### UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

## ANÁLISE DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO DA LIGA DE ALUMÍNIO AA7075 – T6 APÓS CONFORMAÇÃO POR LAMINAÇÃO A FRIO

ÁGATA MAYARA PAULA PONTES

Itajubá, 4 de Setembro de 2017

### UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

#### ÁGATA MAYARA PAULA PONTES

### ANÁLISE DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO DA LIGA DE ALUMÍNIO AA7075 – T6 APÓS CONFORMAÇÃO POR LAMINAÇÃO A FRIO

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

Área de Concentração: Projeto, Materiais e Processos

Orientador: Prof. Dr. Gilbert Silva Coorientadora: Silmara Cristina Baldissera Kabayama

Itajubá, 4 de Setembro de 2017

# Dedicatória

Aos meus pais, pela dedicação, amor e apoio incondicional. A minha irmã, pelo incentivo e amizade.

### Agradecimentos

À toda minha família, pelo incetivo, suporte apoio durante todos estes anos, principalmente aos meus pais e minha irmã, por não deixarem eu desistir nas horas de fraqueza.

Às minhas amigas Marcela e Gabriela, pela amizade, incetivo e ajuda.

Ao meu orientador e amigo, Prof. Dr. Gilbert Silva, pelo apoio, ajuda e principalmente por todo conhecimento transmitido, e confiança no meu trabalho.

Ao todo grupo de pesquisa do Prof. Dr. Gilbert Silva pelo apoio nesta pesquisa e as amizades cultivadas nele.

Aos professores e funcionários do Instituto de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Itajubá, os quais tiveram disponibilidade e paciência para auxiliar e apoiar-me nesta jornada.

> "Cada pessoa deve trabalhar para o seu aperfeiçoamento e, ao mesmo tempo, participar da responsabilidade coletiva por toda a humanidade"

> > Marie Curie

### **RESUMO**

PONTES, A.M.P. (2017), Análise da resistência à corrosão da liga de alumínio AA 7075-T6 após conformação mecânica por laminação a frio, Itajubá, 141 p. Dissertação, Mestrado em Projeto e Fabricação – Instituto de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Itajubá.

O presente trabalho analisou a influência de tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial e o processo de conformação mecânica por laminação a frio na liga de alumínio AA7075, pois ambos são utilizados para aumento da dureza e da resistência mecânica. Estes procedimentos podem modificar a microestrutura interferindo na resistência à corrosão da liga.

A caracterização microestrutural por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura forneceram informações sobre composição química, morfologia dos precipitados intermetálicos e distribuição ao longo da matriz de Al. Estas técnicas de caracterização correlacionadas com as curvas de polarização potenciodinâmica auxiliaram na avaliação da resistência à corrosão em relação à microestrutura do material em diferentes condições de tratamentos térmicos e diferentes reduções em área após laminação a frio.

**Palavras-chave:** Liga de alumínio AA7075-T6. Corrosão. Tratamento Térmico. Laminação a Frio.

### ABSTRACT

**PONTES, A.M.P. (2017),** Analysis of the corrosion resistance of AA7075-T6 aluminum alloy after cold rolling forming, Itajubá, 141 p. Dissertation, Master in Mechanical Engineering - Institute of Mechanical Engineering, Federal University of Itajubá.

The present work analyzed the influence of the heat treatments such as solution and artificial aging heat treatment and process by cold rolling forming in the 7075 aluminum alloy since both used to increase hardness and mechanical strength. These procedures could modify the microestructure and interfere with corrosion resistance.

The microestrutural characterization by optical microscopy and scanning electron microscopy provided information about chemical composition, morphology of intermetallic precipitates and distribution in the Al matrix. These characterization techniques correlated with the potentiodynamic polarization curves that assist in the assessment of the corrosion resistance regarding at the microestrutural at different conditions of the heat treatments.

Key words: Aluminum alloy AA7075-T6. Corrosion. Heat Treatment. Cold Rolling.

# LISTA DE FIGURAS

| Figura 1- Esquema dos elementos de liga utilizados para formar as ligas de alumínio 6                              |
|--|
| Figura 2- Efeito do tratamento térmico T6 na liga 707510   |
| Figura 3- Representação de um diagrama de fases de uma liga hipotética para  |
| exemplificar os tratamentos de solubilização e têmpera   |
| Figura 4 - Distorção causada pelas partículas coerentes e incoerentes  |
| Figura 5- Relação da microestrutura com as etapas do tratamento térmico T6 16                                      |
| Figura 6 - Figura obtida por microscopia eletrônica de transmissão e correspondente a                              |
| área selecionada pela difração de elétrons (SEAD), no interior e na vizinhança dos                                 |
| contornos de grão por amostras que passaram pelo processo de forjamento por fluência                               |
| a 150°C: (a e b)6h, (c e d)24h, (e e f)72h17   |
| Figura 7- Imagem obtida por microscopia eletrônica de transmissão e correspondente a                               |
| área selecionada pela difração de elétrons (SEAD), no interior e na vizinhança dos                                 |
| contornos de grão por amostras que passaram pelo processo de forjamento por fluência                               |
| a 190°C: (a e b)6h, (c e d)24h, (e e f)72h17   |
| Figura 8- Diagrama de fases calculado a partir do binário Al-Cu, com valores fixos em                              |
| 0,3% Fe 0,65%Mg, 0,01%Mn, 15% Si e 0,065%Zn 22   |
| Figura 9 - Porção aumentada do Al rico em fases de equilíbrio tirado da figura 8 22                                |
| Figura 10- Diagrama de fases Al- Zn  |
| Figura 11- Exemplos de laminadores utilizados para o processo de laminação   |
| Figura 12- Encruamento de um material quando passa por deformação a frio   |
| Figura 13- Aumento da resistência mecânica de um material por deformação a frio 26                                 |
| Figura 14- Liga de alumínio AA7075 após passar pelo processo de laminação a frio 26                                |
| Figura 15 - Microestrutura da liga AA 7075 obtida por laminação a quente (a) T=250°C,                              |
| e $\epsilon$ 50% (b) T=350°C e $\epsilon$ 50% (c) T=450°C e $\epsilon$ 50%(d) T=250°C e $\epsilon$ 80% (e) T=350°C |
| e ε 80% (f) T=450°C e ε 80%  |
| Figura 16- Microestrutura da liga de alumínio AA 7075 não tratada e laminada                                       |
| Figura 17- Fatores que influenciam na resistência a corrosão nos metais  |
| Figura 18 - Diagrama de Pourbaix potencial x pH para o alumínio com T = 25°C, em                                   |
| que mostra a região de passivação e corrosão   |

| Figura 19 - Micrografias obtidas por microscopia de transmissão com os seguintes        |
|---|
| tratamentos de envelhecimento, (a) T6, (b) RRA, (c) T73                                 |
| Figura 20 - Micrografias obtida por microscopia de transmissão mostra a área em torno   |
| contorno de grão da liga 7075 T6  |
| Figura 21 - Micrografias obtidas por microscopia de transmissão do contorno de grão da  |
| liga 7075-T6 (a) e depois de 2h (b) de imersão em 3,5% NaCl                             |
| Figura 22 - Mecanismos da corrosão por pite no alumínio                                 |
| Figura 23 - Nucleação do pite na liga de alumínio AA 7075 em diferentes processos, SR   |
| (como recebida), SA (FSP em ar), SW (FSP na água). FSP = Processo por fricção 40        |
| Figura 24- Reações eletroquímicas entre meio e metal                                    |
| Figura 25 - Curva de polarização esquemática para aços inoxidáveis                      |
| Figura 26 - Curvas de polarização potenciodinâmica e extrapolação das retas de Tafel    |
| para determinação do potencial de corrosão ( $E_{corr}$ ) e da densidade de corrente de |
| corrosão (i <sub>corr</sub> )   |
| Figura 27- Fluxograma do procedimento experimental dos processos                        |
| Figura 28- Fluxograma do procedimento experimental para caracterização da liga AA       |
| 7075  |
| Figura 29- Fluxograma do procedimento experimental para ensaio eletroquímico 48         |
| Figura 30 - Forno Jung N1200, utilizado para os tratamentos térmicos, Laboratório de    |
| Materiais e Metalurgia - UNIFEI   |
| Figura 31 - Laminador. Marca Coelho, modelo LE-300                                      |
| Figura 32- Célula eletroquímica utilizada no ensaio de corrosão. Em que a) eletrodo de  |
| referência Ag/AgCl; b) porta amostra de teflon, com amostras em estudo; c) fio de       |
| platina como contra eletrodo  |
| Figura 33- Potenciostato/Galvanostato, PGSTAT 128N AUTOLAB                              |
| Figura 34 - Microdurômetro Vickers marca Time, modelo TH 712 54                         |
| Figura 35 - Microscópio eletrônico de varredura. Marca Zeiss, modelo EVO MA15 55        |
| Figura 36- Difratômetro da marca Panalytical, modelo X'Pert Pro 56                      |
| Figura 37 - Imagem de microscopia óptica da direção superficial da liga de Al AA 7075   |
| na condição de como recebida, (CR) com ataque químico, reagente Keller por 15s e        |
| ampliação de 100 x  |
| Figura 38 - Imagem de microscopia óptica da direção longitudinal da liga de Al AA       |
| 7075 na condição de como recebida, (CR) com ataque químico, reagente Keller por 15s     |
| e ampliação de 100 x  |

| Figura 39 - Micrografia obtida por MEV no modo BSD da direção superfícial da          |
|---|
| amostra Al 7075-T6 CR, sem ataque químico, exibe a morfologia dos precipitados 59     |
| Figura 40- Espectro da amostra CR de Al 7075-T6 59                                    |
| Figura 41- (a) Microestrutura da liga Al 7075-T6 CR, sem ataque (b) mapeamento dos    |
| principais elementos de liga (Zn, Mg, Cu) 61  |
| Figura 42 - Morfologia por MEV das fases encontradas na amostra CR AA7075-T662        |
| Figura 43- Imagem de microscopia óptica da amostra da liga de Al AA7075               |
| solubilizada (S) sem ataque químico, com ampliação de 100 x 64                        |
| Figura 44 - Imagem de microscopia óptica da amostra de Al AA7075 solubilizada (S),    |
| ataque químico com reagente Keller por 20s, com ampliação de 100 x                    |
| Figura 45-Micrografia obtida por MEV no modo BSD da direção superficial da amostra    |
| S (450°C/4h), sem ataque químico  |
| Figura 46 - (a) Microestrutura da liga Al 7075-T6 S, sem ataque (b) mapeamento dos    |
| principais elementos de liga (Zn, Mg, Cu) 66  |
| Figura 47- Morfologia por MEV das fases da amostra de Al 7075-T6 solubilizada a       |
| 450°C por 4h  |
| Figura 48- Imagem de microscopia óptica da direção superficial da amostra de Al 7075- |
| T6 laminada a frio com redução em área de 25%, sem ataque químico com ampliação       |
| de 100 x  |
| Figura 49-Imagem de microscopia óptica da direção superficial da amostra de Al 7075-  |
| T6 laminada a frio com redução em área de 54%, sem ataque químico, com ampliação      |
| de 100 x  |
| Figura 50 - Imagem de microscopia óptica da direção superficial da amostra de Al      |
| 7075-T6 laminada a frio com redução em área de 75%, sem ataque químico, com           |
| ampliação de 100 x  |
| Figura 51- Micrografia obtida por MEV no modo BSD, da direção superficial da          |
| amostra de Al 7075-T6 com redução em área de 25%, sem ataque químico                  |
| Figura 52- Micrografia obtida por MEV no modo BSD, da direção superficial da          |
| amostra de Al 7075-T6 com redução em área de 54%, sem ataque químico                  |
| Figura 53-Micrografia obtida por MEV no modo BSD, da direção superficial da           |
| amostra de Al 7075-T6 com redução em área de 75%, sem ataque químico                  |
| Figura 54- (a) Microestrutura da liga Al 7075-T6 solubilizada e laminada a frio com   |
| redução em área de 25%, sem ataque (b) mapeamento dos principais elementos de liga    |
| (Zn, Mg, Cu)  |

| Figura 55- Morfologia obtido por MEV das fases presentes na amostra de Al 7075-T6    |
|--|
| solubilizada e laminada a frio com redução em área de 25%                            |
| Figura 56 - (a) Microestrutura da liga Al 7075-T6 solubilizada e laminada a frio com |
| redução em área de 54%, sem ataque (b) mapeamento dos principais elementos de liga   |
| (Zn, Mg, Cu)   |
| Figura 57- Morfologia obtido por MEV das fases presentes na amostra de Al 7075-T6    |
| solubilizada e laminada a frio com redução em área de 54%                            |
| Figura 58 - (a) Microestrutura da liga Al 7075-T6 solubilizada e laminada a frio com |
| redução em área de 75%, sem ataque (b) mapeamento dos principais elementos de liga   |
| (Zn, Mg, Cu)   |
| Figura 59 -Morfologia obtida por MEV das fases presentes na amostra de Al 7075-T6    |
| solubilizada e laminada a frio com redução em área de 75% 80                         |
| Figura 60 - Morfologia obtida por MEV das fases presentes na amostra de Al 7075-T6   |
| solubilizada e laminada a frio com redução em área de 75%                            |
| Figura 61-Imagem de MO da liga de Al 7075-T6 EN, sem ataque químico com              |
| ampliação de 200x  |
| Figura 62- Imagem de MO da liga de Al 7075-T6 EN, com ataque químico por reagente    |
| Keller, ampliação de 100 x   |
| Figura 63 - Micrografia obtida por MEV no modo BSD, da direção superficial da        |
| amostra de Al 7075-T6 solubilizada a 450°C por 4h e EN, sem ataque químico           |
| Figura 64- (a) Microestrutura da liga Al 7075-T6 solubilizada e EN, sem ataque (b)   |
| mapeamento dos principais elementos de liga (Zn, Mg, Cu)                             |
| Figura 65- Morfologia obtida por MEV das fases presentes na amostra de Al 7075-T6    |
| solubilizada a 450°C por 4h e EN por 4 semanas                                       |
| Figura 66 -Imagem de MO da liga de Al 7075 solubilizada a 450°C por 4h com redução   |
| em área de 25% e envelhecida artificialmente a 120°C por 24h, sem ataque químico,    |
| com ampliação de 200x  |
| Figura 67- Imagem de MO da liga de Al 7075 solubilizada a 450°C por 4h com redução   |
| em área de 25% e envelhecida artificialmente a 120°C por 24h, com ataque químico por |
| reagente Keller, com ampliação de 50x  |
| Figura 68 - Imagem de MO da liga de Al 7075 solubilizada a 450°C por 4h com          |
| redução em área de 75% e envelhecida artificialmente a 120°C por 24h, sem ataque     |
| químico, com ampliação de 100x   |

| Figura 69 - Imagem de MO da liga de Al 7075 solubilizada a 450°C por 4h com        |
|--|
| redução em área de 75% e envelhecida artificialmente a 120°C por 24h, com ataque   |
| químico por reagente Keller, com ampliação de 50x                                  |
| Figura 70 - Micrografia obtida por MEV no modo BSD, da direção superficial da      |
| amostra de Al 7075-T6 solubilizada a 450°C por 4h, laminada a frio com redução em  |
| área de 25% e EA a 120°C por 24h, sem ataque químico                               |
| Figura 71- Micrografia obtida por MEV no modo BSD, da direção superficial da       |
| amostra de Al 7075-T6 solubilizada a 450°C por 4h, laminada a frio com redução em  |
| área de 75% e EA a 120°C por 24h, sem ataque químico                               |
| Figura 72- (a) Microestrutura da liga Al 7075-T6 solubilizada a 450°C por 4h, com  |
| redução em área de 25% e EA a 120°C por 24h, sem ataque (b) mapeamento dos         |
| principais elementos de liga (Zn, Mg, Cu)  |
| Figura 73- Morfologia obtida por MEV das fases presentes na amostra de Al 7075-T6  |
| solubilizada a 450°C por 4h, laminada com 25% redução em área e EA a 120°C por     |
| 24h  |
| Figura 74- (a) Microestrutura da liga Al 7075-T6 solubilizada a 450°C por 4h, com  |
| redução em área de 75% e EA a 120°C por 24h, sem ataque (b) mapeamento dos         |
| principais elementos de liga (Zn, Mg, Cu)  |
| Figura 75- Morfologia obtida por MEV das fases presentes na amostra de Al 7075-T6  |
| solubilizada a 450°C por 4h, laminada com 75% redução em área e EA a 120°C por     |
| 24h  |
| Figura 76- Relação da microdureza obtida das amostras de Al AA7075 101             |
| Figura 77- Difratograma das amostras CR, S, 25%C, 54%C e 75%C 102                  |
| Figura 78 - Ampliação do pico (200) do Difratograma obtido das amostras CR, S,     |
| 25%C, 54%C e 75%C 103  |
| Figura 79 - Difratograma das amostras CR, com redução em área de 25% e 75% e       |
| tratadas termicamente  |
| Figura 80-Ampliação do pico (200) do Difratograma obtido das amostras CR, 25%EA e  |
| 75%EA  |
| Figura 81- Difratograma das amostras S com redução em área de 25% e 75% e tratadas |
| termicamenteFonte: autora  |
| Figura 82- Ampliação do pico (200) do Difratograma das amostras S, 25%EA e         |
| 75%EA  |

| Figura 83- Curva de polarização potenciodinâmica da amostra de Al 7075-T6 CR, em  |
|---|
| meio desaerado 3,5% NaCl e pH 6 108   |
| Figura 84- Curva de polarização potenciodinâmica da amostra de Al 7075-T6 S, em   |
| meio desaerado de 3,5% NaCl e pH 6 109  |
| Figura 85- Curva de polarização potenciodinâmica da amostra de Al 7075-T6 EN, em  |
| meio desaerado 3,5% NaCl e pH 6 110   |
| Figura 86- Curva de polarização potenciodinâmica da amostra de Al AA7075 25% EA,  |
| em meio desaerado 3,5%NaCl e pH 6 110   |
| Figura 87- Curva de polarização potenciodinâmica da amostra de Al AA7075 75% EA,  |
| em meio desaerado 3,5%NaCl e pH 6 111   |
| Figura 88 - Comparação das curvas de polarização potenciodinâmica das amostras da |
| liga de Al 7075-T6 na condição de CR, S e EN. Ensaio realizado em meio desaerado  |
| 3,5%NaCl e pH 6   |
| Figura 89 - Comparação das curvas de polarização potenciodinâmica das amostras da |
| liga de Al 7075-T6 na condição de CR, 25%EA e 75%EA. Ensaio realizado em meio     |
| desaerado 3,5%NaCl e pH 6 113   |
|   |

# LISTA DE TABELAS

| Tabela 1 - Classificação das ligas de alumínio e principais elementos de liga presente   |
|--|
| em cada série  |
| Tabela 2 - Classificação dos tratamentos térmicos e processos para endurecimento nas     |
| ligas de alumínio  |
| Tabela 3 - Limites de solubilidade dos elementos de liga. 12                             |
| Tabela 4- Composição química com os valores limites da liga 7075.18                      |
| Tabela 5- Principais fases intermetálicas presente na liga AA 707519                     |
| Tabela 6- Propriedades Mecânicas da liga de alumínio 7075 com tratamento térmico T6.     |
|  |
| Tabela 7 - Relação entre formas de corrosão e composição das ligas de alumínio 33        |
| Tabela 8 - Potencial de corrosão em circuito aberto das séries das ligas de alumínio     |
| obtidos em solução NaCl 3,5% a 25°C 34   |
| Tabela 9- Potencial de corrosão das fases intermetálicas obtidos em solução de NaCl      |
| 53g/L+H <sub>2</sub> O 3g/L  |
| Tabela 10- Valores de potenciais de corrosão das partículas de segunda fase precipitadas |
| nas ligas de Al  |
| Tabela 11- Composição química da liga de Al AA 7075-T6                                   |
| Tabela 12- Procedimentos para lixamento das amostras de Al AA 707553                     |
| Tabela 13 - Procedimentos para o polimento das amostras de Al AA 707553                  |
| Tabela 14- Composição química semiqualitativa e semiquantitativa da amostra CR           |
| AA7075 – T6, obtida por EDS  |
| Tabela 15 - Composição química semiqualitativa e semiquantitativa obtido por EDS das     |
| fases da amostra CR  |
| Tabela 16 - Composição semiqualitativa e semiquantitativa obtida por EDS encontradas     |
| na amostra de Al 7075-T6 solubilizada a 450°C por 4h                                     |
| Tabela 17- Relação da espessura inicial da chapa de alumínio AA 7075 e a porcentagem     |
| de redução em área   |
| Tabela 18- Composição química semiqualitativa e semiquantitativa obtida por EDS das      |
| fases da amostra de Al 7075-T6 solubilizada e laminada a frio com 25% de redução em      |
| área   |
|  |

| Tabela 19 - Composição química semiqualitativa e semiquantitativa obtida por EDS das |
|--|
| fases da amostra de Al 7075-T6 solubilizada e laminada a frio com 54% de redução em  |
| área   |
| Tabela 20- Composição química semiqualitativa e semiquantitativa obtida por EDS das  |
| fases da amostra de Al 7075-T6 solubilizada e laminada a frio com 75% de redução em  |
| área   |
| Tabela 21- Composição química semiqualitativa e semiquantitativa obtida por EDS das  |
| fases da amostra de Al 7075-T6 solubilizada e laminada a frio com 75% de redução em  |
| área   |
| Tabela 22- Composição química semiqualitativa e semiquantitativa obtida por EDS das  |
| fases da amostra de Al 7075-T6 solubilizada e EN                                     |
| Tabela 23- Composição química semiqualitativa e semiquantitativa obtida por EDS das  |
| fases da amostra de Al 7075-T6 solubilizada a 450°C por 4h, laminada a frio com      |
| redução em área 25% e EA a 120°C por 24h95   |
| Tabela 24 - Composição química semiqualitativa e semiquantitativa obtida por EDS das |
| fases da amostra de Al 7075-T6 solubilizada a 450°C por 4h, laminada a frio com      |
| redução em área 75% e EA a 120°C por 24h   |
| Tabela 25 - Valores da microdureza das amostras como recebida (CR), solubilizada (S) |
| a 450°C por 4h e envelhecida naturalmente (EN) por 4 semanas                         |
| Tabela 26 - Valores da microdureza das amostras solubilizadas e laminadas a frio (C) |
| com redução em área de 25%, 54% e 75%, envelhecidas artificialmente (EA) a 120°C     |
| por 24h, nas reduções em área de 25% e 75% 100                                       |
| Tabela 27- Valores da extrapolação da reta de Tafel para as amostras da liga de Al   |
| AA7075   |

