

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO
EM MATERIAIS PARA ENGENHARIA

Influência da taxa de aquecimento no tratamento térmico de solubilização da liga Al 7075

Leonardo de Mello Barbosa

Itajubá, março de 2014

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO
EM MATERIAIS PARA ENGENHARIA

Leonardo de Mello Barbosa

INFLUÊNCIA DA TAXA DE AQUECIMENTO NO TRATAMENTO TÉRMICO DE
SOLUBILIZAÇÃO DA LIGA AL 7075

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Materiais Para Engenharia como parte dos requisitos para obtenção do Título de Mestre em Ciências em Materiais Para Engenharia.

Área de Concentração: Metais

Orientador: Prof. Dra. Mírian de Lourdes Noronha Motta Melo

Março de 2014

Itajubá

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Mauá
Bibliotecária Jacqueline Rodrigues de Oliveira Balducci- CRB_6/1698

B238i

Barbosa, Leonardo de Mello.

Influência da taxa de aquecimento no tratamento térmico de Solubilização da liga Al 7075. / Leonardo de Mello Barbosa. ó Itajubá, (MG) : [s.n.], 2014.

83 p. : il.

Orientador: Prof^a. Dr^a. Mirian de Lourdes Noronha Motta Melo.
Dissertação (Mestrado) ó Universidade Federal de Itajubá.

1. Ligas de alumínio. 2. Solubilização. 3. Taxa de aquecimento.
4. Fusão em não-equilíbrio. I. Melo, Mirian de Lourdes Noronha Motta, orient. II. Universidade Federal de Itajubá. III. Título.

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO
EM MATERIAIS PARA ENGENHARIA

Leonardo de Mello Barbosa

Influência da taxa de aquecimento no tratamento térmico de solubilização da liga Al 7075

Dissertação aprovada por banca examinadora em 31 de março de 2014, conferindo ao autor o Título de **Mestre em Ciências em Materiais Para Engenharia**.

Banca Examinadora:

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

Prof. Dr. Ricardo Risso Chaves

Prof. Dr. João Roberto Moro

Itajubá

2014

*Senhor, a Vós, que nos formastes,
devemos todo o sentido de nossas vidas. Por isso,
dedicamos a Vós o que em Vosso serviço fizemos, a
fim de que o efeito volte a sua causa.*

AGRADECIMENTOS

À minha esposa Magdalena, pela parceria incondicional e compreensão nos momentos em que estive menos presente do que deveria.

À minha orientadora, Prof. Dra. Mírian, por guiar-me através de trilhas, e não de trilhos.

À Chefia da IMBEL - Fábrica de Itajubá, da Divisão de Engenharia e da Seção de Engenharia do Produto, pela confiança depositada em meu trabalho, traduzida no livre acesso aos equipamentos e dedicação parcial de carga horária ao Mestrado.

Aos técnicos do Instituto de Engenharia Mecânica da UNIFEI, Angelo de Souza, Antonio Benedito da Silva, Jonas Mendes e Marcos Cirilo dos Santos, pela constante disponibilidade, paciência e competência.

Ao Prof. Dr. Ivaldo Leão Ferreira (UFF), pelo processamento de dados destinado ao cálculo do diagrama de fases.

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

A todos aqueles 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

BARBOSA, L. M. **Influência da taxa de aquecimento no tratamento térmico de solubilização da liga Al 7075**. 2014. 83p. Dissertação (Mestrado em Materiais Para Engenharia). Universidade Federal de Itajubá, Itajubá – MG, 2014.

O objetivo do trabalho foi investigar os efeitos da taxa de aquecimento durante o tratamento térmico de solubilização da liga de alumínio 7075 sobre a ocorrência do fenômeno de fusão em não-equilíbrio, bem como suas consequências nas propriedades mecânicas de resistência ao impacto e dureza. Inicialmente, foram expostos os princípios teóricos que fundamentam o estudo da fusão em não-equilíbrio, bem como o estado da arte na matéria. A liga de trabalho teve sua composição química caracterizada em espectrômetro e seu diagrama de fases foi calculado em software de acordo com a metodologia CALPHAD. Foram segregados cinco grupos de amostras, que foram recozidas e solubilizadas, em seguida, com taxas de aquecimento entre 2 e 271°C/min. Um grupo de controle foi levado à temperatura prevista para existência de fase líquida em condições de equilíbrio. Todos os grupos foram temperados e envelhecidos segundo os parâmetros usuais na indústria. As amostras foram caracterizadas por microscopia óptica, MEV e EDS, e determinadas as suas propriedades de resistência ao impacto e dureza Brinell. Não foram encontradas evidências de fusão em não-equilíbrio nas amostras cuja temperatura final de solubilização ficou abaixo da linha solidus. O grupo de controle evidenciou formação de fase líquida, com consequente perda na resistência ao impacto e dureza. Adicionalmente, observou-se que o tratamento térmico utilizado é capaz de causar melhoria nas propriedades mecânicas do material, quando comparado com as chapas laminadas originais de 7075-T6.

Palavras-chave: ligas de alumínio, 7075, endurecimento por precipitação, solubilização, fusão em não-equilíbrio, taxa de aquecimento.

ABSTRACT

BARBOSA, L. M. **Influência da taxa de aquecimento no tratamento térmico de solubilização da liga Al 7075**. 2014. 83p. Dissertation (Master's Degree in Engineering Materials). Universidade Federal de Itajubá, Itajubá – MG, 2014.

This work aimed to investigate the effects of the heating rate during the solubilization of aluminum alloy 7075 on the occurrence of nonequilibrium melting phenomenon, as well as its consequences for the mechanical properties of toughness and hardness. Initially, theoretical principles were exposed for underlying the study of nonequilibrium melting, as well as the state-of-art in this field. The alloy had its chemical composition characterized by spectrometer and its phases diagram was calculated by software on CALPHAD methodology. Five groups of samples were sorted, then they were annealed and solubilized, with heating rates varying between 2 and 271°C/min. A control group reached the temperature specified for liquid phase formation under equilibrium conditions. All groups were quenched and aged according to industry parameters. Samples were characterized by optical microscopy, SEM and EDS, and determined their toughness and Brinell hardness properties. No evidence of nonequilibrium melting was found on samples that had not reached temperature above solidus line during solubilization. The control group showed the formation of liquid phase, with consequent loss on toughness and hardness. Additionally, it was observed that the heat treatment used can improve the material's mechanical properties, when compared with the original 7075-T6 rolled plates.

Keywords: aluminum alloys, 7075, precipitation hardening, solubilization, nonequilibrium melting, heating rate.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 - Comparativo de preços dos produtos da cadeia de produção do alumínio, em 2010.	2
Figura 1.2 - Evolução da produção anual de Alumínio Primário, de 1913 a 2010.....	3
Figura 2.1 - Diagrama de fases esquemático de uma liga metálica bi-componente, apresentando as temperaturas de solubilização, têmpera e envelhecimento.	9
Figura 2.2 - Variação esquemática da tensão de escoamento com o tempo de envelhecimento.	13
Figura 2.3 - Imagem em MEV por elétrons retroespalhados de amostras de Al 7075, sem e com o fenômeno de fusão em não-equilíbrio.....	16
Figura 2.4 - Microscopia ótica de amostra de Al 7075. A seta indica região de ocorrência de fusão incipiente.	17
Figura 2.5 - Aspecto em MEV de sinais de fusão em não-equilíbrio em tubo de Al 2017	17
Figura 3.1 - Corpos de prova de Al 7075.....	19
Figura 3.2 - Espectrômetro utilizado para análise química.....	21
Figura 3.3 - Execução do tratamento térmico de recozimento.	23
Figura 3.4 - Execução do tratamento térmico de solubilização.	25
Figura 4.1 - Microscopia ótica da amostra conforme recebida.....	28
Figura 4.2 - Ilustração esquemática da orientação do grão em relação à amostra e da amostra com relação à chapa laminada.	28
Figura 4.3 - Análise em MEV da liga, conforme recebida	29
Figura 4.4 - Análise em MEV/EDS da liga, conforme recebida.....	31
Figura 4.5 - Diagrama de fases do Al 7075, em função do teor de Zn	33
Figura 4.6 - Temperatura real das amostras, em função do tempo, durante o tratamento térmico de recozimento	34
Figura 4.7 - Microscopia ótica da amostra, em estado de recozida	35
Figura 4.8 - Análise em MEV da liga, recozida.....	36
Figura 4.9 - Análise em modo BSE da liga recozida.	37
Figura 4.10 - Temperatura real das amostras, em função do tempo, durante o aquecimento para a solubilização.....	39
Figura 4.11 - Análise por MEV, em modo BSE, de amostra solubilizada e temperada do Grupo A.	40
Figura 4.12 - Análise por MEV, em modo BSE, de amostra solubilizada e temperada do Grupo B.	40

Figura 4.13 - Análise por MEV, em modo BSE, de amostra solubilizada e temperada do Grupo C.	41
Figura 4.14 - Análise por MEV, em modo BSE, de amostra solubilizada e temperada do Grupo D.	41
Figura 4.15 - Análise por MEV, em modo BSE, de amostra solubilizada e temperada do Grupo X.	42
Figura 4.16 - Microscopia óptica de amostras envelhecidas	43
Figura 4.17 - Microscopia óptica de amostra do Grupo X envelhecida	44
Figura 4.18 - Análise por MEV, em modo BSE, de amostra envelhecida do Grupo A	45
Figura 4.19 - Análise por MEV, em modo BSE, de amostra envelhecida do Grupo B.....	46
Figura 4.20 - Análise por MEV, em modo BSE, de amostra envelhecida do Grupo C.....	46
Figura 4.21 - Análise por MEV, em modo BSE, de amostra envelhecida do Grupo D	47
Figura 4.22 - Análise por MEV, em modo BSE, de amostra envelhecida do Grupo X	48
Figura 4.23 - Espectro EDS em contorno de grão e matriz de amostra do Grupo X envelhecida.....	49
Figura 4.24 - Resultados de ensaio de impacto tipo Charpy.....	50
Figura 4.25 - Aspecto de fratura por impacto em amostra do material conforme recebido	51
Figura 4.26 - Aspecto de fratura por impacto em amostra do material recozido.....	52
Figura 4.27 - Aspecto de fratura por impacto em amostra do Grupo A, envelhecida	53
Figura 4.28 - Aspecto de fratura por impacto em amostra do Grupo B, envelhecida.....	54
Figura 4.29 - Aspecto de fratura por impacto em amostra do Grupo C, envelhecida.....	55
Figura 4.30 - Aspecto de fratura por impacto em amostra do Grupo D, envelhecida	56
Figura 4.31 - Aspecto de fratura por impacto em amostra do Grupo X, envelhecida	57
Figura 4.32 - Resultados de ensaio de dureza Brinell.....	59
Figura A.1 - Representação esquemática da solidificação em não-equilíbrio de uma liga hipotética A-B com concentração de B igual a 22%	63
Figura A.2 - Evolução microestrutural da liga hipotética A-B com concentração de B igual a 22%, durante a solidificação em não-equilíbrio	65

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Limites composicionais, em percentual de massa, do Al 7075.	6
Tabela 2 - Dados das principais fases intermetálicas da liga Al 7075.	7
Tabela 3 - Parâmetros da solubilização dos grupos de amostras.	24
Tabela 4 - Análise química de amostra de Al 7075. Concentração percentual em massa de cada elemento.	32
Tabela 5 - Taxa real de aquecimento das amostras durante o tratamento térmico de solubilização.	39
Tabela 6 - Fração mássica, em análise por EDS, de elementos químicos encontrados em contorno de grão e matriz de amostra do Grupo X envelhecida.	48

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

BRIC – Brasil, Rússia, Índia e China

BSE – Elétrons Retroespalhados (do inglês *Backscattered Electrons*)

EDS – Espectroscopia de Energia Dispersiva (do inglês *Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy*)

FSW – Solda por Fricção e Mistura Mecânica (do inglês *Friction Stir Welding*)

IMBEL-FI – Indústria de Material Bélico do Brasil – Fábrica de Itajubá

LMM – Laboratório de Metalurgia e Materiais

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

PFZ – Zona Livre de Precipitados (do inglês *Precipitate-Free Zone*)

SE1 – Elétrons Secundários do tipo I (do inglês *Secondary Electrons type I*)

UFF – Universidade Federal Fluminense

UNIFEI – Universidade Federal de Itajubá

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	1
1.1	CONSIDERAÇÕES INICIAIS	1
1.2	OBJETIVO	1
1.3	JUSTIFICATIVAS	2
1.3.1	O Brasil enquanto fornecedor apenas dos insumos de produção	2
1.3.2	A necessidade de investimento científico e tecnológico na cadeia de alumínio secundário	3
1.3.3	Escassez de literatura a respeito do tema	4
1.4	ESTRUTURA DO TRABALHO	5
2	REVISÃO DE LITERATURA	6
2.1	A LIGA AL 7075	6
2.2	FASES INTERMETÁLICAS E ENDURECIMENTO POR PRECIPITAÇÃO	7
2.3	TRATAMENTOS TÉRMICOS PARA LIGAS DE ALUMÍNIO	8
2.3.1	Solubilização	9
2.3.2	Resfriamento brusco ou têmpera	10
2.3.3	Envelhecimento ou Precipitação	11
2.3.4	Recozimento	13
2.4	FUSÃO EM NÃO-EQUILÍBRIO	13
3	MATERIAIS E MÉTODOS	18
3.1	LINHAS GERAIS DE AÇÃO	18
3.2	AMOSTRAS DA LIGA AL 7075	19
3.3	METALOGRAFIA MICROSCÓPICA	19
3.4	ANÁLISE EM MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA E ESPECTRÔMETRO DE ENERGIA DISPERSIVA	20
3.5	ANÁLISE QUÍMICA	20
3.6	OBTENÇÃO DAS TEMPERATURAS DE TRANSIÇÃO DE FASE	21
3.7	FORNOS DE AQUECIMENTO	22
3.8	RECOZIMENTO	22
3.9	SOLUBILIZAÇÃO, TÊMPERA E ENVELHECIMENTO	24
3.10	ENSAIOS DE IMPACTO	26
3.11	ENSAIOS DE DUREZA	26
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	28
4.1	CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL CONFORME RECEBIDO	28
4.1.1	Metalografia microscópica do material conforme recebido	28
4.1.2	Análise em MEV/EDS do material conforme recebido	29
4.1.3	Análise química do material conforme recebido	32

4.1.4	Temperaturas de transição de fase da liga de trabalho.....	32
4.2	EXECUÇÃO DE RECOZIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL	
	RECOZIDO	34
4.2.1	Execução do tratamento térmico de recozimento	34
4.2.2	Metalografia microscópica de amostra recozida.....	35
4.2.3	Análise em MEV de amostra recozida.....	36
4.3	EXECUÇÃO DE SOLUBILIZAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL	
	SOLUBILIZADO E TEMPERADO	38
4.3.1	Execução do tratamento térmico de solubilização	38
4.3.2	Análise em MEV das amostras solubilizadas e temperadas	39
4.4	CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL ENVELHECIDO	43
4.4.1	Metalografia microscópica das amostras envelhecidas	43
4.4.2	Análise em MEV/EDS das amostras envelhecidas.....	45
4.5	ENSAIO DE IMPACTO	49
4.6	ENSAIO DE DUREZA	58
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS	60
5.1	CONCLUSÃO.....	60
5.2	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	61
5.3	COMENTÁRIO.....	62
	APÊNDICE A – Solidificação em não-equilíbrio.....	63
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	66

1 INTRODUÇÃO

1.1 Considerações iniciais

Desde 1886, quando os cientistas Charles Hall (EUA) e Paul Heroult (França) desenvolveram o primeiro método economicamente viável de redução eletrolítica da *alumina* ou *óxido de alumínio* (Al_2O_3) em grande escala, o *alumínio* (Al) tornou-se um dos materiais mais competitivos econômica e tecnicamente para aplicações de engenharia (ROOY, 1991). Nessa época, como frutos da Segunda Revolução Industrial, estavam surgindo os primeiros veículos com motor a combustão, assim como a necessidade de transmissão de energia elétrica a longas distâncias, e o alumínio tornou-se metal de suma importância para a construção de partes de automóveis, além de cabos e torres de eletricidade. Pouco tempo depois, a indústria aeronáutica também seria testemunha da versatilidade e propriedades físicas e mecânicas do alumínio, tais como: baixa massa específica ($2,7 \text{ g/cm}^3$, aproximadamente um terço das do aço, cobre ou bronze), excelente resistência à corrosão na maior parte dos ambientes, boa condutibilidade térmica e elétrica, aparência, usinabilidade e resistência mecânica (ROOY, 1991).

Atualmente, a produção mundial de alumínio ultrapassa os 41 milhões de toneladas por ano, sendo superada, dentre a produção de metais primários, apenas pela da do ferro (BROWN *et al.*, 2012).

O processamento das ligas de alumínio é uma questão complexa, que envolve fatores de ordem econômica, energética e tecnológica, dentre outras. O presente trabalho trata de uma questão científico-tecnológica, ao estudar um fenômeno deste processamento bem conhecido na teoria, mas com poucas publicações experimentais a respeito: a fusão em não-equilíbrio.

1.2 Objetivo

O objetivo do presente trabalho é investigar, de forma qualitativa e quantitativa, a influência da taxa de aquecimento durante a solubilização sobre a ocorrência do fenômeno de fusão em não-equilíbrio em amostras de liga Al 7075, bem como sobre a resistência ao impacto e a dureza em espécimes posteriormente envelhecidos.

1.3 Justificativas

1.3.1 O Brasil enquanto fornecedor apenas dos insumos de produção

A alumina é o segundo composto mais abundante na crosta continental terrestre, respondendo por mais de 15% de sua composição (BROWN e MUSSETT, 1981). É obtida através da mineração e beneficiamento da *bauxita*, seguida de um processo em refinarias que visa retirar as impurezas desta última. Atualmente, as reservas mundiais de bauxita totalizam cerca de 27,1 bilhões de toneladas, 7% das quais encontram-se no Brasil (CARDOSO *et al.*, 2011). Apesar de ser o 2º maior produtor mundial de bauxita (14 % da produção), o Brasil é apenas o 6º maior produtor de alumínio, atrás de todos os outros BRIC's¹ e similar a países como os Emirados Árabes Unidos (BROWN *et al.*, 2012). Sabendo-se que, para produzir 1000 kg de alumínio primário² são necessários 1923 kg de alumina advindos de 5268 kg de bauxita (CARDOSO *et al.*, 2011), o *ranking* da produção reflete a deficiência brasileira nas etapas tecnologicamente mais nobres e que, conseqüentemente, agregam mais valor, da produção de alumínio: o refino da bauxita, a redução da alumina e, principalmente, o beneficiamento do alumínio. A Figura 1.1, ao comparar o preço dos produtos da cadeia do alumínio, permite vislumbrar o quanto o Brasil deixa de ganhar ao deixar a fabricação dos produtos mais lucrativos para outros países.

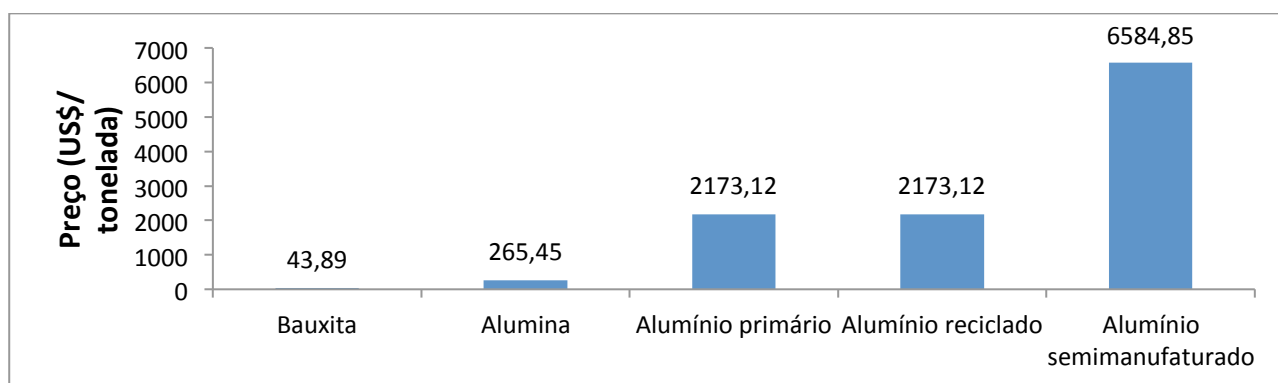


Figura 1.1 - Comparativo de preços dos produtos da cadeia de produção do alumínio, em 2010.
Adaptado de CNI (2012).

¹ O acrônimo BRIC é usualmente empregado para referir-se ao Brasil, Rússia, Índia e China, como grandes mercados emergentes.

² Alumínio primário é o alumínio puro, obtido diretamente da alumina. É matéria-prima para o alumínio secundário, classe que inclui os produtos semimanufaturados (como ligas beneficiadas por processos termomecânicos) e o alumínio advindo da reciclagem (RÉSEAU TRANS-AL, 2006).

O objetivo deste trabalho liga-se justamente à solução de uma questão tecnológica relacionada a um produto semimanufaturado, de grande valor agregado, desta cadeia de produção: a liga Al 7075.

1.3.2 A necessidade de investimento científico e tecnológico na cadeia de alumínio secundário

Estima-se que a produção mundial de alumínio primário deva, em relação a 2012, dobrar até 2020 (CNI, 2012). A indústria brasileira do setor, entretanto, vive um processo contínuo de perda de competitividade na área, traduzido, por exemplo, no fechamento da planta de Aratu-BA da empresa Novelis e no encerramento das atividades da Valesul, em 2010 e 2009, respectivamente (MACEDO, 2012). De forma gráfica, pode-se observar a defasagem brasileira no comparativo entre a produção mundial e a nacional de alumínio primário na Figura 1.2. A produção nacional, iniciada em 1945, na cidade de Ouro Preto-MG, pela Elquisa (ABAL, 2012), não acompanhou o grande salto das décadas de 60 em diante.

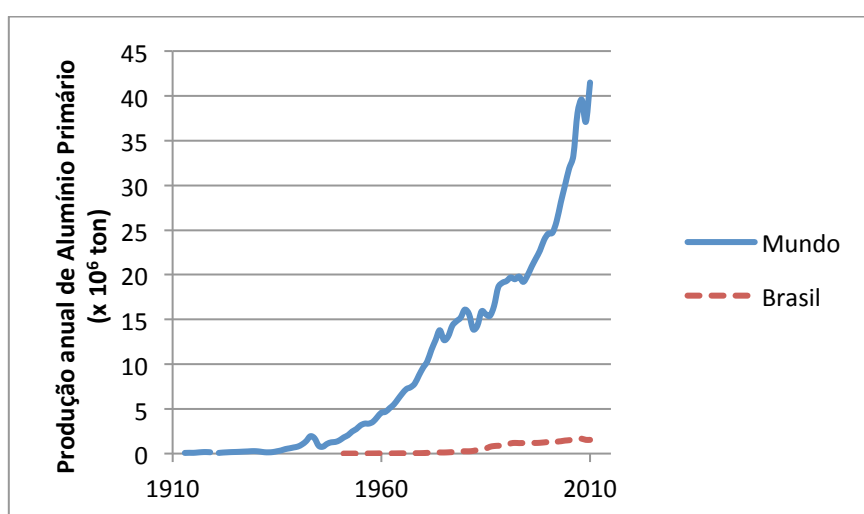


Figura 1.2 - Evolução da produção anual de Alumínio Primário, de 1913 a 2010. Fonte: BGS (2012).

Como causas desta perda de competitividade podem ser citados os elevados custos de produção do alumínio primário (sobretudo pelo consumo de energia elétrica³); os custos que

³ No Brasil, 6% de toda a energia elétrica gerada no país são consumidos na redução eletrolítica de alumina (CARDOSO *et al.*, 2011).

incidem em toda a cadeia (carga tributária); e a invasão de produtos importados semi-acabados, principalmente ligas de alumínio já beneficiadas (CNI, 2012).

O governo brasileiro, a fim de impedir a desindustrialização do setor, tratou de instituir o “Grupo de Trabalho do Alumínio” composto por representantes dos Ministérios de Minas e Energia, da Fazenda, do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior, da Empresa de Pesquisa Energética e do Banco Nacional do Desenvolvimento Econômico e Social. O grupo visa “estudar alternativas para promover a competitividade da cadeia produtiva do alumínio no país” (BRASIL, 2011). O foco, entretanto, está na desoneração tributária do setor e no barateamento e qualidade da energia elétrica para estas indústrias (VD, 2012). Parece não haver, neste Grupo, preocupação com a necessidade de ser competitivo na produção de alumínio secundário.

Por outro lado, o Brasil já vem se destacando na reciclagem de alumínio, a atividade de mais fácil implantação dentre as típicas do setor de alumínio secundário. As latas de bebidas, por exemplo, têm um índice de reciclagem superior a 93% no país, o que o torna líder neste aspecto (MACEDO, 2012).

Ainda mais na vanguarda, os países do 1º mundo perceberam, há algum tempo, que o esforço deve concentrar-se nos produtos referentes à última coluna da Figura 1.1: o lucrativo alumínio semimanufaturado. Os EUA, por exemplo, puseram na mais alta prioridade de Pesquisa e Desenvolvimento para a indústria de alumínio em território norte-americano o “desenvolvimento da nova geração de ligas de alumínio, pela compreensão da relação entre composição e processamento das ligas e seus efeitos na microestrutura e propriedades” [tradução livre] (EUA, 2003).

Ou seja, o trabalho ora apresentado, ao estudar os efeitos do tratamento térmico na microestrutura e propriedades de uma liga avançada de alumínio, alinha-se com os esforços tecnológicos dos países mais desenvolvidos.

1.3.3 Escassez de literatura a respeito do tema

Conforme é explicitado na Seção 2.4, o objetivo deste trabalho relaciona-se diretamente à *fusão em não-equilíbrio*. Apesar deste se tratar de fenômeno bem conhecido, presente nos manuais de referência da matéria (ASM INTERNATIONAL, 1991b), recebe atenção apenas marginal nas pesquisas da comunidade acadêmica. Nos estudos a respeito do tratamento térmico de solubilização do alumínio, grande enfoque é dado à temperatura final da solubilização (TODA *et al.*, 2010), ou mesmo às características químicas e morfológicas das zonas de microporosidade formadas por parâmetros inadequados de solubilização (ATKINSON, BURKE e VANEETVELD, 2008), mas não à taxa de aquecimento.

Com este trabalho, espera-se preencher a lacuna de conhecimento de dados quantitativos a respeito da influência da taxa de aquecimento no tratamento de solubilização de ligas de alumínio. Há especial vantagem para a indústria, que a todo momento se vê obrigada a tratar termicamente peças grandes, com taxas de aquecimento diferenciadas em suas diversas regiões, além de lhe faltar normatização com relação às rampas de aquecimento indicadas para os fornos.

1.4 Estrutura do trabalho

Esta dissertação é estruturada da seguinte forma:

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

No Capítulo 2 - Revisão de literatura, é fornecida a base teórica necessária para o entendimento do fenômeno da fusão em não-equilíbrio, ao mesmo tempo em que são citados trabalhos relacionados à temática do tratamento térmico das ligas de alumínio e o estado da arte da investigação do fenômeno.

Ao Capítulo 3 - Materiais e métodos, é exibido o planejamento da experimentação realizada, bem como são descritas as técnicas empregadas, além do material utilizado.

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

No 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.

Esta dissertação conta com um Apêndice, onde é feito o estudo teórico da solidificação em não-equilíbrio, um tema apenas vicinal ao fenômeno investigado, mas cuja compreensão pode facilitar o acompanhamento das discussões.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 A liga Al 7075

Comumente, a indústria associa o alumínio a outros metais de engenharia, como o cobre, o zinco e o manganês, gerando 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, 2013). 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, 2012). A liga Al 7075 é caracterizada pela composição química mostrada na Tabela 1:

Tabela 1 - Limites composicionais, em percentual de massa, do Al 7075.

Zn	Mg	Cu	Mn (máx.)	Si (máx.)	Fe (máx.)
5,1 a 6,1	2,1 a 2,9	1,2 a 2,0	0,30	0,40	0,50
Cr	Ti (máx.)	Outros elementos (máx. cada um)	Outros elementos (máx. total)	Al	
0,18 a 0,28	0,20	0,05	0,15	balanço	

Fonte: ASM INTERNATIONAL (1991a).

Esta liga é utilizada principalmente na indústria aeronáutica, por conta de sua elevada resistência mecânica e médias tenacidade e resistência à corrosão. Entretanto, encontra também aplicações em outras indústrias de transporte, como a marítima e a automotiva, na fabricação de máquinas e equipamentos, na confecção de moldes de injeção e na indústria bélica (ALCOA, 2012). Na cidade de Itajubá-MG, a IMBEL-FI (Indústria de Material Bélico do Brasil – Fábrica de Itajubá), estatal brasileira dedicada ao projeto e fabricação de armas de fogo, faz uso intensivo desta liga na construção de fuzis e carabinas. Atualmente, grande parte do Al 7075 utilizado na IMBEL-FI provém da Europa e/ou da América do Norte, por falta de fornecedores nacionais qualificados⁴. Este é um fato preocupante, ao considerar-se a sensibilidade e o caráter estratégico do produto em questão.

⁴ Informação fruto da experiência do autor, que trabalha há 8 anos na indústria em questão.

2.2 Fases intermetálicas e endurecimento por precipitação

Os elementos de liga adicionados ao alumínio puro para a formação da liga Al 7075 não se dissolvem completamente na matriz em temperatura ambiente, mas, pelo contrário, formam novas estruturas cristalinas que apresentam uma relação constante entre os números de átomos dos componentes, além de outras características próprias, como uma estrutura cristalina diferente da matriz (FELTRIN, 2004). Estas estruturas podem ser denominadas *fases intermediárias* ou *intermetálicas*, e suas características podem ser observadas na Tabela 2.

Tabela 2 - Dados das principais fases intermetálicas da liga Al 7075.

