

## CARACTERIZACIÓN DE UNA ALEACIÓN AA7075-HOMOGENEIZADA Y LAMINADA A 50 Y 85%

M. del V. Valera<sup>a\*</sup>, N. J. Luiggi<sup>a</sup>, J. L. Prin<sup>b</sup>, M. G. Linares<sup>a</sup>, L. E. MacLellan<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Grupo Física de Metales. Dpto. de Física, Escuela de Ciencias, Núcleo de Sucre. Universidad de Oriente. Venezuela.

<sup>b</sup>Instituto de Investigación en Biomedicina y Ciencias Aplicadas "Dra. Susan Tai" (IIBCA), Universidad de Oriente. Venezuela.

\*Autor de Correspondencia, e-mail: [mvalera05@gmail.com](mailto:mvalera05@gmail.com). Tlfs: (0293) 4002530/4002281. Fax: (0293) 4002451

Recibido: Julio 2012. Aprobado: Noviembre 2012.

Publicado: Enero 2013.

### RESUMEN

Se caracterizó la aleación AA7075 homogeneizada y laminada a 50 y 85% mediante las técnicas de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC), Resistividad Eléctrica ( $\rho$ ) y Microscopía Electrónica de Transmisión (MET) para muestras homogeneizadas y deformadas por laminado a diferentes grado de reducción de espesor. Los resultados revelan para cada una de las técnicas usadas una variación microestructural entre las muestras homogeneizadas y las laminadas. Se evidencian en las muestras homogeneizadas tanto por DSC como por reacciones asociadas a la precipitación de zonas GP, de la fase  $\eta$  y de fases a temperaturas por encima de los 500°C posiblemente ricas en Cu coincidentes con las reportadas en la bibliografía. En el caso DSC se insinúa también la precipitación de la fase  $\eta'$ . El efecto del laminado es desplazar cada una de las reacciones que ocurren por debajo de 400°C, demostrando una clara interacción entre los procesos de precipitación y de recristalización. En este sentido se concluyó que el reacomodo inicial de dislocaciones o restauración afecta la precipitación de las zonas GP, mientras que la recristalización interactúa con el proceso de precipitación de las fases  $\eta'$  y  $\eta$ , mostrando tanto en DSC como en  $\rho$  una sola reacción exotérmica. El proceso de recristalización total de la muestra ocurre a temperaturas por debajo de 400°C, temperatura por encima de la cual todas las muestras evidencian comportamientos similares. Las medidas de MET comprueban todas estas aseveraciones y muestran microestructuras con una densidad creciente de dislocaciones en la medida que el grado de laminado crece. Al comienzo desordenadas y formando marañas de dislocaciones y luego arreglándose alrededor de las juntas de grano en forma paralela. Por lo tanto, las medidas de DSC,  $\rho$  y MET ponen de manifiesto la interacción entre los procesos de precipitación y de relajación vía recristalización en muestras plásticamente deformadas.

**Palabras claves:** AA7075, DSC, MET, Resistividad Eléctrica, Recristalización.

### CHARACTERIZATION OF A HOMOGENIZED AND 50 pct AND 85 pct ROLLED AA7075 ALLOY

#### ABSTRACT

AA7075 alloy was characterized using the techniques of Differential Scanning Calorimetry (DSC), Electrical Resistivity ( $\rho$ ) and Transmission Electron Microscopy (TEM) for samples homogenized and deformed by rolling at different degree of reduction in thickness. The results show for each of the techniques used a microstructural variation between the homogenized and rolled samples. Are evident in the homogenized samples, both DSC and resistivity measures, reactions associated with the precipitation of GP zones, of the  $\eta$  phase and phases possibly rich in Cu at temperatures above 500°C coincident with those reported in the literature. DSC measures insinuate also the precipitation of the phase  $\eta'$  at 175°C. The rolling effect is to move each of the reactions that occur below 400°C, demonstrating a clear interaction between the processes of precipitation and recrystallization. In this sense we conclude that the initial rearrangement of dislocations, or restoration, affect precipitation of GP zones, while the recrystallization interacts with the precipitation of phases  $\eta'$  and  $\eta$ , showing both a single reaction exothermic for DSC and  $\rho$  measurements. The process of total recrystallization of the samples occurs at temperatures below 400°C. Above that temperature all samples show similar behavior. TEM measurements permit verify all these statements, showing microstructures with an increasing density of dislocations to the extent that the degree of laminate increases. At first disordered, forming tangles of dislocations, and then arranging on parallel form about the grain boundaries. Therefore, the DSC measurements,  $\rho$  and MET reveal the interaction between the precipitation and relaxation of the microstructure processes by recrystallization of plastically deformed samples.

