

RETROGRESIÓN Y RE-ENVEJECIMIENTO DE LA ALEACIÓN Al7075  
RETROGRESSION AND RE-AGING OF Al7075 ALLOYS

**María del V. Valera M. y Ney J. Luiggi A.**

*Grupo de Física de Metales. Escuela de Ciencias. Dpto. de Física. Universidad de Oriente.*

**RESUMEN**

En el presente trabajo estudiamos, por medio de resistividad eléctrica ( $\rho$ ) y calorimetría diferencial de barrido (DSC), el comportamiento de la aleación Al7075 sometida a un Tratamiento de Retrogresión–Reenvejecimiento (TRRA). La evolución estructural del sistema en cada etapa del tratamiento es seguida mediante un envejecimiento natural por medidas isotermas de resistividad y de manera no–isoterma entre 25 y 600°C por medidas de calorimetría. Los estudios de  $\rho$  muestran un valor decreciente en cada etapa del TRRA. Una variación anómala de  $\rho$  es reportada durante el envejecimiento natural luego de la homogeneización, mientras que muy poca variación de  $\rho$  se obtiene en las etapas subsiguientes. Las medidas de DSC muestran una serie de máximos y valles que nos permiten identificar la secuencia de precipitación de esta aleación. La variación de la razón de calentamiento genera desplazamientos de picos y valles permitiéndonos determinar la energía de activación de cada fase identificada.

**ABSTRACT**

In the present work we studied by means of electrical resistivity ( $\rho$ ) and differential scanning calorimetry (DSC) the behaviour of the 7075 alloy, which was subjected to retrogression and re-aging thermal treatment (TRRA). The structural evolution of the system in each stage of the thermal treatment was followed by means of a natural aging by isothermal measures of resistivity and not isothermal calorimetry measures between 25 and 600°C. The  $\rho$  studies show a decreasing value in each stage of the TRRA. An anomalous variation of  $\rho$  is reported during the natural aging after homogenization stage, whereas very little variation of  $\rho$  is obtained in the subsequent stages. The

DSC measures show to a series of maximums and valleys that allow us to identify the precipitation sequence of this alloy. The variation of the heating rate generates displacements of peaks and valleys which allows us to determine the energy of activation of each identified phase.

## **INTRODUCCIÓN**

El Tratamiento de Retrogresión y Re-envejecimiento (TRRA) aplicado a la aleación 7075 ayuda a promover una abundante precipitación de la fase de equilibrio  $\eta$  ( $MgZn_2$ ) en la vecindad de los granos y sub-granos, manteniendo una fina precipitación de la fase  $\eta'$  en el interior del grano o introduce una cantidad adecuada de dislocaciones de temple de tal manera que la fragilidad del material por la presencia del hidrógeno sea inhibida (Robinson, 2003). Estos mecanismos están relacionados con la cinética de precipitación de fases; de allí la necesidad de conocer como ocurre tal proceso, que elementos precipitan y bajo cual condición de tiempo y temperatura ocurren las condiciones microestructurales que generen dichas propiedades. El objetivo de este trabajo es estudiar el comportamiento de la aleación Al7075 sometida a un tratamiento RRA mediante resistividad eléctrica ( $\rho$ ) y calorimetría diferencial de barrido (DSC).

## **METODOLOGÍA**

La aleación Al7075 tiene como aleantes principales, en porcentaje peso, los siguientes elementos: Zn (5,1–6,1), Mg (2,1–2,9) y Cu (1,2–2), y en menores proporciones Cr, Fe, Si, Mn, Ti y Zr (Hatch, 1984). El tratamiento TRRA al cual se someten las muestras consiste en los siguientes pasos: 1) homogeneización por 4 h a 470°C y temple en agua mantenida a 3°C, 2) envejecimiento durante 24 h a 120°C, 3) retrogresión por 40 min a 200°C y, 4) re-envejecimiento durante 24 h a 120°C. Con él se busca estimular la precipitación de fases la cual es seguida por resistividad eléctrica y DSC. Para  $\rho$ , se utilizaron láminas circulares de 1 cm de diámetro. Las medidas de  $\rho$  fueron realizadas con un

