



**Universidad Autónoma de San Luis Potosí**  
**Facultad de Ingeniería**  
**Centro de Investigación y Estudios de Posgrado**

**ESTUDIO DE LA CINÉTICA DE RECRISTALIZACIÓN ESTÁTICA EN UNA ALEACIÓN  
AA7075 SEVERAMENTE DEFORMADA**

**T E S I S**

Que para obtener el grado de:

Maestro en Metalurgia e Ingeniería de Materiales

Presenta:

IQM. Erick Ernesto Alvarado López

Asesor:

Dr. José Luis Hernández Rivera

Co-Asesor:

Dr. José de Jesús Cruz Rivera

San Luis Potosí, S. L. P.

Agosto de 2021



## DEDICATORIA

A Dios, por obsequiarme a mi amada familia.

A mi madre Rosa y mi padre Ernesto, por todo su amor, apoyo y cariño. Los amo mucho.

A mi mamá Tomy y a mi mamá Esperanza, por siempre cuidarme y guiarme.

*Una luz eterna en mi camino...*

A mi hermana Xóchitl, a mi sobrino Rommel y a mi hermano Jesús, por su apoyo incondicional y por iluminar mi vida. Y con mucho cariño y aprecio a mis cuñados, Carolina y Luciano.

A mi papá Memo, por todo el cariño y tiempo compartido. ¡Lo quiero mucho papá!

A mis hermanos: Valter, Kevin, Irving, Pablo, Paola, Ricardo, Eduardo e Ingrid, por su apoyo y enseñanzas compartidas a lo largo de este camino.

A mis tíos: Elsa, Carlos, Guillermina, Javier, Araceli, Dalila, Celia, Came, Rosy, Cuca, René por siempre impulsarme a llegar más lejos y, de manera muy especial, a mis tías Elsa, Araceli y Dalila, por todo el apoyo brindado.

A mi novia Esmeralda, por todo su apoyo incondicional y motivación. Te amo.

A mis amigos: Javier, Maura, Víctor, Daniel, Mauricio, Irving, Elías, Patricia, Viridiana, Gabriela, Salvador, Jon, Adriana Luna, Erick, Pablo, Brayam, Coco, Edith, Jassibe y Mahari.

A mis amigos y compañeros del posgrado: Perla, Ana, Jorge, Nelly, Mata, Benito, Alfonso, Abraham, Alain, Edgar, Carlos, Juan José, Daniel, Nallely, Alfredo, Mike, Juanito y, de manera muy en especial, a mi amiga Ludwika, por todo el apoyo brindado y los buenos momentos compartidos en la maestría. Gracias.

A mi familia Potosina: Charito, José, Luis, Mateo y Juan José, por todo su apoyo. Gracias.

A mi familia del IIM-UNAM: Dr. José Gonzalo González Reyes, Liliana Romero, Marco Alvarado, Sergio Elizalde, Emmanuel López, Sebastián Espinoza y David Pineda, por todo su apoyo. Muchas gracias.

A la Universidad Autónoma de San Luis Potosí, a la Facultad de Ingeniería y al Instituto de Metalurgia, por ser durante 2 años mi casa. Gracias por permitirme realizar mis estudios de maestría en sus aulas.

A mis profesores: Dr. Jorge García Rocha, Dr. Mitsuo Ramos, Dra. Elizabeth Martínez, Dr. Emmanuel Castañeda y, especialmente, al Dr. José Luis Hernández Rivera y al Dr. José de Jesús Cruz Rivera, por su paciencia y conocimientos compartidos. Gracias.

*“Es como si Dios hubiese decidido dejar su mano sobre mi hombro”.*

Erick

## **AGRADECIMIENTOS**

A la Universidad Autónoma de San Luis Potosí

A su Facultad de Ingeniería,

A su Instituto de Metalurgia.

A mis profesores: Dr. Jorge García Rocha, Dr. Mitsuo Ramos, Dra. Elizabeth Martínez, Dr. Emmanuel Castañeda y, especialmente, al Dr. José Luis Hernández Rivera y al Dr. José de Jesús Cruz Rivera, por su paciencia y conocimientos compartidos. Gracias.

A los técnicos: Alfredo Ruiz y la MMIM Lorena Hernández, por su apoyo durante la realización de mi trabajo experimental.

Agradezco al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT), por la beca de maestría de la cual fui beneficiario y con la cual, pude sufragar mis gastos durante la maestría, siendo mi CVU: 884987.

## RESUMEN

La recristalización estática (*SRX* por sus siglas en idioma inglés), es un proceso térmico que ocurre cuando metales y aleaciones que han sido previamente deformados, son tratados a temperaturas de entre 0.33 y 0.5 de la temperatura de fusión en K.

Actualmente, la aleación AA7075 es empleada en las industrias automotriz y aeroespacial, debido a su comportamiento mecánico de resistencia a la tensión y dureza, pero también a que presenta una relación de resistencia mecánica/densidad adecuada. No obstante, la búsqueda por mejorar sus propiedades mecánicas, sigue siendo un tema de gran interés científico-tecnológico.

La extrusión en canal angular de sección constante (*ECAP* por sus siglas en idioma inglés), es una técnica de deformación plástica severa que consiste en hacer pasar una probeta del material de interés a través de un canal que posee un ángulo interno (comúnmente de 90°), lo que promueve el refinamiento de grano debido a los esfuerzos y deformaciones de corte principalmente y, a partir de lo cual, es posible mejorar la resistencia mecánica con base en la ecuación de Hall-Petch. Sin embargo, al alcanzar relativamente altas deformaciones, la cinética de recristalización estática en los materiales tiende a verse modificada. Con base en lo anterior, en el presente trabajo se estudia el efecto que tiene la deformación severa sobre la cinética de recristalización estática en una aleación de aluminio AA7075, usando los modelos de JMAK y Kuhlmann.

Inicialmente, las probetas de la aleación AA7075-T651 fueron tratadas térmicamente a fin de mejorar la ductilidad de éstas. Posteriormente, fueron deformadas vía *ECAP* con 3 y 5 pasos, y una fue ensayada a tensión con el propósito de alimentar los valores del régimen plástico al software de simulación *DEFORM 3D*.

Los resultados obtenidos por la simulación vía *DEFORM 3D*, permitieron seleccionar las zonas de trabajo para el tratamiento de recocido; la simulación vía *THERMO-CALC* permitió establecer las temperaturas de recocido de 340 y 400 °C; la caracterización microestructural vía microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB) permitió caracterizar la evolución microestructural en cada uno de los tratamientos termomecánicos y, finalmente, el análisis químico vía Espectroscopía por Dispersión de Energía (*EDS* por sus siglas en idioma inglés) en el MEB, evidenció la existencia de partículas de segunda fase (*T*, *S* y  $\eta$ ), las cuales posiblemente retardaron la cinética de recristalización estática en las muestras deformadas vía *ECAP*, debido al fenómeno de anclaje de Zener.

## ABSTRACT

The static recrystallization (*SRX*) is a thermal process that occurs when metals and alloys that have been previously deformed, are exposed to temperatures between 0.33 and 0.5 with reference to their melting temperature in K.

Currently, the AA7075 alloy is used in the automotive and aerospace industries, this due to its mechanical behavior of tensile strength and hardness but also due to the good mechanical resistance/density ratio. However, the search for improving its mechanical properties continues being an interesting scientific/technological topic.

The equal channel angular pressing (*ECAP*) is a technique of severe plastic deformation that consists of passing a sample of the material of interest through a channel that has an internal angle (commonly 90°), this technique promotes the grain refinement due to shear stresses and strains mainly and allow to improve the mechanical properties based on the Hall-Petch equation. Nevertheless, when reaching high amounts of strain, the kinetics of the static recrystallization in the materials tends to be modified. From the above, in the present work the effect of the severe deformation on the kinetics recrystallization in an AA7075 alloy is studied, using the JMAK and Kuhlmann models.

At the beginning, the samples of the AA7075-T651 alloy were heat treated to enhance their ductility. After that, these were deformed by *ECAP* with 3 and 5 steps, and additionally one non-deformed sample was tension tested in order to feed the values of the plastic regime to the *DEFORMED 3D* simulation software.

The results obtained by the *DEFORMED 3D* simulation, let to choose the working zones for the annealing treatment while the *THERMO-CALC* software allowed to establish the annealing temperatures of 340 and 400 °C; the microstructural characterization by optical microscopy (*OM*) and scanning electron microscopy (*SEM*), let to characterize the microstructural evolution in each step of the thermomechanical treatment and, finally, the chemical analysis by Energy dispersive spectroscopy (*EDS*) in SEM, evidenced the existence of particles of second-phases ( $T, S$  y  $\eta$ ), which possibly delayed the kinetics of the static recrystallization in the samples deformed by *ECAP*, due to the Zener drag phenomenon.

# CONTENIDO

<b>Dedicatoria</b> .....	<b>I</b>
<b>Agradecimientos</b> .....	<b>II</b>
<b>Resumen</b> .....	<b>III</b>
<b>Abstract</b> .....	<b>IV</b>
<b>Símbolos y Abreviaturas</b> .....	<b>7</b>
<b>Lista de Tablas</b> .....	<b>8</b>
<b>Lista de Figuras</b> .....	<b>9</b>
<b>Justificación</b> .....	<b>12</b>
<b>Planteamiento del problema</b> .....	<b>13</b>
<b>Hipótesis</b> .....	<b>13</b>
<b>Objetivo General</b> .....	<b>13</b>
<b>Objetivos Específicos</b> .....	<b>13</b>
<b>CAPÍTULO 1</b> .....	<b>15</b>
<b>ESTADO DEL ARTE DE LA EXTRUSIÓN EN CANAL ANGULAR, MECANISMOS DE ENDURECIMIENTO Y RECRISTALIZACIÓN ESTÁTICA.</b> .....	<b>15</b>
1.1. Aspectos generales y aplicaciones de la serie 7XXX .....	15
1.1.1. La aleación AA7075 como material ligero. ....	17
1.2. La deformación plástica severa como modificador de la microestructura .....	18
1.2.1. Antecedentes de la técnica de Extrusión en Canal Angular de Sección Constante (ECAP): antecedentes y descripción del proceso .....	21
1.3. Mecanismos de endurecimiento en la aleación AA7075.....	24
1.3.1. Endurecimiento por deformación .....	25
1.3.2. Endurecimiento por refinamiento de tamaño de grano (Modelo de Hall-Petch).....	26
1.3.3. Endurecimiento por solución sólida .....	27
1.3.4. Endurecimiento por segundas fases, dispersión o precipitación .....	28
1.4. La recristalización estática en la aleación AA7075: aspectos fundamentales y modelos teóricos para su estudio. ....	30
1.5. Efecto de la deformación plástica severa sobre la cinética de recristalización estática en la aleación AA7075.....	33

<b>CAPÍTULO 2 .....</b>	<b>36</b>
<b>TÉCNICAS EXPERIMENTALES PARA EL ESTUDIO DE LA RECRISTALIZACIÓN EN MATERIALES SEVERAMENTE DEFORMADOS. ....</b>	<b>36</b>
2.1. Etapa de pre-tratamiento de la aleación AA7075-T651 .....	36
2.2. El proceso de <i>ECAP</i> .....	39
2.3. El Software <i>DEFORM 3D</i> como Método de Elemento Finito para el estudio de materiales metálicos severamente deformados .....	40
2.4. Determinación de las temperaturas de trabajo para el estudio de la recristalización estática, empleando el software de simulación <i>THERMO-CALC</i> .....	44
2.5. El modelo de Kuhlmann para el estudio de la recristalización estática .....	44
2.6. Ensayo de dureza Vickers.....	45
2.7. Microscopía óptica y microscopia electrónica de barrido .....	46
<b>CAPÍTULO 3 .....</b>	<b>49</b>
<b>ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DEL EFECTO DE LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA SOBRE LA CINÉTICA DE RECRISTALIZACIÓN ESTÁTICA. ....</b>	<b>49</b>
3.1. Determinación de zonas de deformación homogénea en <i>ECAP</i> vía simulación en <i>DEFORM 3D</i> .....	49
3.2. Determinación de las temperaturas de recocido para el estudio de la recristalización estática empleando el software <i>THERMO-CALC</i> .....	61
3.3. Análisis y discusión de las curvas de recristalización estática obtenidas mediante los modelos de Kuhlmann, JMAK y caracterización microestructural vía MO y <i>EDS-MEB</i> .....	66
3.4. Caracterización de la microestructura vía MO y MEB .....	74
<b>CONCLUSIONES .....</b>	<b>92</b>
<b>REFERENCIAS.....</b>	<b>93</b>
<b>ANEXOS .....</b>	<b>102</b>

## SÍMBOLOS Y ABREVIATURAS

**% wt:** Porcentaje en peso  
**(Al)<sub>α</sub>:** Matriz de Aluminio  
**AA:** *The Aluminum Association* (Asociación del Aluminio)  
**ARB:** *Accumulative Roll Bonding* (Laminado Acumulativo)  
**BF:** *Bright field* (Campo claro)  
**Bottom up:** Enfoque de “Abajo hacia arriba”  
**CGP:** *Constrained Groove Pressing* (Prensado con Corrugado Restringido)  
**DB:** *Dark field* (Campo oscuro)  
**DRV:** *Dynamic Recovery* (Recuperación Dinámica)  
**ECAP:** *Equal Channel Angular Pressing* (Extrusión en Canal Angular de Sección Constante)  
**ED:** *Extrusion direction* (Dirección de Extrusión)  
**FCC:** *Face-Centered Cubic* (Cúbico Centrado en las Caras)  
**FEM:** *Finite Element Method* (Método de Elemento Finito)  
**FSW:** *Friction Stir Welding* (Soldadura por fricción)  
**HAGB:** *High-Angle Grain Boundary* (Límite de Grano de Ángulo Alto)  
**HPT:** *High Pressure Torsion* (Torsión a Alta Presión)  
**HV:** *Hardness Vickers* (Dureza Vickers)  
**LAGB:** *Low-Angle Grain Boundary* (Límite de Grano de Ángulo Bajo)  
**MPa:** Mega Pascales (10<sup>6</sup> Pascales)  
**ND:** *Normal direction* (Dirección Normal)  
**RCS:** *Repetitive Corrugation and Straightening* (Corrugado y Planchado Repetitivo)  
**SEM:** *Scanning Electron Microscopy* (Microscopía Electrónica de Barrido)  
**SFE:** *Stacking-Fault Energy* (Energía de Falla de Apilamiento)  
**SPD:** *Severe Plastic Deformation* (Deformación Plástica Severa)  
**SRV:** *Static Recovery* (Recuperación Estática)  
**SSSS:** *Super-Saturated Solid Solution* (Solución Sólida Sobresaturada)  
**TD:** *Transversal direction* (Dirección Transversal)  
**TEM:** *Transmission Electron Microscopy* (Microscopía Electrónica de Transmisión)  
**TMT:** *Thermo-mechanical Treatments* (Tratamientos Termo-mecánicos)  
**Top Down:** Enfoque de “Arriba hacia abajo”  
**UTS:** *Ultimate Tensile Strength* (Resistencia Última a la Tensión)  
**ZGP:** *Guinier-Preston Zones* (Zonas de Guinier-Preston)  
**S:** Fase Al<sub>2</sub>CuMg  
**T:** Fase Al<sub>2</sub>Mg<sub>3</sub>Zn<sub>3</sub>  
**γ:** Energía de Falla de Apilamiento  
**η:** Fase MgZn<sub>2</sub>  
**ρ:** Densidad de Dislocaciones

Nota. Las traducciones al español fueron realizadas con base en la literatura, de tal forma que en algunas ocasiones, estas traducciones pueden llegar a ser ambiguas, haciendo que las siglas no necesariamente representen las del texto original en inglés.

## LISTA DE TABLAS

**Tabla 1.1** Clasificación de las aleaciones de aluminio.

**Tabla 1.2** Composición química nominal de la aleación AA7075.

**Tabla 2.1** Composición química del material de partida.

**Tabla 2.2** Parámetros de simulación para el proceso de *ECAP* en el software *DEFORM 3D*.

**Tabla 3.1** Estequiometría de las fases de interés, presentes en el diagrama de fases calculado por *THERMO-CALC*.

**Tabla 3.2** Valores de microdureza de las probetas deformadas vía *ECAP* con 3 y 5 pasos y tratadas térmicamente a 340 y 400 °C.

**Tabla 3.3** Valores de fracción en volumen recristalizado, determinados con base en el modelo de Kuhlmann, para las probetas con 3 y 5 pasos y evaluadas a 340 °C y 400 °C, respectivamente.

**Tabla 3.4** Valores del exponente de "*n*" del modelo de JMAK determinados experimentalmente.

**Tabla 3.5** Valores de *n* y *k* estimados para las aleaciones AA3004 y AA7075.

**Tabla 3.6** Cantidad en fase simulada en función de la temperatura del tratamiento térmico.

## LISTA DE FIGURAS

- Figura 1.1** Enfoques *Top Down* y *Bottom Up* para la fabricación de materiales nanoestructurados [27].
- Figura 1.2** Tornillos de titanio puro comercial nanoestructurado, obtenidos vía *ECAP* y tratamientos termomecánicos (*TMT*), empleados como implantes en cirugías biomédicas [47-48].
- Figura 1.3** Matriz de *ECAP* empleada en el presente estudio [52-53].
- Figura 1.4** Rutas de deformación en la técnica de *ECAP* [56].
- Figura 1.5** Representación esquemática de la recristalización estática [70].
- Figura 1.6** Curva sigmoideal de los procesos de recristalización estática y gráfico para determinación de “*n*”.
- Figura 2.1** Esquema del pre-tratamiento térmico llevado a cabo en las probetas de la aleación AA7075.
- Figura 2.2** Mufla empleada para tratamientos térmicos de solubilizado y reversión.
- Figura 2.3** Probetas de la aleación AA7075, a) Condición inicial de la barra (T651) y b) Probeta con pre-tratamiento térmico.
- Figura 2.4** Proceso de *ECAP*, llevado a cabo con el uso de una máquina de ensayos universales y con una velocidad de desplazamiento del cabezal de 6 mm/min. Marca: Shimadzu Modelo:UH-600KNI.
- Figura 2.5** Probetas con 3 (superior) y 5 pasos de *ECAP* (superior).
- Figura 2.6** Probeta con pre-tratamiento empleada para ensayo de tensión uniaxial.
- Figura 2.7** Curva esfuerzo real vs deformación real, obtenida en una probeta de la aleación AA7075 pre-tratada térmicamente.
- Figura 2.8** Equipo para microdureza. Marca: *Shimadzu* Modelo: HVM-G
- Figura 2.9** Microscopio óptico. Marca: *Olympus* Modelo:GX51
- Figura 2.10** Microscopio electrónico de barrido. Marca: *Jeol* Modelo:JSM-6610LV
- Figura 3.1** Mapa de contorno de color en donde se muestra la distribución de la deformación simulada en *DEFORM 3D*. Se presenta en colores (lado izquierdo) la variación de la deformación, siendo el centro de la probeta la zona con mayor homogeneidad (área interior del círculo negro,  $\varepsilon = 5.5$ ), y en el gráfico (lado derecho), la variación de la deformación determinada en la línea negra continua del mapa de contorno para 1, 2 y 3 pasos de *ECAP*, empleando la ruta  $B_c$  [72].
- Figura 3.2** Mapas de contorno de color obtenidos en *DEFORM 3D* que muestran la distribución de deformación efectiva en la sección longitudinal de las probetas de *ECAP*. a) 3 y b) 5 pasos, respectivamente.
- Figura 3.3** a) Mapa de contorno de color para la probeta simulada con 3 pasos (dirección transversal) y b) gráfico de *Point Tracking*.
- Figura 3.4** a) Mapa de contorno de color para la probeta simulada con 3 pasos (dirección longitudinal) y b) gráfico de *Point Tracking*.
- Figura 3.5** a) Mapa de contorno de color para la probeta simulada con 5 pasos (dirección transversal) y b) gráfico de *Point Tracking*.
- Figura 3.6** a) Mapa de contorno de color para la probeta simulada con 5 pasos (dirección longitudinal) y b) gráfico de *Point Tracking*.
- Figura 3.7** Evolución de la dureza en función del proceso/tratamiento térmico o mecánico.

- Figura 3.8** a) Perfiles de microdureza Vickers (longitudinal y transversal) y b) gráfico de microdureza de la probeta de la aleación AA7075 con 3 pasos de ECAP.
- Figura 3.9** a) Perfiles de microdureza Vickers (longitudinal y transversal) y b) gráfico de microdureza de la probeta de la aleación AA7075 con 5 pasos de ECAP.
- Figura 3.10** Evolución de la fracción de fase molar, simulada para la aleación AA7075 en función de la temperatura, empleando DSC (5 °C/min). Figura adaptada [75].
- Figura 3.11** Diagrama de fases pseudobinario simulado en *THERMO-CALC*, para la aleación AA7075 utilizada en el presente estudio. Las fases predominantes están en función del contenido de Zinc.
- Figura 3.12** Curvas de recristalización estática para la aleación AA3004, donde la curva 1 indica que la muestra fue deformada a 250 °C, 1 s<sup>-1</sup> y recocido a 280 °C; 4 deformada a 400 °C, 1 s<sup>-1</sup>,  $\varepsilon = 8.9$ , recocida a 400 °C; 5 deformada a 400 °C, 10 s<sup>-1</sup>,  $\varepsilon = 4.4$ , recocida a 400 °C; 7 deformada a 400 °C, 1 s<sup>-1</sup>,  $\varepsilon = 3$ , recocida a 400 °C y 8 deformada a 400 °C, 10 s<sup>-1</sup>,  $\varepsilon = 3$ , recocida a 400 °C [76].
- Figura 3.13** Curvas de recristalización estática para la aleación AA7075 con un porcentaje de reducción en frío de 58% (a) y 71% (b), los puntos son datos experimentales a la temperatura indicada; líneas sólidas representan líneas ajustadas a los puntos experimentales [77].
- Figura 3.14** Temperaturas de los tratamientos térmicos de recocido, mostradas en función del contenido de Zinc en la aleación (5.6 %).
- Figura 3.15** Gráfico  $\ln(-\ln(1 - X_V))$  vs  $\ln(t)$  y curva de recristalización para la probeta con 3 pasos a T= 340 °C.
- Figura 3.16** Gráfico  $\ln(-\ln(1 - X_V))$  vs  $\ln(t)$  y curva de recristalización para la probeta con 3 pasos a T= 400 °C.
- Figura 3.17** Gráfico  $\ln(-\ln(1 - X_V))$  vs  $\ln(t)$  y curva de recristalización para la probeta con 5 pasos a T= 340 °C.
- Figura 3.18** Gráfico  $\ln(-\ln(1 - X_V))$  vs  $\ln(t)$  y curva de recristalización para la probeta con 5 pasos a T= 400 °C.
- Figura 3.19** Curvas de recristalización estática de las probetas con 3 y 5 pasos, tratadas térmicamente a a) 340 °C y b) 400 °C.
- Figura 3.20** Micrografías de la microestructura del material de partida (AA7075-T651) obtenidas por microscopía óptica: a) en dirección longitudinal y b) en dirección transversal.
- Figura 3.21** Micrografías de la microestructura del material con pre-tratamiento térmico, obtenidas por microscopía óptica: a) en dirección longitudinal y b) en dirección transversal.
- Figura 3.22** Micrografías de MO para las muestras de ECAP recocidas a 340 °C durante 25 s. Donde: a) 3 y b) 5 pasos, ambas en dirección longitudinal.
- Figura 3.23** Micrografías de MO para las muestras de ECAP recocidas a 340 °C durante 200 s. Donde: a) 3 y b) 5 pasos, ambas en dirección longitudinal.
- Figura 3.24** Micrografías de MO para las muestras de ECAP recocidas a 340 °C durante 1800 s. Donde: a) 3 y b) 5 pasos, ambas en dirección longitudinal.
- Figura 3.25** Micrografías de MO para las muestras de ECAP recocidas a 400 °C durante 25 s. Donde: a) 3 y b) 5 pasos, ambas en dirección longitudinal.
- Figura 3.26** Micrografías de MO para las muestras de ECAP recocidas a 400 °C durante 200 s. Donde: a) 3 y b) 5 pasos, ambas en dirección longitudinal.
- Figura 3.27** Micrografías de MO para las muestras de ECAP recocidas a 400 °C durante 1800 s. Donde: a) 3 y b) 5 pasos, ambas en dirección longitudinal.

- Figura 3.28** Micrografías de MEB y análisis químico vía *EDS* realizado en las muestras deformadas por *ECAP* con (a) 3 y (b) 5 pasos, y recocidas a  $T=340^{\circ}\text{C}$  durante 25 s.
- Figura 3.29** Micrografías de MEB y análisis químico vía *EDS* realizado en las muestras deformadas por *ECAP* con (a) 3 y (b) 5 pasos, y recocidas a  $T=340^{\circ}\text{C}$  durante 1800 s.
- Figura 3.30** Micrografías de MEB y análisis químico vía *EDS* realizado en las muestras deformadas por *ECAP* con (a) 3 y (b) 5 pasos, y recocidas a  $T=400^{\circ}\text{C}$  durante 25 s.
- Figura 3.31** Micrografías de MEB y análisis químico vía *EDS* realizado en las muestras deformadas por *ECAP* con (a) 3 y (b) 5 pasos, y recocidas a  $T=400^{\circ}\text{C}$  durante 1800 s.
- Figura 3.32** Representación gráfica entre la interacción de un límite de grano y una partícula de segunda fase. a) Antes de la interacción y b) durante la interacción [89].

## Justificación

La recristalización estática (*SRX* por sus siglas en idioma inglés), es un proceso térmico que ocurre durante el recocido de materiales metálicos que han sido previamente deformados en frío o caliente [1]. Tal proceso puede llegar a modificar la microestructura en dichos materiales, alterando con ello sus propiedades mecánicas, tal como la resistencia a la tensión y la dureza, lo que llega a ser crítico para el desempeño de componentes que requieren una elevada resistencia mecánica [2].

El proceso de recristalización estática es de gran interés científico/tecnológico en materiales de Ingeniería, tal como lo son las aleaciones de aluminio de la serie 7XXX (Al-Zn-Mg-Cu) y, en particular, la aleación de AA7075, pues son utilizadas en la industria aeronáutica y automotriz, entre otras [3-4]. Sin embargo, los componentes metálicos como los revestimientos de las alas y el fuselaje en aviones o las partes fijas en el chasis de los carros [5-6], se caracterizan por requerir una alta resistencia mecánica ( $\sim 500 \text{ MPa}$ ), así como una densidad relativamente baja del material ( $\sim 2.7 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ ). Por tal motivo, diversas técnicas de deformación plástica severa (*SPD* por sus siglas en idioma inglés) han sido estudiadas y empleadas en los últimos años con la finalidad de mejorar las propiedades mecánicas en dichas aleaciones, mediante el mecanismo de endurecimiento por refinamiento de tamaño de grano, principalmente.

La extrusión en canal angular de sección constante (*ECAP*), es una técnica de deformación plástica severa (*SPD*) [7], que ha mostrado excelentes resultados en cuanto al refinamiento de grano en materiales metálicos, a partir de lo cual es posible mejorar diferentes propiedades mecánicas con base en el modelo de Hall-Petch [8]. No obstante, el proceso de recristalización estática en aleaciones que han sido severamente deformadas, llega a ser complejo debido a la presencia de partículas de segunda fase, las cuales pueden modificar la cinética de recristalización en dichas aleaciones, acelerándola o retrasándola [5].

Con base en lo anterior, en el presente trabajo se estudia el efecto que tiene la deformación severa sobre la cinética de recristalización estática en una aleación AA7075, empleando el modelo clásico de recristalización de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) [9-10] y el de Kuhlmann [11-12].

## **Planteamiento del problema**

Aun cuando es posible mejorar la resistencia mecánica de una aleación AA7075 (resistencia a la tensión y dureza) con el uso de técnicas de deformación plástica severa, la presencia de partículas de segunda fase llega a modificar la cinética de la recristalización estática, acelerándola o retrasándola, esto debido a que los precipitados limitan la movilidad de límites de grano [13], lo que puede afectar en gran medida el funcionamiento de componentes aeronáuticos y automotrices durante su desempeño.

Con base en lo anterior, en el presente trabajo se desea estudiar el efecto que tiene la deformación severa sobre la cinética de recristalización estática en una aleación AA7075, empleando los modelos de Kuhlmann y de JMAK.

## **Hipótesis**

A partir del diseño e implementación de diversos tratamientos térmicos de recocido en muestras de la aleación AA7075 severamente deformadas, será posible determinar la cinética de recristalización estática con base en los modelos de Kuhlmann y de JMAK.

## **Objetivo General**

Estudiar el efecto que tiene la deformación severa sobre la cinética de recristalización estática en una aleación AA7075.

## **Objetivos Específicos**

- 1.- Implementar el proceso de *ECAP* en el software *DEFORM 3D* con el objetivo de correlacionar las deformaciones alcanzadas en cada paso de deformación por *ECAP*.
- 2.- Calcular el diagrama de fases mediante simulación termodinámica vía *THERMO-CALC*, para determinar la línea solvus de la aleación AA7075, que permita el establecimiento de las temperaturas de recocido para el estudio de la recristalización estática.

- 3.- Caracterizar los cambios microestructurales de la aleación AA7075 con 3 y 5 pasos de *ECAP*, posterior a los tratamientos térmicos de recocido realizados a 340 y 400 °C.
- 4.- Determinar las curvas de recristalización estática de la aleación AA7075 con 3 y 5 pasos de *ECAP*, empleando los modelos de Kuhlmann y de JMAK.

# CAPÍTULO 1

## ESTADO DEL ARTE DE LA EXTRUSIÓN EN CANAL ANGULAR, MECANISMOS DE ENDURECIMIENTO Y RECRISTALIZACIÓN ESTÁTICA.

### Resumen

En el presente capítulo, se abordan diversos aspectos microestructurales que hacen de gran interés a las aleaciones de la serie 7XXX y, específicamente, a la aleación AA7075. Asimismo, se presentan los antecedentes del proceso de deformación plástica severa (*SPD*), de la técnica de extrusión en canal angular de sección constante (*ECAP*), así como la descripción de ésta técnica y las variables que involucra. Finalmente, se describen los mecanismos de endurecimiento en aleaciones metálicas, su relación con la técnica de *ECAP*, y el efecto de estos mecanismos sobre la cinética de recristalización estática en la aleación AA7075.

#### 1.1. Aspectos generales y aplicaciones de la serie 7XXX

En los últimos años, la búsqueda por mejorar las propiedades mecánicas de diversos metales y aleaciones, ha despertado el interés por parte de diversas industrias y, en particular, por la industria aeronáutica y automotriz [3,14], a fin de garantizar el correcto desempeño de las partes o componentes presentes en aviones o vehículos. Adicionalmente, la reducción del impacto ambiental, mediante la fabricación de estructuras ligeras que involucren una disminución en el consumo de combustible, constituye otra valiosa razón para el estudio de aleaciones ligeras.

Entre los diversos materiales ingenieriles empleados por las industrias antes mencionadas, las aleaciones de aluminio de la serie 7XXX, han destacado debido a las excelentes propiedades mecánicas que presentan, tal como lo son: la resistencia a la tensión ( $\sim 503 \text{ MPa}$ ) y dureza (175 HV), entre otras. Entre las aleaciones de aluminio que más han sido estudiadas en los últimos años por parte de las industrias aeronáutica y automotriz, se encuentran las siguientes: 7010, 7050, 7055, 7075 y 7079 [14-15]. [Véase Anexo 1: Aleaciones de aluminio comerciales de la serie 7XXX].

Sin embargo, la aleación AA7075 es la que ha mostrado una de las mejores relaciones de densidad-resistencia mecánica [14], siendo susceptible de alcanzar hasta  $\sim 1 \text{ GPa}$  en el esfuerzo de cedencia con el uso de técnicas de *SPD* [15]. Por tal razón, la aleación AA7075 será empleada en el presente trabajo para estudiar su cinética de recristalización, cuando está severamente deformada. La Tabla 1.1 muestra los principales elementos aleantes en cada una de las series de las aleaciones de aluminio, con las nomenclaturas respectivas para forja y colada [16-17]. Adicionalmente, muestra las aleaciones que son endurecibles y las que no lo son.

Tabla 1.1 Clasificación de las aleaciones de aluminio [17].

<b>Aleaciones Base Aluminio</b>				
Aleaciones de Forja		Aleaciones de Colada		Endurecimiento
Serie	Elementos de Aleación	Serie	Elementos de Aleación	
1XXX	Al > 99%	1XX.X.	Al > 99%	NPE
2XXX	Al-Cu	2XX.X.	Al-Cu	EP
3XXX	Al-Mn	3XX.X.	Al-Si-Cu o Al-Mg-Si	NPE
4XXX	Al-Si	4XX.X.	Al-Si	EP
5XXX	Al-Mg	5XX.X.	Al-Mg	NPE
6XXX	Al-Mg-Si	6XX.X.	Sin Especificación	EP
7XXX	Al-Zn-Mg-Cu	7XX.X.	Al-Mg-Zn	EP
8XXX	Al-Li, Sn, Zr o B	8XX.X.	Al-Sn	Mayormente EP

Nota: Las siglas EP y NPE, se refieren a las aleaciones que son endurecibles por precipitación, y las que no son endurecibles por precipitación, respectivamente.

Tal como se observa en la Tabla 1.1, las aleaciones de la serie 7XXX son endurecibles por precipitación, lo cual se atribuye a la formación de precipitados o partículas de segundas fases [18]. Estos precipitados pueden ser modificados mediante el uso de tratamientos térmicos, mecánicos o el uso de ambos. En tales procesos, el efecto de la temperatura y deformación tienden a modificar la morfología, orientación y el tamaño de dichos precipitados, lo que repercute en las propiedades mecánicas finales del material [19].

### 1.1.1. La aleación AA7075 como material ligero.

La Tabla 1.2 muestra la composición química nominal de la aleación AA7075, de acuerdo con la norma de la *Aluminum Association* [17].

Tabla 1.2 Composición química nominal de la aleación AA7075 [17,20].

Elemento	Composición (% peso)
Zn	5.1-6.1
Mg	2.1-2.9
Cu	1.2-2.0
Si	0.40
Fe	0.50
Cr	0.18-0.28
Mn	0.30
Ti	0.20
Al	Balance

La aleación AA7075 es la que ha mostrado los mejores valores en cuanto a resistencia mecánica (resistencia a la tensión, principalmente) al ser tratada térmicamente y por procesos de termoconformado [21-22]. No obstante, para la fabricación de componentes de uso aeronáutico o automotriz, es necesario también tomar en consideración otros parámetros, tales como: resistencia a la fatiga, resistencia a la corrosión, soldabilidad, entre otras [23-24].

Generalmente, el aluminio y sus aleaciones poseen diferentes designaciones, las cuales indican el tratamiento térmico, enfriamiento, etc., al que fue sometido el material y, en general, involucran: números, detalles de designación del proceso, así como subcategorías [17, 25]. Por ejemplo, la aleación AA7075 puede encontrarse bajo las siguientes designaciones [25]:

- 7075-O: Esta designación indica que el material fue sometido a un tratamiento térmico de recocido y, por tanto, se encuentra en un estado de mínima dureza.

- 7075- T6: La designación T aplica para aleaciones cuya resistencia es estable a las pocas semanas del tratamiento térmico de solubilizado. Esta designación siempre viene seguida por uno o más dígitos. Por otro lado, la designación T6 engloba productos que son tratados térmicamente por solubilizado y envejecido artificial. Dichos productos no han sido trabajados en frío posterior al tratamiento térmico de solubilizado, pero las propiedades mecánicas de estos productos han sido mejoradas por un tratamiento térmico de precipitación.
- 7075- T651: Dicha designación se aplica específicamente a productos de placa, barra y barras laminadas o con acabado en frío, a troqueles o anillos forjados, y a anillos enrollados. Esta designación indica que los productos han sido liberados de esfuerzos residuales.

A pesar de que la aleación AA7075 posee una resistencia a la tensión comparable con la de un acero de mediano carbono, en los últimos años, diversos procesos han sido desarrollados con la finalidad de mejorar aún más su comportamiento mecánico (resistencia a la tensión y dureza, principalmente) de dicha aleación, sin modificar otros tipos de comportamiento, tal como el: térmico, eléctrico, magnético, etc. Un proceso de conformado mecánico, llamado Deformación Plástica Severa (*SPD*), ha mostrado excelentes resultados al respecto [26].

## **1.2 La deformación plástica severa como modificador de la microestructura**

La deformación plástica severa (*SPD*), puede definirse como *“cualquier proceso de conformado de metales, en el cual una alta deformación es impuesta sobre el volumen total de un sólido, sin introducir un cambio significativo en las dimensiones generales del sólido y que, además, promueve un excepcional refinamiento de grano”*. Tal proceso pertenece al llamado enfoque de *“De arriba hacia Abajo” (Top Down)* por sus siglas en idioma inglés) [26].

Los enfoques *“De arriba hacia Abajo” (Top Down)* y *“De abajo hacia Arriba” (Bottom Up)*, se emplean en la fabricación de materiales de tamaño de grano ultrafino (*UFG* por sus siglas en idioma inglés) ( $1\mu\text{m} > UFG > 100\text{ nm}$ ) o nanométrico ( $< 100\text{ nm}$ ) [26-28].

A diferencia de los procesos *Bottom Up*, dónde la síntesis de materiales nanoestructurados es lograda mediante reacción química, los procesos *Top Down* consisten en lograr la fabricación de nanoestructuras a partir de la reducción del volumen (*bulk*) de materiales con tamaño de grano micrométrico. La Figura 1.1 muestra la representación de ambos enfoques para la fabricación o síntesis de materiales nanoestructurados.

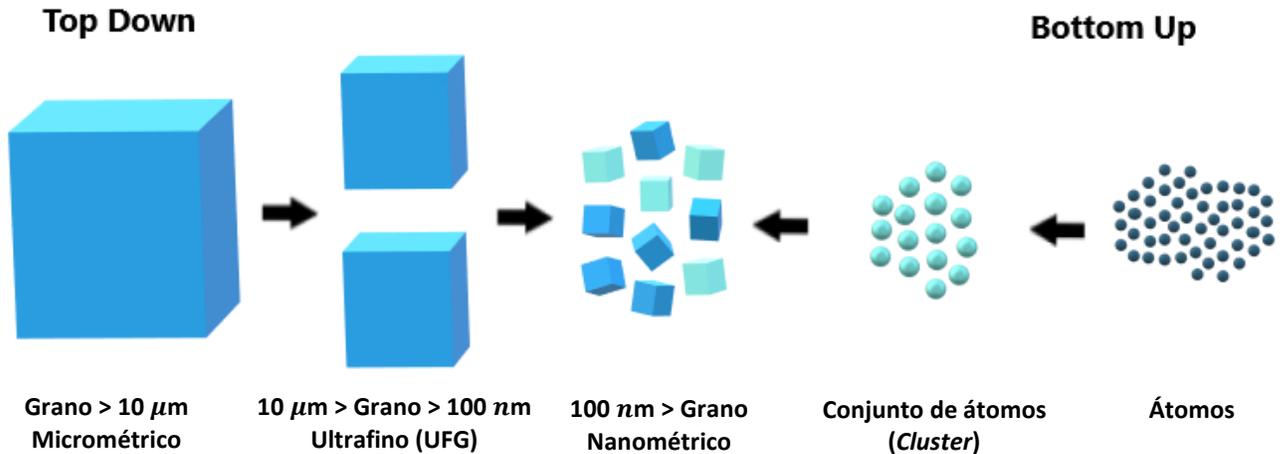


Figura 1.1 Enfoques *Top Down* y *Bottom Up* para la fabricación de materiales nanoestructurados [27].