Fase intermetálica	Designação ASTM E157-61T	Outra designação	Tipo de estrutura	Densidade (g/cm ³)	Temperatura de fusão (°C)
Mg ₃ Zn ₃ Al ₂	162B	T	CCC	3,78	530
CuMg ₄ Al ₆	162B	T	CCC	2,69	475
Mg ₂ Zn ₁₁	39C	Z	Cúbico	6,12	385
Cu ₆ Mg ₂ Al ₅	39C	Z ou V	Cúbico	4,90	710
MgZn ₂	12H	M	Hex.	5,20	590
CuMgAl	12H	M ou U	Hex.	4,13	550

Fonte: FELTRIN (2004).

As fases intermetálicas normalmente são classificadas em três tipos (RAGHAVAN *et al.*, 1985):

- a) *Constituintes* – de dimensões maiores que os demais, consistem em compostos insolúveis ou parcialmente solúveis mesmo em temperaturas mais altas. Formam-se principalmente como resultado de interações de elementos de liga com impurezas, como Fe e Si;
- b) *Dispersóides* – menores que as fases constituintes, contém tipicamente elementos como Mg, Cu, Zn e Cr, adicionados para o endurecimento do material ou retardamento da solidificação; e
- c) *Precipitados* – solúveis em altas temperaturas, formam-se finos e dispersos durante o envelhecimento do metal⁵.

⁵ Não é incomum encontrar outras classificações na literatura. Cite-se, como exemplo, TIRYAKIOGLU e STALEY (2003). Da mesma forma, muitas vezes se lê “precipitado” como sinônimo de “fase intermetálica”.

Os precipitados, normalmente de dimensões submicroscópicas ($< 0,5 \mu\text{m}$) e totalmente envolvidos por uma matriz de uma única orientação cristalina (grão), podem atuar como barreiras para a movimentação das discordâncias (DIETER, 1981). Se não-coerentes⁶ com a matriz, são barreiras impenetráveis, através das quais as discordâncias só podem mover-se por meio de mudanças acentuadas nas curvaturas de suas linhas. Se coerentes, as discordâncias podem atravessá-las, mas somente com tensões muito mais elevadas do que as necessárias para as discordâncias se moverem através da matriz (DIETER, 1981).

Sabe-se que a resistência mecânica de um material cristalino está diretamente relacionada à dificuldade do escorregamento (movimentação) das discordâncias em sua microestrutura (REED-HILL, 1982). Por consequência, a presença de precipitados finamente dispersos na matriz provoca um aumento na resistência mecânica, chamado *endurecimento por precipitação* (STARKE JR e HORNBOGEN, 2008).

2.3 Tratamentos térmicos para ligas de alumínio

De forma geral, os tratamentos térmicos em metais resumem-se ao aquecimento e resfriamento destes em condições controladas, de forma a modificar sua microestrutura, com consequente alteração das propriedades mecânicas, químicas ou alívio de tensões residuais (ASM INTERNATIONAL, 1991b). No caso do endurecimento por precipitação, o objetivo dos tratamentos térmicos é solubilizar fases intermetálicas em altas temperaturas, precipitando-as frente a um resfriamento rápido e envelhecimento em temperaturas mais baixas (DIETER, 1981). Para a aplicabilidade do tratamento citado, é necessário que estas fases intermetálicas sejam solúveis em temperaturas elevadas, mas que diminuam a sua solubilidade com o decréscimo da temperatura. Este requisito constitui uma limitação do número de ligas com endurecimento por precipitação de utilidade prática. 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 (ASM INTERNATIONAL, 1991a).

Os tratamentos térmicos mais utilizados para melhoria das propriedades mecânicas do Al 7075 são denominados *têmperas classes T6 e T7*, e são compostos por três fases principais (ASM INTERNATIONAL, 1991b):

⁶ Um precipitado coerente é aquele em que há uma relação (coerência) na orientação cristalina dos átomos da fase precipitada com os átomos da matriz. Nos precipitados não-coerentes, não há esta relação: há uma descontinuidade na orientação das redes (NEVES, 2013).

- *Solubilização* – dissolução das fases solúveis;
- *Resfriamento brusco* ou *Têmpera* – obtenção de solução supersaturada; e
- *Envelhecimento* ou *Precipitação* – precipitação de soluto pela elevação da temperatura.

2.3.1 Solubilização

A primeira etapa no tratamento T6 ou T7 é a produção de uma solução sólida. Isto é feito através da solubilização, que consiste na manutenção da liga a uma temperatura suficientemente alta por um tempo longo o bastante para que a maior parte dos solutos se dissolvam e tenhamos uma solução sólida homogênea ou quase homogênea (ASM INTERNATIONAL, 1991b).

A Figura 2.1 apresenta o diagrama de fases de equilíbrio de uma liga metálica bi-componente hipotética. Seja a composição C a que representa a liga de trabalho. Observe que, a baixas temperaturas, como T_2 e T_3 , a liga apresenta duas fases distintas, α e β . Ao elevarmos a temperatura até T_1 (temperatura de solubilização, acima da linha solvus), a fase β se dissolve completamente na fase α . Observe que não há presença de fase líquida, posto que T_1 está abaixo da linha solidus para a composição C, temos, assim, uma solução sólida homogênea.

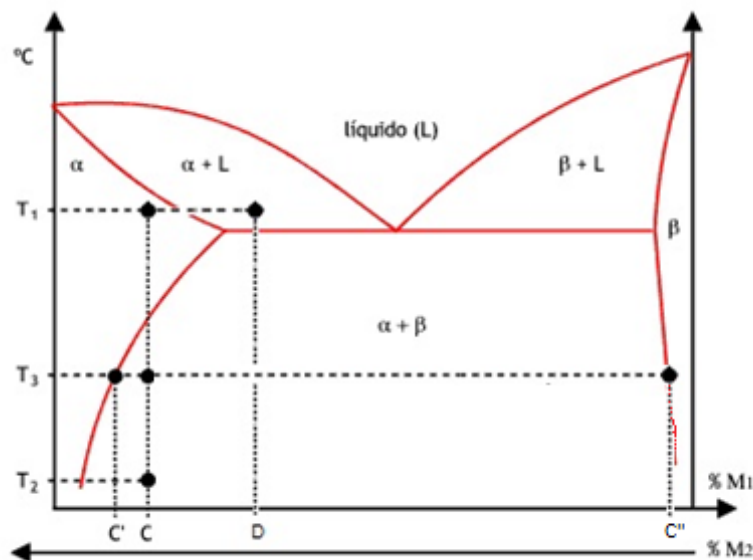


Figura 2.1 - Diagrama de fases esquemático de uma liga metálica bi-componente, apresentando as temperaturas de solubilização, têmpera e envelhecimento⁷.

⁷ Figura adaptada a partir da original, retirada da URL <<http://www.mspc.eng.br/ciemat/metnfer110.shtml>>, sem autor definido. Acesso em 04 de novembro de 2012.

O caso do Al 7075 é mais complexo, posto que a presença de certos solutos ainda insolúveis fará com que a solução sólida não seja completamente homogênea⁸.

O tratamento de solubilização recomendado para perfis laminados de Al 7075 prevê a manutenção da temperatura de $480 \pm 6^\circ\text{C}$, por um tempo mínimo de 10 minutos, dependendo do tipo de forno e dimensões da peça tratada. A temperatura de solubilização deve ser atingida “tão rápida quanto possível” (ASM INTERNATIONAL, 1991b). Observe-se que, de acordo com a literatura, a temperatura em que começa a haver formação de fase líquida varia entre 477°C e 532°C , a depender do estado inicial dos grãos: a mais baixa para grãos heterogêneos (tais como de fundidos) e a mais alta para grãos já solubilizados anteriormente. Pode, portanto, ocorrer de, durante a solubilização de grãos heterogêneos, certa parte do material se fundir. No caso de ligas Al-Cu e Al-Cu-Mg, como as 2xxx, o evento é ainda mais crítico: na liga Al 2017, mesmo grãos homogêneos formam fase líquida a 513°C , e a solubilização deve ser realizada a apenas 3°C abaixo, a 510°C (ASM INTERNATIONAL, 1991a).

2.3.2 Resfriamento brusco ou têmpera

O resfriamento natural da peça aquecida, de T_1 a T_2 , faria com que a solução sólida se tornasse heterogênea, pela precipitação de β . Se, entretanto, forçarmos um resfriamento brusco (*têmpera*), seja pela imersão em água ou em fluidos específicos para tal, pode-se impedir a difusão de ocorrer, prevenindo a precipitação e originando uma solução supersaturada, homogênea mas metaestável (HATCH, 1984).

Geralmente, os resultados da têmpera são tão mais eficazes quanto maior for a taxa de resfriamento (ASM INTERNATIONAL, 1991b). Por conta disso, as velocidades, métodos e efeitos da taxa de resfriamento na têmpera do alumínio são bastante estudadas, como por GILLES, BOUROUGA e SORIN (2004); KASSNER, GEANTIL e LI (2011) e REDDAPPA *et al.* (2012). A liga Al 7075 é particularmente sensível aos efeitos de taxas baixas de resfriamento, exigindo ser resfriada a, no mínimo, 300°C/s para estar em condições plenas de passar pelo envelhecimento. Industrialmente, esta taxa é obtida pelo o resfriamento em água à temperatura ambiente, não mais de 15 segundos após a retirada da peça do forno (ASM INTERNATIONAL, 1991b).

Imediatamente após a solubilização e têmpera, a ausência de precipitados torna o material dúctil e macio, sendo este um momento especialmente propício para processos de conformação mecânica, como laminação e têmpera (HATCH, 1984).

⁸ Esta assertiva é comprovada neste trabalho, através da análise da Figura 4.6.

2.3.3 Envelhecimento ou Precipitação

Conforme foi visto na Seção 2.2, há necessidade de precipitar o excesso de soluto para a melhoria das propriedades mecânicas do material. A partir da solução supersaturada obtida com a têmpera, esta precipitação pode ocorrer de forma natural ou acelerada pelo aquecimento.

Dada a metaestabilidade da solução sólida supersaturada, o calor (mesmo ambiental) fornece energia térmica que provoca a difusão dos átomos de soluto e conseqüente precipitação dos componentes insolúveis na matriz. Tal precipitação ocorre num certo número de etapas. Logo após a têmpera, a liga começa a formar regiões de segregação de soluto, formando mínimos precipitados conhecidos como *zonas de Guiner-Preston* (zonas GP) (DIETER, 1981). Este estágio inicial é o mais difícil de ser analisado, devido ao tamanho extremamente pequeno das partículas precipitadas (normalmente visíveis apenas por microscopia eletrônica de transmissão) e sua distribuição uniforme. As partículas das zonas GP têm composição e estruturas definidas, que não são as mesmas do precipitado final. São mais fáceis de nuclear, formando-se primeiro, mas desaparecerão quando surgirem fases mais estáveis (REED-HILL, 1982). As zonas GP, coerentes com a matriz, produzem uma deformação na rede cristalina, de maneira que a dureza ou a tensão de escoamento do material se torna superior à da solução sólida. A seqüência de precipitação, a partir das zonas GP, varia de liga para liga, mas o usual é que os precipitados iniciais ordenem-se em certos planos cristalinos e cresçam, formando novas fases metaestáveis (θ'' e θ' , no caso de ligas Al-Cu, por exemplo). O crescimento se dá até um tamanho crítico, quando ocorre a perda da coerência com a matriz e conseqüente diminuição da dureza (DIETER, 1981).

Na maior parte das ligas de alumínio tratáveis termicamente, a taxa de precipitação é baixa à temperatura ambiente, mas suficientemente rápida para percebermos mudanças na dureza e resistência à tração em um tempo razoável (10 a 100 dias). O processo de formação e evolução das zonas GP é provocado, portanto, pelo simples repouso do material à temperatura ambiente. Este tratamento térmico “natural” recebe o nome de *envelhecimento* (ASM INTERNATIONAL, 1991b).

A liga Al 7075 solubilizada e temperada precipita-se de forma extremamente lenta à temperatura ambiente. Assim, é industrialmente conveniente aumentar a mobilidade dos átomos de soluto e, conseqüentemente, a taxa de precipitação elevando a temperatura da peça bem acima da temperatura ambiente, mas abaixo da temperatura de solubilização. Este envelhecimento “artificial” recebe o nome de *precipitação* (por vezes, os nomes envelhecimento e precipitação são utilizados como sinônimos) (ASM INTERNATIONAL, 1991b) e sua temperatura está representada como T_3 na Figura 2.1.

A manutenção indefinida do material à temperatura de precipitação leva ao ponto de evolução dos precipitados em que eles se tornam estáveis, com a concentração de equilíbrio prevista pelo diagrama de fases (DIETER, 1981). Tal concentração de equilíbrio X_{β} , prevista pela regra da alavanca, é dada, na Figura 2.1, por:

$$X_{\beta} = \frac{C - C'}{C'' - C'} \quad (2.1)$$

Onde C é a concentração de M_1 na liga; C' é a concentração máxima de M_1 à temperatura T_3 sem formação de fase β ; e C'' é a concentração mínima de M_1 à temperatura T_3 sem formação de fase α .

Atingida a condição de equilíbrio, torna-se impossível que todas as partículas continuem a crescer, mas há uma rearrumação de tal forma que algumas (as maiores) continuam a crescer, enquanto que outras (as menores) desaparecem. Isso ocorre porque a energia livre por átomo de um precipitado grande é menor que a de um pequeno. Essa diferença de energia livre é a força motriz que provoca a dissolução dos precipitados pequenos e o crescimento dos maiores. Sem perda de generalidade, estes precipitados maiores são denominados precipitados tipo θ no caso de ligas Al-Cu (REED-HILL, 1982)⁹. Os precipitados tipo θ são não-coerentes com a matriz, estáveis e muito grandes, encontrando-se muito afastados uns dos outros por conta da diminuição do número de partículas, e deixam um longo caminho livre para a movimentação das discordâncias, favorecendo o amolecimento do material. Esta situação é chamada de *superenvelhecimento*. Apesar disso, ligas superenvelhecidas também encontram aplicações práticas (SANTOS, 2011).

Pode-se, portanto, concluir que há um momento ótimo de precipitação, caracterizado por um grande número de partículas finas e coerentes, em que ocorre a maior elevação das propriedades mecânicas do material. A manutenção da liga à temperatura de tratamento sob tempos inferiores ou superiores ao ótimo gera peças de qualidade mecânica inferior, conforme mostra a Figura 2.2.

O tratamento T6 para a liga 7075 procura gerar uma liga em condições próximas à de máxima elevação das propriedades mecânicas, e prevê a precipitação a 120°C, por 24 horas (ASM INTERNATIONAL, 1991b).

⁹ Optou-se por citar a liga Al-Cu por sua simplicidade. Ligas Al-Zn-Mg-Cu, como a Al 7075, possuem diversos outros precipitados metaestáveis e estáveis, como η' , T, M, Z, etc. (LIM, EUN e NAM, 2003).



Figura 2.2 - Variação esquemática da tensão de escoamento com o tempo de envelhecimento.
Fonte: DIETER (1981).

2.3.4 Recozimento

O *recozimento* faz parte de outra família de tratamentos térmicos, que não a dos já citados. Não visa obter os efeitos do endurecimento por precipitação, mas, sim, restaurar a ductilidade de um metal que tenha sido severamente encruado por tratamentos térmicos ou termo-mecânicos anteriores (REED-HILL, 1982). A ductilidade, acompanhada por um decréscimo na dureza, é restaurada pelo alívio de tensões residuais, pela recristalização do metal e pelo crescimento dos grãos (DIETER, 1981).

Os detalhes deste tratamento não serão discutidos aqui, posto que são irrelevantes para os propósitos deste trabalho. Por outro lado, um de seus efeitos colaterais é bastante interessante para o estudo ora efetuado. O recozimento é realizado através do encharcamento da peça a elevadas temperaturas e lento resfriamento. As altas taxas de difusão alcançadas neste procedimento permitem grande evolução dos precipitados, tornando-os os mais grosseiros e espaçados possíveis, resultando em mínima dureza (ASM INTERNATIONAL, 1991b).

No caso da liga 7075, o recozimento que produz os efeitos mais expressivos para as propriedades mecânicas consiste em submeter as amostras ao encharcamento por 2 horas a 415°C, seguida de lento resfriamento (28°C/h) até 230°C, novo encharcamento nesta temperatura por 6 horas e resfriamento lento (ao ar, por exemplo) até o retorno à temperatura ambiente (ASM INTERNATIONAL, 1991b).

2.4 Fusão em não-equilíbrio

Conforme visto, a solubilização é uma etapa de extrema importância nos tratamentos térmicos mais utilizados para a liga de alumínio 7075. É nesta etapa que ocorre a dissolução das fases solúveis, para posterior desenvolvimento de supersaturação e precipitação controlada dos

solutos. O tratamento prevê a manutenção da liga em uma condição térmica que permita a dissolução do soluto, mas sem provocar a fusão de qualquer porção do material. Ou seja, uma faixa de temperatura que, de tão estreita, impede variações superiores a 6°C com relação à temperatura nominal de trabalho (ASM INTERNATIONAL, 1991b).

A determinação de tal temperatura nominal, preconizada por normas bem conhecidas nos meios acadêmicos e industriais, dá-se a partir do estudo do diagrama de fases da liga, obtido por um aquecimento gradual da amostra (ASM INTERNATIONAL, 1991b). Não leva em consideração, portanto, que a maior parte dos processos industriais promove uma taxa de aquecimento incompatível com a hipótese de equilíbrio inata aos diagramas de fases.

Deve ser observado, entretanto, que o aquecimento rápido pode impedir a dissolução completa de certos solutos intermetálicos e provocar uma fusão incipiente (ou seja, a formação de uma pequena quantidade de fase líquida) de determinadas porções do material, denominada *fusão em não-equilíbrio* (HATCH, 1984). Tome-se o caso de um material cujos grãos não estejam formados com composição química completamente homogênea. Isso ocorre, por exemplo, em lingotes e placas logo após a fundição, ou com tratamento térmico de homogeneização ineficaz (ASM INTERNATIONAL, 1991b)¹⁰. Assim, a liga que, globalmente, tem a composição C da Figura 2.1, pode, nos contornos de grão, ter a composição D da mesma figura. Se elevarmos a temperatura, de T_2 a T_1 , em condições quase estáticas, o grão tem condições de se homogeneizar, fazendo com que o excesso de soluto na superfície do grão difunda para o interior. Neste caso, o processo que foi visto na seção 2.3.1 ocorre normalmente, e a solubilização é eficaz. Entretanto, se o aquecimento for muito rápido, tal difusão poderá não ocorrer completamente, e a parte do grão que estava com a composição D terá, em T_1 , formado uma fase líquida (posto que T_1 é maior que a isoterma eutética¹¹) mais uma fase sólida α .

A manutenção deste material não-homogêneo em T_1 por tempo suficiente acabará por fazer esta fase líquida desaparecer, conforme os elementos do soluto difundam para o interior do grão. Entretanto, a existência momentânea de fase líquida pode deixar evidências microestruturais que persistem por toda a vida do material, sob forma de microporosidades (se o conteúdo de hidrogênio tiver acima de certo valor crítico) ou regiões de composição química diferenciada, alterando de forma significativa, por exemplo, as propriedades mecânicas e de corrosão (HATCH, 1984).

¹⁰ Para o melhor entendimento de como grãos heterogêneos podem ser formados, consulte o Apêndice A.

¹¹ *Isoterma eutética*, num diagrama de fases binário, é a temperatura (representada pela porção horizontal da linha *solidus*) em que ocorre a *reação eutética*, ou seja: a transformação de uma fase líquida em duas fases sólidas (CALLISTER JR, 2008).

No caso de uma liga homogeneizada, com grãos de composição uniforme em sua extensão, a fusão em não-equilíbrio pode ter por base os precipitados. Durante tratamentos térmicos que busquem a difusão dos átomos de soluto, como é o caso da solubilização, os átomos dos elementos de liga migram do precipitado para a matriz. Temos então, momentaneamente, regiões na matriz ricas em soluto em volta dos precipitados que se dissolvem, agindo à semelhança dos grãos de composição heterogênea já estudados. Sabe-se que a fusão de não equilíbrio nesta situação é especialmente propensa a ocorrer nos contornos de grão, posto que ali se acumulam muitos precipitados solúveis (RADHAKRISHNAN e THOMPSON, 1991).

A literatura prevê elevadas taxas de aquecimento para a ocorrência da fusão em não-equilíbrio. Radhakrishnan e Thompson (1992), estudando a liga de Ni-Cr 718, afirmam que os efeitos do fenômeno são desprezíveis para taxas de aquecimento inferiores a 17°C/s. Guo, Liu e Meng (2010) relatam a raridade do fenômeno no alumínio em taxas usuais de aquecimento (~1°C/s), enquanto o simulam a taxas tão elevadas quanto 10¹⁴ °C/s. Simulações numéricas de ligas Al-Cu, entretanto, concluem que esta taxa crítica de aquecimento pode ser minimizada pela presença de precipitados grandes, não-coerentes com a matriz, sendo a taxa inversamente proporcional ao quadrado do tamanho do precipitado (JIANG e LIU, 2003)¹².

Na pesquisa bibliográfica para este trabalho, não foram encontrados estudos experimentais relacionados à fusão em não-equilíbrio por ação da taxa de aquecimento durante o tratamento térmico de solubilização. O mais similar a isto é o recente trabalho de Kuźnicka *et al.* (2012), que fazem um estudo de caso envolvendo a falha em serviço de um tubo de Al 2017; a falha foi atribuída à taxa de aquecimento excessiva na solubilização da peça, mas não foram obtidos os parâmetros em que este tratamento foi executado. Numerosas, entretanto, são as fontes que estudam o fenômeno durante o processo de soldagem¹³. Pode-se supor que um dos motivos para tal é a que a soldagem é caracterizada por altíssimas taxas de aquecimento na zona termicamente afetada (VISHNU, 1993). Mesmo a solda por fricção e mistura mecânica (FSW), uma das técnicas de soldagem menos agressivas à microestrutura do material soldado, emprega, em ligas de alumínio, taxas de aquecimento da ordem de 35°C/s (MISHRA e MAHONEY, 2007). Pepe e Savage (1967) foram os primeiros a tratar do assunto neste cenário, e as ligas Al-Cu e Al-Cu-Mg estão entre as mais estudadas, como mostram os trabalhos de Song *et al.* (2011), Huang e Kou (2000) e Kou,

¹² Esta conclusão é especialmente importante neste trabalho para compreender a decisão de promover o recozimento prévio das amostras, como será exposto na Seção 3.8.

¹³ Na comunidade acadêmica-industrial da área de soldagem, a fusão em não-equilíbrio é conhecida pela expressão *constitutional liquation* (THOMPSON, 1993).

Firouzdor, e Haygood (2011). A atenção, entretanto, parece estar mais direcionada aos efeitos mecânicos da fusão em não-equilíbrio do que à fusão propriamente dita, sendo raramente citados seus mecanismos de formação (HUANG e KOU, 2002).

Detectar diretamente os sinais deixados pela fusão em não-equilíbrio é uma tarefa desafiadora ainda nos dias de hoje (GUO, LIU e MENG, 2010), principalmente em seus estágios iniciais. A maior parte dos pesquisadores procura pelas regiões com excesso de soluto que se formam nos contornos de grãos. Por conta da composição química diferenciada, estas regiões são reveladas por ataques químicos, eletrolíticos ou pela análise em microscópio eletrônico de varredura (MEV) por elétrons retroespalhados (HUANG e KOU, 2002). A Figura 2.3 permite perceber como esta formação de zona líquida nos contornos de grão é revelada numa análise por elétrons retroespalhados, enquanto que a Figura 2.4 permite revelar sua aparência em microscopia ótica; ambas para a liga Al 7075. Kuźnicka *et al.* (2012) vão mais além e identificam quatro sinais de fusão em não-equilíbrio em Al 2017: rosetas eutéticas, colônias eutéticas de formato indefinido, partículas eutéticas isoladas e contornos de grão tortuosos, conforme exibido na Figura 2.5.

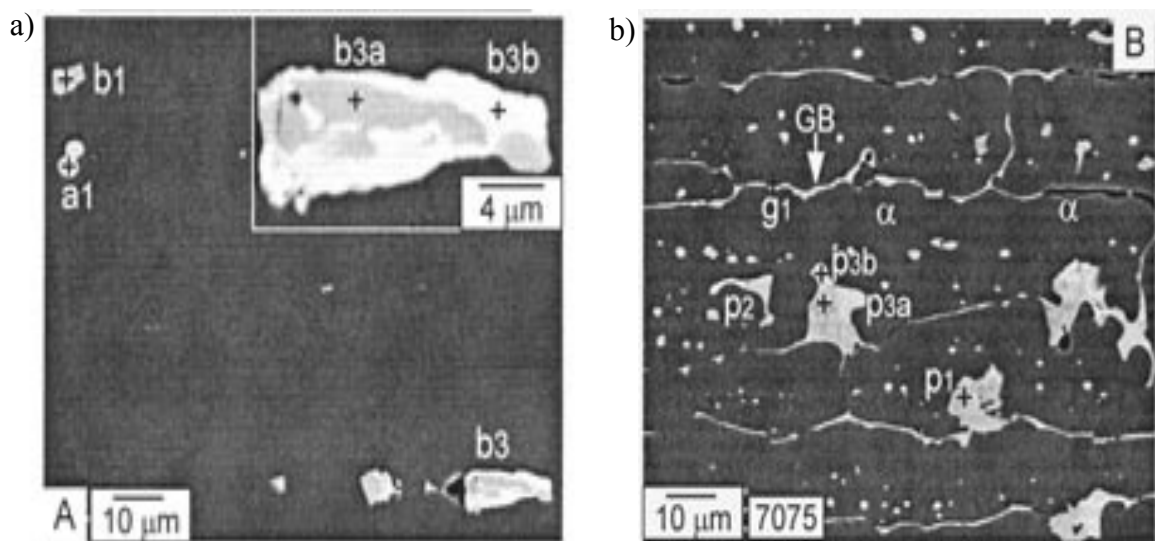


Figura 2.3 - Imagem em MEV por elétrons retroespalhados de amostras de Al 7075: a) sem o fenômeno de fusão em não-equilíbrio; b) com o fenômeno de fusão em não-equilíbrio. Fonte: HUANG e KOU (2002).

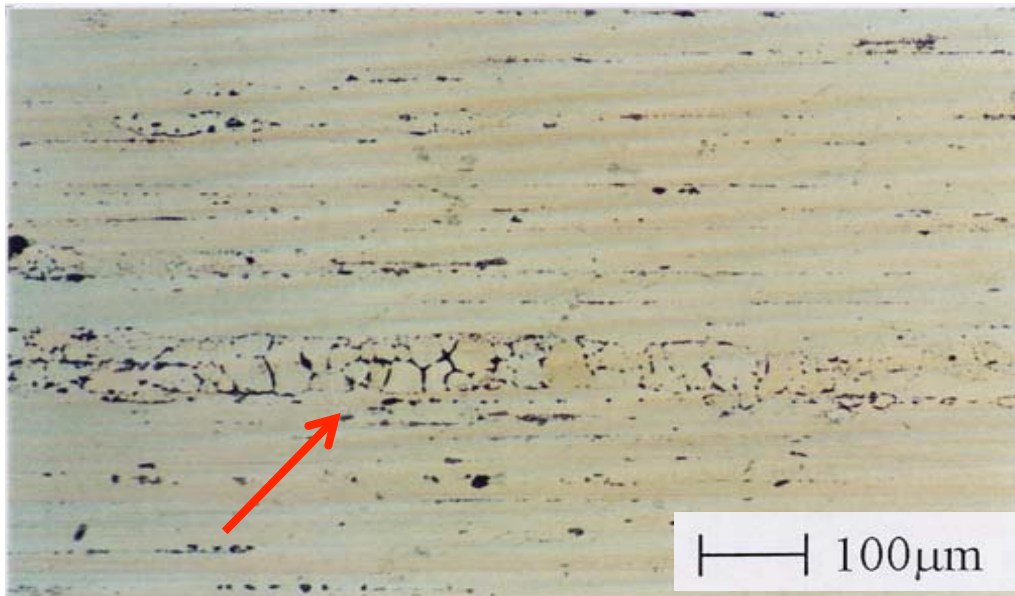


Figura 2.4 - Microscopia ótica de amostra de Al 7075. A seta indica região de ocorrência de fusão incipiente. Ataque por reagente de Barker. Fonte: ATKINSON, BURKE e VANEETVELD (2008).