# LISTA DE ABREVIATURA E SIGLAS

T6: Tratamento térmico de envelhecimento artificial T7: Tratamento Térmico de superenvelhecimento O: Tratamento térmico de recozimento RRA: Tratamento térmico de reenvellhecimento HPTT: Tratamento térmico de envelhecimento de alta temperatura **GP:** Guinier Preston CCC: Cubico de corpo centrado CST: Corrosão sobtensão CIG: Corrosão intergranular MO: Microscopia óptica MEV: Microscopia eletrônica de varredura TEM: Microscopia eletrônica de transmissão EDS: Espectrometria por energia dispersiva Ecorr; Potencial de corrosão Epit: Potencial de pite Icorr: Densidade de corrente de corrosão Ipass: Corrente passiva Ic: corrente crítica RA: Redução em área A: Área

# SUMÁRIO

| 1 | INTRODUÇÃO  | 1    |
|---|---|------|
|   | 1.1 Objetivos   | 2    |
|   | 1.2 JUSTIFICATIVAS  | 3    |
|   | 1.3 DESENVOLVIMENTO DO TRABALHO   | 4    |
| 2 | REVISÃO BIBLIOGRÁFICA   | 5    |
|   | 2.1 ALUMÍNIO  | 5    |
|   | 2.1.1 Ligas de alumínio   | 7    |
|   | 2.2 TRATAMENTO TÉRMICO  | 9    |
|   | 2.2.1 Solubilização   | . 11 |
|   | 2.2.2 Têmpera   | . 13 |
|   | 2.2.3 Envelhecimento Artificial   | . 13 |
|   | 2.3 CARACTERÍSTICAS E PROPRIEDADES DA LIGA DE ALUMÍNIO AA7075-T6        | . 18 |
|   | 2.3.1 Diagrama de fases da liga da série 7XXX e da liga AA 7075         | . 21 |
|   | 2.4 PROCESSO DE LAMINAÇÃO   | . 23 |
|   | 2.4.1 Laminação a frio  | . 24 |
|   | 2.4.2 Laminação em ligas de alumínio                                    | . 27 |
|   | 2.5 Corrosão  | . 30 |
|   | 2.5.1 Comportamento eletroquímico do alumínio e da liga AA 7075         | . 30 |
|   | 2.5.2 Principais formas de corrosão na liga de alumínio AA 7075 em rela | ção  |
|   | aos precipitados  | . 32 |
|   | 2.5.3 Técnicas Eletroquímicas   | . 41 |
| 3 | METODOLOGIA EXPERIMENTAL  | 46   |
|   | 3.1 MATERIAIS   | . 46 |
|   | 3.2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL   | . 46 |
|   | 3.2.1 Tratamento térmico  | . 49 |
|   | 3.2.2 Laminação a frio  | . 50 |
|   | 3.2.3 Ensaio eletroquímico  | . 51 |
|   | 3.2.4 Preparação metalográfica  | . 52 |

|   | 3.2.5 Ensaio de Microdureza Vickers 53  |
|---|---|
|   | 3.2.6 Microscopia óptica 54   |
|   | 3.2.7 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) 54  |
|   | 3.2.8 Difratometria de Raios X 55   |
| 4 | RESULTADOS E DISCUSSÃO  |
|   | 4.1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA LIGA DE AL 7075 – T6 NA CONDIÇÃO DE COMO RECEBIDA                   |
|   | 4.1.1 Análise por Microscopia Óptica (MO) 57  |
|   | 4.1.2 Análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectrometria por energia dispersiva (EDS) |
|   | 4.2 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA LIGA DE AL 7075-T6 NA CONDIÇÃO SOLUBILIZADA                         |
|   | 4.2.1 Análise por Microscopia Óptica (MO)63   |
|   | 4.2.2 Análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectrometria por energia dispersiva (EDS) |
|   | 4.3 CARACTERIZAÇÃO DA AMOSTRA DE LIGA DE AL 7076-T6 CONFORMADA POR  |
|   | LAMINAÇÃO A FRIO  |
|   | 4.3.1 Laminação a frio 68   |
|   | 4.3.2 Análise por microscopia óptica (MO) 69  |
|   | 4.3.3 Análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectrometria por energia dispersiva (EDS) |
|   | 4.4 CARACTERIZAÇÃO DA AMOSTRA DE AL 7075-T6 NA CONDIÇÃO DE ENVELHECIDA                                    |
|   | NATURALMENTE  |
|   | 4.4.1 Análise por microscopia óptica (MO) 83  |
|   | 4.4.2 Análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectrometria por energia dispersiva (EDS) |
|   | 4.5 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA LIGA DE AL 7075-T6 COM REDUÇÃO EM                                   |
|   | ÁREA DE 25% E 75% E ENVELHECIDA ARTIFICIALMENTE   |
|   | 4.5.1 Análise por microscopia óptica (MO)   |

|   | 4.  | 5.2 Análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e | espectrometria |
|---|-----|---|----------------|
|   | po  | or energia dispersiva (EDS)                                 |                |
|   | 4.6 | ENSAIO MICRODUREZA VICKERS (HV)                             |                |
|   | 4.7 | ANÁLISE DE DIFATOMETRIA POR RAIOS X                         | 102            |
|   | 4.8 | Análise das Curvas de Polarização Potenciodinâmica          | 108            |
| 5 | С   | ONCLUSÃO  | 115            |
| 6 | S   | UGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS                             | 116            |
| 7 | R   | EFERÊNCIAS  | 117            |

# 1 INTRODUÇÃO

O alumínio é um dos metais mais utilizados no mundo, e a aplicação do alumínio e suas ligas são atribuídas a suas propriedades como, condutividade térmica e elétrica, leveza, resistência à corrosão, adequação para tratamento de superfícies, diversidade de ligas e reciclagem (VARGEL, 2004). Por apresentar uma baixa resistência mecânica adiciona-se elementos de liga como Cu, Mg, Si, Mn e Zn.

As ligas da série 7XXX em que o Zn é o principal elemento de liga são divididas em dois grupos, as ligas Al-Zn-Mg com resistência a corrosão satisfatória, e as Al-Zn-Mg-Cu, como a 7075, em que a adição de Cu ao sistema Zn-Mg faz com que esta liga obtenha alta resistência mecânica com o tratamento térmico T6.

Por ter uma boa relação resistência/peso esta liga é muito empregada nos setores aeroespaciais, transporte, construção etc. Além da alta resistência mecânica também podemos citar as seguintes propriedades: resistência à fadiga, alta dureza e ductilidade. No entanto é sensível a corrosão localizada como corrosão intergranular, por esfoliação e corrosão sobtensão (CST) (LI, et al. 2008; EL-AMOUSH, 2011).

O alumínio é bom em ambientes marinhos, atmosféricos e industriais. Isto é consequência de uma camada passiva constituída de óxidos formada espontaneamente quando em contato com o ar protegendo os metais. No entanto esta proteção é susceptível em meios muito agressivos, ou seja, que estão fora do intervalo 4<pH<8 e em meios cloretos o que leva a ruptura do filme protetor e assim o metal fica sujeito a um ataque corrosivo (CODARO, 2006).

Os precipitados da liga de Al AA7075-T6 podem ser de dois tipos, tipo A e tipo C. As tipo A: são anódicas em relação à matriz e por isso tendem a se dissolver, são partículas que contém Zn, Mg e Al. E as tipo C: são catódicas em relação a matriz e tendem a dissolver a matriz adjacente, são formadas pelos elementos Al, Fe, Cu e Mn (REDA, ABDEL-KARIM, ELMAHALLAWI, 2008). Os principais tipos de intermetálicos presentes nessa liga são Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe, (Al,Cu)<sub>6</sub>, Al<sub>23</sub>CuFe<sub>4</sub>, Al<sub>2</sub>CuMg, Al<sub>12</sub>(Fe,Mn)<sub>3</sub>Si, Mg<sub>2</sub>Si, e a presença destes intermetálicos na superfície deixa a camada passiva não homogênea e aumenta a susceptibilidade a corrosão por pite (RYL, et al. 2014).

Técnicas eletroquímicas tem ajudado na avaliação da resistência a corrosão dos metais. Neste trabalho foi realizados ensaios de curvas de polarização potenciodinâmica anódica e catódica, em que se obtêm informações como o potencial de ruptura, corrente de passivação, potencial de corrosão e densidade de corrente de corrosão.

Este estudo tem por finalidade analisar e comparar a resistência à corrosão da liga de Al AA7075-T6 com os tratamentos térmicos de solubilização, envelhecimento natural, e nas amostras conformadas por laminação a frio com redução em área de 25% e de 75% e posterior tratamento de envelhecimento artificial. Para este intuito foram feitos ensaios eletroquímicos nessas amostras em meio solução de 3,5% NaCl. Para caracterização das amostras foram utilizadas técnicas como microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de energia dispersiva de raios X e difração de raios X. Esses procedimentos auxiliam na determinação de qual amostra apresenta maior resistência à corrosão correlacionando com a microestrutura das mesmas.

### 1.1 Objetivos

O presente trabalho tem como objetivo analisar a resistência à corrosão da liga de alumínio AA 7075, nas seguintes condições: como recebida, solubilizada, envelhecida naturalmente, envelhecida artificialmente com redução em área de 25% a 75% e envelhecida artificialmente.

Objetivos específicos:

- Caracterização dos precipitados intermetálicos presentes na liga AA7075.
- Evolução microestrutural da liga após tratamentos térmicos e processo de conformação mecânica.

 Comparação da resistência à corrosão da liga após tratamento térmicos de solubilização e envelhecimento artificial e conformação por laminação a frio.

#### **1.2 Justificativas**

As ligas de alumínio da série 7XXX como a AA 7075-T6 foi desenvolvida como alternativa para subsitituir materiais que possuem alta resistência mecânica, porém com alta densidade.

Por ter o alumínio como elemento principal esta liga apresenta uma baixa densidade e os elementos de liga como Zn, Mg e Cu aliados ao tratamento térmico de envelhecimento (T6) e atribui a liga sua principal característica, ou seja, boa resistência mecânica com baixo peso. Devido a esta característica é muito utilizada nos setores aeroespacial e de construção e por isso estão sujeitas a esforços constantes e exposta a variações climáticas. Diante desde contexto esta liga é susceptível a corrosão, e entender o mecanismo entre a microestrutura resultante de tratamentos térmicos e processos de conformação com a resistencia a corrosão se torna importante, ou seja, a compreensão destes parâmetros pode-se aumentar a vida útil deste matetrial.

#### **1.3 Desenvolvimento do trabalho**

Além do capítulo introdutório, este trabalho está estruturado em mais quatro capítulos conforme descritos a seguir:

O Capítulo 2 apresenta a revisão bibliográfica dos requisitos para a elaboração e desenvolvimento do projeto, descrevendo os tipos de tratamentos térmicos como solubilização e envelhecimento artificial, utilizados para aumentar a resistência mecânica e os precipitados formados a partir destes tratamentos, também descreve conformação por laminação que também é utilizado para aumantar a resistência mecânica e por último a corrosão na liga de alumínio AA 7075 e sua relação com a mircroestrutura.

O Capítulo 3 apresenta os materiais utilizados e a metodologia utilizada para o desenvolvimento do trabalho. Procedimentos para o ensaio eletroquímico e microdureza Vickers, tratamentos térmicos, processo de laminação a frio, preparação metalográfica, MO, MEV e DRX.

O Capítulo 4 apresenta os resultados obtidos nos ensaios, com análise da microestrutura da liga quanto aos tratamentos térmicos e conformação mecânica e as curvas de polarização obtidas por meio de ensaio eletroquímico.

No Capítulo 5 são apresentadas as conclusão e as sugestões para desenvolvimento de trabalhos futuros.

# 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 ALUMÍNIO

O alumínio é o segundo elemento metálico mais abundante da terra. Sua obtenção se dá pela extração do minério conhecido como bauxita, este é um nome genérico, pois o lugar onde foi descoberto em 1821 se chama Les Baux, localizado ao sul da França (BARRA, 2003).

Em 1886 os pesquisadores Charles Hall (EUA) e Paul Louis Toussaint Hérout (França) trabalhando separadamente, descobriram simultaneamente processo de obtenção de alumínio por meio de redução eletrolítica da alumina dissolvida em banho fundido de criolita. Este ainda é o principal meio de obtenção do alumínio, e permitiu a produção em escala industrial, esse processo ficou conhecido como Hall-Héroult (SANTOS, 2014).

Devido suas propriedades o alumínio tornou-se um metal muito utilizado pela indústria, antigamente seu uso era apenas para decoração, porém com o tempo o alumínio aumentou em diversidade de aplicação, na medida em que praticamente todos os aspectos da vida moderna seriam direta ou indiretamente afetados pelo seu uso. (ASM HANDBOOK, 1992). Hoje sua aplicabilidade se estende a embalagens para bebidas, alimentos e medicamentos, indústria automobilística e de transportes, construção civil, bens duráveis, indústria aeroespacial e aeronáutica e indústrias de equipamentos e maquinaria.

Dentre as principais características pode-se citar:

- a) Ponto de fusão sendo relativamente baixo (660°C) quando comparado ao aço. O baixo ponto de fusão é uma das suas principais limitações, pois restringe sua temperatura de trabalho.
- b) Densidade  $(2,70 \text{ g/cm}^3)$ .
- c) Estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC).
- d) Boa ductilidade, o que permite uma fácil conformação mecânica, entre os processos pode destacar laminação, estampagem, forjamento,

fundição, soldagem, usinagem, entre outras (ASM HANDBOOK, 1992; YANG, et al., 2015).

e) Boa resistência a oxidação, isso se deve ao fato do alumínio formar uma camada passivadora de alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), este processo de dá de forma natural, ou seja, é uma reação entre espécies metálicas e o meio, isto ocorre devido à alta afinidade entre a superfície do alumínio com o oxigênio, o que determina sua estabilidade química (RODRIGUEZ, 2003).

Devido as suas características mecânicas serem inferiores aos do ferro, observou-se a necessidade de adicionar elementos de liga ao alumínio como, cobre, magnésio, zinco, silício e manganês. Estes elementos de liga melhoram consideravelmente a resistência mecânica do alumínio. (SANTOS, 2012). As ligas formadas podem ser representadas conforme Figura 1.





Fonte: Moreira, 2016.

#### 2.1.1 Ligas de alumínio

As ligas podem ser classificadas quanto ao teor de elemento de liga, as ligas são identificadas através de um sistema de quatro dígitos, para ligas de alumínio e alumínio forjado e fundido, em que o primeiro dígito representa o elemento de liga predominante. (ASM HANDBOOK, 1992).

As especificações das ligas são divididas conforme a Tabela 1 (GAMBONI 2011, ASM HANDBOOK, 1992).

Tabela 1 - Classificação das ligas de alumínio e principais elementos de liga presente em cada série.

| Classificação das ligas de Alumínio |                                 |  |  |
|-------------------------------------|---------------------------------|--|--|
| Classificação                       | Elementos de liga principal     |  |  |
| 1XXX                                | Alumínio puro não ligado 99,00% |  |  |
| 2XXX                                | Cobre                           |  |  |
| 3XXX                                | Manganês                        |  |  |
| 4XXX                                | Silício                         |  |  |
| 5XXX                                | Magnésio                        |  |  |
| 6XXX                                | Magnésio e Silício              |  |  |
| 7XXX                                | Zinco                           |  |  |
| 8XXX                                | Outros elementos                |  |  |

Fonte: ASM Handbook, 1992.

Os elementos de liga conferem ao alumínio propriedades mecânicas melhoradas, o que expande seu uso na indústria. De acordo com a composição química da liga, esta é classificada por séries que vão de 1XXX a 8XXX.

1XXX: Alumínio comercialmente puro, utilizado na indústria elétrica e química. Tem como característica excelente resistência à corrosão, alta condutividade térmica e elétrica, baixa propriedade mecânica e excelente trabalhabilidade. Utilizada na fabricação de refletores, condutores e capacitores elétricos, aplicação na arquitetura e decorativo.

2XXX: Tem como principal elemento de liga o cobre e como elemento secundário o magnésio. Necessita de tratamento térmico para melhorar suas propriedades mecânicas, sendo que estas superiores a alguns aços baixo carbono. Quando sobre efeito do

tratamento de envelhecimento suas propriedades aumentam quanto limite de elasticidade e resistência à tração. Dentre outras propriedades pode-se citar a boa resistência à corrosão, porém estão sujeitas à corrosão intergranular. Possui aplicação na indústria de suspensão de caminhão, fuselagem de aeronaves e partes estruturais que solicitam boa resistência a temperaturas acima de 150°C.

3XXX: Possui como principal elemento de liga o manganês, não são tratáveis termicamente. São utilizadas para fabricação de latas de bebida, utensílios de cozinha, trocadores de calor, toldos.

4XXX: O silício é o principal elemento de liga (superior a 12%). O Si causa uma redução no ponto de fusão, sem produzir fragilidades à liga. A maioria das ligas desta série não é tratável termicamente. Utilizadas para eletrodos de solda e em varetas de brasagem.

5XXX: Tem como principal elemento de liga o magnésio. Entre suas principais características pode-se ressaltar boa resistência à corrosão em atmosferas marinhas, boa soldabilidade, boa conformabilidade a frio. Tem aplicação na construção de navios e barcos, peças de guindaste, estruturas de automóveis, elementos decorativos entre outros.

6XXX: O silício e o magnésio são os principais elementos de liga, com proporção para formar o silicato de magnésio (Mg<sub>2</sub>Si), são tratáveis termicamente. Tem como característica boa soldabilidade, usinabilidade e resistência à corrosão, também são boas para trabalho a quente (extrusão, laminação, forjamento).

7XXX: Tem teor de zinco na faixa de 1 a 8%, este é o principal elemento de liga. Dentre as séries esta é a que possui maior resistência mecânica. São divididas em ligas que contém pouco ou nenhuma quantidade de cobre e teores de zinco e magnésio menores que 6%. Tem como características boas soldabilidade apresentam menor susceptibilidade à corrosão sobtensão. Tem aplicação no setor automotivo, como parachoques, armaduras para veículos militares. Já as ligas com maiores teores de zinco e magnésio e que possui cobre tem como característica sobre tratamento térmico T6 (solubilização e envelhecimento artificial) um bom desempenho mecânico. Exibem uma boa resposta ao endurecimento, pois após envelhecimento forma finos precipitados os que fazem com que tenham alta resistência mecânica. Estas ligas apresentam menor resistência à corrosão devido teores mais elevados de zinco. Tem aplicação na indústria aeroespacial, fabricação de moldes para conformação de termoplásticos, entre outros produtos que necessitam de uma alta resistência mecânica e leveza (ASM HANDBOOK, 1992; GAMBONI, 2011; BRAGA, 2011).

### 2.2 Tratamento térmico

As ligas tratáveis termicamente são as que apresentam uma melhor reposta mecânica, ou seja, tem aumento da dureza por meio dos tratamentos de solubilização e envelhecimento. De acordo com a *Aluminum Association* as ligas trabalháveis termicamente são as da série 2XXX, 6XXX, 7XXX e maioria da série 8XXX. São representadas pela letra T adicionada após o nome da liga. As ligas não tratadas termicamente têm endurecimento por meio do encruamento, e são representadas pelas séries 1XXX, 3XXX, 4XXX e 5XXX. (POTOMATI, 2006). A classificação das ligas trabalháveis mecanicamente e para ligas fundidas encontra-se na Tabela 2.

