

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ**  
**INSTITUTO DE ENGENHARIA MECÂNICA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**INFLUÊNCIA DA ESTRUTURA BRUTA DE SOLIDIFICAÇÃO  
E DO TEMPO DE ENCHARQUE DURANTE A  
SOLUBILIZAÇÃO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E NA  
CONDUTIBILIDADE ELÉTRICA DA LIGA AL 7075**

**Edwin Gilberto Medina Bejarano**

Itajubá, novembro 2016

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ**  
**INSTITUTO DE ENGENHARIA MECÂNICA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**Edwin Gilberto Medina Bejarano**

**INFLUÊNCIA DA ESTRUTURA BRUTA DE  
SOLIDIFICAÇÃO E DO TEMPO DE ENCHARQUE  
DURANTE A SOLUBILIZAÇÃO NAS PROPRIEDADES  
MECÂNICAS E NA CONDUTIBILIDADE ELÉTRICA  
DA LIGA Al 7075**

Área de Concentração: **Projeto, Materiais e Processos (PMP)**

Orientador: Prof. Dr. Miriam de Lourdes Noronha Motta Melo

Corientador: Prof. Dr. Antônio Augusto Araújo Pinto da Silva

Novembro de 2016

Itajubá

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ**  
**INSTITUTO DE ENGENHARIA MECÂNICA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**Edwin Gilberto Medina Bejarano**

**INFLUÊNCIA DA ESTRUTURA BRUTA DE  
SOLIDIFICAÇÃO E DO TEMPO DE ENCHARQUE  
DURANTE A SOLUBILIZAÇÃO NAS PROPRIEDADES  
MECÂNICAS E NA CONDUTIBILIDADE ELÉTRICA  
DA LIGA Al 7075**

Dissertação aprovada por banca examinadora em 18 de novembro de 2016, conferindo ao autor o Título de **Mestre em Engenharia Mecânica**

**Banca Examinadora:**

Prof. Dra. Miriam de Lourdes N. Motta Melo (Orientador)

Prof. Dr. Antônio Augusto A. Pinto da Silva (Co-orientador).

Prof. Dr. Gilbert Silva

Prof. Dr. João Roberto Moro

Itajubá

2016

**Não ande na minha frente, eu não pode segui-lo; Não ande atrás de mim, eu não pode ser um guia; Basta caminhar ao meu lado e sempre será o melhor amigo. "onde seja... como seja... quando seja..."**

## **AGRADECIMENTOS**

À minha esposa e parceira Yina Quintero Gamboa, pela ajuda, apoio incondicional e compreensão em todos os momentos em que eu precise dela.

À minha orientadora, Prof. Dra. Miriam, por guiar-me através de trilhas, e não de trilhos e ter mais que uma orientadora e tornar-se uma segunda mãe

Prof. Dr. Antônio Augusto Araújo Pinto da Silva suporte importante para o desenvolvimento deste trabalho.

A os técnicos do Instituto de Engenharia Mecânica da UNIFEI, Jonas Mendes e Marcos Cirilo dos Santos e Claudemiro Luz Teodoro, que está sempre pronto para dar uma mão e ajudar fazendo um excelente trabalho.

À minha família: Blanca Bejarano Bejarano, Gilberto Medina Garcia, Juan Felipe Medina Bejarano, eles estão sempre presentes em cada momento da minha vida.

Aos meus grandes parceiros: Aline Silva, Jonas Mendes, Andrés Guasca e Monica Soto, que de uma forma ou de outra ajudaram e contribuíram neste processo com seu apoio e aconselhamento.

A todos os professores da UNIFEI, pelas disciplinas oferecidas no decorrer do Mestrado, bases para a compreensão dos assuntos aqui discutidos.

A todas aquelas pessoas e instituições que direta ou indiretamente colaboraram para que este trabalho fosse concluído.

*[...]*

*- Evidente – opinou o major. – Mas que metal pensa em usar no projétil?*

*- Alumínio – respondeu Barbicane.*

*- Alumínio? – exclamaram os outros três.*

*- Sem dúvida, meus amigos. Esse precioso metal tem a brancura da prata, a inalterabilidade do ouro, a tenacidade do ferro, a fusibilidade do cobre e a leveza do vidro. Ele é fácil de ser trabalhado e de ser encontrado na natureza, pois a alumina é a base da maior parte das rochas. O alumínio é três vezes mais leve que o ferro e parece ter sido criado especialmente para nosso projétil!*

*- Hurra para o alumínio! – “gritou o secretário da comissão, sempre exagerado nos momentos de entusiasmo.”*

Júlio Verne (1828 – 1905)  
em *Da Terra à Lua*

## RESUMO

MEDINA, B. E. G. **INFLUÊNCIA DA ESTRUTURA BRUTA DE SOLIDIFICAÇÃO E DO TEMPO DE ENCHARQUE DURANTE A SOLUBILIZAÇÃO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E NA CONDUTIBILIDADE ELÉTRICA DA LIGA AL 7075**. 2016. 161p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade Federal de Itajubá, Itajubá – MG, 2016.

Ligas de alumínio tratáveis termicamente são de grande importância industrial. Pesquisas envolvendo a inter-relação entre a liga (composição), a rota de fabricação e as propriedades são de interesse acadêmico e de aplicação industrial, pois visam a engenharia reversa, ou seja, a partir da propriedade desejada prever as possíveis condições/parâmetros que devem ser utilizadas no processamento da liga. Este trabalho visou avaliar a influência dos processos de fabricação: solidificação, homogeneização/ solubilização e envelhecimento na liga Al 7075 usando técnicas de caracterização de custo reduzido com a previsão do limite de escoamento. A produção de ligas tratáveis necessita do uso de técnicas de menor custo como, por exemplo, as medidas de dureza e microdureza, já bem difundidas para estas ligas associadas a medidas de resistividade elétrica por correntes parasitas. Técnicas de microscopia óptica e eletrônica de varredura, neste caso, destrutivas, foram necessárias para o controle das quantidades das frações de precipitados. Isto foi fundamental para verificar se os mecanismos dissolução dos precipitados oriundos da solidificação (homogeneização e solubilização) e posteriormente a formação dos precipitados no endurecimento (precipitação) estão sendo efetivos. Para as condições estudadas neste trabalho pode-se concluir que os resultados de dureza e microdureza possuem influência substancial em função das diferentes condições: bruta de solidificação, solubilizada/temperada em água e envelhecida e conforme recebida (T6 51), confirmando que podem servir de controle durante as etapas de processamento. Já quanto aos resultados de condutividade elétrica: houve diferenças entre as etapas de processamento, embora com uma faixa mais restrita, principalmente entre as condições: solubilizada e envelhecida. Também foi possível fazer a previsão do limite de escoamento a partir dos resultados de microdureza Vickers para as diferentes condições de processamento da liga Al 7075, com erro de 5% para a condição conforme recebida (T6 51).

**Palavras-chave:** Liga 7075-T651, envelhecimento, solubilização, Estado bruta de solubilização, Microestruturas, Dureza Brinell, Microdureza Vickers.

# ABSTRACT

MEDINA, B. E. G. **INFLUENCE OF THE AS-CAST STRUCTURE AND SOAKING-TIME DURING SOLUBILIZATION IN THE MECHANICAL PROPERTIES AND THE ELECTRICAL CONDUCTIVITY OF AL 7075 ALLOY** 2016. 161p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade Federal de Itajubá, Itajubá – MG, 2016.

Heat treatable aluminum alloys are of great industrial interest. Research involving the relation between the alloy (composition), the manufacturing process and properties are of academic and industrial interest, because they aim at reverse engineering. In other words, allow from the desired property to determine the conditions/parameters to be used in alloy processing. This work aimed to evaluate the influence of different parameters in manufacturing processes (Solidification, homogenization/solution and aging time) of the alloy Al 7075 on the yield strength using cost-effective characterization techniques. The production of treatable alloys requires the use of low cost techniques as, for example, hardness and microhardness, already well known for these alloys, associated to electrical resistivity via eddy currents measurements. Optical microscopy and scanning electron microscopy, in this case destructive, were necessary to quantify the fraction of precipitates. This was fundamental to verify if the effectiveness of the precipitates dissolution mechanisms (homogenization and solubilization) and the re-precipitation in the aging treatment. From the results of this work it can be concluded that the hardness and microhardness measurements are influenced by the different processing conditions: as-cast state, solubilized/quenched in water, aged and as received (T6 51). This confirms that they can serve as control parameter during the processing steps. Concerning the electrical conductivity results, differences were also observed between the processing steps. However, it should be noted that between the solubilized and aged the differences were narrow. It was also modeled parameters to predict the yield strength from the Vickers microhardness confirmed by the as received condition (T6 51) with a 5% error.

**Keywords:** Alloy 7075-T651, precipitation hardening, solubilization, as solubilized state, cooling rate, microstructures, Brinell hardness, Vickers microhardness.

# SUMÁRIO

|       |   |    |
|-------|---|----|
| 1     | INTRODUÇÃO .....  | 10 |
| 1.1   | Considerações Iniciais .....  | 10 |
| 1.2   | Motivação .....   | 10 |
| 1.3   | Objetivos .....   | 12 |
| 1.4   | Estrutura do trabalho .....   | 12 |
| 2     | REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....  | 13 |
| 2.1   | Alumínio e suas ligas .....   | 14 |
| 2.2   | Mecanismos de aumento de resistência em materiais metálicos.....      | 27 |
| 2.2.1 | Endurecimento por deformação a frio (encruamento).....                | 28 |
| 2.2.2 | Endurecimento por controle do tamanho de grão .....                   | 28 |
| 2.2.3 | Endurecimento por solução sólida.....                                 | 29 |
| 2.2.4 | Endurecimento por precipitação (envelhecimento) .....                 | 32 |
| 2.3   | Correlação diferentes propriedades físicas em ligas de alumínio ..... | 34 |
| 2.3.1 | Dureza e resistência mecânica .....                                   | 34 |
| 2.3.2 | Condutividade elétrica .....  | 37 |
| 3     | MATERIAIS E MÉTODOS .....   | 40 |
| 3.1   | Material - Liga Al 7075 T651 .....                                    | 42 |
| 3.1.1 | Processo comercial de produção da liga 7075 T6 51 .....               | 43 |
| 3.2   | Alumínio Comercialmente Puro.....                                     | 44 |
| 3.3   | Processo de preparação das amostras da liga Al 7075 .....             | 44 |
| 3.3.1 | Refusão da liga.....  | 44 |
| 3.3.2 | Solidificação da liga .....   | 46 |
| 3.3.3 | Solubilização .....   | 48 |
| 3.3.4 | Envelhecimento.....   | 50 |
| 3.4   | Corte e codificação das amostras .....                                | 50 |
| 3.5   | Técnicas de caracterização.....                                       | 51 |
| 3.5.1 | Preparação das amostras .....   | 51 |
| 3.5.2 | Microscopia óptica (MO).....  | 53 |
| 3.5.3 | Microscopia eletrônica de varredura (MEV) .....                       | 54 |

|       |  |     |
|-------|--|-----|
| 3.5.4 | Dureza.....  | 55  |
| 3.5.5 | Microdureza .....  | 56  |
| 3.5.6 | Ensaio de tração .....   | 57  |
| 3.5.7 | Condutividade elétrica .....   | 57  |
| 3.6   | Considerações finais.....  | 58  |
| 4     | RESULTADOS E DISCUSSÕES .....  | 59  |
| 4.1   | Condição: Conforme recebida.....   | 59  |
| 4.1.1 | Microscopia óptica do alumínio comercialmente puro .....   | 59  |
| 4.1.2 | Dureza do alumínio comercialmente puro.....  | 60  |
| 4.1.3 | Microdureza do alumínio comercialmente puro .....  | 61  |
| 4.1.4 | Resultados de microscopia óptica da liga Al 7075 T6 51.....  | 61  |
| 4.1.5 | Microscopia eletrônica de varredura da liga Al 7075 T651.....  | 63  |
| 4.1.6 | Dureza da liga Al 7075 T6 51 .....   | 69  |
| 4.1.7 | Resultados do ensaio de microdureza Vickers (HV) da liga Al 7075 T651 .....  | 72  |
| 4.2   | Condição: Bruta de solidificação .....   | 74  |
| 4.2.1 | Microscopia óptica da liga Al 7075 bruta de solidificação .....  | 74  |
| 4.2.2 | Microscopia eletrônica de varredura da liga Al 7075 bruta de solidificação .....   | 79  |
| 4.2.3 | Fração percentual de precipitados da liga Al7075 bruta de solidificação.....   | 86  |
| 4.2.4 | Dureza da liga Al 7075 bruta de solidificação .....  | 91  |
| 4.2.5 | Microdureza da liga Al 7075 bruta de solidificação .....   | 93  |
| 4.2.6 | Comparação dos resultados de dureza e microdureza nas condições: Bruta de solidificação e conforme recebida .....                                | 95  |
| 4.3   | Caracterizações da liga Al 7075 solubilizada/temperada em água.....  | 98  |
| 4.3.1 | Microscopia óptica da liga Al 7075 solubilizada/temperada em água.....   | 98  |
| 4.3.2 | Microscopia eletrônica de varredura da liga Al 7075 solubilizada/temperada em água<br>102  |     |
| 4.3.3 | Fração de precipitados da liga Al 7075 solubilizada/temperada em água.....   | 115 |
| 4.3.4 | Previsão do tempo para dissolução dos precipitados para a liga Al 7075 .....   | 117 |
| 4.3.5 | Dureza da liga al 7075 solubilizada e temperada em água .....  | 120 |
| 4.3.6 | Microdureza da liga Al 7075 solubilizada/temperada em água.....  | 122 |
| 4.3.7 | Comparação dos resultados de dureza e microdureza nas condições: bruta de solidificação, solubilizada/temperada em água, conforme recebida ..... | 124 |
| 4.4   | Caracterizações da liga Al 7075 envelhecida artificialmente.....   | 130 |
| 4.4.1 | Microscopia óptica da liga Al 7075 envelhecida artificialmente.....  | 130 |
| 4.4.2 | Microscopia eletrônica de varredura da liga Al 7075 envelhecida artificialmente.....   | 131 |

|       |  |     |
|-------|--|-----|
| 4.4.3 | Dureza da liga Al 7075 envelhecida artificialmente .....   | 135 |
| 4.4.4 | Microdureza da liga Al 7075 envelhecida artificialmente .....  | 137 |
| 4.5   | Comparação dos resultados de dureza e microdureza nas condições: bruta de solidificação, solubilizada/temperada em água, envelhecida artificialmente e conforme recebida ..... | 139 |
| 4.6   | Condutividade elétrica .....   | 143 |
| 4.7   | Previsão do limite de escoamento em função da microdureza.....   | 146 |
| 5     | CONSIDERAÇÕES FINAIS .....   | 149 |
| 5.1   | Conclusões .....   | 151 |
|       | Bibliografia.....  | 152 |

## LISTA DE FIGURAS

|  |    |
|--|----|
| Tabela 2.1 Fases presentes em ligas de alumínio .....  | 17 |
| Tabela 2.2 Composição comercial química típica da liga 7075 .....  | 26 |
| Tabela 3.1 Composição química da liga comercial de alumínio 7075 T651 (% peso) .....   | 42 |
| Tabela 3.2 Análise química de amostra de Al 7075 T651. Concentração percentual em massa de cada elemento .....                                 | 42 |
| Tabela 3.3 Ciclos de tratamentos térmicos comerciais para a liga Al 7075 (solubilização, tempera e envelhecido).....                           | 43 |
| Tabela 3.4 Composição química Alumínio comercialmente puro (% peso).....   | 44 |
| Tabela 3.5 Composições química Alumínio comercialmente puro (% peso) .....   | 44 |
| Tabela 3.6 Concentração e composição do reagente Keller.....   | 52 |
| Tabela 4.1 Tamanho de grão e Dureza para o alumínio comercialmente puro na condição bruta de solidificação .....                               | 60 |
| Tabela 4.2 Tamanho de grão e Microdureza para o alumínio comercialmente puro na condição bruta de solidificação .....                          | 61 |
| Tabela 4.3 Análise química das fases identificadas na amostra da liga Al 7075 T651 conforme recebida.....                                      | 66 |
| Tabela 4.4 Resultados do ensaio de dureza Brinell da liga Al 7075 T6 51 conforme recebida. ....  | 70 |
| Tabela 4.5 Microdureza da liga Al 7075 T651 conforme recebida.....   | 72 |
| Tabela 4.6 Resultados de tamanho de grão e espaçamento interdendrítico primário da liga Al 7075 bruta de solidificação.....                    | 77 |
| Tabela 4.7 Análise química das fases identificadas na amostra da liga Al 7075 bruta de solidificação.....                                      | 84 |
| Tabela 4.8 Fração de precipitados da liga Al 7075 bruta de solidificação e espaçamentos interdendríticos e taxa de resfriamento calculada..... | 86 |
| Tabela 4.9 Fração de precipitados da liga Al 7075 bruta de solidificação e espaçamentos interdendríticos e taxa de resfriamento calculada..... | 88 |
| Tabela 4.10 Resultados do ensaio de dureza Brinell (HV) em função do espaçamento interdendrítico.....  | 92 |
| Tabela 4.11 Resultados do ensaio de dureza Brinell (HV) em função do espaçamento interdendrítico.....  | 93 |

|   |     |
|---|-----|
| Tabela 4.12 Liga Al 7075 - Espaços interdendríticos, taxas de resfriamento na solidificação e tempos de encharque na solubilização a 504°C com resfriamento em água....   | 98  |
| Tabela 4.13 Percentual em peso por elemento químico para diferentes precipitados para a liga Al 7075 solubilizada 2 horas a 504°C temperada em água por MEV/EDS .....   | 111 |
| Tabela 4.14 Percentual em peso por elemento químico para diferentes precipitados para a liga Al 7075 solubilizada 36 horas a 504°C temperada em água por MEV/EDS.. .....  | 111 |
| Tabela 4.15 Difusividade (Do) e Energia de ativação de difusão (Q) dos principais elementos da liga Al7075 .....  | 114 |
| Tabela 4.16 Liga Al 7075 solubilizada e resfriada em água, Taxa de resfriamento na solidificação, Espaços interdendriticos e fração de precipitados pelo método fração de área. ....  | 116 |
| Tabela 4.17 Valores constantes utilizadas em a equação 4,2 prever o tempo de dissolução liga 7075. ....   | 118 |
| Tabela 4.18. Liga Al 7075 Solubilizada a 504°C por 2, 4, 18, 36 horas e temperada em água .....   | 120 |
| Tabela 4.19 Liga Al 7075 Solubilizada a 504°C por 2, 4, 18, 36 horas e temperada em água Espaços interdendriticos e microdureza Vickers .....   | 122 |
| Tabela 4.20 Liga Al 7075 Solubilizada/temperada em água e envelhecida a 120°C por 24 horas - Tempo de solubilização, espaçamento interdendrítico e microdureza Vickers.....   | 135 |
| Tabela 4.21 Liga Al 7075 Solubilizada/temperada em água e envelhecida a 120°C por 24 horas - Tempo de solubilização, espaçamento interdendrítico e dureza Brinell. ....   | 137 |
| Tabela 4.22 Condutividade elétrica do alumínio comercialmente puro e da liga Al 7075 nas seguintes condições: Bruta de solidificação, solubilizada em diferentes tempos/temperada em água, envelhecida artificialmente para o espaçamento interdendritico de $131 \pm 15 \mu\text{m}$ ..... | 143 |
| Tabela 4.23 Dureza Vickers e limite de escoamento para a liga Al 7075 em diferentes condições. ....   | 146 |
| Tabela 4.24 Valores de $\beta_0$ estimados a partir de dados da literatura .....  | 147 |
| Tabela 4.25 Valores da microdureza Vickers medidos experimentalmente nesse trabalho para a liga Al 7075 bruta de solidificação, solubilizada, envelhecida e como recebida .....   | 148 |
| Tabela 4.26 Valores da tensão de escoamento calculados para a liga Al 7075 nas condições: bruta de solidificação, solubilizada, envelhecida e como recebida (T651).....   | 148 |
| Tabela 4.27 Liga Al 7075 - Valores da tensão de .....   | 148 |

## LISTA DE TABELAS

|  |    |
|--|----|
| Tabela 2.1 Fases presentes em ligas de alumínio .....  | 17 |
| Tabela 2.2 Composição comercial química típica da liga 7075 .....  | 26 |
| Tabela 3.1 Composição química da liga comercial de alumínio 7075 T651 (% peso) .....   | 42 |
| Tabela 3.2 Análise química de amostra de Al 7075 T651. Concentração percentual em massa de cada elemento .....   | 42 |
| Tabela 3.3 Ciclos de tratamentos térmicos comerciais para a liga Al 7075 (solubilização, tempera e envelhecido).....   | 43 |
| Tabela 3.4 Composição química Alumínio comercialmente puro (% peso).....   | 44 |
| Tabela 3.5 Composições química Alumínio comercialmente puro (% peso) .....   | 44 |
| Tabela 3.6 Concentração e composição do reagente Keller .....  | 52 |
| Tabela 4.1 Tamanho de grão e Dureza para o alumínio comercialmente puro na condição bruta de solidificação .....   | 60 |
| Tabela 4.2 Tamanho de grão e Microdureza para o alumínio comercialmente puro na condição bruta de solidificação .....  | 61 |
| Tabela 4.3 Análise química das fases identificadas na amostra da liga Al 7075 T651 conforme recebida.....  | 66 |
| Tabela 4.4 Resultados do ensaio de dureza Brinell da liga Al 7075 T6 51 conforme recebida. ....  | 70 |
| Tabela 4.5 Microdureza da liga Al 7075 T651 conforme recebida.....   | 72 |
| Tabela 4.6 Resultados de tamanho de grão e espaçamento interdendrítico primário da liga Al 7075 bruta de solidificação.....  | 77 |
| Tabela 4.7 Análise química das fases identificadas na amostra da liga Al 7075 bruta de solidificação.....  | 84 |
| Tabela 4.8 Fração de precipitados da liga Al 7075 bruta de solidificação e espaçamentos interdendríticos e taxa de resfriamento calculada.....                               | 86 |
| Tabela 4.9 Fração de precipitados da liga Al 7075 bruta de solidificação e espaçamentos interdendríticos e taxa de resfriamento calculada.....                               | 88 |
| Tabela 4.10 Resultados do ensaio de dureza Brinell (HV) em função do espaçamento interdendrítico.....  | 92 |
| Tabela 4.11 Resultados do ensaio de dureza Brinell (HV) em função do espaçamento interdendrítico.....  | 93 |
| Tabela 4.12 Liga Al 7075 - Espaçamentos interdendríticos, taxas de resfriamento na solidificação e tempos de encharque na solubilização a 504°C com resfriamento em água.... | 98 |

|   |     |
|---|-----|
| Tabela 4.13 Percentual em peso por elemento químico para diferentes precipitados para a liga Al 7075 solubilizada 2 horas a 504°C temperada em água por MEV/EDS .....   | 111 |
| Tabela 4.14 Percentual em peso por elemento químico para diferentes precipitados para a liga Al 7075 solubilizada 36 horas a 504°C temperada em água por MEV/EDS.....   | 111 |
| Tabela 4.15 Difusividade (Do) e Energia de ativação de difusão (Q) dos principais elementos da liga Al7075 .....  | 114 |
| Tabela 4.16 Liga Al 7075 solubilizada e resfriada em água, Taxa de resfriamento na solidificação, Espaçamentos interdendriticos e fração de precipitados pelo método fração de área. ....   | 116 |
| Tabela 4.17 Valores constantes utilizadas em a equação 4,2 prever o tempo de dissolução liga 7075.....  | 118 |
| Tabela 4.18. Liga Al 7075 Solubilizada a 504°C por 2, 4, 18, 36 horas e temperada em água .....   | 120 |
| Tabela 4.19 Liga Al 7075 Solubilizada a 504°C por 2, 4, 18, 36 horas e temperada em água Espaçamentos interdendriticos e microdureza Vickers .....  | 122 |
| Tabela 4.20 Liga Al 7075 Solubilizada/temperada em água e envelhecida a 120°C por 24 horas - Tempo de solubilização, espaçamento interdendrítico e microdureza Vickers.....   | 135 |
| Tabela 4.21 Liga Al 7075 Solubilizada/temperada em água e envelhecida a 120°C por 24 horas - Tempo de solubilização, espaçamento interdendrítico e dureza Brinell .....   | 137 |
| Tabela 4.22 Condutividade elétrica do alumínio comercialmente puro e da liga Al 7075 nas seguintes condições: Bruta de solidificação, solubilizada em diferentes tempos/temperada em água, envelhecida artificialmente para o espaçamento interdendritico de $131 \pm 15 \mu\text{m}$ ..... | 143 |
| Tabela 4.23 Dureza Vickers e limite de escoamento para a liga Al 7075 em diferentes condições. ....   | 146 |
| Tabela 4.24 Valores de $\beta_0$ estimados a partir de dados da literatura .....  | 147 |
| Tabela 4.25 Valores da microdureza Vickers medidos experimentalmente nesse trabalho para a liga Al 7075 bruta de solidificação, solubilizada, envelhecida e como recebida .....   | 148 |
| Tabela 4.26 Valores da tensão de escoamento calculados para a liga Al 7075 nas condições: bruta de solidificação, solubilizada, envelhecida e como recebida (T651).....   | 148 |
| Tabela 4.27 Liga Al 7075 - Valores da tensão de .....   | 148 |

## SIMBOLOGIA

|                                 |  |
|---------------------------------|--|
| $A_0$                           | Amplitude inicial do perfil de concentração de soluto.                     |
| $b$                             | Vetor de Burgers   |
| $\bar{C}$                       | Concentração média de soluto   |
| $C_M$                           | Concentração máxima da liga  |
| $C_0$                           | Concentração nominal da liga   |
| $d$                             | Diâmetro médio do grão   |
| $D$                             | Coeficiente de difusão   |
| $D_0$                           | Constante na Equação   |
| $G$                             | Módulo de cisalhamento da matriz   |
| $H_V$                           | Dureza Vickers   |
| $k$                             | Coeficiente de intensidade de tensão                                       |
| $m$                             | Fator orientação cristalográfica   |
| $Q$                             | Energia de ativação para difusão   |
| $R$                             | Constante dos gases  |
| $T$                             | Taxa de resfriamento ou taxa de solidificação, Temperatura.                |
| $x$                             | Posição  |
| $\frac{A_t}{A_0}$               | Índice de microsegregação residual.  |
| $\frac{\partial C}{\partial t}$ | Mudança que ocorrem no perfil de concentração de soluto em função do tempo |

## Letras Gregas

|                        |  |
|------------------------|--|
| $\alpha$               | Constante da Equação de tensão necessária para mover uma discordância                        |
| $\beta_0, \beta_1$     | Coefficientes estimados para a melhor linha de ajuste na Equação (2.13).                     |
| $\Gamma_{\alpha\beta}$ | Transferência de massa da fase $\alpha$ para $\beta$   |
| $k_y$                  | Constante da Equação de Hall-Petch   |
| $\lambda$              | Espaçamento efetivo das partículas   |
| $\lambda_1$            | Espaçamento dendrítico primário  |
| $\mu$                  | Módulo de cisalhamento   |
| $\rho$                 | Densidade de defeitos  |
| $\sigma_0$             | Constante da Equação de Hall-Petch (depende do material), Tensão de escoamento do metal puro |
| $\sigma_y$             | Limite de escoamento   |
| $\tau$                 | Tensão   |
| $\tau_0$               | Tensão de Peierls  |

## Abreviaturas e Siglas

|       |  |
|-------|--|
| ABAL  | Associação Brasileira do Alumínio      |
| EUA   | Estados Unidos de América              |
| EDS   | Espectrômetro de energia dispersiva    |
| HB    | Dureza Brinell                         |
| HV    | Microdureza Vickers                    |
| IEM   | Instituto de Engenharia Mecânica       |
| IMBEL | Indústria de Material Bélico do Brasil |
| MO    | Microscopia óptica                     |

# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 Considerações Iniciais

A indústria habitualmente associa o alumínio a outros metais de engenharia, como o cobre, o zinco e o manganês, para gerar as chamadas ligas. De acordo com os elementos associados, as ligas possuem vantagens sobre o alumínio puro, como maior resistência mecânica, maior resistência à corrosão, maior fluidez no preenchimento de moldes, etc. (ABAL - 2015). Uma das principais ligas da atualidade é a Al 7075. Esta liga foi originalmente desenvolvida pela empresa japonesa Sumimoto Metal, nos anos anteriores a 1940, para ser utilizada na fuselagem do caça Mitsubishi A6M2 Reisen “Zero” (STARKE JR e HORNBOGEN 2008.) mas introduzida de fato na indústria pela ALCOA, em 1943 (ALCOA 2015).

Os tratamentos térmicos são realizados com o alvo de modificar a microestrutura e conseqüente alterar as propriedades mecânicas, químicas ou aliviar as tensões residuais (ASM INTERNATIONAL 1991). Algumas ligas de alumínio, dentre as quais se inclui a 7075, cumprem tal condição e podem ser beneficiadas pelos tratamentos térmicos, aumentando seu limite de resistência à tração e dureza, dentre outras propriedades.

## 1.2 Motivação

O intuito de se estudar os processos de fabricação com análise da microestrutura é a possibilidade de contribuir para prever o comportamento mecânico de ligas de alumínio. Em ligas de alumínio endurecíveis a evolução da microestrutura, após o processo de fundição, geralmente consiste numa combinação de dissolução, engrossamento e re-precipitação dos precipitados endurecedores. Resultando em um aumento da resistência ou endurecimento da liga sendo a soma de diferentes contribuições. Como o endurecimento em sólidos cristalinos resulta da restrição do movimento das discordâncias. Estas contribuições surgem a partir de interações entre as características da microestrutura e as discordâncias que acompanham as deformações (HUTCHINSON 2005).

Embora existam a várias décadas pesquisas sobre ligas de alumínio tratáveis, alguns problemas ainda persistem sobre o tratamento de homogeneização/solubilização. Algumas pesquisas propuseram parâmetros de otimização nos tratamentos térmicos de solubilização. No entanto, estes parâmetros de otimização podem não ser viáveis. Pois se maximizam as propriedades, os longos tempos de encharque (para espaçamentos interdendriticos típicos de 100  $\mu\text{m}$ ) são acima de 100 horas (SHI, et al. 2015). Resultando num custo muito alto de energia. Outra sugestão é a execução da homogeneização em passes, aonde a temperatura e o tempo vão aumentando gradualmente (EBRAHIMI, et al. 2008). Mas neste caso, a produtividade diminui e a necessidade de mais fornos e/ou investimento em controle de temperaturas.

Pesquisas envolvendo a inter-relação entre a liga (composição), a rota de fabricação e as propriedades são de interesse acadêmico e de aplicação industrial, pois visam a engenharia reversa, ou seja, a partir da propriedade desejada prever as possíveis condições/parâmetros que devem ser utilizadas no processamento da liga.

Em geral, o acompanhamento das propriedades mecânicas e a caracterização macroestrutural são realizadas por testes e técnicas convencionais tais como microdureza, dureza, ensaio de tração, raios X, microscopia ótica e eletrônica de varredura (MEV) e até eletrônica de transmissão (MET). Entretanto, estas últimas técnicas são natureza destrutiva, caras e consomem tempo durante o processamento. Para a produção de ligas alumínio tratáveis termicamente, onde há necessidade do controle das propriedades durante o processamento, há necessidade do uso de técnicas mais viáveis economicamente e de fácil/rápida preparação.

Neste contexto, visa-se o uso de técnicas de menor custo como, por exemplo, as medidas de dureza e microdureza já bem difundidas para estas ligas e medidas de resistividade elétrica por correntes parasitas. Técnicas de microscopia ótica e eletrônica de varredura, neste caso, destrutivas, serão necessárias para o controle das quantidades das frações de precipitados. Isto é fundamental para verificar se os mecanismos dissolução dos precipitados oriundos da solidificação (homogeneização e solubilização) e posteriormente a formação dos precipitados no endurecimento (precipitação) está sendo efetivos. Além disso, pretende-se fazer a previsão do limite de escoamento para as diferentes condições de processamento.

### **1.3 Objetivos**

Avaliar a influência dos processos de fabricação: solidificação, homogeneização/solubilização e envelhecimento na liga Al 7075 usando técnicas de caracterização indiretas no limite de escoamento.

### **1.4 Estrutura do trabalho**

Este trabalho está estruturado da seguinte maneira:

O Capítulo 1 Introdução apresenta condições gerais sobre o alumínio e a liga Al 7075, o objetivo do trabalho, além das justificativas que o tornam relevante para o cenário tecnológico-científico. O Capítulo termina com a apresentação da estrutura da dissertação.

O Capítulo 2 Revisões de literatura, apresenta informação sobre o alumínio e a classificação de suas ligas, além de especificações e características da liga Al 7075. Também é fornecida a base teórica necessária para o entender os mecanismos de aumento de resistência em materiais metálicos, finalizando com informação de diferentes correlações entre propriedades físicas em ligas de alumínio.

O Capítulo 3 Materiais e métodos são exibidos o planejamento da experimentação realizada, bem como são descritas as técnicas empregadas, além do material utilizado.

O Capítulo 4 Resultados e Discussões relatam os resultados da experimentação. Após a apresentação de cada resultado, interpreta-o, tecendo comentários que o situem no cenário investigado.

O Capítulo 5 Considerações Finais, o autor reúne os resultados relatados anteriormente, mostrando como se relacionam entre si e concluindo a investigação proposta. São dadas, ainda, sugestões para o prosseguimento do estudo e é feito um comentário a título de encerramento.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O alumínio é o terceiro elemento mais abundante na crosta terrestre (CARDOSO, DE CARVALHO, *et al.* 2010) e mesmo antes de ser descoberto como metal isolado acompanhou a evolução das civilizações. Há sete milênios, ceramistas da Pérsia já produziam seus vasos argilas contendo óxido de alumínio (alumina). Trinta séculos mais tarde, egípcios e babilônios utilizaram substâncias contendo alumina para fabricação de cosméticos e produtos medicinais. Na Roma antiga empregava-se a pedra-ume (sal duplo de alumínio e potássio) em tinturarias. (ABAL 2007).

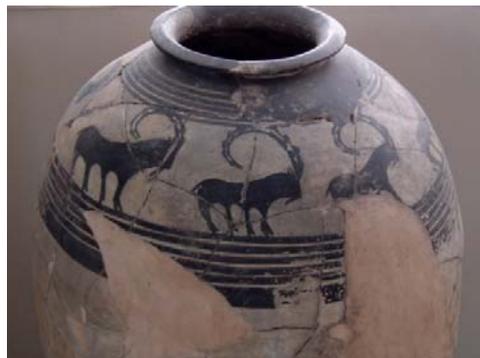


Figura 2.1 Cerâmica do império Aquemênida exposta no Museu Nacional do Irã, 2015)

A

Apesar de sua utilização milenar, somente a partir de 1886, quando os cientistas Charles Hall (EUA) e Paul Heroult (França) desenvolveram o primeiro método economicamente viável de redução eletrolítica da alumina (óxido de alumínio -  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), que ele começou a se tornar um dos materiais mais empregados na engenharia (ROOY 1991) atingindo um volume de produção superior à soma de todos os outros metais não ferrosos (LATAPACK-BALL 2016). Em 2009, China, Rússia e Canadá foram os maiores produtores de alumínio, entretanto, estes países não estão entre aqueles que possuem as maiores reservas de bauxita (minério mais importante para a produção de alumínio) (POWER, GRÄFE e C 2011). Já o Brasil possui uma das maiores reservas deste minério no mundo, mas é apenas o sexto em produção mundial (CARDOSO, DE CARVALHO, *et al.* 2010) tendo, portanto, um grande potencial de expansão.

## 2.1 Alumínio e suas ligas

O alumínio puro é um metal com uma resistência mecânica baixa, com o limite de escoamento de 12,7 Mpa podendo chegar a um valor de 47 Mpa por efeito de os elementos de liga (ABAL ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO 2007). Assim, para viabilizar sua aplicação estrutural é necessário melhorar as suas propriedades mecânicas, por exemplo, adicionando elementos de liga para a formação de ligas. Alumínio ligado pode apresentar valores para o limite de escoamento acima de 550 Mpa. (ABAL ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO 2007). Os elementos de liga mais comumente adicionados são: cobre (série 2XXX), manganês (série 3XXX), silício (séries 4XXX e 6XXX) magnésio (séries 5XXX e 6XXX) e zinco (série 7XXX) (W. D. CALLISTER 2007).

Ligas de alumínio são usadas extensivamente em componentes de manufatura para indústria automotiva e aeroespacial devido a suas propriedades físicas e mecânicas (TSAO, et al., 2006). Estas ligas são excelentes materiais para serem empregadas em componentes estruturais da indústria automotiva e aeroespacial pelo seu baixo peso e permitir uma elevada capacidade de carregamento e excelente usabilidade (CHAUDHURY e APELIN 2006). São utilizados em muitas aplicações estruturais que requerem uma alta resistência e baixo peso (SHIVKUMAR, RICCI, et al. 1990), alta resistência e tenacidade ao impacto, baixo coeficiente de expansão térmica e boa resistência à corrosão (SAMUEL, 2004).

Dentre os elementos de ligas mais utilizados pela indústria para modificar as propriedades físicas e mecânicas do alumínio, podemos citar o Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Si, Ti, Zn além de outros (CAYLESS e ALCAN 1992).

**Cromo:** elemento comumente adicionado em ligas de alumínio com concentração inferior a 0,35%. Apresenta baixa taxa de difusão e forma uma fase fina e dispersa que inibe a nucleação e o crescimento de grãos. Sendo muito aplicado para controlar a estrutura dos grãos durante trabalhos a quente e tratamentos térmicos. (CALTABIANO 2016)

**Cobre:** a adição de cobre no alumínio permite tratá-lo termicamente com a finalidade de melhorar a resistência mecânica e a dureza da liga, contudo o nível de influência sobre as propriedades da liga varia com a adição de outros elementos. (CALTABIANO 2016)

**Ferro:** é a impureza mais comum nas ligas de alumínio, costuma aparecer como uma segunda fase intermetálica combinada com o alumínio ou outro elemento de liga. Em condutores elétricos é aplicado para aumentar a resistência e a fluência em temperatura

moderadamente elevadas, já em produtos forjados é adicionado para reduzir o tamanho de grão. Magnésio: aumenta a resistência do alumínio sem prejudicar a ductilidade e proporciona boa resistência à corrosão e a soldagem. (CALTABIANO 2016)

**Manganês:** é um aditivo comum nas ligas de alumínio, aumenta a resistência em soluções sólidas ou como precipitados finamente dispersos, sem afetar a resistência à corrosão. Permite controlar a estrutura dos grãos, aumenta a temperatura de recristalização e promove a formação de uma estrutura fibrosa em uma liga trabalhada a quente. Também é aplicado para corrigir a estrutura acicular e a fragilização gerada pelo ferro. (CALTABIANO 2016)

**Silício:** depois do ferro é a impureza mais comum no alumínio, melhora fluidez, usinabilidade, resistência à corrosão e aumenta resistência ao desgaste. (MA *et al*, 2010; CHANDRASHEKHARAI AH e KORI 2012)

**Titânio:** adicionado para refinar os grãos das ligas de alumínio é aplicado para evitar aparecimentos de trincas na estrutura. Zinco: somente o zinco adicionado ao alumínio traz pouco benefício à liga, apenas aumenta o seu potencial de solução, contudo quando aplicado juntamente com outros elementos de liga melhora os efeitos de tratamentos térmicos das ligas. (CALTABIANO 2016).

As propriedades dos metais e suas ligas são avaliadas por meio de suas características microestruturais, que por sua vez são influenciadas pela composição química da liga e tratamentos termo-mecânicos. (ABDALA 2008; ZHEN 2009). Por meio de uma análise microestrutural é possível avaliar o histórico dos processamentos térmicos e mecânicos de ligas metálicas, servindo como uma importante ferramenta em uma análise de falhas e na validação/caracterização de um processo produtivo. Hoje os resultados das análises microestruturais por meio da metalógrafa são fortemente dependentes do grau de experiência do analista, pois existem poucos processos automatizados. (HATCH, 1984.).

Algumas das características microestruturais que influem diretamente no comportamento do material são: tamanho e morfologia dos grãos, textura, porosidade, inclusões, partículas constituintes (fases insolúveis, na ordem de micrometros, formadas durante a solidificação), dispersóides (são precipitados finos, na ordem de nanômetros, que são formados em operações térmicas em temperaturas elevadas); e precipitados finos de

endurecimento (também na ordem de nanômetros, que são formados a baixa temperatura, decorrentes de uma solução supersaturada). (HATCH 1984; SINGH 2016)

O processo de identificação de fase nas ligas de alumínio é de grande importância para avaliar o histórico metalúrgico da liga. As fases que podemos identificar no alumínio podem ser formadas com seus elementos de liga (Si, Pb, Bi) ou compostos que podem ou não apresentar alumínio em sua composição. (SPEERY e BANKARD 1988)

Por meio da microscopia óptica (MO) é possível identificar partículas de até 1  $\mu\text{m}$ , avaliar distribuição e morfologia de grãos e fases secundárias. O processo de identificação das fases é etapa importante no processo de caracterização microestrutural, pois as fases são consequência das reações de equilíbrio e não-equilíbrio durante o processo de fundição e dos tratamentos térmicos e mecânicos. A MO também possibilita avaliar características como espessura da camada de “clad”, anodização e “coatings”, assim como profundidade de ataques corrosivos. (HATCH, 1984)

As principais características que diferenciam uma fase da outra são a estrutura cristalina e o arranjo atômico. Contudo, podem existir variações na composição das fases. A estrutura cristalina de cada fase pode influenciar sua morfologia. Por exemplo, fases com simetria não cúbica tendem a apresentar aspectos mais alongados. (SPEERY e BANKARD 1988)

Partículas constituintes, porosidade e inclusões são geralmente grandes o suficiente para serem observadas em um MO. Suas características como tamanho e distribuição têm efeito sobre o comportamento mecânico e sua forma de falhar. Propriedades como tenacidade à fratura, fadiga, alongamento e resistência à corrosão são influenciadas. (HATCH, 1984)

Ligas comerciais de alumínio têm como características a presença de fases secundárias e precipitados na microestrutura Tabela 2.1.

Tabela 2.1 Fases presentes em ligas de alumínio

| Liga                       | Fabricação | Fase  |
|----------------------------|------------|---|
| Al-Fe-Si                   | Barra      | FeAl <sub>3</sub> , FeAl <sub>6</sub> , FeSiAl <sub>12</sub> , Fe <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> Al <sub>9</sub> , Si   |
|                            | Forjado    | FeAl <sub>3</sub> , Fe <sub>3</sub> SiAl <sub>12</sub>  |
| Al-Fe-Mn-Si                | Barra      | (Fe,Mn)Al <sub>6</sub> , α(Al-Fe,Mn-Si), Si   |
|                            | Forjado    | (Fe,Mn)Al <sub>6</sub> , α(Al-Fe,Mn-Si)   |
| Al-Fe-Mg-Si (Mg:Si ~1.7:1) | Barra      | FeAl <sub>3</sub> , FeAl <sub>6</sub> , Fe <sub>3</sub> SiAl <sub>12</sub> , Mg <sub>2</sub> Si   |
|                            | Forjado    | FeAl <sub>3</sub> , Fe <sub>3</sub> SiAl <sub>12</sub> , Mg <sub>2</sub> Si   |
| Al-Fe-Mg-Si (Alto Si)      | Fundido    | Fe <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> Al <sub>9</sub> , Mg <sub>2</sub> Si, Si  |
| Al-Fe-Mg-Si (Alto Mg)      | Fundido    | FeAl <sub>3</sub> , FeSiAl <sub>12</sub> , Mg <sub>2</sub> Si, Mg <sub>2</sub> Al <sub>3</sub>  |
| Al-Cu-Fe-Si                | Fundido    | FeAl <sub>3</sub> , Fe <sub>3</sub> SiAl <sub>12</sub> , CuAl <sub>2</sub> , Cu <sub>2</sub> FeAl <sub>7</sub>  |
| Al-Fe-Mg-Si-Cr             | Barra      | (Fe,Cr) <sub>3</sub> SiAl <sub>12</sub> , Fe <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> Al <sub>9</sub> , FeMg <sub>3</sub> Si <sub>6</sub> Al <sub>8</sub> , Mg <sub>2</sub> Si, Si                              |
|                            | Forjado    | (Fe,Cr) <sub>3</sub> SiAl <sub>12</sub> , Mg <sub>2</sub> Si  |
| Al-Cu-Fe-Si-Mg-Mn          | Barra      | (Fe,Mn) <sub>3</sub> SiAl <sub>12</sub> , CuAl <sub>2</sub> , Cu <sub>2</sub> Mg <sub>8</sub> Si <sub>6</sub> Al <sub>3</sub> , Si  |
|                            | Forjado    | (Fe,Mn) <sub>3</sub> SiAl <sub>12</sub> , CuAl <sub>2</sub> , Cu <sub>2</sub> Mg <sub>8</sub> Si <sub>6</sub> Al <sub>3</sub>   |
|                            | Barra      | (Fe,Mn)Al <sub>6</sub> , (Fe,Mn)Al <sub>3</sub> , (Fe,Mn) <sub>3</sub> SiAl <sub>12</sub> , Mg <sub>2</sub> Si, CuAl <sub>2</sub> , CuMgAl <sub>2</sub> , Cu <sub>2</sub> FeAl <sub>7</sub>         |
|                            | Forjado    | (Fe,Mn) <sub>3</sub> SiAl <sub>12</sub> , Mg <sub>2</sub> Si, CuMgAl <sub>2</sub> , Cu <sub>2</sub> FeAl <sub>7</sub> , Cu <sub>2</sub> Mn <sub>3</sub> Al <sub>20</sub>                            |
| Al-Cu-Mg-Ni-Fe-Si          | Barra      | A presença de Níquel pode causar NiAl <sub>3</sub> , Ni <sub>2</sub> Al <sub>3</sub> , Cu <sub>3</sub> NiAl <sub>6</sub> ou FeNiAl <sub>9</sub>   |
|                            | Forjado    |   |
| Al-Fe-Mg-Si-Mn-Cr          | Barra      | (Fe,Mn,Cr)Al <sub>6</sub> , (Fe,Mn,Cr)3SiAl <sub>12</sub> , Mg <sub>2</sub> Al <sub>3</sub> , (Cr,Mn,Fe)Al <sub>7</sub>   |
|                            | Forjado    | (Fe,Mn,Cr)3SiAl <sub>12</sub> , Mg <sub>2</sub> Si, Mg <sub>2</sub> Al <sub>3</sub> , Cr <sub>2</sub> Mg <sub>3</sub> Al <sub>18</sub>  |
| Al-Cu-Mg-Zn-Fe-Si-Cr       | Barra      | (Fe,Cr)Al <sub>3</sub> , (Fe,Cr) <sub>3</sub> SiAl <sub>12</sub> , Mg <sub>2</sub> Si, Mg(Zn <sub>2</sub> ,AlCu), CrAl <sub>7</sub>   |
|                            | Forjado    | (Fe,Cr) <sub>3</sub> SiAl <sub>12</sub> , Cu <sub>2</sub> FeAl <sub>7</sub> , Mg <sub>2</sub> Si, CuMgAl <sub>2</sub> , Mg(Zn <sub>2</sub> ,AlCu), Cr <sub>2</sub> Mg <sub>3</sub> Al <sub>18</sub> |

Fonte: (CALTABIANO 2016)

Algumas fases secundárias são resultantes de impurezas como ferro e silício ou da ligação dos elementos de liga presentes. A presença de ferro e silício pode gerar ao menos uma de três possíveis fases (FeAl<sub>3</sub>, Fe<sub>3</sub>SiAl<sub>12</sub> e Fe<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>Al<sub>9</sub>) devido à baixa solubilidade do ferro no alumínio. Desta forma pode-se considerar que o alumínio comercialmente puro é uma liga ternária, e que a adição de mais elementos de liga aumentará substancialmente a complexidade na relação entre as fases. Atualmente não há uma metodologia normatizada para classificar ou medir tamanho de grãos em ligas de alumínio. Pois em geral os processos de fabricação como a laminação, extrusão, forjamento, etc. e os tratamentos térmicos induzem uma textura morfológica e ou cristalográfica no material, de forma que raramente a microestrutura apresenta grãos equiaxiais.

As propriedades das ligas dependem do tipo de liga (composição) e também de sua microestrutura, por sua vez depende do histórico térmico/mecânico sofrido pela liga durante o seu processamento. Neste contexto pesquisas envolvendo a inter-relação entre a liga (composição), a rota de fabricação e as propriedades são de interesse acadêmico e de aplicação industrial.

A sequência usual de produção de ligas de alumínio tratáveis termicamente é a fusão/solidificação seguida de tratamento térmico de solubilização seguida da etapa de precipitação/envelhecimento. A Figura 2.1 sumariza a sequência e a história térmica destes processos (GANDIN, *et al.* 2002) Para as ligas trabalháveis deve ser incluída a etapa de conformação plástica da liga, e ainda ser incluídos tratamentos de recozimento entre as etapas de conformação ou ao final.

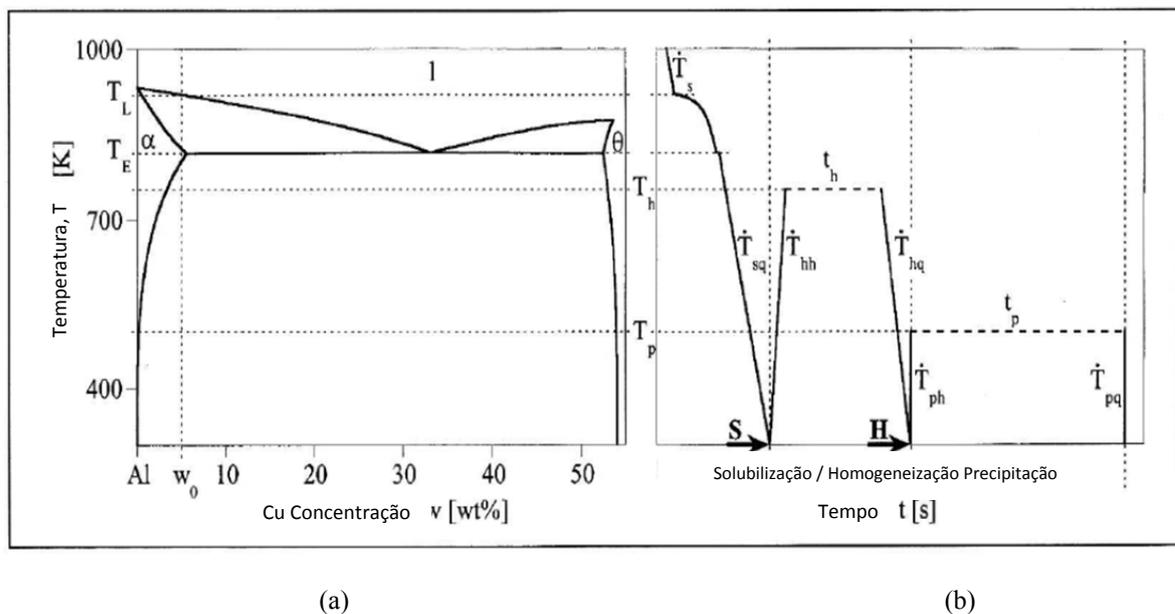


Figura 2.2 (a) Diagrama de fases da liga Al-Cu; (b) Esquema típico da história térmica do processo de obtenção de uma liga endurecida por precipitação: fusão/solidificação – solubilização / homogeneização – precipitação.

Durante a solidificação, como a maioria dos elementos encontrados nas ligas de alumínio comerciais tem solubilidade maior no metal líquido do que no sólido, esses elementos são rejeitados, das primeiras frações sólidas (dendritas) para o metal líquido e acumulam-se na interface sólido/líquido. Quanto mais aumenta a fração de fase sólida formada, mais o líquido se sobrecarrega de soluto, até que por fim não existe mais líquido. Forma-se então uma estrutura bruta de solidificação, com grãos de composição química

variada e precipitação de outros compostos, geralmente de ponto de fusão mais baixo do que o da liga, nos contornos de grão e entre os braços das dendrites (PORTER e K.E 1992). Resultando que uma considerável quantidade de segundas fases indissolúveis e de segregação dendrítica são inevitáveis na microestrutura bruta de solidificação (LIU, *et al.* 2016).

O crescimento dendrítico, que é a forma mais comum encontrada em ligas fundidas, e o grão de refinamento das dendritas influenciam diretamente as propriedades mecânicas do fundido (LI e ARNBERG 20014, OKAMOTO e KISHITAKE 1975). Esta característica tem efeito direto no tempo de homogeneização PRATES e DAVIES, (1978) que determina as propriedades e a seu desempenho em serviço (KRAFT, GRIMSDALE e HOLMES 1998)

Devido as heterogeneidades as propriedades podem variar fortemente através da liga. Esta variação na microestrutura e na composição local pode causar trincas a quente ou outras falhas no material durante a deformação mecânica. Para prevenir que a liga fracture durante a conformação quente e para facilitar o processo, ligas trabalháveis logo após a fundição são recozidas numa temperatura logo abaixo da temperatura eutética. Este tratamento, chamado de homogeneização, visa eliminar as segregações da liga e reduzir a tensão de escoamento. Precipitados estáveis na forma de agulhas se transformam em partículas arredondadas e segundas fases instáveis podem se dissolver parcialmente ou inteiramente (VERMOLEN *et al.*, 1998; SAMARAS; HAIDEMENOPOULOS, 2007; LIU *et al.*, 2009; LIU *et al.*, 2014). Então, a homogeneização é a etapa principal e crucial na rota de processamento de ligas de alumínio tratáveis (LIU, *et al.* 2016).

A etapa de homogeneização consiste em 2 passos consecutivos: aquecimento, tempo de encharque e resfriamento (BIROL, 2012). A homogeneização pode envolver: (1) Difusão de contornos de grão e de outras regiões ricas em soluto para o centro dos grãos (a taxa de difusão é um parâmetro individual para cada elemento); (2) Dissolução de partículas intermetálicas, na maioria das vezes presentes em estruturas tipo eutéticas de baixo ponto de fusão (LAKNER, *et al.* 2012).

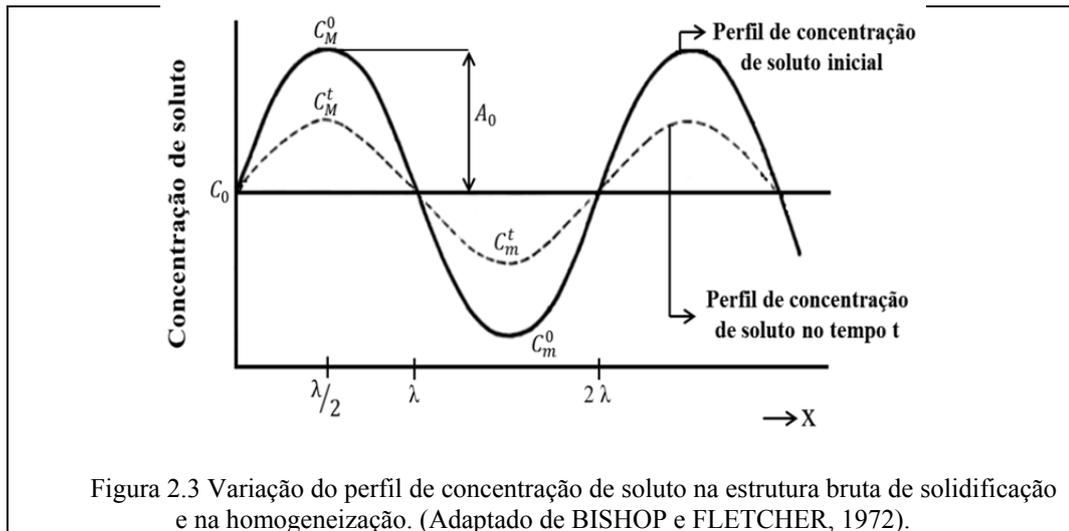
A taxa de aquecimento até a temperatura de encharque deve ser lenta o bastante para impedir que a fase eutética fundida em recipiente (BIROL, 2013). Pois, a fusão localizada resulta em distorção e redução substancial das propriedades mecânicas (SAXENA, TYAGI e KUMAR 2014, BARBOSA 2014). Uma temperatura elevada durante o tratamento térmico de homogeneização acelera a dissolução, homogeneização e esferoidização, e a solubilidade dos elementos de liga (SJOLANDER 2011, SAEED-AKBARI, *et al.* 2004)

O fato da homogeneização depende essencialmente da difusão de átomos, que por sua vez é um fenômeno ativado termicamente, sugere que a otimização do processo de homogeneização seria conseguida com tratamentos feitos em temperaturas mais altas possíveis. Contudo existe o risco de se atingir a temperatura em que ocorra a liquefação do material devido à presença de fases eutéticas. Sendo assim a faixa de trabalho é bastante estreita e se faz necessário um rigoroso acompanhamento da temperatura real do material ao longo de todo o ciclo térmico ao qual ele esteja sendo submetido (GOLDENSTEIN *et al.*, 2000).

Pelo exposto, embora existam a várias décadas pesquisas sobre ligas de alumínio tratáveis, alguns problemas ainda persistem sobre o tratamento de homogeneização/solubilização. Por exemplo, o binômio temperatura de homogeneização e tempo de encharque. Por razões econômicas, deveria ser o mais rápido possível e com a menor temperatura. Mas isto não é fácil de combinar com aquecimento lento, longo tempo de encharque. Otimizar a etapa de homogeneização é uma ciência de compromissos e diversas propostas são encontradas na literatura. (A. L. DONS 2001)).

A literatura apresenta propostas para a previsão do tempo de encharque e temperatura durante a solubilização DENG *et al.*, 2012; LIU *et al.*, 2014; JIANG *et al.*, 2013; LI, *et al.*, 20014; LI, *et al.*, 2014).

Após o processo de solidificação as ligas possuem baixa conformabilidade devido a microestrutura não homogênea: microsegregação, segregação nos contornos de grãos, eutéticos de baixo ponto de fusão e compostos intermetálicos frágeis (SAMARAS, N. e HAIDEMENOPOULOS. 2007). Estes efeitos podem ser parcialmente ou completamente eliminados pelo tratamento térmico de homogeneização. Como, em geral, nas estruturas dendríticas, a microsegregação de solutos ocorre em torno de braços dendríticos, o que leva o perfil de concentração de soluto a apresentar uma variação senoidal, conforme mostra a Figura 2.3 (GARCIA, 2007; BISHOP e FLETCHER, 1972; PORTER e EASTERLING, 1992).



A concentração inicial de soluto ( $t=0$ ), nessas condições, é dada por (A. GARCIA 2001) (GARCIA, 2007; PORTER, *et al.*, 1992):

$$C_x^0 = \bar{C} + A_0 \text{sen} \left( \frac{\pi x}{\lambda} \right) \quad (2.1)$$

Onde  $\bar{C}$  é a concentração média de soluto e é igual a concentração nominal da liga  $C_0$  e  $A_0$  é a amplitude inicial do perfil de concentração de soluto (A. GARCIA 2007).

À medida que o processo de difusão atua, a amplitude da onda senoidal (concentração máxima de soluto) diminui, enquanto o comprimento de onda (tamanho do espaçamento dendrítico) permanece o mesmo (GARCIA, 2007; BISHOP e FLETCHER, 1972). Como consequência pode-se estabelecer duas condições de contorno para o decaimento do perfil de concentração (A. GARCIA 2007)

- i) A composição permanece constante e igual a  $C_0$  na posição  $x=0$  ( $C_{x=0}^0 = C_0$ );
- ii) O pico da onda senoidal permanece no centro da região interdendrítica;

As mudanças que ocorrem no perfil de concentração de soluto em função do tempo podem ser analisadas pela segunda lei de Fick (GARCIA, 2007, BISHOP e FLETCHER, 1972; PORTER, *et al.*, 1992).

