



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**  
**POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES**

Caracterización microestructural y mecánica de la aleación 7075 sometida a laminación a temperatura criogénica.

TESIS.  
QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:  
MAESTRÍA EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

PRESENTA:  
Julio Esteban Méndez Durán

TUTOR PRINCIPAL:  
Dr. Omar Novelo Peralta  
Instituto de Investigaciones en Materiales

COMITÉ TUTOR:  
Dr. Antonio Enrique Salas Reyes.  
Facultad de Química.  
Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas.  
Instituto de Investigaciones en Materiales.

Ciudad Universitaria, Cd. Mx. Noviembre, 2021.



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

# Reconocimiento

A mi tutor el Dr. Omar Novelo Peralta, por sus consejos, paciencia, comprensión y enseñanzas otorgadas a lo largo de este proceso.

A mi comité tutor:

- Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas
- Dr. Antonio Enrique Salas Reyes

por su apoyo y comentarios en la elaboración del trabajo.

Al Dr. Gabriel Lara, por su asesoría, amistad y acompañamiento en el desarrollo experimental del proyecto

Al Instituto de Investigación en Materiales por el apoyo durante todo este trabajo.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por otorgarme la beca para financiar mis estudios de maestría.

# Agradecimientos

Principalmente a Dios porque me dio la oportunidad de cumplir este sueño y nunca me dejó solo pese a las adversidades.

A mi madre por ayudarme durante todo el proceso de admisión y especialmente por su apoyo incondicional. Mi padre por su consejo al momento de decidir el camino a elegir. Mi hermana por su amor y compañía durante estos años en otro país.

|  |           |
|--|-----------|
| <b>Introducción.....</b>   | <b>1</b>  |
| <b>1. Conceptos Fundamentales .....</b>  | <b>3</b>  |
| 1.1. Generalidades de las Aleaciones de Aluminio .....   | 3         |
| 1.1.1. Aleación 7075 .....   | 3         |
| 1.2. Proceso de Laminación.....  | 4         |
| 1.2.1 Laminación a Temperatura Criogénica.....   | 4         |
| 1.3 Tratamiento Térmico de la Aleación 7075 .....  | 5         |
| 1.3.1 Homogenización .....   | 6         |
| 1.3.2 Tratamiento de Solubilización en Estado Sólido .....   | 6         |
| 1.3.3 Precipitación.....   | 7         |
| 1.4 Secuencia de Precipitación.....  | 8         |
| 1.5 Generalidades sobre los fenómenos ocurridos durante la Recuperación, Recristalización y Crecimiento de Grano. .... | 10        |
| 1.5.1 Recuperación.....  | 10        |
| 1.5.2 Recristalización .....   | 12        |
| 1.5.3. Crecimiento de Grano .....  | 15        |
| <b>2. Desarrollo experimental.....</b>   | <b>17</b> |
| 2.1. Condiciones Iniciales .....   | 17        |
| 2.2. Proceso de Preparación de las Muestras .....  | 18        |
| 2.2.1. Tratamiento Térmico de Solubilización en Estado Sólido .....  | 19        |
| 2.2.2. Laminado en Caliente .....  | 20        |
| 2.2.3. Laminado en Frío.....   | 22        |
| 2.3 Técnicas de Caracterización .....  | 25        |
| 2.3.1. Difracción de Rayos X (DRX) .....   | 26        |
| 2.3.2. Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).....   | 27        |
| 2.3.3 Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).....   | 29        |
| 2.4. Evaluación de Propiedades Mecánicas .....   | 29        |
| 2.4.1. Ensayo de Tensión.....  | 30        |
| 2.4.2 Ensayo de Microdureza Vickers (Hv).....  | 32        |
| <b>3. Resultados y Discusión.....</b>  | <b>33</b> |

|  |           |
|--|-----------|
| 3.1 Difracción de Rayos X .....                    | 33        |
| 3.3 Microscopía Electrónica de Barrido .....       | 38        |
| 3.3 Propiedades Mecánicas.....                     | 49        |
| 3.4 Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)..... | 54        |
| <b>Conclusiones .....</b>                          | <b>57</b> |
| <b>Recomendaciones. ....</b>                       | <b>58</b> |
| <b>Investigaciones a Futuro. ....</b>              | <b>58</b> |
| <b>Bibliografía .....</b>                          | <b>59</b> |

## Lista de Figuras

|   |    |
|---|----|
| Figura 1. Temperatura de solvus aproximada del diagrama ternario Al-Zn-Mg (imagen extraída de referencia [21]).....   | 7  |
| Figura 2. Diagrama de pasos para producir el endurecimiento por precipitación en una aleación de Al-Zn.7  |    |
| Figura 3. Diagrama de fases del sistema Al-Zn-Cu-Mg. (Imagen extraída de referencia [22]).....  | 8  |
| Figura 4. Secuencia de posibles fases de precipitación del sistema Al-Zn-Cu-mg .....  | 9  |
| Figura 5. Etapas de recristalización a) Trabajado en frío b) Poco después de la Recuperación c) Poco después de la Recristalización d) Crecimiento de Grano. (imagen extraída de referencia [6]).....   | 10 |
| Figura 6. Proceso de recuperación dinámica. (Imagen extraída de referencia [28]).....   | 11 |
| Figura 7. Etapas de recuperación dinámica para un material deformado a) Generación de dislocaciones b) Formación de celdas c) Aniquilación de dislocaciones dentro de las celdas d) Formación de subgranos e) y su Crecimiento (imagen extraída de referencia [28]) .....   | 12 |
| Figura 8. Desarrollo de la recristalización dinámica a) Granos iniciales posicionados en los límites de grano b) Estructura de collar c) Aglomeración de granos alrededor de la estructura de collar d) cubrimiento total de antiguos granos por nuevos e) Crecimiento de nuevos granos (imagen extraída de referencia [28])... | 14 |
| Figura 9. Representación esquemática de la recristalización dinámica en diferentes condiciones de deformación (imagen extraída de referencia [31]).....   | 14 |
| Figura 10. Representación esquemática del crecimiento de grano por difusión atómica (imagen extraída de referencia [7]).....  | 15 |
| Figura 11. a) Crecimiento de grano con alta densidad de dislocaciones b) Modelo del fenómeno de nucleación (imagen extraída de referencia [34]) .....   | 16 |
| Figura 12. Planchón inicial de la aleación 7075.....  | 17 |
| Figura 13. Planchones iniciales maquinados de la aleación 7075.....   | 18 |
| Figura 14. Diagrama del proceso de preparación de las muestras. ....  | 19 |
| Figura 15. Horno-Mufla BIOBASE del instituto de investigación en materiales.....  | 20 |
| Figura 16. Dimensiones de las láminas obtenidas después del proceso de laminación en caliente .....   | 20 |
| Figura 17. Esquema del Proceso de laminación en caliente .....  | 21 |
| Figura 18. Láminas obtenidas después de la deformación en frío a) Laminado a temperatura ambiente b) Laminado a temperatura criogénica. ....  | 22 |
| Figura 20. Esquema que relaciona el ángulo de Bragg y la distancia entre planos atómicos (imagen extraída de referencia [7]).....   | 26 |
| Figura 21. Radiaciones generadas por una muestra sometida a un haz de electrones (imagen extraída de referencia [45]).....  | 27 |
| Figura 22. Microscopio electrónico de barrido JOEL JSM 7600F del instituto de investigación en materiales   |    |

|  |    |
|--|----|
| .....  | 28 |
| Figura 23. Calorímetro TA Instruments modelo DSC Q100 V9.8.....  | 29 |
| Figura 25. Dimensiones en mm de los especímenes de tamaño inferior rectangular de la prueba de tensión según la norma ASTM E8/E8M-16 <sup>a</sup> .....  | 31 |
| Figura 26. Equipo de prueba de tensión INSTRON 5500R del instituto de investigación en Materiales.....   | 31 |
| Figura 27. Durómetro Modelo HV-1000 del instituto de investigación en Materiales.....  | 32 |
| Figura 28. Difractograma de la condicional inicial de la aleación 7075. ....   | 33 |
| Figura 29. Acercamiento del difractograma de la condicional inicial de la aleación 7075. ....  | 34 |
| Figura 30. Difractograma de la aleación 7075 reducida al 70% en 4 pasos a temperatura ambiente (TA) y a temperatura criogénica (CR) .....  | 35 |
| Figura 31. Difractograma de la aleación 7075 reducida al 70% en 10 pasos a temperatura ambiente (TA) y a temperatura criogénica (CR) .....   | 35 |
| Figura 32. Curvas Williamson-Hall para la aleación 7075 a) Condición inicial b) Laminada a 4 pasos a temperatura ambiente y a temperatura criogénica c) Laminada a 10 pasos a temperatura ambiente y a temperatura criogénica.....   | 37 |
| Figura 33. Micrografías de la muestra inicial a) BSE a 500 X b) Electrón Secundario Inferior (LEI) a X 1.000 c) BSE a X 2.500 d) LEI a X 10.000.....   | 38 |
| Figura 34. Análisis elemental (EDS) de la muestra inicial.....   | 39 |
| Figura 35. Micrografías de las muestras deformadas al 70% de reducción en 4 pasos a temperatura ambiente a) imagen LEI de la muestra 4TA b) imagen LEI de la 4TA a X 10.000 c) imagen LEI de la 4TA a X 5.000.....   | 40 |
| Figura 36. Análisis elemental (EDS) de la muestra 4TA partícula a-b de la figura 35 b) partícula c de la figura 35 .....   | 41 |
| Figura 37. Micrografías de las muestras deformadas al 70% de reducción en 4 pasos a temperatura criogénica a) imagen LEI de la muestra 4CR a X 5.000 b) imagen LEI de la 4CR a X 10.000 c) imagen LEI de la 4CR a X 2.500 d) imagen LEI de la 4CR a X 10.000.....                        | 43 |
| Figura 38. Análisis elemental (EDS) de la muestra 4CR a) partícula a-b de la figura 37 b) partícula c-d de la figura 37 .....  | 44 |
| Figura 39. Micrografías de las muestras deformadas al 70% de reducción en 10 pasos a temperatura ambiente a) imagen LEI de la muestra 10 TA a X 5.000 b) imagen LEI de la 10 TA a X 10.000 c) imagen LEI de la muestra 10 TA a X 2.500 d) Imagen BSE de la muestra 10 TA a X 10.000..... | 45 |
| Figura 40. Análisis elemental (EDS) de la muestra 10 TA.....   | 45 |
| Figura 41. Micrografías de las muestras deformadas al 70% de reducción en 10 pasos a temperatura criogénica a) imagen LEI de la muestra 10 CR b) imagen LEI de la 10CR a X 5.000 c) imagen LEI de la muestra 10 CR a X 2.500 d) Imagen SE de la muestra 10 CR a X 10.000.....            | 47 |
| Figura 42. Análisis elemental (EDS) de la muestra 10 CR a) partícula a-b de la figura 41 b) partícula c-d de la figura 41.....   | 48 |



|  |    |
|--|----|
| Figura 43. Curvas de esfuerzo-deformación ingenieriles de la aleación 7075 deformada al 70% en 4 pasos a temperatura ambiente y a temperatura criogénica.....                            | 50 |
| Figura 44. Curvas de esfuerzo-deformación ingenieriles de la aleación 7075 deformada al 70% en 6 pasos a temperatura ambiente y a temperatura criogénica.....                            | 51 |
| Figura 45. Curvas de esfuerzo-deformación ingenieriles de la aleación 7075 deformadas al 70% en 10 pasos a temperatura ambiente y criogénica.....  | 52 |
| Figura 46. Microdureza Vickers de la muestra inicial y de las muestras deformadas al 70% de reducción en 4,6 y 10 pasos a temperatura ambiente (TA) y a temperatura criogénica (CR)..... | 53 |
| Figura 47. Termograma de la aleación 7075 deformadas al 70% en 4pasos a temperatura ambiente y a temperatura criogénica.....   | 55 |
| Figura 48. Termograma de la aleación 7075 deformadas al 70% en 10 pasos a temperatura ambiente y a temperatura criogénica.....   | 56 |

### Lista de Tablas

|  |    |
|--|----|
| Tabla 1. Valores en porcentaje masa de la composición de la aleación 7075 según la norma ASTM B 209M – 04.....   | 4  |
| Tabla 2. Sistema de designación y categoría a la que pertenecen según su tratamiento térmico las aleaciones de aluminio. (Tabla extraída de referencia [6]).....   | 5  |
| Tabla 3. Composición química de la aleación 7075 determinada por fluorescencia de rayos X (Tabla extraída de referencia [35]).....   | 18 |
| Tabla 4. Variables del proceso de laminación en caliente .....   | 21 |
| Tabla 5. Laminación a temperatura ambiente en 4 pasos.....   | 23 |
| Tabla 6. Laminación a temperatura ambiente en 6 pasos.....   | 23 |
| Tabla 7. Laminación a temperatura ambiente en 10 pasos.....  | 23 |
| Tabla 8. Laminación a temperatura criogénica en 4 pasos .....  | 24 |
| Tabla 9. Laminación a temperatura criogénica en 6 pasos .....  | 25 |
| Tabla 10. Laminación a temperatura criogénica en 10 pasos.....   | 25 |
| Tabla 11. Resistencia a la fluencia convencional del 0.2% (YS), resistencia última a la tracción (UTS) y deformación uniforme convencional (UE) de las muestras laminadas al 70% a temperatura ambiente y a temperatura criogénica en 4,6 y 10 pasos ..... | 54 |
| Tabla 12. Valores de Microdureza Vickers de la muestra inicial y de las muestras laminadas al 70% de reducción a 4,6 y 10 pasos a temperatura ambiente y a temperatura criogénica. ....  | 54 |

## Introducción

Las aleaciones de la serie 7xxx (Al-Zn-Mg-Cu) han sido ampliamente utilizadas en la fabricación de componentes estructurales en la industria aeroespacial y automovilística debido a su baja densidad, buena ductilidad, alta resistencia al impacto, a la fatiga, a la tenacidad por fractura y a la corrosión bajo esfuerzos [1,2]. Para satisfacer la creciente demanda y lograr un mayor rendimiento, se han propuesto diferentes rutas de procesamiento y se ha observado que al obtener una estructura de granos ultrafinos y nanoestructurados se pueden mejorar sus propiedades mecánicas.

En los últimos años, las técnicas de deformación plástica severa (SPD), tales como extruido en canal angular de sección constante (ECAP, Equal-Channel Angular Pressing), Co-laminado acumulativo (ARB, Accumulative Roll Bonding) entre otros, han sido ampliamente investigadas y han demostrado ser técnicas muy efectivas para obtener una estructura de granos ultrafinos. Sin embargo, con el incremento de la resistencia hay un decremento significativo en la ductilidad, además, son procesos costosos, con bajas velocidades de producción y requieren una mayor preparación por parte del operario. Es por ello, que se han buscado diferentes maneras de optimizar lo anterior y se ha reportado que por medio de la deformación a temperatura criogénica hay una mejora en la resistencia y la ductilidad como consecuencia de la acumulación de dislocaciones y la supresión de recuperación dinámica, también, son procesos más económicos, con mayores velocidades de producción y fácilmente operables [1,3,4].

En estudios recientes realizados en aleaciones Al 7075 empleando la laminación a temperatura criogénica, se ha observado que la mejor combinación para obtener las mejores propiedades mecánicas consiste en someter inicialmente la muestra a un tratamiento térmico por solución sólida, luego laminarla a temperatura criogénica y posteriormente someterla a un envejecimiento artificial, esto último con el fin de crear precipitados nanométricos, útiles para bloquear el deslizamiento de las dislocaciones y con ello mejorar las propiedades mecánicas [5]. También se ha investigado el tiempo óptimo de inmersión de la muestra en nitrógeno líquido ( $NL_2$ ) [4] e incluso el comportamiento mecánico y microestructural de la aleación dependiendo de los porcentajes de reducción [1,2,4], sin embargo, hasta la fecha no se ha profundizado sobre lo que ocurre con las propiedades mecánicas y microestructurales cuando se varía el grado de deformación para un porcentaje de reducción establecido, en otras palabras, lo que le sucede a esta aleación si el porcentaje de reducción es fijo y solo se varía el número de pasos para alcanzarla. Basándose en esta problemática se plantearon los siguientes objetivos:

### **Objetivo Principal**

Determinar la influencia que tiene el porcentaje de deformación en la laminación a temperatura criogénica sobre la microestructura y el comportamiento mecánico de una aleación 7075.

### **Objetivos particulares**

1. Determinar el efecto de la deformación a temperatura criogénica sobre las fases presentes en la aleación antes y después de ser deformadas a temperatura criogénica.
2. Determinar el efecto que tiene la deformación a temperatura criogénica sobre la resistencia a la fluencia y sobre la ductilidad de la aleación.
3. Determinar la relación entre los cambios microestructurales y el comportamiento mecánico de la aleación de aluminio 7075 al ser sometida a una deformación a temperatura criogénica

Teniendo en cuenta los objetivos planteados, el trabajo se estructura de la siguiente forma: en el capítulo 1 se muestra el marco teórico sobre el tipo de material, el proceso de laminación a temperatura criogénica, los tratamientos térmicos, las secuencias de precipitación y los fenómenos relacionados con la recuperación, recristalización y crecimiento de grano. En el capítulo 2, se describen las condiciones iniciales del material recibido, el proceso de preparación y deformación de las láminas, las técnicas de caracterización microestructural y los ensayos utilizados para evaluar sus propiedades mecánicas. Finalmente, en el capítulo 3, se muestran los resultados obtenidos de las propiedades mecánicas y las observaciones microestructurales de las diferentes etapas.

# Capítulo 1.

*En este capítulo se presenta una breve descripción sobre los conceptos fundamentales asociados con la aleación de interés, su proceso de laminación, tratamientos térmicos, secuencias de precipitación y fenómenos relacionados con la recuperación, recristalización y crecimiento de grano.*

## 1. Conceptos Fundamentales

### 1.1. Generalidades de las Aleaciones de Aluminio

El aluminio es el tercer elemento más abundante de la naturaleza, tiene una densidad aproximada de 2.7 g/cm<sup>3</sup>, cerca de un tercio de la del acero. Posee buena resistencia específica, una elevada conductividad térmica, eléctrica y buena resistencia a la oxidación y corrosión [6,7].

Las aleaciones de aluminio se clasifican según su método de fabricación en forjadas y fundidas, los cuales, a su vez, se subdividen en dos subgrupos dependiendo de si son tratables térmicamente o no. La composición de ambos tipos se designa mediante cuatro dígitos, donde el primero indica el elemento principal de la aleación y los restantes la composición específica de la misma. Después de estas hay un espacio donde posteriormente se puede anexar una letra y hasta tres números que representan el tratamiento térmico y/o mecánico aplicado en la aleación [6,7].

#### 1.1.1. Aleación 7075

Es una aleación de aluminio con excelente relación resistencia-peso, resistencia a la fatiga y buena maquinabilidad, de hecho, es ampliamente utilizada en piezas sometidas a grandes esfuerzos de la industria aeronáutica y aeroespacial por ser la mejor de las aleaciones disponible comercialmente [6]. Su principal aleante es el Zinc que oscila entre el 5.1% a 6.1% de su composición total. Los rangos de composición química de esta aleación según la norma ASTM B 209M – 04 [8] se muestran en la **tabla 1**.

|       | <b>Zn</b> | <b>Mg</b> | <b>Cu</b> | <b>Cr</b>     | <b>Fe</b>    | <b>Si</b>    | <b>Ti</b>    | <b>Mn</b>    | <b>Al</b> |
|-------|-----------|-----------|-----------|---------------|--------------|--------------|--------------|--------------|-----------|
| Norma | 5.1-6.1   | 2.1-2.9   | 1.2-2.0   | 0.18-<br>0.28 | Máx.<br>0.50 | Máx.<br>0.40 | Máx.<br>0.20 | Máx.<br>0.30 | Balance   |

**Tabla 1.** Valores en porcentaje masa de la composición de la aleación 7075 según la norma ASTM B 209M – 04

## 1.2. Proceso de Laminación.

Es un proceso de deformación, en el cual se reduce el espesor de un material mediante fuerzas de compresión ejercidas por rodillos opuestos [9]. Existen dos tipos de laminación:

- Laminación en caliente: Es un proceso de conformado que se realiza por encima de la temperatura de recristalización, es decir, la temperatura donde los granos se comienzan a transformar en nuevos granos sin dislocaciones [6]. El objetivo es producir granos dúctiles, que mantengan la microestructura equiaxiada y eviten el endurecimiento por deformación [10].
- Laminación en frío: Es un proceso de conformado que se realiza por debajo de la temperatura de recristalización donde si tiene lugar el endurecimiento por deformación y permite producir una lámina con buena calidad superficial. En este proceso el cambio de la microestructura es ocasionado por la fragmentación y alineación de partículas Intermetálicas [6,11]

### 1.2.1 Laminación a Temperatura Criogénica.

Es una ruta potencial para producir grano ultrafino (UFG) que consiste en un someter el material a un proceso de deformación en frío a la temperatura del nitrógeno líquido (~-196°C). Es ampliamente utilizado en metales como Cu, Ni, Al [12-14] y especialmente en aleaciones de este último [15-17] debido a que suprime la recuperación y recristalización dinámica permitiéndole así al material, acumular una mayor densidad de dislocaciones que actúan como fuerza impulsora en la formación de granos ultrafinos, mejorando de esta forma su resistencia y ductilidad. Lo anterior es muy útil teniendo en cuenta que el aluminio al tener una alta energía de falla de apilamiento (SFE) tiene una baja capacidad para acumular dislocaciones [3].