Tabela 2 - Classificação dos tratamentos térmicos e processos para endurecimento nas ligas de alumínio.

| Tratamentos empregados nas ligas   | Tratamentos secundários                                   |
|--|---|
| F - Como fabricada   |   |
| O - Recozido, para produtos que foram<br>forjados ou recozidos. Dimunuir a resistência<br>mecânica           |   |
| H - Endurecido por encruamento   | 1 - Apenas trabalho a frio                                |
|  | 2 - Trabalho a frio parcialmente recozido                 |
|  | 3 - Trabalho a frio estabilizado                          |
| W - Solubilizado aplica-se as ligas<br>envelhecidas<br>Naturalmente, e caracterizam um estado<br>metaestável |   |
|  | 1 - Solubilização parcial e envelhecimento natural        |
|  | 2 - Para produtos fundidos e recozidos                    |
|  | 3- Solubilização seguida de encruamento e                 |
|  | envelhecimento natural                                    |
|  | 4 - Solubilização e envelhecimento natural                |
| T - Endurecimento por tratamento térmico   | 5 - Apenas envelhecimento artificial                      |
|  | 6 - Solubilização seguida de envelhecimento artificial    |
|  | 7 - Solubilização e superenvelhecimento                   |
|  | 8 - Solubilizada, encruada e envelhecida artificialmente. |
|  | 9 - Solubilizada, envelhecida artificialmente e encruada  |

Fonte: ASM Handbook ,1992.

O tratamento T6 que se aplica na liga de alumínio 7075 tem por finalidade o endurecimento por precipitação. Este processo se divide em três etapas, solubilização para dissolver as fases intermetálicas, têmpera que consiste em um resfriamento rápido, para formar uma solução sólida supersaturada, e seguida de envelhecimento artificial para precipitação das fases intermetálicas e assim obter a máxima resistência mecânica com uma moderada redução no alongamento.

Para aplicar o tratamento térmico nas ligas de alumínio algumas condições devem ser obedecidas. A primeira é verificar se a solubilidade no sólido dos elementos de ligas ou os intermetálicos diminuem com a redução de temperatura, ou seja, a solubilidade desses elementos deve ser alta a temperaturas mais elevadas e mínimas em temperaturas mais baixas (CAMPBELL, 2006).

Segunda condição é que os elementos ou intermetálicos formem finos precipitados durante o envelhecimento criando tensões dentro da matriz de alumínio. (CAMPBELL, 2006). Na Figura 2 segue as taxas do aumento da resistência mecânica pelo tratamento T6 em comparação com o tratamento O (recozimento).



Figura 2- Efeito do tratamento térmico T6 na liga 7075.

Fonte: Campbell, 2006.

#### 2.2.1 Solubilização

Fase do tratamento no qual visa dissolver os solutos na matriz de alumínio, por um tempo considerável para que se tenha uma solução sólida homogênea. Para isto é necessário elevar a liga de alumínio AA7075- T6 a temperaturas suficientemente altas, em uma faixa de 450 a 565°C. A temperatura é um fator importante, pois se exceder o limite máximo pode ocorrer fusão eutética o que pode causar uma redução das propriedades mecânicas. Por outro lado, se a temperatura for abaixo do limite de solubilidade pode não ocorrer a total solubilização e assim não se obtém as condições máximas das propriedades mecânicas (MENDES, 2012; BARBOSA, 2014).

Do ponto de vista de resistência a fratura para minimizar o grau de recristalização, o tempo e temperatura do tratamento de solubilização devem ser mantidos quão baixo quanto possível para dissolver o máximo de partículas solúveis por razões de resistência mecânica e resistência a corrosão (ROMETSCH, et al., 2014).

Outro ponto a se destacar é que o aumento da resistência mecânica quando em solução sólida se dá com aumento da diferença dos raios atômicos dos átomos de soluto (elementos de liga) e solvente (alumínio) (ASM HANDBOOK 1992).

O zinco e magnésio possuem alta solubilidade no alumínio a elevadas temperaturas, quando resfriadas cria alta densidade de precipitados o que leva ao aumento da resistência mecânica.

Na Tabela 3 são apresentados os valores da solubilidade dos principais elementos da liga de alumínio 7075 em função da temperatura.

|                         | Zinco | Magnésio | Cobre | Ferro  | Silício | Cromo |
|-------------------------|-------|----------|-------|--------|---------|-------|
| Temperatura °C          | 380   | 450      | 550   | 655    | 580     | 660   |
| Solubilidade máxima (%) | 88,7  | 37,34    | 17,39 | 0,91   | 12,16   | 0,21  |
| (Altas temperaturas)    |       |          |       |        |         |       |
| Solubilidade (%)        | 66,7  | 16,26    | 2,48  | 0,0025 | 1,59    | 0,40  |
| (temperaturas baixas)   |       |          |       |        |         |       |

Tabela 3 - Limites de solubilidade dos elementos de liga.

Fonte: Mendes, 2012

A Figura 3 representa de uma liga hipotética que tem em sua composição dois metais M1 e M2. A liga é aquecida até uma temperatura T1 e nesta condição tem somente a fase  $\alpha$ . Observando o diagrama, em T2 teria a fase  $\alpha+\beta$ , porém se a liga passa por um rápido resfriamento não ocorre a difusão dos elementos de liga e tem uma solução supersaturada.

Figura 3- Representação de um diagrama de fases de uma liga hipotética para exemplificar os tratamentos de solubilização e têmpera.



Fonte: retirado de http://www.mspc.eng.br/ciemat/metnfer110.shtml. Sem autor definido. Acesso em: 20 de maio de 2016.

#### 2.2.2 Têmpera

A têmpera caracteriza-se pelo rápido resfriamento da liga após ser solubilizada, geralmente para a liga 7075 utiliza a água como meio de resfriamento, é importante ressaltar a velocidade que a têmpera é feita, pois deve ser suficientemente rápido para ter o "aprisionamento" dos elementos de liga em solução sólida saturada, porém o uso excessivo da velocidade de resfriamento pode gerar tensões residuais na matriz, o que causa efeito negativo nas propriedades finais, como trinca intergranular. O rápido resfriamento também pode levar ao aumento da concentração de vacâncias, que facilita a nucleação de precipitados de endurecimento (MENDES, 2012; ROMETSCH, et al., 2014). Nesta etapa a liga se encontra em altos níveis de energia, e por isso se encontra em um estado instável, como a liga tende a ficar em estado de menor energia, ocorre a decomposição espontânea da solução sólida supersaturada em fases metaestáveis (KORBEL, et al., 2015; ROMETSCH, et al., 2014).

#### 2.2.3 Envelhecimento Artificial

O envelhecimento é uma etapa do tratamento de endurecimento por precipitação, em que solutos precipitam em partículas finas e são distribuídas de forma homogênea. (ASM HANDBOOK, 1992). O endurecimento da liga ocorre porque estes precipitados de formação submicroscópica bloqueiam o movimento das discordâncias, e tencionam a estrutura cristalina da matriz. Efeito este que pode ser maximizado quando os precipitados se encontram de forma coerente com a matriz. (CAMPBELL, 2006). Partículas coerentes são aquelas em que o arranjo atômico é o mesmo da matriz, sem descontinuidade da estrutura, porém este espaço é suficiente para distorcer a estrutura do cristal, o que gera uma maior força para movimentar uma linha de discordâncias em uma região tensionada por partículas coerentes (ASM HANDBOOK, 1992; CAMPBELL, 2006; POTOMATI, 2006; ZHANG, et al., 2013).

Após a têmpera a solução que se encontra supersaturada é instável, ou seja, tende a passar para um estado de menor energia através da precipitação de fases ou de equilíbrio (energia livre mínima). O estado de equilíbrio é definido pelo diagrama de fases, e é uma mistura de solutos e precipitados. Para que se atinja a forma mais próxima de

equilíbrio são formadas as zonas de Guinier-Preston, ou simplesmente zonas GP (áreas com alta densidade de átomos de soluto) (DE OLIVEIRA, 2012; POTOMATI, 2006; DOMINGUES JUNIOR, 2011).

As partículas da zona GP são metaestáveis e por isso dissolvem na presença de um precipitado mais estável. Esta dissolução causa uma região sem precipitados em torno das partículas estáveis. A estrutura final consiste de precipitados de equilíbrio diferentes dos precipitados iniciais, que não contribuem significativamente para o endurecimento (ASM HANDBOOK, vol.4, 2001).

Com a continuação do envelhecimento, em que se tem um prolongamento do tempo ou uso de altas temperaturas, há formação do processo conhecido como superenvelhecimento, durante esta fase os precipitados tornam-se incoerentes com a matriz, ou seja, quando o arranjo atômico é diferente da matriz. Estes precipitados coalescem aumentando o espaçamento entre eles (engrossamento dos precipitados) que resulta em uma redução do número de partículas, como consequência a liga irá apresentar propriedades mecânicas inferiores, como menor resistência mecânica (DE OLIVEIRA, 2012; ROMETSCH, et.al., 2014).

A Figura 4 ilustra precipitados coerentes e incoerentes na matriz de alumínio.

Figura 4 - Distorção causada pelas partículas coerentes e incoerentes.



Fonte: Campbell, 2006.

Observando a Figura 4 nota-se que o espaçamento entre a matriz e os precipitados aumenta, com o precipitado inicial sendo coerente, e em seguida, tornar-se semicoerente e finalmente incoerente.

Abaixo se encontra a sequência de envelhecimento para obtenção de maior resistência para a série Al – Zn- Mg.

Solução Sólida Supersaturada  $\rightarrow$  Guinier - Preston (Zona GP)  $\rightarrow$   $\eta'$  (MgZn<sub>2</sub>)  $\rightarrow$ 

 $\eta(MgZn_2).$ 

As zonas GP são zonas metaestáveis, um aglomerado de solutos coerentes de Zn, Mg e Cu, são esféricas. Os precipitados  $\eta$ ' também são metaestáveis aparece como partículas na forma placas, sendo semicoerentes com a matriz e se instalam no interior dos grãos. Já a fase  $\eta$  é não coerente com a matriz e aparecem na forma globular e de discos e se instalam nos contornos de grão (Reda, 2008).

Durante o processo de envelhecimento a zona GP e uma pequena fração da fase  $\eta'$ são formados. A formação da fase  $\eta$  é um indicativo de superenvelhecimento e resulta na diminuição das propriedades mecânicas da liga. A liga também contém várias inclusões grosseiras (aproximadamente 5-10 µm de diâmetro), incluindo Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe, (Al, Cu)<sub>6</sub>Fe e Mg<sub>2</sub>Si, que são formados no processo inicial de solidificação do lingote e permanecem ao longo do tratamento térmico (CAMPBELL, et al., 2006; BARBOSA, 2014).

As ligas de alumínio 7075 devido ao fato de precipitarem de forma muito lenta em temperatura ambiente é necessário aquecer a liga abaixo da temperatura de solubilização, dentro da faixa de 120 a 180°C. (DA SILVA, 2010). A Figura 5 mostra a relação dos tratamentos térmicos com a microestrutura de uma liga Al-Cu.



Figura 5- Relação da microestrutura com as etapas do tratamento térmico T6.

Fonte: Wright, 2011.

Estudo realizado por Arabi, Shahverdi e Hadavi (2012) utilizaram o processo forjamento por fluência na liga de alumínio AA 7075, esta deformação é utilizada em materiais que são envelhecidos. A deformação foi realizada a temperaturas de envelhecimento de 150°C e 190°C, por 6h - 72h. Observaram que com o aumento do tempo e temperatura de forjamento há aumento da zona GP, que são posteriormente transformadas em precipitados e fases como,  $\eta$ -MgZn<sub>2</sub> que são formados nos contornos de grão. Porém aumentando o tempo de forjamento houve diminuição dos precipitados  $\eta$ '. As figuras 6 e 7 mostram os precipitados, zona GP da liga de alumínio AA 7075. As imagens foram obtidas por microscopia eletrônica de transmissão, contorno de grão das amostras forjadas por fluência a 150°C por 6 h (a e b), 24 h (c e d) e 72h (e e f), e a 190 °C por 6h (a e b), 24h (c e d) e 72 h (e e f), respectivamente.

Figura 6 - Figura obtida por microscopia eletrônica de transmissão e correspondente a área selecionada pela difração de elétrons (SEAD), no interior e na vizinhança dos contornos de grão por amostras que passaram pelo processo de forjamento por fluência a 150°C: (a e b)6h, (c e d)24h, (e e f)72h.



Fonte: Arabi, Shahverdi e Hadavi (2012).

Figura 7- Imagem obtida por microscopia eletrônica de transmissão e correspondente a área selecionada pela difração de elétrons (SEAD), no interior e na vizinhança dos contornos de grão por amostras que passaram pelo processo de forjamento por fluência a 190°C: (a e b)6h, (c e d)24h, (e e f)72h.



Fonte: Arabi; Shahverdi e Hadavi (2012).

# 2.3 Características e propriedades da liga de alumínio AA7075-T6

As ligas de alumínio da série 7XXX têm como principal elemento de liga o zinco, normalmente, outros elementos são adicionados como, por exemplo, o magnésio, cromo e cobre. Na década de 1920 foi criada a liga contendo zinco e magnésio (Al-Zn-Mg) por pesquisadores alemães, que tem como característica, alta resistência mecânica. Porém observou-se que esta liga não era resistente à corrosão sobtensão, para solucionar este problema foram adicionados 0,2% a 0,35 % de cobre. A adição deste elemento químico faz com que a zona GP aumente sua estabilidade, ou seja, faz com que estas zonas existam a altas temperaturas quando comparadas a liga de Al-Zn-Mg.

A liga 7075 apresenta em sua composição Al-Zn-Mg-Cu, é uma liga que passa por tratamento térmico, geralmente o tratamento T6 (solubilização e envelhecimento artificial). Em 1943 surgiu a liga 7075-T6 com maiores teores de zinco magnésio e cobre o que manteve sua alta resistência mecânica. Esta liga logo foi utilizada na indústria aeroespacial (ASM HANDBOOK, 1992; ISADARE, et *al.*, 2013; VASUDEVAN, et al., 1993; POTOMATI, 2006).

A liga AA 7075 é largamente utilizada em materiais de construção e materiais aeroespaciais como asas e fuselagem. Por ter uma boa relação resistência/peso é também usado em áreas como equipamentos de escalada e componentes para bicicletas. (RYL, et. al., 2014). Estas ligas estão sujeitas a esforços constantes e exposta a variações climáticas. Outros exemplos de aplicação são em 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 (BARBOSA, 2014). Tem aplicação estrutural em peças sujeitas a grandes esforços em que é necessário grande resistência mecânica (ASM HANDBOOK, 1992 vol. 2).

A Tabela 4 apresenta os valores em percentual de massa dos elementos de liga.

Tabela 4- Composição química com os valores limites da liga 7075.

| Cu        | Mg        | Mn       | Si      | Fe      | Cr          | Zn        | Ti       |
|-----------|-----------|----------|---------|---------|-------------|-----------|----------|
| 1,2 a 2,0 | 2,1 a 2,9 | Máx. 0,3 | Máx.0,4 | Máx.0,5 | 0,18 a 0,28 | 5,1 a 6,1 | Máx. 0,2 |

Fonte: ASM Handbook ,1990.
Os principais precipitados que se manifestam na liga de alumínio são os grandes responsáveis pelas alterações de suas propriedades mecânicas. (DOS SANTOS, 2012). A estrutura da liga de alumínio 7075 é complexa devido às várias fases intermetálicas nela presente. Estas fases intermetálicas obedecem a reações complexas que dependem da composição química, da temperatura e do tempo de tratamentos. (ESPINOZA, 1999).

As principais fases presentes na liga se encontram conforme na Tabela 5.

| Fase<br>Intermediária                           | Designação<br>ASTM E157-<br>61T | Outra<br>designação | Tipo de<br>estrutura | Densidade<br>(g/cm <sup>3)</sup> | Temperatura<br>de fusão (°C) |
|---|---------------------------------|---------------------|----------------------|----------------------------------|------------------------------|
| Mg <sub>3</sub> Zn <sub>3</sub> Al <sub>2</sub> | 162B                            | Т                   | CCC                  | 3,78                             | 530                          |
| CuMgAl <sub>6</sub>                             | 162B                            | Т                   | CCC                  | 2,96                             | 475                          |
| $Mg_2Zn_{11}$                                   | 39C                             | Z                   | Cúbico               | 6,12                             | 385                          |
| $Cu_6Mg_2Al_5$                                  | 39C                             | Z ou V              | Cúbico               | 4,9                              | 710                          |
| MgZn <sub>2</sub>                               | 12H                             | М                   | Hexagonal            | 5,2                              | 590                          |
| CuMgAl  | 12H                             | M ou U              | Hexagonal            | 4,13                             | 550                          |

Tabela 5- Principais fases intermetálicas presente na liga AA 7075.

Fonte: Feltrin (2004).

As fases intermetálicas podem ser classificadas em três categorias (BARBOSA, 2014; BRAGA 2011):

- Constituintes: Compostos formados em reações eutéticas durante a solidificação e tem uma interface não coerente com a matriz, podem servir como sítios de nucleação de grão recristalizados. Não aumentam a resistência por não interagirem com as discordâncias, são insolúveis ou parcialmente solúveis em temperaturas mais elevadas.
- Dispersóides: São menores que as fases constituintes, são finas distribuições de precipitados muito pequenos, geralmente contém os elementos de liga Mg, Zn, Cu e Cr são adicionados para endurecimento da liga. Podem impedir ou retardar a recristalização estática durante o processamento por atuarem como bloqueio mecânico a movimentação dos contornos de grão.

 Precipitados: Solúveis em altas temperaturas e são finamente dispersos na matriz de alumínio.

Ligas da série 7XXX contendo em sua composição os elementos Al-Zn-Mg-Cu, precipita várias fases durante tratamento termomecânico. E de acordo com o tamanho podem ser classificados em três tipos, como por exemplo, precipitados grosseiros insolúveis e geralmente são distribuídos ao longo da direção de laminação e são frequentemente na forma de Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe, Al<sub>2</sub>CuMg e Mg<sub>2</sub>Si. Os precipitados intermediários ou dispersóides geralmente tem vestígios de elementos como Zr, Sc e Cr, quais são adicionados intencionalmente para endurecimento da liga, estes precipitados retardam a recristalização e restringe o crescimento do grão, na liga Al-Zn-Mg-Cu é mais comumente encontrado a fase Al<sub>3</sub>(Zr,Sc). Tem a mesma estrutura da matriz. Estes precipitados são facilmente separados da matriz durante a deformação plástica o que resulta na formação de vazios. E por último os precipitados solúveis em altas temperaturas ficam finamente dispersos na matriz (LIN, ZHANG, CHEN, 2016; FELTRIN, 2004).

Ligas de alumínio quartenárias da série 7XXX que contém Cu, sendo o Zn elemento principal e teor de Mg superior ao do Cu a composição da fase M pode variar MgZn<sub>2</sub> até AlCuMg e pode ser rescrita como Mg(Al,Cu,Zn)<sub>2</sub> (FONTANA, 2014).

O elemkento químico Zn isolado torna a liga susceptível a fratura a quente e fratura por corrosão, porem em quantidades de 3% a 7,5% combinado com Mg pode formar precipitados MgZn<sub>2</sub> que tem uma boa resposta ao tratamento térmico. O Cu melhora o tratamento T6, aumentando a resistência mecânica e a dureza. O Mn aumenta a resistência do alumínio, tanto na solução sólida, quanto na fase intermetálica finamente dispersa na matriz e também atua como refinador de grão (DOS SANTOS, 2012).

Além das partículas de segunda fase também interferem nas propriedades mecânicas e físicas das ligas de alumínio como inclusões, porosidade, discordância, estrutura do grão e textura cristalográfica (BARRA, 2003).

Uma das principais propriedades da liga AA 7075 é sua alta resistência mecânica, também exibe boa resistência à fadiga e a propagação de trincas, boa forjabilidade e usinabilidade exibe uma menor tenacidade e menor ductilidade (DAR WU, et al., 2015). As ligas de alumínio também podem ser classificadas de acordo com as fases nela presentes, na liga da série 7XXX, por ter como elementos de liga o Zn e Mg tem-se a

precipitação da fase MgZn<sub>2</sub>, responsável pelo aumento da usinabilidade e aumento da resistência desta liga. (HATCH, 1984).

A Tabela 6 apresenta os valores das características mecânicas da liga de alumínio AA 7075-T6. Notam-se altos valores de resistência à tração e dureza.

Tabela 6- Propriedades Mecânicas da liga de alumínio 7075 com tratamento térmico T6.

| Propriedades Mecânicas da liga de alumínio AA 7075 -T6 |              |             |        |               |                |
|--|--------------|-------------|--------|---------------|----------------|
| Resistência  | Limite de    | Alongamento | Dureza | Resistência a | Resistência ao |
| a tração   | Elasticidade | (%)         | (HV)   | Fadiga        | Cisalhamento   |
| (MPa)  | (MPa)        | (/0)        | (11))  | (MPa)         | (MPa)          |
| 572  | 503          | 11          | 155    | 159           | 331            |

Fonte: ASM Handbook, 1990 vol.2.

### 2.3.1 Diagrama de fases da liga da série 7XXX e da liga AA 7075

O diagrama de fases fornece descrição para o processamento e desenvolvimento de materiais, como fundição do metal e subsequente tratamento termomecânico afim de produzir materiais com microestrutura e propriedades adequadas.

O diagrama de fases da liga de 7075 é calculado a partir do binário Al-Cu, que foi desenvolvido por um extenso grupo de pesquisadores da Universidade de Winsconsin (USA). Neste estudo o cálculo do diagrama iniciou com clássico binário Al-Cu e depois então calculou uma liga com multicomponentes como Al-Cu-Mg-Si-Fe-Mn-Zn (YAN, et al. 2001; FELTRIN, 2004).