**Keywords:** AA7075, DSC, TEM, Electrical Resistivity, Recrystallization.

## INTRODUCCIÓN

Las aleaciones metálicas no ferrosas son de gran importancia científica, tecnológica e industrial. En su mayoría, estas aleaciones son resistentes a la oxidación y corrosión atmosférica. Adicional a estas cualidades, son aleaciones que tienen facilidades de moldeo y mecanización, una alta maleabilidad, buena ductilidad [1–3] y son buenos conductores tanto eléctricos como térmicos [4–6]. Entre estas aleaciones se tiene la aleación AA7075 cuyas propiedades mecánicas son determinadas por el tipo, tamaño y distribución de sus precipitados. La aplicación de un tratamiento de laminación [7] introduce una concentración importante de tensiones internas en forma de dislocaciones, las cuales almacenan la energía producto de la deformación y cuya liberación vía recristalización [8,9] afecta la secuencia de precipitación conocida [10,11]:  $\alpha\text{SS} \rightarrow$  zonas GP  $\rightarrow$  precipitados  $\eta'$  (hexagonal)  $\rightarrow$  precipitados  $\eta$  (MgZn<sub>2</sub>).

En el presente trabajo se estudia como el proceso de laminado de doble rodillo en frío influye sobre la cinética de transformación de fases en una aleación comercial AA7075, usando medidas de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC), Resistividad Eléctrica ( $\rho$ ) y Microscopía Electrónica de Transmisión (MET).

## MATERIALES Y MÉTODOS

Las muestras de aluminio AA7075 (Al–5,1%wt Zn–2,1%wt Mg–1,2%wt Cu) fueron caracterizadas mediante las técnicas de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC), Resistividad Eléctrica ( $\rho$ ) y Microscopía Electrónica de Transmisión (MET) bajo las condiciones microestructurales siguientes:

- Homogeneizada (puesta en solución) a 480°C por 30 min y templada en agua mantenida a 3°C, la cual garantiza una solución sólida libre de tensiones internas importantes.
- Laminada en un 50% y 85% de reducción de espesor luego del tratamiento aplicado en la condición (a). La deformación por laminado genera una concentración

de dislocaciones cuya densidad depende del grado de deformación porcentual ( $\delta_{\%}$ ), la cual se determina a través de la relación:

$$\delta_{\%} = \frac{e_0 - e_f}{e_0} \times 100$$

donde  $e_0$  y  $e_f$  son los espesores iniciales y finales de la muestra deformada y  $\delta = 0$  corresponde a la muestra homogeneizada.

