



**ESCUELA SUPERIOR DE CIENCIAS EXPERIMENTALES  
Y TECNOLOGÍA**

**GRADO EN INGENIERÍA DE MATERIALES**

**Curso académico 2023/24 Trabajo Fin de Grado**

**Influencia del Itrio en solución sólida sobre los  
mecanismos de deformación de aleaciones de  
magnesio**

**Julia López Juste**

**TUTORES: GERARDO GARCÉS PLAZA (CENIM-CSIC)  
VICTORIA BONACHE BEZARES (URJC)**

**Matemática Aplicada, Ciencia e Ingeniería de los  
Materiales y Tecnología Electrónica**

**Julio 2024**

# ÍNDICE

1. RESUMEN Y OBJETIVO .....	1
2. INTRODUCCIÓN .....	2
2.1. Metales HCP.....	3
2.2. Mecanismos de deformación.....	4
2.2.1. Deslizamiento de dislocaciones.....	4
2.2.2. Maclado .....	5
2.2.2.1. Efecto de las maclas en la deformación .....	9
2.3. Aleaciones de magnesio con Tierras Raras.....	11
2.4. Envejecimiento dinámico por deformación .....	14
3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	18
3.1. Fabricación de las muestras .....	18
3.2. Caracterización microestructural .....	19
3.2.1. Difracción de electrones retrodispersados (EBSD) .....	19
3.2.2. Difracción de radiación sincrotrón durante ensayos in-situ de compresión .....	19
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....	23
4.1. Microestructura .....	23
4.2. Propiedades mecánicas.....	27
4.2.1. Variación de las deformaciones internas elásticas .....	30
5. CONCLUSIONES .....	49
6. BIBLIOGRAFÍA .....	50

# 1. RESUMEN Y OBJETIVO

Por su baja densidad, las aleaciones de magnesio han despertado un gran interés debido a su potencial para reducir el peso y aumentar la eficiencia de diversos componentes en diferentes sectores industriales. No obstante, su uso en aplicaciones estructurales ha sido limitado por varios factores como su escasa resistencia mecánica, baja ductilidad o resistencia a la corrosión. La adición de tierras raras a las aleaciones de magnesio mejora significativamente su resistencia mecánica, ductilidad, resistencia a la ignición y resistencia a la corrosión.

Este trabajo se ha focalizado en la caracterización mecánica de aleaciones binarias Mg-4%Y (% en masa) a diferentes temperaturas, desde temperatura ambiente hasta los 300°C. El objetivo ha sido profundizar en los mecanismos de deformación de estas aleaciones, para entender el efecto del itrio en solución sólida, especialmente en el mecanismo de maclado, y estudiar su contribución al fenómeno de envejecimiento dinámico por deformación (DSA).

La técnica de difracción (neutrones o sincrotrón) durante un ensayo de deformación in-situ se ha mostrado como una herramienta muy útil para poder entender los mecanismos de deformación en materiales metálicos y materiales compuestos de matriz metálica. Al ser un estudio cuyo proceso es dinámico, especialmente el fenómeno de DSA, las propiedades mecánicas se estudiaron previamente a través de un ensayo por radiación sincrotrón in-situ en tiempo real para observar cómo evolucionan las microdeformaciones de los diferentes picos de difracción durante el ensayo de compresión. El objetivo ha sido la identificación de los diferentes mecanismos de deformación que contribuyen a la macro-deformación plástica de la aleación Mg-4%Y a diferentes temperaturas.

Para entender mejor el efecto de las maclas en el fenómeno de serrado y la influencia del itrio en solución sólida, se estudiaron los diagramas de difracción del pico (0002) y se sugiere que el serrado podría estar relacionado con el anclaje momentáneo de los átomos de itrio en las maclas.

## 2. INTRODUCCIÓN

Las normativas ambientales, cada vez más estrictas, buscan reducir las emisiones de CO<sub>2</sub> causadas por el uso de combustibles fósiles en los diferentes medios de transporte. Esto ha llevado a que las industrias sustituyan el acero en sus componentes estructurales por materiales más ligeros como el aluminio, titanio o magnesio [1-3].

Hay varias maneras de reducir las emisiones, como usar combustibles alternativos y mejorar el diseño aerodinámico de los vehículos. Sin embargo, la estrategia más eficaz ha sido reducir el peso de los vehículos usando aleaciones ligeras. Esto no solo disminuye considerablemente el consumo de combustible, sino también las emisiones de CO<sub>2</sub>, sin importar el tipo de motor que utilice el vehículo [4].

Por eso, el magnesio se ha vuelto una opción muy atractiva. Con una densidad de 1.74 g/cm<sup>3</sup>, el magnesio es considerablemente más ligero que el aluminio (2.7 g/cm<sup>3</sup>) y mucho más que el acero (7.86 g/cm<sup>3</sup>), siendo un 35% y un 75% más liviano, respectivamente. Esto lo convierte en el candidato ideal para reemplazar piezas pesadas en los vehículos. Además, cuando se mezcla con elementos como aluminio, manganeso, zinc o tierras raras, sus propiedades mecánicas mejoran, aumentando su relación resistencia/peso. Esto hace que el magnesio sea especialmente interesante cuando se busca reducir el peso en diversas aplicaciones [5-6].

El aumento del uso del magnesio en diversas industrias dependerá en gran medida de los avances tecnológicos que permitan desarrollar e implementar nuevas piezas hechas con este material, así como del impacto económico relacionado con su desarrollo y de las posibles mejoras en las principales desventajas del magnesio. Estas desventajas son principalmente:

- Alta reactividad en estado líquido (fundido).
- Baja resistencia a la corrosión galvánica.
- Alto riesgo de inflamación a alta temperatura.
- Baja resistencia a la fatiga y la fluencia.
- Baja ductilidad.

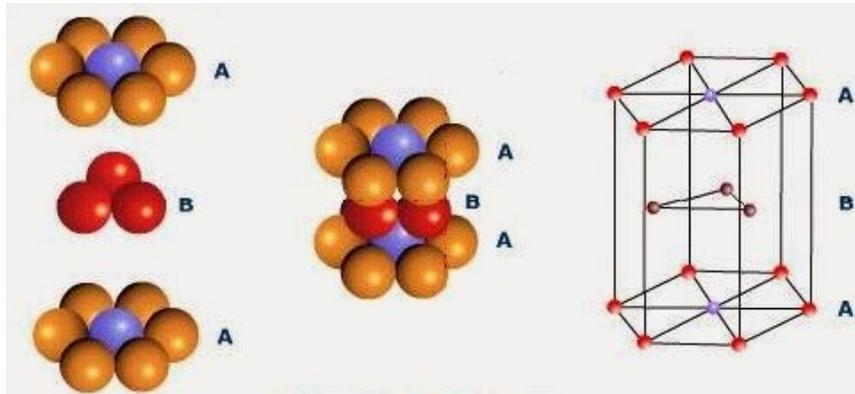
Actualmente, estas desventajas limitan el desarrollo de las aleaciones de magnesio en varios campos. Por lo tanto, es esencial ampliar la investigación en diversas áreas para mejorar su aplicabilidad.

## 2.1. Metales HCP

La mayoría de los metales, cuando se enfrían y solidifican, adoptan una de las tres estructuras cristalinas altamente compactas: cúbica centrada en el cuerpo (BCC), cúbica centrada en las caras (FCC) o hexagonal compacta (HCP).

En las estructuras FCC y HCP, los átomos se disponen de manera que ocupan el mayor espacio posible, logrando así un empaquetamiento máximo. Algunos metales como cadmio, zinc, cobalto, titanio y magnesio tienen una estructura HCP incluso a temperatura ambiente.

En una disposición hexagonal compacta (HCP), la celda unitaria está compuesta por tres capas de átomos dispuestas en un patrón A-B-A, como se puede observar en la **Figura 1**. Las capas superior e inferior tienen seis átomos dispuestos en las esquinas de los hexágonos y uno en el centro de cada hexágono, mientras que la capa intermedia contiene tres átomos colocados entre los átomos de las capas superior e inferior. Esta organización justifica el término "empaquetamiento compacto". De hecho, el empaquetamiento HCP es uno de los dos tipos básicos de empaquetamiento atómico con la densidad más alta.



*Figura 1. Empaquetamiento de la estructura hexagonal compacta (HCP).*

Hoy en día, los metales con estructura HCP se clasifican según la relación entre sus parámetros de red ( $c/a$ ). Esta relación afecta al plano por donde pueden deslizarse las dislocaciones, de manera que, si cambia, la celda unitaria se expande o se contrae, lo que influye en cómo se empaquetan los átomos y en la densidad de los distintos planos dentro de la celda HCP. En el caso del magnesio, su relación  $c/a$  axial es de 1,62, el cual es muy próximo al valor ideal de empaquetamiento 1,6. [5]

## 2.2. Mecanismos de deformación

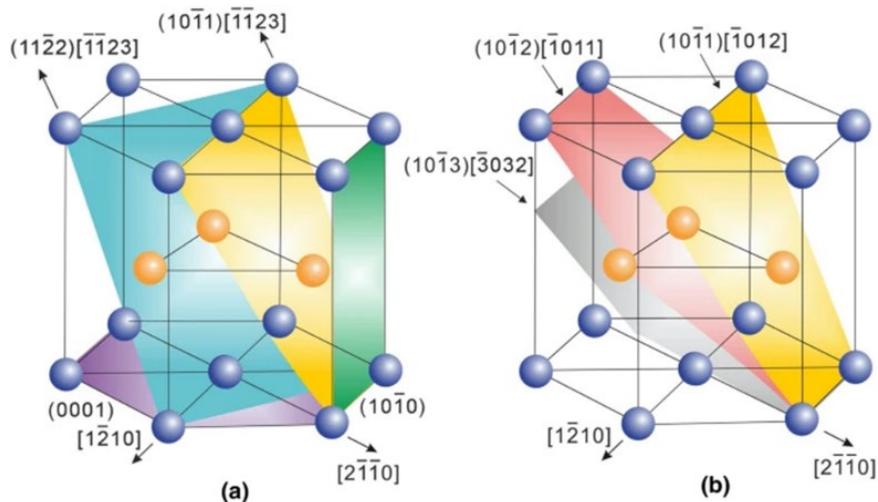
### 2.2.1. Deslizamiento de dislocaciones

La deformación plástica en los metales se produce principalmente por el movimiento de dislocaciones. Este movimiento suele ocurrir en direcciones y planos que tienen una alta densidad de átomos. La activación de un sistema de deslizamiento de dislocaciones depende tanto de un valor umbral, denominado tensión crítica resuelta de cizalla [7], independiente para cada material y sistema, como de la orientación cristalográfica del grano con respecto al eje del esfuerzo. Esta relación se denomina Ley de Schmid.

En la **Tabla 1** se pueden observar cuales son las principales direcciones y planos de deslizamiento en el caso de las aleaciones de magnesio y en la **Figura 2**, los sistemas de deslizamiento.

*Tabla 1. Direcciones y planos preferentes de los principales sistemas de deslizamiento en la red hexagonal de magnesio.*

PLANO	DIRECCIÓN	PLANOS
BASAL	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	(0002)
PRISMÁTICO	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	(10 $\bar{1}$ 0)
PIRAMIDAL	$\langle \bar{1}2\bar{1}2 \rangle$	(1 $\bar{1}$ 01)
	$\langle 11\bar{2}3 \rangle$	(11 $\bar{2}$ 2)



*Figura 2. Sistemas de deslizamiento en la estructura HCP.*

El deslizamiento basal (0002)  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  es el mecanismo de deformación más sencillo de activar, ya que presenta la menor tensión de cizalla crítica a cualquier temperatura (0,5 MPa), dos órdenes de magnitud inferiores que para los sistemas no basales. Sin embargo, según el criterio de plasticidad de Von Mises, se necesitan al menos cinco sistemas de deslizamiento independientes para que ocurra una deformación uniforme [8-10]. En las estructuras HCP, los sistemas de deslizamiento prismático y piramidal tienden a activarse cuando la tensión o la temperatura aumentan.

La estructura HCP del magnesio solo proporciona dos sistemas de deslizamiento independientes en la dirección  $\langle a \rangle$  basal y en los planos prismáticos. El deslizamiento basal, prismático y piramidal de primer orden, ocurre en los planos (0002),  $(10\bar{1}0)$  y  $(10\bar{1}1)$ , respectivamente. Como ha sido comentado previamente, según el criterio de Von Mises, se necesitan cinco sistemas de deslizamiento independientes activados simultáneamente para lograr una deformación plástica uniforme. Debido a esta limitación, el magnesio por sí solo no puede cumplir con los requisitos mecánicos necesarios para aplicaciones estructurales [11].

### 2.2.2. Maclado

En las aleaciones de magnesio, la deformación por maclado juega un papel crucial debido a que su estructura hexagonal compacta (HCP) no permite la activación de varios sistemas de deslizamiento, además del basal. Cuando la tensión aplicada no es suficiente para activar los sistemas de deslizamiento no basales, las maclas permiten la acomodación de la deformación plástica lo largo de la dirección  $\langle c \rangle$ . Durante este proceso, una parte del cristal se reorienta como un espejo de la estructura original, permitiendo que el material se deforme plásticamente. En las aleaciones de magnesio, las maclas suelen activarse al sobrepasar un cierto valor crítico de tensión y dichas deformaciones se suele acomodar en la dirección  $\langle c \rangle$ . La **Figura 3** muestra a escala atómica las diferencias entre el fenómeno de deslizamiento y el de maclado. En ella se indica tanto la dirección como el plano de deformación.

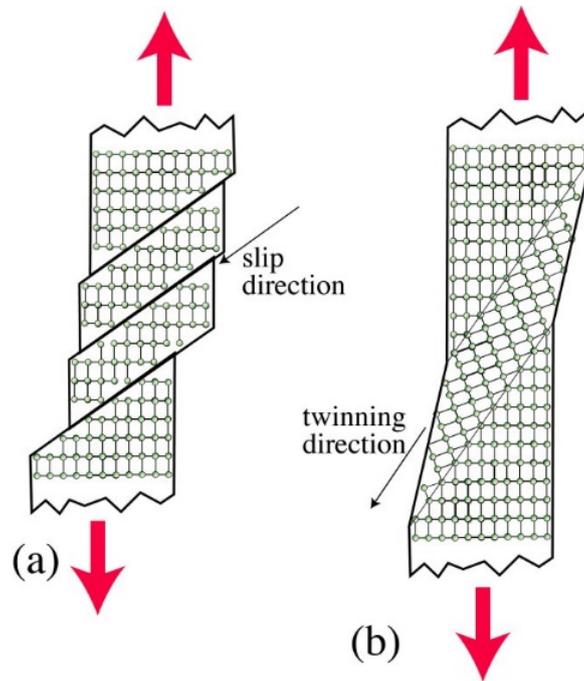


Figura 3. Deformación mediante un **a)** proceso de deslizamiento de dislocaciones y un **b)** proceso de maclado

Los cuatro elementos clave del maclado son los planos y direcciones de macla,  $K_1$ ,  $\eta_1$ ,  $K_2$ , y  $\eta_2$ , y se ilustran en la **Figura 4**.  $K_1$  es el plano fijo donde ocurre el maclado, y  $\eta_1$  es la dirección de la cizalla que provoca el maclado en  $K_1$ .  $K_2$  es el plano conjugado a  $K_1$ . Mientras que  $K_1$  permanece inalterado, el plano  $K_2$  se convierte en  $K_2'$  durante el maclado en la dirección  $\eta_1$ . La línea de intersección entre el plano de cizalla (S) y los planos  $K_2$  y  $K_2'$  son  $\eta_2$  y  $\eta_2'$ , respectivamente.

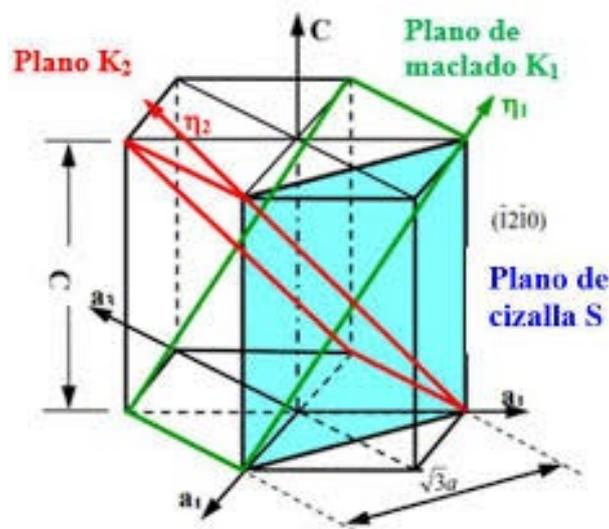


Figura 4. Elementos principales en maclado en el sistema hexagonal.

El proceso de formación de maclas en las aleaciones de magnesio se divide en tres etapas.

- Nucleación: etapa crucial que requiere un esfuerzo considerable, ya que es en este punto donde se originan las maclas, principalmente en las fronteras de grano.
- Propagación: esta etapa corresponde a la expansión del embrión de la macla que ha nucleado en una parte del grano hacia la frontera de grano opuesta. Es la etapa más rápida y está controlada por la minimización de la tensión en la punta de la macla que crece. Al final de esta fase, las maclas son estrechas y largas.
- Crecimiento: una vez que la macla ha llegado a la frontera de grano opuesta, la frontera de macla crece lateralmente hasta que, finalmente, ocupa todo el grano. Es en este punto cuando se puede decir que el grano ha cambiado completamente su orientación [12].

El maclado es una deformación polar, es decir, sólo se activará cuando la tensión resuelta sobre el plano de cizalla sea positiva (sistemas de tensión) o negativa (sistemas de compresión). Mientras que el signo de la tensión resuelta en el plano de cizalla no afecta a la activación de los sistemas de deslizamiento de dislocaciones, la deformación por maclado siempre muestra esta polaridad. Esto significa que, dependiendo de la orientación cristalina respecto a la tensión uniaxial aplicada, ciertos sistemas de maclado solo pueden operar bajo tracción, mientras que otros solo lo hacen bajo compresión (**Tabla 2**) [13].

*Tabla 2. Sistemas de maclado más importantes en las aleaciones de magnesio*

<b>MODO</b>	<b>DIRECCIÓN</b>	<b>PLANOS</b>
<b>TRACCIÓN</b>	$\langle 10\bar{1}1 \rangle$	$(10\bar{1}2)$
<b>COMPRESIÓN</b>	$\langle 10\bar{1}2 \rangle$	$(10\bar{1}1)$

En la **Figura 5** se pueden observar los cuatro sistemas más importantes de maclado en materiales HCP según el valor  $c/a$ , siendo el más favorable el del valor más pequeño. Es por ello por lo que el sistema de maclado en tracción  $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1 \rangle$  es fundamental para la deformación de las aleaciones de magnesio a temperatura ambiente. Cuando este sistema se activa, no solo se produce una deformación plástica, sino que también se provoca una rotación de la red cristalina dentro de la macla, girando aproximadamente  $86^\circ$  en comparación con los planos basales del grano original (**Figura 6**) [14-16].

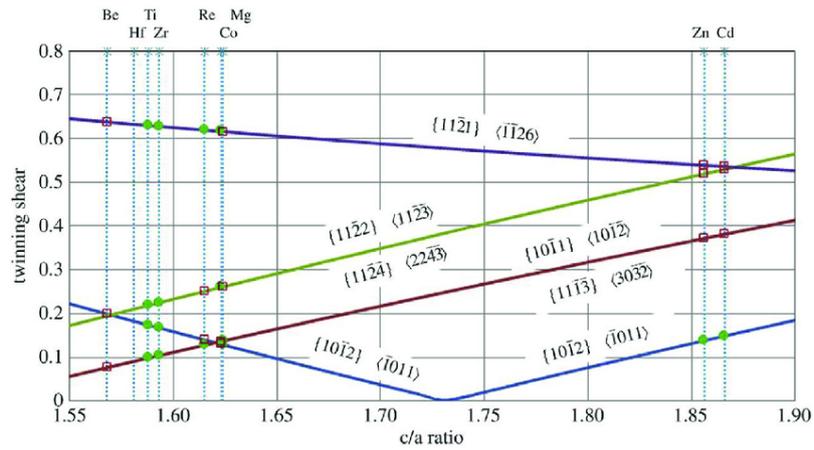


Figura 5. Deformación por cizalla de los sistemas de maclado en sistemas hexagonales en función de la relación  $c/a$ .