Tendo em conta a complexidade dos campos de equilíbrio de fases os campos não foram classificados. Uma vez que o alumínio comercial consiste principalmente de (Al) fase solução sólida com outras fases presentes em quantidades minoritárias, uma porção aumentada da região rica em Al do diagrama de equilíbrio é mostrado na Figura 8 e na Figura 9 redefinida exibindo apenas o equilíbrio de fases de 0 a 20 mols. % de Cu (YAN, et al. 2001). E por final na Figura 10 diagrama binário de Al-Zn.

Figura 8- Diagrama de fases calculado a partir do binário Al-Cu, com valores fixos em 0,3% Fe 0,65% Mg, 0,01% Mn, 15% Si e 0,065% Zn.



Fonte: YAN, 2001.

Figura 9 - Porção aumentada do Al rico em fases de equilíbrio tirado da figura 8.



Fonte: YAN, 2001.





Fonte: Metals Handbook, 1984.

# 2.4 Processo de Laminação

O processo de laminação permite a produção de chapas e folhas, por meio de redução de área, através da compressão do metal entre cilindros feitos de aço ou ferro fundido que giram em torno do próprio eixo (OLIVEIRA, 2011). Normalmente as ligas de alumínio de alta resistência são placas laminadas ou hastes extrudadas com forte textura cristalográfica e grãos alongados (YANG, 2014).

Há dois processos de laminação para o alumínio e suas ligas, laminação a quente e laminação a frio. A Figura 11 mostra os tipos de laminadores utilizados para a laminação.



Figura 11- Exemplos de laminadores utilizados para o processo de laminação.

Fonte: Oliveira, 2011.

O produto final depois de um material passar por laminação é chapas planas, bobinas, folhas e discos. Esses produtos são aplicados em ramos de construção civil, como telhas e calhas, transporte, carrocerias de ônibus, elementos estruturais e embalagens, como latas descartáveis (OLIVEIRA, 2009).

No alumínio a temperatura mínima para este processo é de 0,6 vezes a temperatura de fusão, ou seja, por volta de 300°C. Durante a deformação é observado à recuperação e recristalização dinâmica, e após a deformação tem a recristalização estática (OLIVEIRA, 2009).

### 2.4.1 Laminação a frio

O processo de laminação a frio trabalha com temperaturas inferiores a temperatura de recristalização. As reduções em área podem ser de 30% a 70% por passe dependendo do tipo de material, da tempera e da espessura inicial (OLIVEIRA, 2011).

Os parâmetros como redução em área e temperatura de recozimento são os mais importantes durante o processo de laminação, seguido de tratamento térmico que pode melhorar as propriedades mecânicas das ligas de alumínio (MISHINA et al. 2013; ZHA et al., 2014).

O tamanho de grão e a orientação cristalográfica no processo de deformação a frio afeta as propriedades do material (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). Porém a mudança das propriedades depende da distribuição e número das discordâncias introduzido devido à deformação a frio (RAO, et al., 2015).

Durante o processo de deformação a frio ocorre o encruamento do material, em que esse efeito proporciona um aumento das propriedades mecânicas como resistência à tração ao escoamento e diminuição do alongamento (OLIVEIRA, 2009). Esse endurecimento é resultado da diminuição da mobilidade das discordâncias. O endurecimento ocorre devido às interações direta dessas discordâncias entre si e com outras imperfeições. O encruamento é resultado do aumento da densidade de discordâncias, átomos de soluto, refinamento dos grãos e transformação de fase (CORRÊA, 2004).

Na Figura 12 observa-se que os grãos de um material ao passar por uma deformação a frio quebram, e diminui de tamanho aumentando a dureza. E na Figura 13 está representado o aumento da resistência mecânica de um material encruado.

Figura 12- Encruamento de um material quando passa por deformação a frio.



Fonte: Retirado de: http://www.ebah.com.br/content/ABAAAA6pwAF/processos-fabricacao?part=4. Sem autor definido. Acesso em 15 de junho de 2016.

Figura 13- Aumento da resistência mecânica de um material por deformação a frio.



Fonte: Corrêa, 2004.

Shojaei et al. (2016) analisou a evolução microestrutural da liga de alumínio 7075, após processo de laminação a frio a temperaturas elevadas, como recozimento a 200°C e 350 °C. A evolução microestrutural foi observada por microscopia óptica. A liga 7075 na condição de laminada a frio está representada na Figura 14. Na qual se pode observar uma microestrutura altamente refinada com grãos alongados. A laminação a frio é capaz de transformar a microestrutura em lamelar e alongada.

Figura 14- Liga de alumínio AA7075 após passar pelo processo de laminação a frio.



Fonte: Shojaei, et al., 2016.

### 2.4.2 Laminação em ligas de alumínio

Após a têmpera a maioria das ligas de alumínio é tão dúctil quanto como se estivesse na condição de recozido. Por isso é vantajoso conformar as ligas neste estado (solubilizado e temperado) (ASM HANDBOOK, 1991 vol.4).

A maioria dos materiais tem suas propriedades como, resistência mecânica, condutividade elétrica, relacionadas com a anisotropia, ou seja, suas propriedades variam com a direção cristalográfica. As ligas de alumínio são materiais policristalinos, possuem grãos com orientações aleatórias, quando passam pelo processo de laminação, seus planos cristalográficos sofrem deslizamentos modificando sua posição e começa a ter uma textura no material (direções cristalográficas preferenciais) (SANTOS FILHO, 2009).

Uma boa ductilidade para a formabilidade do material é essencial, porém com aumento da resistência no material, manter a ductilidade é um desafio permanente. O método para aumentar a ductilidade por meio da recristalização feita pelo processo de recozimento. Devido à recristalização há aumento gradual na resistência à tração, limite de escoamento e dureza e aumento do alongamento do material laminado (RAO, et al., 2015).

Investigações são feitas no âmbito de avaliar a altas temperaturas de formabilidade da liga 7075, liga mais comum da série 7XXX em condições pré-determinadas de deformação (RAJAMUTHAMILSELVAN; RAMANATHAN, 2011). A maioria dos estudos para a liga 7075 é focada no comportamento do fluxo de deformação durante teste de tensão e compressão a quente. Resultados mostram que a liga 7075 durante a deformação apresenta em sua microestrutura grãos mais finos devido ao processo de recuperação (recristalização dinâmica e recuperação dinâmica) durante tratamentos termomecânicos (ABOLHASANI, 2011).

Pesquisas realizadas por Abolhasani (2011) por laminação a quente com diferentes temperaturas de solubilização (250°C, 350°C e 450°C) teve por objetivo verificar a influência dessas temperaturas nas propriedades mecânicas da liga de alumínio AA 7075, e foi observado que para temperatura de laminação a 350°C a liga possui grãos alongados sem nucleação de novos grãos, a esta temperatura ocorre recuperação dinâmica durante o processo de laminação. Para temperaturas de 450°C a maioria dos

27

grãos recristalizados foi nucleada nos contornos de grão, que é característico de recristalização dinâmica. As amostras passaram por reduções em área de 50% e 80%, nas reduções de 50% observou-se que a 350°C tem precipitados ricos em Fe, basicamente com a composição Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe. E que a quantidade de precipitados aumenta com o aumento da temperatura. Já as investigações feitas com 80% de redução evidenciou que a 250°C obteve precipitados como, MgZn<sub>2</sub>(η), Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe, Al<sub>3</sub>Fe e FeAl<sub>3</sub>Si<sub>2</sub>. A 350°C observou-se fases ricas em Fe como Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe e altas taxas de recuperação dinâmica e a 450°C a maioria de precipitados de MgZn<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>CuMg, FeAl<sub>3</sub> e FeAl<sub>3</sub>Si<sub>2</sub>. Na Figura 15 observa-se a microestrutura da liga de alumínio AA7075 para temperaturas de laminação de 250°C, 350°C e 450°C e reduções de 50% e 80%.

Figura 15 - Microestrutura da liga AA 7075 obtida por laminação a quente (a) T=250°C, e  $\varepsilon$  50% (b) T=350°C e  $\varepsilon$  50% (c) T=450°C e  $\varepsilon$  50%(d) T=250°C e  $\varepsilon$  80% (e) T=350°C e  $\varepsilon$  80% (f) T=450°C e  $\varepsilon$  80%.



Fonte: Abolhasini et. al., 2011.

Em geral as propriedades mecânicas das ligas ferrosas e não ferrosas são determinadas por sua microestrutura (JESHVAGHANI et. al., 2014), ou seja, o processo de laminação influência diretamente nas propriedades dos materiais, como por exemplo, na resistência à corrosão, pois ambos estão ligados à microestrutura.

Ligas de alta resistência como a 7075 à temperatura mínima para ser processada gira em torno de 300°C para uma boa trabalhabilidade. No entanto, deve ser levado em conta que esta liga contém precipitados termicamente instáveis, e a temperatura de processamento pode alterar ou dificultar o processo de refinamento de grão esperado. Outro fato a ser considerado é que a tensão de cisalhamento é introduzida na superfície da amostra durante qualquer processo de laminação devido ao grande atrito entre os rolos e a amostra. Por conseguinte, as regiões da superfície das amostras laminadas exibem textura de cisalhamento (MANRIQUE, 2014).

Bo Wang (2015) realizou processo de laminação a frio na liga de alumínio AA 5052 com reduções de 15%, 33%, 46%, 60%, 75% e 87%. Nas reduções de 15% e 33% os grãos sofreram poucas mudanças, já os grãos que passaram por redução de 60% e especialmente 87% notou-se que os grãos foram alongados em direção da laminação. Também ressaltou que com o aumento da redução em área teve um aumento da quantidade de partículas de segunda fase. Quanto às propriedades mecânicas teve aumento da dureza e aumento da resistência a tração, quando a redução chega a 87% a resistência à tração chega a alcançar 325 MPa.

Na Figura 16 encontra-se microestrutura de uma liga de alumínio AA7075 não tratada e observa-se a presença de muitas partículas constituintes ao longo da direção de laminação, essas partículas foram identificadas como Al<sub>23</sub>CuFe<sub>4</sub>, Al<sub>2</sub>CuMg.



Figura 16- Microestrutura da liga de alumínio AA 7075 não tratada e laminada.

Fonte: Yue, 2005

## 2.5 Corrosão

Corrosão pode ser definida como deterioração de um material metálico por ação química ou eletroquímica do meio ambiente aliada ou não a esforços mecânicos. É um processo espontâneo e pode diminuir a durabilidade e desempenho dos materiais (GENTIL, 1996).

Pode definir ligas como a mistura de um ou mais metais ou elementos químicos. Estas ligas podem ser homogeneas, ou seja, quando tem a solubilização dos elementos de liga, formando uma única fase, ou ligas heterogeneas que se caracteriza por ter elementos químicos que não se solubulizam completamente e existem em fases separadas, formando mais de uma fase. As ligas homogêneas são mais resistentes à corrosão que as ligas heterogêneas (FONTANA, 1987). A Figura 17 a exibe fatores que levam a corrosão em metais.

Figura 17- Fatores que influenciam na resistência a corrosão nos metais.



Fonte: adaptado, Fontana (1987).

### 2.5.1 Comportamento eletroquímico do alumínio e da liga AA 7075

Processos de corrosão eletroquímica são mais frequentemente descritos na presença de água, onde há formação de uma célula eletroquímica em função dos movimentos dos elétrons do metal. Para as ligas de alumínio, a presença de elementos químicos como, Fe, Cu, Mn, Zn e Si, levam a uma redução da resistência a corrosão, pois é mais nobre, o que proporciona a formação de pares galvânicos (BISANHA, 2014).

O motivo pela boa resistência à corrosão do alumínio é a formação de uma camada passiva de óxido de alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) que é aderente à superfície do material e tem uma espessura de aproximadamente 10nm que pode variar em função da temperatura, elemento de liga e ambiente, geralmente tem uma espessura (FERRARI, 2011; DOS SANTOS, 2011; DAR WU, et. al., 2015), no entanto esta camada pode ser atacada se o meio for muito agressivo, como soluções ácidas, básicas ou contendo íons cloretos, no intervalo de 4 < pH < 9 que corresponde a um intervalo geralmente encontrado no meio ambiente (FONTANA, 2007; DOS SANTOS, 2011).O diagrama de Pourbaix na Figura 18 mostra a estabilidade termodinâmica do alumínio observa-se que para meios muito alcalinos ou muito ácidos a camada de óxido de alumínio não oferece proteção, e na faixa entre 4 < pH < 9 a camada passiva oferece proteção.

Figura 18 - Diagrama de Pourbaix potencial x pH para o alumínio com T = 25°C, em que mostra a região de passivação e corrosão.



Fonte: Gamboni, 2011.

A resistência à corrosão do alumínio puro tende a diminuir com redução do tamanho de grão em solução de cloreto de sódio, devido à rápida taxa de passivação. No entanto para ligas de alumínio fazer esta correlação é mais difícil, por causa da influência de vários fatores como contorno de grão, tamanho de grão e sua distribuição, homogeneidade composicional, quantidade e densidade de partículas constituintes (PANG, et al., 2016).

Durante o ensaio eletroquímico, onde se força o metal a se deslocar para potenciais mais oxidantes, provoca-se taxas de dissolução crescentes, e isto promove a reação eletroquímica anódica do alumínio. Em condições mais oxidantes metais que tendem a exibir uma transição ativa – passiva, verifica-se formação de óxidos e hidróxidos, que faz com que tenha uma redução da corrosão e baixas taxas de dissolução, ou seja, esta passividade protege a interface metal/solução, impedindo o contato entre meio e metal (RODRIGUEZ, 2003).

O processo anódico e catódico da corrosão de alumínio em 3,5% NaCl são dissolução de Al e redução de oxigênio dissolvido (Singh, 2014).

Al<sub>ads</sub>  $Al^{3+} + 3e^{-}$   $\frac{1}{2}O_{2+}H_2O + 3e^{-} \longrightarrow 3OH^{-} + \frac{1}{2}H_2$   $Al^{3+} + 3OH^{-} \longrightarrow Al(OH)_{3(ads)}$ Este hidróxido de Al, Al(OH)<sub>3</sub>, transforma em óxido:

 $Al^{3+} + 3OH^{-}$   $Al_2O_3.3H_2O$ 

O Al e suas ligas quando em presença do íon cloreto há uma desestabilização da camada passiva, o que leva a corrosão localizada do metal. E com relação a formação de pites estes que são iniciados preferencialmente por estes íons, que se introduzem na camada passiva (FERRARI, 2011).

O comportamento eletroquímico de um metal é em razão da tendência de um metal a passivação ou a oxidação. O estado de passivação se caracteriza por apresentar baixas densidades de corrente, ou seja, quanto menor o valor de i<sub>pass</sub> menor a taxa de corrosão do filme passivo e consequentemente maior será a proteção (RODRIGUEZ, et al., 2003).

# 2.5.2 Principais formas de corrosão na liga de alumínio AA 7075 em relação aos precipitados

O alumínio e suas ligas geralmente possuem uma boa resistência à corrosão, por isso tem grande aplicação em setores industriais como construções, automotiva, aeronáutica, química, alimentícia, superestruturas de embarcações, entre outras (FERRARI, 2011). A liga AA 7075-T6 tem empregabilidade no setor aeronáutico e estão sujeitas a corrosão, pois aeronaves trabalham sob fatores ambientais como umidade, chuvas, temperaturas e água salgada, e isto tem influência nas propriedades mecânicas da liga (NECSULISCU, 2011). Na indústria aeronáutica um dos maiores desafios com relação a manutenção é sobre a corrosão localizada induzida por fadiga e trincas que surgem devido à alta susceptibilidade das ligas de alumínio a ambientes agressivos (HUANG, et al., 2016).

A resistência à corrosão das ligas de alumínio pode ser influenciada pela composição da camada de óxido, e a adição de elementos como cromo, tântalo, zircônio ou nióbio, que pode aumentar à resistência a corrosão, pois formam óxidos que reduzem o acesso de ânions através do filme. Outro fator a ser considerado é a presença de heterogeneidades nos grãos do alumínio que afetam a continuidade da camada de óxido, como presença de precipitados intermetálicos decorrentes de processos termomecânicos e tratamentos térmicos. Fases como Al<sub>2</sub>Cu<sub>x</sub>Mg<sub>y</sub> e MgZn<sub>2</sub>, dissolvem em meios aquosos salinos provocando a formação de pites. Com relação aos elementos de liga cromo e manganês desempenha um caráter mais enobrecedor da liga, enquanto o cobre, ferro, níquel, chumbo e cobalto desempenham um efeito contrário. Na Tabela 7 encontra-se a relação entre resistência à corrosão e as ligas de alumínio (CODARO, 2006).

| Série | Tratamento | Elementos          | Elementos |      | Resistência a corrosão |     |  |
|-------|------------|--------------------|-----------|------|------------------------|-----|--|
|       | Térmico    | de liga            | Geral     | Pite | Esfoliação             | CST |  |
| 1XXX  | Todos      | Impurezas naturais | Е         | Е    | E                      | Ι   |  |
| 2XXX  | T3, T4, T8 | Cu                 | F         | Р    | Р                      | MS  |  |
| 3XXX  | Todos      | Mn, Mn+Mg          | Е         | Е    | E                      | Ι   |  |
| 4XXX  | Todos      | Si                 | F         | В    | В                      | В   |  |
| 5XXX  | A maioria  | Mn, Mg, Cr         | Е         | В    | В                      | I-R |  |
| 6XXX  | Todos      | Mg, Si             | Е         | В    | E                      | Ι   |  |
| 7XXX  | T6, T73    | Zn, Mg, Mn, Cu     | F         | F    | В                      | R   |  |

Tabela 7 - Relação entre formas de corrosão e composição das ligas de alumínio.

Fonte: Codaro, 2006.

Em que:

| T3, T4, T6:    | Endurecimento por envelhecimento |                         |
|----------------|----------------------------------|-------------------------|
| T8,T73:        | Superenvelhecimento              |                         |
| E: excelente   | B: bom                           | F: razoável             |
| P: pobre       | I: imune                         | CST: corrosão sobtensão |
| S: susceptível | R: resistente                    | MS: muito susceptível   |

A resistência à corrosão da liga de alumínio AA 7075 está associada com a presença de várias fases intermetálicas como, Al<sub>7</sub>CU<sub>2</sub>Fe, (Al, Cu)<sub>6</sub>(Fe, Cu), Al<sub>23</sub>CuMg, Al<sub>12</sub>(Fe, Mn)<sub>3</sub>Si, Mg<sub>2</sub>Si. As fases contendo Al, Zn e Mg são anódicos enquanto fases contendo Cu, Fe e Mn são catódicos em relação a matriz da liga de alumínio, o que favorece a formação de micro células de corrosão, dando início ao processo de corrosão localizada. A influência dos precipitados intermetálicos depende da diferença entre potenciais eletroquímicos entre as fases e a matriz de alumínio, o que implica em diferentes mecanismos de corrosão localizada, estes precipitados intermetálicos na superfície do metal deixa a camada passiva não homogênea o que faz com que haja aumento da susceptibilidade da corrosão por pite. Precipitados anódicos desempenham um papel importante na corrosão localizada das ligas de alumínio. O precipitado Mg<sub>2</sub>Si tem caráter fortemente anódico com relação à matriz da liga. Esta fase pode dar início à nucleação do pite (RYL, et al., 2014).

Os potenciais de corrosão dependem de fatores como acabamento superficial, pH, temperatura e tempo de imersão, por isso determina-se usar a faixa de valores de cada série sob determinado meio (CODARO, 2006). A Tabela 8 exibe os valores de potenciais para as séries 1XXX, 2XXX e 7XXX.

| Série | Ligas | Potencial |
|-------|-------|-----------|
| 1 XXX | 1100  | ~ -755    |
| 2 XXX | 2024  | ~ -730    |
| 7 XXX | 7075  | ~ -815    |

Tabela 8 - Potencial de corrosão em circuito aberto das séries das ligas de alumínio obtidos em solução NaCl 3,5% a 25°C.

Fonte: Codaro, 2006.

Outro ponto a destacar é que nas ligas de alumínio as fases intermetálicas podem ter um potencial diferente um do outro, isto ocorre devido à concentração de elementos químicos. E devido a diferença de potencial entre as fases quando a liga é imersa em meios contendo cloretos apresentam frequentemente corrosão localizada na forma de pites, intergranular ou por esfoliação. Os potenciais de corrosão de algumas fases estão representados na Tabela 9.

| Fase                | Potencial (V) |
|---------------------|---------------|
| $CuAl_2$            | -0,73         |
| CuMgAl <sub>2</sub> | -1,00         |
| MgZn <sub>2</sub>   | -1,05         |
| $Mg_2Al_3$          | -1,24         |
| Alumínio 1100       | -0,85         |

Tabela 9- Potencial de corrosão das fases intermetálicas obtidos em solução de NaCl 53g/L+H<sub>2</sub>O 3g/L.

Fonte: Codaro, 2006.

Ligas de alumínio de alta resistência como AA7075 exibe várias formas de corrosão localizada como corrosão galvânica, por pite, ou intergranular. Precipitados intermetálicos como Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe, geralmente encontradas nas ligas de alta resistência, tem um potencial de dissolução muito mais positivo que o metal base, e isso podem levar a formação de uma célula galvânica com a região adjacente (PANG, 2016).