### 1.3 Tratamiento Térmico de la Aleación 7075

Las aleaciones de aluminio según su tratamiento térmico se dividen en dos categorías: Tratables y no tratables térmicamente. En la **tabla 2** se muestran las series de las aleaciones de aluminio según su tratamiento térmico y se puede apreciar que la serie 7xxx (Al-Zn-Mg-Cr) ya sea obtenida por procesos de fabricación de forja o fundición corresponde a la categoría de endurecibles por precipitación

| Sistema de designación para aleaciones de aluminio  |                                 |   |
|---|---------------------------------|---|
| <b>Aleaciones forjadas</b>  |                                 |   |
| 1xxx <sup>a</sup>   | Al comercialmente puro (>99%Al) | No endurecible por envejecimiento           |
| 2xxx  | Al-Cu y Al-Cu-Li                | Endurecible por envejecimiento              |
| 3xxx  | Al-Mn                           | No endurecible por envejecimiento           |
| 4xxx  | Al-Si y Al-Mg-Si                | Endurecible por envejecimiento              |
| 5xxx  | Al-Mg                           | No endurecible por envejecimiento           |
| 6xxx  | Al-Mg-Si                        | Endurecible por envejecimiento              |
| 7xxx  | Al-Mg-Zn                        | Endurecible por envejecimiento              |
| 8xxx  | Al-Li,Sn,Zr o B                 | Endurecible por envejecimiento              |
| 9xxx  | No usada actualmente            |   |
| <b>Aleaciones Fundidas</b>  |                                 |   |
| 1xxx <sup>b</sup>   | Al comercialmente puro          | No endurecible por envejecimiento           |
| 2xxx  | Al-Cu                           | Endurecible por envejecimiento              |
| 3xxx  | Al-Si-Cu o Al-Mg-Si             | Algunas son endurecibles por envejecimiento |
| 4xxx  | Al-Si                           | No endurecible por envejecimiento           |
| 5xxx  | Al-Mg                           | No endurecible por envejecimiento           |
| 7xxx  | Al-Mg-Zn                        | Endurecible por envejecimiento              |
| 8xxx  | Al-Sn                           | Endurecible por envejecimiento              |
| 9xxx  | No usada actualmente            |   |
| <sup>a</sup> El primer dígito muestra el elemento principal de la aleación, el segundo dígito muestra modificación; los últimos dos dígitos muestran el porcentaje decimal de la concentración de Al. |                                 |   |
| <sup>b</sup> El último dígito indica la forma del producto, 1 o 2 es lingote (depende de la pureza) y 0 para fundición.   |                                 |   |

**Tabla 2.** Sistema de designación y categoría a la que pertenecen según su tratamiento térmico las aleaciones de aluminio. (Tabla extraída de referencia [6])

### 1.3.1 Homogenización

El tratamiento de homogenización se realiza en aleaciones de fundición con el objetivo de mejorar su formabilidad después de tratamientos termomecánicos como laminado, extrusión, forjado etc. Además, permite incrementar las propiedades de la aleación y eliminar las inhomogeneidades de concentración de los elementos aleantes (microsegregación) [18].

Durante este tratamiento ocurre la disolución de fases metaestables, la fragmentación y esferoidización de partículas no-disolubles relacionadas con la difusión de los átomos, los cambios de microestructura de la solución sólida producto de la reducción en la densidad y configuración de dislocaciones más estables y el desarrollo de porosidades formadas por la disolución de inclusiones de fase en exceso [18].

### 1.3.2 Tratamiento de Solubilización en Estado Sólido

Este tipo de tratamiento se aplica con el objetivo de redissolver las fases secundarias que precipitan durante el procesamiento termomecánico. Cabe recalcar que viene acompañado por un proceso de recristalización, es decir, que para lograr obtener la solución sólida sobresaturada ( $\alpha_{ss}$ ) es necesario llevar la aleación por encima de la temperatura de *solvus*. Lo anterior da como resultado discontinuidades en la red cristalina provocando el endurecimiento de la aleación [19].

En el diagrama ternario mostrado en la **figura 1** se puede apreciar que la temperatura aproximada de *solvus* de la aleación 7075 es de 400 °C [20,21]

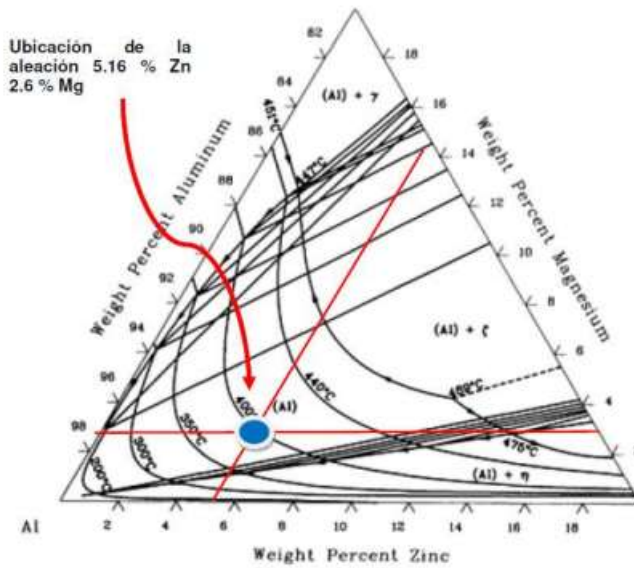


Figura 1. Temperatura de solvus aproximada del diagrama ternario Al-Zn-Mg (imagen extraída de referencia [21]).

### 1.3.3 Precipitación

Este tipo de tratamiento térmico denominado comúnmente como endurecimiento por precipitación o endurecimiento por envejecimiento, es el resultado de transformaciones de fases que permiten obtener una dispersión uniforme de precipitados coherentes, finos y duros dentro una matriz más dúctil y blanda [6,7]. Ahora bien, para lograr este tratamiento se deben seguir tres etapas, tal como se muestra en la figura 2:

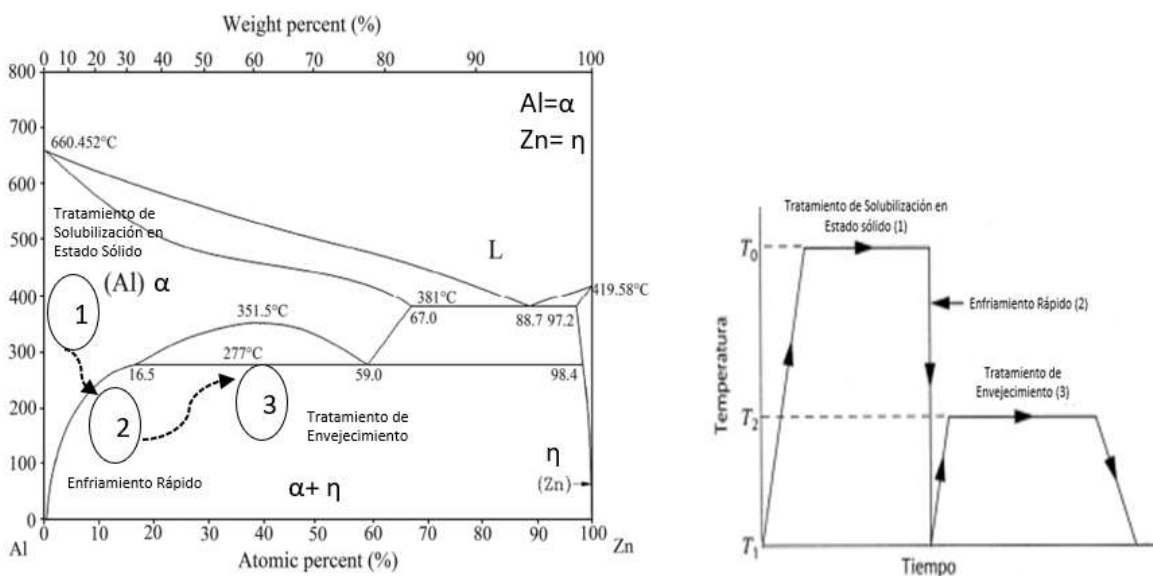


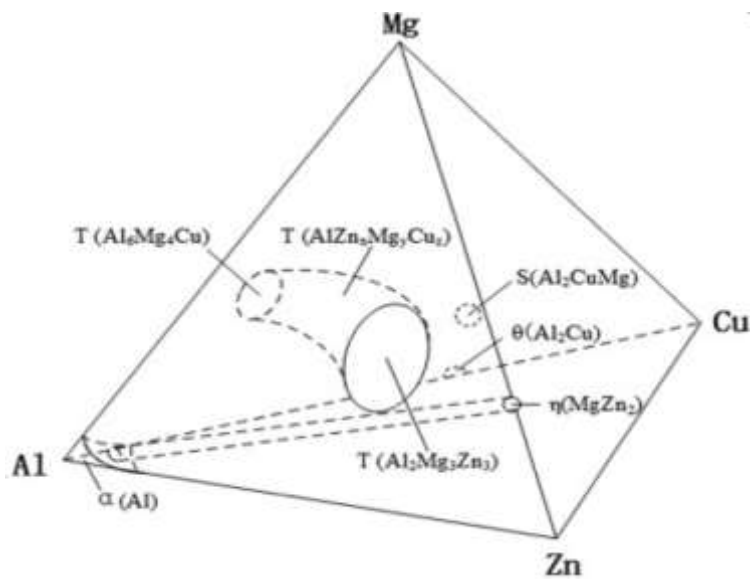
Figura 2. Diagrama de pasos para producir el endurecimiento por precipitación en una aleación de Al-Zn.



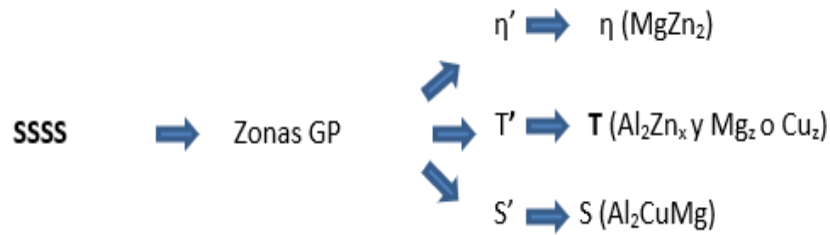
1. Tratamiento por solución sólida: Este consiste en calentar por encima de la temperatura de *solvus* ( $T_0$ ) y posteriormente sostenerla hasta obtener una solución  $\alpha$  sólida homogénea. Lo anterior es para lograr el precipitado de fase y disminuir la segregación microquímica.
2. Templado: La solución es enfriada rápidamente hasta una temperatura ( $T_1$ ) para que los átomos no tengan tiempo de difundirse hacia sitios de nucleación evitando así la formación de  $\eta$  y permitiendo obtener una solución sólida sobresaturada ( $\alpha_{ss}$ ), cuya estructura es metaestable pero no de equilibrio.
3. Tratamiento de Envejecimiento: Finalmente, la solución sólida sobresaturada se calienta a una temperatura inferior a la de *solvus* ( $T_2$ ) para producir una estructura de equilibrio  $\alpha + \eta$ .

### 1.4 Secuencia de Precipitación

En la **figura 4** se muestra la posible secuencia de precipitación de fases del sistema Al-Zn-Mg-Cu extraída del diagrama de la **figura 3**.



**Figura 3.** Diagrama de fases del sistema Al-Zn-Cu-Mg. (Imagen extraída de referencia [22])



**Figura 4.** Secuencia de posibles fases de precipitación del sistema Al-Zn-Cu-mg

La solución sólida sobresaturada (SSSS) se obtiene durante el enfriamiento realizado al proceso de solubilización en estado sólido y es un estado metaestable con estructura de solubilidad completa, es decir, con la estructura obtenida durante el tratamiento de solución sólida ( $\alpha$ ) [23].

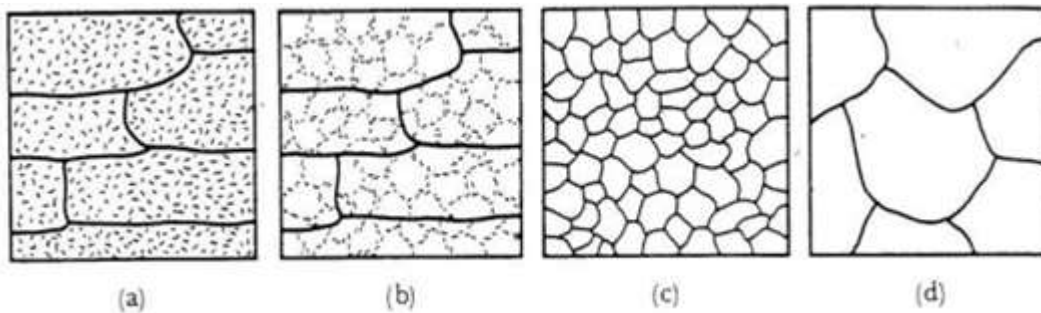
Al comienzo del envejecimiento se forman las zonas de *Guinier-Preston* (GP) que son simplemente agrupamientos (clústeres) ricos en átomos de soluto, que retienen la estructura y son coherentes con la misma. En las aleaciones Al-Zn-Mg se distinguen dos tipos de zonas GP, donde la zona GPI se forma por envejecimiento natural (a temperatura ambiente) y la zona GPII por envejecimiento artificial (temperatura mayor a la temperatura ambiente) [23].

A medida que aumenta la temperatura durante el envejecimiento, ocurre la aniquilación de defectos y la disolución de las zonas GP. Esto último permite la formación de compuestos Intermetálicos metaestables, que no son otra cosa que precipitados coherentes con una red cristalina y una composición química propia y diferente del compuesto de equilibrio. Ahora bien, dependiendo de la composición de la aleación específicamente de la relación Mg:Zn, se pueden generar precipitados coherentes de la fase  $\eta$  o de la fase T, en otras palabras, si la relación entre estos dos elementos está entre 2:5 y 1:7, se forma la fase  $\eta$ , pero si dicha relación se encuentra ente 0.5 y 6, la descomposición terminará con la formación de la fase T [23,24]

Finalmente, terminado el envejecimiento, el precipitado  $\eta'$  que se esperaría de una aleación 7075, es disuelto para formar la fase  $\eta$ , un precipitado no coherente, en equilibrio y estable termodinámicamente [23]. Cabe mencionar que, si el contenido de cobre supera ampliamente al contenido de magnesio en este tipo de aleaciones, se puede incrementar la estabilidad de las zonas GP, provocando una alteración en la composición de la fase  $\eta'$  debido a la formación de la fase S' ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ) [25].

## 1.5 Generalidades sobre los fenómenos ocurridos durante la Recuperación, Recristalización y Crecimiento de Grano.

Cuando el material es laminado, una pequeña parte de la energía se almacena como energía interna de deformación, mientras que la gran mayoría es disipada en forma de calor dejando a la pieza con un alto grado de inestabilidad termodinámica [26]. Para lograr estabilizarse el material se debe liberar esa energía, pero esto no se da espontáneamente, sino que requiere de una fuerza impulsora lograda mediante un aumento de temperatura. Ahora en este proceso, el material pasa por diferentes cambios microestructurales hasta alcanzar su condición inicial. Tales fenómenos de restauración que se ven en la **figura 5** son el resultado de procesos a temperaturas elevadas llamados recuperación y recristalización después de los cuales puede ocurrir el crecimiento de grano [7].



**Figura 5.** Etapas de recristalización a) Trabajado en frío b) Poco después de la Recuperación c) Poco después de la Recristalización d) Crecimiento de Grano. (imagen extraída de referencia [6])

### 1.5.1 Recuperación

Es el primer proceso de restauración una vez el material es deformado en frío y se caracteriza porque parte de la energía interna almacenada como energía de deformación, es liberada mediante el movimiento de dislocaciones que forman los límites de una estructura subgranular poligonizada como producto de la difusión atómica a elevadas temperaturas [6,7].

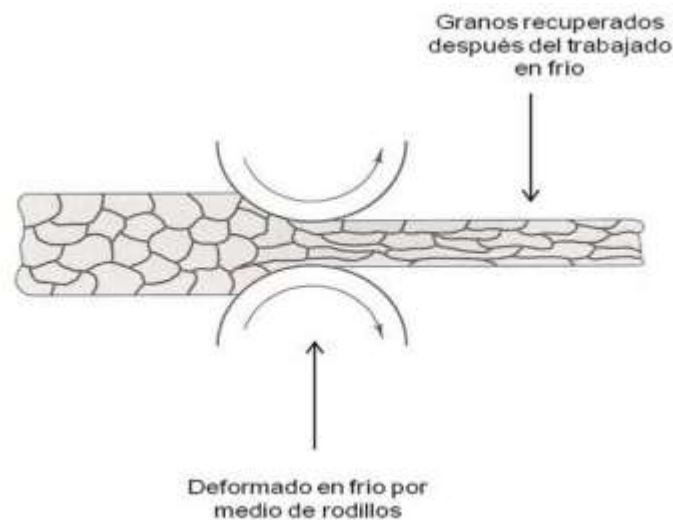
Dependiendo de si la recuperación se da durante el proceso de recocido una vez el material ha sido deformado o si la restauración sucede al comienzo y al final del proceso de deformación en frío, esta se puede dividir en dos categorías:

## Recuperación Estática:

En este proceso la recuperación y deformación ocurren de forma separada y se caracteriza microestructuralmente porque el movimiento de las dislocaciones hacia la pared celular se produce como resultado de las tensiones de interacción entre las propias dislocaciones [27].

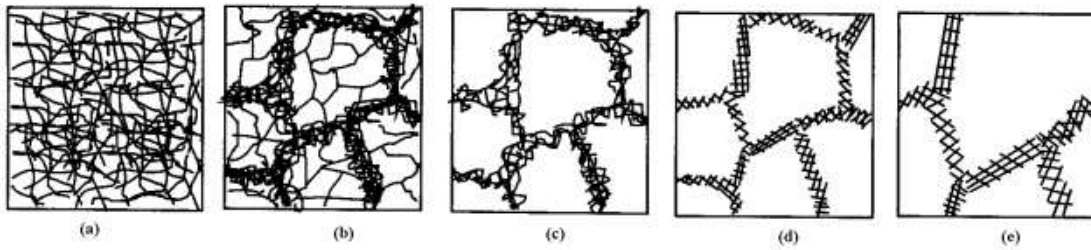
## Recuperación Dinámica:

Este tipo de proceso ocurre mientras se lleva a cabo la deformación plástica (ver **figura 6**) y se caracteriza porque las tensiones obtenidas durante el trabajo mecánico se suman a las tensiones que actúan entre dislocaciones [27]



**Figura 6.** Proceso de recuperación dinámica. (Imagen extraída de referencia [28])

En la **figura 7** se muestran las etapas de la recuperación dinámica donde el movimiento de las dislocaciones se da hacia los límites de grano formando una estructura celular que, por la aniquilación de dislocaciones, van generando subgranos que crecen con la temperatura. Cabe mencionar que, con el incremento de la deformación en el material, sus celdas también aumentan de tamaño y sus paredes celulares se van volviendo más delgadas y mejor definidas [27,28]



**Figura 7.** Etapas de recuperación dinámica para un material deformado a) Generación de dislocaciones b) Formación de celdas c) Aniquilación de dislocaciones dentro de las celdas d) Formación de subgranos e) y su Crecimiento (imagen extraída de referencia [28])

Por otra parte, las curvas de esfuerzo-deformación en este proceso tienen un fuerte impacto en la reducción de la energía de deformación debido al movimiento de las dislocaciones desde los planos de deslizamiento hacia sus paredes, lo cual implica, que se puede nuclear con mayor facilidad las dislocaciones adicionales necesarias para incrementar la tensión, provocando así, una reducción en la efectividad del endurecimiento por deformación en el material [27].

### 1.5.2 Recristalización

Es la etapa posterior a la recuperación donde ocurre la formación de un nuevo conjunto granos equiaxiales libre de deformación, con baja densidad de dislocaciones. En este proceso la difusión es de corto alcance donde los nuevos granos se forman como núcleos muy pequeños [7].

La fuerza motriz para producir esta nueva estructura de granos es la diferencia en energía interna entre el material deformado y el no deformado, es decir, la energía almacenada del trabajo en frío, la cual es dependiente de la temperatura de recristalización y de la cantidad de deformación, a su vez el tamaño de grano al final de este mecanismo depende de la cantidad de deformación en el material antes del recocido [7]

Dependiendo de si la nucleación y crecimiento de nuevos granos se produce durante la deformación o por un tratamiento térmico de recocido subsecuente a la misma, se pueden presentar dos tipos de procesos de recristalización:

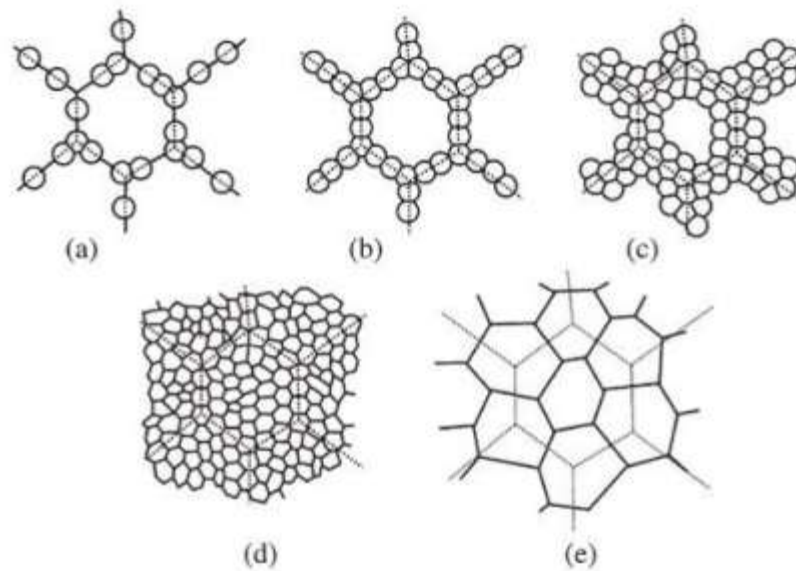
## Recristalización Estática

Este tipo de recristalización surge durante el tratamiento térmico de recocido posterior a la deformación plástica en frío [6]. Ocurre a temperaturas elevadas durante el periodo de reposo de la aleación deformada, produciendo en la microestructura el refinamiento o engrosamiento de grano dependiendo del número de núcleos nuevos y el tiempo de reposo a dicha temperatura, en otras palabras, si el número de núcleos es limitado y el tiempo largo, entonces, se obtendrán granos gruesos, en caso contrario, habrá un refinamiento de grano [29,30].

## Recristalización Dinámica

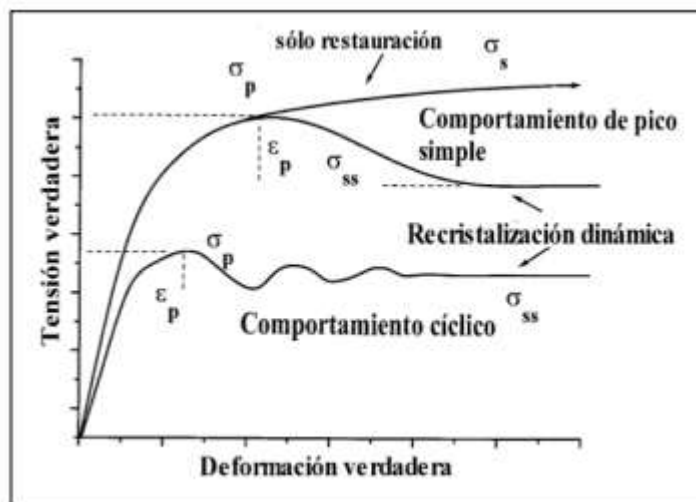
Este tipo de recristalización se da durante el proceso de deformación y tiene lugar cuando se alcanza la deformación crítica ( $\epsilon_c$ ), dicho en otras palabras, la deformación mínima necesaria para que la densidad de dislocaciones sea remplazada por la nucleación de nuevos granos [28].

La formación de estos nuevos granos se da en los bordes de los granos deformados y su crecimiento se debe a la migración de estos como consecuencia de la diferencia en la densidad de dislocaciones. En la **figura 8** se muestra con mayor detalle el proceso de recristalización dinámica, donde se puede apreciar que una vez alcanzada la deformación crítica los primeros granos aparecen en los límites de grano original formando la estructura característica de collar. Con el incremento de la deformación se producen sitios nucleantes activos que permiten generar un mayor número de granos recristalizados. Por último, sus bordes comienzan a migrar hacia zonas de alta densidad de dislocaciones eliminando la distorsión producida durante el endurecimiento [26,27].