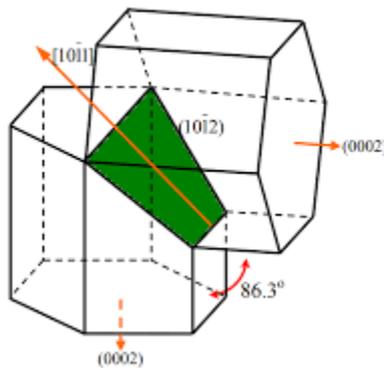
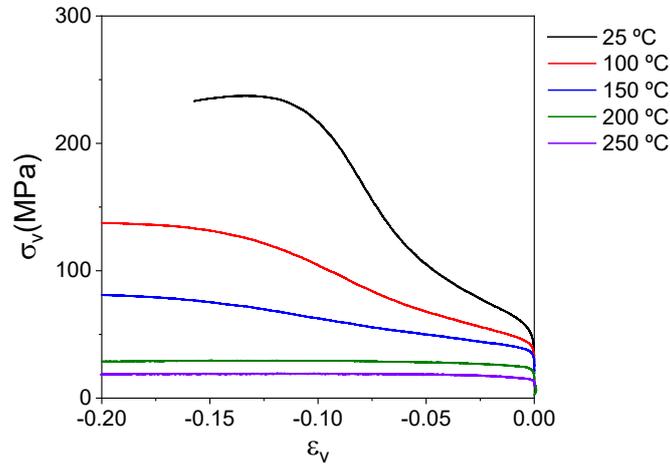


Figura 6. Rotación del sistema producido por la activación del sistema de maclado  $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$

El proceso de maclado se dificulta a medida que disminuye el tamaño de grano, al igual que los sistemas de deslizamiento de dislocaciones. Sin embargo, el sistema de maclado es más sensible a la disminución del tamaño de grano, mostrando un valor de la pendiente de Hall-Petch mayor que los sistemas de deslizamiento de dislocaciones [78]. Además, este proceso también se ve influenciado indirectamente por la composición química de la aleación, ya que los elementos añadidos pueden modificar la textura de la aleación, favoreciendo su segregación en las fronteras de macla. En el caso del magnesio, la matriz no puede acomodar la macla solo con una deformación elástica, por lo que sufre una deformación plástica durante el proceso de maclado [12].

### 2.2.2.1. Efecto de las maclas en la deformación

La curva de compresión en las aleaciones extruidas o laminadas de magnesio tiene una forma sigmoïdal y su aspecto convexo está vinculado al fenómeno de maclado, que ocurre durante la deformación plástica (**Figura 7**) [77].



*Figura 7. Curvas de compresión tensión verdadera- deformación verdadera del magnesio puro extruido a 450°C desde temperatura ambiente hasta 250°C*

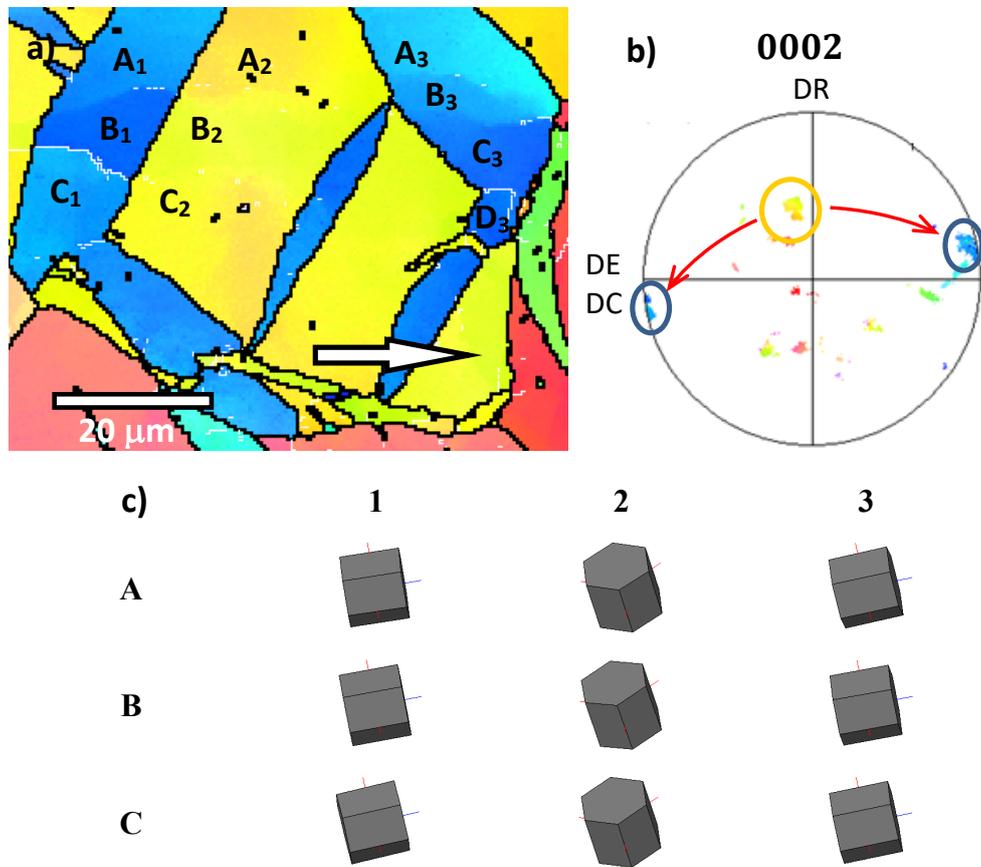
Con la información sobre la orientación cristalográfica entre las maclas y los granos originales de magnesio, es posible identificar el tipo de maclado que se ha activado durante la deformación plástica. La **Tabla 3** presenta la desorientación entre la matriz y las maclas primarias o secundarias [74-76].

*Tabla 3. Desorientación de la matriz y la macla para los sistemas de maclado.*

TIPO DE MACLA	ÁNGULO/EJE DESORIENTACIÓN
$\{10\bar{1}1\}$	$56^\circ \langle 1\bar{2}10 \rangle$
$\{10\bar{1}2\}$	$86^\circ \langle 1\bar{2}10 \rangle$
$\{10\bar{1}3\}$	$65^\circ \langle 1\bar{2}10 \rangle$
$\{10\bar{1}1\} - \{10\bar{1}2\}$	$38^\circ \langle 1\bar{2}10 \rangle$
$\{10\bar{1}3\} - \{10\bar{1}2\}$	$22^\circ \langle 1\bar{2}10 \rangle$

La activación del sistema de maclado  $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$  provoca una rotación de la red cristalina dentro de la macla de 86 grados. La **Figura 8** muestra un detalle de las maclas formadas durante la deformación y la figura de polos (0002) correspondiente a esa imagen. Se puede observar la

rotación causada por las maclas (color azul) provenientes del grano original (color amarillo), que tenía una textura con el plano basal paralelo a la dirección de extrusión.



*Figura 8. a) Mapa orientaciones b) Figura de polos (0002) c) Orientación de la red cristalina de Mg dentro de maclas y los granos originales en diferentes puntos*

Es relevante señalar que dentro de las maclas se pueden distinguir diferentes tonalidades de color. La **Figura 8c** muestra la orientación cristalina de la red hexagonal de magnesio en cada uno de los puntos con tonalidades diferentes. Tanto en la matriz de magnesio como en el interior de las maclas, la red de magnesio está ligeramente rotada. Esta rotación respecto a la orientación inicial se puede observar en la figura de polos, donde la intensidad se extiende a orientaciones cercanas. Este efecto podría ser causado por la activación de un sistema de deformación por dislocaciones dentro de las maclas, lo que provoca una leve rotación de la red cristalina en comparación con la deformación causada por el maclado.

## 2.3. Aleaciones de magnesio con Tierras Raras

Las tierras raras constituyen el grupo 17 de la tabla periódica, más el escandio y el itrio. La adición de tierras raras al magnesio mejora significativamente sus propiedades mecánicas a altas temperaturas, aumenta la temperatura de ignición y su resistencia a la corrosión.

La imagen muestra una tabla periódica de elementos químicos. Los elementos de las tierras raras, que incluyen el Scandio (Sc), el Yttrio (Y) y las series de Lantano (La) y Actinido (Ac), están resaltados con un recuadro rojo. Estos elementos se encuentran en el grupo 17 de la tabla periódica.

Figura 9. Tierras raras en la tabla periódica.

La incorporación de tierras raras en las aleaciones de magnesio ayuda a resolver muchos de los problemas que limitan su uso como materiales estructurales en las industrias automotriz, de transporte y aeroespacial. Las aleaciones de magnesio que contienen tierras raras tienen una resistencia mecánica y a la fluencia superiores en comparación con las aleaciones comerciales tradicionales, gracias a la formación de precipitados estables térmicamente [17-20].

Además, la adición de tierras raras puede mejorar la capacidad de conformado de las aleaciones de magnesio al aleatorizar la textura cristalográfica [21-23].

En las últimas décadas, se han desarrollado nuevas aleaciones de magnesio combinadas con diversas tierras raras como itrio, cerio, gadolinio, lantano, neodimio y disprosio. Estas nuevas aleaciones han mostrado mejoras significativas en sus propiedades tanto a temperatura ambiente como a altas temperaturas en comparación con las aleaciones comerciales tradicionales. Desde el punto de vista comercial, se disponen de varias aleaciones con tierras raras utilizadas principalmente en la industria aeroespacial para aplicaciones especiales tales como las aleaciones WE43 y WE54 (Sistema Mg-Y-Nd), QE22 (Sistema Mg-Nd-Ag), ZE41 (Sistema Mg-Zn-Nd), Elektron 21 (Sistema Mg-Zn-Nd-Gd-Zr) y Elektron 675 (Sistema Mg-Y-Gd-Zr).

Las tierras raras aportan beneficios comunes a las propiedades del magnesio, entre ellos:

- Refinamiento de grano: Muchas tierras raras ayudan a refinar los granos en aleaciones de magnesio tratadas termomecánicamente. Este refinamiento se debe a la segregación de átomos de tierras raras en la interfase de crecimiento líquido/sólido, formando partículas intermetálicas en los límites de grano tras la solidificación. Durante el tratamiento, estos átomos se concentran en las fronteras de los granos, impidiendo su crecimiento y retrasando la recristalización y el crecimiento de grano durante la deformación en caliente.
- Purificación de fundidos: Las tierras raras tienen una mayor afinidad por el oxígeno que el magnesio. Esto significa que reaccionan preferentemente con el oxígeno, evitando que el magnesio se oxide durante la fusión y el proceso de colada. Así, las tierras raras actúan como agentes purificadores, mejorando la calidad del fundido de magnesio.
- Mejora de la resistencia mecánica a temperatura ambiente: Muchos elementos de tierras raras como gadolinio (Gd), itrio (Y) y disprosio (Dy) tienen una notable solubilidad en estado sólido en el magnesio, lo que ayuda a mejorar su resistencia mecánica a temperatura ambiente. En contraste, tierras raras como neodimio (Nd), lantano (La) y cerio (Ce) tienen una solubilidad muy limitada en el magnesio.
- Mejora de propiedades mecánicas a altas temperaturas: Las aleaciones de magnesio con tierras raras destacan por su gran resistencia a altas temperaturas, incluyendo una mejor resistencia a la fluencia. El uso de tierras raras permite el endurecimiento por solución sólida y por precipitación. Las fases intermetálicas que se forman, tienen baja difusividad y buena coherencia con la matriz, y las tierras raras tienen un bajo coeficiente de difusión en el magnesio, lo cual puede ralentizar y elevar la temperatura de recristalización.
- Mejora de la resistencia a la corrosión: Las tierras raras también mejoran la resistencia a la corrosión en las aleaciones de magnesio al interactuar con las impurezas, actuando como depuradores. Además, los potenciales estándar de reducción de los precipitados formados con tierras raras son mayores que los observados en aleaciones comerciales sin tierras raras, lo que contribuye a una mejor resistencia a la corrosión.

El aumento de la resistencia mecánica del magnesio por adición de TR se explica por dos mecanismos:

- Endurecimiento por solución sólida: Cuando hay una diferencia de tamaño entre los átomos de soluto y los de la matriz metálica, se generan campos de tensión adicionales en la red cristalina. Estos campos de tensión restringen el movimiento de dislocaciones a través de la red. Para que las dislocaciones puedan superar estos campos de tensión, se deben aplicar tensiones adicionales. Este fenómeno se conoce como endurecimiento por solución sólida.
- Endurecimiento por precipitación: Las tierras raras con solubilidad limitada tienden a formar segundas fases estables, como intermetálicos, que pueden fijar los límites de grano a altas temperaturas, mejorar la resistencia al creep e incrementar la temperatura de servicio de las aleaciones de magnesio. Durante la deformación plástica, pequeñas partículas o precipitados actúan como obstáculos para el movimiento de dislocaciones, haciendo que la aleación sea más resistente mecánicamente. La resistencia de las aleaciones endurecidas por precipitados depende del tamaño, distribución, fracción en volumen y naturaleza de la interfase precipitado/matriz. También puede ocurrir un endurecimiento por cizalla, cuando las dislocaciones interactúan con los precipitados, alcanzando una tensión de cizalla límite y la energía necesaria para que la dislocación pase a través de la partícula, formando una nueva interfase [21,24]. La secuencia de precipitación del sistema Mg-Y viene definida por [79]:

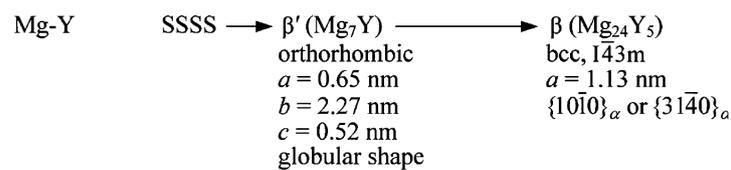


Figura 10. Secuencia de precipitación en el sistema binario Mg-Y.

## 2.4. Envejecimiento dinámico por deformación

El envejecimiento dinámico por deformación (DSA) es un fenómeno en el que los átomos de soluto de una aleación se desplazan y rodean las dislocaciones, lo que ralentiza su movimiento. Esto causa una resistencia variable a la deformación y puede llevar a inestabilidades en el material durante el proceso de deformación, manifestándose como un patrón de serrado en las curvas de deformación [25-29].

El origen del envejecimiento dinámico por deformación (DSA) radica en una inestabilidad durante el flujo plástico de los materiales, que surge de la interacción entre dislocaciones en movimiento y átomos de soluto que difunden. Aunque a veces se asocia indistintamente con el efecto Portevin-Le Chatelier, caracterizado por el serrado en las curvas de deformación plástica, el envejecimiento dinámico por deformación se centra específicamente en el mecanismo microscópico que origina dicho efecto [30].

Este mecanismo de endurecimiento está relacionado con el endurecimiento por solución sólida y se ha observado en diversas aleaciones que contienen átomos intersticiales y de sustitución en estructuras cristalinas BCC, FCC y HCP [31].

Durante la deformación plástica, el movimiento de las dislocaciones ocurre de manera discontinua. En aleaciones endurecidas por solución sólida, el serrado en las curvas de deformación, se atribuye a la difusión de átomos de soluto hacia las dislocaciones. Esta difusión es impulsada por el cambio de energía libre de Gibbs, donde el volumen desplazado ( $V$ ) debido a la diferencia de tamaño entre la matriz y los átomos de soluto, y la presión ( $p$ ) generada por el campo de dislocaciones debido a la deformación, disminuyen la energía total de la red, dificultando el movimiento de las dislocaciones [36,26].

Durante la deformación plástica, los átomos de soluto interactúan con las dislocaciones y, cuando éstas encuentran obstáculos, se detienen temporalmente hasta que acumulan suficiente energía para superarlos. Durante este proceso, los átomos de soluto difunden alrededor de las dislocaciones ancladas, fortaleciendo aún más la resistencia de los obstáculos sobre las dislocaciones. Eventualmente, las dislocaciones superan estos obstáculos al alcanzar un nivel crítico de tensión que les permite desanclarse y avanzar rápidamente hacia el siguiente obstáculo, donde se detendrán y el proceso podría repetirse [33].

La difusión de elementos de soluto alrededor de una dislocación puede entenderse en términos de la energía necesaria para mover un átomo de soluto a través del plano de deslizamiento de la dislocación [34]. Una dislocación genera un campo de tensión: compresión por encima del plano de deslizamiento, debido a la presencia de un plano adicional, y tracción por debajo (Figura 11) [35].

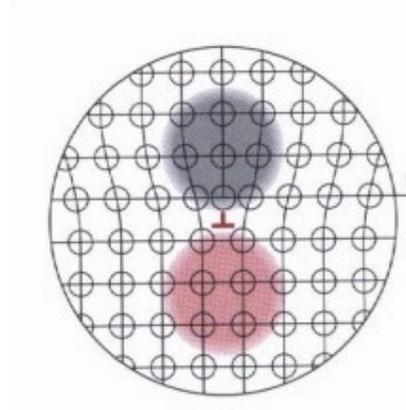


Figura 11. Tensiones asociadas a una dislocación de borde.

Cuando la dislocación se desliza en un plano, se crea una diferencia en las energías de la red a ambos lados de la dislocación. Esto provoca la difusión de átomos de soluto o impurezas intersticiales a través del plano de deslizamiento.

A temperaturas intermedias (100°C-250°C), muchas aleaciones de magnesio binarias y ternarias que contienen tierras raras exhiben serrado o el efecto Portevin-Le Chatelier durante la deformación plástica [36-45].

La **Tabla 4** presenta diferentes trabajos en estas aleaciones de magnesio con adiciones de tierras raras que han observado el fenómeno del envejecimiento dinámico por deformación.

Tabla 4. Sistema de aleaciones de magnesio en las que se ha descrito la presencia del fenómeno de DSA. Valores de los parámetros ( $m+\beta$ ), energía de activación y la causa del fenómeno de DSA si se detalla en la publicación

Sistema	Explicación del DSA	Valores de $m+\beta$ y Energía de activación	Referencia
Md-Y-Nd	Difusión de los átomos de soluto de Ytrio y Neodimio hacia las dislocaciones móviles	$m + \beta = 2,2$ $Q = 75 \text{ kJmol}^{-1}$	[37]

Mg-Gd	Difusión de los átomos de soluto de Gadolinio hacia las dislocaciones móviles	$m + \beta = 2,85$ $Q = 80 \text{ kJmol}^{-1}$	[40]
Mg-Gd-Zn	Fractura de los precipitados con mayor tamaño durante el proceso de deformación plástica	$m + \beta = 2.17$ $Q = 83 \text{ kJmol}^{-1}$	[46]
Mg-Gd-Zn	Difusión de los átomos de soluto de Gadolinio y Zinc hacia las dislocaciones móviles		[47]
Mg-Dy-Zn	- Difusión de los átomos de soluto de Disproseo y Cinc hacia las dislocaciones móviles si la fase LPSO tiene una estructura 18R. - Fractura de las partículas con mayor tamaño durante el proceso de deformación plástica si la fase LPSO tiene una estructura LPSO tiene una estructura 14H.		[44]
Mg-Er	Difusión de los átomos de soluto de Erblio hacia las dislocaciones móviles	$m + \beta = 2,62$ $Q = 78 \text{ kJmol}^{-1}$	[38]
Mg-Gd-(Mn,Sc)	Difusión de los átomos de soluto de Gadolinio, Manganeso y Escandio hacia las dislocaciones móviles.		[39]
Mg-Y-Gd-Zn	Difusión de los átomos de soluto de Gadolinio e Ytrio hacia las dislocaciones móviles Difusión de los átomos de soluto de Gadolinio e Ytrio hacia las dislocaciones móviles. Las dislocaciones móviles deslizan en un canal generado entre precipitados laminares.	$m + \beta = 3$ $Q = 77 \text{ kJmol}^{-1}$ $m + \beta = 4,3$ $Q = 156 \text{ kJmol}^{-1}$	[45]
Mg-Y	Difusión de los átomos de soluto de Ytrio hacia las dislocaciones móviles.		[40]
Mg-Zn-Nd	Difusión de los átomos de soluto hacia las dislocaciones móviles si la aleación está sometida a un tratamiento T4. Disolución de los precipitados si la aleación está sometida a un tratamiento T6	$m + \beta = 1,8$ $Q = 45 \text{ kJmol}^{-1}$ $m + \beta = 2,3$ $Q = 73 \text{ kJmol}^{-1}$	[48]
Mg-Nd-Zn	Difusión de los átomos de soluto de Neodimio y Cinc hacia las dislocaciones móviles.		[80]
Mg-Gd Mg-Ce	Difusión de los átomos de soluto de Gadolinio y Cerio hacia las dislocaciones móviles.	$Q = 78 \text{ kJmol}^{-1}$ $Q = 74 \text{ kJmol}^{-1}$	[41]

Mg-Gd Mg-Ce	Difusión de los átomos de soluto de Gadolinio y Cerio hacia las dislocaciones móviles.	$Q = 73 \text{ kJmol}^{-1}$	[42]
Mg-Nd	Difusión de los átomos de soluto de Nd hacia las dislocaciones móviles.	$m + \beta = 2,5-1.1$ $Q = 85-48 \text{ kJmol}^{-1}$	[49]

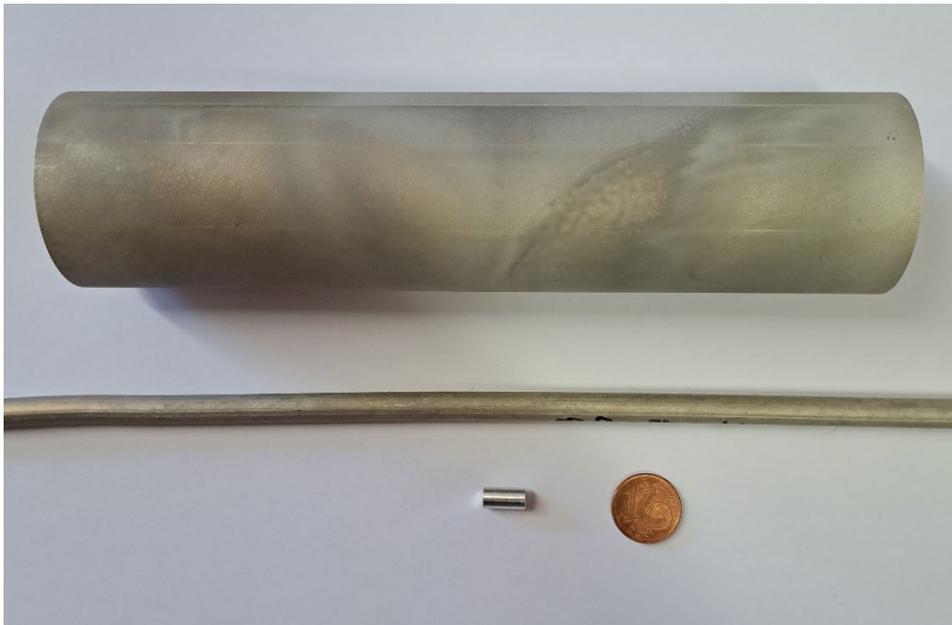
Numerosas teorías han sido propuestas dependiendo de la velocidad de deformación de los ensayos mecánicos. Por un lado, la interacción dinámica entre las dislocaciones, maclas y los átomos de soluto que difunden es comúnmente aceptada para explicar el serrado observado a bajas velocidades de deformación. Por otro lado, a elevadas velocidades de deformación, la aparición de serrado ha sido relacionado a la cizalla de precipitados por las dislocaciones. Algunos estudios correspondientes al mecanismo DSA en las aleaciones de magnesio, han sido llevados a cabo principalmente mediante ensayos de tracción. [50] observó la segregación de átomos de itrio en los límites de macla conllevando a la disminución de la capacidad de amortiguamiento de las aleaciones binarias Mg-Y. Sin embargo, el serrado también ha sido reportado durante ensayos de compresión y torsión [51-52]. Además, la influencia de otros tipos de mecanismos de deformación, como el maclado, en el DSA ha sido raramente estudiado, especialmente, la interacción entre átomos de tierras raras y maclas. Los átomos de tierras raras se segregan en los límites de macla en las muestras deformadas después de tratamientos térmicos estáticos [53-55]. Dicha segregación induce un fuerte efecto de anclaje en los límites de macla, frenando el crecimiento de las maclas durante la aplicación de carga [53].