Na Tabela 10 observa-se uma comparação de potenciais de partículas catódicas e anódicas, em que estas podem deslocar o potencial de corrosão para valores mais positivos ou negativos.

|                      | Partículas           | Ecorr (mV <sub>ECS</sub> ) |
|----------------------|----------------------|----------------------------|
|                      | Si                   | -170                       |
|                      | Al <sub>3</sub> Ni   | -430                       |
| Partículas Catódicas | Al <sub>2</sub> Cu   | -440                       |
|                      | Al <sub>3</sub> Fe   | -470                       |
|                      | Al <sub>6</sub> Mn   | -760                       |
| Partículas Anódicas  | Al                   | -840                       |
|                      | Al <sub>2</sub> CuMg | -910                       |
|                      | $MgZn_2$             | -960                       |
|                      | $Al_3Mg_2$           | -1150                      |
|                      | $Mg_2Si$             | -1190                      |

Tabela 10- Valores de potenciais de corrosão das partículas de segunda fase precipitadas nas ligas de Al.

Fonte: Abreu, 2016.

A resistência à corrosão das ligas da série 7XXX pode ser influenciada de acordo com o tratamento térmico. Geralmente é utilizado o tratamento T6 (envelhecimento artificial), porém a resistência à corrosão localizada é pobre. Para melhorar a resistência a corrosão é utilizada tratamentos de superenvelhecimento como T73, T76 e T74, (REDA, 2008).

Estudos realizado por Feng, et al. (2008) correlacionou tratamentos térmicos como T6 e T73 com T6I6 (130 °C, 80 min + 65 °C, 240 h+130 °C, 18 h), HTPP (Alta Temperatura de Pré- Precipitação) envelhecido (445 °C, 30 min+120 °C, 24 h), e a influência destes na corrosão intergranular e na corrosão por esfoliação por meio de análises da microestrutura da liga de alumínio 7075- T6. Observou-se por meio de microscopia eletrônica de transmissão (TEM) que as ligas com tratamentos T6 formam finos precipitados  $\eta'$  de alta densidade dentro do grão. O tratamento T73 é feito em dois estágios sendo o primeiro feito a uma temperatura de 120°C por 24 h (T6) em que as fases  $\eta'$  são precipitadas dentro do grão. E durante o segundo estágio de envelhecimento com temperatura de 160°C por 30h os precipitados  $\eta'$  são grosseiros e sua densidade diminui. Pode ser observado na Figura 19.

Figura 19 - Micrografias obtidas por microscopia de transmissão com os seguintes tratamentos de envelhecimento, (a) T6, (b) RRA, (c) T73.



Fonte: Feng, et al., 2008.

Depois de deixarem as amostras com diferentes tratamentos de envelhecimento imersos por 2 h em uma solução de 3,5% de NaCl, constataram que os precipitados η tornaram mais claros, o que indica que são atacados preferencialmente.

As amostras com tratamento T6 tiveram precipitados η distribuídos continuamente no contorno de grão, porém há uma atividade corrosiva resultante de uma reação galvânica entre precipitados anódicos e a periferia adjacente da liga base, aumentando a susceptibilidade a corrosão intergranular. Já para ligas com tratamento RRA, T73, T6I6 e HTPP os precipitados são distribuídos descontinuamente no contorno de grão o que faz com que diminua a susceptibilidade a corrosão intergranular. Na figura 20 e 21 é possível comparar a liga 7075 antes da imersão na solução 3,5% de NaCl antes da imersão e depois de 2h observa-se que os precipitados  $\eta$  estão com coloração mais clara indicando um ataque corrosivo.

Figura 20 - Micrografias obtida por microscopia de transmissão mostra a área em torno contorno de grão da liga 7075 T6.



Fonte: Feng, et al., 2008.

Figura 21 - Micrografias obtidas por microscopia de transmissão do contorno de grão da liga 7075-T6 (a) e depois de 2h (b) de imersão em 3,5% NaCl.



Fonte: Feng, et al., 2008.

Alguns tratamentos térmicos como recozimento, solubilização e envelhecimento, permitem obter ligas com diferentes microestruturas, a liga AlZnMgCu foi investigado em meio de NaCl 0,1 M por Sumodjo et al. (1992) e foi observado que apresentava potenciais de pites mais negativos que o alumínio com grau de pureza de 99,999% o que apontava para uma maior sensibilidade a corrosão localizada em NaCl (CODARO, 2006).

Muitas ligas metálicas são susceptíveis a corrosão por pites e dentre elas podemos destacar aço, ligas de titânio e alumínio. O pite é resultado de uma falha da camada passivadora, em que pode ser quebrada na presença de cloretos. Com relação à fadiga por corrosão pode ser feito as seguintes considerações (JONES, et al., 2008):

- Alguns ataques intergranular podem estar relacionados com a corrosão por pite;
- A forma de um pite (tamanho da área e profundidade) afeta a transição de pite para trinca;
- Proximidades dos pites também podem influenciar na transição de pite para trinca.

A propagação do pite em ligas de alumínio ocorre da seguinte forma, quando ligas de alumínio estão em meios contendo íons cloretos há maior propenção ao desenvolvimento de pites, pois estes íons são adsorvidos na camada natural de óxido seguido por uma ruptura deste filme em pontos fracos o que gera microtrincas (VARGEL, 2004).

Vargel (2004) descreve o mecanismo da formação de um pite, onde ocorre da seguinte maneira: o oxigênio é reduzido lentamente na área catódica, o filme passivo se rompe e o Al oxida rapidamente formando o cloreto AlCl<sup>4+</sup>.

As reações eletroquímicas para propagação do pite são:

Oxidação do anodo formado no interior do pite:

 $2Al \rightarrow 2Al^{3+} + 3e^{-1}$ 

Redução do cátodo fora da cavidade:

Água: 
$$\frac{2}{3}$$
O<sub>2</sub> + 3H<sub>2</sub>O +6e<sup>-</sup> → 6OH<sup>-</sup> ou

 $H^+: 6H^++6e^- \longrightarrow 3H_2$ 

Se o anodo e estável e localizado a corrosão iniciará processo de perfuração, formará uma cavidade, conhecido como pite. A formação de íons  $OH^-$  ou o consumo de íons  $H^+$  deixará um excesso de íons  $OH^-$  tornando o pH alcalino.

A reação químicageral para corrosão por pite no alumínio é:

$$2A1 + 3H_2O + \frac{3}{2}O_2 \longrightarrow 2Al(OH)_3$$

A Figura 22 apresenta os mecanismos de formação e propagação do pite.

Figura 22 - Mecanismos da corrosão por pite no alumínio.



Fonte: Vargel, 2004.

Com a dissolução do Al e formação do íon Al<sup>3+</sup> na parte inferior do interior do pite cria-se um campo elétrico que desloca os íons Cl<sup>-</sup> para o fundo do pite neutralizando a solução e formando cloretos Al.

A hidrólise de cloretos de alumínio é representado pela reação:

 $Al^{3+} + 3H_2O \longrightarrow Al(OH)_3 + 3H^+$ 

Levará a acidificação do fundo do pite até um pH <3. O meio torna-se agressivo, levando a autopropagação do pite.

No fundo do pite há uma alta concentração de íons Al<sup>3+</sup> que se difundirão em direção a abertura do pite, onde encontrarão um meio cada vez mais alcalino devido reações catódicas o que precipitará Al(OH)<sub>3</sub>. A redução de íons H<sup>+</sup> formará microbolhas de hodrogêrnio que empurram o produto de corrosão Al(OH)<sub>3</sub> para abertura do pite,formando um depósito branco.

No trabalho apresentado por Pang et.al. (2016) representado pela Figura 23 foi observado que após o ensaio de polarização potenciodinâmica em solução de 0.5M NaCl, notou-se que as partículas constituintes são fundamentais para o processo de nucleação do pite, que ocorre na matriz menos nobre.

Figura 23 - Nucleação do pite na liga de alumínio AA 7075 em diferentes processos, SR (como recebida), SA (FSP em ar), SW (FSP na água). FSP = Processo por fricção.



Fonte: Pang, 2016.

Os contornos de grão são mais susceptíveis a corrosão do que o interior do grão devido a heterogeneidade microestrutural. A região de contorno de grão de uma liga de alumínio pode conter precipitados e também uma região livre de precipitados, e ambos apresentam uma diferença eletroquímica em relação ao interior do grão (EL-AMOUSH, 2008).

A corrosão intergranular é causada pela formação de microcélulas galvânicas entre os precipitados e a matriz. Os precipitados podem ser anódicos ou catódicos em relação à matriz, dependendo da sua composição. Pode ser, também, considerado como agente da corrosão intergranular a dissolução anódica de Mg(ZnCuAl)<sub>2</sub> (EL-AMOUSH, 2008).

Outro tipo de corrosão muito encontrado em ligas de alumínio de alta resistência mecânica é a corrosão sobtensão (CST), este tipo de corrosão ocorre por meio da interação de três aspectos que são o meio corrosivo que a liga se encontra, tensão

aplicada e microestrutura. Nas ligas de alumínio devido à formação de precipitados incoerentes e semicoerentes fazem com que haja propagação da corrosão a partir do contorno de grão (MENDES, 2012).

A corrosão sobtensão nas ligas de alumínio da série 2XXX e 7XXX podem levar a fraturas, as razões da susceptibilidade são teor do soluto, neste caso é importante ter um controle da composição química (CODARO, 2006).

Reda (2008) descreve em sua revisão que as medidas eletroquímicas em ligas de alumínio AA 7075 e 7150 na condição T6 em solução desaerada de NaCl, houve duas quebras de potenciais na polarização potenciodinâmica. Onde a quebra ativa de potencial da liga AA7075 foi associada com corrosão intergranular (CIG) e uma quebra nobre de potencial com pite na matriz. E a susceptibilidade da corrosão intergranular (CIG) ao tratamento T6 para segregação e enriquecimento do soluto de Mg e Zn em regiões de contorno de grão.

### 2.5.3 Técnicas Eletroquímicas

A corrosão nos metais é causada pela reação eletroquímica entre meio aquoso e metal (ou liga). Nos metais os átomos são compostos por elétrons livres e podem se deslocar por meio dele (metal). Na fase aquosa podem encontra-se as seguintes espécies, íons positivos (cátions) e íons negativos (ânions) (VARGEL, 2004).

Na interface entre metal e eletrólito, a transferência de carga elétrica leva a reações eletroquímicas. Representado pela Figura 24.





Fonte: Vargel, 2004.

Na interface de um material a ocorrência de reações eletroquímicas é dependente do potencial de eletrodo na qual a superfície está exposta, e a avaliação da varredura contínua do potencial que a superfície está exposta, assim como o proporcional registro da corrente gerada, possibilita o estudo eletroquímico do material. Com estes parâmetros é possível obter a curva de polarização para cada material (WOLYNE, 2013).

#### 2.5.3.1 Curvas de polarização potenciodinâmica

A técnica de polarização potenciodinâmica, onde se obtém curvas de polarização, a varredura do potencial pode ser acima do potencial de corrosão (potencial de circuito aberto) ou em potenciais abaixo de potencial de corrosão, onde predominam reações catódicas. Os fatores que podem influenciar o ensaio eletroquímico são: velocidade de varredura, composição da solução, tempo de imersão anterior a varredura de potencial e temperatura (WOLYNE, 2013). Curvas de polarização potenciodinâmica sobcontrole potenciostático fornecem informações importantes, tais como, potencial de corrosão, potencial de corrosão, densidade de corrente de corrosão etc.

Essa curva gerada é por uma lenta varredura linear de potencial para valores mais positivos, é chamada de curva de polarização potenciodinâmica ou quase estacionária. E está representada na Figura 25.



Figura 25 - Curva de polarização esquemática para aços inoxidáveis.

Fonte: Sedriks, 1979.

Na região catódica da curva de polarização a dissolução do metal é lenta e apresenta um pequeno ataque eletroquímico, observa-se uma corrente baixa. Quando se atinge o potencial de corrosão ( $E_{corr}$ ) há um potencial de equilíbrio entre a região catódica e anódica caracterizado por reações simultâneas catódicas e anódicas, onde encontra-se as correntes catódicas ( $i_c$ ) e anódicas ( $i_a$ ) na superfície do metal, estas apresentam mesma magnitude compondo a corrente de corrosão ( $i_{corr}$ ). O potencial de corrosão ( $E_{corr}$ ) indica que taxa de oxidação é igual taxa de redução.

Quando o potencial é aumentado para valores acima do potencial de corrosão, até um potencial chamado de potencial de passivação ( $E_{pp}$ ), a densidade de corrente aumenta até um atingir um valor crítico, chamado de densidade de corrente de transição ativa-passiva ( $i_c$ ). Na região ativa-passiva há dissolução ativa do metal, caracterizada pela adsorção ativa do oxigênio presente na solução. No intervalo de potencial e de densidade de corrente ocorre a formação de uma película (ou filme) de óxido ou hidróxido (SZKLARSKA-SMIALOWSKA, 1986).

Acima do potencial de passivação observa-se que a densidade de corrente tem uma brusca diminuição, nesse ponto a corrente é chamada de densidade de corrente passiva,

onde permanece constante até o potencial de ruptura (Epit). Nessa faixa de potencial, conhecida como faixa de potencial passivo, o filme permanece intacto. No entanto se o potencial for continuamente aumentado acima dessa faixa de potencial de passivação, a densidade de corrente voltará a aumentar acentuadamente, evidenciando a quebra do filme passivo. E pode ocorrer nas seguintes situações (SZKLARSKA-SMIALOWSKA, 1986; SEDRIKS 1979):

- Decomposição eletroquimica da camada passiva, quando o potencial de repassivação (E<sub>t</sub>) é atingido.
- Danificação do filme passivo em pontos discretos, quando o potencial atinge o valor o potencial de pite. Aços inoxidáveis, alumínio, cromo e suas ligas são susceptíveis a corrosão por pite em ambientes contendo cloretos.

#### 2.5.3.2 Extrapolação de Tafel

Consiste na extrapolação das retas de Tafel catódicas e anódicas, e no ponto de encontro devem ser traçadas duas retas perpendiculares, uma em relação ao eixo de potencial, determinando o potencial de corrosão (Ecorr) e outra em relação à densidade de corrente, determinando a densidade de corrente de corrosão (icorr) (FONTANA, 1987; SEDRIKS, 1979).

Por meio da extrapolação da reta de Tafel podem-se obter informações quantitativas do processo de corrosão. Este método consiste em polarizações potenciodinâmicas no sentido anódico e catódico, onde gera ramos anódicos e catódicos, numa curva de polarização de sobretensão em função do logaritmo da densidade de corrente. A intersecção da extrapolação destes ramos gera um par de coordenadas, fornecendo valores de  $E_{corr}$  e  $i_{corr}$ . A Figura 26 ilustra a curva de Tafel.

Figura 26 - Curvas de polarização potenciodinâmica e extrapolação das retas de Tafel para determinação do potencial de corrosão ( $E_{corr}$ ) e da densidade de corrente de corrosão ( $i_{corr}$ ).



Fonte: Soares, 2014.

# **3 METODOLOGIA EXPERIMENTAL**

Como descrito no fluxograma, primeiramente realizou-se tratamento de solubilização da liga de alumínio AA 7075 – T6 para posterior processo de conformação por laminação, em seguida tratamento térmico de envelhecimento artificial. Durante todas as etapas de tratamento térmico e conformação foi feito o ensaio de microdureza.

Para análise da microestrutura foi utilizado microscopia eletrônica de varredura (MEV), difratometria de raios x, e microscopia ótica (MO) nas amostras nas seguintes condições como recebida, solubilizada, conformada por laminação a frio com três reduções em área e envelhecimento artificial e por último ensaio de corrosão.

### 3.1 Materiais

O material utilizado na pesquisa foi uma chapa da liga comercial de alumínio, da série AA 7075, em que o principal elemento de liga é o zinco. A chapa já estava na condição T651, ou seja, envelhecida artificialmente e com tratamento de alívio de tensões. Foi fornecida pela Casa Stell aços especiais Ltda, com a seguinte dimensão, 6,35x100,00 mm. Na Tabela 11 se encontra a composição da liga de alumínio AA7075.

Tabela 11- Composição química da liga de Al AA 7075-T6.

|   | Cu        | Mg         | Mn       | Si      | Fe      | Cr          | Zn        | Ti       |
|---|-----------|------------|----------|---------|---------|-------------|-----------|----------|
|   | 1,2 a 2,0 | 2,1 a 2,9  | Máx. 0,3 | Máx.0,4 | Máx.0,5 | 0,18 a 0,28 | 5,1 a 6,1 | Máx. 0,2 |
| _ |           | 11 1 1 1 6 | 1 1000   | 1.0     |         |             |           |          |

Fonte: ASM Handbook Metals, 1992 vol.2.

# 3.2 Procedimento experimental

O procedimento experimental deste trabalho seguiu os processos descritos nos fluxogramas representados pelas Figuras 27, 28 e 29.





Fonte: autora.

Figura 28- Fluxograma do procedimento experimental para caracterização da liga AA 7075.



Fonte: autora.

Figura 29- Fluxograma do procedimento experimental para ensaio eletroquímico.



Fonte: autora.

### 3.2.1 Tratamento térmico

Inicialmente seccionou-se a chapa de alumínio nas 6,48x100 mm por um disco da marca STRUERS para posterior tratamento térmico de solubilização. Os parâmetros utilizados para o tratamento de solubilização foram os mesmos utilizados por Mahathaninwong, et al. (2011).

Para a realização do tratamento térmico de solubilização utilizou-se um forno sem atmosfera controlada com rampa de aquecimento de 30°C/min da marca Jung, modelo N1200 do Laboratório de Materiais e Metalurgia, na Figura 30. As condições 450°C por 4h, em seguida resfriado em água e álcool 46, na proporção de 40% água e 60% álcool, a solução estava a uma temperatura abaixo de 0°C, para evitar o envelhecimento natural da liga.

Figura 30 - Forno Jung N1200, utilizado para os tratamentos térmicos, Laboratório de Materiais e Metalurgia - UNIFEI.



Fonte: autora.

Para manter a estabilidade microestrutural e não ocorrer o envelhecimento natural das amostras após tratamento de solubilização foram acondicionadas em um freezer da marca METALFRIO, modelo DA550 em temperatura inferior a -20°C do Laboratório de Materiais e Metalurgia –UNIFEI.

Após o processo de conformação mecânica foi realizado tratamento de envelhecimento artificial. Os parâmetros adotados foram 120°C por 24h, de acordo com ASM Handbook vol.2 (1992).

### 3.2.2 Laminação a frio

Após o tratamento térmico de solubilização a 450°C por 4h, a liga foi submetida a laminação a frio com três reduções em área: 25%, 54% e 75%. Para o cálculo da redução da espessura da chapa de alumínio utilizou-se a equação 1.

$$\% RA = \frac{A0 - Af}{A0} x100 \tag{1}$$

Em que:

A0 =área inicial, ou seja, área original;

Af = área final, valor da área deformada;

RA = redução em área em mm.

Utilizou-se o laminador da marca Coelho, modelo LE-300, com cilindros de 350 mm, uma volta do cilindro corresponde a 0,5 mm, representado pela Figura 31 Este equipamento encontra-se no Laboratório de Materiais e Metalurgia - LMM no Instituto de Engenharia Mecânica na Universidade Federal de Itajubá.

Figura 31 - Laminador. Marca Coelho, modelo LE-300.



Fonte: autora

### 3.2.3 Ensaio eletroquímico

Para o ensaio eletroquímico as amostras de alumínio AA 7075 estavam na condição como recebida, envelhecida naturalmente, solubilizada, conformada e envelhecida artificialmente, com as seguintes reduções (25% e 75%). As amostras foram lixadas com grana de 1200 mesh e lavadas com álcool. A temperatura utilizada no ensaio foi de 26°C. O meio usado como eletrólito para a análise foi a solução 3,5% NaCl, pH aproximadamente de 6. Foi utilizada uma célula eletroquímica de três eletrodos, Composta por: um contra eletrodo (CE) que constitui-se em um fio de platina em espiral, com diâmetro de 0,5 mm, o eletrodo de referência (RE) (Ag/AgCl), saturado em solução de KCl, e o eletrodo de trabalho (WE) são as amostras de alumínio em condições já descritas acima. Para o eletrodo de trabalho foi utilizado um porta eletrodo de teflon. A área de contato amostra-eletrólito desse porta amostra é de 34,41mm<sup>2</sup>.

Utilizou-se para obter as curvas de polarização potenciodinâmica o potenciostato/galvanostato da marca AUTOLAB, modelo PGSTAT 128N e o software NOVA 1.10. As técnicas eletroquímicas utilizadas foram: curva de polarização potenciodinâmica, (E x Log (i)). As curvas de polarização, foram obtidas na faixa de os -1,4V a -0,2 V (Ag/AgCl), com taxa de varredura de 0,001 V/s. Os ensaios foram realizados no laboratório de eletroquímica da Universidade Federal de Itajubá.

Na Figura 32 observa-se a montagem da célula eletroquímica e a figura 33 o potenciostato/galvanostato utilizado no ensaio eletroquímico.