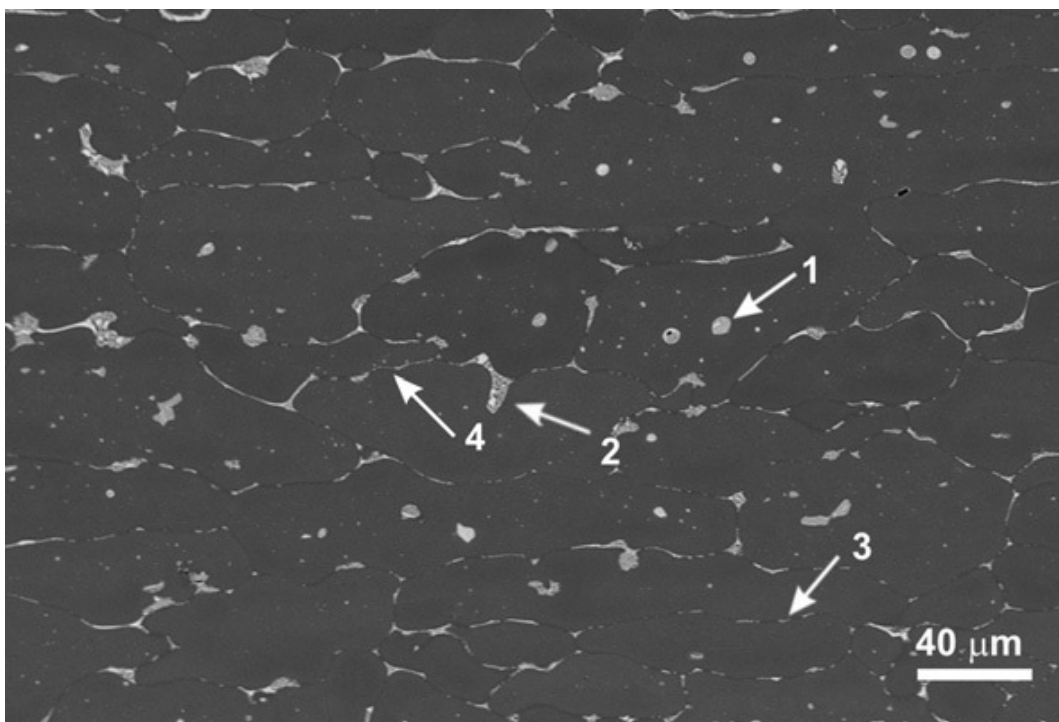


Figura 2.5 - Aspecto em MEV de sinais de fusão em não-equilíbrio em tubo de Al 2017. As setas indicam: 1 - rosetas eutéticas; 2 - colônias eutéticas de formato indefinido; 3 - partículas eutéticas isoladas e 4 - contornos de grão tortuosos. Fonte: KUŽNICKA *et al.* (2012)

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Linhas gerais de ação

Para atender ao objetivo proposto, a pesquisa apresentada utilizou os seguintes passos:

- i. Confeção de corpos de prova;
- ii. Análise química quantitativa do material dos corpos de prova;
- iii. Obtenção das temperaturas de transição de fase, com especial atenção às referentes às linhas *solidus* e *solvus*, do material;
- iv. Análise em microscópio ótico e em MEV/EDS do material conforme recebido, com vistas a verificar o estado de precipitação de soluto e possíveis evidências de fusão em não-equilíbrio;
- v. Ensaio de impacto e dureza em amostra do material conforme recebido, com vistas a estabelecer padrão de comparação;
- vi. Tratamento térmico de recozimento das amostras a serem submetidas à solubilização, têmpera e envelhecimento, com vistas a formar precipitados maiores e grosseiros;
- vii. Análise em microscópio ótico e em MEV do material recozido, com vistas a verificar o estado de precipitação de soluto e possíveis evidências de fusão em não-equilíbrio;
- viii. Tratamento térmico de solubilização de grupos de amostras, cada grupo sendo submetido a determinada rampa de aquecimento;
- ix. Resfriamento rápido (têmpera), conforme preconizado pelas normas competentes;
- x. Análise em microscópio ótico e em MEV do material solubilizado e temperado, com vistas a verificar o estado de precipitação de soluto e possíveis evidências de fusão em não-equilíbrio;
- xi. Tratamento térmico de envelhecimento, conforme preconizado pelas normas competentes;
- xii. Análise em microscópio ótico e em MEV/EDS do material envelhecido, com vistas a verificar o estado de precipitação de soluto e possíveis evidências de fusão em não-equilíbrio; e
- xiii. Ensaio de impacto e dureza no material solubilizado, temperado e envelhecido.

Os passos aqui registrados não se traduziram em uma sequência cronológica rígida, tendo ocorrido alterações na ordem de realização, quando julgado conveniente.

3.2 Amostras da liga Al 7075

Foram confeccionados para os testes 45 corpos de prova. Os exemplares provêm todos da mesma chapa laminada (a quente) de Al 7075 T6 (solubilizado e envelhecido artificialmente), produzida pela ALCOA. Os corpos de prova foram usinados na empresa UNIFRESA, localizada em Itajubá-MG. Todas as amostras foram usinadas seguindo a mesma orientação da chapa laminada. A geometria das amostras é a determinada pela norma ASTM E 23-01 para ensaios de impacto (Charpy) em materiais metálicos, entalhe tipo A. De acordo com a norma, as amostras são como prismas retangulares, com dimensões 10 x 10 x 55 mm, entalhadas em uma das faces de maior dimensão, na linha média, com um perfil triangular, de profundidade igual a 2 mm (ASTM, 2001a). Uma fotografia de dois dos corpos de prova produzidos é exibida na Figura 3.1. Esta geometria foi escolhida por prestar-se tanto a ensaios de impacto quanto a ensaios de dureza, cumulativamente.

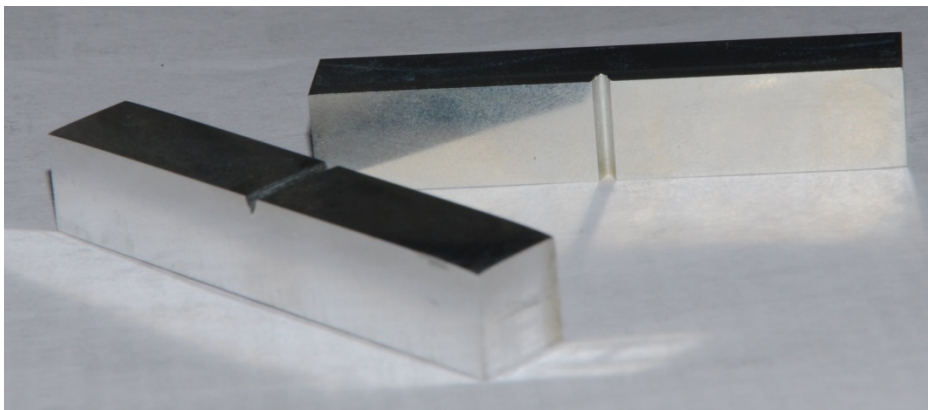


Figura 3.1 - Corpos de prova de Al 7075.

3.3 Metalografia microscópica

A preparação das amostras para análises metalográficas¹⁴, em todas as etapas em que se fez necessária neste trabalho, envolveu o lixamento sucessivo com lixas de granulação 200, 400, 600 e

¹⁴ O termo é empregado neste trabalho de acordo com a definição de Colpaert (1989): “A *metalografia microscópica* (ou micrografia dos metais) estuda os produtos metalúrgicos, com auxílio do microscópio, visando a determinação de seus constituintes e de sua textura.”.

1200, seguida de polimento com solução de sílica coloidal (“OPU”). Dadas as suas dimensões, não foi necessário embutir as amostras. Quando se tratou de amostras em estado solubilizado e temperado, a fim de minimizar os efeitos da precipitação, estas foram armazenadas à temperatura de -20°C por todo o tempo entre o tratamento térmico e a preparação e, entre as fases da preparação, resfriadas por contato com gelo.

Para revelação dos contornos de grão, utilizou-se ataque químico com reagente de Keller (3 segundos) ou Keller diluído (20 segundos). Estes reagentes foram escolhidos por serem os mais recomendados para exames que necessitem de revelação dos contornos de grão em ligas Al 7xxx (ASM INTERNATIONAL, 1998).

A microscopia propriamente dita, nesta etapa, foi realizada em microscópio óptico de luz refletida marca Zeiss, modelo Jenavert, associado a acessório para aquisição de imagens marca Olympus, modelo TVO.5XC-3, e software proprietário.

Os equipamentos utilizados encontravam-se disponíveis no Laboratório de Metalurgia e Materiais da UNIFEI – LMM.

3.4 Análise em microscópio eletrônico de varredura e espectrômetro de energia dispersiva

A preparação das amostras (lixamento e polimento) para exame em microscópio eletrônico de varredura (MEV) é similar à apropriada para metalografia, exibida em 3.3. O microscópio utilizado é o Zeiss EVO MA15, instalado no Laboratório de Caracterização Estrutural da UNIFEI.

Utilizam-se neste trabalho análises por elétrons secundários do tipo I (SE1) e por elétrons retroespalhados (BSE). Os contrastes das figuras apresentadas pelos dois tipos de análise traduzem-se, majoritariamente, em características topográficas e composicionais da amostra, respectivamente (MALISKA).

Foi também empregado o espectrômetro de energia dispersiva (EDS) marca Bruker, modelo XFlash 6|10, associado ao MEV disponível, a fim de obter informações adicionais a respeito da distribuição dos elementos químicos nas amostras.

3.5 Análise química

Para obtenção das características composicionais quantitativas do material, empregou-se o espectrômetro marca Spectro, modelo SpectroMaxx disponível nas instalações da IMBEL-FI.

Tal equipamento baseia-se na espectroscopia de emissão ótica. A amostra metálica, sem qualquer preparação além do corte, lixamento e limpeza, é submetida à ação de um arco elétrico,

tendo uma parte vaporizada e transformada em plasma. Os elétrons e íons excitados neste plasma têm suas emissões decompostas em componentes espectrais que são processadas pelo equipamento. Através das intensidades e comprimentos de onda deste espectro, é possível conhecer quais são os elementos químicos presentes no metal, bem como suas proporções em massa (SPECTRO ANALYTICAL INSTRUMENTS GMBH, 2013).

Os procedimentos de qualidade da IMBEL-FI exigem a calibração periódica de todos os seus equipamentos de inspeção, medição e ensaios, incluindo o espectrômetro utilizado. Tal fato garante a confiabilidade dos resultados obtidos nesta análise.

A Figura 3.2 ilustra a execução da análise.



Figura 3.2 - Espectrômetro utilizado para análise química.

3.6 Obtenção das temperaturas de transição de fase

O resultado da análise química foi introduzido como dado de entrada em uma simulação do software Thermo-Calc (disponível na Universidade Federal Fluminense – UFF), que retorna as temperaturas de transição de fase para o material em questão.

O Thermo-Calc faz parte de uma família de softwares empregados em simulações termodinâmicas e cálculo de diagramas de fases para sistemas multi-componentes, sendo especialmente adequado a aços e ligas de Al, Ti, Mg e Ni (THERMO-CALC SOFTWARE, 2011). Os softwares desta classe (que inclui também o JMatPro, o PANDAT, o FactSage, etc.) fazem uso da metodologia CALPHAD para suas simulações. Esta metodologia usa dados experimentais e

teóricos para prever o comportamento das fases e é baseada na simulação de sistemas de ordem elevada a partir dos dados catalogados de sistemas binários ou ternários (CHINELLA e GUO, 2011). Os resultados obtidos por estas simulações encontram-se de acordo com os dados experimentais, inclusive para a liga 7075 (YAN *et al.*, 2001).

A obtenção das temperaturas de transição de fase é importante neste trabalho para estabelecer a temperatura final da solubilização do material. Procurou-se efetuar este tratamento térmico em temperatura acima da preconizada pelas referências da indústria: $480 \pm 6^\circ\text{C}$ (ASM INTERNATIONAL, 1991b), devendo esta aproximar-se o máximo possível na prática da temperatura em que começa a se formar fase líquida, mas sem superá-la. Esta atitude visou maximizar os efeitos de fusão em não-equilíbrio.

3.7 Fornos de aquecimento

A maior parte dos tratamentos térmicos realizados foram executados no forno de mufla laboratorial marca EDG, modelo 3000, com controlador EDG 3P-S, disponível no LMM. O forno possibilita a programação de rampas de aquecimento e a manutenção da temperatura com precisão de $\pm 1^\circ\text{C}$ em seu interior.

Por indisponibilidade do forno acima, um grupo de amostras (Grupo X) foi solubilizado em um forno mais antigo do LMM, sem identificação de marca ou modelo, mas com temperatura controlada por controlador marca Autonics, modelo TZN4S.

Para atingir a maior taxa de aquecimento, certo grupo de amostras (Grupo A) foi solubilizado em banho de sal (à base de bário), nas dependências da IMBEL-FI.

3.8 Reozimento

Conforme foi visto em 2.4, os precipitados presentes na liga funcionam como regiões catalizadoras do fenômeno de fusão em não-equilíbrio, por serem de composição química heterogênea com relação à matriz; quando grandes, ajudam também a minimizar a taxa crítica de aquecimento que desencadeia o fenômeno estudado. Para intensificar o fenômeno da fusão em não-equilíbrio, considerou-se, portanto, produzir os precipitados maiores e mais grosseiros possíveis. Optou-se, assim, em submeter as amostras ao tratamento térmico de reozimento.

Na Seção 2.3.4, foi exposto que o reozimento previsto consiste no encharcamento por 2 horas a 415°C , seguido de lento resfriamento (28°C/h) até 230°C , novo encharcamento nesta temperatura por 6 horas e resfriamento lento até o retorno à temperatura ambiente. Devido à limitação das rampas programáveis do forno disponível, entretanto, a execução prática do

recozimento neste trabalho acelerou a rampa de resfriamento entre 415°C e 230°C, de 28°C/h para 1°C/min (equivalente a 60°C/h). O último resfriamento até a temperatura ambiente foi executado com forno fechado e desligado.

Tomou-se o cuidado de dispor as amostras no forno de tal forma que todas ficassem igualmente distantes das resistências, a fim de que o aquecimento fosse similar para todas. Adicionalmente, instalou-se um termopar no interior de uma amostra adicional, com características dimensionais semelhantes às demais. O termopar, do tipo K, foi ligado ao termômetro digital marca Minipa, modelo MT-600 e este a um notebook, no qual o software proprietário do termômetro registrou a temperatura real a que foram submetidas as amostras ao longo do tempo. A Figura 3.3 ilustra detalhes do procedimento descrito.

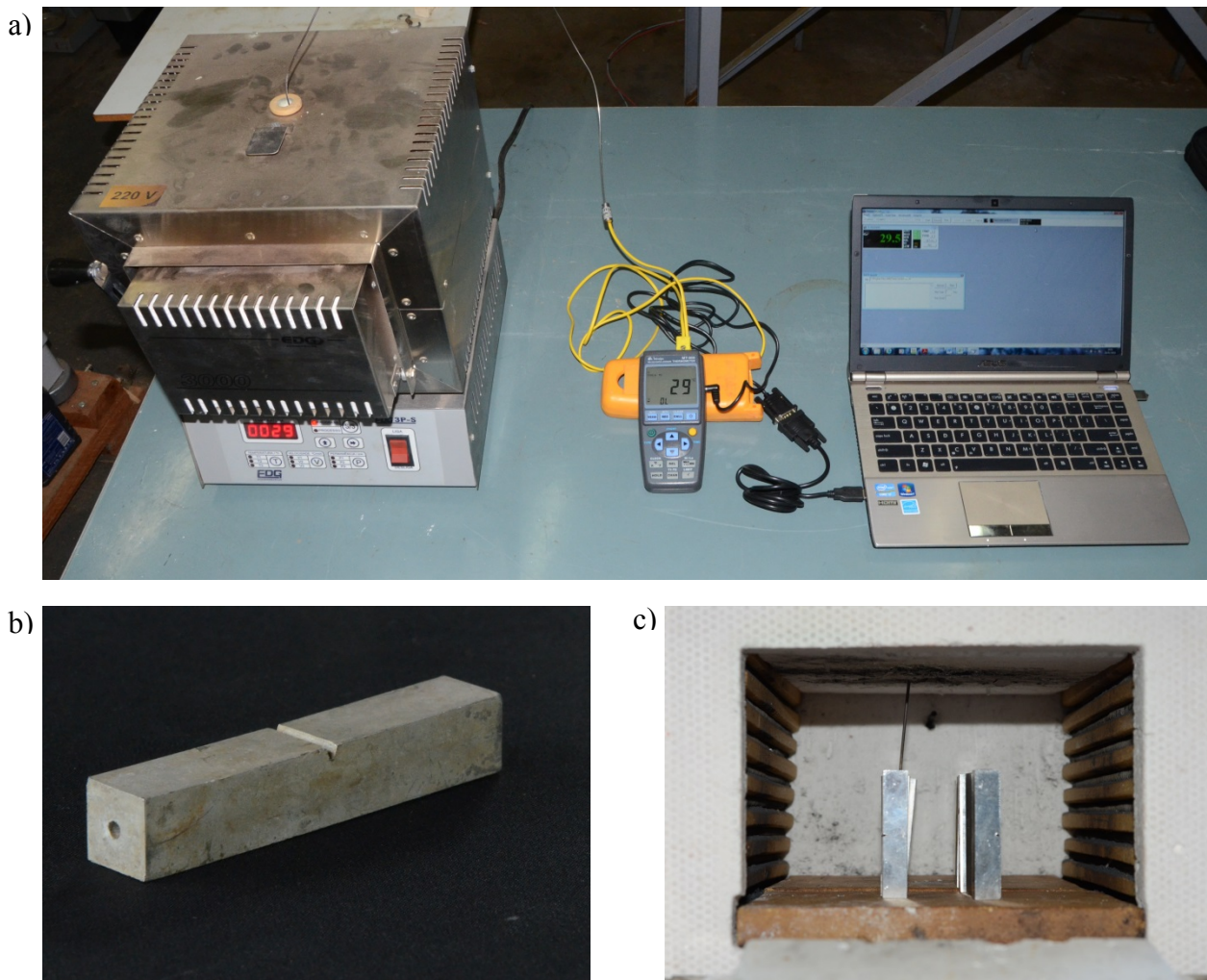


Figura 3.3 - Execução do tratamento térmico de recozimento: a) instalação dos equipamentos; b) amostra adicional com orifício para inserção de termopar; c) disposição de amostras no interior do forno.

3.9 Solubilização, têmpera e envelhecimento

As amostras recozidas foram segregadas em cinco grupos (A, B, C, D e X) de seis amostras cada. Para a solubilização, cada grupo foi submetido a determinada rampa de aquecimento. A temperatura de encharcamento foi estipulada em $510 \pm 5^\circ\text{C}$, considerando:

- a) a diretriz de torná-la o mais próxima possível da menor temperatura de formação de fase líquida no material, conforme previsto no último parágrafo da Seção 3.6;
- b) o resultado do diagrama de fases obtido com auxílio do software Thermo-Calc, conforme apresentado na Seção 4.1.4; e
- c) a margem de segurança considerada conveniente.

O Grupo X, em especial, foi levado a uma temperatura superior à estipulada, aproximadamente 540°C , e, em seguida, resfriado até a temperatura de solubilização dos outros grupos. Tal procedimento visou transformar o Grupo X em um grupo de controle, onde o material foi levado a uma temperatura em que há, de acordo com o diagrama de fases exibido na Figura 4.5, presença de fase líquida em condições de equilíbrio.

Os parâmetros de aquecimento em cada grupo de amostras estão exibidos na Tabela 3.

Tabela 3 - Parâmetros da solubilização dos grupos de amostras.

	TIPO DE FORNO	TEMP. INICIAL	TEMP. MÁXIMA PROGRAMADA	RAMPA PROGRAMADA
Grupo A	Banho de sal	510 °C	510 °C	Instantâneo
Grupo B	Mufla	510 °C	510 °C	Instantâneo
Grupo C	Mufla	20 °C	510 °C	8 °C/min
Grupo D	Mufla	20 °C	510 °C	2 °C/min
Grupo X	Mufla	540 °C	540 °C	Instantâneo

A literatura indica que o tempo de encharcamento para peças de menor dimensão igual a 10 mm seja entre 65 e 75 minutos, para fornos a ar, e entre 45 e 55 minutos, para banhos de sal (ASM INTERNATIONAL, 1991b). Adotou-se assim, o tempo de 50 minutos para o Grupo A e 70 minutos para os demais grupos.

Devido à inércia térmica do sistema, era de se esperar que a temperatura das amostras durante o transiente não refletisse com exatidão a rampa que foi programada. Por consequência, para o tratamento térmico de cada grupo, instalou-se o aparato técnico formado por amostra

adicional, termopar, termômetro digital e notebook, já citado em 3.8. Com isso, pôde-se registrar a temperatura real atingida por cada grupo durante o aquecimento.

Para que a taxa de aquecimento das amostras nos fornos mufla fosse o mais constante possível durante todo o processo, foram interpostas, entre as amostras e as resistências do forno, placas de alumínio. O procedimento teve por objetivo minimizar o aquecimento das amostras por irradiação advinda das resistências, que ligam e desligam numerosas vezes durante o aquecimento.

Para facilitar o processo de retirada rápida das peças do forno para a têmpera, cada grupo de amostras em solubilização foi acondicionado em um suporte de alumínio. O suporte permitiu que as amostras de cada grupo fossem retiradas do forno rapidamente, com um único movimento de tenaz.

A Figura 3.4 ilustra a execução do tratamento de solubilização.

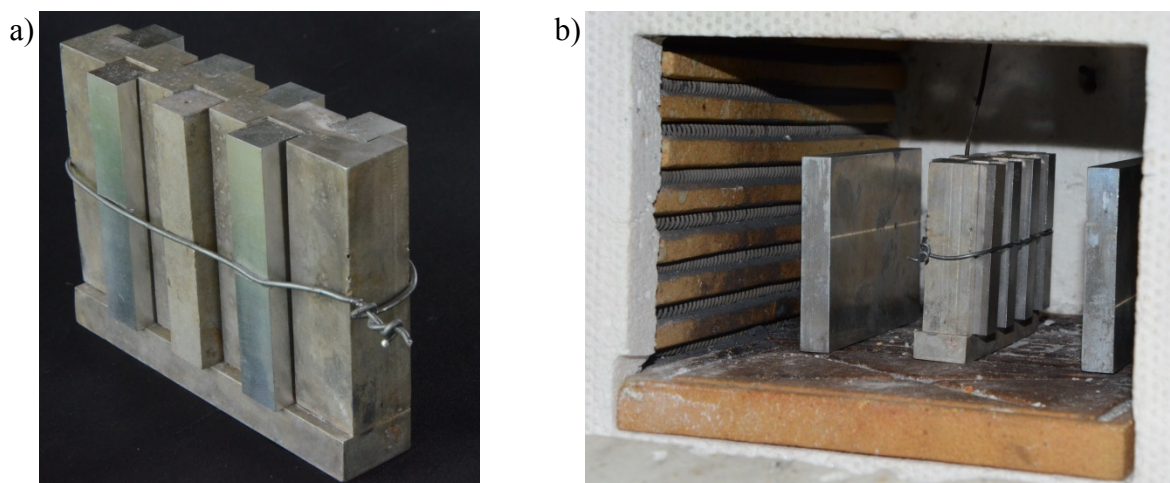


Figura 3.4 - Execução do tratamento térmico de solubilização: a) detalhe do suporte com amostras; b) disposição de amostras e placas de alumínio no interior do forno.

Após a passagem do tempo de encharcamento, seguiu-se imediatamente a têmpera em água. O grande volume do recipiente de água, adicionado ao suporte desenvolvido para as peças, permitiu cumprir o que prevê a literatura para esta fase: resfriamento à água em que esta permaneça a temperatura inferior a 38°C , além de tempo entre a abertura do forno e a imersão das peças no líquido inferior a 15 segundos (ASM INTERNATIONAL, 1991b).

Logo após a têmpera, as amostras de cada grupo foram preservadas em *freezer*, sob temperatura inferior a -20°C . Neste estado, os efeitos da precipitação são desprezíveis por semanas (ASM INTERNATIONAL, 1991b).

Para o envelhecimento, as amostras foram marcadas com a identificação do grupo e misturadas entre si. Em seguida, foram dispostas no forno mufla em configuração semelhante à do

tratamento de recozimento. O envelhecimento ocorreu sob o tempo e temperatura recomendados pela literatura para tratamentos tipo T6 na liga Al 7075: 120°C por 24 horas (ASM INTERNATIONAL, 1991b).

3.10 Ensaios de impacto

A maior parte dos ensaios de impacto neste trabalho foram realizadas em equipamento marca EMIC, modelo AIC.2.1991, equipado com pêndulo capaz de impactar a amostra com valor de energia igual a 10,5 J. O ensaio nas amostras recozidas exigiu ensaio em equipamento de maior capacidade, marca Jinan Shidai Xinguang Instruments, equipado com pêndulo capaz de impactar a amostra com valor de energia igual a 150 J. Ambas as máquinas utilizadas encontravam-se instaladas no Laboratório de Ensaios Mecânicos da UNIFEI.

As máquinas foram calibradas e testadas de acordo com o item 8.1 da norma ASTM E 23-01 - *Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials* (ASTM, 2001a). Observou-se que é possível calibrar os indicadores de forma que o ponteiro forneça resultado nulo quando a máquina é posta em funcionamento sem corpo de prova a ser testado e que as perdas por atrito e resistência do ar são inferiores ao valor máximo admitido pela norma em tela: 0,4% por ciclo de ida e retorno.

Os testes realizados seguiram o método de Charpy (ASTM, 2001a). As amostras encontravam-se à temperatura de 21 ± 1 °C.

3.11 Ensaios de Dureza

Os ensaios de dureza neste trabalho foram do tipo Brinell (macro dureza). O objetivo, ao escolher este método, foi dar um enfoque industrial/prático ao estudo: a esfera do teste Brinell provoca uma endentação profunda e larga, abrangendo uma porção maior do material, quando comparada a de outros testes. Com isso, seu resultado expressa uma média representativa da amostra como um todo, não se prendendo aos efeitos localizados de heterogeneidades introduzidas por tratamentos anteriores. Por consequência, o valor obtido reflete com mais precisão o que se espera que ocorra com peças grandes quando submetidas a esforços mecânicos. Comprova a assertiva anterior a possibilidade de utilização dos resultados do ensaio Brinell para previsão de outras características mecânicas de um metal, como a resistência à tração, pela Lei de Meyer (HILL, STORAKERS e ZDUNEK, 1989).

Em obediência ao item 8.1 da norma ASTM E23-01 - *Standard Test Method for Brinell Hardness of Metallic Materials* (ASTM, 2001b), que especifica que o diâmetro da endentação deve

ser de 24% a 60% do diâmetro da esfera penetradora, foi escolhida uma esfera de 2,5 mm, com uma carga de 62,5 kgf. Esta escolha foi baseada em ensaios prévios de calibração do instrumento. Ressalte-se que o fator de carga F/D^2 utilizado, com valor igual a 10, é o recomendado para metais com dureza entre 35 e 200 HBW (AMN, 2010).

O durômetro utilizado foi o de marca Mitutoyo, modelo Durotwin Plus DT-20. Cada amostra sofreu cinco endentações. As endentações foram medidas, em duas direções perpendiculares cada uma, com auxílio do sistema automatizado de metrologia visual marca Mitutoyo, modelo Quick Vision-ELF. Ambos os equipamentos estão disponíveis nas dependências da IMBEL-FI.

Foram utilizados para estes testes as partes das amostras fraturadas nos testes de impacto, preparando os espécimes de forma similar à utilizada para microscopia.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Caracterização do material conforme recebido

4.1.1 Metalografia microscópica do material conforme recebido

A orientação dos grãos do material conforme recebido foi revelada via microscopia óptica, conforme previsto no item 3.3 deste trabalho. A textura do material indica tratar-se de metal laminado, conforme esperado. Não foram encontradas evidências de fusão em não-equilíbrio ou precipitados grosseiros. O resultado da microscopia, na face que contém o entalhe e na face transversal à que contém o entalhe, está exibido na Figura 4.1.

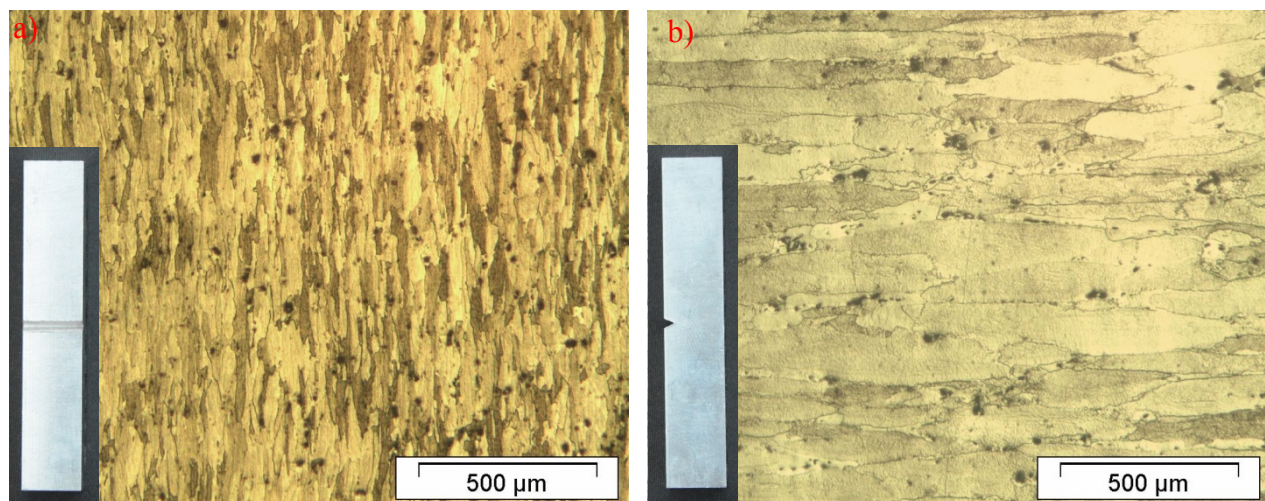


Figura 4.1 - Microscopia óptica da amostra conforme recebida nas faces: a) que contém o entalhe; b) transversal ao entalhe. Ataque com reagente de Keller diluído por 20s.

A análise da textura dos grãos na Figura 4.1 permite deduzir qual é a orientação do grão com relação à amostra e da amostra em relação à chapa laminada da qual foi retirada, conforme ilustra a Figura 4.2:

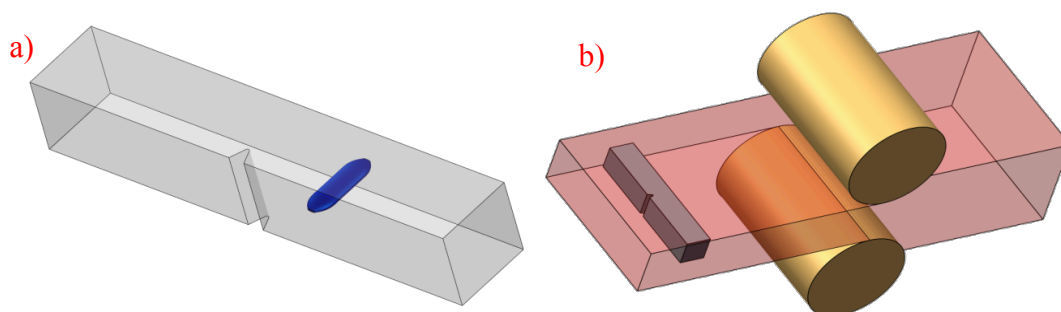


Figura 4.2 - Ilustração esquemática da orientação: a) do grão em relação à amostra; b) da amostra com relação à chapa laminada.