El fenómeno de DSA por maclado se ha observado también en materiales HCP en monocristales de Ti a una temperatura de  $150^{\circ}\text{C}$  y  $1.66 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  [56]. Hooshmand y Ghazisaeidi [57] han desarrollado un modelo basado en Dinámica Molecular para explicar el fenómeno de DSA en estas aleaciones de Ti donde la deformación esté controlada por la formación y crecimiento de maclas y donde el proceso de interacción de los átomos de soluto sea con las fronteras de maclas. Las simulaciones han demostrado un fuerte endurecimiento por la parada temporal del crecimiento de las maclas debido a la segregación en sus fronteras de los átomos de oxígeno. Esta simulación demuestra que existe un proceso de desanclaje de la frontera de macla.

### 3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

#### 3.1. Fabricación de las muestras

La aleación Mg-4%Y (% en masa) empleada como objeto de estudio fue fabricada mediante fusión y colada en las instalaciones del Helmholtz-Zentrum Hereon GmbH (Geesthacht, Alemania). Siguiendo las normas ASTM, la aleación se denominará a lo largo del trabajo como W4. Del lingote original, se obtuvo un cilindro de 45 mm de diámetro y 180 mm de longitud, el cual fue tratado térmicamente a 520°C durante 8 horas y luego se templó en agua. Finalmente, las muestras se cilindraron para eliminar la oxidación superficial hasta 41 mm para su posterior extrusión en caliente. Dicho proceso de conformado consiste en reducir la sección transversal del bloque de metal forzándolo a través de un orificio de matriz más pequeña con presión alta. El cilindro fue extruido a 450°C en una prensa horizontal disponible en las instalaciones del CENIM, alcanzando una presión máxima en torno a 1100 MPa. La velocidad de extrusión de 0.5  $\text{mms}^{-1}$  con una razón de extrusión de 36:1. Al salir la barra por el orificio de la matriz de extrusión, la barra fue templada tanto con aire comprimido como con agua para mantener el itrio en solución sólida. La **Figura 12** muestra el cilindro original antes de la extrusión en caliente y la barra extruida.



*Figura 12. Cilindro colado antes de la extrusión, barra extruida y probetas de compresión de la aleación W4.*

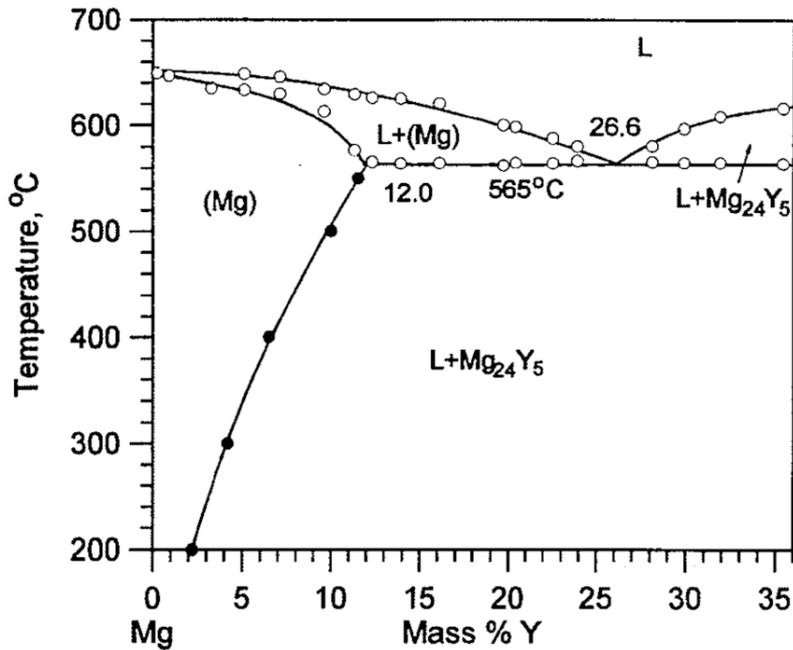


Figura 13. Diagrama de fases Mg-Y en la zona rica en magnesio.

## 3.2. Caracterización microestructural

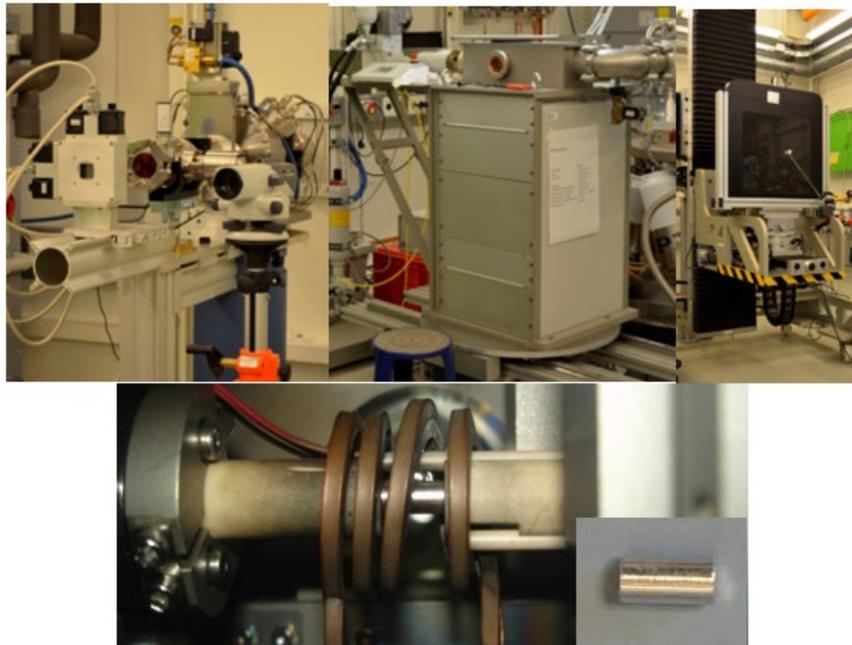
### 3.2.1. Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)

La técnica EBSD se basa en analizar los patrones de difracción de electrones retrodispersados, conocidos como diagramas de bandas de Kikuchi, que revelan la estructura cristalina y la orientación de la región de la muestra donde se generan. Los mapas resultantes muestran las orientaciones cristalográficas (OIM) en la sección de la muestra, paralela a la dirección de extrusión, y proporcionan información sobre la orientación de cada grano analizado. Un triángulo con una leyenda de colores indica la orientación cristalográfica de la red HCP en relación con el plano normal de la muestra. Los diferentes colores en el mapa distinguen las orientaciones cristalográficas.

### 3.2.2. Difracción de radiación sincrotrón durante ensayos in-situ de compresión

Se realizaron los ensayos de compresión a probetas cilíndricas cuyas dimensiones eran 10 mm de longitud y 5 mm de diámetro mecanizadas de la barra de extrusión (**Figura 12**). Durante estos ensayos, se obtuvieron diagramas de difracción en tiempo real para estudiar la evolución de las

deformaciones internas de cada uno de los picos de difracción obtenidos de los granos dentro del volumen medido. El volumen medido está definido por las rendijas secundarias de área  $1 \times 1 \text{ mm}^2$ . Los ensayos se realizaron en la línea P07 de Petra III en el sincrotrón DESY (Deutsches Elektronen-Synchrotron) en Hamburgo (Alemania) utilizando radiación de 100 keV, lo que corresponde a una longitud de onda de 0,0124 nm. Los diagramas de difracción se registraron en una pantalla plana 2D, pudiendo así evaluar las deformaciones elásticas de los granos desde la dirección axial (vector de difracción paralela al eje de compresión y al eje de extrusión) y la dirección radial (vector de difracción perpendicular al eje de compresión). El detector presenta un array de  $2048^2$  píxeles, con un tamaño de píxel efectivo de  $200 \times 200 \text{ }\mu\text{m}^2$ . Para calibrar el sistema se utilizó una muestra de hexaboruro de lantano ( $\text{LaB}_6$ ). La distancia de la probeta a la muestra fue de 1646 mm. Los ensayos de compresión se realizaron utilizando un dilatómetro bajo deformación DIL805A/D de TA Instruments a una velocidad de deformación inicial de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  desde temperatura ambiente hasta  $300^\circ\text{C}$ . Para medir la temperatura se soldó un termopar tipo K en la superficie de la probeta.



*Figura 14. Montaje de la línea P07 de Petra III en el sincrotrón DESY.*

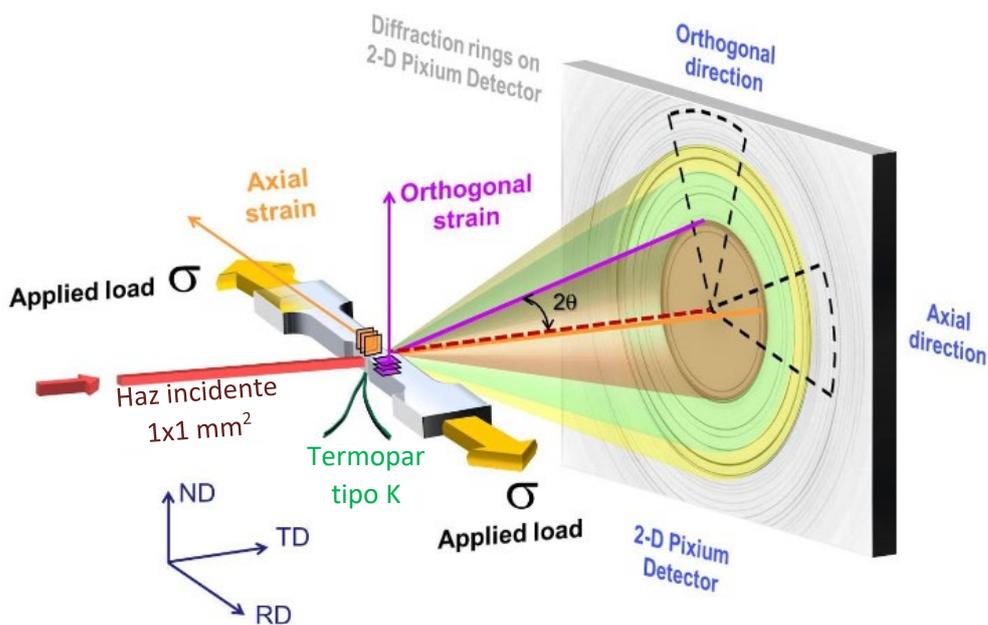
A partir de los anillos de difracción, antes del ensayo, se calcularon los parámetros de red a todas las temperaturas y la textura cristalográfica inicial, mediante un análisis de Rietveld utilizando el programa MAUD [58]. A partir de los anillos de difracción, se obtienen 72 diagramas individuales en función del ángulo  $\varphi$ , mediante el plugin interno del software Image J implementado en

MAUD [59-60], ajustando la red del magnesio con estructura  $\alpha$ -Mg (P63/mmc). Para calcular la textura se utilizó el algoritmo E-WIMV con una resolución de  $5^\circ$

Durante la deformación plástica de los materiales metálicos, especialmente a altas temperaturas, puede ocurrir un proceso de relajación. Además, uno de los objetivos de este trabajo es analizar el fenómeno de serrado que ocurre en tiempos muy cortos. Por eso, los diagramas de difracción se obtuvieron lo más rápido posible (0.5 s). En total, para cada temperatura, se analizaron alrededor de 400 imágenes de difracción.

Los diagramas de difracción son anillos de Debye-Scherrer que permiten obtener información tanto en la dirección axial como en la radial simultáneamente. Luego, se transforman en diagramas de difracción convencionales, que muestran la intensidad y el ángulo  $2\theta$ , usando el software Fit2D [61].

La información en las direcciones axial y radial se obtiene integrando la intensidad de los anillos en cada dirección, respectivamente. Dicho procedimiento se puede observar en la **Figura 15**.



*Figura 15. Modelo de integración de la intensidad de los anillos de Debye-Scherrer en las direcciones axial y radial.*

Cada pico del diagrama de difracción en función del ángulo  $2\theta$  se ajusta utilizando una función tipo Voigt mediante el programa Fit2D. Este ajuste permite obtener la posición del pico, la intensidad integrada y el valor de la anchura a media altura (FWHM) para los picos de difracción  $\{10\bar{1}0\}$ ,  $(0002)$ ,  $\{10\bar{1}1\}$  y  $\{11\bar{2}0\}$  del magnesio.

Las fuentes utilizadas en las grandes instalaciones para realizar ensayos de difracción son los neutrones o la radiación sincrotrón. Cada una de estas fuentes presenta ciertas ventajas e inconvenientes. La difracción de neutrones es ideal para materiales con gran tamaño de grano, como es este caso. Sin embargo, la radiación sincrotrón se prefiere porque el tiempo de medición es mucho menor en comparación con los neutrones, y esto es crucial para evitar la relajación del material debido a la deformación plástica durante el tiempo prolongado necesario para la difracción de neutrones. Esto es especialmente importante a alta temperatura. Además, es importante mencionar que, durante el proceso de formación de las nucleación y propagación de las maclas, su tamaño es ideal para poder seguir su evolución con esta radiación.

El ángulo de difracción  $2\theta$  y la longitud de onda se pueden relacionar con las distancias interplanares de cada plano gracias a la Ley de Bragg:

$$\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad \text{Ec. 1}$$

Las deformaciones elásticas internas de cada familia de planos son los cambios relativos en las posiciones de los picos de difracción debido a la aplicación de una carga:

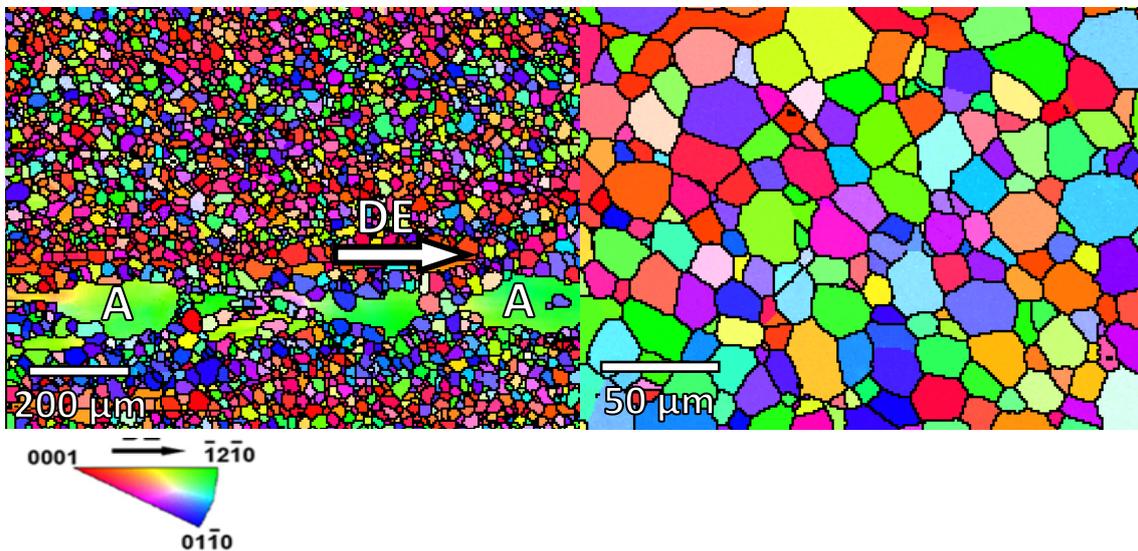
$$\varepsilon_{hkl} = \frac{d_{hkl} - d_{0,hkl}}{d_{0,hkl}} \quad \text{Ec. 2}$$

Donde las distancias interplanares de los planos  $hkl$ ,  $d_{hkl}$  y  $d_{0,hkl}$ , se refieren a sus valores con y sin tensión aplicada. Es importante mencionar que estas deformaciones no se miden en granos individuales, sino en el conjunto de granos cuyos planos  $hkl$  están alineados axialmente (paralelos) o radialmente (perpendiculares) a la dirección de extrusión. Para simplificar, consideramos el valor de  $d_{hkl}$  bajo una tensión de 0 MPa como el valor de referencia para la distancia entre planos,  $d_{0,hkl}$ .

## 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 4.1. Microestructura

La microestructura a lo largo de la dirección de extrusión se muestra en la **Figura 16**. La que resulta tras el proceso de extrusión a 450°C está totalmente recrystalizada con un tamaño de grano equiáxico de  $26 \pm 1 \mu\text{m}$ . No se observó la presencia de segundas fases. Es importante mencionar la aparición de granos alargados en la dirección de extrusión con una longitud en el eje mayor de unos  $200 \mu\text{m}$ . La información obtenida mediante EBSD proporciona también la orientación cristalográfica local del área de estudio.



*Figura 16. Mapa de las orientaciones cristalográficas de la aleación W4 a lo largo de la dirección de extrusión.*

La **Figura 17** muestra la figura de polos  $\{0002\}$  correspondiente a los granos observados en la **Figura 16**. Los granos tienden a orientar durante el proceso de extrusión sus planos basales paralelos a la dirección de extrusión. Aunque, la presencia del ytrio en solución sólida favorece la dispersión de la textura hacia una textura al azar. Es importante señalar, que los granos alargados, exhiben una fuerte orientación, en comparación con los granos equiáxicos recrystalizados.