sensor SIGMATEST D-208 (corrientes Eddy) para medir la conductividad eléctrica bajo un ambiente isoterma a 25°C. Para las medidas de flujo de calor ( $\Delta H$ ), se usaron láminas circulares de diámetro 6,65 mm y 22 mg de masa. Las medidas se realizaron en condiciones no-isotermas entre 25 y 600°C, a diferentes razones de calentamiento en un equipo DSC marca Perkin-Elmer TAC 7/DX. Los termogramas son analizados a la luz de la teoría de isoconversión (Luigi, 2003), para procesos no isotérmicos, la cual establece la evaluación de la energía de activación  $Q$  a partir de la relación siguiente:

$$\ln\left(\frac{T}{\Phi}\right)^N = \frac{Q}{RT} + C \quad (1)$$

donde  $\Phi$  es la razón de calentamiento,  $T$  es la temperatura,  $N$  es un parámetro fenomenológico que garantiza el buen valor de la energía de activación aparente  $Q$ , cuyo valor es 2, y  $C$  una constante.

## **RESULTADOS**

En la figura 1.a, mostramos los valores de la resistividad eléctrica medida a 25°C, alcanzadas rápidamente después de cada etapa del TRRA. La resistividad exhibe un decaimiento desde su estado original de colada hasta el estado de re-envejecimiento. El proceso de homogeneización mete en solución sólida a la mayoría de los aleantes, disuelve precipitados propios de la etapa precedente y elimina defectos asociados al estado de colada. El estado envejecido corresponde a 24 h a 120°C, el cual se traduce en una reducción de resistividad producto de la disolución de las zonas GP y su transición hacia la fase  $\eta'$  y del empobrecimiento continuo de la solución sólida. Esto se explica porque la resistividad específica de los aleantes en solución sólida es mayor a su resistividad fuera de solución. La retrogresión, durante 40 min a 200°C, facilita la precipitación de la fase  $\eta$  y acelera la formación de la fase  $\eta'$ , además de continuar purificando a la matriz de aluminio. Cada uno de estos efectos son responsables del decrecimiento de  $\rho$ . Finalmente, el re-envejecimiento a 120°C

permite que el proceso interrumpido por la retrogresión continúe, lo cual se traduce en una disminución de  $\rho$  y su tendencia a un *plateau*. En la figura 1.b mostramos como cambia la resistividad después de cada paso del TRRA cuando es sometida a un envejecimiento natural a la temperatura ambiente, confirmando la evolución de la resistividad a partir del estado homogeneizado. Se evidencia un incremento de resistividad producto de la precipitación de zonas GP, luego un ligero *plateau*, un incremento y un nuevo *plateau* para largos tiempo de envejecimiento. El pequeño incremento final de  $\rho$ , puede explicarse por un incremento del área de contornos producto del desarrollo de los precipitados. El tratamiento térmico T6, el cual corresponde a la muestra envejecida a 120°C una vez homogeneizada y templada, registra una variación casi nula de la resistividad, seguida de un incremento de la misma después de una semana de envejecimiento natural a 25°C. Similar comportamiento es observado para el tratamiento de retrogresión y re-envejecimiento. Queda claro que los tratamientos subsiguientes a la homogeneización tienen la virtud de transformar las zonas GP para dar paso a la formación de las fases  $\eta'$  y  $\eta$ , como fue establecido en la figura 1.a. En la figura 2.a presentamos la variación de flujo de calor ( $\Delta H$ ) en función de la temperatura, obtenidas inmediatamente después de cada uno de los pasos del TRRA y ejecutado a una razón de calentamiento de 100°C/min. En ella observamos, la transformación endotérmica A asociada con el proceso de disolución de zonas GP formadas durante el temple a temperatura ambiente o a la formación de *cluster* de vacancias debido a la corta estadía a bajas temperaturas. El pico endotérmico B corresponde a la disolución de la fase  $\eta'$ . Este pico es incipiente en la gráfica correspondiente a las muestras homogeneizadas debido a que  $\Phi$  es suficientemente elevada y no permite su completo desarrollo. En las muestras envejecidas, la disolución de estas fases es magnificada producto del tiempo que ellas permanecen a 120°C; mientras que la retrogresión a 200°C, así como el re-envejecimiento, desplazan el pico de disolución de  $\eta'$  en 25°C. La depresión exotérmica C corresponde a una zona de transición  $\eta' \rightarrow \eta$ , la cual es