4.1.2 Análise em MEV/EDS do material conforme recebido

Uma amostra do material, no estado de conforme recebido, foi analisada em MEV, nos modos SE1 e BSE, seguindo apenas a preparação metalográfica prevista em 3.4. O resultado está apresentado na Figura 4.3.

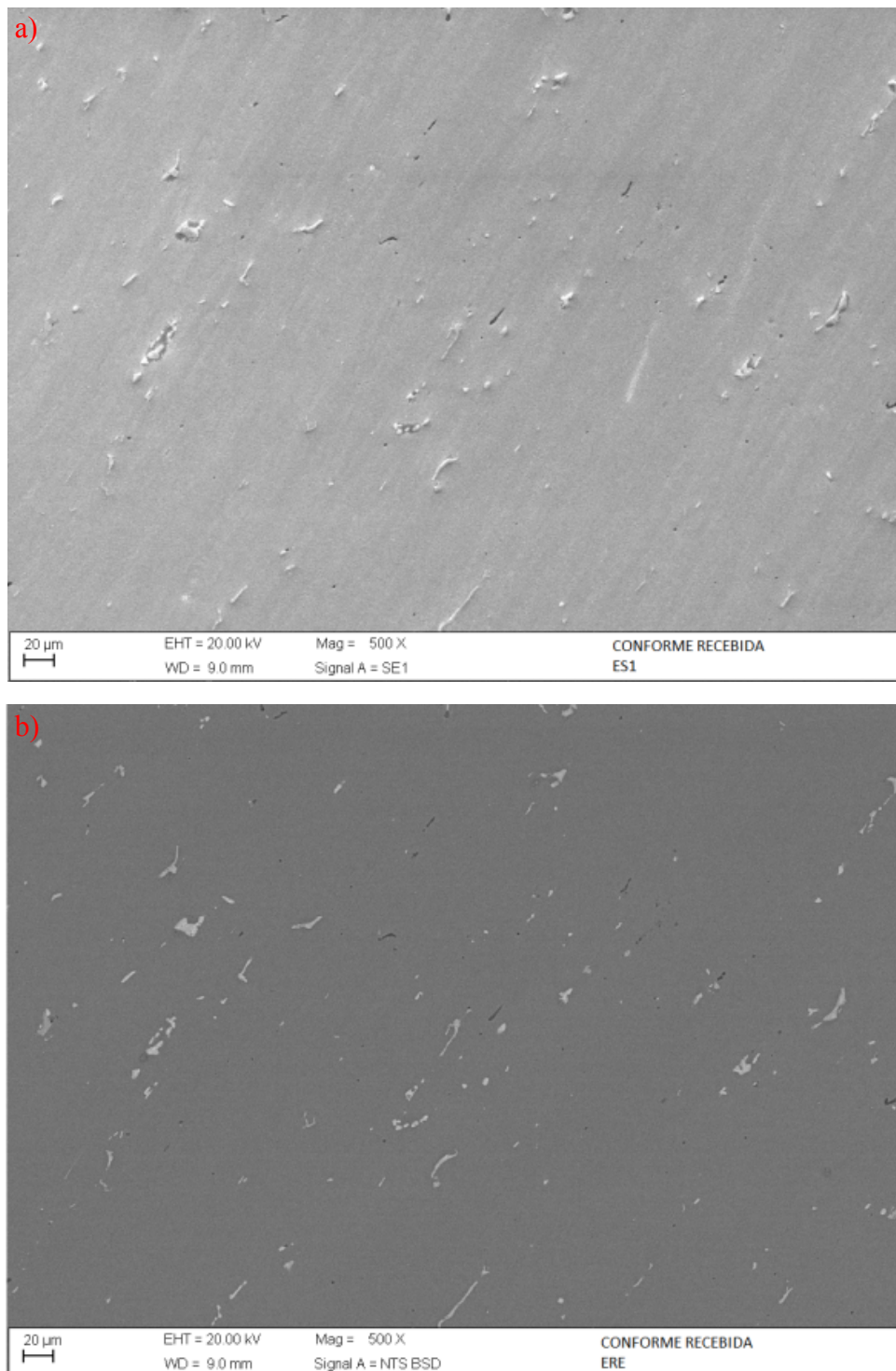


Figura 4.3 - Análise em MEV da liga, conforme recebida: a) contraste por SE1; b) contraste por BSE. Sem ataque.

Comparando as imagens da Figura 4.3, percebe-se coerência na relação claro-escuro entre os dois modos de análise, ou seja: as características topográficas da amostra (reveladas pelos contrastes em modo SE1) seguem as características composicionais (reveladas pelos contrastes em modo BSE). Isto significa que as regiões de composição química diferenciada, que são as fases intermetálicas, restaram mais ou menos altas que a matriz, aparecendo como “montes” claros ou “depressões” escuras em SE1. Isso ocorre porque estas fases têm dureza diferenciada com relação à matriz, resistindo de forma diferente ao lixamento e polimento observados para a preparação metalográfica.

Morfologicamente, percebe-se que as fases intermetálicas são, em sua maioria, alongadas e direcionadas na diagonal das imagens. O fato é coerente com o estado laminado do material. Por comparação com a escala fornecida pelo equipamento, nota-se que o tamanho destas fases varia entre 2 e 40 μm , podendo ser classificadas como contituíntes ou dispersóides.

A análise composicional das fases intermetálicas foi executada através de um mapeamento por EDS de outra região da amostra, cujo resultado está ilustrado na Figura 4.4. Observou-se que as fases que restam ressaltadas após o polimento (contrastos claros na imagem em modo SE1) são regiões ricas em Cu (regiões vermelhas no mapeamento por EDS, conforme mostra a seta laranja), enquanto que as que restam mais fundas que a matriz (contrastos escuros na imagem em modo SE1) são ricas em Mg (regiões verdes no mapeamento por EDS, conforme mostra a seta amarela). O elemento de liga mais abundante, o Zn (representado em azul no mapeamento por EDS), possui distribuição aproximadamente homogênea.

Os precipitados, que se sabem presentes devido ao estado T6 do material, são de tamanho invisível ao MEV. Não foram encontradas evidências de fusão em não-equilíbrio.

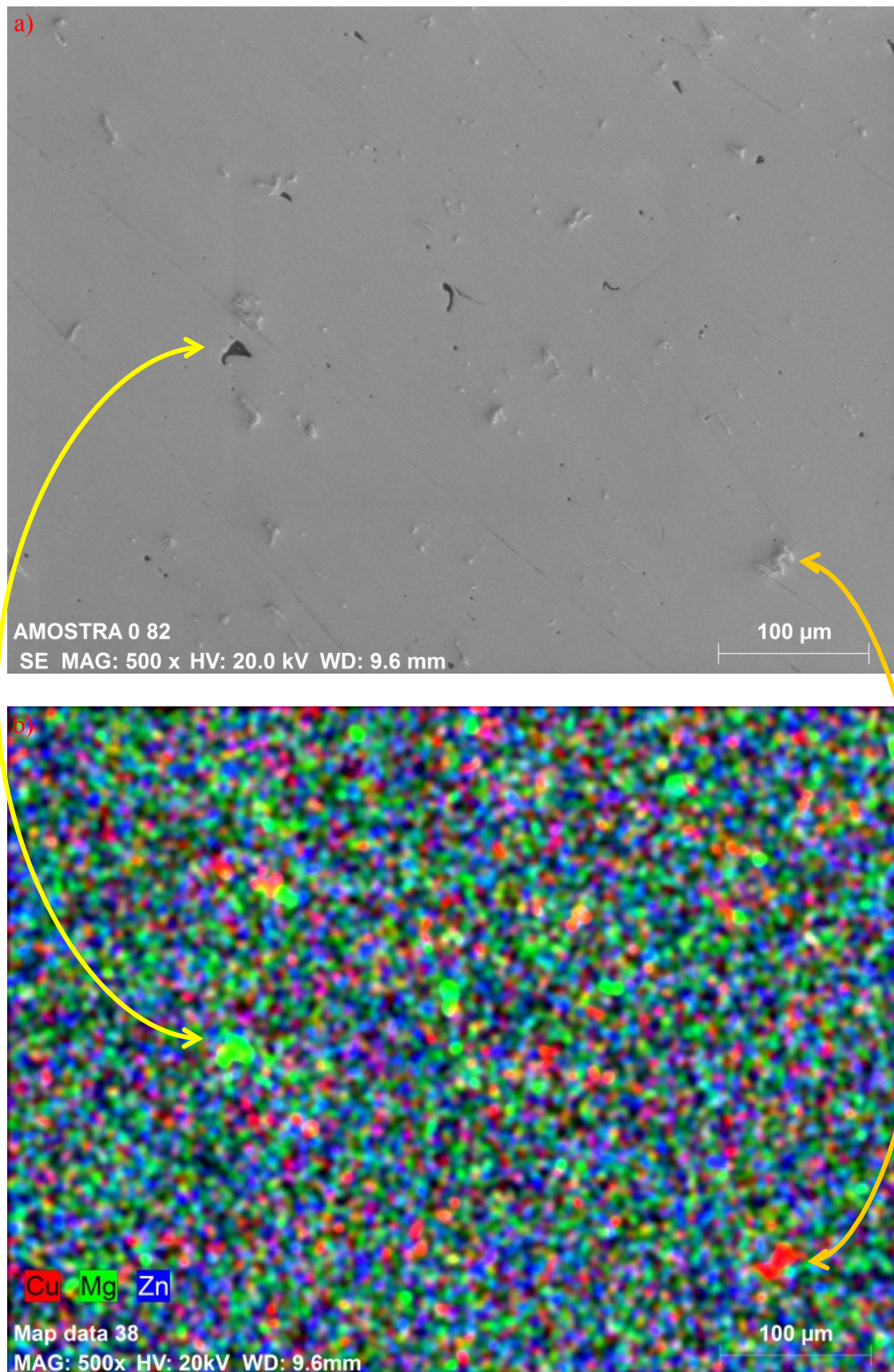


Figura 4.4 - Análise em MEV/EDS da liga, conforme recebida: a) contraste por SEI; b) respectivo mapeamento composicional por EDS. As setas indicam correspondências entre as imagens. Sem ataque.

4.1.3 Análise química do material conforme recebido

Uma amostra do material, conforme recebido, foi submetida a análise química em espectrômetro conforme previsto em 3.5. Os resultados estão apresentados na Tabela 4. Comparando-os com os valores exibidos na Tabela 1, percebe-se que o material fornecido é, de fato, Al 7075.

Tabela 4 - Análise química de amostra de Al 7075. Concentração percentual em massa de cada elemento.

Elemento	Si	Fe	Cu	Mn	Mg
Concentração	0,074%	0,181%	1,70%	0,041%	2,60%
Elemento	Cr	Ni	Zn	Ti	Ag
Concentração	0,238%	<0,001%	5,83%	0,039%	0,002%
Elemento	B	Be	Bi	Ca	Cd
Concentração	0,003%	0,0003%	<0,001%	0,006%	<0,0001%
Elemento	Co	Li	Na	P	Pb
Concentração	<0,001%	<0,0002%	0,0001%	<0,001%	0,003%
Elemento	Sn	Sr	V	Zr	Al
Concentração	0,002%	<0,0001%	0,008%	0,008%	89,3%

4.1.4 Temperaturas de transição de fase da liga de trabalho

O resultado da análise química apresentado na Tabela 4 foi enviado ao Dr Ivaldo Leão Ferreira (UFF), que introduziu os dados no *software* Thermo-Calc. A fim de simplificar o procedimento, foram inseridos no *software*, como dados de entrada, apenas os elementos químicos cuja concentração é estipulada na definição oficial da liga, apresentada na Tabela 1. São estes: Zn, Mg, Cu, Mn, Si, Fe, Cr e Ti. O Al foi apresentado com balanço (complemento aos demais citados, para que a concentração total seja de 100%). Deve ser ressaltado que a soma da concentração de todos os outros elementos cuja presença foi acusada na análise química é inferior a 0,0368% em massa, podendo ser considerados como mero traço. O resultado da análise do Thermo-Calc adveio na forma do diagrama de fases exibido na Figura 4.5.

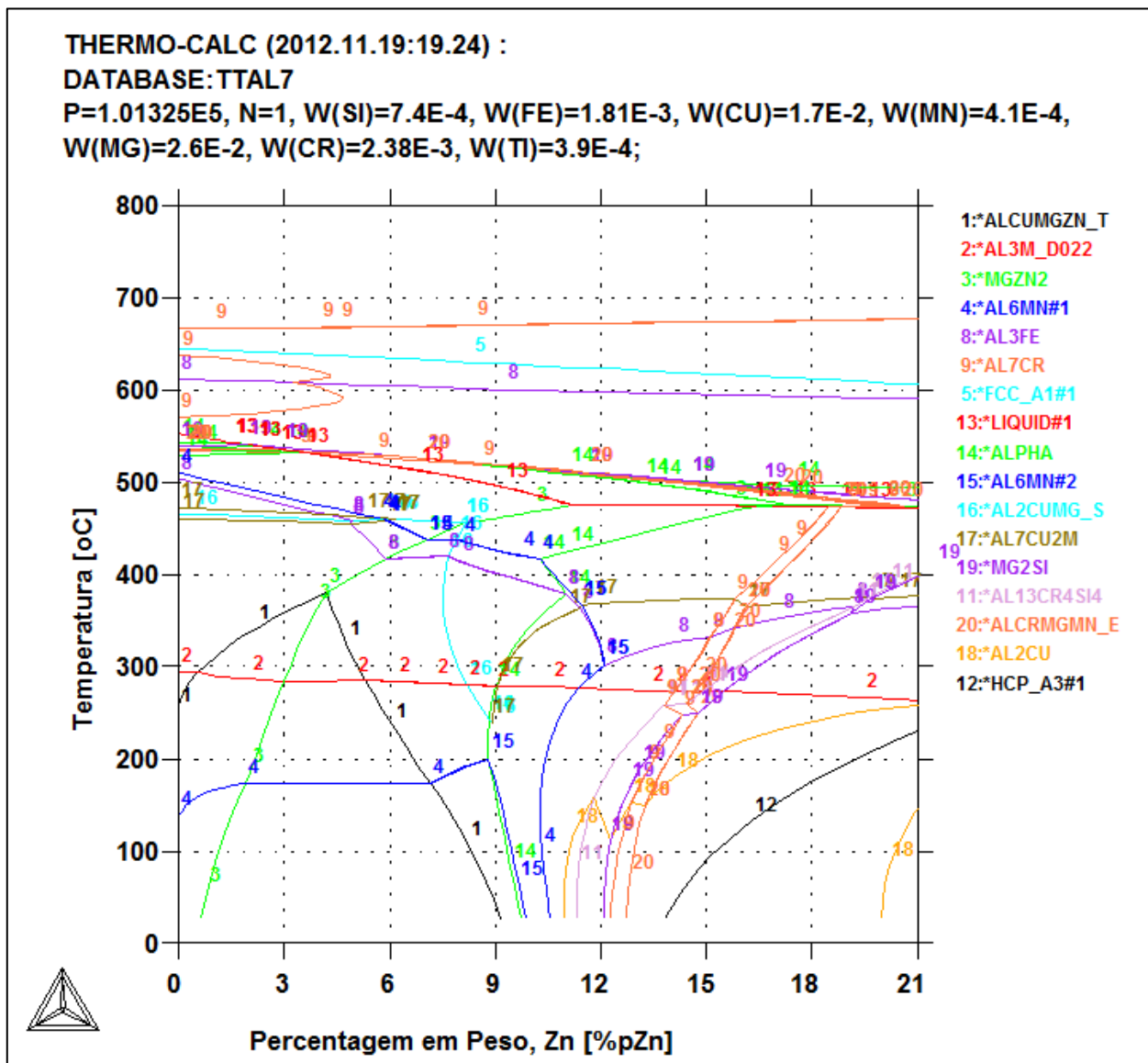


Figura 4.5 - Diagrama de fases do Al 7075, em função do teor de Zn.
 Fonte: Dr Ivaldo Leão Ferreira (UFF).

Um diagrama de fases completo, variando em torno da concentração de todos os nove elementos químicos citados anteriormente, mais a temperatura, é um objeto decadimensional, de representação inviável em papel. Optou-se, portanto, em ilustrar apenas uma seção bidimensional deste objeto, mantendo todas as concentrações iguais às obtidas na análise química e fazendo variar apenas a do Zn, que é o elemento de liga de maior concentração. Ainda assim, é um diagrama de fases complexo, de aspecto bastante diferente em relação ao diagrama esquemático apresentado na Figura 2.1. Isso ocorre porque o diagrama real apresentado contempla as regiões de formação de numerosas fases metálicas, típicas de uma liga nona-componente.

A numerização do gráfico do diagrama de fases, executada com auxílio de uma versão de avaliação do *software* Dagra, permitiu obter a observação mais importante para este estudo: a de

que a fase líquida (linha 13, vermelha) começa a se formar, na liga com 5,83% em massa de Zn, à temperatura de 518°C. Adicionalmente, observou-se também que, a partir da concentração de 11% em massa de Zn, a linha 13 estabiliza-se em 475°C, sendo esta a menor temperatura de formação de fase líquida no diagrama apresentado (à semelhança de uma isoterma peritética). Considerando os erros associados a uma simulação numérica, esta última temperatura é coerente com a citada em 2.3.1, onde se afirmou que a temperatura de início de formação de fase líquida, em um grão heterogêneo (como fundido) da liga Al 7075, é de 477°C.

4.2 Execução de recozimento e caracterização do material recozido

4.2.1 Execução do tratamento térmico de recozimento

O termopar inserido na amostra adicional que acompanhou o material durante o tratamento térmico de recozimento, executado conforme exposto na Seção 3.8, registrou a evolução real da temperatura no tempo representada na Figura 4.6.

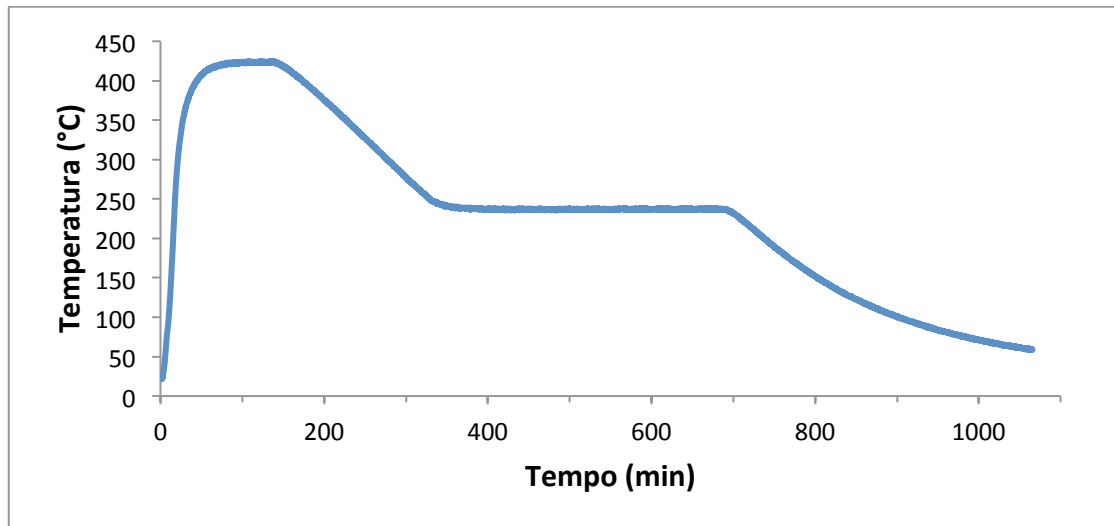


Figura 4.6 - Temperatura real das amostras, em função do tempo, durante o tratamento térmico de recozimento.

Percebe-se a existência de dois patamares de temperatura bem definidos, o primeiro a 424°C e o segundo a 236°C (a exatidão é obtida pela análise dos dados numéricos que geraram o gráfico apresentado). Isso indica que as amostras atingiram temperaturas superiores às programadas no controlador do forno: 415°C e 230°C, respectivamente. A razão mais provável para tal é que as amostras foram aquecidas não só pelo ar no interior da mufla e pelo calor conduzido pelo contato com o refratário inferior, mas também diretamente pelas resistências, através da irradiação térmica.

Já o termopar do interior do forno é protegido por uma camada de material cerâmico que o protege deste modo de aquecimento. Por consequência, o termopar proprietário do forno indica temperaturas menores que as experimentadas pelas amostras, ressaltando a necessidade de proteger as amostras dos efeitos da irradiação térmica sempre que se desejar maior precisão¹⁵.

De qualquer forma, as temperaturas alcançadas não invalidam o tratamento térmico executado, posto que a literatura indica que, para o primeiro patamar, temperaturas tão altas quanto 440°C podem ser atingidas, e estabelece uma precisão de $\pm 6^\circ\text{C}$ para o segundo patamar (ASM INTERNATIONAL, 1991b).

4.2.2 Metalografia microscópica de amostra recozida

A microscopia óptica do material recozido, exibida na Figura 4.7, restou severamente prejudicada pelos novos precipitados que se formaram durante o tratamento de recozimento. O reagente ataca quimicamente os precipitados, gerando uma imagem difusa, em que não se distinguem senão alguns vagos contornos de grão e as manchas escuras indicativas da permanência dos constituintes e dispersóides já observados no material conforme recebido.

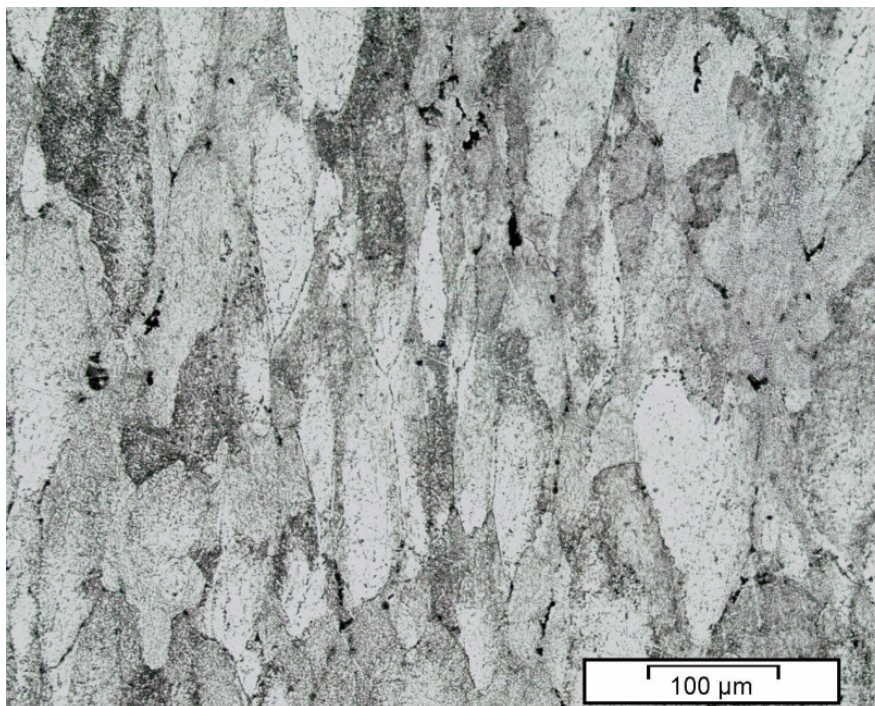


Figura 4.7 - Microscopia óptica da amostra, em estado de recozida, na face que contém o entalhe. Ataque com reagente de Keller diluído por 5 s.

¹⁵ Apesar de não ser uma prática corrente, esta preocupação quanto aos efeitos da irradiação deveria ser tratada também pelas indústrias, posto que o mesmo efeito pode ocorrer em fornos maiores com resistência exposta.

A má qualidade da imagem obtida é comparável a de micrografias de amostras de Al 7075-O (o “O” indica material recozido) presentes em manuais de referência na matéria (ASM INTERNATIONAL, 1998), permitindo-se concluir que não é causada por mera imperícia do executante; mas, sim, por conta de uma real dificuldade tecnológica.

4.2.3 Análise em MEV de amostra recozida

Uma amostra do material recozido foi submetida a análise por MEV, nos modos SE1 e BSE. O resultado está disposto na Figura 4.8.

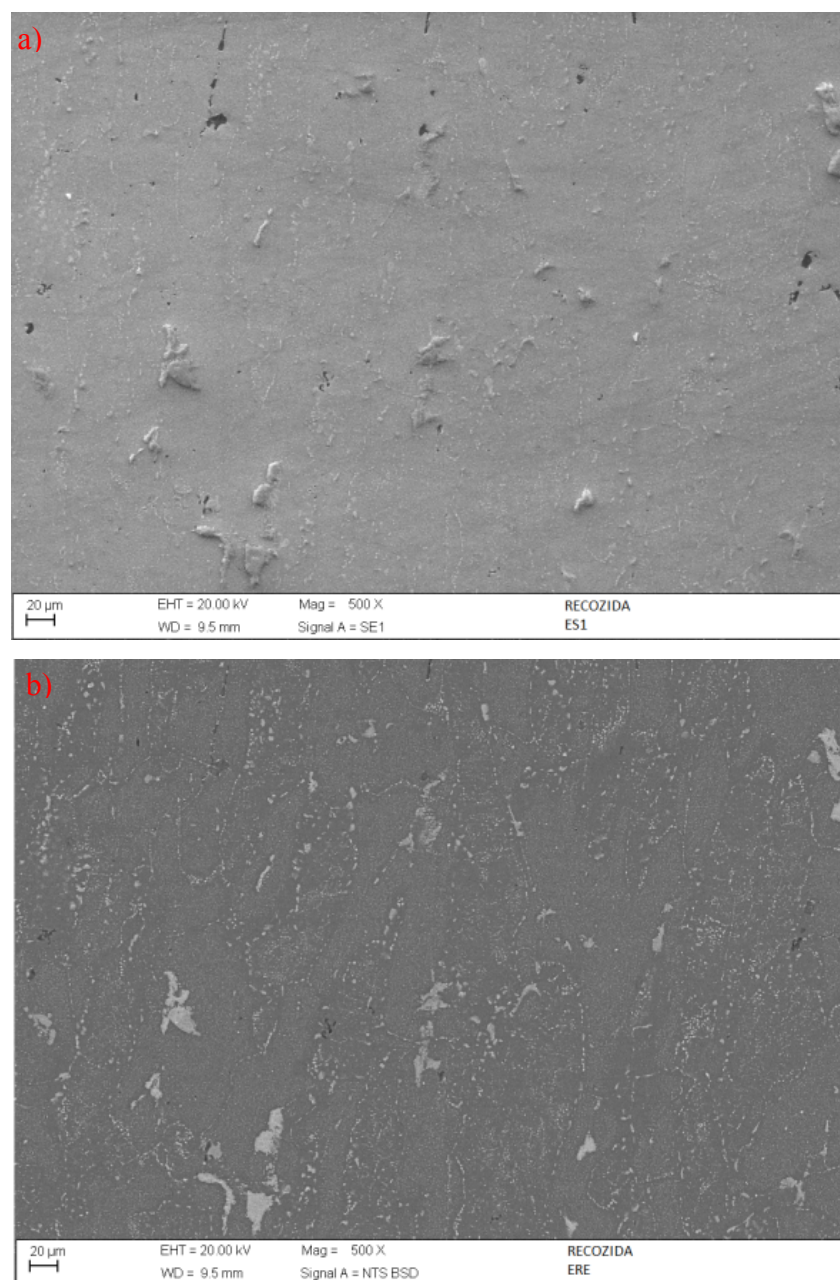


Figura 4.8 - Análise em MEV da liga, recozida: a) contraste por SE1; b) contraste por BSE. Sem ataque.

A interpretação da Figura 4.8 deve ser realizada comparando-a com a Figura 4.3. Percebe-se que se mantém a correlação entre as características topográficas e composicionais reveladas pelos contrastes em ambos os modos de análise (SE1 e BSE, respectivamente). Ainda, que os constituintes e dispersóides, já existentes na liga conforme recebida, se mantêm após o recozimento. Surgiu, entretanto, uma miríade de precipitados visíveis, que se traduzem como uma espécie de “nuvem” esbranquiçada na análise por BSE. O tamanho destes precipitados pode ser estimado com base em uma análise com maior aumento, como a da Figura 4.9.

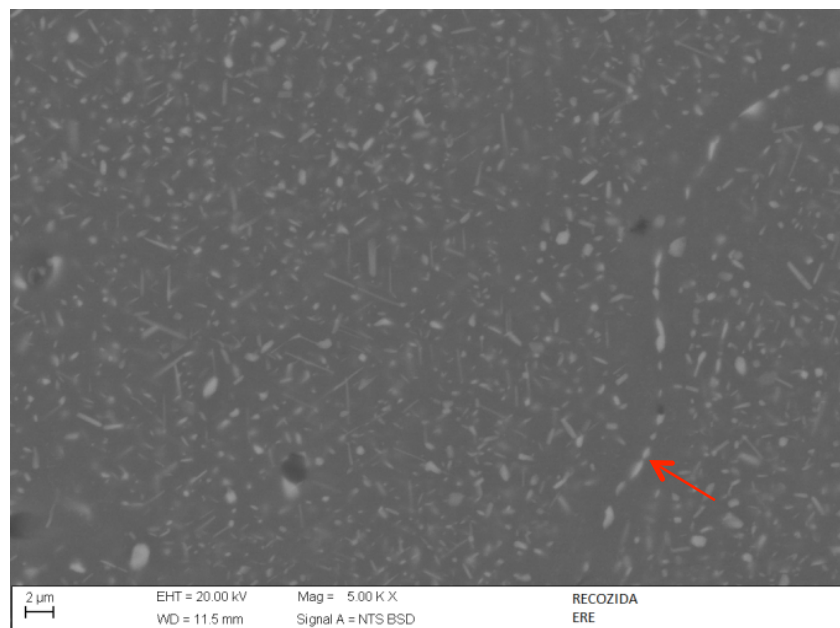


Figura 4.9 - Análise em modo BSE da liga recozida. A seta indica um contorno de grão. Sem ataque.

