [8].

De esta manera, los sistemas de EBSD de hoy en día están constituidos por tres principales componentes: el microscopio electrónico de barrido, el dispositivo de adquisición

de patrones (cámara) y el software de control del equipo e indizado de patrones.

Sin embargo, toda técnica tiene sus limitantes y para EBSD una de estas limitantes es que el tamaño de grano del material debe ser mayor a varias decenas de nanómetros de diámetro. Otra limitante es que prácticamente no debe existir deformación superficial en la muestra y la superficie debe ser razonablemente plana y libre de capas extrañas. Además, las muestras deben ser compatibles con los requisitos generales de la microscopía electrónica, es decir, deben ser conductoras y no se deben descomponer en el vacío o bajo el haz de electrones.

## Aplicaciones de EBSD en el análisis de la textura y recristalización del magnesio y sus aleaciones

### Determinación de los mecanismos de recristalización dinámica

El EBSD permite distinguir cuál de los mecanismos de recristalización dinámica se ha encontrado activo durante el proceso de deformación en caliente. Durante los tratamientos termomecánicos del magnesio y sus aleaciones, la microestructura se modifica continuamente como resultado de la recristalización dinámica (DRX). Los mecanismos de recristalización dinámica se pueden definir principalmente en dos categorías basadas en las características de la nucleación y crecimiento: recristalización dinámica continua (CDRX) y recristalización dinámica discontinua (DDRX). La recristalización dinámica continua ocurre mediante un proceso de recuperación, el reordenamiento de las dislocaciones para formar subgranos y la continua absorción de dislocaciones en límites de grano de ángulo bajo (LAGB) finalmente origina la

formación de límites de grano de ángulo alto (HAGB). En contraste, la recrystalización dinámica discontinua es un proceso de recrystalización dinámica convencional con nucleación en límites de grano dentados mediante el abombamiento y crecimiento de grano a través de la migración del límite de grano.

M.G. Jiang [9] y colaboradores, estudiaron una aleación de magnesio comercial AZ31, la cual, fue extruida indirectamente a 300 °C con una relación de extrusión de 20 y una velocidad de 10 mm/s. Mediante un análisis de características microestructurales (límites de grano, sublímites de grano, etc.) y los mapas de orientación obtenidos por EBSD, determinaron los mecanismos de deformación presentes.

Las figuras 6 y 7 muestran los datos de la muestra de extrusión interrumpida a 7,5 mm por debajo de la salida del dado de extrusión obtenidos mediante EBSD. La figura 6 muestra una zona no recrystalizada, nombrada por los autores como región 1 (R1), en la cual, se muestran tres granos de la microestructura inicial (Parent Grains) etiquetados como P1, P2 y P3, se puede observar que dentro de ellos se formaron muchos sublímites de grano (sub-GB). Se aprecia que el grano P2 se dividió en tres partes, P21, P22 y P23, mediante la formación de estos. Los perfiles de desorientación descritos por las flechas AB y CD en P2 y P3 (miden el ángulo de desorientación que hay de un punto a otro de la microestructura con respecto al origen de una trayectoria seleccionada), muestran que los ángulos de desorientación llegan a alcanzar un valor de hasta 15° y 30°, respectivamente, lo que sugiere la alta actividad de dislocaciones en estos granos.

También, se observa una fuerte acumulación de sub-GB dentro de P22 principalmente y, adyacente a ellos, se puede observar la nucleación de granos finos etiquetados del 1-12 en la Fig. 6a. La nucleación de estos granos estuvo asociada con la absorción continua de dislocaciones en estos sub-GB. Como se indicó anteriormente, este tipo de nucleación de granos se clasifica como mecanismo CDRX. Si se observan los granos etiquetados como 1-4, 7-8 y 12 en la Fig. 6a, están completamente aislados y rodeados por sub-GB, esto ratifica la conversión in situ de los subgranos a los granos recrystalizados, a través del aumento continuo en la desorientación de los LAGB. En cuanto a la cristalografía, los granos recrystalizados mediante CDRX adquirieron una orientación de fibra [2110], exhibiendo una desviación de los granos originales con una fibra [1010], lo que dio lugar a la formación de la textura de doble fibra [1010]-[2110].