**Figura 8.** Desarrollo de la recristalización dinámica a) Granos iniciales posicionados en los límites de grano b) Estructura de collar c) Aglomeración de granos alrededor de la estructura de collar d) cubrimiento total de antiguos granos por nuevos e) Crecimiento de nuevos granos (imagen extraída de referencia [28])

por otra parte, en la **figura 9** se muestra la curva de esfuerzo-deformación durante el proceso de recristalización dinámica bajo diferentes condiciones de deformación.



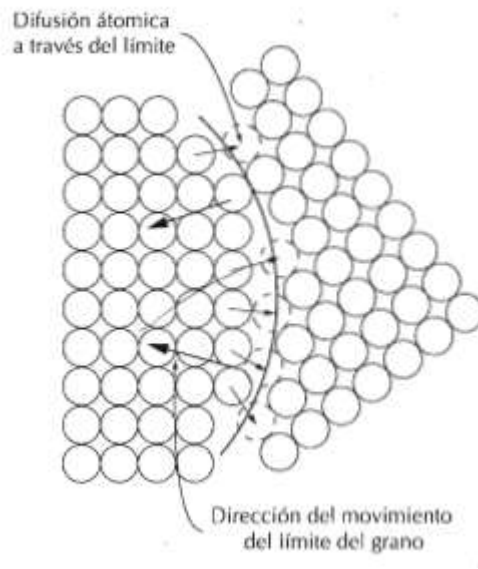
**Figura 9.** Representación esquemática de la recristalización dinámica en diferentes condiciones de deformación (imagen extraída de referencia [31])

Se puede apreciar que inicialmente no existe una disminución en su resistencia a la tensión debido a que la nucleación y crecimiento de grano requieren de un tiempo necesario para provocar la reducción en la

densidad de dislocaciones y con ello la caída de tensión de la curva. En esta etapa de transición donde ocurre el ablandamiento, la microestructura es fuertemente modificada por la reducción en la densidad de dislocaciones. El pico único o múltiple que se observa durante la recristalización dinámica se debe a la temperatura y velocidad de deformación, donde, por ejemplo, al aumentar la temperatura o disminuir la velocidad de deformación, el pico simple se transforma en pico múltiple. Finalmente se observa una zona de tensión constante producto del equilibrio alcanzado entre el endurecimiento por acumulación de dislocaciones y el ablandamiento provocado por la recristalización dinámica [32].

### 1.5.3. Crecimiento de Grano

Al incrementar la temperatura una vez terminada la recristalización, los granos libres de deformación van creciendo con el tiempo y los granos favorecidos van eliminando a los más pequeños. Este crecimiento se produce por la migración de los límites de grano hacia su centro de curvatura en dirección opuesta a la migración de los átomos (ver **figura 10**) donde la energía libre superficial de los granos individuales es reducida durante su activación térmica [7].



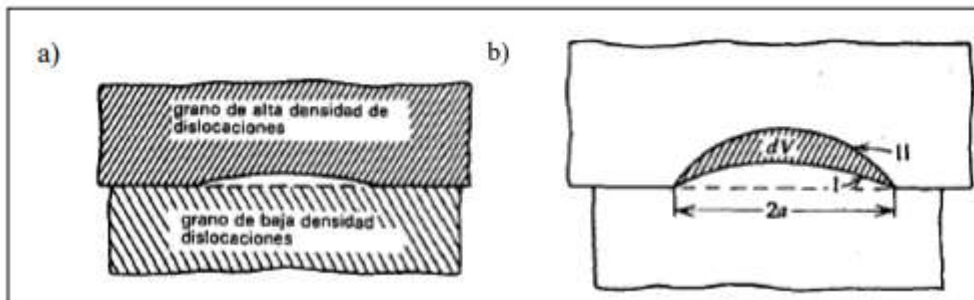
**Figura 10.** Representación esquemática del crecimiento de grano por difusión atómica (imagen extraída de referencia [7]).



Por otra parte, la fuerza impulsora para que se dé el crecimiento de grano es la disminución de la energía de deformación almacenada, provocada, por el movimiento de la interfase grano-recristalizado y grano-deformado [33].

En la **figura 11** se muestra que la nucleación comienza lo largo del límite de la interfase designada como **2a** donde la energía almacenada ( $\epsilon a$ ) debe ser mayor que la energía superficial del límite para que este fenómeno ocurra (ecuación 1) [34].

$$\epsilon a = \frac{2\gamma}{a} \quad (1)$$



**Figura 11.** a) Crecimiento de grano con alta densidad de dislocaciones b) Modelo del fenómeno de nucleación (imagen extraída de referencia [34])

Finalmente se debe mencionar que las propiedades mecánicas del material pueden ser afectadas por el crecimiento del tamaño de grano, ya que a medida que este crece, su resistencia disminuye y su ductilidad aumenta [7].

---

*Fin del capítulo*

# Capítulo 2.

*En este capítulo se hará una breve descripción de las condiciones iniciales del material recibido, de su proceso de preparación, de las técnicas de caracterización microestructural y evaluación de las propiedades mecánicas empleadas en el desarrollo del proyecto.*

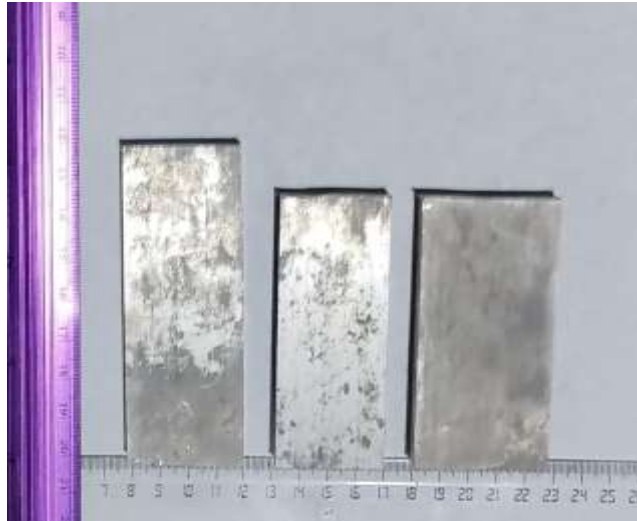
## 2. Desarrollo experimental.

### 2.1. Condiciones Iniciales

La aleación 7075-O (recocida) fue recibida de un proyecto anterior [35], tal como se muestra en la **figura 12**. Su composición química se presenta en la **tabla 3** y fue determinada por espectroscopía de fluorescencia de rayos X. Los planchones con espesor inicial de 13 mm fueron cortados en secciones más pequeñas (ver **figura 13**) para facilitar su posterior tratamiento térmico y proceso de deformación.



**Figura 12.** Planchón inicial de la aleación 7075



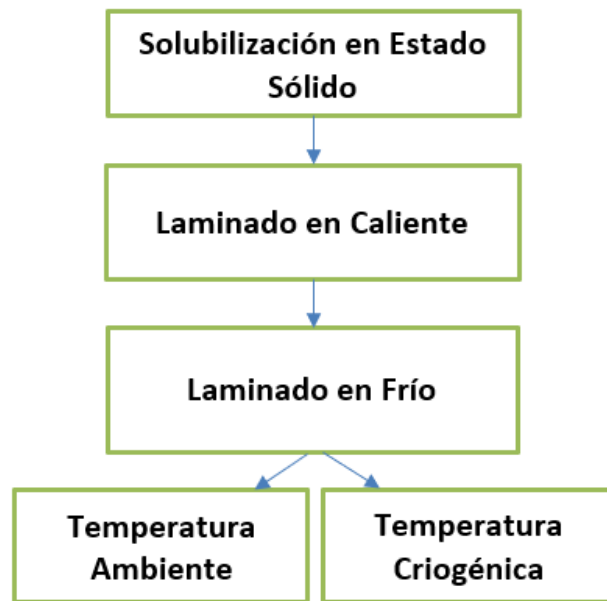
**Figura 13.** Planchones iniciales maquinados de la aleación 7075

|                                      | Zn   | Mg   | Cu   | Cr   | Fe   | Ni   | Ti   | Al      |
|--------------------------------------|------|------|------|------|------|------|------|---------|
| <b>Composición (% peso)/Elemento</b> | 5.30 | 2.20 | 1.80 | 0.30 | 0.40 | 0.01 | 0.06 | Balance |

**Tabla 3.** Composición química de la aleación 7075 determinada por fluorescencia de rayos X con espectrómetro NexQc Plus+ marca Rigaku (Tabla extraída de referencia [35])

## 2.2. Proceso de Preparación de las Muestras

En la **figura 14** se presenta el diagrama del proceso de preparación de las muestras, donde inicialmente los planchones fueron tratados térmicamente por solubilización en estado sólido para eliminar su tratamiento térmico inicial. Más adelante, se laminaron en caliente hasta lograr un espesor de 2.3 mm y luego, se deformaron en frío a temperatura ambiente ( $\sim 20^\circ$ ) y criogénica hasta alcanzar el 70% reducción en 4,6 y 10 pasos para ambos casos.



*Figura 14. Diagrama del proceso de preparación de las muestras.*

### **2.2.1. Tratamiento Térmico de Solubilización en Estado Sólido**

El tratamiento térmico de solubilización en estado sólido se hizo en los planchones iniciales para redissolver las fases secundarias, homogenizar el tamaño de grano y mejorar su ductilidad. También se llevó a cabo este tratamiento térmico en las muestras obtenidas después del proceso de laminación en caliente, con el propósito de eliminar el efecto producido por la deformación sobre sus propiedades mecánicas y microestructurales.

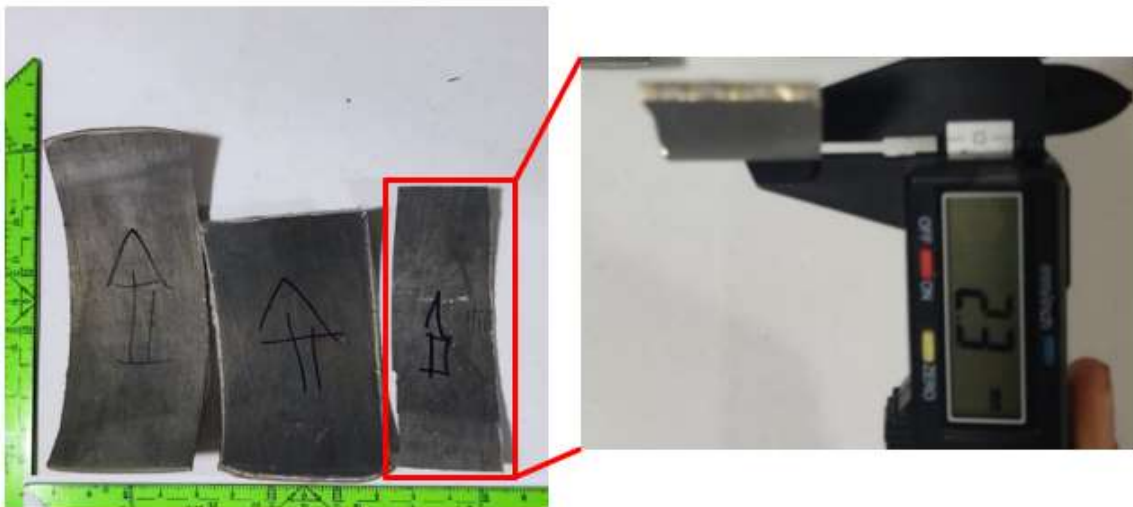
En ambas situaciones, se emplearon las condiciones de solubilización reportadas en la literatura de 490°C durante 6 horas y enfriamiento posterior en agua a temperatura ambiente (20°C aproximadamente) [1,4,5,36,37]. Cabe mencionar que el horno utilizado fue el BIOBASE modelo MX8-12TP mostrado en la (figura 15).



*Figura 15. Horno-Mufla BIOBASE del instituto de investigación en materiales.*

### 2.2.2. Laminado en Caliente

Para realizar el estudio se requerían láminas de espesor inicial de 2,3 mm, por tanto, se efectuó el proceso de laminación en caliente hasta alcanzar dichas dimensiones como se muestra en la **figura 16**



*Figura 16. Dimensiones de las láminas obtenidas después del proceso de laminación en caliente*

El esquema y las variables empleados en el proceso de deformación en caliente se presentan en la **figura 17** y la **tabla 4** respectivamente. Cabe señalar que los equipos utilizados fueron la laminadora de doble rodillo marca Fenn y el horno LIDENBERG modelo 51894.



**Figura 17.** Esquema del Proceso de laminación en caliente

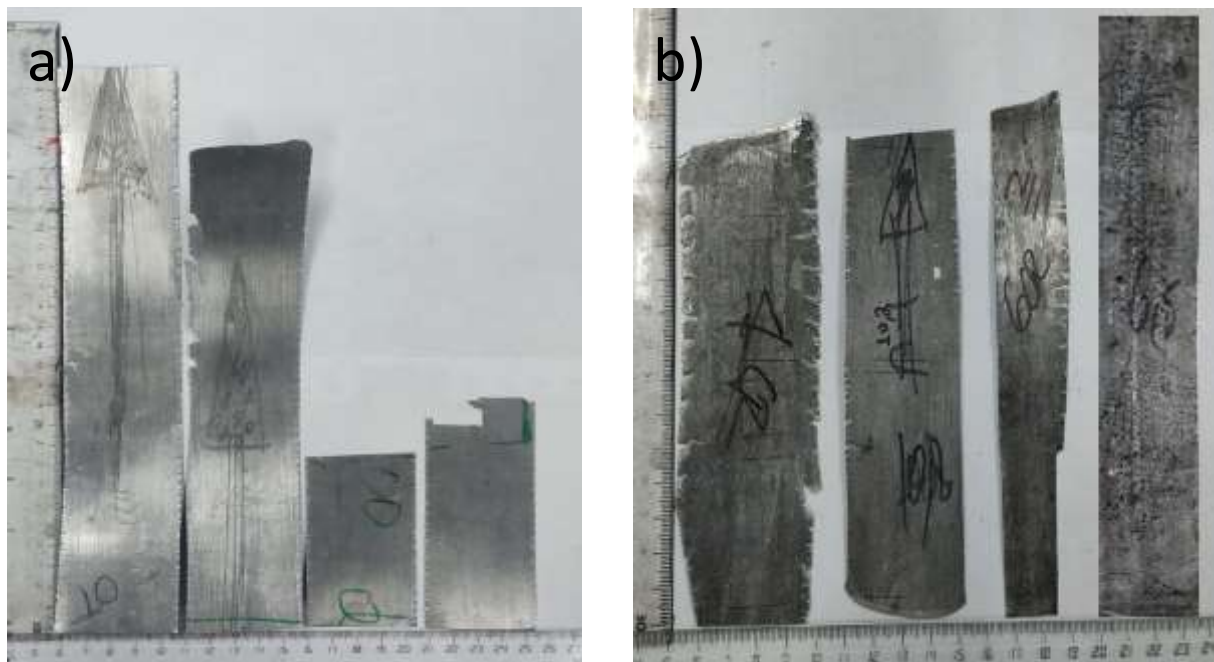
| Paso | Reducción, [mm] | Medida teórica, [mm] | Medida Experimental, [mm] | Temperatura y tiempo de homogenización, [°C]-[min] | Velocidad de deformación, [m/min] |
|------|-----------------|----------------------|---------------------------|--|-----------------------------------|
| 1    | 1,0             | 12,00                | 12,34                     | 450-20   | 10                                |
| 2    | 2,0             | 10,00                | 10,45                     | 450-20   | 10                                |
| 3    | 2,0             | 8,00                 | 8,35                      | 450-20   | 10                                |
| 4    | 1,5             | 6,50                 | 6,60                      | 500-10   | 10                                |
| 5    | 1,5             | 5,00                 | 5,10                      | 500-10   | 10                                |
| 6    | 2,0             | 3,00                 | 3,30                      | 500-10   | 12                                |
| 7    | 1,0             | 2,00                 | 2,30                      | 500-10   | 12                                |

**Tabla 4.** Variables del proceso de laminación en caliente.

### 2.2.3. Laminado en Frío

Una vez solubilizadas las láminas de 2.3 mm de espesor, se realizó la laminación en frío a temperatura ambiente y a temperatura criogénica hasta alcanzar el 70% reducción en 4, 6 y 10 pasos.

En la **figura 18 a)** y **18 b)** se muestran las láminas obtenidas después del proceso de deformación en frío a temperatura ambiente y a temperatura criogénica.



**Figura 18.** Láminas obtenidas después de la deformación en frío a) Laminado a temperatura ambiente b) Laminado a temperatura criogénica.

### Laminado a Temperatura Ambiente

Las láminas fueron deformadas en 4, 6 y 10 pasos como se muestran en las **tablas 5, 6 y 7** respectivamente. En todos los casos, el proceso se efectuó a una velocidad de 5 m/min hasta alcanzar un porcentaje de reducción del 70%. El equipo de laminación empleado fue el mismo que el utilizado en la laminación en caliente (ver **figura 17**)

| Paso | Reducción, [mm] | Medida teórica, [mm] | Medida Experimental, [mm] | Deformación parcial teórica [%] | Deformación parcial Experimental [%] |
|------|-----------------|----------------------|---------------------------|---------------------------------|--------------------------------------|
| 1    | 0,40            | 1,90                 | 2,00                      | 17,39                           | 13,04                                |
| 2    | 0,60            | 1,30                 | 1,55                      | 26,09                           | 19,57                                |
| 3    | 0,55            | 0,75                 | 1,00                      | 23,91                           | 23,91                                |
| 4    | 0,32            | 0,43                 | 0,69                      | 13,91                           | 13,48                                |

**Tabla 5.** Laminación a temperatura ambiente en 4 pasos.

| Paso | Reducción, [mm] | Medida teórica, [mm] | Medida Experimental, [mm] | Deformación parcial teórica [%] | Deformación parcial Experimental [%] |
|------|-----------------|----------------------|---------------------------|---------------------------------|--------------------------------------|
| 1    | 0,27            | 2,03                 | 2,05                      | 11,74                           | 10,87                                |
| 2    | 0,30            | 1,73                 | 1,78                      | 13,04                           | 11,74                                |
| 3    | 0,30            | 1,43                 | 1,48                      | 13,04                           | 13,04                                |
| 4    | 0,30            | 1,13                 | 1,18                      | 13,04                           | 13,04                                |
| 5    | 0,25            | 0,88                 | 0,93                      | 10,87                           | 10,87                                |
| 6    | 0,23            | 0,65                 | 0,71                      | 10,00                           | 9,57                                 |

**Tabla 6.** Laminación a temperatura ambiente en 6 pasos.

| Paso | Reducción, [mm] | Medida teórica, [mm] | Medida Experimental, [mm] | Deformación parcial teórica [%] | Deformación parcial Experimental [%] |
|------|-----------------|----------------------|---------------------------|---------------------------------|--------------------------------------|
| 1    | 0,17            | 2,13                 | 2,25                      | 7,39                            | 2,17                                 |
| 2    | 0,30            | 1,83                 | 1,98                      | 13,04                           | 11,74                                |
| 3    | 0,17            | 1,66                 | 1,81                      | 7,39                            | 7,39                                 |
| 4    | 0,17            | 1,49                 | 1,64                      | 7,39                            | 7,39                                 |
| 5    | 0,15            | 1,34                 | 1,49                      | 6,52                            | 6,52                                 |
| 6    | 0,15            | 1,19                 | 1,35                      | 6,52                            | 6,09                                 |
| 7    | 0,17            | 1,02                 | 1,19                      | 7,39                            | 6,96                                 |
| 8    | 0,17            | 0,85                 | 1,02                      | 7,39                            | 7,39                                 |
| 9    | 0,17            | 0,68                 | 0,86                      | 7,39                            | 6,96                                 |
| 10   | 0,17            | 0,51                 | 0,70                      | 7,39                            | 6,96                                 |

**Tabla 7.** Laminación a temperatura ambiente en 10 pasos.



## Laminado a Temperatura Criogénica

Para la laminación a temperatura criogénica, las muestras fueron sumergidas en nitrógeno líquido contenido en un recipiente unicel (ver esquema de la **figura 19**) durante 15 minutos por cada paso según lo reportado en la literatura [4]. La deformación se realizó en 4, 6 y 10 pasos como se presenta en las **tablas 8,9 y 10** hasta alcanzar un porcentaje de reducción del 70%. Cabe señalar que se utilizó el mismo equipo y la misma velocidad de deformación que en el proceso de laminación a temperatura ambiente.



**Figura 19.** Proceso de laminación en frío a temperatura criogénica.

| Paso | Reducción<br>,[mm] | Medida<br>teórica,<br>[mm] | Medida<br>Experimental,<br>[mm] | Deformación<br>parcial<br>teórica [%] | Deformación<br>parcial<br>Experimental [%] |
|------|--------------------|----------------------------|---------------------------------|---------------------------------------|--|
| 1    | 0,40               | 1,90                       | 2,10                            | 17,39                                 | 8,70                                       |
| 2    | 0,70               | 1,20                       | 1,50                            | 30,43                                 | 26,09                                      |
| 3    | 0,60               | 0,60                       | 0,90                            | 26,09                                 | 26,09                                      |
| 4    | 0,20               | 0,40                       | 0,70                            | 8,70                                  | 8,70                                       |

**Tabla 8.** Laminación a temperatura criogénica en 4 pasos

| Paso | Reducción, [mm] | Medida teórica, [mm] | Medida Experimental, [mm] | Deformación parcial teórica [%] | Deformación parcial Experimental [%] |
|------|-----------------|----------------------|---------------------------|---------------------------------|--------------------------------------|
| 1    | 0,27            | 2,03                 | 2,13                      | 11,74                           | 7,39                                 |
| 2    | 0,35            | 1,68                 | 1,90                      | 15,22                           | 10,00                                |
| 3    | 0,35            | 1,33                 | 1,55                      | 15,22                           | 15,22                                |
| 4    | 0,35            | 0,98                 | 1,22                      | 15,22                           | 14,35                                |
| 5    | 0,27            | 0,71                 | 0,98                      | 11,74                           | 10,43                                |
| 6    | 0,30            | 0,41                 | 0,71                      | 13,04                           | 11,74                                |

**Tabla 9.** Laminación a temperatura criogénica en 6 pasos

| Paso | Reducción, [mm] | Medida teórica, [mm] | Medida Experimental, [mm] | Deformación parcial teórica [%] | Deformación parcial Experimental [%] |
|------|-----------------|----------------------|---------------------------|---------------------------------|--------------------------------------|
| 1    | 0,20            | 2,10                 | 2,23                      | 8,70                            | 3,04                                 |
| 2    | 0,25            | 1,85                 | 2,06                      | 10,87                           | 7,39                                 |
| 3    | 0,25            | 1,60                 | 1,83                      | 10,87                           | 10,00                                |
| 4    | 0,20            | 1,40                 | 1,67                      | 8,70                            | 6,96                                 |
| 5    | 0,17            | 1,23                 | 1,50                      | 7,39                            | 7,39                                 |
| 6    | 0,15            | 1,08                 | 1,35                      | 6,52                            | 6,52                                 |
| 7    | 0,15            | 0,93                 | 1,21                      | 6,52                            | 6,09                                 |
| 8    | 0,17            | 0,76                 | 1,04                      | 7,39                            | 7,39                                 |
| 9    | 0,17            | 0,59                 | 0,87                      | 7,39                            | 7,39                                 |
| 10   | 0,17            | 0,42                 | 0,70                      | 7,39                            | 7,39                                 |

**Tabla 10.** Laminación a temperatura criogénica en 10 pasos

## 2.3 Técnicas de Caracterización

El material inicial y las láminas con las mejores propiedades mecánicas obtenidas después de las pruebas de tracción fueron caracterizadas mediante técnicas de difracción de rayos X, microscopía electrónica de barrido y calorimetría diferencial de barrido.