Na Figura 4.9, percebe-se que a “nuvem” citada anteriormente é formada por precipitados de diversos formatos (aciculares, alongados, esféricos, etc.) e composições (traduzidas nos diversos tons de cinza). Individualmente, ao compará-los com a escala impressa na parte inferior esquerda da imagem, percebe-se que têm tamanho entre 0,5 a 1 μm . Com base em tudo o que foi visto no Capítulo 2, conclui-se que são estes precipitados visíveis os mencionados precipitados grandes, estáveis e incoerentes com a matriz produzidos pelo tratamento de recozimento.

Ao longo do contorno de grão apontado pela seta da Figura 4.9 percebe-se o acúmulo de precipitados de dimensões ligeiramente maiores, confirmando a assertiva de Radhakrishnan e Thompson (1991), já mencionada na Seção 2.4, de que os contornos de grão são regiões de concentração destes precipitados.

Há ainda, às margens do contorno de grão, uma região limpa, sem contrastes: a configuração clássica de uma zona livre de precipitados (PFZ). Uma PFZ é uma zona livre de precipitados, formada majoritariamente ao longo de um contorno de grão. Sua existência é

normalmente nociva para as propriedades mecânicas das ligas de alumínio, e seu estudo ainda é bastante atual (CHEN *et al.*, 2013).

Não foi encontrada nesta microanálise qualquer evidência de que o tratamento térmico de recozimento tenha gerado o fenômeno de fusão em não-equilíbrio, o que não é surpreendente, visto que as temperaturas atingidas se situam bem abaixo da prevista para formação de fase líquida.

4.3 Execução de solubilização e caracterização do material solubilizado e temperado

4.3.1 Execução do tratamento térmico de solubilização

O termopar inserido na amostra adicional que acompanhou cada um dos grupos durante o tratamento térmico de solubilização, executado conforme exposto na Seção 3.9, registrou a evolução real da temperatura no tempo representada na Figura 4.10. Optou-se por representar no gráfico apenas a fase transiente do tratamento, sendo garantido que, durante o encharcamento, as amostras não sofreram variações de temperatura superiores a 5°C.

A temperatura final das rampas de aquecimento situou-se dentro do programado, o que confirma a eficácia da diretriz de adicionar entre as amostras e as resistências do forno placas de alumínio. Estas placas funcionaram como barreiras para a irradiação térmica proveniente das resistências, fazendo com que as amostras experimentassem a mesma temperatura que o termopar do controlador do forno. Obviamente, o fato só se aplica aos Grupos B, C, D e X, posto que o Grupo A foi tratado em banho de sal.

As curvas exibem, entre 100 e 400°C, uma taxa de aquecimento aproximadamente constante. Pode-se utilizar este intervalo para estabelecer a taxa real de aquecimento das amostras. O resultado é expresso na Tabela 5.

Conforme se aproximam da temperatura final de encharcamento, as curvas começam a exibir um comportamento assintótico, com uma desaceleração na taxa de aquecimento. Isso ocorre porque a temperatura das amostras começa a se igualar à temperatura do forno e, de acordo com a lei de condução de calor de Fourier, a taxa de condução de calor é diretamente proporcional ao gradiente de temperatura (GHAJAR e ÇENGEL, 2012).

Como era esperado, o Grupo A, no qual foi utilizado banho de sal, apresentou a maior taxa de aquecimento (mas, ainda assim, bastante inferior às observadas em soldagens, conforme visto em 2.4). O Grupo B, no qual as amostras foram inseridas no forno já aquecido e para o qual era esperado um aquecimento “instantâneo”, apresentou uma taxa de apenas 0,31°C/s. Os Grupos C e D

apresentaram taxas de aquecimento aproximadamente iguais às das rampas programadas dos fornos. O Grupo X, apesar de ter sido inserido em um forno com temperatura mais alta, não pode ser comparado aos demais, por conta de ter sido empregado um forno diferente.

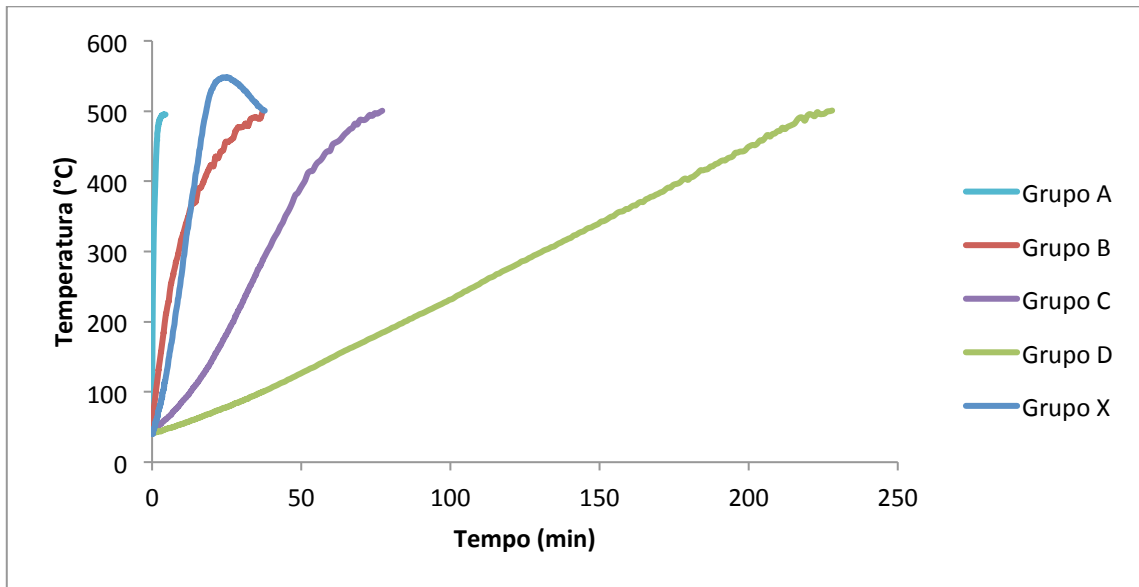


Figura 4.10 - Temperatura real das amostras, em função do tempo, durante o aquecimento para a solubilização.

Tabela 5 - Taxa real de aquecimento das amostras durante o tratamento térmico de solubilização.

	TAXA REAL DE AQUECIMENTO (°C/s)	TAXA REAL DE AQUECIMENTO (°C/min)
Grupo A	$4,5 \cdot 10^0$	271,0
Grupo B	$3,1 \cdot 10^{-1}$	18,8
Grupo C	$1,3 \cdot 10^{-1}$	7,8
Grupo D	$3,6 \cdot 10^{-2}$	2,1
Grupo X	$0,5 \cdot 10^0$	28,0

4.3.2 Análise em MEV das amostras solubilizadas e temperadas

Um espécime de cada grupo de amostras A, B, C, D e X, após a solubilização e têmpera (antes do envelhecimento) foi segregado para microanálise em MEV, no modo BSE. O resultado dos quatro primeiros grupos está exibido da Figura 4.11 à Figura 4.14.

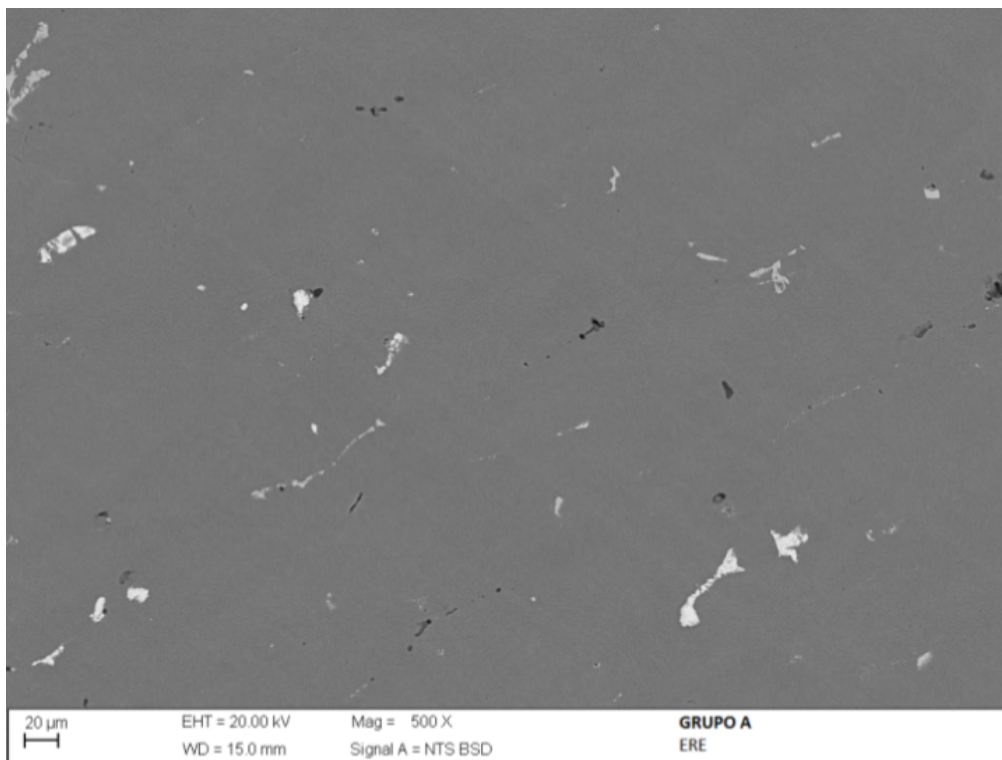


Figura 4.11 - Análise por MEV, em modo BSE, de amostra solubilizada e temperada do Grupo A. Sem ataque.

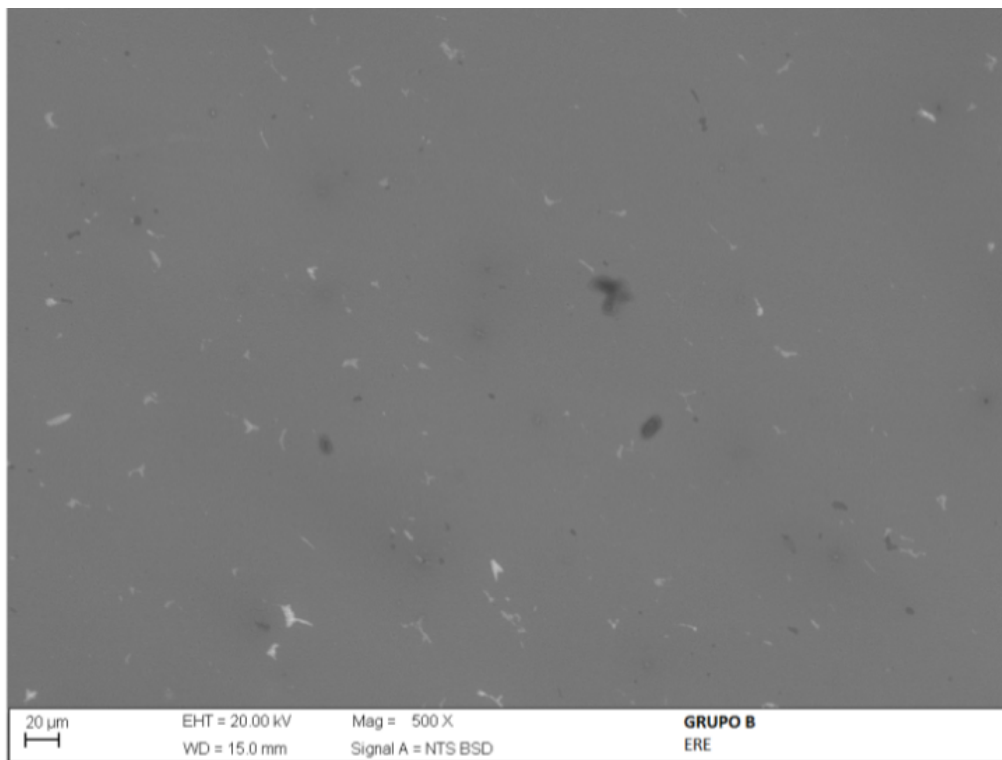


Figura 4.12 - Análise por MEV, em modo BSE, de amostra solubilizada e temperada do Grupo B. Sem ataque.

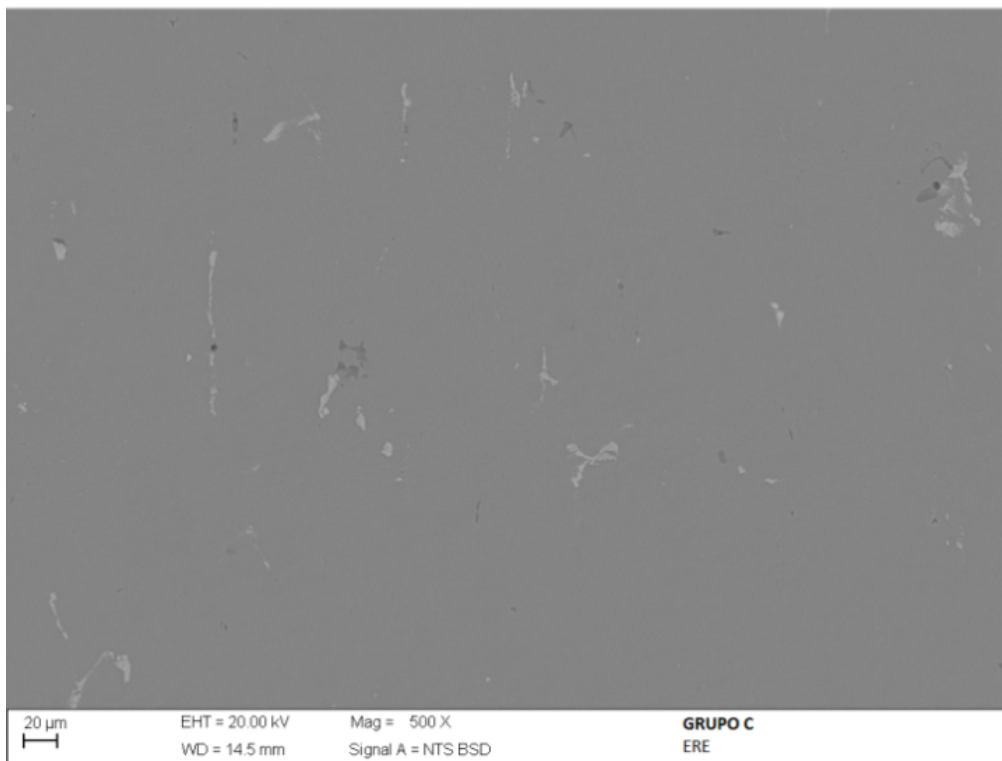


Figura 4.13 - Análise por MEV, em modo BSE, de amostra solubilizada e temperada do Grupo C. Sem ataque.

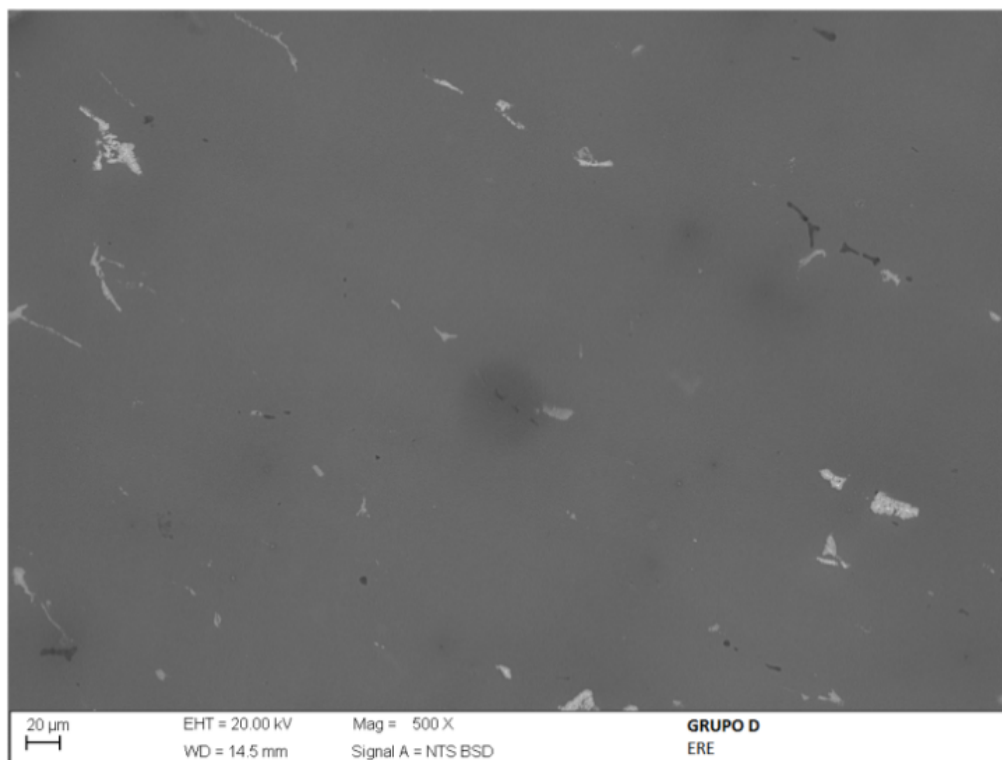


Figura 4.14 - Análise por MEV, em modo BSE, de amostra solubilizada e temperada do Grupo D. Sem ataque.

Observando o resultado da análise em modo BSE dos quatro grupos, não se notam diferenças morfológicas significativas entre eles. Nenhuma das imagens apresenta evidências de fusão em não-equilíbrio. Nenhuma das imagens apresenta a miríade de precipitados visíveis que caracterizou o material recozido na Figura 4.9. Esta última assertiva mostra que solubilização de todos os grupos foi exitosa em seu propósito de solubilizar o máximo possível de soluto na matriz. Por outro lado, restam em todos os grupos os dispersóides e constituintes que estavam presentes desde o material conforme recebido (ver item 4.1.2). Isso significa que estas fases são insolúveis à temperatura típica de solubilização e resistentes à homogeneização efetuada após a fundição. Assim, confirmando o que foi visto em 2.3, conclui-se que as fases intermetálicas que são alvos do recozimento e do envelhecimento não são os constituintes e dispersóides, mas sim os precipitados, que desapareceram após a solubilização.

Atenção especial foi dada à microanálise do espécime do Grupo X, apresentada na Figura 4.15.

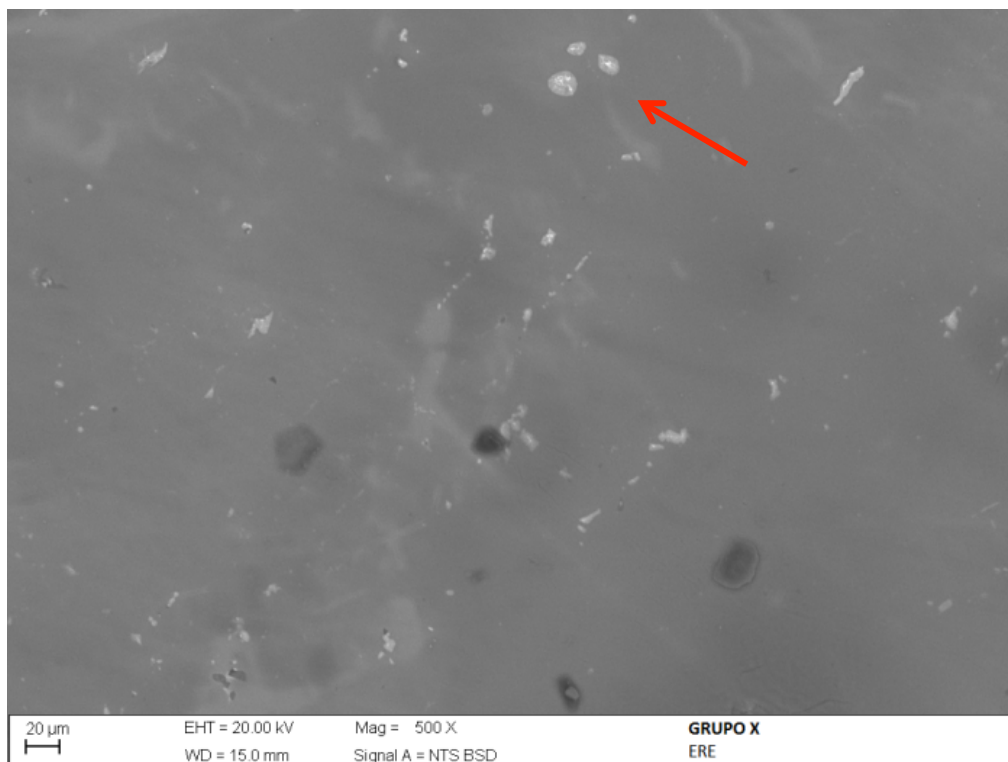


Figura 4.15 - Análise por MEV, em modo BSE, de amostra solubilizada e temperada do Grupo X. A seta indica estrutura de morfologia compatível com roseta eutética. Sem ataque.

Durante a solubilização, este grupo atingiu temperatura em que é prevista a existência de fase líquida, mesmo em condições de equilíbrio. Nota-se, na porção superior central da micrografia, a existência de estruturas de formato globular que não são vistas nas micrografias anteriores. A condição de solubilização e a comparação com o item 1 da Figura 2.5 permitem inferir que tratam-

se de estruturas semelhantes a rosetas eutéticas, resultantes da solidificação de material líquido. A existência destas estruturas é indício de que a fusão ocorreu de fato em parte do material.

4.4 Caracterização do material envelhecido

4.4.1 Metalografia microscópica das amostras envelhecidas

O material, envelhecido de acordo com a metodologia observada na Seção 3.9, foi preparado metalograficamente e observado em microscópio óptico. O resultado das micrografias está disposto na Figura 4.16.

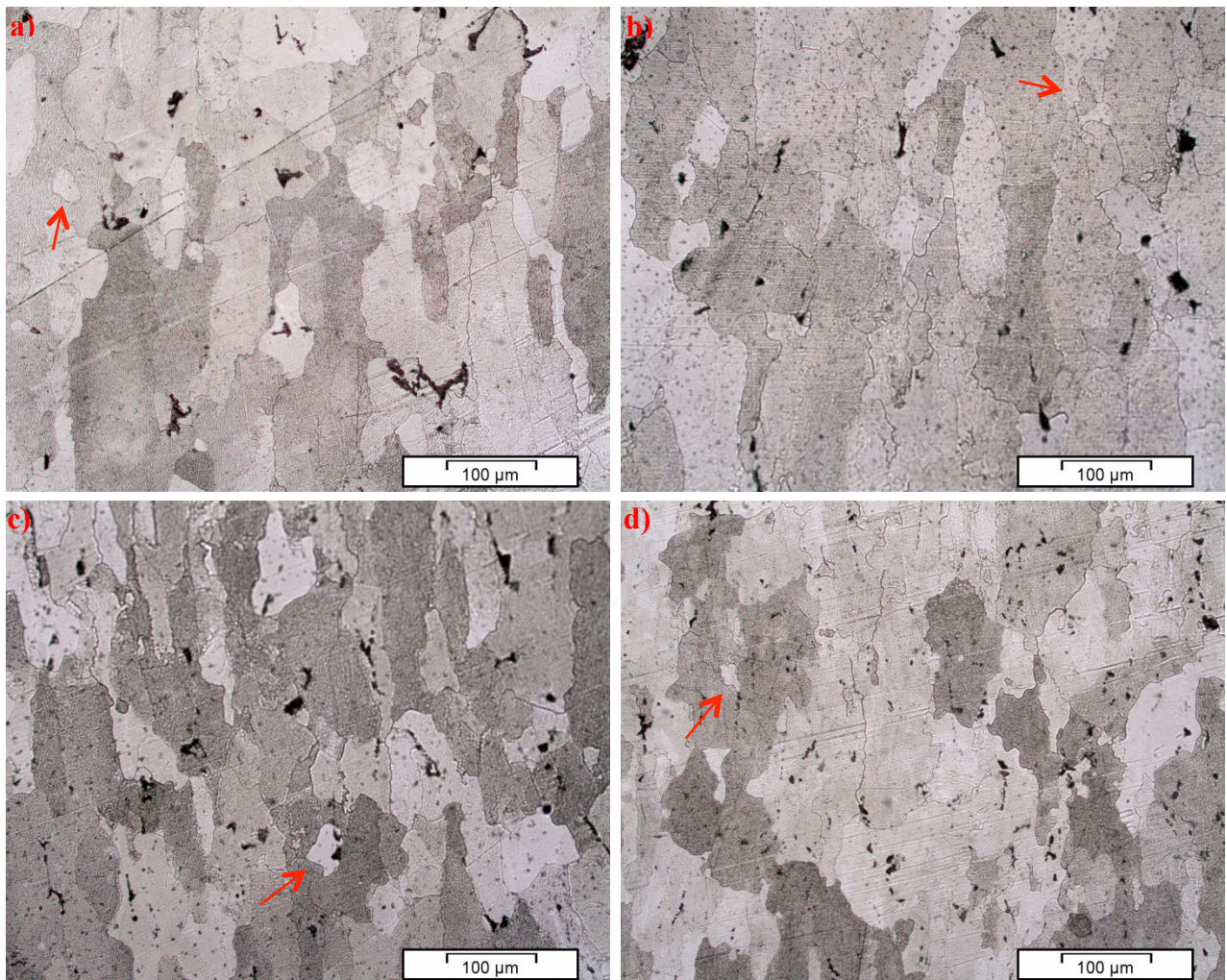


Figura 4.16 - Microscopia óptica de amostras envelhecidas, na face que contém o entalhe: a) Grupo A; b) Grupo B; c) Grupo C; d) Grupo D. As setas indicam grãos com formato aproximadamente equiaxial. Ataque com reagente de Keller por 3 s.

Observando os resultados da microscopia óptica dos quatro grupos, não se notam diferenças morfológicas significativas entre eles. Comparando com a Figura 4.1, nota-se em todas

as micrografias certa perda da textura da laminação, traduzida no decréscimo da razão entre o eixo vertical e o eixo horizontal médio dos grãos (apesar de ainda ser possível notar um eixo vertical preferencial no formato dos mesmos). Há uma progressividade nesta perda de textura, posto que já há indícios dela após o recozimento, conforme pode visto na Figura 4.7. Esta perda de textura ocorre em função da recristalização parcial do metal, por conta da permanência da liga sob altas temperaturas durante o recozimento e a solubilização (REED-HILL, 1982). Confirma a recristalização o surgimento de novos grãos, com formato aproximadamente equiaxial (esferoidizados).

Nenhuma das imagens apresenta evidências de fusão em não-equilíbrio.

A Figura 4.17 mostra a micrografia óptica da amostra do Grupo X. Observa-se nesta um estágio mais avançado de recristalização. Há numerosos grãos com formato equiaxial. A diferença com relação aos outros grupos se dá pelo fato deste haver sido submetido a uma temperatura superior durante a solubilização. De fato, Atkinson, Burke e Vaneetveld (2008) afirmam que a recristalização de chapas laminadas de Al 7075 é bastante avançada se este é submetido à temperatura de 540°C, e praticamente completa se esta chega a 558°C.

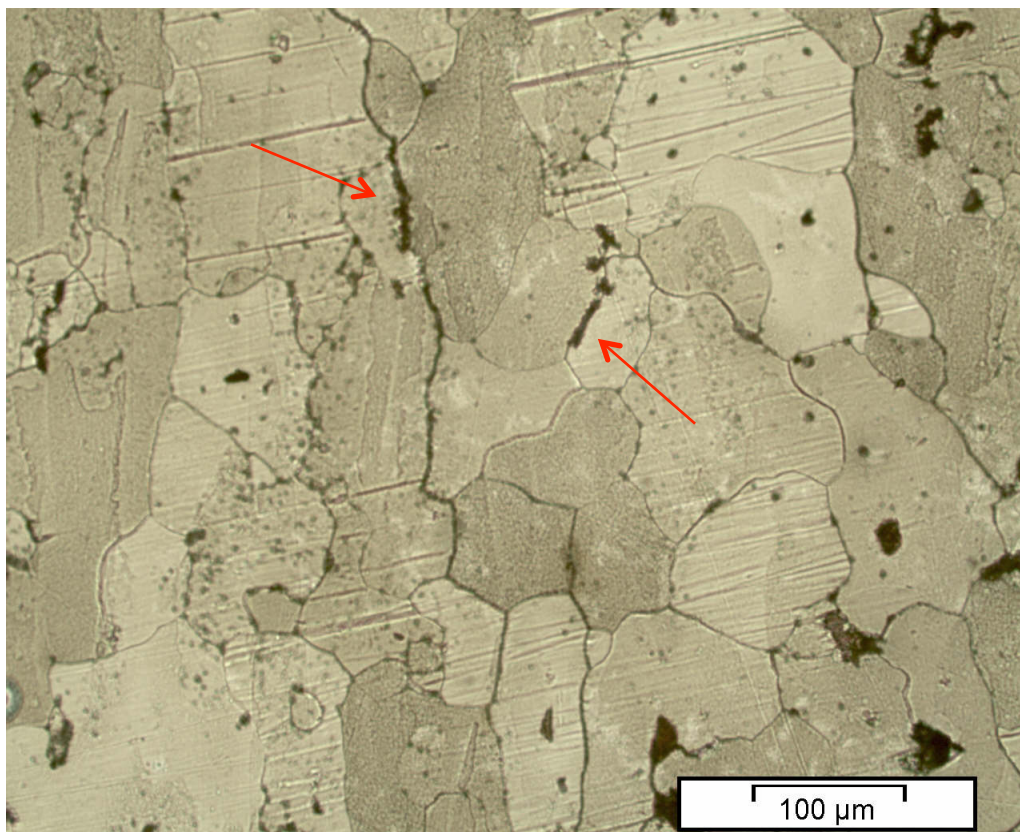


Figura 4.17 - Microscopia óptica de amostra do Grupo X envelhecida, na face que contém o entalhe. As setas indicam regiões de ataque químico mais intenso em contornos de grão. Ataque com reagente de Keller por 3 s.