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \left( \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \right) \quad (2.2)$$

Utilizando as condições de contorno e a equação (2.1) tem-se a seguinte solução para a segunda lei de Fick:

$$C_x^0 = C_0 + (C_M^0 - C_0) \operatorname{sen} \left( \frac{\pi x}{\lambda} \right) \exp \left( -\frac{4\pi^2 Dt}{\lambda^2} \right) \quad (2.3)$$

Em  $x = \lambda/2$  (região interdendritica) a concentração é máxima, assim:

$$C_M^t = C_0 + (C_M^0 - C_0) \exp \left( -\frac{4\pi^2 Dt}{\lambda^2} \right) \quad (2.4)$$

$$\frac{C_M^t - C_0}{C_M^0 - C_0} = \exp \left( -\frac{4\pi^2 Dt}{\lambda^2} \right) \quad (2.5)$$

Sendo  $C_M^0 - C_0 = A_0$  (amplitude inicial) e  $C_M^t - C_0 = A_t$  (amplitude no tempo  $t$ ), tem-se:

$$\frac{A_t}{A_0} = \exp \left( -\frac{4\pi^2 Dt}{\lambda^2} \right) \quad (2.6)$$

$D$  é o coeficiente de difusão e é dado por:

$$D = D_0 \exp \left( -\frac{Q}{RT} \right) \quad (2.7)$$

Onde:  $D_0$  é uma constante,  $Q$  é a energia de ativação para difusão,  $R$  é a constante dos gases e  $T$  é a temperatura.

Substituindo (2.7) em (2.6), tem-se:

$$\frac{A_t}{A_0} = \exp \left( -\frac{4\pi^2 D_0 \exp \left( -\frac{Q}{RT} \right) t}{\lambda^2} \right) \quad (2.8)$$

A equação (2.8) é bastante utilizada na estimativa de tempos e temperaturas para o tratamento térmico de homogeneização. A relação  $\frac{A_t}{A_0}$  é comumente chamada de índice de microsegregação residual (GARCIA, 2007).

Estudos recentes descritos na literatura utilizaram a equação (2.8) para estudar teoricamente a cinética de homogeneização de diferentes ligas adotando um índice de microsegregação residual de 1% (DENG *et al.*, 2012; LIU *et al.*, 2014; JIANG *et al.*, 2013; LIU *et al.*, 2009; LI, *et al.*, 20014).

O resfriamento posterior à homogeneização/solubilização, ou seja, a taxa de resfriamento da temperatura de encharque até a temperatura ambiente, conhecida como “rampa de resfriamento”, é crítico pois impacta fortemente nas propriedades posteriores.

Para as ligas de alumínio tratáveis, que respondem ao tratamento térmico, adquirindo resistências maiores do que as que podem ser obtidas apenas através do trabalho a frio, após a dissolução é feito um resfriamento brusco ou têmpera (POLMEAR e MUDDLE 1989).

Por outro lado, a taxa de resfriamento após a homogeneização é um importante fator na ductilidade da liga. A liga ganha ductilidade se a taxa de resfriamento é lenta, podendo ser deformada facilmente (KARAMIŞ e HALICI 2007).

A solução sólida obtida durante homogeneização é mantida com a têmpera é instável resultando na gradual precipitação dos seus constituintes, resultando num aumento da dureza e da resistência mecânica (ASM INTERNATIONAL 1991); (POLMEAR e MUDDLE 1989) .

Modernas técnicas experimentais mostraram que os processos de envelhecimento na maioria das ligas de alumínio são complexos e podem envolver várias etapas. Normalmente zonas GP (Guiner-Preston) coerentes e um precipitado intermediário semi-coerente podem preceder a formação da fase de equilíbrio. Em algumas ligas, foram identificados dois tipos de zonas GP; em outras há mais de um precipitado intermediário. A concentração atômica durante e imediatamente após o tratamento térmico de solubilização, também pode influenciar os processos de precipitação que se seguem (POLMEAR e LUMLEY 2007).

No caso do precipitado ser incoerente, não existe continuidade entre os planos cristalinos da matriz e os planos cristalinos do precipitado e as discordâncias em movimento terão que curvarem-se entre os precipitados. Este mecanismo de endurecimento é denominado

endurecimento por dispersão de partículas incoerentes ou mecanismo de Orowan. Se o precipitado for coerente, as discordâncias em movimento poderão cortá-lo ou cisalhá-lo. Este mecanismo de endurecimento é denominado endurecimento por precipitação coerente (PADILHA 1997).

Pelo exposto, em ligas de alumínio endurecíveis a evolução da microestrutura, após o processo de fundição, geralmente consiste numa combinação de dissolução, precipitação, engrossamento e/ou re-precipitação. Resultando num aumento da resistência ou endurecimento da liga sendo a soma de diferentes contribuições: contorno de grão, solução sólida, precipitação. Como o endurecimento em sólidos cristalinos resulta da restrição do movimento das discordâncias. Estas contribuições surgem a partir de interações entre as características da microestrutura e as discordâncias que acompanham as deformações (HUTCHINSON 2005).

Os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento das estruturas fundidas foram desenvolvidos de maneira empírica, baseados em observações metalográficas em microscópio óptico para determinar o tempo e a temperatura necessários para reduzir as segregações e dissolver as partículas de segunda fase (POLMEAR, 2004). Mas atualmente, isto tem sido possível com pesquisas com técnicas avançadas experimentais e com o uso de modelagem computacional no desenvolvimento de materiais.

Shercliff e Ashby (SHERCLIFF e ASHBY 1990) foram os primeiros a introduzir um modelo agrupando a precipitação e o aumento da resistência das ligas de alumínio envelhecidas. Seguindo seus passos, muitas outras contribuições têm sido propostas (MYRH, *et al.*, 1991; ROBSON, 2004; GANDIN *et al.*, 2002; CARRON, *et al.* 2010; BARDEL *et al.*, 2014). Estes modelos numéricos descrevem o problema físico muito bem, e a cada nova proposta tornam-se mais detalhados. Por exemplo, já consideram isoladamente o aumento de resistência quando as discordâncias cortam os precipitados ou quanto os contornam (SONG, 2007). No entanto, são necessários dados como: razão de espectro dos precipitados (comprimento/área), fração volumétrica de precipitados, módulo de cisalhamento dos precipitados entre outros. Alguns destes dados dependem de experimentos com técnicas de caracterização avançadas que não são disponíveis facilmente (TEM e SAX). Outras vezes, com hipóteses restritivas como a não variabilidade microestrutural (PARTHASARATHY *et al.* 2004). Além disso, os modelos de precipitação estão quase sempre baseados na consideração que os precipitados são esféricos (MYRH, *et al.*, 1991), que é muitas vezes

contrária as observações microestruturais, especialmente em ligas de alumínio. Não resta dúvida que estes modelos trazem avanços para o entendimento dos mecanismos de precipitação e aumento de resistência, mas seus resultados ainda são de aplicação difícil nos tratamentos térmicos industriais.

Observou-se ainda que existência de uma grande quantidade de modelos na literatura, mas que a grande maioria começa a partir do final do processo de dissolução (homogeneização completa), assumindo a condição de equilíbrio termodinâmico. Mas a questão fundamental como atingir a completa dissolução? Quais são as condições de tempo x temperatura, visto que nesta etapa deve ocorrer a dissolução dos precipitados e contornos de grão da estrutura bruta de fusão. E esta microestrutura varia em função da composição química e das condições de extração de calor durante a solidificação e isto não está sendo considerado.

Devido à importância da aplicação industrial e a grande complexidade de parâmetros envolvidos nos processos de endurecimento por precipitação e envelhecimento, têm surgido estudos sistemáticos dos efeitos dos tratamentos térmicos (solubilização/têmpera e precipitação) nas propriedades mecânicas de ligas de alumínio através de dados experimentais. (CHANG *et al.*, 2010; RAJAKUMAR *et al.*, 2010; ACHEBO, 2011; MURUGAN *et al.*, 2013; AIGBODION *et al.* 2010; EŞME, 2009; SUKTHOMYA, TANNOCK, 2005) e (SHA, *et al.*, 2007; DOBRZAŃSKI, *et al.*, 2008; DOBRZAŃSKI, *et al.*, 2010; YANG, *et al.*, 2013; MAYYAS, *et al.*, 2012; RAJABI, *et al.*, 2012; Kacprowicz, *et al.*, 2010)).

A liga 7075, estudada neste trabalho, tem composição típica apresentada na Tabela 2.2 Composição comercial química típica da liga 7075e possui a maior resistência dentre todas as ligas de alumínio. Quando submetidas às têmperas denominadas T6 (temperado e envelhecido artificialmente) e T651 (temperado, envelhecido artificialmente e laminado) apresentam tipicamente uma resistência a tração de 572 MPa (ALCOA 2015), superior à muitos aços doces. Esta liga é utilizada em estruturas submetidas a altos carregamentos principalmente nas indústrias aeronáutica, aeroespacial e militar. Podemos citar como exemplo de aplicações: válvulas reguladoras de pressão, engrenagens helicoidais, chaves etc. Em alguns casos, têmperas de superenvelhecimento T73 (tratamento térmico de solução e superenvelhecido artificialmente) e T7351 (tratamento térmico de solução, superenvelhecido artificialmente e laminado) são realizadas para proporcionar um aumento da resistência à corrosão por tensão

destas ligas quando são aplicadas na indústria aeronáutica, bélica etc. (TW METALS AN ONI COMPANI 2016).

Tabela 2.2 Composição comercial química típica da liga 7075

| ELEMENTO | PORCENTAGEM    |
|----------|----------------|
| Zn       | 5,1 % - 6,1%   |
| Ti       | 0,2%           |
| Si       | 0,4%           |
| Ni       | 0,05%          |
| Mn       | 0,3%           |
| Mg       | 2,1 % - 2,9%   |
| Fe       | 0,5%           |
| Cu       | 1,2 % - 2%     |
| Cr       | 0,18 % - 0,28% |
| Al       | Restante       |

(coppermeta, 2009)

A liga 7075 ao ser solidificada, forma uma ou mais variantes de a fase  $Al_{12}(Fe, Cr)_3Si$  e  $Mg_2Si$  é um eutético pseudo-binário feito de Al e  $MgZn_2$ . Esta fase representa importante solubilidade de Al, de Cu e de Zn descrita como  $Mg(Zn, Cu, Al)_2$ . O tratamento térmico posterior faz com que as regiões ricas em ferro que precipitam em  $Al_7Cu_2Fe$ . A fase  $Mg_2Si$  é relativamente insolúvel e tende a se esferoidizar até certo ponto. A fase  $Mg(Zn, Cu, Al)_2$  rapidamente começa a se dissolver, ao mesmo tempo que formam-se alguns precipitados de  $Al_2CuMg$ , os quais necessitam de altas temperaturas e longos tempos para serem completamente dissolvidos (BARBOSA 2014).

O cromo se precipita da solução sólida supersaturada como dispersóides de  $Al_{18}Cr_2Mg_8$ , concentrado principalmente nas regiões dendríticas primárias. Uma liga com os elementos Al-Zn-Mg que este bem solubilizada contém apenas  $Al_7Cu_2Fe$ ,  $Al_{12}(Fe, Cr)_3Si$  e  $Mg_2Si$  e o dispersóide mencionado. Os grãos recristalizados são muito alongados ou achatados por causa do bandeamento de dispersóides e regiões não recristalizadas não são incomuns. As regiões não recristalizadas são formadas por subgrãos muito finos cujos contornos são decorados por precipitados endurecedores. Isso é óbvio nas estruturas trabalhadas a quente, principalmente nas regiões mais próximas à superfície, onde a deformação crítica levou à formação de grãos recristalizados grosseiros. Os dispersóides inibem a recristalização, mas favorecem a

formação de subgrãos finos. A fase  $Al_3Zr$  é coerente com a matriz tem efeitos semelhantes. (HASKEL 2006).

## 2.2 Mecanismos de aumento de resistência em materiais metálicos.

Os materiais metálicos apresentam uma grande amplitude de propriedades mecânicas em relação aos demais materiais, a tensão de escoamento, por exemplo, pode variar de 20 a 2000 Mpa (FERRANTE 1996). A Figura 2.4 apresenta o diagrama de Ashby limite de resistência a tração x densidade para diversas classes de materiais. Os materiais metálicos são aqueles que apresentam a maior área ilustrando sua ampla gama de propriedades.

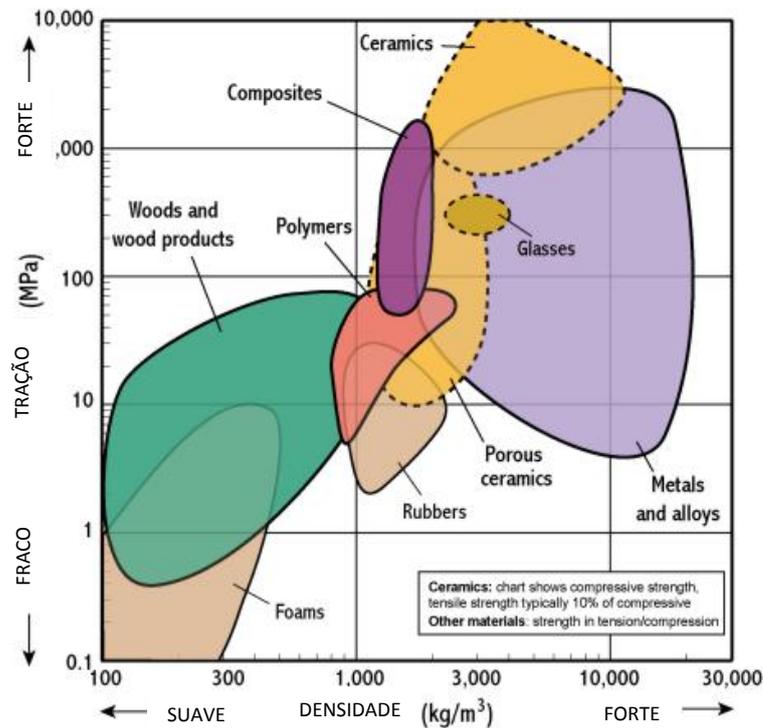


Figura 2.4 Diagrama de Ashby indicando a tensão de fratura x densidade para diversas classes de materiais (PADILHA 1997).

A amplitude de valores de tensão de escoamento de ligas metálicas é grande (20 a 2.000 MPa), mas para cada liga a amplitude de propriedades mecânicas pode ser também muito ampliado. Por exemplo, o limite de escoamento para ligas de alumínio varia tipicamente de 40

a 650 MPa, aços de 200 a 2000 MPa e ferros fundidos de 60 a 250 MPa (FERRANTE 1996). Esta ampla faixa é reflexo dos mecanismos de endurecimento aplicáveis às ligas metálicas, que são:

1. Deformação a frio (encruamento);
2. Endurecimento por solução sólida;
3. Controle de tamanho de grão;
4. Precipitação (Envelhecimento).

### 2.2.1 Endurecimento por deformação a frio (encruamento)

A deformação plástica dos materiais metálicos depende fortemente da movimentação de discordâncias. O encruamento é o aumento da resistência mecânica dos metais que ocorre após sua submissão às deformações plásticas. Este aumento de resistência mecânica é derivado de um aumento na densidade de discordâncias no material acarretando, portanto, em uma diminuição da sua mobilidade. A densidade de discordâncias típica em um cristal recozido é da ordem de  $10^6$  linhas por  $\text{cm}^2$  no entanto ao se deformar o cristal esta densidade pode alcançar valores da ordem de  $10^{12}$   $\text{cm}^2$ .

$$\tau = \tau_0 + \alpha\mu b\rho^{1/2} \quad (2.9)$$

Onde  $\tau$  é a tensão necessária para mover uma discordância no campo de tensões causada pelas discordâncias que a rodeiam,  $\tau_0$  é a tensão de Peierls (necessária para mover uma discordância),  $\alpha$  é uma constante aproximadamente igual a 0,5,  $\mu$  é o módulo de cisalhamento,  $b$  e  $\rho$  são o vetor de Burgers e a densidade de defeitos, respectivamente. Essa expressão é válida para policristais.

### 2.2.2 Endurecimento por controle do tamanho de grão

O tamanho dos grãos, ou diâmetro médio de grão, num metal policristalino irá influenciar diretamente as suas propriedades mecânicas uma vez que o contorno de grão age como uma barreira ao movimento da discordância. (W. D. CALLISTER 2007) O tamanho do grão pode ser regulado mediante o ajuste da taxa de solidificação a partir da fase líquida e

também por deformação plástica seguida por um tratamento térmico de recristalização. Um metal com granulação fina (um que possui grãos pequenos) é mais resistente do que um material que possui granulação grosseira. Para muitos materiais, o limite de escoamento varia de acordo com o tamanho do grão conforme a seguinte relação

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \quad (2.10)$$

Essa expressão é conhecida por Equação de Hall-Petch (W. D. CALLISTER 2007) onde:  $d$  representa o diâmetro médio do grão, enquanto na  $\sigma_0$  e  $k_y$  são constantes para cada material específico.

Para ligas de alumínio há uma dispersão considerável entre os resultados experimentais obtidos por diferentes autores que estudaram a relação da Hall Petch. (WYRZYKOWSKI e GRABSKI 1986) estudaram a relação de Hall-Petch para o alumínio puro (>99,5%wt) e os resultados obtidos indicam que o valor do coeficiente de intensidade de tensão  $k$  depende da distribuição da difusividade no contorno de grão. Os altos valores dos coeficientes de difusão favorecem processos de relaxação sobre contornos de grão, o que significa menor rigidez do contorno e uma diminuição no valor do parâmetro  $k$ . A rigidez dos contornos de grão em alumínio é fortemente dependente da temperatura. Por outro lado, o fator  $\sigma_0$  depende fortemente de um fator orientação cristalográfica ( $m$ ). Concluiu-se que as dispersões consideráveis dos resultados experimentais obtidos por diferentes autores que estudam a relação de Hall-Petch em alumínio a temperatura ambiente são mais provavelmente causadas pelo fato de os materiais testados diferirem tanto na textura e na distribuição da difusividade no contorno de grão. Tiryakioglu, *et al.* 2015 estudou a liga 7010 (composição próxima a 7075) ele considero que a relação de Hall-Petch é insensível. (TIRYAKIOGLU, *et al.* 2015).

### 2.2.3 Endurecimento por solução sólida

A adição de átomos de soluto (substitucional ou intersticial) impõem deformações da rede cristalina sobre os átomos hospedeiros vizinhos e invariavelmente aumenta a resistência do material (limite de resistência à tração e no limite de escoamento). Este aumento decorre de interações dos átomos de soluto e as discordâncias dificultando a sua movimentação podendo ocorrer de duas maneiras: (1) campo de tensões gerados pelo átomo de soluto na

rede por possuir diferente tamanho atômico; (2) diferença na força de ligação entre o átomo de soluto e a matriz resulta em um ponto com ligações mais fortes ou fracas. (RYEN, NIJS, *et al.* 2006).

A relação entre a tensão de escoamento e a concentração de soluto é reportada como:

$$\sigma = \sigma_0 + Hc^n \quad (2.11)$$

Onde  $\sigma_0$  é a tensão de escoamento do metal puro, H e n são constantes o estado do material.

Cada elemento irá influenciar de maneira diferente; Ryen, *et al.* (2006) indica que Mn tem menor efeito no limite de escoamento ou limite de resistência quando comparado com Mg. Em contraste outros estudos (8 a 11 em (RYEN, NIJS, *et al.* 2006)) indicaram um importante efeito do Mn na resistência em materiais não deformados, mas pouco efeito no encruamento. Os mesmos trabalhos indicam que o Si tem uma pequena influência no limite de escoamento mas um importante efeito na encruamento e limite resistência.

Ryen, *et al.* 2006 estudou o efeito de Mn e Mg em diversas ligas de alumínio de alta pureza, bem como, comerciais. Como esperado o limite de escoamento o encruamento e o limite de resistência aumentam com as adições destes elementos. Pequenas adições de Mg diminuíram a ductilidade, mas esta diminuição torna-se menos importante para valores maiores (RYEN, NIJS, *et al.* 2006). Os resultados ajustam-se muito bem com a relação dada pela Equação (2.11). A Figura 2.5 (a) mostra a influência de adições de Mg em solução sólida e a tensão verdadeira para diversas deformações, enquanto que uma comparação entre os efeitos do Mg e Mn é apresentado na Figura 2.5 (b) a inclinação da curva do Mn é 4 a 5 vezes maior do que a Mg.

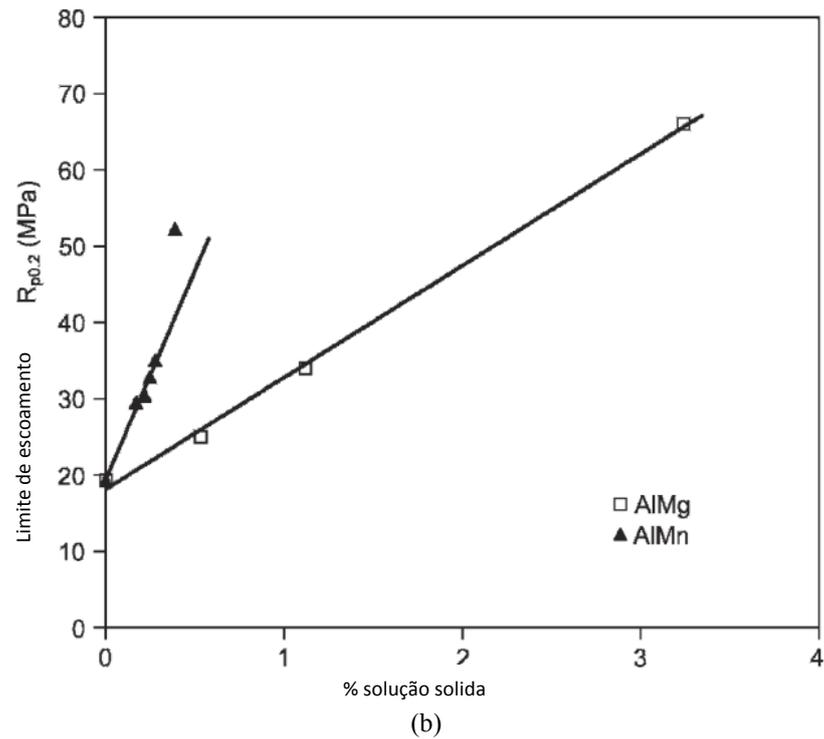
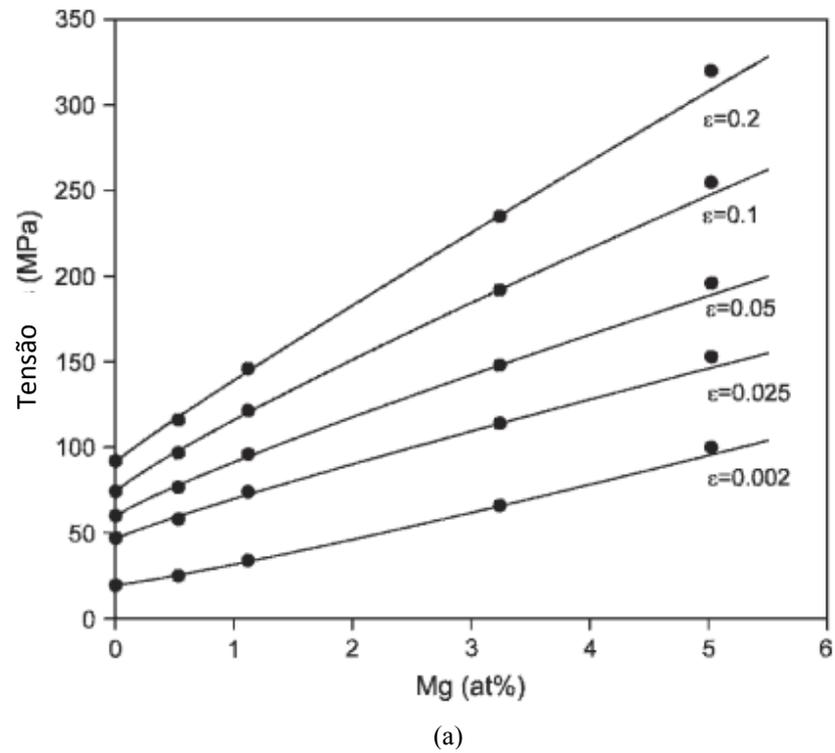


Figura 2.5 (a) Correlação entre átomos de soluto (Mg) e a tensão verdadeira para diversos níveis de deformação; (b) comparação entre o efeito de adições de Mg e Mn em solução sólida no limite de escoamento das ligas. Fonte (Ryen, *et al.* 2006).

#### 2.2.4 Endurecimento por precipitação (envelhecimento)

O endurecimento por precipitação (envelhecimento) é o único tratamento térmico possível para aumento de dureza em ligas de alumínio vez que este metal, diferentemente do ferro, por exemplo, não possui transformação alotrópica. Uma condição para que um material seja susceptível ao tratamento de envelhecimento é uma variação da solubilidade do soluto com a temperatura. O tratamento consiste em um tratamento de solubilização em temperatura superior, resfriamento abrupto e finalmente um tratamento térmico de envelhecimento (temperatura inferior). O resfriamento rápido é requerido para manter a solução sólida supersaturada. O envelhecimento pode ocorrer a temperatura ambiente ou superior, sendo chamado de natural ou artificial respectivamente. As propriedades mecânicas atingidas dependem do tamanho e distribuição dos precipitados formado.

A fase precipitada passa a interferir no movimento das discordâncias, reduzindo sua mobilidade e conseqüentemente a ductilidade do material. O parâmetro de interesse, além da natureza dos precipitados e da interface com a matriz, é o grau de dispersão dos mesmos, que deve ser suficientemente fino para causar um incremento efetivo da resistência, mas não tão fino que acarrete queda excessiva na ductilidade. As partículas atuam como obstáculos ao movimento dos defeitos, que passam a necessitar de uma tensão externa adicional à que anteriormente era suficiente para sua movimentação na matriz. Considerações termodinâmicas ensinam que, para uma dada liga, quanto menor a temperatura de precipitação, maior a taxa de nucleação das partículas, mas por outro lado, a mobilidade atômica é lenta em baixas temperaturas.

Cavazos e Colás em 2003, estudaram os efeitos na dureza Vickers das taxas de resfriamento, tempos e temperatura de envelhecimento em uma liga de alumínio 6063 (CAVAZOS e COLÁS 2003). O comportamento de envelhecimento a 130, 180 e 230 °C é mostrada na Figura 2.6(a). Os resultados obtidos mostram um comportamento típico esperado para uma liga de endurecimento por precipitação em que a dureza aumenta primeiro até um valor de pico e, em seguida, diminui com o tempo. O valor da dureza de pico, bem como o tempo necessário para atingir esse objetivo, aumentar com a diminuição da temperatura de envelhecimento. O efeito da taxa de resfriamento fica mais evidente na Figura 2.6 (b) onde a dureza de pico obtida para cada temperatura, de forma independente do tempo em que foi alcançada, são representados como uma função da velocidade de resfriamento média. Pode ser visto que a dureza de pico alcançado mantém-se constante, quando a velocidade de

arrefecimento é superior a 10 °C/s. Quando a velocidade de resfriamento é reduzida a dureza de pico diminui.

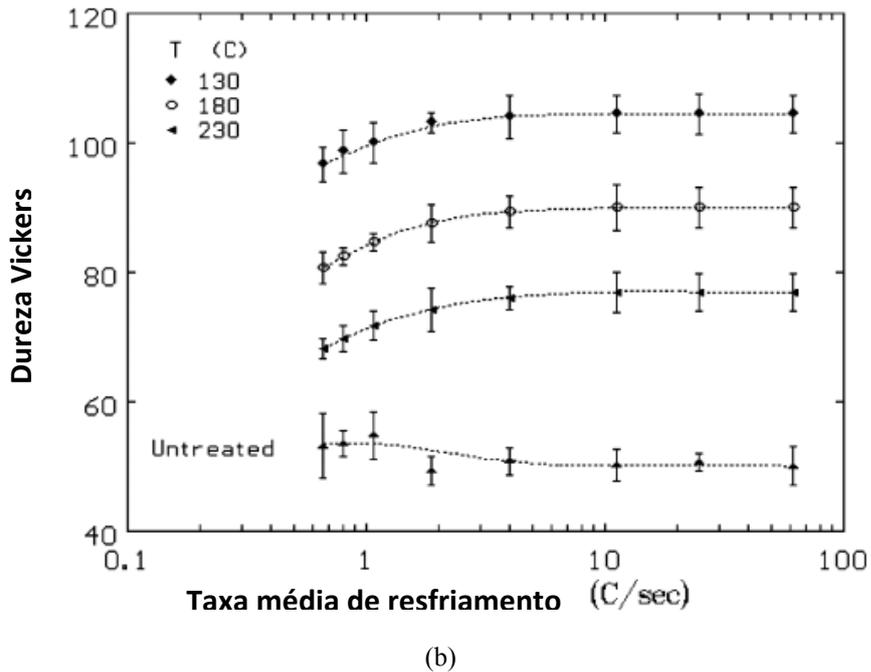
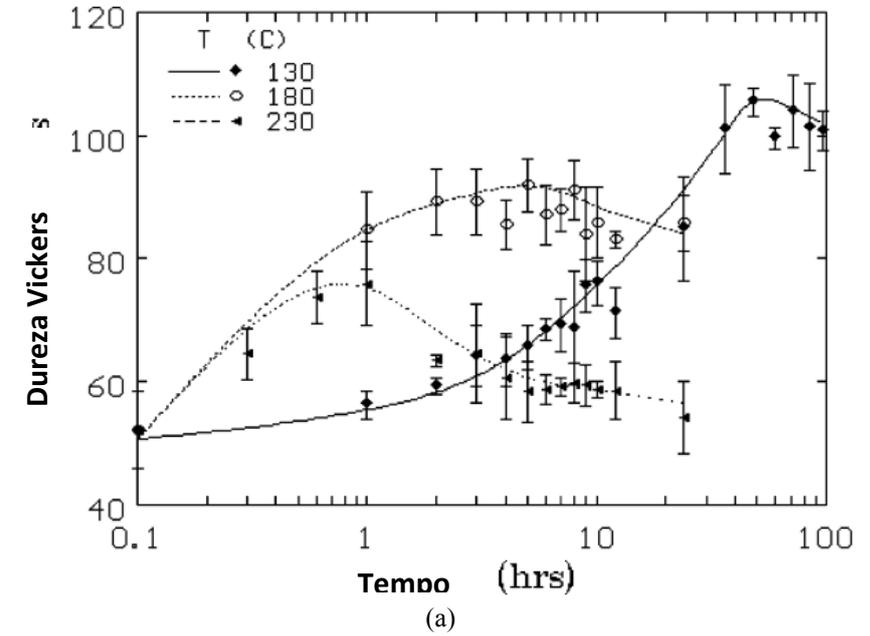


Figura 2.6 (a) Variação de dureza como uma função do tempo para amostras cortadas a partir da posição A e envelhecidas a três diferentes temperaturas. (b) dureza de pico nas amostras tratadas como uma função da velocidade de arrefecimento média, a dureza gravada em amostras não tratadas é adicionada para comparação (CAVAZOS e COLÁS 2003)

O efeito sobre a tensão de cisalhamento (W. D. CALLISTER 2007), do sistema matriz/precipitado, é dado pela Lei de Orowan, que resumidamente pode ser expressa por:

$$\tau = Gb/\lambda \quad (2.12)$$

Onde  $G$  e  $b$  são, respectivamente, o módulo de cisalhamento da matriz e o vetor de Burgers;  $\lambda$  é o espaçamento efetivo das partículas que depende dos parâmetros do tratamento térmico.

## 2.3 Correlação diferentes propriedades físicas em ligas de alumínio

### 2.3.1 Dureza e resistência mecânica

Apesar de importantes, ensaios mecânicos como os de tração requerem tempo e ainda levam a completa destruição do corpo de prova. Ensaio de dureza são não destrutivos (ou semi destrutivos) deixando para trás apenas uma indentação além de serem mais práticos rápidos que os ensaios convencionais. Assim, métodos não destrutivos para avaliar as propriedades mecânicas dos componentes são de grande interesse na engenharia.

A relação entre dureza Vickers e limite de escoamento é dada pela seguinte equação (TIRYAKIOGLU, *et al.* 2015):

$$\sigma_Y = \beta_1 H_V + \beta_0 \quad (2.13)$$

Tiryakioglu, *et al.* 2015 estudaram a correlação entre dureza Vickers e o limite de escoamento de uma liga 7010. As diferentes durezas/resistências foram obtidas por amostras em diversas rotas de tratamentos térmicos e deformações.

Utilizando dados de dois estudos independentes, obtive um uma correlação bastante significativa entre dureza e resistência (limite de escoamento e limite de resistência). A Figura 2.7 apresenta a correlação entre dureza Vickers e limite de escoamento (a) e limite de resistência (b). A relação  $H_V$ - $\sigma_Y$  (Figura 2.7- a) obtido por diferentes vias de têmpera e por

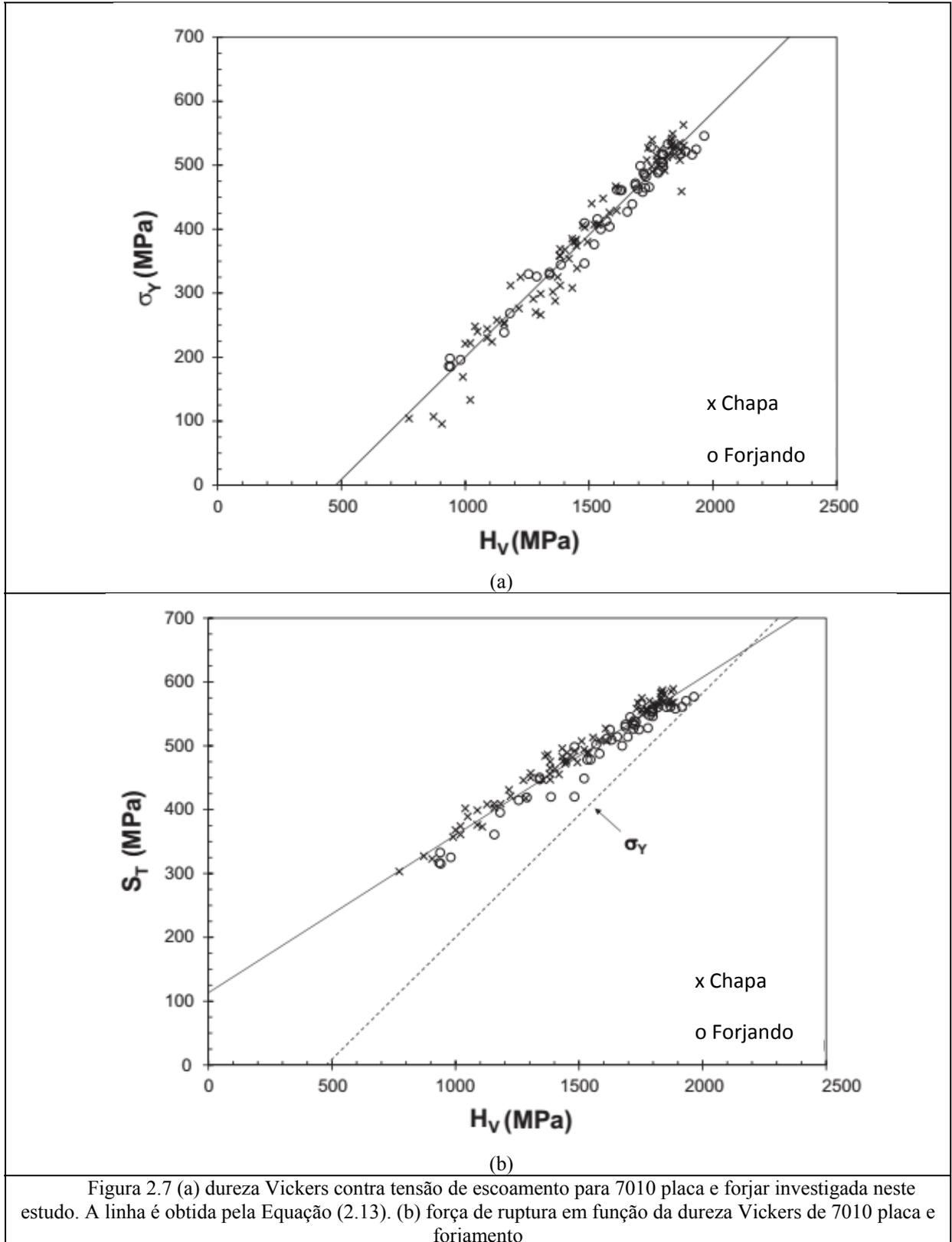
diferentes tratamentos de envelhecimento para os espécimes deformados ou não se sobrepõem uns aos outros quase completamente. Os coeficientes estimados,  $\beta_1$  e  $\beta_0$ , para a melhor linha de ajuste são indicados na Equação (2.13). Voltando a atenção para a relação entre a dureza Vickers e a resistência à tração (Figura 2.7- b) novamente os resultados de dois estudos sobrepõem-se significativamente.

A linha de ajuste levou a Equação (2.13) e Equação (2.13). O coeficiente de determinação é bastante respeitável. O valor de  $\beta_1$  0,247 é significativamente diferente da observada em aços (0,333) indicando uma distinção clara entre comportamental aço e as ligas 7010 deste estudo.

$$\sigma_Y = 0,383H_V - 182,3 \quad (2.14)$$

$$\sigma_R = 0,247H_V + 113,1 \quad (2.15)$$

A engenharia mecânica depende de materiais com propriedades bem definidas para o projeto mecânico de componentes confiáveis e com custo competitivo. A integração de ciência dos materiais, processos de fabricação e design/projeto é importante para aumentar a precisão das simulações computacionais, visando à obtenção de componentes menos robustos com melhor eficiência resistência/peso.



### 2.3.2 Condutividade elétrica

Vários autores têm sugerido estudos visando à correlação das alterações durante as etapas de processamento com a condutividade elétrica de ligas de alumínio, visto que a formação de precipitados influencia na condutividade elétrica (ROSEN, *et al.*, 1982; SALAZAR-GUAPURICHE, *et al.*, 2006; ERDMANN, *et al.*, 2009; MOROZOV, *et al.*, 2010; TARIQ, *et al.*, 2012; LOURDJANE, *et al.*, 2015; JIA, *et al.*, 2014; JIA, *et al.*, 2014). A grande vantagem desta técnica é de ser não destrutiva. A resistência elétrica dos metais tem origem no espalhamento dos elétrons. Sendo assim todos os fatores que causam perturbações na rede cristalina levará a uma diminuição da condutividade elétrica, em general. aumento da vibração da rede (pela temperatura), átomos de impureza ou solutos, defeitos cristalinos e partículas de segunda fase etc. (SCHMIDT 1979)

A norma ASTM B 224 estabelece o cobre eletrolítico, 99,9 % de pureza (variando entre 0,02 e 0,7), recozido, com 1g de massa e 1 m de comprimento a 20°C como referência para as medidas de condutividade elétrica. Nestas condições ele tem uma resistência de 0,15328 (ohms) e a condutividade é considerada 100%.

As ligas de alumínio são amplamente utilizadas na indústria aeronáutica onde os critérios de segurança são muito importantes e medidas de condutividade elétrica são frequentemente utilizadas para determinar a cinética de envelhecimento destas ligas de maneira não destrutiva (M. ROSEN, E. HOROWITZ, *et al.* 1982), (TURNBULL, ROSENBAUM e TREAFTIS 1960).

A relação entre a variação da condutividade e o envelhecimento é complexa e envolve diversas contribuições incluindo (PANSERI e FEDERIGHI 1960):

- (1) O número de vacâncias provenientes do processo de têmpera;
- (2) Átomos de soluto presentes na matriz;
- (3) As zonas de Guinier-Preston;
- (4) As fronteiras das fases.

Todos estes fatores quando presentes agem de maneira a diminuir a condutividade elétrica. No início do envelhecimento dois mecanismos competem, há um decréscimo no número de vacâncias provenientes do processo de têmpera e dos átomos de soluto devido à

formação de clusters de solutos tendendo a aumentar a condutividade e simultaneamente há um aumento de novos precipitados que tenderá a diminuir a condutividade. Os fenômenos que tendem a diminuir esta condutividade são predominantes e a condutividade elétrica diminui. Com o tempo o volume médio dos precipitados aumenta, suas áreas relativas (área/volume) diminuem, causando uma diminuição dos átomos de soluto na matriz. O resultado é um significativo aumento da condutividade. (M. ROSEN, E. HOROWITZ, *et al.* 1982) (PANSERI e FEDERIGHI 1960).

Rosen, *et al.* 1982 avaliou o comportamento da condutividade elétrica das ligas de Al da família 2024 em diferentes condições de envelhecimento. A

Figura 2.8 mostra a condutividade em função do tempo de tratamento térmico em diferentes temperaturas de ligas solubilizadas a 495 °C por 75 min. Dois comportamentos distintos são observados. Em suas amostras envelhecidas a baixas temperaturas (entre 21 e 50° C) Rosen *et al.* (1982) observaram um decaimento da condutividade para os tempos de envelhecimento iniciais. Este decaimento foi mais rápido e a taxas semelhantes para as temperaturas mais altas (190, 170 e 150 °C) e mais lento sucessivamente para as temperaturas isotermas a 50, 35 e 21 °C. Nas amostras envelhecidas a temperaturas mais altas (entre 170 e 190° C) os autores observaram um rápido decaimento inicial da condutividade, mas, um posterior aumento desta propriedade. A amostra envelhecida a 150 °C mostrou um comportamento inicial semelhante às amostras envelhecidas às temperaturas mais altas, mas, nos tempos observados não houve o mesmo aumento da condutividade.

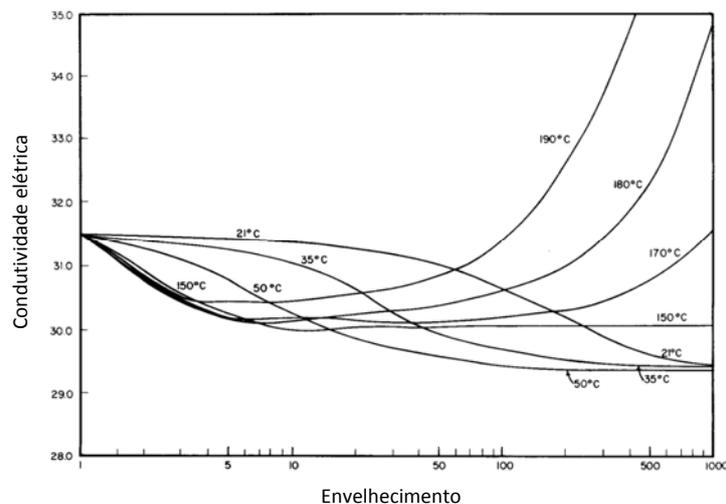


Figura 2.8 Condutividade elétrica relativa (medida por Corrente de Foucault) x tempo de envelhecimento da liga 2024 para diversas temperaturas. (Figura adaptada de Rosen *et al.* (1982))

A explicação desse comportamento se dá pelo fato de em condições favoráveis as zonas de GP (Zonas de Guinier-Preston). Esta nucleação é ativada pela temperatura, portanto com o aumento da temperatura sua taxa de nucleação aumenta. Estas zonas quando formadas acima de 100 °C não podem persistir e conseqüentemente nucleiam precipitados semi-coerentes. O decaimento inicial da condutividade é devido a estas zonas serem espalhadoras da movimentação de elétrons e a “purificação” da matriz não é suficiente para compensar este decaimento de condutividade. Um mínimo na curva é atingido a partir do alcance de um tamanho crítico de precipitado. O aumento da condutividade em envelhecimentos acima de 150 °C pode ser explicado em termos da “purificação” e apesar dos átomos de soluto agirem como espalhadores de elétrons o aumento dos precipitados minimiza este efeito.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Para o desenvolvimento da parte experimental foram conduzidos experimentos envolvendo os processos de fabricação mais utilizados para as ligas de alumínio: fusão/refusão, solidificação, homogeneização/solubilização, têmpera e envelhecimento artificial. Para avaliar as mudanças microestruturais e das propriedades mecânicas e elétricas amostras foram caracterizadas em cada etapa, a sequência utilizada estão descritas nas Figura 3.1 e Figura 3.2.

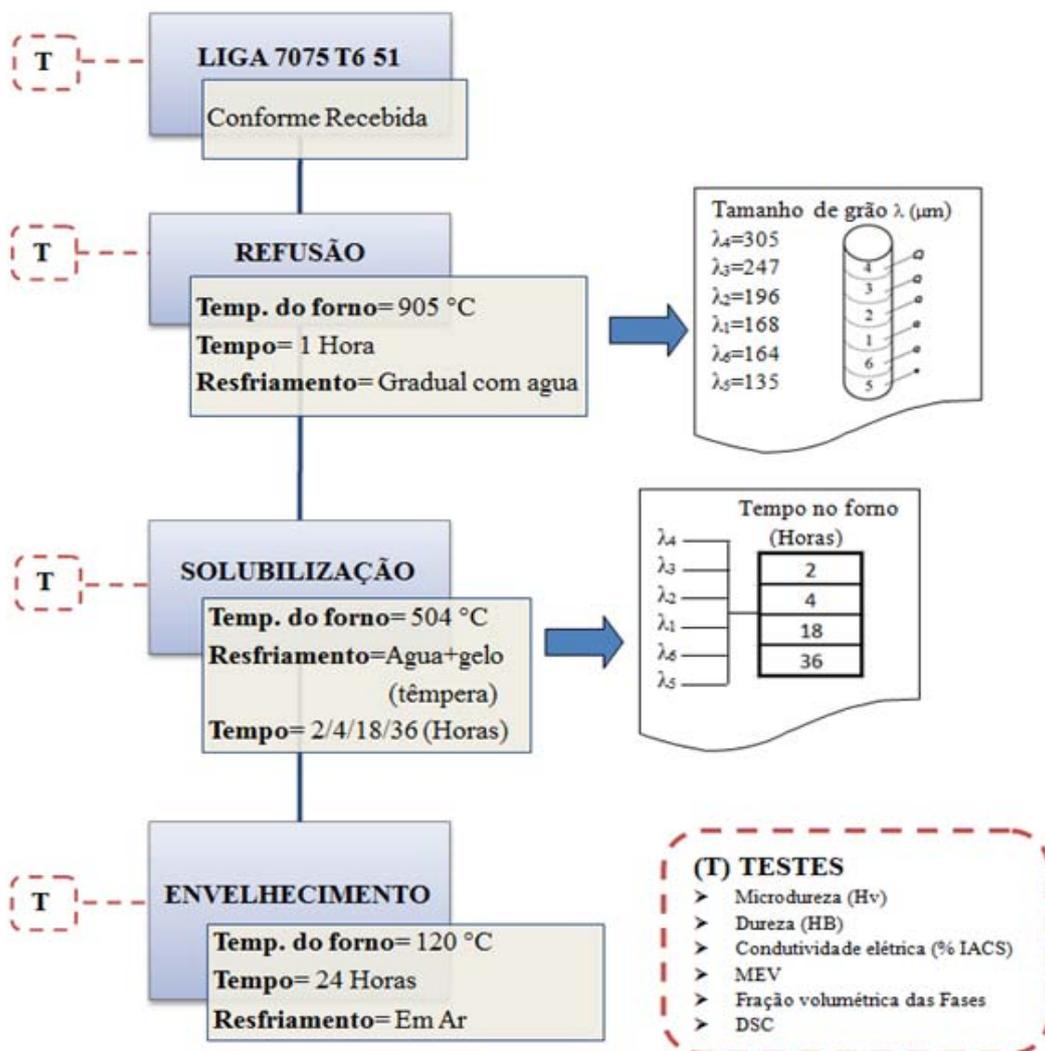


Figura 3.1 Fluxograma do procedimento experimental utilizado

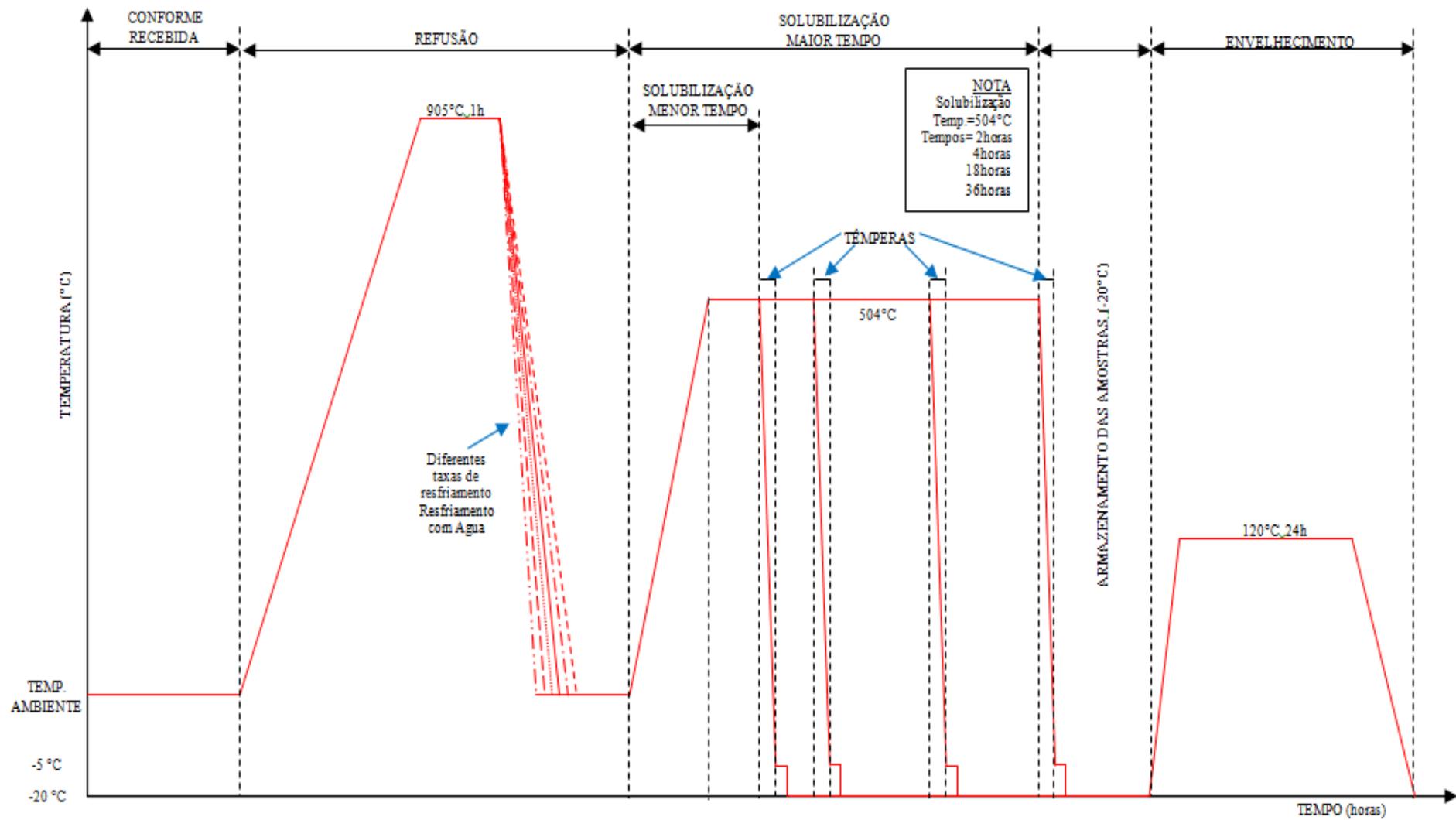


Figura 3.2 Representação da sequência dos processos de fabricação detalhando as temperaturas e tempos utilizados (referencia: Autor)

### 3.1 Material - Liga Al 7075 T651

O material de partida utilizado foi a liga Al 7075 T651 na forma de chapa laminada a quente na condição: solubilizada e envelhecida artificialmente, produzida pela ALCOA – França. A composição química nominal, segundo a empresa fornecedora é dada na Tabela 3.1

Tabela 3.1 Composição química da liga comercial de alumínio 7075 T651 (% peso)

| Análise Química da Liga 7075 |      |      | Temperatura liquidus: |      | Temperatura solidus: 635°C |      |      | Densidade: 2.79 g/cm <sup>3</sup> |          |          |
|------------------------------|------|------|-----------------------|------|----------------------------|------|------|-----------------------------------|----------|----------|
| % em peso                    | Si   | Fe   | Cu                    | Mn   | Cr                         | Zn   | Ti   | Al                                | Restante | Alumínio |
| Minimo                       | -    | -    | 1.20                  | -    | 0.18                       | 5.10 | -    | -                                 | -        |          |
| Maximo                       | 0.40 | 0.50 | 2.00                  | 0.30 | 0.28                       | 6.10 | 0.20 | 0.05                              | 0.15     | Restante |

Coeficiente Médio de Expansão Termica (20 a 100°C)=23.6 µm/m.K

Fonte: ALCOA

Foi realizado a análise química em um espectrômetro da marca Spectro, modelo SpectroMaxx disponível nas instalações da IMBEL - Fábrica de Itajubá/MG. Os resultados estão apresentados na Tabela 3.2. Comparando-os com os valores exibidos na Tabela 3.1, percebe-se que o material fornecido esta dentro do especificado.

Tabela 3.2 Análise química de amostra de Al 7075 T651. Concentração percentual em massa de cada elemento

|              |        |        |         |         |        |
|--------------|--------|--------|---------|---------|--------|
| Elemento     | Si     | Fe     | Cu      | Mn      | Mg     |
| Concentração | 3,56%  | 1,20%  | 3,83%   | 0,0740% | 2,08%  |
| Elemento     | Cr     | Ni     | Zn      | Ti      | Ag     |
| Concentração | 0,191% | 0,195% | 5,75%   | 0,109%  | 0,030% |
| Elemento     | B      | Be     | Bi      | Ca      | Cd     |
| Concentração | 0,030% | 0,007% | 0,011%  | 0,0180% | 0,220% |
| Elemento     | Co     | Li     | Na      | P       | Pb     |
| Concentração | 0,241% | 3,89%  | 0,0200% | 0,005%  | 0,403% |
| Elemento     | Sn     | Sr     | V       | Zr      | Al     |
| Concentração | 0,135% | 2,02%  | 0,0400% | 0,068%  | 76,0%  |

Fonte: IMBELL

### 3.1.1 Processo comercial de produção da liga 7075 T6 51

A liga de alumínio 7075 na condição T651 é uma solução sólida tratada termicamente para alívio de tensões e artificialmente envelhecida (precipitada por tratamento térmico). Essas características dão uma excelente usabilidade, boa estabilidade, baixa densidade, assim como elevada dureza e resistência, ingredientes necessários para serem usados em variedade de aplicações (ASM, 1984, ALCOA, 2010).

Comercialmente, o endurecimento estrutural das ligas e as suas características mecânicas dependem dos ciclos de tratamentos térmicos: solubilização, têmpera e envelhecimento (natural o artificial) como é mostrado na e Figura 3.3. (ASM Aerospace Specification Metals Inc 2001),

Tabela 3.3 Ciclos de tratamentos térmicos comerciais para a liga Al 7075 (solubilização, tempera e envelhecido).

| Tratamento  | Solubilização | Envelhecimento artificial |
|-------------|---------------|---------------------------|
| Temperatura | 480°C         | 120° C                    |

Fonte: Adaptação (ASM Aerospace Specification Metals Inc 2001)

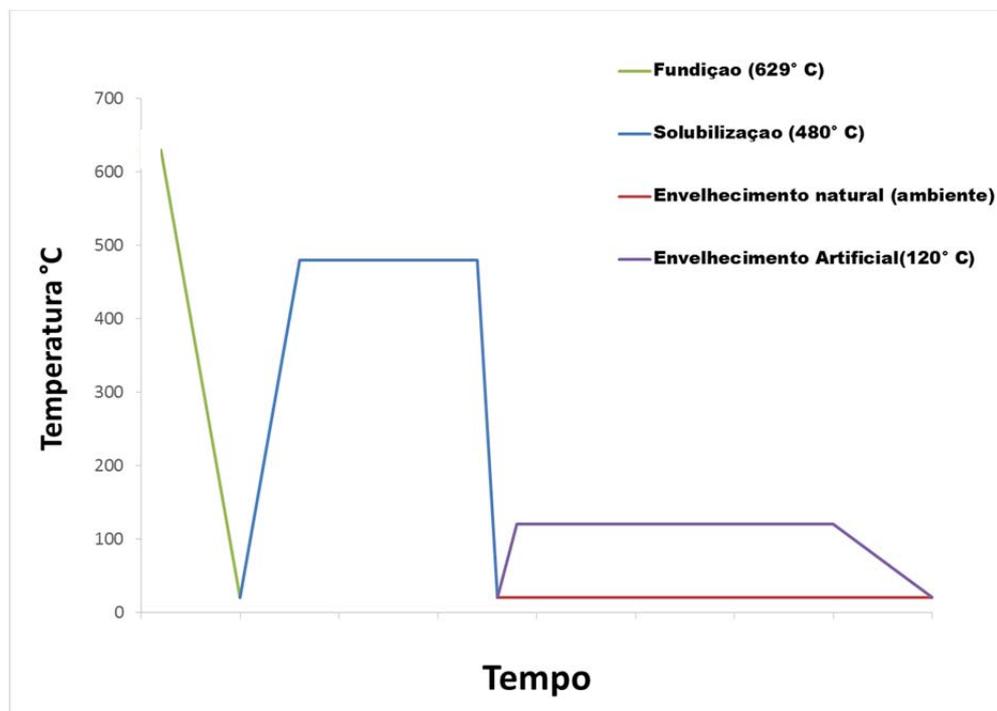


Figura 3.3 Representação da sequência dos processos de fabricação detalhando as temperaturas e tempos utilizados (Fonte Autor)

## 3.2 Alumínio Comercialmente Puro

Foi utilizado alumínio comercialmente puro fornecido pela empresa Inbra Metais/Itaquaquecetuba-SP, na forma de lingote fundido. A composição química nominal, segundo a empresa fornecedora é dada na Tabela 3.4.

Tabela 3.4 Composição química Alumínio comercialmente puro (% peso)

| Elemento     | Si     | Zn     | Mg      | Cu     | Fe%    |
|--------------|--------|--------|---------|--------|--------|
| Concentração | 0,101% | 0,018% | <0,005% | 0,013% | 0,174% |

Fonte: ALCOA

Foi realizada análise química em um espectrômetro da marca Spectro, modelo SpectroMaxx disponível nas instalações da IMBEL - Fábrica de Itajubá/MG. Os resultados estão apresentados na Tabela 3.5. Comparando-os com os valores exibidos na Tabela 3.5, percebe-se que o material fornecido está dentro do especificado.

Tabela 3.5 Composições química Alumínio comercialmente puro (% peso)

| Elemento     | Si       | Fe       | Cu      | Mn      | Mg      |
|--------------|----------|----------|---------|---------|---------|
| Concentração | 0,001%   | 0,174%   | 0,013%  | <0,010% | <0,005% |
| Elemento     | Cr       | Ni       | Zn      | Ti      | B       |
| Concentração | 0,0050%  | <0,005%  | 0,019%  | 0,0194% | 0,0001% |
| Elemento     | Sn       | Sr       | Pb      | Ca      | Al      |
| Concentração | <0,0050% | <0,0003% | 0,0094% | 0,0014% | 99,633% |

## 3.3 Processo de preparação das amostras da liga Al 7075

### 3.3.1 Refusão da liga

A liga comercial 7075 T651 na forma de placas com 250 mm de espessura foi cortada em pedaços de aproximadamente 3 cm x 3 cm e colocados em um cadinho de carvão de silício da marca Salamander Sic, tipo triângulo azul-S6. Os cadinhos com os pedaços da liga foram aquecidos até a 905°C num forno elétrico da marca Brasimet do tipo câmara, modelo K-250 com potência de 7,68 kW do Laboratório de Metalurgia e Materiais (LMM) da UNIFEI, conforme Figura 3.4 e Figura 3.5.