### 2.3.1. Difracción de Rayos X (DRX)

Los rayos X son radiaciones electromagnéticas donde el haz difractado está compuesto por un gran número de rayos dispersos que se refuerzan mutuamente [38]. Para comprender este fenómeno, supongamos que se irradian haces de rayos X a un material como se muestra en la **figura 20**. Los rayos X incidentes son dispersados por los átomos en todas las direcciones, provocando que la mayor parte de la radiación dispersada de un átomo cancele la radiación dispersada de los otros átomos [6], sin embargo, a un ángulo particular conocido como el ángulo de Bragg, los haces son reforzados por el recorrido de un número entero de longitudes de onda, produciendo así, el efecto de difracción [ 11]

La ley de Bragg está expresada matemáticamente por la ecuación [2].

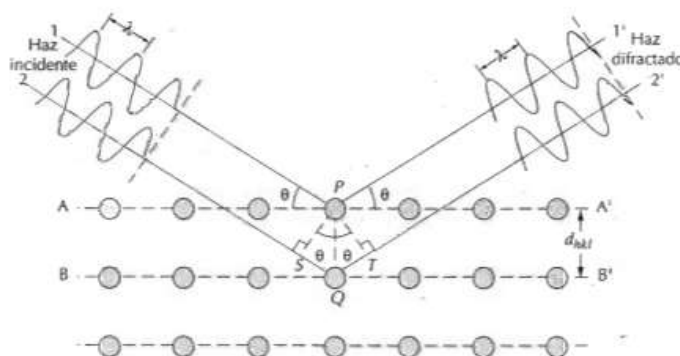
$$n \lambda = 2d \operatorname{sen} \theta \quad (2)$$

$n$ = número entero

$\lambda$  = Longitud de onda de los rayos X

$d$ = Distancia interplanar del cristal

$\theta$  = Ángulo de incidencia del haz de rayos X



**Figura 20.** Esquema que relaciona el ángulo de Bragg y la distancia entre planos atómicos (imagen extraída de referencia [7])

Finalmente, los rayos X difractados son recibidos por el difractómetro<sup>1</sup> y transformados en pulsos eléctricos

<sup>1</sup> Difractómetro: Detector de rayos X que registra los ángulos  $2\theta$  en los cuales se difracta el haz [6]

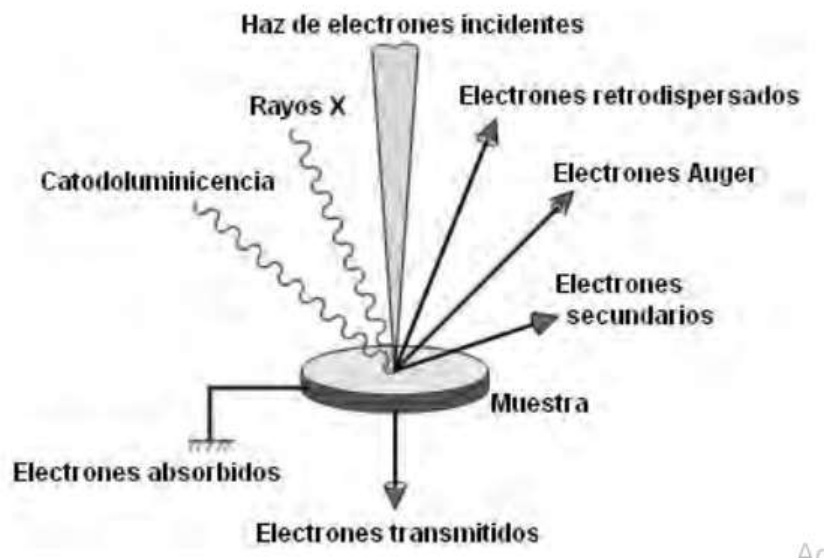
que mediante el uso de una computadora permiten la obtención de gráficas de intensidad relativa en función del ángulo  $2\theta$  [39]

Para la ejecución del proyecto las muestras fueron pulidas con lijas de carburo de silicio de números 600, 1000 , 1500 y 2000. El equipo empleado en el análisis de Rayos X fue el Bruker AXS Modelo B8 Advance, equipado con un monocromador de grafito y una lámpara de cobre con radiación de  $K\alpha = 1.5406$  . La prueba se realizó a un voltaje de 35 Kv, a una corriente de 30 mA y a un tamaño de paso de  $2^\circ/\text{min}$ . Los datos fueron recopilados mediante el software Diffrac Plus versión 2000.

Cabe destacar que esta técnica se utilizó con el objetivo de identificar las fases cristalinas presentes en las diferentes condiciones del proceso.

### 2.3.2. Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).

La microscopía electrónica de barrido en una técnica útil en el análisis topográfico y superficial de los materiales. Consiste en irradiar a los átomos de la muestra con un haz móvil de electrones, para provocar complejas interacciones y producir diferentes tipos de radiaciones, que, dependiendo de cómo se den las colisiones, pueden generar diferentes tipos de emisiones como se muestra en la **figura 21** [11,40,41,45]



**Figura 21.** Radiaciones generadas por una muestra sometida a un haz de electrones (imagen extraída de referencia [45])

El análisis de Microscopía Electrónica de Barrido se hizo para visualizar las fases, composiciones y microestructuras producidas por las diferentes condiciones de tratamientos térmicos y procesos de deformación en frío. Para conseguir lo anterior, se empleó el detector de electrones secundarios (SE) y el detector de electrones retrodispersados (BSE), con el objetivo de lograr imágenes tridimensionales de alta resolución que proporcionaran información sobre la topografía y composición superficial de las muestras. Además, se utilizó el detector de energía dispersiva (EDS) (Kevex Avantex Delta Plus acoplado al MEB) para atrapar los rayos X producidos por el material y obtener su distribución elemental.

Las muestras fueron devastadas inicialmente con lijas de SiC de números 600,1000,1500 y 2000. Luego fueron pulidas hasta lograr acabado de espejo con alúmina de 3, 1 y 0.5  $\mu\text{m}$ . Finalmente, las probetas se atacaron con keller durante 40 segundos para revelar su microestructura. Cabe mencionar que, el equipo empleado en esta investigación fue el JOEL JSM modelo 7600F mostrado en la **figura22**



**Figura 22.** Microscopio electrónico de barrido JOEL JSM 7600F del instituto de investigación en materiales

### 2.3.3 Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

La calorimetría diferencial de barrido (DSC, por sus siglas en inglés), es una herramienta termodinámica que evalúa la cantidad de calor que absorbe o libera una sustancia sometida a ciertas condiciones de temperatura. Esta técnica proporciona información sobre las temperaturas de fusión, transiciones de fase, cinéticas de reacciones, descomposición entre otras [11,40,43] y consiste en registrar las diferencias en el cambio de entalpía que ocurre en la muestra y el material inerte de referencia en función de la temperatura y el tiempo [43]

En el proyecto se empleó esta técnica para evaluar los efectos exotérmicos y endotérmicos asociados a la formación y disolución de fases de precipitados producidos por la de deformación frío. Para ello, las láminas se cortaron en cuadros de aproximadamente 3mm de lado y se calentaron desde una temperatura de  $-20^{\circ}\text{C}$  hasta  $550^{\circ}\text{C}$  a una velocidad de  $10^{\circ}\text{C}$  por minuto. Cabe señalar que el equipo empleado para los análisis de DSC fue el calorímetro TA Instruments modelo DSC Q100 V9.9 (ver **figura 23**)



**Figura 23.** Calorímetro TA Instruments modelo DSC Q100 V9.8

### 2.4. Evaluación de Propiedades Mecánicas

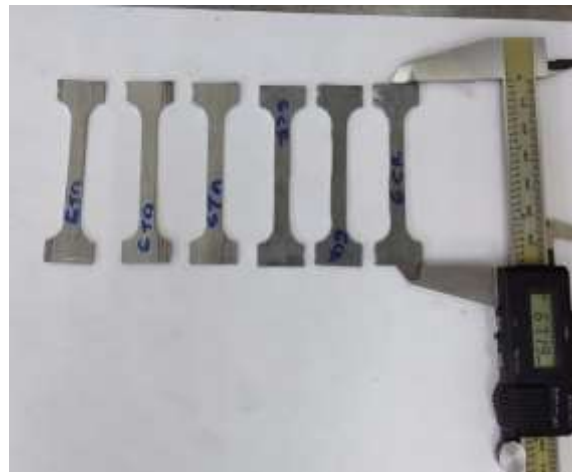
Las pruebas de tensión y dureza se hicieron con el objetivo de observar el comportamiento de las propiedades mecánicas del material deformado en 4, 6 y 10 pasos a temperatura ambiente y a temperatura criogénica.

### 2.4.1. Ensayo de Tensión.

El ensayo de tracción es una técnica que describe la resistencia de un material a un esfuerzo de tensión aplicado y proporciona información útil sobre propiedades mecánicas como el módulo de elasticidad, la resistencia a la fluencia, resistencia a la tensión, porcentajes de elongación y reducción entre otras [6].

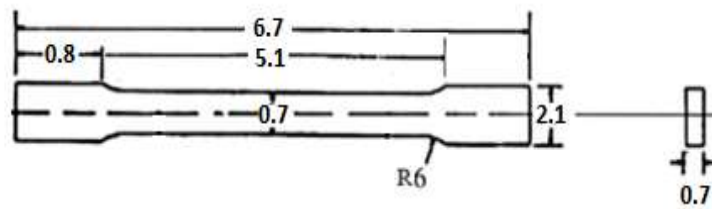
La prueba consiste en someter la probeta a una fuerza de tracción monoaxial que va aumentando de manera progresiva mientras se van registrando sus alargamientos, que, sumado con los datos de carga, permiten la construcción de las curvas de tensión-deformación convencionales [44].

Para este estudio, las probetas obtenidas de la deformación en frío que se muestran en la **figura 24**, fueron cortadas con un equipo Suaje basándose en la norma ASTM E8/ E8M-16<sup>a</sup> [46](ver dimensiones en la **figura 25** ). El ensayo se realizó con el equipo INSTRON modelo 5500R indicado en la **figura 26** a una velocidad de deformación de  $5 \times 10^{-4} \text{ S}^{-1}$ . Cabe mencionar que se empleó el extensómetro de contacto INSTRON G51-12MA y que la captura de datos se efectuó con el controlador de SERIES IX.





**Figura 24.** Muestras sometidas a prueba de tracción.



**Figura 25.** Dimensiones en mm de los especímenes de tamaño inferior rectangular de la prueba de tensión según la norma ASTM E8/E8M-16ª



**Figura 26.** Equipo de prueba de tensión INSTRON 5500R del instituto de investigación en Materiales



## 2.4.2 Ensayo de Microdureza Vickers (Hv)

La prueba de Microdureza Vickers permite comprobar la eficiencia de un tratamiento térmico y está relacionada con las propiedades mecánicas de los materiales [44]

En este ensayo, el penetrador de punta de diamante de forma piramidal con ángulo de 136° es presionado sobre la superficie de un material bajo una determinada carga. La relación entre la carga y el área de la superficie de la huella está dada por la ecuación (3)

$$Hv = \frac{1.854 P}{d^2} \quad (3)$$

$P$  = Carga aplicada en Kg

$d$  = Media de la Longitud de las dos diagonales en mm

El ensayo de Microdureza Vickers se hizo 5 veces para cada muestra con una carga de 100 g por 15 segundos en dirección paralela a la laminación bajo la norma ASTM E-92 [47]. Lo anterior se realizó con durómetro Modelo HV-100016 del IIM mostrado en la **figura 27**



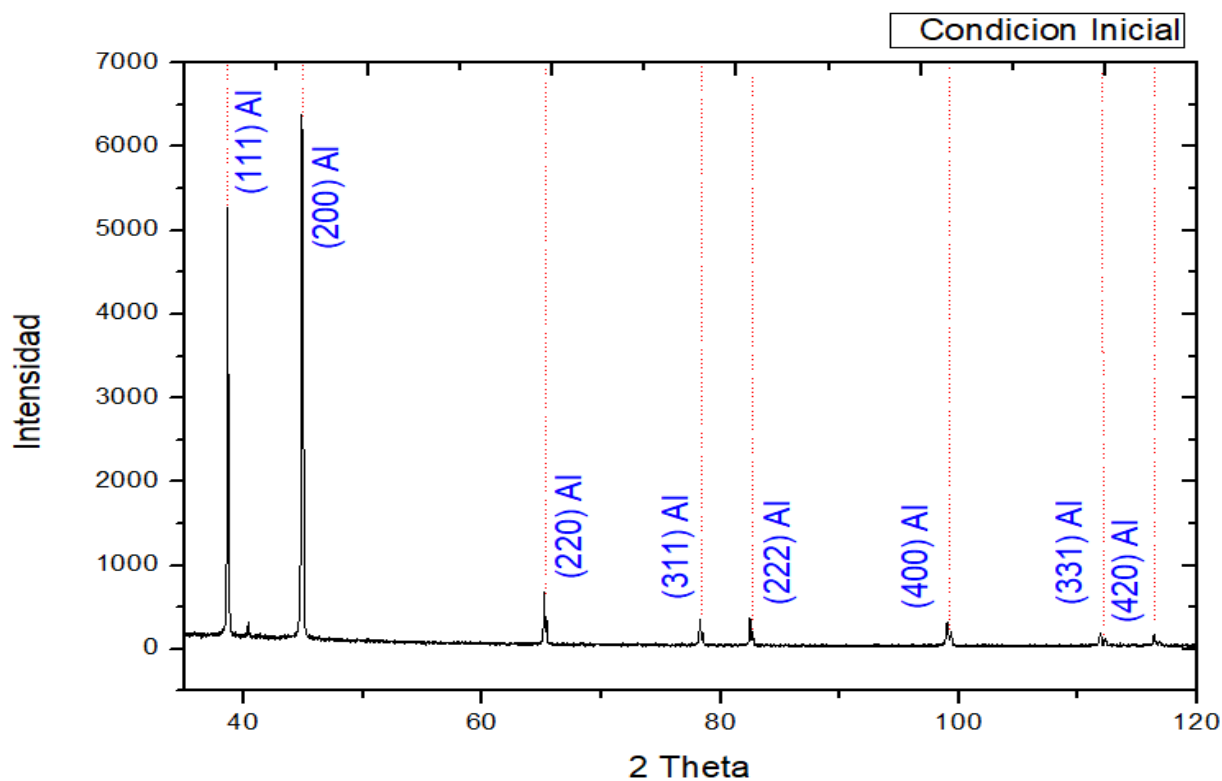
**Figura 27.** Durómetro Modelo HV-1000 del instituto de investigación en Materiales

# Capítulo 3.

## 3. Resultados y Discusión.

### 3.1 Difracción de Rayos X

En la **Figura 28**, se muestra el difractograma correspondiente a la muestra en el estado inicial de la aleación 7075. En este difractograma únicamente es posible identificar los picos correspondientes a la matriz de aluminio.

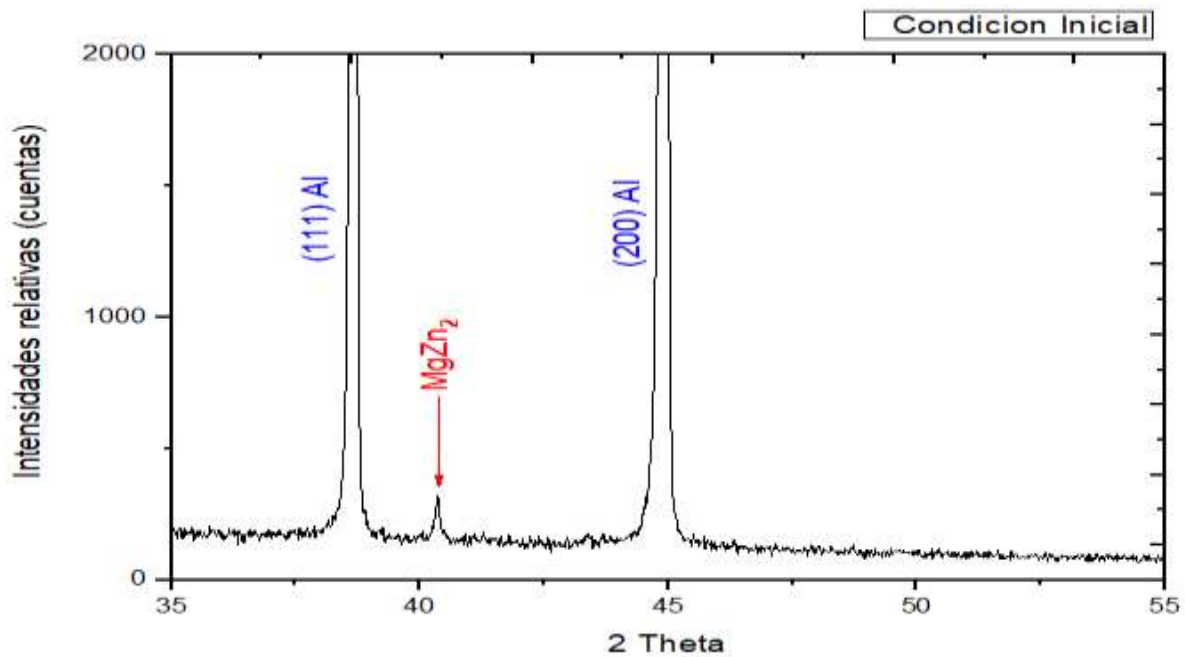


*Figura 28. Difractograma de la condicional inicial de la aleación 7075.*

Los picos de mayor intensidad corresponden a los planos (200) Al y (111) Al respectivamente. Teóricamente el pico de mayor intensidad debería ser el del plano de aluminio (111) Al y no el (200) Al, sin embargo, como se mencionó en el desarrollo experimental (véase sección 2.1) la aleación viene de un proceso de recocido

y podría ser que durante este tratamiento térmico se generó cierta recristalización en los granos y en consecuencia una orientación preferencial de los mismos.

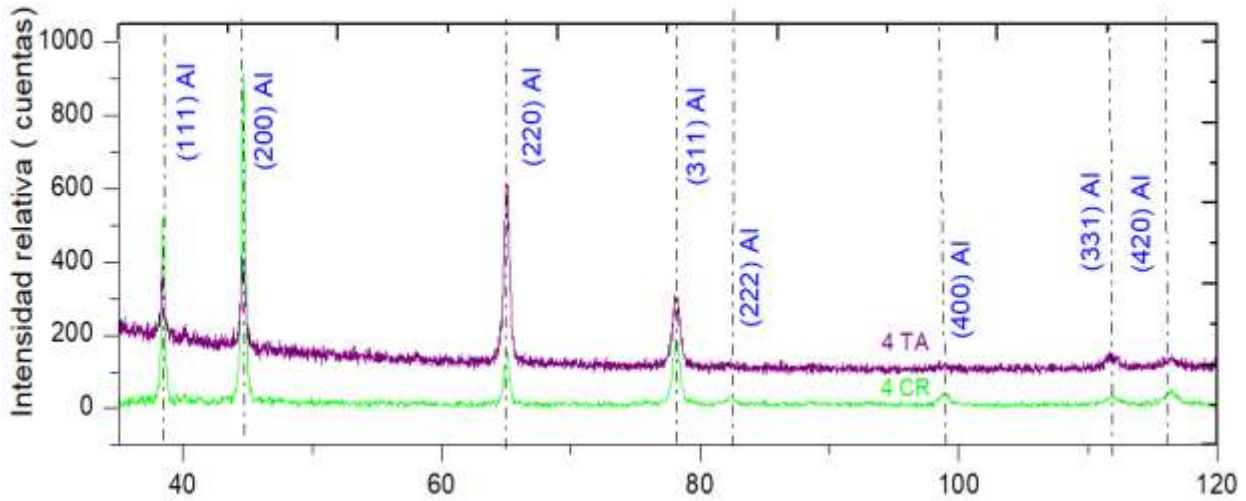
Por otra parte, en la **figura 29** se presenta un acercamiento del difractograma anterior, para señalar que el pico ubicado a un ángulo  $2\theta$  ( $\sim 40^\circ$ ) está asociado a la precipitación de la fase de  $MgZn_2$  de manera similar a lo reportado por Shaeri *et al* [48] and Panigrahi *et al* [37]



**Figura 29.** Acercamiento del difractograma de la condicional inicial de la aleación 7075.

### Muestras deformadas a 4 pasos

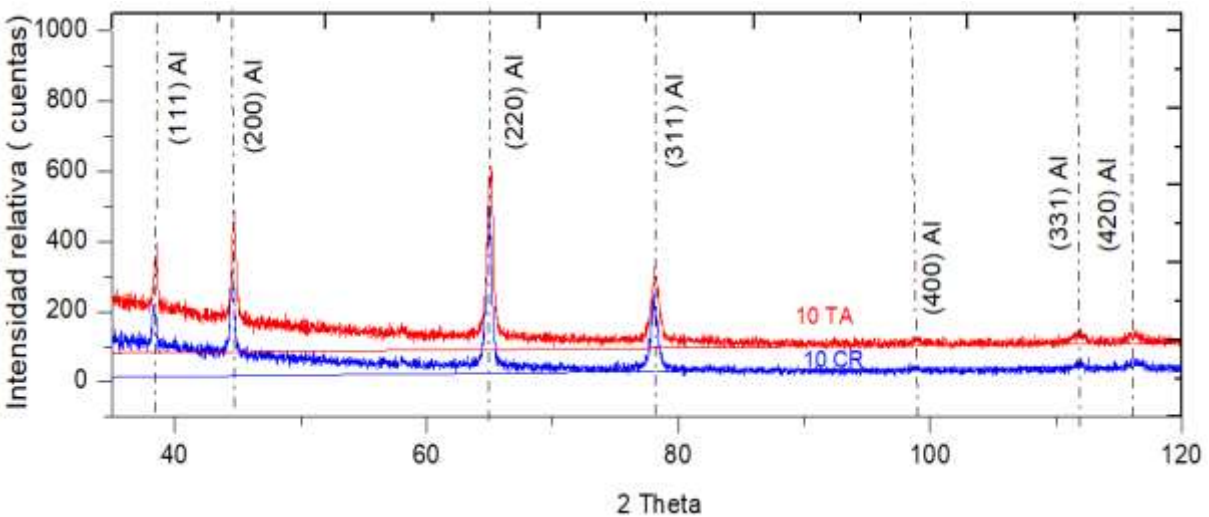
La **figura 30**, muestra el difractograma para las muestras laminadas en 4 pasos a temperatura ambiente y a temperatura criogénica. En este difractograma también es posible identificar únicamente los picos correspondientes a la matriz de Aluminio. Sin embargo, las intensidades de los picos se modifican en comparación con la muestra en el estado inicial siendo los de mayor intensidad los correspondientes a los planos (220) Al y (200) Al para las muestras a temperatura ambiente y a temperatura criogénica respectivamente.