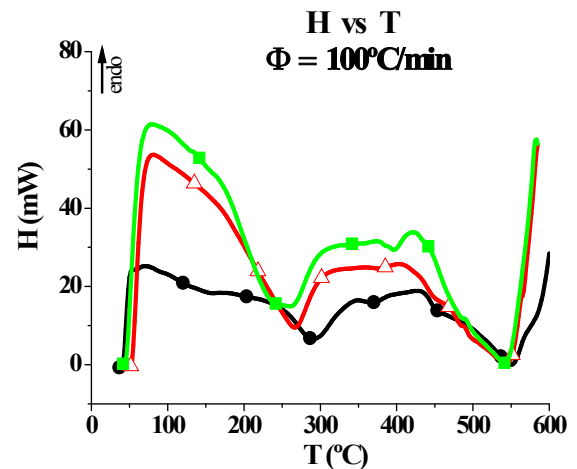
Las medidas de calorimetría se realizaron en un equipo DSC Perkin–Elmer TAC 7/DX, a una razón de calentamiento  $\Phi = 100^\circ\text{C}/\text{min}$ , tanto para las muestras homogeneizadas como para las deformadas. Se usaron láminas circulares de 6,65 mm de diámetro y de masa 42 mg. Mientras que para  $\rho$  se utilizaron discos de 10,0 mm de diámetro y 1,5 mm de espesor, y las mediciones fueron realizadas en un equipo SIGMATEST D 2.069 (corrientes de Eddy) cuyo intervalo de medida de conductividad oscila entre 0,5 y 65  $\mu\text{S}/\text{m}$ , correspondiente a un intervalo de resistividad entre 1,54 y 200  $\mu\Omega\cdot\text{cm}$  y con una precisión de 0,001  $\mu\text{S}/\text{m}$ . El estudio de pse hizo de forma no isotérmico con isócronas de 5 min a cada temperatura comprendidas entre 20°C y 500°C siguiendo el método expuesto por Luiggi [12]. Estas dos técnicas, DSC y  $\rho$ , son susceptibles a los cambios microestructurales del material al ser éste expuesto a diferentes tratamientos térmicos.

En la obtención de las micrografías se empleó un Microscopio Electrónico de Transmisión HITACHI, modelo H–600 (voltaje de aceleración de 100 kV). Las muestras fueron preparadas siguiendo la técnica tradicional para MET, donde se usan discos delgados de espesor 0,20 mm y diámetro 3 mm; sometidas a un flujo de electrolito compuesto de 25% HNO<sub>3</sub> + 75% CH<sub>3</sub>OH.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La variación del flujo de calor en función de la temperatura para las dos condiciones aplicadas a la aleación AA7075 se muestra en la figura 1. Para la condición (a), muestra homogeneizada, se revelan transformaciones endotérmicas en la vecindad de 75°C y de 450°C y tres reacciones exotérmicas cercanas a 150°C, 300°C y 540°C. Las reacciones endotérmicas se asocian la primera con un proceso de redistribución atómica, en principio por difusión, que conlleva a que los átomos de soluto Zn y Mg se reacomoden y la segunda corresponde a la disolución de la fase  $\eta$ , mientras que las reacciones exotérmicas corresponden a la precipitación de las zonas Guinier-Preston, a la precipitación de la fase  $\eta$  y a la precipitación de una fase rica en Cu, respectivamente. Entre la precipitación de las zonas GP y de la fase  $\eta$  se observa una pequeña variación del flujo de calor, que bien podría corresponder a la precipitación de la fase metaestable  $\eta'$ . Tanto la fase  $\eta'$  como la  $\eta$  son ricas en  $MgZn_2$ . Estos resultados concuerdan con los reportados en la literatura para la aleación AA7075 en el estado microestructural estudiado [13,14]. Para muestras laminadas a un 50% de reducción de espesor se observan variaciones del flujo de calor para temperaturas por debajo de 450°C. Se reporta una gran reacción endotérmica que tiende a absorber el proceso exotérmico que en muestras bajo condición (a) daba paso a la precipitación de zonas GP. Este comportamiento es producto del reacomodo de dislocaciones que facilita la difusión de soluto y que da paso a la restauración del sistema. De igual forma aparece una reacción exotérmica de mayor entalpía hacia los 275°C, donde parece confundirse los procesos de precipitación de las fases ricas en  $MgZn_2$ . Mientras que la reacción endotérmica asociada a la disolución de dichas fases también se retrotrae a 420°C. Los efectos generados por la laminación desaparecen a temperaturas por encima de los 450°C debido a que la recrystalización a esa temperatura ha culminado. Para muestras laminadas a un 85% de