Figura 3.4 Forno elétrico da marca Brasimet do tipo câmara, modelo K-250 do LMM - UNIFEI.

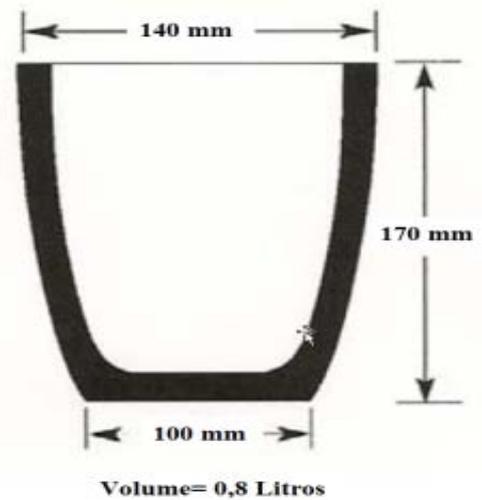


Figura 3.5 Cadinho de carbetto de silício utilizado para refusão da liga Al 7075

### 3.3.2 Solidificação da liga

Visando obter diferentes tamanhos de grãos nas amostras no estado bruto de solidificação foram realizados experimentos com solidificação direcional, isto é, com taxas de extração de calor variando em cada posição do corpo de prova solidificado da liga de alumínio.

A liga depois de refundida foi vazada numa temperatura de 850°C em molde cerâmico à base de zirconita com 40 mm de diâmetro e 300 mm de altura, conforme Figura 3.6. Este molde cerâmico fica posicionado sobre uma coquilha de cobre refrigerada, conforme Figura 3.7. Alterou-se as condições de extração de calor das amostras, sendo realizados 2 condições:

- **Condição (A):** Casca cerâmica foi inicialmente aquecida à 900°C em uma mufla. E durante o processo de solidificação do corpo de prova a casca cerâmica foi isolada termicamente por uma manta cerâmica. O resfriamento da amostra foi feito por meio da coquilha de cobre refrigerada à água, conforme Figura 3.8.
- **Condição (B):** Casca cerâmica foi aquecida à 900°C num dispositivo desenvolvido para aquecer com resistência tipo Kantal. E a casca foi mantida aquecida dentro do dispositivo durante todo o processo de solidificação Figura 3.9. O resfriamento da amostra foi feito por meio da coquilha de cobre refrigerada à água, conforme Figura 3.10.



Figura 3.6 Molde cerâmico a base de zirconita



Figura 3.7 Coquilha de cobre refrigerada a água



Figura 3.8 Casca cerâmica envolta por manta cerâmica. (Condição A)



Figura 3.9 Casca aquecida em dispositivo com resistência elétrica tipo Kanthal. (Condição B)

A coquilha de cobre utilizada para o resfriamento da liga refundida possui entrada de água na parte inferior ao centro e saída pelas laterais, conforme Figura 3.10, a vazão foi de 20 litros/min.

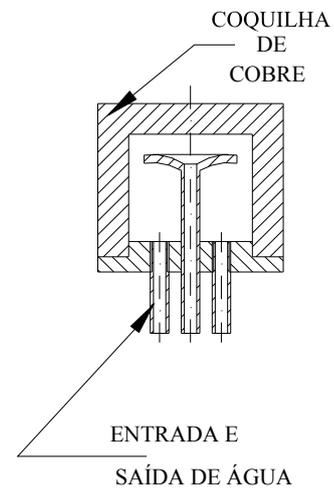


Figura 3.10 Casca cerâmica envolta por manta cerâmica. (Condição A)

### 3.3.3 Solubilização

O tratamento de solubilização que visa homogeneizar as amostras após a solidificação, foi realizado numa temperatura de 504°C para quatro (04) intervalos de tempo de encharque diferentes: 2, 4, 8 e 36 horas. Para os tratamentos de solubilização foi utilizado um forno resistivo Mufla Digital Microprocessado marca CIENLAB modelo CE-800 com potência de 3,9 kW do Laboratório de Metalurgia e Materiais (LMM) da UNIFEI, conforme Figura 3.11.



Figura 3.11 Forno Mufla Digital Microprocessado marca CIENLAB

Após a solidificação da liga Al 7075 foram selecionadas amostras em função dos tamanhos de grão obtidos do processo de solidificação. Foram tratadas 4 amostras de cada tamanho de grão para cada tempo de encharque.

#### 3.3.3.1 Têmpera da liga

Visando evitar a precipitação ainda durante o resfriamento após a solubilização, as amostras passaram por resfriamento brusco (têmpera em água). Para tanto, foi utilizada uma solução a base de água, álcool e sal com temperatura em torno de -5°C.

Em seguida da têmpera, as amostras de cada grupo foram caracterizadas com os testes de dureza e microdureza. Posteriormente as amostras foram preservadas em um freezer da marca METALFRIO, modelo DA550 sob temperatura inferior a -20°C. Nesta condição, os efeitos da precipitação são desprezíveis por semanas Figura 3.12.



Figura 3.12 Amostras da liga Al 7075 solubilizadas armazenadas no Freezer METALFRIO modelo DA550

### 3.3.4 Envelhecimento

O envelhecimento foi realizado com temperatura e tempo recomendados pela literatura para tratamentos tipo T6 na liga Al 7075: 120°C por 24 horas (ASM INTERNATIONAL 1991). Para realização do tratamento térmico de envelhecimento foi utilizado o forno Mufla Digital Microprocessado marca CIENLAB modelo CE-800 com uma potência de 3,9 kW, instalado no Laboratório de Metalurgia e Materiais (LMM) da UNIFEI, Figura 3.11.

## 3.4 Corte e codificação das amostras

Ao finalizar o processo de solidificação, logo após o resfriamento foi realizado o procedimento de corte das mostras, conforme Figura 3.13 Cada amostra após a desmoldagem foi cortada nos sentidos longitudinal e transversal. No sentido da extração calor (corte longitudinal) para a verificação da direcionalidade do processo de solidificação e no sentido perpendicular à extração de calor (transversal), a diferentes alturas em função da distância da coquilha para se avaliar o tamanho de grão conforme mostra a Figura 3.14.



Figura 3.13 Desmoldagem após a solidificação e corte das amostras da liga Al 7075.

Visando caracterizar as amostras nas diferentes etapas de processamento foi estabelecido um código: no estado de conforme recebido foi codificada com uma única letra (R). Após a refusão/solidificação as amostras foram marcadas por um sistema de três dígitos: (primeiro dígito) corresponde ao tamanho de grão; (segundo dígito) corresponde ao tempo de permanência no forno durante o tratamento de solubilização, e (terceiro dígito) é relativo ao tratamento térmico de envelhecimento. A Figura 3.14 sumariza esta codificação. Foi realizada classificação similar das amostras para o alumínio comercialmente puro.

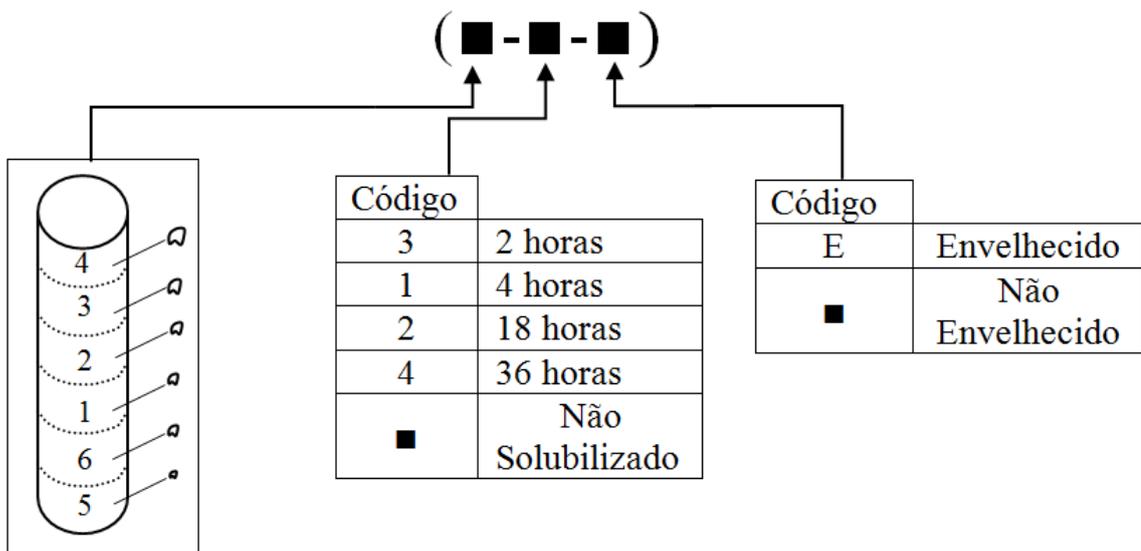


Figura 3.14 Esquema com a codificação das amostras.

### 3.5 Técnicas de caracterização

Visando acompanhar as mudanças microestruturais e nas propriedades mecânicas e elétricas da liga Al 7075 amostras em diferentes etapas de processamento foram preparadas e caracterizadas conforme descrito a seguir.

#### 3.5.1 Preparação das amostras

Para poder realizar a caracterização das amostras foi necessário realizar uma preparação das mesmas, a qual inclui:

- **Lixamento e Polimento:** para obtenção de uma boa observação metalográfica inclui o lixamento com lixas de #220, #400, #600, #800 e #1000, #1200, seguido de

polimento utilizando pasta de diamante com tamanho de 3 micras, seguido de polimento com sílica coloidal (OPU) Figura 3.15.



Figura 3.15 Equipamentos de lixamento e polimento das amostras (AROPOL 2V 2000 E 300MM) do LMM - UNIFEI..

- **Ataque químico:** Amostras foram atacadas com reagente Keller, por aproximadamente 2 segundos. (A concentração e composição do reagente utilizado se encontram registrada na Tabela 3.6). Posteriormente foram lavadas com água e álcool etílico hidratado 92, 2 %, e finalmente secas com um fluxo de ar a fim de deter o ataque do reagente.

Tabela 3.6 Concentração e composição do reagente Keller

| Elemento                     | Quantidade |
|------------------------------|------------|
| Água destilada               | 50 ml      |
| Ácido nítrico                | 15 ml      |
| Ácido Hidrofluorídrico (40%) | 10 ml      |
| Ácido clorídrico             | 25 ml      |

Fonte: (PETZOW 1978)

Convém esclarecer que, mesmo sendo amostras de pequenas dimensões, optou-se em não embutir as amostras. Isto se deve ao fato de que o processo de embutimento ocorre com aumento de temperatura e isto poderia afetar os resultados obtidos nos tratamentos térmicos, como por exemplo, ocorrer precipitação.

### 3.5.2 Microscopia óptica (MO)

Visando caracterizar a microestrutura nas diferentes etapas de processamento foi utilizado um microscópio óptico OLIMPUS BX41M-LED do Laboratório de Metalurgia e Materiais da UNIFEI. As imagens obtidas através da técnica de microscopia óptica (MO) foram usadas para determinar o espaçamento dendrítico primário ( $\lambda_1$ ) e o tamanho de grão. Figura 3.16.

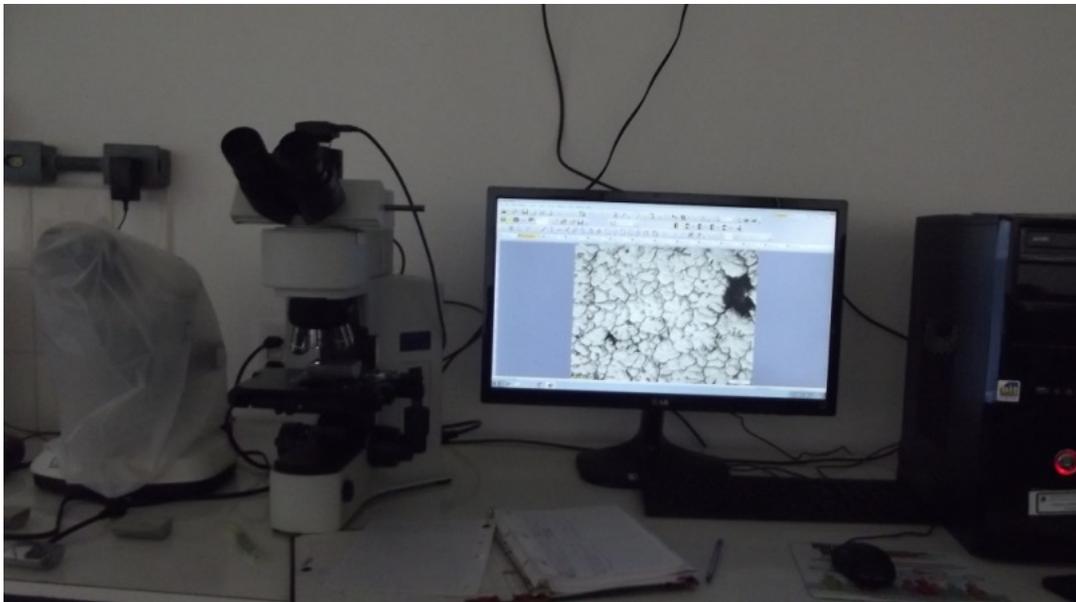


Figura 3.16 Microscópio óptico OLIMPUS BX41M-LED do LMM – UNIFEI..

O espaçamento dendrítico primário ( $\lambda_1$ ) foi determinado pelo método do triângulo, que consiste na união de centros dendríticos vizinhos (formando um triângulo) onde os lados do triângulo correspondem ao espaçamento dendrítico primário ( $\lambda_1$ ) (Gunduz M 2002), esquematizado na Figura 3.17. Foram executadas no mínimo 50 medidas para cada posição selecionada, sendo que, ao final, obteve-se a média dos valores. O tamanho de grão foi determinado pelo método planimétrico segundo a norma ASTM E211-13 (ASTM 2013).

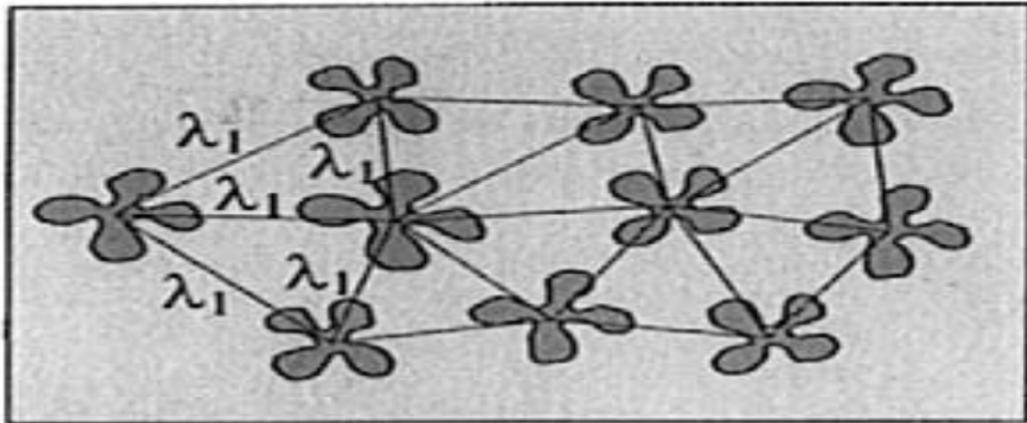


Figura 3.17 Esquema representativo da medida do espaçamento dendrítico primário utilizando o método do triângulo (GÜNDÜZ e ÇARDILI, 2002).

### 3.5.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Visando caracterizar a microestrutura nas diferentes etapas de processamento foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura marca Carl Zeiss modelo EVO MA15 como espectrômetro de energia dispersiva (EDS) marca Bruker, modelo X Flash 6|10, conforme Figura 3.18, instalado no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) da UNIFEI.

Utilizou-se a técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) para obter a composição química das fases, o mapeamento dos elementos da liga a fim de acompanhar a dissolução dos mesmos na liga em umas etapas de tratamento e para obtenção das imagens para determinação da fração volumétrica das fases presentes nas diferentes condições (conforme recebida, refundida, solubilizada e envelhecida). A fração volumétrica foi determinada para acompanhar tanto a dissolução da fase eutética na etapa de solubilização, como a precipitação na etapa de envelhecimento e o tamanho de grão.

A quantificação da fração de precipitados é muito relevante, pois esta será utilizada para avaliar os resultados dos processos posteriores de tratamentos térmicos (solubilização e envelhecimento). Portanto, foi determinada por dois métodos:

**(a) Norma ASTM 562 -02e;**

**(b) Fração de área.**



Figura 3.18 Microscópio eletrônico de varredura (MEV) marca Carl Zeiss, modelo EVO MA15 instalado no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) da UNIFEI

### 3.5.4 Dureza

Visando acompanhar as mudanças nas propriedades mecânicas em função das etapas de processamento foram realizados ensaios de dureza na escala Brinell (HB). Foi utilizado um durômetro marca Durograf modelo RSB N° 80 conforme Figura 3.19, do Laboratório de Metalurgia e Materiais da UNIFEI. Foi utilizada uma carga de 62,5 Kg por 15 segundos, e realizadas pelo menos seis medidas em cada amostra. A Figura 3.20 apresenta uma micrografia da liga em estudo com uma indentação feita pelo penetrador do durômetro.



Figura 3.19 Durômetro marca Durograf SB N° 80. do LMM – UNIFEI

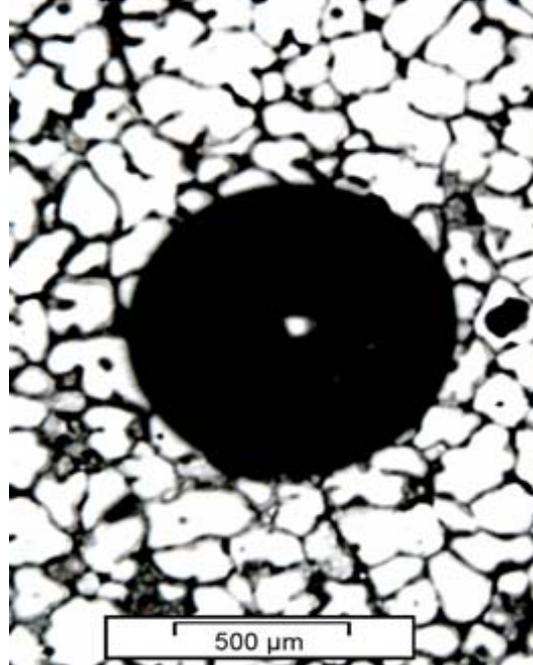


Figura 3.20 Indentação feita pelo penetrador do durômetro na peça

### 3.5.5 Microdureza

Visando acompanhar as mudanças nas propriedades mecânicas em função das etapas de processamento foram realizados ensaios de dureza na escala microdureza Vickers (HV). Foi utilizado um microdurômetro marca Time modelo TH 712 do Laboratório de Metalurgia e Materiais da UNIFEI, Figura 3.21. Foi utilizada uma carga de 1 Kg por um tempo de 15 segundos, realizando-se pelo menos 12 medidas em cada amostra. A Figura 3.22 apresenta uma micrografia da liga em estudo com uma indentação feita pelo penetrador do microdurômetro



Figura 3.21 Micro-durômetro Vickers marca Time modelo TH 712 do LMM – UNIFEI.

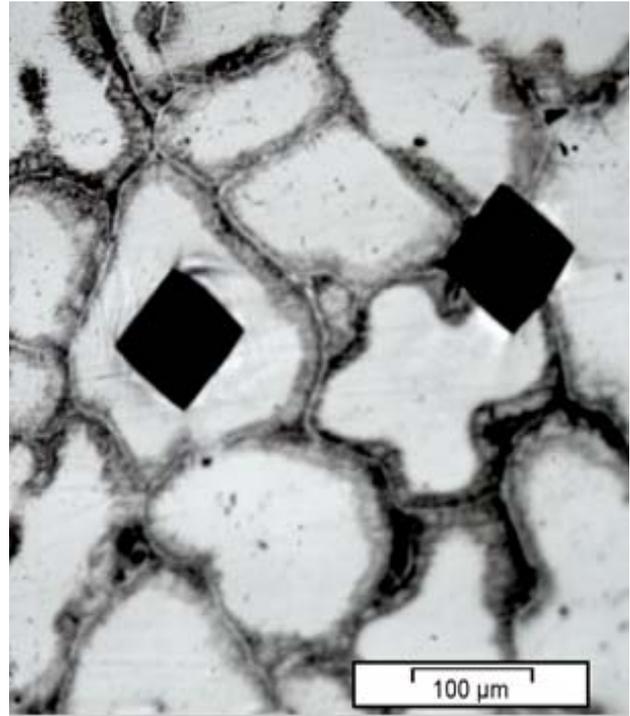


Figura 3.22 Indentação feita pelo penetrador do micro- durômetro na peça

### 3.5.6 Ensaio de tração

O ensaio de tração foi baseado na norma ASTM E8M-01b (ASTM INTERNATIONAL 2001), realizado com velocidade de 5 mm/minuto, em temperatura ambiente, utilizando-se uma máquina universal de ensaios EMIC DL 3000 do Laboratório de Ensaios Destrutivos e Não-Destrutivos da UNIFEI. Para a condição da liga Al 7075 T6 51 - conforme recebida.

### 3.5.7 Condutividade elétrica

Visando acompanhar as mudanças nas propriedades elétricas em função das etapas de processamento foram realizadas medidas de condutividade elétrica em conformidade com a norma ASTM E1004 – 09 utilizando um condutivímetro digital de contato da marca Zappi modelo DC-11M. O condutivímetro foi calibrado com padrão de alumínio de 34,6 % IACS, conforme Figura 3.23, para fornecer valores de condutividade à 20°C. Foram realizadas cinco medidas para cada amostra, sendo que no final obteve-se a média dos valores.



Figura 3.23 Condutivímetro digital de contato da marca Zappi modelo DC-11M e Padrões de calibração do LMM – UNIFEI..

### 3.6 Considerações finais

Para a realização dos ensaios de caracterização das amostras e com o objetivo de garantir a confiabilidade nos dados registrados levou-se em consideração:

- O estado e a calibração dos diferentes equipamentos utilizados no estudo;
- Processos de operação e normatividade técnica para a manipulação e o adequado funcionamento dos diversos equipamentos;
- Garantiu-se baixa temperatura das amostras após o processo de solubilização e nos procedimentos intermédios de preparação e caracterização, com o objetivo de garantir que as amostras não sofressem precipitações prematuras antes de realizar a tomada de dados.

## **4 RESULTADOS E DISCUSSÕES**

Com o intuito de avaliar as alterações microestruturais, nas propriedades mecânicas e propriedades elétricas em função das etapas de processamento amostras da liga Al 7075 foram caracterizadas em diferentes condições: (1) conforme recebida; (2) bruta de solidificação; (3) solubilizada e temperada em água e (4) envelhecida e resfriada ao ar. Além disso, inicialmente amostras de alumínio comercialmente puro na condição bruta de solidificação foram caracterizadas para fins comparativos.

A caracterização microestrutural foi realizada através das técnicas de microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). As propriedades mecânicas foram avaliadas por dureza Brinell (HB) e microdureza Vickers (HV) e a elétrica por medidas de condutividade (%ICAS). Os resultados serão apresentados em função das condições de processamento.

### **4.1 Condição: Conforme recebida**

#### **4.1.1 Microscopia óptica do alumínio comercialmente puro**

Amostras do alumínio comercialmente puro na condição bruta de solidificação foram retiradas de diferentes posições e direções no lingote. A Figura 4.1 apresenta a microestrutura do alumínio comercialmente puro conforme recebido, na condição bruta de solidificação. Nota-se grãos equiaxiais com contornos definidos e a presença de pequenos precipitados arredondados dispersos (pontos escuros) bem distribuídos ao longo da matriz de alumínio. Pode-se observar também a presença de alguns poros provenientes do processo de fundição.

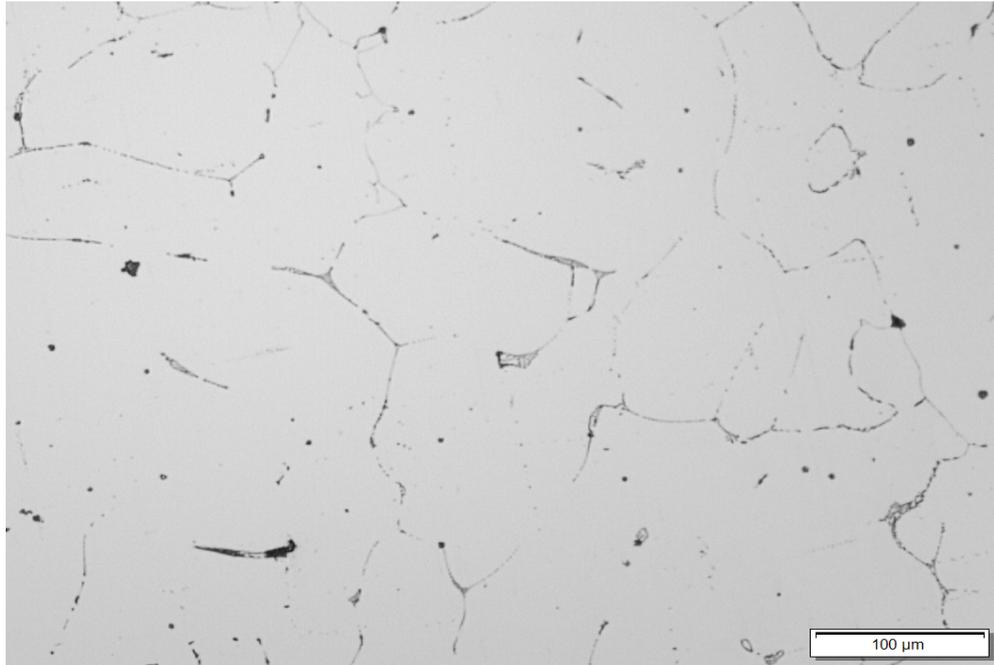


Figura 4.1 Microestrutura típica do alumínio comercialmente puro na condição bruta de solidificação. Ataque com reagente de Keller por 10s

#### 4.1.2 Dureza do alumínio comercialmente puro

A Tabela 4.1 apresenta os resultados de tamanho de grão determinados de acordo com a norma ASTM, conforme descrito no capítulo 3, e os resultados de dureza Brinell.

Tabela 4.1 Tamanho de grão e Dureza para o alumínio comercialmente puro na condição bruta de solidificação

| Tamanho do grão ( $\lambda m$ ) |            | Dureza Brinell (HB) |           |           |           |           |       |            |
|---------------------------------|------------|---------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-------|------------|
| Média                           | Desvio (%) | Posição             | Amostra 1 | Amostra 2 | Amostra 3 | Amostra 4 | Média | Desvio (%) |
| 101±12                          | 11         | A                   | 19        | 20        | 19        | 19        | 19±1  | 5          |
|                                 |            | B                   | 19        | 17        | 18        | 19        |       |            |
|                                 |            | C                   | 18        | 18        | 17        | 17        |       |            |
|                                 |            | D                   | 20        | 20        | 20        | 18        |       |            |

Analisando os resultados do tamanho de grão e de dureza Brinell ao longo da amostra fundida, apresentados na Tabela 4.1, nota-se que o desvio padrão das medidas se encontra entre 11 e 5%, respectivamente. Isto significa que para condição bruta de solidificação pode-se considerar que a amostra esta homogênea.

### 4.1.3 Microdureza do alumínio comercialmente puro

As mesmas amostras do alumínio comercialmente puro foram usadas para ensaio de microdureza Vickers, os resultados estão na Tabela 4.2

Tabela 4.2 Tamanho de grão e Microdureza para o alumínio comercialmente puro na condição bruta de solidificação

| Tamanho do grão ( $\lambda\text{m}$ ) |            | Microdureza Vickers (HV) |           |           |           |           |          |            |
|---------------------------------------|------------|--------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|----------|------------|
| Média                                 | Desvio (%) | Posição                  | Amostra 1 | Amostra 2 | Amostra 3 | Amostra 4 | Média    | Desvio (%) |
| 101±12                                | 11         | A                        | 19,4      | 20,7      | 19,6      | 20,2      | 19,8±1,3 | 6          |
|                                       |            | B                        | 19,8      | 20,4      | 19,4      | 19,4      |          |            |
|                                       |            | C                        | 19,5      | 19,5      | 19,8      | 19,6      |          |            |
|                                       |            | D                        | 20,2      | 19,4      | 20,5      | 20,1      |          |            |

Analisando os resultados de microdureza Vickers ao longo da amostra fundida, apresentados na Tabela 4.2 nota-se que o desvio padrão das medidas se encontra 6%. Isto significa que para condição bruta de solidificação pode-se considerar que a amostra está homogênea.

### 4.1.4 Resultados de microscopia óptica da liga Al 7075 T6 51

Amostras da liga comercial de alumínio Al 7075 T651 como recebida: chapa laminada a quente, solubilizada e envelhecida artificialmente foram avaliadas conforme descrito no capítulo 3. A Figura 4.2 apresenta a microestrutura da liga Al 7075 T651 conforme recebida com corte no sentido longitudinal a direção de laminação. Nota-se grãos com contornos definidos e alongados no sentido da laminação (textura de laminação). Com pequenos precipitados arredondados dispersos (pontos escuros e claros) ao longo da matriz de alumínio.

A Figura 4.3 apresenta uma microestrutura da liga Al 7075 T651 conforme recebida com corte transversal a direção de laminação. Nota-se grãos com contornos definidos com pequenos precipitados arredondados dispersos (pontos escuros) ao longo da matriz de alumínio

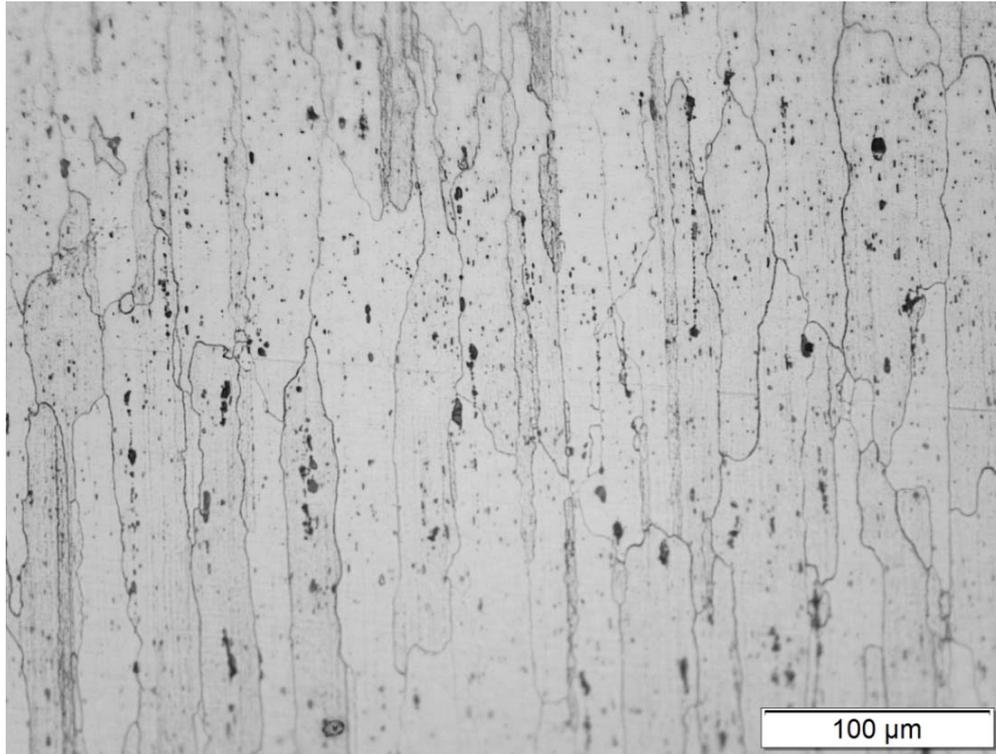


Figura 4.2 Microestrutura da liga Al 7075 T651 conforme recebida com corte longitudinal a direção de laminação. Ataque com reagente de Keller por 10s.

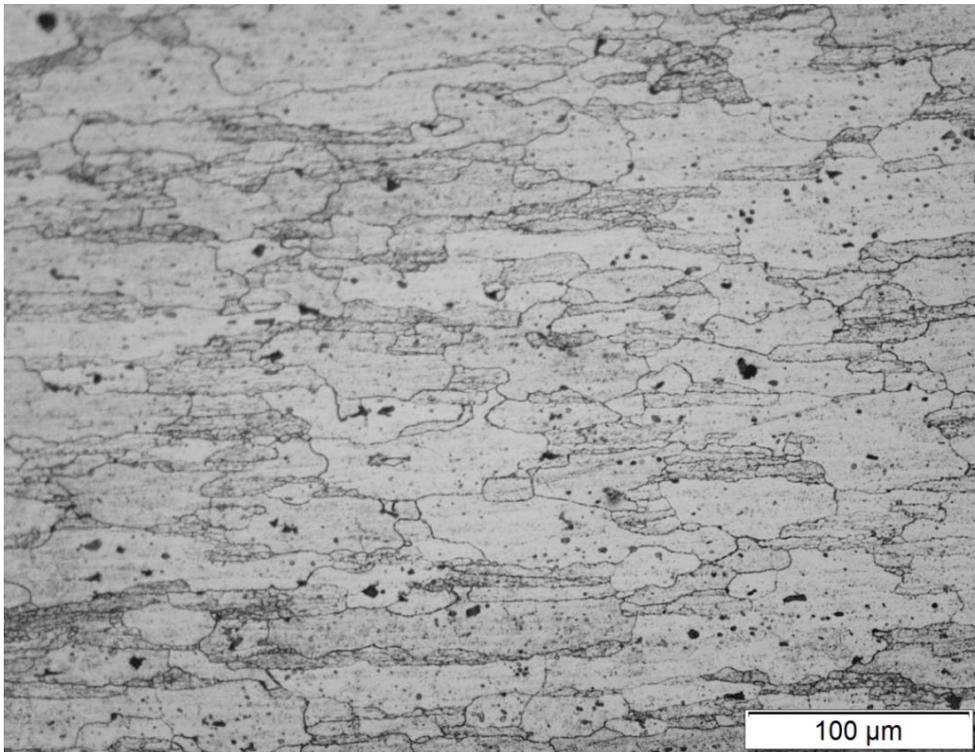


Figura 4.3 Microestrutura da liga Al 7075 T651 conforme recebida com corte transversal a direção de laminação. Ataque com reagente de Keller por 10s

#### 4.1.5 Microscopia eletrônica de varredura da liga Al 7075 T651

A Figura 4.4 apresenta a microestrutura da liga Al 7075 T651 conforme recebida: laminada a quente, solubilizada e envelhecida com corte no sentido longitudinal a direção de laminação. Pode ser observado pontos claros e pontos escuros dispostos no sentido da laminação.

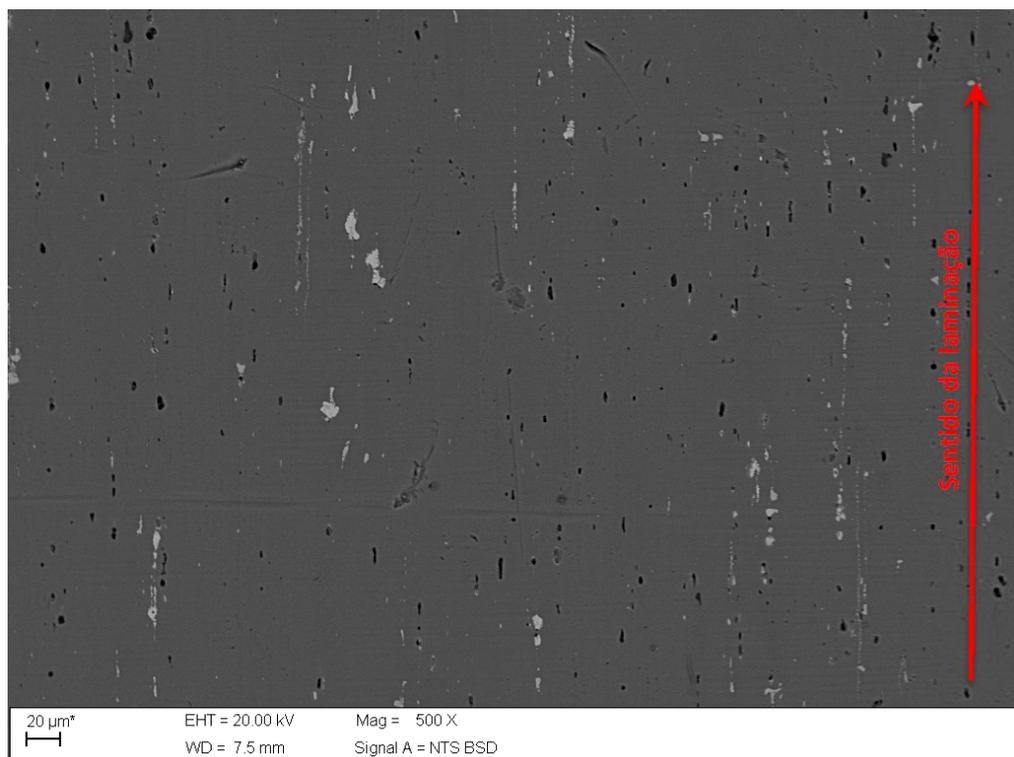
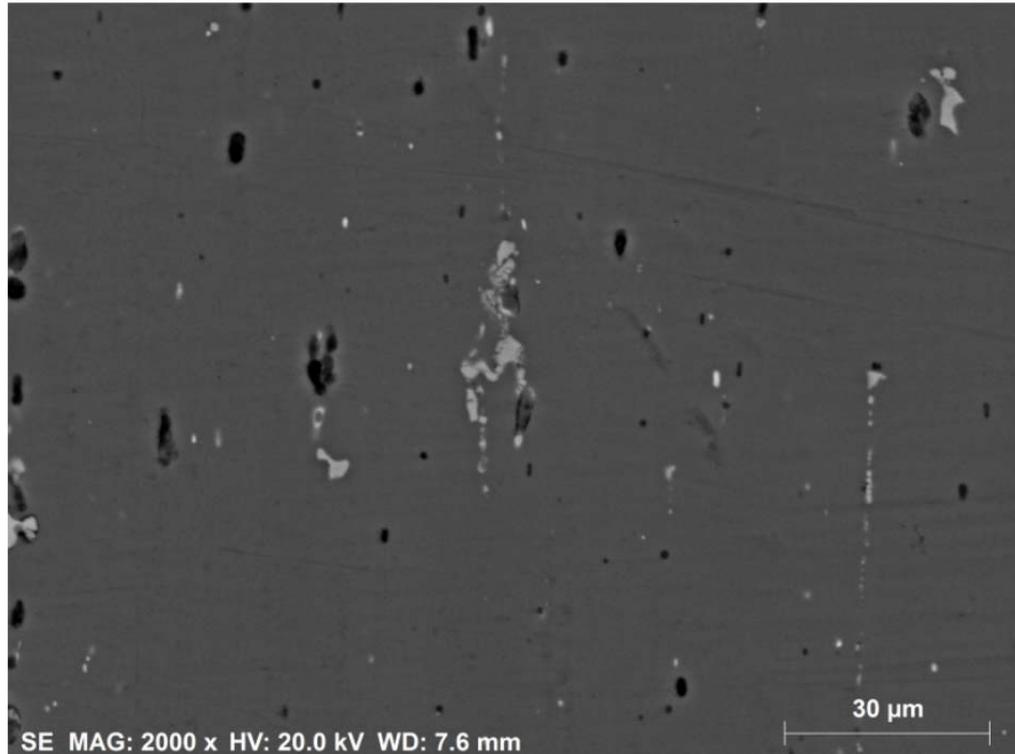
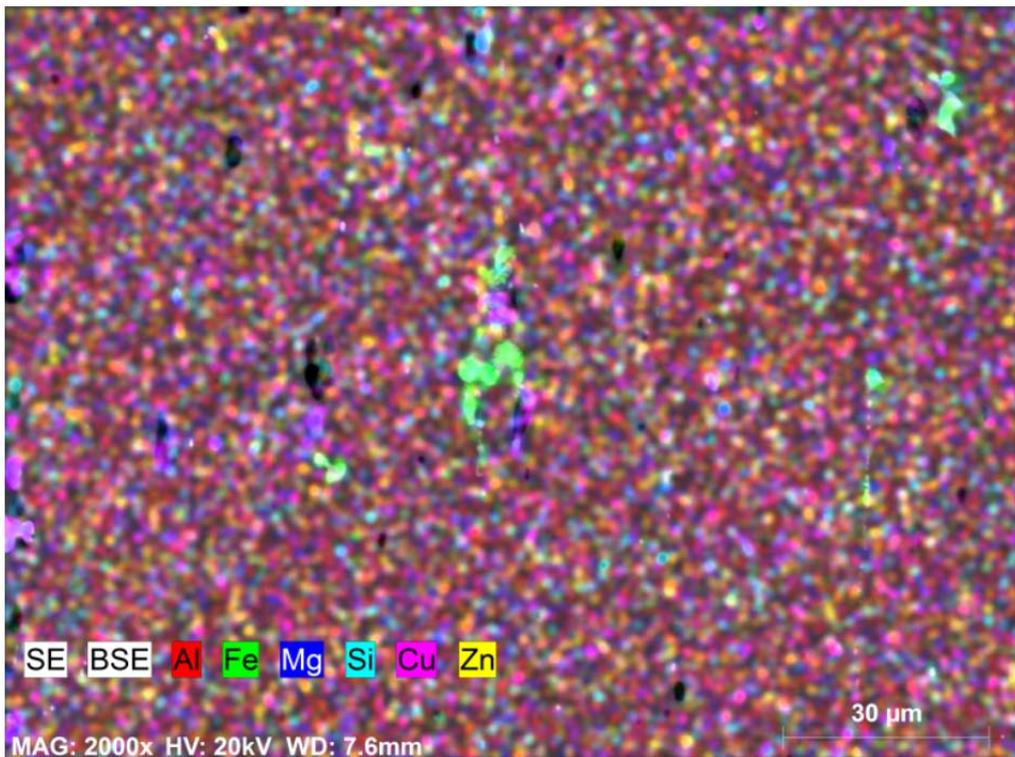


Figura 4.4 Microestrutura da liga Al 7075 T651 conforme recebida com corte longitudinal a direção de laminação. Sem ataque.

A Figura 4.5 até a Figura 4.8 apresentam a microestrutura da liga Al 7075 T651 conforme recebida com corte longitudinal a direção de laminação. A Figura 4.5 (a) apresenta a microestrutura liga Al 7075 T651 conforme recebida e a Figura 4.5 (b) o mapeamento, realizado pela técnica de espectrometria de energia dispersiva (EDS), dos principais elementos de liga, onde observa-se com mais detalhes os pontos claros e escuros. Os resultados do mapeamento indicam que os pontos claros são fases ricas em ferro (cor verde). Por outro lado, os pontos escuros são depressões geradas pelo arrancamento de precipitados, possivelmente pelo processo de polimento.



(a)



(b)

Figura 4.5 (a) Microestrutura da liga Al 7075 T651 conforme recebida com corte longitudinal a direção de laminação. Sem ataque. (b) Mapeamento dos principais elementos de liga (zinco, magnésio, cobre, silício e ferro)..

A Figura 4.6 apresenta o mapeamento dos principais elementos de liga: zinco, magnésio, cobre, silício e ferro isolados. Nota-se que os elementos: zinco, magnésio e silício estão distribuídos de maneira homogênea. Por outro lado os elementos cobre e principalmente o ferro se encontram aglomerados.

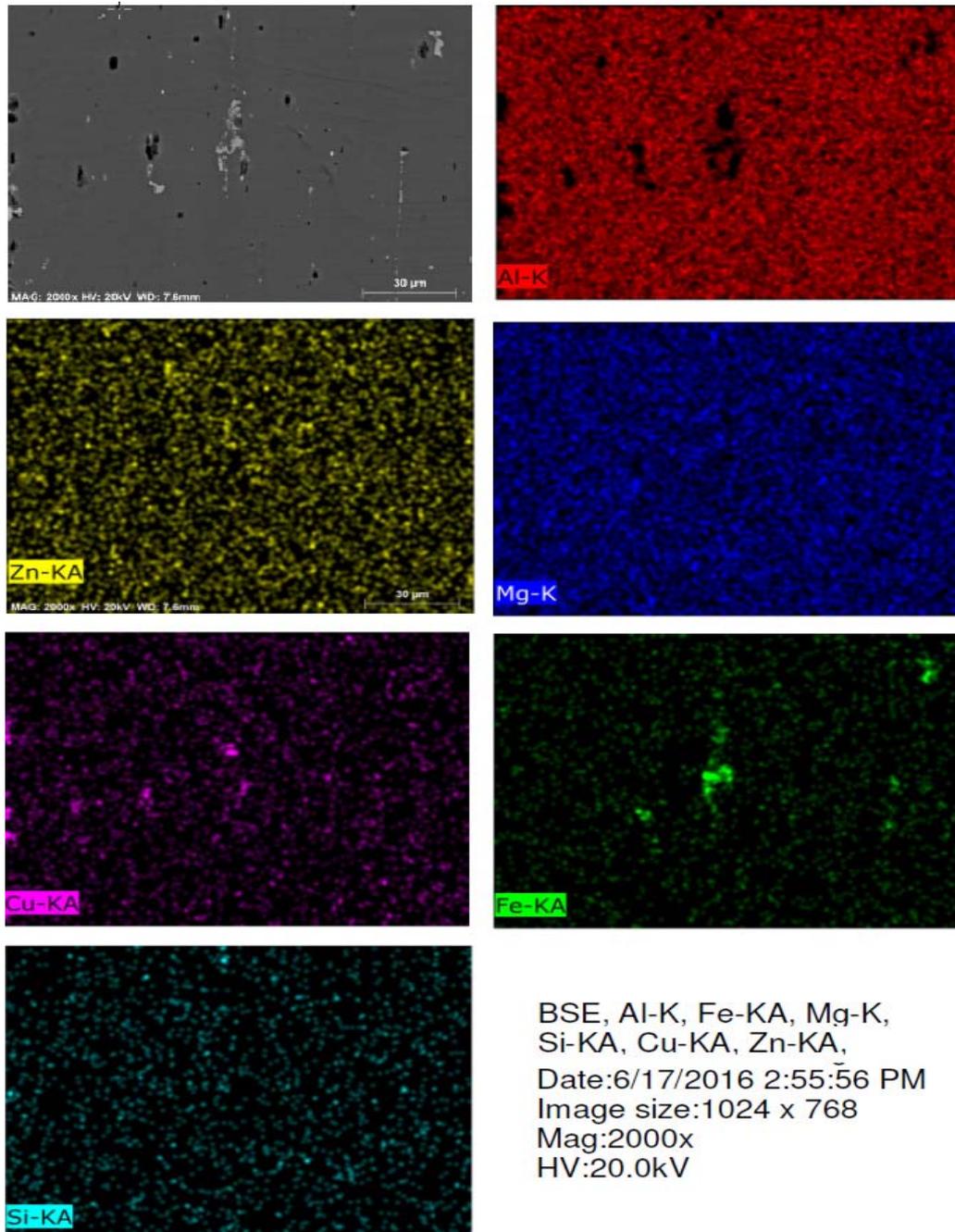


Figura 4.6 Mapeamento dos principais elementos da liga 7075 T651 (zinco, magnésio, cobre, silício e ferro) isolados

As fases presentes na amostra conforme recebida foram identificadas através de análise por MEV com auxílio de microanálise por EDS e estão apresentadas na Figura 4.7. A Tabela 4.3 apresenta a análise química, obtida por EDS, das fases identificadas.

Tabela 4.3 Análise química das fases identificadas na amostra da liga Al 7075 T651 conforme recebida.

| <b>Elemento</b> | <b>Ponto 1<br/>% em peso</b> | <b>Ponto 2<br/>% em peso</b> | <b>Ponto 3<br/>% em peso.</b> | <b>Ponto 4<br/>% em peso.</b> |
|-----------------|------------------------------|------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| Alumínio        | 88,64                        | 70,56                        | 67,89                         | 62,45                         |
| Zinco           | 6,77                         | 3,78                         | -                             | 2,46                          |
| Manganês        | 3,08                         | 1,92                         | 1,79                          | 1,48                          |
| Cobre           | 1,50                         | 6,29                         | 7,14                          | 7,90                          |
| Ferro           | -                            | 17,44                        | 23,18                         | 25,70                         |
| Silício         | -                            | -                            | -                             | -                             |

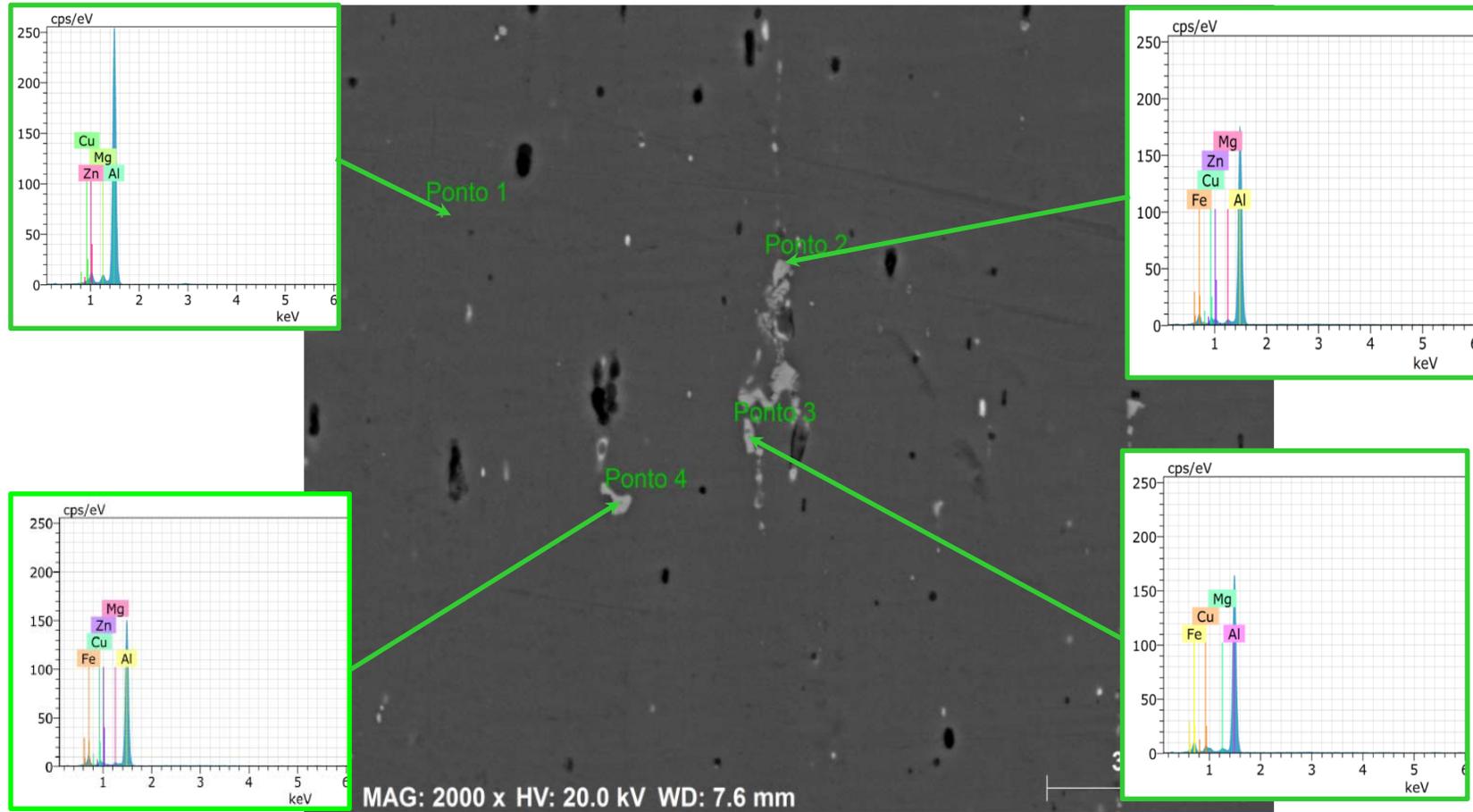


Figura 4.7 Microestrutura da liga Al 7075 T651 conforme recebida com corte longitudinal a direção de laminação indicando as fases e espectros de EDS

A seta amarela mostrada na Figura 4.8 indica a região varrida para análise qualitativa via EDS (line-scan) da distribuição dos principais elementos de liga da liga Al 7075 T651 conforme recebida. O perfil de distribuição dos principais elementos de liga obtido está apresentado Figura 4.9.

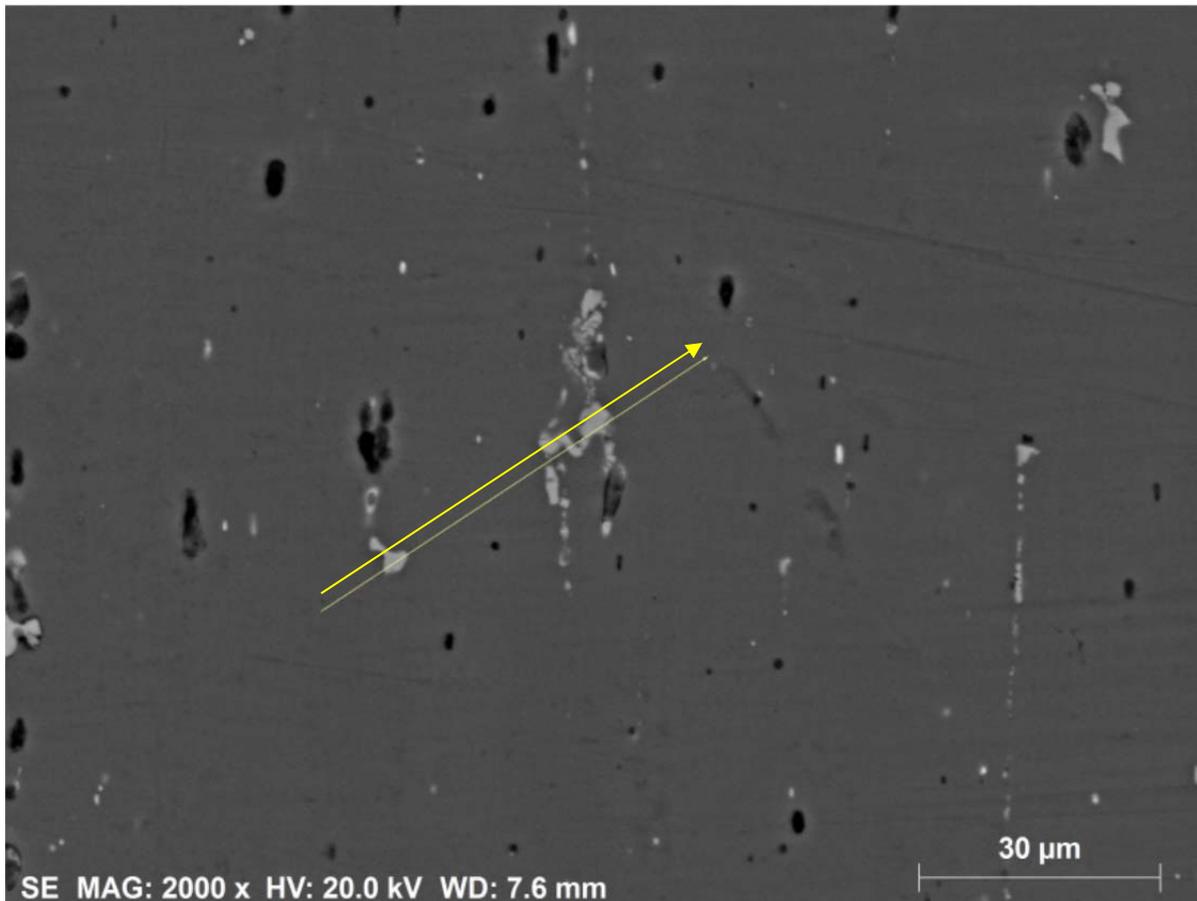


Figura 4.8 Microestrutura da liga Al 7075 T6 51 conforme recebida com corte longitudinal. Em destaque linha de varredura usada para o perfil de distribuição dos principais elementos de liga.

Observa-se na Figura 4.9 que quando a linha de varredura passa pelos precipitados as concentrações do alumínio, do zinco e do magnésio diminuem. Já as concentrações do cobre e, principalmente do ferro aumentam. Indicando que o zinco e o magnésio estavam bem dissolvidos na matriz e o cobre e o ferro não, confirmando as informações da Figura 4.6.

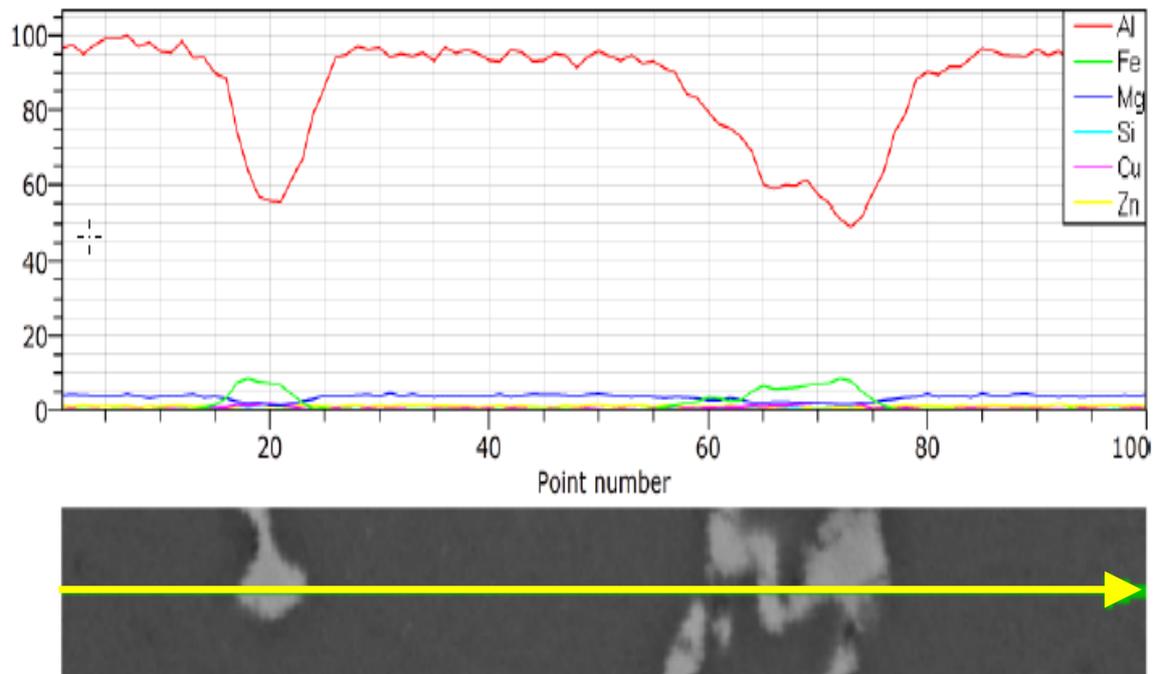


Figura 4.9 (a) Perfil de distribuição dos principais elementos da liga Al 7075 T651 conforme recebida. (b) Ampliação da linha do varredura

#### 4.1.6 Dureza da liga Al 7075 T6 51

A liga Al 7075 conforme recebida foi seccionada no sentido longitudinal da laminação e no transversal da laminação. As medidas de dureza foram feitas no sentido transversal da laminação, conforme indicado na Figura 4.10.