A pesar de que es posible lograr la fabricación de nanoestructuras a partir de ambos enfoques, el enfoque *Top Down* (al que pertenece el proceso de *SPD*), muestra algunas ventajas respecto al *Bottom Up*, tales como [28]:

- Materiales libres de porosidad.
- Materiales lo suficientemente grandes para mediciones físicas o mecánicas.
- Y en general, mejores relaciones de resistencia mecánica/ductilidad. Asimismo, diversos estudios han reportado el fenómeno de superplasticidad en materiales procesados por Deformación Plástica Severa [29-30].

En general, la fabricación de materiales metálicos nanoestructurados, es difícil de ser lograda o llevada a cabo mediante el uso de procesos de conformado mecánico convencionales, tales como: laminación, embutido o extrusión [31]. Como parte de los procesos *Top Down*, la deformación plástica severa ha mostrado excelentes resultados en cuanto al refinamiento de grano en materiales metálicos [32-33]. Este proceso consiste, esencialmente, en generar cantidades de deformación plástica relativamente grandes al material de interés ( $3 < \epsilon < 10$ ), sin modificar de manera significativa las dimensiones iniciales de éste. [34-35].

El primer estudio científico relacionado a la deformación plástica severa, fue reportado por Bridgman en 1943 [36]. En dicho estudio, se describe el efecto de una deformación extrema aplicada en sólidos, bajo condiciones de torsión y de compresión. Tal estudio constituye las bases de la técnica de Torsión a Alta Presión (*HPT* por sus siglas en idioma inglés).

Por lo anterior, en 1946 Bridgman fue galardonado con el premio Nobel de Física por “*La invención de un aparato para producir presiones extremadamente altas, y por los descubrimientos que hizo en el campo de la física de alta presión.* [33,36-37]

Aun cuando la técnica de *HPT* es empleada en la fabricación de materiales metálicos nanoestructurados, tiene la tendencia a promover una deformación heterogénea en el material de interés, lo cual llega a ser una limitante importante en la fabricación de componentes metálicos. Sin embargo, bajo ciertas condiciones de carga, es posible mitigar dicho efecto [38].

Actualmente, diversas técnicas de deformación plástica severa han sido reportadas con la finalidad de obtener materiales nanoestructurados en diferentes geometrías, algunas de éstas son: Corrugado y Planchado Repetitivo (*RCS*)[39], Prensado con Corrugado Restringido (*CGP*)[40], Laminado Acumulativo (*ARB*)[41], Soldadura por fricción (*FSW*)[42] y la Extrusión en Canal Angular de Sección Constante (*ECAP*)[43], entre otras.

Ésta última técnica, junto con la de *HPT*, son las que han mostrado los mejores resultados en cuanto al refinamiento de grano ( $\sim 280\text{ nm}$ ), a partir de lo cual, es posible llegar a mejorar la resistencia mecánica en materiales metálicos, con base en el modelo de Hall-Petch [12,44-45].

A diferencia de la técnica de *HPT*, dónde la deformación varía radialmente, la técnica de *ECAP* (ruta B<sub>c</sub>) ha mostrado la deformación más homogénea en el material [46]. En consecuencia, en los últimos años dicha característica ha llamado la atención por parte de diversos científicos.

Un segundo aspecto por considerar en las técnicas de *SPD*, es la facilidad para ser escaladas a nivel industrial. Aún cuando la técnica de *ECAP* ha mostrado dificultades para ser empleada a nivel industrial [47], en los últimos años, ha sido posible la fabricación de componentes procesados por *ECAP*. La Figura 1.2 muestra algunas aplicaciones obtenidas mediante dicha técnica.



Figura 1.2 Tornillos de titanio puro comercial nanoestructurado, obtenidos vía *ECAP* y tratamientos termomecánicos (*TMT*), empleados como implantes en cirugías biomédicas [47-48].

A pesar de que las aplicaciones son limitadas debido a las consideraciones geométricas, sigue siendo de interés científico/tecnológico el estudio de la técnica de *ECAP* para aplicaciones industriales. Principalmente en la industria aeronáutica y automotriz. Por lo cual, en el presente trabajo se empleará la técnica de *ECAP* para el estudio de la recristalización estática en la aleación AA7075 y así dilucidar los efectos que tiene en la evolución microestructural.

### ***1.2.1. Antecedentes de la técnica de Extrusión en Canal Angular de Sección Constante (ECAP): antecedentes y descripción del proceso***

La técnica de Extrusión en Canal Angular de Sección Constante (*ECAP*), fue introducida por V. Segal en 1972 y reportada por primera vez en 1974 [49-51]. Posteriormente, diversos autores como R.Z. Valiev, Y. Estrin, Y. Zhu, Z. Horita, A. Zhilyaev y T. Langdon, han estudiado de manera más detallada el efecto de la deformación plástica severa sobre las características en la evolución microestructural de metales y aleaciones [7-8, 31, 33, 47].

La técnica de *ECAP*, consiste en hacer pasar una muestra del material, a través de una matriz metálica, la cual posee un canal que forma un ángulo interno comúnmente de 90°; dicho proceso constituye un sólo paso de *ECAP*. En general, el dado empleado para este proceso es fabricado de un acero grado herramienta. En cuanto a la geometría de las muestras empleadas, generalmente poseen una geometría del tipo cilíndrica, sin embargo, algunos investigadores han reportado también el uso de geometrías planas [26]. La Figura 1.3 muestra un esquema representativo de la matriz de *ECAP* empleada en este estudio.

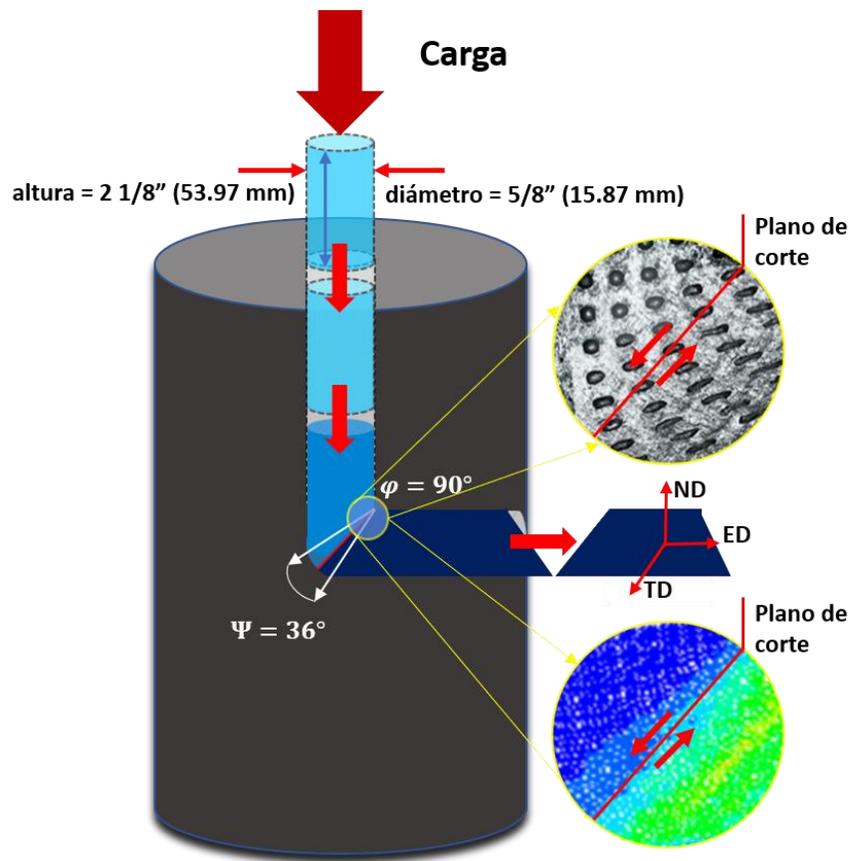


Figura 1.3 Matriz de *ECAP* empleada en el presente estudio [52-53].

Aún cuando han sido propuestas diversas matrices para la técnica de *ECAP*, la que posee el ángulo interno de  $90^\circ$  es la que ha sido reportada para mostrar los mejores valores en cuanto a refinamiento del tamaño de grano. Iwahashi [54], quién ha sido uno de los precursores en el estudio de la técnica de *ECAP*, dedujo geoméricamente la siguiente expresión para determinar la deformación promedio total causada en el material por la matriz de *ECAP*, en función del número de pasos:

$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[ 2 \cot \left( \frac{\phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \csc \left( \frac{\phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right] \quad (1)$$

Donde:

$\varepsilon_N$  = Deformación promedio total acumulada  
 $N$  = Número de pasos de deformación de *ECAP*  
 $\phi$  = Ángulo interior del dado *ECAP* ( $90^\circ$ )  
 $\Psi$  = Ángulo exterior del dado *ECAP* ( $36^\circ$ )

Sustituyendo los valores en la expresión  $\gamma$ , suponiendo un sólo paso, se obtiene que la deformación total aportada por la matriz es aproximadamente  $\varepsilon = \sim 1$ .

Un segundo elemento por considerar, además de los ángulos de la matriz, es la ruta de deformación a seguir en la técnica de *ECAP*. La mayor parte de las técnicas de *SPD* emplean diferentes rutas de deformación, las cuales tiene un efecto fundamental sobre las propiedades del material que está siendo procesado [55], por ejemplo:

- Propiedades mecánicas
- Propiedades eléctricas
- Propiedades magnéticas
- Textura cristalográfica

En el caso específico de la técnica de *ECAP*, existen 4 rutas de deformación que hasta el momento han sido estudiadas: la ruta A, B<sub>A</sub>, B<sub>C</sub> y C. Dichas rutas se describen a continuación.

Una vez extruida la muestra a través del dado, es decir, obtenida la probeta deformada, se debe de seguir la ruta de interés para los pasos sucesivos de deformación, tal como se describe a continuación:

**1.- Ruta A:** La muestra es introducida exactamente como fue obtenida a la salida del canal, es decir, sin alterar la dirección o rotación de la muestra al paso previo.

**2.- Ruta B<sub>A</sub>:** La muestra es rotada  $\pm 90^\circ$  de manera alternada en cada paso de deformación.

**3.- Ruta B<sub>C</sub>:** La muestra es rotada  $90^\circ$  en el mismo sentido, tras cada paso de deformación.

**4.- Ruta C:** La muestra es rotada  $180^\circ$  tras cada paso de deformación

La Figura 1.4 muestra de manera esquemática las diferentes rutas de deformación para la técnica de *ECAP*.

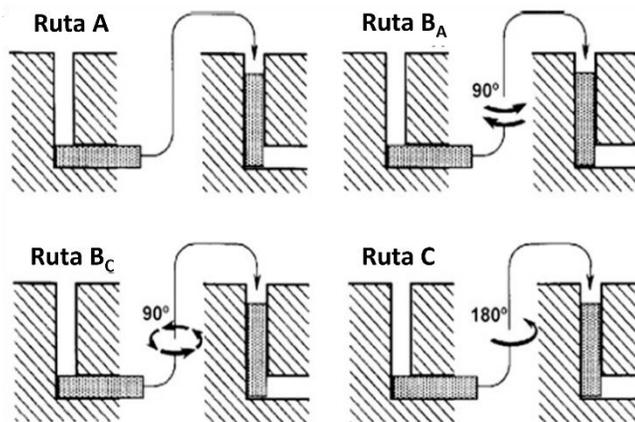


Figura 1.4 Rutas de deformación en la técnica de *ECAP* [56].

Aunque las rutas de deformación antes mencionadas han reportado excelentes resultados en cuanto al refinamiento de grano en materiales metálicos, la ruta  $B_C$  es la que ha mostrado la mayor uniformidad en cuanto a la deformación proporcionada en las muestras procesadas por *ECAP* [46, 56]. Por esta razón, en el presente estudio la ruta  $B_C$  será empleada para procesar las muestras de la aleación AA7075-T651.

Pese a que ha sido reportada una intensa labor de investigación en el estudio de la aleación AA7075 mediante la técnica de *ECAP*, aún permanecen diversos fenómenos poco conocidos que ocurren en dicha aleación, tal como lo es el fenómeno de la recristalización estática y que, además, tienen un efecto primordial sobre las propiedades mecánicas. No obstante, para comprender dicho fenómeno, es necesario conocer los mecanismos de endurecimiento que ocurren en esta aleación, los cuales tienen una gran influencia sobre la recristalización estática.

### **1.3 Mecanismos de endurecimiento en la aleación AA7075**

En general, todos los materiales metálicos tienden a presentar diversos mecanismos de endurecimiento, ya sea por: el proceso que involucra la fabricación de estos materiales, por procesos de ciclado térmico, por procesos mecánicos, o bien, por la combinación de éstos últimos dos. Entre los mecanismos de endurecimiento ampliamente estudiados, se encuentran los siguientes:

- a) Endurecimiento por deformación plástica en frío
- b) Endurecimiento por refinamiento de tamaño de grano
- c) Endurecimiento por solución sólida
- d) Endurecimiento por segundas fases, dispersión o precipitación

A pesar de los diversos defectos cristalinos presentes en los materiales metálicos, las dislocaciones son las que proporcionan principalmente la resistencia mecánica a los materiales metálicos. De tal forma que, la resistencia final del material, estará dada por la contribución de cada mecanismo, así como de las propiedades físicas inherentes del material de estudio.

### 1.3.1. Endurecimiento por deformación

Generalmente, la fabricación de productos metálicos involucra la deformación elástico-plástica en dichos materiales. Esta deformación se caracteriza por la generación de defectos cristalinos, especialmente de dislocaciones.

Tal generación de dislocaciones puede ser explicada mediante el mecanismo de Frank-Read [57], por lo cual este mecanismo también recibe el nombre de *endurecimiento por dislocaciones* [Véase Anexo 2: Fuente de Frank-Read]. De tal forma que, al aumentar el número de dislocaciones en la estructura cristalina, cada vez es más complicado el deslizamiento de planos cristalográficos, lo que se traduce en un aumento en la resistencia mecánica y consecuentemente, en el endurecimiento del material. No obstante, la disminución en la movilidad de los planos cristalográficos, también puede entenderse como una disminución de la ductilidad del material, lo que llega a repercutir de forma negativa en la conformabilidad de productos metálicos.

Aun cuando el aluminio y la aleación AA7075 poseen una Energía de Falla de Apilamiento (*SFE* por sus siglas en idioma inglés) relativamente alta ( $\gamma = 200 \frac{mJ}{m^2}$  y  $\gamma = \sim 125 \frac{mJ}{m^2}$ , respectivamente) [58], el endurecimiento por deformación resulta de gran interés con el uso de técnicas de *SPD*, pues como se ha observado en ciertos reportes [17], las aleaciones procesadas por las técnicas de *SPD* antes mencionadas, tienden a incrementar de manera significativa la densidad de dislocaciones ( $\rho = 10^{14} - 10^{16} m^{-2}$ ), modificando sustancialmente la evolución microestructural y el refinamiento de grano. Por ejemplo, la expresión de Bailey-Hirsch (2)[19], ha sido propuesta para estimar el incremento en la resistencia, atribuido a las dislocaciones en la aleación Al-Zn-Cu-Mg, después de ser severamente deformada.

$$\Delta\sigma_d = MGb\alpha\sqrt{\rho} \quad (2)$$

Donde:

$\Delta\sigma_d$  = Incremento en la resistencia atribuido al mecanismo de endurecimiento por deformación

$M$  = Factor de Taylor o de orientación promedio ( $M = 3.06$ , para FCC)

$G$  = Módulo de corte (Para Al 7075,  $G = 26.9 GPa$ )

$b$  = Vector de Burgers (Para FCC,  $b = 0.286 nm$ )

$\alpha$  = Constante del material ( $\alpha = 0.33$ )

$\rho$  = Densidad de dislocaciones obtenida comúnmente por SPD ( $\rho = 10^{14} - 10^{16} m^{-2}$ )

### 1.3.2. Endurecimiento por refinamiento de tamaño de grano (Modelo de Hall-Petch)

Este mecanismo de endurecimiento (también conocido como *endurecimiento por reducción de tamaño de grano*), se basa en que al disminuir el tamaño de grano en materiales policristalinos, tienden a incrementarse diversos defectos cristalinos y, en especial, los límites de grano y dislocaciones. Es aceptado que los límites de granos actúan como barrera para las dislocaciones por dos razones: la primera está asociada a la desorientación relativa de los granos (diferencia en la orientación cristalográfica de cada grano), mientras que la segunda está relacionada a la alta entropía de los propios límites de grano, que actúan como barreras para el deslizamiento de planos cristalográficos.

El modelo que describe mejor este mecanismo corresponde al propuesto por Hall-Petch [19]. Éste indica como se relaciona el tamaño de grano promedio de un material policristalino, con la contribución a la resistencia a la cedencia [59]:

$$\sigma_{gb} = \sigma_0 + \frac{K_y}{\sqrt{d}} \quad (3)$$

Donde:

$\sigma_{gb}$  = Contribución al esfuerzo de cedencia debido al endurecimiento por límites de grano (MPa)

$\sigma_0$  = Esfuerzo de Peierls o esfuerzo de fricción (MPa)

$K_y$  = Parámetro de locking (MPa  $\sqrt{m}$ ) (Para Al 7075 = ~0.12)

$d$  = Diámetro promedio del grano ( $\mu m$ )

Empleando la expresión (3) es posible obtener la contribución a la resistencia a la cedencia de un material, empleando los valores correctos de  $\sigma_0$  y  $K_y$ . El primero relacionado al esfuerzo de fricción, por abajo del cual, las dislocaciones no pueden moverse en un cristal y, el segundo, relacionado al movimiento relativo de los límites de grano.

Actualmente, existe una controversia importante en la aplicación del modelo de Hall-Petch, cuando el tamaño de grano promedio disminuye por debajo de 100 nm. Esto ha sido asociado a diversas características microestructurales que modifican la contribución de los mecanismos de endurecimiento actuantes [15]. Adicionalmente, el uso de las técnicas de SPD llega a cobrar aún más relevancia, pues diversos autores han reportado nanoestructuras de granos/subgranos menores a 100 nm [60], debido a lo cual, nuevamente vuelve a ser factible el uso de software de simulación para el estudio de estos materiales.

### 1.3.3. Endurecimiento por solución sólida

El endurecimiento por solución sólida, ocurre cuando diversos elementos son aleados a una matriz metálica, actuando estos elementos como solutos.

Dichos átomos difieren en tamaño con los átomos de la matriz, así como en el módulo de corte, lo que provoca una variación en el campo de deformación en la vecindad de éstos. Ésta variación en el campo de deformación impide el movimiento de dislocaciones, promoviendo un incremento en la resistencia del material.

En el caso de las aleaciones que presentan más de dos elementos aleantes, como es el caso de la aleación AA7075, llega a ser de utilidad el uso de diagramas de fase que involucren los principales elementos en la aleación, esto con la finalidad de conocer las zonas de predominancia en las cuales, es posible estudiar las fases de interés [61-62].

El Mg es el que contribuye de manera significativa al endurecimiento por solución sólida en la aleación Al-Zn-Mg-Cu [17]. Dicha contribución puede ser estimada mediante las relaciones de Fleischer (4)[63] o (5)[17, 64]:

$$\Delta\sigma_{SS} = M G b \varepsilon_{SS}^{\frac{3}{2}} \sqrt{c} \quad (4)$$

$$\Delta\sigma_{SS} = \frac{M G \varepsilon \sqrt{c}}{700} \quad (5)$$

Donde:

$\Delta\sigma_{SS}$  = Variación del endurecimiento por solución sólida

$M$  = Factor de Taylor o de orientación promedio ( $M = 3.06$ , para FCC)

$G$  = Módulo de corte (Para Al 7075,  $G = 26.9 \text{ GPa}$ )

$b$  = Vector de Burgers (Para FCC,  $b = 0.286 \text{ nm}$ )

$c$  = Concentración en % at de Mg

$\varepsilon_{SS}$  = Constante para el Mg (0.38) [17]

Cabe mencionar que la máxima solubilidad a temperatura ambiente para el Mg es de 2 % wt

Las relaciones (4) y (5) dependen de los elementos principales de aleación [17, 63]. Para materiales nanoestructurados, se ha sugerido emplear el valor de  $c$  en el intervalo de 0.5-1 cuando el diámetro de grano promedio es menor a 30 nm. Para diámetros de grano  $\sim 100 \text{ nm}$ , por lo regular se emplea la relación (4).

Adicionalmente, la relación (5) como aproximación, sólo toma en cuenta la contribución del soluto de Mg, teniendo que ser determinada de manera experimental  $c$  y  $\varepsilon$  para el resto de los principales aleantes. De manera general, el valor de  $\Delta\sigma_{SS}$  depende de la diferencia entre los valores del módulo de corte del soluto y de la matriz, los cuales causan la deformación de red  $\varepsilon$  [63].

#### **1.3.4. Endurecimiento por segundas fases, dispersión o precipitación**

El endurecimiento por segundas fases, también conocido como *endurecimiento por precipitación* [19], ocurre durante el enfriamiento de una aleación, desde una región en la que existe una solución sólida sobresaturada (SSSS, por siglas en inglés). Durante ese periodo, la composición química de la fase existente tiende a modificarse, a medida que se desciende la temperatura, dando lugar a la formación de distintas especies químicas. Los precipitados corresponden a aquellas fases que han superado el límite de solubilidad de una especie en otra y que, energéticamente, son poco estables para seguir en solución sólida, siendo expulsados de tal solución para formar una nueva fase. En la aleación AA7075, así como en la serie del Al-Zn-Mg-Cu en general, el principal precipitado corresponde al  $MgZn_2$  ( $\eta$ ) [14, 17], siendo formado mediante la siguiente secuencia de precipitación:



La secuencia de precipitación representa la descomposición de la solución sobresaturada, comenzando con la formación de las zonas GP (ZGP) (que en la aleación de aluminio AA7075 dependen de la concentración de vacancias), las cuales eventualmente transforman a la fase metaestable  $\eta'$  que finalmente, transformará a la fase de equilibrio  $\eta$  ( $MgZn_2$ ) [65-67].

Para aleaciones que presentan endurecimiento por precipitación, es necesario considerar la interacción entre las dislocaciones y los precipitados presentes en la matriz, debido a que dichos precipitados llegan a actuar como obstáculos para el movimiento de dislocaciones. El mecanismo propuesto por Orowan [64], permite estimar la contribución de estos precipitados al endurecimiento del material.

$$\Delta\sigma_{orowan} = M \frac{0.4Gb}{\pi\sqrt{1-\nu}} \frac{\ln\left(\frac{2\bar{r}}{b}\right)}{\lambda_p} \quad (6)$$

Siendo:

$$\bar{r} = \sqrt{\frac{2}{3r}} \quad (7)$$

$$\lambda_p = 2\bar{r} \sqrt{\frac{\pi}{4f}} - 1 \quad (8)$$

Donde:

$\Delta\sigma_{Orowan}$  = Incremento en la resistencia debido al endurecimiento de Orowan

$M$  = Factor de Taylor o de orientación promedio ( $M = 3.06$ , para FCC)

$G$  = Módulo de corte (Para Al 7075,  $G = 26.9 \text{ GPa}$ )

$b$  = Vector de Burgers (Para FCC,  $b = 0.286 \text{ nm}$ )

$\nu$  = Relación de Poisson (Para Al 7075,  $\nu = 0.33$ )

$\lambda_p$  = Espaciamiento promedio entre precipitados

$\bar{r}$  = Radio promedio de una sección transversal circular al azar para un precipitado esférico

$r$  = Radio promedio de los precipitados

$f$  = Fracción en volumen de los precipitados

A partir de las ecuaciones 2-8 [63, 68], para cada uno de los mecanismos de endurecimiento, es posible estimar la resistencia total del material, pues de acuerdo con la ecuación (9), la resistencia mecánica total está dada por [19, 69]:

$$\sigma_y = \Delta\sigma_d + \Delta\sigma_{gb} + \Delta\sigma_{ss} + \Delta\sigma_{Orowan} \quad (9)$$

Donde:

$\sigma_y$  = Esfuerzo de cedencia

$\Delta\sigma_d$  = Incremento en el esfuerzo asociado al endurecimiento por deformación

$\Delta\sigma_{gb}$  = Incremento en el esfuerzo asociado al endurecimiento por refinamiento de grano

$\Delta\sigma_{ss}$  = Incremento en el esfuerzo asociado al endurecimiento por solución sólida

$\Delta\sigma_{Orowan}$  = Incremento en el esfuerzo asociado al endurecimiento por precipitación

Siendo  $\Delta\sigma_{Orowan}$  la principal contribución al endurecimiento del material. Además de estas contribuciones, algunos autores han mostrado que para el caso de aleaciones que son endurecibles por precipitación, es también necesario tomar en cuenta algunas otras consideraciones, tales como: coherencia de los granos, falla de apilamiento, ordenamiento y la diferencia entre los módulos elásticos de la matriz y los precipitados [59, 63] (para más información, Véase Anexo 3: Mecanismos de endurecimiento en la aleación AA7075).

Aunque no es un objetivo el “estudio de los mecanismos de endurecimiento en la aleación AA7075 severamente deformada” en este trabajo, es fundamental conocer las bases de estos mecanismos, pues durante los procesos de SPD, el efecto combinado de éstos tiene un papel esencial en la cinética de recristalización.

#### **1.4 La recristalización estática en la aleación AA7075: aspectos fundamentales y modelos teóricos para su estudio.**

La recristalización estática (*SRX*) tiene lugar durante el recocido de materiales metálicos que han sido previamente deformados plásticamente. Durante este proceso, se modifica la microestructura del material, afectando sus propiedades mecánicas, lo que es factor crítico en el diseño y aplicación de materiales metálicos.

La recristalización estática comprende las etapas de: recuperación, recristalización primaria y crecimiento, siendo la etapa de recuperación sobre la cual se hará mayor énfasis a continuación. La recuperación, como primera etapa del fenómeno de recristalización, se refiere a los cambios en la microestructura que no involucran el arrastre de la estructura deformada por la Migración de Límites de Ángulo Alto (*HAGB* por sus siglas en idioma inglés) [70]. La etapa de calentamiento durante la recristalización estática, conlleva a un decremento en la densidad de dislocaciones del material previamente deformado, ésta “recuperación” es necesaria para la formación de nuevos granos, así como el crecimiento de éstos a expensas de otros granos deformados. Las primeras variaciones en la microestructura, así como en las propiedades mecánicas que ocurren cuando el metal deformado es calentado, pueden ser asociadas a dicha etapa de recuperación (*SRV* por sus siglas en idioma inglés) [70]. La recuperación estática tiene lugar mediante el mismo mecanismo de dislocaciones que el de la recuperación dinámica (*DRV*) [70], pero a diferencia de este último, la recuperación estática es controlada por los esfuerzos internos y consiste en un rearrreglo de dislocaciones que evoluciona a configuraciones de energía más ordenadas y, por tanto, de menor valor. De tal forma que la evolución microestructural durante la recuperación dista de dos fenómenos diferentes: la liberación de esfuerzos residuales y el crecimiento de subgranos.

Asimismo, también es posible analizar la recuperación mediante los dos tipos de interacciones entre las dislocaciones: la aniquilación (la cual dirige al ablandamiento) y a la combinación (la cual conlleva al aumento de la estabilidad termodinámica).

Por su parte, la etapa de recristalización primaria se refiere al proceso de formación de nuevos granos (sin deformación) en un material deformado. Los nuevos granos nuclean en regiones locales con alta deformación, tales como: subgranos, límites de grano, bandas de deformación, bandas de corte y partículas de segunda fase. El progreso de la recristalización (en términos de tiempo de recocido y fracción en volumen recristalizado) sigue una evolución sigmoideal [70].

Finalmente, éstos nuevos granos crecen a expensas de otros, lo cual constituye la etapa de crecimiento de grano (Figura 1.5).

Algunas características de la recristalización estática fijadas por Hodgson [70], son:

- Una cantidad mínima de deformación (deformación crítica) es necesaria antes de que la recristalización estática tenga lugar;
- Cuanto menor sea el grado de deformación, mayor será la temperatura requerida para el inicio de la recristalización estática;
- El tamaño de grano final depende del grado de deformación y, en menor medida, de la temperatura de recocido;
- Cuanto mayor sea el tamaño de grano original, más lenta será la velocidad de recristalización.

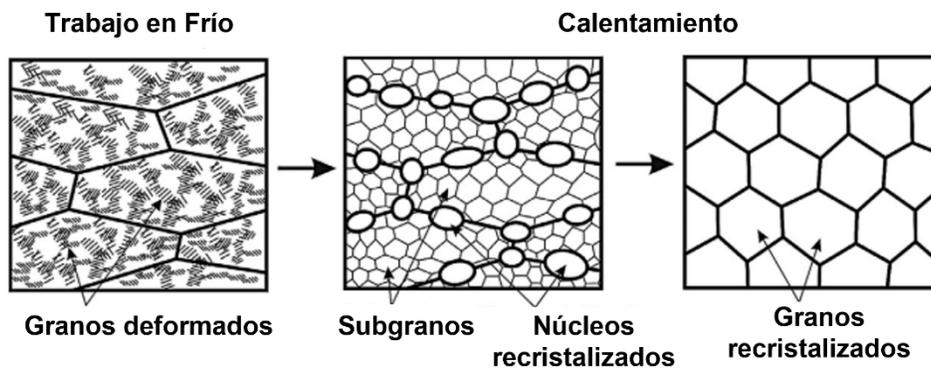


Figura 1.5 Representación esquemática de la recristalización estática [70].

A pesar de que han sido propuestos diversos modelos para el estudio de la recristalización estática en aleaciones metálicas, el modelo de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (*JMAK*) [9-10], es el que ha mostrado los mejores resultados en cuanto al estudio de cinética de recristalización.

El modelo clásico de *JMAK* proporciona los fundamentos no sólo para el estudio de la recristalización (en general) en el área de Ciencia e Ingeniería de Materiales, sino que también ha sido empleado en otras áreas de investigación, tales como: medicina, biología, farmacia, entre otras, debido al comportamiento de la cinética de formación de diversas estructuras, como lo son: células, bacterias, etc.

Dicho modelo es descrito por la siguiente expresión [9-10]:

$$X_v = 1 - e^{-kt^n} \quad (10)$$

Donde:

$X_v$  = Fracción en volumen recristalizada.

$k$  = Constante que depende de la geometría en la nucleación.

$t$  = Tiempo de recristalización.

$n$  = Número que depende de la dimensión de estudio durante la nucleación.

A partir de la expresión de la ecuación 10, es posible determinar los parámetros de recristalización mostrados en la curva de recristalización, la cual corresponde a una función sigmoideal, como se muestra en la Figura 1.6.

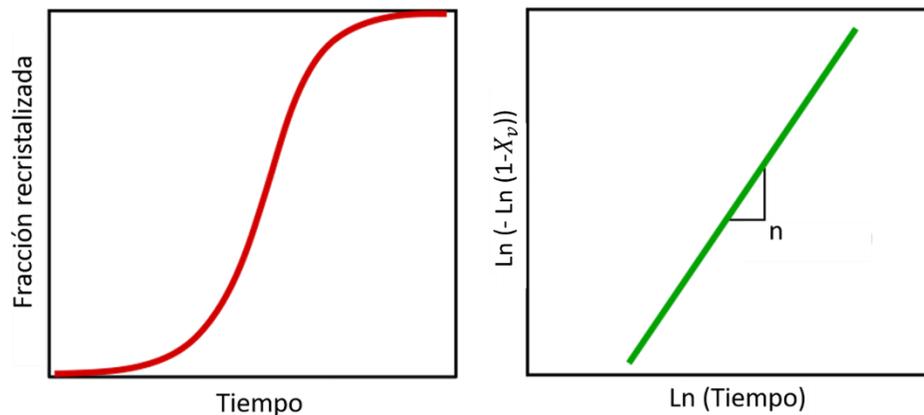


Figura 1.6 Curva sigmoideal de los procesos de recristalización estática y gráfico para determinación de “ $n$ ”.

No obstante, dicho modelo llega a ser complejo para estudiar aleaciones que presentan partículas de segundas fases inestables, tal como la aleación AA7075. Un modelo que ha mostrado excelentes resultados para el estudio de la recristalización estática en materiales metálicos, corresponde al modelo propuesto por Kuhlmann [11-12].

El modelo de Kuhlmann se basa en el movimiento de dislocaciones por activación térmica. Dicho modelo es aplicado para conocer las etapas iniciales y finales de la recristalización estática.

Dado que la recuperación y recristalización estáticas dependen ambas inicialmente del movimiento de dislocaciones, es posible estudiar dichos fenómenos mediante la expresión propuesta por Kuhlmann.

$$X_v = \frac{H_{def} - H_t}{H_{def} - H_{rec}} \quad (11)$$

Donde:

$X_v$  = Fracción en volumen recristalizado

$H_{def}$  = Dureza del material deformado

$H_{rec}$  = Dureza del material completamente recristalizado

$H_t$  = Dureza del material posterior a un tiempo “ $t$ ” de recocido.

La ecuación 11 relaciona las durezas del material a diferentes tiempos de recristalización, a partir de lo cual, es posible calcular la fracción en volumen recristalizada. Un aspecto interesante del modelo propuesto por Kuhlmann, es que puede ser llevado a cabo sin la necesidad de observación y cuantificación microscópica, la cual es compleja de analizar en la presente aleación debido a la dificultad para revelar los límites de grano.

A pesar de que han sido reportados diversos estudios de recristalización estática en la aleación AA7075 (principalmente para procesos convencionales de conformado), no hay estudios que reporten dicha cinética cuando el material ha sido severamente deformado. Por lo tanto, es necesario determinar los parámetros (temperatura y tiempo de recocido del tratamiento, así como la fracción recristalizada) para poder llevar a cabo su estudio. Con lo anterior en mente, a continuación se describe el efecto de la deformación plástica severa sobre la evolución microestructural y su influencia en la cinética de recristalización estática de la aleación AA7075.

### **1.5 Efecto de la deformación plástica severa sobre la cinética de recristalización estática en la aleación AA7075**

Tal como se mencionó en la sección 1.3.1, el aluminio y sus aleaciones poseen una energía de falla de apilamiento relativamente alta ( $\gamma = 125 - 200 \frac{mJ}{m^2}$ ) [17], lo cual está estrechamente relacionado con la configuración de la secuencia de apilamiento de los planos atómicos [17]. De tal forma que, durante los procesos de deformación plástica, las dislocaciones generadas tienden a reorganizarse en configuraciones ordenadas, atribuyéndose la deformación del material al movimiento de éstas. Sin embargo, con el uso de técnicas de *SPD*, la evolución microestructural por la generación de dislocaciones tiende a ser más compleja aún [66-68].

Es ampliamente aceptado que, con el uso de técnicas de *SPD*, la densidad de dislocaciones generadas es del orden de  $\rho = 10^{14} - 10^{16} m^{-2}$  [70], lo que repercute en la formación de nuevas estructuras.

Algunos científicos han dedicado sus investigaciones al estudio de la evolución microestructural en materiales severamente deformados, quedando comúnmente aceptada dicha evolución de la siguiente manera [70]:

*“El refinamiento microestructural en materiales procesados por técnicas de SPD, se caracteriza por una rotación heterogénea de la red dentro de los granos, formación de bandas, microbandas, bandas de corte, bloques de celdas, paredes densas de dislocaciones, límites de grano de ángulo alto (HAGB). El mecanismo de refinamiento de grano durante las técnicas de SPD, es manifestado por la generación de grandes densidades de dislocaciones durante las etapas iniciales de la deformación, seguido por un reordenamiento de dislocaciones para formar paredes densas de dislocaciones o subgranos dentro de cada grano a velocidades moderadas de deformación. Estos subgranos impiden el movimiento de dislocaciones, lo que resulta en un incremento de la desorientación relativa de los subgranos adyacentes, promoviendo la formación de estructuras refinadas y equiaxiales”. Dicha desorientación se caracteriza por la evolución de límites de grano de ángulo bajo (LAGB por sus siglas en idioma inglés) ( $5^\circ < \theta < 15^\circ$ ) a (HAGB) ( $15^\circ < \theta$ ), con elevadas deformaciones [55, 70].*

Por otra parte, es necesario también tomar en cuenta el papel de los precipitados en la aleación de aluminio AA7075, pues éstos pueden inhibir o acelerar la recristalización, dependiendo del tamaño, así como de su distribución espacial.

Dicha interacción llega a ser aún más complicada cuando éstos precipitados son inestables. Además, defectos como dislocaciones o intercaras acumuladas durante la deformación plástica, independientemente de la temperatura de deformación, dirigen a un estado termodinámicamente inestable para el material, así como de sus propiedades [70].

A consecuencia de la alta densidad de dislocaciones generada con el uso de técnicas de SPD [70], la fragmentación de partículas de segundas fases tiende a ser promovida, lo que dirige a un cambio en la distribución espacial de éstas, a un cambio en su coherencia con la matriz, así como a una disminución en su tamaño. Estas partículas, comúnmente clasificadas como “gruesas” y “finas” (éstas últimas también llamadas dispersoides), tienen asociado un tamaño  $t > 1 \mu m$  y  $\sim 10 nm < t < 300 nm$ , respectivamente; dichas partículas tienen efectos significativos sobre el fenómeno de recristalización, lo cual ha sido constatado en el caso de la aleación AA7075 [19].

Las partículas de segunda fase modifican la recristalización debido a 2 razones: la primera relacionada al anclaje y arreglo de dislocaciones y la segunda, relacionada a la migración de límites de grano/subgrano como consecuencia de la modificación en la naturaleza de los sitios de nucleación, así como por el cambio de la textura de recristalización [70].

Estos parámetros, junto con la distribución espacial y la diferencia en la coherencia matriz-precipitado, contribuyen a una inestabilidad energética (energía libre interfacial, por ejemplo) en la microestructura del material, lo que repercute en diversos fenómenos estrechamente relacionados con la recristalización, tales como: redisolución de los precipitados, ensanchamiento de los precipitados, migración de límites de grano, etc. [70].