Há na micrografia apresentada evidências de formação de fase líquida, traduzida no ataque químico intenso nos contornos de grão, fazendo com que as linhas de contorno fiquem mais grossas e haja manchas características de fases ricas em soluto às margens dos grãos. Não se pode afirmar que a formação de fase líquida ocorreu por conta do fenômeno da fusão em não equilíbrio, visto que, durante o tratamento de solubilização, a temperatura atingida foi de 540°C e, nesta temperatura, há previsão de coexistência de fases líquida e sólida, mesmo em condições de equilíbrio.

4.4.2 Análise em MEV/EDS das amostras envelhecidas

Um espécime de cada grupo de amostras A, B, C, D e X, após o envelhecimento, foi segregado para microanálise em MEV, no modo BSE. O resultado dos quatro primeiros grupos está exibido da Figura 4.18 à Figura 4.21.

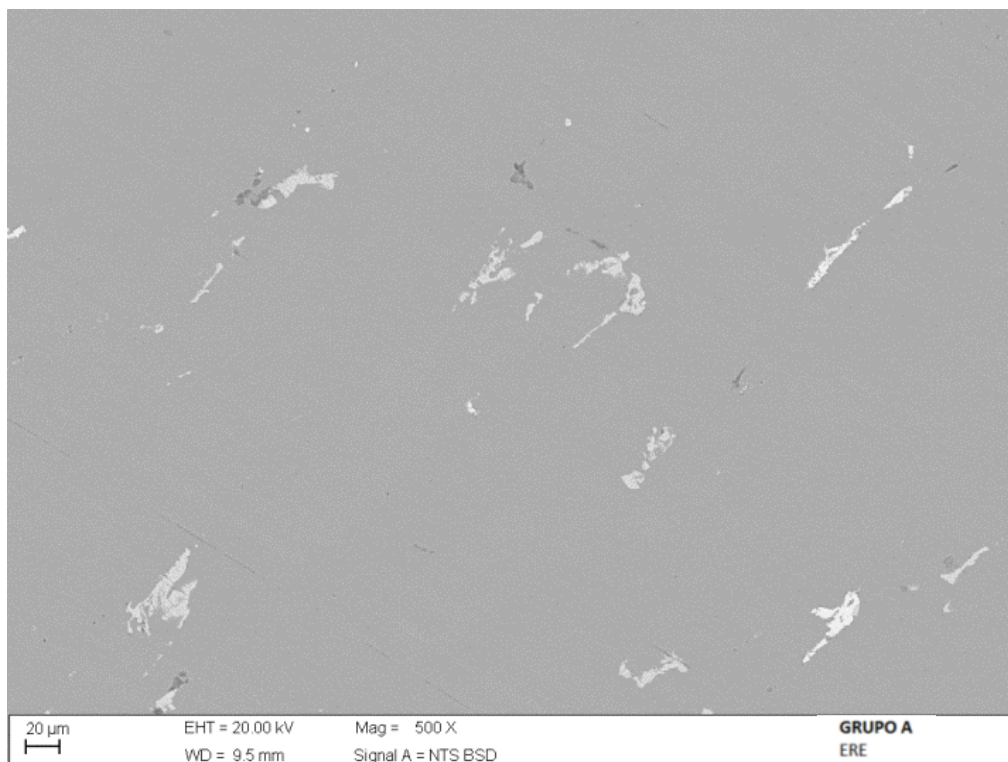


Figura 4.18 - Análise por MEV, em modo BSE, de amostra envelhecida do Grupo A. Sem ataque.

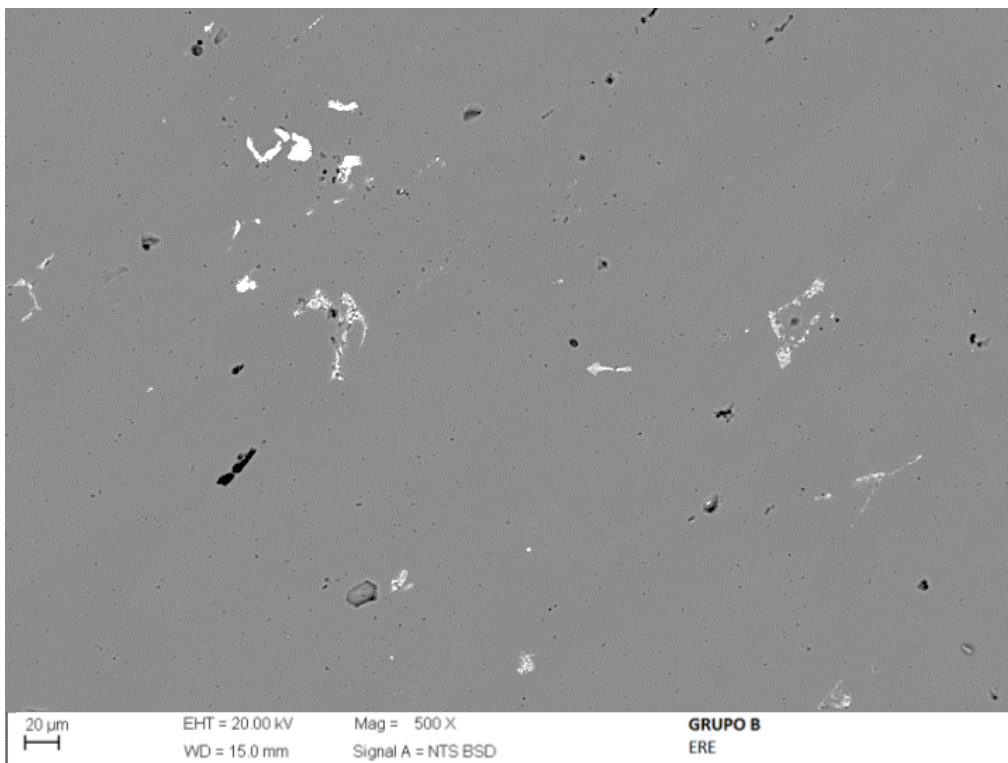


Figura 4.19 - Análise por MEV, em modo BSE, de amostra envelhecida do Grupo B. Sem ataque.

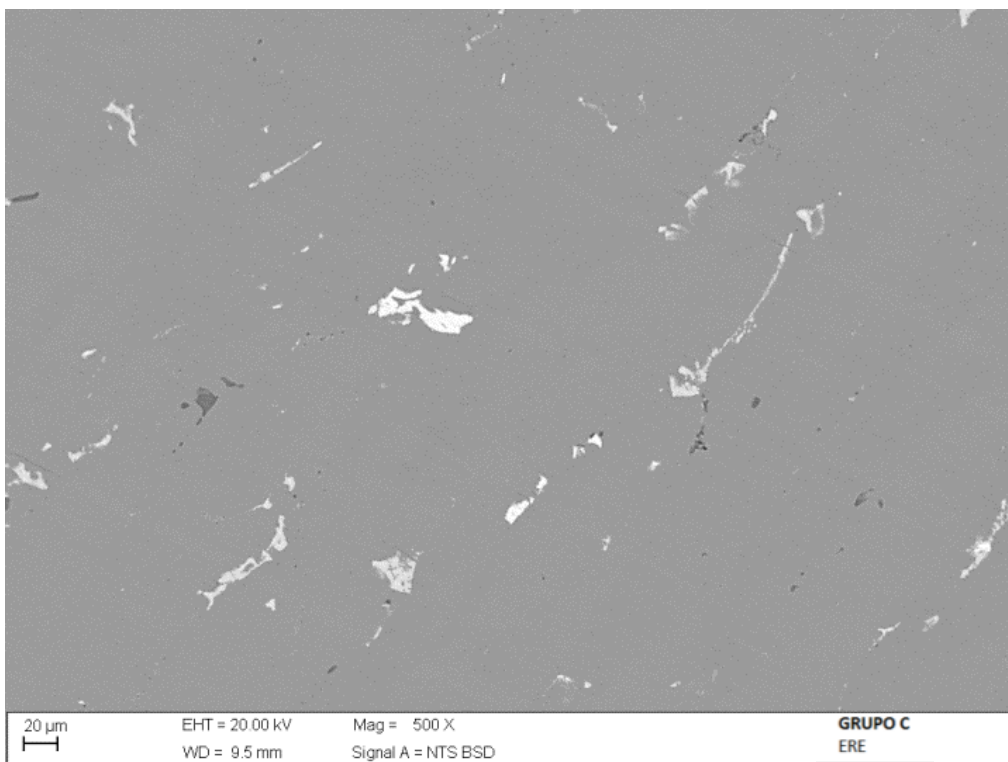


Figura 4.20 - Análise por MEV, em modo BSE, de amostra envelhecida do Grupo C. Sem ataque.

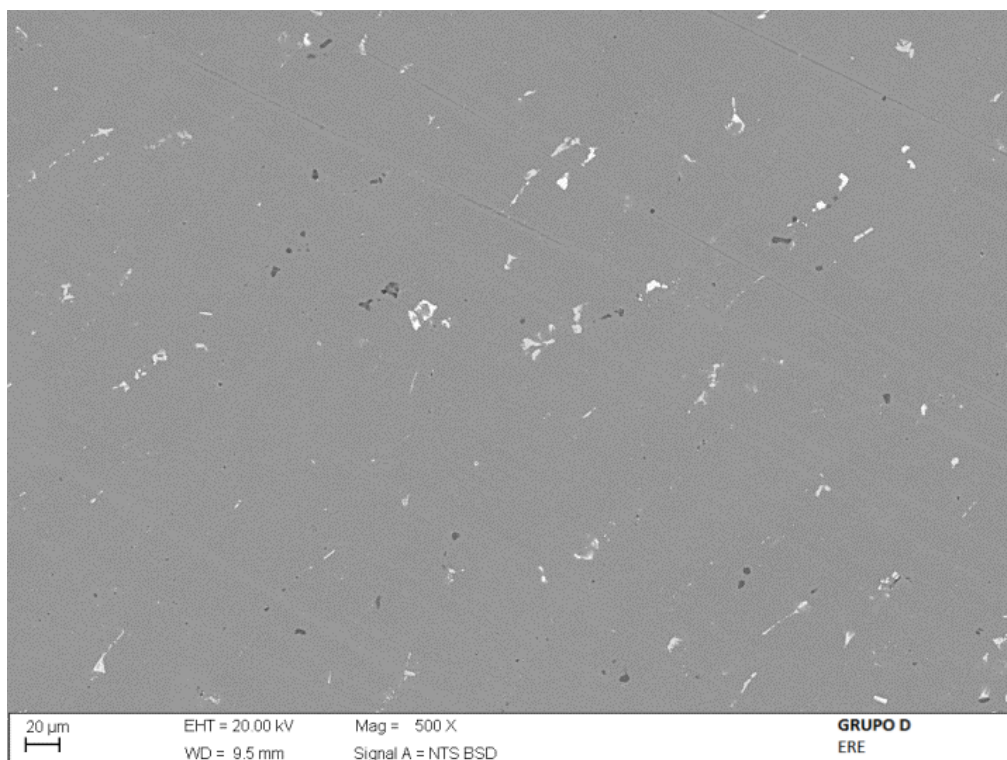


Figura 4.21 - Análise por MEV, em modo BSE, de amostra envelhecida do Grupo D. Sem ataque.

De modo geral, as imagens apresentadas são semelhantes à da Figura 4.3, onde retrata-se a amostra conforme recebida, permitindo concluir que as amostras retornaram à uma condição de precipitação semelhante à original. Permanecem os dispersóides e constituintes, que não desapareceram por completo em nenhum momento nos tratamentos executados. Estas fases, contudo, cresceram durante o envelhecimento, conforme pode ser percebido através da comparação com o material solubilizado e temperado, exibido da Figura 4.11 à Figura 4.14. O tamanho final destas fases grandes parece seguir uma tendência de ser tão maior quanto maior for a taxa de aquecimento durante o tratamento de solubilização. O fato permite supor que as taxas de aquecimento mais lentas distribuem melhor o soluto ao longo da matriz, dificultando a formação de compostos intermetálicos grandes no envelhecimento.

Na análise em modo BSE de nenhum dos Grupos A a D foram encontradas evidências de fusão em não-equilíbrio.

Na Figura 4.22 está apresentada uma microanálise em modo BSE de amostra envelhecida do Grupo X. Há na micrografia evidências de formação de fase líquida, traduzida nas regiões de composição química diferenciada ao longo de contornos de grão. Ressalte-se que a característica é plenamente compatível com o observado na microscopia óptica do material na mesma condição, observada na Figura 4.17. Como na microscopia ótica, não se pode afirmar que a formação de fase líquida ocorreu por conta do fenômeno da fusão em não equilíbrio, visto que, durante o tratamento

de solubilização, a temperatura atingida foi de 540°C e, nesta temperatura, há previsão de coexistência de fases líquida e sólida, mesmo em condições de equilíbrio.

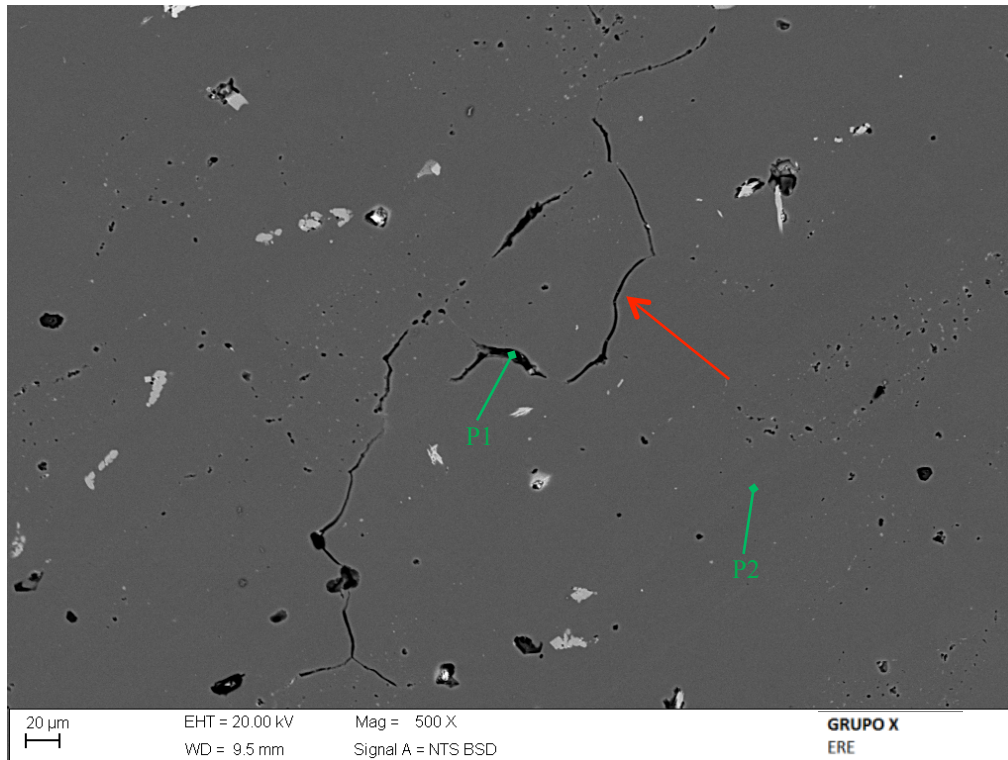


Figura 4.22 - Análise por MEV, em modo BSE, de amostra envelhecida do Grupo X. A seta vermelha indica regiões de composição química diferenciada ao longo de contornos de grão. Sem ataque.

A fim de comprovar a segregação de soluto nas regiões escurecidas nos contornos de grão, foi realizada uma análise por EDS da concentração dos elementos químicos nos pontos P1 e P2. As concentrações dos elementos químicos encontrados estão dispostas na Tabela 6, enquanto que os espectros obtidos estão ilustrados na Figura 4.23. Percebe-se que, de fato, a concentração de alumínio é maior na matriz – P2 (88,62%) do que nas regiões adjacentes aos contornos de grão – P1 (60,28%). Há, portanto, na região escurecida grande concentração de elementos de liga, ou seja: segregação de soluto, típica de formação de fase líquida.

Tabela 6 - Fração mássica, em análise por EDS, de elementos químicos encontrados em contorno de grão (P1) e matriz (P2) de amostra do Grupo X envelhecida.

(% em massa)	Al	Cu	Mg	Zn	Fe
P1	60,28%	18,25%	1,76%	10,86%	8,84%
P2	88,62%	1,86%	3,15%	6,37%	-

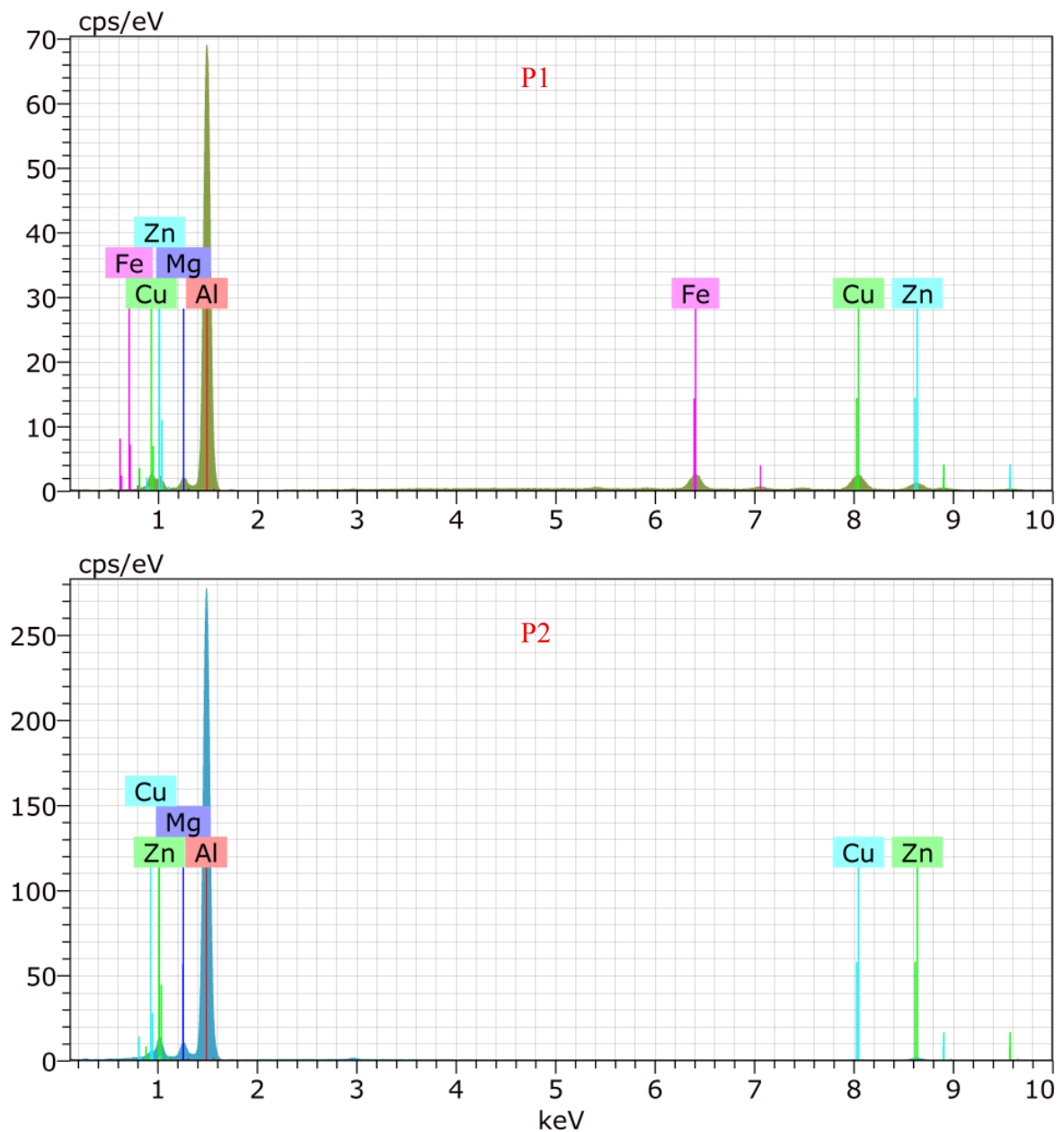


Figura 4.23 - Espectro EDS em contorno de grão (P1) e matriz (P2) de amostra do Grupo X envelhecida.

4.5 Ensaio de impacto

Após o envelhecimento, espécimes dos cinco grupos, mais amostras do material conforme recebido e da liga recozida foram submetidas a ensaio de impacto. Ressalta-se que, neste momento, os cinco grupos de amostras encontram-se em estado T6 de envelhecimento, assim como o material conforme recebido. Na Figura 4.24 encontra-se o resultado exibido de forma gráfica. Estão apresentados os valores médios encontrados, associados a uma barra de erros que contempla os valores máximo e mínimo da energia absorvida em cada conjunto de amostras.

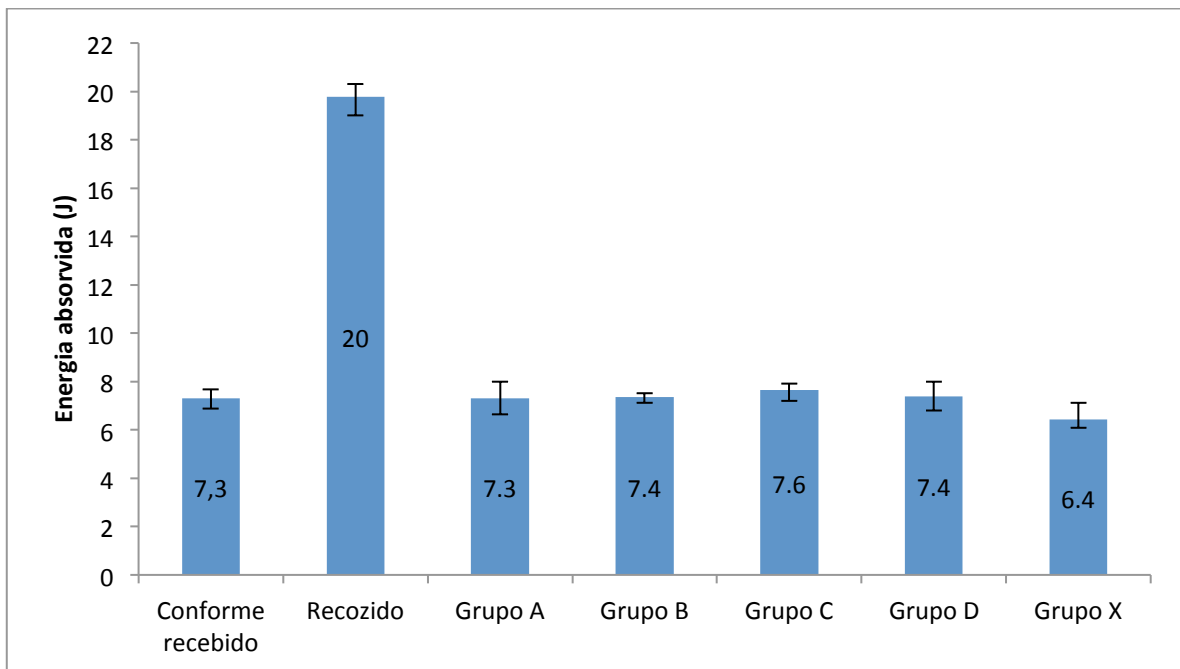


Figura 4.24 - Resultados de ensaio de impacto tipo Charpy.

Percebe-se que as diferenças entre os valores médios dos resultados para os Grupos A, B, C e D, além do material conforme recebido, são mínimas, inferiores ao que se pode considerar como variação natural do ensaio. Isso significa que o envelhecimento fez com que os materiais dos quatro grupos retornassem à situação de conforme recebido, ao menos no tocante à propriedade mecânica de resistência ao impacto. Significa também que, no mesmo aspecto, as diferenças entre as taxas de aquecimento no tratamento de solubilização entre os quatro grupos não se traduziu em variações nesta propriedade mecânica.

O Grupo X apresenta um valor médio de resistência ao impacto ligeiramente menor que os demais, evidenciando os efeitos da maior temperatura atingida durante a solubilização.

Por outro lado, a resistência ao impacto do material recozido é significativamente maior. Isso ocorre porque a existência de precipitados maiores, espaçados entre si e com menor coerência com a matriz permite movimentação quase livre das discordâncias, deixando o material mais dúctil e maleável.

Além dos resultados numéricos, o ensaio de impacto também fornece resultados qualitativos que podem ser discutidos com base no aspecto das fraturas dos corpos de prova. Estes aspectos estão ilustrados, em macrofotografias e micrografias em MEV, modo SE1, da Figura 4.25 à Figura 4.31.

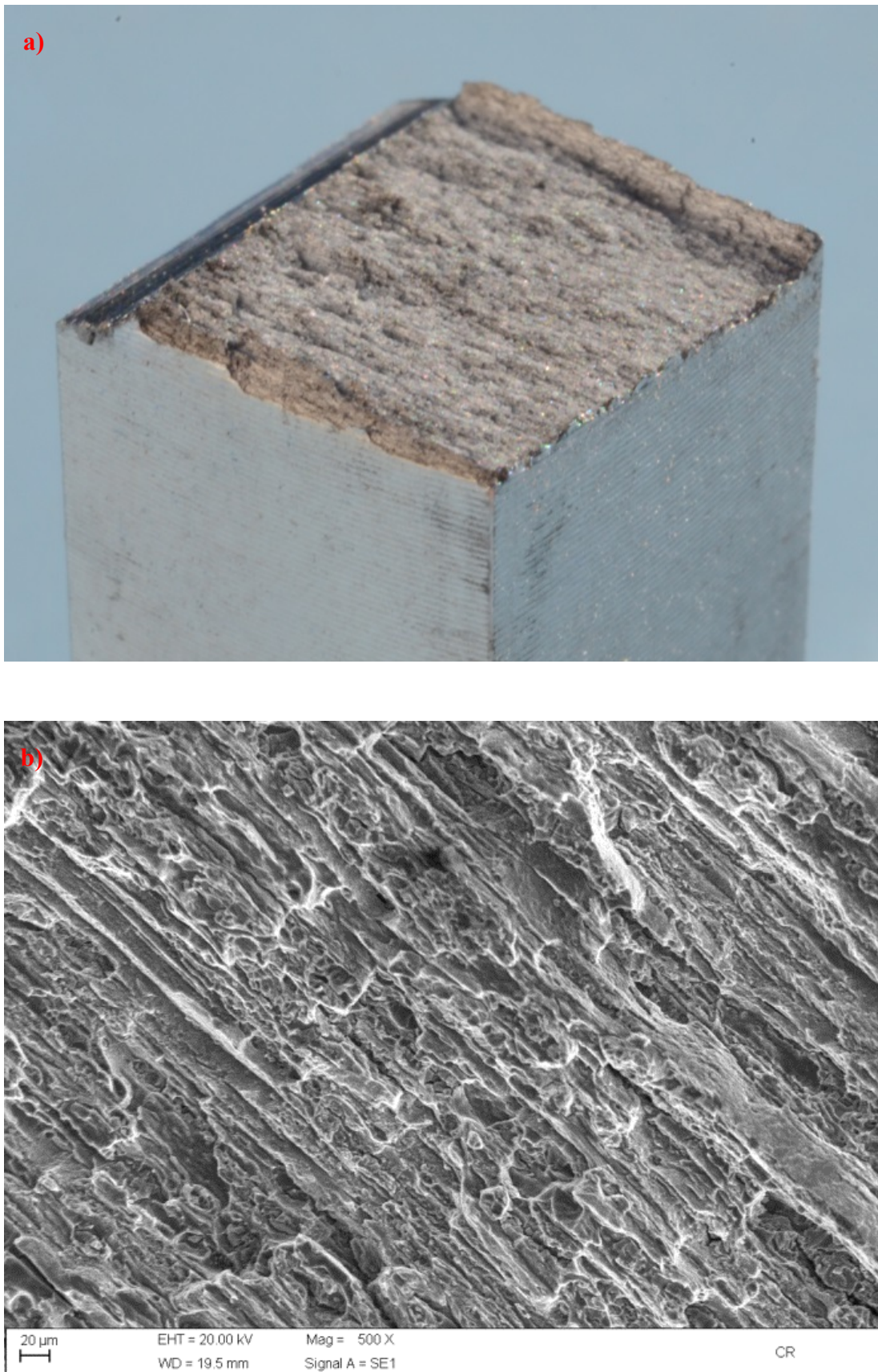


Figura 4.25 - Aspecto de fratura por impacto em amostra do material conforme recebido: a) macrofotografia; b) análise em MEV, por modo SE1, sem ataque.