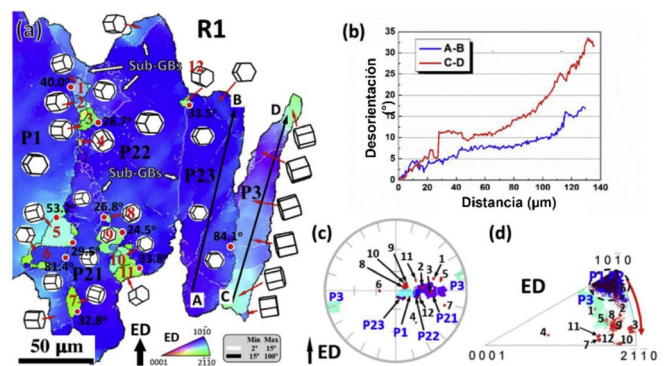


Figura 6. Mapa de EBSD en el que se observa el mecanismo de recrystalización dinámica continua (CDRX) y su efecto sobre la nucleación de nuevas orientaciones en una región sin recrystalizar (R1): (a) mapa de figura de polo inversa, (b) perfiles de desorientación a lo largo de las flechas AB y CD en (a) y las correspondientes orientaciones cristalográficas de los granos no recrystalizados y recrystalizados representados en (c) figura de polo (0001) y (d) figura de polo inversa [9].

La figura 7 muestra las regiones recrystalizadas R2 y R3, en las cuales se identificaron granos de la microestructura original, subgranos y granos recrystalizados. En las Fig.

7a y d se puede observar que los granos progenitores presentaban formas irregulares y límites de grano dentados. Además, los subgranos fueron aislados por sublímites de grano de sus granos originales y se formaron nuevos granos recristalizados pequeños (<5 mm) a lo largo de los límites de grano dentados y en los puntos triples formados por granos de la microestructura inicial. Los límites de grano existentes en P4 se curvieron hacia los granos adyacentes, lo que conducía a la formación de varios subgranos S3-S6 con LAGB desarrollados detrás de las secciones abombadas. Mientras tanto, los granos finos recristalizados 1, 3 y 4 se formaron recientemente en los puntos triples de sus granos progenitores y 2, 5-7 se formaron en los límites de grano dentados de sus dos granos progenitores. Los hechos anteriores revelan evidencias adecuadas de un proceso de recristalización dinámica discontinua con nucleación convencional y crecimiento del núcleo en HAGB preexistentes dentadas por abombamiento del límite de grano. Las orientaciones cristalográficas correspondientes de los granos progenitores, subgranos y granos recristalizados (Fig. 7b, c, e y f) muestran que los subgranos compartían casi la misma orientación con sus granos progenitores, mientras que la mayoría de los granos DDRX evidentemente tenían orientaciones desviadas de sus granos progenitores sin alguna orientación preferencial. Por lo tanto, el DDRX contribuyó a la formación de una microestructura de grano fino y al debilitamiento de la textura basal.

### Análisis de la desorientación en los límites de grano/macla

Los softwares de procesamiento de datos de EBSD permiten construir mapas conocidos como mapas de desorientación de