En términos de la recristalización estática (*SRX*), definida como la recristalización durante el recocido, un ejemplo claro es cuando las aleaciones de aluminio deformadas con estructuras de subgranos ancladas por partículas finas de segundas fases, son calentadas a elevadas temperaturas, dando lugar al crecimiento del subgrano, a una disminución en la fuerza de anclaje de las partículas y a un aumento en la desorientación relativa de los granos (*LAGB* -> *HAGB*), lo que repercute significativamente en la resistencia mecánica del material [70].

## CAPÍTULO 2

### TÉCNICAS EXPERIMENTALES PARA EL ESTUDIO DE LA RECRISTALIZACIÓN EN MATERIALES SEVERAMENTE DEFORMADOS.

#### Resumen

En el presente capítulo se describe el proceso experimental llevado a cabo para el estudio de la recristalización estática en la aleación AA7075 procesada por *ECAP*. Asimismo, se describe el fundamento teórico de los análisis y de las técnicas experimentales empleadas para el estudio de la recristalización estática.

#### 2.1 Etapa de pre-tratamiento de la aleación AA7075-T651

Inicialmente, se adquirió una barra redonda de la aleación AA7075-T651, siendo la composición química la que se muestra a continuación:

Tabla 2.1 Composición química del material de partida.

Elemento	Zn	Mg	Cu	Fe	Cr	Mn	Si	Ti	Al
% Peso	5.6	2.5	1.6	0.5	0.23	0.3	0.4	0.2	Balance
<b>AA7075 [20]</b>	5.1-6.1	2.1-2.9	1.2-2	0.5	0.18-0.28	0.3	0.4	0.2	Balance

Nota. Como es de observarse en la tabla 2.1, la aleación adquirida cumple con la designación reportada por la *Aluminum Association (AA)* para la aleación AA7075, reportada previamente en la tabla 1.2.

La aleación AA7075 se encuentra en un estado de máxima dureza, dada la condición T651. Por tal motivo, es necesario realizar tratamientos térmicos de solubilizado y reversión, esto con la finalidad de incrementar la ductilidad de las probetas adquiridas, evitando al mismo tiempo posibles fisuras en el material durante el proceso de *ECAP*. Es importante destacar que, el objetivo del pre-tratamiento fue sólo hacer procesables las probetas de la aleación AA7075, y no lograr la disolución total de las partículas de segunda fase presentes en el material.

Primeramente, de las probetas maquinadas se seleccionaron aquellas con un diámetro menor a 5/8" (15.87 mm), esto con la finalidad de asegurar su libre desplazamiento a través del canal del dado de *ECAP*, evitando de esta manera la fricción durante su paso por el canal.

Posteriormente, los parámetros empleados para los tratamientos térmicos de solubilizado y reversión fueron establecidos con base en la literatura consultada [71], siendo éstos los que se muestran en la Figura 2.1.

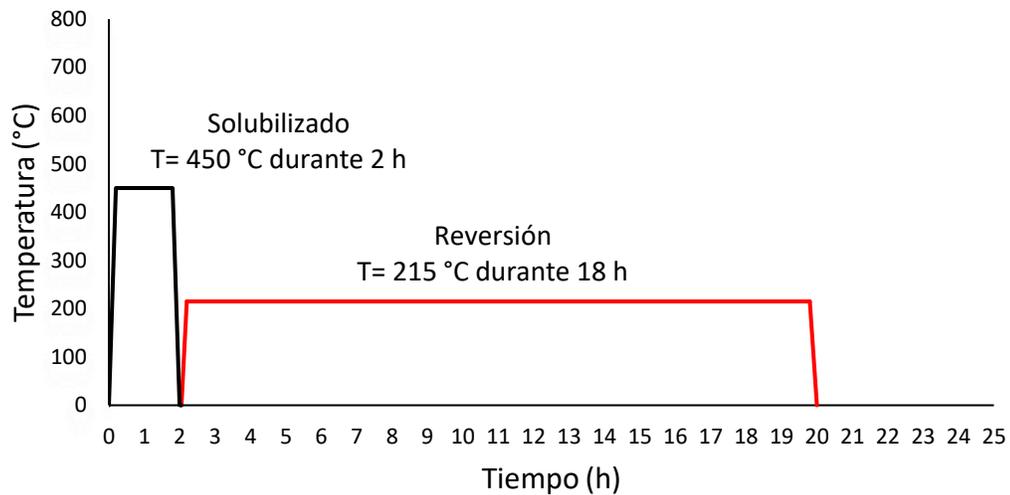


Figura 2.1 Esquema del pre-tratamiento térmico llevado a cabo en las probetas de la aleación AA7075.

Finalizados los ciclos de solubilizado y de reversión, las probetas rápidamente fueron templadas en agua fría. Un aspecto importante de mencionar es que, con el fin de garantizar la temperatura de trabajo en cada tratamiento, se colocó un termopar tipo K en una muestra testigo dentro de la mufla, tal y como se muestra a continuación.



Figura 2.2 Mufla empleada para tratamientos térmicos de solubilizado y reversión.

Por otro lado, la Figura 2.3 muestra el estado (apariciencia) de las probetas de la aleación AA7075, antes y después del pre-tratamiento térmico, siendo ésta última la que muestra una apariencia oxidada, debido a la temperatura del pre-tratamiento.

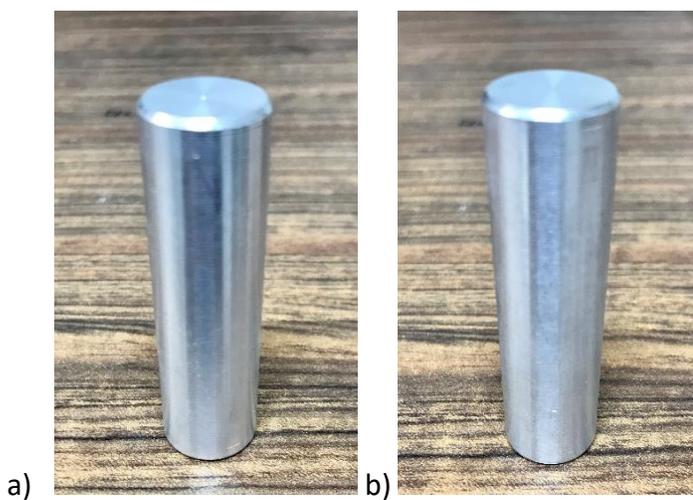


Figura 2.3 Probetas de la aleación AA7075, a) Condición inicial de la barra (T651) y b) Probeta con pre-tratamiento térmico.

A fin de caracterizar la morfología de la microestructura previa y posterior al pre-tratamiento térmico, así como de evaluar su respectivo cambio de dureza, se realizó una preparación metalográfica en 2 áreas de la probeta: la longitudinal y la transversal.

Tal preparación se llevó a cabo con base en la norma *ASTM-E3*. A continuación, se reveló la morfología de la microestructura utilizando el reactivo Keller durante 50 s [66]. Los resultados se presentan en la sección 3.4. Finalmente, las probetas tratadas térmicamente fueron sometidas al proceso de *ECAP*, hasta lograr 3 y 5 pasos de deformación, tal y como se describió en la sección 1.2.1. Las condiciones y parámetros empleados en el proceso de *ECAP*, se detallan a continuación.

## 2.2 El proceso de *ECAP*

Una vez tratadas térmicamente las probetas de la aleación AA7075, fueron procesadas vía *ECAP* hasta alcanzar 3 y 5 pasos de deformación. Se seleccionaron 3 y 5 pasos debido a que con el uso de la ruta  $B_C$  se alcanza la mitad de la rotación de la probeta en 3 pasos, mientras que en 5 pasos, la rotación de la probeta está completa, lo que permite comprender mejor la evolución microestructural durante el proceso. Asimismo, la ruta  $B_C$  es la que proporciona mayor homogeneidad en cuanto a la deformación generada, tal y como se mencionó anteriormente.

El dado empleado en el presente estudio posee un ángulo interno de  $\varphi = 90^\circ$  y uno externo de  $\Psi = 36^\circ$ , similar al que se muestra en la Figura 1.3, a partir de lo cual, se puede afirmar que un paso de *ECAP* proporciona una deformación real de  $\varepsilon = 1$  a las probetas de la aleación AA7075, con base en la ecuación de Iwahashi [54]. Adicionalmente, con el fin de minimizar la fricción entre las probetas de la aleación AA7075 y el dado de *ECAP*, se utilizó  $MoS_2$  para lubricar el material posterior a cada paso de deformación. La Figura 2.4 ilustra el proceso de *ECAP*.



Figura 2.4 Proceso de *ECAP*, llevado a cabo con el uso de una máquina de ensayos universales y con una velocidad del cabezal de 6 mm/min. Marca: Shimadzu Modelo:UH-600KNI.

Se deformaron 6 probetas para el estudio de la recristalización estática: 3 probetas con 3 pasos y 3 probetas con 5 pasos, obteniéndose 8 muestras por probeta para su caracterización microestructural. La Figura 2.5 muestra las probetas con 3 y 5 pasos, posterior al proceso de *ECAP*.



Figura 2.5 Probetas con 3 (superior) y 5 pasos de *ECAP* (inferior).

A pesar de que la ruta Bc (empleada en este estudio), es la que ha reportado los mejores resultados en cuanto a la homogeneidad de la deformación generada durante el proceso de *ECAP* [46, 56], es necesario determinar la distribución de la deformación en todo el volumen de la probeta de una forma cuantitativa. Dicha distribución no puede ser determinada de manera experimental, por lo que es necesario recurrir a softwares de simulación. El *DEFORM 3D* es un software de simulación capaz de predecir la distribución de la deformación en un material, posterior a un proceso de deformación plástica. Por tal motivo, el *DEFORM 3D* será empleado para predecir la distribución de la deformación en las probetas de *ECAP*. A continuación se describe el fundamento teórico del software *DEFORM 3D*, así como los parámetros empleados para la simulación del proceso de *ECAP*.

### **2.3 El Software *DEFORM 3D* como Método de Elemento Finito para el estudio de materiales metálicos severamente deformados**

En años recientes, el uso de softwares de simulación para el estudio de materiales metálicos, ha llegado a ser una pieza clave para comprender fenómenos complejos, tales como: la recristalización, la precipitación, difusión, distribución de esfuerzos, de deformación, etc.

El *DEFORM 3D* es un software de simulación [71-72], que se basa en el método de elemento finito (*FEM*) y que, mediante el uso de modelos constitutivos o fenomenológicos, permite modelar los fenómenos antes enunciados.

En el presente estudio, el software *DEFORM 3D* fue empleado para determinar la deformación efectiva impuesta al material posterior al proceso de *ECAP*, ya que el fenómeno de la recristalización depende en gran medida de la cantidad de deformación presente en el material. El objetivo de conocer la distribución de la deformación en las probetas posterior al proceso de *ECAP*, es seleccionar las áreas de trabajo para el estudio de la recristalización estática, lo cual únicamente puede ser logrado mediante el software de simulación.

Primeramente, para llevar a cabo la simulación del proceso de *ECAP*, es necesario la construcción de la pieza de trabajo (*workpiece*) y del dado de *ECAP* (*top die* y *bottom die*) en el software *DEFORM 3D*. Éstos elementos fueron construidos usando las mismas dimensiones que se muestran en la Figura 1.3. Por otro lado, en ambos elementos se les asignaron los siguientes parámetros: tipo de material, régimen (elástico o plástico), tipo de malla y número de nodos.

El tipo de malla se fija dependiendo de las zonas en las cuales es de interés el fenómeno simulado, mientras que el número de nodos se refiere a los puntos de interconexión entre elementos, en los cuales el software llevará a cabo los cálculos. Los parámetros empleados en el software *DEFORM 3D* se muestran en la Tabla 2.2.

Tabla 2.2 Parámetros de simulación para el proceso de *ECAP* en el software *DEFORM 3D*.

PIEZA	OBJETO	VELOCIDAD (mm/s)	MALLA	ELEMENTOS	NODOS
<i>Workpeace</i>	Plástico	0	Tetraédrica	110,000	24,107
<i>Top die</i>	Rígido	4	N/A	N/A	N/A
<i>Bottom die</i>	Rígido	0	N/A	N/A	N/A

Es importante destacar que aún cuando el software *DEFORM 3D* posee una amplia biblioteca de materiales para usarse en simulación, fue necesario introducir valores propios del material empleado en este estudio, pues como se mencionó en la sección 2.1, el pre-tratamiento llevado a cabo modifica de manera significativa las propiedades mecánicas de la aleación AA7075 y, con el fin de aproximar la simulación en *DEFORM 3D* al proceso de *ECAP* real, se alimentaron datos obtenidos de un ensayo de tensión. Tal ensayo se llevó a cabo en una probeta con el pre-tratamiento térmico descrito en la sección 2.1.

Para este ensayo de tensión, se maquinó una probeta con base en la norma *ASTM-E8*, tal como la que se muestra en la Figura 2.6.

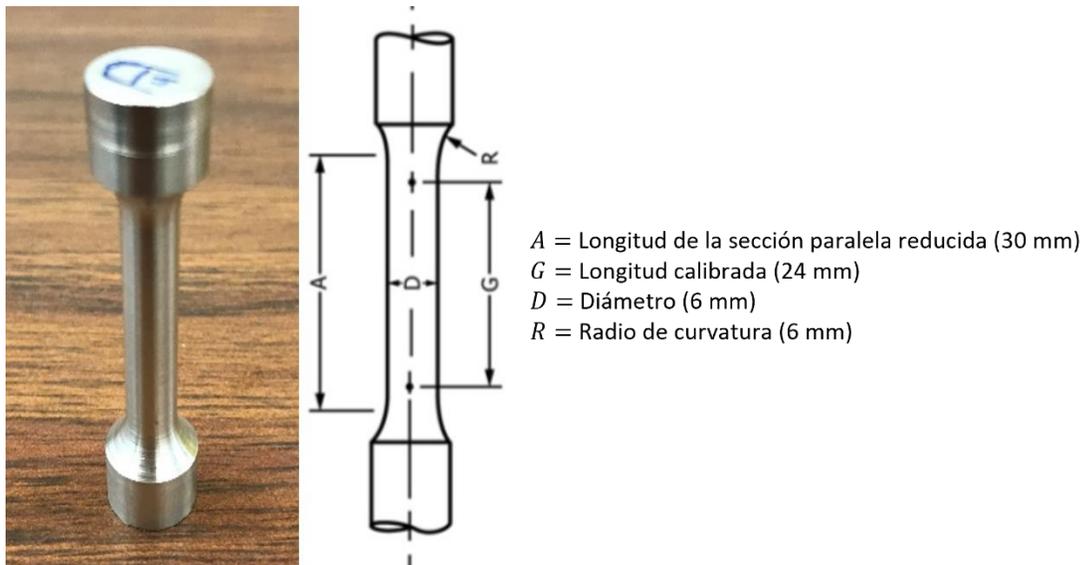


Figura 2.6 Probeta con pre-tratamiento empleada para ensayo de tensión uniaxial.

Una vez obtenidos los datos del ensayo, éstos fueron evaluados para obtener los valores correspondientes a la curva “esfuerzo real vs deformación real”, a partir de la cual, es posible modelar nuestro material de interés, empleando únicamente los datos de la zona plástica. La curva “esfuerzo real vs deformación real”, se muestra en la Figura 2.7.

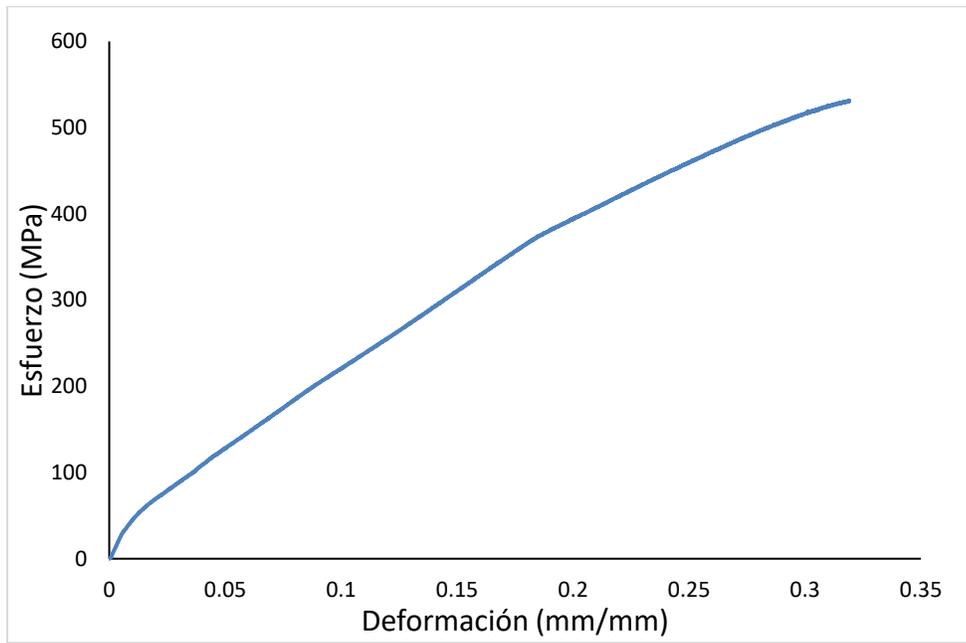


Figura 2.7 Curva esfuerzo real vs deformación real, obtenida en una probeta de la aleación AA7075 pre-tratada térmicamente.

Dado que el proceso de simulación requiere únicamente de valores pertenecientes al régimen plástico, se seleccionaron valores de esfuerzo en un intervalo de 103 a 531 MPa, siendo el primer valor el correspondiente al esfuerzo de cedencia y el segundo al esfuerzo último a la tensión del material (*UTS* por sus siglas en idioma inglés), respectivamente.

A partir de los datos anteriores y empleando el solucionador *GMRES* (método de solución iterativo), fue posible simular el proceso de *ECAP* en las probetas con 3 y 5 pasos de deformación. Aún cuando la distribución de la deformación fue predicha mediante el software *DEFORM 3D*, ahora es necesario determinar las temperaturas de trabajo para el estudio de la recristalización estática, dichas temperaturas pueden ser determinadas a partir de un diagrama de fases, el cual nuevamente puede ser obtenido a través de un software de simulación, tal como lo es el software *THERMO-CALC*.

## **2.4 Determinación de las temperaturas de trabajo para el estudio de la recristalización estática, empleando el software de simulación *THERMO-CALC***

El software de simulación *THERMO-CALC*, al igual que el software *DEFORM 3D*, se basa en el uso de ecuaciones constitutivas o fenomenológicas, las cuales permiten calcular y modelar fenómenos tales como: procesos termodinámicos, diagramas de fase y transformaciones controladas por difusión. De manera similar, éste software posee diversos módulos de trabajo, que dependen del fenómeno a estudiar. En el caso específico de este trabajo, se utilizó el módulo correspondiente al de cálculo y construcción de diagrama de fases, para determinar las temperaturas de trabajo en el estudio de la recristalización estática.

Como cualquier software de simulación, el *THERMO-CALC* requiere de parámetros iniciales para llevar a cabo el modelado. En el caso particular de este estudio, únicamente es necesario alimentar los datos concernientes a la composición química de la aleación AA7075, descritos en la Tabla 2.1. Una vez alimentados estos datos, se procede a fijar la temperatura de trabajo, para este estudio, se fijó un intervalo de trabajo de 0 a 500 °C, pues es el intervalo en el cual se llevan a cabo la mayoría de los tratamientos térmicos aplicados a esta aleación. Posteriormente, se debe elegir el tipo de gráfico a calcular. Para determinar las temperaturas de trabajo, se calculó un diagrama de fases pseudobinario, quedando éste en función del % en masa de Zn (T vs %Zn). Por último, se tabularon los valores de fracción en masa pertenecientes a las fases de interés, a fin de realizar un análisis y discusión de los resultados obtenidos. Una vez fijadas las zonas y temperaturas de trabajo, es posible comenzar el estudio de la recristalización estática, empleando el modelo Kuhlmann.

## **2.5 El modelo de Kuhlmann para el estudio de la recristalización estática**

Una vez seleccionadas las áreas y temperaturas de trabajo, se procedió a seccionar las probetas con 3 y 5 pasos de *ECAP*, en las direcciones longitudinal y transversal. Se realizó una preparación metalográfica y su correspondiente examinación, con el propósito de conocer la morfología inicial de los granos presentes en el material, así como la final después de cada tratamiento térmico.

Examinadas las muestras, éstas fueron nuevamente pulidas hasta acabado espejo y sometidas al tratamiento térmico de recocido, a partir de las temperaturas determinadas por el software *THERMO-CALC*, en intervalos de tiempo de: 25, 100, 200, 300, 800 y 1800 s.

Al finalizar cada tratamiento térmico, las muestras fueron templadas inmediatamente en agua fría y sometidas al ensayo de dureza Vickers, esto con la finalidad de obtener datos para el modelo Kuhlmann, descrito en la sección 1.4. El ensayo de dureza Vickers llevado a cabo se describe a continuación.

## 2.6 Ensayo de dureza Vickers

A fin de recabar los datos de dureza descritos en el modelo de Kuhlmann, se sometieron las muestras recocidas a un ensayo de dureza Vickers. Éste ensayo se debe realizar en muestras previamente pulidas (acabado espejo). Además, es necesario que la muestra tenga sus superficies paralelas, una respecto de otra. Dicho ensayo permite conocer la evolución de dureza del material tras cada tratamiento térmico. El ensayo utiliza un indentador con punta de diamante y que posee una geometría en forma de pirámide. Tras la huella ocasionada por el indentador en el material de interés, se deben de medir las diagonales generadas por la punta de diamante. A partir de la medición de estas dos diagonales, se obtiene un promedio de ambas lecturas y utilizando la ecuación (12), es posible determinar la dureza Vickers del material.

$$HV = 1.854 \frac{P}{d_1^2} \quad (12)$$

Dónde:

*HV = Dureza Vickers*

*P = Carga aplicada (N)*

*d<sub>1</sub> = Valor promedio de las diagonales (mm)*

El este estudio, las muestras sometidas a dichos tratamientos térmicos de recocido, fueron pulidas previamente hasta acabado espejo, con la finalidad de determinar la microdureza inmediatamente finalizado el tratamiento. El tiempo de carga aplicada al material fue de 10 s, mientras que la carga aplicada en todos los ensayos fue de 100 g<sub>f</sub> (980.7 mN).

La Figura 2.8 muestra el equipo de dureza empleado en este estudio.



Figura 2.8 Equipo para microdureza. Marca: *Shimadzu* Modelo: HMV-G.

## 2.7 Microscopía óptica y microscopia electrónica de barrido

En el presente estudio, la técnica de microscopía óptica fue utilizada para caracterizar la microestructura y, en particular, la morfología de los granos al finalizar cada uno de los tratamientos térmicos.

Se emplearon diversos reactivos químicos, tales como: Toker, Poulton, Graff ( $\text{CrO}_3$ ),  $\text{FeCl}_3$ , HF diluido y Keller [66], siendo éste último el que mostró los mejores resultados en cuanto a contraste de límites de grano, el ataque se realizó durante 50 s. (Véase Anexo 4: Reactivos para ataque en la aleación AA7075).

La Figura 2.9 muestra el equipo de microscopía óptica empleado para dicha caracterización.

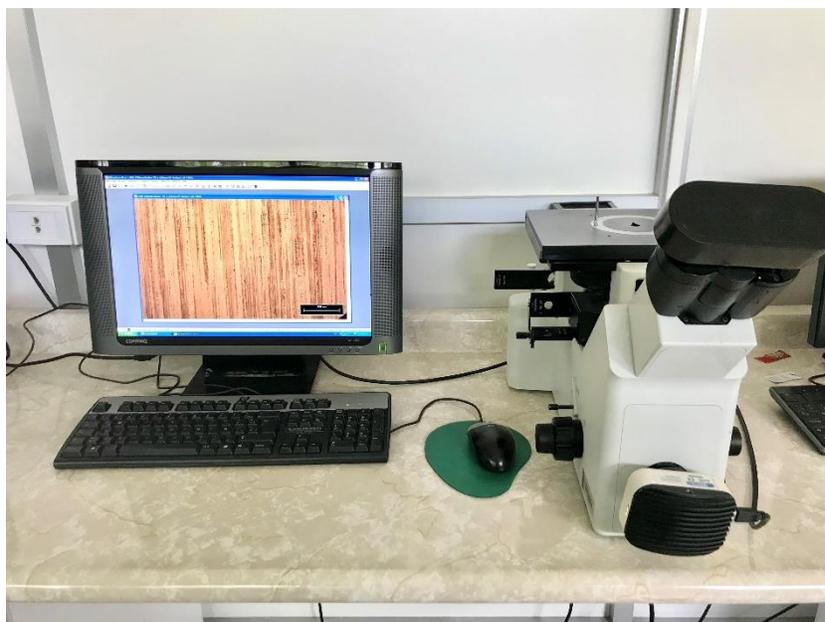


Figura 2.9 Microscopio óptico. Marca: *Olympus* Modelo: GX51

La técnica de microscopía electrónica de barrido fue empleada para caracterizar la microestructura posterior a los tratamientos de recocido. Para su análisis, las muestras fueron preparadas metalográficamente con diferentes lijas de SiC (240, 320, 400, 600 y 1000), pulidas con pasta de diamante de 1 y 3  $\mu m$ , y finalmente, atacadas con el reactivo Keller durante 50 s. El equipo empleado se muestra en la Figura 2.10.

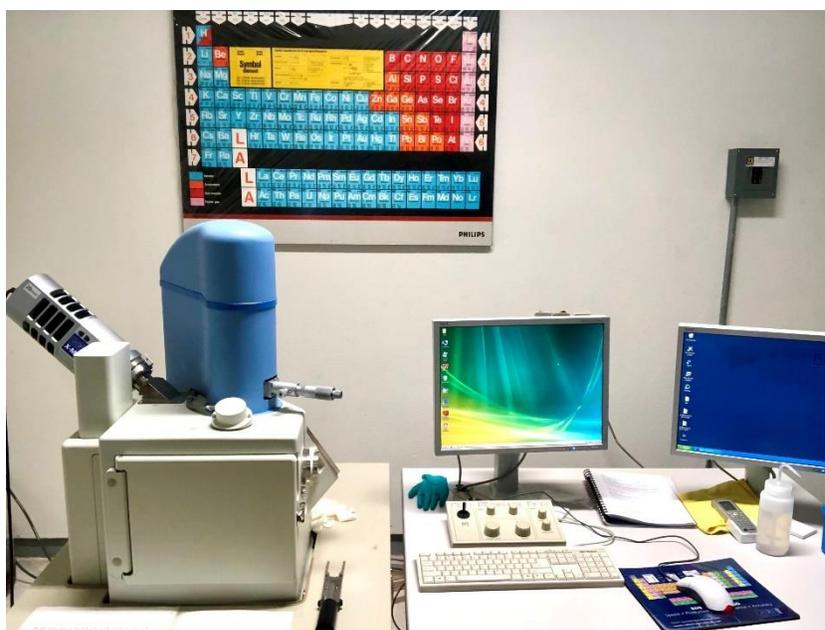


Figura 2.10 Microscopio electrónico de barrido. Marca: *Jeol* Modelo: JSM-6610LV.

Además de la caracterización microestructural, el equipo de barrido empleado en el presente estudio, posee un detector de Espectroscopía por Dispersión de Energía (*EDS* por sus siglas en idioma inglés), el cual permite cuantificar y obtener la composición química de los elementos presentes en el material de estudio. Finalmente, los resultados obtenidos a partir de cada una de las técnicas antes descritas, se muestran en el siguiente capítulo de esta tesis.

## CAPÍTULO 3

### ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DEL EFECTO DE LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA SOBRE LA CINÉTICA DE RECRISTALIZACIÓN ESTÁTICA.

#### Resumen

En el presente capítulo, se muestran los resultados de las técnicas llevadas a cabo para determinar el efecto de la deformación severa sobre la cinética de recristalización estática, tales como: simulación del proceso de *ECAP* y del diagrama de fases de la aleación AA7075 mediante los softwares *DEFORM 3D* y *THERMO-CALC*, respectivamente; la obtención de datos de microdureza en función de los tiempos de recocido, las micrografías de la microestructura obtenidas a través de microscopía óptica, y microscopía electrónica de barrido y el análisis químico de *EDS*. El análisis y discusión correspondiente a cada técnica es descrito a continuación.

#### **3.1 Determinación de zonas de deformación homogénea en *ECAP* vía simulación en *DEFORM 3D***

El objetivo de la simulación mediante el software *DEFORM 3D* es seleccionar zonas en las cuales la deformación sea lo más homogénea posible de las probetas deformadas, pues a pesar de que la ruta  $B_c$  es la que proporciona la mayor homogeneidad respecto a este parámetro, es necesario determinar los gradientes de deformación para el estudio de la recristalización estática, empleando mapas de contorno y sus correspondientes gráficos.

Anteriormente, han sido reportados diversos estudios en la literatura en los cuales, se determina la variación de la deformación en una aleación AA7075 procesada vía *ECAP*, empleando el software *DEFORM 3D*. Por ejemplo, Shaban *et al.* [71] simularon la variación en deformación vía *ECAP*, de dos probetas tratadas térmicamente a distintas temperaturas, mientras que Ghosh *et al.* [72], simularon el proceso de *ECAP* utilizando las rutas A,  $B_c$  y C, y determinaron que después de 3 pasos de *ECAP*, la ruta  $B_c$  proporciona mayor homogeneidad en cuanto a la deformación, en comparación con la ruta A y C. Adicionalmente, determinaron mediante el uso de mapas de contorno, zonas de la probeta en las cuales la variación en este parámetro fue mínima, tal como se muestra en la Figura 3.1.

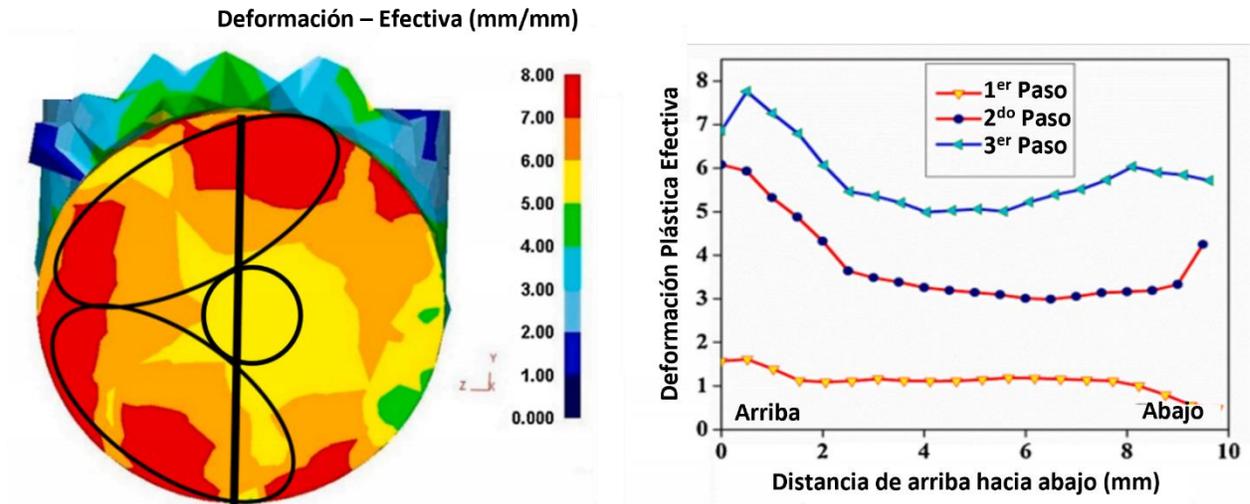


Figura 3.1 Mapa de contorno de color en donde se muestra la distribución de la deformación simulada en *DEFORM 3D*. Se presenta en colores (lado izquierdo), la variación de la deformación, siendo el centro de la probeta la zona con mayor homogeneidad (área interior del círculo negro,  $\epsilon = 5.5$ ) y, en el gráfico (lado derecho), la variación de la deformación determinada en la línea negra continua del mapa de contorno para 1, 2 y 3 pasos de *ECAP*, empleando la ruta Bc [72].

A partir de los resultados de la simulación de *ECAP* reportados en la Figura 3.1, es posible predecir las zonas para el estudio de la recristalización estática. No obstante, debido a las diferentes condiciones en las que se llevó a cabo el proceso de *ECAP*, como: pre-tratamiento, dimensiones de las probetas, etc., pudiera existir alguna discrepancia en cuanto a las zonas seleccionadas en la presente tesis. Por lo anterior, fue necesario realizar una simulación propia del proceso de *ECAP* tomando como base la curva esfuerzo real vs deformación real del material de estudio en esta tesis, como fue descrito en la sección 2.3. Las simulaciones realizadas para 3 y 5 pasos del proceso *ECAP*, se muestran a continuación en la Figura 3.2.

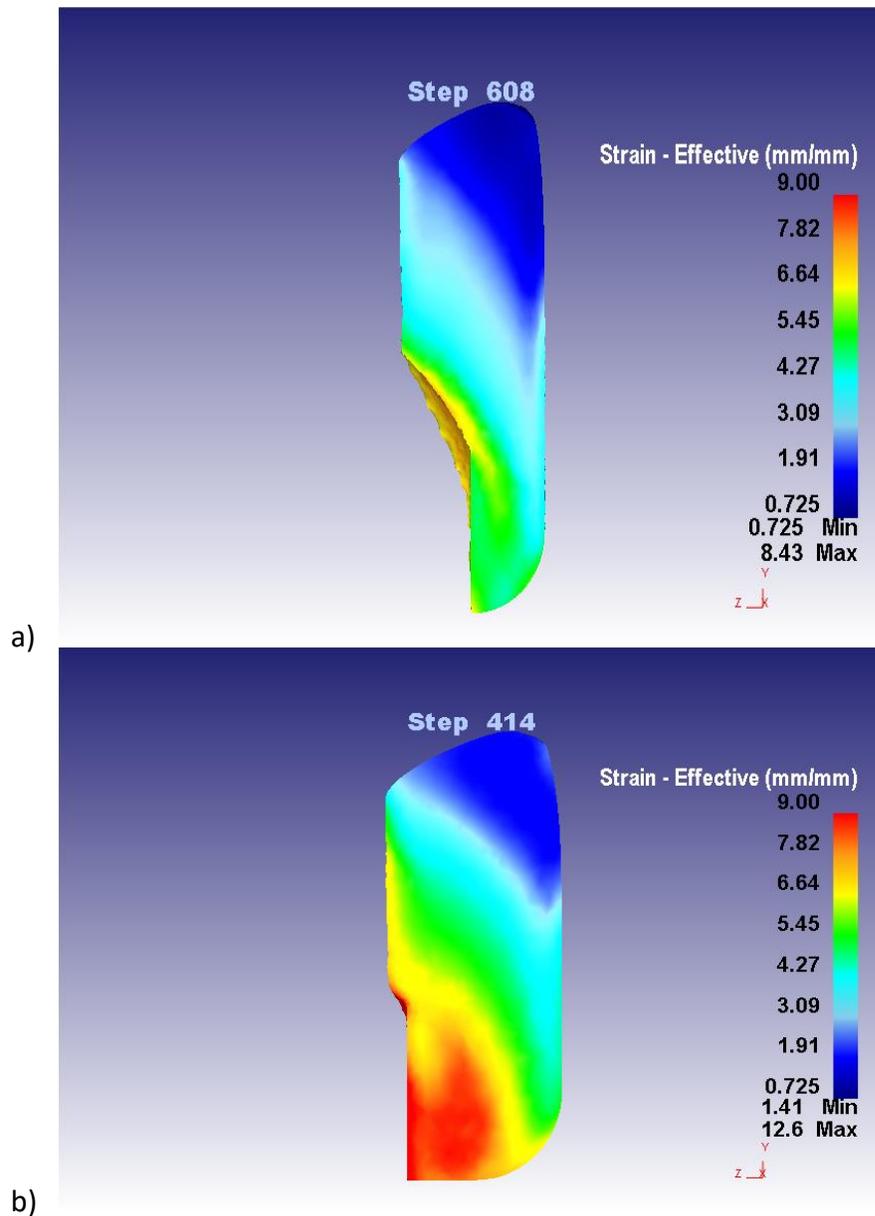


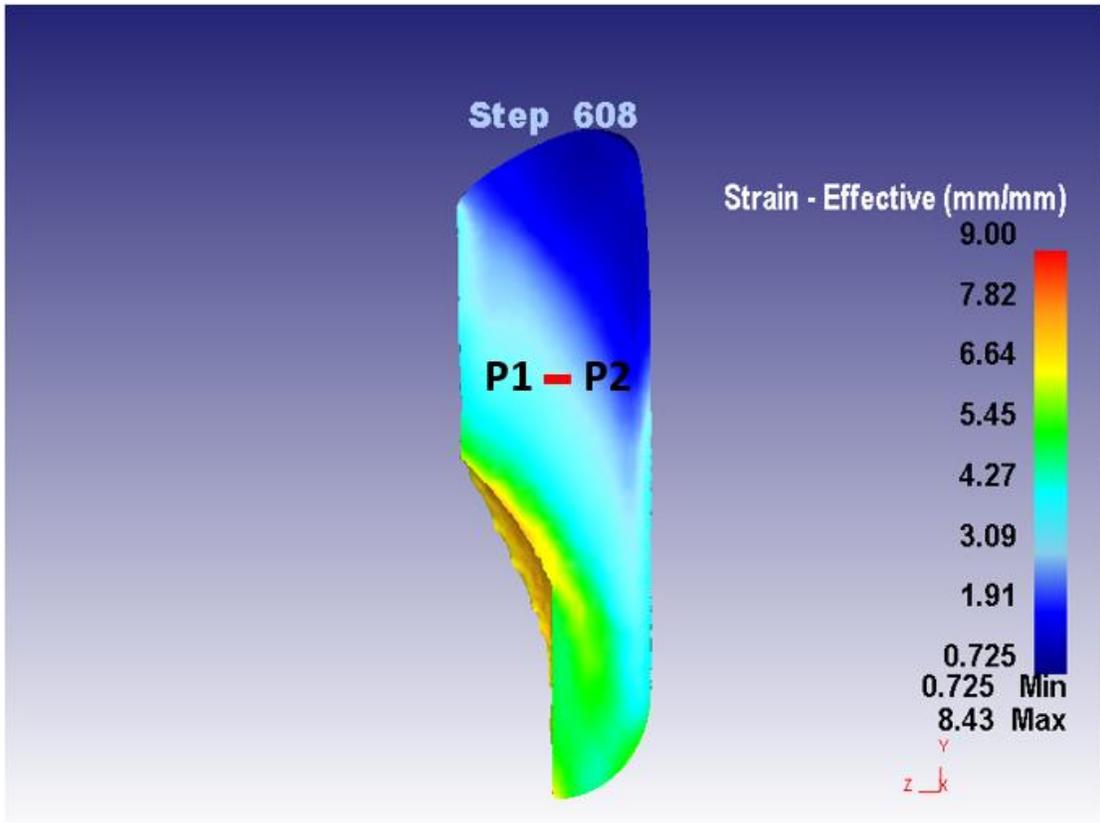
Figura 3.2 Mapas de contorno de color obtenidos en *DEFORM 3D* que muestran la distribución de deformación efectiva en la sección longitudinal de las probetas de *ECAP*. a) 3 y b) 5 pasos, respectivamente.