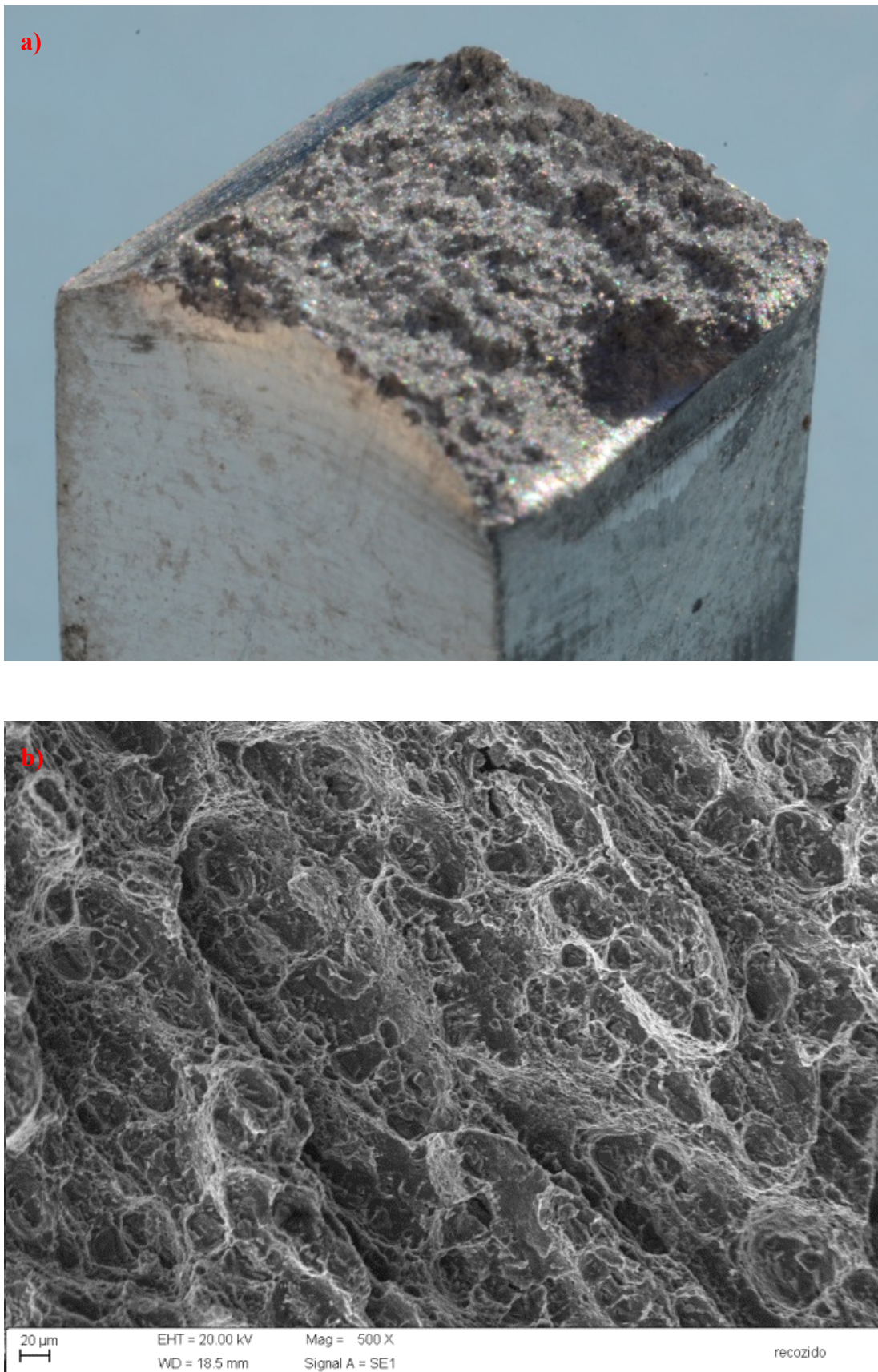


Figura 4.26 - Aspecto de fratura por impacto em amostra do material recozido: a) macrofotografia; b) análise em MEV, por modo SE1, sem ataque.

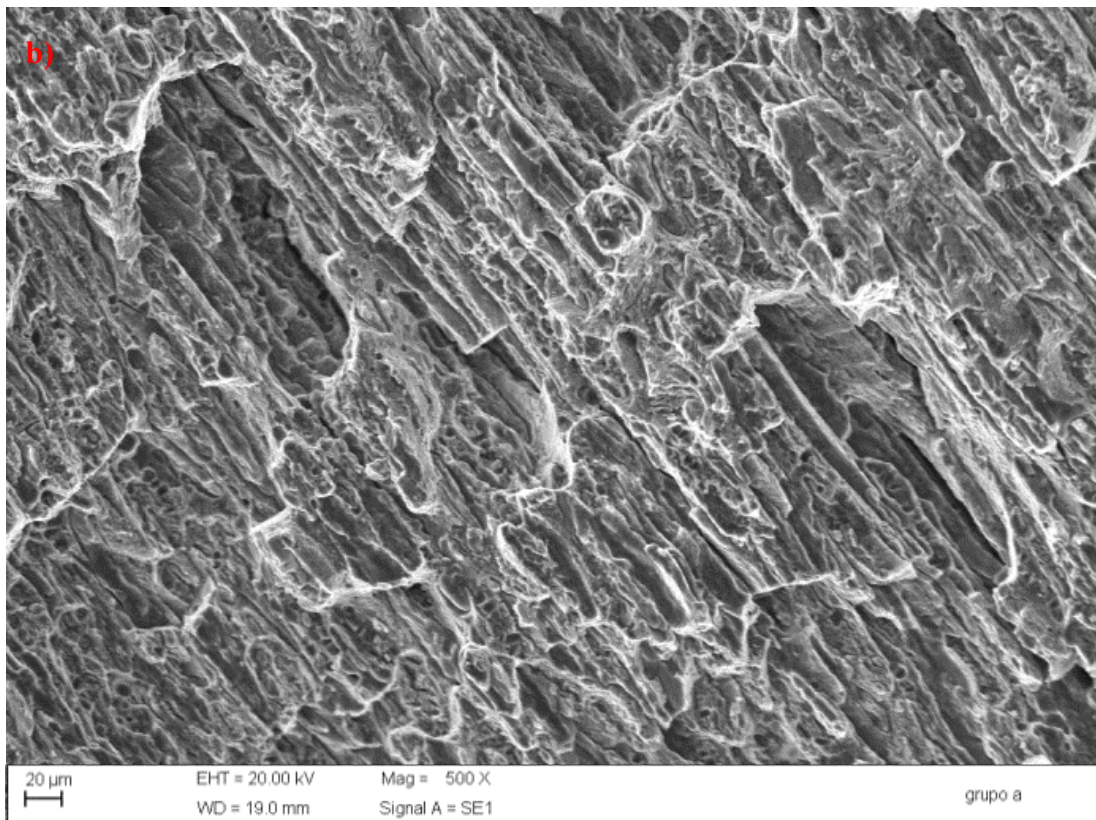
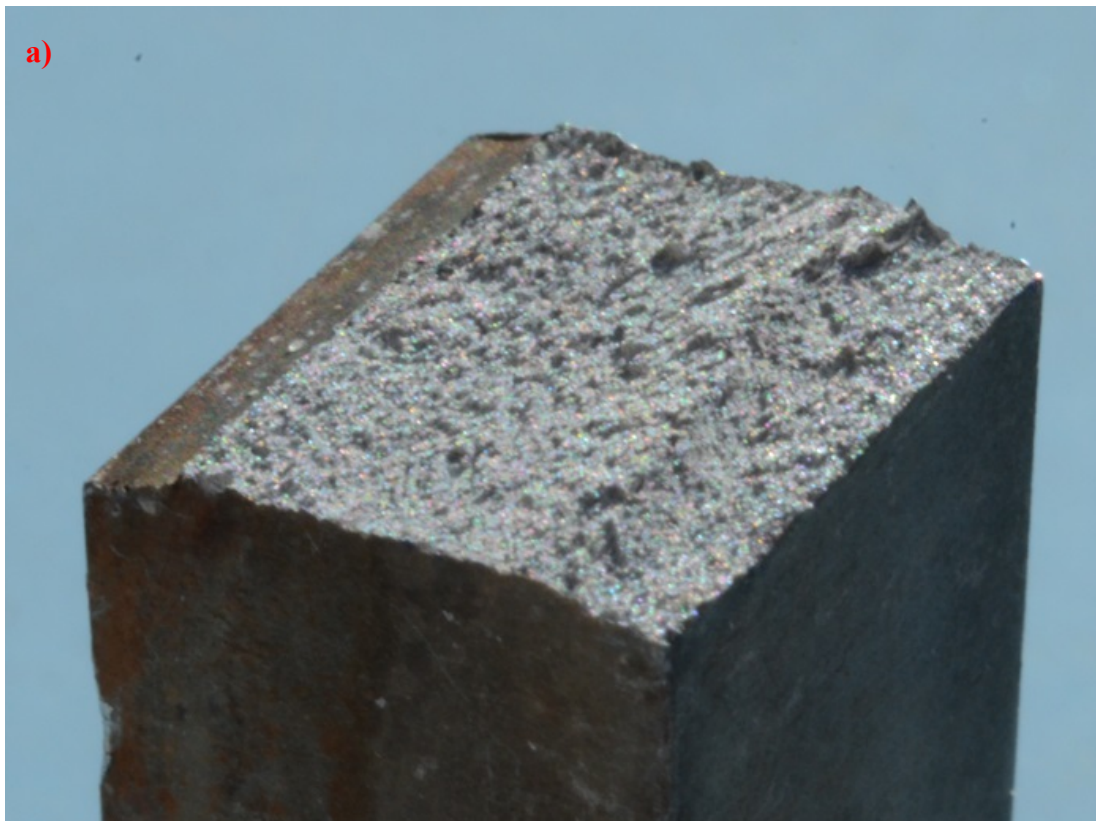


Figura 4.27 - Aspecto de fratura por impacto em amostra do Grupo A, envelhecida: a) macrofotografia; b) análise em MEV, por modo SE1, sem ataque.

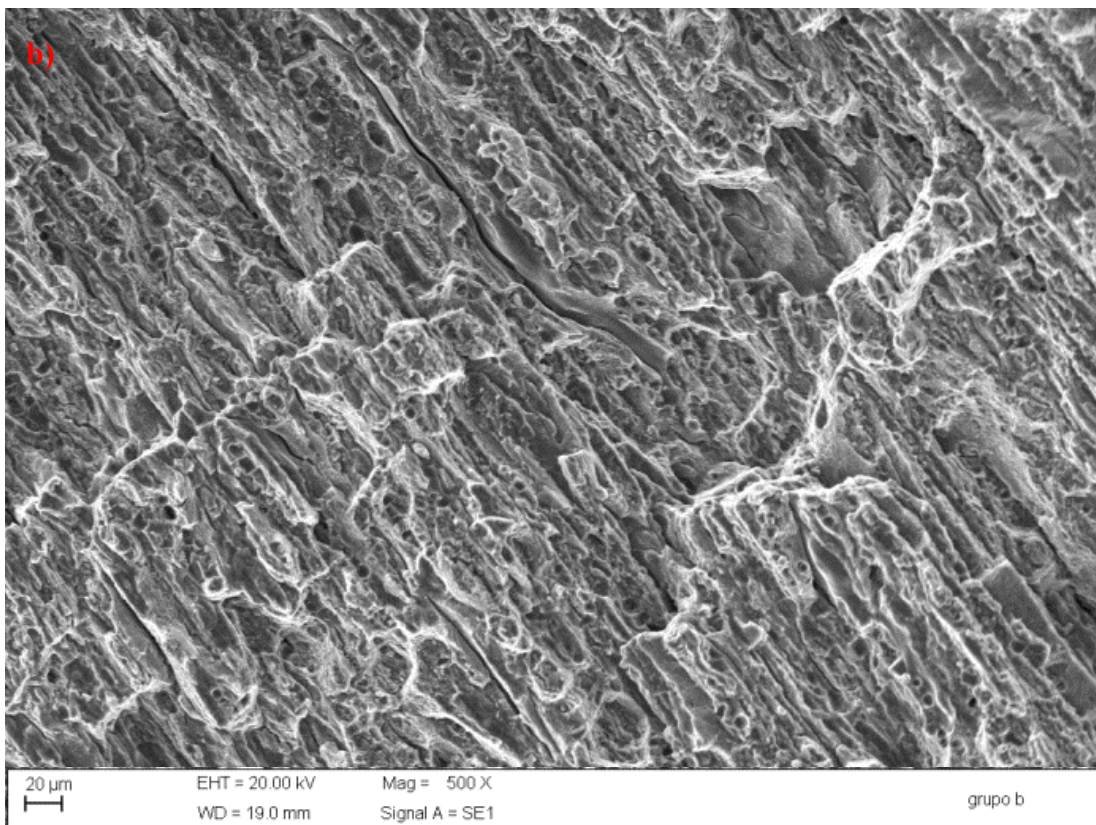
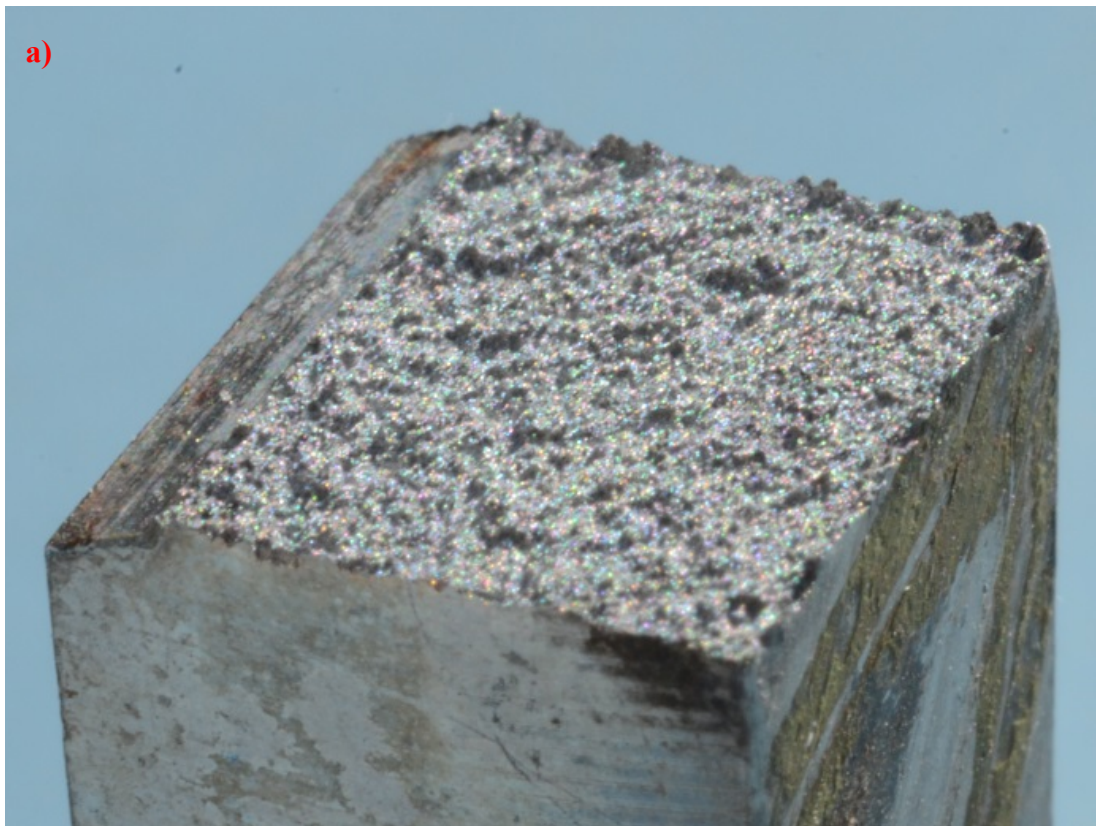


Figura 4.28 - Aspecto de fratura por impacto em amostra do Grupo B, envelhecida: a) macrofotografia; b) análise em MEV, por modo SE1, sem ataque.

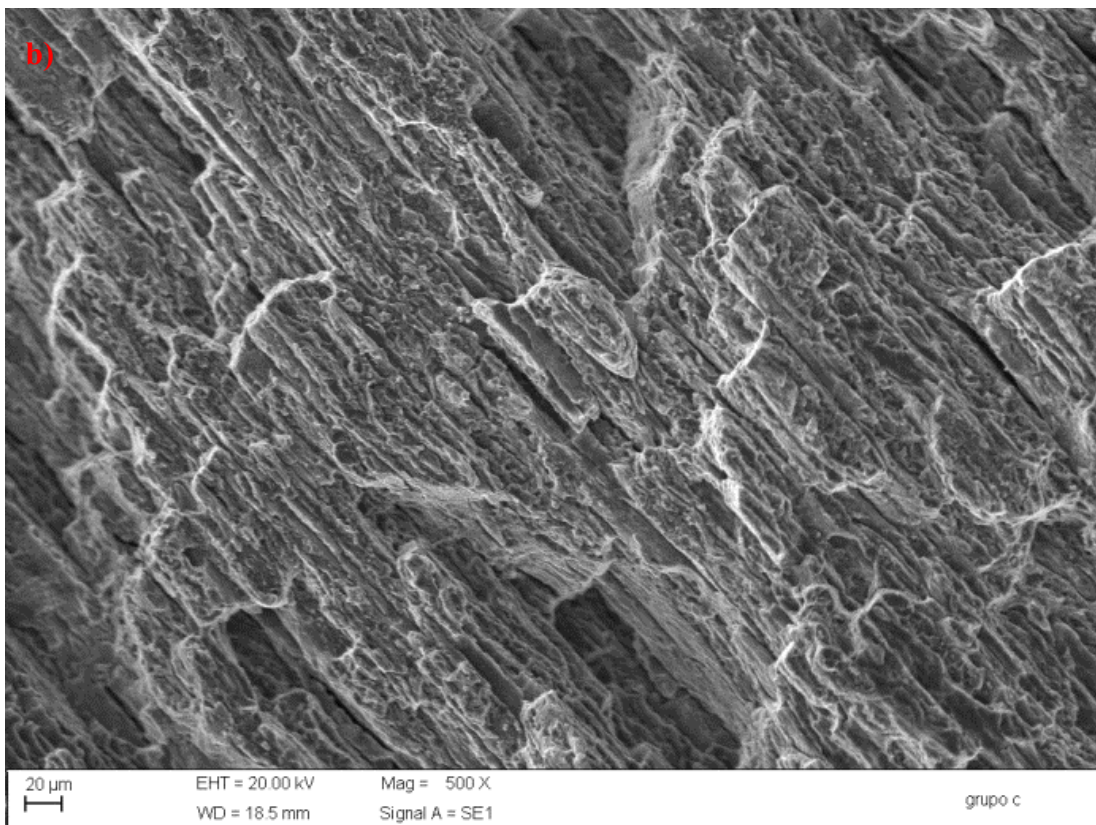


Figura 4.29 - Aspecto de fratura por impacto em amostra do Grupo C, envelhecida: a) macrofotografia; b) análise em MEV, por modo SE1, sem ataque.

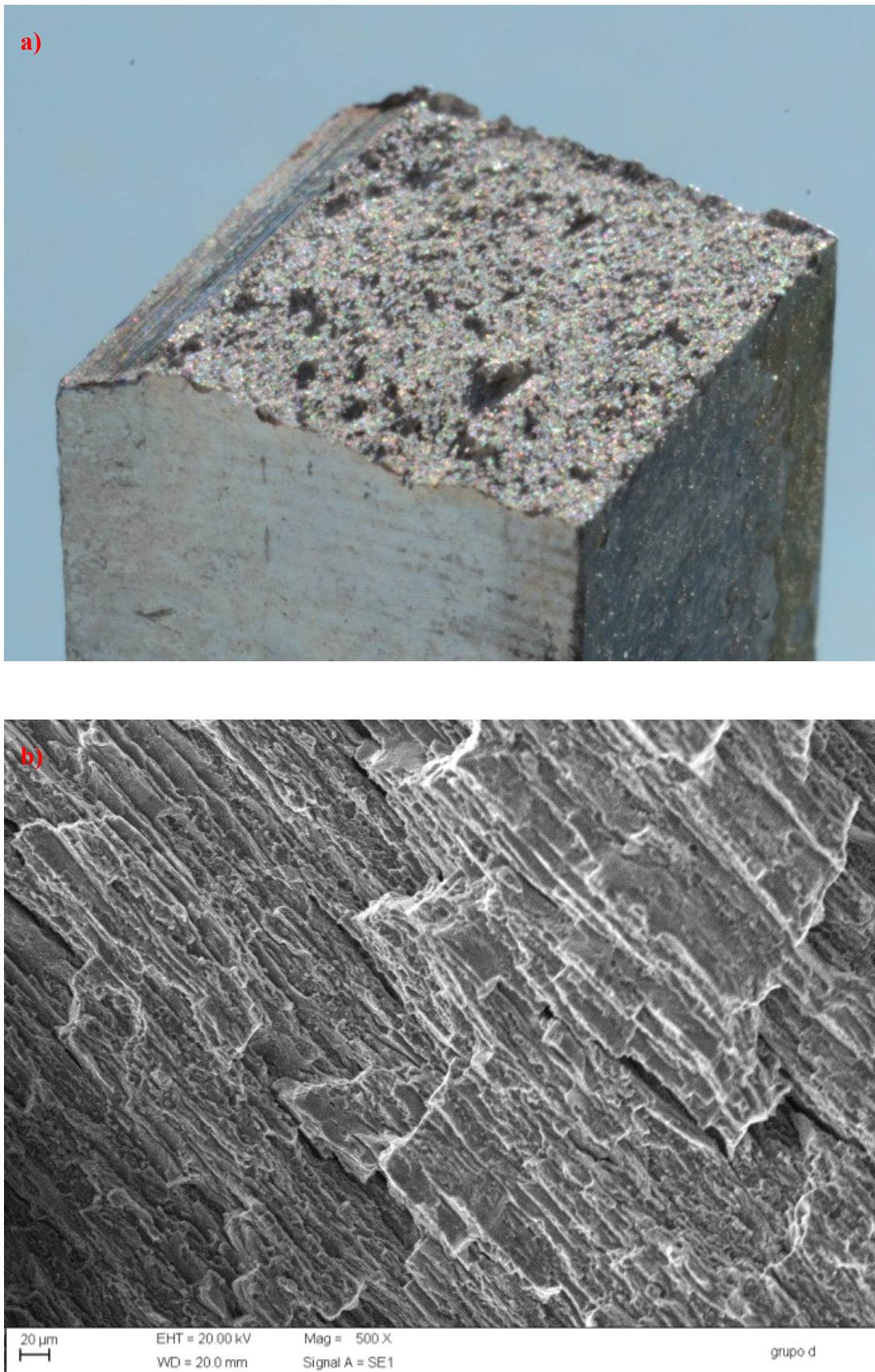


Figura 4.30 - Aspecto de fratura por impacto em amostra do Grupo D, envelhecida: a) macrofotografia; b) análise em MEV, por modo SE1, sem ataque.

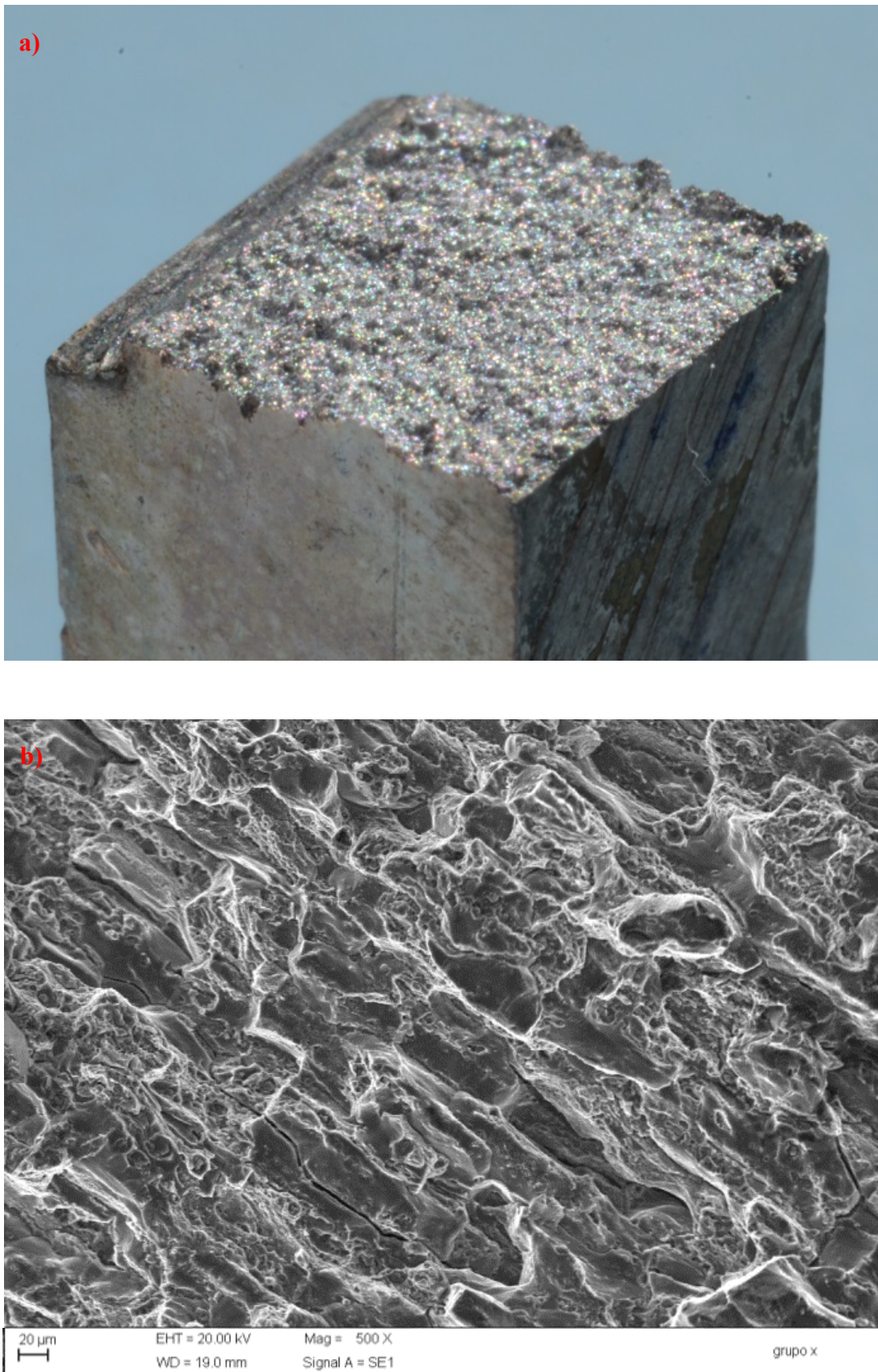


Figura 4.31 - Aspecto de fratura por impacto em amostra do Grupo X, envelhecida: a) macrofotografia; b) análise em MEV, por modo SE1, sem ataque.

A maior ductilidade do material recozido fica evidente ao se comparar seu aspecto de fratura (Figura 4.26) com o do material conforme recebido (Figura 4.25). Enquanto neste último há pouca deformação e tanto a macrofotografia quanto a micrografia em MEV evidenciam características da laminação (traduzida numa textura que remete à orientação dos grãos), no primeiro a macrofotografia mostra que o material teve uma perceptível deformação antes de se romper, ao mesmo tempo em que não há, praticamente, nenhuma evidência de orientação preferencial na micrografia.

Os aspectos das fraturas nos corpos de prova dos Grupos A a D (Figura 4.27 a Figura 4.30) são similares entre si. As macrofotografias mostram uma fratura de aspecto mais rugoso que o do material conforme recebido, mas as micrografias deixam bem clara a orientação preferencial dos grãos. O fato de serem similares entre si evidencia que, ao menos no aspecto das fraturas de impacto, as taxas diferenciais de aquecimento durante a solubilização não afetaram o comportamento dos materiais.

Ao final da Seção 4.4.1 foi dito que, por conta da temperatura atingida durante a solubilização, as amostras do Grupo X atingiram um estágio avançado de recristalização. A assertiva é confirmada com a análise da Figura 4.31. Observa-se que a micrografia tem um aspecto mais rugoso e menos “lamelar” que o dos outros Grupos, com perda considerável da orientação preferencial da fratura. Isso ocorre por conta da perda da textura dos grãos, que se tornaram aproximadamente equiaxiais.

4.6 Ensaio de dureza

De forma similar aos ensaios de impacto, espécimes dos cinco grupos, mais amostras do material conforme recebido e da liga recozida foram submetidas a ensaio de dureza Brinell após o envelhecimento. Na Figura 4.32 encontra-se o resultado exibido de forma gráfica. Estão apresentados os valores médios encontrados, associados a uma barra de erros que contempla os valores máximo e mínimo da dureza em cada conjunto de amostras.

Em todos os Grupos, a barra de erro exhibe valores ínfimos, evidenciado a baixa variabilidade do ensaio.

Os Grupos A, B e C tiveram resultados bastante próximos, enquanto que o Grupo D apresentou-se mais duro que os demais. Uma causa provável para tal é o fato do Grupo D, por conta da sua lenta rampa de aquecimento, ter sido submetido a temperaturas altas por mais tempo que os demais, havendo a possibilidade de uma dissolução mais completa dos precipitados e melhor homogeneização de soluto na matriz. Com o soluto mais dissolvido, o envelhecimento foi mais

eficaz em formar os precipitados mais finos possíveis, em maior número. Conforme já foi estudado neste trabalho, precipitados finos e em grande número dificultam a movimentação das discordâncias, endurecendo o material.

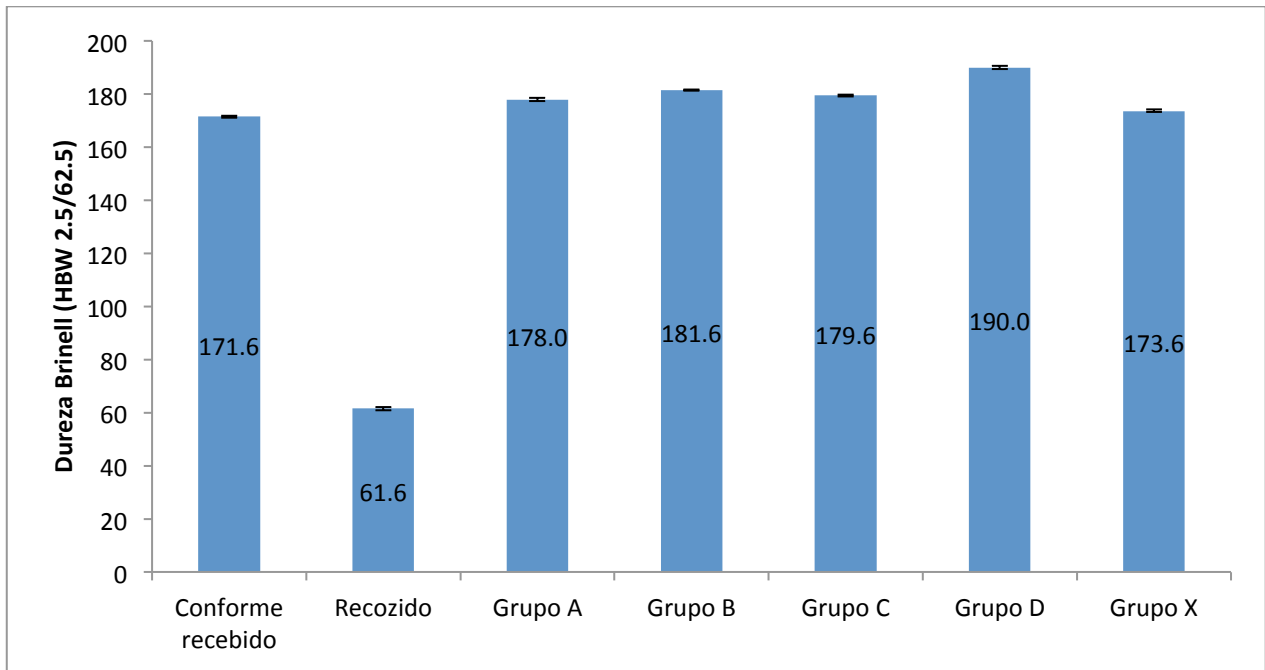


Figura 4.32 - Resultados de ensaio de dureza Brinell.