Figura 32- Célula eletroquímica utilizada no ensaio de corrosão. Em que a) eletrodo de referência Ag/AgCl; b) porta amostra de teflon, com amostras em estudo; c) fio de platina como contra eletrodo.



Fonte: autora.

Figura 33- Potenciostato/Galvanostato, PGSTAT 128N AUTOLAB.



Fonte: autora.

# 3.2.4 Preparação metalográfica

As amostras foram seccionadas por um disco de corte da marca STRUERS. As amostras CR e EA foram embutidas a quente com resina baquelite em uma embutidora da marca Aerotec-PRE e modelo 30I, a 100°C, com duração média de 15 minutos, cabe ressaltar que as amostras que não passaram pelo tratamento de solubilização não foram embutidas a quente.

As amostras foram lixadas, com granas de 400, 600, 800 e 1200 mesh. Para este procedimento utilizou-se o equipamento da marca Arotec-Aropol e modelo 2V.

As ligas de alumínio são de difícil polimento e utilizar somente a pasta diamantada e solução de diamante não produz resultado satisfatório, para ter um acabamento satisfatório é necessário também polir com sílica coloidal. Foram utilizadas após a solução de diamante de 1µm a pasta diamantada de 1µm e 3µm e por último a sílica coloidal de 0,03 µm. As Tabelas 12 e 13 mostram de maneira simplificada os passos utilizados para lixamento e polimento.

Tabela 12- Procedimentos para lixamento das amostras de Al AA 7075

|   | Lixamento    | Estágio 1 | Estágio 2 | Estágio 3 | Estágio 4 |
|---|--------------|-----------|-----------|-----------|-----------|
|   | Tamanho do   |           |           |           |           |
|   | abrasivo     | 400       | 600       | 800       | 1200      |
| _ | Lubrificante | Água      | Água      | Água      | Água      |
|   | Força        | Manual    | Manual    | Manual    | Manual    |
|   | Tempo (min)  | 5         | 5         | 5         | 5         |

Fonte: autora.

Tabela 13 - Procedimentos para o polimento das amostras de Al AA 7075

| Polimento               | Estágio 1           | Estágio 2 | Estágio 3       |
|-------------------------|---------------------|-----------|-----------------|
| Tamanho do Lubrificante |                     |           |                 |
| (μm)                    | 1                   | 1 e 3     | 0,03            |
|                         |                     | Pasta de  |                 |
| Tipo de lubrificante    | Solução de diamante | diamante  | Sílica Coloidal |
| Força                   | Manual              | Manual    | Manual          |
| Tempo (min)             | 15                  | 15        | 15              |

Fonte: autora

Após lavagem e secagem das amostras foi utilizado o reagente Keller para revelar a microestrutura da liga de Al AA7075, com as seguintes concentrações: ácido fluorídrico (0,5%), ácido clorídrico (1,5%), de ácido nítrico (2,5%).

## 3.2.5 Ensaio de Microdureza Vickers

Os ensaios de microdureza foram realizados em todas as etapas do procedimento experimental, para avaliar se os parâmetros utilizados nos tratamentos térmicos estavam corretos. Foram realizadas 10 medições em cada amostra. A carga utilizada foi de 200gf

ou 1.96N, a média de tempo de cada indentação é de 15 s. O equipamento utilizado foi microdurômetro Vickers da marca Time modelo TH 712 do Laboratório de Materiais e Metalurgia – UNIFEI, representado pela Figura 34.



Figura 34 - Microdurômetro Vickers marca Time, modelo TH 712.

Fonte: autora.

### 3.2.6 Microscopia óptica

Utilizado para obter imagens da evolução da microestrutura das amostras tratadas termicamente e laminadas. O equipamento utilizado foi o microscópio óptico da marca OLIMPUS BX41M-LED, pertence ao Laboratório de Materiais e Metalurgia da UNIFEI.

### 3.2.7 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A caracterização via MEV foi utilizada para detectar a morfologia dos precipitados formados e o EDS, que é acoplado ao MEV, a composição química destes nas amostras como recebida, após conformação mecânica por laminação e tratamento de envelhecimento artificial. Era de interesse analisar as fases dissolvidas no eutético durante tratamento térmico de solubilização. O microscópio utilizado para o
procedimento é da marca Zeiss, modelo EVO MA15, que pertence ao Laboratório de Caracterização Estrutural do

Instituto de Engenharia Mecânica da UNIFEI, está representada na figura 35.

Figura 35 - Microscópio eletrônico de varredura. Marca Zeiss, modelo EVO MA15.



Fonte: Mendes, 2016.

#### 3.2.8 Difratometria de Raios X

A face superficial das amostras como recebida, solubilizada, conformadas por laminação a frio e envelhecidas artificialmente, foram medidas pelo difratômetro de raios X da marca Panalytical, modelo X'Pert Pro, no Laboratório de caracterização Estrutural do Instituto de Engenharia Mecânica da UNIFEI. Utilizou-se os seguintes parâmetros, passos de 0,02 graus, com início em 10° até 100° com tempo de contagem de 0,5 segundos por passo. A necessidade de um curto tempo foi devido às amostras estarem solubilizadas, e quanto menor o tempo de exposição menor seria a taxa de envelhecimento das amostras.

A Figura 36 mostra o difratômetro utilizado para análise das amostras.



Figura 36- Difratômetro da marca Panalytical, modelo X'Pert Pro.

Fonte: Mendes, 2016.

### **4 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

## 4.1 Caracterização microestrutural da liga de Al 7075 – T6 na condição de como recebida

#### 4.1.1 Análise por Microscopia Óptica (MO)

A evolução da microestrutura da amostra da liga AA 7075 CR foi observada por microscopia óptica. Nas Figuras 37 e 38 observa-se a microestrutura da liga comercial, com ataque químico.

Nas Figuras 37 e 38 da liga comercial de Al AA 7075 – T6 como recebida, com corte longitudinal em direção à laminação, nota-se contornos de grãos alongados e bem definidos, indicando uma textura. Nota-se também a presença de precipitados, mais escuros e globulares e outros finamente dispersos ao longo da matriz e nos contornos de grão e também alguns precipitados mais claros distribuídos no interior dos grãos e nos contornos.

Figura 37 - Imagem de microscopia óptica da direção superficial da liga de Al AA 7075 na condição de como recebida, (CR) com ataque químico, reagente Keller por 15s e ampliação de 100 x.



Figura 38 - Imagem de microscopia óptica da direção longitudinal da liga de Al AA 7075 na condição de como recebida, (CR) com ataque químico, reagente Keller por 15s e ampliação de 100 x.



Fonte: autora.

4.1.2 Análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectrometria por energia dispersiva (EDS)

A Figura 39 representa a microestrutura da amostra Al 7075 –T6 CR, na direção superficial.

Observa-se que na amostra CR há grande quantidade de precipitados os de maior número atômico são mais brilhantes, há também precipitados na coloração cinza e outros mais escuros, o que confere com resultados encontrados por Zhang (2013) e Rometsch, Zhang e Knight (2014).

Quanto a morfologia dos precipitados percebe-se que estão em forma de discos e plaquetas distribuídos de forma uniforme pela matriz  $\alpha$  (Al).

Figura 39 - Micrografia obtida por MEV no modo BSD da direção superfícial da amostra Al 7075-T6 CR, sem ataque químico, exibe a morfologia dos precipitados.



Fonte: autora.

A Figura 40 mostra o espectro da amostra CR, onde observa-se os principais elementos de liga contidos na amostra CR. E a A Tabela 14 mostra a porcentagem dos elementos químicos da amostra CR AA 7075-T6, e nota-se que os valores exibidos estão dentro dos padrões comerciais.





| Elementos | % em peso normalizado | Desvio – padrão % em peso |
|-----------|-----------------------|---------------------------|
| Al        | 90,66                 | 4,15                      |
| Zn        | 5,26                  | 0,27                      |
| Mg        | 2,89                  | 0,19                      |
| Cu        | 1,26                  | 0,12                      |

Tabela 14- Composição química semiqualitativa e semiquantitativa da amostra CR AA7075 – T6, obtida por EDS.

Fonte: autora.

A Figura 41 exibe mapeamento realizado pela técnica de espectrometria de energia dispersiva (EDS) da liga CR e de das fases presentes.

O resultado do mapeamento por EDS da liga CR AA 7075-T6 exibe os principais elementos de liga, como Zn (azul claro), Mg (azul escuro) e Cu (verde) distribuídos de maneira homogênea na matriz de Al (vermelho), e fases mais grosseiras com maior composição em Fe (amarelo).

Figura 41- (a) Microestrutura da liga Al 7075-T6 CR, sem ataque (b) mapeamento dos principais elementos de liga (Zn, Mg, Cu).



Fonte: autora.

A Figura 42 é referente aos precipitados da amostra CR que estão identificadas pelos pontos de 1 a 6. E a Tabela 15 mostra a composição química obtida por EDS de cada precipitado.

O ponto 1 fase constituinte, mais grosseira na coloração cinza claro apresenta em sua composição uma alta quantidade de Cu, e de acordo o autor (FONTANA, 2004) devido o teor alto de Cu pressupõe ser a fase Al<sub>2</sub>CuMg, outra hipótese é que devido ao teor de Fe poderia ser a uma fase grosseira Cu<sub>2</sub>FeAl<sub>7</sub> (MAHATHANINWONG et al.,2011).

O ponto 2 possui os mesmos elementos de liga que o ponto 1, porém maior quantidade de Fe, o que indica ser uma fase rica em Fe e difícil difusão no Al, forma-se a fase Cu<sub>2</sub>FeAl<sub>7</sub>, com Zn e Mg dissolvidos.

O ponto 3 precipitado pequeno e mais brilhante que os outros, que de acordo com resultados encontrados por (ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT 2014 ; ZHANG 2013; FONTANA 2004) e sua composição química pressupõem ser a fase de endurecimento  $MgZn_2$  ou a fase T  $Al_2Mg_3Zn_3$  (MAHATHANINWONG et al.,2011). A mesma hipótese se aplica a fase representada pelo ponto 4 que apresenta morfologia e composição semelhante ao ponto 3

Ponto 5 fase constituinte de forma irregular e grosseira apresenta grande quantidade de Fe, que pode ser proveniente do processo de solidificação, e reagem com os elementos de liga e formam fases como (Cu,Fe)Al<sub>6</sub> e Cu<sub>2</sub>FeAl<sub>7</sub> (ZHANG, et al. 2013).

Ponto 6 localizado na matriz e não nas fases apresenta valores de Zn e Mg dentro dos padrões das ligas comerciais.

Figura 42 - Morfologia por MEV das fases encontradas na amostra CR AA7075-T6.



| Elemento | Ponto 1         | Ponto 2         | Ponto 3         | Ponto 4         | Ponto 5         | Ponto 6       |
|----------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|---------------|
|          | % peso<br>norm. | % peso norm.  |
| Al       | 75,48 +/- 3,72  | 76,52+/-3,57    | 91,65+/- 4,02   | 91,49+/-4,12    | 74,93+/- 3,57   | 91,43+/- 4,20 |
| Zn       | 3,55+/- 0,17    | 4,11+/- 0,20    | 5,45+/- 0,26    | 5,68+/- 0,28    | 3,68+/- 0,24    | 5,68+/-0,30   |
| Mg       | 2,28+/- 0,16    | 1,71+/-0,13     | 2,9+/-0,19      | 2,83+/-0,19     |                 | 2,89+/-0,20   |
| Cu       | 12,65+/- 0,41   | 4,56+/-0,21     |                 |                 | 5,15+/-0,28     |               |
| Fe       | 6,05+/-0,21     | 13,1+/-0,41     |                 |                 | 16,25+/-0,54    |               |

Tabela 15 - Composição química semiqualitativa e semiquantitativa obtido por EDS das fases da amostra CR.

Fonte: autora.

# 4.2 Caracterização microestrutural da liga de Al 7075-T6 na condição solubilizada

4.2.1 Análise por Microscopia Óptica (MO)

As Figuras 43 e 44 são refrentes a amostra solulilizada (S), sem ataque químico e com ataque químico respectivamente.

Pela observação da microestrutura da amostra S em comparação a CR, nota-se uma diminuição dos precipitados na matriz, isto se deve ao fato que durante o tratamento de solubilização houve uma dissolução dos elementos de liga. Nota-se precipitados maiores de coloração cinza e partículas escuras mais grosseiras Figura 43- Imagem de microscopia óptica da amostra da liga de Al AA7075 solubilizada (S) sem ataque químico, com ampliação de 100 x.



Fonte: autora.

Figura 44 - Imagem de microscopia óptica da amostra de Al AA7075 solubilizada (S), ataque químico com reagente Keller por 20s, com ampliação de 100 x.



4.2.2 Análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectrometria por energia dispersiva (EDS)

A figura 45 é referente à análise realizada por MEV no modo BSD da amostra na condição solubilizada a 450°C por 4h. Houve dissolução dos elementos de liga, pois teve uma diminuição das fases presentes, porém observa-se que algumas fases não foram solubilizadas, uma explicação é que a temperatura não foi alta o suficiente para ocorrer difusão dos elementos de liga, pois há várias fases presentes na liga e estas possuem temperatura de solubilização diferente, ou a solubilização total desta seja impossível.

Sabe-se que Zn e Mg tem alta difusão no Al enquanto Cu possui uma taxa de difusão mais lenta, Fe possui baixa solubilidade no Al, então pode ser que estas fases tenham elementos como Fe e Cu, já a fase endurecedora (MgZn<sub>2</sub>) composta pelos elementos de liga Zn e Mg, pode ter se dissolvido.

É possível notar que estes intermetálicos apresentam formas irregulares e não estão distribuídos uniformemente, estão aglomerados em grupos ao longo da matriz. Assim como na amostra CR há presença de intermetálicos mais brilhantes, cinza claro e partículas escuras.

Figura 45-Micrografia obtida por MEV no modo BSD da direção superficial da amostra S (450°C/4h), sem ataque químico.



Fonte: autora.

A Figura 46 (a) mostra a morfologia dos eprecipitados na amostra solubilizada a 450°C por 4h e (b) exibe o mapeamento pela técnica de espectrometria de energia dispersiva (EDS), onde observa-se os principais elementos químicos presentes na amostra Al 7075-T6 solubilizada.

Nota-se ausência do Fe, em comparação com a amostra CR, os precipitados maiores ou fases constituintes são de forma irregular e constituídos basicamente pelo Zn (azul claro) e também se encontra disperso na matriz de Al (vermelha) assim como os elementos Cu (verde) e Mg (azul escuro). Como já descrito, a liga foi solubilizada a 450°C por 4h.

Figura 46 - (a) Microestrutura da liga Al 7075-T6 S, sem ataque (b) mapeamento dos principais elementos de liga (Zn, Mg, Cu).



A Figura 47 mostra a morfologia das fases da amostra de Al 7075-T6 solubilizada que estão identificadas pelos pontos de 1 a 3. A Tabela 16 exibe a composição química obtidas por EDS de cada fase representada pelos pontos 1,2 e 3.

O ponto 1 é uma fase rica em Fe, como foi seguido os parâmetros de solubilização do artigo de Mahathaninwong et al. (2011) era esperado grande quantidade de partículas contendo em sua fase os elementos Al-Cu-Fe, e observou que com aumento do tempo de solubilização tinha uma diminuição dessas partículas. Já os autoraes Lin, Zhang e Song (2016), falam que precipitados grossseiros insolúveis são frequentemente da fase Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe. Estas partículas de forma irregular são primeiramente formadas na fundição ou processo de solidificação resultantes da interação entre elementos de liga e elementos de impureza como o Fe.

Ponto 2, com forma arredonda e mais escuro pode ser a fase eutética Mg (Zn, Cu, Al)<sub>2</sub>, que não se dissolve a baixas temperaturas, a presença de O pode ser explicado ao fato da amostra ter sido armazenada em uma solução de água e álcool em um freezer com temperaturas negativas para evitar o processo de envelhecimento, e pode ter dado início ao processo de oxidação.

Ponto 3 referente a matriz com a presença dos principais elementos de liga, Zn, Mg e Cu.



Figura 47- Morfologia por MEV das fases da amostra de Al 7075-T6 solubilizada a 450°C por 4h.

| Elemento | Ponto 1% peso norm. | Ponto 2 % peso norm. | Ponto 3 % peso norm. |
|----------|---------------------|----------------------|----------------------|
| Al       | 65,73 +/- 3,13      | 75,8 +/- 3,83        | 89,3 +/- 4,14        |
| Zn       | 3,6 +/- 0,15        | 5,24 +/- 0,23        | 6,02 +/- 0,26        |
| Mg       | 0,73 +/- 0,07       | 2,55 +/- 0,18        | 3,2 +/- 0,21         |
| Cu       | 6,95 +/- 0,24       | 1,28 +/- 0,09        | 1,48 +/- 0,11        |
| Fe       | 22,23 +/- 0.62      |                      |                      |
| 0        |                     | 15,13 +/- 2,39       |                      |
| Mn       | 0,76 +/- 0,06       |                      |                      |

Tabela 16 - Composição semiqualitativa e semiquantitativa obtida por EDS encontradas na amostra de Al 7075-T6 solubilizada a 450°C por 4h.

Fonte: autora.

# 4.3 Caracterização da amostra de liga de Al 7076-T6 conformada por laminação a frio

4.3.1 Laminação a frio

Após o tratamento térmico de solubilização a 450°C por 4h, a liga foi submetida à laminação a frio com três reduções em área: 25%, 54% e 75%. Os pontos 1, 2 e 3 representam os locais onde foram retiradas as amostras. A Tabela 17 mostra a relação da espessura inicial da chapa expõem os valores das reduções em área.

Tabela 17- Relação da espessura inicial da chapa de alumínio AA 7075 e a porcentagem de redução em área.

| Espessura Inicial<br>(mm) | N° de passes | Redução de<br>espessura<br>(mm/passe) | RA (%) |         |
|---------------------------|--------------|---------------------------------------|--------|---------|
| 6,48                      | 0            | 0                                     | 0      |         |
| 5,92                      | 1            | 0,56                                  | 8,64   |         |
| 5,14                      | 2            | 0,78                                  | 20,7   |         |
| 4,88                      | 3            | 0,26                                  | 25     | Ponto 1 |
| 4,02                      | 4            | 0,86                                  | 37,96  |         |
| 2,95                      | 5            | 1,07                                  | 54     | Ponto 2 |
| 2,03                      | 6            | 0,92                                  | 68,7   |         |
| 1,6                       | 7            | 0,43                                  | 75     | Ponto 3 |

Fonte:autora.

Foi dado em média duas voltas no cilindro (1 mm) por passe.

#### 4.3.2 Análise por microscopia óptica (MO)

As Figuras 48, 49 e 50 são imagens obtidas por microscopia óptica da direção superficial da liga após conformação por laminação a frio com as seguintes reduções em área 25%, 54% e 75%.

Após tratamento de solubilização as amostras passaram pelo processo de laminação a frio, com redução em área de 25%, 54% e 75%, pelas análises realizadas por microscopia óptica é possível observar que devido ao aumento da redução em área há aumento na quantidade de precipitados, o que pode ser explicado pelo aumento da energia de deformação para amostras com maiores reduções que favorece a formação de precipitados. Outra explicação é que as amostras com maiores reduções em área ficaram mais expostas ao meio atmosférico, o que contribui com a precipitação da segunda fase.

Figura 48- Imagem de microscopia óptica da direção superficial da amostra de Al 7075-T6 laminada a frio com redução em área de 25%, sem ataque químico com ampliação de 100 x.



Figura 49-Imagem de microscopia óptica da direção superficial da amostra de Al 7075-T6 laminada a frio com redução em área de 54%, sem ataque químico, com ampliação de 100 x.



Fonte: autora.

Figura 50 - Imagem de microscopia óptica da direção superficial da amostra de Al 7075-T6 laminada a frio com redução em área de 75%, sem ataque químico, com ampliação de 100 x.



### 4.3.3 Análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectrometria por energia dispersiva (EDS)

As Figuras 51, 52 e 53 são referentes a micrografia obtida por MEV das amostras conformadas por laminação a frio com redução de 25%, 54% e 75% respectivamente.

Na Figura 51 da amostra solubilizada e laminada a frio com redução em área de 25% observa-se que houve um aumento dos intermetálicos, ou seja, mesmo com uma pequena deformação houve energia necessária para a nucleação dos intermetálicos, que se concentram preferencialmente próximo aos contornos de grão. Diferente da amostra solubilizada é possível ver contornos de grão e a presença de pequenos intermetálicos, ou dispersóides ao longo deles, e outros intermetálicos maiores de formas irregulares.

A Figura 52 se refere à amostra laminada a frio com redução em área de 54%, verifica-se aumento de finas partículas intermetálicas ou dispersóides, prefrencialmente ao longo dos contornos de grão, e precipitados maiores com morfologia irregular no interior e nos contornos de grão. Este fenômeno se deve ao aumento da deformação e com isso houve maior energia para a nucleação dos intermetálicos. A amostra laminada a frio com redução de 75% representada pela Figura 53 segue o raciocínio das outras amostras deformadas, logo com uma maior deformação maior é a quantidade de intermetálicos, estes estão distribuídos de forma mais uniforme ao longo da matriz  $\alpha$  (Al).