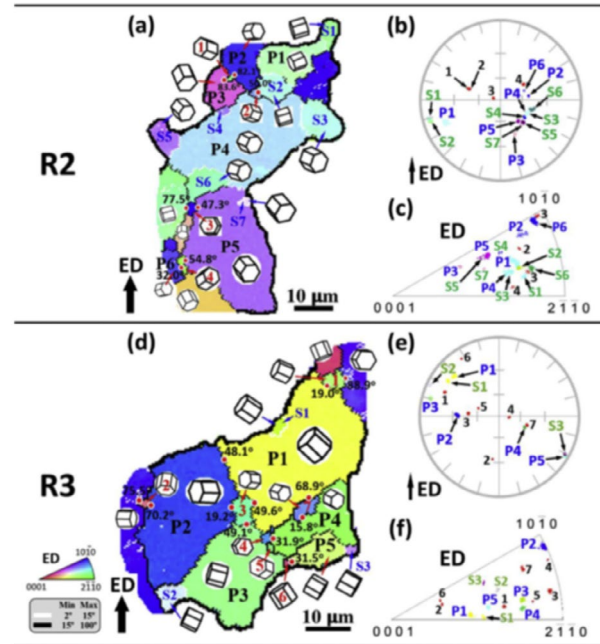


Figura 7. Mapa de EBSD en el que se observa el mecanismo de recristalización dinámica discontinua (DDRX) y su efecto sobre la nucleación de nuevas orientaciones en las regiones recristalizadas R2 y, (a, d) mapas de figura polo inversa y orientaciones cristalográficas correspondientes de los granos originales, subgranos y granos recristalizados representados en (b, e) figura de polo (0001) y (c, f) figura de polo inversa[9].

*límite de grano*, estos clasifican a los distintos sublímites y límites de grano de la microestructura de acuerdo con el ángulo de desorientación de acuerdo con los granos que separan y los representa en un color distinto para cada intervalo de desorientación que el usuario establezca. También, existe *mapas de desorientación de límite de grano*, estos permiten identificar cada tipo de macla posible en un metal a partir del plano de maclado y el eje y ángulo de rotación característicos de cada modo de maclado.

Talal Al-Samman y colaboradores [10] estudiaron monocristales de magnesio puro sometidos a deformación por compresión plana (PSC, por sus siglas en inglés: Plane Strain Compression) a 370 °C y una velocidad de deformación constante de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Las muestras se comprimieron hasta una

deformación verdadera de 1 a lo largo del eje c de la celda hexagonal, mientras que el dado permitió la extensión del monocristal en la dirección  $\langle 1120 \rangle$ . Las curvas de esfuerzo-deformación mostraron un rápido aumento en el esfuerzo seguido por un importante ablandamiento y finalmente un estado estacionario. La microestructura de la muestra después de la deformación se caracterizó por la presencia de bandas de macla totalmente recrystalizadas. Todos los granos nuevos en estas bandas retuvieron la misma orientación del eje c que la macla de compresión dentro de la cual se encontraron (figura 8a, b). El plano basal en estos granos rotó aleatoriamente alrededor del eje c, formando un componente de textura de fibra (figura 8b). El análisis de los mapas de EBSD reveló que estas bandas recrystalizadas corresponden a maclas de compresión recrystalizadas  $\{1010\}$ , pues se puede observar en la figura del polo (0002) en la figura 8b, que la normal al plano basal de los granos recrystalizados presenta un ángulo de inclinación de  $\sim 56^\circ$  con respecto a la normal del plano basal de la matriz (figura 8a) y se sabe que la formación de maclas de compresión  $\{1011\}$  se asocia típicamente con una rotación de los planos basales en el mismo ángulo alrededor de uno de los tres ejes  $\langle 1120 \rangle$  posibles. De esta manera, las maclas de compresión quedan favorablemente orientadas para el deslizamiento basal y, por lo tanto, pueden acumular mucha más deformación que la matriz, lo que finalmente conduce a su recrystalización. Sin embargo, este proceso de recrystalización queda confinado dentro de la banda de la macla y no se expande hacia la matriz, debido a que la orientación de esta hace que la posibilidad de que exista deslizamiento de dislocaciones dentro de ella sea prácticamente nula, lo cual, sugiere que la constante

concentración de dislocaciones dentro de la macla y su posterior proceso de recuperación dinámica dieron origen a un proceso de endurecimiento y ablandamiento, el cual, a su vez, terminó con la recrystalización de nuevos granos y dio origen al estado estacionario que se puede observar en la curva de esfuerzo deformación.