O resultado da dureza Brinell do Grupo X acusou os efeitos da submissão deste a temperaturas mais altas. A presença de fase líquida mostrou-se deletéria a esta propriedade mecânica, resultando numa dureza abaixo das dos Grupos A a D.

O material recozido, conforme esperado, teve a dureza mais baixa dentre todos os testados. Mais uma vez, atribui-se esta diferença à presença de precipitados grandes, esparsos e não-coerentes com a matriz, facilitando a movimentação das discordâncias.

É interessante ressaltar que todos os Grupos solubilizados neste trabalho apresentaram dureza acima da do material conforme recebido. Isso, a despeito dos tratamentos de revenimento, solubilização, têmpera e envelhecimento haverem reduzido as vantagens provenientes da laminação original do metal. Pode-se creditar o fato a uma re-solubilização extremamente eficaz em dissolver o soluto na matriz e preparar o metal para o envelhecimento. Por outro lado, pode-se também creditá-lo às diminutas dimensões da amostra, que possibilitam taxas de resfriamento mais altas durante a têmpera. Conforme foi visto em 2.3.2, as taxas de resfriamento mais acentuadas são críticas para o sucesso posterior do envelhecimento.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

No decorrer deste trabalho foram expostos os princípios que norteiam o endurecimento por precipitação das ligas de alumínio. Atenção especial foi dada ao fenômeno de fusão em não-equilíbrio, que pode ocorrer quando o material é submetido a elevadas taxas de aquecimento, especialmente durante a fase de solubilização. A ocorrência deste fenômeno seria danosa à microestrutura do material, com consequências deletérias para as propriedades mecânicas.

Experimentalmente, foram tratados termicamente cinco grupos de amostras, com taxas de aquecimento na solubilização diferenciais entre si. Os grupos foram então caracterizados microestrutural e mecanicamente, tendo suas propriedades comparadas entre si e com o material original.

As formas de apresentação da fusão incipiente do material (classe na qual se inclui a fusão em não-equilíbrio) foram obtidas através da pesquisa bibliográfica e da criação de um grupo de controle (Grupo X). O grupo de controle atingiu, durante a solubilização, temperatura em que há formação de fase líquida, mesmo em condições de equilíbrio, tendo uma pequena parcela de seu material fundido.

5.1 Conclusão

Com base nos resultados apresentados, pode-se concluir que os parâmetros de temperatura e velocidade de aquecimento usuais na indústria para a solubilização do alumínio não são capazes de provocar o fenômeno de fusão em não-equilíbrio na liga Al 7075 (ao menos não em proporções perceptíveis ao exame em microscópio óptico ou em MEV/EDS, ou mesmo capazes de produzir efeitos nas propriedades mecânicas de resistência ao impacto e dureza). Deve-se ressaltar que foi empregada temperatura final de solubilização 30°C acima da recomendada pelas normas industriais, o que permite fazer a assertiva anterior com razoável margem de segurança.

O principal motivo para a inexistência prática do fenômeno é que as taxas de aquecimento obtidas nos meios industriais mostraram-se relativamente baixas. O banho de sal (que, dentre os meios testados, revelou-se o de aquecimento mais rápido) aqueceu as amostras a uma taxa de apenas 4,5°C/s, ou seja, quase oito vezes mais lento do que o aquecimento produzido por uma solda FSW (reconhecidamente capaz de provocar fusão em não-equilíbrio em liga Al 7075). Fornos de mufla não aqueceram as amostras a taxas acima de 0,5°C/s.

Outro motivo possível é a composição química da liga estudada. A interação entre os elementos de liga do Al 7075 é de tal natureza que permite que a solubilização seja realizada em

temperatura nominal 52°C mais baixa que a considerada propícia para formação de fase líquida em material homogeneizado. Ligas Al-Cu e Al-Cu-Mg, como as 2xxx, têm uma margem de trabalho mais estreita. Por isso relatam-se nestas ligas mais casos de *constitutional liquation*. No único caso encontrado na literatura em que se estuda um caso real de falha por fusão em não-equilíbrio na solubilização de componente fabricado em liga de alumínio, o material em questão é o Al 2017, cuja diferença entre a temperatura de solubilização e a da linha solidus é de apenas 3°C.

Por outro lado, verificou-se que os efeitos de uma fusão incipiente, ocorrida nas amostras do Grupo X, de fato permanecem mesmo após o envelhecimento. Há evidências de segregação de soluto nos contornos de grão e diminuição da resistência ao impacto e da dureza do material.

A avaliação do material recozido permitiu concluir sobre alguns fatos não diretamente relacionados à fusão em não-equilíbrio, mas úteis ao melhor entendimento do fenômeno de endurecimento por precipitação. Observou-se que precipitados de tamanho entre 0,5 e 1 μm já não são capazes de impedir com eficácia a movimentação das discordâncias na liga de trabalho, com grave prejuízo à dureza (diminuição de 64% em relação ao material conforme recebido) e aumento da ductilidade e resistência ao impacto (aumento de 170% em relação ao material conforme recebido). Comprovou-se o acúmulo de precipitados nos contornos de grão e a existência de uma PFZ na zona contígua.

Com relação à comparação entre as durezas das amostras dos Grupos A a D e a do material conforme recebido, pode-se perceber que o material retrabalhado teve vantagens nesta propriedade mecânica, a despeito da recristalização parcial. O feito foi creditado à maior taxa de resfriamento obtida na têmpera. O destaque do Grupo D nesta propriedade mecânica foi creditado à melhor solubilização dos elementos de liga por conta do tempo maior de permanência a temperaturas elevadas.

Por fim, pôde-se também observar os efeitos microestruturais da recristalização, traduzidos na formação de grãos com formato aproximadamente equiaxial. Dentre os parâmetros variados nos grupos de amostras, percebeu-se que a recristalização teve sua intensidade mais afetada pelo valor máximo da temperatura atingida do que pelo tempo de permanência nesta.

5.2 Sugestões para trabalhos futuros

As conclusões obtidas neste trabalho possibilitam uma série de aprofundamentos, que podem traduzir-se em trabalhos futuros. Seguem algumas sugestões:

- investigar se há alguma evidência de fusão em não-equilíbrio em escala nanométrica, com auxílio de microscopia eletrônica de transmissão;

- investigar se há efeitos causados por fusão em não-equilíbrio em outras propriedades mecânicas, como a resistência à tração e à fadiga;
- investigar se há efeitos causados por fusão em não-equilíbrio em propriedades elétricas ou químicas, como a condutibilidade e a resistência à corrosão;
- determinar a taxa crítica de aquecimento capaz de provocar fusão em não-equilíbrio na liga Al 7075, com meios de aquecimento mais poderosos que os utilizados neste estudo;
- investigar o fenômeno de fusão em não-equilíbrio em ligas de alumínio mais propensas ao fenômeno, como as da série Al 2xxx.

5.3 Comentário

De tudo o que foi exibido, conclui-se que a tecnologia de processamento do alumínio é um assunto complexo, cujo domínio ainda não é de posse completa da comunidade industrial brasileira. As condições de solubilização, em particular, não parecem receber a devida atenção da comunidade acadêmica, por conta da escassez de trabalhos publicados a respeito. O enfoque que foi dado a esta pesquisa, que se detém à taxa de aquecimento durante o tratamento térmico de solubilização da liga Al 7075, chega mesmo a ser inédito, ao observarmos que não foi encontrada qualquer outra publicação tratando do tema.

Com isso, resta evidente que este trabalho está bem direcionado para contribuir no atingimento da auto-suficiência da comunidade acadêmica e industrial brasileira no processamento do Al 7075, material nobre e de grande valor agregado. As indústrias aeroespaciais e de defesa nacionais (maiores usuárias no material estudado), que já vêm se mostrando vanguarda na eliminação do hiato científico-tecnológico entre o Brasil e o primeiro mundo, poderão ser as maiores beneficiárias desta dissertação.

APÊNDICE A – Solidificação em não-equilíbrio

A solidificação de ligas metálicas a partir do estado de fundido, se realizada sob condições ideais de resfriamento, com decréscimo quase estático da temperatura, permite que os processos difusionais ocorram de tal maneira a respeitar as condições de equilíbrio previstas no diagrama de fases. O resultado são grãos homogêneos, onde não há segregação de soluto. Estas condições ideais, entretanto, são praticamente impossíveis na prática industrial. O resfriamento rápido das ligas em estado líquido (como os que ocorrem logo após a fundição, nas usinas) impede a difusão do soluto na fase sólida (pode-se considerar que a difusão na fase líquida é pouco alterada) e causa, frequentemente, a formação de grãos heterogêneos, com composição química diferencial entre o núcleo e o contorno (CALLISTER JR, 2008). Observe-se o caso apresentado na Figura A.1.

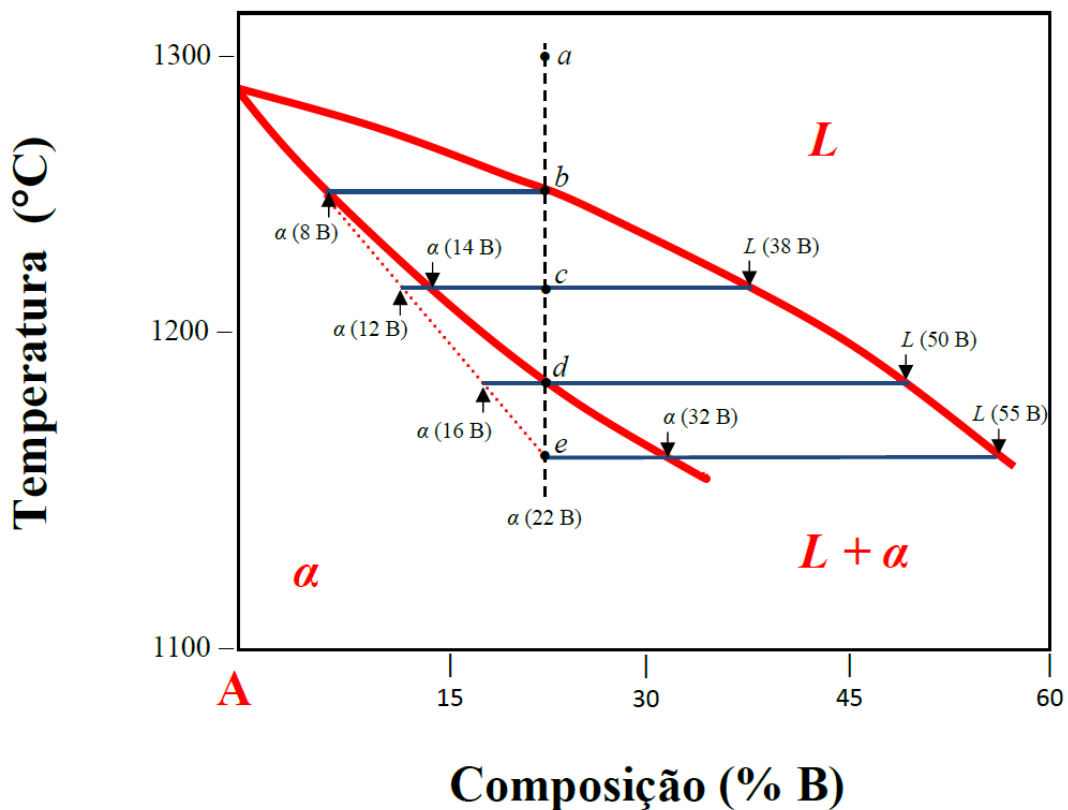


Figura A.1 - Representação esquemática da solidificação em não-equilíbrio de uma liga hipotética A-B com concentração de B igual a 22%. Adaptado de CALLISTER JR (2008).

Callister Jr (2008) trata da questão de forma bastante didática e este Apêndice inspira-se livremente em sua explicação, perfazendo as modificações julgadas convenientes. Considere-se a liga hipotética A-B, que, globalmente, possua 22% de concentração do elemento B. Seja o ponto

inicial do resfriamento a temperatura de 1300°C, ou seja: o ponto *a* da Figura A.1. O resfriamento rápido é representado pela linha tracejada vertical a partir deste ponto. Em *a*, a liga encontra-se em estado completamente fundido, sem qualquer fase sólida. Há, assim, apenas presença de fase líquida, com 22% de B, conforme indicado na Figura A.2 a).

Conforme a liga resfria, não há qualquer evolução microestrutural, até a chegada ao ponto *b*, em que a reta de resfriamento cruza com a linha *liquidus* e inicia-se a solidificação, com a formação de pequenas partículas da fase α . Com auxílio das linhas azuis horizontais justapostas ao diagrama de fases da Figura A.1, pode-se concluir que estas primeiras partículas sólidas possuem concentração de B igual a 8%. A situação microestrutural é representada em Figura A.2 b).

Com a sequência do resfriamento, a composição da fase líquida, ao chegar em *c*, mudou para 38% de B; ocorreu, ainda, o crescimento das partículas de fase α originais, mas a última camada sólida depositada tem composição igual a 14% de B. Como a difusão em α restou prejudicada pelo rápido decréscimo na temperatura, o centro das partículas continua com a mesma composição original, havendo um gradiente composicional ao longo do raio das partículas, conforme mostra a Figura A.2 c). Ressalte-se que, por simplicidade, a figura apresenta camadas discretas de solidificação, mas o gradiente composicional é contínuo.

A concentração de B na partícula sólida como um todo é dada por um valor entre 8% e 14%. Seja esta igual a 12%. Neste caso, de acordo com a regra da alavanca, proporção L_b de fase líquida restante no ponto *b* é dada por:

$$L_b = \frac{22 - 12}{38 - 12} = 38\% \quad (\text{A.1})$$

Numa outra situação hipotética, em que a taxa de resfriamento fosse suficientemente lenta para que as condições de equilíbrio fossem satisfeitas, a difusão em α seria possível e um ponto *b'* à mesma temperatura de *b* exigiria uma proporção $L_{b'}$ de fase líquida restante dada por:

$$L_{b'} = \frac{22 - 14}{38 - 14} = 33\% \quad (\text{A.2})$$

Percebe-se, assim, que em *b* há mais líquido do que seria esperado em condições de equilíbrio. A consequência é um abaixamento da linha *solidus* do material, agora representada pela linha descontínua vermelha na Figura A.1. A distância entre a linha *solidus* original e a nova depende de fatores como a velocidade de resfriamento e o impacto na taxa de difusão da taxa sólida.

A solidificação em condições de equilíbrio estaria completa no ponto *d*. Entretanto, como há sobra de líquido em condições de não-equilíbrio, ainda há certa proporção de fase *L* a se solidificar. A fase líquida ainda presente tem concentração de B igual a 50%. O gradiente

composicional das partículas de α agora é de 8% a 22% de B e suas concentrações médias de B são de 16%. A situação da microestrutura é representada na Figura A.2 d).

A solidificação em não equilíbrio completa-se apenas no ponto e , quando não há mais fase líquida. A última camada a se solidificar tem teor de B igual a 32% e, como α é a única fase presente, sua composição global é a mesma do material: 22% de B.

Fica mostrado, assim, como a solidificação em não-equilíbrio gera grãos heterogêneos, com segregação do componente de ponto de fusão mais baixo nas camadas mais externas. A microestrutura destes grãos é especialmente propícia para o fenômeno de fusão em não-equilíbrio, conforme é tratado no presente trabalho.

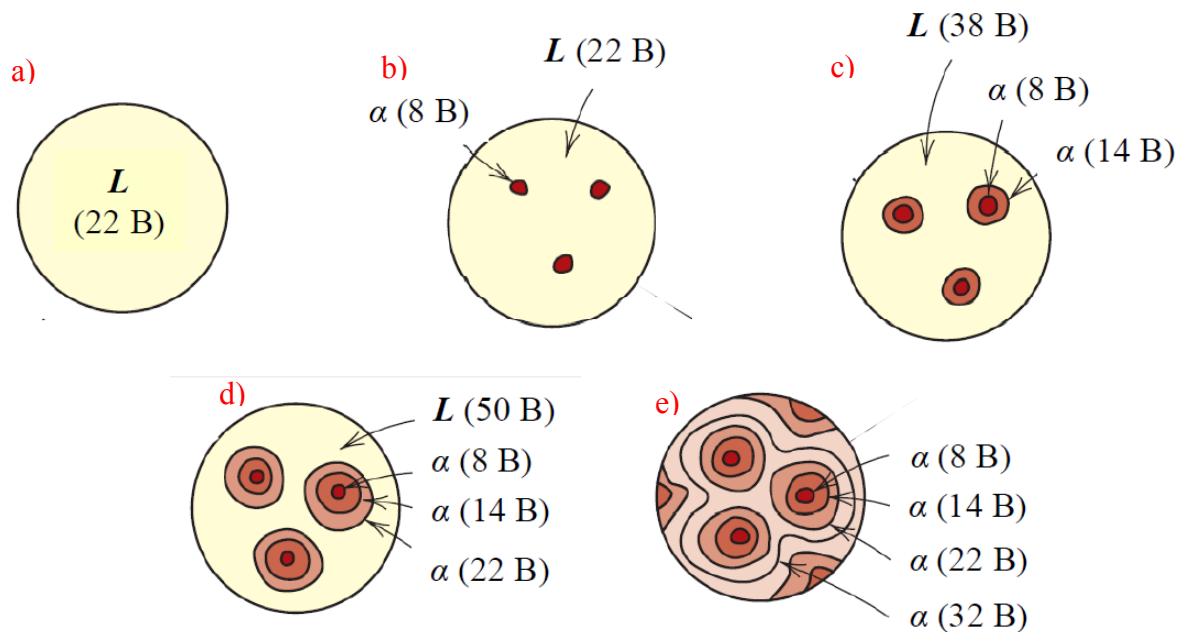


Figura A.2 - Evolução microestrutural da liga hipotética A-B com concentração de B igual a 22%, durante a solidificação em não-equilíbrio. Adaptado de CALLISTER JR (2008).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABAL. o alumínio - História. **Associação Brasileira do Alumínio**, 2012. Disponível em: <<http://www.abal.org.br/aluminio/historia.asp>>. Acesso em: 08 agosto 2012.

ABAL. Ligas. **Associação Brasileira do Alumínio**, 2013. Disponível em: <<http://www.abal.org.br/aluminio/caracteristicas-quimicas-e-fisicas/ligas/>>. Acesso em: 05 Dezembro 2013.

ALCOA. Alloy 7075. **ALCOA Mill Products**, 2012. Disponível em: <http://www.alcoa.com/mill_products/catalog/pdf/alloy7075techsheet.pdf>. Acesso em: 02 novembro 2012.

AMN. **NM ISO 6506-1.2010 - Materiais metálicos - Ensaio de dureza Brinell - Parte 1 - Método de Ensaio (ISO 6506-1.2005, IDT)**. São Paulo: Asociación Mercosur de Normalización, 2010.

ASM INTERNATIONAL. **ASM Handbook. Properties and Selection. Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**. EUA: ASM International, v. 2, 1991a.

ASM INTERNATIONAL. **ASM Handbook. Heat Treating**. EUA: ASM International, v. 4, 1991b.

ASM INTERNATIONAL. **ASM Handbook. Metallography and Microstructures**. EUA: ASM International, v. 9, 1998.

ASTM. **E 23-01. Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials**. EUA: ASTM, 2001a.

ASTM. **E 10-01. Standard Test Method for Brinell Hardness of Metallic Materials**. EUA: ASTM, 2001b.

ATKINSON, H. V.; BURKE, K.; VANEETVELD, G. Recrystallization in the semi-solid state in 7075 aluminium alloy. **Materials Science and Engineering A**, n. 490 (1-2), p. 266-276, 2008.

BGS. British Geological Survey. **World mineral statistics archive**, 2012. Disponível em: <<http://www.bgs.ac.uk/mineralsuk/statistics/worldArchive.html>>. Acesso em: 08 agosto 2012.

BRASIL. Ministérios das Minas e Energia, da Fazenda e do Desenvolvimento, Indústria e Comércio. **Portaria Interministerial N° - 436, de 13 de Julho de 2011**, 2011.

BROWN, G. C.; MUSSETT, A. E. **The Inaccessible Earth**. Londres: Unwin Hyman Ltd, 1981.

- BROWN, T. J. et al. World Mineral Production 2006 to 2010. **British Geological Survey**, 2012. Disponível em: <<http://www.bgs.ac.uk/downloads/start.cfm?id=2255>>. Acesso em: 27 Junho 2012.
- CALLISTER JR, W. D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 7^a. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008.
- CARDOSO, J. G. D. R. et al. A indústria do alumínio: estrutura e tendências. **BNDES Setorial**, n. 33, p. 43-88, Março 2011.
- CHEN, Y. Q. et al. Concurrent formation of two different type precipitation-free zones during the initial stage of homogenization. **Philosophical Magazine**, v. 93, n. 18, 2013.
- CHINELLA, J. F.; GUO, Z. **Computational Thermodynamics Characterization of 7075, 7039, and 7020 Aluminum Alloys Using JMatPro**. Army Research Laboratory. EUA, p. 78. 2011.
- CNI. **A sustentabilidade da indústria brasileira do alumínio**. Brasília: Confederação Nacional da Indústria, 2012.
- COLPAERT, P. H. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns**. 3^a. ed. São Paulo: Edgard Blucher Ltda, 1989.
- DIETER, G. E. **Metalurgia Mecânica**. 2^a. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1981.
- EUA. Department of Energy. **Aluminum Industry Technology Roadmap**, 2003.
- FELTRIN, J. V. **Obtenção e caracterização de estruturas reofundidas e tixofundidas da liga de alumínio AA7075**. Porto Alegre: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2004. Dissertação de Mestrado.
- GHAJAR, A.; ÇENGEL, Y. A. **Transferência de calor e massa. Uma abordagem prática**. 4^a. ed. Porto Alegre: McGraw-Hill, 2012.
- GILLES, J.; BOUROUGA, B.; SORIN, A. Quenching operation of aluminum alloys: measurements and numerical simulations. **Revue de Métallurgie**, Cambridge, v. 101, n. 09, p. 695-703, setembro 2004.
- GUO, H.; LIU, X.; MENG, C. **Non-equilibrium Melting of Bulk Aluminum: A Molecular Dynamics Study**. Second International Conference on Computer Modeling and Simulation, 2010. Sanya, China: IEEE Computer Society. 2010.
- HATCH, J. E. **Aluminum. Properties and physical metallurgy**. EUA: ASM International, 1984.

- HILL, R.; STORAKERS, B.; ZDUNEK, A. B. A Theoretical Study of the Brinell Hardness Test. **Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences**, Londres, v. 423, n. 1865, p. 301-330, Junho 1989.
- HUANG, C.; KOU, S. Partially Melted Zone in Aluminum Welds — Liquation Mechanism and Directional Solidification. **Welding Journal**, v. 79, n. 5, p. 113-120, 2000.
- HUANG, C.; KOU, S. Liquation Mechanisms in Multicomponent Aluminum Alloys during Welding. **Welding Journal**, v. 81, n. 10, p. 211-222, 2002.
- JIANG, C.; LIU, Z.-K. Computational investigation of constitutional liquation in Al–Cu alloys. **Acta Materialia**, v. 51, n. 15, p. 4447–4459, Setembro 2003.
- KASSNER, M. E.; GEANTIL, P.; LI, X. A Study of the Quench Sensitivity of 6061-T6 and 6069-T6 Aluminum Alloys. **Journal of Metallurgy**, EUA, v. 2011, 2011.
- KOU, S.; FIROUZDOR, V.; HAYGOOD, I. W. Hot Cracking in Welds of Aluminum and Magnesium Alloys. In: LIPPOLD, J.; BÖLLINGHAUS, T.; CROSS, C. E. **Hot Cracking Phenomena in Welds III**. Berlim: Springer, 2011. p. 3-23.
- KUŹNICKA, B. et al. Consequences of rapid heating of Al–Cu alloy and martensitic stainless steel. **Engineering Failure Analysis**, v. 26, p. 192-202, Dezembro 2012.
- LIM, S. T.; EUN, I. S.; NAM, S. W. Control of Equilibrium Phases (M,T,S) in the Modified Aluminum Alloy 7175 for Thick Forging Applications. **Materials Transactions**, v. 44, n. 1, p. 181-187, 2003.
- MACEDO, P. E. D. M. **Estratégia no setor brasileiro de alumínio: reciclagem como alternativa de crescimento para a CBA**. São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2012. Trabalho de Formatura (Engenharia de Produção).
- MALISKA, A. M. Microscopia Eletrônica de Varredura e Microanálise. **Universidade Federal de Santa Catarina**. Disponível em: <http://www.materiais.ufsc.br/lcm/web-MEV/MEV_Apostila.pdf>. Acesso em: 17 Outubro 2013.
- MISHRA, R. S.; MAHONEY, M. W. (Eds.). **Friction stir welding and processing**. Ohio: ASM International, 2007.
- NEVES, D. D. C. Aula 04 - Tratamentos Térmicos. **Ciência & Engenharia da Manufatura - UFOP**, 2013. Disponível em: <<http://www.cemdepro.blogspot.com.br/2013/12/pro-721-aula-4.html>>. Acesso em: 12 Janeiro 2014.

PEPE, J. J.; SAVAGE, W. F. Effects of constitutional liquation in 18-Ni maraging steel weldment. **Welding Journal**, v. 46, n. 9, 1967.

RADHAKRISHNAN, B.; THOMPSON, R. G. A Phase Diagram Approach to Study Liquation Cracking in Alloy 718. **Metallurgical Transactions A**, v. 22, n. 4, p. 887-902, Abril 1991.

RADHAKRISHNAN, B.; THOMPSON, R. G. A model for the formation and solidification of grain boundary liquid in the heat-affected zone (HAZ) of welds. **Metallurgical Transactions A**, v. 23, n. 6, p. 1783-1799, Junho 1992.

RAGHAVAN, A. et al. Microanalytical study of the heterogeneous phases in commercial Al-Zn-Mg-Cu alloys. **Metallurgical Transactions A**, v. 16, n. 11, p. 1925-1936, Novembro 1985.

REDDAPPA, H. N. et al. Effect of Quenching Media and Ageing Time on Al6061-Beryl Composites. **Applied Mechanics and Materials**, Suíça, v. 110-116, p. 1374-1379, 2012.

REED-HILL, R. E. **Princípios de Metalurgia Física**. 2ª. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1982.

RÉSEAU TRANS-AL. **Canadian Aluminium Transformation Technology Roadmap**. Canadá. 2006.

ROOY, E. L. Introduction to Aluminum and Aluminum Alloys. In: ASM. **ASM Handbook. Vol 2. Properties and Selection - Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**. EUA: ASM International, 1991.

SANTOS, D. B. QLEE - Alumínio e suas Ligas. **Museu das Minas e do Metal**, 2011. Disponível em: <<http://www.mmm.org.br/index.php?p=8&c=712&pa=pf&pf=511>>. Acesso em: 04 novembro 2012.

SONG, S.-W. et al. Liquation Cracking of Dissimilar Aluminum Alloys during Friction Stir Welding. **Materials Transactions**, v. 52, n. 2, p. 254-257, 2011.

SPECTRO ANALYTICAL INSTRUMENTS GMBH. Working principle of a stationary metal analyzer. **SPECTRO Metal Analyzers, ICP Spectrometers, XRF Spectrometers for Elemental Analysis**, 2013. Disponível em: <<http://www.spectro.com/pages/e/p0102wp01.htm>>. Acesso em: 16 Outubro 2013.

STARKE JR, E. A.; HORNBOGEN, E. Precipitation Hardening: From Alfred Hilm to the Present. In: HIRSCH, J.; SKROTZKI, B.; GOTTSTEIN, G. **Aluminium Alloys. Their Physical and Mechanical Properties**. Weinheim: Wiley-VCH, v. 1, 2008.

THERMO-CALC SOFTWARE. Welcome to Thermo-Calc Software. **Thermo-Calc Software**, 2011. Disponível em: <<http://www.thermocalc.se/>>. Acesso em: 03 novembro 2012.

THOMPSON, R. G. Welding Metallurgy of Nonferrous High-Temperature Materials. In: ASM. **ASM Handbook. Vol 6. Welding, Brazing, and Soldering**. EUA: ASM International, 1993.

TIRYAKIOGLU, M.; STALEY, J. T. Physical Metallurgy and the effect of alloying additions in aluminum alloys. In: TOTTEN, G. E.; MACKENZIE, D. S. **Handbook of aluminum**. EUA: Marcel Dekker, v. 1, 2003.

TODA, H. et al. Influence of high-temperature solution treatments on mechanical properties of an Al–Si–Cu aluminum alloy. **Acta Materialia**, n. 58, p. 2012-2025, 2010.

VD. Governo estuda selo 'verde'. **Valor Econômico**, São Paulo , 17 Fevereiro 2012.

VISHNU, R. P. Solid-State Transformations in Weldments. In: ASM. **ASM Handbook. Vol 6. Welding, Brazing, and Soldering**. EUA: ASM International, 1993.

YAN, X.-Y. et al. Calculated phase diagrams of aluminum alloys from binary Al–Cu to multicomponent commercial alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, EUA, v. 320, p. 151-160, 2001.