muy marcada en las muestras envejecidas, donde ambas fases coexisten. Finalmente el pico endotérmico D corresponde a la disolución de la fase de equilibrio  $\eta$ . Asimismo, en la figura 2.b graficamos el comportamiento de  $\Delta H$  en muestras sometidas al TRRA a diferentes razones de calentamiento ( $\Phi$ ). En las mismas señalamos un conjunto de máximos y valles correspondientes a las transformaciones estructurales asociadas al tratamiento térmico aplicado. En esta figura variamos  $\Phi$  y notamos el desplazamiento de los máximos y valles reportados. Los altos valores de  $\Phi$  utilizados no permiten que otras transformaciones estructurales no deseadas ocurran. El desplazamiento de los picos hacia las altas temperaturas, en la medida que  $\Phi$  crece, indica que un proceso difusivo está en curso. Seleccionando las temperaturas de los picos B y D y aplicando la ecuación (1) podemos predecir el valor de Q para ambos procesos. En la tabla I estos valores son presentados para cada una de las etapas del TRRA. Como la energía de difusión de Zn y Mg en aluminio varía entre 27 y 31 kcal/mol y la energía de autodifusión del aluminio es 34,7 kcal/mol (Zhiwei DU, 2005), podemos afirmar que la precipitación de la fase  $\eta'$  es controlada principalmente por la difusión de estos elementos. García-Cordovilla (1990) reporta un valor de 21,12 kcal/mol para la fase  $\eta'$  luego de un tratamiento T6, lo cual muestra una buena concordancia con nuestros resultados.

### **CONCLUSIONES**

- 1) El tratamiento TRRA introduce variaciones importantes en los valores de resistividad eléctrica, generando una caída de resistividad asociada a la secuencia de transformación de fases:  $\alpha SS \rightarrow$  zonas de GP  $\rightarrow$  precipitados  $\eta'$  (hexagonal)  $\rightarrow$  precipitados  $\eta$  ( $MgZn_2$ ).

- 2) Las medidas de calorimetría evidencia esta secuencia de transformación mediante la aparición de picos y valles característicos de la aleación bajo estudio. El desplazamiento de los mismos al cambiar la razón de calentamiento indica que la transformación ocurre por difusión.
- 3) La energía de activación obtenida para la fase  $\eta'$  oscila entre 15 y 20 kcal/mol, mientras que para la fase  $\eta$  varía entre 30 y 68 kcal/mol.

### **REFERENCIAS**

- García-Cordovilla C; Louis E (1990). *Kinetics of retrogression in Al-Zn-Mg-(Cu) alloys. Metallurgical Transactions A, V 21A*, p. 2277.
- Hatch JE (1984) *Aluminum, Properties and Physical Metallurgy*. p. 146.
- Li XM and Starink MJ (2001) *The Effect of Compositional Variations on the Characteristics of Coarse Intermetallic Particles in Overaged 7XXX Al Alloys. V17*, p. 1324.
- Luiggi N (2003) *Comments on the analysis of experimental data in non-isothermal kinetics. V 34A*, p. 2679.
- Robinson JS. (2000) *Influence of retrogressing and reaging on the stress corrosion cracking resistance of 7010. Materials Science Forum. V331-337*, p. 1653.
- Zhiwei D, Tietao Z, Peiying L, Huanxi L, Baozhong D and Changqi Ch (2005). *Small Angle X-ray Scattering Study of Precipitation Kinetics in Al-Zn-Mg-Cu Alloys. J. Mater. Sci. Technol. V21, No.4*, p. 479.

### **AGRADECIMIENTO**

Los autores del presente trabajo agradecen el soporte financiero del Consejo de Investigación de la Universidad de Oriente y a los miembros del Grupo de Física de Metales.

Tabla I.- Energía de activación para la disolución de las fases  $\eta'$  y  $\eta$ , con  $N=2$ .

Figura 1.- (a) Resistividad eléctrica de la aleación 7075 medida a 25 °C luego de cada paso del TRRA. (b) Envejecimiento isoterma a 25°C después de cada paso del TRRA: ● Homogeneizada, ○ Envejecida, ▲ Retrogresión, △ Re-envejecida.