De acuerdo con los resultados de la simulación de *ECAP* para 3 y 5 pasos presentados en la Figura 3.2, se puede observar de acuerdo con el mapa de contorno, el gradiente de la deformación efectiva. Por una parte, se puede observar en la Figura 3.2a que al alcanzar 3 pasos de *ECAP*, la distribución de la deformación efectiva varía ligeramente, lo cual coincide parcialmente con los resultados de las simulaciones obtenidas por Ghosh *et al.* presentadas en la Figura 3.1, ya que los valores de dicho parámetro se encuentran alrededor de  $\varepsilon = 5.5$  en la zona central de la probeta [72].

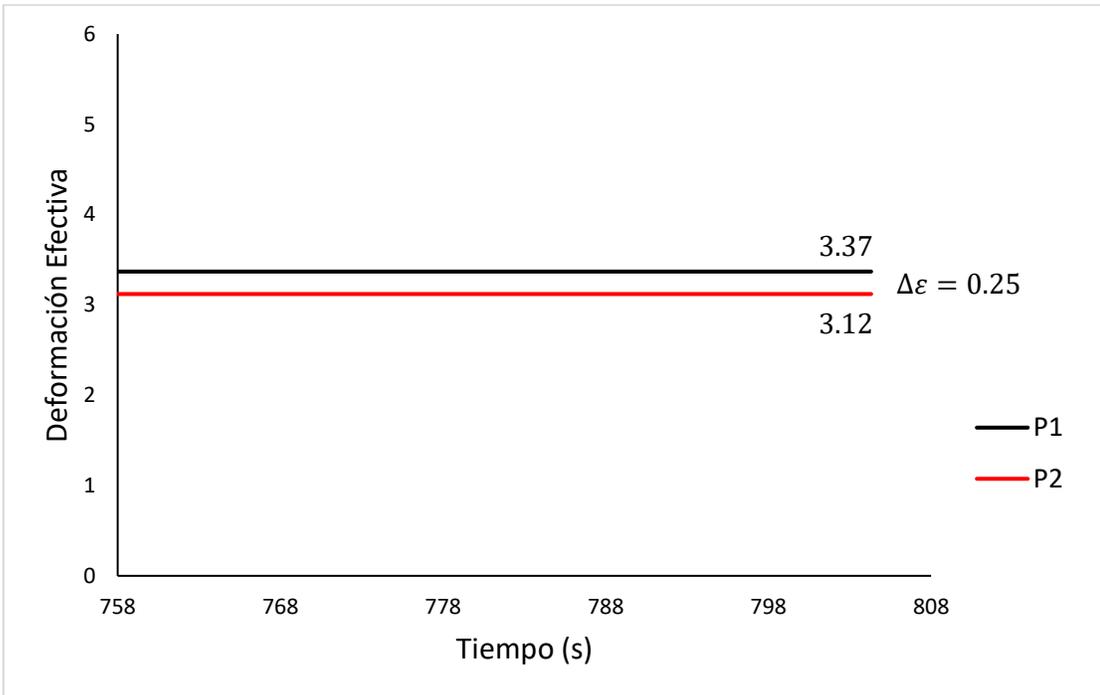
En la simulación para el 5° paso de *ECAP* (Figura 3.2b), se observa una mayor variación en la distribución de la deformación efectiva. Debido a esto, se llevó a cabo un análisis llamado *Point Tracking* dentro de las operaciones del post-procesamiento. El análisis de *Point Tracking* permite evaluar la deformación alcanzada en dos puntos de interés durante todo el proceso simulado. Los puntos fijados para este análisis, se establecieron a partir de los resultados de los mapas de contorno de color, reportados en las Figuras 3.1 y 3.2. Dichos puntos se fijaron para un segmento en el cual, la variación de la deformación fuera mínima. Tal análisis fue llevado a cabo en las probetas con 3 y 5 pasos, en las direcciones longitudinal y transversal; dichos resultados se muestran en las Figuras 3.3, 3.4, 3.5 y 3.6.

Dichas figuras muestran los mapas de contorno (inciso a) de las probetas en las que fueron evaluados los puntos de interés: punto 1 (P1) y punto 2 (P2), en las direcciones transversal y longitudinal, respectivamente, mientras que el inciso b muestra el gráfico de *Point Tracking* para los puntos P1 y P2 establecidos para cada dirección.

Por ejemplo, en la simulación de 3 pasos de *ECAP* de la dirección transversal, el *Point Tracking* indica que entre los puntos P1 y P2, la deformación varía ligeramente ( $\Delta\varepsilon = 0.25$ ), mientras que en la longitudinal, se estima una variación de ( $\Delta\varepsilon = 1.04$ ).

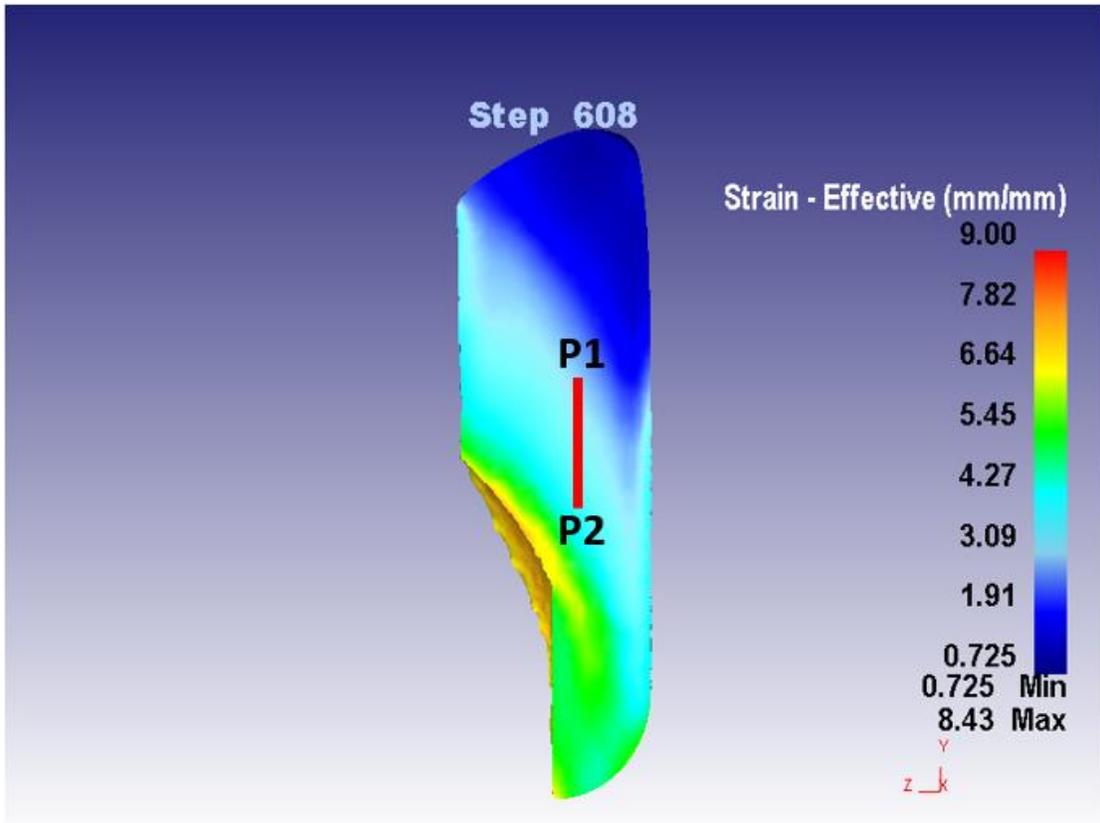


a)

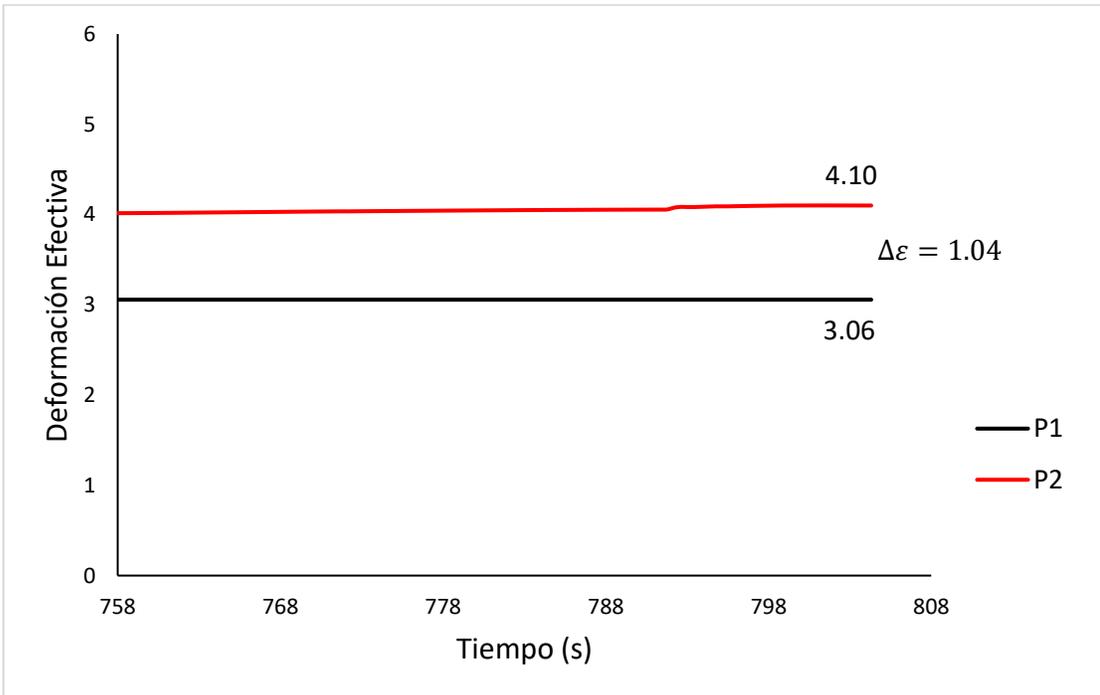


b)

Figura 3.3 a) Mapa de contorno de color para la probeta simulada con 3 pasos (dirección transversal) y b) gráfico de *Point Tracking*.



c)



d)

Figura 3.4 a) Mapa de contorno de color para la probeta simulada con 3 pasos (dirección longitudinal) y b) gráfico de *Point Tracking*.

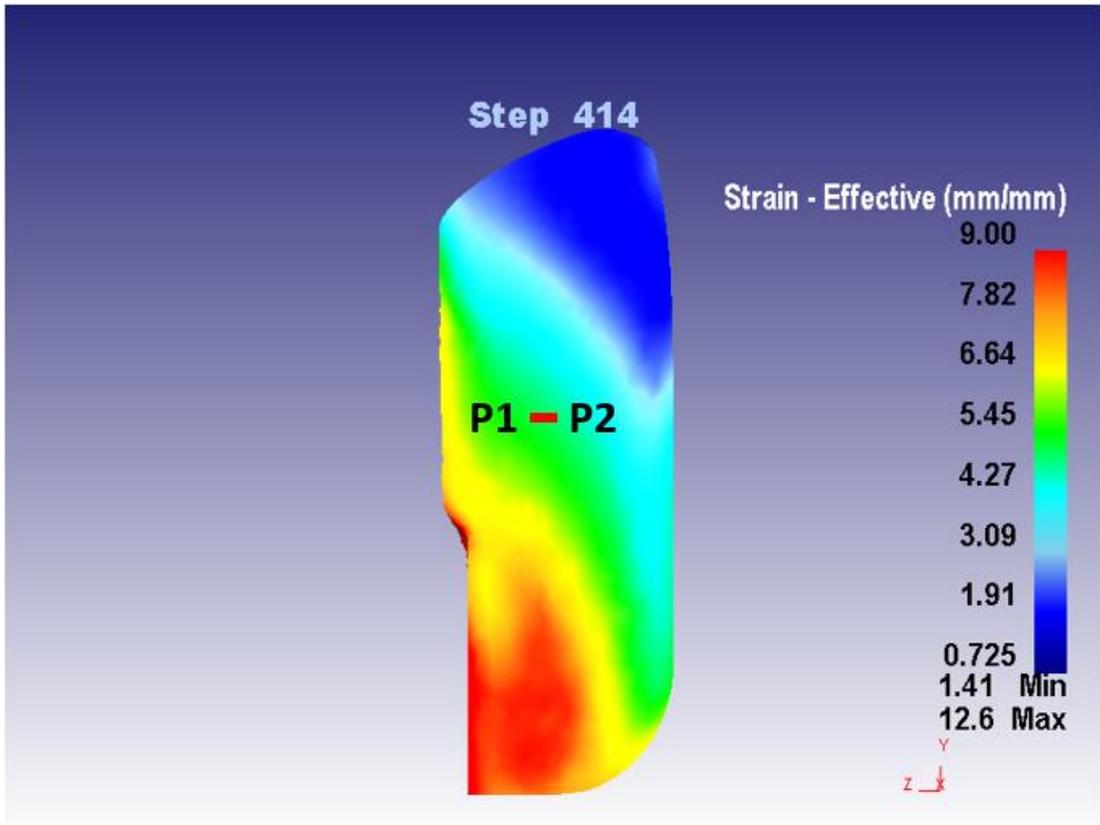
De manera similar, las Figuras 3.5a y 3.6a muestran las simulaciones de los mismos elementos para la probeta con 5 pasos de *ECAP*. En el caso de la dirección transversal (3.5b), el gráfico de *Point Tracking* muestra una variación en la deformación de  $\Delta\varepsilon = 0.28$ , mientras que en la dirección longitudinal (3.6b), la variación fue de  $\Delta\varepsilon = 1.14$ .

Con el objeto de comprobar si las variaciones de deformación ( $\Delta\varepsilon$ ) predichas por los gráficos de *Point Tracking*, tienen un efecto significativo sobre la dureza del material (especialmente en la probeta con 5 pasos de *ECAP*), se realizó un perfil lineal de microdureza Vickers con base en la norma ASTM E92 [92] en las probetas de la aleación AA7075 deformadas, empleando las mismas áreas y direcciones en las que se condujo el análisis de *Point Tracking*. Lo anterior se realizó debido a que la dureza convencionalmente se asocia con la deformación plástica presente en un material. Adicional a los perfiles lineales de microdureza, se evaluó la de la barra original, así como en cada uno de los tratamientos térmicos llevados a cabo.

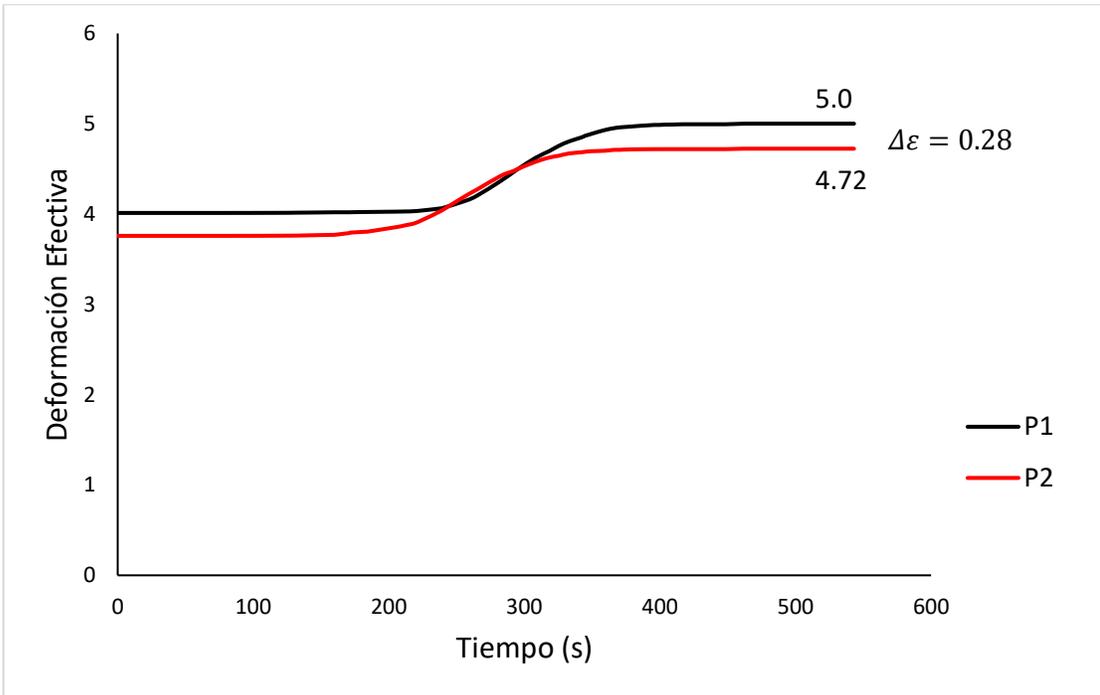
La Figura 3.7 muestra la variación de la dureza en cada etapa. Inicialmente, se evaluó la dureza de la barra en su condición original (T651), siendo esta de 195 HV. Posteriormente, se llevó a cabo un pre-tratamiento térmico a fin de hacer deformables las probetas de la aleación AA7075 vía *ECAP*, el valor de dureza medido después del pre-tratamiento, fue de 83.1 HV, lo que evidencia que el material redujo su dureza, aproximándose a la reportada para la condición O (70 HV).

La probeta deformada con 3 pasos alcanzó un valor de dureza Vickers de 121, lo cual significó un aumento de  $\sim 38$  unidades HV, esto se asoció con el incremento en la densidad de dislocaciones y al refinamiento de grano [44, 60]. El valor de la dureza para la muestra deformada con 5 pasos fue de 133 HV, lo cual dio un aumento de 50 unidades HV respecto al valor inicial de 83 HV de la condición de pre-tratamiento. Este incremento en la dureza se puede atribuir también al incremento en la densidad de dislocaciones y al refinamiento de grano, debido a la deformación acumulada en los pasos de deformación del proceso de *ECAP*, la cual corresponde a un valor de deformación de  $\sim 5$ .

Los valores de dureza correspondientes a las probetas deformadas con 3 y 5 pasos serán útiles por dos razones: 1) serán establecidos como un valor referente para el perfil de microdureza y 2) serán establecidos como el valor correspondiente al material deformado, el cual es requerido en el modelo de Kuhlmann [66].

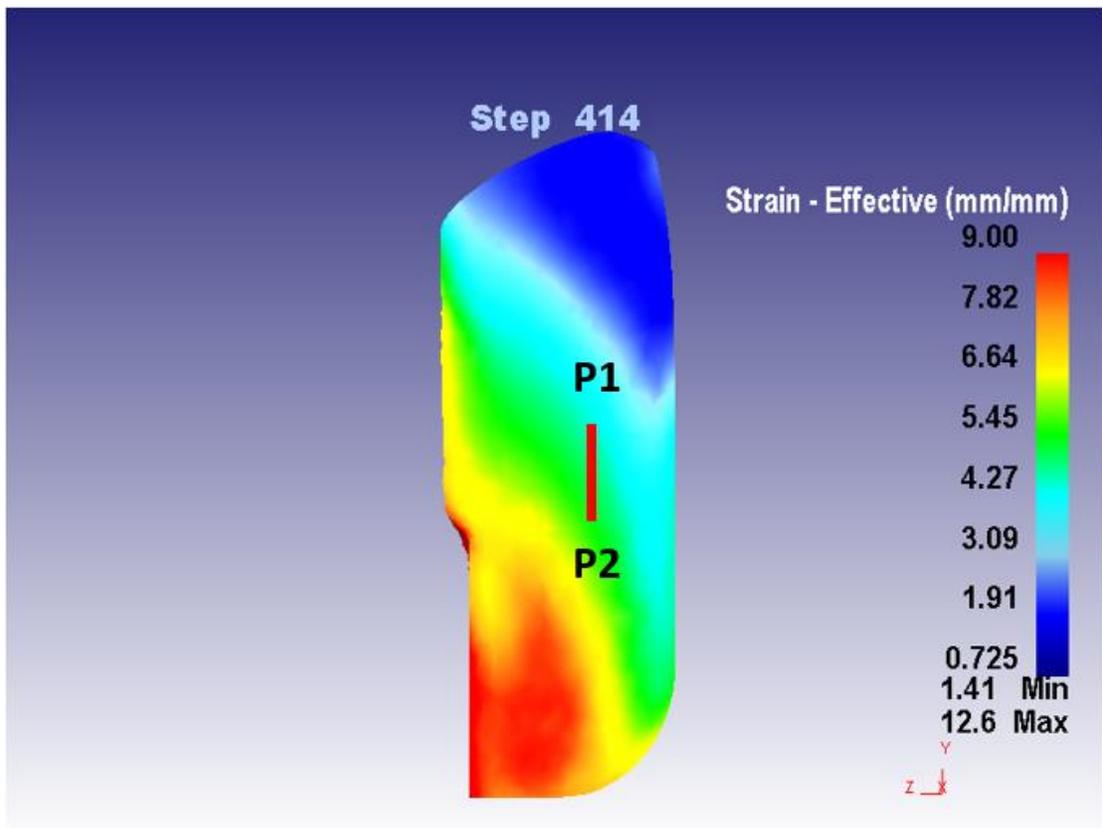


a)

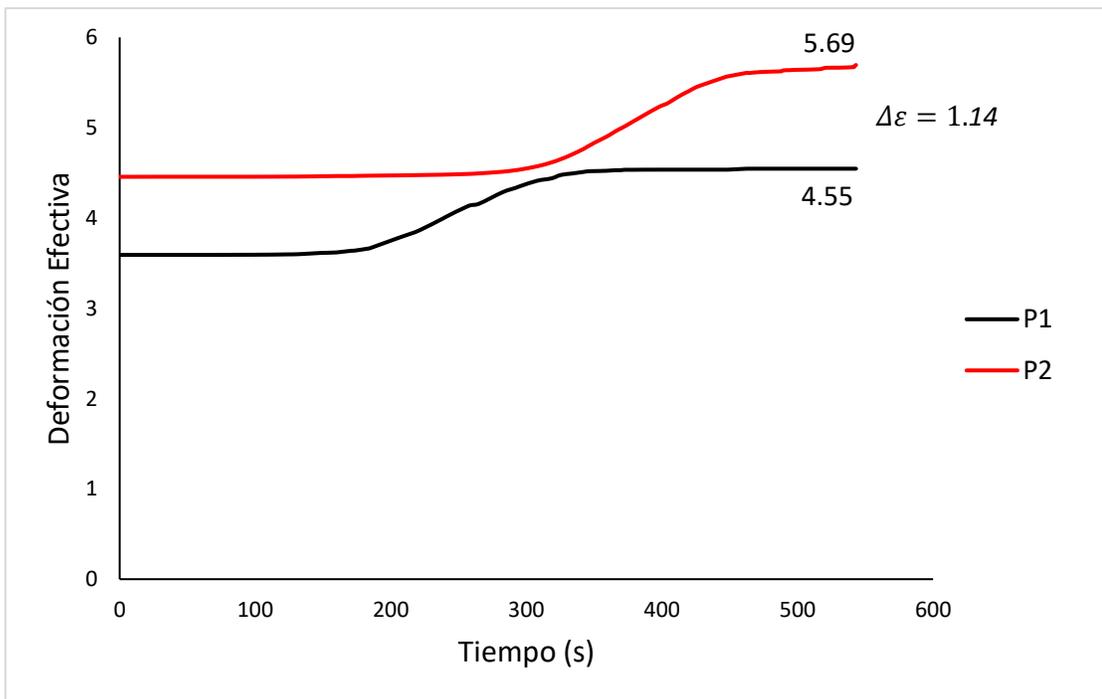


b)

Figura 3.5 a) Mapa de contorno de color para la probeta simulada con 5 pasos (dirección transversal) y b) gráfico de *Point Tracking*.



c)



d)

Figura 3.6 a) Mapa de contorno de color para la probeta simulada con 5 pasos (dirección longitudinal) y b) gráfico de *Point Tracking*.

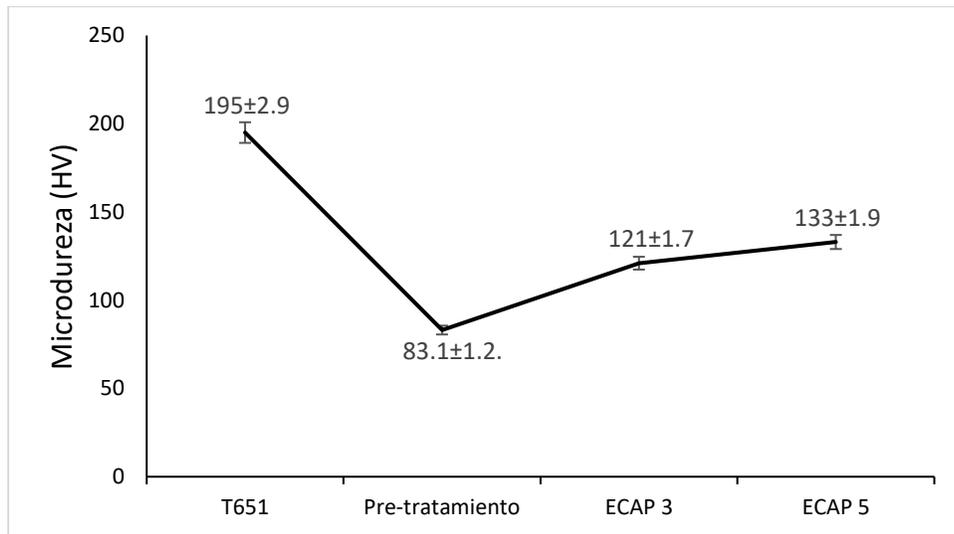


Figura 3.7 Evolución de la dureza en función del proceso/tratamiento térmico o mecánico.

Para el perfil de microdureza Vickers, la distancia entre cada indentación se mantuvo de 1 mm. Las Figuras 3.8a y 3.9a muestran una sección longitudinal de las muestras deformadas con 3 y 5 pasos, respectivamente, donde se muestran las direcciones en las cuales se llevó a cabo dicho perfil, mientras que las Figuras 3.8b y 3.9b, muestran los gráficos de dureza Vickers correspondientes.

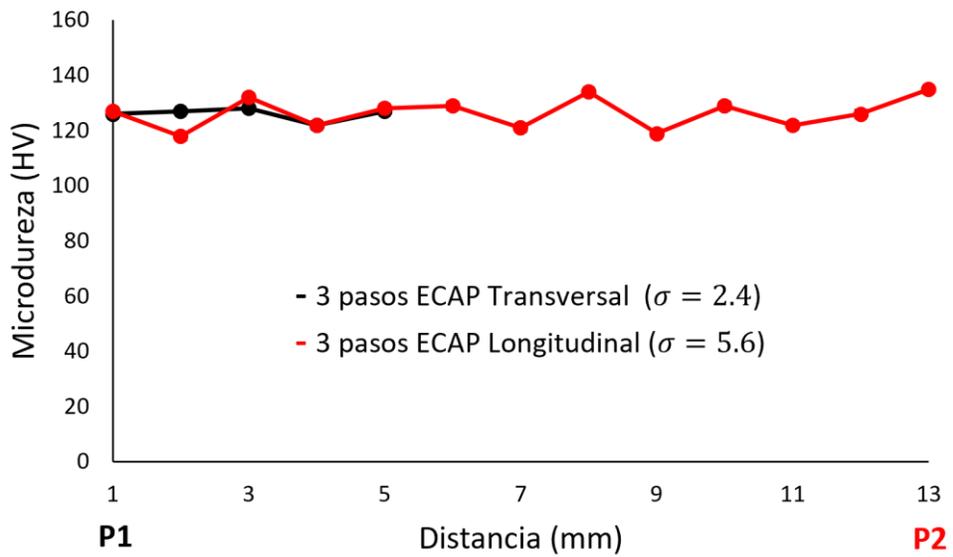
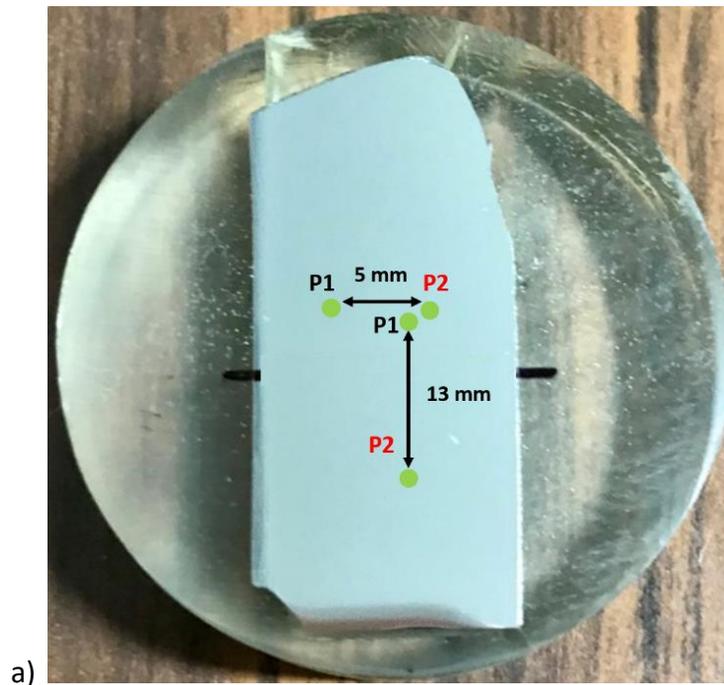


Figura 3.8 a) Perfiles de microdureza Vickers (longitudinal y transversal) y b) gráfico de microdureza de la probeta de la aleación AA7075 con 3 pasos de ECAP.

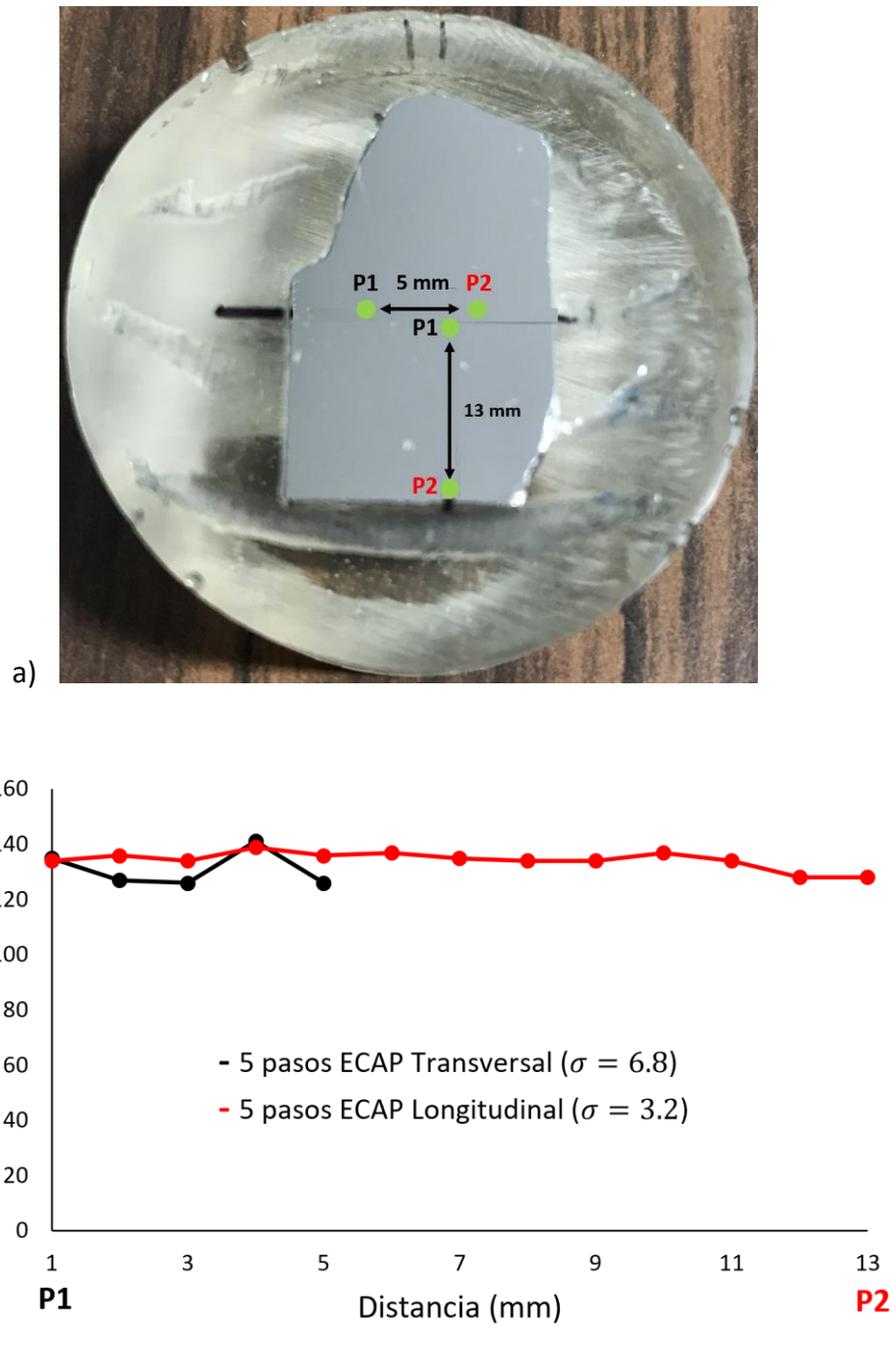


Figura 3.9 a) Perfiles de microdureza Vickers (longitudinal y transversal) y b) gráfico de microdureza de la probeta de la aleación AA7075 con 5 pasos de ECAP.

A partir de los resultados anteriores, se puede observar la variación de la microdureza en función de la distancia, la desviación estándar en la dirección transversal fue de  $\sigma = 2.4$  para la probeta con 3 pasos y de  $\sigma = 6.8$  para la probeta con 5 pasos. Por otro lado, la desviación estándar en la dirección longitudinal para 3 y 5 pasos fue de  $\sigma = 5.6$  y de  $\sigma = 3.2$ , respectivamente.

Estos valores indican que a pesar de que la simulación predijo una variación de la deformación de hasta  $\Delta\varepsilon = 1.14$ , la variación real en los valores de microdureza medidos en dichas regiones fue baja, y por tanto, dichas zonas pueden ser consideradas aptas para el estudio de la recristalización estática.

A partir de los resultados de la simulación y de la experimentación obtenidos para 3 y 5 pasos, se seleccionaron aquellas áreas en las cuales la distribución de la deformación y la microdureza es lo más homogénea.

Una vez establecidas las zonas de trabajo en las probetas, es necesario determinar ahora las temperaturas de trabajo para llevar a cabo los tratamientos térmicos de recocido. Dichas temperaturas fueron definidas con base en el diagrama de fases, simulado mediante el software de simulación termodinámica *THERMO-CALC*. El análisis y discusión de los resultados obtenidos a partir de este software serán discutidos a continuación.

### **3.2 Determinación de las temperaturas de recocido para el estudio de la recristalización estática empleando el software *THERMO-CALC***

Las temperaturas de los tratamientos térmicos de recocido, en los que se promoverá la recristalización estática, fueron establecidas a partir del diagrama de fases calculado mediante el software de simulación termodinámica *THERMO-CALC*.

El software *THERMO-CALC* también ha sido empleado para optimizar y establecer diferentes condiciones de trabajo en procesos termomecánicos. Por ejemplo, Babaei *et. al.* [73] lo emplearon para determinar temperaturas fuera de equilibrio, así como las curvas de temperatura-tiempo y de fracción transformada en una aleación Al-4.5Cu. Por su parte, Jerina *et. al.* [74] determinaron las características térmicas de una aleación AA7075 reciclada empleando análisis térmico en *THERMO-CALC*. Además, Lang *et. al.* [75] lograron simular la evolución de la fracción transformada para la aleación AA7075 empleando de manera análoga calorimetría diferencial de barrido (*DSC* por sus siglas en idioma inglés) y dicho software. La Figura 3.10 muestra el gráfico de evolución de la fracción de fase transformada reportada en dicha referencia.

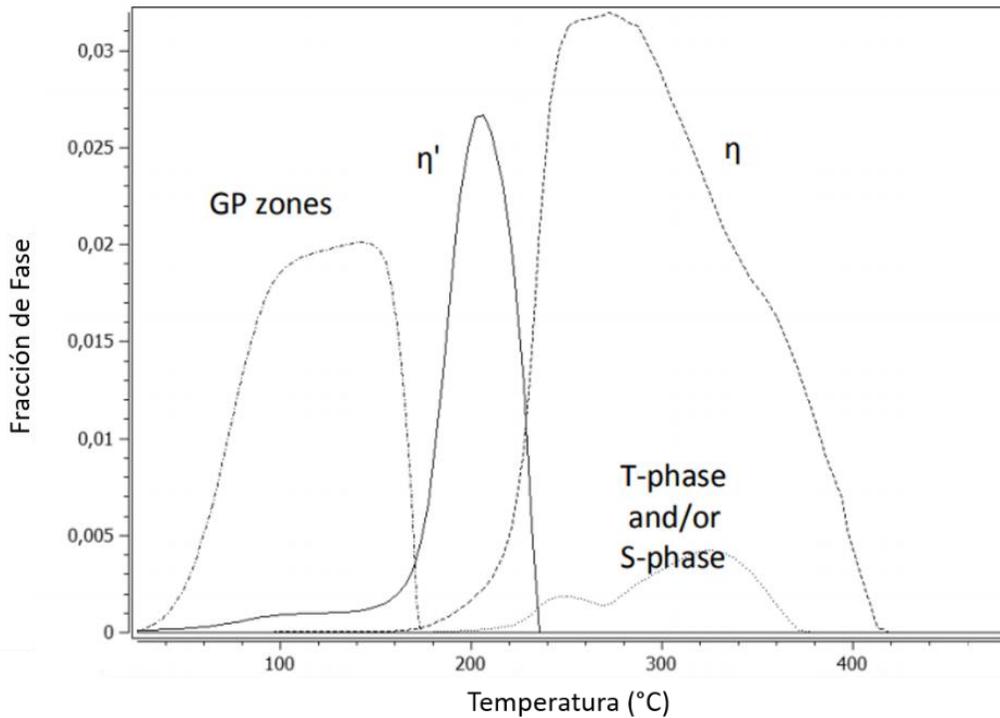


Figura 3.10 Evolución de la fracción de fase transformada, simulada para la aleación AA7075 en función de la temperatura, empleando DSC (5 °C/min). Figura adaptada [75].