*Figura 30. Difractograma de la aleación 7075 reducida al 70% en 4 pasos a temperatura ambiente (TA) y a temperatura criogénica (CR)*

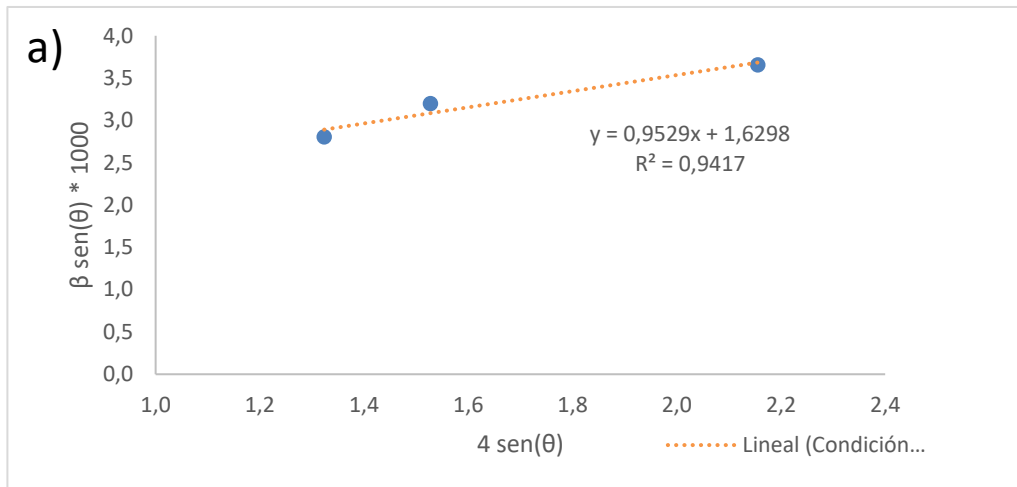
### Muestras deformadas a 10 pasos

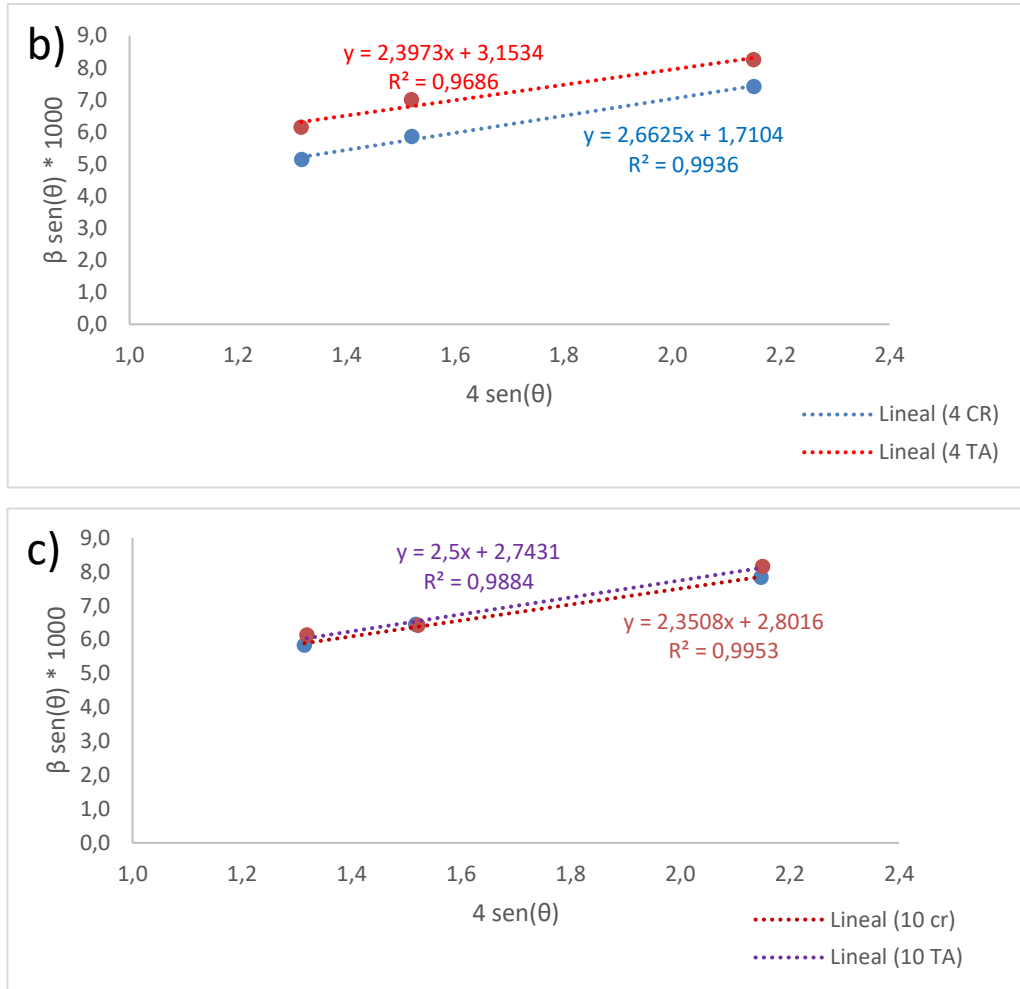
La **figura 31**, muestra el difractograma para las muestras laminadas en 10 pasos a temperatura ambiente y a temperatura criogénica. Este difractograma es bastante similar al obtenido para las muestras deformadas en 4 pasos y como es lógico no se observa un cambio de fase, sin embargo, la mayor intensidad de los picos de las muestras laminadas a temperatura ambiente y a temperatura criogénica se presentan en el mismo plano (220) Al.



*Figura 31. Difractograma de la aleación 7075 reducida al 70% en 10 pasos a temperatura ambiente (TA) y a temperatura criogénica (CR)*

Una manera de obtener información cualitativa del efecto producido en la microestructura por la laminación a temperatura ambiente y a temperatura criogénica consiste en el análisis del método de anchos integrales a través de las curvas de Williamson-Hall [49], en donde la pendiente está vinculada a las microdeformaciones, mientras que la ordenada al inverso del tamaño del cristalito siempre y cuando éste no supere los 150 nm. En la **figura 32**, se muestran las curvas de Williamson-Hall obtenidas de la muestra inicial y de las diferentes condiciones de deformaciones.





**Figura 32.** Curvas Williamson-Hall para la aleación 7075 a) Condición inicial b) Laminada a 4 pasos a temperatura ambiente y a temperatura criogénica c) Laminada a 10 pasos a temperatura ambiente y a temperatura criogénica

La **figura 32a)**, muestra la curva de Williamson-Hall para la condición inicial. En esta curva es posible observar una ligera inclinación en la pendiente asociada a las microdeformaciones, sin embargo, como dicho material no ha sido sometido a un proceso de deformación, entonces, las microdeformaciones en la matriz podrían ser ocasionadas por la presencia de elementos aleantes en la solución sólida siempre y cuando se descarten otros efectos como la fricción de los rodillos en la muestra.

La **figura 32b)** y **32c)** presenta las curvas de Williamson-Hall para las muestras laminadas a 4 y 10 pasos a temperatura ambiente y a temperatura criogénica respectivamente. En estas curvas es posible observar que la pendiente de la muestra 4CR es ligeramente superior a la muestra 4TA y que dicha pendiente no presenta un cambio significativo entre la muestra 10CR y 10TA. Una posible explicación podría ser que las

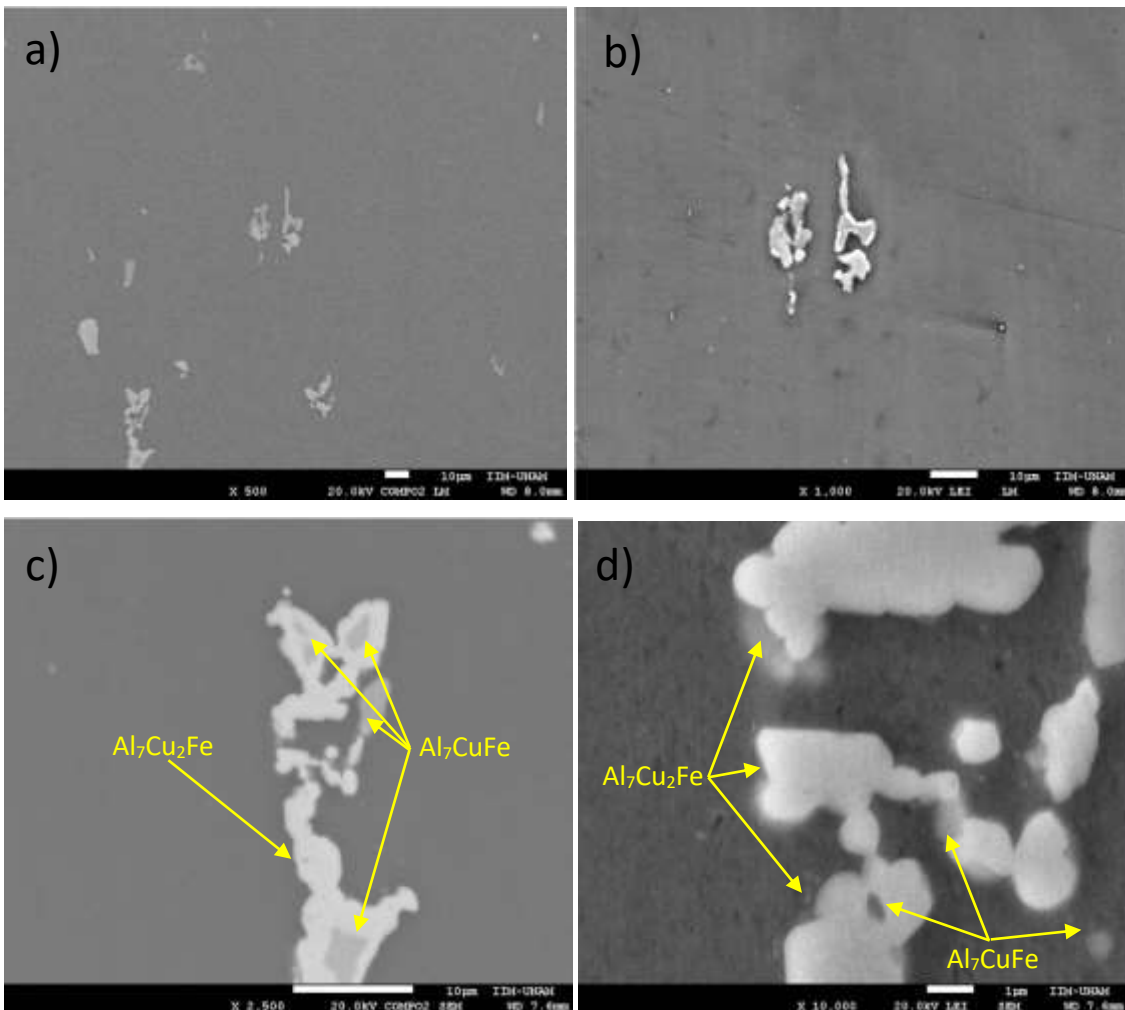
microdeformaciones son más sensibles al porcentaje de reducción que al número de pasos necesarios para alcanzar la misma.

### 3.3 Microscopía Electrónica de Barrido

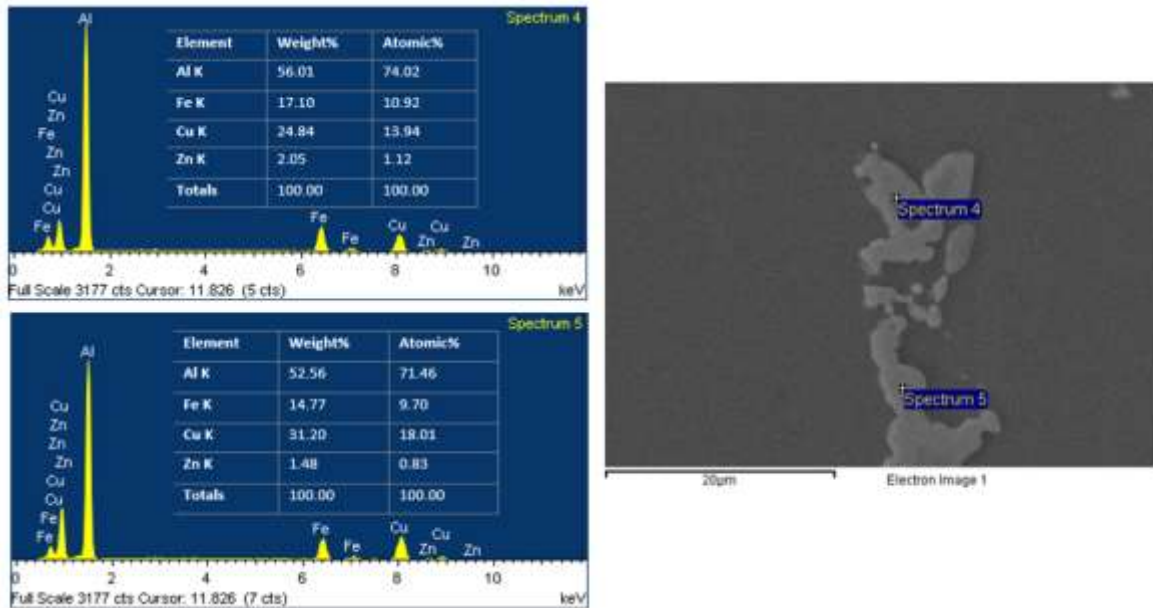
Para analizar las fases presentes y las modificaciones debidas al proceso de laminado se obtuvieron imágenes por microscopía electrónica de barrido.

Las micrografías obtenidas por microscopía electrónica de barrido y los análisis de Espectroscopía por dispersión de energía (EDS) de las láminas deformadas al 70% de reducción en 4 y 10 pasos a temperatura ambiente (TA) y a temperatura criogénica (CR), se presentan desde la **figura 33** hasta la **figura 42**

#### Muestra Inicial



**Figura 33.** Micrografías de la muestra inicial a) BSE a 500 X b) Electrón Secundario Inferior (LEI) a X 1.000 c) BSE a X 2.500 d) BSE a X 10.000

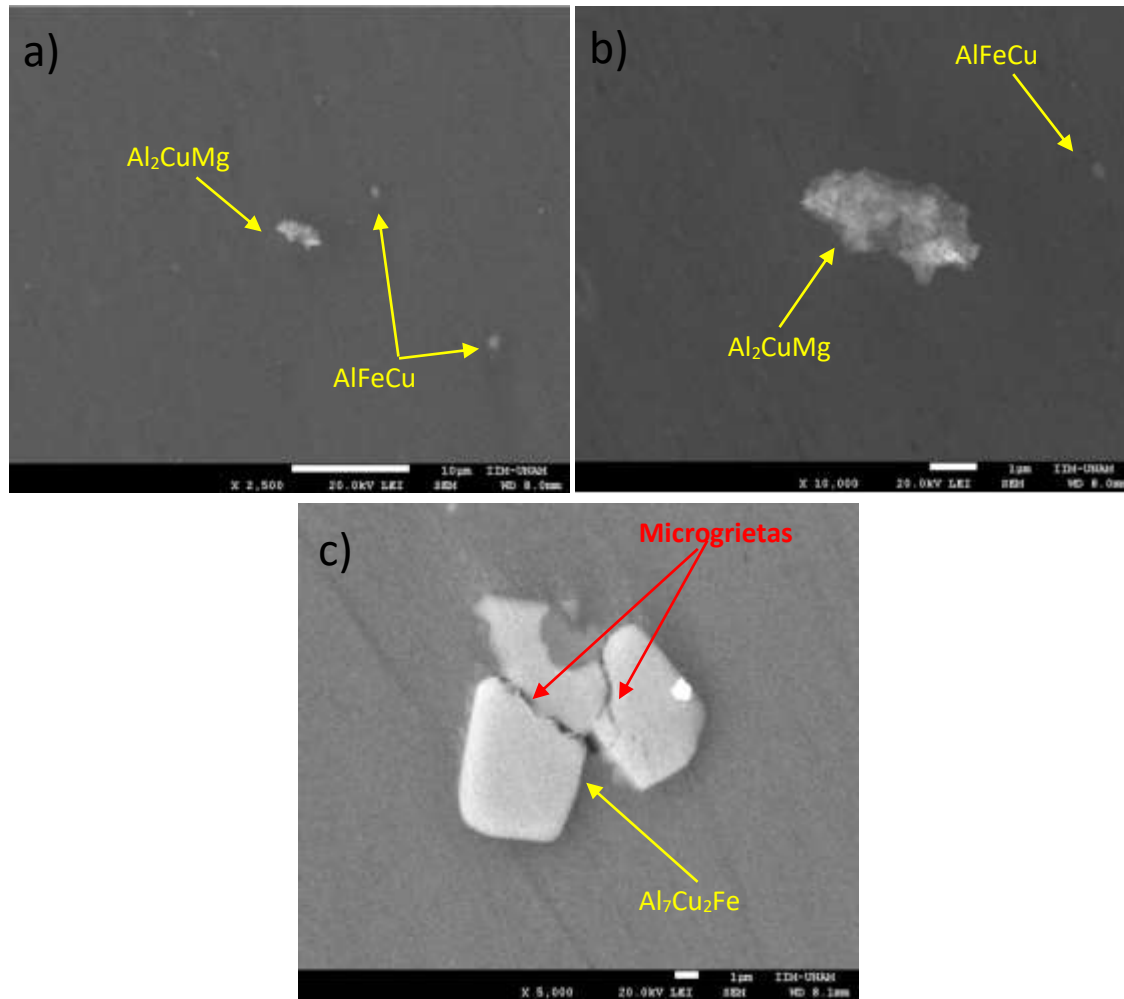


**Figura 34.** Análisis elemental (EDS) de la muestra inicial

En la micrografía de la **figura 33a)** obtenida con electrones retrodispersados de la muestra que corresponde al material inicial, se pueden observar algunos compuestos Intermetálicos alargados de forma irregular con tamaños aproximados entre 10 y 30  $\mu\text{m}$ . A mayores aumentos (ver **figuras 1 b), 1 c) y 1 d)**) se pueden apreciar dos tipos de tonalidades diferentes que implican la posible coexistencia de dos fases secundarias distintas. En los análisis de espectroscopía por dispersión de energía (EDS) mostrados en la **figura 34** se puede observar que los elementos que componen a los contrastes grisáceos y más brillantes contienen Al, Fe, Cu y Zn. Teniendo en cuenta la relación en el porcentaje atómico de los compuestos Cu/Fe y basándose en las fases secundarias reportadas para este tipo de aleaciones [ 50,51,54,55,58,35], los Intermetálicos brillantes alargados están posiblemente asociados a la fase de  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  y los opacos a la fase de  $\text{Al}_7\text{CuFe}$ . Estas fases no son posibles de detectar mediante difracción de rayos X, debido a que los porcentajes en peso de los compuestos son inferiores al intervalo detectable con dicha técnica (mínimo 3% en peso [54]). Es importante mencionar que, las fases ricas en hierro se pueden formar durante la laminación en caliente por la precipitación dinámica de la aleación y su presencia puede causar un detrimento significativo en las propiedades mecánicas del material, dado que estas fases favorecen la nucleación y crecimiento de microcavidades [55- 58].