reducción de espesor se repite en gran parte el comportamiento anteriormente discutido. La primera reacción endotérmica nuevamente gana entalpía y se retrae respecto a la muestra menos deformada, pero no respecto a la muestra homogeneizada. Lo cual es claro indicio de que la estructura de dislocaciones es diferente para cada grado de laminación. El efecto sobre la reacción exotérmica asociada a las fases  $\eta'$  y  $\eta$  es adelantar su precipitación a menores temperaturas. Una reacción exotérmica es mostrada hacia los 400°C, no revelada para más bajas deformaciones, que podría corresponder al crecimiento de la estructura cristalizada. Nuevamente para temperaturas superiores a 450°C desaparecen los efectos asociados con las etapas de la liberación energética almacenada en el cristal producto de la laminación, recuperación, recrystalización y crecimiento de granos. Si bien no aparece una reacción exotérmica que pudiese estar asociado directamente con la recrystalización como ha sido reportado para otras aleaciones [15], se puede inferir que el incremento de entalpía en muestras deformadas es producto de este mecanismo.

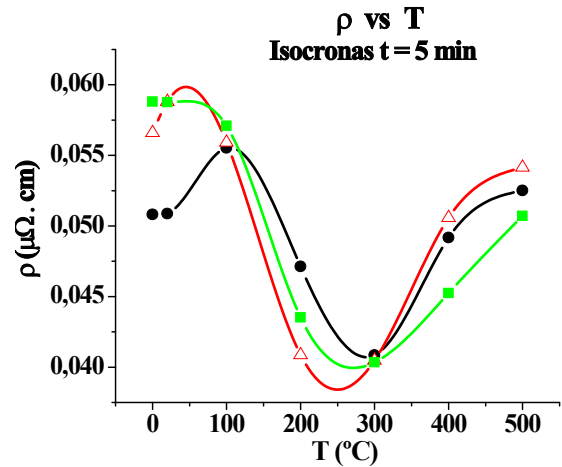


**Fig. 1.** Flujo de calor en función de la temperatura para la aleación AA7075 sometida a diferentes grados de laminación.  
● 0% (homogeneizada), △ 50%, ■ 85%.

En la figura 2 se tiene la gráfica  $\rho$  en función de la temperatura para isócronas de cinco minutos ( $t = 5$  min). La interpretación de la misma se harán según las pautas

establecidas en referencia [12], es decir, el incremento de resistividad se asocia con un proceso de disolución de fases lo cual surge de átomos a la solución sólida y por lo tanto aumenta la resistividad eléctrica, mientras que la precipitación de fases tiene el efecto de disminuir el valor de  $\rho$ . De allí que se observa en ésta figura que la aleación bajo la condición (a) presenta entre 0 y 100°C un incremento de la resistividad producto de la disolución de las zonas GP, ricas en Zn, Mg y Cu, seguido de un descenso hasta los 300°C el cual es asociado a la precipitación de las fases ricas en  $MgZn_2$ , bien sea  $\eta'$  o  $\eta$ , las cuales por las temperaturas seleccionadas no se pueden definir. Mientras que para temperaturas superiores a 300°C ocurre la disolución de dichas fases. Para la condición (b), a 50% de laminado se observa un comportamiento similar al anterior pero con un desplazamiento hacia las bajas temperaturas, indicando un favorecimiento de la disolución de zonas durante el laminado y un ensanchamiento del valle asociado a la precipitación de  $MgZn_2$ , el cual es producto de la interferencia del proceso de recrystalización con el de precipitación que parece verse favorecido por la maraña de dislocaciones introducidas por el laminado. Estos efectos parecen magnificarse a 85% donde se observa un *plateau* en el inicio de la curva, indicativo de la finalización de la disolución de zonas o bien por la no existencia de las mismas o por el bloqueo de la difusión atómica por el reacomodo de las dislocaciones, en una clara manifestación de que un proceso de restauración está en curso. El decrecimiento de  $\rho$  hasta los 285°C es relacionado con el crecimiento de la fase rica en  $MgZn_2$  el cual se ve retardado respecto a las muestras deformadas debido al reacomodo de las dislocaciones. Se observa nuevamente el ensanchamiento mayor del valle producto de la interacción precipitación–recrystalización. Estos resultados concuerdan con los reportados en la literatura [16,17] quien ubica la temperatura de recrystalización para estas aleaciones de Al en la vecindad de 300°C.