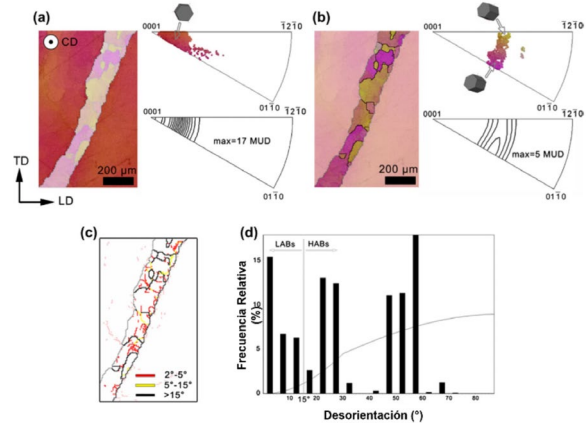


Figura 8. Mapa de EBSD de una banda recrystalizada rodeada por dos áreas de matriz obtenido de un monocristal de magnesio puro deformado en PSC a  $370^\circ\text{C}$  y  $\epsilon = 1$ . (a) Subconjunto de datos asociados a la matriz; (b) subconjunto de datos asociados a la banda recrystalizada; (c, d) mapa de desorientación de límites de grano y su correspondiente perfil de distribución de desorientación [10].

El mecanismo de recrystalización presente fue recrystalización dinámica continua (CDRX), este mecanismo es caracterizado por una alta actividad del deslizamiento de dislocaciones dentro de la macla y, en consecuencia, la formación de subgranos, los cuales se transforman gradualmente en límites de grano de ángulo alto. Ambos tipos de límites de grano, HAGBs (línea negra-pertenecientes a los granos recrystalizados) y subgranos o LAGBs (líneas amarillas y rojas-pertenecientes a los subgranos) fueron identificados dentro la banda de la macla en la figura 8c. La figura 8d nos muestra el perfil de desorientaciones que existe en los límites de grano de la microestructura analizada, el pico localizado entre  $20^\circ$  y  $30^\circ$  probablemente se trate de a una relación

de orientación típica, para metales hexagonales,  $30^\circ$   $[0001]$  entre los componentes de textura de deformación y los nuevos componentes de textura que generalmente aparecen durante el crecimiento de granos recrystalizados. El pico localizado entre  $45^\circ$  y  $60^\circ$  puede ser atribuido a las maclas de compresión  $\{10\bar{1}1\}$  iniciales.

J. A. Estrada-Martínez y colaboradores [11], estudiaron monocristales de magnesio puro, laminados en dos orientaciones distintas a  $400^\circ\text{C}$ , a distintos porcentajes de reducción de espesor, con el propósito de observar el efecto que tiene la orientación inicial sobre la actividad del maclado y el desarrollo de textura. En ambas orientaciones el eje c fue dispuesto en la dirección de laminación (RD). Para la orientación 1, la dirección  $[1120]$  fue paralela a la dirección normal (ND), mientras que esta misma dirección de la muestra fue paralela a la dirección  $[1010]$  para la orientación 2. Los mapas de EBSD revelaron que los monocristales iniciales se convirtieron en policristales, en donde la mayoría de los granos tenían su eje c casi paralelo a la ND, y esta reorientación fue explicada por maclado de tensión  $\{1012\}$  al observarse este tipo de maclas en el mapa de desorientación de macla (figura 9a). Sin embargo, las variantes activas de este maclado fueron diferentes en cada una de las dos orientaciones, de acuerdo con el análisis de los factores de Schmid realizado (figura 9b). Para la orientación 1, las variantes de macla  $(0112)[0111]$ ,  $(1102)[1101]$ ,  $(1102)[1101]$  y  $(0112)[0111]$  tenían un factor de Schmid de 0.37, mientras que en la orientación 2 las variantes  $(1012)[1011]$  y  $(1012)[1011]$  tienen un factor de Schmid de 0.49. Cuando la dirección  $1010$  es paralela a la ND (orientación 1), la reorientación por maclado de tensión da como resultado que el eje c de

la celda de magnesio sea paralelo al ND. En cambio, las variantes de macla de tensión activas cuando la dirección de compresión es la  $1120$  (orientación 2) reorientan el eje c a  $30^\circ$  de la ND. Al usar un monocristal y la deformación en una dirección específica, el mecanismo de deformación activo y su contribución a la textura final podrían describirse satisfactoriamente con respecto a la orientación inicial.