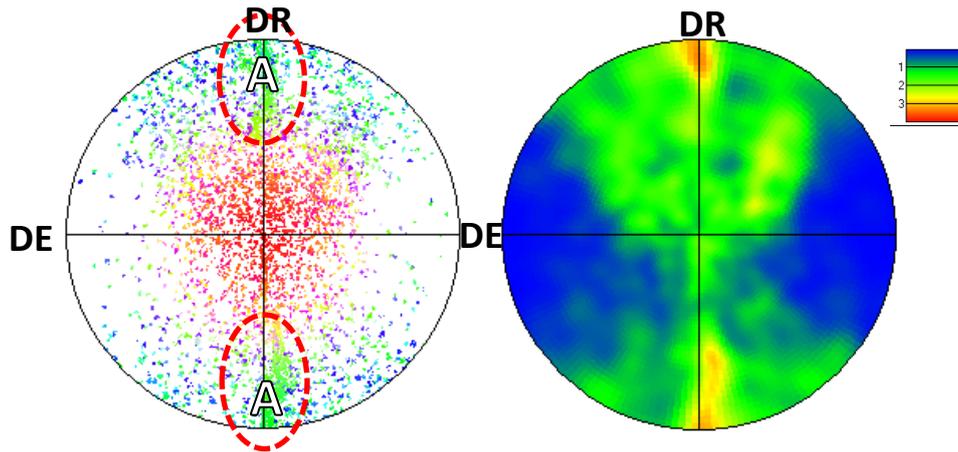


Figura 17. Figura polos (0002). Los círculos rojos corresponden a la orientación de los granos gruesos mostrados en el Figura 8.

A partir de los diagramas de Debye-Scherrer (**Figura 18**) obtenidos durante los ensayos de sincrotrón in-situ, antes de comenzar el ensayo de compresión, es posible calcular los parámetros de red,  $a$  y  $c$ , en función de la temperatura y la textura de la aleación extruida mediante un ajuste de Rietveld utilizando el software MAUD, tal como se explicó en el apartado 3.2.2 del Procedimiento Experimental.

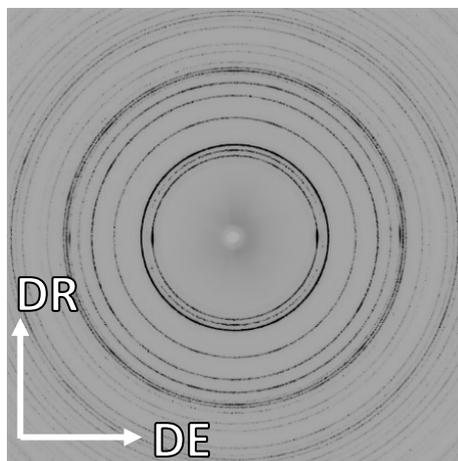


Figura 18. Diagrama de difracción de Debye-Scherrer de la aleación W4 a temperatura ambiente antes del ensayo de compresión.

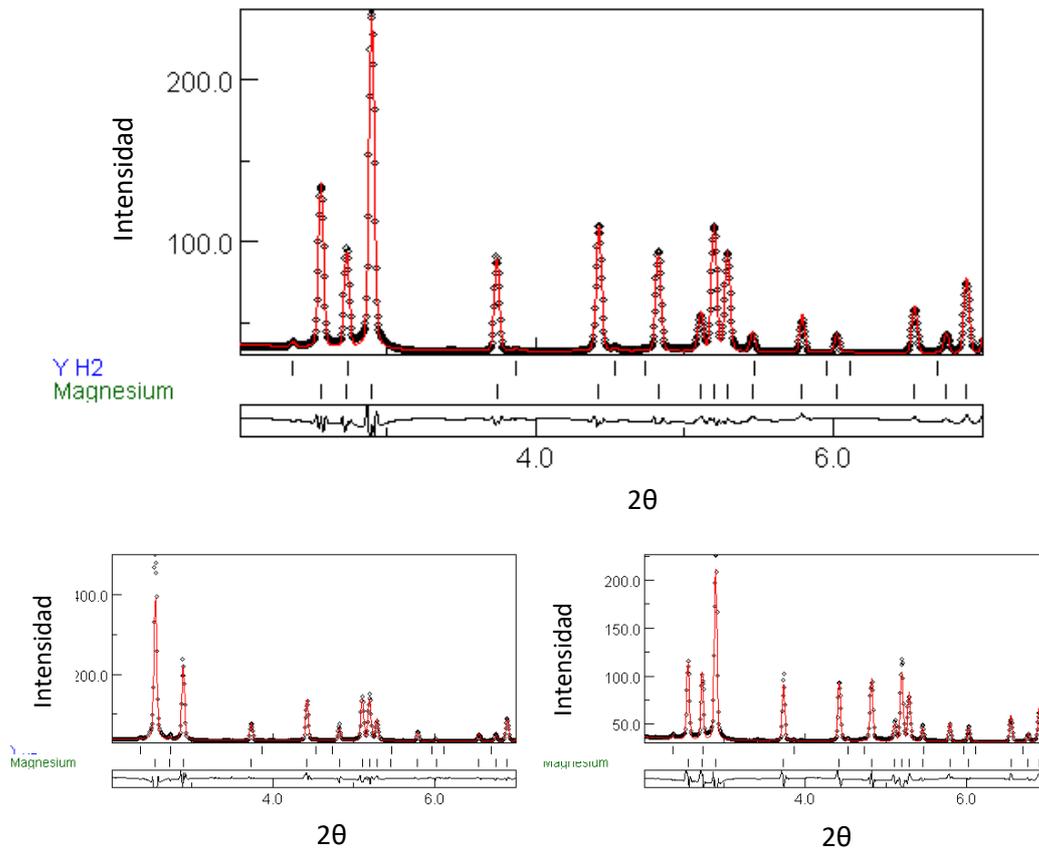


Figura 19. Diagrama de difracción  $2\theta$  y ajuste de Rietveld obtenido a partir de la Figura 18  
**a)** Suma de todos los diagramas **b)** Dirección axial ( $\varphi=0^\circ$ ) **c)** Dirección radial ( $\varphi=90^\circ$ ).

La **Figura 19** como ejemplo, presenta el ajuste de Rietveld para la aleación extruida, que muestra la suma de los 72 cortes en función del ángulo azimutal. En este ajuste, se considera la textura del material, tal y como se puede ver en los ajustes individuales realizados para las direcciones axial ( $\varphi=0^\circ$ ) y radial ( $\varphi=90^\circ$ ).

La **Figura 20** muestra la evolución de los parámetros de red,  $a$  y  $c$  en función de la temperatura. La presencia de itrio en solución sólida dilata ambos parámetros red en comparación con los parámetros de red del magnesio puro [62]. Es importante mencionar que este efecto es más importante en el parámetro  $a$ . De esta manera, la relación  $c/a$  disminuye con la presencia de itrio, lo que implica que la red cristalina se hace más compacta, favoreciendo la activación de más sistemas de deslizamiento no basales, favoreciendo su ductilidad.

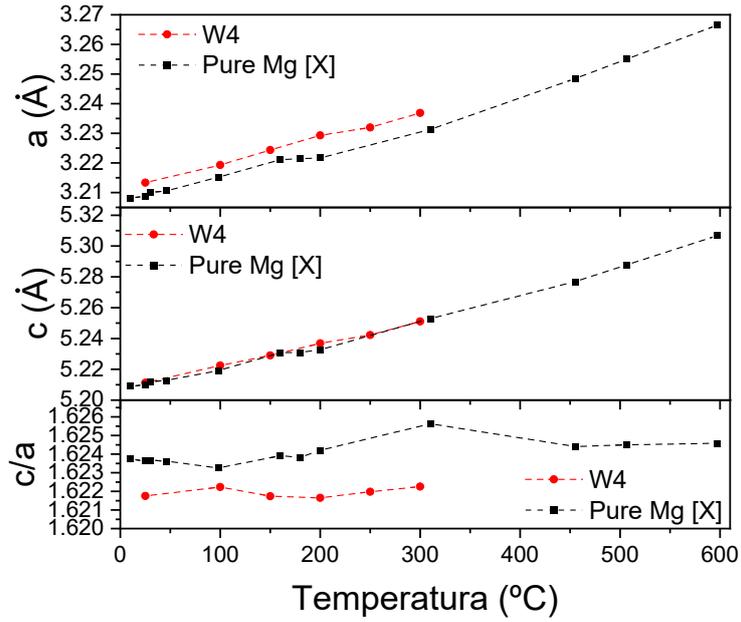


Figura 20. Evolución parámetros de red y de la relación  $c/a$  en función de la temperatura de la aleación W4 y el magnesio puro.

A partir de la evolución de los parámetros de red en función de la temperatura, es posible calcular el coeficiente de dilatación térmica de los parámetros de red, obteniendo un valor medio de  $26.75 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ . Este valor es similar al del magnesio puro ( $26 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ ) [62].

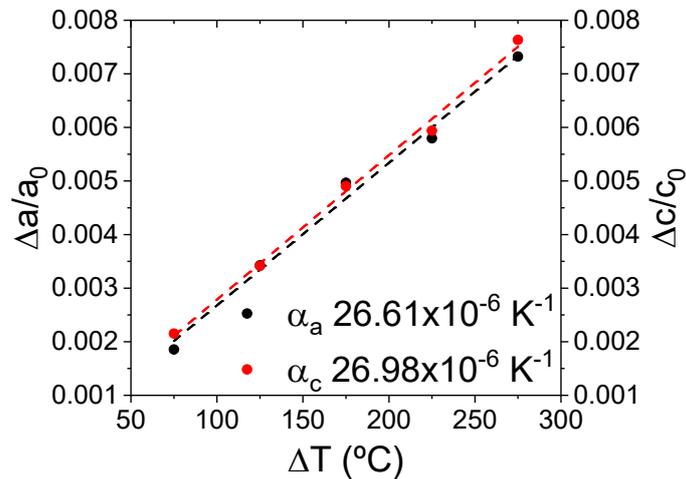
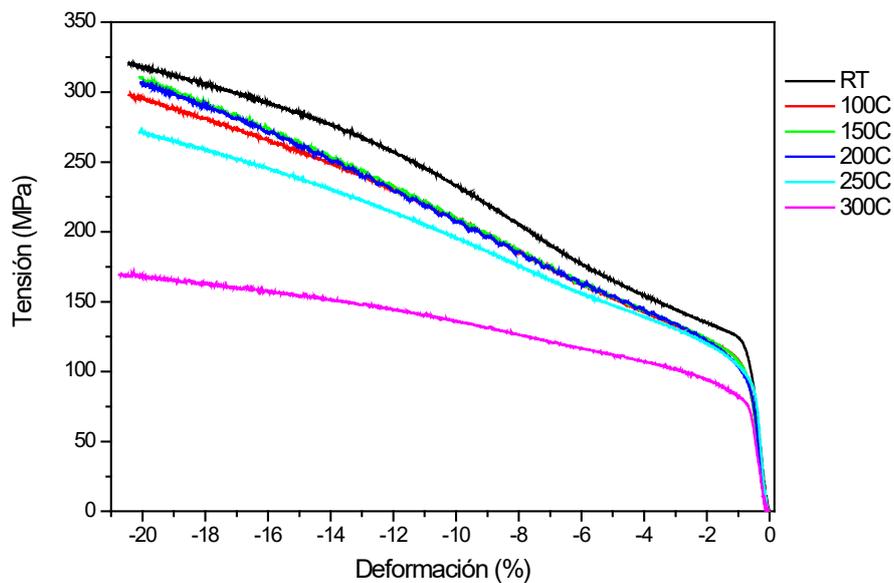


Figura 21. Incremento de los parámetros de red de la aleación W4 extruida en función del incremento de la temperatura.

## 4.2. Propiedades mecánicas

La **Figura 22** muestra las curvas de compresión obtenidas durante en el ensayo de difracción in-situ desde temperatura ambiente hasta 300°C. La forma de curva muestra un comportamiento sigmoïdal típico de la deformación por maclado, el cual se va suavizando a medida que aumenta la temperatura. Es importante mencionar, que la forma sigmoïdal no es tan acusada como en el caso del magnesio extruido (**Figura 7**) o aleaciones comerciales sin tierras raras extruidas. La **Tabla 5** muestra la evolución del límite elástico en función de la temperatura. A temperatura ambiente, la aleación W4 extruida presenta un límite elástico en compresión de 120 MPa. A 100°C, el límite elástico disminuye ligeramente y se mantiene constante hasta 250°C, donde vuelve a caer a 300°C alcanzado un límite elástico de 77 MPa. La **Figura 23** muestra la comparación del límite elástico en compresión con los datos del magnesio extruido [77]. La presencia del itrio en solución sólida aumenta significativamente la resistencia mecánica del magnesio.



*Figura 22. Curvas de tensión-deformación verdaderas de los ensayos de compresión.*

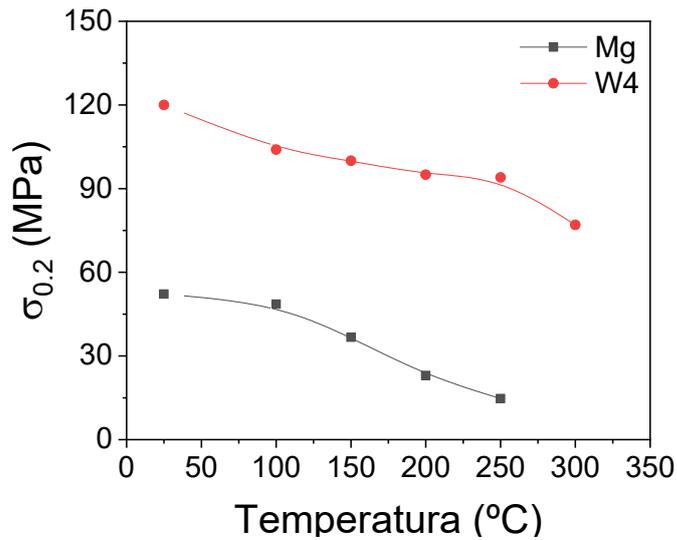


Figura 23. Evolución del límite elástico en compresión con la temperatura de la aleación W4 extruida y el magnesio extruido.

Tabla 5. Variación del límite elástico con la temperatura.

TEMPERATURA	LÍMITE ELÁSTICO (MPA)
RT	120
100°C	104
150°C	100
200°C	95
250°C	94
300°C	77

A partir de las curvas de compresión, es posible evaluar la curva de endurecimiento definida por la ecuación:

$$\theta = \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \quad \text{Ec. 3}$$

La **Figura 24** muestra las curvas de endurecimiento de la aleación W4 obtenidas a partir de las curvas de compresión de la **Figura 22** desde temperatura ambiente hasta 300°C. Tras el límite elástico, donde presenta un valor elevadísimo, el endurecimiento decae rápidamente hasta alcanzar el mínimo que se mantiene hasta el 2% de deformación. Inmadoust y col [63] denominan esta zona como Región I. A partir de esta deformación, el endurecimiento aumenta hasta alcanzar un máximo al 7% de deformación. Esta segunda zona se denomina Región II. La interacción de las fronteras de maclas  $\{10\bar{1}2\}$  con las dislocaciones tipo  $\langle a \rangle$  y/o  $\langle c+a \rangle$  causan el

aumento del endurecimiento de la región II [64-65]. Tras este valor, el endurecimiento vuelve a disminuir de manera continua hasta el final del ensayo, Región II.

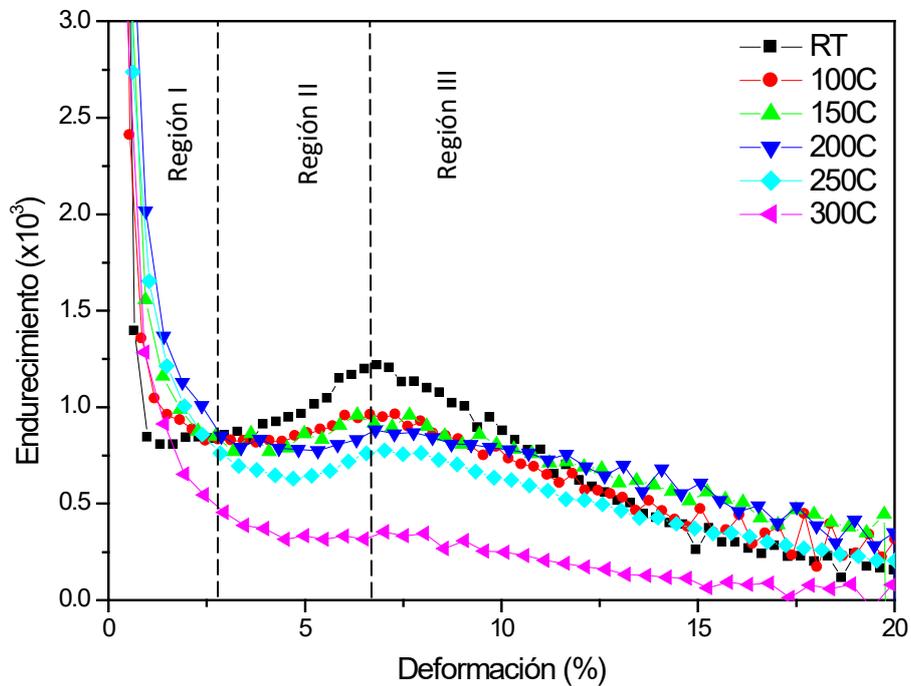


Figura 24. Evolución del endurecimiento durante los ensayos de compresión.

Entre 100°C y 250°C, se observan las mismas etapas que a temperatura ambiente. Sin embargo, las transiciones ocurren a diferente grado de deformación plástica. En la primera etapa, la caída del endurecimiento ocurre más progresivamente desplazando el mínimo endurecimiento a mayores deformaciones plásticas (4,5% a 250°C). Por esta razón, la región I tiende a desaparecer con la temperatura. En la región II, el pico de endurecimiento decrece y se desplaza ligeramente a mayores valores de deformación plástica. Finalmente, en la región III, el endurecimiento decae constantemente. A 300°C, la región II tiende a desaparecer, lo que implica que la deformación por maclado tiende a desaparecer a esta temperatura.

Como se puede observar, a temperaturas intermedias (entre 100°C y 250°C), las curvas de compresión presentan una forma serrada en la zona plástica. Este efecto está asociado con la aparición del fenómeno del envejecimiento dinámico por deformación. En este rango de temperaturas, el límite elástico suele ser constante, como se ha observado en la **Figura 23**.

La deformación a la que aparece el serrado, denominada deformación crítica, depende de la temperatura del ensayo. A mayor temperatura, la deformación crítica disminuye, en acuerdo con la ley:

$$\varepsilon_c^{(m+\beta)} = K \cdot \dot{\varepsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad \text{Ec. 4}$$

Esta relación se describe mediante una ecuación que incluye constantes específicas (K, m y  $\beta$ ), la velocidad de deformación ( $\dot{\varepsilon}$ ), la constante de los gases ideales (R), la temperatura (T) y la energía de activación (Q) del proceso que controla el envejecimiento dinámico por deformación.

El inicio del fenómeno de serrado durante la deformación depende de varios factores. Entre ellos están los parámetros microestructurales, como la densidad de dislocaciones y la concentración de soluto, así como las condiciones del ensayo, como la temperatura y la velocidad de deformación.

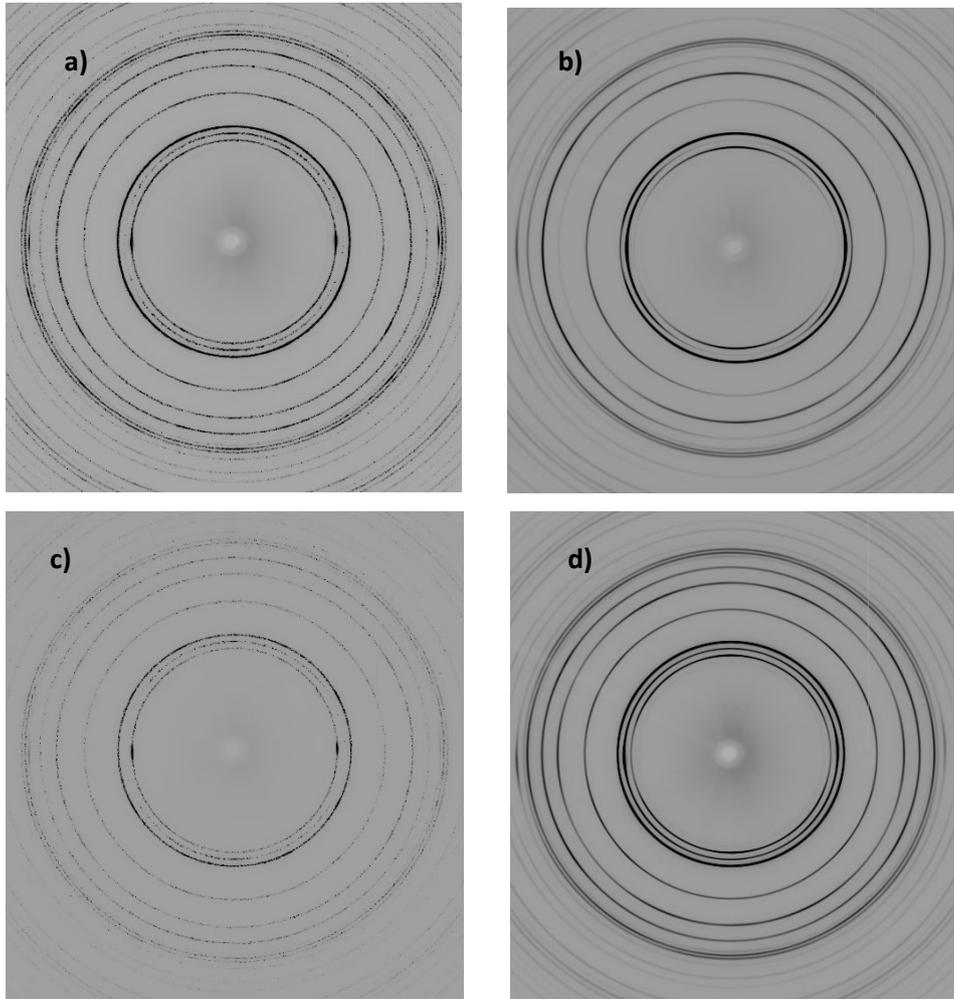
Inicialmente, se pensaba que las vacantes generadas durante la deformación plástica permitían a los átomos de soluto difundirse rápidamente hacia las dislocaciones [66,67], con la energía de activación representando la energía de auto-difusión. Sin embargo, investigaciones más recientes han mostrado que el mecanismo está controlado por la difusión de átomos de soluto a lo largo del núcleo de las dislocaciones en los bosques de dislocaciones. De esta manera, los átomos de soluto viajan más rápidamente hasta las dislocaciones móviles, anclándolas temporalmente. Por tanto, la energía de activación está relacionada con la difusión por el núcleo de las dislocaciones "Pippen Diffusion" [67]. Esta energía es menor que la energía de auto-difusión.