Analisando os resultados do ensaio de dureza Brinell ao longo da amostra, apresentados na Tabela 4.4 e na Figura 4.11, nota-se que o desvio padrão das medidas se encontra entre 3% e 5%, demonstrando que amostra apresenta um comportamento homogêneo quanto a dureza.

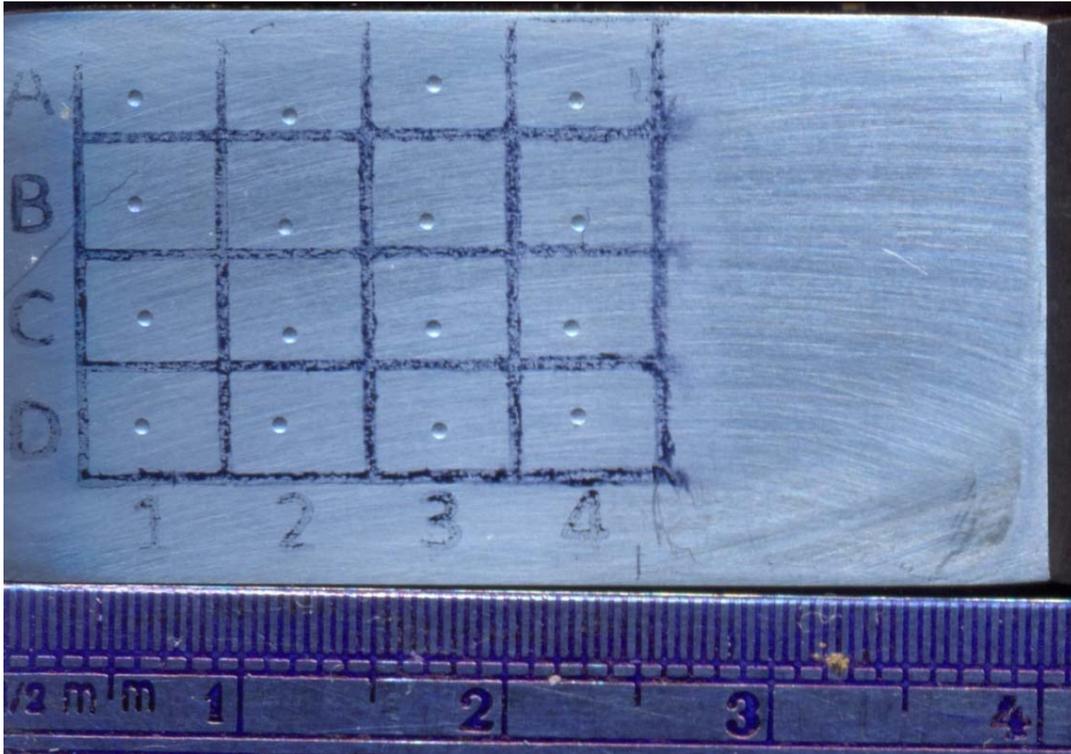


Figura 4.10 Amostra da liga Al 7075 T651 indicando os pontos onde foram feitas as medidas de dureza.

Tabela 4.4 Resultados do ensaio de dureza Brinell da liga Al 7075 T6 51 conforme recebida.

| Tamanho do grão ( $\lambda m$ ) |             | Dureza Brinell (HB) |     |     |     |     |        |             |
|---------------------------------|-------------|---------------------|-----|-----|-----|-----|--------|-------------|
| Media                           | %<br>Desvio | Posição             | 1   | 2   | 3   | 4   | Média  | %<br>Desvio |
| 64±5                            | 8%          | A                   | 159 | 164 | 150 | 151 | 156 ±7 | 4%          |
|                                 |             | B                   | 159 | 165 | 160 | 169 | 163±5  | 3%          |
|                                 |             | C                   | 166 | 175 | 166 | 175 | 171±5  | 2%          |
|                                 |             | D                   | 162 | 155 | 157 | 166 | 160±5  | 3%          |

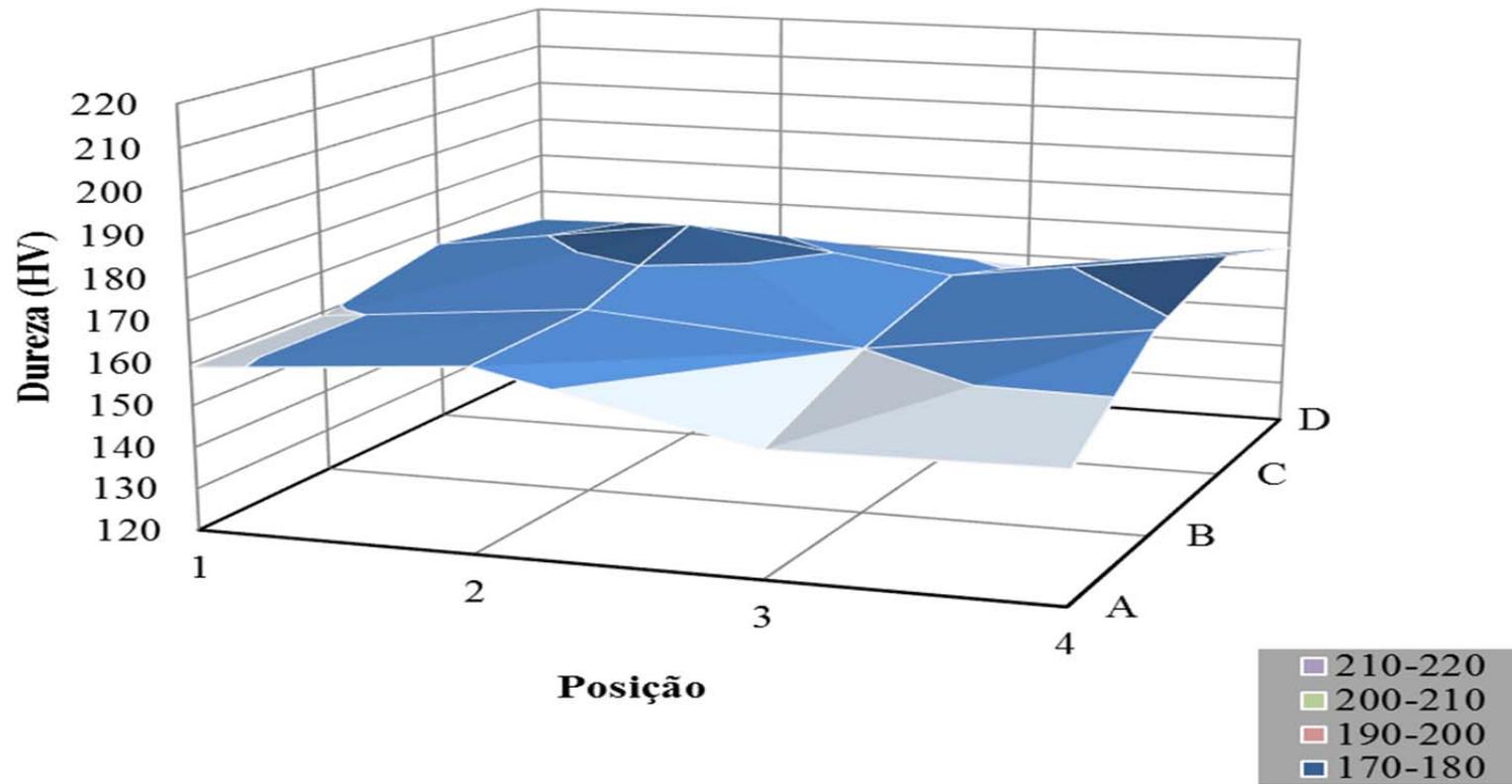


Figura 4.11 Variação da dureza Brinell (HB) em função da posição na amostra da liga Al 7075 T6 51 conforme recebida.

#### 4.1.7 Resultados do ensaio de microdureza Vickers (HV) da liga Al 7075 T651

A liga Al 7075 T651 conforme recebida foi seccionada no sentido longitudinal da laminação e no transversal da laminação. As medidas de microdureza foram feitas no sentido transversal da laminação usando o mesmo esquema indicado na Figura 4.10.

Analisando os resultados do ensaio de microdureza Vickers ao longo da amostra, apresentados na Tabela 4.5 e na Figura 4.12, nota-se que o desvio padrão das medidas se encontra entre 1% e 5%, demonstrando que amostra apresenta um comportamento homogêneo quanto à microdureza.

Tabela 4.5 Microdureza da liga Al 7075 T651 conforme recebida

| Tamanho do grão ( $\lambda\text{m}$ ) |          | Microdureza Vickers (HV) |       |       |       |       |            |          |
|---------------------------------------|----------|--------------------------|-------|-------|-------|-------|------------|----------|
| Media                                 | % Desvio | Posição                  | 1     | 2     | 3     | 4     | Média      | % Desvio |
| 64±5                                  | 8%       | A                        | 180,9 | 183,4 | 166,4 | 161,4 | 173,0 ±9,3 | 5%       |
|                                       |          | B                        | 177,4 | 174,0 | 168,4 | 179,2 | 174,8±4,1  | 2%       |
|                                       |          | C                        | 182,7 | 175,7 | 181,4 | 176,4 | 179,1±3,0  | 1%       |
|                                       |          | D                        | 180,5 | 178,4 | 175,6 | 172,3 | 176,7±3,1  | 1%       |

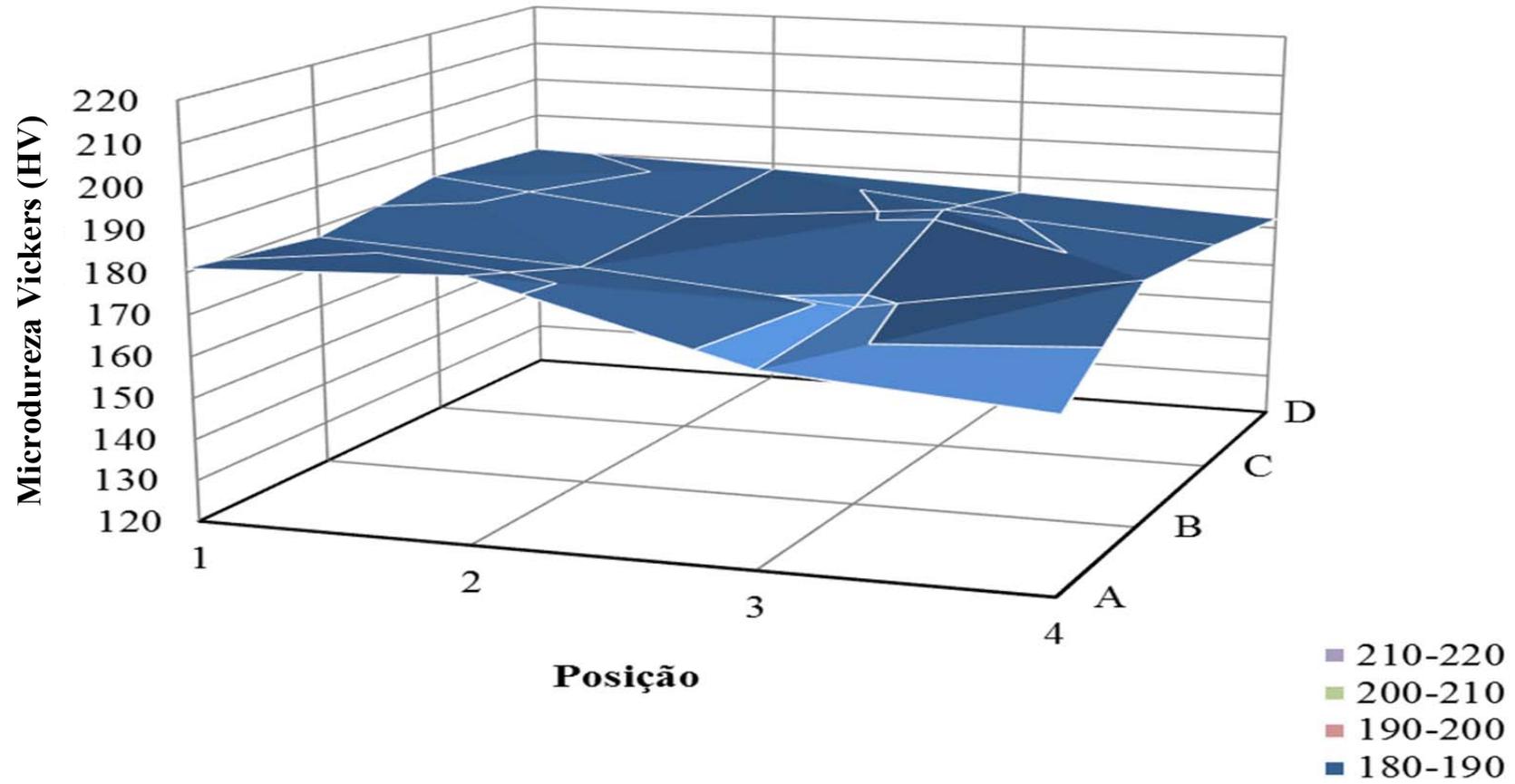


Figura 4.12 Variação da microdureza Vickers (HV) em função da posição na amostra da liga Al 7075 T651 conforme recebida.

## 4.2 Condição: Bruta de solidificação

Visando determinar às propriedades no estado bruto de solidificação a liga Al 7075 T651 foi refundida, conforme descrito no capítulo 3. O propósito é avaliar a influência da taxa de resfriamento durante a solidificação, que reflete no tamanho de grão, e posteriormente, nas propriedades mecânicas e elétricas. Para tanto, foi utilizada a solidificação direcional que propicia a variação da taxa de resfriamento dentro de uma mesma amostra.

### 4.2.1 Microscopia óptica da liga Al 7075 bruta de solidificação

A Figura 4.13 e a Figura 4.14 apresentaram a microestrutura da liga Al 7075 refundida, com corte no sentido longitudinal e corte no sentido transversal a direção de extração de calor, respectivamente. Nota-se uma matriz de alumínio com contornos de grãos bem definidos de fase eutética (lamelas). Nos contornos de grãos são observadas microporosidades típicas de estrutura obtida por solidificação. Também pode-se observar o “*coring*”, isto é, o centro dos grãos, composto de uma fase primária rica em alumínio (parte clara), e a medida que se aproxima dos contornos ocorre um sombreamento indicando enriquecimento de soluto (parte cinza)

Comparando a Figura 4.13 com a Figura 4.14, observa-se grãos equiaxiais nos dois sentidos. Pois apesar da extração de calor ter sido direcional, a microestrutura não apresenta diferenças marcantes entre os cortes longitudinal e transversal. Portanto, doravante serão analisadas amostras no sentido transversal, para ficar condizente com as amostras de laminação.

A Figura 4.15 apresenta um conjunto de micrografias típicas da liga Al 7075 brutas de solidificação. Nota-se que algumas têm formato globular (a, b, e) e outras de rosetas (c, d, f). Foram observados poucos precipitados arredondados no interior dos grãos (a). Nota-se também, poros em grande parte das amostras, como o apresentado na Figura 4.15(c).

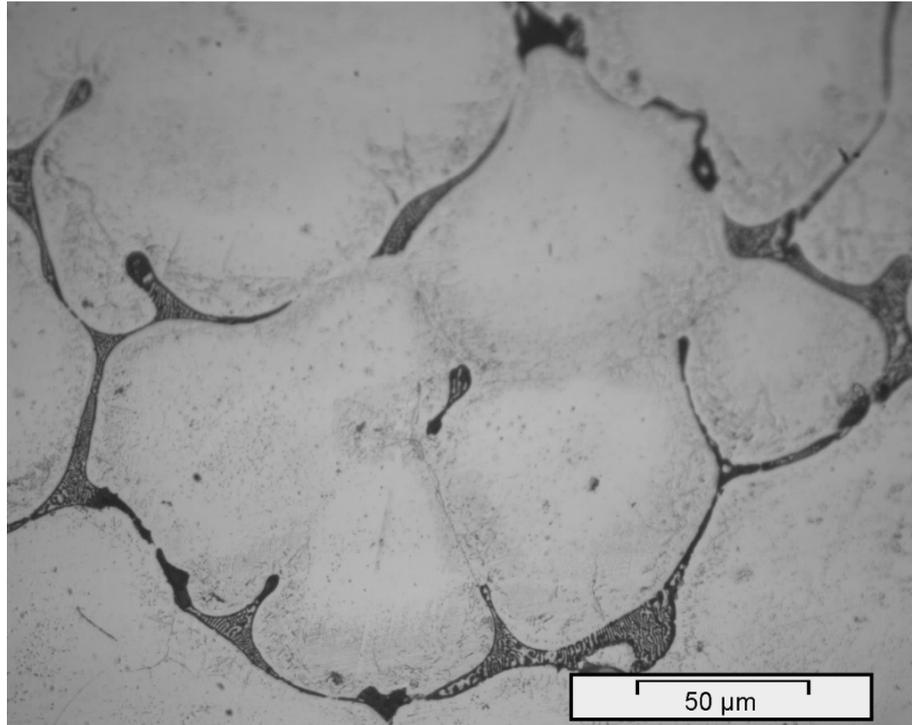


Figura 4.13 Microestrutura da liga Al 7075 bruta de solidificação com corte longitudinal a direção de extração de calor. Ataque com reagente de Keller por 3 s.

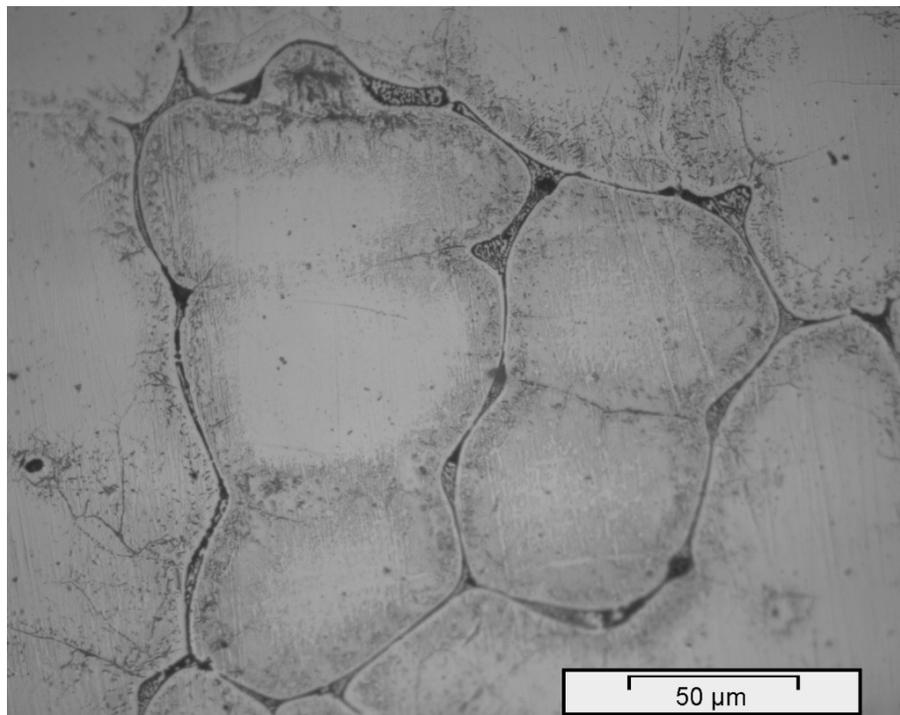


Figura 4.14 Microestrutura da liga Al 7075 bruta de solidificação com corte transversal a direção de extração de calor. Ataque com reagente de Keller por 3 s.

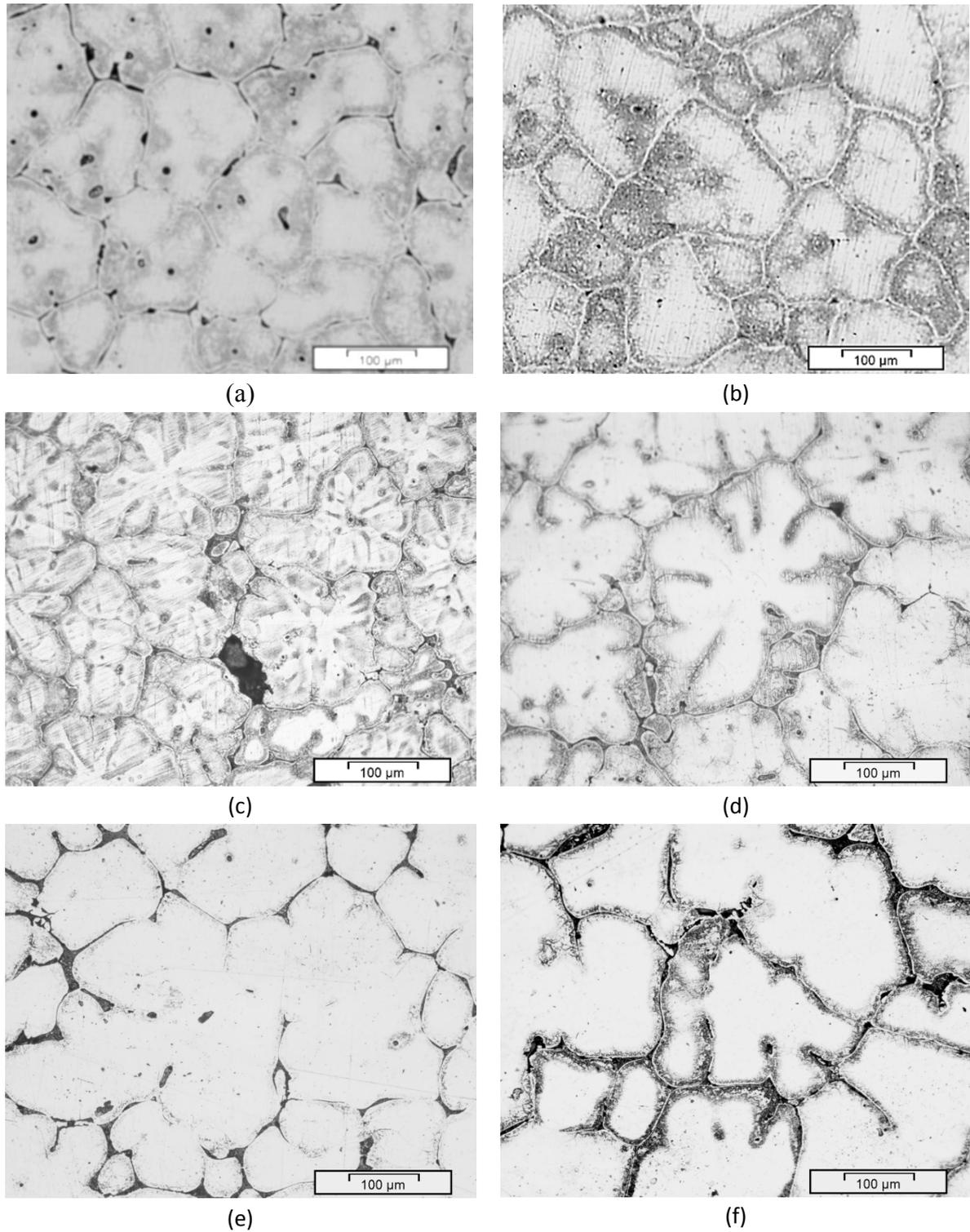


Figura 4.15 Microestruturas típicas da liga Al 7075 brutas de solidificação. (a):2,74 K/s. (b): 1,92K/s. (c):1,84K/s. (d)1,39K/s. (e):0,91K/s. (f): 0,62 K/s Ataque Keller 2-3 segundos.

A Tabela 4.6 apresenta os resultados de tamanho de grão determinados de acordo com a norma ASTM E112 e apresenta os tamanhos dos espaçamentos interdendríticos primários, determinados pelo método do triângulo, conforme descrito no capítulo 3.

Tabela 4.6 Resultados de tamanho de grão e espaçamento interdendrítico primário da liga Al 7075 bruta de solidificação.

| Taxa resfriamento | Método ASTM                    |                                       | Método do triângulo                        |            |
|-------------------|--------------------------------|---------------------------------------|--|------------|
| (°K/s)            | Número do tamanho de grão ASTM | Medida do diâmetro médio do grão (μm) | Medida do espaçamento Interdendrítico (μm) | Desvio (%) |
| 2,7               | 2,5                            | 151                                   | 131 ±15                                    | + 11%      |
| 1,9               | 2,0                            | 179                                   | 164 ±21                                    | + 13%      |
| 1,8               | 2,0                            | 179                                   | 168±18                                     | + 10%      |
| 1,4               | 1,5                            | 213                                   | 196±25                                     | + 12%      |
| 0,9               | 1,0                            | 254                                   | 247±27                                     | + 11%      |
| 0,6               | 0,5                            | 302                                   | 305±37                                     | + 12%      |

A partir dos espaçamentos interdendríticos pode ser obtida a taxa de resfriamento ou taxa de solidificação usando a equação ( 4.1).

$$\lambda_1 = 235\dot{T}^{-0,55} \quad (4.1)$$

A Figura 4.16 apresenta a relação do espaçamento interdendrítico primário e a taxa de resfriamento calculada através da relação apresenta do espaçamento interdendrítico primário e a taxa de resfriamento calculada através da Figura 4.17 podem-se notar que os valores da taxa de Resfriamento e espaçamento interdendrítico primário está dentro dos limites para um molde de fundição tipo coquilla, como mostrado na Figura 4.17 circulado em vermelho.

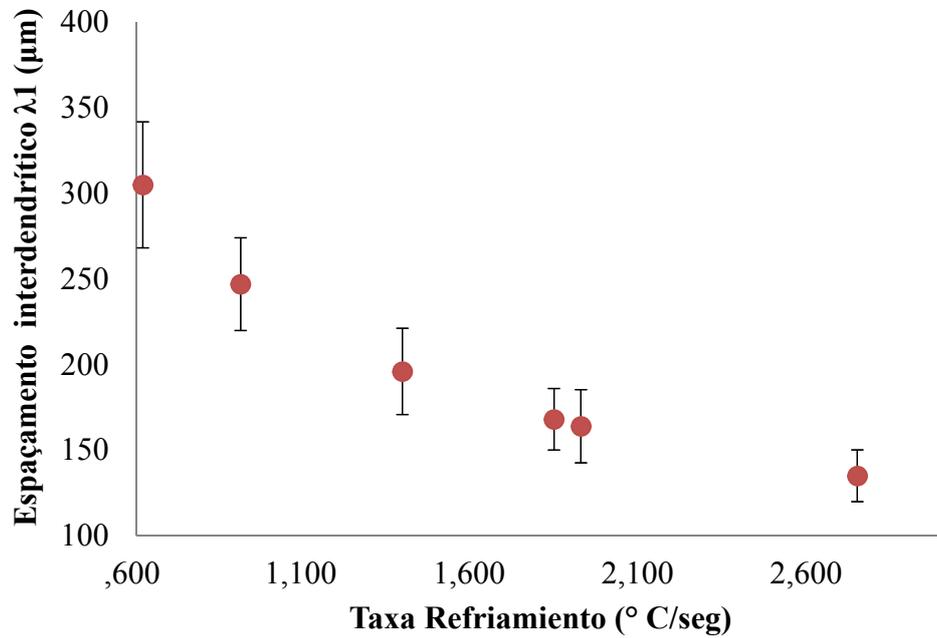


Figura 4.16 Espaçamento interdendrítico em função da taxa de resfriamento calculada.

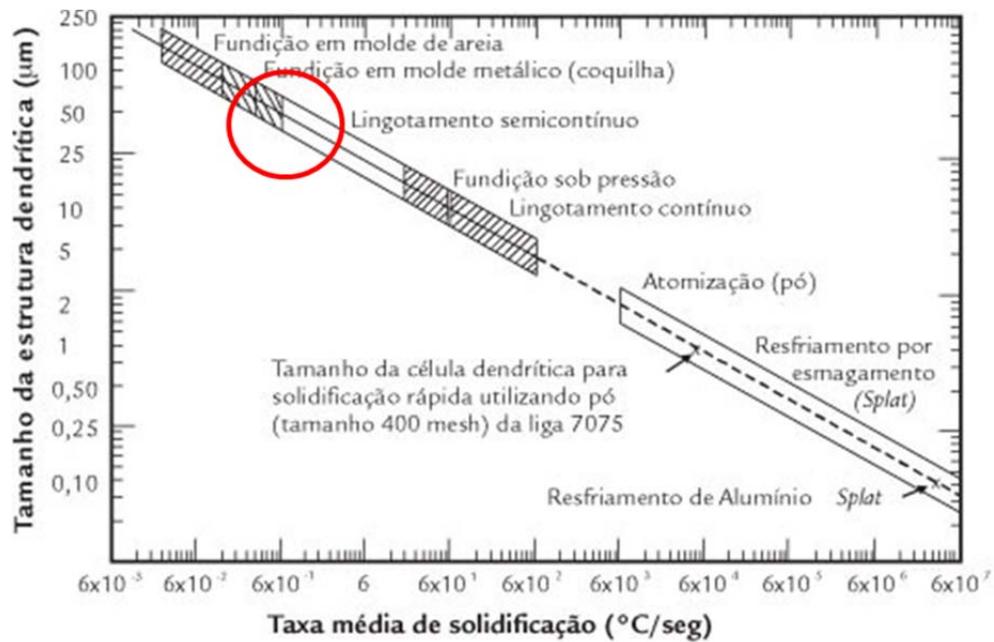


Figura 4.17 Relação entre o tamanho da estrutura dendrítica e a taxa de solidificação para ligas de ligas de alumínio (Spear & Gardner, 1963). Em destaque a região de trabalho.

## 4.2.2 Microscopia eletrônica de varredura da liga Al 7075 bruta de solidificação

A Figura 4.18 e a Figura 4.19 apresentam a microestrutura da liga Al 7075 refundida e solidificada direccionalmente em corte no sentido longitudinal e transversal a direção de extração de calor, respectivamente. O contraste da Figura 4.13 e da confirma que se trata de uma matriz de alumínio com contornos de grãos bem definidos de fase eutética (lamelas) e regiões acinzentadas. Nota-se também precipitados arredondados, possivelmente dos elementos de liga (zinco, magnésio, cobre, silício e ferro) distribuídos na matriz.

Comparando-se comparo a Figura 4.13 e a Figura 4.14, nota-se grãos são equiaxiais nos dois sentidos. Portanto, doravante serão analisadas amostras unicamente no sentido transversal.

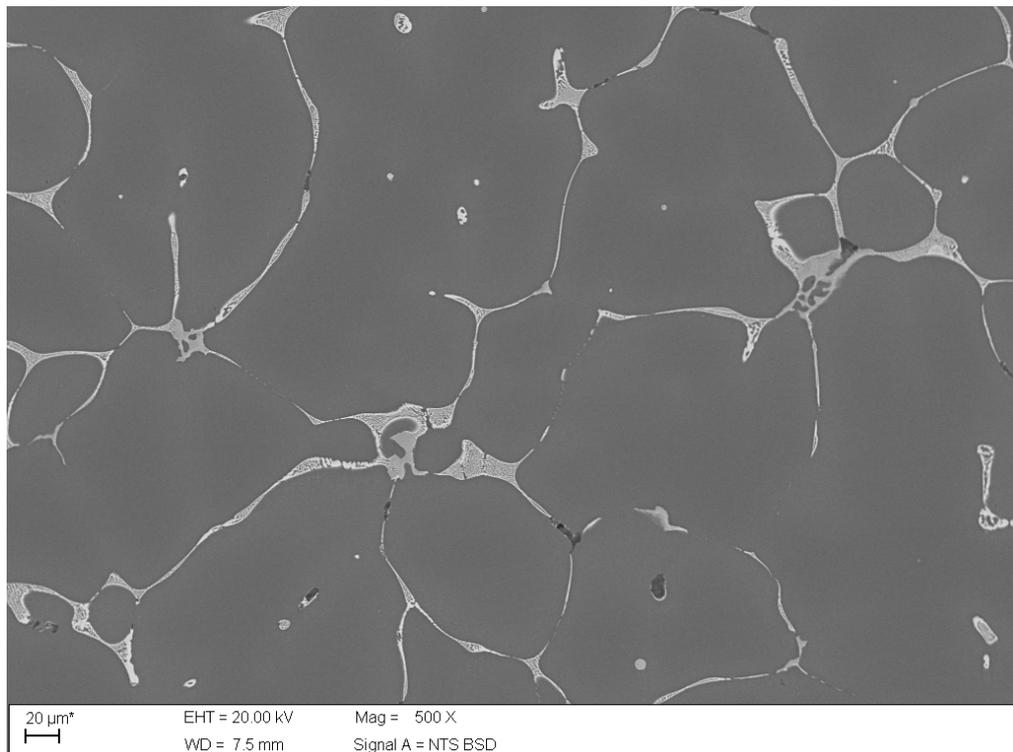


Figura 4.18 Microestrutura da liga Al 7075 bruta de solidificação com corte longitudinal a direção de extração de calor. Sem ataque.

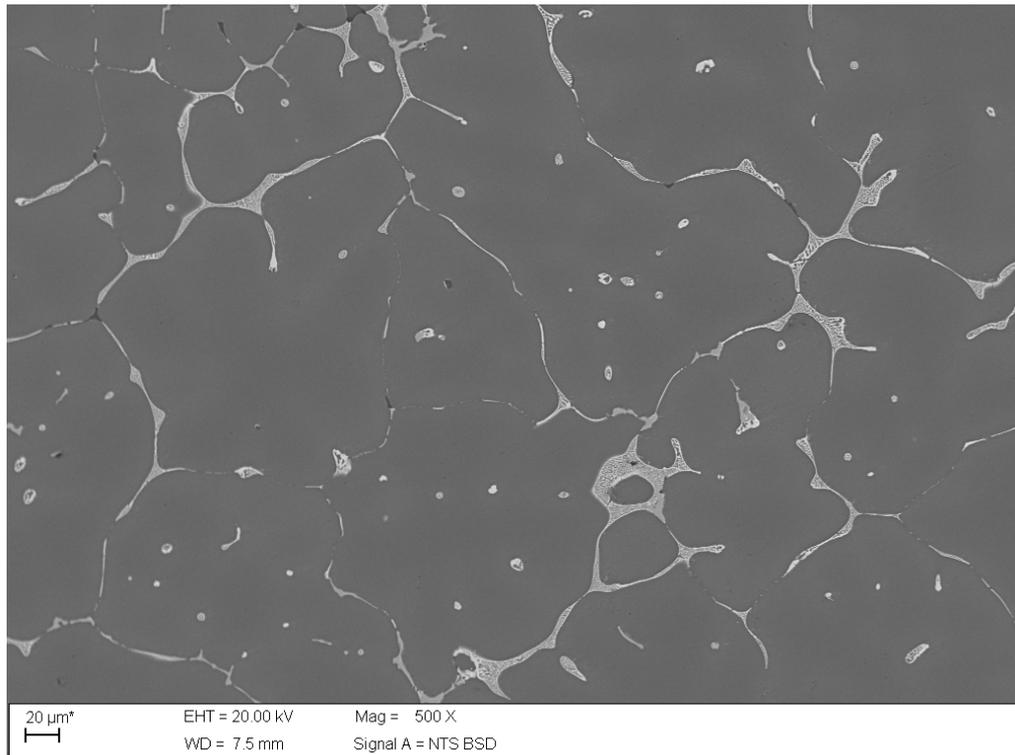


Figura 4.19 Microestrutura da liga Al 7075 bruta de solidificação com corte transversal a direção de extração de calor. Sem ataque.

As Figura 4.21 (a) e Figura 4.21 (b) apresentam a microestrutura e a distribuição dos elementos Al, Zn, Cu, Mg, Fe e Si na estrutura bruta de solidificação da amostra refundida. Pode ser observado que a região eutética (região lamelar) é rica em zinco, cobre e magnésio. Também pode ser observado que a região cinza claro é rica em ferro e a região cinza escuro é rica em magnésio.

A Figura 4.23 apresenta a microestrutura liga Al 7075 no mapeamento, realizado pela técnica de espectrometria de energia dispersiva (EDS), dos principais elementos de liga zinco, magnésio, cobre, ferro e silício. Onde se verifica que os elementos zinco (azul claro), magnésio (amarelo), cobre (violeta), ferro (azul) e silício (verde), estão nos contornos de grão. As fases presentes na liga Al 7075 bruta de solidificação foram identificadas através de análise por MEV com auxílio de microanálise por EDS e estão apresentadas na Figura 4.21. a Tabela 4.7 **Erro! Fonte de referência não encontrada.** Apresenta a análise química, obtida por EDS, das fases identificadas.

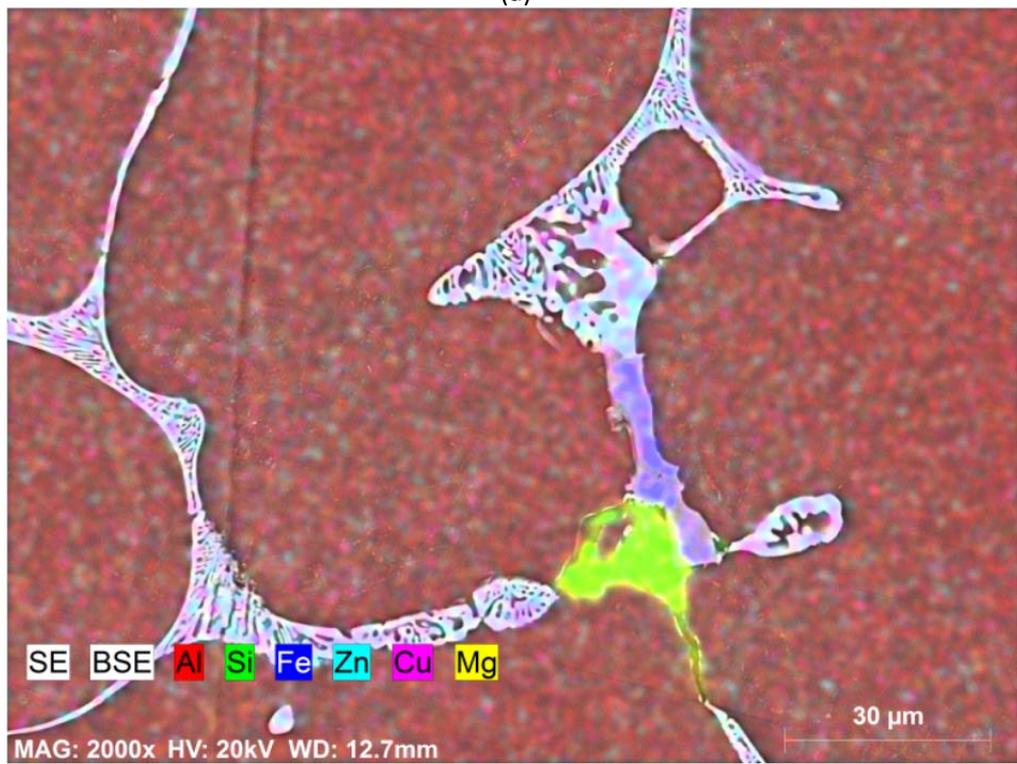
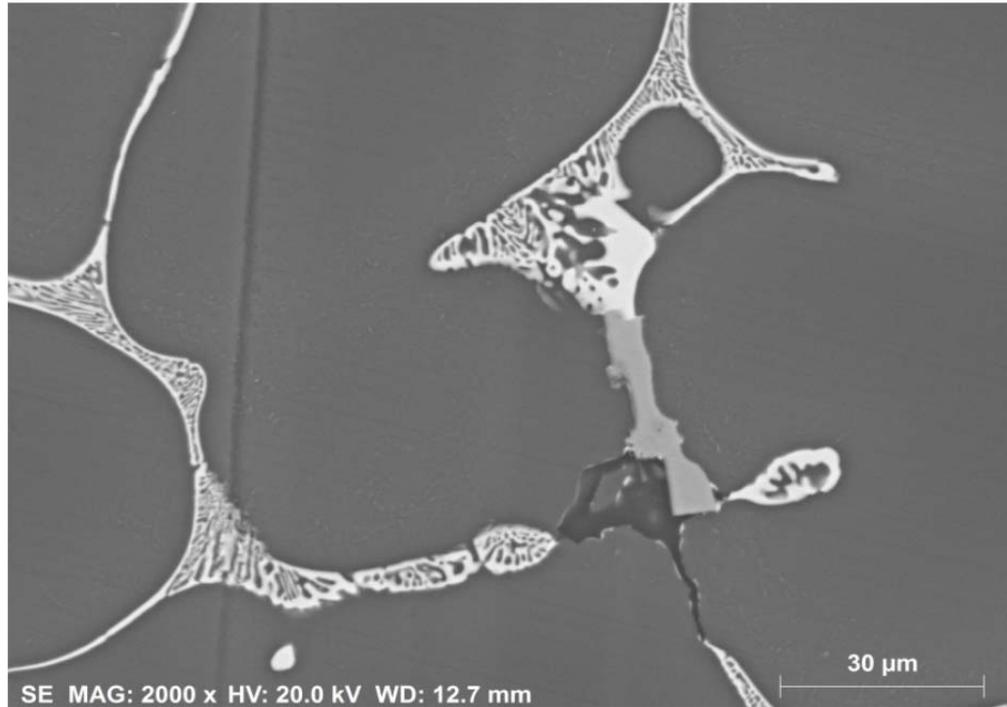


Figura 4.20 (a) Microestrutura da liga Al 7075 bruta de solidificação. Sem ataque. (b) Mapeamento dos principais elementos de liga (zinco, magnésio, cobre, silício e ferro).

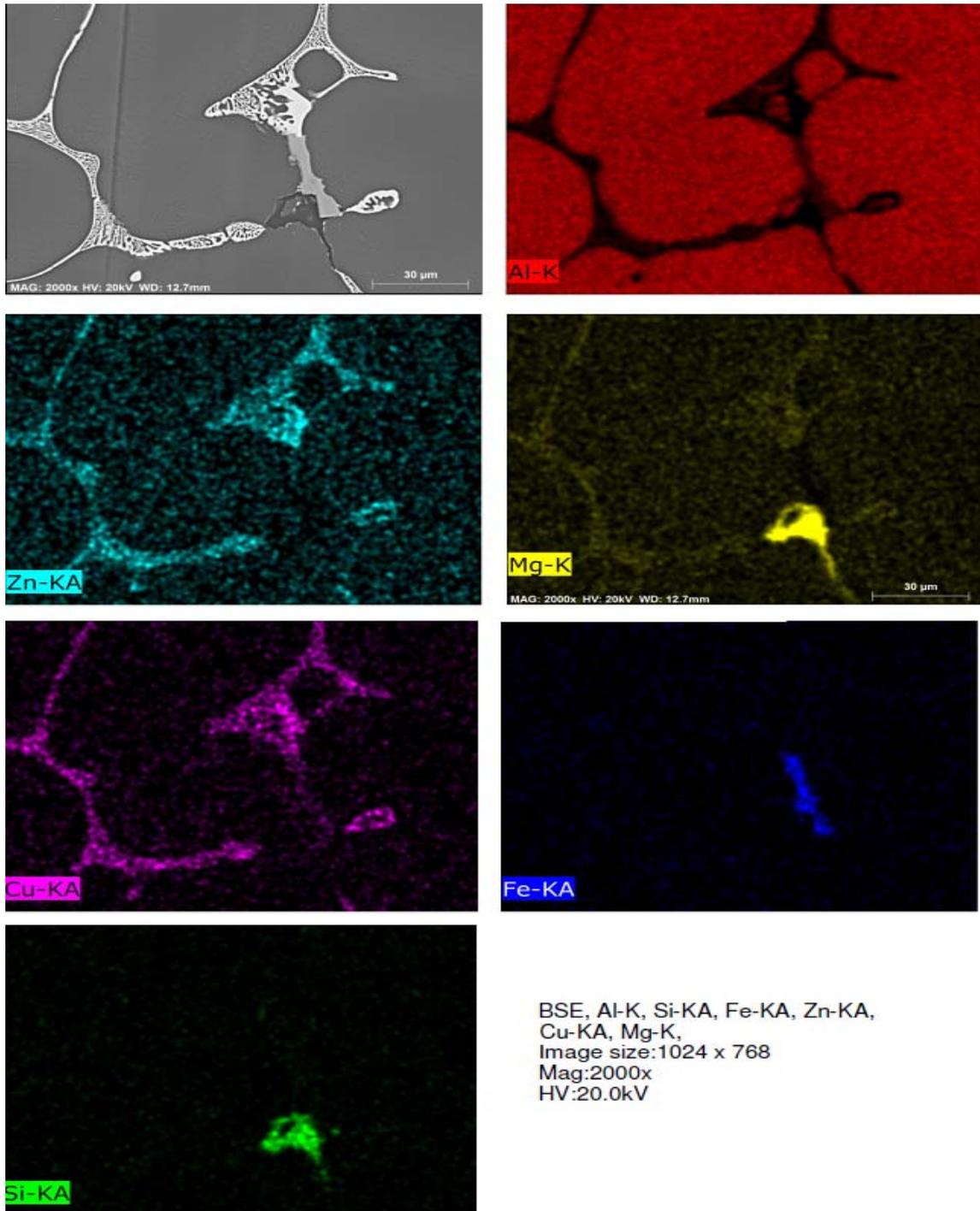


Figura 4.21- Mapeamento dos principais elementos da liga Al 7075 bruta de solidificação (zinco, magnésio, cobre, silício e ferro) isolados.

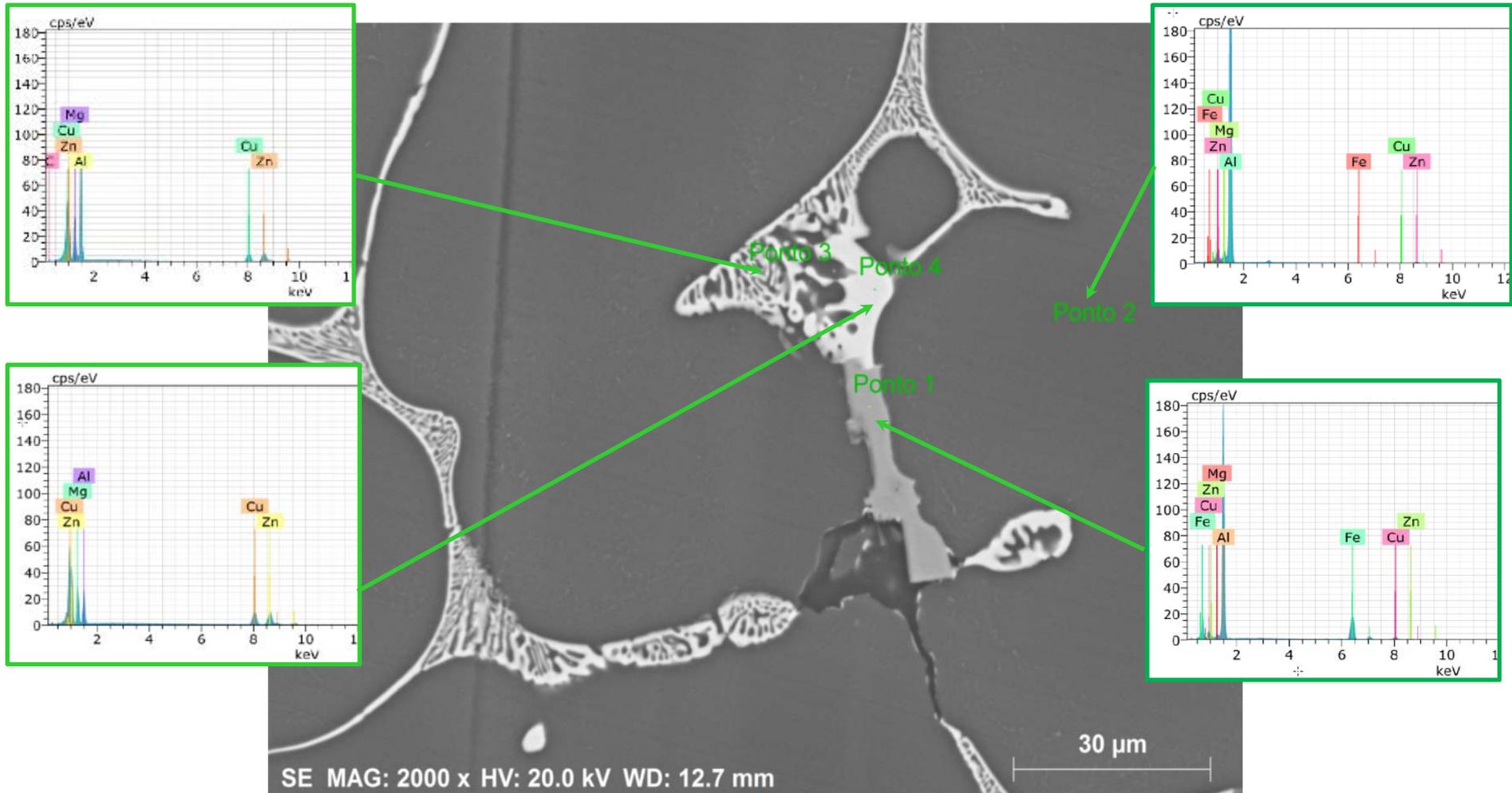


Figura 4.22 Microestrutura da liga Al 7075 bruta de solidificação indicando as fases e espectros de EDS.

Tabela 4.7 Análise química das fases identificadas na amostra da liga Al 7075 bruta de solidificação.

| Elemento | Ponto 1<br>% em peso | Ponto 2<br>% em peso | Ponto 3<br>% em peso | Ponto 4<br>% em peso |
|----------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|
| Alumínio | 61,39                | 92,67                | 37,76                | 16,14                |
| Zinco    | 2,63                 | 4,53                 | 23,62                | 36,02                |
| Manganês | 1,16                 | 2,35                 | 17,03                | 19,24                |
| Cobre    | 6,59                 | 0,41                 | 14,04                | 28,59                |
| Ferro    | 28,23                | 0,04                 | -                    | -                    |
| Silício  | -                    | -                    | -                    | -                    |

A Figura 4.22 apresenta a microestrutura bruta de fusão da liga 7075. Pode ser observado que a microestrutura consiste em dendritas primárias de uma solução sólida rica em alumínio com uma rede interdendrítica formada de fases eutéticas e partículas intermetálicas. O resultado da análise de EDS das fases indicadas na Figura 4.22 estão apresentadas na **Erro! Fonte de referência não encontrada**. Na fase cinza indicada no ponto 1 foram encontrados os elementos Cu e Fe, indicando, de acordo com solidificação e Fu-guan CONG, (2015), se tratar da fase  $Al_7Cu_2Fe$ . No ponto 2 é a matriz de alumínio. No ponto 3 foram encontrados os elementos Al, Zn, Mg e Cu indicando, de acordo com Chandan Mondal, (2005), que essa é a fase S ( $Al_2CuMg$ ) com Zn dissolvido. No ponto 4 também foram encontrados os elementos Al, Zn, Mg e Cu, porém com diferente porcentagem em peso, sugerindo, de acordo com Chandan Mondal, (2005), que esta é a fase T ( $Al_2Mg_3Zn_3$ ) com Cu dissolvido.

A seta verde mostrada na Figura 4.23 indica a região varrida para análise qualitativa via EDS (*line scan*) da distribuição dos principais elementos de liga da liga Al 7075 bruta de solidificação. O perfil de distribuição dos principais elementos de liga obtido está apresentado Figura 4.24.

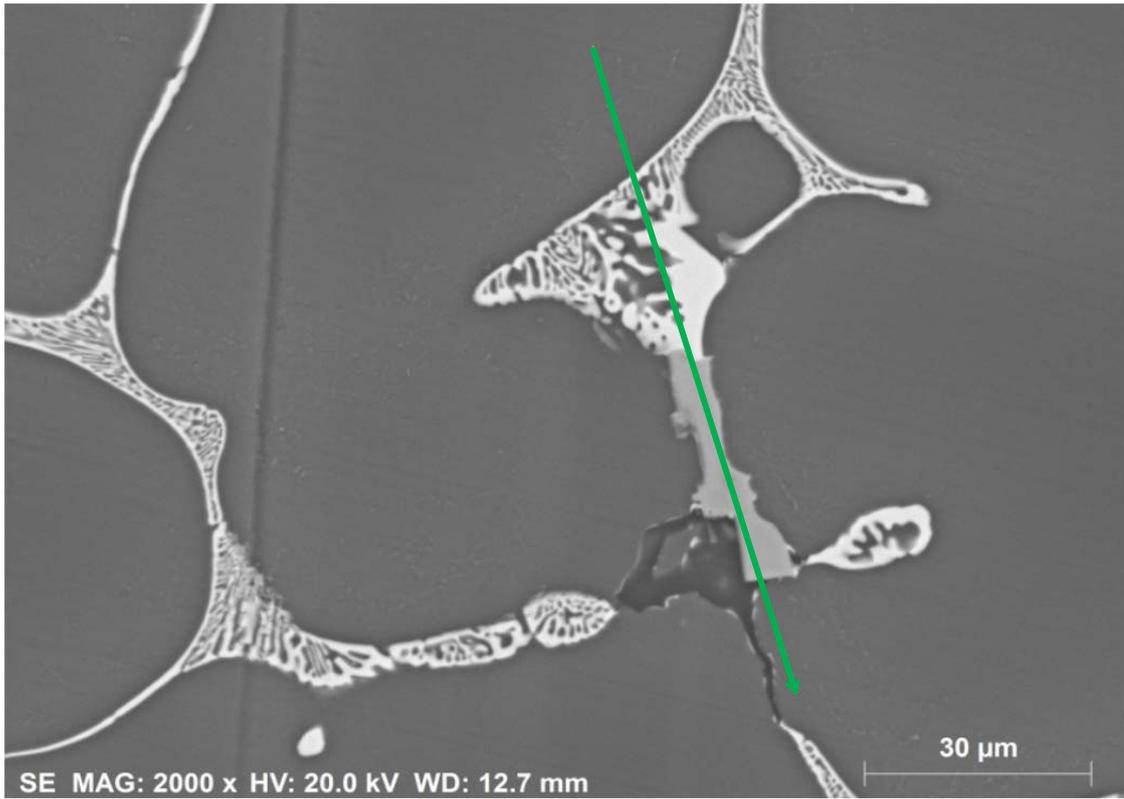


Figura 4.23 Microestrutura da liga Al 7075 bruta de solidificação. Em destaque a linha de varredura usada para o perfil de distribuição dos principais elementos de liga.

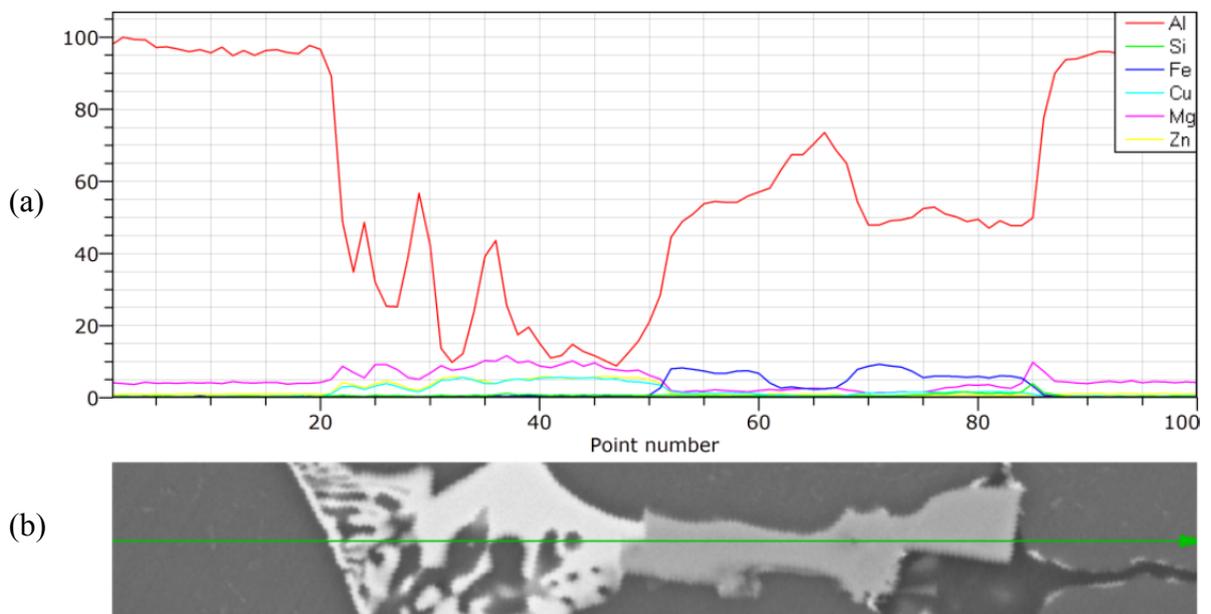


Figura 4.24 (a) Perfil de distribuição dos principais elementos da liga Al 7075 bruta de solidificação. (b) Ampliação da linha do varredura.

### 4.2.3 Fração percentual de precipitados da liga Al7075 bruta de solidificação

A partir das imagens obtidas por MEV foram encontrados vários tipos de precipitados: eutético (lamelar), compactados claros, escuros e acinzentado, conforme já apresentado na Figura 4.23 A quantificação da fração de precipitados é muito relevante, pois será utilizada para avaliar os resultados dos processos posteriores de tratamentos térmicos (solubilização e envelhecimento). Portanto, foi determinada por dois métodos: (a) Norma ASTM 562 -02e (b) fração de área.

#### a) Resultados da fração de precipitados Norma ASTM 562 -02e

A Tabela 4.8 e a Figura 4.25 apresentam os resultados taxa de resfriamento, dos espaçamentos interdendríticos e da fração de precipitados pela norma ASTM 562-2e.

Tabela 4.8 Fração de precipitados da liga Al 7075 bruta de solidificação e espaçamentos interdendríticos e taxa de resfriamento calculada.

| Taxa resfriamento<br>(°K/s) | Espaçamento interdendrítico<br>( $\lambda$ m) |        | Fração de precipitados<br>(ASTM 562 -02e) |        |
|-----------------------------|---|--------|---|--------|
|                             | Media ( $\lambda$ 1) $\mu$ m                  | Desvio | Media                                     | Desvio |
| 2,7                         | 135±15  | 11%    | 8,2±1,11                                  | 13,65% |
| 1,9                         | 164±21  | 13%    | 7,1±1,52                                  | 21%    |
| 1,8                         | 168±18  | 11%    | 7,2±0,91                                  | 13%    |
| 1,4                         | 196±25  | 13%    | 5,6±1,27                                  | 23%    |
| 0,9                         | 247±27  | 11%    | 4,8±0,73                                  | 19%    |
| 0,6                         | 305±36  | 12%    | 3,8±0,44                                  | 11%    |

Na Tabela 4.8 e na Figura 4.25. Nota-se que à medida que o espaçamento interdendrítico aumenta a fração de precipitados diminui, enquanto a desvio aumenta.