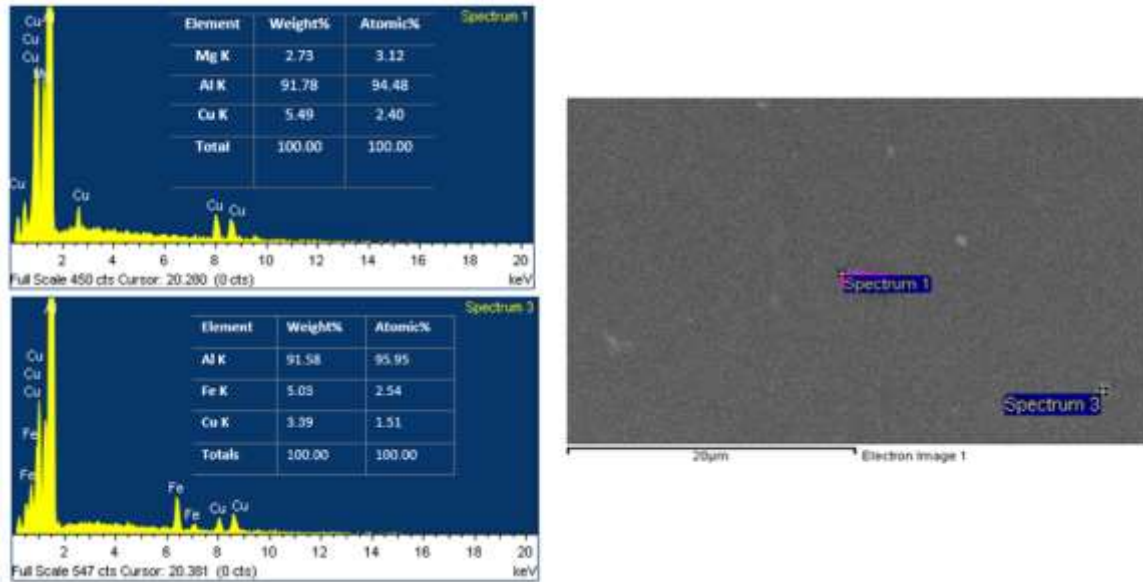


## Muestras Deformadas a 4 Pasos

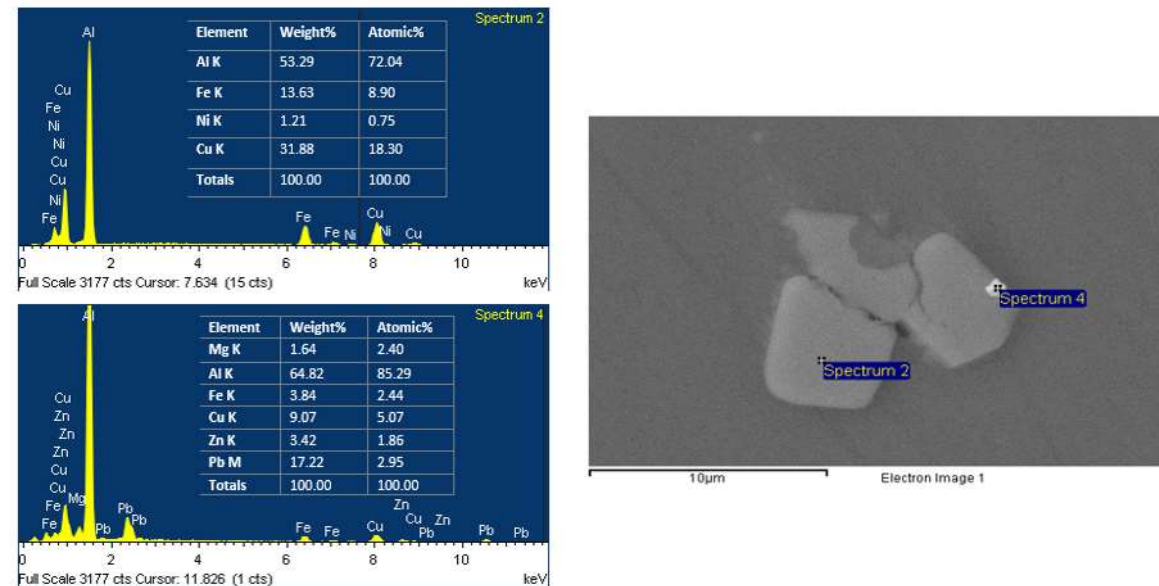


**Figura 35.** Micrografías de las muestras deformadas al 70% de reducción en 4 pasos a temperatura ambiente a) imagen LEI de la muestra 4TA b) imagen LEI de la 4TA a  $\times 10,000$  c) imagen LEI de la 4TA a  $\times 5,000$

a)



b)

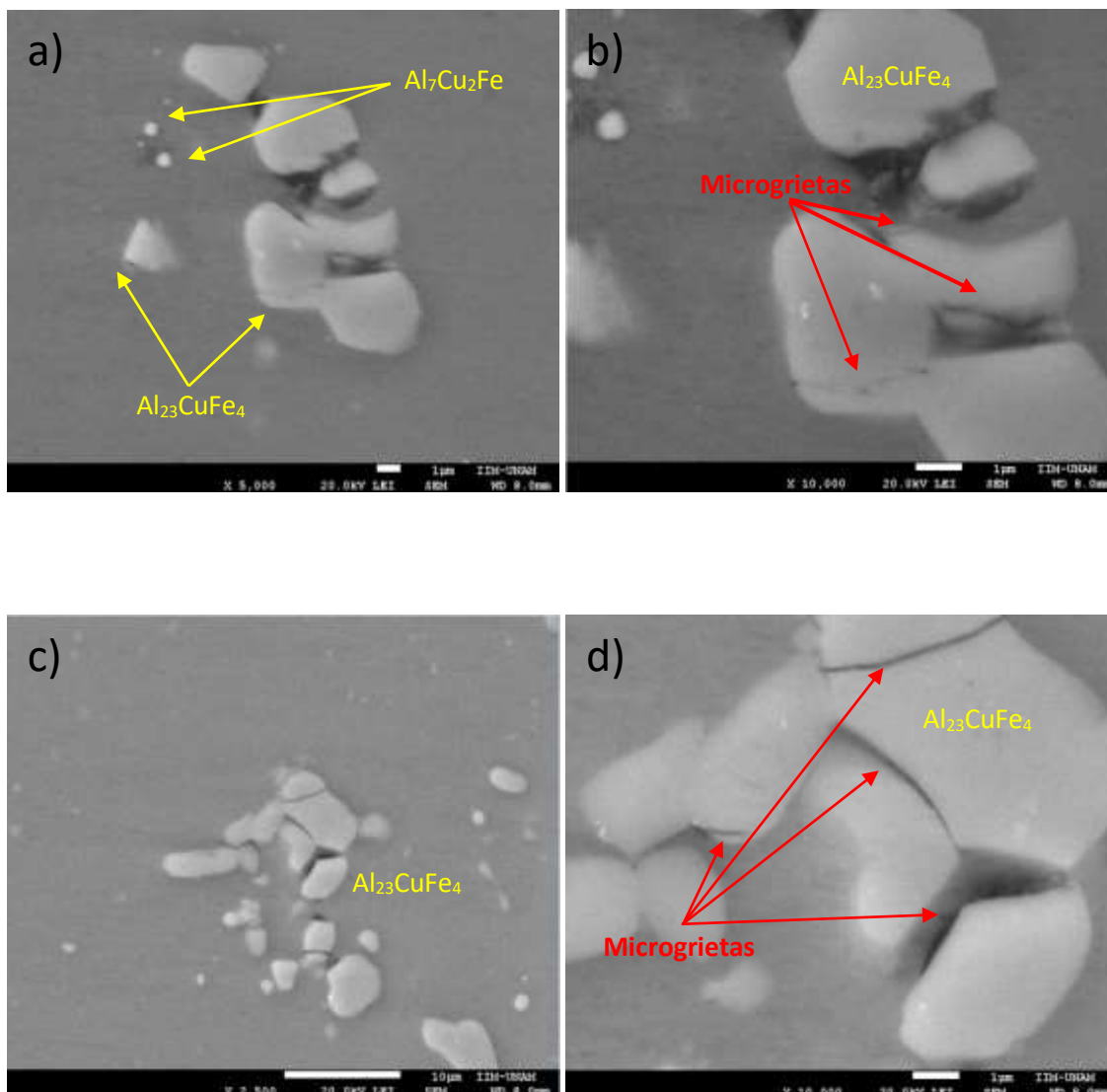


**Figura 36.** Análisis elemental (EDS) de la muestra 4TA partícula a-b de la **figura 35 b)** partícula c de la **figura 35**

En las micrografías mostradas en la **figura 35a)** y **35b)** que corresponden a la muestra laminada a 4 pasos a temperatura ambiente, se pueden apreciar partículas de forma irregular redondeadas con dimensiones entre 1 y 6 µm. En la micrografía de la **figura 35c)** se pueden percibir las primeras microfisuras que se producen en los compuestos Intermetálicos gruesos (tamaños aproximados entre 10-15 µm) como consecuencia de la deformación. Los análisis de EDS de la **figura 36a)** indican la presencia de elementos de Mg, Cu y Al en el precipitado de mayor tamaño, con porcentajes atómicos de 3.12%, 2.40% y 94.48%

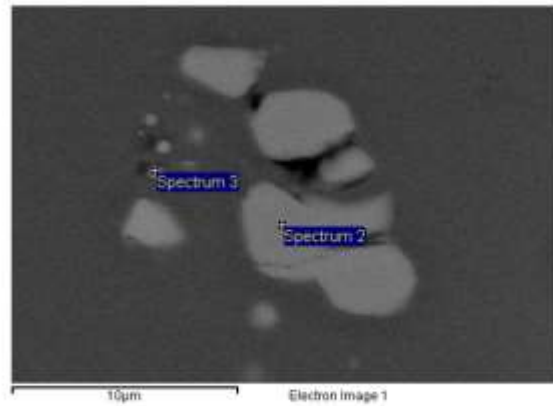
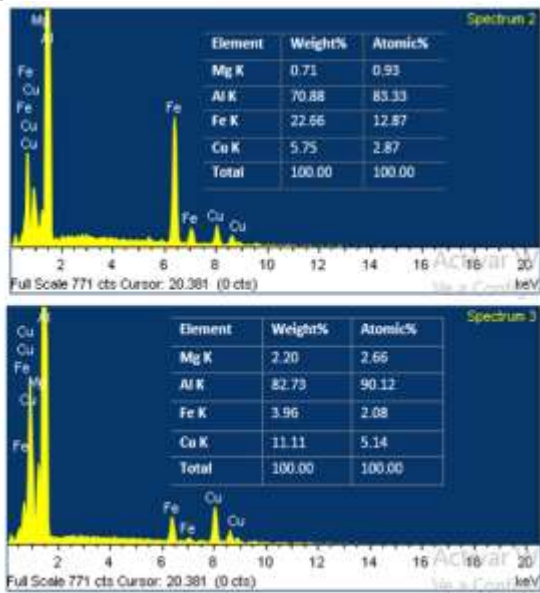
respectivamente. Considerando la relación atómica observada entre el Cu/Mg (~1:1) y las fases secundarias reportados para estas aleaciones [50,51,54,55,58,35], se podría suponer que se trata de la fase de  $Al_2CuMg$  y por su tamaño micrométrico específicamente a la fase de equilibrio. Estas partículas tienen tamaños suficientes para concentrar esfuerzos y provocar una reducción en la ductilidad [50,51,35].

Por otra parte, teniendo en cuenta la relación ahora entre el Cu/Fe de las partículas más pequeñas de la **figura 36a)** y el grueso compuesto de la **figura 36b)**, es factible asumir que pertenecen a las fases de  $AlFeCu$  y  $Al_7Cu_2Fe$  respectivamente. Cabe mencionar que la presencia de plomo en el compuesto Intermetálico de la **figura 35c)** posiblemente se debe a la contaminación de la muestra en el rodillo de laminación durante el proceso de deformación en caliente.

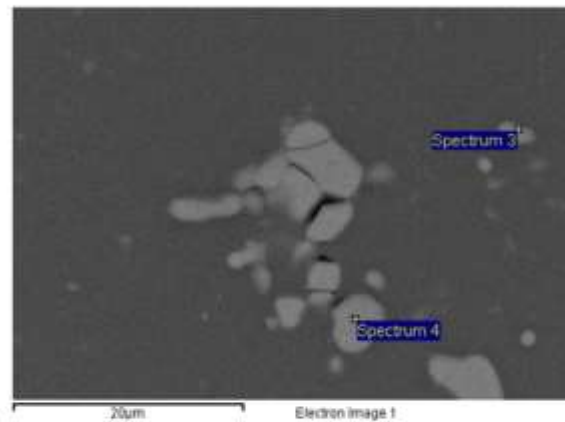
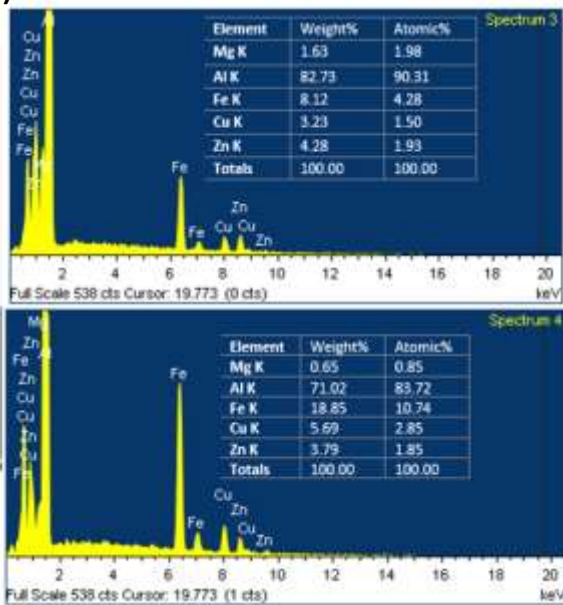


**Figura 37.** Micrografías de las muestras deformadas al 70% de reducción en 4 pasos a temperatura criogénica a) imagen LEI de la muestra 4CR a X 5.000 b) imagen LEI de la 4CR a X 10.000 c) imagen LEI de la 4CR a X 2.500 d) imagen LEI de la 4CR a X 10.000

a)



b)

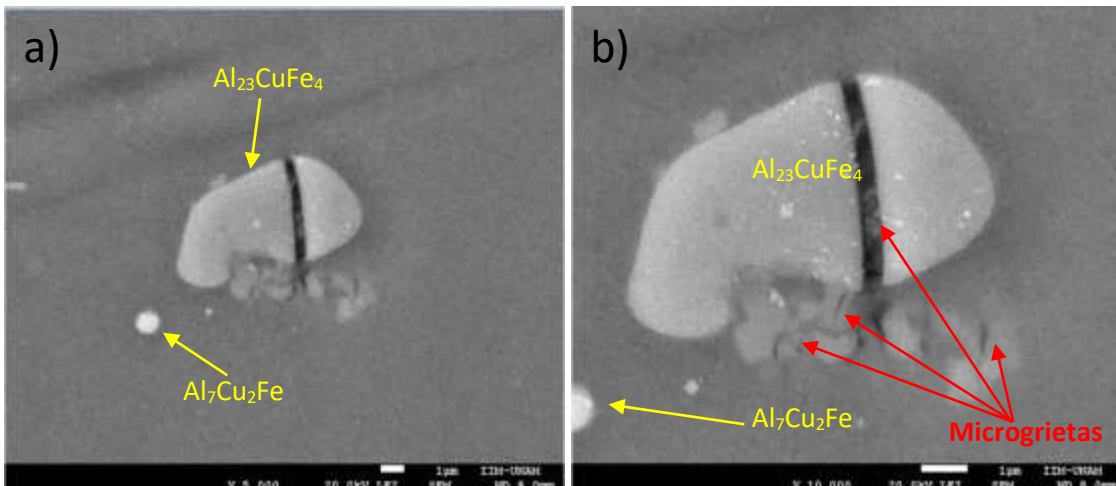


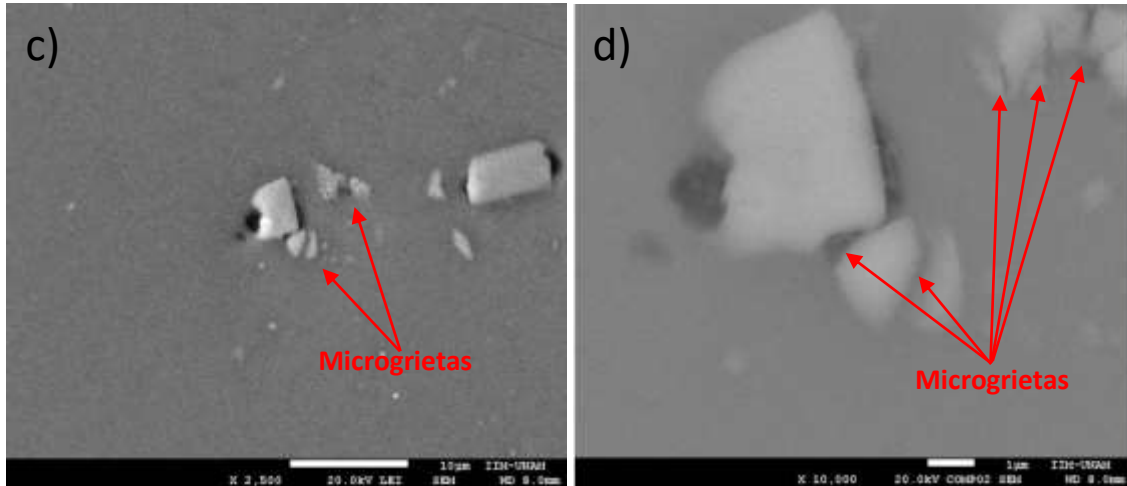
**Figura 38.** Análisis elemental (EDS) de la muestra 4CR a) partícula a-b de la **figura 37 b)** partícula c-d de la **figura 37**

En las micrografías de la **figura 37 (a-d)** que pertenecen a la lámina deformadas al 70% de reducción en 4 pasos a temperatura criogénica, se pueden visualizar dos tipos de compuestos intermetálicos diferentes, unos elípticos de tamaños cercanos a 1  $\mu\text{m}$  y otros alargados de forma irregular con dimensiones entre 10-20  $\mu\text{m}$ . Los análisis de EDS mostrados en la **figura 38a)** reflejan una relación en el porcentaje atómico del Fe/Cu aproximado de  $\sim 4:1$  para las partículas de mayor tamaño y  $\sim 1:2$  para los precipitados más pequeños. En la **figura 38b)** la razón entre Fe/Cu se mantiene aproximada a  $\sim 4:1$  para todas las partículas de la micrografía. Basándose en la información anterior, las posibles fases de las **figuras 38a)** y **38b)** corresponden al  $\text{Al}_{23}\text{CuFe}_4$  y  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ .

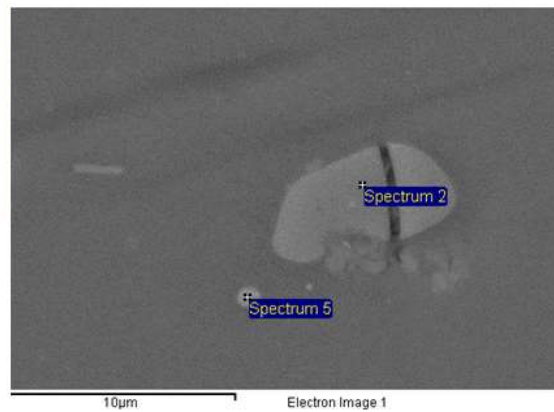
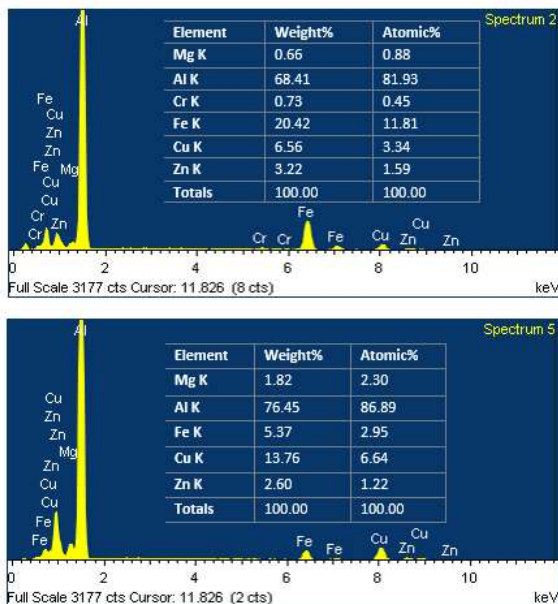
Es primordial resaltar que a diferencia de las micrografías del material inicial mostradas en la **figura 33**, en las muestras laminadas a 4 pasos tanto a temperatura ambiente como a temperatura criogénica, se pueden visualizar las primeras microgrietas de forma rectilínea en los compuestos Intermetálicos alargados producidas por el proceso de deformación (ver **figuras 35 y 37**), lo cual indica que las fases ricas en hierro son sitios frágiles, de baja ductilidad y por lo tanto susceptibles a la deformación. Lo anterior es congruente con las observaciones realizadas por Lin *et al* [59] sobre el efecto microestructural y mecánico de estas fases en las aleaciones 7075.

### Muestras Deformadas a 10 pasos





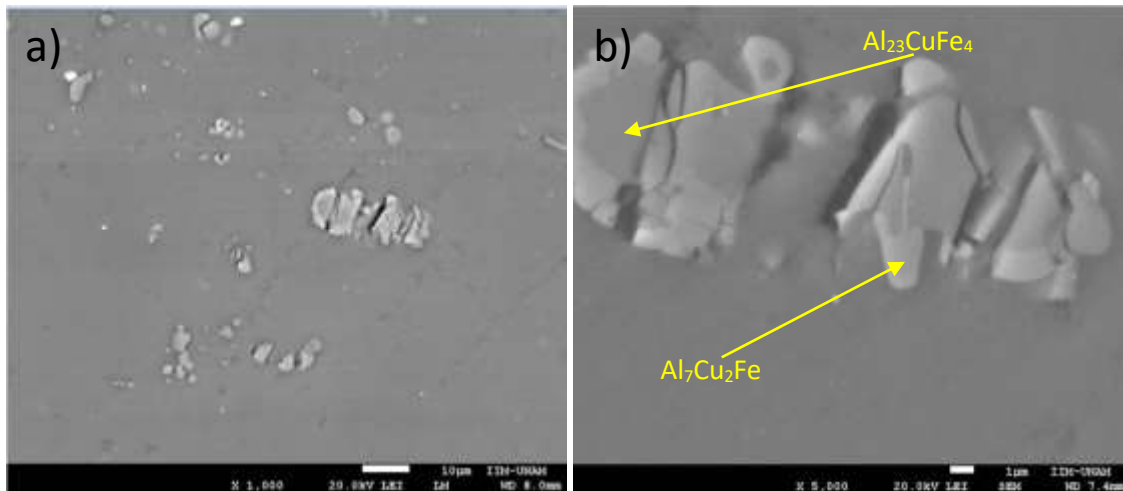
**Figura 39.** Micrografías de las muestras deformadas al 70% de reducción en 10 pasos a temperatura ambiente a) imagen LEI de la muestra 10 TA a X 5.000 b) imagen LEI de la muestra 10 TA a X 10.000 c) imagen LEI de la muestra 10 TA a X 2.500 d) Imagen BSE de la muestra 10 TA a X 10.000

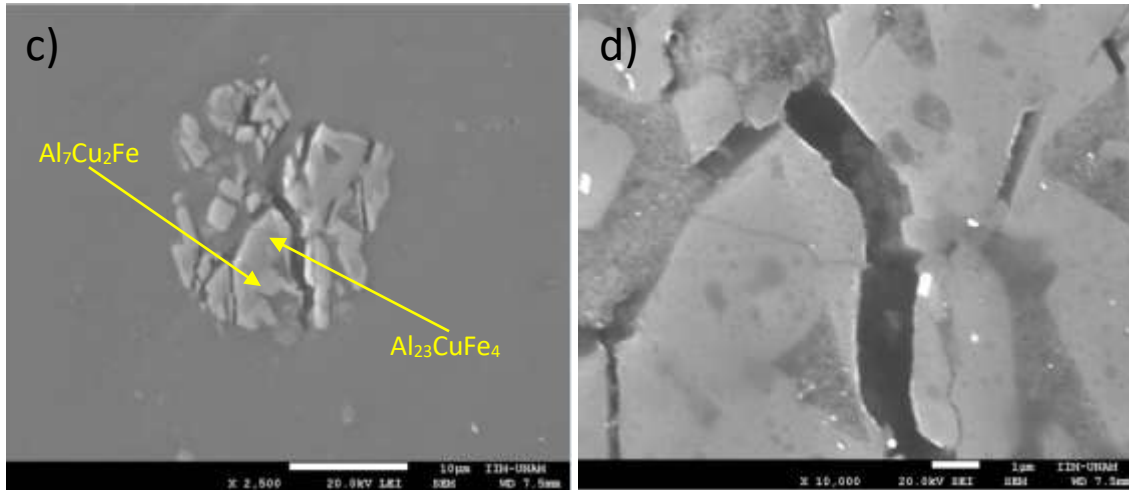


**Figura 40.** Análisis elemental (EDS) de la muestra 10 TA

En las micrografías de la **figura 39 (a-d)** que pertenecen a la muestra laminada a 10 pasos a temperatura ambiente, se pueden apreciar partículas elípticas de tamaños aproximados a  $1\ \mu\text{m}$  y compuestos Intermetálicos redondeados y rectangulares, ambos con formas irregulares cercanas a las 10 micras. En los análisis de EDS mostrados en la **figura 40** se observa que la relación del Fe/Cu en el precipitado más pequeño es de  $\sim 1:2$  y en el compuesto de mayor tamaño de  $\sim 4:1$ . Estas proporciones podrían indicar la presencia de las fases  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  y  $\text{Al}_{23}\text{CuFe}_4$  respectivamente. Cabe destacar que la existencia del cromo es normal teniendo en cuenta la composición química de la aleación (véase tabla 3) y que este actúa como un inhibidor de la recristalización [59]

Por otra parte, se debe señalar que a diferencia de las imágenes obtenidas a 4 pasos a temperatura ambiente (ver **figura 35**), en estas micrografías es posible apreciar una mayor concentración de microfracturas en las fases de ricas en hierro como consecuencia del incremento del número de pasos para alcanzar el 70% de reducción.