El serrado tiende a desaparecer a altos valores de deformación plástica. La densidad de dislocaciones y/o maclas es tan alta que el efecto de los átomos de itrio no es suficiente para detenerlas.

#### 4.2.1. Variación de las deformaciones internas elásticas

En la **Figura 25** se observan los diagramas de Debye-Scherrer para la aleación extruida antes y después de comenzar el ensayo, a temperatura ambiente y 300°C respectivamente. Antes de iniciar el ensayo, los anillos de difracción presentan numerosos puntos en su interior debido al gran tamaño de grano de estos materiales, como se explicó en el procedimiento experimental.

Conforme aumenta la deformación plástica, los anillos se vuelven más continuos debido a la formación de una estructura deformada dentro de los granos. La intensidad de estos anillos varía según el ángulo debido a la textura de las barras extruidas. A medida que avanza la deformación plástica, la intensidad de los anillos también cambia, lo que indica la evolución de la textura durante el ensayo de compresión.



*Figura 25. Diagramas de difracción de Debye-Scherrer **a,b)** A temperatura ambiente antes y después del ensayo **c,d)** A 300°C antes y después de comenzar el ensayo.*

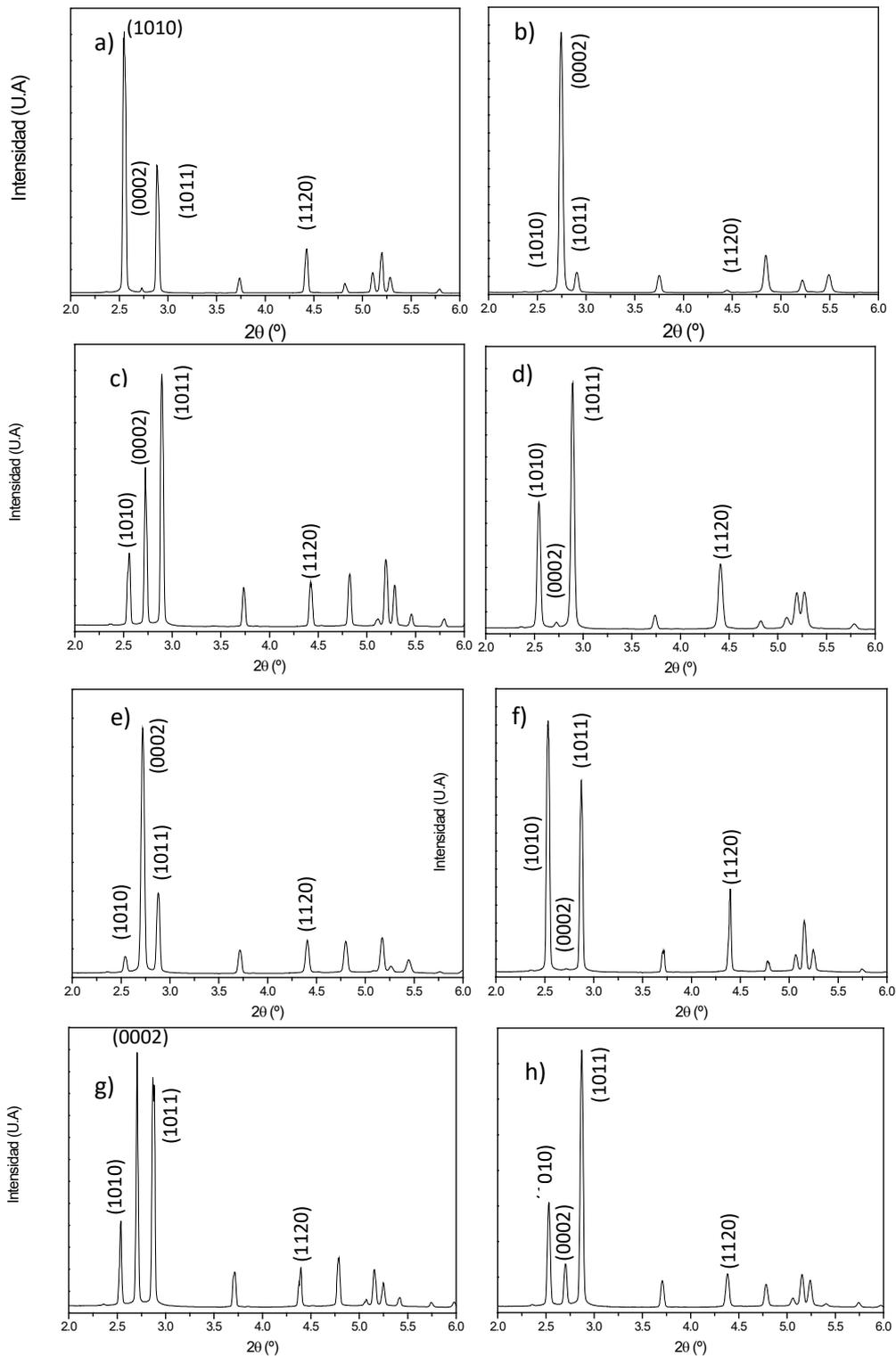
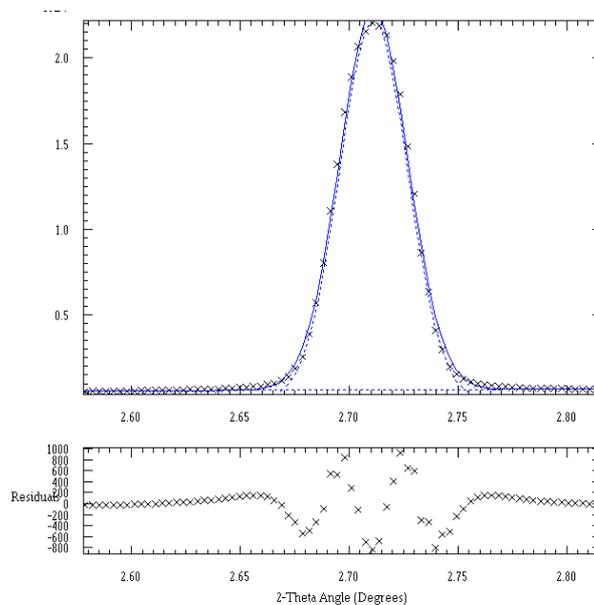


Figura 26. (a-d) Diagrama de difracción en función de  $2\theta$  de la aleación W4 ensayada a temperatura ambiente: **a,b**) Dirección axial antes y después del ensayo. **c,d**) Dirección radial antes y después. (e-h) Diagrama de difracción en función de  $2\theta$  de la aleación W4 ensayada a 300 °C: **e,f**) Dirección axial antes y después del ensayo. **g,h**) Dirección radial antes y después.

Para obtener la información axial y radial de los diagramas de Debye-Scherrer, se integran los diagramas a lo largo de ambas direcciones en un ángulo de  $15^\circ (\pm 7.5^\circ)$ . Las **Figura 26** muestran los diagramas de difracción en función del ángulo  $2\theta$  en las direcciones axial y radial, tanto a temperatura ambiente como a  $300^\circ\text{C}$ . Debido a la textura de las barras, donde los granos están orientados preferentemente con los planos basales paralelos a la dirección de extrusión, el pico más intenso en la dirección axial es el  $\{10\bar{1}0\}$ , mientras que el menos intenso es el  $(0002)$ . Este patrón se invierte en la dirección radial. Tras el ensayo de compresión, el pico de difracción  $(0002)$  aumenta a expensas del pico  $\{1010\}$ .

De cada uno de los picos de difracción se ajustan independientemente utilizando una función tipo Voigth. La **Figura 27**, muestra un ejemplo de ajuste del pico  $(0002)$  de la aleación W4 ensayada a  $300^\circ\text{C}$  al 20% de deformación plástica, justo antes del proceso de descarga, obtenido directamente del software FIT2D.



*Figura 27. Ajuste del pico  $(0002)$  de la aleación W4 ensayada a  $300^\circ\text{C}$  al 20% de deformación plástica.*

La **Figura 28** muestra cómo evolucionan las deformaciones elásticas internas, calculadas con la *Ecuación 2* del procedimiento experimental, en función de la tensión aplicada para los picos de difracción  $\{10\bar{1}0\}$ ,  $(0002)$ ,  $\{10\bar{1}1\}$  y  $\{11\bar{2}0\}$  en la dirección axial. También se incluye la curva de compresión obtenida durante el ensayo in-situ, lo que permite relacionar la evolución de las deformaciones elásticas con las diferentes fases del ensayo. Finalmente, se presenta la evolución de las intensidades de los picos de difracción  $\{10\bar{1}0\}$  y  $(0002)$  en la dirección axial, lo cual ayuda a identificar el inicio y la progresión del proceso de maclado. El resultado de las deformaciones elásticas radiales, que también se han evaluado, proporciona una información similar a la dirección axial. Sin embargo, las variaciones son más pequeñas. Por esta razón, sólo se ha presentado la información en la dirección axial.

Como se ha comentado con anterioridad, el límite elástico de la aleación a temperatura ambiente está en torno a los 120 MPa, lo que implica que, por debajo de esta tensión aplicada, el material está en su zona elástica, cuyo valor de pendiente proporciona el Módulo de Young de cada una de las familias de granos con los planos  $hkil$  perpendicular al eje de compresión. El magnesio es isotrópamente plástico y está bien establecido que la evolución de las deformaciones internas en el régimen elástico sigue la misma pendiente cerca a el módulo de Young (42 GPa) [45,68-69]. Las pequeñas variaciones entre los picos se pueden explicar por el grueso tamaño de grano que resulta en un pico más asimétrico antes de la plasticidad. Una vez sobrepasado el límite elástico, la formación de subgranos y maclas produce unos anillos más refinados.

Cabe destacar que no se han obtenido las deformaciones elásticas del pico de difracción  $(0002)$  en el régimen elástico porque debido a la textura de fibra del material, el pico es muy pequeño y no puede ajustarse sin cometer un error significativo. Sin embargo, una vez que se supera dicho límite, la intensidad del pico aumenta, permitiendo un ajuste más preciso. Para poder obtener el valor inicial de la distancia interplanar de los granos con los planos basales perpendiculares al eje de compresión, se ha utilizado el valor de “d” en la dirección radial y el valor de “d” a partir de los parámetros de red obtenidos en el ajuste de Rietveld, ambos antes de comenzar el ensayo de compresión, y por tanto, sin aplicar la carga. Ambos resultados han mostrado una evolución similar. Por esa razón, para las temperaturas superiores, se mostrará, solamente, el resultado del valor obtenido por el ajuste de Rietveld, el cual tiene en cuenta todas las posibles orientaciones desde la dirección axial a la dirección radial.

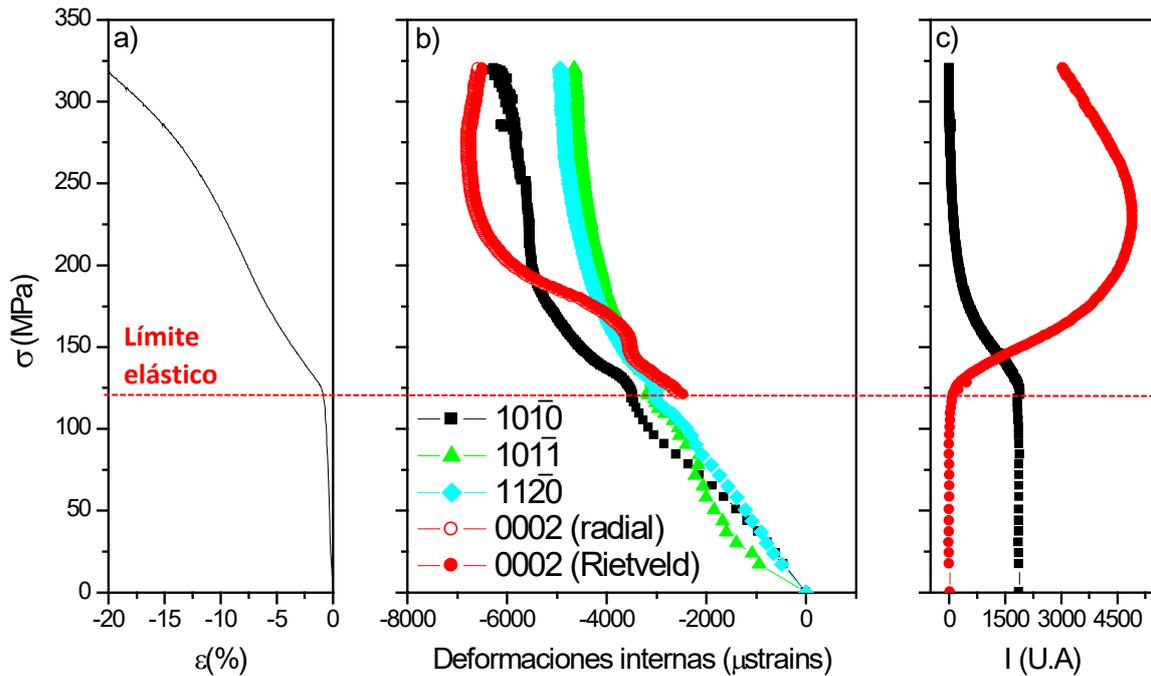


Figura 28. **a)** Curvas de compresión durante el ensayo de difracción in-situ a temperatura ambiente **b)** Evolución de las deformaciones elásticas en la dirección axial de los picos  $\{10\bar{1}0\}$ ,  $\{0002\}$ ,  $\{10\bar{1}1\}$  y  $\{11\bar{2}0\}$  **c)** Evolución de la intensidad integrada de los picos  $\{10\bar{1}0\}$  y  $\{0002\}$ .

En la **Figura 28** se puede observar que los granos orientados con los planos  $\{11\bar{2}0\}$  perpendiculares al eje de compresión, muestran una dependencia lineal entre la deformación elástica y la tensión aplicada en el régimen elástico con una pendiente de 40 GPa. Por otro lado, los granos que están orientados con el plano  $\{10\bar{1}1\}$  perpendiculares al eje de compresión, pierden la linealidad rápidamente. En la bibliografía, algunos autores han reportado la aparición de un “micro-límite elástico”. Estos granos están perfectamente orientados para que se active el deslizamiento de las dislocaciones tipo  $\langle a \rangle$ . La tensión crítica de cizalla para activar este sistema en el magnesio es de 0.5 Mpa [70-72]. Por tanto, es esperable que se active por debajo del límite elástico. Sin embargo, dado que la fracción en volumen de estos granos es pequeña, no controlan la deformación macroscópica del material y es lo que se conoce como “micro-límite elástico” o “micro-yielding” [45,68,73]. Las deformaciones internas de estos granos a mayores tensiones aplicadas son menores que las correspondientes a las otras orientaciones. Sin embargo, en nuestro caso, a mayores valores de tensión, los valores de deformación siguen la misma curva que los granos orientados con los planos  $\{11\bar{2}0\}$  perpendiculares al eje de compresión. Por esta razón, pensamos que los ajustes a bajas tensiones aplicadas no son idealmente fiables.

Por tanto, las deformaciones internas de los granos orientados con los planos  $\{11\bar{2}0\}$  y  $\{10\bar{1}1\}$  perpendiculares a eje de compresión siguen una evolución lineal hasta el límite elástico macroscópico y a partir de este valor, pierden la linealidad, mostrando un comportamiento asintótico hacia un valor de  $-5000 \mu\text{strains}$ . Este hecho implica que estos granos deforman plásticamente. Como se han comentado con anterioridad, los granos orientados con los planos  $\{10\bar{1}1\}$  perpendiculares al eje de compresión, deforman por la activación de dislocaciones en el sistema basal. Sin embargo, los granos orientados con los planos  $\{11\bar{2}0\}$  perpendiculares al eje de compresión, no puede activar el deslizamiento basal y podrán activar el deslizamiento de dislocaciones en sistemas no basales. Es probable que la presencia de itrio en solución sólida aumente la CRSS del sistema basal y disminuya la de los sistemas no basales, favoreciendo la ductilidad en comparación con el magnesio.

La activación del sistema basal está prohibida en los granos orientados con los planos  $\{10\bar{1}0\}$  perpendiculares al eje de compresión ya que el factor de Schmid es cero. Por esa razón, el comportamiento es puramente elástico hasta una tensión de 200 MPa. A partir de esta tensión, la deformación interna permanece constante por la activación de sistemas no basales. Además, estos granos, están perfectamente orientados para la activación del sistema de maclado  $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$ . La rotación producida en estos granos por el maclado produce la aparición del pico (0002).

Por tanto, como la evolución de las deformaciones elásticas en los granos orientados con los planos basales (0002) comienza a evaluarse a partir del límite elástico, la deformación macroscópica está controlada por la activación del maclado. A esta tensión, la intensidad del pico (0002) aumenta progresivamente a expensas del pico de difracción  $\{10\bar{1}0\}$ . Este efecto se debe a la activación del sistema de maclado por tensión  $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$ , lo que hace que el plano basal rote  $86^\circ$  respecto a la orientación inicial del grano. Por esta razón, la información del pico (0002) a partir del límite elástico está directamente relacionada con las maclas que se forman durante el proceso de deformación de la muestra.

Las deformaciones internas en las maclas aumentan linealmente con una pendiente mayor que las deformaciones elásticas en el régimen elástico hasta alrededor de 220 MPa. A partir de esta tensión, la evolución de las deformaciones elásticas es constante y la intensidad del pico (0002) disminuye progresivamente.

Al comienzo de la deformación macroscópica en el límite elástico, se observan fluctuaciones en las deformaciones internas de los picos  $\{10\bar{1}0\}$ ,  $\{10\bar{1}1\}$  y  $\{11\bar{2}0\}$  por la activación del sistema de maclado. Antes de la formación de las maclas, los planos (0002) en la dirección radial están en tracción. Al girar la red cristalina  $86^\circ$ , los planos (0002) perpendiculares a la dirección radial se colocan perpendiculares a la dirección axial donde se está aplicando la tensión de compresión. Se requiere cierto tiempo para que las maclas relajen la tensión de tracción produciendo ciertas fluctuaciones en las orientaciones adyacentes.