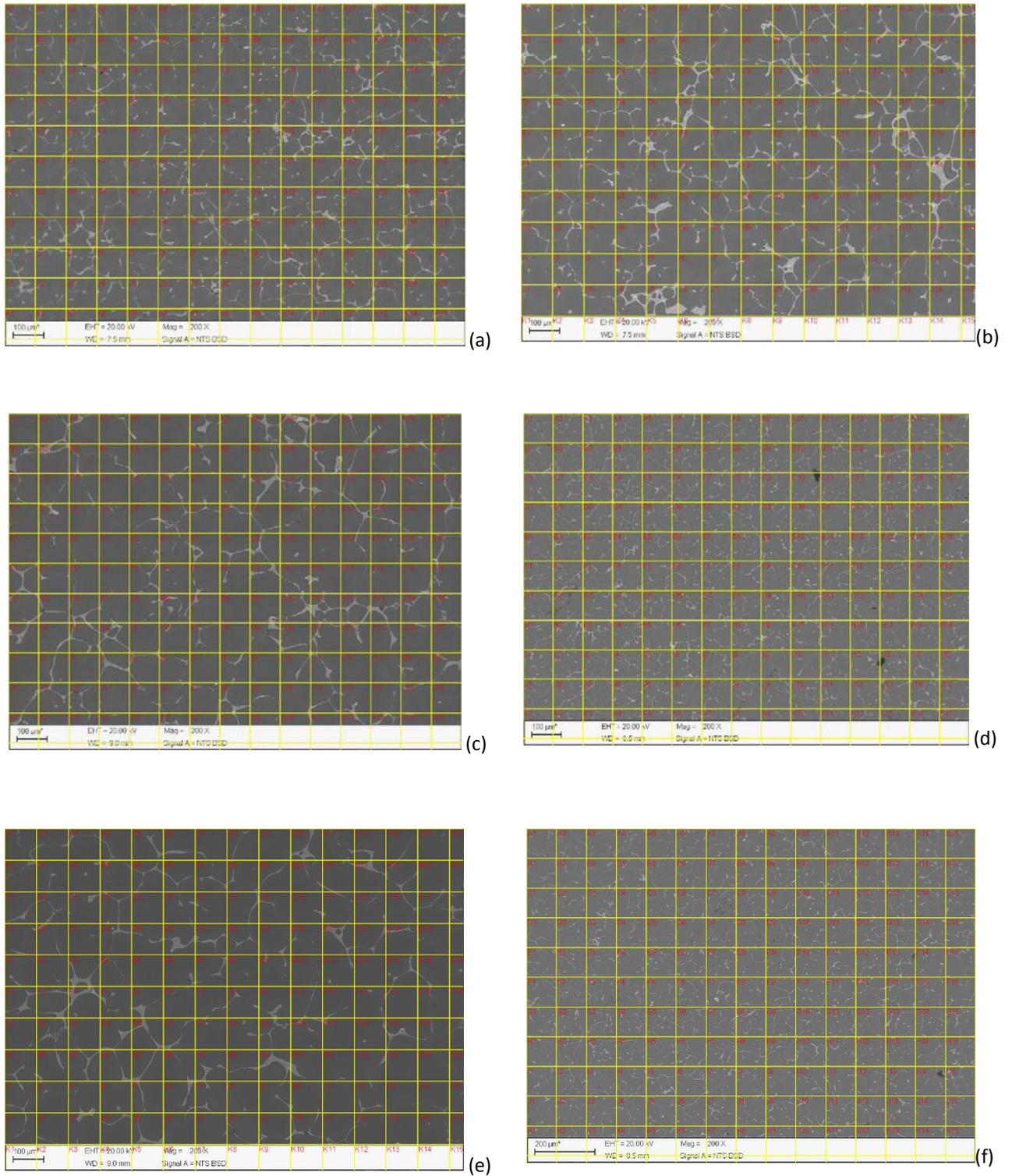


Figura 4.25 Imagens dos percentuais de Fração de precipitados da liga Al 7075 bruta de solidificação para as diferentes s taxas de resfriamento. (a)135  $\mu$ m. (b) 164.  $\mu$ m. (c).168 $\mu$ m. (d).247 $\mu$ m. (e).305 $\mu$ m. Método ASTM 562 - 02e..

b) Resultado da fração de precipitados pela fração de área

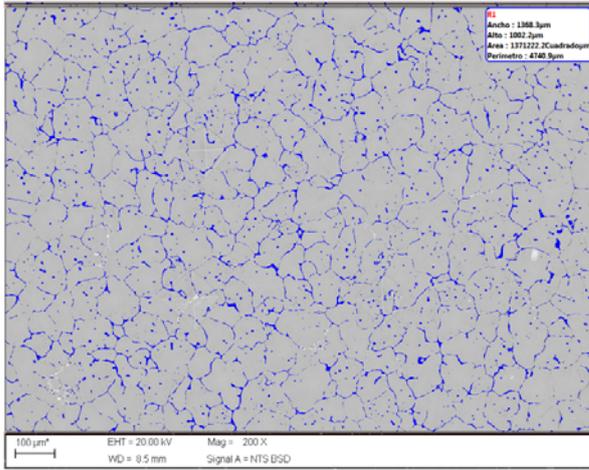
A fração de precipitados foi obtida das imagens de MEV, onde foram contabilizadas as áreas da matriz e o somatório de todos os precipitados formados durante a solidificação da liga Al 7075. Os resultados estão apresentados na Tabela 4.9 e na Figura 4.26. Nota-se também que, como o caso anterior, à medida que o espaçamento interdendrítico aumenta a fração de precipitados diminui; enquanto a desvio aumenta.

Tabela 4.9 Fração de precipitados da liga Al 7075 bruta de solidificação e espaçamentos interdendríticos e taxa de resfriamento calculada.

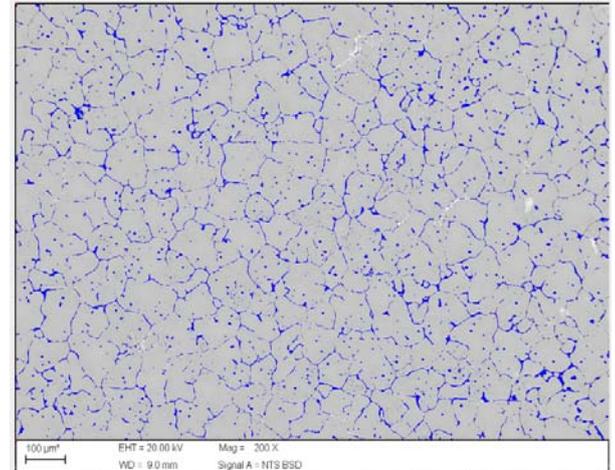
| Taxa resfriamento | Espaçamento interdendrítico ( $\mu\text{m}$ ) |        | Fração de precipitados |            |
|-------------------|---|--------|------------------------|------------|
|                   | Media ( $\lambda$ )<br>$\mu\text{m}$          | Desvio | Media (%)              | Desvio (%) |
| 2,74              | 135 $\pm$ 15                                  | 11%    | 6,3 $\pm$ 0,5          | $\pm$ 8,2  |
| 1,92              | 164 $\pm$ 21                                  | 13%    | 6,2 $\pm$ 0,5          | $\pm$ 8,2  |
| 1,84              | 168 $\pm$ 18                                  | 11%    | 6,2 $\pm$ 0,6          | $\pm$ 8,7  |
| 1,39              | 196 $\pm$ 25                                  | 13%    | 5,4 $\pm$ 0,5          | $\pm$ 9,2  |
| 0,91              | 247 $\pm$ 27                                  | 11%    | 4,6 $\pm$ 0,5          | $\pm$ 9,5  |
| 0,62              | 305 $\pm$ 36                                  | 12%    | 3,8 $\pm$ 0,5          | $\pm$ 10,1 |

Deve-se destacar que os valores de desvio de fração de precipitados apresentados neste item não devem ser considerados de maneira isolada e absoluta. Isto se deve a dificuldade da técnica, pois partículas muito pequenas podem não ser detectadas devido ao limite de resolução do microscópio.

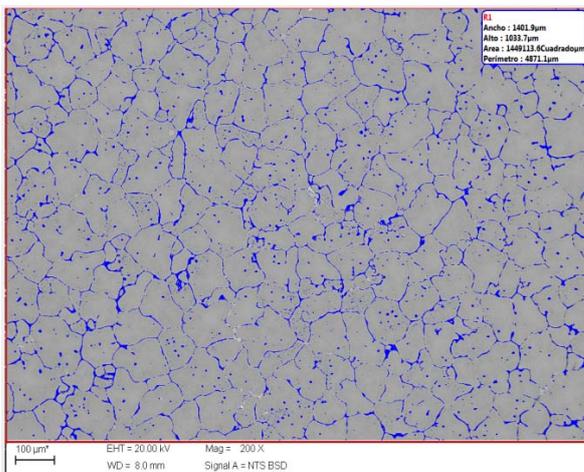
A Figura 4.27 (a) apresenta a relação entre a fração de precipitados e o espaçamento interdendrítico. Nota-se que a fração de precipitados diminui com o aumento do espaçamento. A Figura 4.27 (b) apresenta a relação entre a fração de precipitados e a taxa de resfriamento calculada. Observa-se que a fração de precipitados aumenta com a taxa de resfriamento. Nota-se também que a medida que os espaçamentos aumentam a espessura dos contornos de grãos (fase eutética) torna-se mais heterogênea.



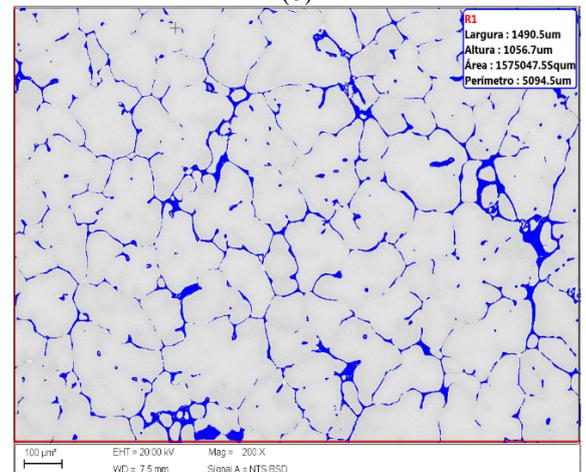
(a)



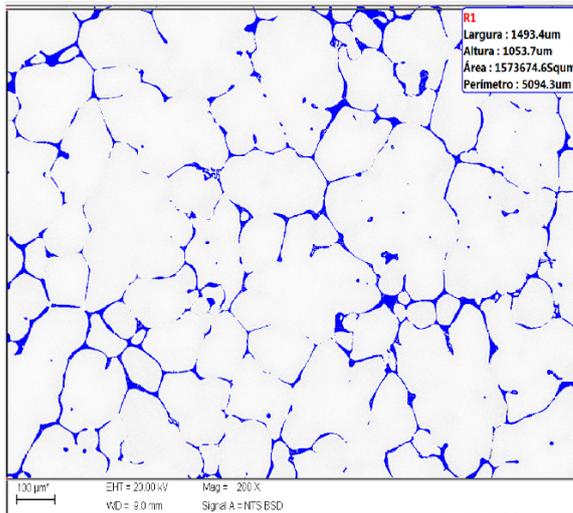
(b)



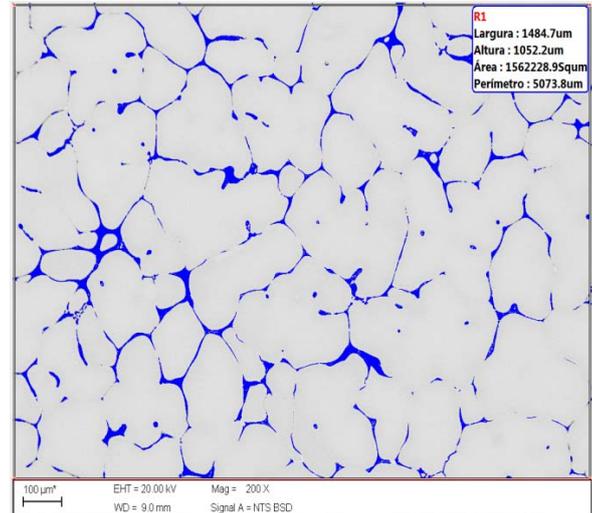
(c)



(d)



(e)



(f)

Figura 4.26 Imagens dos percentuais de Fração de precipitados da liga Al 7075 bruta de solidificação para as diferentes s taxas de resfriamento. (a)135 μm. (b) 164. μm. (c).168μm. (d).247μm. (e).305μm.

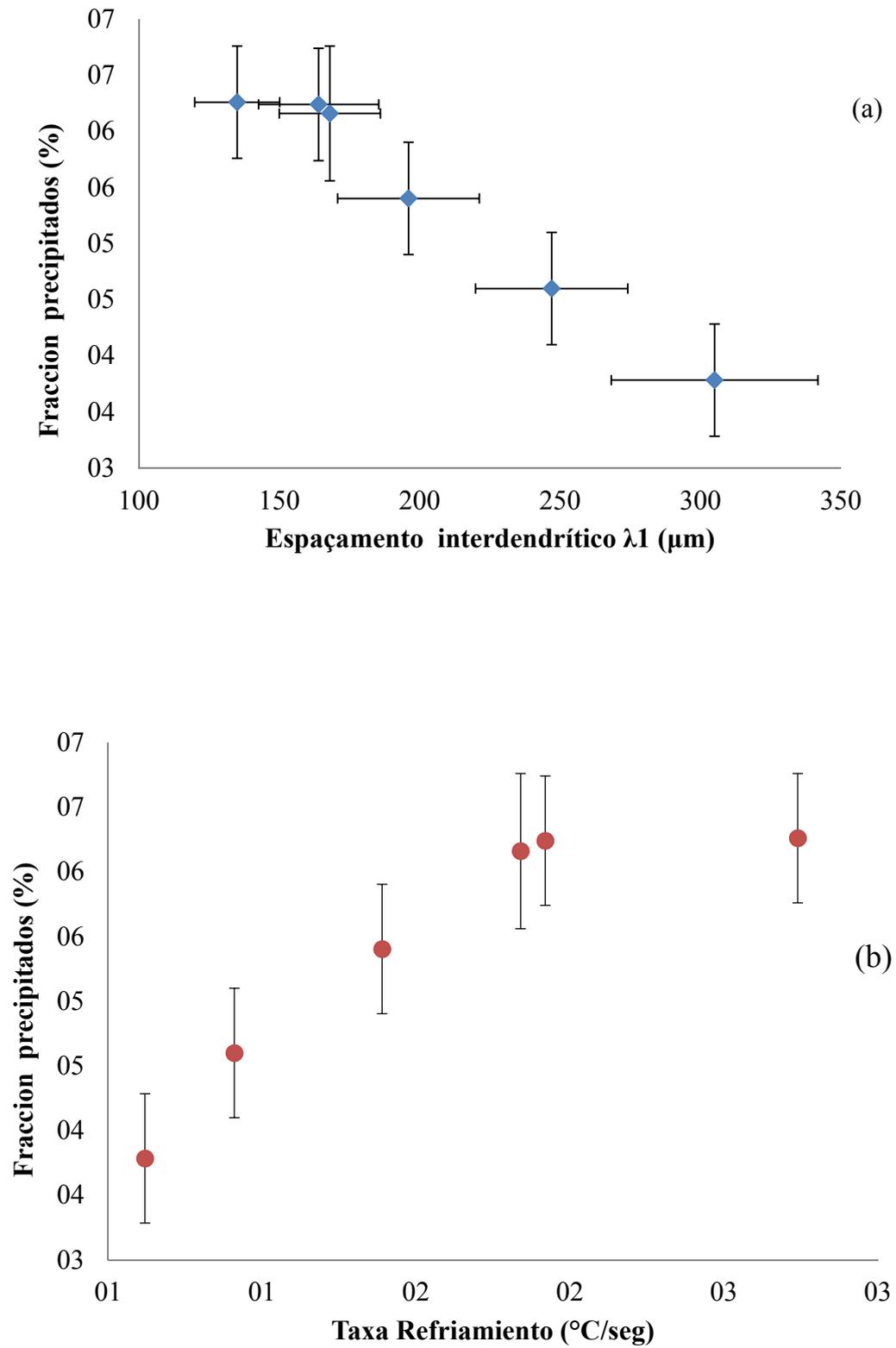


Figura 4.27 Liga Al 7075 bruta de solidificação. (a) Fração de precipitados em função do espaçamento interdendrítico. (b) Fração de precipitados em função das taxa de resfriamento calculada.

Caso a solidificação de ligas metálicas a partir do estado fundido, fosse realizada sob condições ideais de resfriamento, com decréscimo quase estático da temperatura, permitiria que os processos difusionais ocorressem de tal maneira a respeitar as condições de equilíbrio previstas no diagrama de fases. O resultado seria grãos homogêneos, onde não haveria segregação de soluto. Entretanto, na prática a solidificação ocorre fora do equilíbrio e com rejeição de soluto. Portanto, com a formação de grãos heterogêneos, com composição química diferentes entre o núcleo e o contorno de grão (CALLISTER JR, 2001; GARCIA, 2002).

Além disso, o resfriamento rápido no início vai se tornando mais lento à medida que o processo de solidificação prossegue. A taxa de solidificação varia por que no início o molde está frio e a resistência para a extração de calor da liga fundida é baixa. Mas com o decorrer da solidificação o molde vai aquecendo dificultando a extração de calor. Além disso, a extração do calor da liga fundida ocorre por condução pela própria peça que está solidificando ainda aquecida. Este efeito de redução da taxa de solidificação implica que à medida que a solidificação progride a liga ainda fundida demora mais para solidificar. Ou seja, há um tempo maior para que aquela porção de liga se solidifique, e conseqüentemente, com menor rejeição de soluto para os contornos de grão. Com isto ocorre a formação da zona ou “coring”, com regiões cada vez mais ricas de soluto. Resultando que para espaçamentos maiores resta menor quantidade de soluto para precipitar na região do contorno de grão.

#### **4.2.4 Dureza da liga Al 7075 bruta de solidificação**

A liga Al 7075 na condição bruta de solidificação foi seccionada no sentido longitudinal e no sentido transversal da direção de extração de calor. As medidas de dureza Brinell foram feitas no sentido transversal, os resultados estão apresentados na Tabela 4.10.

Como apresentado na Figura 4.13 e na Figura 4.14, os grãos/espaçamentos interdendríticos são muito similares nos sentidos longitudinal e transversal a extração de calor. Portanto, doravante serão analisadas amostras unicamente no sentido transversal para ficar condizente com a condição laminada.

Tabela 4.10 Resultados do ensaio de dureza Brinell (HV) em função do espaçamento interdendrítico.

| Taxa resfriamento | Espaçamento Interdendrítico ( $\lambda\text{m}$ ) |           | Dureza Brinell (HB) |        |             |            |
|-------------------|---|-----------|---------------------|--------|-------------|------------|
|                   | Media   | % Desvio  | 1                   | Mínima | Média       | % Desvio   |
| <b>1,31</b>       | 135 $\pm$ 15                                      | $\pm$ 11% | 107                 | 102    | 104 $\pm$ 2 | $\pm$ 1,9% |
| <b>1,30</b>       | 164 $\pm$ 21                                      | $\pm$ 13% | 106                 | 102    | 104 $\pm$ 2 | $\pm$ 1,9% |
| <b>1,08</b>       | 168 $\pm$ 18                                      | $\pm$ 10% | 104                 | 101    | 102 $\pm$ 1 | $\pm$ 0,9% |
| <b>0,85</b>       | 196 $\pm$ 25                                      | $\pm$ 12% | 104                 | 99     | 101 $\pm$ 1 | $\pm$ 1,7% |
| <b>0,80</b>       | 247 $\pm$ 27                                      | $\pm$ 11% | 110                 | 94     | 102 $\pm$ 4 | $\pm$ 3,9% |
| <b>0,38</b>       | 305 $\pm$ 37                                      | $\pm$ 12% | 105                 | 94     | 98 $\pm$ 4  | $\pm$ 4,1% |

A Figura 4.28 apresenta os resultados do ensaio de dureza Brinell em função do espaçamento interdendrítico para a condição refundida. Observa-se uma variação da dureza em função do espaçamento interdendrítico, com um leve aumento da dureza com a redução do espaçamento interdendrítico. Isto pode ser devido ao fato de que para espaçamentos menores os contornos são mais uniformes e definidos. Já para os espaçamentos maiores os contornos são mais heterogêneos e menos definidos, e portanto oferecem uma resistência menor a deformação que gera a indentação.

Comparando a Tabela 4.4 e a Tabela 4.6 em conjunto com a Figura 4.11 e Figura 4.22, quanto a dispersão das medidas de dureza não há grande diferença entre a condição conforme recebido e a condição bruta de solidificação. Pois mesmo os espaçamentos variando em torno de 12% as medidas de dureza variam, no máximo, em torno de 4%.

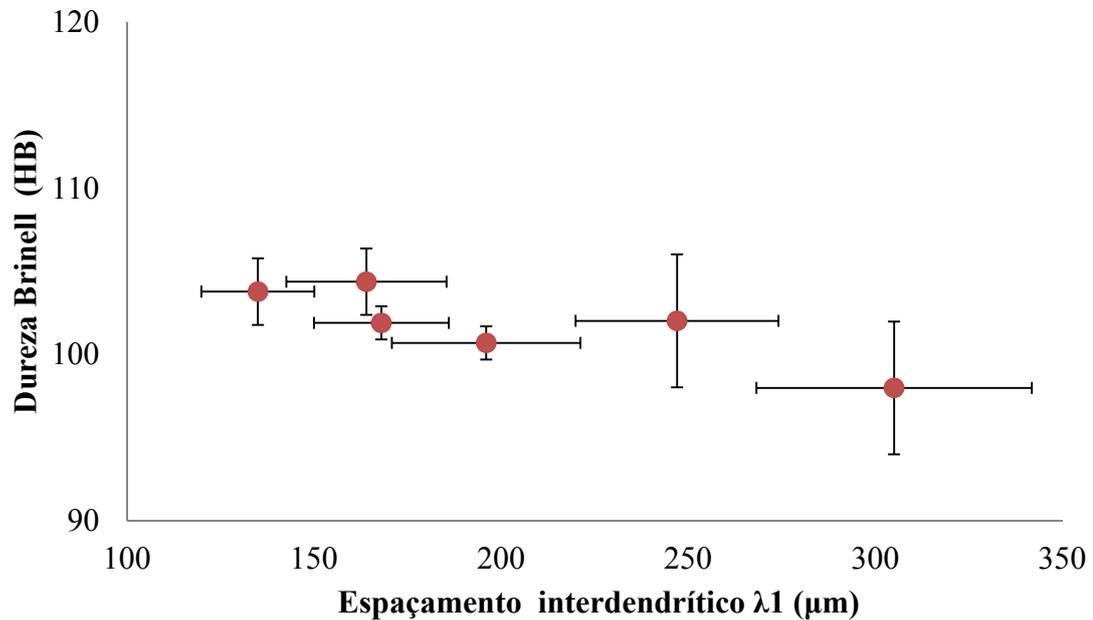


Figura 4.28 Dureza da liga Al 7075 em função espaçamento interdendrítico primário na condição bruta de solidificação.

#### 4.2.5 Microdureza da liga Al 7075 bruta de solidificação

A liga Al 7075 na condição bruta de solidificação foi seccionada no sentido longitudinal e no sentido transversal da direção de extração de calor. As medidas de microdureza Vickers foram feitas no sentido transversal, os resultados estão apresentados na Tabela 4.11.

Tabela 4.11 Resultados do ensaio de dureza Brinell (HV) em função do espaçamento interdendrítico.

| Taxa resfriamento<br>°C/s | Espaçamento Interdendrítico ( $\lambda_m$ ) |          | Microdureza Vickers (HV) |        |           |          |
|---------------------------|---|----------|--------------------------|--------|-----------|----------|
|                           | Media                                       | % Desvio | Máxima                   | Mínima | Média     | % Desvio |
| 1,31                      | 135±15                                      | 11%      | 133,6                    | 120,5  | 133,6±3,3 | ±2,7%    |
| 1,30                      | 164±21                                      | 13%      | 134,5                    | 125,0  | 134,5±2,7 | ± 2,2%   |
| 1,08                      | 168±18                                      | 10%      | 145,8                    | 102,2  | 145,8±2,6 | ±12,3%   |
| 0,85                      | 19±25                                       | 12%      | 148,5                    | 113,6  | 148,5±8,4 | ±7,4%    |
| 0,80                      | 247±27                                      | 11%      | 145,3                    | 125,9  | 145,3±9,3 | ±7,4%    |
| 0,38                      | 305±37                                      | 12%      | 143,0                    | 123,2  | 143,0±6,8 | ±5,5%    |

Comparando-se a Figura 4.13 e a Figura 4.14, os grãos/espaçamentos interdendríticos são muito similares nos sentidos longitudinal e transversal a extração de calor. Portanto, doravante serão analisadas amostras unicamente no sentido transversal para ficar condizente com a condição laminada.

A Figura 4.29 apresenta os resultados de microdureza Vickers em função do espaçamento interdendrítico para a condição bruta de solidificação. Neste caso, não observou-se uma variação da microdureza em função do espaçamento interdendrítico.

Comparando a Tabela 4.4 e a Tabela 4.10 em conjunto com a Figura 4.11 e a Figura 4.29, quanto a dispersão das medidas de microdureza nota-se que é mais significativa do que no caso anterior da dureza. Já que para a liga fundida a microestrutura é bem mais heterogênea, composta de uma fase primária com baixa concentração de soluto e a região de contornos com alta concentração de soluto (precitados).

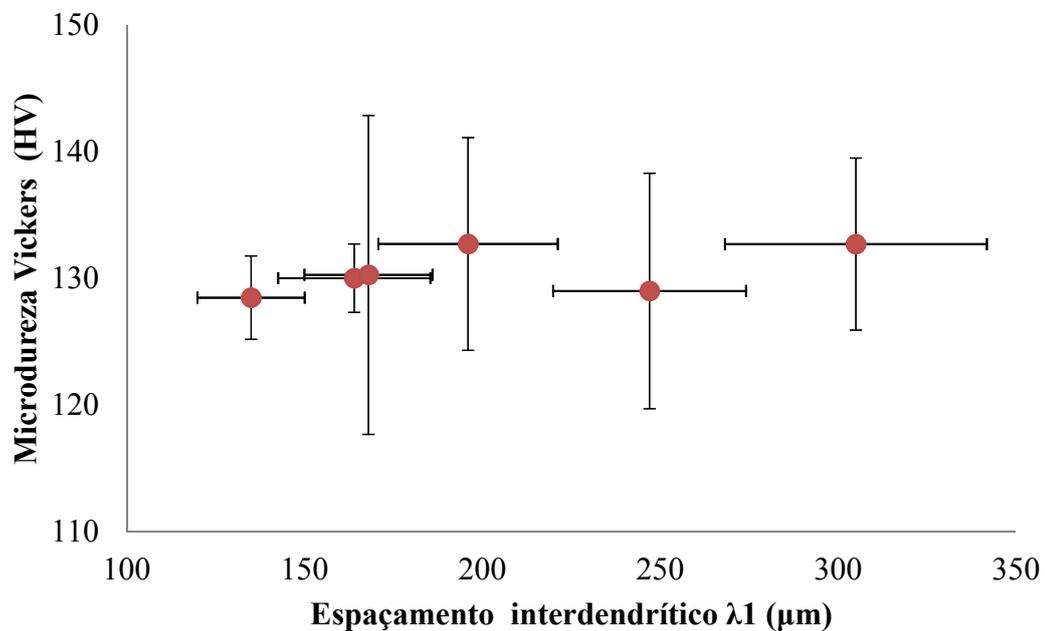


Figura 4.29 Dureza da liga Al 7075 em função espaçamento interdendrítico primário na condição bruta de solidificação.

#### 4.2.6 Comparação dos resultados de dureza e microdureza nas condições: Bruta de solidificação e conforme recebida

A diferença de dispersão nas medidas de dureza e microdureza podem ser explicadas pelo tamanho das áreas das indentações. Isto pode ser evidenciado observando a Figura 4.30, onde fica claro que a indentação da dureza cobre uma área maior com vários grãos. Por outro lado, a indentação da microdureza é menor que área de um grão.

Na Metalurgia considera-se dureza como a resistência à deformação plástica permanente GARCIA, (2002). Neste sentido, como a dureza cobre uma área com vários grãos e seus contornos, inclusive com as possíveis microporosidades, o resultado já é uma média. Sendo que o contorno de grão atua como barreira para as discordâncias durante a indentação

Já no caso da microdureza, as indentações podem ocorrer ora no interior dos grãos, ora nos contornos, e o tamanho dos grãos pouco influenciam.

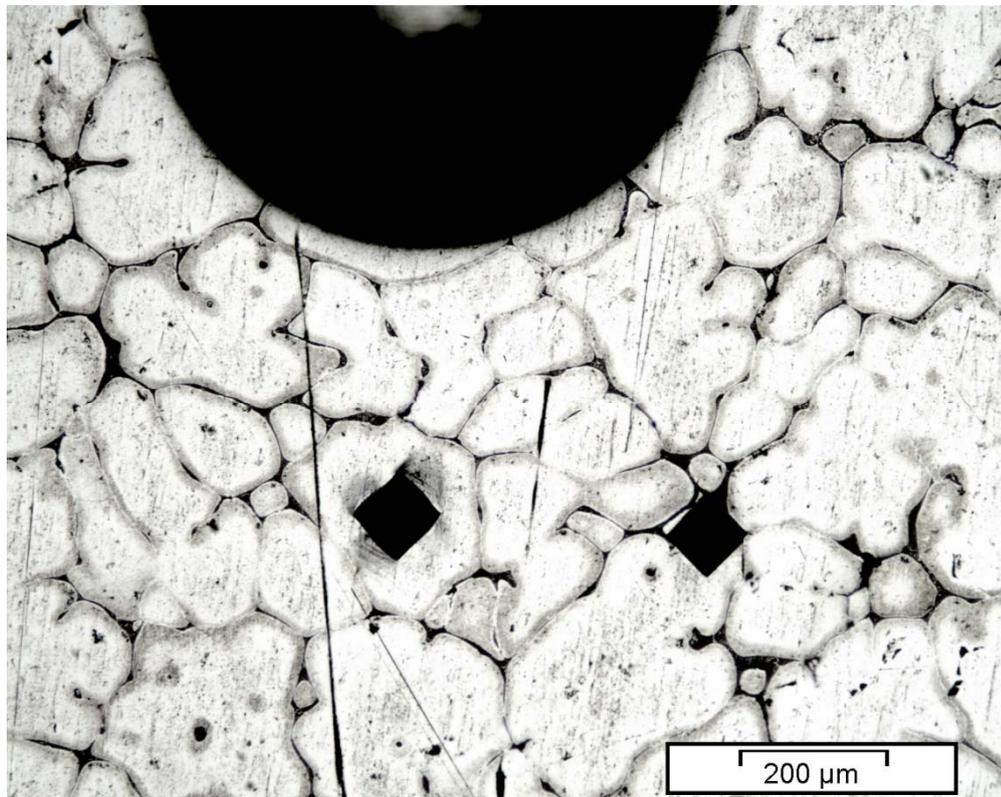


Figura 4.30 Indentação feita pelo penetrador do durômetro a esquerda (dureza Brinell) e a direita, duas indentações feitas pelo penetrador do microdurômetro (microdureza Vickers). Microscopia óptica. Ataque com Keller por 3s.

A Figura 4.31 e a apresentam as durezas e microdurezas para as condições: alumínio puro Al 1016; liga Al 7075 T6 51 conforme recebida e liga Al 7075 na condição bruta de solidificação.

Ao analisar a Figura 4.31 e a Figura 4.32 pode-se perceber que houve um aumento substancial da dureza e da microdureza só em função da quantidade de elementos introduzidos, tais como: elementos de liga e/ou impurezas. Por exemplo, para dureza houve um aumento de 80%.

No caso da liga bruta de solidificação, para espaçamentos variando entre 100 e 300 $\mu$ m, tem-se grãos com uma fase primária rica de alumínio e contornos de grãos bem definidos de precipitados ricos de elementos de liga. Onde pode-se observar que o tamanho de grão influencia pouco nos valores de dureza e microdureza

Quando se compara a liga Al 7075 entre as condições: bruta de solidificação e conforme recebido (laminado a quente e envelhecida) também há diferença nos resultados de dureza e microdureza. Por exemplo, para a dureza houve um aumento de cerca de 20%.

O aumento da dureza e da microdureza da condição conforme recebida, onde houve além da solubilização e envelhecimento a conformação mecânica. Portanto, com a liga endurecida também por encruamento está ligada a melhor distribuição de precipitados na liga. Isto soma-se ao aumento pela dissolução de precipitados interdendríticos que retém elementos endurecedores.

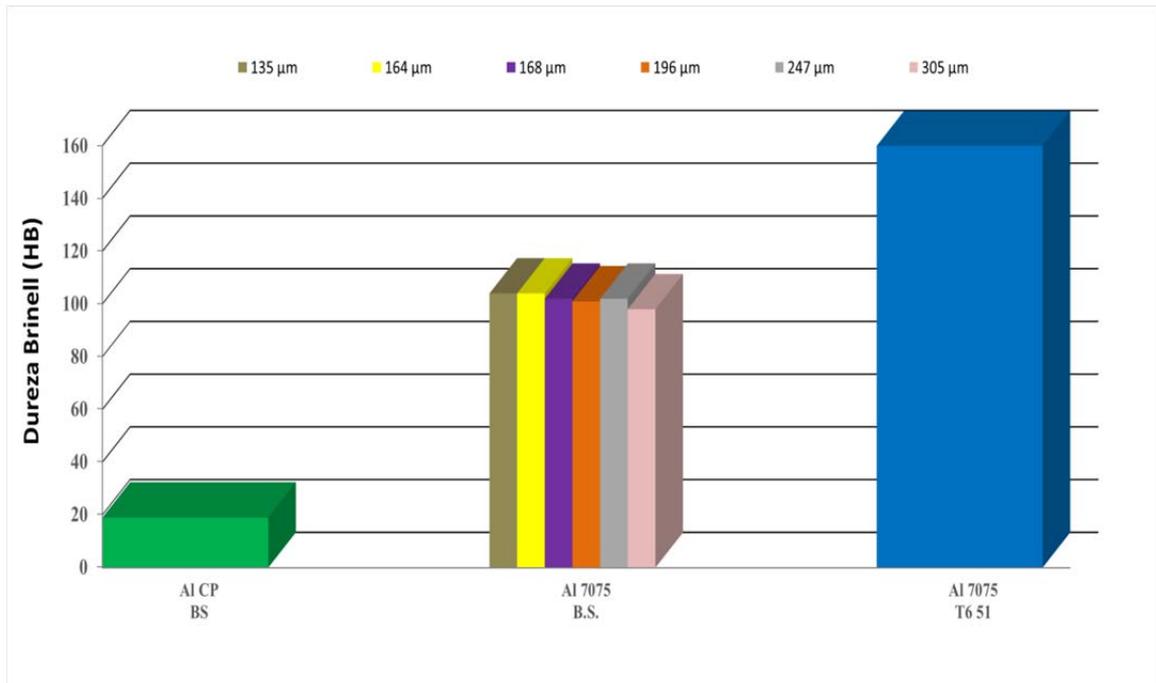


Figura 4.31 Influência na dureza com (1) a adição de soluto: Alumínio comercialmente puro (AL CP) versus liga comercial Al 7075 e com (2) as condições de processamento: Bruta de solidificação (BS); T6 51 conforme recebida

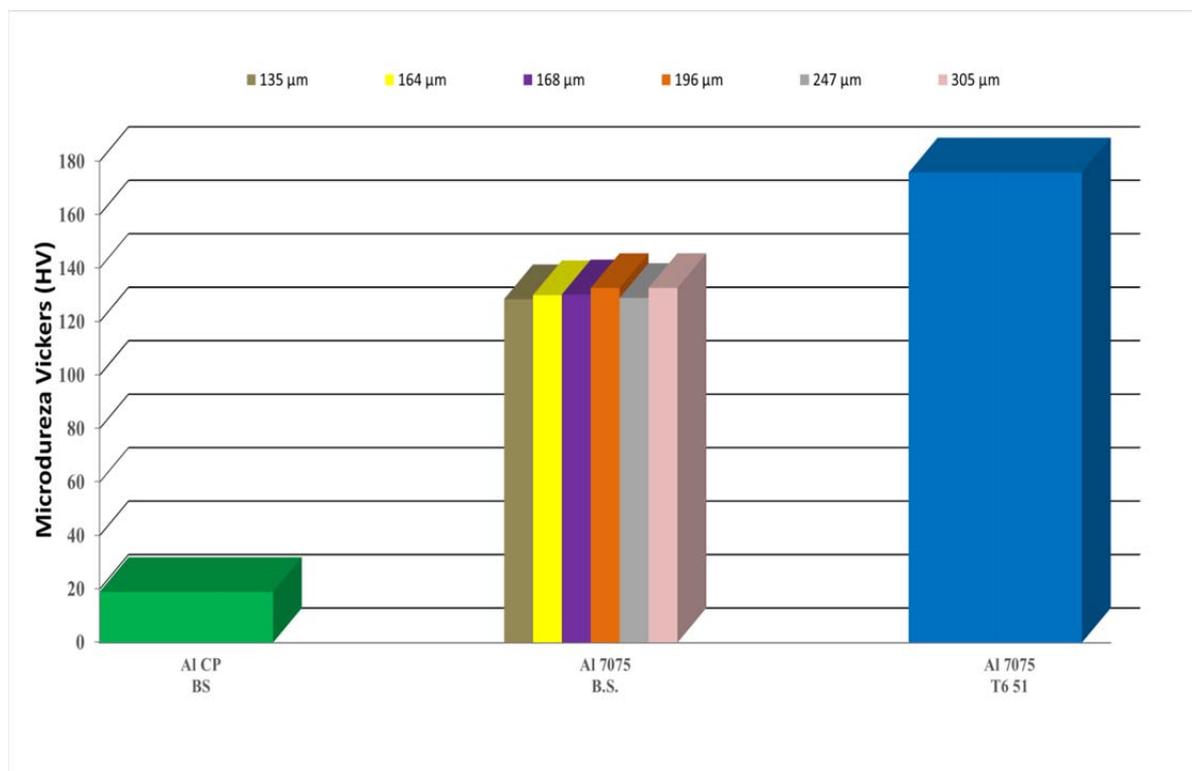


Figura 4.32 Influência na microdureza com (1) a adição de soluto: Alumínio comercialmente puro (AL CP) versus liga comercial Al 7075 e com (2) as condições de processamento: Bruta de solidificação (BS); T6 51 conforme recebida

### 4.3 Caracterizações da liga Al 7075 solubilizada/temperada em água

Visando acompanhar as alterações na liga Al 7075 em função dos processos de fabricação envolvidos amostras previamente refundidas e solidificadas direcionalmente, foram solubilizadas e temperadas em água, conforme descrito no Capítulo 3. Nesta etapa o propósito é avaliar a influência da taxa de resfriamento, que reflete em diferentes espaçamentos interdendríticos e frações de precipitados, e do tempo de encharque durante a solubilização nas propriedades finais. Para tanto, amostras no estado bruto de solidificação foram solubilizadas a 504°C com tempos de encharque de 2 a 36 horas, conforme Tabela 4.12, e posteriormente temperadas em água. Foram avaliadas: a microestrutura através de MO e MEV; as propriedades mecânicas, através medidas de dureza e microdureza e a condutividade elétrica.

Tabela 4.12 Liga Al 7075 - Espaçamentos interdendríticos, taxas de resfriamento na solidificação e tempos de encharque na solubilização a 504°C com resfriamento em água

| Espaçamento interdendrítico (µm) | Taxas de resfriamento (° C/s). | Temperatura de solubilização 504°C |   |   |   |
|----------------------------------|--------------------------------|------------------------------------|---|---|---|
|                                  |                                | Tempo de encharque (horas)         |   |   |   |
| 135±15                           | 2,7                            | 2                                  | 2 | 2 | 2 |
| 164±21                           | 1.9                            |                                    |   |   |   |
| 168±18                           | 1.8                            |                                    |   |   |   |
| 196±25                           | 1,4                            |                                    |   |   |   |
| 247±27                           | 0,9                            |                                    |   |   |   |
| 305±37                           | 0,6                            |                                    |   |   |   |

#### 4.3.1 Microscopia óptica da liga Al 7075 solubilizada/temperada em água

A Figura 4.33 apresenta a microestrutura típica encontrada para a liga Al 7075 solubilizada e temperada em água em corte transversal à direção de extração de calor. Nota-se uma matriz de alumínio com contornos de grãos menos definidos do que na condição bruta de solidificação. Pode-se observar que grande parte dos precipitados, em especial, a fase eutética (lamelas) foi dissolvido na matriz.

A Figura 4.34 e a Figura 4.35 apresentam uma sequência de micrografias da liga Al 7075 bruta de solidificação com  $135\pm 15\ \mu\text{m}$  e  $247\pm 27\ \mu\text{m}$ , com taxas de resfriamento de  $2,7^\circ\text{C/s}$  a  $0,9^\circ\text{C/s}$ , respectivamente, solubilizadas a  $504^\circ\text{C}$  por (a) 2 horas (b) 4 horas (c) 18 horas (d) 36 horas e temperadas em água. Nota-se que com o aumento do tempo de encharque os contornos vão ficando menos definidos, isto ocorre por que os elementos precipitados dos contornos de grão vão sendo dissolvidos na matriz de alumínio. Observando as Figuras (a) e (b), com tempo de encharque de 2 e 4 horas, respectivamente, os contornos deixam de ser contínuos. Para as Figuras (c) e (d) com tempo de encharque de 18 e 36 horas respectivamente, os contornos deixam de ser visíveis por MO.

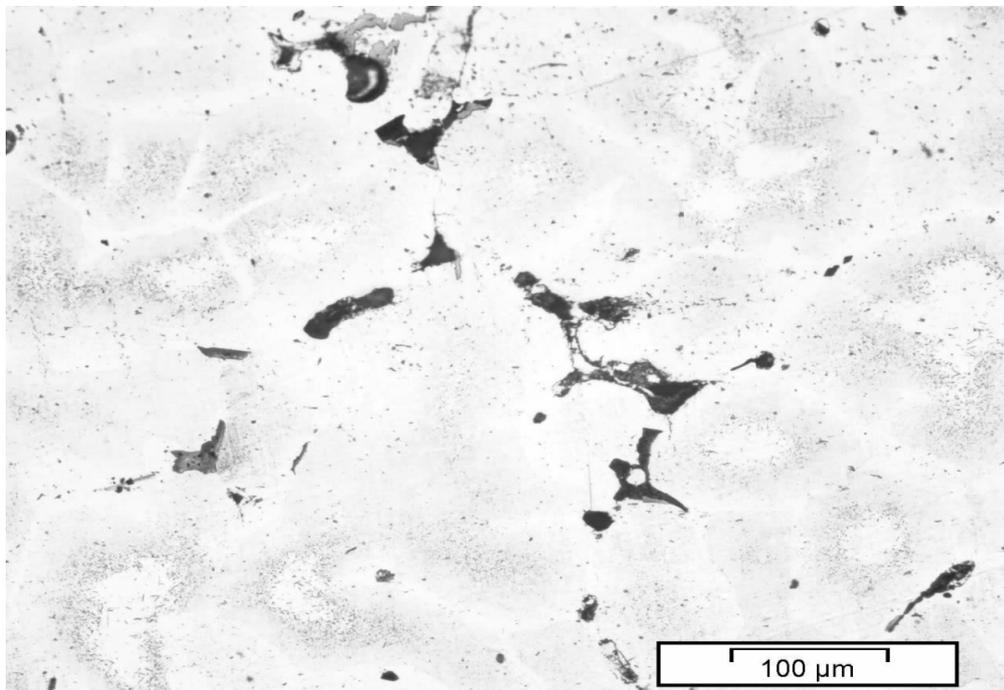


Figura 4.33 Microestrutura da liga Al 7075 (com espaçamento interdendrítico  $247\pm 27\ \mu\text{m}$ ), solubilizada a  $504^\circ\text{C}$  por 18 horas e temperada em água. Ataque Keller 3 s.

Comparando a Figura 4.34 (espaçamentos interdendríticos de  $135\pm 15\ \mu\text{m}$ ) e a Figura 4.35 (espaçamentos interdendríticos de  $247\pm 27\ \mu\text{m}$ ), onde o espaçamento interdendrítico é quase o dobro, o comportamento de dissolução do contorno de grãos em função dos tempos de encharque é o mesmo. Donde se conclui que, para as condições avaliadas, o tamanho de grão, ou seja, a taxa de resfriamento na solidificação, tem pouca influência na solubilização.

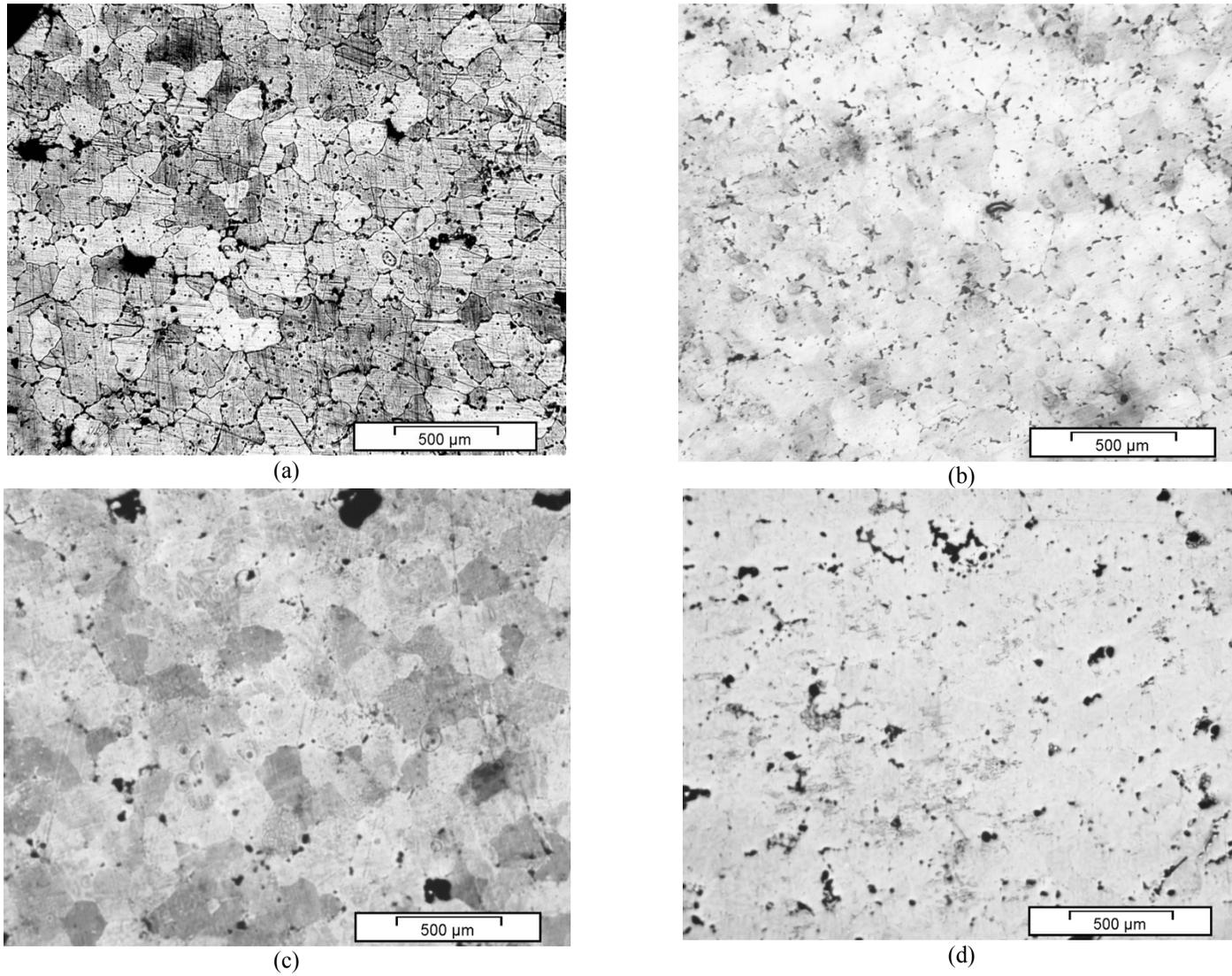


Figura 4.34 Microestruturas típicas da liga Al 7075 (com espaçamento interdendrítico  $135 \pm 15 \mu\text{m}$ ) bruta de solidificação, solubilizada a  $504^\circ\text{C}$  por (a) 2 horas (b) 4 horas (c) 18 horas (d) 36 horas e temperadas em água. Ataque Keller 2-3 s.

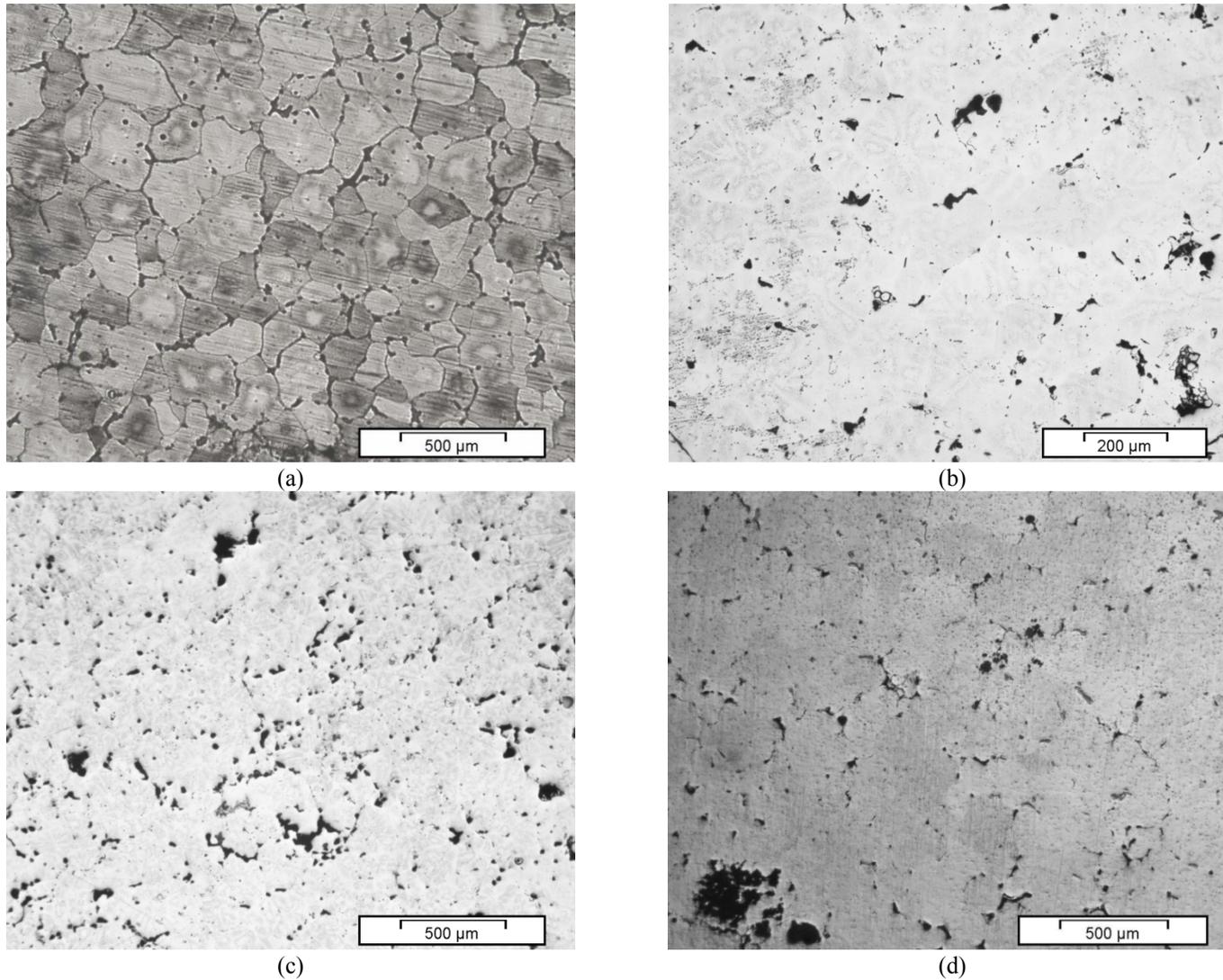


Figura 4.35 Microestruturas típicas da liga Al 7075 (com espaçamento interdendrítico  $247 \pm 27 \mu\text{m}$ ) bruta de solidificação, solubilizada a  $504^\circ\text{C}$  por (a) 2 horas (b) 4 horas (c) 18 horas (d) 36 horas e temperadas em água. Ataque Keller 2-3 s

### 4.3.2 Microscopia eletrônica de varredura da liga Al 7075 solubilizada/temperada em água

A Figura 4.36 apresenta microestruturas típicas da liga 7075 (a) no estado bruto de solidificação e (b) solubilizada e temperada em água. Na Figura 4.36(a) observa-se uma matriz de alumínio com contornos de grãos bem definidos de precipitados. Na Figura 4.36 (b) nota-se uma matriz de alumínio com contornos de grãos intermitentes e menos definidos comparando a condição bruta de solidificação. Confirmando os resultados da microscopia óptica da liga Al 7075 solubilizada/temperada em água mostradas na Figura 4.33 e na Figura 4.34.

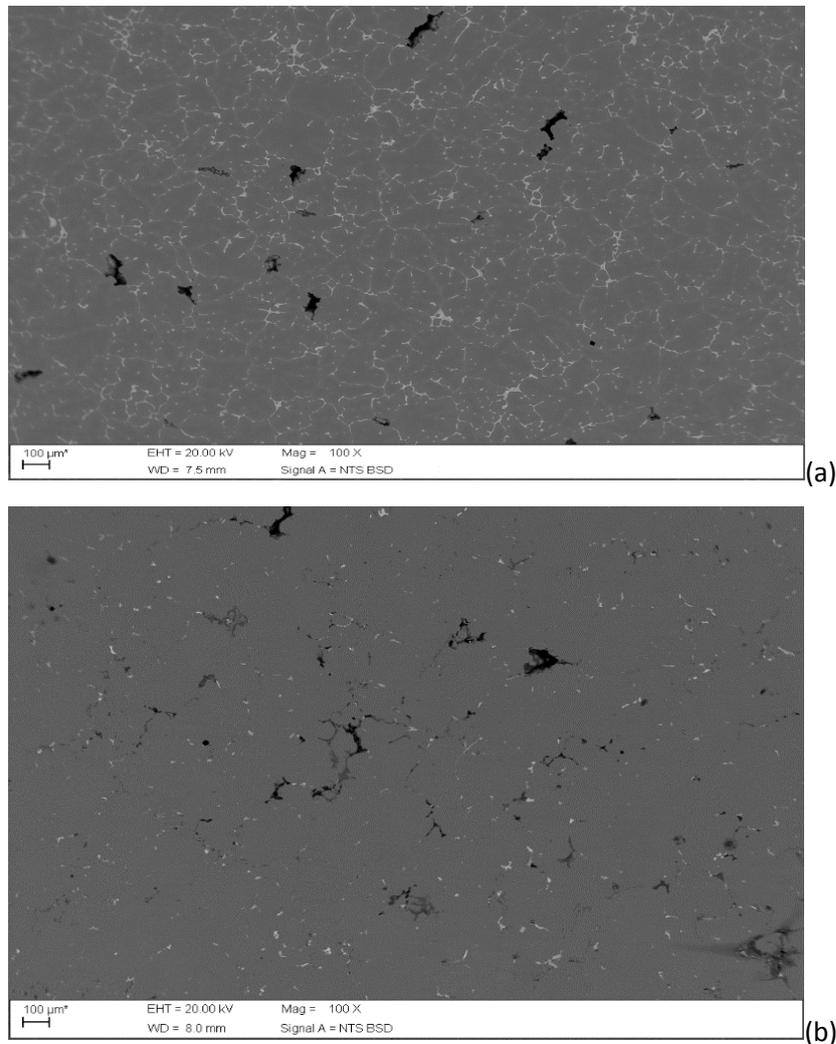


Figura 4.36 Microestrutura da liga Al 7075 por MEV (a) estado bruto de solidificação. (b) solubilizada a 504°C por 2 horas. Corte transversal a direção de extração de calor. Sem ataque

As Figura 4.37(a) apresenta micrografias típicas da liga Al 7075 solubilizada a 504°C por (a) 2 e (b)36 horas, e temperadas em água. Em comparação com a Figura 4.33 pode-se observar uma matriz de alumínio (cinza) onde os limites de grãos não são claramente bem distinguidos como no estado bruto de solidificação (Figura 4.36 (a)).

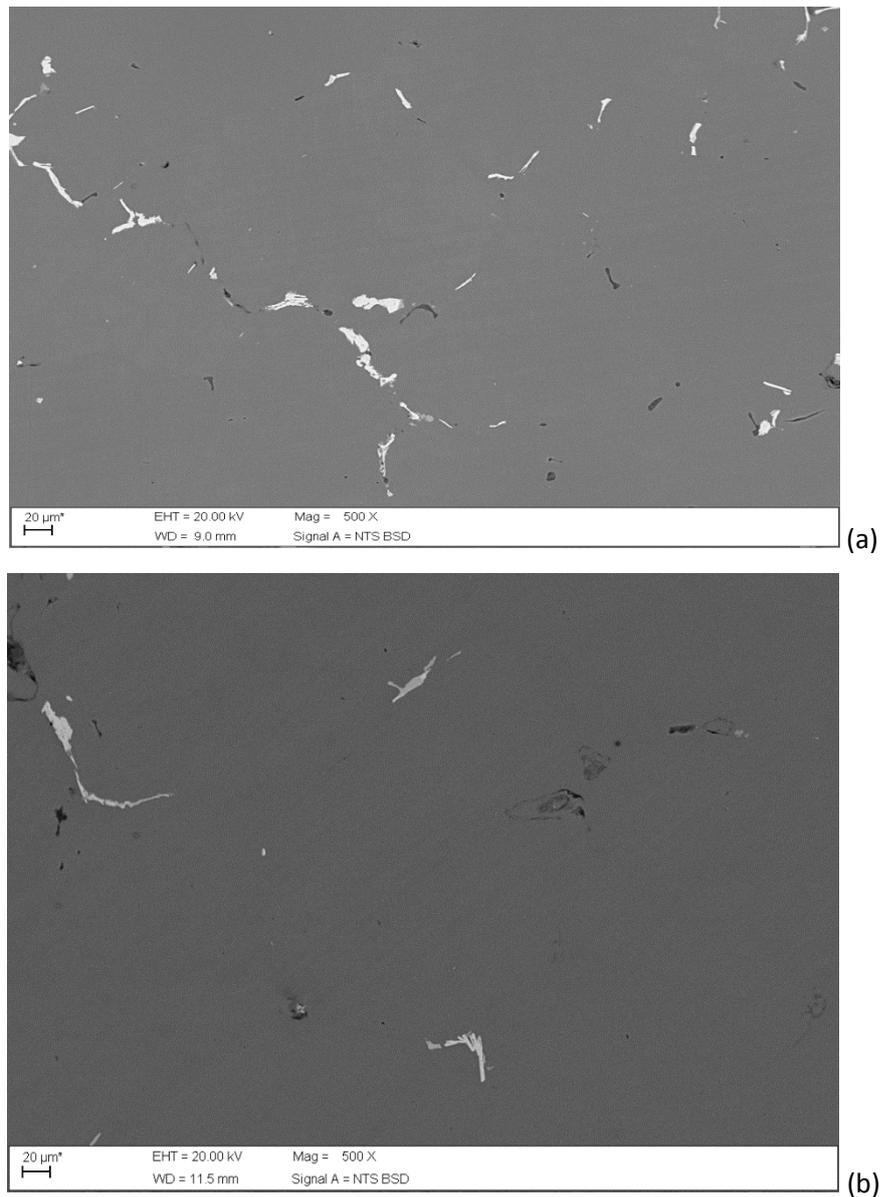
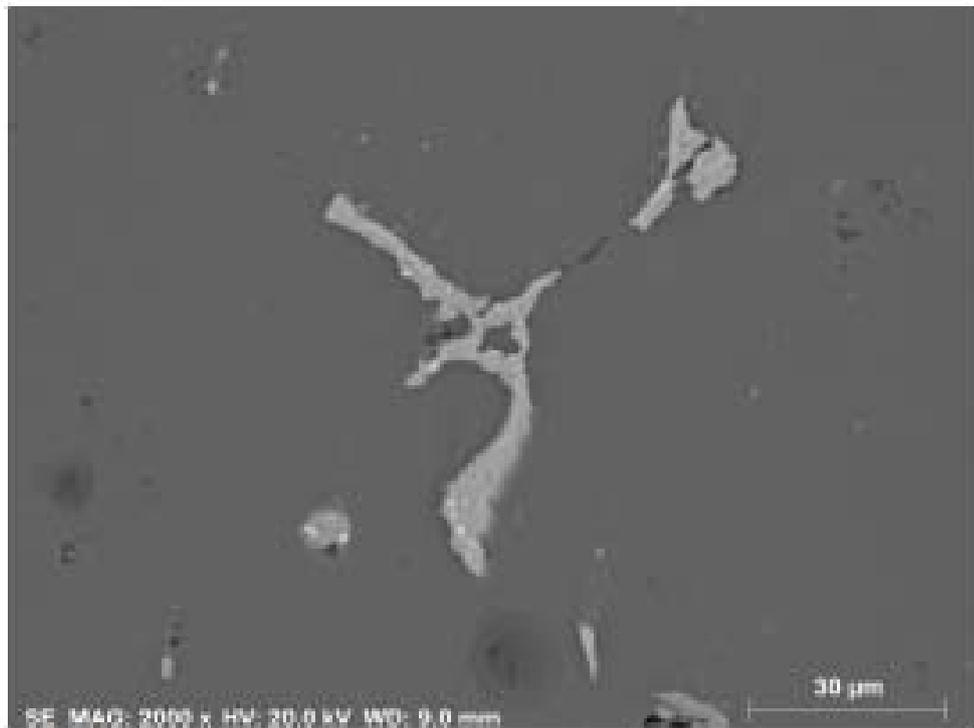


Figura 4.37 Microestrutura por MEV da liga Al 7075 solubilizada a 504°C: (a) por 2 horas; (b) 36 horas. Corte transversal a direção de extração de calor. Sem ataque.