Figura 51- Micrografia obtida por MEV no modo BSD, da direção superficial da amostra de Al 7075-T6 com redução em área de 25%, sem ataque químico.



Fonte: autora.

Figura 52- Micrografia obtida por MEV no modo BSD, da direção superficial da amostra de Al 7075-T6 com redução em área de 54%, sem ataque químico.



Figura 53-Micrografia obtida por MEV no modo BSD, da direção superficial da amostra de Al 7075-T6 com redução em área de 75%, sem ataque químico.



Fonte: autora.

A Figura 54, (a) mostra a morfologia dos precipitados das amostras solubilizadas e laminadas a frio com redução em área de 25% (b) exibe o mapeamento pela técnica de espectrometria de energia dispersiva (EDS), onde observa-se os principais elementos químicos presentes nas amostras de Al 7075-T6 com redução em área de 25%.

O mapeamento obtido por EDS da amostra com redução em área de 25% observa-se uma grande quantidade de finos precipitados com coloração clara e mais brilhante distribuídos no interior e nos contornos de grão. Também nota-se presença de fases grosseiras contendo Fe (amarelo) e Cu e (verde) e outras mais escuras contendo Mg (azul escuro), e precipitados de Zn(azul claro), Mg e Cu distribuídos homogeneamente ao longo da matriz Al(vermelho). Figura 54- (a) Microestrutura da liga Al 7075-T6 solubilizada e laminada a frio com redução em área de 25%, sem ataque (b) mapeamento dos principais elementos de liga (Zn, Mg, Cu).



Fonte: autora.

A Figura 55 mostra a morfologia das fases da amostra de Al 7075-T6 solubilizada e laminada com redução em área de 25% que estão identificadas pelos pontos 1 ao 4. A Tabela 18 exibe a composição química obtida por EDS de cada fase representada pelos pontos 1, 2, 3 e 4.

O ponto 1 referente a fase com morfologia mais arredondada e mais brilhante em comparação aos outros, tem em sua composição os elementos Al, Zn, Mg e Cu e pode ser a fase eutética Mg(Zn, Cu, Al)<sub>2</sub>, . A concentração de O pode ser explicado pelo fato da amostra ter sido armazenada em uma solução água e álcool em baixa temperatura para evitar o envelhecimento da liga, e isto ter iniciado um processo corrosivo.

O ponto 2 correspondente ao precipitado de coloração escura parecendo uma inclusão tem os mesmos elementos químicos do ponto 1 mais o Si, porém nota-se

aumento da quantidade de Mg, de acordo com o autor Mahathaninwong et al. (2011) estas fases podem  $MgSi_2$  resultante do superaquecimento da fase  $Mg(Zn, Cu, Al)_2$ .

O ponto 3 precipitado irregular e grosseiro coloração cinza, é uma fase rica em Fe e como já citado anteriormente pode ser a fase Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe, com elemento Zn dissolvido.

O ponto 4 referente a matriz possui os elementos Zn, Mg e Al, devido a presença destes elementos de liga pode ser a fase T ( $Al_2Mg_3Zn_3$ ). E a presença do O é devido ao armazenamento da amostra em uma solução água e álcool, em temperaturas negativas, isto pode ter dado início a um processo corrosivo.

Figura 55- Morfologia obtido por MEV das fases presentes na amostra de Al 7075-T6 solubilizada e laminada a frio com redução em área de 25%.



|           | Ponto 1 % peso | Ponto 2 % peso | Ponto 3 % peso | Ponto 4 % peso |
|-----------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| Elementos | norm.          | norm.          | norm.          | norm.          |
| Al        | 63,69 +/- 3,65 | 40,63 +/- 2,08 | 55,74 +/- 2,81 | 89,83 +/- 4,26 |
| Zn        | 16,51 +/- 0,70 | 4,67 +/- 0,24  | 3,88 +/- 0,21  | 5,65 +/- 0,28  |
| Mg        | 7,18 +/- 0,53  | 29,51 +/- 1,73 |                | 2,84 +/- 0,20  |
| Cu        | 10,3 +/- 0,47  | 2,54 +/- 0,16  | 6,5 +/- 0,28   |                |
| 0         | 2,31 +/- 0,84  | 5,79 +/- 1,29  |                | 1,67 +/- 0,61  |
| Si        |                | 16,86 +/- 0,80 |                |                |
| Fe        |                |                | 20,63 +/- 0,64 |                |

Tabela 18- Composição química semiqualitativa e semiquantitativa obtida por EDS das fases da amostra de Al 7075-T6 solubilizada e laminada a frio com 25% de redução em área.

Fonte: autora.

A Figura 56, (a) mostra a morfologia dos precipitados das amostras solubilizadas e laminadas a frio com redução em área de 54% (b) exibe o mapeamento pela técnica de espectrometria de energia dispersiva (EDS), onde observa-se os principais elementos químicos presentes nas amostras de Al 7075-T6 com redução em área de 54%. Os precipitados grosseiros e aglomerados com coloração mais clara e brilhante contém Zn (azul claro) em sua composição e nota-se também fases grosseiras com predominância de Fe (amarelo) e dispersóides próximos ao contorno de grão e precipitados no interior do grão uniformemente distribuídos contendo Zn (azul claro), Cu (verde) e Mg (azul escuro) ao longo da matriz de Al (vermelho).

Figura 56 - (a) Microestrutura da liga Al 7075-T6 solubilizada e laminada a frio com redução em área de 54%, sem ataque (b) mapeamento dos principais elementos de liga (Zn, Mg, Cu).



Fonte: autora.

A Figura 57 mostra a morfologia das fases da amostra de Al 7075-T6 solubilizada e laminada com redução em área de 54% que estão identificadas pelos pontos 1 ao 4. A Tabela 19 exibe a composição química obtida por EDS de cada fase representada pelos pontos 1, 2, 3 e 4.

O ponto 1 se refere ao precipitado mais arredondado na coloração cinza mais claro, e pela análise de sua composição química observa-se grande presença de Cu e Mg, e segundo Fontana (2004) pode ser a fase S (Al<sub>2</sub>CuMg).

O ponto 2 referente ao conjunto de precipitados onde há grande quantidade de Cu, também há alementos como Al, Zn e Mg, a fase que possui estes elementos é a fase eutética Mg(Zn,Cu,Al)<sub>2</sub> (MAHATHANINWONG et al.,2011).

O ponto 3 refere ao precipitado de forma irregular e com uma coloração cinza mais escuro, há maior quantidade de Fe podendo ser proveniente da fundição ou processo de solidificação que relacionam com elementos de liga, como já citado anteriormente, formando fases ricas em Fe como Cu<sub>2</sub>FeAl<sub>7</sub>, Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe e Al<sub>2</sub>CuMg (LIN, ZHANG, SONG; 2016). E observam-se precipitados mais finos e mais brilhantes junto a este, que por meio do mapeamento pode-se dizer ser o Zn e Mg.

O ponto 4 é relacionado a matriz e nota-se presença do Al e dos elementos de liga principais da liga Zn e Mg. Devido a presença de elementos Zn e Mg pode ser a fase T  $(Al_2Mg_3Zn_3)$ .



Figura 57- Morfologia obtido por MEV das fases presentes na amostra de Al 7075-T6 solubilizada e laminada a frio com redução em área de 54%.

Fonte: autora.

Tabela 19 - Composição química semiqualitativa e semiquantitativa obtida por EDS das fases da amostra de Al 7075-T6 solubilizada e laminada a frio com 54% de redução em área.

|           | Ponto 1 % peso | Ponto 2 % peso | Ponto 3 % peso | Ponto 4 % peso |
|-----------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| Elementos | norm.          | norm.          | norm.          | norm.          |
| Al        | 43,98 +/- 2,04 | 60,55 +/- 2,93 | 74,32 +/- 3,63 | 91,88 +/- 4,31 |
| Zn        |                | 4,03 +/- 0,18  | 3,95 +/- 0,19  | 5,28 +/- 0,27  |
| Mg        | 15,2 +/- 0,83  | 10,69 +/- 0,63 | 1,6 +/- 0,13   | 2,83 +/- 0,20  |
| Cu        | 40,82 +/- 1,10 | 24,72 +/- 0,74 | 4,73 +/- 0,21  |                |
| Fe        |                |                | 15,39 +/- 0,47 |                |

A Figura 58, (a) mostra a morfologia dos precipitados das amostras solubilizadas e laminadas a frio com redução em área de 75% (b) exibe o mapeamento pela técnica de espectrometria por energia dispersiva (EDS), onde observa-se os principais elementos químicos presentes nas amostras de Al 7075-T6 com redução em área de 75%. Observa-se que as fases mais grosseiras assim como nas outras amostras é composto por Fe (amarelo) e outras fases de forma mais arredondado composto por Cu (verde) e Zn (azul claro). Solutos de Mg (azul escuro) se concentram nos contornos de grão.

Figura 58 - (a) Microestrutura da liga Al 7075-T6 solubilizada e laminada a frio com redução em área de 75%, sem ataque (b) mapeamento dos principais elementos de liga (Zn, Mg, Cu).



A Figura 59 mostra a morfologia das fases da amostra de Al 7075-T6 solubilizada e laminada com redução em área de 75% que estão identificadas por pontos de 1 ao 5. A Tabela 20 exibe a composição química obtida por EDS de cada fase representada pelos pontos 1 ao 5 na micrografia obtida por MEV.

O ponto 1 é relacionado a fase de coloração cinza mais escuro com morfologia não regular. É uma fase rica em Fe e Cu composta por Al-Cu-Fe, como a fase Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe, e os elementos Zn e Mg dissolvidos.

Ponto 2 é o precipitado com morfologia arredondada de coloração cinza pode ser a fase Al<sub>2</sub>CuMg.

Ponto 3 corresponde ao precipitado intermediário (ou dispersóide) pressupõem ser a fase eutética Mg (Zn, Cu, Al)<sub>2</sub>.

Ponto 4 é uma que fase contém alta porcentagem de Si e Mg de morfologia irregular e escura, que segundo o autor Mahathaninwonget al. (2011) é uma partícula residual Mg<sub>2</sub>Si, oriunda do superaquecimento da fase eutética Mg (Zn, Cu, Al)<sub>2</sub>. Outros autores falam são poros que se formam durante o tratamento de solubilização (CURLE, GOVENDER, 2010). Em outro estudo realizado por Curle, Cornish, Govender (2016) diz que esta fase contendo Mg-Si-O tem dois compostos Mg<sub>2</sub>Si e SiO<sub>2</sub>.

O ponto 5 é relativo a matriz e apresenta elementos típicos como Al, Zn e Mg.

Figura 59 -Morfologia obtida por MEV das fases presentes na amostra de Al 7075-T6 solubilizada e laminada a frio com redução em área de 75%.



Fonte: autora.

| Tabela 20- Composição química semiqualitativa e semiquantitativa obtida por EDS das |
|---|
| fases da amostra de Al 7075-T6 solubilizada e laminada a frio com 75% de redução em |
| área.   |

|          | Ponto 1 % peso | Ponto 2 %      | Ponto 3% peso  | Ponto 4 % peso | Ponto 5 % peso |
|----------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| Elemento | norm.          | peso norm.     | norm.          | norm.          | norm.          |
| Al       | 67,73 +/- 3,32 | 53,93 +/- 2,42 | 61,43 +/- 6,67 | 68,08 +/- 3,32 | 91,31 +/- 4,22 |
| Zn       | 3,48 +/- 0,19  |                | 18,44 +/- 0,80 | 3,9 +/-0,22    | 5,63 +/- 0,33  |
| Mg       | 0,94 +/- 0,09  | 12,97 +/- 0,72 | 7,98 +/- 0,61  | 10,48 +/-0,62  | 3,06 +/- 0,22  |
| Cu       | 7,23 +/- 0,29  | 33,1 +/- 0,96  | 12,15 +/- 0,55 |                |                |
| Fe       | 20,73 +/- 0,63 |                |                |                |                |
| 0        |                |                |                | 8,36 +/- 1,73  |                |
| Si       |                |                |                | 9,24 +/- 0,45  |                |

Fonte: autora.

A Figura 60 tem uma ampliação maior, o que possibilitando a visualização da morfologia de fases menores da amostra de Al 7-75-T6 com 75% redução em área., que estão representados pelos pontos 1 e 2. A Tabela 21 exibe a composição química obtida por EDS de cada fase representada pelos pontos 1 e 2 na micrografia obtida por MEV.

O ponto 1 contém elementos de liga como Zn, Mg e Cu, o que segundo Fontana (2004) pode ser a fase M varia de  $MgZn_2$  até AlCuMg e pode ser descrita como Mg(Al, Cu, Zn)<sub>2</sub>.

O ponto 2 apresenta composição semelhante ao precipitado representado pelo ponto 1, porém com morfologia mais arredondada, então provavelmente deva ser a fase M também. Figura 60 - Morfologia obtida por MEV das fases presentes na amostra de Al 7075-T6 solubilizada e laminada a frio com redução em área de 75%.



Fonte: autora.

Tabela 21- Composição química semiqualitativa e semiquantitativa obtida por EDS das fases da amostra de Al 7075-T6 solubilizada e laminada a frio com 75% de redução em área.

|          | Ponto 1 % peso | Ponto 2 % peso |
|----------|----------------|----------------|
| Elemento | norm.          | norm.          |
| Al       | 81,37 +/- 4,62 | 81,24 +/- 4,35 |
| Zn       | 9,38 +/- 0,38  | 9,33 +/- 0,35  |
| Mg       | 4,79 +/- 0,35  | 4,86 +/- 0,33  |
| Cu       | 4,46 +/- 0,21  | 4,58 +/- 0,20  |

# 4.4 Caracterização da amostra de Al 7075-T6 na condição de envelhecida naturalmente

4.4.1 Análise por microscopia óptica (MO)

As Figuras 61 e 62 são imagens obtidas por microscopia óptica da direção superficial da liga Al 7075-T6 solubilizada e envelhecida naturalmente por 4 semanas.

Observa-se pela técnica de MO que há vários precipitados grosseiros ao longo dos contornos e interior dos grãos. E também formação de algumas fases de coloração cinza de forma irregular podendo ser precipitados de endurecimento.

Figura 61-Imagem de MO da liga de Al 7075-T6 EN, sem ataque químico com ampliação de 200x.



Figura 62- Imagem de MO da liga de Al 7075-T6 EN, com ataque químico por reagente Keller, ampliação de 100 x.



Fonte: autora.

### 4.4.2 Análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectrometria por energia dispersiva (EDS)

A Figura 63 é referente a micrografia da amostra de Al 7075-T6 envelhecida naturalmente obtida por MEV. Esta amostra foi solubilizada a 450°C por 4h e envelhecida naturalmente (EN) por 4 semanas, ou seja, houve precipitação em temperatura ambiente, verifica-se a presença de intermetálicos grosseiros em comparação com as amostras que foram deformadas, estes são de coloração cinza e outros de forma mais arredondada e coloração escura.

Ligas da série 7XXX como a 7075 o tratamento de envelhecimento natural são identificadas com a sigla W devido a grande instabilidade ao envelhecimento em temperatura ambiente, exibem alterações de suas propriedades mecânicas ao longo do tempo (ASM HANDBOOK, 1992).

Figura 63 - Micrografia obtida por MEV no modo BSD, da direção superficial da amostra de Al 7075-T6 solubilizada a 450°C por 4h e EN, sem ataque químico.



Fonte: autora.

A Figura 64, (a) mostra a morfologia dos precipitados da amostra solubilizada e envelhecida naturalmente (b) exibe o mapeamento pela técnica de espectrometria por energia dispersiva (EDS), onde observa-se os principais elementos químicos presentes nas amostras de Al 7075-T6 EN. Verifica-se que fases constituintes mais grosseiras assim como nas outras amostras é composta basicamente por Fe (amarelo) e Cu (verde), já os elementos Zn (azul claro) e Mg( azul escuro) se encontram dispersos na matriz de Al (vermelho).

Figura 64- (a) Microestrutura da liga Al 7075-T6 solubilizada e EN, sem ataque (b) mapeamento dos principais elementos de liga (Zn, Mg, Cu).



Fonte: autora.

A Figura 65 exibe a morfologia das fases presentes na amostra de Al 7075-T6 EN, representadas pelos pontos 1 ao 5. A Tabela 22 a composição química das fases da amostra EN.

O ponto 1 fase escura de morfologia arredondada que de acordo com Mahathaninwong (2011) pode ser a fase  $Mg(Zn, Cu, Al)_2$  Fe e Si são impurezas provenientes do processo de solidificação.

O ponto 2 fase constituinte grosseira irregular com alto teor de Fe pressupõem ser a fase (Cu,Fe)Al<sub>6</sub>, com Zn dissolvido.

O ponto 3 fase grosseira com composição semlhante ao ponto 2 logo mesma fase.

O ponto 4 fase pequena em comparação ao ponto 2 e 3 logo trata-se de um dispersóide segundo os autores Fontana (2004) e Atkinson, Burke e Vaneetveld (2008), devido sua composição ter elementos como Zn, Cr, Mn, Mg, Cu deve ser a fase Mg(Zn,Cu, Al)<sub>2</sub> e fase E que é composta por Al<sub>18</sub>Mg<sub>3</sub>Cr<sub>2</sub>. Fe e Si são elementos de impureza.

O ponto 5 referente a matriz com os elementos típicos da liga, como Zn, Mg e Cu.

Figura 65- Morfologia obtida por MEV das fases presentes na amostra de Al 7075-T6 solubilizada a 450°C por 4h e EN por 4 semanas.



Fonte: autora.

Tabela 22- Composição química semiqualitativa e semiquantitativa obtida por EDS das fases da amostra de Al 7075-T6 solubilizada e EN.

|          | Ponto 1 % peso | Ponto 2 % peso | Ponto 3% peso | Ponto 4 % peso | Ponto 5 % peso |
|----------|----------------|----------------|---------------|----------------|----------------|
| Elemento | norm.          | norm.          | norm.         | norm.          | norm.          |
| Al       | 52,02 +/- 2,15 | 66,51 +/- 3,09 | 74,77 +/-3,30 | 75,56 +/- 3,94 | 89 +/- 4,21    |
| Zn       | 6,47 +/- 0,22  | 4,1 +/- 0,26   | 4,59 +/- 0,24 | 3,65 +/-0,16   | 6,13 +/- 0,29  |
| Mg       | 12,21 +/- 0,61 |                |               | 2,4 +/-0,17    | 3,18 +/- 0,22  |
| Cu       | 4,89 +/- 0,18  | 7,54 +/-0,35   | 5,58 +/- 0,25 | 4,67 +/-0,18   | 1,68 +/- 0,13  |
| Fe       | 1,13 +/- 0,07  | 21,85 +/-0,67  | 15,06 +/-0,46 | 7,07 +/-0,24   |                |
| Si       | 0,66 +/- 0,06  |                |               | 0,73 +/-0,07   |                |
| Cr       |                |                |               | 2,19 +/-0,10   |                |

### 4.5 Caracterização microestrutural da liga de Al 7075-T6 com redução em área de 25% e 75% e envelhecida artificialmente

#### 4.5.1 Análise por microscopia óptica (MO)

As Figuras 66 e 67 são imagens obtidas por microscopia óptica da direção superficial da liga Al 7075-T6 solubilizada a 450°C por 4h, laminada a frio com redução em área de 25% e envelhecida artificialmente a 120°C por 24h. Observa-se um aumento da quantidade de precipitados na coloração preta e um aumento de tamanho destes e dispersóides com cinza mais escuro em ralação a liga base. Na Figura 67 com ataque químico nota-se que precipitados mais escuros encontram-se preferencialmente nos contornos de grão. Estes precipitados estão representados pelas setas vermelhas.

Figura 66 -Imagem de MO da liga de Al 7075 solubilizada a 450°C por 4h com redução em área de 25% e envelhecida artificialmente a 120°C por 24h, sem ataque químico, com ampliação de 200x.



Figura 67- Imagem de MO da liga de Al 7075 solubilizada a 450°C por 4h com redução em área de 25% e envelhecida artificialmente a 120°C por 24h, com ataque químico por reagente Keller, com ampliação de 50x.



Fonte: autora.

As Figuras 68 e 69 são imagens obtidas por microscopia óptica da direção superficial da liga Al 7075-T6 solubilizada a 450°C por 4h, laminada a frio com redução em área de 75% e envelhecida artificialmente a 120°C por 24h.

Na Figura 68 da amostra com redução de 75% e envelhecida artificialmente a 120°C por 24h, pela análise da microestrutura obtida por microscopia óptica observa-se uma quantidade de precipitados na coloração preta parecida com a amostra somente conformada com redução de 75%, porém observa-se um aumento de tamanho dos precipitados. Uma explicação para este fenômeno é que devido à elevada redução houve uma alta energia de deformação, o que ajuda na reação de precipitação, ou seja, há uma nucleação dos precipitados e estes crescem em tempos menores, mas como manteve os mesmos parâmetros de tratamento, houve um crescimento dos precipitados.

Já na Figura 69 com ataque químico observa-se grande quantidade de precipitados espelhados na matriz e que estes se encontram nos contornos e no interior dos grãos. E também é possível observar que os grãos foram alongados em direção à laminação.

Figura 68 - Imagem de MO da liga de Al 7075 solubilizada a 450°C por 4h com redução em área de 75% e envelhecida artificialmente a 120°C por 24h, sem ataque químico, com ampliação de 100x.