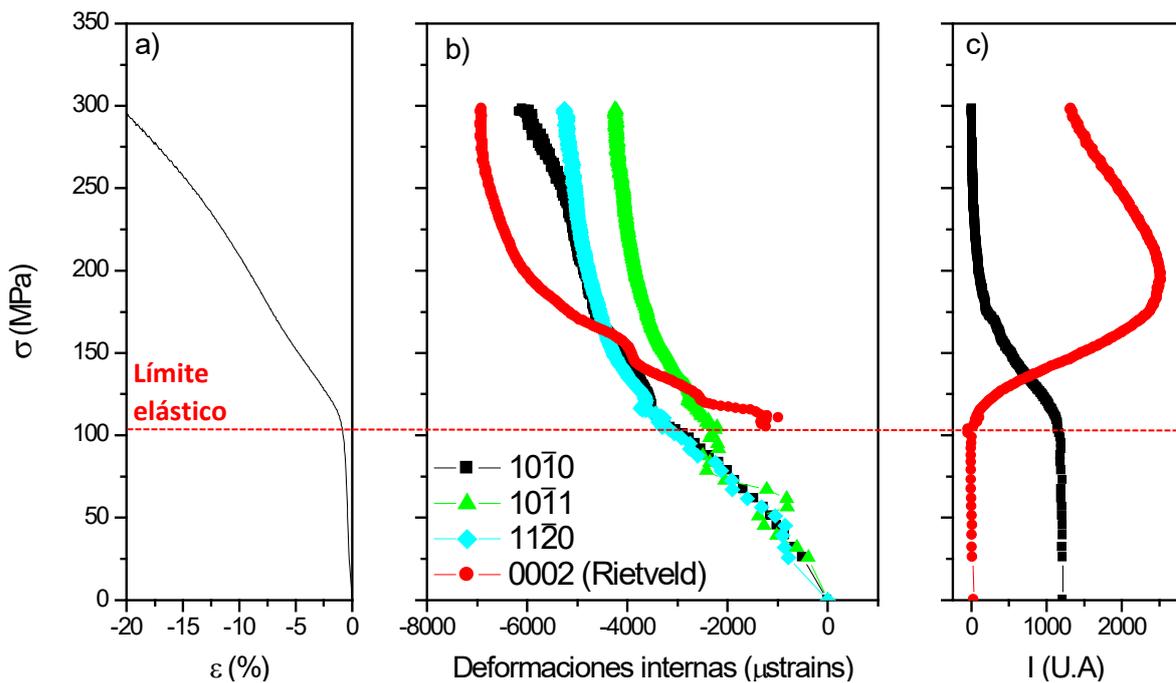
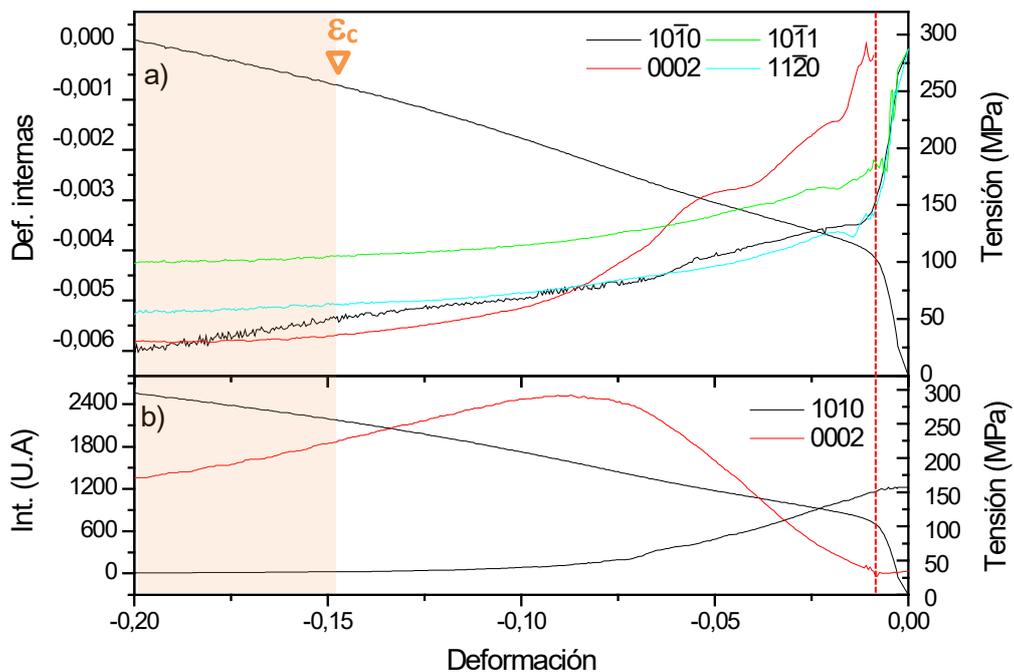


Figura 29. **a)** Curvas de compresión durante el ensayo de difracción in-situ a  $100^\circ\text{C}$  **b)** Evolución de las deformaciones elásticas en la dirección axial de los picos  $\{10\bar{1}0\}$ , (0002),  $\{10\bar{1}1\}$  y  $\{11\bar{2}0\}$  **c)** Evolución de la intensidad integrada de los picos  $\{10\bar{1}0\}$  y (0002).

En la **Figura 29** se presenta la curva de compresión obtenida durante el ensayo in-situ a  $100^\circ\text{C}$ , las deformaciones internas de los picos  $\{10\bar{1}0\}$ , (0002),  $\{10\bar{1}1\}$  y  $\{11\bar{2}0\}$  en la dirección axial y la evolución de las intensidades pertenecientes a los picos  $\{10\bar{1}0\}$  y (0002). El límite elástico a dicha temperatura está en torno a los 104 MPa. La evolución de las deformaciones elásticas es similar al de temperatura ambiente. Sin embargo, los cambios ocurren a menores tensiones aplicadas. Al sobrepasar el límite elástico, la deformaciones internas como la intensidad del pico (0002) aumenta progresivamente hasta 180 MPa, donde las deformaciones internas permanecen constantes alrededor de  $-7000 \mu\text{strains}$  y la intensidad comienza a disminuir.

Al igual a que a temperatura ambiente, la deformación está controlada por la activación del maclado en los granos orientados los planos  $\{10\bar{1}0\}$  perpendiculares al eje de compresión. Al aumentar la temperatura, la CRSS del maclado disminuye y por tanto, disminuye el límite elástico macroscópico.

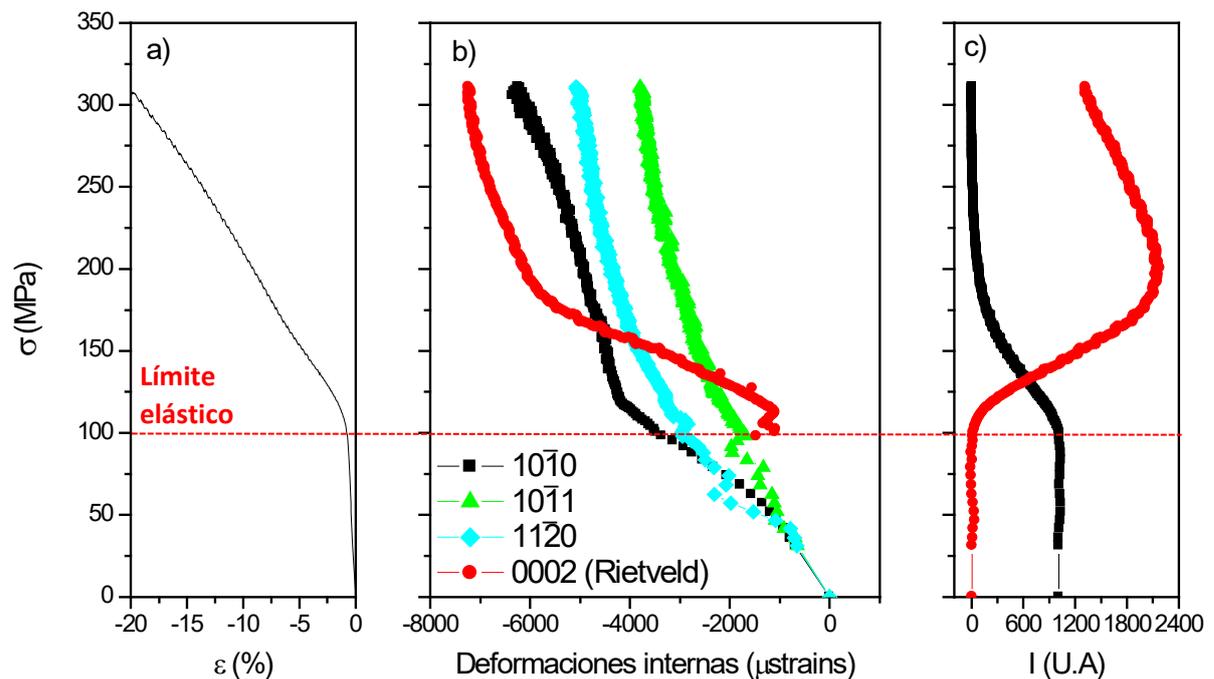
En el caso de la aleación deformada a temperatura ambiente, las deformaciones internas de los granos orientados los planos  $\{10\bar{1}1\}$  y  $\{11\bar{2}0\}$  perpendiculares al eje de compresión seguían el mismo comportamiento. A 100 °C, los granos orientados los planos  $\{10\bar{1}1\}$  pierden la linealidad antes que los plano prismáticos secundarios, los cuales siguen una evolución similar a los granos orientados los planos  $\{10\bar{1}0\}$  perpendiculares al eje de compresión. Este hecho indica que la CRSS para la activación del sistema basal disminuye con la temperatura más rápidamente que los sistemas no basales.



*Figura 30. a) Evolución de las deformaciones elásticas en función de la tensión aplicada en los planos  $\{10\bar{1}0\}$ ,  $\{0002\}$ ,  $\{10\bar{1}1\}$  y  $\{11\bar{2}0\}$  a 100°C b) Evolución de la intensidad integrada de los picos de difracción  $\{10\bar{1}0\}$  y  $\{0002\}$ .*

Alrededor del 15%, en la curva macroscópica de compresión, comienza a observarse la presencia de fluctuaciones asociadas al fenómeno de DSA (**Figura 30**). Para poder estudiar más fácilmente este efecto, es mejor representar la evolución de las deformaciones internas y de la intensidad en la dirección axial en función de la deformación macroscópica.

En principio no existe ninguna diferencia considerable entre ambas maneras de representar los resultados. Es importante que mencionar que a partir de la deformación crítica, se observan ligeras mesetas en la intensidad del pico (0002), lo que es proporcional a la fracción en volumen de maclas. La temperatura es baja para el fenómeno de DSA. Es esperable que sea necesaria una temperatura superior para observar estos efectos de manera mas significativa.



**Figura 31. a)** Curvas de compresión durante el ensayo de difracción in-situ a 150°C **b)** Evolución de las deformaciones elásticas en la dirección axial de los picos  $\{10\bar{1}0\}$ ,  $\{0002\}$ ,  $\{10\bar{1}1\}$  y  $\{11\bar{2}0\}$  **c)** Evolución de la intensidad integrada de los picos  $\{10\bar{1}0\}$  y  $\{0002\}$ .

En la **Figura 31** se presenta la curva de compresión obtenida durante el ensayo in-situ a 150 °C, las deformaciones internas de los picos  $\{10\bar{1}0\}$ ,  $\{0002\}$ ,  $\{10\bar{1}1\}$  y  $\{11\bar{2}0\}$  en la dirección axial y la evolución de las intensidades pertenecientes a los picos  $\{10\bar{1}0\}$  y  $\{0002\}$  . El límite elástico a dicha temperatura está en torno a los 100 MPa. La evolución de las deformaciones elásticas es similar a la de temperatura ambiente y 100 °C. Sin embargo, los cambios ocurren a menores tensiones aplicadas que a ambas temperaturas. A partir del comienzo de la deformación en el límite elástico, la deformaciones internas como la intensidad del pico (0002) aumenta progresivamente hasta 180 MPa, donde las deformaciones internas permanecen constantes alrededor de -6500  $\mu$ strains y la intensidad comienza a disminuir.

Al igual a que a temperatura ambiente, la deformación está controlada por la activación del maclado en los granos orientados los planos  $\{10\bar{1}0\}$  perpendiculares al eje de compresión. Al aumentar la temperatura, la CRSS del maclado continua disminuyendo, aunque es muy similar al de  $100^{\circ}\text{C}$ .

Las deformaciones internas de los granos orientados los planos  $\{10\bar{1}1\}$  y  $\{11\bar{2}0\}$  perpendiculares al eje de compresión tienen el mismo comportamiento que a  $100^{\circ}\text{C}$ . Los granos orientados los planos  $\{10\bar{1}1\}$  pierden la linealidad antes que los planos prismáticos secundarios, los cuales siguen una evolución similar a los granos orientados los planos  $\{10\bar{1}0\}$  perpendiculares al eje de compresión. La pérdida de linealidad ocurre por debajo del límite elástico macroscópico, ocurriendo el fenómeno de micro-límite elástico. La CRSS para la activación del sistema basal disminuye tanto con la temperatura en comparación con el sistema de maclado que se activa a una tensión aplicada de 50 MPa. Sin embargo, la fracción en volumen de los es muy baja por la textura de fibra con los planos basales paralelos a la dirección de extrusión que presenta la aleación extruida.

La plasticidad de los granos orientados los planos  $\{10\bar{1}1\}$  perpendiculares al eje de compresión ocurre al mismo tiempo que el ligero aumento de las deformaciones internas de los granos orientados con los planos  $\{10\bar{1}0\}$  perpendiculares al eje de compresión. Esto ocurre antes de que se active el maclado en estos granos. Por tanto, ante la imposibilidad de la activación de ningún sistema de deslizamiento, estos granos tienen un comportamiento puramente elástico. Agnew y col [64] han denominado estos granos como granos duros, los cuales pueden asumir una carga adicional de los granos donde ocurre la deformación plástica, con un comportamiento similar a un material compuesto, donde los granos con los planos  $\{10\bar{1}0\}$  perpendiculares al eje de compresión tienen el rol del refuerzo. A mayores tensiones, se activan en estos granos sistemas de deslizamiento no basales, y la deformación interna pierde su linealidad a una tensión cercana al límite elástico.

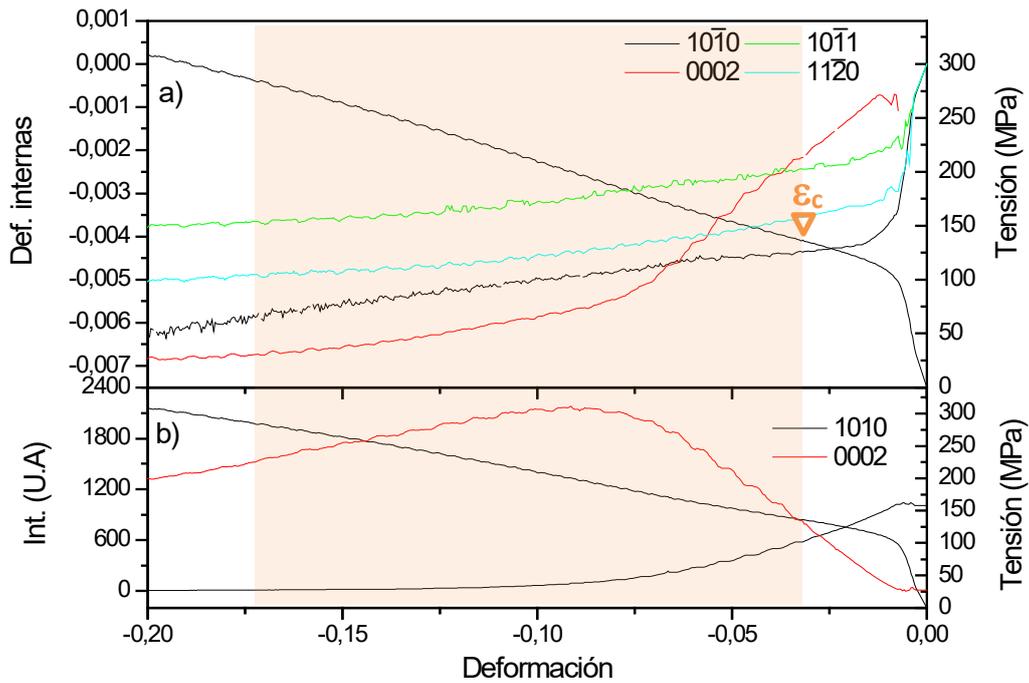


Figura 32. **a)** Evolución de las deformaciones elásticas en función de la tensión aplicada en los planos  $\{10\bar{1}0\}$ ,  $\{0002\}$ ,  $\{10\bar{1}1\}$  y  $\{11\bar{2}0\}$  a  $150^{\circ}\text{C}$  **b)** Evolución de la intensidad integrada de los picos de difracción  $\{10\bar{1}0\}$  y  $\{0002\}$ .

De La misma manera que a  $100^{\circ}\text{C}$ , a  $150^{\circ}\text{C}$  se observa la presencia de serrado que ocurre a una deformación alrededor del 3% y tiende a desaparecer al 17%. A esta temperatura, se observan perfectamente las mesetas no solo en las intensidades correspondientes a los picos de difracción  $\{10\bar{1}0\}$  y  $\{0002\}$ , sino que se observan también en las deformaciones elásticas internas (**Figura 32**).

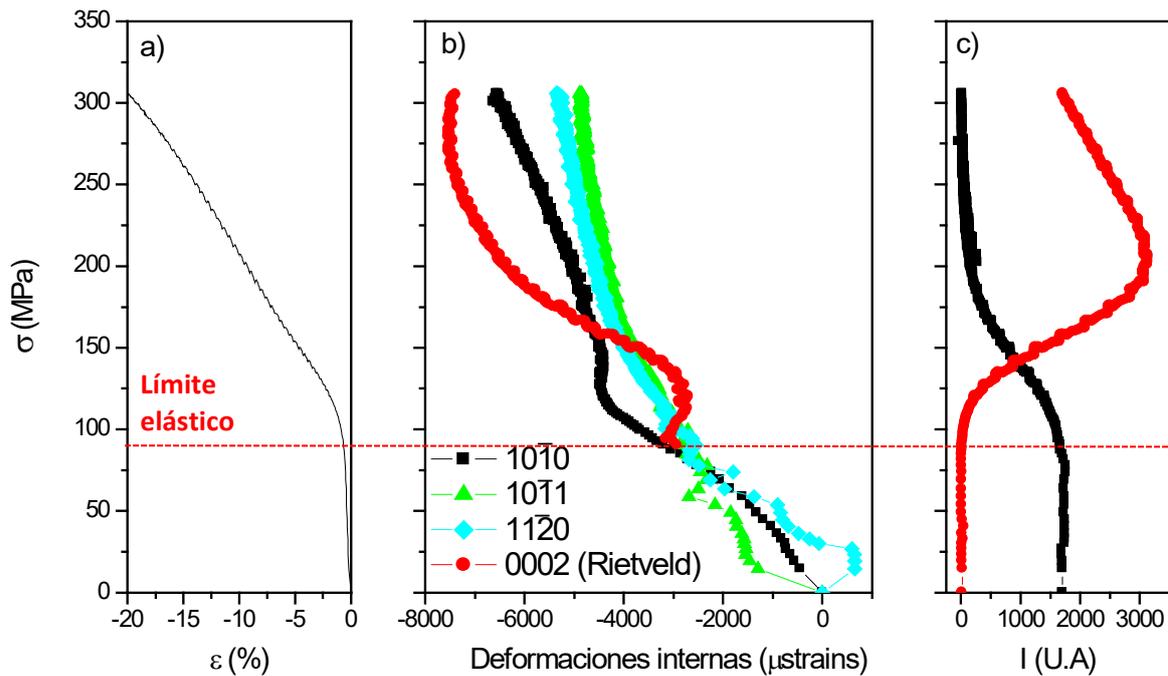


Figura 33. **a)** Curvas de compresión durante el ensayo de difracción *in-situ* a 200°C **b)** Evolución de las deformaciones elásticas en la dirección axial de los picos  $\{10\bar{1}0\}$ ,  $(0002)$ ,  $\{10\bar{1}1\}$  y  $\{11\bar{2}0\}$  **c)** Evolución de la intensidad integrada de los picos  $\{10\bar{1}0\}$  y  $(0002)$ .

En la **Figura 33** se presenta la curva de compresión obtenida durante el ensayo *in-situ* a 200°C, las deformaciones internas de los picos  $\{10\bar{1}0\}$ ,  $(0002)$ ,  $\{10\bar{1}1\}$  y  $\{11\bar{2}0\}$  en la dirección axial y la evolución de las intensidades pertenecientes a los picos  $\{10\bar{1}0\}$  y  $(0002)$ . El límite elástico a dicha temperatura está en torno a los 95 MPa. La evolución de las deformaciones elásticas correspondientes a los picos de difracción  $\{10\bar{1}0\}$ ,  $\{10\bar{1}1\}$  y  $\{11\bar{2}0\}$  es similar a los obtenidos a 150°C.

Sin embargo, las deformaciones elásticas correspondientes a las maclas cambia significativamente. Al igual que en todos los casos anteriores, el comienzo de la deformación macroscópica está controlada por la activación del sistema de maclado de tensión  $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$ . Mientras que, a temperaturas inferiores, las deformaciones internas de las maclas aumentaban linealmente desde el límite elástico, a 200°C, las deformaciones internas se mantienen constante a una deformación de -3800  $\mu$ strains hasta una tensión de 150 MPa. A esta tensión, la deformación interna aumenta linealmente hasta una tensión de 200 MPa, donde la deformación interna tiende a ser constante y la intensidad del pico  $(0002)$  comienza a disminuir.