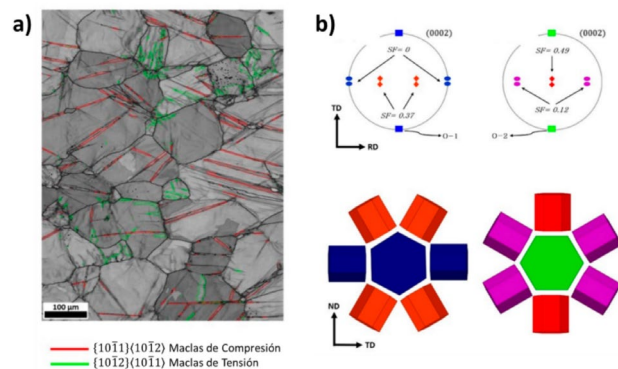


Figura 9. a) Mapa de desorientación de límite de macla para la orientación 1 a 30 % de reducción de espesor b) Figuras de polo (0002) calculada mostrando las orientaciones iniciales O-1 y O-2, así como sus correspondientes variantes de macla de tensión y representación esquemática de las mismas [11].

## Mapas de factor de Schmid

En las aleaciones de magnesio deformadas, los cuatro sitios de nucleación propuestos para la nucleación de granos recrystalizados son los límites de grano, las bandas de corte, las maclas de deformación y las partículas de segunda fase. Los granos nucleados en estos últimos tres sitios adquieren orientaciones aleatorias y contribuyen a la debilitación de la textura basal característica del magnesio. Debido a que los sistemas de deslizamiento activos son insuficientes para el acomodo de la deformación, siempre se producen maclas y este es uno de los principales mecanismos de deformación observados en las aleaciones de magnesio. La deformación posterior a la formación de

la macla se acomoda dentro de ella, debido a la mayor facilidad del deslizamiento de dislocaciones originada por el cambio de orientación en la zona macla con respecto a la matriz. A causa de esta energía almacenada, la recrystalización dentro de las bandas de macla se convierte en el proceso de recrystalización dominante y, por lo tanto, influye fundamentalmente en la evolución de la textura en las aleaciones de magnesio. Por lo anterior, la correlación exacta que existe entre la evolución de la recrystalización con los tipos de maclas y el efecto que esto tiene sobre la evolución de la textura ha sido y sigue siendo objeto de estudio hasta la actualidad.

Los sitios de nucleación de recrystalización dentro de los gemelos, en las intersecciones del límite de macla-macla o macla-grano (GB) han sido ampliamente estudiados. La recrystalización dentro de  $\{1012\}$  maclas de tensión (TTW) rara vez ocurre, ya que la matriz dentro de estas maclas generalmente está orientada desfavorablemente para el deslizamiento basal. Por el contrario, la recrystalización dentro de maclas de compresión  $\{1011\}$  (CTW) y maclas dobles  $\{1011\}$ - $\{1012\}$  (DTW) a menudo se observa como resultado del deslizamiento basal que ocurre dentro de las maclas. Esto da como resultado una acumulación en la energía interna almacenada, ya que las dislocaciones no pueden penetrar los límites gemelos y facilitan la recrystalización y posterior crecimiento de grano. Sin embargo, los granos recrystalizados dentro de los CTW y DTW generalmente no pueden crecer más allá de los límites de macla, por lo que contribuyen de forma limitada a la modificación de la textura final del material, aunque se ha reportado que los granos recrystalizados que se originan en las intersecciones ma-

cla-macla de maclas dobles y macla-grano pueden expandirse hacia los granos deformados circundantes.