El software *THERMO-CALC* fue empleado para la construcción del diagrama de fases de equilibrio de la aleación AA7075. A partir de la composición química nominal reportada en la Tabla 2.1, fue necesario fijar un intervalo de temperaturas de recocido, el cual fue de 0 – 500 °C, obteniéndose las fases de predominancia en función del % en masa de Zinc. La Figura 3.11 muestra el diagrama de fases pseudobinario simulado en *THERMO-CALC* para la aleación AA7075.

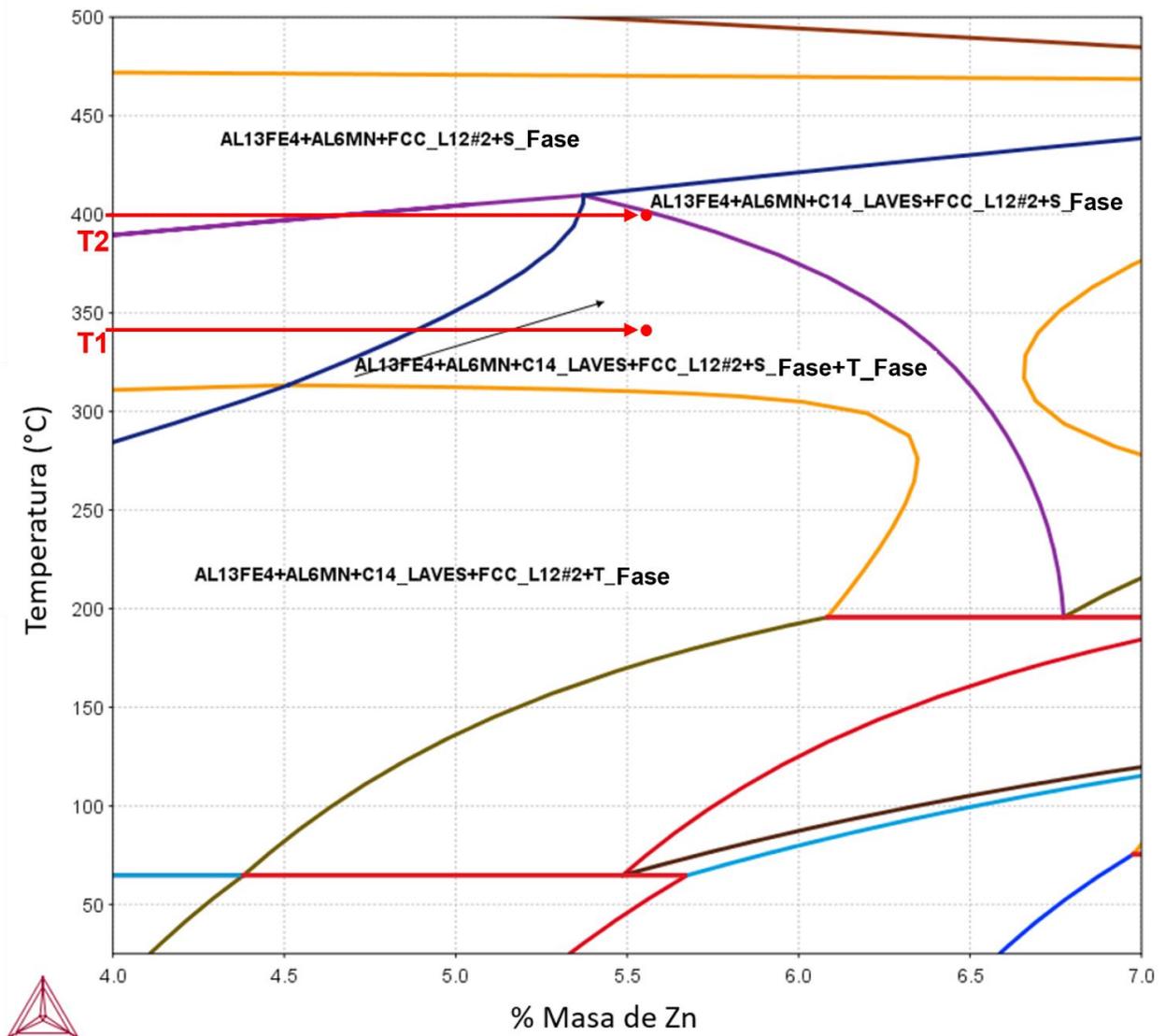


Figura 3.11 Diagrama de fases pseudobinario simulado en *THERMO-CALC*, para la aleación AA7075 utilizada en el presente estudio. Las fases predominantes están en función del contenido de Zinc.

En la Figura 3.11 se indican las fases de predominancia mediante la nomenclatura fijada por el software *THERMO-CALC*. Esta nomenclatura, corresponde a la designación *Strukturbericht* y puede resultar complicada de interpretar para las personas no familiarizadas con la interfaz del software, por lo cual a continuación se describe en la Tabla 3.1 la estequiometría de las fases correspondientes a la nomenclatura usada en la Figura 3.11.

A pesar de que se han reportado trabajos de recristalización estática en aleaciones de aluminio [76], el número de estudios para aleaciones endurecibles por precipitación es reducido, y en particular, la serie 7XXX. Además, hasta el momento no se tiene clara la influencia de los procesos de deformación severa, sobre la recristalización estática de estas aleaciones.

Tabla 3.1 Estequiometría de las fases de interés presentes en el diagrama de fases calculado por *THERMO-CALC*.

Símbolo ( <i>THERMO-CALC</i> )	Fase	Fórmula	Relación (Zn:Mg)
FCC_L12#2	(Al) <sub>α</sub>	-	-
C14_LAVES	η	MgZn <sub>2</sub>	> 2.2
S_PHASE	S	Al <sub>2</sub> CuMg	Zn:Mg = ~2 Cu+Mg = ~4.5 %wt
T_PHASE	T	Al <sub>2</sub> Mg <sub>3</sub> Zn <sub>3</sub>	< 2.2

Nota. La aleación usada en esta tesis posee una relación de Zn:Mg = 2.24 y de Cu+Mg = 4.1 %wt.

En la aleación AA3004 (no endurecible por precipitación), se han reportado estudios minuciosos en cuanto a la cinética de recristalización estática [76], empleando diferentes condiciones de trabajo, tales como: temperatura, deformación efectiva, velocidad de deformación. La Figura 3.12 muestra las curvas de recristalización estática reportadas para la aleación AA3004 bajo diferentes condiciones.

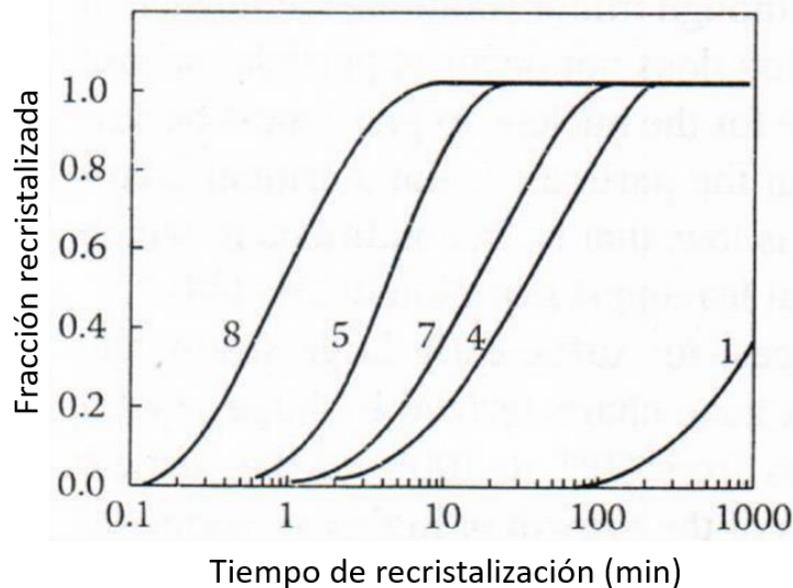


Figura 3.12 Curvas de recristalización estática para la aleación AA3004, donde la curva 1 indica que la muestra fue deformada a 250 °C, 1 s<sup>-1</sup> y recocida a 280 °C; 4 deformada a 400 °C, 1 s<sup>-1</sup>, ε = 8.9, recocida a 400 °C; 5 deformada a 400 °C, 10 s<sup>-1</sup>, ε = 4.4, recocida a 400 °C; 7 deformada a 400 °C, 1 s<sup>-1</sup>, ε = 3, recocida a 400 °C y 8 deformada a 400 °C, 10 s<sup>-1</sup>, ε = 3, recocida a 400 °C [76].

En las aleaciones de aluminio tratables térmicamente, tal como lo es la serie 7XXX y, en particular la AA7075, el fenómeno de recristalización estática llega a ser mucho más complejo, debido a la presencia de precipitados, los cuales pueden modificar la cinética [77-78].

Para la aleación AA7075 se han reportado pocos estudios acerca de la recristalización estática. Tajally y Huda [77] *et al.*, determinaron las curvas de recristalización estática para una placa laminada, con una reducción de 58 ( $\epsilon = 0.86$ ) y 71% ( $\epsilon = 1.24$ ), ambas evaluadas a diferentes temperaturas (185, 225 y 265 °C). Adicionalmente, los mismos investigadores determinaron la energía de activación para la recristalización estática de la aleación AA7075 bajo las condiciones antes descritas, siendo de  $Q = 67 \frac{kJ}{mol}$ . La Figura 3.13 muestra las curvas de recristalización estática reportadas en estos estudios [77].

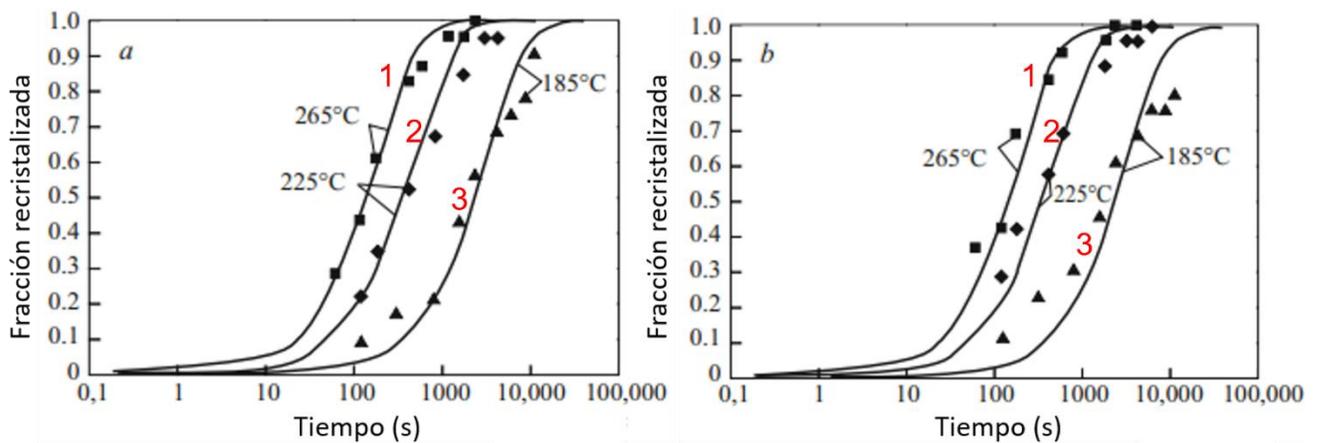


Figura 3.13 Curvas de recristalización estática para la aleación AA7075 con un porcentaje de reducción en frío de 58% (a) y 71% (b), los puntos son datos experimentales a la temperatura indicada; líneas sólidas representan líneas ajustadas a los puntos experimentales [77].

De manera similar, Souza *et. al* [78] determinaron las curvas de recristalización estática de una placa de la aleación AA7075, con una reducción en espesor de 45% ( $\epsilon = 0.59$ ) y 75% ( $\epsilon = 1.38$ ), respectivamente. Las curvas fueron evaluadas a dos temperaturas: 200 y 250 °C, empleando los modelos de JMAK, Kuhlmann y Austin-Rickett para el cálculo de fracciones recristalizadas. A partir de estos modelos, pudieron determinar los intervalos de tiempo para la recristalización estática, siendo el de Kuhlmann el que mostró el mejor ajuste lineal de acuerdo con su coeficiente de correlación.

En estudios antes descritos [76-78], es notorio que las deformaciones generadas durante el proceso de laminación fueron muy inferiores ( $\epsilon = 0.59$  y  $1.38$ ) con respecto a las obtenidas durante el proceso de *ECAP* llevado a cabo en esta tesis ( $\epsilon = 3$  y  $5$ ). A partir de los resultados antes reportados y, con la finalidad de disminuir los tiempos del tratamiento térmico de recocido indicados en la Figura 3.13, se establecieron las temperaturas de  $340^\circ$  y  $400^\circ \text{C}$  para los tratamientos térmicos de recocido empleados para la determinación de la fracción recrystalizada vía el modelo de Kuhlmann [11-12]. Se seleccionaron dichas temperaturas a fin de garantizar que la fase existente está lo suficientemente por debajo de la temperatura solvus metaestable, pues por encima de ella, la mayoría de las fases serán disueltas y por lo tanto la precipitación será promovida en el enfriamiento, lo que afectará el estudio de la recrystalización debido al endurecimiento que se obtendrá [74]. La Figura 3.14 muestra la zona de las temperaturas establecidas según las fases de predominancia de la Figura 3.11.

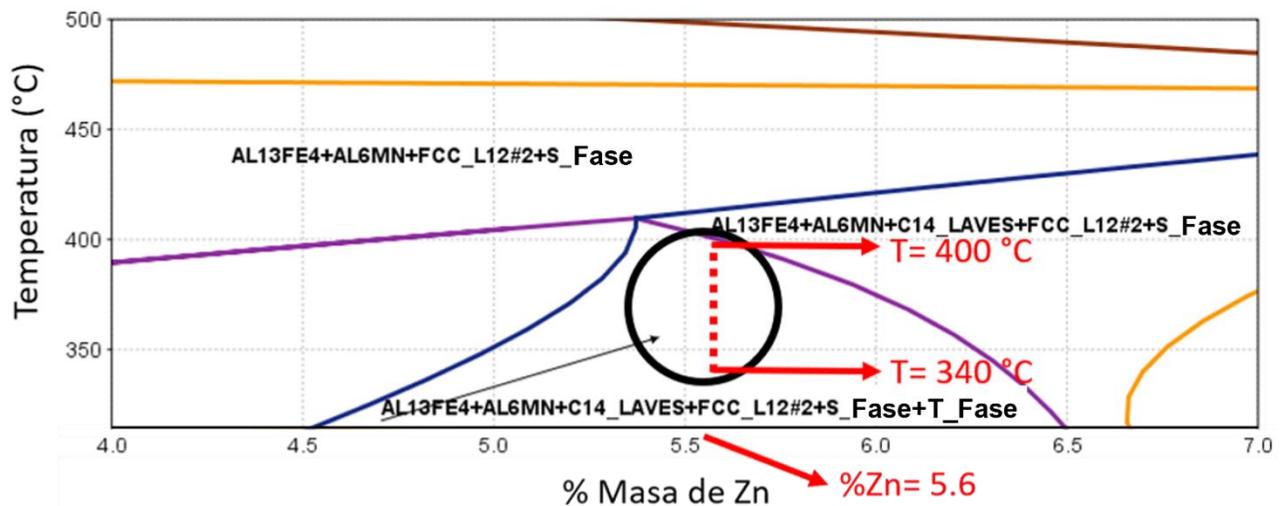


Figura 3.14 Temperaturas de los tratamientos térmicos de recocido, mostradas en función del contenido de Zinc en la aleación (5.6 %).

### 3.3 Análisis y discusión de las curvas de recrystalización estática obtenidas mediante los modelos de Kuhlmann, JMAK y caracterización microestructural vía MO y EDS-MEB

Una vez establecidas las temperaturas y tiempos de recrystalización, se llevaron a cabo los tratamientos térmicos de recocido para la determinación de la fracción recrystalizada, la cual se obtiene del modelo de Kuhlmann [77]. Para esto, se requieren los valores de microdureza de todas las muestras sometidas a los tratamientos de recrystalización (Tabla 3.2).

A partir de los valores de microdureza, se calculó la fracción en volumen recristalizada empleando la ecuación (11) y posteriormente, se construyó el gráfico  $\ln(-\ln(1 - X_V))$  vs  $\ln(t)$  con el fin de determinar los parámetros cinéticos  $k$  y  $n$ , requeridos en el modelo de JMAK. Tales valores de la fracción en volumen recristalizada se muestran en la Tabla 3.3.

Tabla 3.2 Valores de microdureza de las probetas deformadas vía ECAP con 3 y 5 pasos y tratadas térmicamente a 340 y 400 °C.

Muestra	Tiempo (s)	DUREZA (HV)			
		3 pasos de ECAP		5 pasos de ECAP	
		340 °C	400 °C	340 °C	400 °C
0	0	121±1.8	121±1.8	133±2.9	133±0.7
1	25	116±2.1	119±2.6	112±1.7	117±3.1
2	100	104±1.6	113±2.4	106±0.9	105±2.1
3	200	102±1.9	105±1.7	106±1.6	77±1.4
4	300	87±1.5	103±1.6	104±1.1	74±0.7
5	800	80±2.8	92±2	98±2.1	74±0.4
6	1800	79±1.8	70±2.2	94±0.6	72±0.9
7	3000	-	-	-	70±1.2

Tabla 3.3 Valores de fracción en volumen recristalizado, determinados con base en el modelo de Kuhlmann, para las probetas con 3 y 5 pasos y evaluadas a 340 °C y 400 °C, respectivamente.

Tiempo t(s)	$X_V$			
	3p 340 °C	3p 400 °C	5p 340 °C	5p 400 °C
25	0.12	0.04	0.33	0.23
100	0.33	0.18	0.42	0.43
200	0.39	0.31	0.43	0.89
300	0.67	0.35	0.47	0.93
800	0.8	0.57	0.58	0.95
1800	0.82	0.99	0.63	0.98
3000	-	-	-	0.99

Con los parámetros  $k$  y  $n$  obtenidos del gráfico  $\ln(-\ln(1 - X_V))$  vs  $\ln(t)$ , se construyó la curva de recristalización empleando la ecuación (10). Los gráficos correspondientes a las curvas de recristalización con 3 pasos se muestran en las Figuras 3.15 y 3.16. De manera similar, la Figura 3.16 muestra el ajuste lineal de los valores de fracción recristalizada para la determinación de los parámetros cinéticos, así como la curva de recristalización estática determinada para la probeta con 3 pasos, tratada térmicamente a 400 °C.

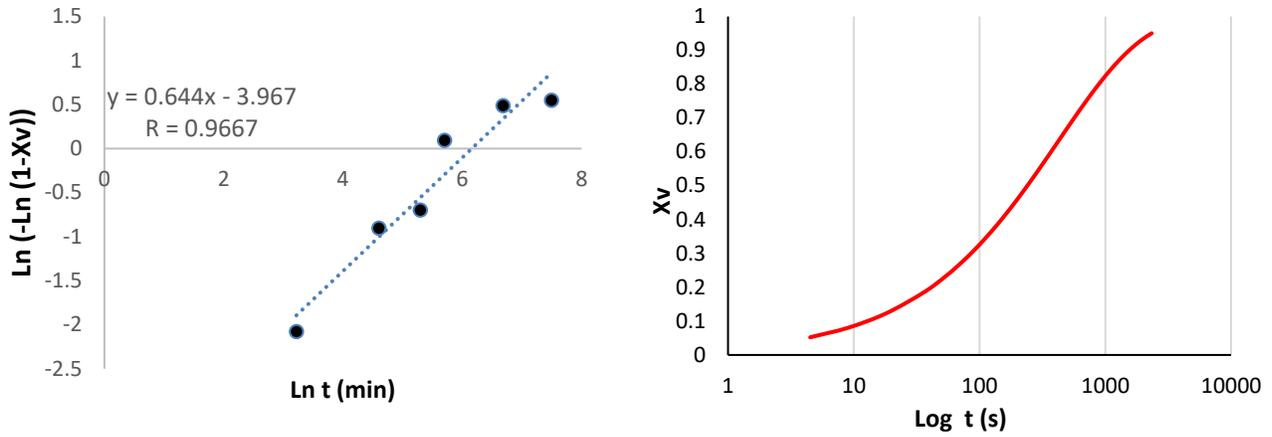


Figura 3.15 Gráfico  $\ln(-\ln(1 - X_V))$  vs  $\ln(t)$  y curva de recristalización para la probeta con 3 pasos a  $T= 340\text{ }^\circ\text{C}$ .

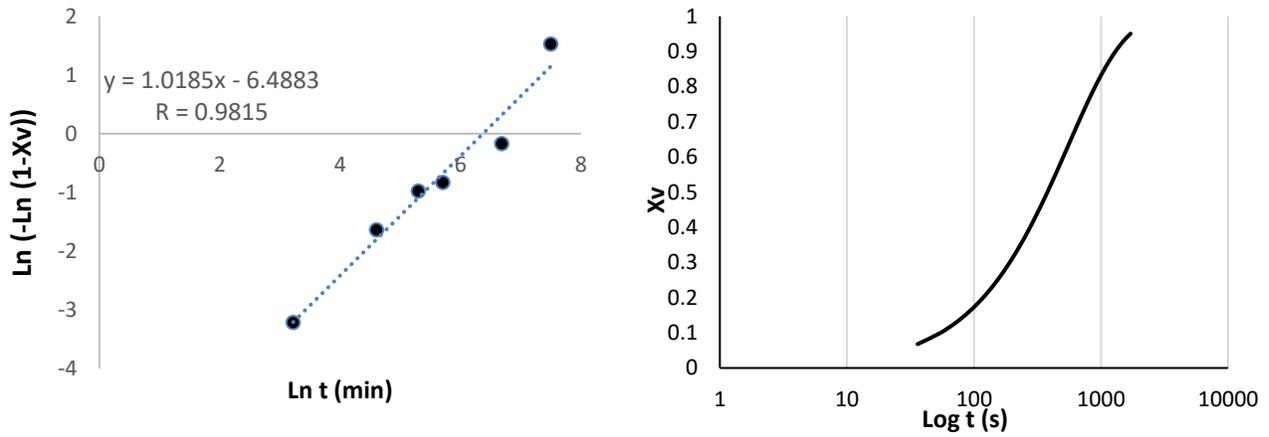


Figura 3.16 Gráfico  $\ln(-\ln(1 - X_V))$  vs  $\ln(t)$  y curva de recristalización para la probeta con 3 pasos a  $T= 400\text{ }^\circ\text{C}$ .

De forma análoga, las Figuras 3.17 y 3.18 muestran los ajustes lineales de los valores de fracción recristalizada para la determinación de los parámetros cinéticos, así como las curvas de recristalización estática para las muestras con 5 pasos, nuevamente tratadas a 340 y 400°C.

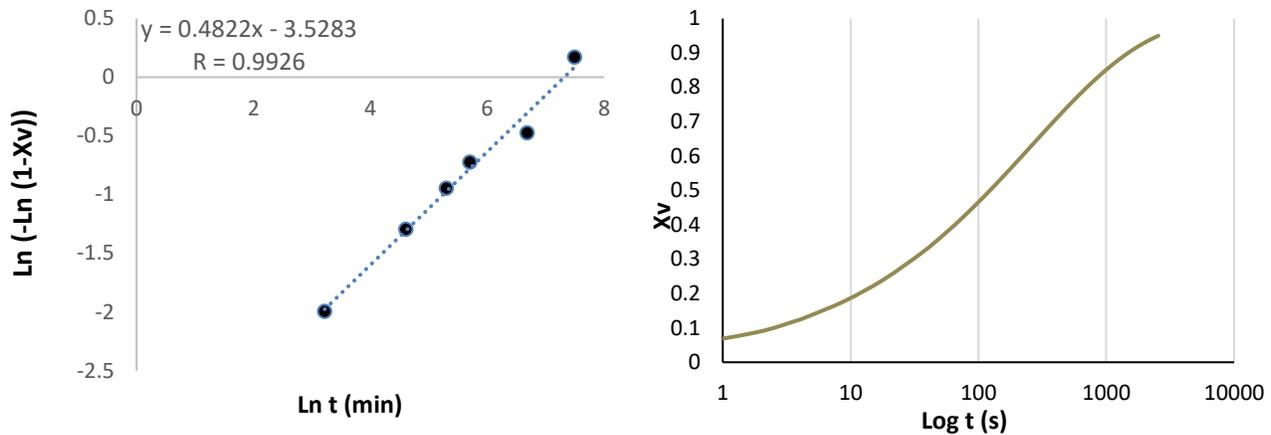


Figura 3.17 Gráfico  $\ln(-\ln(1 - X_V))$  vs  $\ln(t)$  y curva de recristalización para la probeta con 5 pasos a  $T= 340\text{ }^\circ\text{C}$ .

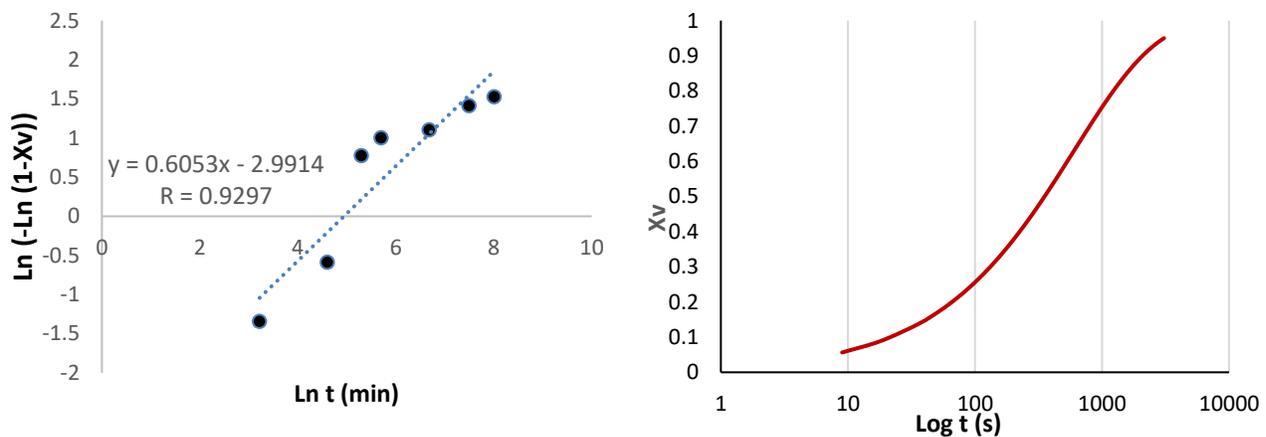


Figura 3.18 Gráfico  $\ln(-\ln(1 - X_V))$  vs  $\ln(t)$  y curva de recristalización para la probeta con 5 pasos a  $T= 400\text{ }^\circ\text{C}$ .

La Tabla 3.4 presenta los valores del exponente del orden de reacción  $n$ , determinados a partir de los ajustes lineales de los valores de fracción recristalizada.

Tabla 3.4 Valores del exponente de “ $n$ ” del modelo de JMAK determinados experimentalmente.

Parámetro	3 pasos ECAP		5 pasos ECAP	
	340 °C	400 °C	340 °C	400 °C
$n$	0.644	1.0185	0.4822	0.6053
$k$	-3.967	-6.4883	-3.5283	-2.9914

Se observa que los valores de  $n$  están por debajo de la unidad, lo que coincide aproximadamente con los valores reportados por Souza et. al ( $n = 0.52$  y  $0.677$ )[78]. El exponente  $n$  está asociado a los mecanismos de nucleación y crecimiento [44, 77], tal que  $n = n_i + d \cdot n_G$ , donde  $n_i=1$  para una velocidad de nucleación constante y 0 para la ausencia de nucleación [44],  $d$  es la dimensión de crecimiento, y  $n_G=0.5$  para el crecimiento controlado por difusión y 1 por la intercara [44].

Hay que tener en cuenta que un valor dado del exponente de JMAK no suele estar asociado unívocamente a un tipo determinado de mecanismo de nucleación y crecimiento, sino a varias combinaciones de tipo de nucleación (homogénea o heterogénea; o sitio saturado, o continuo, con aumento de o tasa de nucleación constante o decreciente, etc.) [44] y el crecimiento (1D, 2D o 3D; o dominado por la difusión o por la interfaz, etc.) [44] puede resultar en el mismo valor del exponente de JMAK. De forma global, el exponente  $n$  indica que:  $1 \leq n \leq 2$  crecimiento en una dirección (1D),  $2 \leq n \leq 3$  crecimiento en 2D y  $3 \leq n \leq 4$  crecimiento en 3D [70], lo que sugiere que el tipo de nucleación presente durante el recocido realizado en esta tesis fue en 1D, es decir, el exponente  $n$  pudo presentar un mecanismo de nucleación y crecimiento combinado [44].

Con el propósito de determinar el efecto que tiene la deformación y temperatura de recocido sobre el parámetro  $n$  del modelo de JMAK, se realizó un análisis comparativo empleando las curvas de recristalización estática mostradas en las Figuras 3.12 y 3.13. A partir de éstas, se estimó la fracción en volumen recristalizado y el parámetro  $n$  a través del gráfico  $\text{Ln}(-\text{Ln}(1 - X_V))$  vs  $\text{Ln}(t)$ , dichos valores se muestran en la Tabla 3.5.

Tabla 3.5 Valores de  $n$  y  $k$  estimados para las aleaciones AA3004 y AA7075.

<b>Aleación</b>	<b>Curva 8</b>	<b>Curva 5</b>	<b>Curva 7</b>	<b>Curva 4</b>	—	—
AA3004 (Figura 3.12)	$n= 0.4804$ $k =-0.6008$	$n= 0.7588$ $k =-3.0363$	$n= 0.8498$ $k =-4.7625$	$n= 0.8664$ $k = -5.4016$		
<b>Aleación</b>	<b>Curva 1a</b>	<b>Curva 2a</b>	<b>Curva 3a</b>	<b>Curva 1b</b>	<b>Curva 2b</b>	<b>Curva 3b</b>
AA7075 (Figura 3.13)	$n= 0.8954$ $k =-5.0879$	$n= 0.9109$ $k =-6.0297$	$n= 0.701$ $k =-6.4598$	$n= 0.9151$ $k =-5.236$	$n= 0.9186$ $k =-6.0848$	$n= 0.7756$ $k =-7.0655$

La curva 1 de la Figura 3.12 no fue considerada ya que para los tiempos de recocido empleados en este estudio, no posee recristalización alguna.

A partir de los valores de  $n$  estimados, es posible afirmar que el parámetro  $n$  incrementa al aumentar la cantidad de deformación, mientras que el valor del parámetro  $k$  disminuye al incrementar la deformación, prueba de ellos son las curvas 4 y 7, ambas con una velocidad de deformación a  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ , recocidas a  $400 \text{ }^\circ\text{C}$  y con una deformación de  $\epsilon = 8.9$  (4) y  $\epsilon = 3$  (7)[76].

De manera similar, se estimó la fracción en volumen recristalizado a partir de las curvas mostradas en la Figura 3.13, tales valores se reportan en la Tabla 3.5.

En general, se puede observar que el valor del parámetro  $n$  incrementa con el aumento de la deformación, mientras que el valor del parámetro  $k$  decrece al aumentar ésta.

A pesar de que la aleación AA3004 (reportada en la Figura 3.12), no es endurecible por precipitación como la AA7075 (reportada en la Figura 3.13), dichas curvas de recristalización permitieron determinar el efecto que tiene la deformación severa sobre las constantes cinéticas  $n$  y  $k$  de la recristalización estática, ya que los estudios de recristalización estática en materiales severamente deformados son pocos [70].

El efecto de la deformación sobre el parámetro  $n$  y  $k$  observado en las Figuras 3.12 y 3.13 puede ser asociado precisamente al efecto del endurecimiento por dispersión, pues como se mencionó anteriormente, las partículas de segunda fase promueven los sitios de nucleación, lo que repercute de manera global en el mecanismo de nucleación y crecimiento de los granos.

Por otro lado, se observa que los valores de  $n$  y  $k$  obtenidos para la aleación AA7075 de esta tesis (Tabla 3.4), difieren a los obtenidos de las aleaciones AA3004 y AA7075 (Tabla 3.5).

La discrepancia entre los valores de  $n$  obtenidos en la aleación AA7075 severamente deformada y la aleación AA3004 [17], puede estar asociado a la presencia de partículas de segunda fase que promueven el endurecimiento en la aleación AA7075 (pues el mecanismo de nucleación y crecimiento puede presentar diversas combinaciones, como las antes mencionadas)[70, 76-78], mientras que para la aleación AA7075 (Figura 3.13), esta discrepancia en los valores  $n$  puede ser atribuida a la diferencia en la cantidad de deformación [70. 76-77].

Al igual que la deformación (en general), la temperatura de recocido también influye sobre la cinética de recristalización estática, pudiendo ser estimada su contribución mediante la siguiente ecuación tipo Arrhenius [77].

$$\tau = Ae^{\frac{B}{T}} \quad (12)$$

Donde [77]:

$\tau$ = Duración del tiempo de recristalización durante el recocido

$T$ = Temperatura de recocido en K

$A$  y  $B$ = Constantes cinéticas del material

Por ejemplo, en los estudios reportados por Souza et. al [78], las curvas de cinética de recristalización estática muestran que para los tiempos de 25 y 1800 s de recocido, a  $T=200\text{ }^{\circ}\text{C}$  y con una deformación  $\varepsilon = 0.6$ , las fracciones recristalizadas corresponden a  $\sim 8\%$  y  $\sim 32\%$ , respectivamente, mientras que las curvas reportadas por Tajally et. al [77], muestran que para los mismos intervalos de tiempo, misma temperatura y con una deformación de  $\varepsilon = 0.86$ , las fracciones recristalizadas corresponden a  $\sim 4\%$  y  $\sim 50\%$ , lo que indica que la cinética recristalización estática fue más rápida para la muestra con mayor deformación, pues el incremento en la deformación favorece los sitios de nucleación [44], así como a la fuerza motriz necesaria para la recristalización [44, 70]. A partir de esto, Tajally et. al [77] corroboraron que la temperatura, en general, acelera la cinética de recristalización estática [70, 77-78].

Las curvas de recristalización obtenidas en la presente tesis (Tabla 3.4) indican que para los intervalos de tiempo de 25 y 1800 s, a  $T=340\text{ }^{\circ}\text{C}$  y con una deformación de  $\varepsilon = \sim 3$  y  $\sim 5$ , las fracciones recristalizadas corresponden a  $\sim 12\%$  y  $\sim 88\%$  para la probeta con 3 pasos y a  $\sim 23\%$  y  $\sim 90\%$  para la de 5 pasos. Finalmente, para éstas mismas condiciones pero a la temperatura de  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ , las fracciones recristalizadas son de  $\sim 5\%$  y  $\sim 92\%$  para la probeta con 3 pasos y  $\sim 8\%$  y  $\sim 80\%$  para la de 5 pasos.

Aun cuando las condiciones de las muestras estudiadas por Souza [78], Tajally [77] y en esta tesis, son diferentes en temperatura y deformación, es posible observar el efecto que éstas tienen sobre las constantes cinéticas de la recristalización estática, pues aunque dichas variables llegan a incrementar la cinética, se observa que en algunos casos ésta tiende a verse relentizada (probeta con 5 pasos a  $T= 400\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), lo cual puede ser atribuido a partículas de segunda fase pero también a impurezas de cobre y cromo, de acuerdo con Souza et. al [78].

Con el propósito de analizar el efecto de la deformación severa sobre la cinética de recristalización estática, se realizaron dos nuevos gráficos, comparando las curvas de recristalización estática evaluadas a diferentes temperaturas, con los mismos números de pasos del proceso de *ECAP* a diferentes temperaturas. La Figura 3.19 muestra dichos gráficos.

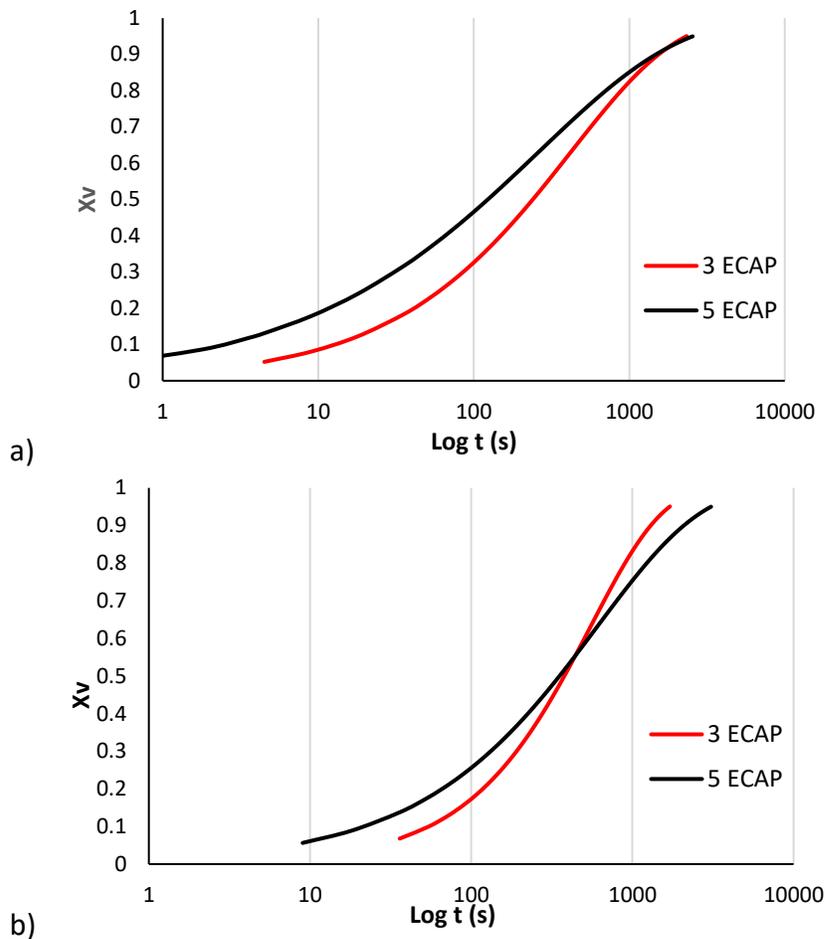


Figura 3.19 Curvas de recristalización estática de las probetas con 3 y 5 pasos, tratadas térmicamente a a) 340 °C y b) 400 °C.