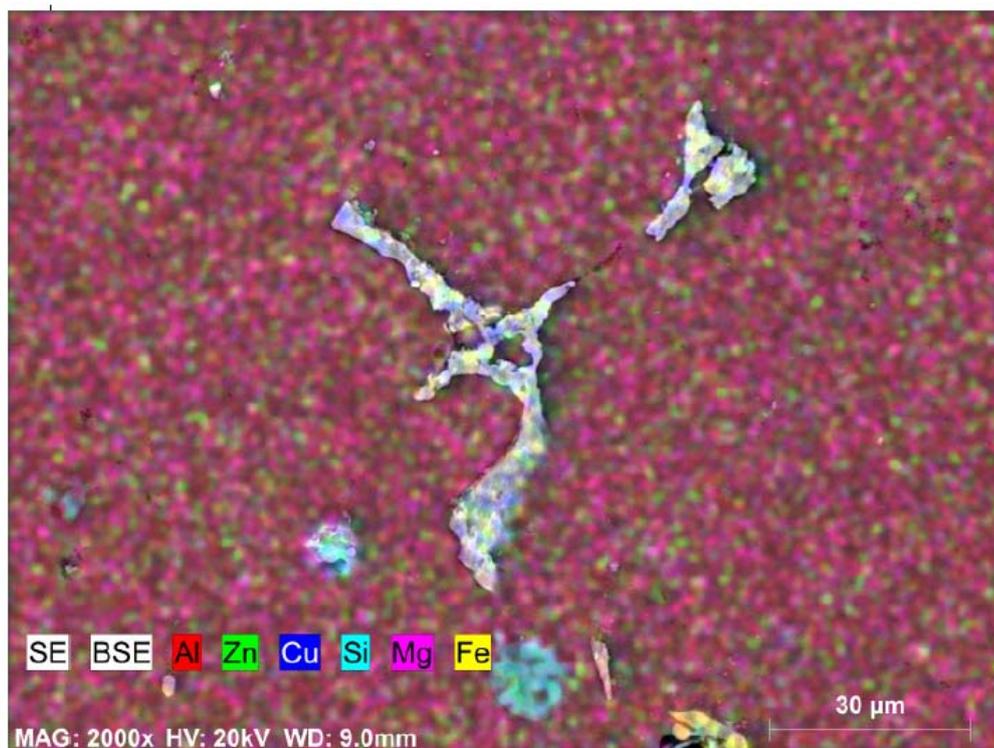
Na Figura 4.37 nota-se, também que parte dos precipitados existentes no estado bruto de solidificação foi dissolvida, em especial a fase eutética (lamelar), os compactos claros,

escuros e acinzentados permanecem, sugerindo que estes são mais difíceis de dissolver na matriz de alumínio.

A Figura 4.38e a Figura 4.39 apresentam a microestrutura e a distribuição dos elementos Al, Zn, Cu, Mg, Fe e Si solubilizada a 504°C: por 2 e 36 horas, respectivamente, e temperadas em água. Pode ser observado que a região eutética (região lamelar) é rica em zinco e magnésio foi dissolvida na matriz de alumínio o que pode ser visto nas (Figura 4.20 e Figura 4.21). Também pode observar-se que a região cinza claro, que é rica em ferro e cobre, não foi dissolvida na matriz até 36 horas.

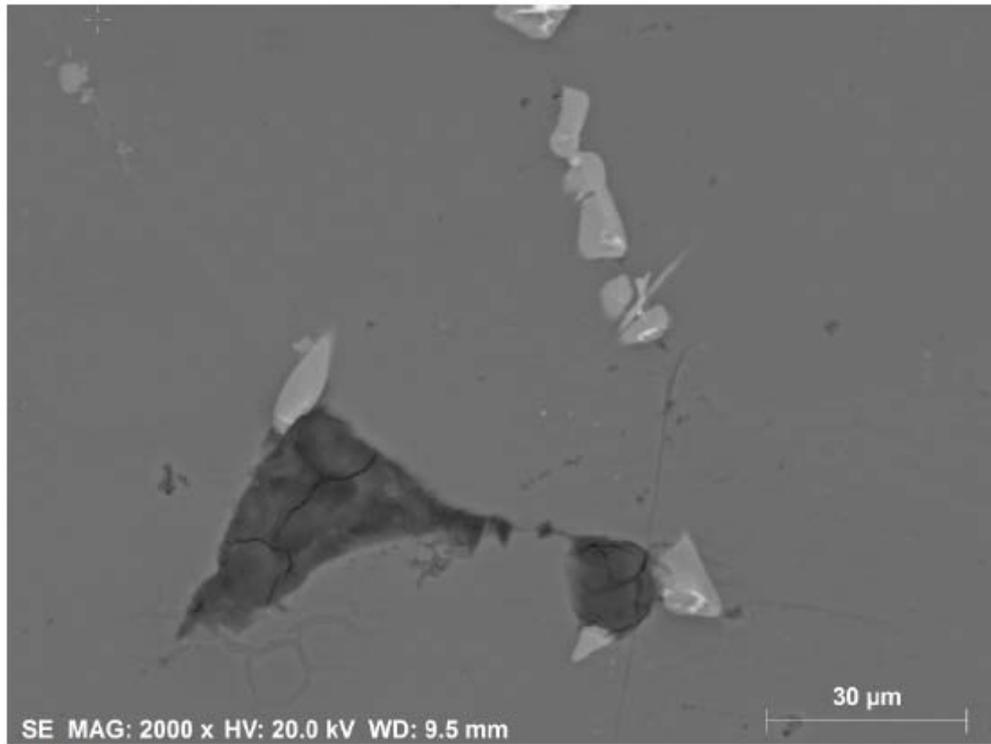


(a)

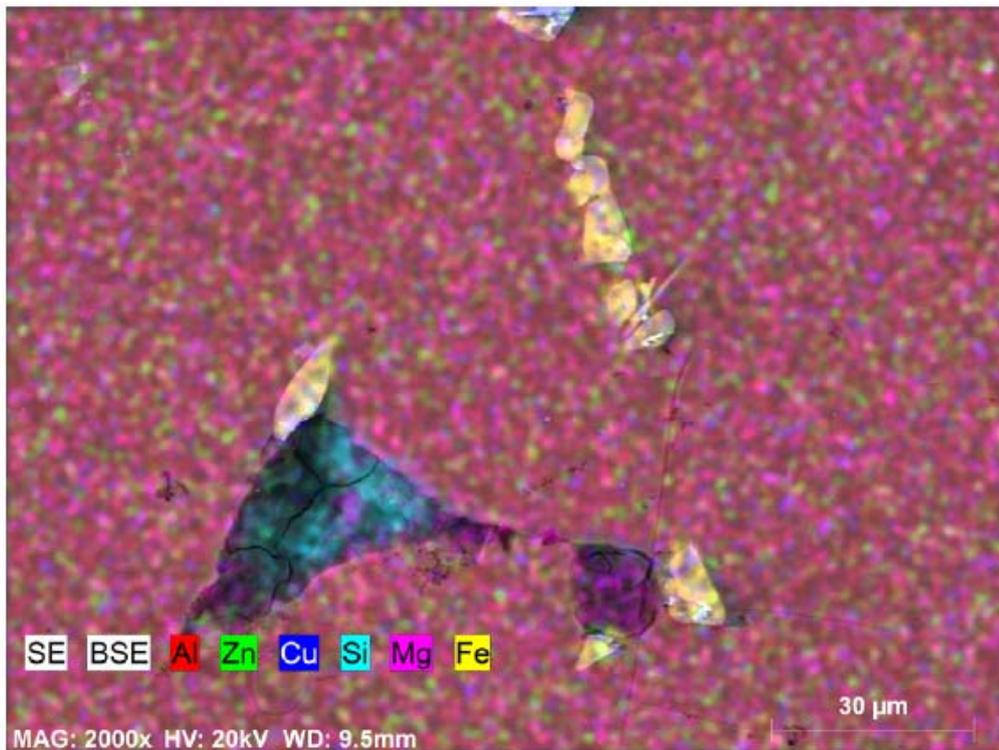


(b)

Figura 4.38 (a) Microestrutura da liga Al 7075 solubilizada a 504°C por 2 horas. Sem ataque. (b) Mapeamento dos principais elementos de liga (zinco, magnésio, cobre, silício e ferro) por EDS/MEV.



(a)



(b)

Figura 4.39 (a) Microestrutura da liga Al 7075 solubilizada a 504°C por 36 horas. Sem ataque. (b) Mapeamento dos principais elementos de liga (zinco, magnésio, cobre, silício e ferro) por EDS/MEV.

A Figura 4.40 e a Figura 4.41 apresentam para a liga Al 7075 solubilizada a 504°C por 2 horas e 36 horas, respectivamente, e resfriadas em água os mapeamentos por EDS/MEV dos principais elementos de liga: zinco, magnésio, cobre, ferro e silício.

Para um tempo de encharque de 2 horas (Figura 4.40) nota-se que somente a fase eutética (lamelar) foi dissolvida. Visto que os elementos de liga zinco (verde), magnésio (violeta) e cobre (azul), que formavam a fase eutética dissolveram na matriz de alumínio (vermelho). Também nota-se que uma fração de cobre (azul) não dissolveu, provavelmente porque está formando o composto intermetálico com o ferro (amarelo) que pode ser o composto  $Al_7Cu_2Fe$ . CONG, (2015), relatou que esta fase é insolúvel para esta temperatura.

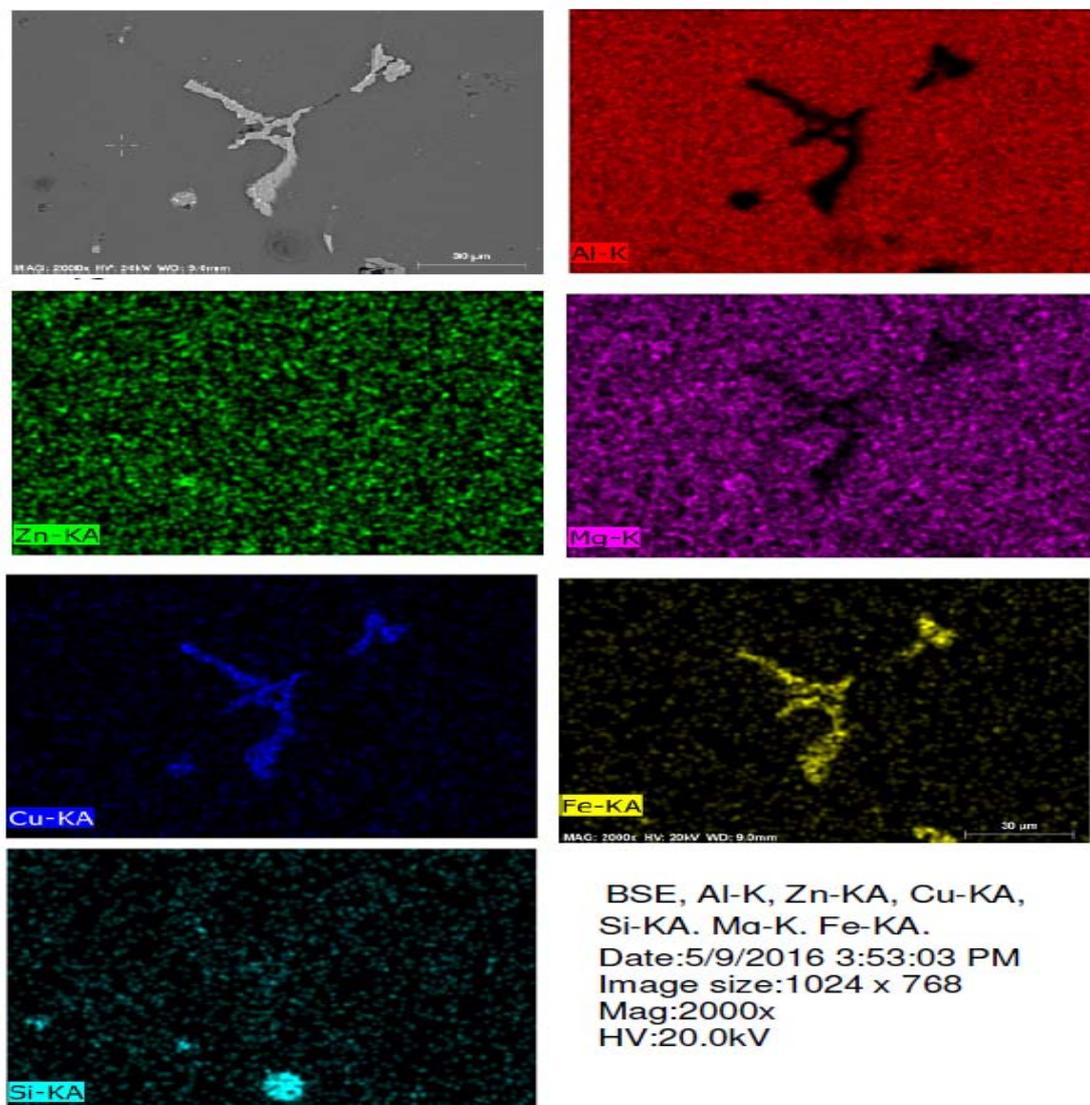


Figura 4.40 Mapeamento dos principais elementos da liga Al 7075 bruta de solidificação, solubilizada a 504 °C por 2 horas isolados. (zinco, magnésio, cobre, silício e ferro).

Para o tempo de encharque de 36 horas (Figura 4.41) nota-se que o cobre (azul) assim como o zinco (verde) e magnésio (violeta) foi totalmente dissolvido. O ferro (amarelo) e o silício (azul claro) não dissolveram. Convém salientar que, conforme já apresentado, o teor de ferro está acima da composição da composição nominal liga.

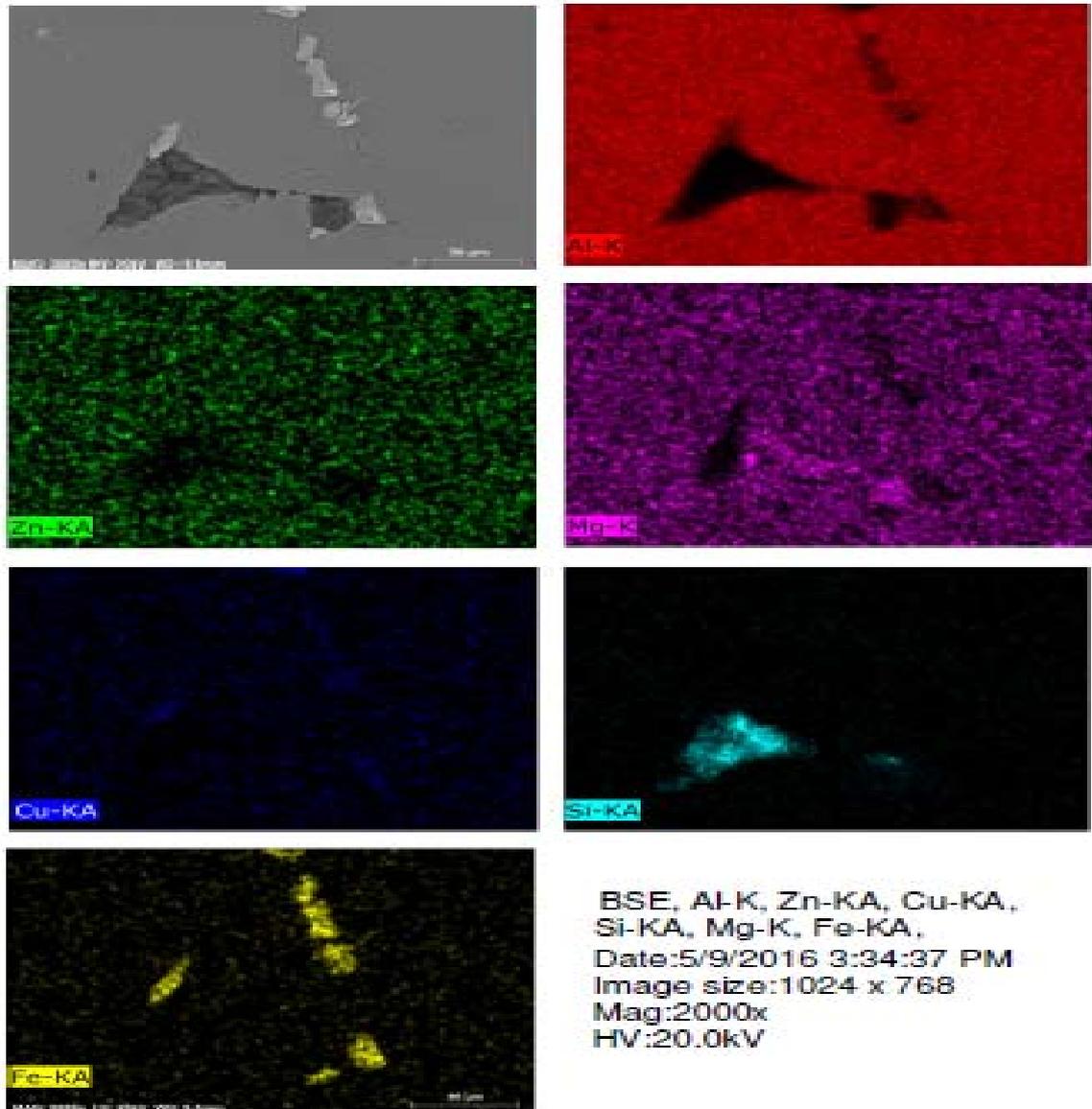


Figura 4.41 Mapeamento dos principais elementos da liga Al 7075 bruta de solidificação, solubilizada a 504 °C por 2 horas isolados. (zinco, magnésio, cobre, silício e ferro).

As fases presentes na liga Al 7075 solubilizada a 504°C por 2 e 36 horas e temperada em água foram identificadas através de análise por MEV com auxílio de microanálise por EDS. Os resultados estão apresentados nas Figura 4.41 e Tabela 4.12 para tempo de encharque de 2 e 36 horas, respectivamente.

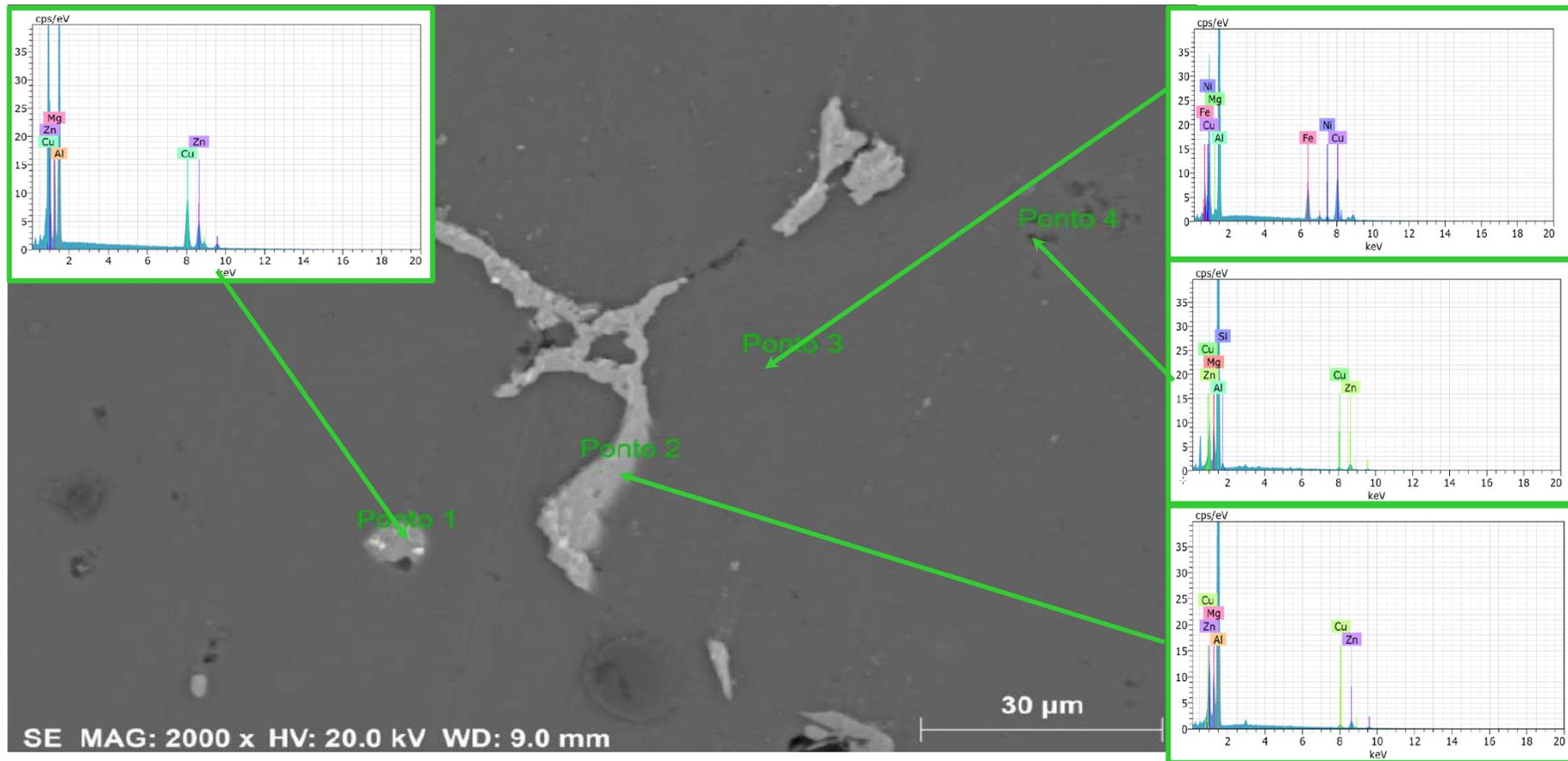


Figura 4.42 Microestrutura da liga Al 7075 solubilizada a 504°C por 2 horas e resfriada em água. Destaque dos precipitados presentes com respectivos espectros por EDS.

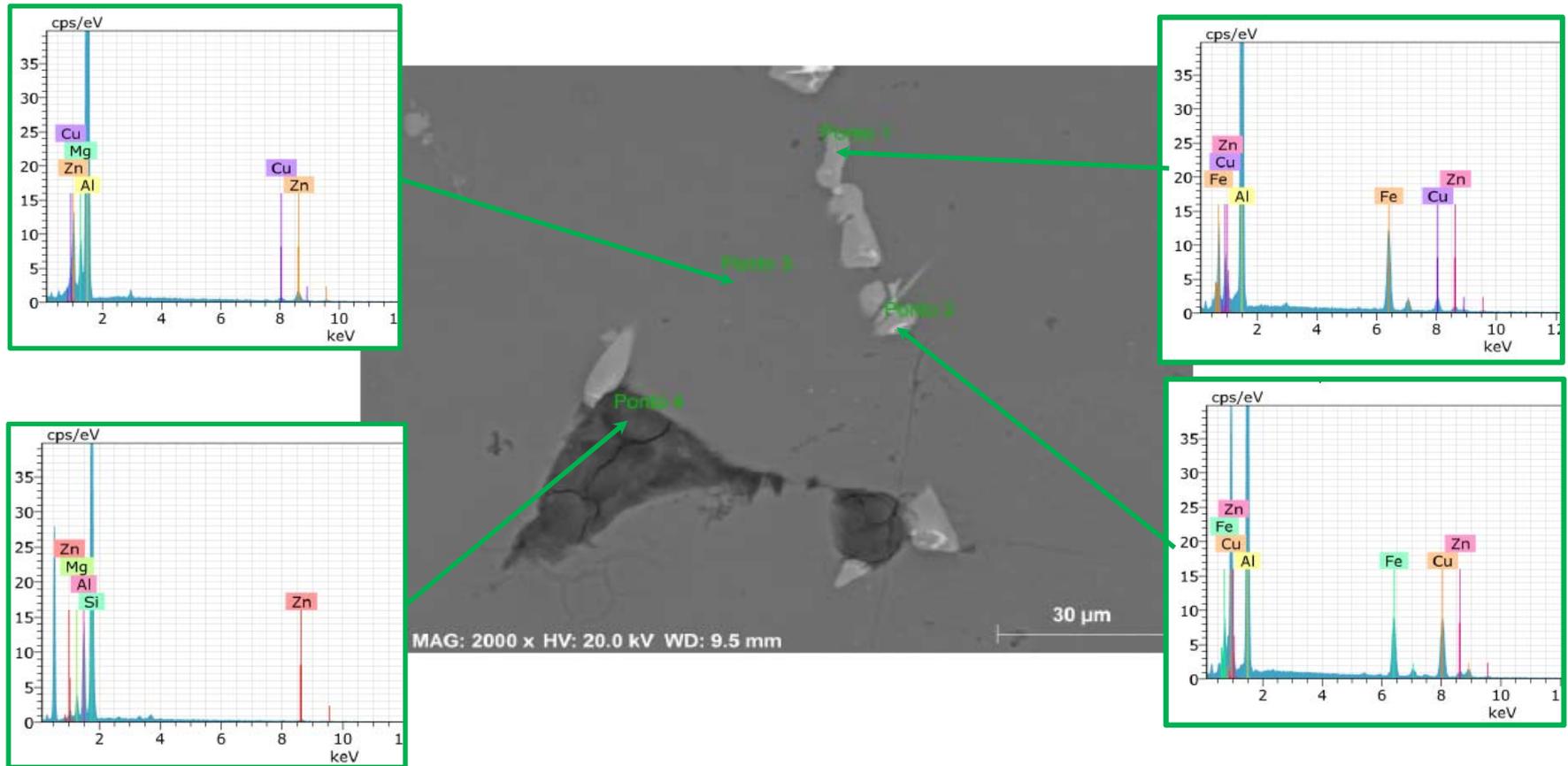


Figura 4.43. Microestrutura da liga Al 7075 solubilizada a 504°C por 36 horas e resfriada em água. Destaque dos precipitados presentes com respectivos espectros por EDS

Comparando a Tabela 4.7 (ponto 2) para o estado bruto de solidificação, Tabela 4.15 (ponto 2) e Tabela 4.16 (ponto 1) para a condição solubilizada/temperada por 2 e 36 horas, respectivamente, confirma-se a sequência de dissolução dos elementos zinco, magnésio e cobre. E que o ferro não foi dissolvido.

Tabela 4.13 Percentual em peso por elemento químico para diferentes precipitados para a liga Al 7075 solubilizada 2 horas a 504°C temperada em água por MEV/EDS

| Elemento | Ponto 1<br>% em peso | Ponto 2<br>% em peso | Ponto 3<br>% em peso | Ponto 4<br>% em peso |
|----------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|
| Alumínio | 39,74                | 54,53                | 88,25                | 86,78                |
| Zinco    | 20,60                | -                    | 6,56                 | 7,27                 |
| Manganês | 10,70                | 0,92                 | 3,14                 | 3,07                 |
| Cobre    | 28,96                | 32,05                | 2,05                 | 2,15                 |
| Ferro    | -                    | 10,94                | -                    | -                    |
| Silício  | -                    | -                    | -                    | 0,73                 |

Tabela 4.14 Percentual em peso por elemento químico para diferentes precipitados para a liga Al 7075 solubilizada 36 horas a 504°C temperada em água por MEV/EDS..

| Elemento | Ponto 1<br>% em peso | Ponto 2<br>% em peso | Ponto 3<br>% em peso | Ponto 4<br>% em peso |
|----------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|
| Alumínio | 67,45                | 49,32                | 89,09                | 15,13                |
| Zinco    | 3,47                 | 3,94                 | 6,38                 | 3,88                 |
| Manganês | -                    | -                    | 2,63                 | 3,10                 |
| Cobre    | 7,00                 | 32,33                | 1,90                 | -                    |
| Ferro    | 21,99                | 14,92                | -                    | -                    |
| Silício  | -                    | -                    | -                    | -                    |

As Figura 4.44 a Figura 4.45 apresentam a análise qualitativa via EDS (line scan) da distribuição dos principais elementos de liga da liga Al 7075 solubilizada a 504°C resfriada em água por 2 e 36 horas, respectivamente.

Para tempo de encharque de 2 horas, a seta verde da Figura 4.44 atravessa o precipitado cinza claro e a Figura 4.45 apresenta em detalhe e o perfil de concentração dos principais elementos.

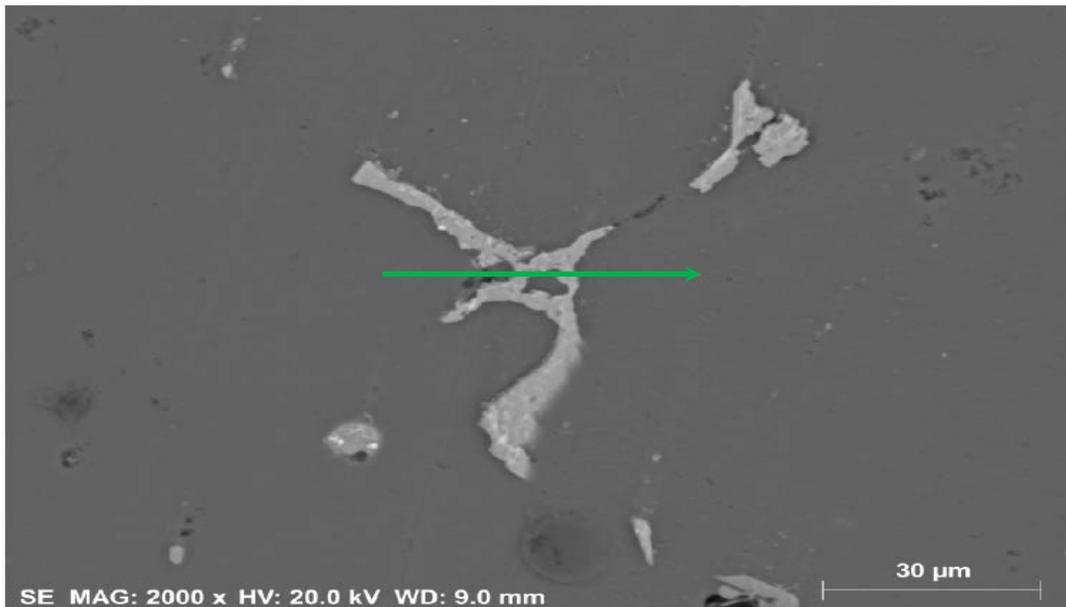


Figura 4.44. Microestrutura da liga Al 7075 solubilizada a 504°C por 2 horas e resfriada em água. Em destaque a linha de varredura do perfil de distribuição dos principais elementos de liga

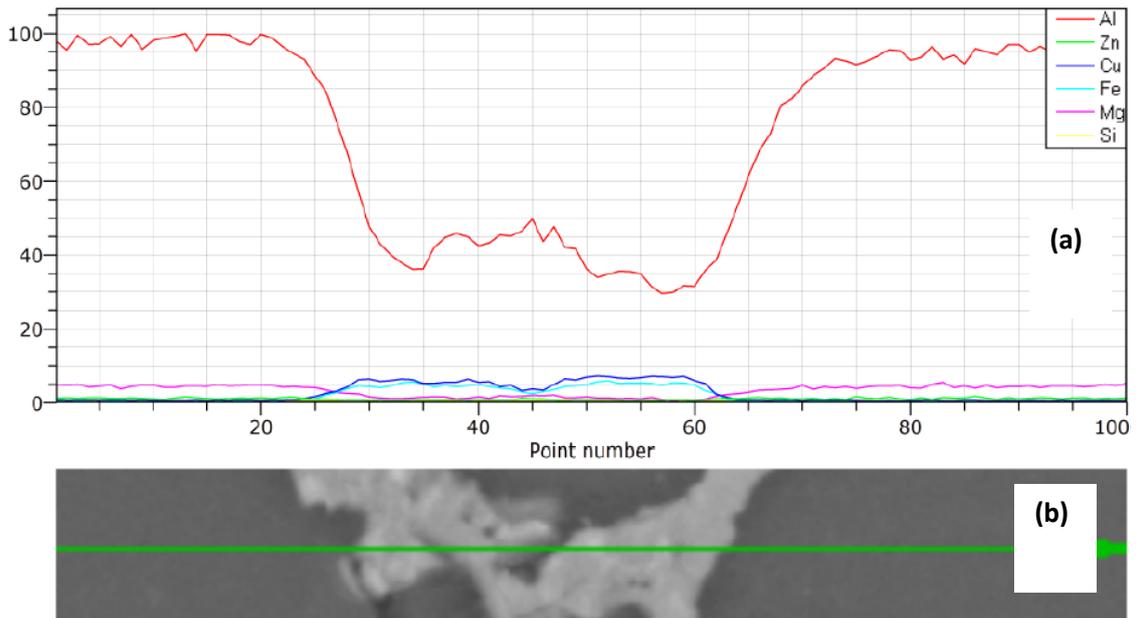


Figura 4.45(a) Perfil de distribuição dos principais elementos da liga Al 7075 solubilizada a 504°C por 2 horas e resfriada em água. (b) Ampliação da linha da varredura

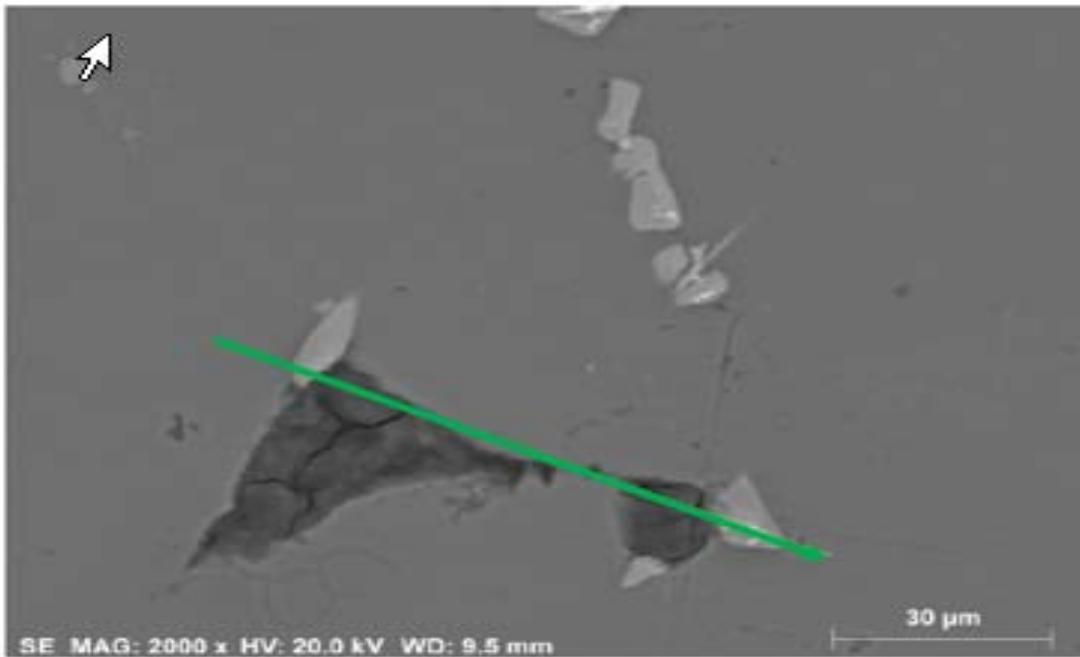


Figura 4.46 Microestrutura da liga Al 7075 solubilizada a 504°C por 36 horas e resfriada em água. Em destaque a linha de varredura do perfil de distribuição dos principais elementos de liga.

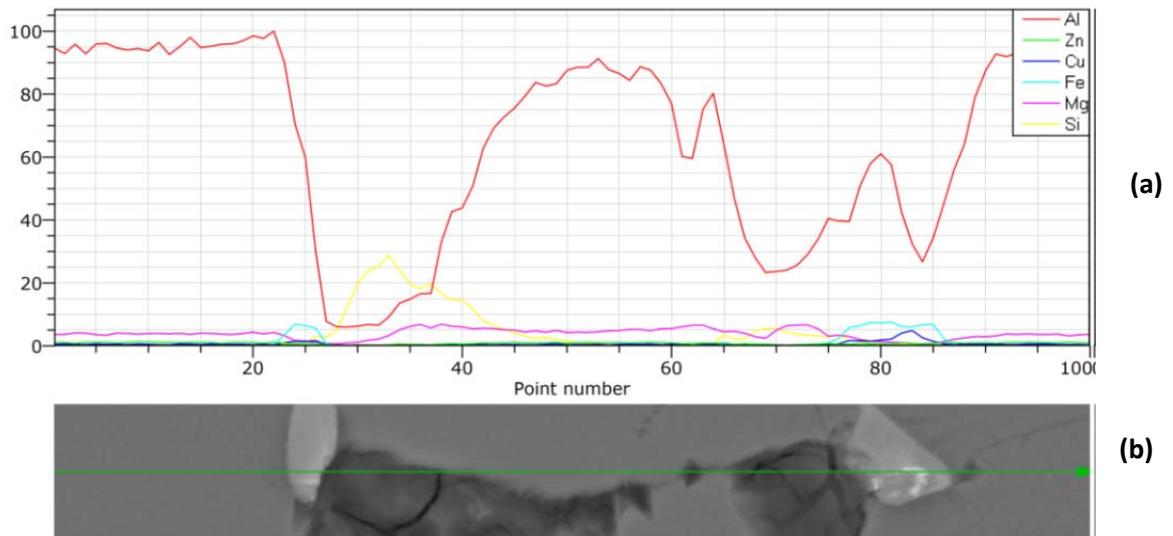


Figura 4.47 (a) Perfil de distribuição dos principais elementos da liga Al 7075 solubilizada a 504°C por 36 horas e resfriada em água. (b) Ampliação da linha da varredura.

Para solubilização de 36 horas, a seta verde da Figura 4.46 atravessa o precipitado cinza claro e Figura 4.47 apresenta em detalhe e o perfil de concentração dos principais elementos.

Observando a Figura 4.46 (a) e Figura 4.47(a) que apresentam os perfis de distribuição dos principais elementos, nota-se comportamentos diferentes dos elementos: o cobre (linha azul), e ferro (linha azul claro) não se dissolverem completamente na matriz de alumínio para um tempo de solubilização de 2 horas. Para o tempo de solubilização de 36 horas: o cobre (linha azul) já dissolveu completamente na matriz de alumínio, no entanto, o ferro (linha azul claro) permanece na forma de precipitado.

A diferença de entre os tempos de dissolução entre os elementos presentes na liga pode ser explicada pelos coeficientes de difusão dos mesmos, Tabela 4.15 Difusividade ( $D_0$ ) e Energia de ativação de difusão ( $Q$ ) dos principais elementos da liga Al7075

Tabela 4.15 Difusividade ( $D_0$ ) e Energia de ativação de difusão ( $Q$ ) dos principais elementos da liga Al7075

| Elemento | $D_0$<br>( $m^2/s$ )   | $Q$ , (KJ/mole) |
|----------|------------------------|-----------------|
| Mg       | $0,11 \times 10^{-3}$  | 117,2           |
| Zn       | $0,11 \times 10^{-4}$  | 83,7            |
| Cu       | $0,29 \times 10^{-4}$  | 125,6           |
| Fe       | $0,41 \times 10^{-14}$ | 58,6            |

Fonte: (NAYAN 2010)

Como pode ser observado, o Zn tem maior coeficiente de difusão, seguido pelo magnésio e pelo cobre, ou seja, o zinco e o magnésio dissolvem mais rápido que o cobre. Isso explica porque com menor tempo de tratamento (2 horas) o zinco e o magnésio já haviam sido totalmente dissolvidos e o cobre não. O cobre só foi completamente dissolvido após um tempo muito maior de tratamento de solubilização (36 horas).

O ferro e silício são as impurezas mais comuns no alumínio de pureza comercial, porém a solubilidade sólida do silício no alumínio, quando comparada com a solubilidade do ferro no alumínio, é relativamente alta, a máxima solubilidade situa-se em torno de 1,65% a 577°C, enquanto que a solubilidade do ferro no alumínio é muito pequena, < 0,006% a 500°C (J. E. HATCH 1984).

Já o ferro tem um coeficiente de difusão muito baixo. O ferro por sua vez, é praticamente insolúvel no alumínio mesmo após 36 horas de tratamento não foi dissolvido, formando compostos intermetálicos com o alumínio. Existem dados na literatura que atualmente as ligas comerciais de alumínio, têm sido obtidas e comercializadas com um teor maior de ferro graças aos processos de reciclagem na produção destas ligas que tem sido intenso (ZHANG, *et al.* 2012). Quanto ao silício, possivelmente, deve ser oriundo do processo de polimento das amostras, visto que não estava previsto na composição da liga.

### **4.3.3 Fração de precipitados da liga Al 7075 solubilizada/temperada em água**

A partir das imagens obtidas por MEV foram qualificados os precipitados conforme o tipo: compactados claros, escuros e acinzentado, conforme já apresentado na Figura 4.23 Microestrutura da liga Al 7075 bruta de solidificação. Em destaque a linha de varredura usada para o perfil de distribuição dos principais elementos de liga. Quando comparado com a condição bruta de solidificação, nota-se que em menor variedade, visto que o eutético (lamelar) se dissolveu na matriz. A Tabela 4.16 apresentam os resultados da fração de precipitados em função da taxa de resfriamento da solidificação, ou seja, dos espaçamentos interdendriticos para a liga Al 7075 solubilizada a 504°C por 2, 4 18 e 36 horas, respectivamente, e temperada em água. Nota-se que à medida que a taxa de resfriamento da solidificação diminui os espaçamentos aumentam e a fração de precipitados diminui, conforme já discutido no item 4.2.

Tabela 4.16 Liga Al 7075 solubilizada e resfriada em água, Taxa de resfriamento na solidificação, Espaços interdendríticos e fração de precipitados pelo método fração de área.

| Tempo de encharque na solubilização (horas) | Taxa de resfriamento na solidificação (Equação 4.1) (°C/s) | Espaçamento interdendrítico (μm) |            | Fração precipitados (%) |            |
|---|--|----------------------------------|------------|-------------------------|------------|
|   |  | Média                            | Desvio (%) | Média                   | Desvio (%) |
| 2   | 2,74   | 135±15                           | 11         | 5,12±0,12               | 2          |
|   | 1,92   | 164±21                           | 13         | 4,31±0,15               | 3          |
|   | 1,84   | 168±18                           | 11         | 4,28±0,18               | 4          |
|   | 1,39   | 196±25                           | 13         | 3,40±0,14               | 4          |
|   | 0,91   | 247±27                           | 11         | 2,49±0,18               | 7          |
|   | 0,62   | 305±37                           | 12         | 2,15±0,12               | 6          |
| 4   | 2,74   | 135±15                           | 11         | 3,69±0,24               | 7          |
|   | 1,92   | 164±21                           | 13         | 3,18±0,19               | 6          |
|   | 1,84   | 168±18                           | 11         | 3,16±0,14               | 4          |
|   | 1,39   | 196±25                           | 13         | 2,57±0,13               | 5          |
|   | 0,91   | 247±27                           | 11         | 1,84±0,31               | 9          |
|   | 0,62   | 305±37                           | 12         | 1,21±0,18               | 8          |
| 18  | 2,74   | 135±15                           | 11         | 1,24±0,09               | 7          |
|   | 1,92   | 164±21                           | 13         | 0,86±0,11               | 13         |
|   | 1,84   | 168±18                           | 11         | 0,81±0,07               | 9          |
|   | 1,39   | 196±25                           | 13         | 0,74±0,10               | 14         |
|   | 0,91   | 247±27                           | 11         | 0,70±0,08               | 11         |
|   | 0,62   | 305±37                           | 12         | 0,33±0,09               | 15         |
| 36  | 2,74   | 135±15                           | 11         | 0,91±0,12               | 15         |
|   | 1,92   | 164±21                           | 13         | 0,77±0,15               | 12         |
|   | 1,84   | 168±18                           | 11         | 0,76±0,18               | 24         |
|   | 1,39   | 196±25                           | 13         | 0,62±0,14               | 12         |
|   | 0,91   | 247±27                           | 11         | 0,54±0,25               | 28         |
|   | 0,62   | 305±37                           | 12         | 0,21±0,37               | 18         |

A Figura 4.50 apresenta os resultados experimentais da fração de precipitados em função da taxa de resfriamento na solidificação. Fica claro que a medida se aumenta o tempo de encharque há uma redução da fração de precipitados. Além disso, nota-se uma mesma tendência para todos os tempos de encharque: a fração de precipitados aumenta com o aumento da taxa de resfriamento na solidificação, ou seja, com a redução da dos espaçamentos interdendríticos.

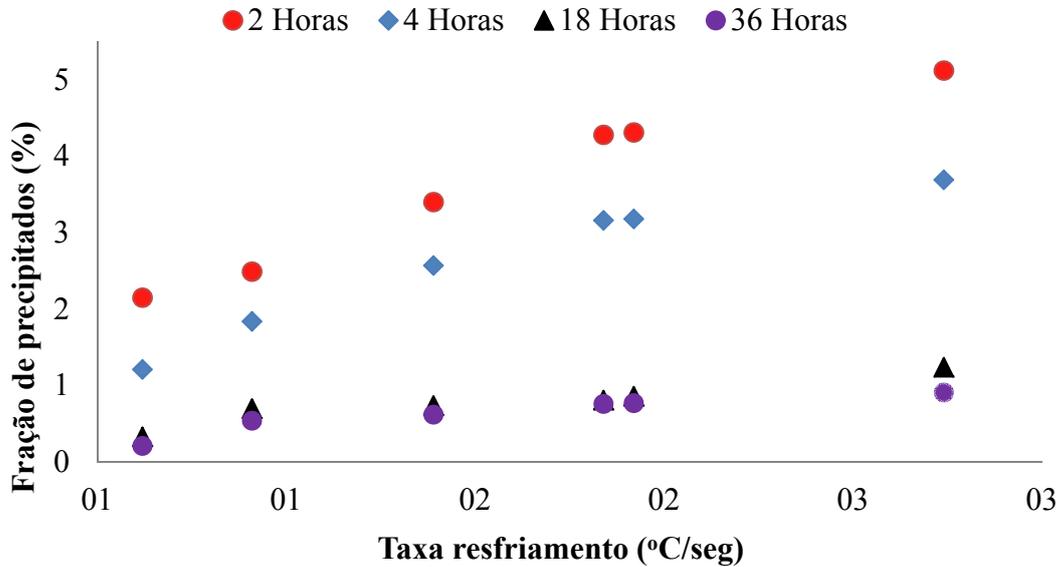


Figura 4.48 Fração de precipitados em função da taxa de resfriamento na solidificação para a liga 7075 solubilizada a 504°C por 2, 4 18 e 36 horas, e resfriadas em água

#### 4.3.4 Previsão do tempo para dissolução dos precipitados para a liga Al 7075

A literatura apresenta equações para a previsão do tempo de encharque durante a solubilização [colocar várias referencias já usadas na revisão sobre isto]. Entre as equações apresentadas na literatura a mais utilizada é a equação (4.2):

$$t = \left( \frac{\lambda^2 \ln \left( \frac{A_t}{A_o} \right)}{4\pi^2 D_o e^{\left( \frac{Q}{RT} \right)}} \right) \quad (4.2)$$

Onde o tempo de encharque varia com o quadrado do espaçamento interdendrítico.

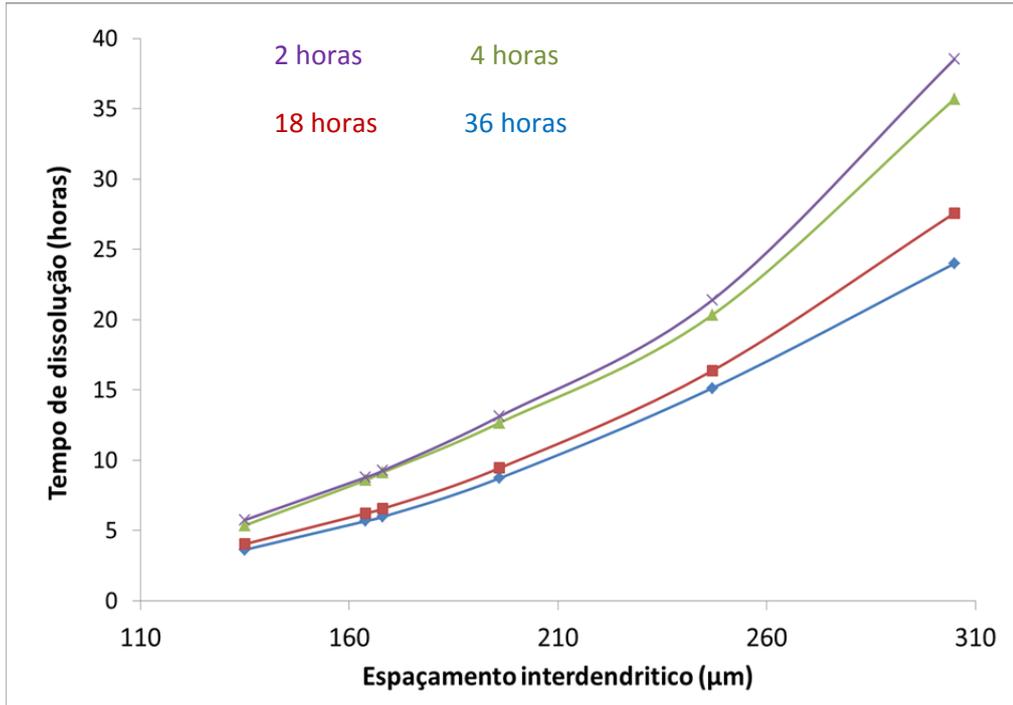
A equação 4.2 foi utilizada para prever o tempo necessário para a dissolução da liga Al 7075. A Tabela 4.17 apresenta os valores das constantes utilizadas.

Tabela 4.17 Valores constantes utilizadas em a equação 4,2 prever o tempo de dissolução liga 7075.

| Parâmetro                   | Valores      | Unidades           | Referência              |
|-----------------------------|--------------|--------------------|-------------------------|
| Coeficiente de Difusão (Do) | 0,084        | cm <sup>2</sup> /s | (DENG, YIN e CONG 2012) |
| Constante dos Gases (R)     | 8,314        | ----               |                         |
| Temperatura (T)             | 777,15 (504) | °K (°C)            |                         |
| Energia de ativação         | 125000       | (J/mol)            |                         |
| Espaçamento ( $\lambda$ )   |              | cm                 |                         |

Os resultados da previsão do tempo para a dissolução dos precipitados pela equação 4.2 são apresentados na Figura 4.49(a) em conjunto com os resultados experimentais obtidos por fração de área Figura 4.49 (b). Nota-se que os resultados são divergentes. Enquanto a equação 4.2 resulta num aumento do tempo com o quadrado dos espaçamentos interdendriticos, os dados experimentais revelam uma tendência inversa, ou seja, uma redução do tempo de encharque com o aumento dos espaçamentos interdendriticos. Esta tendência ocorreu para todos os tempos de encharque e já tinha sido observada na Figura 4.44. As possíveis razões para tal divergência entre os comportamentos são:

- (1) Com o decorrer da solidificação a taxa de resfriamento diminui, e a fração de soluto rejeitado durante a frente da solidificação também diminui. Pois ocorre a formação do zonamento ou “*coring*”, com regiões cada vez mais ricas de soluto dentro dos grãos. E menor quantidade de fase eutética nos contornos de grãos que formam os precipitados que serão dissolvidos durante a homogeneização.
- (2) Os contornos de grãos oriundos da rejeição de soluto possuem em quantidade enorme de defeitos [Belova e Murch, 2006]. Portanto, os coeficientes de dissolução são muito maiores nos contornos de grão. Com isto o tempo necessário para a dissolução é muito menor na prática do que previsto pela equação teórica.



fracc

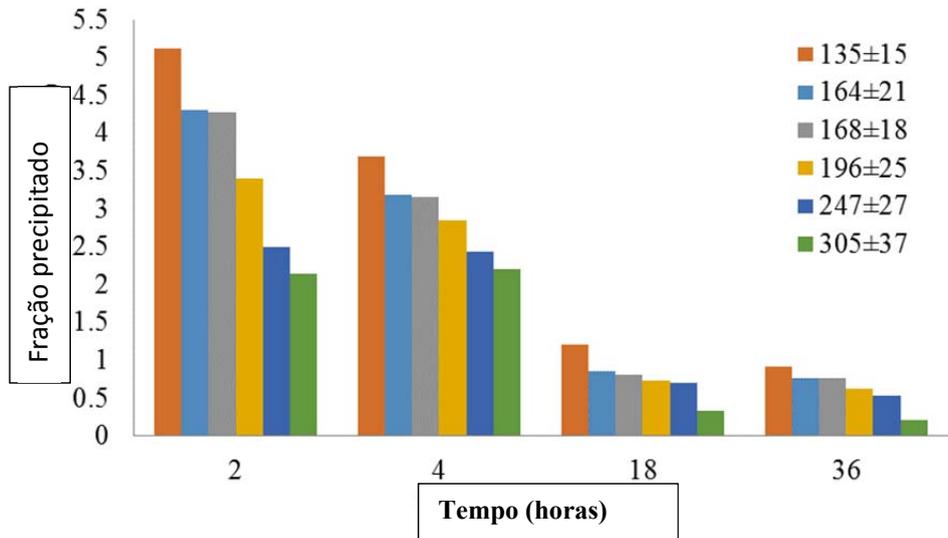


Figura 4.49 Liga Al 7075 solubilizada a 504°C e temperada em água – (a)Tempo de dissolução/homogeneização teórico em função dos espaçamentos interdendriticos: previstos pela equação 4.2 (b) Fração de eutectico experimental em função dos tempos de solubilização

### 4.3.5 Dureza da liga Al 7075 solubilizada e temperada em água

A Tabela 4.18 apresenta os resultados de dureza Brinell para a liga Al 7075 inicialmente refundida, solidificada em diferentes taxas de resfriamento e solubilizada a 504°C por tempos de 2, 4, 18 e 36 horas com posterior têmpera em água.

Tabela 4.18. Liga Al 7075 Solubilizada a 504°C por 2, 4, 18, 36 horas e temperada em água

| Tempo de solubilização (horas) | Espaçamento Interdendrítico ( $\mu\text{m}$ ) |            | Dureza (HB) |        |            |            |
|--------------------------------|---|------------|-------------|--------|------------|------------|
|                                | Média   | Desvio (%) | Máxima      | Mínima | Média      | Desvio (%) |
| 2                              | 135 $\pm$ 15                                  | $\pm$ 11   | 92          | 85     | 89 $\pm$ 3 | $\pm$ 3    |
|                                | 164 $\pm$ 21                                  | $\pm$ 13   | 84          | 74     | 79 $\pm$ 3 | $\pm$ 4    |
|                                | 168 $\pm$ 18                                  | $\pm$ 10   | 85          | 83     | 84 $\pm$ 1 | $\pm$ 1    |
|                                | 196 $\pm$ 25                                  | $\pm$ 12   | 71          | 67     | 69 $\pm$ 2 | $\pm$ 3    |
|                                | 247 $\pm$ 27                                  | $\pm$ 11   | 74          | 71     | 72 $\pm$ 1 | $\pm$ 1    |
|                                | 305 $\pm$ 37                                  | $\pm$ 12   | 68          | 61     | 65 $\pm$ 3 | $\pm$ 5    |
| 4                              | 135 $\pm$ 15                                  | $\pm$ 11   | 89          | 80     | 83 $\pm$ 4 | $\pm$ 5    |
|                                | 164 $\pm$ 21                                  | $\pm$ 13   | 85          | 82     | 83 $\pm$ 1 | $\pm$ 1    |
|                                | 168 $\pm$ 18                                  | $\pm$ 10   | 81          | 80     | 81 $\pm$ 1 | $\pm$ 1    |
|                                | 196 $\pm$ 25                                  | $\pm$ 12   | 77          | 76     | 77 $\pm$ 1 | $\pm$ 1    |
|                                | 247 $\pm$ 27                                  | $\pm$ 11   | 81          | 77     | 79 $\pm$ 2 | $\pm$ 3    |
|                                | 305 $\pm$ 37                                  | $\pm$ 12   | 73          | 65     | 70 $\pm$ 3 | $\pm$ 4    |
| 18                             | 135 $\pm$ 15                                  | $\pm$ 11   | 93          | 75     | 85 $\pm$ 5 | $\pm$ 5    |
|                                | 164 $\pm$ 21                                  | $\pm$ 13   | 96          | 70     | 86 $\pm$ 7 | $\pm$ 8    |
|                                | 168 $\pm$ 18                                  | $\pm$ 10   | 80          | 72     | 76 $\pm$ 2 | $\pm$ 2    |
|                                | 196 $\pm$ 25                                  | $\pm$ 12   | 88          | 84     | 86 $\pm$ 1 | $\pm$ 2    |
|                                | 247 $\pm$ 27                                  | $\pm$ 11   | 83          | 68     | 77 $\pm$ 3 | $\pm$ 4    |
|                                | 305 $\pm$ 37                                  | $\pm$ 12   | 89          | 75     | 82 $\pm$ 3 | $\pm$ 4    |
| 36                             | 135 $\pm$ 15                                  | $\pm$ 11   | 85          | 76     | 81 $\pm$ 3 | $\pm$ 4    |
|                                | 164 $\pm$ 21                                  | $\pm$ 13   | 77          | 68     | 73 $\pm$ 3 | $\pm$ 4    |
|                                | 168 $\pm$ 18                                  | $\pm$ 10   | 77          | 71     | 74 $\pm$ 2 | $\pm$ 3    |
|                                | 196 $\pm$ 25                                  | $\pm$ 12   | 77          | 75     | 76 $\pm$ 1 | $\pm$ 1    |
|                                | 247 $\pm$ 27                                  | $\pm$ 11   | 80          | 71     | 76 $\pm$ 4 | $\pm$ 5    |
|                                | 305 $\pm$ 37                                  | $\pm$ 12   | 67          | 63     | 65 $\pm$ 2 | $\pm$ 3    |

A Figura 4.50 apresenta os resultados do ensaio de dureza Brinell em função do espaçamento interdendrítico para a liga Al 7075 solubilizada a 504°C por 2, 4, 18, 36 horas, respectivamente, e temperada em água.

Comparando os resultados da Tabela 4.18 e a figura 4.47 pode-se notar que há uma leve tendência de redução da dureza com o aumento do espaçamento interdendrítico, ou seja, com a redução da taxa de resfriamento.