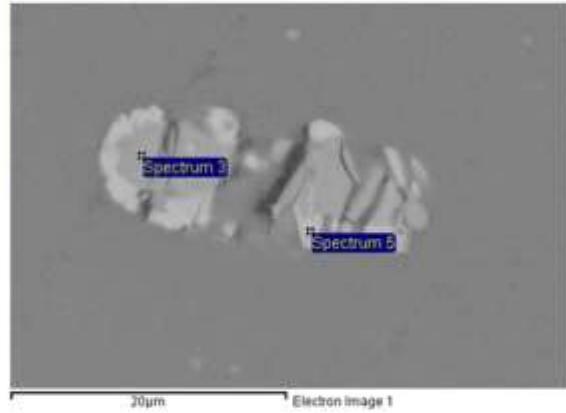
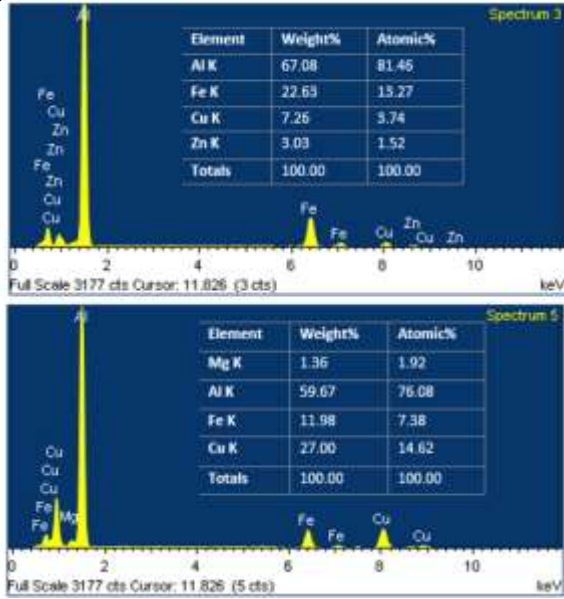




**Figura 41.** Micrografías de las muestras deformadas al 70% de reducción en 10 pasos a temperatura criogénica a) imagen LEI de la muestra 10 CR b) imagen LEI de la 10CR a X 5.000 c) imagen LEI de la muestra 10 CR a X 2.500 d) Imagen SE de la muestra 10 CR a X 10.000



a)



b)

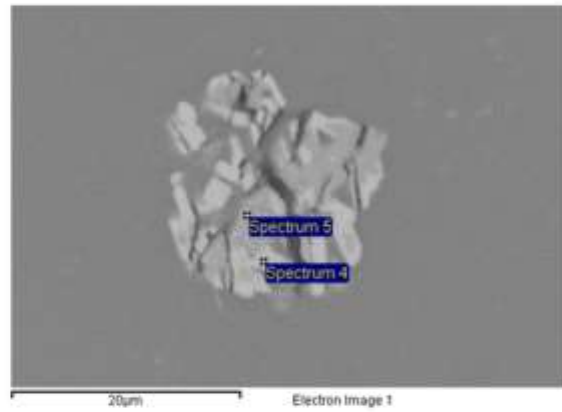
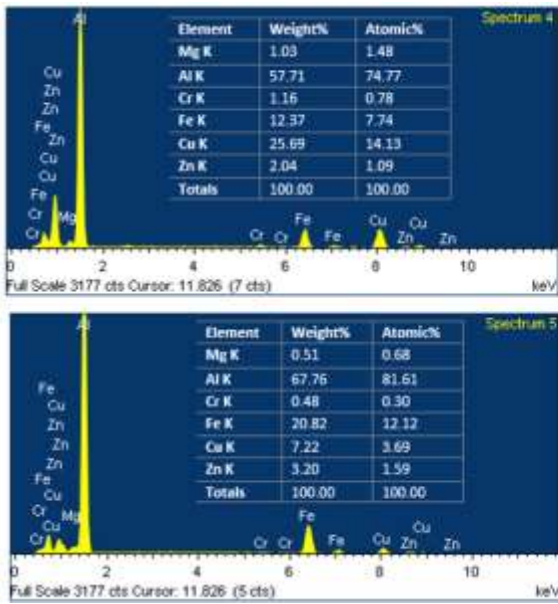


Figura 42. Análisis elemental (EDS) de la muestra 10 CR a) partícula a-b de la figura 41 b) partícula c-d de la figura

Finalmente, en las micrografías obtenidas con electrones secundarios mostradas en la **figura 41 (a-d)** que pertenecen a las láminas deformadas a 10 pasos a temperatura criogénica, se pueden observar nuevamente precipitados elípticos y precipitados alargados de formas irregulares, estos últimos con una alta concentración de microfracturas (de longitud hasta de 10  $\mu\text{m}$ ) producidas por el proceso de deformación. Cabe recalcar que el tamaño de los Intermetálicos oscila entre  $\sim 1\text{-}30\ \mu\text{m}$  y que los análisis de EDS mostrados en la **figura 42 a) y 42 b)**, apuntan a la posible coexistencia de dos tipos de fases ricas de hierro para los compuestos de mayor tamaño, cuyas proporciones de Fe/Cu ( $\sim 4:1$  y  $\sim 1:2$ ), parecen señalar la presencia de la fase de  $\text{Al}_{23}\text{CuFe}_4$  para las zonas más oscuras y la fase de  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  para las áreas más brillantes.

Por último, es fundamental resaltar que la mayor fragmentación en los compuestos Intermetálicos se produce en las muestras laminadas a 10 pasos, principalmente en las deformadas a temperatura criogénica, debido a la baja ductilidad y alta fragilidad de las fases ricas en hierro discutidas anteriormente.

### 3.3 Propiedades Mecánicas

La evaluación del comportamiento mecánico de las muestras deformadas en frío en 4, 6 y 10 pasos a temperatura ambiente (TA) y a temperatura criogénica (CR), se hizo mediante ensayos de tracción y Microdureza Vickers. Los resultados obtenidos se presentan en las **figuras 43,44 y 45** de las curvas de esfuerzo-deformación convencionales y en los gráficos de Microdureza de la **figura 46**. Así mismo, los valores de resistencia a la fluencia convencional del 0.2% (YS), resistencia última a la tracción (UTS), deformación uniforme convencional (UE) y Microdureza Vickers se muestran en las **tablas 11 y 12** respectivamente.

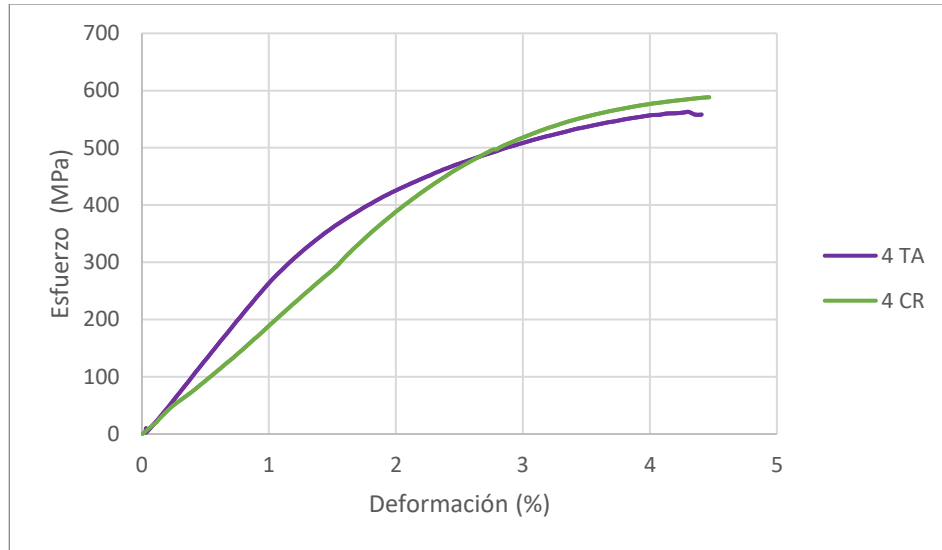
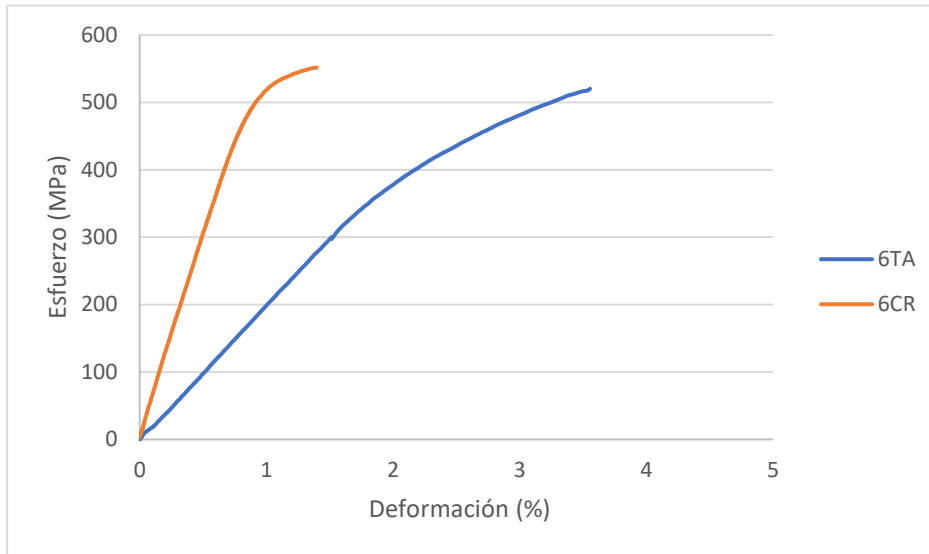


Figura 43. Curvas de esfuerzo-deformación ingenieriles de la aleación 7075 deformada al 70% en 4 pasos a temperatura ambiente y a temperatura criogénica.

De la **tabla 11** y la **figura 43** se puede observar que el **YS** y el **UTS** de las muestras 4CR son superiores a las 4TA en 116.7 y 25.7 MPa, es decir, un 23.7 y 4.4 % respectivamente. Los valores de Microdureza mostrados en la **figura 46** indican un aumento del 32.3% de la 4CR sobre las muestras no deformadas y un 2.1 % respecto a la 4TA. El mejoramiento de estas dos propiedades mecánicas ha sido reportado en trabajos similares [60,5,1,4,61,62,63,64] y se debe a que, con la supresión de recuperación dinámica se restringe el deslizamiento cruzado de dislocaciones, permitiéndole así al material acumular una mayor cantidad de estas [60]. Cabe mencionar que el aumento del UE (~4%) de la curva 4CR respecto a la 4TA, es bastante cercano a lo reportado por Panigrahi *et al* [5] y posiblemente se debe a la redistribución de dislocaciones alrededor de los precipitados en las pruebas de tensión. Por último, es importante recalcar que la variación en la forma de la curva 4CR respecto a la 4TA se debe al pandeo natural experimentado por las probetas durante el proceso de laminación.



**Figura 44.** Curvas de esfuerzo-deformación ingenieriles de la aleación 7075 deformada al 70% en 6 pasos a temperatura ambiente y a temperatura criogénica.

De la **figura 44** y la **tabla 11** se puede visualizar que el crecimiento del límite elástico y la resistencia última a la tracción de las muestras laminadas a temperatura criogénica respecto a las de temperatura ambiente fue de 117.3 y 31.4 MPa (22.5 y 5.7 % respectivamente). Los valores de Microdureza de la **figura 46** no indican un aumento significativo de la muestra 6CR comparada con la de 6TA (1.7%) pero si un incremento del 30.5 % respecto a la muestra inicial. En la ductilidad, por otra parte, se registra una reducción del 60.7% en las muestras laminadas a temperatura criogénica de las deformadas a temperatura ambiente. Esto posiblemente se debe a una elevada fragmentación de compuestos Intermetálicos ricos en hierro, como consecuencia de la alta concentración de esfuerzos inducidos en el material a través de las grietas durante el tratamiento termomecánico.

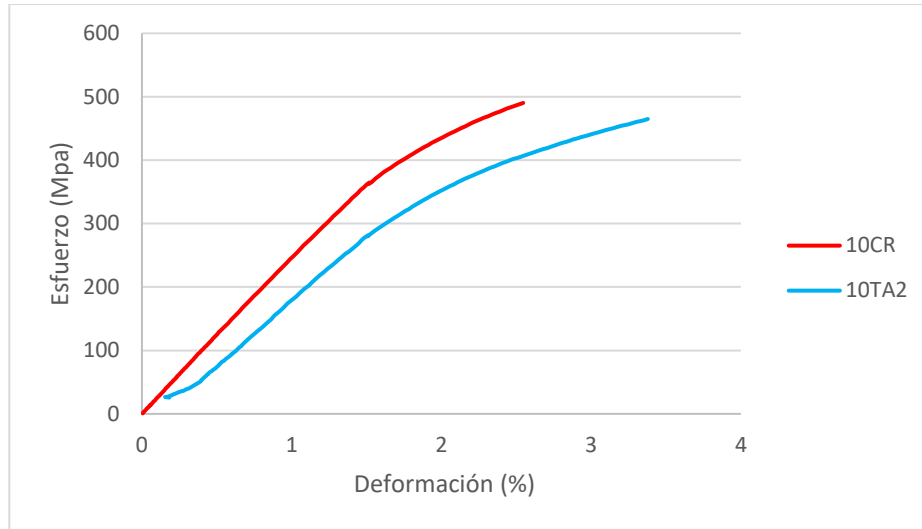


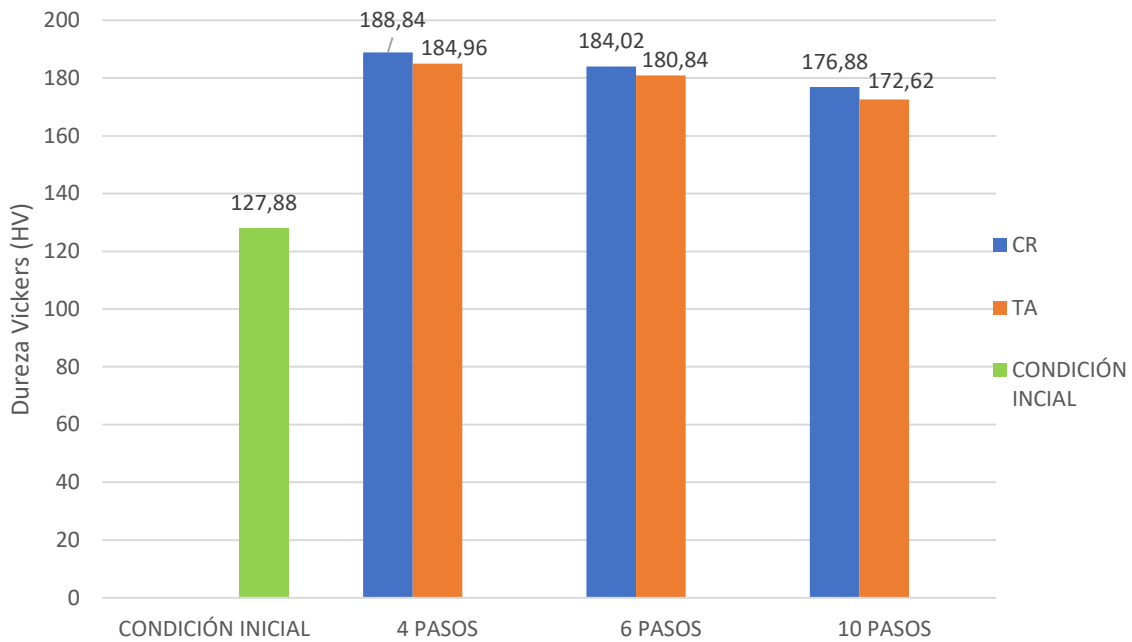
Figura 45. Curvas de esfuerzo-deformación ingenieriles de la aleación 7075 deformadas al 70% en 10 pasos a temperatura ambiente y criogénica.

En la **figura 45** y la **tabla 11** se puede visualizar nuevamente el mejoramiento del YS y UTS de las láminas deformadas a temperatura criogénica. En este caso se observa un aumento del 13.9 y 5.2% respectivamente. Por otra parte, es necesario mencionar que el 24.6% de disminución de ductilidad en las muestras 10 CR respecto a las de 10 TA, es bastante similar al porcentaje de reducción obtenido por Phaneendra *et al* [65] para una aleación de la serie 7XXX laminada a temperatura criogénica. Por último, Los valores de Microdureza mostrados en la **figura 46** son prácticamente constantes para ambos tipos de muestras.

Finalmente, se debe señalar que la tendencia de reducción observada en las propiedades mecánicas con el incremento del número de pasos necesarios para alcanzar el 70% de deformación, es consistente con los análisis de resultados realizados de las micrografías obtenidas con microscopía electrónica de barrido de la sección anterior (ver sección 3.3). Por otra parte, es importante aclarar que el mejoramiento en la resistencia a la fluencia y la resistencia última a la tracción de las muestras deformadas a temperatura criogénica, no solo se debe a la efectividad de la supresión de recuperación dinámica, sino también, al efecto combinado producido por el refinamiento de grano, el endurecimiento por solución sólida y el endurecimiento por precipitación parcial de compuestos Intermetálicos [60,5,1,4,61,62,63,64,65].

Por último, se ha reportado que, con un tratamiento térmico de envejecimiento artificial posterior al proceso de deformación a temperatura criogénica, es posible mejorar la ductilidad de este tipo de

aleaciones [5,1,4,61]



**Figura 46.** Microdureza Vickers de la muestra inicial y de las muestras deformadas al 70% de reducción en 4,6 y 10 pasos a temperatura ambiente (TA) y a temperatura criogénica (CR).

Como se puede observar, a menor número de pasos mayor es el incremento en las propiedades mecánicas. Esto se debe a que a menores pasos el porcentaje de deformación por cada paso aumenta y en consecuencia el endurecimiento por trabajo en frío. Un incremento de la deformación induce una mayor fragmentación de los granos elevando así la cantidad de densidad de dislocaciones y subgranos, debido a la efectiva supresión de la recuperación dinámica.

Por otra parte, durante la laminación en frío, el calor de fricción entre el rodillo y la lámina deformada a temperatura ambiente (50-70°C) es suficiente para aniquilar una pequeña cantidad de la densidad de dislocaciones y por lo tanto reducir el endurecimiento en el material [5], es por esto por lo que las propiedades mecánicas observadas en las muestras laminadas a temperatura criogénica son superiores respecto a las de temperatura ambiente en las diferentes condiciones de deformación

| CONDICIONES | YS (MPa) | UTS (MPa) | UE (%) |
|-------------|----------|-----------|--------|
| 4 TA        | 374.67   | 562.63    | 4.31   |
| 4 CR        | 491.37   | 588.31    | 4.47   |
| 6 TA        | 403.68   | 520.20    | 3.56   |
| 6 CR        | 520.94   | 551.61    | 1.40   |
| 10 TA       | 361.78   | 464.91    | 3.38   |
| 10 CR       | 420.49   | 490.32    | 2.55   |

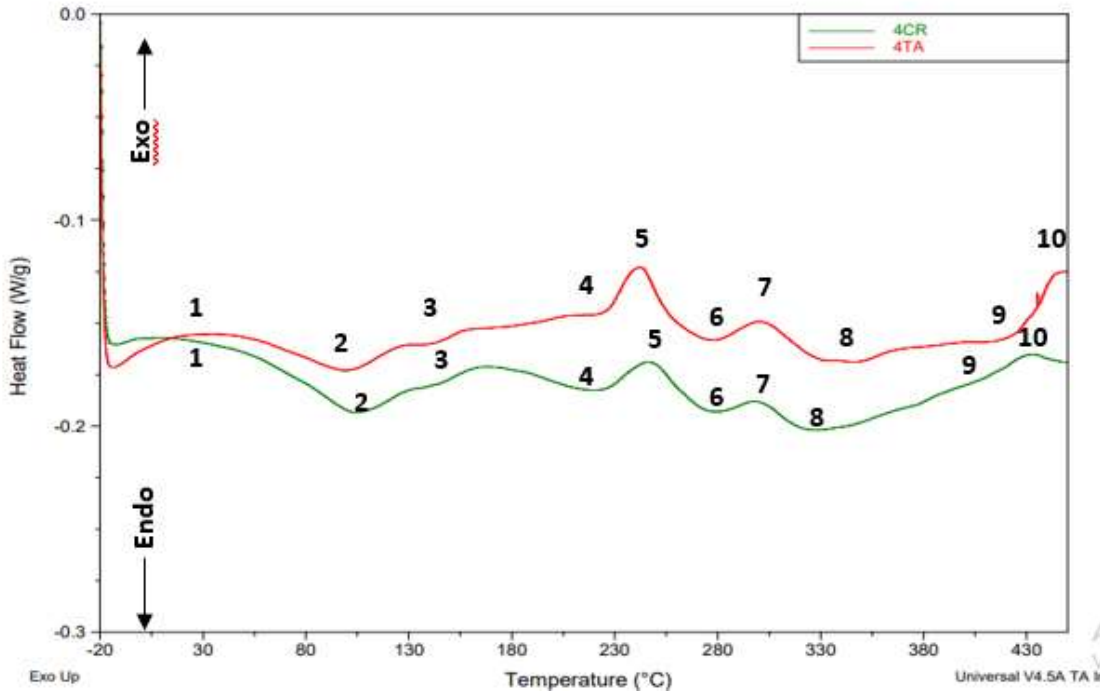
**Tabla 11.** Resistencia a la fluencia convencional del 0.2% (YS), resistencia última a la tracción (UTS) y deformación uniforme convencional (UE) de las muestras laminadas al 70% a temperatura ambiente y a temperatura criogénica en 4,6 y 10 pasos

| MUESTRAS          | DUREZA PROMEDIO (Hv0,1) | DESVIACIÓN ESTÁNDAR |
|-------------------|-------------------------|---------------------|
| CONDICIÓN INICIAL | 127,88                  | 8,09                |
| 4 CR              | 188,84                  | 6,12                |
| 4 TA              | 184,96                  | 3,93                |
| 6 CR              | 184,02                  | 5,07                |
| 6 TA              | 180,84                  | 3,08                |
| 10 CR             | 176,88                  | 9,88                |
| 10 TA             | 172,62                  | 1,08                |

**Tabla 12.** Valores de Microdureza Vickers de la muestra inicial y de las muestras laminadas al 70% de reducción a 4,6 y 10 pasos a temperatura ambiente y a temperatura criogénica.