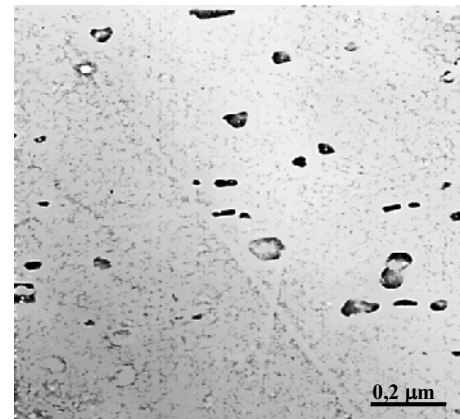
El estado microestructural para ambas condiciones, en diferentes etapas del estudio, es confirmado por el MET.



**Fig. 2.** Resistividad eléctrica en función de la temperatura para la aleación AA7075 sometida a diferentes grados de laminación:

● 0% (homogeneizada), △ 50%, ■ 85%.

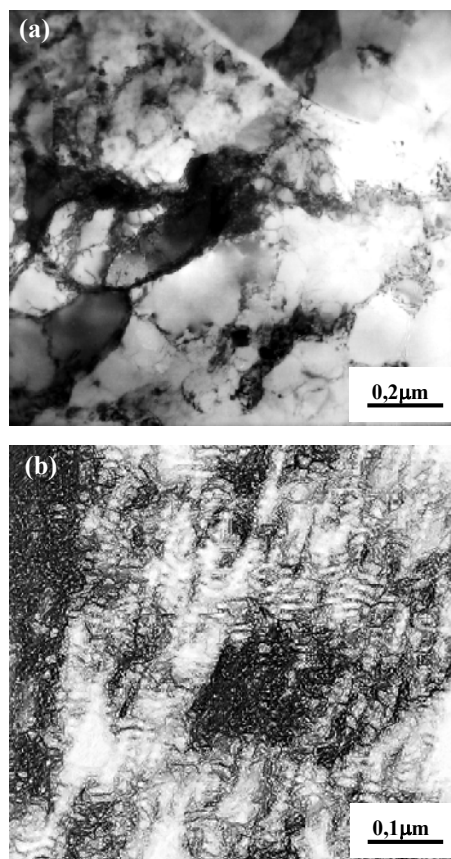
En la micrografía 3, correspondiente a una muestra homogeneizada, se evidencia una distribución homogénea de partículas de segunda fase con agregados atómicos de formas y tamaños diferentes, quizás producto de una incompleta puesta en solución; y además se observa una muy baja densidad de dislocaciones.



**Fig. 3.** Micrografías de la aleación AA7075 homogeneizada usando MET.

En la figura 4.a se muestra micrografía para muestras laminadas a un 50% de la aleación AA7075. Estas muestras antes de ser observadas al microscopio permanecieron un tiempo prudente a temperatura ambiente; en ellas se visualiza una orientación definida