Dikai Guan y colaboradores [12] estudiaron una aleación WE43 comercial en barra T5 extruida. De esta barra fueron cortados bloques rectangulares y fueron sometidos a tratamiento térmico y laminación en frío en la dirección de extrusión. El tratamiento de solubilización se llevó a cabo en un horno tubular con flujo continuo de argón a 525 °C durante 24 h, seguido de enfriamiento rápido con agua fría. A continuación, la muestra tratada térmicamente se laminó en frío hasta una reducción del 20 % en un solo paso. La microestructura de laminación fue obtenida mediante mediciones de EBSD, la zona evaluada fue marcada para poder realizar posteriores escaneos de EBSD en la misma zona después de 5, 11, 18.5, 28.5, 58, 98, 198 y 378 min. de recocido a 490 °C, seguido de un enfriamiento rápido con agua y así poder dar seguimiento al proceso de recrystalización estática de manera localizada. De esta manera, los mecanismos de recrystalización relacionados con varios tipos y variantes de macla, intersecciones de límites de macla-macla y macla-grano pudieron ser determinados con precisión.

La figura 10 muestra mapas del factor Schmid de tres granos en particular de la muestra laminada en frío que contienen principalmente maclas de tensión. Para el grano A, el Factor de Schmid promedio dentro de las maclas de tensión fue de  $\sim 0.24$ . Por lo tanto, no se produjo recrystalización dentro de estos TTW, como se esperaba. En contraste, el factor de Schmid promedio para las maclas de tensión de los granos B y C fue de  $\sim 0.42$ , pero no hubo recrystalización dentro de estos, sino que estas TTW fueron

consumidas por los granos recristalizados adyacentes durante los recocidos posteriores, lo que fue atribuido a lo siguiente: en primer lugar, el esfuerzo cortante crítico resuelto (CRSS) requerido para la formación de TTW es relativamente bajo, mientras que CTW y DTW requieren esfuerzos altos para formarse. Por lo tanto, la cantidad de energía de deformación elástica que se libera durante el recocido es mucho mayor en el caso de CTW y DTW que en TTW. En segundo lugar, la interacción entre los límites de macla con las dislocaciones pues se sabe que los TTW absorben eficientemente las dislocaciones basales cerca de los límites de la macla de tensión y esto provoca que los TTW crezcan fácilmente. Además, también se ha descubierto que el deslizamiento basal puede transmitirse fácilmente a través de los límites de maclas de tensión, lo que podría aliviar de manera efectiva la tensión local y las acumulaciones de dislocaciones a lo largo de los límites de macla.

Finalmente, los autores concluyeron que, independientemente de la orientación del cristal de la banda de la macla de tensión con respecto a la orientación del esfuerzo aplicado, no se acumularon dislocaciones basales, lo que provoca que no haya la suficiente energía de deformación elástica para activar la recristalización dentro de la macla. En consecuencia, no se produce recristalización durante el recocido dentro de las maclas de tensión. Por otra parte, debido al fácil deslizamiento basal dentro de las maclas de compresión y maclas dobles, la acumulación de dislocaciones alrededor de los límites de las maclas fue factible y solo este tipo de maclas actuaron como sitios de nucleación efectivos para la recristalización, siendo las maclas dobles, aquellas que originan granos con

orientación más aleatoria y que contribuyen al debilitamiento de la textura basal del magnesio.