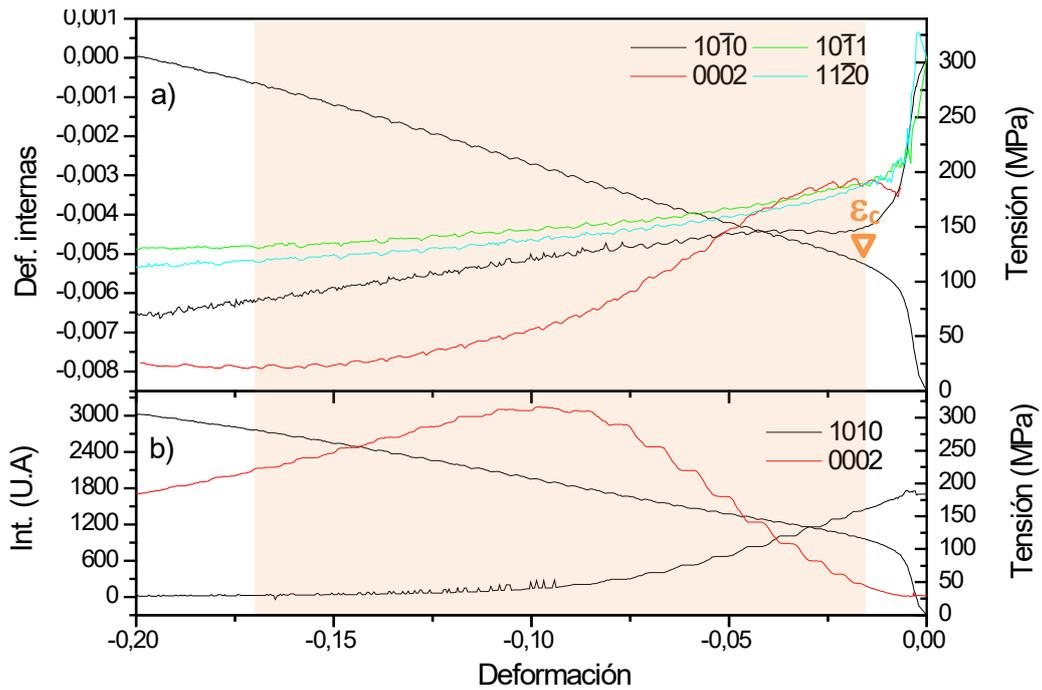


Figura 34. **a)** Evolución de las deformaciones elásticas en función de la tensión aplicada en los planos  $\{10\bar{1}0\}$ ,  $\{0002\}$ ,  $\{10\bar{1}1\}$  y  $\{11\bar{2}0\}$  a  $200^{\circ}\text{C}$  **b)** Evolución de la intensidad integrada de los picos de difracción  $\{10\bar{1}0\}$  y  $\{0002\}$ .

En la **Figura 35** se presenta la curva de compresión obtenida durante el ensayo in-situ a  $250^{\circ}\text{C}$ , las deformaciones internas de los picos  $\{10\bar{1}0\}$ ,  $\{0002\}$ ,  $\{10\bar{1}1\}$  y  $\{11\bar{2}0\}$  en la dirección axial y la evolución de las intensidades pertenecientes a los picos  $\{10\bar{1}0\}$  y  $\{0002\}$ . El límite elástico a dicha temperatura está en torno a los 94 MPa. La evolución de las deformaciones elásticas correspondientes a los picos de difracción  $\{10\bar{1}0\}$ ,  $\{10\bar{1}1\}$  y  $\{11\bar{2}0\}$  es similar a los obtenidos a  $150^{\circ}\text{C}$ . Las deformaciones elásticas correspondientes a las maclas también tiene ciertas similitudes con las curvas a  $150^{\circ}\text{C}$  y  $200^{\circ}\text{C}$ . El comienzo de la deformación macroscópica sigue estando controlada por la activación del sistema de maclado de tensión  $\{10\bar{1}2\} < 10\bar{1}1 >$ . Como a temperaturas inferiores, las deformaciones internas de las maclas aumentan linealmente desde el límite elástico. Sin embargo, a partir de 200 MPa, las deformaciones internas alcanzan un mínimo y disminuyen continuamente hasta el final del ensayo de compresión.

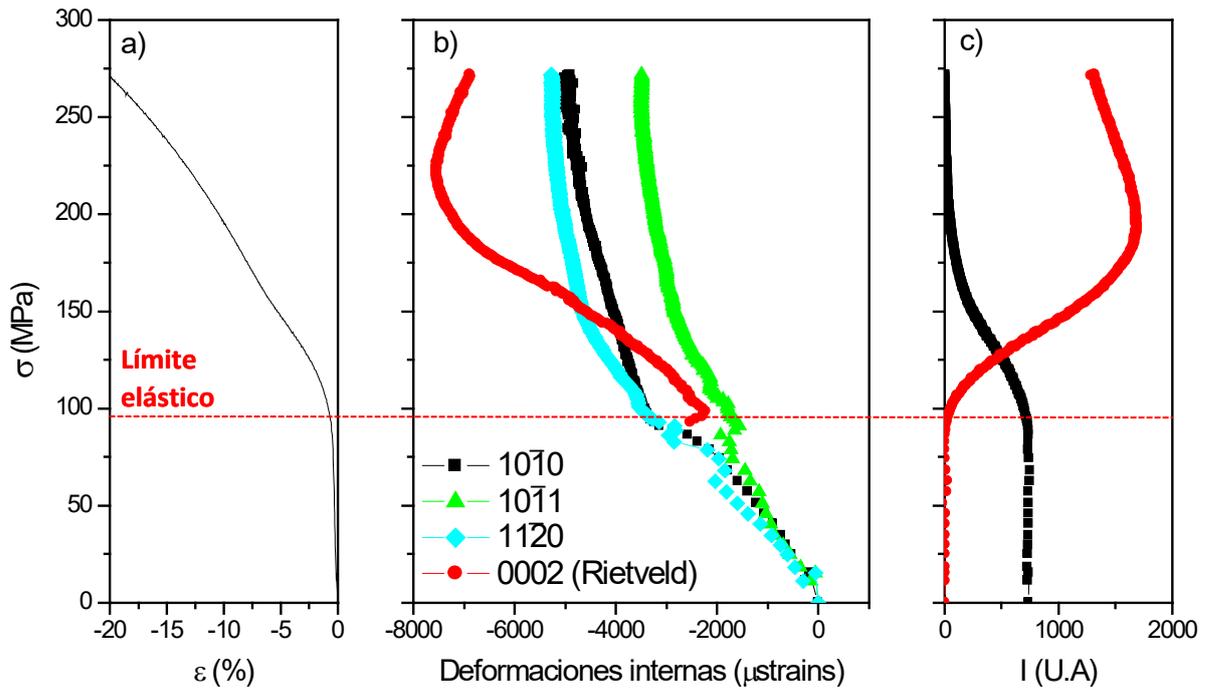


Figura 35. **a)** curvas de compresión durante el ensayo de difracción in-situ a 250°C **b)** evolución de las deformaciones elásticas en la dirección axial de los picos  $\{10\bar{1}0\}$ ,  $(0002)$ ,  $\{10\bar{1}1\}$  y  $\{11\bar{2}0\}$  **c)** evolución de la intensidad integrada de los picos  $\{10\bar{1}0\}$  y  $(0002)$ .

Uno de los factores más importante observados en el caso de 250°C, en comparación con la aleación ensayada a 100°C, 150°C y 200°C, es la desaparición del serrado, aunque el límite elástico es similar. Por otro lado, la curva de la evolución de la intensidad de las maclas en función de la deformación presenta varias mesetas entre el 2 y 5% de deformación (**Figura 36**). Chávez y col. [81]. han demostrado que hay condiciones de temperatura y velocidad de deformación donde no se observa el serrado, pero si existe DSA. El fenómeno del DSA se manifiesta por la presencia del serrado y por el comportamiento inverso de la tensión con la velocidad de deformación.

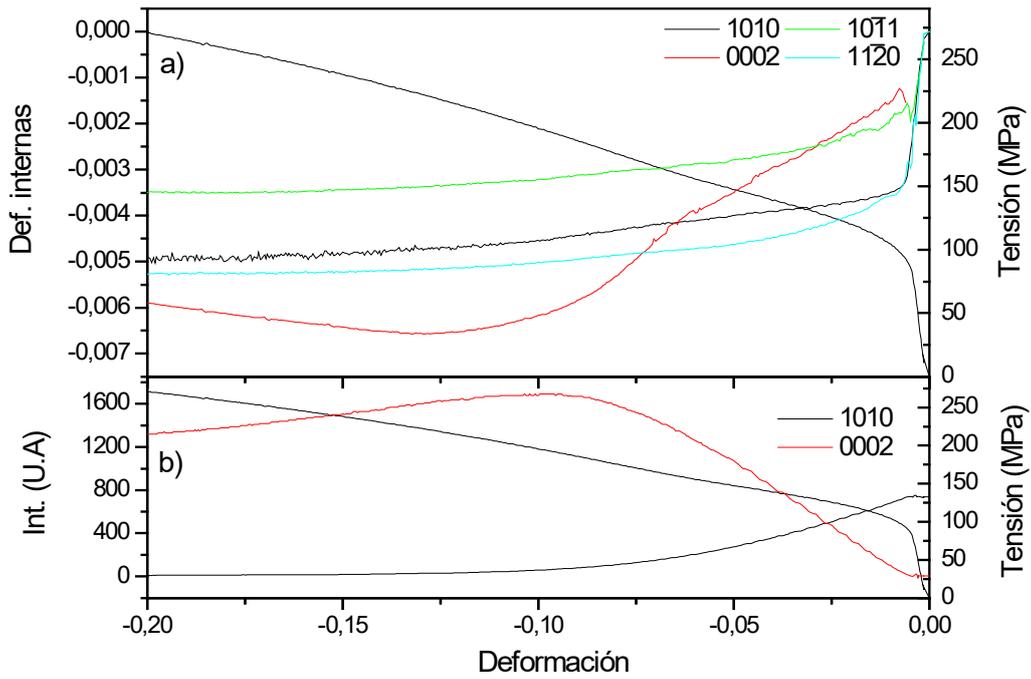


Figura 36. **a)** Evolución de las deformaciones elásticas en función de la tensión aplicada en los planos  $\{10\bar{1}0\}$ ,  $\{0002\}$ ,  $\{10\bar{1}1\}$  y  $\{11\bar{2}0\}$  a  $250^{\circ}\text{C}$  **b)** Evolución de la intensidad integrada de los picos de difracción  $\{10\bar{1}0\}$  y  $\{0002\}$ .

En la **Figura 37** se presenta la curva de compresión obtenida durante el ensayo in-situ a  $300^{\circ}\text{C}$ , las deformaciones internas de los picos  $\{10\bar{1}0\}$ ,  $\{0002\}$ ,  $\{10\bar{1}1\}$  y  $\{11\bar{2}0\}$  en la dirección axial y la evolución de las intensidades pertenecientes a los picos  $\{10\bar{1}0\}$  y  $\{0002\}$ . A esta temperatura, el valor de límite elástico disminuye notablemente hasta los 77 MPa y las deformaciones internas de los picos  $\{10\bar{1}0\}$ ,  $\{10\bar{1}1\}$  y  $\{11\bar{2}0\}$  se mantienen casi constantes. El comportamiento a  $300^{\circ}\text{C}$  es el mismo que a  $250^{\circ}\text{C}$ . Esta temperatura es, normalmente muy alta para la aparición del maclado que tiende a desaparecer por encima de  $275^{\circ}\text{C}$  y, por tanto, el pico  $\{0002\}$  no pudo analizarse en aleaciones de magnesio extrudidas que presentan una fuerte textura de fibra. Sin embargo, en este caso, el comienzo de la macro-deformación está asociado en este caso con la activación del sistema de deslizamiento basal, ya que el aumento de la intensidad del pico  $\{0002\}$  asociado con la generación de las maclas, tiene lugar a una tensión aplicada ligeramente superior al límite elástico.

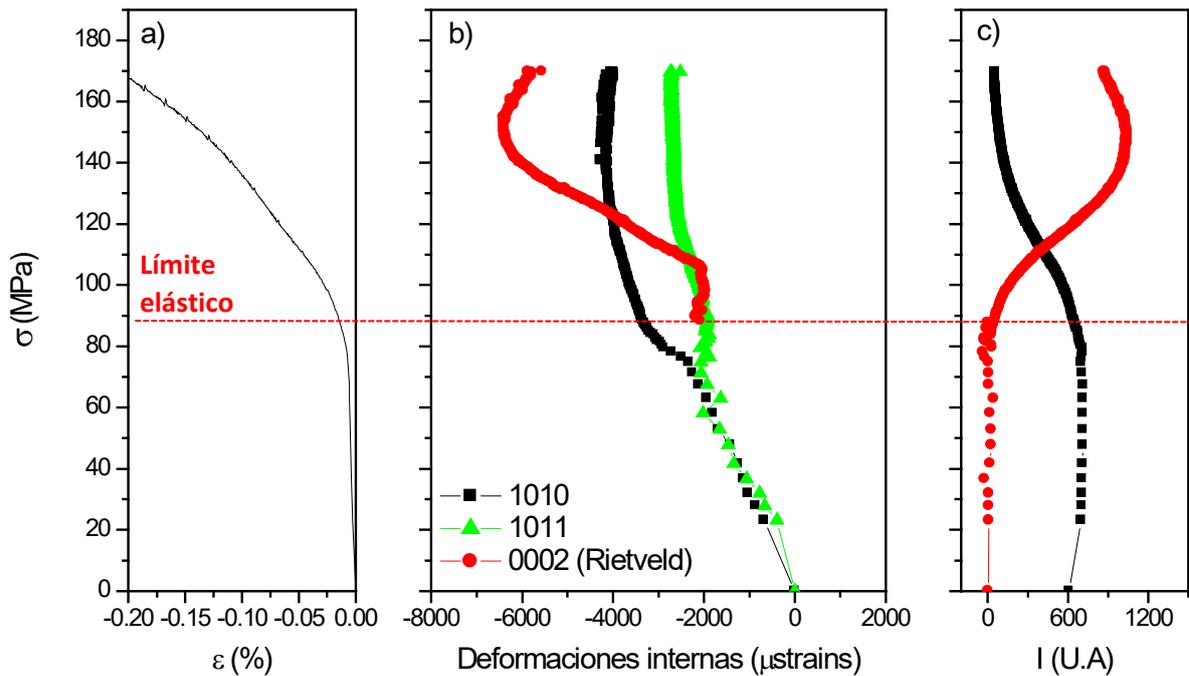


Figura 37. **a)** Curvas de compresión durante el ensayo de difracción in-situ a 300°C **b)** Evolución de las deformaciones elásticas en la dirección axial de los picos  $(10\bar{1}0)$ ,  $(0002)$ ,  $(10\bar{1}1)$  y  $(11\bar{2}0)$  **c)** Evolución de la intensidad integrada de los picos  $(10\bar{1}0)$  y  $(0002)$ .

Durante el proceso de extrusión en caliente, el magnesio orienta sus planos basal paralelos a la dirección de extrusión. Esta textura induce la activación del sistema de maclado  $\{11\bar{2}0\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$  durante un ensayo de compresión a lo largo de la dirección de extrusión. La adición de los átomos de tierras raras a la red de magnesio tiende a disminuir e incluso eliminar esta fuerte textura de fibra. Sin embargo, el procesado utilizado para fabricación de los materiales de este estudio, donde la solubilización del itrio tiene antes del procesado termomecánico, favorece la formación de la textura de extrusión y, por tanto, promueve la activación del sistema de maclado de tracción  $\{11\bar{2}0\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$  tanto a temperatura ambiente como a temperaturas intermedias.

Es esperable que a temperaturas intermedias los átomos de soluto interactúen activamente tanto con las dislocaciones como con las maclas. [82] han descrito la segregación de átomos de itrio en el núcleo de las dislocaciones y en las fronteras de maclas durante el proceso de deformación a temperatura ambiente. En el caso de las maclas, los autores observaron la segregación periódica de columnas ricas en itrio y cluster de tamaño nanométrico. La disposición de segregación observada se atribuyó, desde el punto de vista energético, al hecho de que minimiza la distorsión de la red y está asistida cinéticamente por la interacción dinámica entre los átomos del soluto, los defectos con las dislocaciones y las maclas producidas durante la deformación plástica. Además, los átomos de itrio segregados ejercen un efecto de anclaje

durante el crecimiento de las maclas. Incluso, se ha observado el cambio del mecanismo de macla por este efecto [83]. A medida que se aumenta la temperatura, los átomos de soluto tienen mayor facilidad para su movilidad por la red del magnesio favoreciendo la segregación y, por tanto, el atrapamiento de las dislocaciones y las maclas. Dado que la deformación en este material está controlada por el mecanismo de maclado en todo el rango de temperaturas, es esperable, que el fenómeno del DSA esté controlado por la segregación de itrio en las fronteras de macla.

La segregación de átomos de soluto ocurre principalmente en fronteras de grano y fronteras de maclas [84-87]. En los últimos años se ha mostrado experimentalmente la segregación de diferentes átomos (como RE, Ag, Al, Bi, Ca, Mn, Zn) en las fronteras de maclas que tiene lugar tras un tratamiento térmico en muestras deformadas en compresión o durante un procesado termomecánico [88-93]. Los sitios de segregación del elemento soluto están estrechamente relacionados con el radio de los átomos. El radio atómico del Mg es de aproximadamente 1,6 Å. La **Figura 38** muestra la diferencia de radio atómico entre los átomos de aleación comunes y el átomo de Mg [94]. Los átomos de Ag, Al, Be, Cd, Ga, Ge, Li, Mn, Sb, Si, Sn, Ti y Zn muestran un radio atómico más pequeño que el radio del átomo de Mg, mientras que los átomos de Ca, Pb, In, Tl y las tierras raras. Los átomos (RE, como Ce, Dy, Er, Gd, Ho, Lu, Nd, Sc, Sm, Y, Yb) tienen un radio atómico mayor que el radio del átomo de Mg. Si el radio del átomo segregado es mayor/menor que el del Mg, se le llama átomo "grande"/"pequeño". Los átomos "grandes" tienden a ocupar la "posición de extensión", mientras que los átomos "pequeños" tienden a ocupar la "posición de contracción" en las fronteras maclas para minimizar la energía elástica. [82] demostraron que los átomos de itrio se segregan en maclas de colocaron en posiciones de extensión.

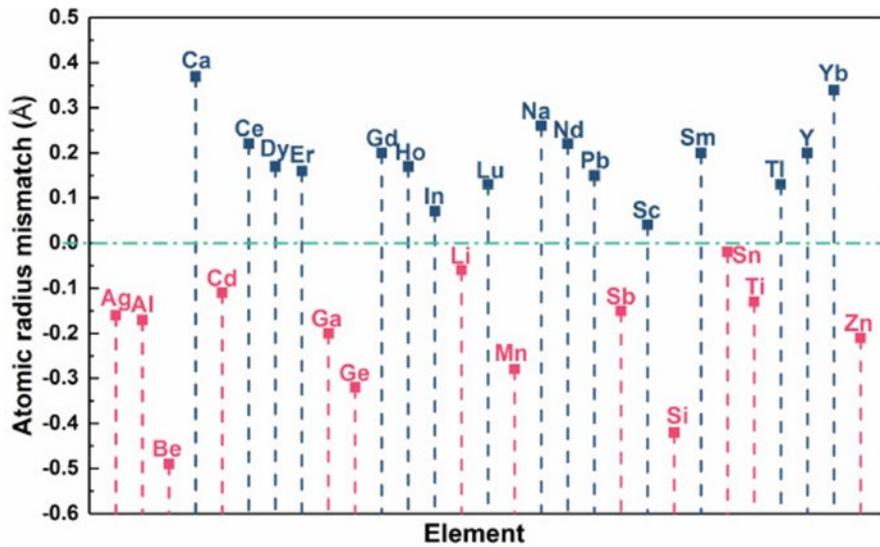


Figura 38

Sin embargo, raramente se ha demostrado la segregación dinámica de los átomos durante un proceso de deformación a alta temperatura. Recientemente, se ha observado la segregación de átomos de gadolinio en las fronteras de macla [77]. Esta segregación generaba una parada temporal de la frontera de macla hasta que la tensión aplicada aumentaba. Este proceso producía la presencia de mesetas en la intensidad del pico correspondiente a las maclas, similares a las observadas en este trabajo. Por tanto, es esperable que los átomos de itrio se segreguen principalmente en las fronteras de macla, produciendo el mismo efecto. Para corroborar esto, será necesario es estudio mediante microscopia de transmisión de alta resolución de la frontera de macla.