La Figura 3.19 muestra una intersección en las curvas de 3 y 5 pasos en ambos tratamientos de recocido, lo cual fue asociado a la deformación contenida en cada probeta. Esta intersección relaciona parcialmente el efecto que tiene la deformación severa sobre la cinética de recristalización estática, pues al inicio de la curva de recristalización, se observa que la cinética en las muestras con 5 pasos tiende a incrementar, debido posiblemente a la liberación de energía almacenada (etapa de recuperación). Sin embargo, posteriormente ésta cinética disminuye, lo que puede estar asociado a la presencia de precipitados (véase análisis de EDS), pues éstos interfieren en el proceso de recristalización estática mediante el anclaje del límite de grano. [70, 79]. Inicialmente, se esperaba que las curvas de recristalización estática de las muestras deformadas con 5 pasos y tratadas térmicamente a 340 y 400 °C, estuvieran desplazadas hacia tiempos menores respecto a las de 3, no obstante, el fenómeno de anclaje del límite de grano llega a modificar dicha cinética [70].

Por ejemplo, en la Figura 3.19a y 3.19b, se observa una tendencia inicial por parte de las muestras con 5 pasos de *ECAP*, de mostrar una cinética más rápida con respecto a las muestras con 3 pasos. Lo anterior puede ser atribuido a que las muestras con 5 pasos de *ECAP*, al tener una deformación mayor, poseen una mayor cantidad de defectos cristalinos (principalmente dislocaciones), en comparación con las muestras de 3 pasos, lo que se traduce en un incremento en la energía almacenada y que, durante el subsecuente tratamiento térmico de recocido, sirve como fuerza motriz para la recristalización [77]. Sin embargo, al incrementar el tiempo de recocido, se observa un cambio en la cinética de recristalización en las curvas con 5 pasos de *ECAP*. Este cambio en las curvas de recristalización, puede ser asociado a que al inicio de la recristalización, las regiones de alta energía tienden a ser consumidas o recuperadas rápidamente (zonas con altas densidades de dislocaciones), sin embargo, a medida que esta energía va utilizándose por el proceso de recristalización, la cinética tiende a disminuir, siendo la energía interfacial de los límites de grano la que ahora controla a la recristalización [80]. Un segundo elemento por considerar es que, durante el proceso de *ECAP*, las partículas de segunda fase ( $\eta$ ,  $S$  y  $T$ , en este estudio) pueden llegar a fragmentarse durante el refinamiento de grano [70] y por tanto, pueden retardar e incluso a inhibir el proceso de recristalización [70, 80].

### **3.4 Caracterización de la microestructura vía MO y MEB**

Las muestras fueron, antes y después del proceso de *ECAP* (con las diferentes temperaturas y tiempos de recocido), analizadas vía microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido para determinar la composición química aproximada de las partículas de segunda fase, siendo  $(Al)_\alpha$ ,  $\eta$  y  $T$  las presentes al finalizar la etapa de pre-tratamiento, de acuerdo con la simulación vía *THERMO-CALC*. Inicialmente se realizó la caracterización microestructural en el material de partida (AA7075-T651). Dicha caracterización se llevó a cabo en las direcciones longitudinal y transversal, los resultados se muestran en la Figura 3.20. La Figura 3.20a muestra el patrón de flujo característico del proceso de extrusión convencional, lo que puede identificarse mediante las líneas de flujo del material, en las cuales se observan a los granos elongados, mientras que la Figura 3.20b muestra la microestructura de los granos equiaxiados en la dirección transversal. Con el fin de conocer el efecto del pre-tratamiento sobre la morfología de los granos reportada en la Figura 3.20, se caracterizó su microestructura mediante MO.

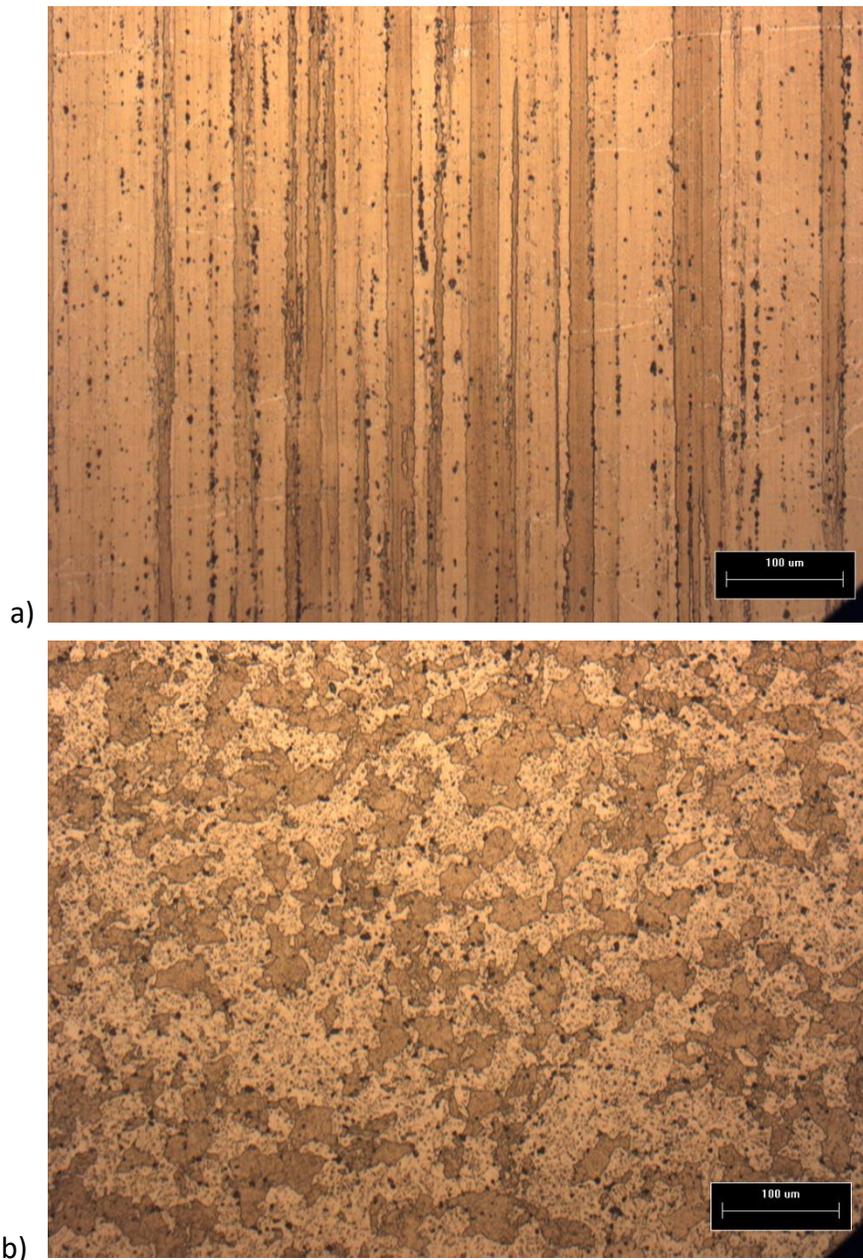


Figura 3.20 Micrografías de la microestructura del material de partida (AA7075-T651) obtenidas por microscopía óptica: a) en dirección longitudinal y b) en dirección transversal. Nota. En todas las muestras pre-tratadas térmicamente, las fases presentes son:  $(Al)_\alpha$ ,  $\eta$  y  $T$ .

La Figura 3.21a muestra la microestructura en la dirección longitudinal, donde se observan los granos elongados y exhibe un aumento aparente del tamaño de grano respecto a la 3.20a. Este fenómeno puede ser atribuido a que, durante el pre-tratamiento térmico, existió una disminución de la energía interfacial en los límites de grano debido al incremento de la temperatura [70]. La Figura 3.21b muestra una microestructura muy similar en la morfología de los granos, respecto a la Figura 3.20b, siendo el cambio principal en las Figuras 3.20a y 3.21a.

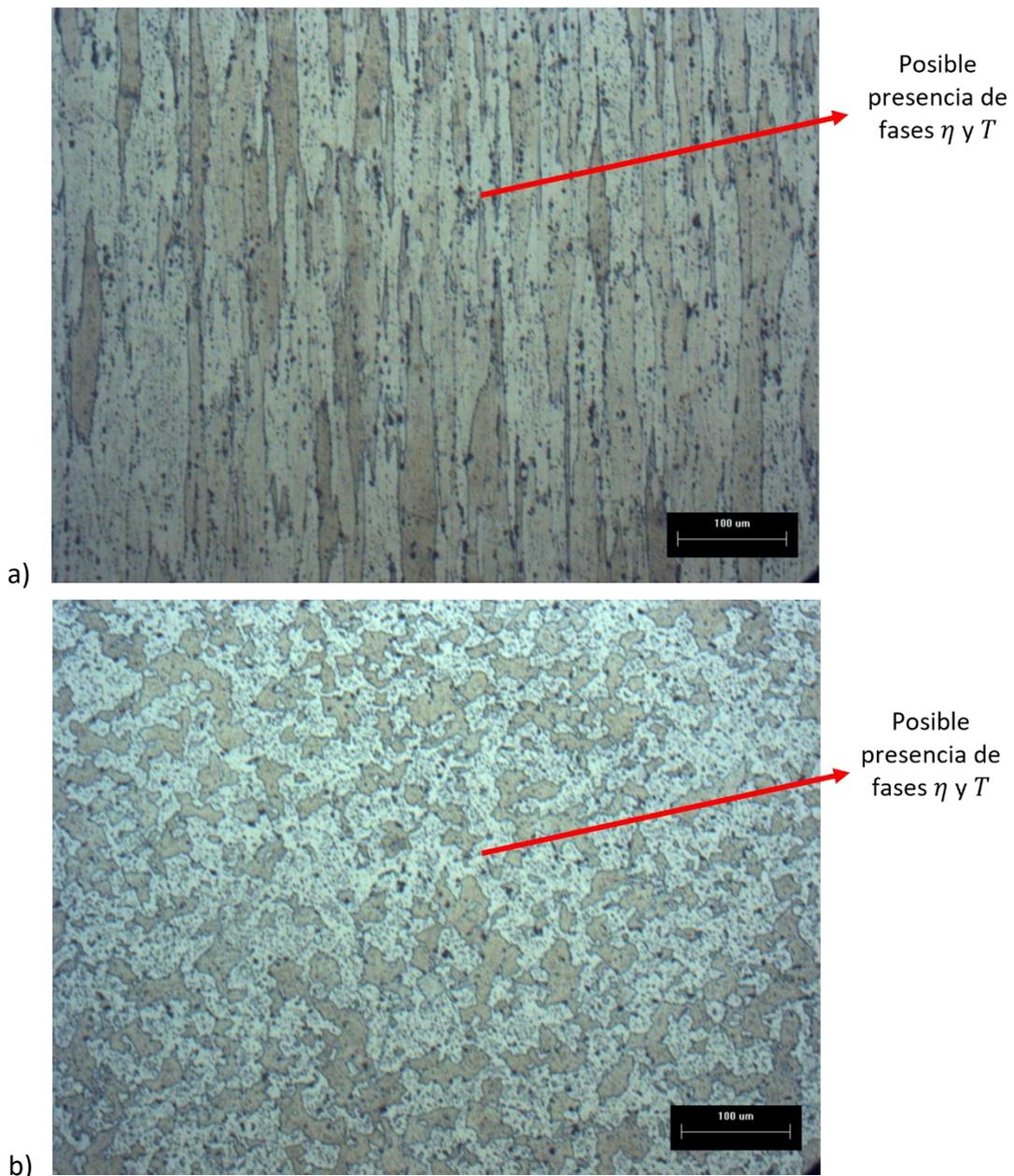


Figura 3.21 Micrografías de la microestructura del material con pre-tratamiento térmico, obtenidas por microscopía óptica: a) en dirección longitudinal y b) en dirección transversal.

Finalizada la etapa del pre-tratamiento y después de 3 y 5 pasos del proceso de *ECAP*, se realizó una caracterización microestructural mediante MO para examinar el efecto del tratamiento térmico de recocido en las muestras deformadas vía *ECAP*. Las micrografías serán analizadas y discutidas en función de las temperaturas de recristalización. Las Figuras 3.22. 3.23 y 3.24, presentan las micrografías de MO de las probetas deformadas vía *ECAP* con 3 y 5 pasos, y tratadas térmicamente a 340 °C a diferentes tiempos.

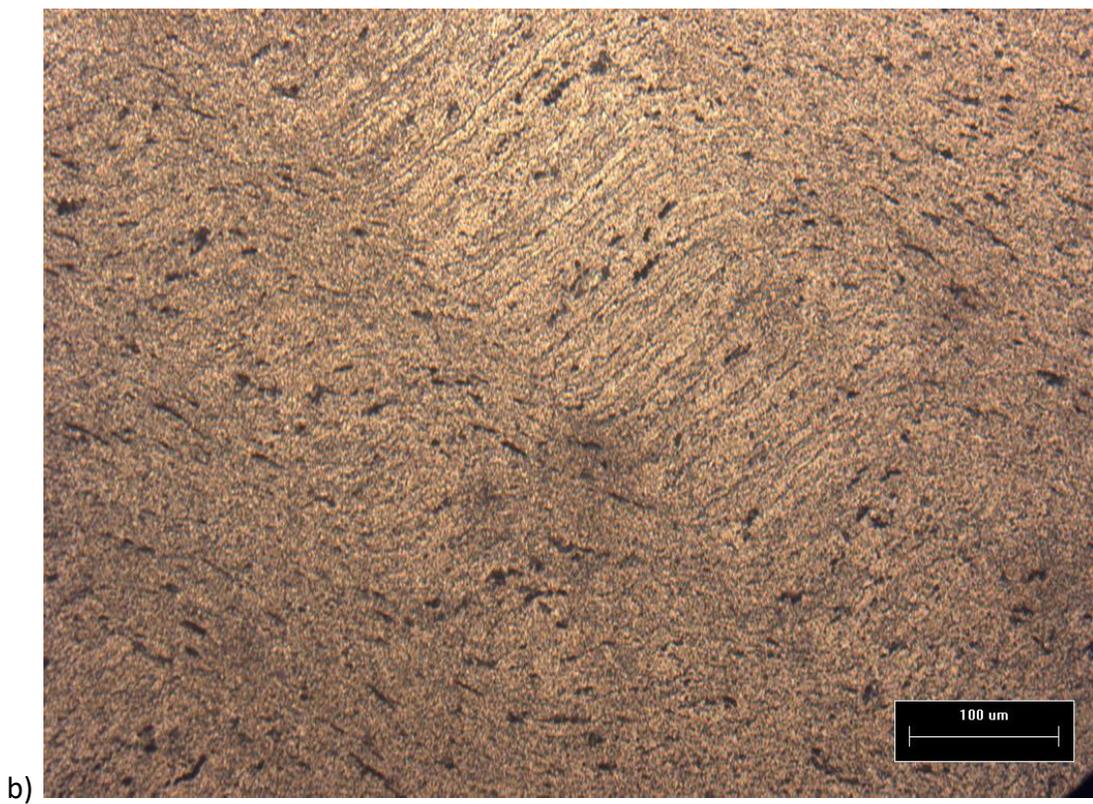
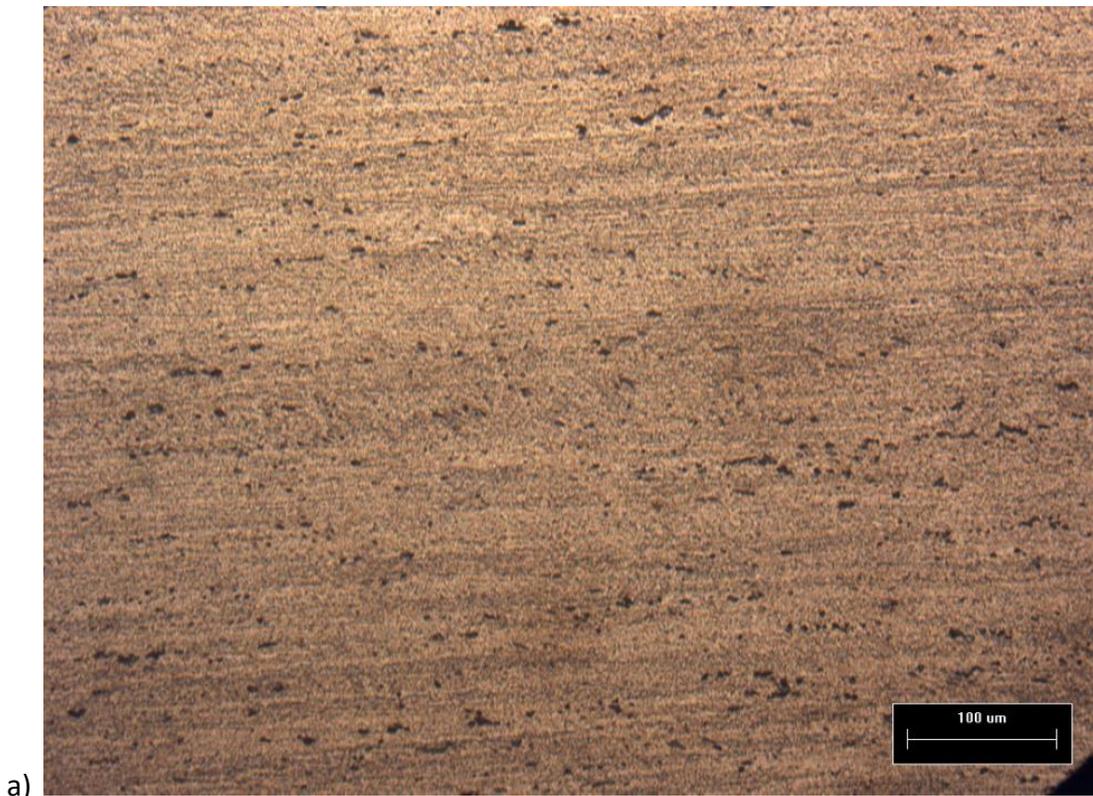


Figura 3.22 Micrografías de MO para las muestras de *ECAP* recocidas a 340 °C durante 25 s.  
Donde: a) 3 y b) 5 pasos, ambas en dirección longitudinal.

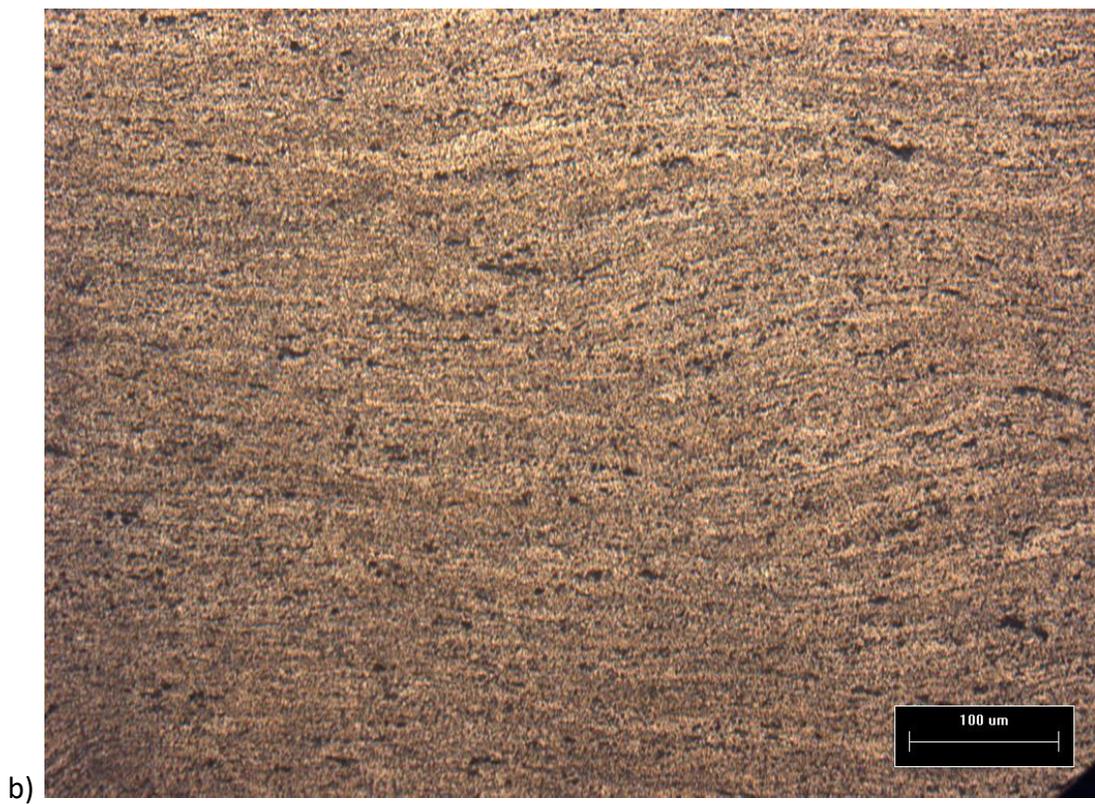
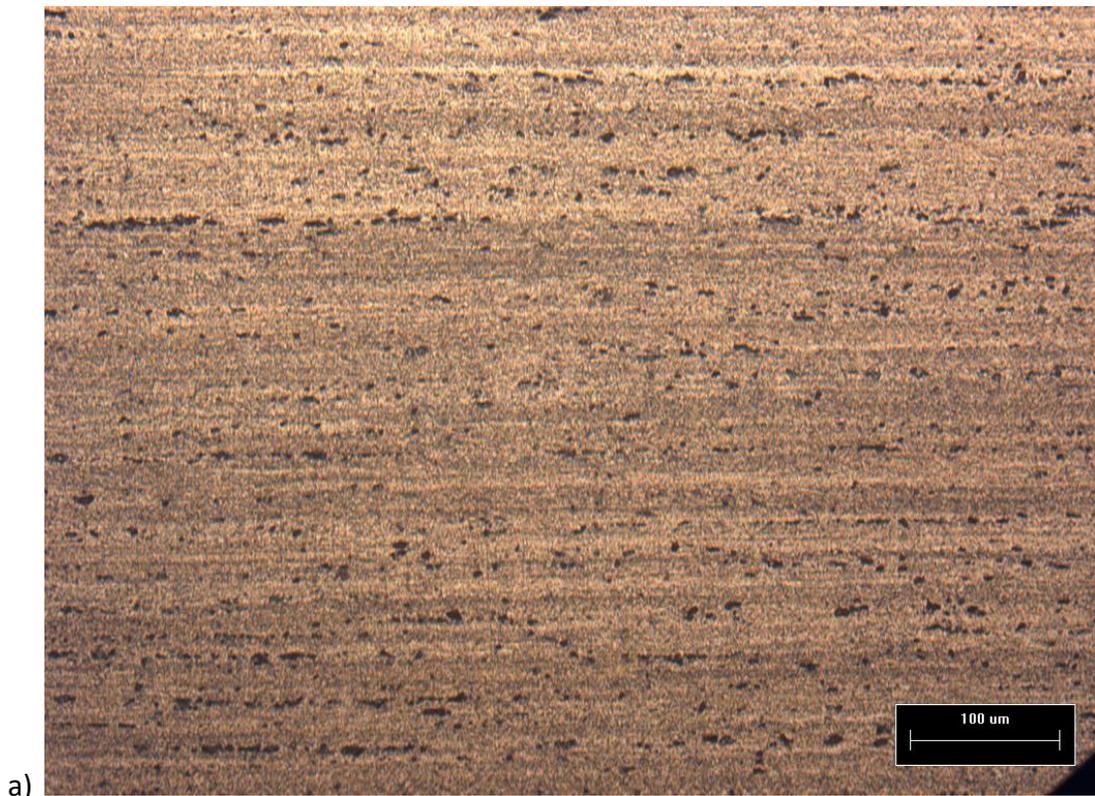


Figura 3.23 Micrografías de MO para las muestras de *ECAP* recocidas a 340 °C durante 200 s. Donde: a) 3 y b) 5 pasos, ambas en dirección longitudinal.

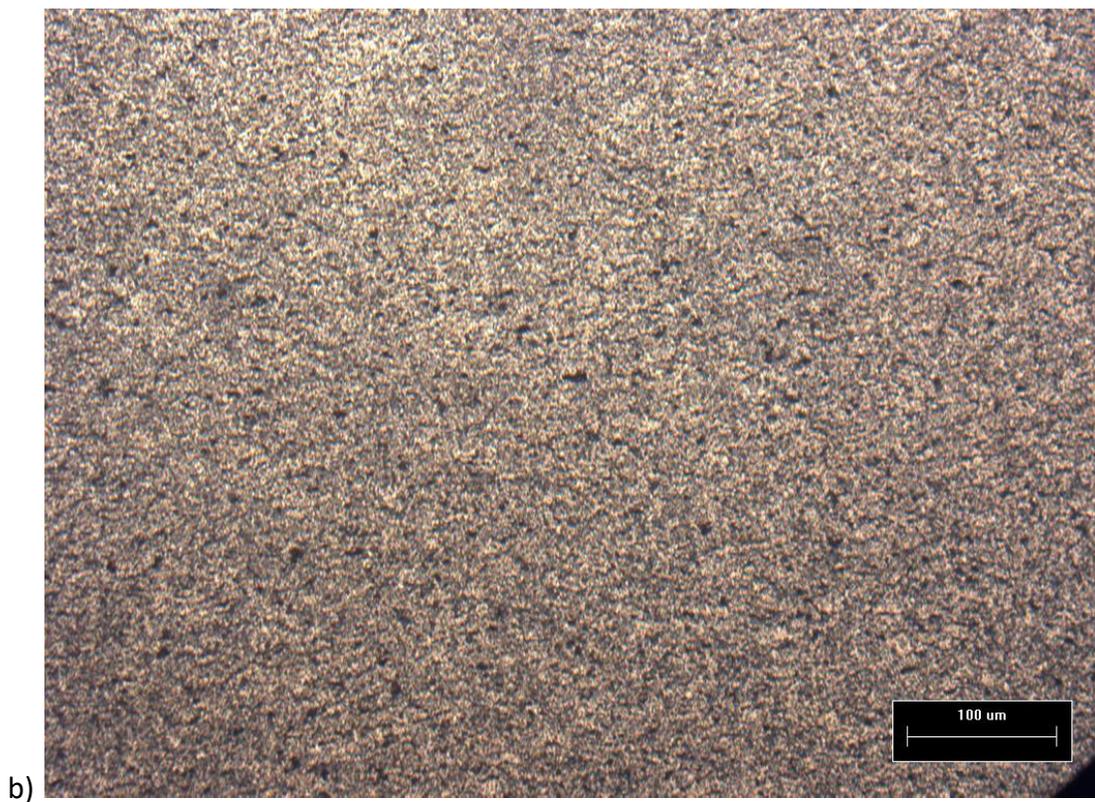
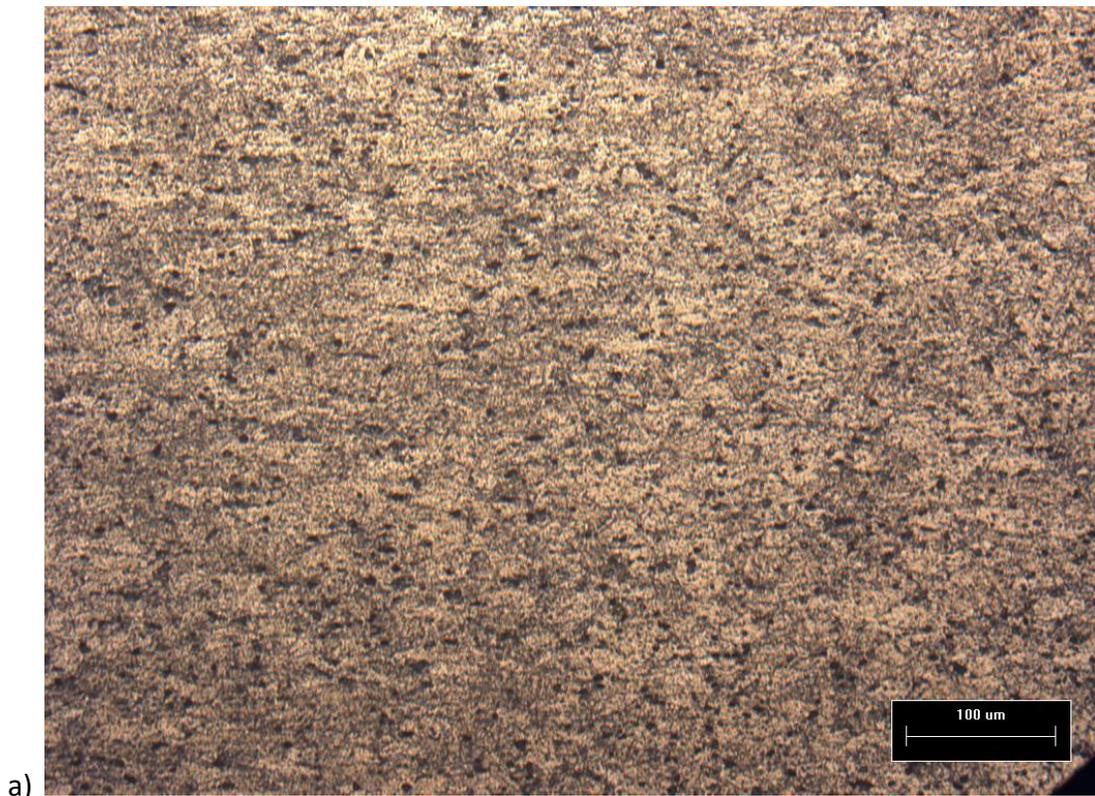


Figura 3.24 Micrografías de MO para las muestras de *ECAP* recocidas a 340 °C durante 1800 s. Donde: a) 3 y b) 5 pasos, ambas en dirección longitudinal.

Las Figuras 3.22a y 3.22b exhiben las micrografías de las muestras con 3 y 5 pasos de *ECAP* con tratamiento térmico de recocido durante 25 s. Aún se observan las líneas de flujo del material, generadas durante el proceso. La Figura 3.22a (3 pasos), muestra un flujo continuo, mientras que la 3.22b (5 pasos) muestra un patrón escalonado, lo cual indica una discontinuidad del flujo plástico [53, 93], debido a la deformación causada en el plano de corte que se forma en la intersección de los canales del dado, lo cual provoca que en cada rotación de la muestra siguiendo la ruta  $B_C$ , dicho plano también adquiera una nueva orientación. Estas rotaciones continuas del material durante el procesamiento promueven que, al incrementar la deformación de 3 a 5 pasos, las zonas con deformación heterogénea comienzan a aumentar. Las líneas de flujo mostradas en la Figura 3.22b, también pueden ser explicadas a través del análisis inicial llevado a cabo en el software *DEFORM 3D*, en donde se observó una mayor discrepancia en deformación para la probeta con 5 pasos.

Al incrementar a 200 s el tiempo del tratamiento, el patrón de flujo ya no es tan perceptible, siendo el cambio más evidente en la muestra de 5 pasos, en donde se muestra una atenuación del patrón escalonado.

Por último, al alcanzar los 1800 s del tratamiento, ambas micrografías muestran una morfología de los granos completamente equiaxiales, lo que señala que el material está muy próximo a un estado de mínima dureza y a una recristalización completa. Aparentemente, el tamaño de grano en la muestra de 5 pasos es más fino que en la de 3, lo que puede ser atribuido a una mayor velocidad de nucleación de los granos debido a la mayor cantidad de defectos cristalinos en la muestra de 5 pasos. Vale la pena agregar que en todas las micrografías se observan partículas de 2ª fase en un contraste oscuro y claro. Más adelante se discutirá el origen de dichas fases y su probable influencia en la recristalización observada.

En las Figuras 3.25, 3.26 y 3.27 se presentan las micrografías correspondientes a las muestras con 3 y 5 pasos, tratadas térmicamente a 400 °C, empleando los mismos tiempos de recocido.

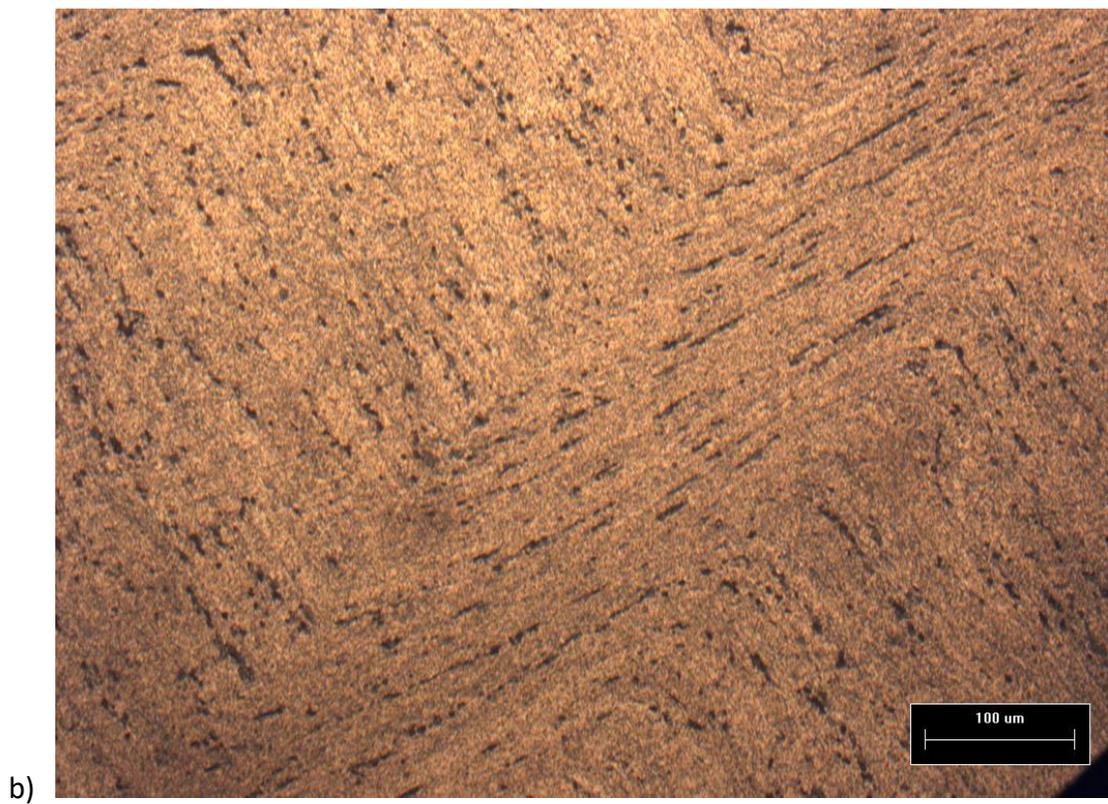
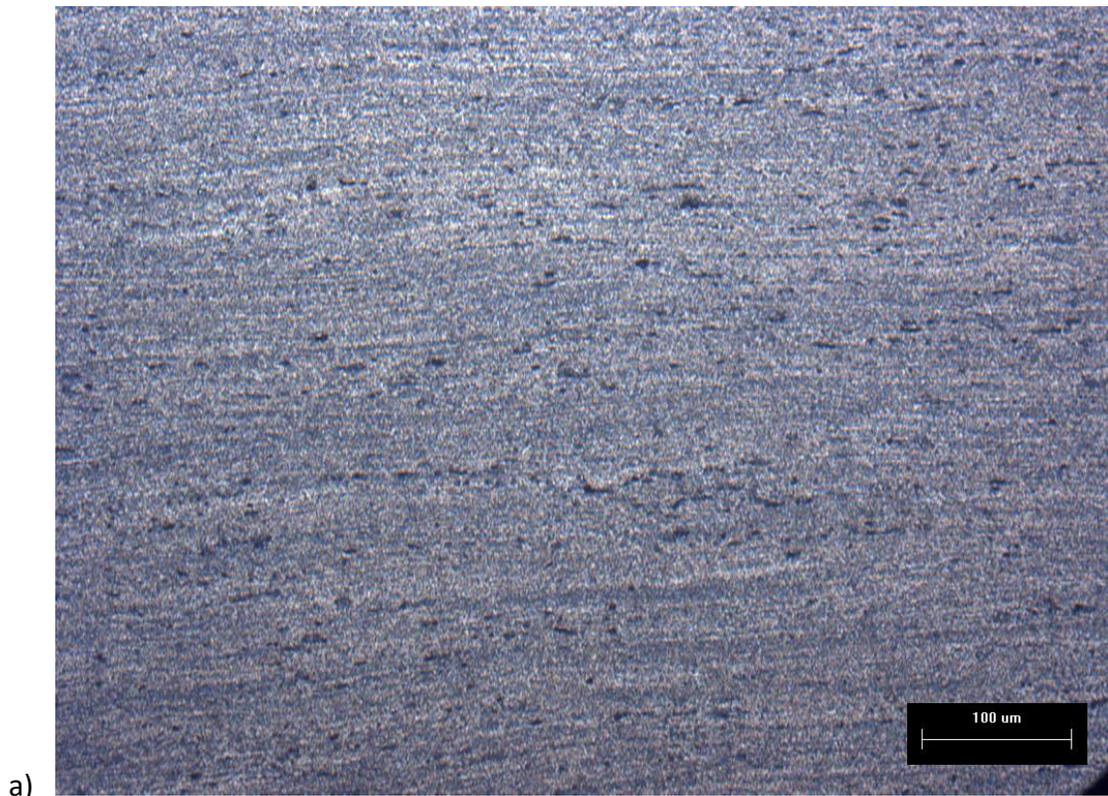


Figura 3.25 Micrografías de MO para las muestras de *ECAP* recocidas a 400 °C durante 25 s. Donde: a) 3 y b) 5 pasos, ambas en dirección longitudinal.