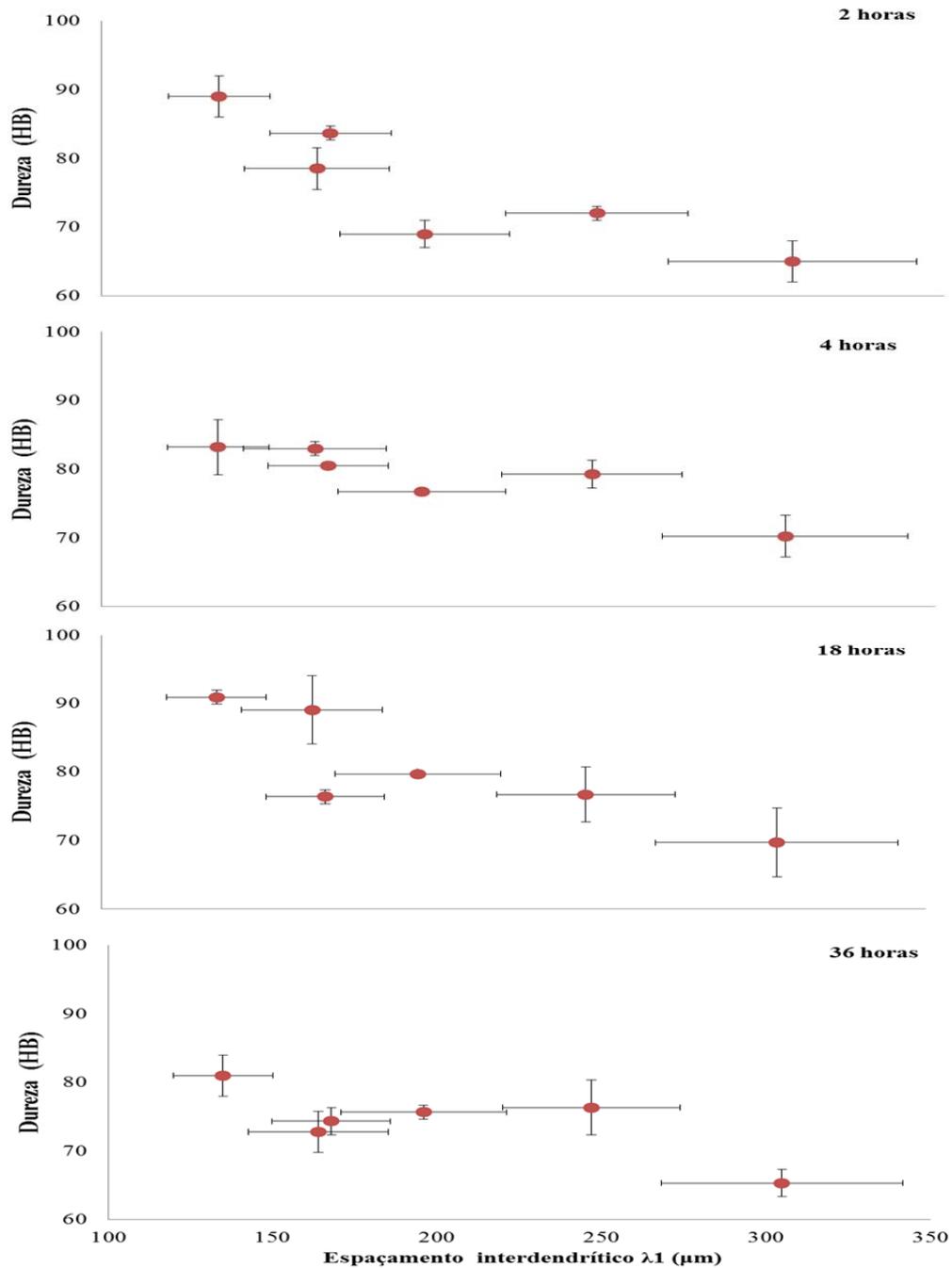


Figura 4.50 Dureza Brinell em função espaçamento interdendrítico primário da liga Al 7075 solubilizada a 504°C por 2,4, 18 e 36 horas e resfriada em água.

### 4.3.6 Microdureza da liga Al 7075 solubilizada/temperada em água

As Tabela 4.19 apresentam os resultados de microdureza Vickers para a liga Al 7075 inicialmente refundida, solidificada em diferentes taxas de resfriamento e solubilizada a 504°C por intervalos de tempos diferentes (2, 4, 18 e 36 horas) com posterior têmpera em água.

Tabela 4.19 Liga Al 7075 Solubilizada a 504°C por 2, 4, 18, 36 horas e temperada em água Espaços interdendriticos e microdureza Vickers

| Tempo de solubilização (horas) | Espaçamento interdendritico ( $\mu\text{m}$ ) |            | Microdureza (HV) |        |                |            |
|--------------------------------|---|------------|------------------|--------|----------------|------------|
|                                | Média   | Desvio (%) | Máxima           | Mínima | Média          | Desvio (%) |
| 2                              | 135 $\pm$ 15                                  | 11         | 87,0             | 73,4   | 80,9 $\pm$ 5,7 | $\pm$ 3    |
|                                | 164 $\pm$ 21                                  | 13         | 89,3             | 78,5   | 82,9 $\pm$ 4,2 | $\pm$ 4    |
|                                | 168 $\pm$ 18                                  | 10         | 82,2             | 78,9   | 81,3 $\pm$ 1,1 | $\pm$ 1    |
|                                | 196 $\pm$ 25                                  | 12         | 87,2             | 81,5   | 83,6 $\pm$ 2,3 | $\pm$ 3    |
|                                | 247 $\pm$ 27                                  | 11         | 96,5             | 89,2   | 93,2 $\pm$ 2,5 | $\pm$ 1    |
|                                | 305 $\pm$ 37                                  | 12         | 87,8             | 75,6   | 82,7 $\pm$ 4,1 | $\pm$ 5    |
| 4                              | 135 $\pm$ 15                                  | 11         | 91,1             | 82,4   | 86,6 $\pm$ 3,0 | $\pm$ 3    |
|                                | 164 $\pm$ 21                                  | 13         | 93,5             | 71,4   | 84,0 $\pm$ 5,8 | $\pm$ 7    |
|                                | 168 $\pm$ 18                                  | 10         | 84,2             | 78,3   | 81,6 $\pm$ 1,8 | $\pm$ 1    |
|                                | 196 $\pm$ 25                                  | 12         | 81,7             | 76,1   | 78,6 $\pm$ 1,6 | $\pm$ 2    |
|                                | 247 $\pm$ 27                                  | 11         | 86,0             | 81,2   | 83,6 $\pm$ 1,5 | $\pm$ 2    |
|                                | 305 $\pm$ 37                                  | 12         | 85,6             | 78,8   | 82,8 $\pm$ 1,9 | $\pm$ 4    |
| 18                             | 135 $\pm$ 15                                  | 11         | 93,2             | 75,8   | 85,7 $\pm$ 4,6 | $\pm$ 5    |
|                                | 164 $\pm$ 21                                  | 13         | 96,0             | 70,4   | 86,9 $\pm$ 6,6 | $\pm$ 8    |
|                                | 168 $\pm$ 18                                  | 10         | 80,1             | 72,4   | 76,5 $\pm$ 1,8 | $\pm$ 2    |
|                                | 196 $\pm$ 25                                  | 12         | 88,3             | 84,2   | 86,5 $\pm$ 1,4 | $\pm$ 1    |
|                                | 247 $\pm$ 27                                  | 11         | 83,5             | 68,8   | 77,6 $\pm$ 3,4 | $\pm$ 4    |
|                                | 305 $\pm$ 37                                  | 12         | 89,6             | 75,0   | 82,9 $\pm$ 3,2 | $\pm$ 4    |
| 36                             | 135 $\pm$ 15                                  | 11         | 94,8             | 73,0   | 87,0 $\pm$ 5,7 | $\pm$ 7    |
|                                | 164 $\pm$ 21                                  | 13         | 88,7             | 76,3   | 84,2 $\pm$ 3,6 | $\pm$ 4    |
|                                | 168 $\pm$ 18                                  | 10         | 79,0             | 72,2   | 74,6 $\pm$ 2,9 | $\pm$ 4    |
|                                | 196 $\pm$ 25                                  | 12         | 79,6             | 65,6   | 70,7 $\pm$ 3,6 | $\pm$ 5    |
|                                | 247 $\pm$ 27                                  | 11         | 72,3             | 65,8   | 68,4 $\pm$ 1,7 | $\pm$ 2    |
|                                | 305 $\pm$ 37                                  | 12         | 74,7             | 70,5   | 70,5 $\pm$ 1,2 | $\pm$ 2    |

A Figura 4.51 apresenta os resultados do ensaio de microdureza Vickers em função do espaçamento interdendritico para a liga Al 7075 solubilizada a 504°C em intervalos diferentes (2, 4, 18, 36 horas) e temperada em água.

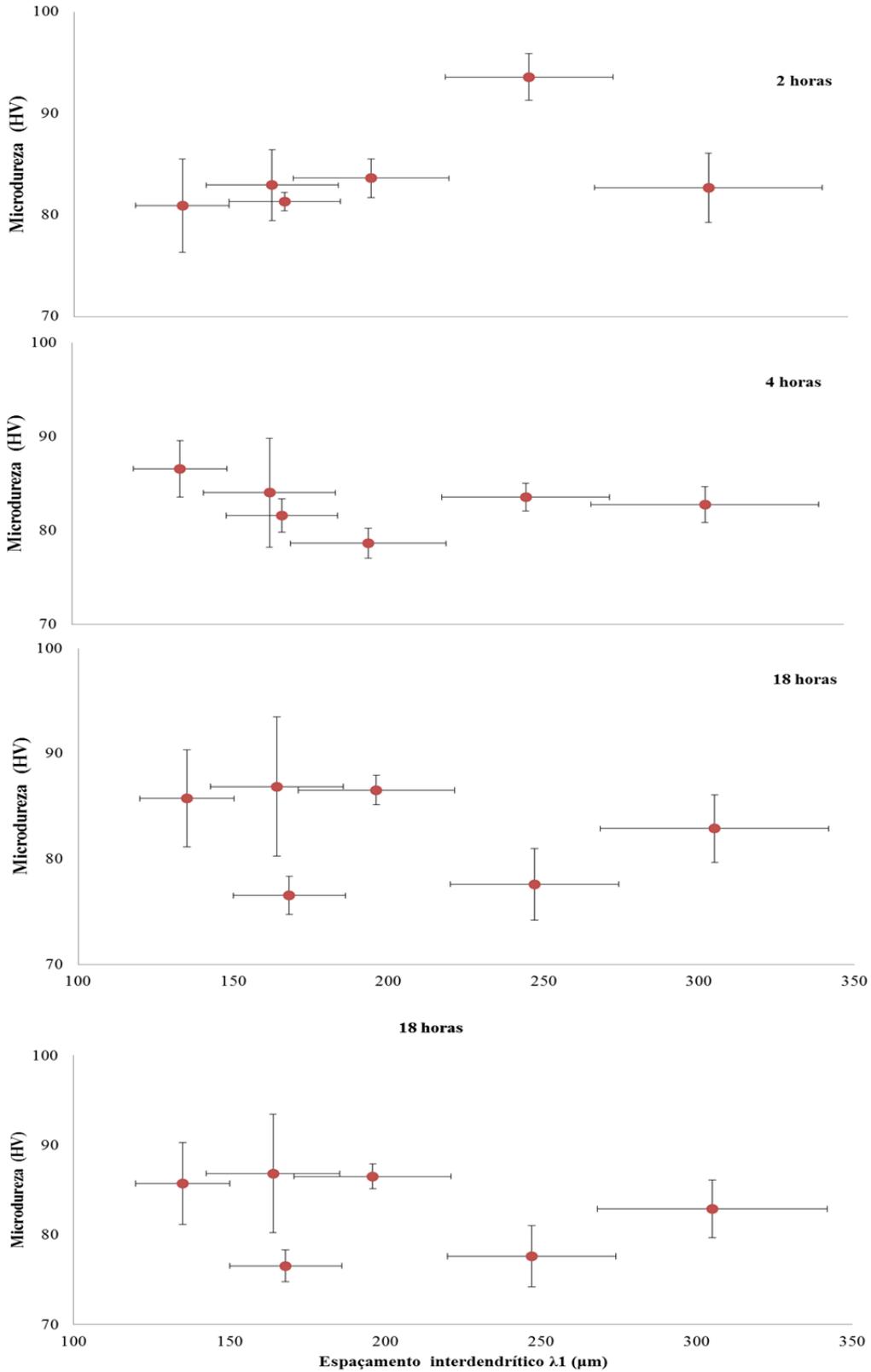


Figura 4.51 Microdureza Brinell em função espaçamento interdendrítico primário da liga Al 7075 solubilizada a 504°C por 2,4, 18 e 36 horas e resfriada em água.

Comparando as **Erro! Fonte de referência não encontrada.** (bruta de solidificação) e Tabela 4.13 (solubilizada) em conjunto com as Figura 4.28 (bruta de solidificação) e Figura 4.50 (solubilizada), quanto a dispersão das medidas de dureza não há grandes diferenças. Pois mesmo os espaçamentos variando em torno de 12% as medidas de dureza variam, no máximo, em torno de 4%.

Para a microdureza Vickers (HV) as Tabela 4.11 (bruta de solidificação) e Tabela 4.19(solubilizada) em conjunto com as Figura 4.29 (bruta de solidificação) e Figura 4.51(solubilizada), quanto às medidas de microdureza não há grandes diferenças. E as medidas de dureza variam, no máximo, em torno de 6%.

#### **4.3.7 Comparação dos resultados de dureza e microdureza nas condições: bruta de solidificação, solubilizada/temperada em água, conforme recebida**

A Figura 4.11 e a Figura 4.12 apresentam as durezas e microdurezas para as condições: alumínio puro Al 1016; liga Al 7075 T6 51 conforme recebida; liga Al 7075 na condição bruta de solidificação e solubilizada por 2, 4, 18 e 36 horas com tempera em água.

Ao analisar a Figura 4.11 e a Figura 4.12 pode-se perceber que houve uma redução da dureza e da microdureza após a solubilização independente do tempo de encharque. Durante a solubilização, isto é, com temperatura alta (504°C) e tempo adequado houve a dissolução dos contornos de grãos, especialmente a fase estética. Com o decorrer do tempo, os elementos de liga Zn, Mg e Cu foram sendo dissolvidos na matriz de alumínio formando uma solução sólida. O processo de tempera em água, com alta taxa de resfriamento, visou manter estes elementos em solução sólida.

Salienta-se que, durante a aquisição destas medidas de dureza e microdureza foram tomados cuidados para que não ocorresse precipitação: (a) as medidas foram realizadas o mais rápido possível, com intervalos não maiores que 30 minutos após a tempera; (b) as amostras foram mantidas em baixa temperatura, não mais do que -7°C; (c) durante as medidas as amostras não ficaram expostas a temperatura ambiente mais do que 4 minutos.

Analisando as figuras 4.30 e a figura 4.31 pode-se notar que ocorre uma pequena variação tanto da dureza quanto da microdureza em função da variação da taxa de resfriamento, ou seja, dos espaçamentos interdendriticos, para qualquer tempo de solubilização.

Quanto aos resultados de dureza (figura 4.30) nota-se uma redução quando comparada com o estado bruto de solidificação e uma leve tendência de queda em função do aumento do espaçamento interdendritico. As possíveis razões para tal comportando são:

- (1) Os contornos de grão, oriundos da rejeição de soluto durante a solidificação, e que atuavam como barreira dificultando a deformação nas indentações, foram dissolvidos durante a solubilização.
- (2) Na medida de dureza a indentação cobre uma região com uma grande quantidade de grãos, por isto a medida é na verdade uma média, conforme já discutido no item 4.2. No entanto, também cobre poros. Os poros reduzem a dureza, visto que não contribuem com resistência a deformação. Além, disso com o aumento dos espaçamentos os poros aumentam de tamanho (MELO 1996). Figura 4.52 confirma esta afirmação.
- (3) Conforme já apresentado na Tabela 4xx, as medidas experimentais de fração de precipitados diminuem à medida que os espaçamentos aumentam, resultando numa menor quantidade de precipitados para serem dissolvidos. Portanto, a resistência dos contornos foi reduzida pela dissolução, no entanto, com menor quantidade de elementos em solução solida na matriz para aumentar a dureza.

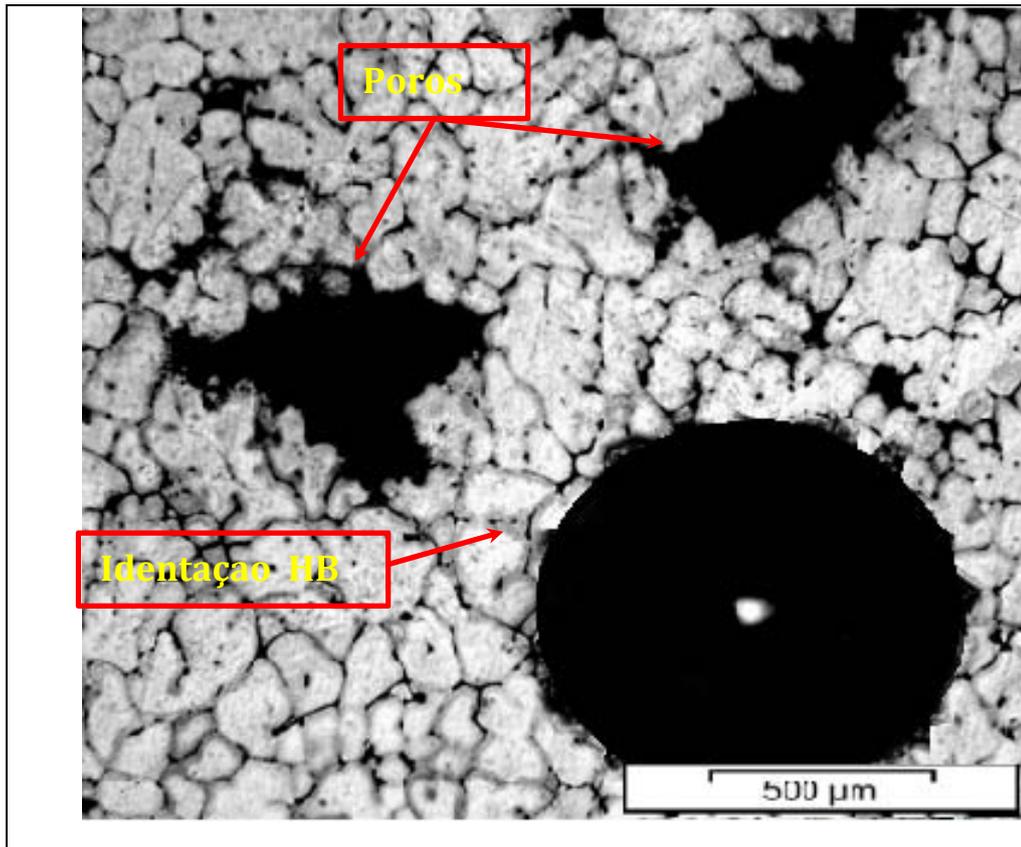


Figura 4.52 Imagem comparativa da indentação feita pelo penetrador do durômetro (dureza Brinell) e os poros presentes a liga Al7075. Microscopia óptica. Ataque com Keller por 3s

Quanto aos resultados de microdureza Figura 4.12 fica evidente a diminuição após a solubilização independente do tempo de encharque. No entanto, com a variação da taxa de resfriamento na solidificação, ou seja, com os espaçamentos não há uma tendência definida. As possíveis razões para tal comportamento são:

- (1) Na indentação da microdureza a área é muito menor, possivelmente dentro de um grão. Portanto, as medidas são pontuais e não uma média como na medida de dureza.
- (2) As micrografias demonstram que houve dissolução do contorno de grãos, mas não fica claro que houve homogeneização completa da matriz. Além disso, só houve dissolução da fase eutética, e os precipitados ferro continuam presentes.
- (3) Neste caso, os poros não contribuem para a redução da microdureza. Visto que, são evitados durante as indentações.

No caso da liga 7075 bruta de solidificação, para espaçamentos variando entre 100 e 300  $\mu\text{m}$ , tem-se grãos com uma fase primária rica de alumínio e contornos de grãos bem definidos de precipitados ricos de elementos. O aumento da dureza da microdureza, quando comparados com o alumínio comercialmente puro, se deve aos mecanismos de endurecimento: solução sólida e contornos de grão. O mecanismo de solução sólida ocorre com a introdução dos elementos de liga Zn, Mn, Cu, Fe etc. que distorcem a rede. (RYEN, NIJS, *et al.* 2006).

O mecanismo de barreira de contornos de grão, fica evidente com a rejeição de solutos durante a solidificação, e a formação de precipitados nos contornos de grão. A soma destes dois mecanismos é que propicia um ganho de 80 % na dureza da liga Al 7075 bruta de solidificação.

No caso da liga Al 7075 na condição solubilizada a 504°C por 2, 4, 18 e 36 horas e tempera em água, houve a dissolução da maior parte dos precipitados dos contornos de grão. Mas, como não houve deformação mecânica, possivelmente não houve aumento de tamanho de grãos. Portanto, a parcela de endurecimento por contorno de grãos foi reduzida pela dissolução da barreira de precipitados formada durante a solidificação. Mas por outro lado, houve um aumento da parcela de endurecimento por solução sólida, advinda do enriquecimento da matriz de alumínio com os elementos dos contornos de grão.

Comparando os resultados de dureza e microdureza pode-se constatar que o aumento de resistência por contorno de grãos é maior do que por solução sólida. Resultados semelhantes foram apresentados por (RYEN, HOLMEDA, *et al.* 2006)

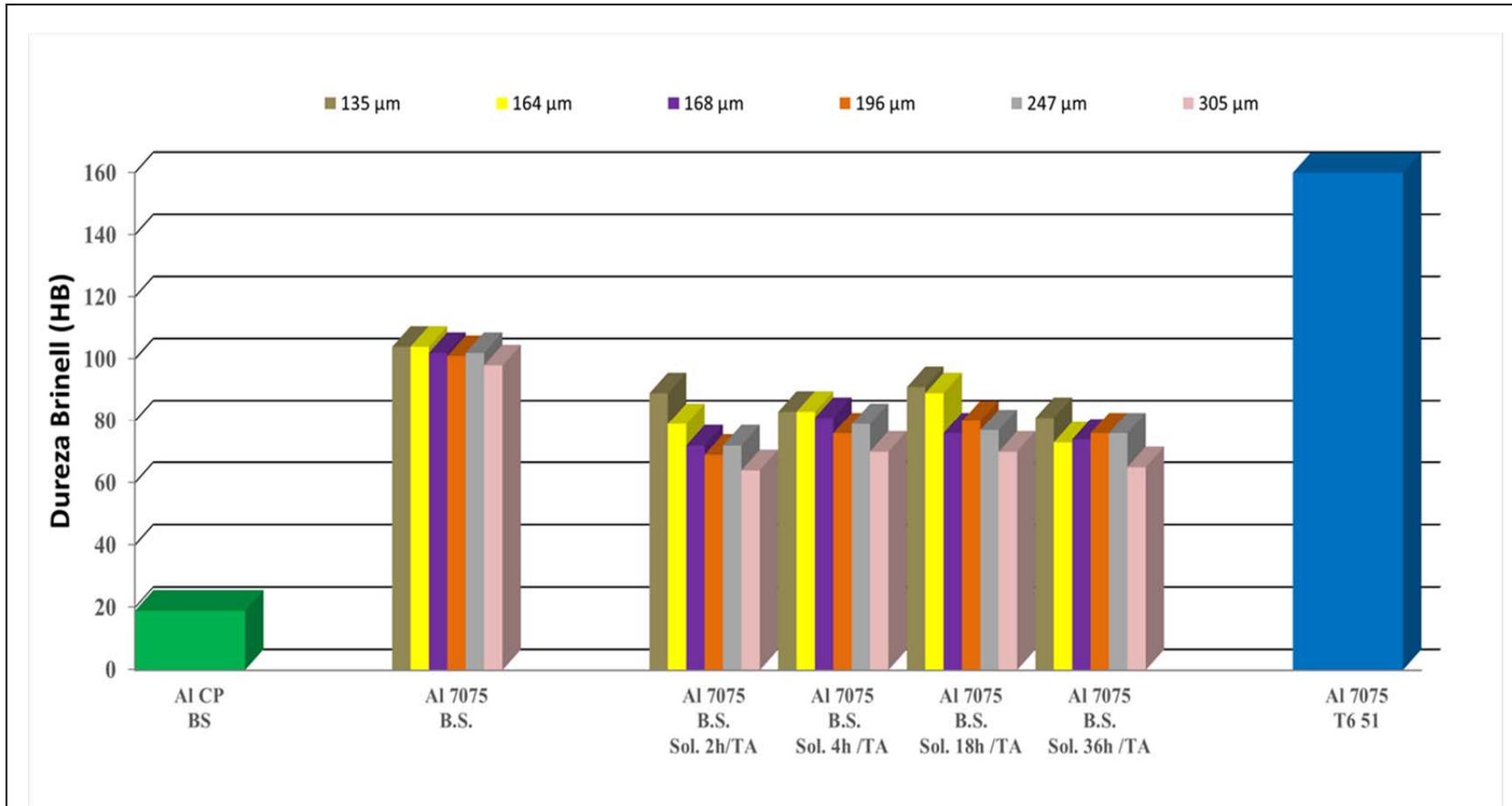


Figura 4.53 Influência na Dureza com (1) a adição de soluto: Alumínio comercialmente puro (AL CP) versus liga comercial Al 7075 e com (2) as condições de processamento: Bruta de solidificação (BS) para diferentes taxas de solidificação (vide espaçamentos interdendricos)

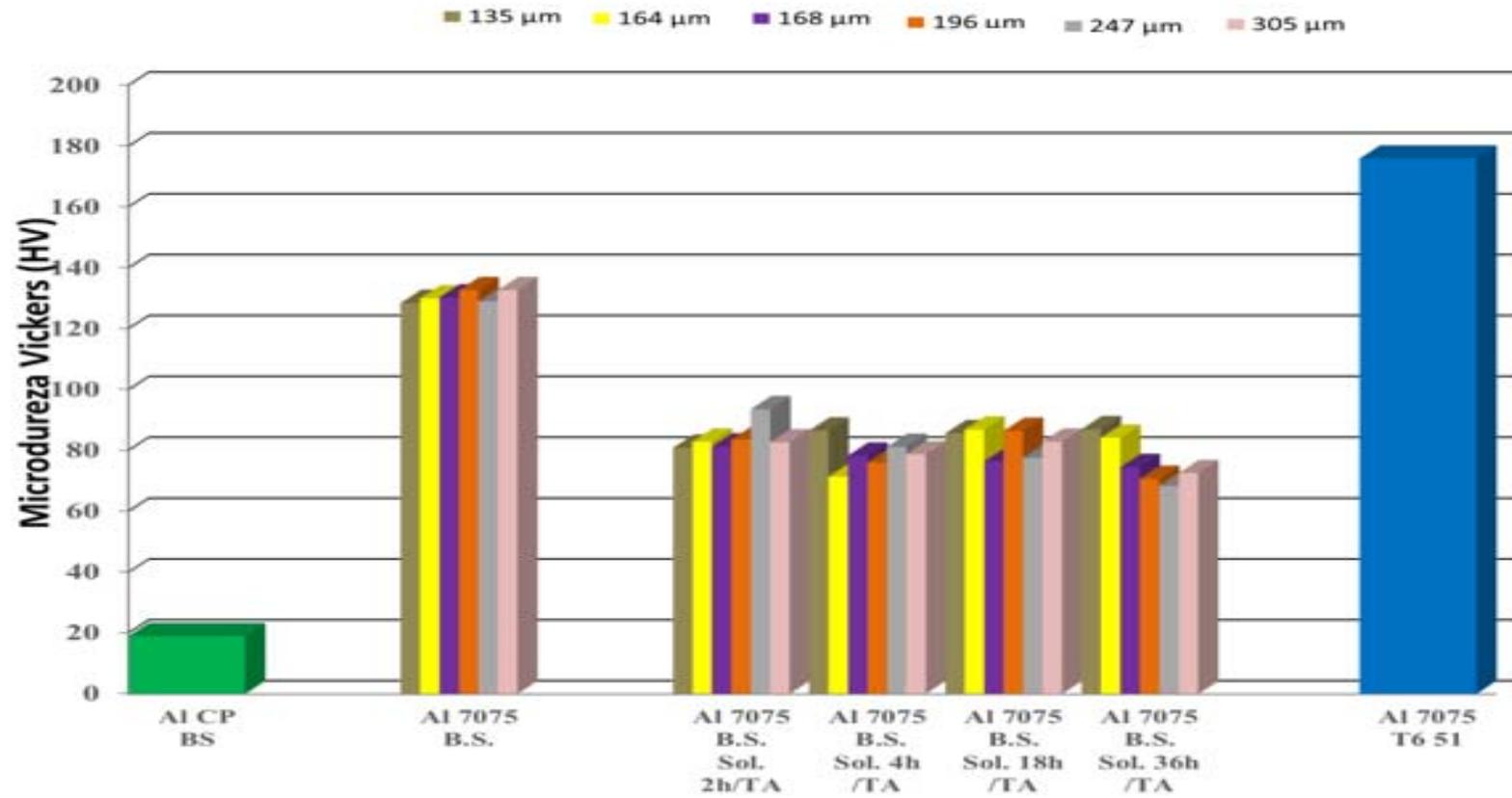


Figura 4.54 Influência na microdureza com (1) a adição de soluto: Alumínio comercialmente puro (AL CP) versus liga comercial Al 7075 e com (2) as condições de processamento: Bruta de solidificação (BS) para diferentes taxas de solidificação (vide espaçamentos interdendricos)

## 4.4 Caracterizações da liga Al 7075 envelhecida artificialmente

Prosseguindo com a metodologia de acompanhar as alterações na microestrutura e nas propriedades da liga Al 7075 e em função dos processos de fabricação envolvidos, amostras previamente refundidas, solidificadas direcionalmente, solubilizadas e temperadas em água, foram envelhecidas artificialmente a 120°C por 24 horas, conforme descrito no Capítulo 3. Nesta etapa o propósito é avaliar a influência do tempo de encharque durante a solubilização na etapa de envelhecimento.

### 4.4.1 Microscopia óptica da liga Al 7075 envelhecida artificialmente

A Figura 4.55 apresenta a microestrutura encontrada para a liga Al 7075 com espaçamento interdendrítico de  $247 \pm 27 \mu\text{m}$ , solubilizada a 504°C por 36 horas, temperada em água e envelhecida a 120°C por 24 horas.

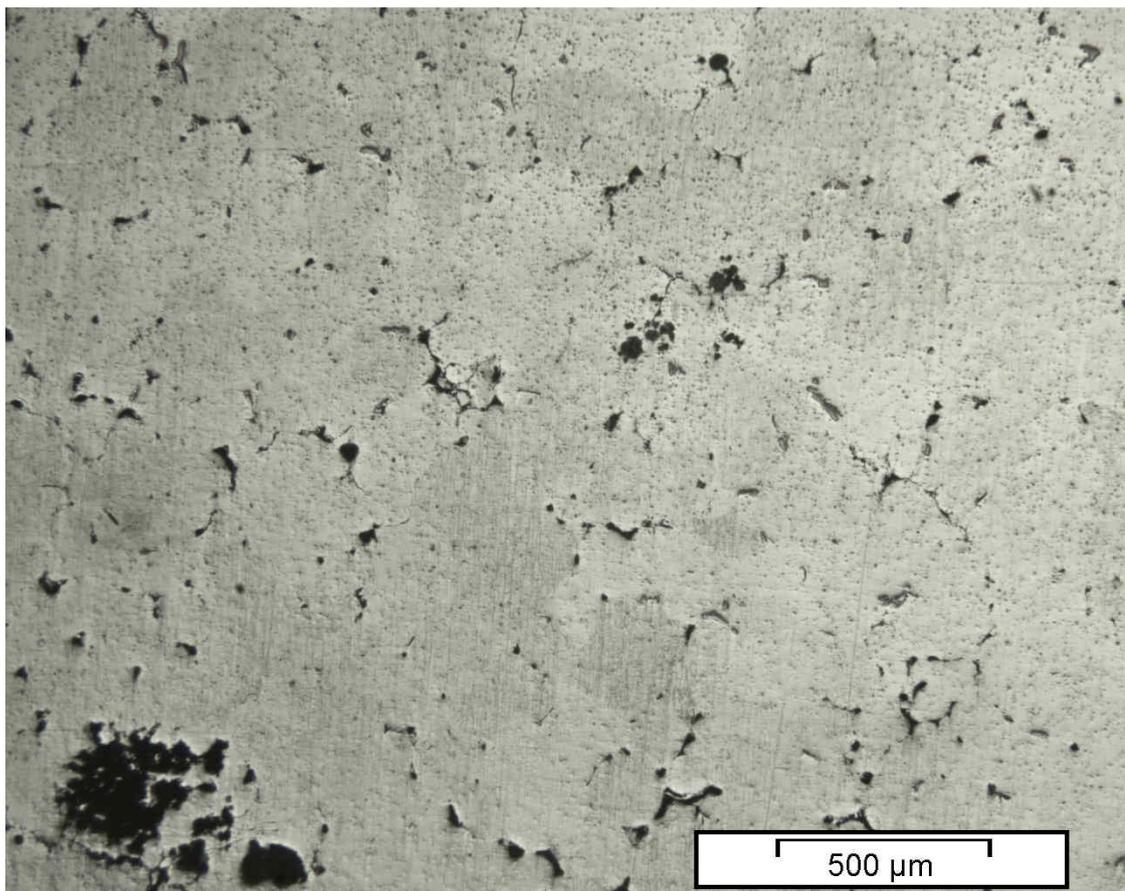


Figura 4.55 Microestrutura da típica da liga Al 7075 (com espaçamento interdendrítico de  $247 \pm 27 \mu\text{m}$ ), solubilizada a 504°C por 36 horas, temperada em água e envelhecida a 120°C por 24 horas. Ataque Keller por 3 s

Observa-se na Figura 4.55 uma matriz de alumínio com contornos de grãos menos definidos do que na condição bruta de solidificação. Comparando a Figura 4.33 com (solubilizada) nota-se que as microestruturas das amostras solubilizadas e envelhecidas são muito parecidas. Não é possível perceber, através da MO, as mudanças microestruturais sofridas pela liga após o envelhecimento. Os precipitados são nanométricos.

#### 4.4.2 Microscopia eletrônica de varredura da liga Al 7075 envelhecida artificialmente

A Figura 4.56 apresenta microestruturas da liga 7075 com espaçamento interdendrítico de  $247 \pm 27 \mu\text{m}$ , solubilizada a  $504^\circ\text{C}$  por 36 horas, temperada em água e envelhecida a  $120^\circ\text{C}$  por 24 horas. A Figura 4.56 apresenta uma matriz de alumínio com contornos de grãos intermitentes e menos definidos do que na bruta de solidificação. Nota-se também é difícil observar os limites dos grãos, visto que a fase eutética já foi dissolvida.

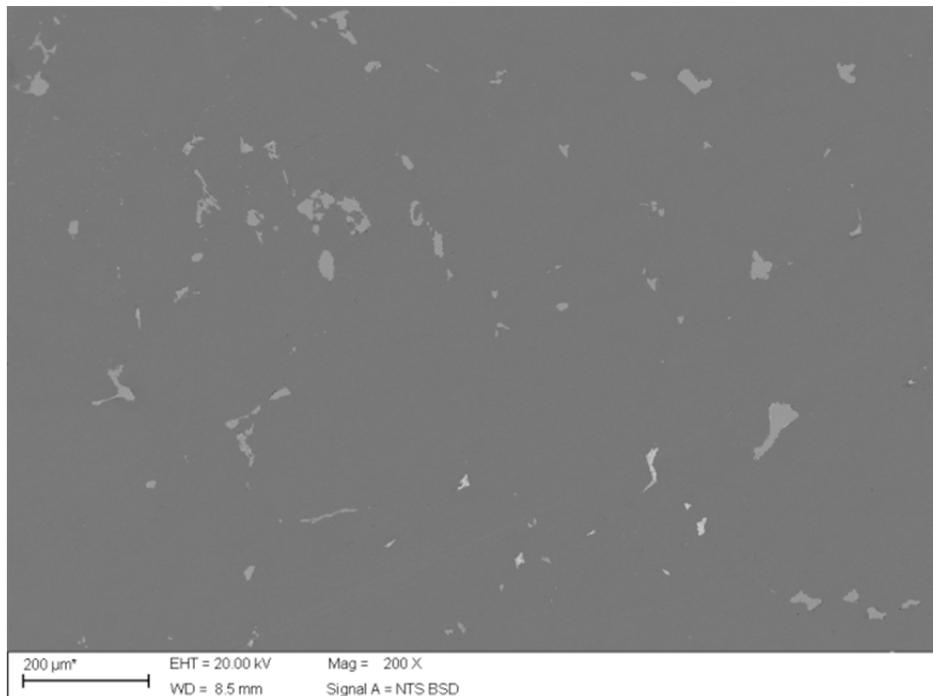


Figura 4.56 Microestrutura da liga Al 7075 (com espaçamento interdendrítico de  $247 \pm 27 \mu\text{m}$ ), solubilizada a  $504^\circ\text{C}$  por 36 horas, temperada em água e envelhecida a  $120^\circ\text{C}$  por 24 horas. Sem ataque.

A Figura 4.57 (a) apresenta a microestrutura da liga Al 7075 com espaçamento interdendrítico de  $247 \pm 27 \mu\text{m}$ , solubilizada a  $504^\circ\text{C}$  por 36 horas, temperada em água e envelhecida a  $120^\circ\text{C}$  por 24 horas. A Figura 4.57(b) apresenta o mapeamento por EDS/MEV dos elementos Al, Zn, Cu, Mg, Fe e Si. A Figura 4.58 apresenta o mapeamento dos mesmos elementos analisados na Figura 4.57 (b), porém de maneira isolados. Nota-se, assim como na amostra solubilizada, que os elementos zinco e magnésio estão dissolvidos na matriz e que os elementos Cu e Fe não estão dissolvidos, concentrando-se em numa única fase.

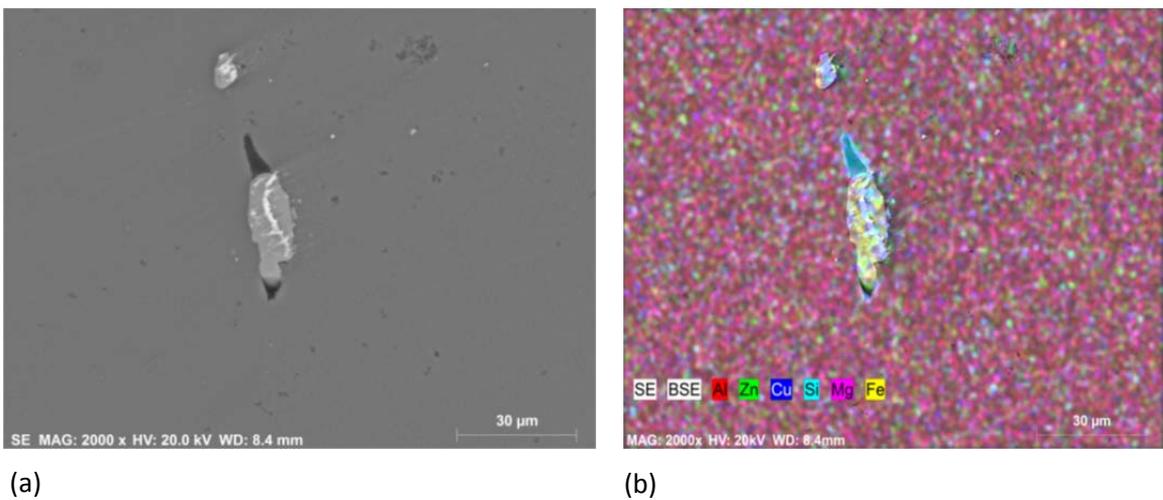


Figura 4.57 (a) Microestrutura da liga Al 7075 com espaçamento interdendrítico de  $247 \pm 27 \mu\text{m}$ , solubilizada a  $504^\circ\text{C}$  por 36 horas, temperada em água e envelhecida a  $120^\circ\text{C}$  por 24 horas. Sem ataque. (b) Mapeamento dos principais elementos de liga (zinco, magnésio, cobre)

As fases presentes na liga Al 7075, com espaçamento interdendrítico de  $247 \pm 27 \mu\text{m}$ , solubilizada a  $504^\circ\text{C}$  por 36 horas, temperada em água e envelhecida a  $120^\circ\text{C}$  por 24 horas foram identificadas através de análise por MEV com auxílio de microanálise por EDS. Os resultados estão apresentados nas Figura 4.58 e Figura 4.59.

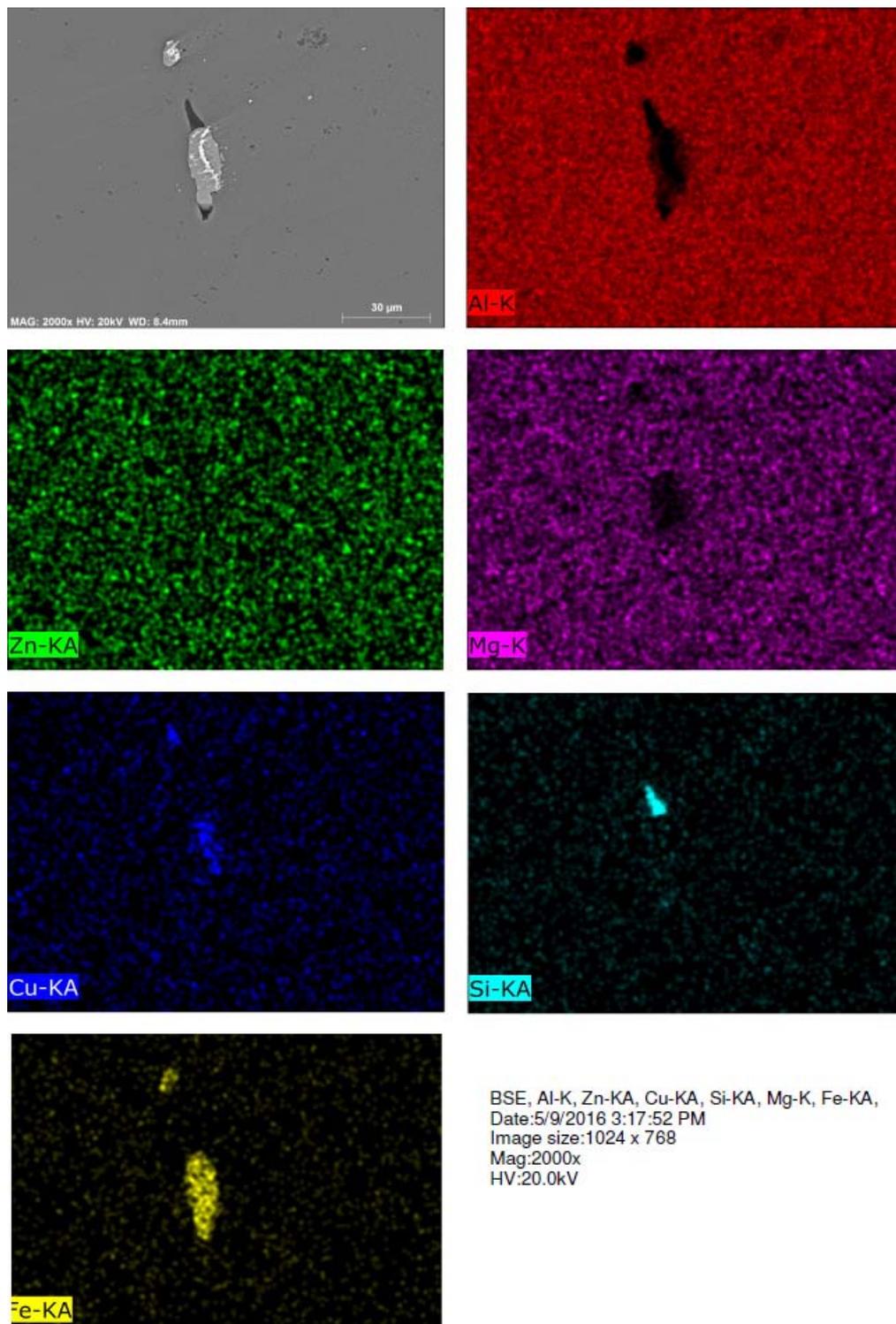


Figura 4.58 Mapeamento dos principais elementos de liga (zinco, magnésio, cobre, silício e ferro) da liga Al 7075 com espaçamento interdendrítico de  $247 \pm 27 \mu\text{m}$ , solubilizada por 36 horas, temperada em água e envelhecida a  $120^\circ\text{C}$  por 24 horas.

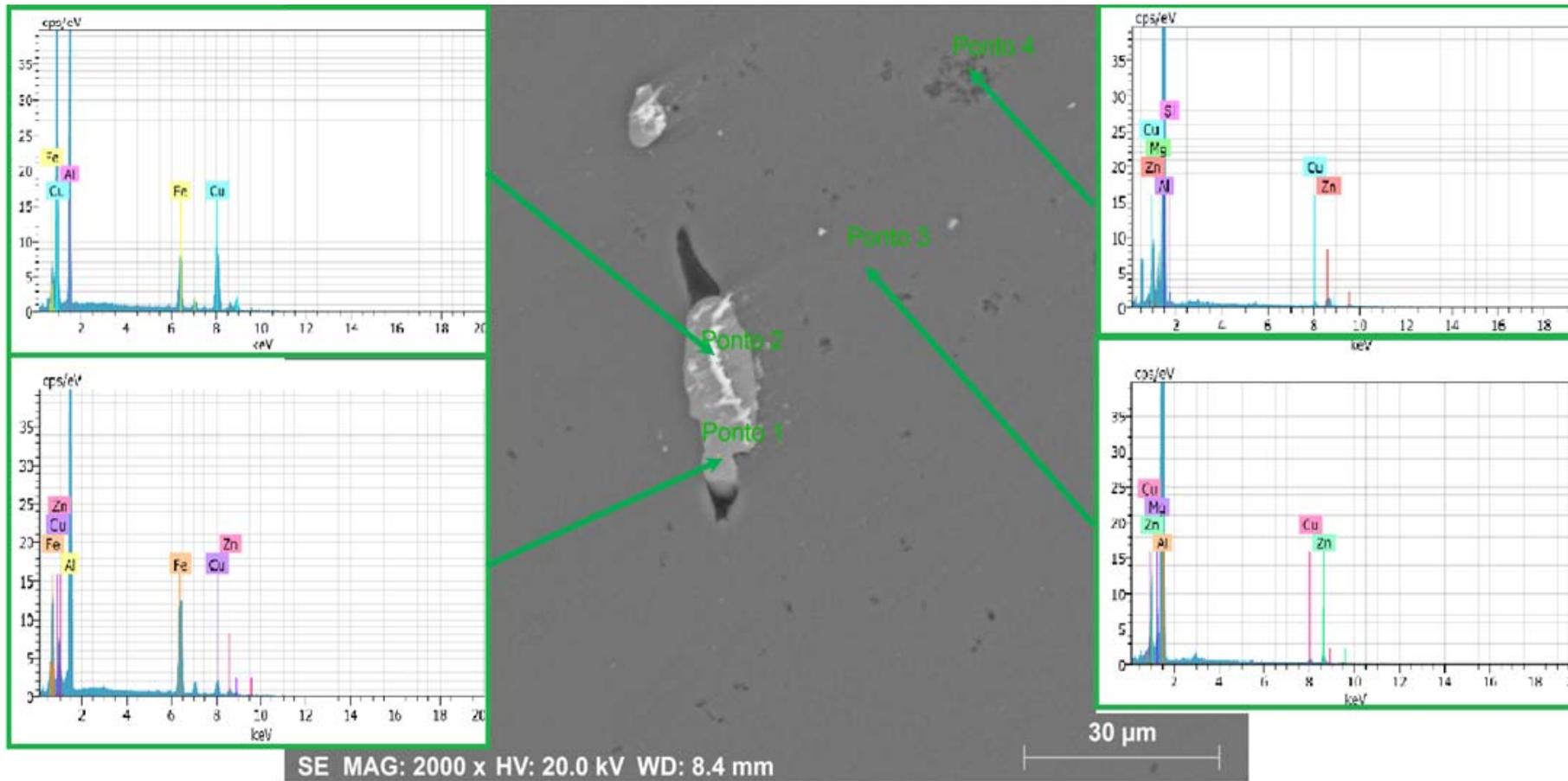


Figura 4.59 (a) Perfil de distribuição dos principais elementos da liga Al 7075 com espaçamento interdendrítico de  $247 \pm 27 \mu\text{m}$ , solubilizada a  $504^\circ\text{C}$  por 2 horas, temperada em água e envelhecida a  $120^\circ\text{C}$  por 24 horas. (b) Ampliação

#### 4.4.3 Dureza da liga Al 7075 envelhecida artificialmente

Os resultados do ensaio de dureza Brinell em função do espaçamento interdendrítico e do tempo de solubilização das amostras solubilizadas a 504°C por 2, 4, 18 e 36 horas e envelhecidas a 120°C por 24 horas da liga Al 7075 estão apresentados na Tabela 4.20 e na Figura 4.60.

Tabela 4.20 Liga Al 7075 Solubilizada/temperada em água e envelhecida a 120°C por 24 horas - Tempo de solubilização, espaçamento interdendrítico e microdureza Vickers

| Tempo de solubilização (horas) | Espaçamento interdendrítico ( $\mu\text{m}$ ) |            | Dureza Brinell (BV) |        |              |            |
|--------------------------------|---|------------|---------------------|--------|--------------|------------|
|                                | Média   | Desvio (%) | Máxima              | Mínima | Média        | Desvio (%) |
| 2                              | 135 $\pm$ 15                                  | $\pm$ 11   | 149                 | 133    | 143 $\pm$ 8  | 7          |
|                                | 164 $\pm$ 21                                  | $\pm$ 13   | 156                 | 147    | 153 $\pm$ 4  | 4          |
|                                | 168 $\pm$ 18                                  | $\pm$ 10   | 162                 | 154    | 158 $\pm$ 4  | 3          |
|                                | 196 $\pm$ 25                                  | $\pm$ 12   | 154                 | 143    | 149 $\pm$ 6  | 4          |
|                                | 247 $\pm$ 27                                  | $\pm$ 11   | 165                 | 152    | 157 $\pm$ 7  | 4          |
|                                | 305 $\pm$ 37                                  | $\pm$ 12   | 152                 | 141    | 147 $\pm$ 4  | 4          |
| 4                              | 135 $\pm$ 15                                  | $\pm$ 11   | 171                 | 149    | 157 $\pm$ 11 | 9          |
|                                | 164 $\pm$ 21                                  | $\pm$ 13   | 166                 | 133    | 148 $\pm$ 16 | 13         |
|                                | 168 $\pm$ 18                                  | $\pm$ 10   | 165                 | 154    | 159 $\pm$ 6  | 4          |
|                                | 196 $\pm$ 25                                  | $\pm$ 12   | 163                 | 156    | 160 $\pm$ 4  | 2          |
|                                | 247 $\pm$ 27                                  | $\pm$ 11   | 160                 | 152    | 155 $\pm$ 4  | 4          |
|                                | 305 $\pm$ 37                                  | $\pm$ 12   | 158                 | 156    | 157 $\pm$ 1  | 2          |
| 18                             | 135 $\pm$ 15                                  | $\pm$ 11   | 175                 | 154    | 165 $\pm$ 11 | 1          |
|                                | 164 $\pm$ 21                                  | $\pm$ 13   | 171                 | 147    | 154 $\pm$ 12 | 8          |
|                                | 168 $\pm$ 18                                  | $\pm$ 10   | 165                 | 152    | 156 $\pm$ 7  | 4          |
|                                | 196 $\pm$ 25                                  | $\pm$ 12   | 160                 | 152    | 157 $\pm$ 4  | 3          |
|                                | 247 $\pm$ 27                                  | $\pm$ 11   | 162                 | 135    | 153 $\pm$ 4  | 4          |
|                                | 305 $\pm$ 37                                  | $\pm$ 12   | 158                 | 132    | 143 $\pm$ 3  | 10         |
| 36                             | 135 $\pm$ 15                                  | $\pm$ 11   | 157                 | 147    | 150 $\pm$ 5  | 4          |
|                                | 164 $\pm$ 21                                  | $\pm$ 13   | 162                 | 147    | 153 $\pm$ 7  | 6          |
|                                | 168 $\pm$ 18                                  | $\pm$ 10   | 156                 | 150    | 153 $\pm$ 3  | 2          |
|                                | 196 $\pm$ 25                                  | $\pm$ 12   | 160                 | 154    | 158 $\pm$ 3  | 2          |
|                                | 247 $\pm$ 27                                  | $\pm$ 11   | 158                 | 148    | 153 $\pm$ 5  | 3          |
|                                | 305 $\pm$ 37                                  | $\pm$ 12   | 156                 | 153    | 154 $\pm$ 1  | 5          |

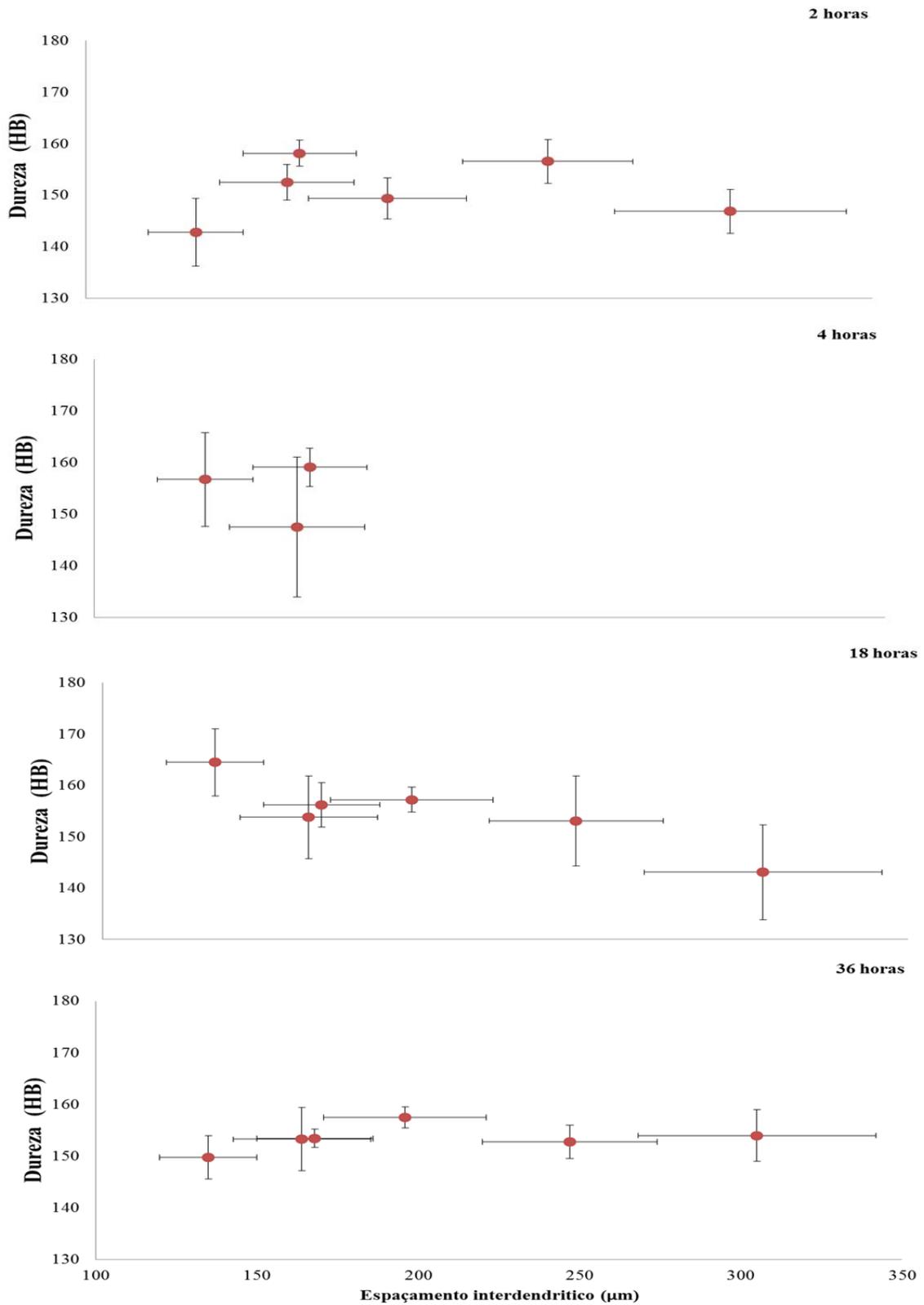


Figura 4.60 Liga Al 7075 Solubilizada/temperada e envelhecidas a 120°C por 24 horas - Dureza Brinell em função espaçamento interdendrítico e do tempo de solubilização a 504°C por 2, 4, 18 e 36 horas

#### 4.4.4 Microdureza da liga Al 7075 envelhecida artificialmente

Os resultados do ensaio de microdureza Vickers da liga Al 7075 em função do espaçamento interdendrítico e do tempo de solubilização das amostras solubilizadas a 504°C por intervalos de tempos de 2, 4, 18 e 36 horas e envelhecidas a 120°C por 24 horas estão apresentados na Tabela 4.21 e na Figura 4.61.