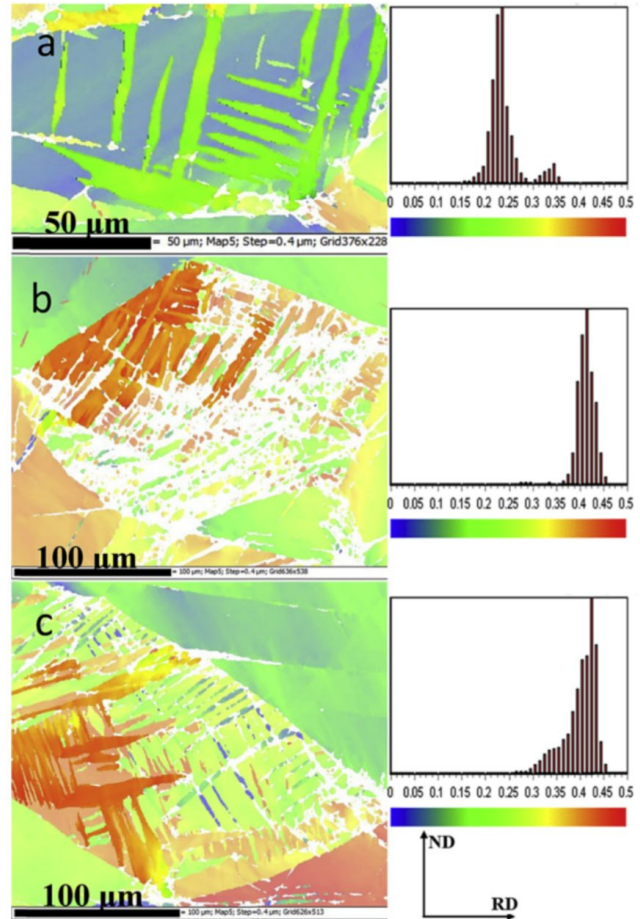


Figura 10. Mapas de factor de Schmid para deslizamiento basal y sus respectivas funciones de distribución en (a) grano con maclas de tensión, (b) grano con interacción de límites de maclas TTW-TTW y maclado doble y (c) granos que contienen maclas de tensión, interacción de límites de maclas TTW-TTW y maclado doble [12].

## Referencias

- [1] A. J. Schwartz, M. Kumar, B. L. Adams, D. P. Field. "Electron backscatter diffraction in materials science" New York: Springer, 2 (2009), 35-52.
- [2] C.E. Boehm. Introduction to EBSD (Electron Back-scattering Diffraction). Principle and applications, Laboratoire de simulation des matériaux LSMX, Francia, 2007.
- [3] D. J. Dingley. "Diffraction from sub-micron areas using electron backscattering in a scanning electron microscope" Scanning Electron Microscopy, 2 (1984), 569-575.
- [4] V. Randle, O. Engler. Introduction to texture analysis: macrotexture, microtexture and orientation mapping, CRC Press, Estados Unidos, 2000

- [5] C. Bettles, M. Gibson. "Current wrought magnesium alloys: strengths and weaknesses" *The Journal of The Minerals*, 57(2005), 46-49.
- [6] K. U. Kainer. *Magnesium: proceedings of the 6th international conference-magnesium alloys and their applications*, John Wiley & Sons, Alemania, 2006.
- [7] C. Bettles, M. Barnett. *Advances in wrought magnesium alloys: fundamentals of processing, properties and applications*, Woodhead Publishing, Reino Unido, 2012
- [8] C. Zhao, Z. Li, J. Shi, X. Chen, T. Tu, Z. Luo, F. Pan. "Strain hardening behavior of Mg-Y alloys after extrusion process" *Journal of Magnesium and Alloys*, 7(2019), 672-680.
- [9] M. G. Jiang, C. Xu, H. Yan, G. H. Fan, T. Nakata, C. S. Lao, B. H. Lu. "Unveiling the formation of basal texture variations based on twinning and dynamic recrystallization in AZ31 magnesium alloy during extrusion" *Acta Materialia*, 157(2018), 53-71.
- [10] T. Al-Samman, K. D. Molodov, D. A. Molodov, G. Gottstein, S. Suwas. "Softening and dynamic recrystallization in magnesium single crystals during c-axis compression" *Acta materialia*, 60(2012), 537-545.
- [11] J. A. Estrada-Martínez, D. Hernández-Silva, T. Al-Samman. "Hot rolling of magnesium single crystals" *Metals*, 11(2021), 443.
- [12] D. Guan, W. M. Rainforth, L. Ma, B. Wynne, J. Gao. "Twin recrystallization mechanisms and exceptional contribution to texture evolution during annealing in a magnesium alloy" *Acta Materialia*, 126(2017), 132-144.