Figura 2.- Variación del flujo de calor en función de la temperatura: (a) medido inmediatamente después de cada paso del TRRA a 100 °C/min. ● Homogeneizada, △ Envejecida, ▲ Retrogresión, ○ Re-envejecida. (b) Medido después del TRRA a diferentes razones de calentamiento. ■  $\Phi = 50^\circ\text{C}/\text{min}$ , ○  $\Phi = 100^\circ\text{C}/\text{min}$ , ▼  $\Phi = 150^\circ\text{C}/\text{min}$ , ▽  $\Phi = 200^\circ\text{C}/\text{min}$ .

**Tabla I**

<b>Tratamientos</b>	<b>Q (Kcal/mol)</b>	
	$\eta'$	$\eta$
Envejecida	19,382	30,527
Retrogresión	16,076	64,607
Re-envejecida	15,077	67,023

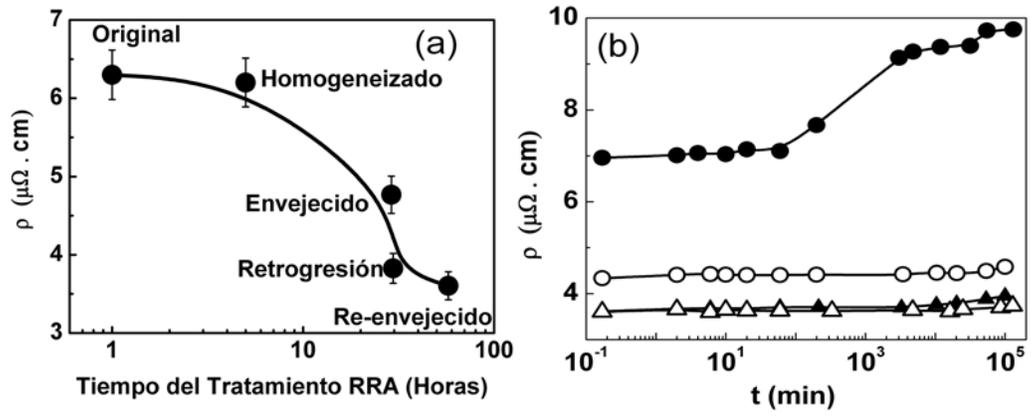


Figura 1

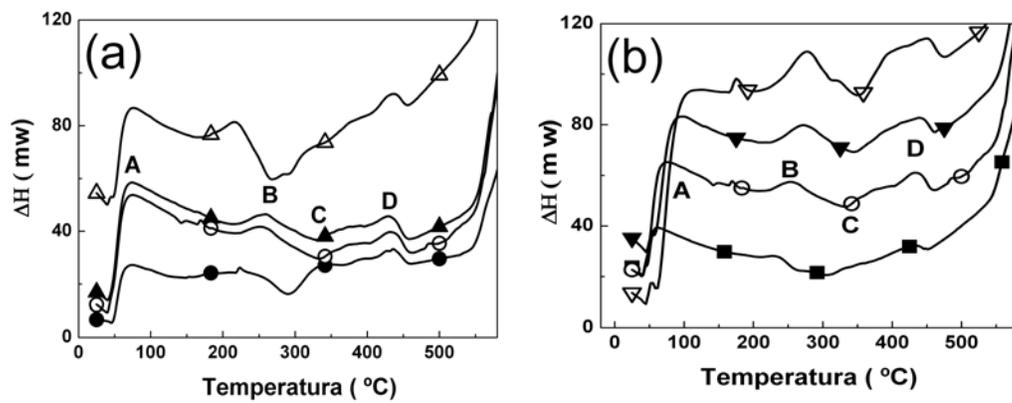


Figura 2

## **Currículum Vitae**

### **María del Valle Valera Maneiro**

MSc. en Física. Docente Agregado e Investigadora del Dpto. de Física, Escuela de Ciencias, Núcleo de Sucre, UDO. Integrante del Grupo de Física de Metales. E-mail: mvalera05@gmail.com, mvalera@sucre.udo.edu.ve

### **Ney José Luiggi Agreda**

Dr. en Metalurgia Física. Docente Titular e Investigador del Dpto. de Física, Escuela de Ciencias, Núcleo de Sucre, UDO. Coordinador del Grupo de Física de Metales. E-mail: nluiggi@sucre.udo.edu.ve