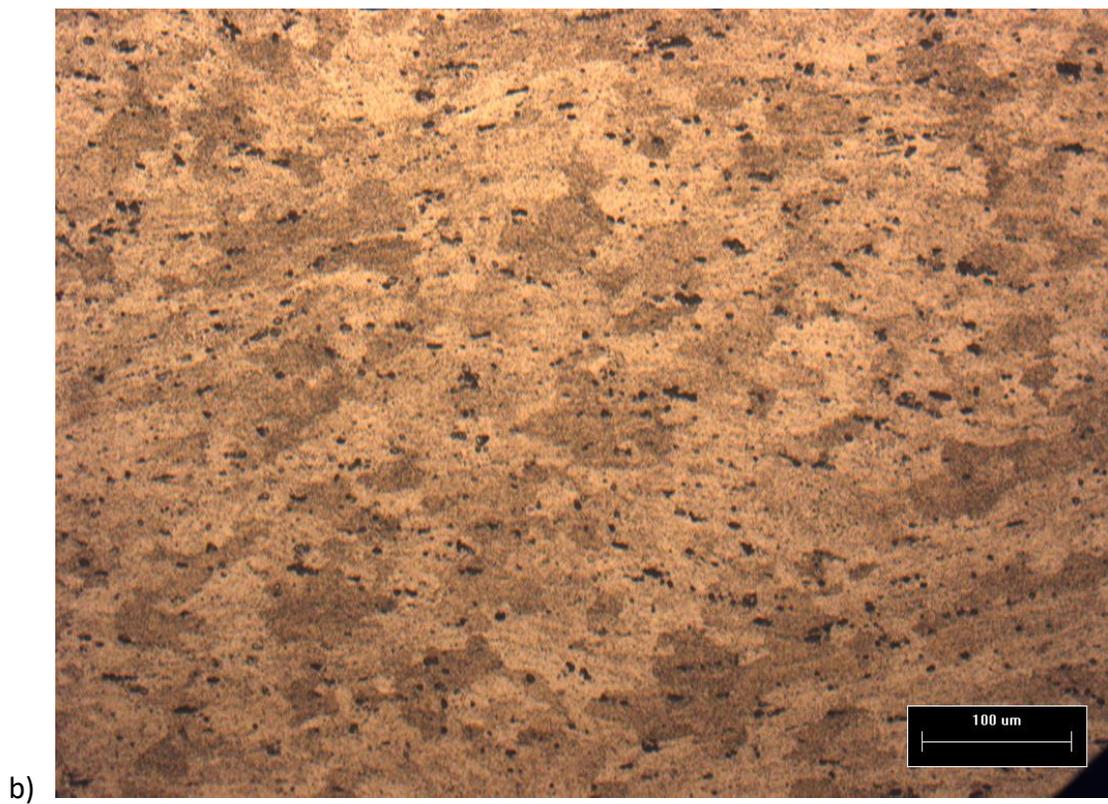
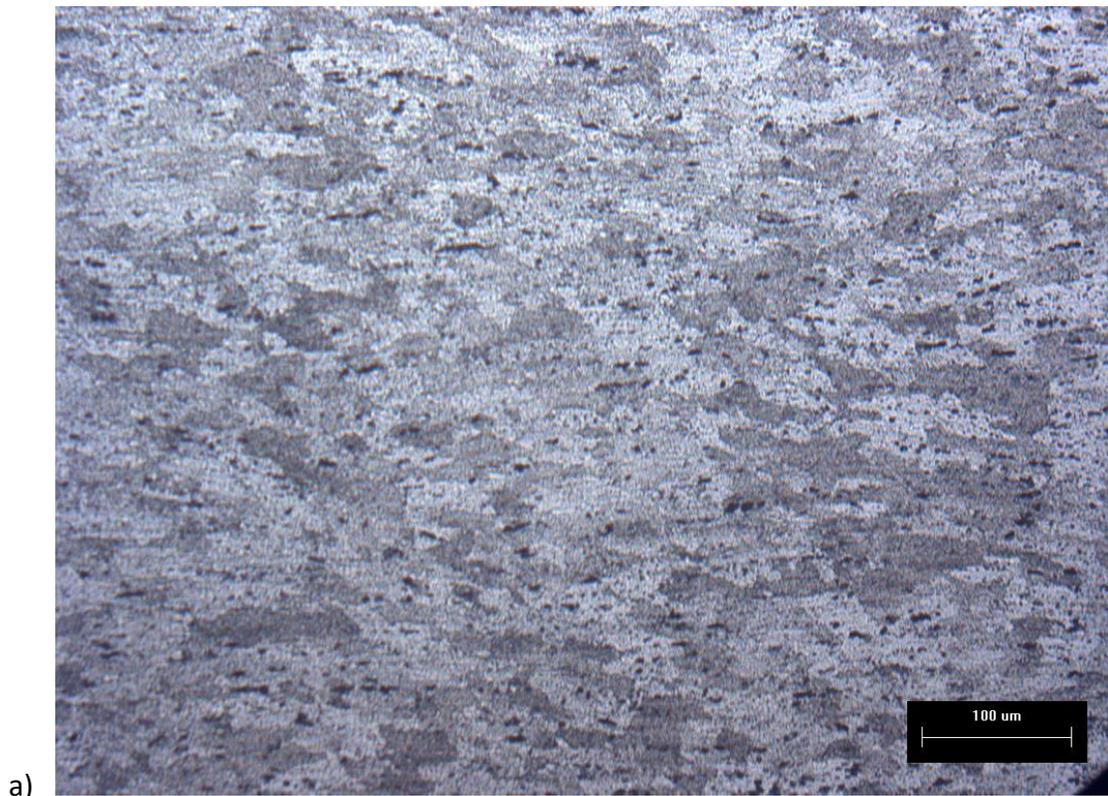


Figura 3.26 Micrografías de MO para las muestras de *ECAP* recocidas a 400 °C durante 200 s. Donde: a) 3 y b) 5 pasos, ambas en dirección longitudinal.

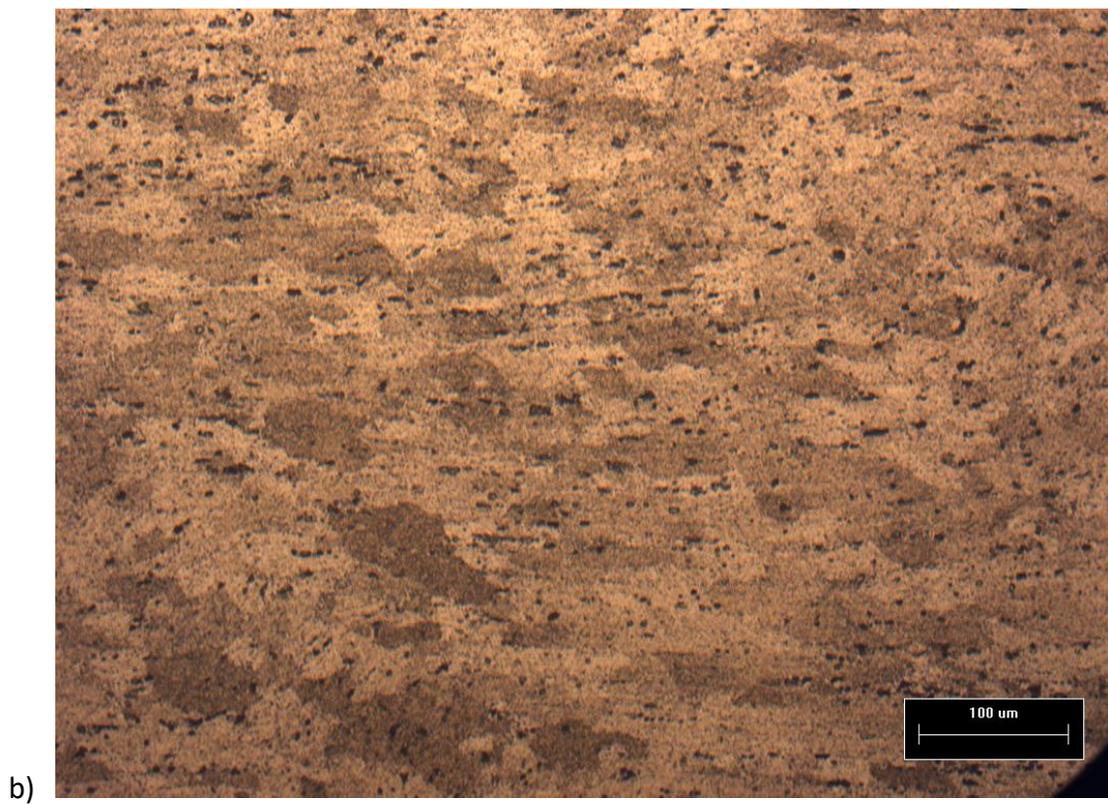
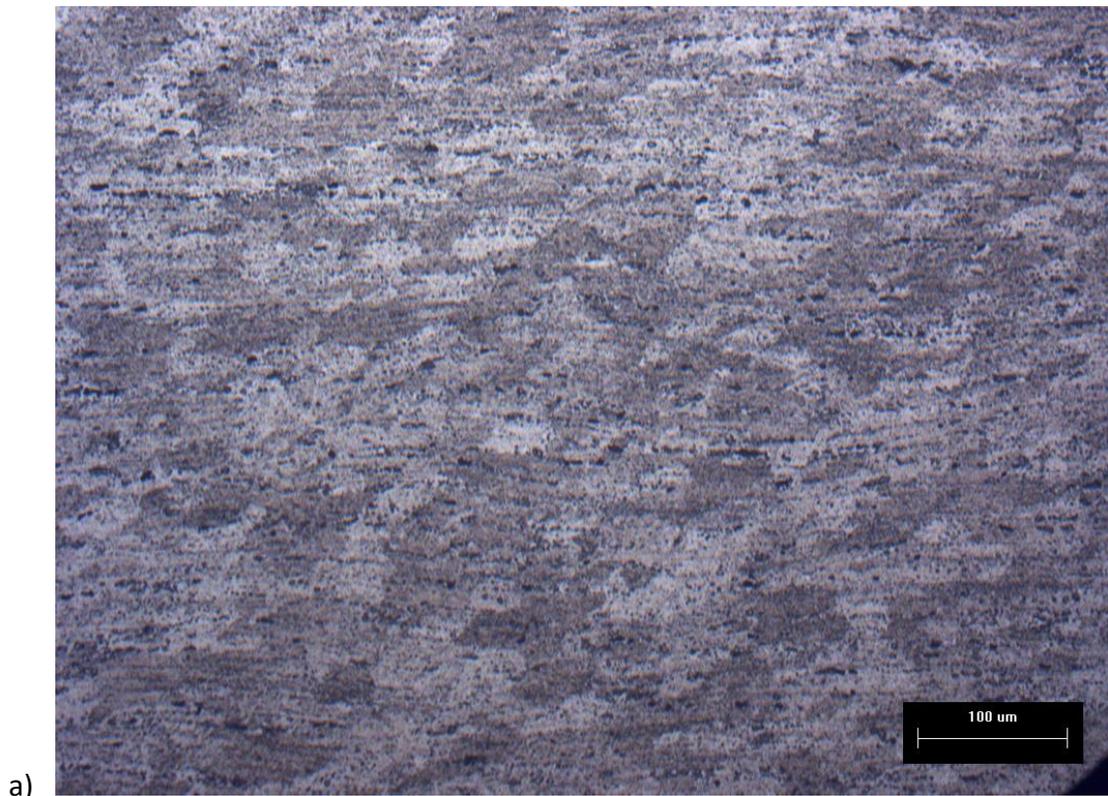


Figura 3.27 Micrografías de MO para las muestras de *ECAP* recocidas a 400 °C durante 1800 s. Donde: a) 3 y b) 5 pasos, ambas en dirección longitudinal.

Inicialmente, se muestran las micrografías para el intervalo de 25 s, en dónde se observa la presencia de las líneas de flujo en la Figura 3.25(a y b) y el patrón escalonado descrito en la figura 3.22b. Al incrementar el tiempo de tratamiento a 200 y 1800 s, las líneas de flujo y el patrón escalonado del material ya no son visibles y se observa una microestructura con morfología equiaxiada, característica de un material recristalizado en ambas muestras. Lo anterior es congruente con una cinética de recristalización más rápida a la temperatura de 400 °C, determinada en la sección 3.3. Cabe mencionar que, aun cuando las micrografías muestran a los granos con una morfología cercana a la equiaxiada, las partículas de segunda fase podrían estar afectando la cinética de recristalización y el crecimiento de estos granos, ya que la fracción y distribución de éstas afectan dicho fenómeno [80], ésta idea será retomada durante la discusión del análisis de las segundas fases mediante EDS.

Por la razón anterior, se caracterizaron las partículas de segunda fase comparando la cantidad y composición de fase obtenida en la simulación *THERMO-CALC* y aquella obtenida por Espectroscopía por Dispersión de Energía (*EDS*) en las muestras tratadas.

Debido a los diversos tratamientos térmicos llevados a cabo en las muestras de la aleación AA7075, es necesario determinar que fases hay presentes al finalizar cada uno de ellos, así como la cantidad de éstas. Las cantidades en fase simuladas se muestran en función de la temperatura del tratamiento térmico aplicado, a fin de conocer la evolución de estos valores. El resumen de los valores obtenidos se muestra en la Tabla 3.6.

Tabla 3.6 Cantidad en fase (% Fracción en volumen) simulada en función de la temperatura del tratamiento térmico.

Proceso		Fases			
Etapas	Tratamiento térmico	$(Al)_\alpha$	$\eta_{Equilibrio}$	<i>S</i>	<i>T</i>
Pre-tratamiento	Solubilizado (450 °C)	96.21%	-	0.62%	-
	Reversión (215 °C)	89.35%	4.30%	-	2.63%
Recristalización	Recocido (340 °C)	92.36%	1.04%	0.55%	2.40%
	Recocido (400 °C)	94.48%	0.47%	1.22%	0.33%

El balance de las fases no es igual al 100%, debido a que no se consideraron fases con una cantidad menor al 1% de fracción en volumen en los resultados de la simulación a excepción de las fases  $\eta$ , *S* y *T* ya que estas fases promueven el endurecimiento de la aleación AA7075 [17, 81].

Para comprobar la composición de las fases predichas por el software *THERMO-CALC* con las determinadas experimentalmente, se analizó vía *EDS-MEB* la composición química de los elementos presentes en cada fase, y se comparó con la composición estequiométrica nominal mostrada en la Tabla 3.1 para identificar que fases están presentes al final de los tratamientos termomecánicos. Los resultados obtenidos del análisis químico vía *EDS* se muestran a continuación.

Con el objetivo de comparar el cambio en composición química para las fases presentes en las muestras con 3 y 5 pasos de *ECAP*, los análisis de *EDS* serán presentados en función de la temperatura de recocido.

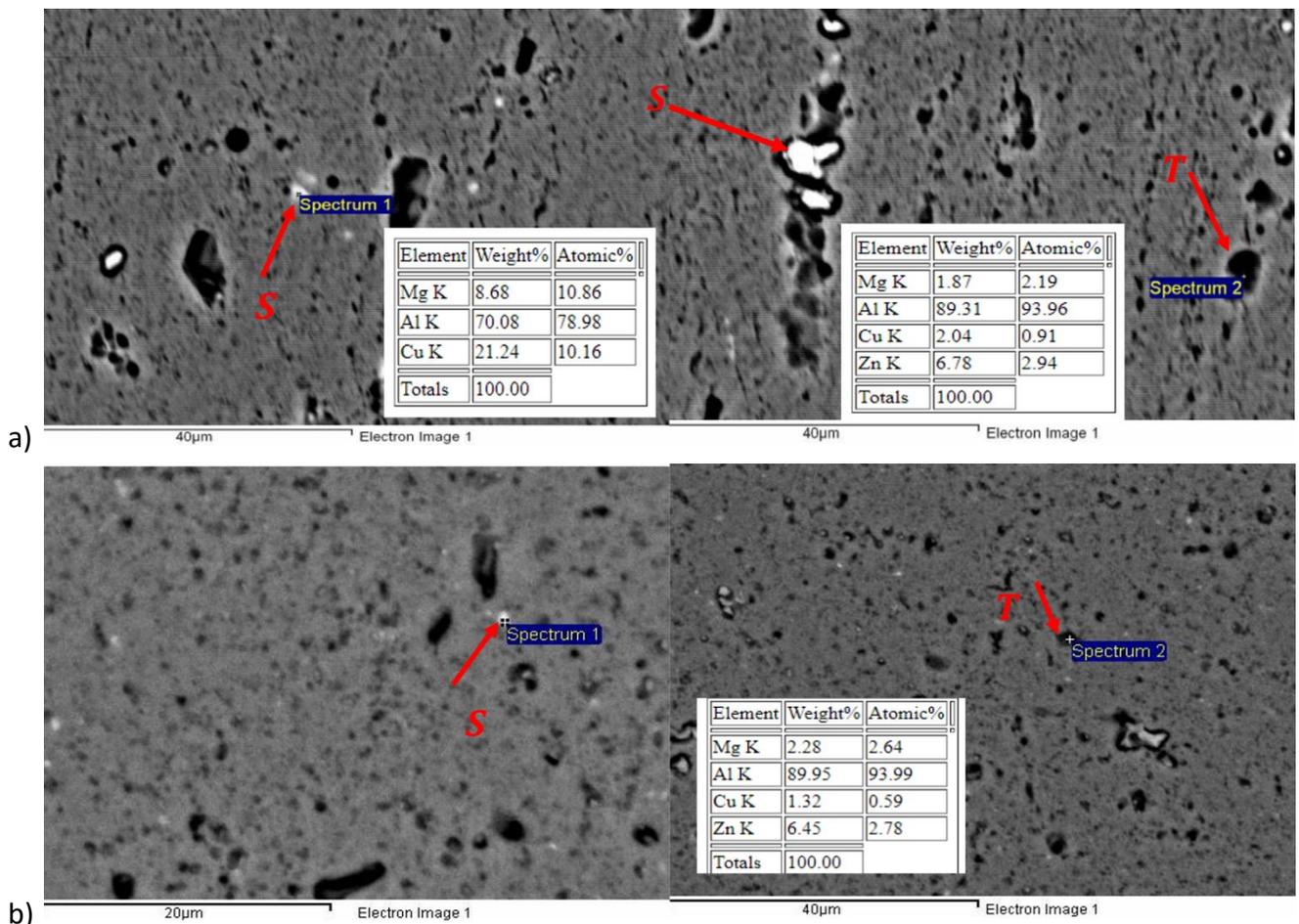


Figura 3.28 Micrografías de MEB y análisis químico vía *EDS* realizado en las muestras deformadas por *ECAP* con (a) 3 y (b) 5 pasos, y recocidas a  $T=340^{\circ}\text{C}$  durante 25 s.

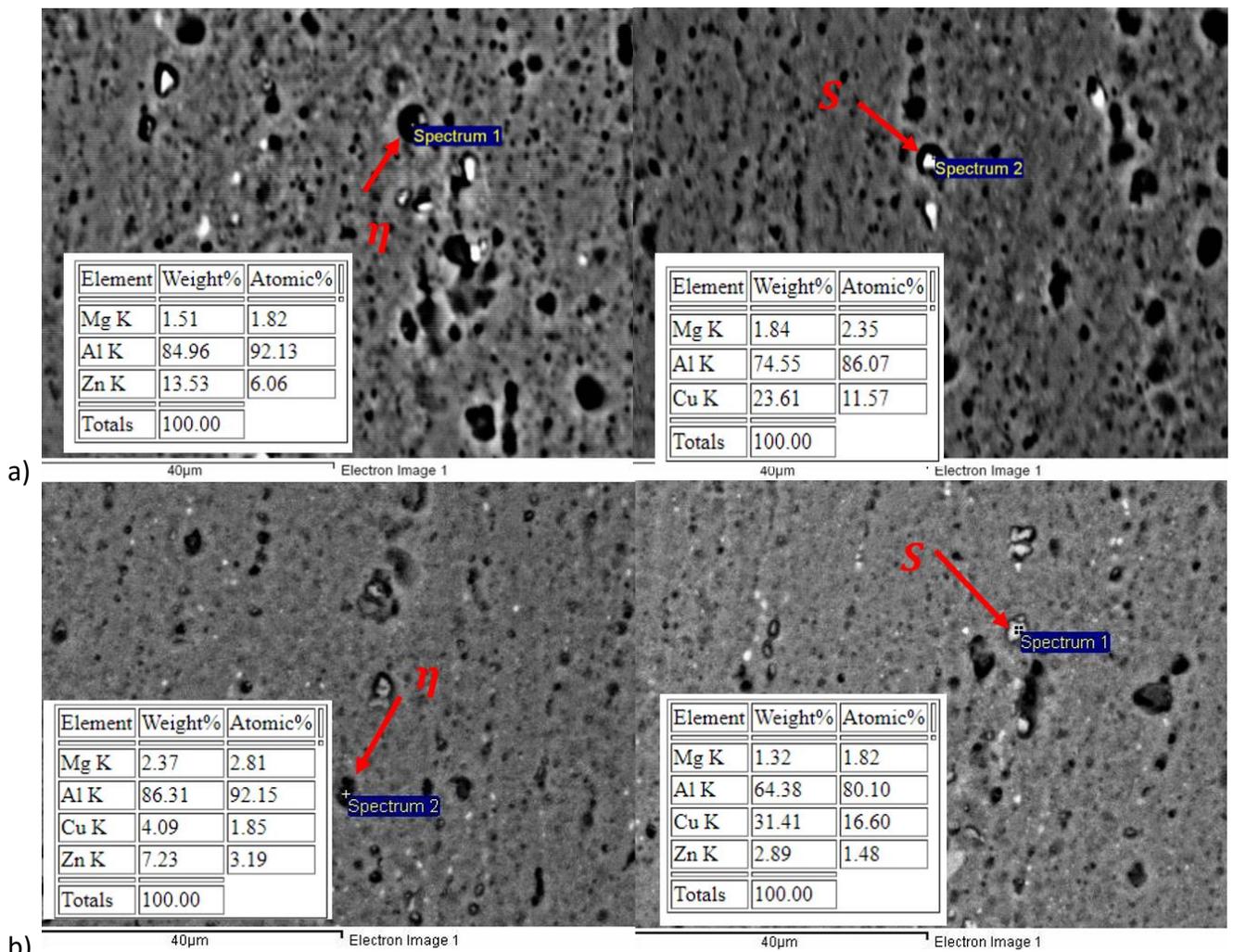
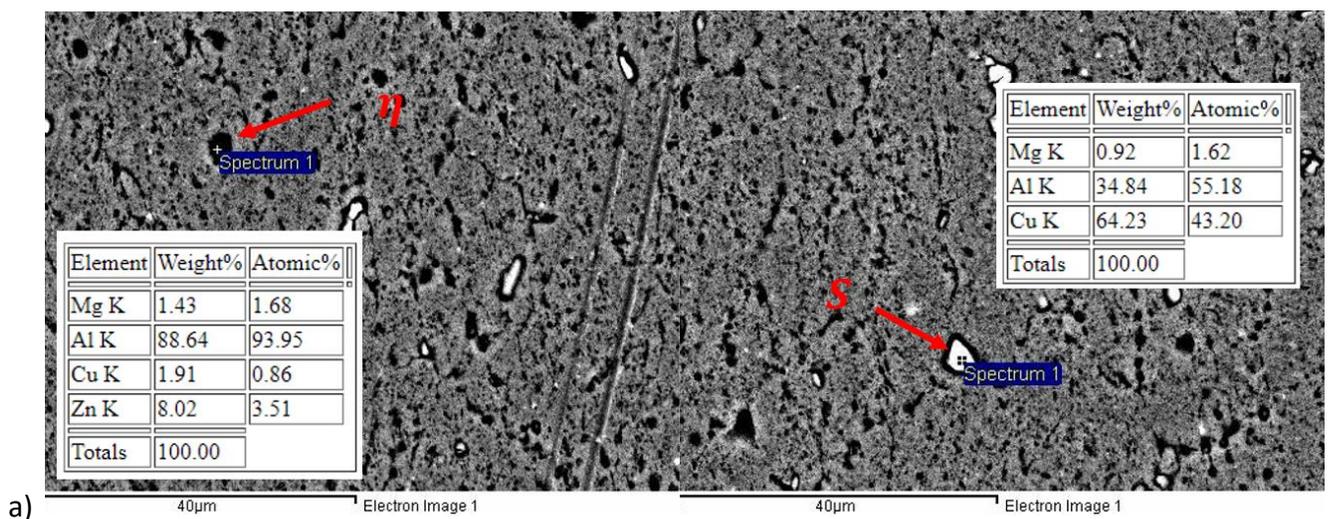
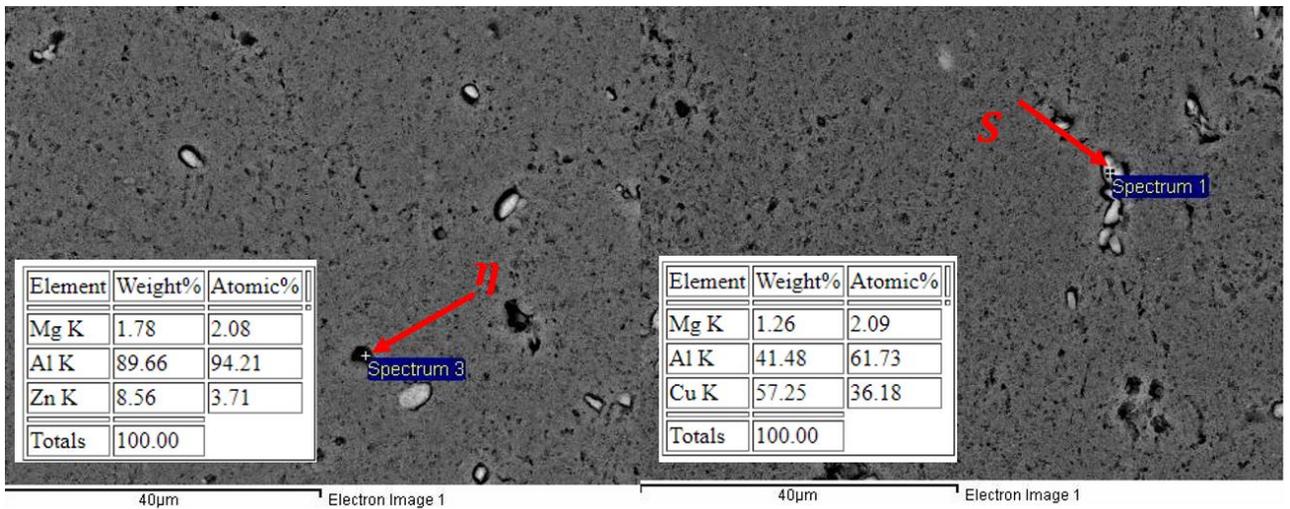
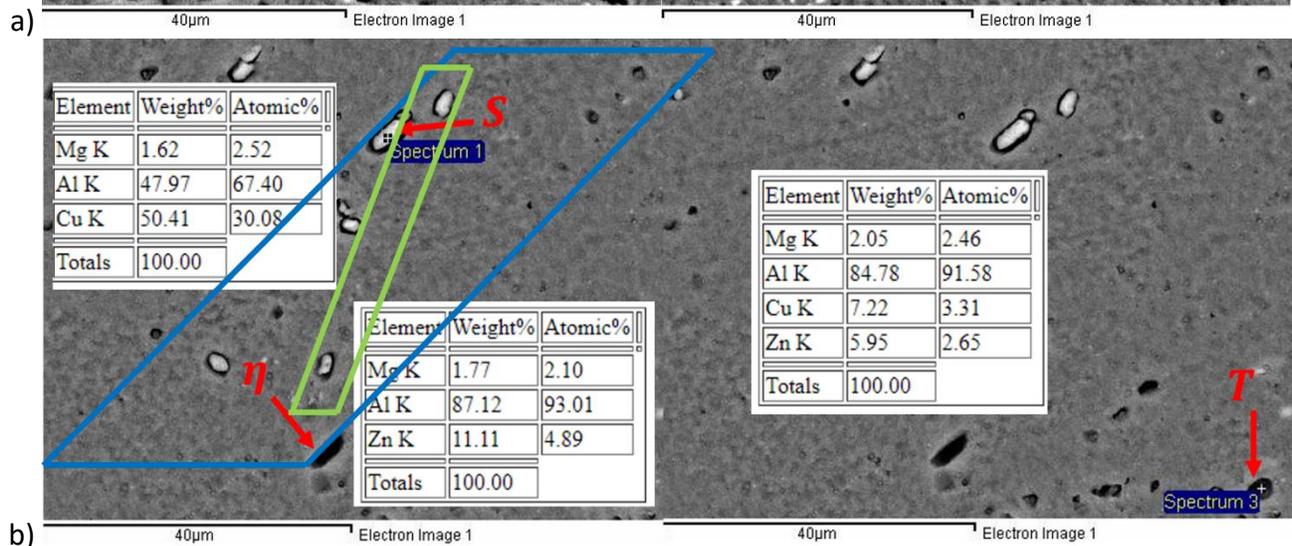
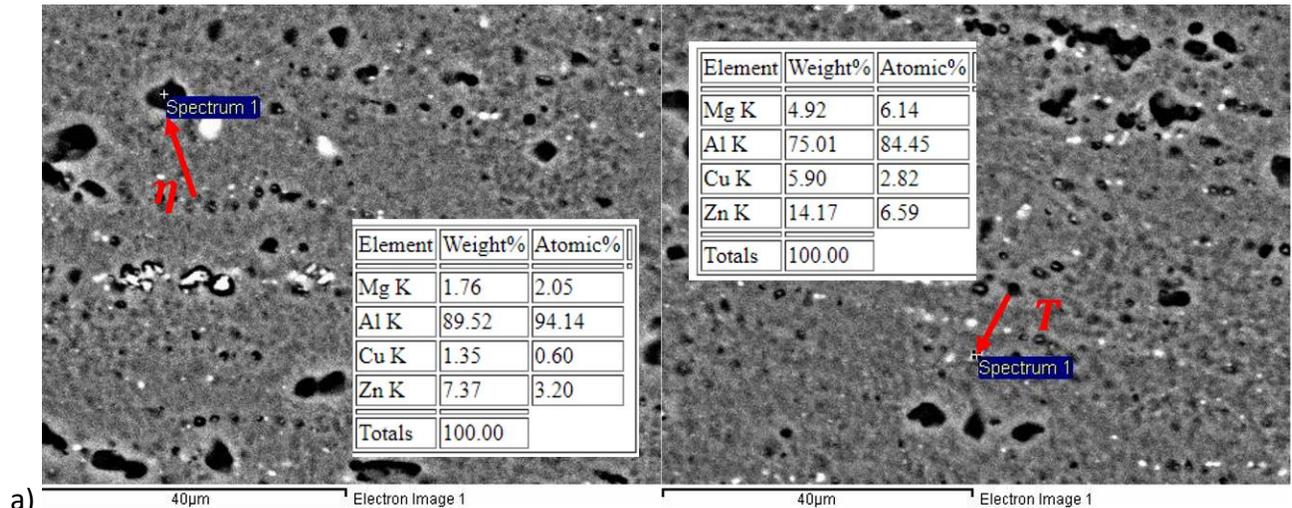


Figura 3.29 Micrografías de MEB y análisis químico vía EDS realizado en las muestras deformadas por ECAP con (a) 3 y (b) 5 pasos, y recocidas a  $T=340^{\circ}\text{C}$  durante 1800 s.





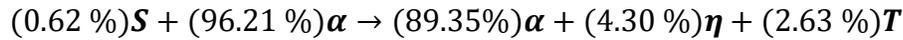
b) Figura 3.30 Micrografías de MEB y análisis químico vía EDS realizado en las muestras deformadas por ECAP con (a) 3 y (b) 5 pasos, y recocidas a  $T=400^{\circ}\text{C}$  durante 25 s.



b) Figura 3.31 Micrografías de MEB y análisis químico vía EDS realizado en las muestras deformadas por ECAP con (a) 3 y (b) 5 pasos, y recocidas a  $T=400^{\circ}\text{C}$  durante 1800 s.

Dadas las cantidades en fase simuladas vía *THERMO-CALC* (mostradas en la Tabla 3.6), se estableció el orden en el cual se llevaron a cabo las transformaciones de fase en función de la temperatura del pre-tratamiento (solubilizado-reversión) y recocido, tal como se muestra a continuación:

$$450\text{ }^{\circ}\text{C} \rightarrow 215\text{ }^{\circ}\text{C}$$



$$215\text{ }^{\circ}\text{C} \rightarrow 340\text{ }^{\circ}\text{C}$$



$$215\text{ }^{\circ}\text{C} \rightarrow 400\text{ }^{\circ}\text{C}$$



De acuerdo con las reacciones anteriormente presentadas, se puede observar que las fases al final de los tratamientos de recocido, corresponden a:  $\alpha$ ,  $S$ ,  $T$  y  $\eta'$ , siendo  $\eta'$  el precipitado al que se atribuye principalmente el endurecimiento por dispersión en la aleación AA7075 [78, 81], debido a que el plano basal de los precipitados hexagonales  $\eta'$  son parcialmente coherentes con la matriz {111}, pero la intercara entre la matriz y la dirección  $C$  de los precipitados es incoherente, mientras que la fase  $T$  y  $S$  son semi-coherente [82] y coherente [83] con la matriz de aluminio, respectivamente, además se debe mencionar que se favorece la coexistencia de ambas cuando la relación de Zn:Mg=2.2, como es el caso de la aleación de este estudio (Zn:Mg=2.24) [81].

A partir de las micrografías de MEB y análisis químicos obtenidos vía *EDS*, es posible inferir diversos cambios microestructurales.

Los tratamientos térmicos de recocido a 340 y 400 °C, partieron de un material que ha sido pre-tratado térmicamente, teniendo como fases iniciales: (89.35%) $\alpha$ , (4.30%) $\eta$  y (2.63%) $T$ , según las simulaciones efectuadas en *THERMO-CALC*.

Antes de discutir los resultados obtenidos vía *EDS-MEB*, es importante recordar que en algunas ocasiones, las fases analizadas llegan a reportar un contenido de elemento superior al que en realidad se encuentra presente, debido al volumen de interacción en dónde además de ser analizada la fase, también llegan a contribuir los elementos disueltos de la propia matriz.

La muestra deformada con 3 pasos y recocida a 340 °C durante 25 s (Figura 3.28a), evidencian la presencia de la fase **S** y **T**, lo que coincide con lo predicho con el software *THERMO-CALC*. Al aumentar el tiempo de recocido a 1800 s (Figura 3.29a), el análisis químico vía *EDS* evidencia la presencia de la fase **η** y la fase **S** coexistiendo (como ha sido reportado en otros estudios)[94], las cuales presentan un cambio microestructural debido al tiempo de recocido mayor, ya que se observa un aumento aparente en el tamaño promedio principalmente de las partículas de **η** y **T** [85]. La muestra deformada con 5 pasos y recocida a 340 °C durante 25 s (Figura 3.28b), evidencia la presencia de la fase **S** y **T**, tal como fue predicho vía el software de *THERMO-CALC*. Al aumentar el tiempo de recocido a 1800 s (Figura 3.29b), los resultados del análisis vía *EDS-MEB* muestran igualmente la presencia de la fase **η** y **S**, donde se observa un aumento aparente del tamaño de dichas partículas.

La muestra deformada con 3 pasos y recocida a 400 °C durante 25 s (Figura 3.30a), exhibe la presencia de la fase **η** y **S**, similar a lo predicho por simulación vía *THERMO-CALC*. Después de 1800 s de recocido (Figura 3.31a), los resultados de *EDS-MEB* evidencian la presencia de las fases **η** y **T**. Además, estas fases poseen un tamaño mayor que en el tiempo de 25 s, lo cual puede atribuirse a la etapa de crecimiento que experimentan durante el recocido. La muestra deformada con 5 pasos y recocida a 400 °C durante 25 s (Figura 3.30b), exhibe las micrografías, donde se observan las fases **η** y **S**. Al incrementar el tiempo de recocido a 1800 s (Figura 3.31b), los resultados del análisis vía *EDS* y *MEB* muestran la presencia de partículas de las fases **η**, **S** y **T**, en los cuales también se observa el crecimientos de éstas.

A partir de las Figuras 3.28, 3.29, 3.30 y 3.31, puede observarse que existe una variación en el tamaño y distribución de las partículas de segunda fase en función del tiempo/temperatura de recocido y del proceso de *ECAP*. Lo anterior puede ser explicado ya que, durante el proceso de deformación severa vía *ECAP*, ha sido reportado que las elevadas deformaciones locales (generadas por las fases **η**, **S** y **T**) junto con las bandas de deslizamiento y bandas de corte, llegan a fragmentar y alinear (en la dirección de extrusión) dichas partículas de segunda fase, tal y como se muestra en la Figura 3.31b [70, 94]. Este efecto puede observarse en las muestras deformadas vía *ECAP* con 3 pasos, las cuales presentan partículas más grandes (Figura 3.28a) que las muestras con 5 pasos (Figura 3.28b), las cuales presentan una distribución de partículas más finas en general.

Estudios similares han reportado que la aleación AA7075 al ser procesada vía ECAP hasta 3 [86] o 4 [87] pasos, es susceptible de alcanzar tamaños de partícula de hasta  $\sim 300 \text{ nm}$ , por lo que es posible inferir que existen partículas de la fase  $\eta$  de tamaño similar, presentes en las muestras con 3 y 5 pasos. Estas partículas en la aleación AA7075 identificadas vía EDS, pueden promover el fenómeno de anclaje de Zener [88, 70].

El fenómeno de anclaje retarda e incluso, inhibe el proceso de recrystalización (Figura 3.32) [70]. Durante la nucleación y crecimiento de grano, los precipitados llegan a ejercer una fuerza de anclaje, lo que dificulta la movilidad de los límites de grano [95], y por ende, la cinética de recrystalización tiende a ser más lenta [89]. La ecuación 13 permite determinar la fuerza de Zener para una fracción de partículas determinada [89, 96]:

$$P_z = \frac{3f_v\gamma_{AB}}{2r} \quad (13)$$

Donde:

$P_z$  = Fuerza de anclaje de Zener

$f_v$  = Fracción en volumen de partículas de segunda fase

$\gamma_{AB}$  = Energía de límite de grano

$r$  = Radio de la partícula

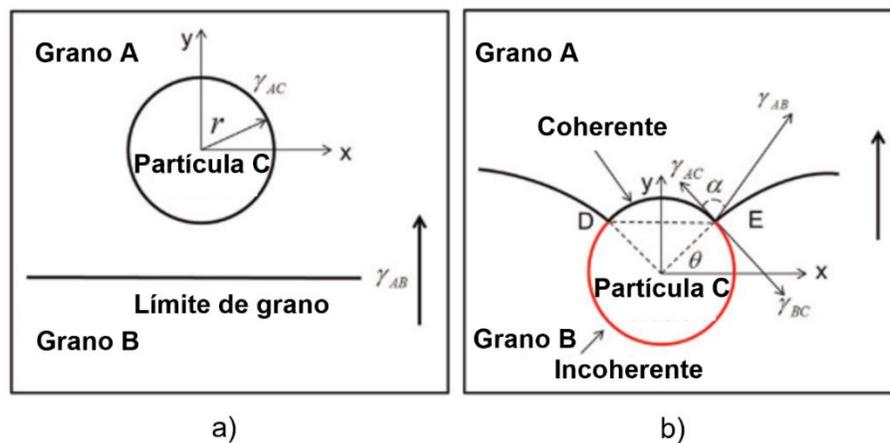


Figura 3.32 Representación gráfica entre la interacción de un límite de grano y una partícula de segunda fase. a) Antes de la interacción y b) durante la interacción [89].

Es importante destacar que aún cuando la expresión 13 permite evaluar la fuerza de anclaje que ejercen las partículas de segunda fase ( $\eta$ ,  $S$  y  $T$ ) sobre los límites de grano, no serán evaluados dichos parámetros pues esta determinación no está dentro de los objetivos de esta tesis.