### 3.4 Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

Los resultados obtenidos de la prueba de calorimetría diferencial de barrido realizadas a las muestras deformadas al 70% en 4 y 10 pasos a temperatura ambiente (TA) y a temperatura criogénica (CR), se presentan en los termogramas de las **figuras 47** y **48** respectivamente.



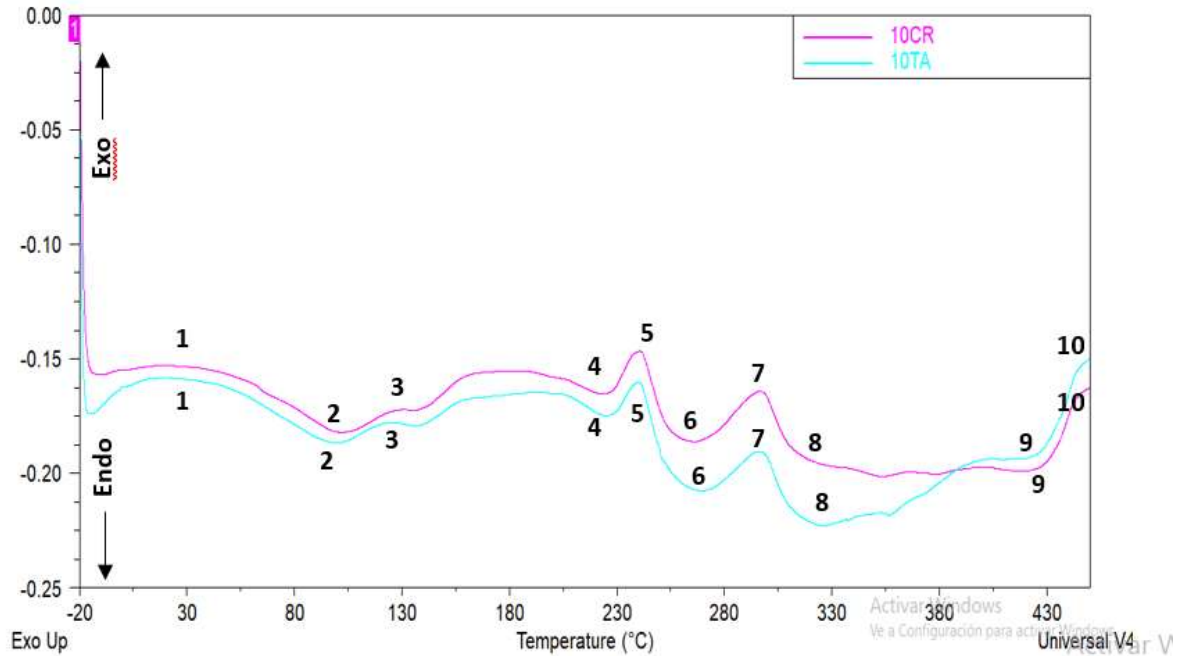
**Figura 47.** Termograma de la aleación 7075 deformadas al 70% en 4pasos a temperatura ambiente y a temperatura criogénica.

De acuerdo con el reportado en la literatura sobre la cinética de precipitación de la aleación 7075 deformada a temperatura criogénica [17], los procesos exotérmicos relacionados con la formación de las zonas **GPI**, **GPII** y fases  $n'$  y  $n$ , se encuentran en los intervalos de temperatura comprendidos entre 30-110°C, 100-180°C y 190-290°C respectivamente. Así mismo, los picos endotérmicos están entre 50-200°C (disolución de zonas **GP**) y 200-420°C (disolución de fases  $n'$  y  $n$ ) [66,67].

Basándose en la información anterior y en la forma de los termogramas reportados por Jayaganthan *et al* [17], los **picos 1** y **3** que se indican en las curvas del termograma de la **figura 47**, están vinculados con la formación de zonas **GPI** y las zonas **GPII** respectivamente. Los **picos 2** y **4** representan la disolución de los aglomerados (o “clusters” de Mg/Zn) de las zonas **GP**. Los **picos 5** y **7** ubicados a ~ 244 y 303°C para la muestra 4TA y a ~ 248° y 302°C para las muestras 4CR, corresponden a la formación de las fases  $n'$  y  $n$  respectivamente [2], mientras que el **pico 6** de ambas curvas posiblemente se debe a la transformación de la fase  $n'$  a la fase  $n$  o a la nucleación de la fase S ( $(Al_2CuMg)$  [68]. Por otra parte, el **pico endotérmico 8** equivale a la disolución del precipitado metaestable  $n'$  y el **pico 9** a la disolución la fase  $n$  según lo reportado por Panigrahi et al. [5]. Finalmente, el **pico 10** de ambas curvas, está asociado con el inicio de la etapa de disolución de todas las fases [68].



Cabe resaltar que, los picos exotérmicos de la curva laminada en 4 pasos a temperatura ambiente respecto a la de temperatura criogénica, son más pronunciados posiblemente por la activación térmica y el incremento de la capacidad calorífica que experimenta el material, como consecuencia de la relajación parcial de tensiones provocadas por el calor de fricción entre el rodillo y la muestra [69].



**Figura 48.** Termograma de la aleación 7075 deformadas al 70% en 10 pasos a temperatura ambiente y a temperatura criogénica

De manera similar a lo mencionado en los termogramas de la **figura 47**, los **picos 1-3** y **2-4** que se muestran en los termogramas de la **figura 48**, corresponden a la formación y disolución de las zonas **GPI** y **GPII** equitativamente. Así mismo, los **picos 5** y **7** que se encuentran a  $\sim 242^\circ$  y  $298^\circ\text{C}$  en las dos muestras (10 CR y 10 TA), están asociados a la formación de las fases  $n'$  y  $n$  respectivamente. Los **picos 6** de ambas curvas equivalen probablemente a la transformación de la fase  $n'$  a la fase  $n$  o a la nucleación de la fase S. Por último, los **picos endotérmicos 8** y **9** que se observan a  $\sim 327^\circ$  y  $428^\circ\text{C}$  para la 10 CR y  $\sim 325^\circ$  y  $424^\circ\text{C}$  para la 10 TA, representan la disolución del precipitado metaestable  $n'$  y la fase  $n$  respectivamente. Cabe mencionar que al igual que en la **figura 5**, los **picos 10** según Lloyd *et al* [68] corresponden al principio de la disolución de todas las fases.

Finalmente es importante resaltar que, aunque los picos detectados se encuentran cercanos a los rangos de temperatura reportados en la literatura para este tipo de aleaciones [5,66], en los termogramas obtenidos de las muestras laminadas al 70% de reducción en 4 y 10 pasos a temperatura ambiente y a temperatura criogénica, no se observa una variación significativa en la estabilidad térmica de un proceso respecto a otro.

## Conclusiones

Con base en el estudio realizado sobre las muestras deformadas al 70 % de reducción en 4,6 y 10 pasos a temperatura ambiente y a temperatura criogénica, pueden destacarse las siguientes conclusiones:

- Las micrografías obtenidas con MEB y los análisis de EDS, revelaron la presencia de compuestos Intermetálicos gruesos de  $Al_{23}CuFe_4$ ,  $Al_7CuFe$  y  $Al_7Cu_2Fe$  con tamaños entre 10-30  $\mu m$ . Así mismo, precipitados elípticos de  $AlCuFe$ ,  $Al_2CuMg$  y  $Al_7Cu_2Fe$  con dimensiones entre 1 y 6  $\mu m$ .
- Todas las muestras deformadas a temperatura criogénica mostraron un incremento en la resistencia a la fluencia, resistencia última a la tracción y un aumento marginal en la microdureza, respecto a las muestras laminadas a temperatura ambiente bajo las mismas condiciones. Esto como consecuencia del efecto producido por la supresión de recuperación dinámica, endurecimiento por dislocaciones, endurecimiento por solución sólida y endurecimiento por precipitación parcial de compuestos Intermetálicos.
- La mejor combinación de resistencia a la fluencia y ductilidad observadas de las diferentes rutas de deformación, corresponden a las muestras laminadas a 4 pasos, siendo la 4 CR superior a la 4TA hasta en 116 MPa y  $\sim 4\%$  de elongación respectivamente. Este efecto es atribuido a que a menores pasos se produce un incremento en el porcentaje de deformación por cada paso y por lo tanto se induce una mayor fragmentación de los granos que posteriormente elevan la densidad de dislocaciones.
- Al comparar el comportamiento mecánico y microestructural de las muestras laminadas a diferentes condiciones, se puede concluir que con el aumento del número de pasos necesarios para alcanzar el 70% de reducción, se produce un detrimento en las propiedades mecánicas del material,

como consecuencia de la alta sensibilidad a la deformación de las fases ricas en hierro.

- Los termogramas obtenidos con la técnica de calorimetría diferencial de barrido, no evidencian una variación significativa en la estabilidad térmica de las muestras con respecto al número de pasos y tampoco un efecto considerable asociado a la temperatura de deformación.

## **Recomendaciones.**

- Para prevenir las grietas de caimán o también llamadas grietas de cocodrilo durante el proceso de laminación en caliente, se recomienda no exceder de 1 mm de reducción por cada paso.
- Para evitar la formación y propagación de las grietas de borde durante el proceso de deformación en frío, se sugiere no superar el porcentaje de reducción por paso de 0.4 mm y no emplear una la velocidad de laminación superior a 2 m/min.

## **Investigaciones a Futuro.**

- Analizar mediante difracción de electrones retrodispersados (EBSD) los efectos que influyen en las fronteras de grano de las diferentes condiciones de deformación y temperatura.
- Evaluar el efecto del tratamiento térmico de envejecimiento sobre la ductilidad de las muestras laminadas a temperatura criogénica.
- Estudiar con mayor detalle el laminado a temperatura criogénica para analizar su efecto en los fenómenos de precipitación

## Bibliografía

- [1] P. Das, R. Jayaganthan, and I.V. Singh. *Tensile and impact-toughness behaviour of cryorolled Al 7075 alloy*. Mater. Des., 32, No. 3, p. 1298. (2011)
- [2] A. Abolhasani , A. Zarei-Hanzaki, H.R. Abedi, M.R. Rokni. *The room temperature mechanical properties of hot rolled 7075 aluminum alloy*. Mater;34:631-636.(2011). Iran
- [3] D. C. C. Magalhães<sup>1</sup> , A. M. Kliauga<sup>1</sup> , V. L. Sordi<sup>1</sup> , M. Ferrante<sup>1</sup>. *Cryogenic rolling applied to aluminum, copper and brass: effects on the microstructure and mechanical strenght*. 21º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. (2014)
- [4] S.K. Panigrahi and R. Jayaganthan, *Development of ultrafine grained high strength age hardenable Al 7075 alloy by cryorolling*. Mater;32:3150-3160.(2011). India
- [5] S.K. Panigrahi and R. Jayaganthan, *Effect of ageing on microstructure and mechanical properties of bulk, cryorolled, and room temperature rolled Al 7075 alloy*, J. Alloys Compd., 509), No. 40, p. 9609.(2011)
- [6] Askeland D. *The science and engineering of materials. (2 ed)*. Chapman and Hall. (1990). Estados Unidos
- [7] Callister W. *Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales*. Ed. Reverté S.A. (2000).
- [8]ASTM B209M-04, *Standard Specification for Aluminum and Aluminum-Alloy Sheet and Plate [Metric]*, ASTM International, West Conshohocken, PA. (2004)
- [9] GROOVER, Mikell P., *“Fundamentos de manufactura moderna”*.McGraw Hill (3ra ed). (2007). México
- [10] Degarmo, E.P., Black, J, T., Kohser, R.A. *Materials and Processes in Manufacturing (9th ed )*.Wiley. (2003). USA
- [11] Novelo O. *Correlación entre microestructura y propiedades mecánicas en aleaciones Al-Mg-Cu*. Universidad Nacional Autónoma de México. (2011)
- [12] Wang Y, Chen M, Zhou F, Ma E. *High tensile ductility in a nanostructured metal*. Nature 2002;419:912–5.
- [13] Lee TR, Chang CP, Kao PW. *The tensile behavior and deformation microstructure of cryo-rolled and annealed pure nickel*. Mater Sci Eng A 2005;408:131–5.
- [14] Rangaraju N, Raghuram T, Krishna BV, Rao KP, Venugopal P. *Effect of cryorolling and annealing on microstructure and properties of commercially pure aluminium*. Mater Sci Eng A;398:246–51 2005
- [15]Lee YB, Shin DH, Park KT, Nam WJ. *Effect of annealing temperature on microstructures and mechanical properties of a 5083 Al alloy deformed at cryogenic temperature*. Scripta Mater;51:355–9. 2004.
- [16] Shanmugasundaram T, Murty BS, Sarma VS. *Development of ultrafine grained high strength Al–Cu alloy by cryorolling*. Scripta Mater 2006;54:2013–7

- [17] Jayaganthan R, Panigrahi SK. Effect of cryorolling strain on precipitation kinetics of Al 7075 alloy. *Mater Sci Forum*;584–586:911–6. (2008).
- [18] Zolotarevsky V.S., Belov N.A., Glazoff M.V. *Casting Aluminium Alloys*. Elsevier. (2007). USA
- [19] Engle O. Hirsch J. *Mat. Sci. & Eng. Vol A336*. p 249-262. (2002)
- [20] ASM .*Properties and selection: Nonferrous alloys and special-purpose materials*, ASM Metals HandBook Vol.2 (1990). Atlanta
- [21] Navarro M. *Efecto del tratamiento térmico de rehomogenizado y reenviejado en la microestructura y dureza de un aluminio 7075-t6*. Universidad libre. (2018). Colombia
- [22] Pierre V, Alan P, Okamoto H. *Handbook of Ternary Alloy Phase Diagrams*. ASM International; 1995.
- [23] Totten GE, MacKenzie DS.: *Handbook of Aluminum :Physical Metallurgy and Processes*. Marcel Dekker. (2003)
- [24] MacKenzie DS, Totten GE. *Analytical Characterization Of Aluminum, Steel, And Superalloys*. Taylor & Francis (2006).
- [25] N. Mahathaninwong, T. Plookphol, J. Wannasin, S. Wisutmethangoon. *T6 tratamiento térmico de la aleación de reocasting 7075 A*. *Ciencia e ingeniería de materiales A 532* .91-99 (2012)
- [26] T. R. Mcnelley, S. Swaminathan, and J. Q. Su, "Recrystallization mechanisms during friction stir welding/processing of aluminum alloys," *Scr. Mater.*, vol. 58, pp. 349–354, (2008).
- [27] Reed-Hill R.*Physical Metallurgy Principles*. University series in Basic Engineering. (1964). EUA
- [28] Humphreys, F.J. and Hatherly, M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. Elsevier Science Ltd., Oxford. (1995)
- [29] J.J. Jonas, H.J. McQueen. "Recovery and recrystallization during high temperature deformation " en "Mise en forme de métaux et alliages", cap. VII, pp 99-143, Ed. CNRS. (1976). París.
- [30] Reyes L. *Modelado de la evolución microestructural durante forja en caliente*. Universidad Autónoma de Nueva León. (2013)
- [31] L.X. Zhou, T.N. Baker, "Effects of dynamic and metadynamic recrystallization on microstructures of wrought IN-718 due to hot deformation", *Materials Science and Engineering: A Volume 196, Issues 1–2*, 89–95 .(1995).
- [32] El Wahabi, Mohammed, "Caracterización termomecánica de aceros inoxidable austeníticos AISI-304", *Universitat Politècnica de Catalunya, Cap. 2*, (2002).
- [33] Morales C. Estudio de la recristalización en la zona de unión de un compuesto de matriz a359/sic20p utilizando el proceso de soldadura por fricción agitación (fsw). *Corporación Mexicana de investigación en materiales*. (2016)

- [34] John D. Erhoeven, "Fundamentos de metalurgia física", Ed. Limusa. Cap. 10, 347. (1987).
- [35] Romero L. *Efecto de la deformación plástica sobre el comportamiento mecánico, microestructural y frente a corrosión de la AA7075*. Universidad Nacional Autónoma de México (2021)
- [36] R. Jayaganthana, G. Brokmeier, B. Schwebkeab, S.K. Panigrahi. *Microstructure and texture evolution in cryorolled Al 7075 alloy*. *J. Alloys Compd.*, No. 496, p. 183-188.(2010)
- [37] S.K. Panigrahi and R. Jayaganthan. Effect of aluminum on Thermal Stability, Precipitate Evolution, and Mechanical Properties of Cryorolled Al 7075 Alloy. *Metall Mater Trans A Phys Metall Mater Sci*, 42 (10) pp. 3208-3217 (2011).
- [38] B.D. Cullity. *Elements of X-Ray Diffraction*. Addison-Wesley, Mass. (1956)
- [39] H. Peiser, H. Rooksby, A.X. Wilson. *X-ray diffraction by polycrystalline materials*. Chapman & Hall. UK
- [40] Starink M.J. *Int. Mat. Rev.* Vol 49. p 191-225. (2004)
- [41] M.J. Yacamán, J. Reyes. *Microscopía Electrónica. Una mirada al microcosmos*. Fondo de Cultura Económica. (1995). México
- [42] P. Stadelmann. *Ultramicroscopy*. Vol 21. p 131-145. (1987)
- [43] F. J. González. *Apuntes Métodos de Análisis Térmico*. Universidad Carlos III. (2008). Madrid
- [44] G.E. Dieter. *Mechanical Metallurgy*. 4rd Edition. McGraw-Hill (1995)
- [45] [http://www.jeol.co.jp/en/applications/pdf/sm/sem\\_atoz\\_all.pdf](http://www.jeol.co.jp/en/applications/pdf/sm/sem_atoz_all.pdf) -Scanning Electron Microscope A to Z- (consultada 2021)
- [46] ASTM E8 / E8M-16a. *Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials*. ASTM International. West Conshohocken.PA. (2016)
- [47] ASTM E92-17. *Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials*. ASTM International. West Conshohocken. PA. (2017)
- [48] M.H. Shaeri, M.T. Salehi, S.H. Seyyedein, M.R. Abutalebi, J.K. Park. *Microstructure and mechanical properties of Al-7075 alloy processed by equal channel angular pressing combined with aging treatment*. *Mater. Des.* 57 250–257 (2014)
- [49] Williamson G.K., Hall W.H. *Acta Metall.* Vol 1. p 22. (1953)
- [50] S.C. Wang and M.J. Starink. *Two types of S phase precipitates in Al-Cu-Mg alloys*. *Acta Materialia*, 55 (3), 933-941 (2007)
- [51] M.J. Styles, R.K.W. Marceau, T.J. Bastow, H.E.A. Brand, M.A. Gibson, C.R. Hutchinson. *The competition between metastable and equilibrium S (Al<sub>2</sub>CuMg) phase during the decomposition of AlCuMg alloys*, *Acta Mater.* 98. pp 64-80 (2015)
- [52] Y.H. Zhao, X.Z. Liao, Z. Jin, R.Z. Valiev, Y.T. Zhu, *Microstructures and mechanical properties of ultrafine*

grained 7075 Al alloy processed by ECAP and their evolutions during annealing, *Acta Mater.* 52.PP 5278–5289 (2004)

[53] A. Azarniya, A.K. Taheri, K.K. Taheri, Recent advances in ageing of 7xxx series aluminum alloys: A physical metallurgy perspective, *J. Alloys Compd.* 781 (2019) 945-983.

[54] Bosch Giral Pedro y Lara Corona. *Difracción y fluorescencia de rayos X*. Editorial Terracota. Colección claves Universitarias. Nov.(2010)

[55] Xi-gang F, Da-ming J, Qing-chang M, Bao-you Z, Tao W. *Evolution of eutectic structures in Al–Zn–Mg–Cu alloys during heat treatment*. *Trans Nonferrous Metal Soc*;16:577–81. (2006) China

[56] M. Kamiya, T Yakou . *Role of second-phase particles in chip breakability in aluminum alloys*. *Int J Mach Tool Manuf*;48:688–97. (2008)

[57] Kirman I. *The Relation between microstructure and toughness in 7075 aluminum alloys*. *Mater Trans*;1471(2):1761. (1970)

[58] R. Hertzberg. *Deformation and fracture mechanics of engineering material*. 2nd ed. John Wiley;. p. 37–49. (1983)

[59] Y.C. Lin, Y. Jiang, X. Chen, D. Wen, H. Zhou. *Effect of creep-aging on precipitates of 7075 aluminum alloy*, *Mater. Sci. Eng. A.* 588. 347-356 (2013)

[60] S. Panigrahi, K. Sushanta and R. Jayaganthan. *A Comparative Study on Mechanical Properties of Al 7075 Alloy Processed by Rolling at Cryogenic Temperature and Room Temperature*. *Materials Science Forum* 584-586 (2008): 734 - 740.

[61] Singh, D., Rao, P.N. & Jayaganthan, R. *Microstructures and impact toughness behavior of Al 5083 alloy processed by cryorolling and afterwards annealing*. *Int J Miner Metall Mater* 20, 759–769 (2013).

[62] Y. Huang, Y., Yan, X., & Qiu, *Microstructure and mechanical properties of cryo-rolled AA6061 Al alloy*. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 26(1), 12–18. (2016).

[63] S.K. Panigrahi and R. Jayaganthan. *Influence of solutes and second phase particles on work hardening behavior of Al 6063 alloy processed by cryorolling*. *Mater A*;528:3147-3160.(2011).

[64] V. V. Ravikumar and S. Kumaran, *Improved strength and ductility of high alloy containing Al-12Zn-3Mg-2.5Cu alloy by combining non-isothermal step rolling and cold rolling*, *Int. J. Miner. Metall. Mater.*, 24, No. 2, pp. 179-185(2017)

[65] Y. Phaneendra , I.N. Niranjana and V.V. Ravi. *Thermo-Mechanical Treated High Strength AA-7xxx Aluminium Alloy by Cold and Cryo-Rolling Study their Mechanical Properties Corrosion and Microstructure Correlation*. *Materials Sci.forum*. Vol 969, pp 62-67(2019) India

[66] M. Kumar, C. Poletti, H.P. Degischer, *Mater. Sci. Eng. A* 561 362-370 2013)

[67] J. Buha, R.N. Lumley, A.G. Crosky, *Mater. Sci. Eng. A* 492) 1-10 (2008)

[68] D. Lloyd, M. chaturvedi. *A calorimetric study of aluminium alloy AA-7075*. J of Mater Sci, 17: 1819-1825. (1982)

[69] S. Suriñach, M. Baro, S. Bordas, N. Clavaguera. La calorimetría diferencial de barrido y su aplicación a la Ciencia de Materiales. bol. soc. esp. ceram. vidr. 31 (1992) Barcelona.