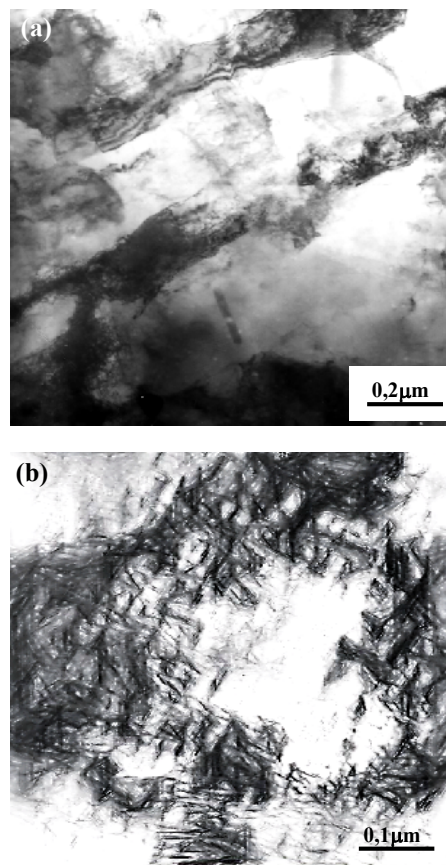
de los granos. Asimismo, aparecen tenues bandas de densidades de dislocaciones (0,1-0,3  $\mu\text{m}$ ), producto del laminado coexistiendo con diferentes tipos de precipitados. Unos oscuros de menor tamaño, que por la condición de la muestra debería corresponder a las zonas GP, y que parecen precipitar antes de que la deformación fuese efectuada y otros blancos de mayor tamaño que deben corresponder a la fase  $\eta'$ . La figura 4.b correspondiente al mismo grado de laminación muestra la distribución desordenada de dislocaciones en forma de maraña, la cual explica los resultados observados por otras técnicas.



**Fig. 4.** Micrografías de la aleación AA7075 laminada a 50% usando MET.

La figura 5.a corresponde a muestras deformadas un 85% y con igual aumento que las anteriores. En ella se observa la coexistencia de los mismos precipitados con los subgranos; las bandas de densidad de dislocaciones en una mayor proporción ( $\approx 0,6\mu\text{m}$ ). En general, el ancho de

las bandas de densidad de dislocaciones son asociadas a la acumulación de energía en el material y su redistribución en función de la temperatura representan el mecanismo para la liberación de dicha energía en esta aleación, la cual se realiza mediante la recristalización. En la figura 5.b para muestras severamente deformadas (85%) se observan la distribución ordenada de dislocaciones en torno a los subgranos, las cuales tienden a reagruparse paralelamente entre si.



**Fig. 5.** Micrografías de la aleación AA7075 laminada a 85%. usando MET.

Las bandas de dislocaciones aparecen resaltadas quizás por la presencia de una fina capa de óxido formada durante su tratamiento. Esta secuencia de micrografías revelan que en la medida que incrementamos el grado de laminación se introduce una mayor densidad de dislocaciones, las cuales a bajo grado aparecen distribuidas desordenadamente en el cristal y que tienden a ordenarse para elevados grado de laminado, teniendo

este proceso un efecto directo sobre las propiedades medidas, alterando la cinética de evolución de fases del material.

## CONCLUSIONES

Se ha caracterizado la aleación AA7075 homogeneizada y laminada a 50 y 85% a través de las técnicas DSC,  $\rho$  y MET, llegando a las siguientes conclusiones:

1. Tanto las medidas de DSC como de  $\rho$  ponen de manifiesto los procesos de precipitación y de relajación vía restauración-recristalización. Cerca de la temperatura donde precipitan las zonas GP la restauración se manifiesta desplazando los picos característicos, mientras que la recristalización se evidencia desplazando y ensanchando los picos de las fases  $\eta'$  y  $\eta$ .
2. El estudio micrográfico revela un cambio en la microestructura en la medida que el grado de laminación se incrementa, observándose un aumento en las tensiones internas producto del almacenamiento energético introducido por el laminado, con la aparición de una densidad de dislocaciones inicialmente revelada en forma de maraña y que tienden a acomodarse de forma paralela en las juntas de grano para deformaciones severas. Las bandas de dislocaciones incrementan su ancho de 0,3 a 0,6 $\mu$ m cuando reducimos el espesor de la muestra de 50% a 85%.
3. La MET evidencia la presencia de precipitados y de dislocaciones en densidades variable dependiendo del grado de deformación lo cual da origen a la interacción entre los procesos de precipitación y recristalización que ocurren en la aleación AA7075 en microestructuras deformadas.

## AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Consejo de Investigación de la Universidad de Oriente y al IIBCA-UDO por su apoyo en la ejecución de la presente investigación. Este trabajo fue

financiado por la Universidad de Oriente a través del proyecto POA-2009.

## REFERENCIAS

- [1] Heinz A., Haszler A., Keidel C., Moldenhauer S., Benedictus R. and Miller W. (2000) "Recent Development in Aluminum Alloys for Aerospace Applications". *Materials Science and Engineering A* 280(1): 102–107.
- [2] Williams J. and Starke J. (2003) "Progress in Structural Materials for Aerospace Systems". *Acta Materialia* 51(19): 5775–5799.
- [3] Li, J., Peng, Z.; Li, C., Jia, Z., Chen, W. and Zheng, Z. (2008) "Mechanical Properties, Corrosion Behaviors and Microstructures of 7075 Aluminium Alloy with various Aging Treatments". *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* 18(4):755–762.
- [4] Zhong J., Xiao Y., Zhu H. and Feng K. (2011) "The Effect of Two-Step Aging on the Electrical Properties of 7075 Aluminum Alloy". *Advanced Materials Research* 189–193: 3075–3078.
- [5] Holt R., Parameswaran V. and Wallace W. (1996) "RRA Treatment of 7075-T6 Aluminum Components". *Canadian Aeronautics and Space Journal* 42: 83-87.
- [6] Wallace W., Holt R., Butler C. and DuQuesnay D. (1998) "Retrospection and Re-Aging Revisited". *Key Engineering Materials* part 2: 1043-1052.
- [7] Tajally M. , Huda Z. and Masjuki H. (2012) "Effect of Deformation and Recrystallization Conditions on Tensile Behavior of Aluminum Alloy 7075". *Metal Science and Heat Treatment* 53(3):165–168.
- [8] Humphreys F. J. and Hatherly M. (2004) *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, England, 2ed. Pergamon Press Oxford, pp.285–319.
- [9] Huda Z., (2009) "Effects of Degrees of Cold Working and Recrystallization on the Microstructure and Hardness of Commercial-Purity Aluminum".

- European Journal of Scientific Research* 26(4): 549–557.
- [10] Nicolas M. and Deschamps A. (2003) “Characterization and modeling of precipitate evolution in an Al–Zn–Mg alloy during non–isothermal heat treatments”. *Acta Materialia* 51: 6077–6094.
- [11] DeIasi R. and Adler P. (1977) “Calorimetric Studies of 7000 Series Aluminum Alloys: I. Matrix Precipitate Characterization of 7075”. *Metallurgical and Materials Transactions A* 8(7): 1177–1183.
- [12] Luiggi N., (2005) “Isochronal study of Al–Mg, Al–Mn and Al–Mn–Mg alloys using Electrical Resistivity and Thermoelectric Power”. *Materials Research* 8(1): 31–37.
- [13] Jiang X. J., Noble B., Holme B., Waterloo G. and Tafto J. (2000) “Differential Scanning Calorimetry and Electron Diffraction Investigation on Low–Temperature Aging in Al–Zn–Mg Alloys”. *Metallurgical and Materials Transactions A* 31(2): 339–348.
- [14] Fan X., Jiang D., Meng Q. and Zhong L. (2006) “The microstructural evolution of an Al–Zn–Mg–Cu alloy during homogenization”. *Materials Letters* 60: 1475–1479.
- [15] Luiggi N., (2010) “A Preliminary Study of the Phase Transformations in Rolled Al–Fe–Si Alloy”. *Metallurgical and Materials Transactions A* 41(13): 3271–3275.
- [16] Hatch J., (1984) *Aluminum: Properties and Physical Metallurgy*, USA, American Society for Metals, pp. 105–133.
- [17] Tajally M. and Huda Z. (2011) “Recrystallization Kinetics for Aluminum Alloy 7075” *Metal Science and Heat Treatment* 53(5–6): 213–217.