Estos parámetros junto con otros de gran interés, como lo son: engrosamiento de partículas de segundas fases, su cuantificación (fracción en volumen), fracción en volumen recristalizada, entre otras, no podrán ser considerados debido a las limitaciones en la caracterización de las muestras y en la falta de disponibilidad de las técnicas de microscopía electrónica de transmisión (TEM), difracción por electrones retro-dispersados (EBSD) o difracción de rayos x (DRX), esto a consecuencia de la contingencia causada por el virus SARS-CoV-2.

El anclaje de Zener tiene una alta dependencia del tamaño y distribución del precipitado, por lo que sí los precipitados de  $S$  y  $T$  mostraron distintos tamaños dependiendo del nivel de deformación del proceso de *ECAP*, entonces es posible inferir que la fuerza de anclaje fue distinta en ambas condiciones [70], lo que sería otra contribución a los cambios observados en la cinética de recristalización estática de las muestras deformadas con 3 y 5 pasos.

Por otro lado, ha sido reportado que los materiales que poseen deformaciones acumuladas elevadas ( $3.6 < \varepsilon < 6$ ), desarrollan microestructuras de tamaño de grano *UFG* que son estables térmicamente, incluso a tiempos extensos de recocido [97], lo que también repercutiría en el comportamiento global de la cinética de recristalización estática de las muestras deformadas con 3 y 5 pasos, relentizando la recuperación y la recristalización estática [97].

Es importante recordar que la fase  $\eta'$  es la que promueve principalmente el endurecimiento por precipitación en la aleación AA7075 [90]. Esta fase se encontró presente principalmente en el recocido a 400 °C a tiempos de 1800 s de acuerdo con el análisis de *EDS*, mediante la simulación vía *THERMO-CALC* se predijo una cantidad en fase de 1.04% a 340 °C y de 0.47% a 400 °C. A pesar de que la cantidad de fase  $\eta'$  es baja (especialmente a 400 °C), las partículas presentes pudieron contribuir en la cinética de recristalización estática, tal y como se observó en la sección 3.3.

Por otro lado, la simulación también predice que a 400 °C existe una mayor cantidad de la fase  $S$  comparada con 340 °C, lo cual también se asociaría con la disminución de la rapidez en la cinética de recristalización estática observada en la muestra de 5 pasos, a medida que el tiempo de recocido aumentó. Sin embargo, debe puntualizarse que las mediciones de microdureza realizadas en las muestras, fueron llevadas a cabo dentro de 10 minutos después del tratamiento de recocido para evitar cualquier influencia de precipitación, especialmente de la fase  $\eta$ , sobre la dureza obtenida.

## CONCLUSIONES

1.- Se determinaron las curvas de recristalización estática para las muestras con 3 y 5 pasos usando los modelos de Kuhlmann y *JMAK*. Estas curvas mostraron que la cinética de recristalización estática de las muestras con 5 pasos tiende a ser más rápida en un inicio en comparación con las de 3 pasos, debido a la mayor acumulación de la deformación y su posterior eliminación de la energía. Sin embargo, al aumentar el tiempo de recocido, se observó una disminución en la cinética de las curvas de 5 pasos, lo que fue atribuido al fenómeno de anclaje de Zener, debido a la presencia de las fases *S* (formada durante el recocido) y la fase *T* (formada durante el pre-tratamiento) y la fase  $\eta$  (cuyo papel es insignificante, ya que casi se disolvió por completo en los tratamientos de recocido).

2.- A partir de la simulación del proceso de *ECAP* en el software *DEFORM 3D*, se determinaron las zonas con mayor homogeneidad en deformación efectiva. Dicha simulación se validó con los perfiles de microdureza, siendo la desviación estándar de la microdureza de:  $\sigma = 2.4$  y  $\sigma = 6.8$  en la dirección transversal para las probetas deformadas con 3 y 5 pasos, mientras que, en la dirección longitudinal, fue de:  $\sigma = 5.6$  y  $\sigma = 3.2$ , respectivamente. A partir de estos resultados, se establecieron las zonas de trabajo para los tratamientos térmicos necesarios para el estudio de la recristalización estática.

3.- Mediante la simulación termodinámica en *THERMO-CALC*, se obtuvo el diagrama de fases para la aleación AA7075, lo que permitió seleccionar las temperaturas de trabajo de 340 y 400 °C para el tratamiento térmico de recocido. Adicionalmente, la presencia de las fases predichas ( $\eta$ , *S* y *T*) fue validada con los análisis de *EDS* en el MEB de las muestras deformadas.

4.- Se caracterizó la microestructura de: la aleación inicial, la pre-tratada térmicamente y de las muestras deformadas con 3 y 5 pasos y recocidas a 340 y 400 °C, vía MO y MEB. La muestra de 5 pasos mostró la presencia de zonas heterogéneas en la deformación, lo cual implica una mayor inestabilidad del flujo. Finalmente, posterior a cada tratamiento de recocido, se observó la disminución de los patrones de flujo debido a la recuperación del material y la presencia de granos equiaxiados a causa de la recristalización estática.

## REFERENCIAS

- [1] Han, F., Tang, B., Kou, H., Li, J., & Feng, Y. (2013). Cellular automata modeling of static recrystallization based on the curvature driven subgrain growth mechanism. *Journal of Materials Science*, 48(20), 7142–7152. <https://doi.org/10.1007/s10853-013-7530-3>
- [2] Han, F., Tang, B., Kou, H., Cheng, L., Li, J., & Feng, Y. (2014). Static recrystallization simulations by coupling cellular automata and crystal plasticity finite element method using a physically based model for nucleation. *Journal of Materials Science*, 49(8), 3253–3267. <https://doi.org/10.1007/s10853-014-8031-8>
- [3] Cao, J., Sun, Z., Wu, H., Yin, Z., & Huang, L. (2019). Evolution law of continuous dynamic recrystallization in forming of AA7075 tee valve by multi-direction loading. *International Journal of Lightweight Materials and Manufacture*, 2(1), 40–49. <https://doi.org/10.1016/j.ijlmm.2018.10.004>
- [4] Zhao, Y. H., Liao, X. Z., Jin, Z., Valiev, R. Z., & Zhu, Y. T. (2004). Microstructures and mechanical properties of ultrafine grained 7075 Al alloy processed by ECAP and their evolutions during annealing. *Acta Materialia*, 52(15), 4589–4599. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.06.017>
- [5] Zhou, B., Liu, B., & Zhang, S. (2021). The Advancement of 7XXX Series Aluminum Alloys for Aircraft Structures: A Review. *Metals*, 11(5), 1–29. <https://doi.org/10.3390/met11050718>
- [6] Gáspár, M., Dobosy, Á., Tisza, M., Török, I., Dong, Y., & Zheng, K. (2020). Improving the properties of AA7075 resistance spot-welded joints by chemical oxide removal and post weld heat treating. *Welding in the World*, 64(12), 2119–2128. <https://doi.org/10.1007/s40194-020-00988-y>
- [7] Valiev, R. Z., Estrin, Y., Horita, Z., Langdon, T. G., Zehetbauer, M. J., & Zhu, Y. (2016). Producing Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation: Ten Years Later. *Journal of Metals*, 68(4), 1216–1226. <https://doi.org/10.1007/s11837-016-1820-6>
- [8] Zhu, Y. T., & Langdon, T. G. (2004). The fundamentals of nanostructured materials processed by severe plastic deformation. *Journal of Metals*, 56(10), 58–63. <https://doi.org/10.1007/s11837-004-0294-0>
- [9] Avrami, M. (1939). Kinetics of phase change. I: General theory. *The Journal of Chemical Physics*, 7(12), 1103–1112. <https://doi.org/10.1063/1.1750380>
- [10] Johnson, W. A. & Mehl, R. F. (1939). Reaction kinetics in processes of nucleation and growth. *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers.*, 135, 416–442.
- [11] Kuhlmann, D. (1948). Zur Theorie der Nachwirkungserscheinungen. *Zeitschrift Für Physik*, 124(7–12), 468–481. <https://doi.org/10.1007/BF01668885>

- [12] Kuhlmann, D., Masing, G., & Raffelsieper, J. (1949). Zur Theorie der Erholung. *Zeitschrift für Metallkunde*, 40(7), 241-246.
- [13] Zhao, Y. H., Liao, X. Z., Cheng, S., Ma, E., & Zhu, Y. T. (2006). Simultaneously increasing the ductility and strength of nanostructured alloys. *Advanced Materials*, 18(17), 2280–2283. <https://doi.org/10.1002/adma.200600310>
- [14] Yin, X., Deng, W., Zou, Y., & Zhang, J. (2019). Ultrafine grained Al 7075 alloy fabricated by cryogenic temperature large strain extrusion machining combined with aging treatment. *Materials Science and Engineering A*, 762, 138106. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138106>
- [15] Liddicoat, P. V., Liao, X. Z., Zhao, Y., Zhu, Y., Murashkin, M. Y., Lavernia, E. J., & Ringer, S. P. (2010). Nanostructural hierarchy increases the strength of aluminium alloys. *Nature Communications*, 1(6), 1–7. <https://doi.org/10.1038/ncomms1062>
- [16] Romero Reséndiz, Liliana. (2016). *Efecto de la deformación plástica severa sobre la textura, microestructura y dureza de una aleación Al-2017*. [Tesis de Maestría, Universidad Nacional Autónoma de México]. <https://repositorio.unam.mx/contenidos/60914>
- [17] Mishra, R. S. (2017). Aluminum Alloys. Sankaran, K. K., & Mishra, R. S. *Metallurgy and Design of Alloys with Hierarchical Microstructures* Elsevier. (pp. 57-176). <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-812068-2.00004-7>
- [18] Yuan, S. P., Liu, G., Wang, R. H., Zhang, G. J., Pu, X., Sun, J., & Chen, K. H. (2009). Aging-dependent coupling effect of multiple precipitates on the ductile fracture of heat-treatable aluminum alloys. *Materials Science and Engineering A*, 499(1–2), 387–395. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.09.012>
- [19] Elhefnawey, M., Shuai, G. L., Li, Z., Nemat-Alla, M., Zhang, D. T., & Li, L. (2020). On achieving superior strength for Al–Mg–Zn alloy adopting cold ECAP. *Vacuum*, 174(145). <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2020.109191>
- [20] The Aluminum Association. (2015). *International Alloy Designations and Chemical Composition Limits for Wrought Aluminum and Wrought Aluminum Alloys* (pp. 1-31). <https://www.aluminum.org>
- [21] Azarniya, A., Taheri, A. K., & Taheri, K. K. (2019). Recent advances in ageing of 7xxx series aluminum alloys: A physical metallurgy perspective. *Journal of Alloys and Compounds*, 781, 945–983. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.11.286>
- [22] Arabi Jeshvaghani, R., Zohdi, H., Shahverdi, H. R., Bozorg, M., & Hadavi, S. M. M. (2012). Influence of multi-step heat treatments in creep age forming of 7075 aluminum alloy: Optimization for springback, strength and exfoliation corrosion. *Materials Characterization*, 73, 8–15. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2012.05.012>

- [23] Li, J. Feng, Peng, Z. Wei, Li, C. Xing, Jia, Z. Giang, Chen, W. Jing, & Zheng, Z. Giao. (2008). Mechanical properties, corrosion behaviors and microstructures of 7075 aluminum alloy with various aging treatments. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)*, 18(4), 755–762. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(08\)60130-2](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(08)60130-2)
- [24] Zhao, T., & Jiang, Y. (2008). Fatigue of 7075-T651 aluminum alloy. *International Journal of Fatigue*, 30(5), 834–849. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2007.07.005>
- [25] American Society for Metals. (1979). Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Pure Metals. *American Society for Metals* (pp. 868). ASM.
- [26] Valiev, R. Z., & Langdon, T. G. (2006). Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in Materials Science*, 51(7), 881–981. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2006.02.003>
- [27] Faraji, G., Kim, H. S., & Kashi, H. T. (2018). *Severe Plastic Deformation (Methods, Processing and Properties)*. Elsevier.
- [28] Rajinikanth, V., Arora, G., Narasaiah, N., & Venkateswarlu, K. (2008). Effect of repetitive corrugation and straightening on Al and Al-0.25Sc alloy. *Materials Letters*, 62(2), 301–304. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2007.05.014>
- [29] Kawasaki, M., Figueiredo, R.B. and Langdon, T.G. (2015) Achieving superplasticity through severe plastic deformation. *Letters on Materials*, 53 (3), 233-239.
- [30] Wang, X. G., Li, Q. S., Wu, R. R., Zhang, X. Y., & Ma, L. (2018). A Review on Superplastic Formation Behavior of Al Alloys. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2018. <https://doi.org/10.1155/2018/7606140>
- [31] Lapovok, R., & Estrin, Y. (2012). Superplasticity in magnesium alloys by severe plastic deformation. Bettles, C., & Barnett, M. *Advances in Wrought Magnesium Alloys* (pp. 144–185). Elsevier. <https://doi.org/10.1533/9780857093844.1.144>
- [32] Zhilyaev, A. P., Shakhova, I., Belyakov, A., Kaibyshev, R., & Langdon, T. G. (2013). Wear resistance and electroconductivity in copper processed by severe plastic deformation. *Wear*, 305(1–2), 89–99. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2013.06.001>
- [33] Zhilyaev, A. P., & Langdon, T. G. (2008). Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications. *Progress in Materials Science*, 53(6), 893–979. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2008.03.002>
- [34] Rosochowski, A., Rosochowska, M., & Olejnik, L. (2013). Severe plastic deformation by incremental angular splitting. *Journal of Materials Science*, 48(13), 4557–4562. <https://doi.org/10.1007/s10853-012-7108-5>
- [35] Hosseini, E., & Kazeminezhad, M. (2011). Implementation of a constitutive model in finite element method for intense deformation. *Materials and Design*, 32(2), 487–494. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2010.08.033>

- [36] Bridgman, P. W. (1943). On torsion combined with compression. *Journal of Applied Physics*, 14(6), 273–283. <https://doi.org/10.1063/1.1714987>
- [37] Nobel Prize. (2021). *The Nobel Prize in Physics 1946 (Percy W. Bridgman)*. The Nobel Prize. <https://www.nobelprize.org/prizes/physics/1946/bridgman/biographical/>
- [38] Zhilyaev, A., Lee, S., Nurislamova, G., Valiev, R., & Langdon, T. (2001). Microhardness and microstructural evolution in pure nickel during high-pressure torsion. *Scripta Materialia*, 44(12), 2753–2758. [https://doi:10.1016/s1359-6462\(01\)00955-1](https://doi:10.1016/s1359-6462(01)00955-1)
- [39] Huang, J., Zhu, Y. T., Alexander, D. J., Liao, X., Lowe, T. C., & Asaro, R. J. (2004). Development of repetitive corrugation and straightening. *Materials Science and Engineering A*, 371(1–2), 35–39. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(03\)00114-X](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00114-X)
- [40] Hoseini-Athar, M. M., Mahmudi, R., Prasath Babu, R., & Hedström, P. (2019). Microstructural evolution and superplastic behavior of a fine-grained Mg–Gd alloy processed by constrained groove pressing. *Materials Science and Engineering A*, 754, 390–399. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.03.082>
- [41] Wang, Z. J., Ma, M., Qiu, Z. X., Zhang, J. X., & Liu, W. C. (2018). Microstructure, texture and mechanical properties of AA 1060 aluminum alloy processed by cryogenic accumulative roll bonding. *Materials Characterization*, 139, 269–278. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.03.016>
- [42] Węglowski, M. S. (2018). Friction stir processing – State of the art. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 18(1), 114–129. <https://doi.org/10.1016/j.acme.2017.06.002>
- [43] Langdon, T. G. (2011). Processing by severe plastic deformation: Historical developments and current impact. *Materials Science Forum*, 667–669, 9–14. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.667-669.9>
- [44] Christian, J.W. (2002). *The Theory of Transformations in Metals and Alloys*, Pergamon, 3<sup>rd</sup> Edition. Oxford, UK. (pp. 546)
- [45] Krasilnikov, N., Lojkowski, W., Pakiela, Z., & Valiev, R. (2005). Tensile strength and ductility of ultra-fine-grained nickel processed by severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering A*, 397(1–2), 330–337. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.03.001>
- [46] Rominiyi, A. L., Oluwasegun, K. M., Olawale, J. O., Shongwe, M. B., & Adetunji, A. R. (2020). Effect of post-ECAP aging on the microstructure, hardness and impact behaviour of 6061 Al alloy. *Materials Today: Proceedings*, (xxxx). <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.05.670>
- [47] Valiev, R. Z., & Langdon, T. G. (2011). Achieving exceptional grain refinement through severe plastic deformation: New approaches for improving the processing technology. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 42(10), 2942–2951. <https://doi.org/10.1007/s11661-010-0556-0>

- [48] Valiev, R. Z., Semenova, I. P., Latysh, V. V., Rack, H., Lowe, T. C., Petruzelka, J., ... Sochova, J. (2008). Nanostructured titanium for biomedical applications. *Advanced Engineering Materials*, 10(8), 15–17. <https://doi.org/10.1002/adem.200800026>
- [49] Segal, V. (2018). Review: Modes and processes of severe plastic deformation (SPD). *Materials*, 11(7). <https://doi.org/10.3390/ma11071175>
- [50] Segal, V. (1974). *Methods of Stress-Strain Analyses in Metal Forming*. [Ph. D Thesis, Physical Technical Institute Academy of Sciences of Buelorussia].
- [51] Toth, L. S., & Gu, C. (2014). Ultrafine-grain metals by severe plastic deformation. *Materials Characterization*, 92, 1–14. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2014.02.003>
- [52] Niu, X., Wang, C., Chan, K. C., Wang, H., & Feng, S. (2019). Study of numerical simulation during ECAP processing of can based on smooth particle hydrodynamics. *Complexity*, 2019, 1-16. <https://doi.org/10.1155/2019/8373712>
- [53] Frint, P., & Wagner, M. F. X. (2019). Strain partitioning by recurrent shear localization during equal-channel angular pressing of an AA6060 aluminum alloy. *Acta Materialia*, 176, 306–317. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.07.009>
- [54] Iwahashi, Y., Wang, J., Horita, Z., Nemoto, M., & Langdon, T. G. (1996). Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials. *Scripta Materialia*, 35(2), 143–146. [https://doi.org/10.1016/1359-6462\(96\)00107-8](https://doi.org/10.1016/1359-6462(96)00107-8)
- [55] Satheesh Kumar, S. S., & Raghu, T. (2015). Strain path effects on microstructural evolution and mechanical behaviour of constrained groove pressed aluminium sheets. *Materials and Design*, 88, 799–809. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.09.057>
- [56] Nakashima, K., Horita, Z., Nemoto, M., & Langdon, T. G. (2000). Development of a multi-pass facility for equal-channel angular pressing to high total strains. *Materials Science and Engineering A*, 281(1–2), 82–87. [https://doi.org/10.1016/s0921-5093\(99\)00744-3](https://doi.org/10.1016/s0921-5093(99)00744-3)
- [57] Elhefnawey, M., Shuai, G. L., Li, Z., M., Zhang, D. T., Tawfik, M.M., & Li, L. (2021). On achieving ultra-high strength and improved wear resistance in Al–Zn–Mg alloy via ECAP. *Tribology International*, 163. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2021.107188>
- [58] Stegall, D. E., Mamun, M. A., & Elmustafa, A. A. (2012). The Role of Stacking Fault Energy on the Indentation Size Effect of FCC Pure Metals and Alloys. *MRS Proceedings*, 1424. <http://doi.org/10.1557/opl.2012.232>
- [59] Dixit, M., Mishra, R. S., & Sankaran, K. K. (2008). Structure-property correlations in Al 7050 and Al 7055 high-strength aluminum alloys. *Materials Science and Engineering A*, 478(1–2), 163–172. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.05.116>

- [60] Markushev, M. V., Avtokratova, E. V., Krymskiy, S. V., & Sitdikov, O. S. (2018). Effect of precipitates on nanostructuring and strengthening of high-strength aluminum alloys under high pressure torsion. *Journal of Alloys and Compounds*, 743, 773–779. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.02.047>
- [61] Beddoes, J. (2011). Design of solution heat treatments for aerospace alloys. *Canadian Metallurgical Quarterly*, 50(3), 215–221. <https://doi.org/10.1179/1879139511Y.0000000004>
- [62] Petrov, et al. (2007). *Light metal ternary systems: phase diagrams, crystallographic and thermodynamic data*. Springer Materials, 2<sup>nd</sup> Edition. Germany. (pp. 47-78)
- [63] Ma, K., Wen, H., Hu, T., Topping, T. D., Isheim, D., Seidman, D. N., ... Schoenung, J. M. (2014). Mechanical behavior and strengthening mechanisms in ultrafine grain precipitation-strengthened aluminum alloy. *Acta Materialia*, 62(1), 141–155. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.09.042>
- [64] Courtney, T. (2000). *Mechanical behavior of Materials*. Waveland Press, 2<sup>nd</sup> Edition. USA. (pp. 258)
- [65] Hu, T., Ma, K., Topping, T. D., Schoenung, J. M., & Lavernia, E. J. (2013). Precipitation phenomena in an ultrafine-grained Al alloy. *Acta Materialia*, 61(6), 2163–2178. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.12.037>
- [66] Jacumasso, S. C., Martins, J. de P., & de Carvalho, A. L. M. (2016). Analysis of precipitate density of an aluminium alloy by TEM and AFM. *Revista Escola de Minas*, 69(4), 451–457. <https://doi.org/10.1590/0370-44672016690019>
- [67] Da Costa, E. M., Da Costa, C. E., Vecchia, F. D., Rick, C., Scherer, M., Dos Santos, C. A., & Dedavid, B. A. (2009). Study of the influence of copper and magnesium additions on the microstructure formation of Zn-Al hypoeutectic alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 488(1), 89–99. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.08.125>
- [68] Xu, X., Zhao, Y., Wang, X., Zhang, Y., & Ning, Y. (2015). The rapid age strengthening induced by Ag additions in 7075 aluminum alloy. *Materials Science and Engineering A*, 648, 367–370. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.09.044>
- [69] Ghosh, A., Ghosh, M., & Shankar, G. (2018). On the role of precipitates in controlling microstructure and mechanical properties of Ag and Sn added 7075 alloys during artificial ageing. *Materials Science and Engineering A*, 738, 399–411. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.09.109>
- [70] Huang, K., Marthinsen, K., Zhao, Q., & Logé, R. E. (2018). The double-edge effect of second-phase particles on the recrystallization behaviour and associated mechanical properties of metallic materials. *Progress in Materials Science*, 92, 284–359. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.004>

- [71] Ghazani, M. S. (2020). Deformation Homogeneity of Extruded AA7075 Alloy During Subsequent ECAP. *Emerging Materials Research*, 9(2), 1–5. <https://doi.org/10.1680/jemmr.19.00124>
- [72] Ghosh, A., & Ghosh, M. (2021). 3D FEM simulation of Al-Zn-Mg-Cu alloy during multi-pass ECAP with varying processing routes. *Materials today communications*, 26, 102112. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2021.102112>
- [73] Babae, M. H., Ntroumand, B., Maleki, A., & Lashani zand, M. (2019). Simulation and experimental verification of interfacial interactions in compound squeeze cast Al/Al–Cu macrocomposite bimetal. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)*, 29(5), 950–963. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(19\)65004-1](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(19)65004-1)
- [74] Jerina, L., Medved, J., Godec, M., & Vončina, M. (2018). Influence of the specific surface area of secondary material on the solidification process and microstructure of aluminium alloy AA7075. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 134(1), 455–462. <https://doi.org/10.1007/s10973-018-7425-2>
- [75] Lang, P., Wojcik, T., Povoden-Karadeniz, E., Falahati, A., & Kozeschnik, E. (2014). Thermo-kinetic prediction of metastable and stable phase precipitation in Al-Zn-Mg series aluminium alloys during non-isothermal DSC analysis. *Journal of Alloys and Compounds*, 609, 129–136. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.04.119>
- [76] McQueen, H. J. et al. (2011). *Hot Deformation and Processing of Aluminum Alloys*. CRC Press. USA. (pp. 392)
- [77] Tajally, M., & Huda, Z. (2011). Recrystallization kinetics for aluminum alloy 7075. *Metal Science and Heat Treatment*, 53(5–6), 213–217. <https://doi.org/10.1007/s11041-011-9371-5>
- [78] De Souza, S. H., Padilha, A. F., & Kliauga, A. M. (2019). Softening Behavior during Annealing of Overaged and Cold-rolled Aluminum Alloy 7075. *Materials Research*, 22(3), 1–9. <https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2018-0666>
- [79] Jones, M. J., & Humphreys, F. J. (2003). Interaction of recrystallization and precipitation: The effect of Al3Sc on the recrystallization behaviour of deformed aluminium. *Acta Materialia*, 51(8), 2149–2159. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(03\)00002-8](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00002-8)
- [80] Adam, K. F., Long, Z., & Field, D. P. (2017). Analysis of Particle-Stimulated Nucleation (PSN)-Dominated Recrystallization for Hot-Rolled 7050 Aluminum Alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 48(4), 2062–2076. <https://doi.org/10.1007/s11661-017-3967-3>
- [81] Lim, S. T., Eun, I. S., & Nam, S. W. (2003). Control of equilibrium phases (M,T,S) in the modified aluminum alloy 7175 for thick forging applications. *Materials Transactions*, 44(1), 181–187. <https://doi.org/10.2320/matertrans.44.181>

- [82] Vlach, M., Cizek, J., Kodetova, V., Leibner, M., Cieslar, M., Harcuba, P., & Kutalek, P. (2020). Phase transformations in novel hot-deformed Al–Zn–Mg–Cu–Si–Mn–Fe(–Sc–Zr) alloys. *Materials and Design*, 193, 108821. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108821>
- [83] Zhu, C., Lv, K., & Chen, B. (2020). On the S-phase precipitates in 2024 aluminum alloy: An atomic-scale investigation using high-angle annular dark-field scanning transmission electron microscopy. *Journal of Materials Research*, 35(12), 1582–1589. <https://doi.org/10.1557/jmr.2020.74>
- [84] Xu, S., Xiong, L., Chen, Y., & McDowell, D. L. (2016). An analysis of key characteristics of the Frank-Read source process in FCC metals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 96, 460–476. <https://doi.org/10.1016/j.jmps.2016.08.002>
- [85] Fu, J., Wang, S., & Wang, K. (2018). Influencing factors of the coarsening behaviors for 7075 aluminum alloy in the semi-solid state. *Journal of Materials Science*, 53(13), 9790–9805. <https://doi.org/10.1007/s10853-018-2246-z>
- [86] Sabbaghianrad, S., & Langdon, T. G. (2014). A critical evaluation of the processing of an aluminum 7075 alloy using a combination of ECAP and HPT. *Materials Science and Engineering A*, 596, 52–58. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.12.034>
- [87] Shaeri, M. H., Shaeri, M., Ebrahimi, M., Salehi, M. T., & Seyyedain, S. H. (2016). Effect of ECAP temperature on microstructure and mechanical properties of Al-Zn-Mg-Cu alloy. *Progress in Natural Science: Materials International*, 26(2), 182–191. <https://doi.org/10.1016/j.pnsc.2016.03.003>
- [88] Panigrahi, S. K., & Jayaganthan, R. (2011). Effect of annealing on thermal stability, precipitate evolution, and mechanical properties of cryorolled Al 7075 alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 42(10), 3208–3217. <https://doi.org/10.1007/s11661-011-0723-y>
- [89] Huang, K., & Logé, R. E. (2016). Zener Pinning. *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*, (July 2015), 1–8. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-803581-8.03211-2>
- [90] Isadare, A. D., Aremo, B., Adeoye, M. O., Olawale, O. J., & Shittu, M. D. (2013). Effect of heat treatment on some mechanical properties of 7075 Aluminium alloy. *Materials Research*, 16(1), 190–194. <https://doi.org/10.1590/S1516-14392012005000167>
- [91] Weinberg, M. C., Birnie, D. P., & Shneidman, V. A. (1997). Crystallization kinetics and the JMAK equation. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 219, 89–99. [https://doi.org/10.1016/S0022-3093\(97\)00261-5](https://doi.org/10.1016/S0022-3093(97)00261-5)
- [92] American Society for Testing and Materials. (2017). *E92 – 17 Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials*. ASTM Committees.
- [93] Eddahbi, M., Monge, M. A., Muñoz, A., & Pareja, R. (2012). Serrated flow in powder metallurgy Al-5%Mg-1.2%Cr alloy processed by equal channel angular pressing. *Materials Characterization*, 73, 16–30. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2012.06.013>

- [94] Hua, L., Hu, X., & Han, X. (2020). Microstructure evolution of annealed 7075 aluminum alloy and its influence on room-temperature plasticity. *Materials and Design*, 196, 109192. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.109192>
- [95] Lenard, J. G., Pietrzyk, M., & Cser, L. (1999). *Microstructure Evolution and Mechanical Properties of the Final Product. Mathematical and Physical Simulation of the Properties of Hot Rolled Products*, 151–236. <http://doi:10.1016/b978-008042701-0/50006-1>
- [96] Dorin, T., Ramajayam, M., Vahid, A., & Langan, T. (2018). Aluminium Scandium Alloys. In *Fundamentals of Aluminium Metallurgy*. <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-102063-0.00012-6>
- [97] Sakai, T., Belyakov, A., Kaibyshev, R., Miura, H., & Jonas, J. J. (2014). Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions. *Progress in Materials Science*, 60(1), 130–207. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2013.09.002>

# ANEXOS

## Anexo 1. Aleaciones de Aluminio comerciales de la serie 7XXX.

Tabla 1. Composiciones de las aleaciones comerciales de la serie 7XXX (wt%).

Aleación	Zn	Mg	Cu	Cr		Zr	Mn	Ti	Fe	Si
<b>7075</b>	5.1-6.1	2.1-2.9	1.2-2	0.18-0.28		-	0.3	0.2	0.5	0.4
<b>7175</b>	5.1-6.1	2.1-2.9	1.2-2	0.18-0.28		-	0.1	0.1	0.2	0.15
<b>7475</b>	5.2-6.2	1.9-2.6	1.2-1.9	0.18-0.25		-	0.06	0.06	0.12	0.1
<b>7178</b>	6.3-7.3	2.4-3.1	1.6-2.4	0.18-0.28		-	0.3	0.2	0.5	0.4
<b>7010</b>	5.7-6.7	2.1-2.6	1.5-2	0.05	-	0.1-0.16	0.1	0.06	0.15	0.12
<b>7050</b>	5.7-6.7	1.9-2.6	2-2.6	0.04	-	0.08-0.15	0.1	0.06	0.15	0.12
<b>7150</b>	5.9-6.9	2.-2.7	1.9-2.5	0.04	-	0.08-0.15	0.04	0.06	0.15	0.12
<b>7040</b>	5.7-6.7	1.7-2.4	1.5-2.3	0.04	-	0.06-0.12	0.04	0.06	0.13	0.1
<b>7140</b>	6.2-7	1.5-2.4	1.3-2.3	0.04	-	0.06-0.12	0.04	0.06	0.13	0.1
<b>7065</b>	7.1-8.3	1.5-1.8	1.9-2.3	0.04	-	0.06-0.15	0.04	0.06	0.08	0.06
<b>7065</b>	7.0-8.0	1.2-1.8	1.3-2	0.04	-	0.08-0.15	0.04	0.06	0.08	0.06
<b>7081</b>	6.9-7.5	1.8-2.2	1.2-1.8	0.04	-	0.06-0.15	0.25	0.06	0.15	0.12
<b>7055</b>	7.6-8.4	1.8-2.3	2-2.6	0.04	-	0.08-0.25	0.05	0.06	0.15	0.1
<b>7449</b>	7.5-8.7	1.8-2.7	1.4-2.1	-	-	0.06-0.15	0.2	0.06	0.15	0.12
<b>7056</b>	5.8-9.7	1.5-2.3	1.2-1.9	-	-	-	0.2	-	0.12	0.1
<b>7136</b>	8.4-9.4	1.8-2.5	1.9-2.5	0.05	-	0.1-0.2	0.05	0.1	0.15	0.12
<b>7099</b>	7.4-8.4	1.6-2.3	1.4-2.1	0.04	-	0.06-0.15	0.04	0.06	0.15	0.12
<b>7042</b>	6.5-7.9	2-2.8	1.3-1.9	0.05	-	-	0.3		0.2	0.2

Fuente: [17].

## Anexo 2. Fuente de Frank-Read.

En la Ciencia de Materiales, la fuente de Frank-Read es un modelo que permite explicar la formación de dislocaciones. Este mecanismo consiste en que, cuando una dislocación se encuentra anclada por ambos extremos (a) y, existe un esfuerzo de corte actuando sobre esta dislocación en un plano de deslizamiento (b), la dislocación comenzará a fluir hasta alcanzar su forma semi-elíptica (c). Si el esfuerzo aplicado es mayor que el esfuerzo de corte crítico, la dislocación pasará el punto crítico y continuará retirándose hasta formar una nueva dislocación (e). Nótese que ambos extremos de la dislocación se mueven alrededor de la periferia. La figura 1 muestra la fuente de Frank-Read.

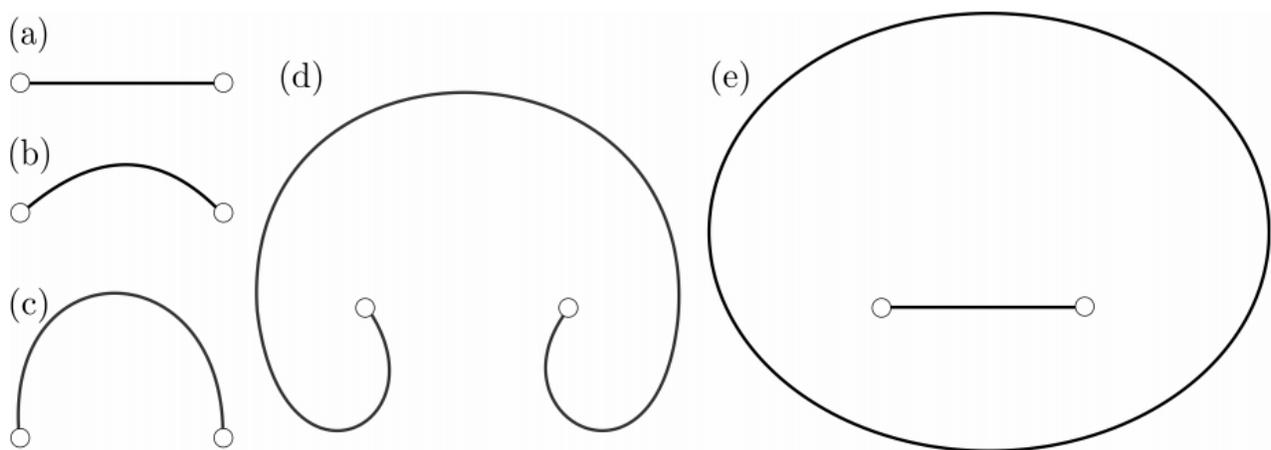


Figura 1. Fuente de Frank-Read [84].

### Anexo 3. Mecanismos de endurecimiento en la aleación AA7075.

Debido a las múltiples variables involucradas en los modelos teóricos antes analizados, resulta común recurrir a softwares de simulación para el estudio de dichas aleaciones. Por ejemplo, la ecuación (A) muestra la contribución a la resistencia del material (resistencia a la cedencia) desde un enfoque macroscópico:

$$\sigma_y = \Delta\sigma_{gb} + M\tau_{tot} \quad (A)$$

Donde:

$\sigma_y$  = Esfuerzo de Cedencia

$\Delta\sigma_{gb}$  = Resistencia debido a los límites de grano/subgrano

$M$  = Factor de Taylor ( $\sim 3$ )

$\tau_{tot}$  = Esfuerzo de Corte Crítico Resuelto Total (CRSS)

Sin embargo, dado que el CRSS es la contribución de los mecanismos de endurecimiento, se tiene que:

$$\tau_{tot} = \Delta\tau_0 + \Delta\tau_{ss} + \sqrt{(\Delta\tau_d^2 + \Delta\tau_{ppt}^2)} \quad (B)$$

Donde:

$\Delta\tau_0$  = Resistencia asociada al CRSS del aluminio

$\Delta\tau_{ss}$  = Resistencia asociada al CRSS para solución sólida

$\Delta\tau_d$  = Resistencia asociada al CRSS de la dislocación

$\Delta\tau_{ppt}$  = Resistencia asociada al CRSS de los precipitados

Al sustituir la relación (A) en la (B), se obtiene que:

$$\sigma_y = \Delta\sigma_{gb} + M \left( \Delta\tau_0 + \Delta\tau_{ss} + \sqrt{(\Delta\tau_d^2 + \Delta\tau_{ppt}^2)} \right) \quad (C)$$

Aun cuando la relación (C) contempla los mecanismos de endurecimiento antes mencionados, diversas variables asociadas a la interacción de los precipitados con las dislocaciones claramente están ausentes, tales como: falla de apilamiento, ordenamiento, interfaz (matriz-precipitado), morfología de los precipitados, etc.

La relación (D), además de considerar algunas de estas variables, ha sido aplicada para predecir al esfuerzo de cedencia ( $\sigma_y$ ) en la aleación Al-Zn-Mg-Cu [17].

$$\sigma_y = \Delta\sigma_{gb} + M \sqrt{\Delta\tau_{ss}^2 + \Delta\tau_d^2 + \Delta\tau_{ppt}^2 + \Delta\tau_{sf}^2 + \Delta\tau_{mod}^2} \quad (D)$$

Dónde:

$\Delta\tau_{sf}$ = Resistencia asociada al CRSS de las energías de falla de apilamiento

$\Delta\tau_{mod}$ = Resistencia asociada al CRSS del módulo de corte

#### Anexo 4. Reactivos para ataque en la aleación AA7075.

Tabla 1. Reactivos para examinación macroscópica empleados en esta tesis.

Reactivo	Composición química
Keller	2 mL HF (48 %), 3 mL HCl (conc), 5 mL HNO <sub>3</sub> y 190 mL H <sub>2</sub> O
Tuker	45 mL HCl (conc), 15 mL HNO <sub>3</sub> (conc), 15 mL HF (48%) y 25 mL H <sub>2</sub> O
Poulton	12 mL HCl (conc), 6 mL HNO <sub>3</sub> (conc), 1 mL HF (48%) y 1 mL H <sub>2</sub> O
Graff/Sargent (CrO <sub>3</sub> )	15.5 mL HNO <sub>3</sub> (conc), 0.5 mL HF (48%), 3.0 g CrO <sub>3</sub> y 84.0 mL H <sub>2</sub> O
FeCl <sub>3</sub>	10 mL HCl (conc), 30 mL HNO <sub>3</sub> (conc), 20 mL H <sub>2</sub> O y 5 g FeCl <sub>3</sub>
HF <sub>diluido</sub>	1 mL HF (48%) y 9 mL H <sub>2</sub> O