Tabela 4.21 Liga Al 7075 Solubilizada/temperada em água e envelhecida a 120°C por 24 horas - Tempo de solubilização, espaçamento interdendrítico e dureza Brinell.

| Tempo de solubilização (horas) | Espaçamento interdendrítico ( $\mu\text{m}$ ) |            | Microdureza Vickers (HV) |        |                |            |
|--------------------------------|---|------------|--------------------------|--------|----------------|------------|
|                                | Média   | Desvio (%) | Máxima                   | Mínima | Média          | Desvio (%) |
| 2                              | 135 $\pm$ 15                                  | $\pm$ 11   | 188,9                    | 170,1  | 183,9 $\pm$ 8  | 4          |
|                                | 164 $\pm$ 21                                  | $\pm$ 13   | 185,0                    | 163,2  | 174,2 $\pm$ 10 | 6          |
|                                | 168 $\pm$ 18                                  | $\pm$ 10   | 202,3                    | 170,9  | 184,3 $\pm$ 16 | 9          |
|                                | 196 $\pm$ 25                                  | $\pm$ 12   | 197,6                    | 178,9  | 186,1 $\pm$ 15 | 8          |
|                                | 247 $\pm$ 27                                  | $\pm$ 11   | 206,1                    | 174,8  | 190,6 $\pm$ 8  | 4          |
|                                | 305 $\pm$ 37                                  | $\pm$ 12   | 194,6                    | 156,7  | 173,0 $\pm$ 13 | 8          |
| 4                              | 135 $\pm$ 15                                  | $\pm$ 11   | 208,0                    | 176,7  | 188,7 $\pm$ 13 | 7          |
|                                | 164 $\pm$ 21                                  | $\pm$ 13   | 194,9                    | 180,5  | 187,1 $\pm$ 6  | 3          |
|                                | 168 $\pm$ 18                                  | $\pm$ 10   | 194,9                    | 161,3  | 179,0 $\pm$ 9  | 5          |
|                                | 196 $\pm$ 25                                  | $\pm$ 12   | 191,4                    | 159,9  | 177,6 $\pm$ 9  | 5          |
|                                | 247 $\pm$ 27                                  | $\pm$ 11   | 195,6                    | 155,6  | 182,7 $\pm$ 15 | 8          |
|                                | 305 $\pm$ 37                                  | $\pm$ 12   | 193,6                    | 160,1  | 180,0 $\pm$ 9  | 5          |
| 18                             | 135 $\pm$ 15                                  | $\pm$ 11   | 187,3                    | 173,8  | 180,3 $\pm$ 5  | 3          |
|                                | 164 $\pm$ 21                                  | $\pm$ 13   | 198,0                    | 171,7  | 183,0 $\pm$ 11 | 6          |
|                                | 168 $\pm$ 18                                  | $\pm$ 10   | 193,6                    | 160,9  | 177,5 $\pm$ 10 | 5          |
|                                | 196 $\pm$ 25                                  | $\pm$ 12   | 195,9                    | 150,4  | 176,1 $\pm$ 14 | 8          |
|                                | 247 $\pm$ 27                                  | $\pm$ 11   | 197,4                    | 168,0  | 182,0 $\pm$ 10 | 5          |
|                                | 305 $\pm$ 37                                  | $\pm$ 12   | 187,4                    | 136,4  | 165,3 $\pm$ 14 | 9          |
| 36                             | 135 $\pm$ 15                                  | $\pm$ 11   | 203,6                    | 185,9  | 193,2 $\pm$ 7  | 4          |
|                                | 164 $\pm$ 21                                  | $\pm$ 13   | 185,0                    | 163,2  | 174,2 $\pm$ 9  | 5          |
|                                | 168 $\pm$ 18                                  | $\pm$ 10   | 193,6                    | 162,8  | 180,4 $\pm$ 10 | 6          |
|                                | 196 $\pm$ 25                                  | $\pm$ 12   | 196,6                    | 178,9  | 187,0 $\pm$ 5  | 3          |
|                                | 247 $\pm$ 27                                  | $\pm$ 11   | 193,1                    | 165,5  | 180,1 $\pm$ 15 | 8          |
|                                | 305 $\pm$ 37                                  | $\pm$ 12   | 190,4                    | 167,6  | 181,0 $\pm$ 7  | 4          |

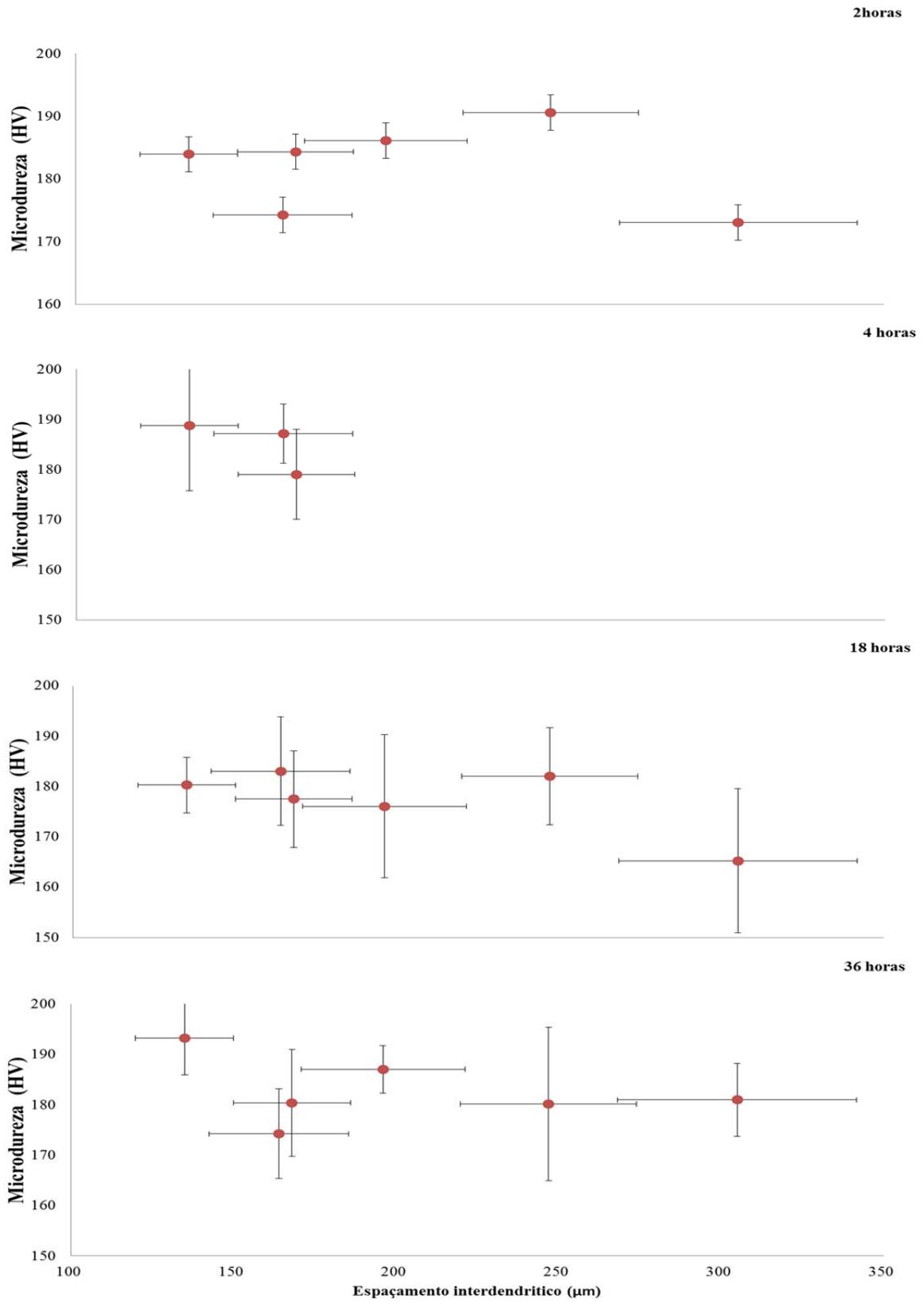


Figura 4.61 Microdureza Vickers em função do espaçamento interdendrítico primário e do tempo de solubilização das amostras solubilizadas a 504°C por 2, 4, 18 e 36 horas e envelhecidas a 120°C por 24 horas da liga Al 7075.

Para a microdureza Vicker (HV) observando os resultados da Tabela 4.21 em conjunto com os resultados apresentados na Figura 4.61, nota-se com relação a dispersão das medidas que não há grandes diferenças. Pois mesmo os espaçamentos variando em torno de 12% as medidas de microdureza variam, em sua maioria em torno de 6%.

#### **4.5 Comparação dos resultados de dureza e microdureza nas condições: bruta de solidificação, solubilizada/temperada em água, envelhecida artificialmente e conforme recebida**

As Figura 4.62 e Figura 4.63 apresentam as durezas e as microdurezas, respectivamente, para as condições: alumínio comercialmente puro Al 1016; liga Al 7075 T651 conforme recebida; liga Al 7075 na condição bruta de solidificação; liga Al 7075 solubilizada a 504°C por 2, 4, 18 e 36 horas com tempera em água e liga Al 7075 solubilizada/temperada e envelhecida a 120°C por 24 horas.

Analisando a dureza e a microdureza do Al comercialmente puro e da liga Al 7075 nota-se que a dureza e a microdureza da liga Al 7075 são maiores, devido a presença dos elementos de liga, que provocam distorções na rede cristalina do material e impendem o movimento das discordâncias, aumentando assim a resistência mecânica da liga.

Ao analisar a dureza e a microdureza da liga Al 7075 solubilizada nota-se que a ambas são menores do que a dureza e microdureza da liga Al 7075 bruta de solidificação, pois quando a liga é solubilizada, os elementos de liga são completamente dissolvidos na matriz e o material comporta-se como um material de fase única apresentando baixa resistência mecânica.

Após o envelhecimento da liga Al 7075, nota-se um aumento tanto da dureza quanto da microdureza. Esse aumento pode ser atribuído aos precipitados nanométricos, coerentes com a matriz que são formados durante o envelhecimento, pois estes precipitados barram o movimento das discordâncias aumentando assim a resistência mecânica da liga.

Nota-se também que nem o tamanho do espaçamento interdendrítico e nem o tempo de solubilização apresentaram influência significativa nos valores de dureza e de microdureza da

liga após o envelhecimento. Com relação ao tempo de solubilização, uma possível explicação é que o tempo de 2 horas de tratamento de solubilização e para uma temperatura de 504°C (7% acima da típica de 480°C), como já foi discutido anteriormente, foi suficiente para dissolver as fases e os compostos intermetálicos inicialmente presentes na liga, e colocar em solução sólida os elementos de liga responsáveis pela formação dos precipitados endurecedores no envelhecimento. Sendo assim, tempos maiores do que 2 horas de solubilização são desnecessários para uma temperatura de 504oC. Convém salientar que para a condição conforme recebida (T6 51) houve laminação a quente. Esta etapa de conformação mecânica, possivelmente, houve encruamento, recristalização dinâmica e redução de tamanho de grãos promovendo uma estrutura mais homogênea.

Finalmente, quanto aos resultados de dureza e microdureza nas diferentes condições: bruta de solidificação, solubilizada/temperada em água e envelhecida e conforme recebida (T6 51) são distintos para cada condição.

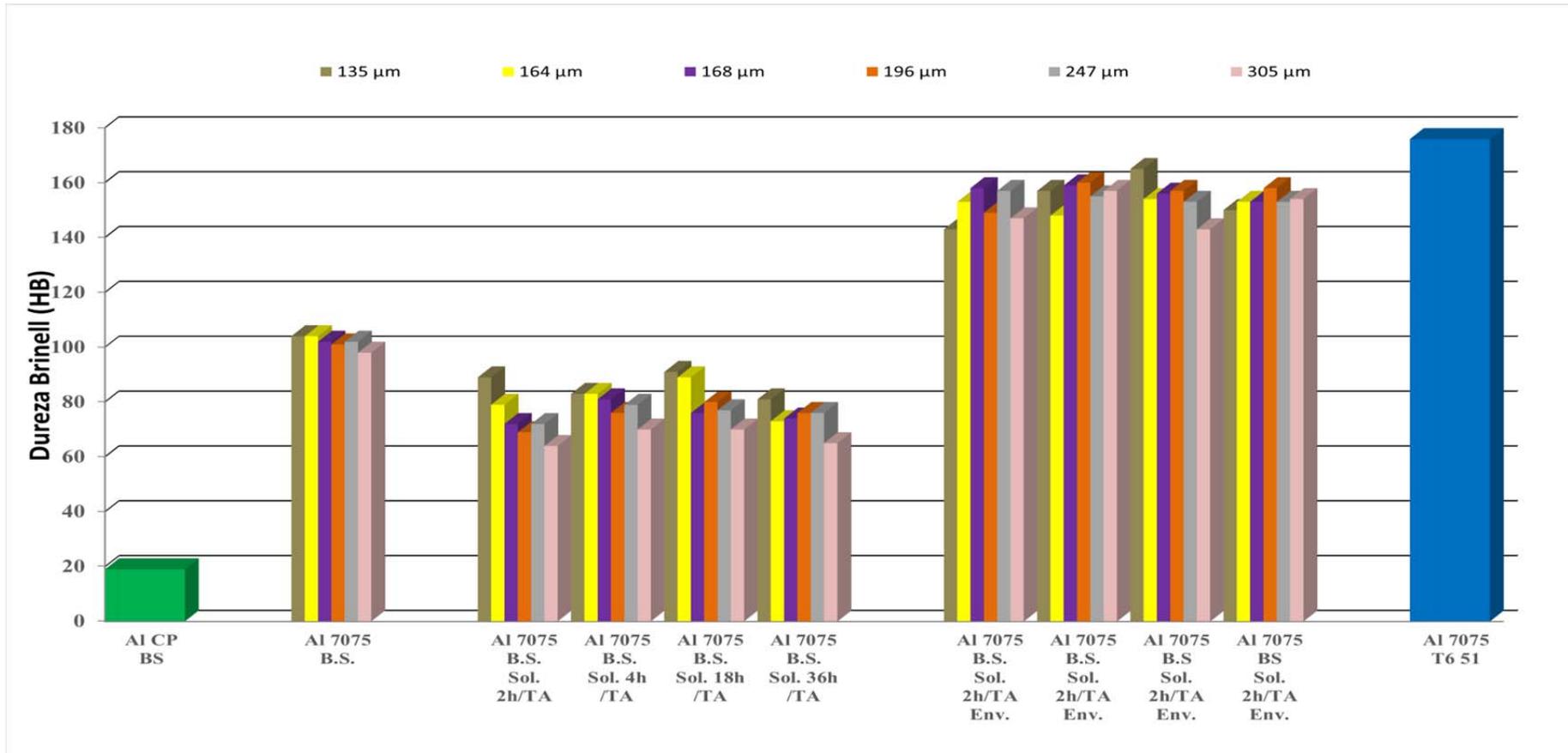


Figura 4.62 Influência na dureza com (1) a adição de soluto: Alumínio comercialmente puro (AL CP) versus liga comercial Al 7075 e com (2) as condições de processamento: Bruta de solidificação (BS) para diferentes taxas de solidificação (vide espaçamentos interdendríticos)

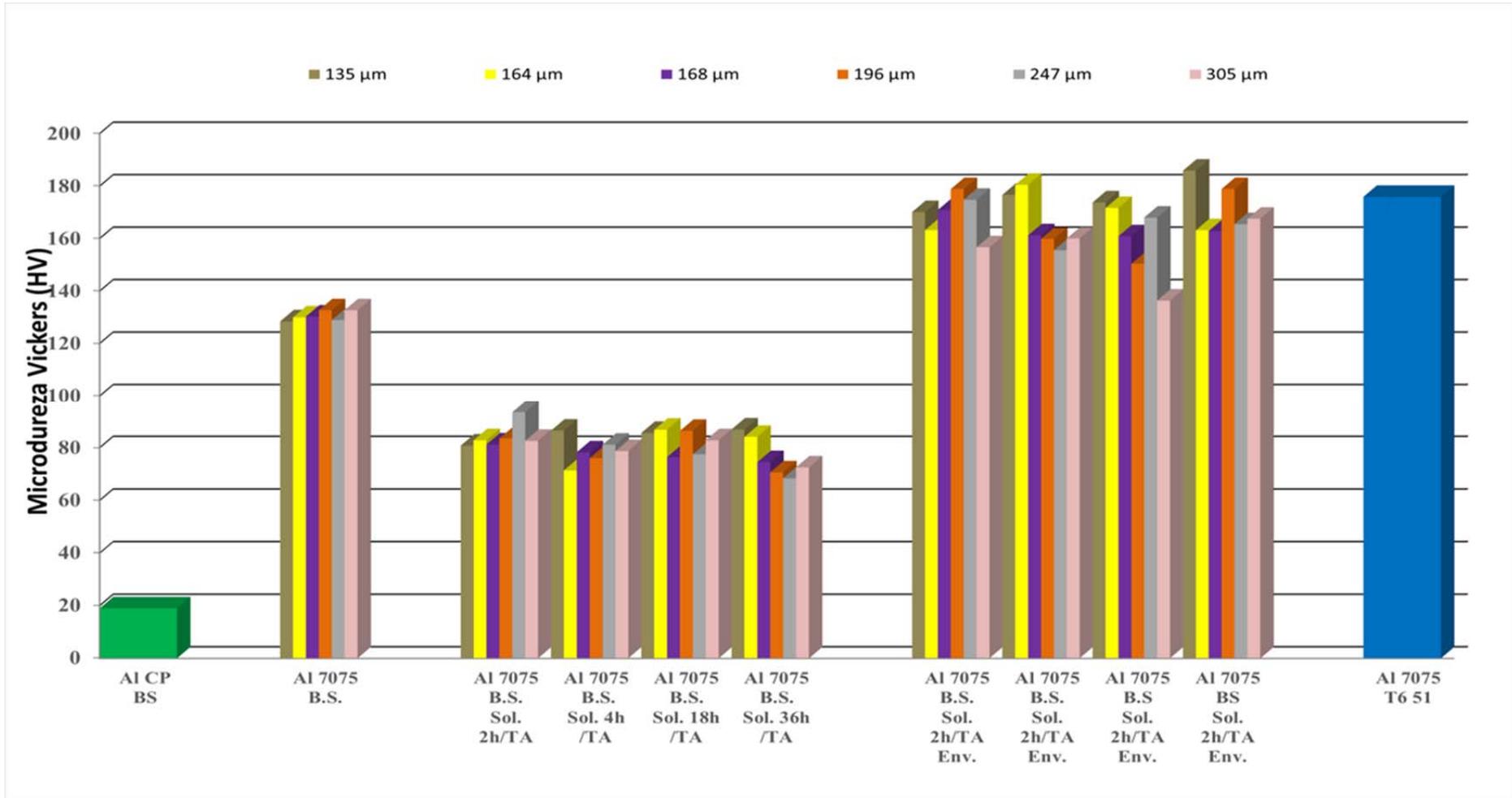


Figura 4.63 Influência na microdureza com (1) a adição de soluto: Alumínio comercialmente puro (AL CP) versus liga comercial Al 7075 e com (2) as condições de processamento: Bruta de solidificação (BS) para diferentes taxas de solidificação (vide espaçamentos interdendriticos)

## 4.6 Condutividade elétrica

Nesta etapa o propósito foi avaliar alterações na condutividade elétrica para o alumínio comercialmente puro e para a liga Al 7075 nas seguintes condições: Bruta de solidificação, solubilizada em diferentes tempos/temperada em água, envelhecida artificialmente para o espaçamento interdendrítico de  $131 \pm 15 \mu\text{m}$  e conforme recebida (T651).

A Tabela 4.22 e a Figura 4.64 apresentam os resultados das medidas de condutividade elétrica, para o espaçamento interdendrítico de  $135 \mu\text{m}$ .

Tabela 4.22 Condutividade elétrica do alumínio comercialmente puro e da liga Al 7075 nas seguintes condições: Bruta de solidificação, solubilizada em diferentes tempos/temperada em água, envelhecida artificialmente para o espaçamento interdendrítico de  $131 \pm 15 \mu\text{m}$ .

| Material               | Condição                                       | Condutividade (% IACS) | Desvio (%) |
|------------------------|--|------------------------|------------|
| Al comercialmente puro | Bruta de solidificação                         | $56,6 \pm 0,0$         | 0,01       |
| Al 7075                | Bruta de solidificação                         | $27,5 \pm 0,0$         | 0,1        |
| Al 7075                | Sol. a $504^\circ\text{C}$ 2h                  | $20,1 \pm 0,1$         | 0,5        |
| Al 7075                | Sol. a $504^\circ\text{C}$ 4h                  | $20,5 \pm 0,4$         | 1,9        |
| Al 7075                | Sol. a $504^\circ\text{C}$ 18h                 | $22,5 \pm 0,7$         | 2,9        |
| Al 7075                | Sol. a $504^\circ\text{C}$ 36h                 | $25,4 \pm 0,1$         | 0,2        |
| Al 7075                | Sol 2h Env. a $120^\circ\text{C}$ por 24 h     | $24,4 \pm 0,5$         | 1,9        |
| Al 7075                | Sol 4h. Env. a $120^\circ\text{C}$ por 24 h.   | $25,8 \pm 0,09$        | 3,6        |
| Al 7075                | Sol 18h Env. a $120^\circ\text{C}$ por 24 h    | $25,4 \pm 0,3$         | 1,0        |
| Al 7075                | Sol 36 h. Env. a $120^\circ\text{C}$ por 24 h. | $26,3 \pm 0,2$         | 0,6        |
| Al 7075                | T6 51 (conforme recebida)                      | $31,1 \pm 0,4$         | 1,1        |

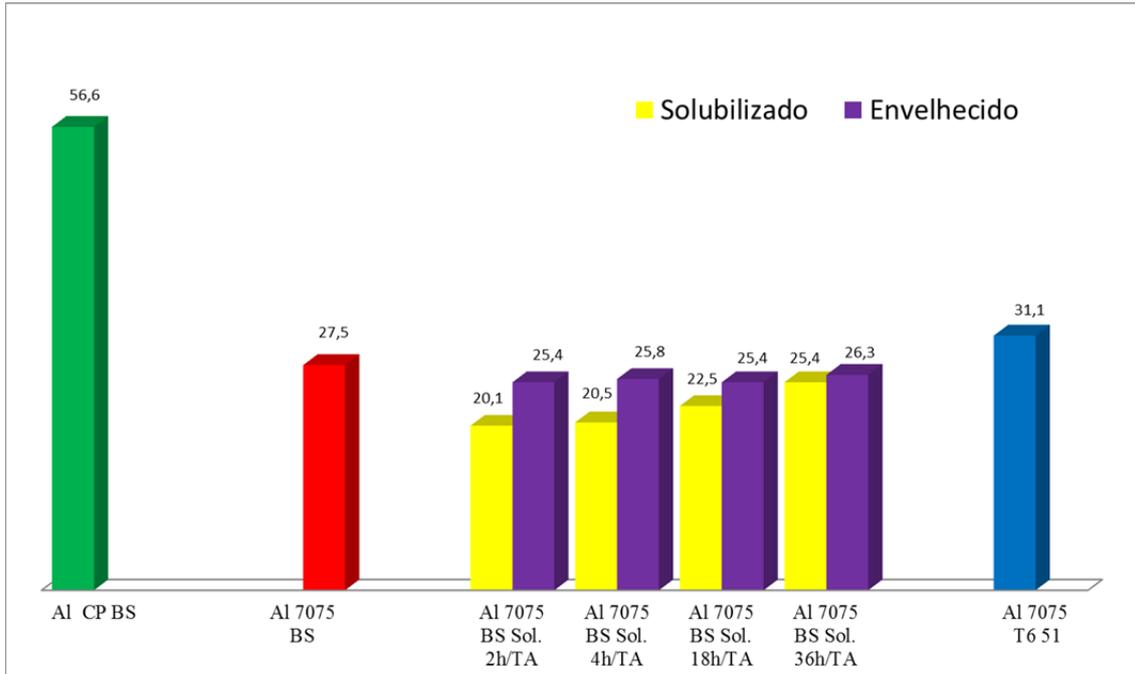


Figura 4.64 Condutividade elétrica (% IACS) do alumínio comercialmente puro e da liga Al 7075 nas seguintes condições: Bruta de solidificação, solubilizada em diferentes tempos/temperada em água, envelhecida artificialmente para o espaçamento interdendrítico de 131

Observando a Tabela 4.22 e a Figura 4.64 nota-se que o Al comercialmente puro apresenta condutividade elétrica maior comparada com todas as condições estudadas neste trabalho para a liga Al 7075. Isto ocorre devido a presença dos elementos de liga na liga Al7075 (Zn, Mg, Cu e Fe). Estes elementos provocam o espalhamento dos elétrons e consequentemente a diminuição da condutividade elétrica da liga (TARIQ, NAZ e BALOCH 2011)

Também observa-se na Tabela 4.22 e a Figura 4.64 que a condutividade elétrica varia dependendo da condição na qual a liga se encontra: bruta de solidificação, solubilizada e temperada em água ou envelhecida artificialmente ou conforme recebida (T651).

A condutividade elétrica da liga Al 7075 na condição bruta de solidificação (27,5 % IACS) é menor do que a da liga Al 7075 na condição conforme recebida (31,1 % IACS). Tanto a liga Al 7075 na condição bruta de solidificação quanto na condição conforme recebida possuem precipitados em sua microestrutura. Esses precipitados dependendo da sua forma, tamanho e distribuição influenciam a condutividade elétrica (TARIQ, NAZ e BALOCH 2011) (ROSEN *et al* 1982.) (SHEN 2012.) (SALAZAR-GUAPURICHE *et al* 2006.). Na condição bruta de solidificação os precipitados são grandes e estão concentrados nos contornos de grão, fazendo com que a microestrutura da liga nesta condição seja

heterogênea dificultando o movimento dos elétrons, diminuindo assim a condutividade. Ao contrário, na condição conforme recebida a microestrutura é mais homogênea com precipitados menores e melhor distribuídos, o que facilita o movimento dos elétrons, por isso a liga Al 7075 na condição conforme recebida apresenta maior condutividade elétrica.

Além da microestrutura mais homogênea, a ausência de poros na microestrutura da liga Al 7075 na condição como recebida também contribui para sua maior condutividade elétrica comparada com a liga Al 7075 na condição bruta de solidificação.

A condutividade elétrica da liga Al 7075 na condição bruta de solidificação é maior do que a da liga Al 7075 na condição solubilizada, para todos os tempos de encharque utilizados. Como foi mencionado anteriormente a microestrutura da liga Al7075 na condição bruta de solidificação contém precipitados em sua microestrutura. A condutividade elétrica é inversa as concentrações (porcentagem em peso) dos elementos de liga em solução sólida (SHEN 2012.) . (LI e ARNBERG 20014). Quando a liga foi solubilizada os precipitados existentes na estrutura bruta de solidificação dissolveram colocando os elementos de liga (Zn, Mg e Cu) em solução sólida. Esses átomos de soluto atuam como núcleos espalhadores de elétrons, o que provoca diminuição na condutividade elétrica.

O último tratamento realizado na liga Al 7075 foi o envelhecimento a 120°C por 24 horas, a partir das amostras solubilizadas. Nota-se que amostras envelhecidas tiveram um aumento na condutividade elétrica com relação as amostras solubilizadas, porém não superaram os valores da condutividade elétrica que foram obtidas nas condições bruta de solidificação e como recebida.

Quando a liga é envelhecida, ocorre redistribuição dos átomos de soluto Zn, Mg e Cu que estavam dissolvidos na matriz (amostra solubilizada), formando precipitados. A formação dos precipitados tira da matriz os átomos de soluto Zn, Mg e Cu responsáveis pelo espalhamento dos elétrons assim observa-se um aumento na condutividade elétrica do material (ROSEN *et al*, 1982.).

Finalmente, quanto aos resultados de condutividade elétrica nas diferentes condições: bruta de solidificação, solubilizada/temperada em água e envelhecida e conforme recebida (T6 51) são distintos para cada condição, embora com uma faixa bem mais restrita. Ou seja, com estudos mais detalhados, poderiam servir de controle durante as etapas de processamento.

## 4.7 Previsão do limite de escoamento em função da microdureza

Existem vários trabalhos com relações empíricas entre o limite de escoamento (em MPa) e a dureza (em Vickers) para algumas composições de ligas (MYHR, GRONG e ANDERSEN 2001, GUO 2007, MRÓWKA-NOWOTNIK e SIENIAWSKI 2005, REIS, *et al.* 2013, TIRYAKIOĞLU, *et al.* 2015).

Usando a relação entre dureza Vickers e limite de escoamento dada pela Equação (4.3) (TIRYAKIOĞLU, *et al.* 2015) para ligas de alumínio da série 7XXX:

$$\sigma_Y = \beta_1 H_V + \beta_0 \quad (4.3)$$

Segundo TIRYAKIOĞLU, *et al.*, (2015) o parâmetro  $\beta_1$ , na Equação (4.3) tem valor de 0,383 e é constante, independente do tratamento térmico e/ou processamento ao qual a liga foi submetida. Já o valor de  $\beta_0$  varia de acordo com o tratamento e/ou processamento da liga. A Tabela 4.23 apresenta valores de dureza Vickers e limite de escoamento para a liga Al 7075 em diferentes condições.

Tabela 4.23 Dureza Vickers e limite de escoamento para a liga Al 7075 em diferentes condições.

| Dureza Vickers (HV) | Limite de escoamento (MPa) | Condição da liga  | Referências                         |
|---------------------|----------------------------|---|-------------------------------------|
| 98,9                | 200                        | Bruta de solidificação  | TRIVENÑO e DE LIMA, 2010            |
| 70                  | 125                        | Recozida  | TAJALLY <i>et al.</i> , 2010        |
| 100                 | 160                        | Solubilizada a 450°C por 2 h + 470°C por 24 h + 480°C por ½ h | NAEEM, e MOHAMMED; 2013             |
| 148                 | 348                        | Envelhecida a 150°C por 6 horas                               | SRIKANT <i>et al.</i> , 2006        |
| 152                 | 372                        | Envelhecida a 150°C por 11 horas                              | SRIKANT <i>et al.</i> , 2006        |
| 170                 | 445                        | Envelhecida a 150°C por 36 horas                              | SRIKANT <i>et al.</i> , 2006        |
| 175                 | 503                        | T6 51   | MatWeb - Online Material Data Sheet |

Substituindo na Equação (4.3), os valores de dureza Vickers e do limite de escoamento apresentados na Tabela 1, o valor de  $\beta_0$  para as condições bruta de solidificação, solubilizada,

envelhecida e como recebida (T651) foram estimados, como mostrado na Tabela 4.24. **Erro! Fonte de referência não encontrada.**

Tabela 4.24 Valores de  $\beta_0$  estimados a partir de dados da literatura

| Condição               | $\beta_0$ estimado |
|------------------------|--------------------|
| Bruta de solidificação | -171,5             |
| Solubilizada           | -137,9             |
| Envelhecida            | -201,2             |
| T651(Como recebida)    | -154,3             |

Como os valores de  $\beta_0$  estimados, a relação entre dureza Vickers e limite de escoamento para as condições bruta de solidificação, solubilizada, envelhecida e como recebida podem ser escritas, respectivamente, como:

$$\sigma_Y = 0,383H_V - 171,5 \quad (4.4)$$

$$\sigma_Y = 0,383H_V - 137,9 \quad (4.5)$$

$$\sigma_Y = 0,383H_V - 201,2 \quad (4.6)$$

$$\sigma_Y = 0,383H_V - 175,1 \quad (4.7)$$

Os valores da microdureza Vickers medidos experimentalmente nesse trabalho para a liga Al7075 bruta de solidificação, solubilizada, envelhecida e como recebida (T651), para o tamanho de espaçamento interdendrítico de 135,15 $\mu$ m estão apresentados na Tabela 4.25.

Tabela 4.25 Valores da microdureza Vickers medidos experimentalmente nesse trabalho para a liga Al 7075 bruta de solidificação, solubilizada, envelhecida e como recebida

| <b>Condição</b>  | <b>Microdureza Vickers (Hv)</b> |
|--|---------------------------------|
| Bruta de solidificação   | 133,6                           |
| Solubilizada a 504°C por 18 horas                                    | 85,7                            |
| Solubilizada a 504°C por 18 horas e envelhecida a 120°C por 24 horas | 165                             |
| Como recebida (T651)   | 175,9                           |

Substituindo os valores da microdureza Vickers apresentados na Tabela 4.25 nas Equações (4.4), (4.5), (4.6) e (4.7) obteve-se os valores da tensão de escoamento na Tabela 4.26 para as a liga Al 7075 bruta de solidificação, solubilizada, envelhecida e como recebida (T6 51) obtidas nesse trabalho.

Tabela 4.26 Valores da tensão de escoamento calculados para a liga Al 7075 nas condições: bruta de solidificação, solubilizada, envelhecida e como recebida (T651)

| <b>Condição</b>  | <b>Limite de escoamento (MPa)</b> |
|--|-----------------------------------|
| Bruta de solidificação   | 330,3                             |
| Solubilizada a 504°C por 18 horas                                    | 184,0                             |
| Solubilizada a 504°C por 18 horas e envelhecida a 120°C por 24 horas | 418,6                             |
| Como recebida (T651)   | 506,4                             |

Comparando o resultado previsto para a condição T6 51 (Tabela 4.26) e os resultados experimentais para a mesma condição apresentados na Tabela 4.27, pode-se concluir que existe um bom acordo (erro de 5%).

Tabela 4.27 Liga Al 7075 - Valores da tensão de escoamento experimentais para a liga Al 7075 T651 como recebida

|                  | <b>LIMITE DE ESCOAMENTO (Mpa)</b> |
|------------------|-----------------------------------|
| Corpo de prova 1 | 488,2                             |
| Corpo de prova 2 | 477,6                             |
| Corpo de prova 3 | 481,0                             |
| Média            | 482,3 ± 5,4                       |

## 5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Para as condições estudadas neste trabalho podem ser extraídas as seguintes conclusões para a liga Al 7075:

- quanto à etapa de solidificação:

Quando a taxa de resfriamento diminui, os espaçamentos interdendriticos aumentam e os contornos de grão tornam-se mais heterogêneos. No entanto, a quantidade de fase eutética diminui pelo efeito do coring.

Na condição bruta de solidificação pode-se confirmar a existência de precipitados da fase eutética formados nos contornos de grãos bem definidos ricos em elementos Zn, Mg Cu e Fe, formando possíveis fases de  $Al_2Mg_3Zn_3$  (forma de lamelas),  $Al_7Cu_2Fe$  (cinza claro) e  $Al_2CuMg$  (cinza escuro), também pode-se observar o fenômeno do “coring”, o centro dos grãos com regiões cada vez mais ricas de soluto o contorno de grão.

A dureza tem uma leve tendência de queda com o aumento do espaçamento interdendritico. O mesmo não acontece com a microdureza.

Em comparação com o alumínio comercialmente puro: a dureza e microdureza houve um aumento 80% da dureza e da microdureza em função da quantidade de elementos introduzidos, tais como: elementos de liga e/ou impurezas e da formação de contornos de grãos ricos em precipitados rejeitados durante a solidificação.

Em comparação com o alumínio comercialmente puro a condutividade elétrica diminuiu 49% para a condição bruta de solidificação.

- quanto à etapa de homogeneização/solubilização a

Para uma temperatura de 504°C (7% acima da típica de 480°C) o tamanho dos espaçamentos interdendriticos não influenciou no tempo de dissolução da fase eutética.

A maior parte dos precipitados existentes no estado bruto de solidificação foi dissolvida na matriz de alumínio, em especial a fase eutética lamelar ( $Al_2Mg_3Zn_3$ ) em um tempo de 2

horas, região cinza claro da Figura 4.39 ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ) em um tempo de 36 horas. Mais os precipitados escuros ( $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ ) ricos em ferro não forem dissolvidos.

O tempo necessário para a dissolução da fase eutética foi muito menor do que o previsto teoricamente. Para duas horas só restaram os elementos Cu e Fe, para 36 horas houve a dissolução do Cu, e o Fe permaneceu na forma de precipitados.

A medida que se aumenta o tempo de encharque há uma redução da fração de precipitados.

Ao contrário do previsto na teoria, a fração de precipitados aumenta com o aumento da taxa de resfriamento na solidificação, ou seja, com a redução dos espaçamentos interdendríticos. Esta divergência pode ser explicada pela menor quantidade de fração de precipitados nas taxas maiores, contornos de grão com grande quantidade de defeitos e isto faz com que os coeficientes da equação (4.2) estejam subestimados.

Em comparação com a condição bruta de solidificação: houve uma redução da dureza e da microdureza após a solubilização independente do tempo de encharque. Os contornos de grão, oriundos da rejeição de soluto durante a solidificação, e que atuavam como barreira dificultando a deformação nas indentações, foram dissolvidos durante a solubilização.

A etapa homogeneização/solubilização em comparação com a condição bruta de solidificação houve uma queda na condutividade elétrica.

- quanto à etapa de envelhecimento

Com as técnicas utilizadas de caracterização não foi possível notar diferenças na microestrutura.

Em comparação com a condição solubilizada/temperada em água houve um aumento tanto da dureza, quanto da microdureza, atribuído aos precipitados nanométricos, coerentes com a matriz que são formados durante o envelhecimento, pois estes precipitados barram o movimento das discordâncias aumentando assim a resistência mecânica da liga.

O tamanho do espaçamento interdendrítico e o tempo de solubilização não apresentaram influência significativa nos valores de dureza e da microdureza da liga após o envelhecimento.

Em comparação com a condição solubilizada/temperada em água houve um pequeno aumento da condutividade elétrica.

## 5.1 Conclusões

Quanto à avaliação da influência dos processos de fabricação: solidificação, homogeneização/ solubilização e envelhecimento na liga Al 7075 usando técnicas de caracterização de custo reduzido, para as condições estudadas neste trabalho pode-se concluir que:

- quanto aos resultados de dureza e microdureza: houve influência substancial em função das diferentes condições: bruta de solidificação, solubilizada/temperada em água e envelhecida e conforme recebida (T6 51), confirmando que podem servir de controle durante as etapas de processamento.

- quanto aos resultados de condutividade elétrica: houve diferenças entre as etapas de processamento, embora com uma faixa mais restrita, principalmente entre as condições: solubilizada e envelhecida.

Quanto à previsão do limite de escoamento para as diferentes condições de processamento da liga Al 7075:

- o confronto com resultados experimentais para a condição conforme recebida (T6 51) confirmam que foi possível fazer a previsão do limite de escoamento a partir dos resultados de microdureza Vickers.

## BIBLIOGRAFÍA

- ABAL -. *Fundamentos e Aplicações do Alumínio*. Editado por Abal. São Paulo: Associação Brasileira do Alumínio, 2015.
- ABAL ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO . *Fundamentos e Aplicações do Alumínio*. Editado por Abal. São Paulo: Abal, 2007.
- ABAL, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO -. *Fundamentos e Aplicações do Alumínio*. Editado por Abal. São Paulo: Abal, 2007.
- ABDALA, M.R.W.S. *Thermoelectrical power analysis of precipitation in 6013 aluminum alloy*. *Materials Characterization* v. 59, n. 3, p. 271-277, , 2008.
- ALCOA. *ALCOA*. 2015.  
[www.alcoa.com/brasil/pt/resources/pdf/industria/catalogo\\_ligas\\_temperas\\_2010.pdf](http://www.alcoa.com/brasil/pt/resources/pdf/industria/catalogo_ligas_temperas_2010.pdf)  
 (último acesso: 2015 de 5 de 5).
- ASM Aerospace Specification Metals Inc. «Aluminum 7050-T7651.» *The Aluminum Association, In*, 2001.
- ASM INTERNATIONAL. *ASM Handbook. Heat Treating. EUA: ASM International 4, 1991b*. ASM INTERNATIONAL, 1991.
- ASM. «Heat Treating. Metals HandBook.» , vol 4 (1991.).
- ASTM B917/B917M-2001 ASTM B917 / B917M. «09 Standard Practice for Heat Treatment of Aluminum-Alloy Castings from All Processes.» ( ) s.f.
- ASTM. «ASTM E112 - 2 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size.» 2004.
- ASTM. «ASTM E23 - 07 ae1 Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials.» 2007.
- . *E112-13. Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*. 2013.
- ASTM INTERNATIONAL. *ASTM E8M – 01b Standard test methods for tension testing of metallic materials*. Annual book of ASTM standards. ASTM., 2001.
- BAPTÍSTA, «A Metalografia Colorida de Aços.» (54º Congresso da Associação Brasileira de Materiais) 1999.
- BARBOSA, LEONARDO DE MELLO. *Influência da taxa de aquecimento no tratamento térmico de solubilização da liga Al 7075*. 2014.
- BIROL. «Precipitation during homogenization cooling in AlMgSi alloys.» ( Transactions of Nonferrous Metals Society of China) 23(7) 1875-1881. ( Y. (2013 )).

- BIROL, YUCEL. «Effect of cooling rate on precipitation during homogenization cooling in an excess silicon AlMgSi alloy.» (Materials Characterization) Volume 73 (2012): Pages 37-42.
- BRESCIAN, FILHOI, y ETTORE. «Seleção de Metais Não Ferrosos, 2ª.» (Editora da Unicamp) 1997.
- C.C.A.ELISE, A.J.ABDALLA, T.M.HASHIMOTO, y M.S. PEREIRA. «UTILIZAÇÃO DE METALOGRAFIA COLORIDA NA IDENTIFICAÇÃO DOS MICROCONSTITUINTES DE UM AÇO MICROLIGADO.» (17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais) 2006.
- CALLISTER, WILLIAM D JR. *Ciência e Engenharia de Materiais*. 2007.
- CALLISTER, WILLIAM D. JR. «Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução. 5a. edição, LTC.» 2002.
- CALTABIANO, PIETRO CARELLI REIS DE OLIVEIRA. *CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA E MICROESTRUTURAL DA LIGA AA7075 POR MICROSCOPIA CORRELATIVA E PROCESSAMENTO DIGITAL DE IMAGENS*. Guaratinguetá, 2016.
- CARDOSO, JOSÉ GUILHERME DA ROCHA, PEDRO SÉRGIO LANDIM DE CARVALHO, PAULO SERGIO MOREIRA DA FONSECA, MARCELO MACHADO DA SILVA, y MARCO AURÉLIO RAMALHO ROCIO. *A indústria do alumínio: estrutura e tendências*. Rio de Janeiro: BNDES, 2010, 43-88.
- CARDOSO, JOSÉ GUILHERME DA ROCHA, PEDRO SÉRGIO LANDIM DE CARVALHO, PAULO SERGIO MOREIRA DA FONSECA, MARCELO MACHADO DA SILVA, y MARCO AURÉLIO RAMALHO ROCIO. *A indústria do alumínio: estrutura e tendências*. Rio de Janeiro: BNDES, 2010, 43-88.
- CAVAZOS, JOSÉ LUIS, y RAFAEL COLÁS. «Quench sensitivity of a heat treatable aluminum alloy.» *Materials Science and Engineering: A* 363 (12 2003): 171-178.
- CAYLESS, R.B.C, y ROLLED PRODUCTS COMPANY ALCAN. *Alloy Temper Designation Systems for Aluminum and Aluminum Alloys, In: Properties and Selection Nonferrous Alloys and Special Purpose Materials*. ASM Handbook. 2.ed. EUA: ASM International, v.2, p. 39-117,, 1992.
- CHANDRASHEKHARIAH, T.M., y S.A. KORI. *Effect of grain refinement and modification on the dry sliding wear behavior of eutectic Al-Si alloys*. *Tribology International* 42. P. 59-65., 2012.

- CHAUDHURY, S.K., y D APELIN. *Effects of Solution Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of Al-Si-Cu-Mg (354) Alloy Using a Fluidized Bed Reactor*. AFS Transactions: AFS Transactions, 2006.
- CHAUDHURY, S.K., y D. APELIN. «Effects of Solution Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of Al-Si-Cu-Mg (354) Alloy Using a Fluidized Bed Reactor.» (AFS Transactions) p. 1-14 (2005).
- COUTINHO, Telmo de Azevedo. «Metalografia de Não-Ferrosos: análise e prática .» (Edgard Blucher) 1980.
- DENG, Y., Z. YIN, y F. CONG. « Intermetallic phase evolution of 7050 aluminum alloy during homogenization *Intermetallics*, v. 26, p. 114-121.» n° v. 26, p. 114-121 (2012).
- DONS, A. L. «The Alstruc homogenization model for industrial aluminum alloys. .» (*Journal of light metals*) 1(2), 133-149 (2001).
- DONS, ANNE LISE. «The Alstruc homogenization model for industrial aluminum alloys,» (*Journal of Light Metals*) Volume 1, Pages 133-149 (5 2001).
- EBRAHIMI, G. R, A. ZAREI-HANZAKI, M HAGHSHENAS, y H. ARABSHAHI. «The effect of heat treatment on hot deformation behaviour of Al 2024.» (*journal of materials processing technology*) 206(1), 25-29. (2008).
- ERDMANN, A. L., y otros. «Evaluation of scientific periodicals and the brazilian production of nursing articles.» 2009.
- ET., FARIA AL. «Influência na microestrutura e na microdureza decorrente da adição de 4%Ag na liga Al-4%Cu solidificada unidirecionalmente.» *REVISTA MATERIA*, 2015.
- FERRANTE, MAURIZIO. *Seleção de Materiais*. São Carlos, SP: UFSCar, 1996.
- . *Seleção de Materiais*. São Carlos, SP: UFSCar, 1996.
- G. POWER, M. GRÄFE, C. KLAUBER. <http://www.sciencedirect.com>. 2011. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0304386X11000454> (último acceso: 22 de 4 de 2016).
- GANDIN, C. A., Y. BRÉCHET, M. RAPPAZ, G. CANOVA, M. ASHBY, y H. SHERCLIFF. «Modelling of solidification and heat treatment for the prediction of yield stress of cast alloys.» (*Acta materialia*) 50(5), 901-927 (2002).
- GARCIA, A. «Solidificação: Fundamentos e aplicações.» (UNICAMP) 2001.
- GARCIA, Aauri. *Solidificação: Fundamentos e Aplicações*. 2007.
- Gunduz M, Çardili E. «Directional solidification of aluminium-copper alloys.» *Materials Science and Engineering A.* , 2002: 167-185.

- GUO, L. J. «Nanoimprint lithography: methods and material requirements.» (*Advanced Materials*) 19(4), 495-513. (2007).
- HASKEL, Tatiane. «Efeito do Tratamento Térmico de Solubilização na Microestrutura e nas Propriedades Mecânicas da Liga de Alumínio A356 Dissertação de Mestrado.» (Joinville) 115 p (2006).
- HATCH, J E. *ALUMINUM Propertites and Physical Metalurgy*. Ohio: American Society for Metals, 1984.
- HATCH, J.E. *Aluminum: Properties and Physical Metallurgy*. American Society for Metals. p. 424., 1984.
- HERNÁNDEZ PAZ, J.F., F. PARAY, y J.E. GRUZLESKI. « Natural Aging and Heat Treatment of A356 Aluminium Alloy.» ( AFS Transaction) 2004 .
- HUTCHINSON, E. «Desenvolvimento e Caracterização de Revestimentos do tipo Super-rede de Dureza.» 2005.
- INFOMET. *Infomet*. 20 de 5 de 2016. <http://www.infomet.com.br/site/metais-e-ligas-conteudo-ler.php?codAssunto=55>.
- JIA, y otros. «Effects of dc current on the phase transformation in 7050 alloy during homogenization.» (*Materials Characterization*) 96, 21-27.a (2014).
- JIA, y otros. «Studies on the microstructures and properties in phase transformation of homogenized 7050 alloy.» (*Materials Science and Engineering:*) A, 612, 335-342.b (2014).
- KACPROWICZ, M., R. DEMKOWICZ-DOBRZAŃSKI, W. WASILEWSKI, K. BANASZEK, y I. A. WALMSLEY. «Experimental quantum-enhanced estimation of a lossy phase shift.» (*Nature Photonics*) 4(6), 357-360 (2010).
- KARAMIŞ, M. B., y İ. HALICI. «The effects of homogenization and recrystallization heat treatments on low-grade cold deformation properties of AA 6063 aluminum alloy.» (*Materials Letters*) 61(4), 944-948. (2007).
- KAUR, MISHIN, y GUST. *Fundamentals of grain and interfase boundary diffusion, 3ª ed.* Chichester, UK: Jonh Wiley & Sons, 1995.
- KRAFT, A., A. C. GRIMSDALE, y A. B. HOLMES. «Electroluminescent conjugated polymersÐseeing polymers in a new light. *Angew. »* (*Chem. Int. End Engl*) 37, 402-428 (1998).
- LAKNER, J, GYOROK G, KOVATS R, VARGA V, y OLÁH Z. «Homogenization and preheating of non heat treatable aluminium alloys.» (*International Symposium on Applied Machine Intelligence and Informatics*) pp 397-400 (2012).

- LATAPACK-BALL. *Latapack-Ball*. 2016. <http://www.latapack.com.br/mundo-da-lata/historia-do-aluminio/> (último acceso: 02 de 05 de 2016).
- LI, Y. J., y L ARNBERG. «LI, Y. J.; ARNBERG, L. Evolution of eutectic intermetallic particles in DC-cast AA3003 alloy during heating and homogenization.» *Materials Science and Engineering*, 20014: v. 347, n. 1, p. 130-135.
- LIU, QING, y otros. *Microstructural evolution of Mg, Ag and Zn micro-alloyed Al–Cu–Li alloy during homogenization*. Vol. Volume 26. Issue: Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2016.
- LOURDJANE, F, y A. A. RAHO. «Contribution of the GP Zones to the Hardening and to the Electrical Resistivity in Al10at.% Ag Alloy.» (*American Journal of Materials Science and Engineering*) 3(1), 7-10 (2015).
- MA, Z., A.M. SAMUEL, y F.H. SAMUEL. «Effect of Iron and Cooling Rate on Tensile Properties of B319.2 Alloys in Non-Modified and Sr-Modified Conditions.» (*AFS Transactions*) 2004.
- MA, Z., E. SAMUEL, A.M.A MOHAMED, A.M. SAMUEL, F.H. SAMUEL, y H.W. DOTY. *Influence of aging treatments and alloying additives on the hardness of Al-11Si-2.5Cu-Mg alloys*. *Materials and Design* V. 31, p. 3791-3803., 2010.
- MAYYAS, A., A. QATTAWI, M. OMAR, y D. SHAN. (*Renewable and Sustainable Energy Reviews*) 16(4), 1845-1862 (2012).
- MELO, MIRIAN DE LOURDES NORONHA MOTTA. *ANÁLISE NUMÉRICA DA VARIAÇÃO DA PERMEABILIDADE DE CANAIS INTEDENDRÍTICOS DURANTE A SOLIDIFICAÇÃO DE LIGAS METÁLICAS*. 1996.
- MOROZOV, M., G. Y. TIAN, y P. J. WITHERS. «The pulsed eddy current response to applied loading of various aluminium alloys.» (*NDT & E International*) 43(6), 493-500 (2010).
- MRÓWKA-NOWOTNIK, G., y J. SIENIAWSKI. «Influence of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of 6005 and 6082 aluminium alloys.» (*Journal of Materials Processing Technolog*) 162, 367-372 (2005).
- MYHR, O. R., Ø. GRONG, y S. J. ANDERSEN. «Modelling of the age hardening behaviour of Al–Mg–Si alloys.» (*Acta Materialia*) 49(1), 65-75 (2001).
- NAYAN, NIRAJ. «STUDIES OF HOMOGENIZATION OF DC CAST BILLETS.» *Metal Science and Heat Treatment*, 2010: 32.

- OKAMOTO, T., y K. KISHITAKE. «Dendritic structure in unidirectionally solidified aluminum, tin, and zinc base binary alloys.» (Journal of Crystal Growth) 29(2)137-146 (1975).
- PADILHA, A. F. «Materiais de engenharia.» Hemus. (1997).
- . *Materiais de engenharia*. Hemus, 1997.
- PANSERI, C, y T FEDERIGHI. «A resistometric study of pre-precipitation in Al-10% Zn.» *Acta Metallurgica* 8 (04 1960): 217-238.
- PEDERSEN, L., y L. ARNBERG. «The Effect of Solution Heat Treatment and Quenching Rates on Mechanical Properties and Microstructures in AlSiMg Foundry Alloys, Metallurgical and Materials Transactions A.» vol. 32A (2001).
- PETZOW, GUNTER. *Metallographic Etching*. AMERICAN SOCIETY FOR METALS, 1978.
- POLMEAR, I. J, y B. C., MUDDLE. «The precipitate  $\Omega$  phase in Al-Cu-Mg-Ag alloys.» (Acta Metallurgica) 37(3), 777-789 (1989).
- POLMEAR, I. J., y R. N. LUMLEY. «The effect of long term creep exposure on the microstructure and properties of an underaged Al-Cu-Mg-Ag alloy.» (Scripta Materialia.) 50(9), 1227-1231. 50(9), 1227-1231 (2007).
- POOLE, W. J., SHERCLIFF, H. R., CASTILLO, y T. «Process model for two step age hardening of 7475 aluminium alloy.» (Materials science and technology) 13(11), 897-904 (1997).
- PORTER, D. A., y K. E. EASTERLING. «Phase transformation in materials.» (Boundary Row) 291-308 (1992).
- PORTER, D.A, y EASTERLING K.E. *Phase Transformations in Metals and Alloys*. 1992.
- POWER, G, M GRÄFE, y KLAUBER C. <http://www.sciencedirect.com>. 2011. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0304386X11000454> (último acceso: 22 de 4 de 2016).
- RAJABI, R., S. NADALI, E. ALIBEIKI, J. RAJABI, y M. & RAJABI. «Prediction of the Mechanical Properties of Nano-structured Cr-WC Coatings during Electrodeposition Process Using Artificial Neural Network.» March (Part B), n° International Review of Mech (2012).
- REIS, H., A. BEJAN, I. DINCER, S. LORENTE, y A. MIGUEL. «Porous and complex flow structures in modern technologies.» (Springer Science & Business Media) 2013.
- ROOY, ELWIN L. *Light Metals*. EUA: ASM, 1991.
- . *Light Metals*. EUA: ASM, 1991.

- ROSEN, M, E HOROWITZ, L SWARTZENDRUBER, S FICK, y R MEHRABIAN. «The aging process in aluminum alloy 2024 studied by means of eddy currents.» *Materials Science and Engineering* 53 (05 1982): 191-198.
- ROSEN, M, y et al. «The aging process in aluminum alloy 2024 studied by means of eddy currents.» *Materials Science and Engineering.*, 1982.: v. 53, n. 2, p. 191-198.
- ROSEN, M., E. HOROWITZ, S., RENO, R. C. FICK, y R MEHRABIAN. «An investigation of the precipitation-hardening process in aluminum alloy 2219 by means of sound wave velocity and ultrasonic attenuation.» (*Materials Science and Engineering*) 53(2), 16 (1982).
- RYEN, ØYVIND, BJØRN HOLMEDA, OSCAR NIJS, ERIK NES, EMMA SJÖLANDER, y HANS-ERIK EKSTRÖM. «Strengthening mechanisms in solid solution aluminum alloys.» pp 1999–2006. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2006.
- RYEN, ØYVIND, OSCAR NIJS, EMMA SJÖLANDER, BJØRN HOLMEDAL, HANS-ERIK EKSTRÖM, y ERIK NES. «Strengthening mechanisms in solid solution aluminum alloys.» *Metallurgical and Materials Transactions A* 37 (06 2006): 1999-2006.
- SAEED-AKBARI. «The Effects of Homogenization Conditions on the Hot Ductility Behaviour of AA 2024 Aluminum Alloys.» *Materials Forum*, 2004: pp. 1235-1242.
- SAEED-AKBARI, A., A. ZAREI-HANZAKI, R., RAHMANIAN, y G. R. EBRAHIMI. «The Effects of Homogenization Conditions on the Hot Ductility Behaviour of AA 2024 Aluminum Alloys.» (In *Materials Forum*) Vol. 28, pp. 1235-1242 (2004).
- SALAZAR-GUAPURICHE, M. A., Y. Y. ZHAO, A. PITMAN, y A. GREENE. «Correlation of strength with hardness and electrical conductivity for aluminium alloy 7010. In *Materials science forum* .» (Trans Tech Publications.) Vol. 519, pp. 853-858 (2006).
- SALAZAR-GUAPURICHE, y et al. «SALAZAR-GUAPURICHE, Manuel A. et al. Correlation of strength with hardness and electrical conductivity for aluminium alloy 7010.» *Materials science forum.*, 2006.: p. 853-858.
- SAMARAS, S. N., y HAIDEMENOPOULOS. «Modelling of microsegregation and homogenization of 6061 extrudable Al-alloy.» (*Journal of Materials Processing Technolog*) 194(1), 63-73. (2007).
- SAXENA, SACHIN, C H TYAGI, y AND SANJEEV KUMAR. «Heat Treatment Of Al-Si-Cu-Mg Casting Alloys For The Manufacturing Of Light Weight Machines/ Vehicle Parts With Increased Strength.» *international jornal of mechanical engeneering and robotic research*, 2014: vol3, N° 3, pp.706-715.

- SCHMIDT, WOLFREDO. *Schmidt, Wolfredo Materiais Elétricos: Condutores e Semicondutores - Vol. 1 - 2ª* :. São Paulo: Edgard Blucher, 1979.
- SHEN, P. « The Effects of Heat Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of the AA2618 DC Cast Plate.» *Dissertação (Mestrado) - Universidade de Quebec, Canadá.*, 2012.
- SHERCLIFF, H.R, y M.F ASHBY. «ACTA METAL 38.» 1990.
- SHI, Y. J., y otros. « Transactions of Nonferrous Metals Society of China, » 2015.
- SHIVKUMAR, S., S. RICCI, C. KELLER, y D. APELIAN. «Effect of Solution Treatment Parameters on Tensile Properties of Cast Aluminum Alloys.» (Journal of Heat Treating) vol. 8 ,J n.1, p. 63-70 (1990).
- SHIVKUMAR, S., S. RICCI, C. KELLER, y D. APELIAN. «Effect of Solution Treatment Parameters on Tensile Properties of Cast Aluminum Alloys.» (Journal of Heat Treating) vol. 8, n.1, p. 63-70,1 (990).
- SINGH, S. S. *Three dimensional microstructural characterization of nanoscale precipitates in AA7075-T651 by focused ion beam (FIB) tomography.* Materials Characterization, v.118, p. 102-111, , 2016.
- SJOLANDER, E. «Heat treatment of Al-Si-Cu-Mg casting alloys.» *Journal of Materials Processing Technology*, 2011: volume 210. pp.1249-1259.
- SPEERY, P.R., y M.H. BANKARD. *Metallography Technique for Aluminum Alloy*”,. Metals Handbook, vol 8, Metallography, Structures and Phase Diagrams, ASM International, p 120-129., 1988.
- STARKE JR, E. A., y E. HORNBOGEN. *Aluminium Alloys. Their Physical and Mechanical Properties.* Weinheim: Wiley-VCH, 2008.
- TARIQ, F., N. NAZ, y R. A. BALOCH. «Characterization of material properties of 2xxx series al-alloys by non destructive testing techniques.» (Journal of Nondestructive Evaluation) 31(1), 17-33 (2012).
- TARIQ, FAWAD, NAUSHEEN NAZ, y RASHEED AHMED BALOCH. «Characterization of Material Properties of 2xxx Series Al-Alloys by Non Destructive Testing Techniques.» 2011.
- TIRYAKIOĞLU, M., J. S. ROBINSON, M. A. SALAZAR-GUAPURICHE, Y. Y. ZHAO, y P. D. EASON. «Hardness–strength relationships in the aluminum alloy 7010.» (Materials Science and Engineering: A) 631, 196-200. (2015).

- TIRYAKIOGLU, MURAT, JEREMY S ROBINSON, MANUEL A SALAZAR-GUAPURICHE, y PAUL D EASON. «Hardness-Strength Relationships in the Aluminum Alloy 7010.» *Materials Science & Engineering A* 631 (04 2015): 196-200.
- TURNBULL, D, H S ROSENBAUM, y H N TREAFTIS. «Kinetics of clustering in some aluminum alloys Cinetique de segregation dans quelques alliages d'aluminium Kinetik der entmischung bei einigen aluminium-legierungen.» *Acta Metallurgica* 8 (05 1960): 277-295.
- TW METALS AN ONI COMPANI. *twmetals*. 2016. <http://www.twmetals.com/7075-aerospace-aluminum-bar.html> (último acceso: 31 de 5 de 2016).
- WANG, HAIJUN, JU XU, YONGLIN KANG, MENGOU TANG, y ZHIFENG ZHANG. «Study on inhomogeneous characteristics and optimize homogenization treatment parameter for large size DC ingots of Al–Zn–Mg–Cu alloys.» (Journal of Alloys and Compounds) Volume 585 (2014).
- WYRZYKOWSKI, J W, y M W GRABSKI. «The Hall–Petch Relation in Aluminum and Its Dependence on the Grain Boundary Structure.» *Philosophical Magazine A* 53 (04 1986): 505-520.
- YANG, Xiao-Jun, y Dumitru BALEANU. «Fractal heat conduction problem solved by local fractional variation iteration method.» ( Thermal Science ) 17(2). (2013).
- YU, HUI-CHIA, MIN-JU CHOE, GLENN G. AMATUCCI, y K. THORNTON, YET-MING CHIANG. *Smoothed Boundary Method for simulating bulk and grain boundary transport in complex polycrystalline microstructures*. Vol. Volume 121. Computational Materials Science, August 2016,.
- ZHANG, WEI-WEN, BO LIN, PEI CHENG, DA-TONG ZHANG, y YUAN-YUAN LI. «Effect of Mn addition on microstructure and mechanical properties of cast Al–2Li–2Cu–0.8Mg–0.4Zn–0.2Zr alloy prepared by squeeze casting .» *National Engineering Research Center of Near-net-shape Forming for Metallic Materials*, 2012 2012.
- ZHEN, L. *Distribution characterization of boundary misorientation angle of 7050 aluminum alloy after high-temperature compression*. Journal of materials processing technology, v. 209, p. 754-761, 2009.