## 5. CONCLUSIONES

- Los parámetros  $a$  y  $c$  de la red cristalina del magnesio se incrementan a medida que aumenta la temperatura en las aleaciones tratadas mediante el proceso de fabricación descrito en este trabajo. Este proceso incluye una colada inicial, seguida de un tratamiento térmico de solubilización a 520 °C durante 8 horas, luego una extrusión a 450 °C y, finalmente, un temple inmediato tras la extrusión. El parámetro  $a$  muestra un mayor aumento, lo que resulta en una disminución significativa de la relación  $c/a$ . Estos resultados confirman que los átomos de itrio están homogéneamente distribuidos en solución sólida dentro de la matriz de magnesio.
- La resistencia mecánica de las aleaciones binarias de Mg-Y aumenta en todo el rango de temperaturas estudiado. El principal mecanismo de refuerzo, especialmente a temperatura ambiente, es la solución sólida de los átomos de soluto en la matriz de magnesio.
- La técnica in-situ de difracción por radiación sincrotrón realizada durante los ensayos mecánicos ha sido fundamental en este estudio, ya que ha permitido esclarecer los procesos de deformación que ocurren simultáneamente durante la plasticidad de estas aleaciones, tanto a temperatura ambiente como a altas temperaturas.
- El sistema de maclado  $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$  es el mecanismo de deformación dominante durante el proceso de deformación plástica en los ensayos de compresión en todo el rango de temperaturas hasta 250°C. A 300°C, aunque el maclado también tiene lugar, el comienzo de la macrodeformación está controlado por la activación del sistema basal en los granos orientados con los planos  $\{1011\}$  perpendiculares al eje de compresión
- A temperaturas intermedias, la presencia de itrio en solución sólida en la matriz de magnesio causa el fenómeno de Envejecimiento Dinámico por Deformación (DSA) durante la compresión. El inicio y la intensidad de este fenómeno varían considerablemente según la temperatura.
- Los átomos de itrio tienden a agruparse en las dislocaciones móviles y las maclas, deteniendo su movimiento de manera local y temporal. En el caso de las maclas, esto salta producen mesetas en la intensidad del pico (0002).

## 6. BIBLIOGRAFÍA

- [1] Froes, F.H. <Advanced metals for aerospace and automotive use.> Materials Science and Engineering: A, 1994: 119-133.
- [2] Gialanella S., Malandrucolo A. <Aerospace Alloys.> En Topics in Mining, Metallurgy and Materials Engineering, de Carlos P. Bergmann. Springer International Publishing, 2020.
- [3] Pantelakis Sp. G., Alexopoulos N. D., Chamos A. N. <Mechanical Performance Evaluation of Cast Magnesium Alloys for Automotive and Aeronautical Applications.> The Journal of Engineering Materials and Technology, 2007: 422-430.
- [4] Tenney DR., Darrel R., Davis, John G., Jr., Pipes, R. Byron, Johnston, Norman. <NASA Composite Materials Development: Lessons Learned and Future Challenges.> NATO RTO AVT-164 Workshop on Support of Composite Systems. Bonn, 2009.
- [5] William D. Callister, Jr. "Ciencia e Ingenieria de Los Materiales." The University of Utah, 7, 2012: 325-327.
- [6] Loukil, N. <Alloying elements of magnesium alloys: a literature review.> Magnesium alloys structure and properties, 2021: 58-78.
- [7] Wang, L., Huang Z., Wang H., Maldar A., Yi S., Park J.S., Kenesei P., Lilleodden E., Zeng X. "Study of slip activity in a Mg-Y alloy by in situ high energy X-ray diffraction microscopy and clastic viscoplastic self-consistent modeling" Acta Materialia 155, 2018: 138-152
- [8] McG. Tegart, W J. "Independent Slip Systems and Ductility of Hexagonal Polycrystals." The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics 9(98), 1964: 339-341
- [9] Koike J, Kobayashi T, Mukai T, Watanabe H, Suzuki M, Maruyama K, et al. "The activity of non-basal slip systems and dynamic recovery at room temperature in fine-grained AZ31B magnesium alloys." Acta Matcrialia. 4/18;51(7), 2003: 2055-2065.
- [10] Anderson, P., Hirth, J., & Lothe, J. "Theory of Dislocations (3<sup>rd</sup> ed.)." Cambridge University Press, 2017
- [11] Tonda, H., & Ando, S. "Effect of temperature and shear direction on yield stress by (11-22) <math>\overline{(-1-123)}</math> slip in HCP mctals23) slip in HCP metals. Metallurgical and Materials Transactions A, 33(3), 2002: 83 1-836.

- [12] A. Rosales, 2015. "Comportamiento Plástico de los Materiales III, Deformación plástica y Modelos". Caracas, Venezuela.
- [13] J.W. Christian; S. Mahajan, 1995. "Deformation Twinning". Progress in Materials Science. Vol: 39, Issues: 1-2; pág 1-157
- [14] Hutchinson W., Barnett M. "Effective values of critical resolved shear stress for slip in polycrystalline magnesium and other hcp metals." Scripta Materialia, 63, 2010: 737-740.
- [15] M.R, Barnett, "Twinning and the ductility of magnesium alloys Part I: "Tension" twins." Materials Science and Engineering: A, 464, 2007: 1-7
- [16] J. W. Christian, S. Mahajan "Deformation Twinning Progress in Materials Science 39, 1995: 1-157.
- [17] Yuan G., Manping L., Wenjiang D., and Inoue A. "Mechanical Properties and Microstructure of Mg-Al-Zn-Si-Base Alloy." Materials Transactions 44(4)., 2003: 458-62.
- [18] He S. M., Zeng W. Q., Peng L. M., Gao X., Nie J. F., Ding W. S ""Precipitation in a Mg-10Gd-3Y-0.4Zr (wt.%) alloy during isothermal ageing at 250°C." Journal of Alloys and Compounds 421, 2006: 309-313.
- [19] Zhu Y. M., Morton A. J., Nie J. F. "The 18R and 14H long-period stacking ordered structures in Mg-Y-Zn alloys." Acta Materialia 58, 2010: 2936-2947.
- [20] Gavras, S., Zhu, S. M., Nie, J. F., Gibson, M. A., Easton, M. A. ""On the microstructural factors affecting creep resistance of die-cast Mg-La-rare earth (Nd, Y or Gd) alloys. Materials Science and Engineering: A 675, 2016: 65-75
- [21] Ball, E. A., & Prangnell, P.B. "Tensile-compressive yield asymmetries in high strength wrought magnesium alloys. Scripta Metallurgica et Materialia 31(2), 1994: 111-116.
- [22] Stanford, N, & Barnett, M. R. "The origin of rare earth" texture development in extruded Mg-based alloys and its effect on tensile ductility. Materials Science and Engineering: A, 496(1), 2008: 399-408
- [23] Hantzsche, K., Bohlen, J., Wendt, J., Kainer, K. U., Yi, S. B., & Letzig, D. "Effect of rare earth additions on microstructure and texture development of magnesium alloy sheets." Scripta Materialia, 63(7), 2010: 725-730.

- [24] Agnew, S. R., Senn, J., & Horton, J. "Mg sheet metal forming: Lessons learned from deep drawing Li and Y solid-solution alloys." *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)* 58, 2006: 62-69
- [25] Cottrell, A. H. "A note on the Portevin-Le Chatelier effect." *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, 44(355), 1953: 829-832.
- [26] Robinson, J. M., & Shaw, M. P. "Microstructural and mechanical influences on dynamic strain aging phenomena." *International Materials Reviews*, 39(3), 1994: 113-122.
- [27] Lee, M. H., Kim, J. H., Choi, B. K., & Jeong, Y. H. "Mechanical properties and dynamic strain aging behavior of Zr-1.5Nb-0.4Sn-0.2Fe alloy." *Journal of Alloys and Compounds*, 428(1), 2007: 99-10
- [28] Trojanova, Z., Lukac, P., Kainer, K., & Gartnerova, V "Dynamic Strain Ageing During Stress Relaxation in Selected Magnesium Alloys Containing Rare earth Elements." *Advanced Engineering Materials*, 7, 2005: 1027-1032.
- [29] Prasad, K., & Kamat, S. "Transient flow behaviour in a near alpha titanium alloy Timetal 834 in the dynamic strain aging regime." *Materials Science and Engineering: A*, 490, 2008: 477-480.
- [30] Atkinson, JD and Yu, J. "The Role of Dynamic Strain-Aging in the Environment Assisted Cracking observed in Pressure Vessel Steels." *Fatigue Fracture Eng. Mater. Struct.* Vol.20 No. 1, 1997: 1-12.
- [31] Mesarovic, Sinisa Dj. "Dynamic Strain Aging and Plastic Instabilities." *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 43(5), 1995: 671-700.
- [32] J, Hirth J. P. & Lothe. "Theory of dislocations (2nd ed.)." Wiley. 1982.
- [33] Van Den Beukel, A. "Theory of the Effect of Dynamic Strain Aging on Mechanical Properties." *Phys. Stat. Sol.*, 1975: 30-197.
- [34] Curtin, W. A., Olmsted. D. L., Hector, L. G. "A predictive mechanism for dynamic strain ageing in aluminium-magnesium alloys. *Nature Materials*, 5(1 1), 2006: 875-880.
- [35] Cai, W., Nix, W.D. "Imperfections in Crystalline Solids." Cambridge University Press, 2016.
- [36] Couling S. L. "Yield points in a dilute magnesium-thorium alloy." *Acta Metallurgica* 7, 1959: 133-134.

- [37] Zhu S. M., Nie J. F. "Serrated flow and tensile properties of a Mg-Y-Nd alloy. *Scripta Materialia* 50, 2004: 5 1-55.
- [38] Zhongjun, W. Weiping, J., Jianzhong. C. "Study on the Deformation Behaviour of Mg-3.6% Er Magnesium Alloy." *Journal of Rare Earths* 25, 2007: 744-748
- [39] Fang X. Y. Yi D. Q., Nie J. F. The serrated flow behaviour of Mg- Gd(-Mn-Sc) Alloys." *The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International* 40A 2009: 2761
- [40] Gao L., Chen R. S., Han E. H. "Effects of rare-earth elements Gd and Y on the solid solution strengthening of Mg alloys. *Journal of Alloys and Compounds* 481, 2009: 379-384.
- [41] Stanford, N. "Micro-Alloying Mg with Y, Ce, Gd and La For Texture Modification-A Comparative Study." *Materials Science and Engineering: A*, 527, 2010: 2669-2677.
- [42] Jiang, L., Jonas, J.J., Mishra, R. "Effect of dynamic strain aging on the appearance of the rare earth texture component in magnesium alloys. *Materials Science and Engineering: A* 528, 2011: 6596-6605
- [43] Wu X., Li C., Zheng J, Ruan Y., Guo C., Du Z., Chen B., Wu Y "Thermodynamic re-assessment of the Mg-Gd binary system coupling the microstructure evolution during ageing process" *Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry* 68, 2020: 101712.
- [44] Cai, X., Fu, H., Guo, J., Peng, Q. "Negative Strain-Rate Sensitivity of Mg Alloys Containing 18R and 14H Long-Period Stacking-Ordered Phases at Intermediate Temperatures. *Metallurgical and Materials Transactions A* 45, 2014: 3703-3707.
- [45] Garcés G, Morris DG, Muñoz-Morris MA, Perez P, Tolnai D, Mendis C, et al. "Plasticity analysis by synchrotron radiation in a Mg<sub>97</sub>-Y<sub>2</sub>-Zn<sub>1</sub> alloy with bimodal grain structure and containing LPSO phase." *Acta Mater.* 94, 2015: 78-86.
- [46] Wu, D., Chen, R.S., Han, E.H. "Serrated flow and tensile properties of a Mg-Gd-Zn alloy. *Materials Science and Engineering A* 532, 2012: 267-274.
- [47] Garcés, G., Perez, P., Barea, R., Chávez, B.W., Medina, J., Adeva.P.. Microstructural evolution and dynamic strain aging (DSA) of Mg-6%Gd-1%Zn alloy during tension and compression testing at intermediate temperatures." *Revista de Mctalurgia* 54, 2018: c124
- [48] Wang, C.Y., Zhang, X.N., Cao, N.Z., Liu, Z. Serrated Flow in Cast ZE43 Alloy\* *Journal of Materials Science* 42, 2007: 2630-2632.

- [49] G. Garcés, P. Pércz, J. Medina, R. Barca, A. Gómez, J. Garcña, P. Ádeva. "On the influence of precipitation on Dynamic Strain Aging in Mg-2%Nd." *The Journal of Minerals, Metals & Materials Society*, 2023.
- [50] Somekawa, H., Watanabe, H., Althaf Basha, D., Singh, A., Inoue T. 'Effect of twin boundary segregation on damping properties in magnesium alloy. *Scripta Materialia* 129, 2017: 23-38.
- [51] Christodoulou, N., Chow, C. Tumer, P., Tomé, C. Klassen, R. "Analysis of Steady-State Thermal Creep of Zr-2.5Nb Pressure Tube Material." *Metallurgical and Materials Transactions A* 33, 2002: 1 103-1115.
- [52] Humphreys, A. O., Liu, D., Toroghinejad, M. R., Essadiqi, E., Jonas, J. J. "Warm rolling behaviour of low carbon steels. *Materials Science and Technology* 19, 2003: 709-714.
- [53] Nie, J. F., Zhu, Y. M. Liu, J. Z., & Fang, X. Y. "Periodic Segregation of Solute Atoms in Fully Coherent Twin Boundaries." *Science*, (340), 2013: 845-853.
- [54] Zhu Y. M., Bian M. Z. Nie J, F. "Tilt boundaries and associated solute segregation in Mg-Gd alloy." *Acta Materialia* 127, 2017: 505-518.
- [55] Zhu Y. M., Xu S. W., Nie J.F. " (1011) Twin boundary structures in a Mg-Gd alloy." *Acta Materialia* 143, 2018: 1-12.
- [56] A. Akhtar Basal slip and twinning in a-titanium single crystals' *Metallurgical Transactions A* 6, 1975; 1 105-1113
- [57] M.S. Hooshmand M. Ghazisaeidi <Solute/twin boundary interaction as a new atomic-scale mechanism for dynamic strain aging" 188, 2020; 711-719.
- [58] Lutterotti, L. et al. 2007 'Rietveld texture analysis from diffraction images', *Zeitschrift für Kristallographie Supplements*, 2007(suppl\_26), pp. 125–130.
- [59] J. Schindelin, C.T. Rueden, M.C. Hiner, K.W. Eliceiri, The ImageJ ecosystem: An open platform for biomedical image analysis, *Mol. Reprod. Dev.*, 82 (2015), pp. 518-529,
- [60] L. Lutterotti, S. Matthies, H.R. Wenk, A.S. Schultz, J.W. Richardson J. , Combined texture and structure analysis of deformed limestone from time-of-flight neutron diffraction spectra, *Appl. Phys.*, 81 (1997), pp. 594-600,
- [61] A.P. Hammersley: ESRF Internal Report, ESRF97HA02T, "FIT2D: An Introduction and Overview", 1997.

- [62] Magnesium and Magnesium Alloys edited by M.M. Avedesian u H. Baker. ASM specialty Handbook ISBN 0-87170-657-1 ASM International 1999
- [63] A. Imandoust, C.D. Barrett, H. El Kadiri, Effect of rare earth addition on {102} twinning induced hardening in magnesium, Mater. Sci. Eng. A720 (2018) 225-230,
- [64] A. Jain, S. Agnew, Modeling the temperature dependent effect of twinning on the behaviour of magnesium alloy AZ31B sheet, Mater. Sci. Eng. A 462 (2007) 29-36,
- [65] H. El Kadiri, A. Oppedal, A crystal plasticity theory for latent hardening by glide twinning through dislocation transmutation and twin accommodation effects, J. Mech. Phys. Solids 58 (2010) 613-624,
- [66] Cottrell, A. H. "A note on the Portevin-Le Chatelier effect." The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science, 44(355), 1953: 829-832.
- [67] Kubin, L.P, Estrin, Y. Evolution of Dislocation Densities and the Critical Conditions for the Portevin-Le Châtelier Effect. Acta Metall. Mater. 38 (5) (1990). 697–708
- [68] S.R. Agnew, D.W. Brown, C.N. Tome "Validating a polycrystal model for the elastoplastic response of magnesium alloy AZ31 using in situ neutron diffraction` Acta Mater., 54 (2006), pp. 4841-4852
- [69] Garces, G. et al, 2022. Temperature dependence of hall–petch parameters using in situ diffraction experiments in AZ31 alloy.
- [70] Reed-Hill, R.E., Robertson, W.D. ""Deformation of magnesium single crystals by nonbasal slip." JOM 9, 1957: 496-502
- [71] T. Obara, H. Yoshinga, S. Morozumi. " (1122) < 1123> Slip system Acta Metallurgica, Volume 21, Issue 7, 1973: 845-853.
- [72] Stohr, J, F., & Poirier, J. P. "Etude en microscopie electronique du glissement pyramidal (1122) (1123) dans le magnesium." The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics, 25(6), 1972: 1313-1329.
- [73] S. Graff, W. Brocks, D. Steglich. "Yielding of magnesium: From single crystal to polycrystalline aggregates International Journal of Plasticity, Volume 23, Issuc 12, 2007: 1957-1978
- [74] Roberts, C. S. ""Magnesium and Its Alloys" Wiley series on the science and technology of materials, 1960: 81

- [75] Reed-Hill, R. "A study of the  $\{1011\}$  and  $\{1013\}$  Twinning Modes in Magnesium. Transactions of the Metallurgical Society of AIME, 218, 1960: 554.
- [76] Wonsicwicz, B. C. y Backofen W.A. "Plasticity of Magnesium Crystals. Transactions of the Metallurgical Society of AIME, 239, 1967: 1422.
- [77] Abregú, B.W.C., 2023. Influencia del Gadolinio en solución sólida sobre los mecanismos de deformación de las aleaciones de Magnesio. Tesis.
- [78] M.R. Barnett et al, 2008. A rationale for the strong dependence of mechanical twinning on grain size, Scripta Materialia, Volume 59, Issue 7, October 2008: 696-698
- [79] Nie, J.-F, 2012. Precipitation and hardening in magnesium alloys - metallurgical and materials transactions a, SpringerLink.
- [80] W.H. Wang a b et al. 2015. The mechanism of critical strain and serration type of the serrated flow in Mg–Nd–Zn Alloy, Materials Science and Engineering
- [81] Chávez, B.W. et al. Envejecimiento Dinámico por deformación en aleaciones Mg-Gd solubilizadas ensayadas a compresión a temperaturas intermedias, Revista de Metalurgia.
- [82] Xin Wang a et al. 2021 Room temperature deformation-induced solute segregation and its impact on twin boundary mobility in a mg-y alloy, Scripta Materialia, Volume 209, 1 March 2022, 114375
- [83] Huan Zhang a et al. 2021. Origin of twin-like  $\{3\bar{3}64\}$  tilt boundary and associated solute segregation in a high strain rate deformed Mg-y alloy, Scripta Materialia, Volume 201, August 2021, 113982
- [84] Wang, Q., Jiang, B., Chen, D. et al. Strategies for enhancing the room-temperature stretch formability of magnesium alloy sheets: a review. J Mater Sci 56, 12965–12998 (2021).
- [85] Twin Boundary Superstructures Assembled by Periodic Segregation of Solute Atoms. Hongbo Xie, Hucheng Pan, Junyuan Bai, Dongsheng Xie, Peijun Yang, Shanshan Li, Jianfeng Jin, Qiuyan Huang, Yuping Ren, and Gaowu Qin. Nano Letters 2021 21 (22), 9642-9650
- [86] K. Lu et al., Strengthening Materials by Engineering Coherent Internal Boundaries at the Nanoscale. Science 324, 349-352 (2009).
- [87] Zhiyang Yu et al., Segregation-induced ordered superstructures at general grain boundaries in a nickel-bismuth alloy. Science 358, 97-101 (2017).

- [88] Bingcheng Ge a et al. 2020, Lithium cluster segregation in coherent contraction twin boundaries of magnesium alloys, *Acta Materialia*, Volume 201, December 2020, Pages 477-487.
- [89] J. F. Nie et al., Periodic Segregation of Solute Atoms in Fully Coherent Twin Boundaries. *Science* 340, 957-960 (2013).
- [90] X.F. Chen a b et al. 2019. Atomic segregation at twin boundaries in a mg-ag alloy, *Scripta Materialia*, Volume 178, 15 March 2020, Pages 193-197.
- [91] I. Basu a et al. 2022. Segregation-driven exceptional twin-boundary strengthening in lean Mg–Zn–Ca alloys, *Acta Materialia*, Volume 229, 1 May 2022, 117746
- [92] Jinbiao Wang a et al. 2023. Exploring the influence of cosegregation on mechanical properties of MG {101<sup>-1</sup>} twin boundaries: A first-principles investigation, *Materials Today Communications*, Volume 37, December 2023, 107520
- [93] Dudekula Althaf Basha a et al. 2016. Interfacial segregation induced by severe plastic deformation in a mg–zn–Y alloy, *Scripta Materialia*, Volume 124, November 2016, Pages 169-173.
- [94] J.S. Xie, J.H. Zhang, Z.H. You, S.J. Liu, K. Guan, R.Z. Wu, J. Wang, J. Feng Towards developing Mg alloys with simultaneously improved strength and corrosion resistancagnewe via RE alloying *J. Magnes. Alloy.*, 9 (2021), pp. 41-56