Fonte: autora.

Figura 69 - Imagem de MO da liga de Al 7075 solubilizada a 450°C por 4h com redução em área de 75% e envelhecida artificialmente a 120°C por 24h, com ataque químico por reagente Keller, com ampliação de 50x.


# 4.5.2 Análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectrometria por energia dispersiva (EDS)

A Figura 70 é referente à micrografia da amostra de Al 7075-T6 com redução em área de 25% e envelhecida artificialmente obtida por MEV. E a Figura 71 refere-se a amostra Al 7076-T6 com redução em área de 75% e envelhecida artificialmente.

A Figura 70 corresponde à amostra solubilizada a 450°C por 4h, conformada com redução em área de 25% e envelhecida artificialmente a 120°C por 24h, percebe-se uma diminuição das partículas finas em comparação a amostra apenas conformada com 25% redução em área, e aumento da quantidade dos precipitados na cor cinza claro.

Assim como a amostra com 25% de redução em área e EA a com 75% redução em área e EA ilustrada na Figura 71, também houve diminuição dos precipitados mais finos ao longo dos contornos de grão e aumento dos precipitados na coloração cinza claro, que são mais brilhantes que outros precipitados. E por comparação observou-se que houve aumento de tamanho do precipitado mais escuro de forma mais arredondada, como teve maior deformação e os parâmetros de envelhecimento foi o mesmo para as duas amostras deformadas, este precipitado aumentou de tamanho. Figura 70 - Micrografia obtida por MEV no modo BSD, da direção superficial da amostra de Al 7075-T6 solubilizada a 450°C por 4h, laminada a frio com redução em área de 25% e EA a 120°C por 24h, sem ataque químico.



Fonte: autora.

Figura 71- Micrografia obtida por MEV no modo BSD, da direção superficial da amostra de Al 7075-T6 solubilizada a 450°C por 4h, laminada a frio com redução em área de 75% e EA a 120°C por 24h, sem ataque químico.



A Figura 72, (a) mostra a morfologia dos precipitados da amostra solubilizada a 450°C por 4h, laminada a frio com redução em área de 25% e envelhecida artificialmente a 120°C por 24h (b) exibe o mapeamento pela técnica de espectrometria por energia dispersiva (EDS), onde observa-se os principais elementos químicos presentes nas amostras de Al 7075-T6 com 25% de redução em área e EA. Observa-se fases constituintes mais grosseiras aglomeradas e dispesóides ao longo dos contornos de grão fases estas contendo Zn (azul claro), precipitados contendo Zn, Mg (azul escuro) e Cu( verde) dispersos na matriz de Al (vermelho), há também fases maiores que os dispersóides e menores que as constituintes com elemento Fe (amarela).

Figura 72- (a) Microestrutura da liga Al 7075-T6 solubilizada a 450°C por 4h, com redução em área de 25% e EA a 120°C por 24h, sem ataque (b) mapeamento dos principais elementos de liga (Zn, Mg, Cu).



Fonte: autora.

A Figura 73 mostra a morfologia das fases encontradas na amostra de Al 7075-T6 solubilizada a 450°C por 4h, laminada a frio com redução em área de 25% e envelhecida artificialmente a 120°C por 24h. A Tabela 23 exibe a composição química das fases representadas pelos pontos de 1 a 5.

O ponto 1 corresponde a fase grosseira e de forma irregular, as suposições são que deve ser a fase S Al<sub>2</sub>CuMg devido ao alto teor de Cu com o Zn dissolvido.

O ponto 2 fase grosseira porém menor que a fase representada pelo ponto 1 exibe o elemento Fe e devido ao tratamento térmico fases ricas em Fe se transformam em Al<sub>7</sub>CuFe.

O ponto 3 refere-se ao precipitado ou dispersóide de forma esfeoiral e coloração cinza e parece eauivaler a fase T Al<sub>2</sub>Mg3Zn<sub>3</sub>.

O ponto 4 é um dispersóide localizado no contorno de grão, pode ser a fase T que varia de  $Al_2Mg3Zn_3$  até  $Al_6CuMg_4$  e pode ser descrita como  $Mg_3(Al, Cu, Zn)_5$  (FONTANA, 2004).

O ponto 5 representa a matriz tem em sua composição os elementos principais da liga como Zn, Mg e Cu.

Figura 73- Morfologia obtida por MEV das fases presentes na amostra de Al 7075-T6 solubilizada a 450°C por 4h, laminada com 25% redução em área e EA a 120°C por 24h.



|           | Ponto 1 % peso | Ponto 2 %     | Ponto 3 %     | Ponto 4 %      | Ponto 5% peso |
|-----------|----------------|---------------|---------------|----------------|---------------|
| Elementos | norm.          | peso norm.    | peso norm.    | peso norm.     | norm.         |
| Al        | 54,51 +/- 2,69 | 80,9 +/- 3,8  | 84,22 +/-3,58 | 71,96 +/- 4,10 | 91,28 +/-4,34 |
| Zn        | 3,72 +/-0,18   | 4,75 +/-0,29  | 5,55 +/- 0,26 | 13,07 +/-0,64  | 4,88 +/- 0,22 |
| Mg        | 11,46 +/- 0,68 | 2,01 +/-0,17  | 5,37 +/-0,30  | 5,86 +/- 0,45  | 2,74 +/-0,19  |
| Cu        | 28,92 +/-0,87  | 3,86 +/-0,24  |               | 9,12 +/- 0,47  | 1,1 +/-0,09   |
| Fe        |                | 8,47 +/- 0,34 |               |                |               |
| Si        |                |               | 1,94 +/- 0,13 |                |               |

Tabela 23- Composição química semiqualitativa e semiquantitativa obtida por EDS das fases da amostra de Al 7075-T6 solubilizada a 450°C por 4h, laminada a frio com redução em área 25% e EA a 120°C por 24h.

A Figura 74, (a) mostra a morfologia dos precipitados da amostra solubilizada a 450°C por 4h, laminada a frio com redução em área de 75% e envelhecida artificialmente a 120°C por 24h (b) exibe o mapeamento pela técnica de espectrometria por energia dispersiva (EDS), nota-se que as fases mais grosseiras são compostas basicamente por Fe (amarelo) e Cu (verde) e aparecem em maior quantidade comparada à amostra com 25% redução em área e EA.

Figura 74- (a) Microestrutura da liga Al 7075-T6 solubilizada a 450°C por 4h, com redução em área de 75% e EA a 120°C por 24h, sem ataque (b) mapeamento dos principais elementos de liga (Zn, Mg, Cu).



Fonte: autora.

A Figura 75 mostra a morfologia das fases encontradas na amostra de Al 7075-T6 solubilizada a 450°C por 4h, laminada a frio com redução em área de 25% e envelhecida artificialmente a 120°C por 24h. A Tabela 24 exibe a composição química das fases representadas pelos pontos de 1 a 7.

O ponto 1 corresponde a uma fase grosseira de forma não regular, em comparação com os elementos com grande teor de Fe e Cu pode supor ser a fase Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe.

O ponto 2 fase com morfologia semelhante ao ponto 1porém apresenta uma pequena quantidade de Zn, então se trata da mesma fase com Zn dissolvido.

O ponto 3 fase coloração escura, como já discutido nos resultados anteriores se trata da fase com grande teor do elemento de impureza Si e forma 2 compostos Mg<sub>2</sub>Si e SiO<sub>2</sub>.

O ponto 4 trata-se de um dispersóide, estas fases endurecedoras geralmente tem em sua composição elementos como Zn, Cu, Mg, Cr e Mn, podendo ser as fases  $Al_{18}Cr_2Mg_{8,}$  também chamada de fase E, fase  $Mg_3(Al, Cu, Zn)_5$  com Fe e Mn dissolvidos.

O ponto 5 dispersóide com morfologia arredondada com alto teor de Cu, então é a fase Al<sub>2</sub>CuMg que é a fase S.

O ponto 6 fase grosseira e irregular, fase rica em Cu e Fe, então corresponde a fase Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe, com Zn dissolvido.

O ponto 7 localizado na matriz com os elementos Zn, Mg e Cu.

Figura 75- Morfologia obtida por MEV das fases presentes na amostra de Al 7075-T6 solubilizada a 450°C por 4h, laminada com 75% redução em área e EA a 120°C por 24h.



| Tabela 24 - Composição química semiqualitativa e semiquantitativa obtida por EDS das |
|--|
| fases da amostra de Al 7075-T6 solubilizada a 450°C por 4h, laminada a frio com      |
| redução em área 75% e EA a 120°C por 24h.  |

|           | Ponto 1 %      | Ponto 2 %         | Ponto 3 %    | Ponto 4 %    | Ponto 6%     | Ponto 5%     | Ponto 7%     |
|-----------|----------------|-------------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Elementos | peso norm.     | peso norm.        | peso norm.   | peso norm.   | peso norm.   | peso norm.   | peso norm.   |
| Al        | 61,56 +/- 2,63 | 65,16 +/-<br>2,99 | 61,64+/-3,04 | 60,15+/-2,65 | 72,08+/-3,46 | 71,3+/-3,08  | 90,84+/-4,23 |
| Zn        |                | 2,78+/-0,18       | 3,86+/-0,22  | 12,5+/-0,40  |              | 4,27+/-0,24  | 5,48+/-0,24  |
| Mg        |                |                   | 4,24+/-0,28  | 8,93+/-0,49  | 7,53+/-0,47  |              | 2,81+/-0,19  |
| Cu        | 11,94+/- 0,41  | 16,09+/-0,54      |              | 5,45+/-0,21  | 20,39+/-0,73 | 8,06+/-0,34  | 0,86+/-0,09  |
| Fe        | 26,51+/-0,71   | 15,98+/-0,49      |              | 1,09+/-0,08  |              | 16,37+/-0,49 |              |
| 0         |                |                   | 18,86+/-3,20 |              |              |              |              |
| Si        |                |                   | 11,39+/-0,55 |              |              |              |              |
| Cr        |                |                   |              | 9,24+/-0,28  |              |              |              |
| Mn        |                |                   |              | 2,64+/-0,11  |              |              |              |

#### 4.6 Ensaio Microdureza Vickers (HV)

O ensaio de microdureza é uma forma de analisar se houve dissolução dos elementos de liga durante o tratamento de solubilização, pois se espera que a microdureza diminua nesta etapa. E se houve aumento da densidade de discordâncias após conformação mecânica, neste caso espera-se um aumento da microdureza.

Foi aplicado o ensaio em todas as amostras da liga de alumínio AA 7075, como recebida, solubilizada, envelhecida naturalmente, laminada a frio com reduções em área de 25%, 54% e 75% e com a menor redução de 25% e maior 75% envelhecidas artificialmente. Estes processos já foram descritos no fluxograma acima. Foram feitas 10 medidas na superfície de cada amostra.

Abaixo se encontra a Tabela 25 com os valores das medidas e suas respectivas médias e desvios – padrão da amostra como recebida (CR), solubilizada (S) e envelhecida naturalmente (EN). Tabela 26 com valores das amostras laminadas (C) com redução em área de 25%, 54% e 75% e envelhecida artificialmente (EA).

| Medidas (HV) | CR    | S (450°C/4h) | EN    |
|--------------|-------|--------------|-------|
| 1            | 176,8 | 84,98        | 156,9 |
| 2            | 172,5 | 85,14        | 155,3 |
| 3            | 175,8 | 88,46        | 160,6 |
| 4            | 181,7 | 88,63        | 156,1 |
| 5            | 177,2 | 90,19        | 151,0 |
| 6            | 175,8 | 89,49        | 154,5 |
| 7            | 167,0 | 89,32        | 153,7 |
| 8            | 173,4 | 87,28        | 154,9 |
| 9            | 178,7 | 86,61        | 152,9 |
| 10           | 171,1 | 88,63        | 160,6 |
| Média        | 175,8 | 88,545       | 155,1 |
| Desvio       |       |              |       |
| Padrão       | 4,2   | 1,806        | 3,9   |

Tabela 25 - Valores da microdureza das amostras como recebida (CR), solubilizada (S) a 450°C por 4h e envelhecida naturalmente (EN) por 4 semanas.

| Medidas |        |        |        |             |            |
|---------|--------|--------|--------|-------------|------------|
| (HV)    | 25%(C) | 54%(C) | 75%(C) | 25%(C) e EA | 75(C) e EA |
| 1       | 127,8  | 150,3  | 161,9  | 139,5       | 154,5      |
| 2       | 123,2  | 150,3  | 160,6  | 139,2       | 160,2      |
| 3       | 124,6  | 148,0  | 159,4  | 138,5       | 156,5      |
| 4       | 124,3  | 154,0  | 160,6  | 141,6       | 159,8      |
| 5       | 118,6  | 154,1  | 163,1  | 136,9       | 159,8      |
| 6       | 122,9  | 152,9  | 157,7  | 142,3       | 157,3      |
| 7       | 119,6  | 153,7  | 160,6  | 145,8       | 154,5      |
| 8       | 127,2  | 157,3  | 159,4  | 143,0       | 158,1      |
| 9       | 124,6  | 159,8  | 148,0  | 142,3       | 158,5      |
| 10      | 127,5  | 153,0  | 163,6  | 141,9       | 156,5      |
| Média   | 124,45 | 153,35 | 160,6  | 141,75      | 157,7      |
| Desvio  |        |        |        |             |            |
| Padrão  | 3,13   | 3,43   | 4,4    | 2,58        | 2,1        |

Tabela 26 - Valores da microdureza das amostras solubilizadas e laminadas a frio (C) com redução em área de 25%, 54% e 75%, envelhecidas artificialmente (EA) a 120°C por 24h, nas reduções em área de 25% e 75%.

Observando os resultados das medidas nota-se uma grande redução na microdureza da amostra solubilizada comparada com a CR. Este resultado era o esperado, indica que houve dissolução dos elementos de liga na matriz. Os parâmetros de 450°C por 4h utilizados para o tratamento de solubilização foram baseados nos resultados por Mahathaninwong et al.(2011), que de acordo com sua pesquisa o tempo e temperatura ótimo para o tratamento de solubilização foi de 450°C/4h, pois observou que nesta faixa a fase eutética quase foi completamente dissolvida.

Na amostra CR obteve maior valor de microdureza, este resultado confere com valores encontrados na literatura.

Nas amostras conformadas por laminação a frio (C) o resultado encontrado também está dentro dos parâmetros, com um valor maior que a amostra S e menor do que a CR. Observa-se um aumento gradual com aumento da redução em área, este fenômeno deve ao alongamento dos grãos e maior volume de discordâncias, o que faz com que o material tenha uma maior resistência mecânica.

A amostra 25% C e EA obteve um aumento da microdureza, pode ser explicado com uma pequena redução em área começou a ter uma determinada energia de

deformação, no qual pode nuclear os precipitados, e com o tratamento de envelhecimento artificial aumentou a quantidade de precipitados.

Já a amostra 75% C e EA, obteve um valor ligeiramente menor do que a 75% C, esperava-se encontrar um valor superior. Uma explicação é que com a alta deformação do material, faz com que aumente a densidade de discordâncias, ou seja, há um aumento da energia interna do material por meio do encruamento. Esta energia faz com que inicie a reação de precipitação, podemos dizer que os precipitados nucleiam e crescem em tempos menores, e como o tempo utilizado do tratamento foi o mesmo que para ligas não conformadas, houve um aumento do tamanho dos precipitados.

A Figura 76 mostra a relação entre microdureza HV de todas as amostras com suas respectivas médias e desvio padrão.



Figura 76- Relação da microdureza obtida das amostras de Al AA7075.

### 4.7 Análise de difatometria por Raios X

Abaixo segue análise das amostras nas condições de CR, 25%, 54% e 75% C, onde na Figura 77 é possível observar que o pico (200) tem um arranjo preferencial e que após o tratamento de solubilização há um aumento na intensidade.

Figura 77- Difratograma das amostras CR, S, 25%C, 54%C e 75%C.



Fonte: autora.

Na Figura 78 ampliou-se o pico (200) observou-se um deslocamento para a esquerda. Com essa analise pode-se afirmar que houve solubilização dos elementos de liga, e as amostras que passaram pela laminação a frio seguiu o plano (200) preferencial da amostra solubilizada.

## Figura 78 - Ampliação do pico (200) do Difratograma obtido das amostras CR, S, 25%C, 54%C e 75%C.



Ângulo  $2(\theta)$ 

Fonte: autora.

A Figura 79 a seguir faz a comparação das amostras na condição de como recebida e tratada a 120°C por 24h com as reduções em área de 25% e 75%. Em que é possível reparar que amostra tratada com redução em área de 75% tende a voltar no estado T6, assim como a CR. Na Figura 80 com ampliação do pico (200) mais intenso se constata essa afirmação, onde há uma reorganização dos picos o que mostra a tendência ao retornar ao estado T6, observando o deslocamento do pico de difração para a direita. Se aumentasse o tempo ou temperatura de tratamento de envelhecimento teria um pico mais próximo da amostra CR. Já com redução de 25% não se observa a tendência a seguir o padrão T6 isto se deve a baixa deformação sofrida pela amostra.

Figura 79 - Difratograma das amostras CR, com redução em área de 25% e 75% e tratadas termicamente.



## Figura 80-Ampliação do pico (200) do Difratograma obtido das amostras CR, 25%EA e 75%EA.



Fonte: autora.

A Figura 81 faz a comparação das amostras na condição de solubilizada, tratada a 120°C por 24h com as reduções em área de 25% e 75%. Por meio desta comparação é possível verificar que amostra com 25%RA e envelhecida artificialmente segue padrão da solubilizada, com aumento da intensidade do pico (200) e diminuição (311). Já a amostra com 75% de redução em área e envelhecida artificialmente devido à alta deformação tende a voltar ao estado T6, fenômeno este observado pelo deslocamento do pico (200) de difração para a direita. A Figura 82 mostra ampliação do pico (200) onde exibe o comportamento deste a reduzir e deslocar para a direita.

Figura 81- Difratograma das amostras S com redução em área de 25% e 75% e tratadas termicamente



Fonte: autora.

# Figura 82- Ampliação do pico (200) do Difratograma das amostras S, 25%EA e 75%EA.



#### 4.8 Análise das Curvas de Polarização Potenciodinâmica

Para analisar as curvas de polarização potenciodinâmica é importante saber alguns conceitos como, potencial de corrosão ( $E_{corr}$ ) e densidade de corrente de corrosão ( $i_{corr}$ ), valores de  $E_{corr}$  mais negativos indicam que a amostra está mais susceptível a corrosão, assim como maiores valores de densidade de corrente ( $i_{corr}$ ). E obviamente quando há um deslocamento do potencial de ruptura ( $E_{pit}$ ) para valores mais positivos há aumento da resistência à corrosão (CODARO, 2006).

O ensaio eletroquímico foi realizado em meio desaerado, solução de 3,5%NaCl em peso com pH 6, ou seja, segundo diagrama de Pourbaix para o Al o ensaio foi realizado dentro da região de passivação.

A Figura 83 correspondente a curva de polarização potenciodinâmica da amostra CR exibe um potencial de corrosão ( $E_{corr}$ ) de aproximadamente -1,08V e densidade de corrente de corrosão ( $i_{corr}$ ) de aproximadamente 1,02 x 10<sup>-6</sup> A. Nota-se uma região de passivação bem nítida na faixa de -0,90 a -0,68 V Ag/AgCl e que após esse potencial há aumento abrupto da corrente indicando uma quebra do filme protetor, ou seja, acima do potencial de -0,68V Ag/AgCl está ocorrendo a dissolução do metal.





Fonte: autora.

Na Figura 84 exibe a curva da amostra solubilizada (S), há um pequeno deslocamento do  $E_{corr}$  para valores mais positivos, e a densidade da corrente de corrosão foi bem menor, i<sub>corr</sub> aproximadamente 0,62 x 10<sup>-6</sup> A, quase a metade da densidade de corrente da amostra CR, o que implica que a solubilizada irá corroer mais lentamente que a CR. A curva também exibiu uma região de passivação e o valor do potencial de pite  $E_{pit}$  foi bem próximo da CR. Nota-se também que após a quebra do filme protetor a amostra solubilizada tenta se repassivar, com uma pequena região de transpassivação por volta do potencial de -0,73V Ag/AgCl, após esse potencial observa-se quebra do filme, caracterizado pelo aumento da corrente.





Fonte: autora.

Na Figura 85 da amostra envelhecida naturalmente (EN) observa-se um potencial de corrosão  $E_{corr}$  mais positivo que da amostra CR e densidade de corrente  $i_{corr}$  com metade do valor da CR, o que indica que EN vai corroer mais lentamente que a CR. Por volta do potencial de -0,72 VAg/AgCl há rompimento do filme protetor.

No geral os valores e as características da curva da EN e da S foram bem parecidas, isto era esperado, pois amostra solubilizada começa a envelhecer naturalmente se ficar em temperatura ambiente.



Figura 85- Curva de polarização potenciodinâmica da amostra de Al 7075-T6 EN, em meio desaerado 3,5% NaCl e pH 6.

A Figura 86 é referente a amostra com redução em área de 25% e envelhecida artificialmente (EA). Observa-se uma nítida região de passivação que se estende até valor de potencial de aproximadamente -0,57 V(Ag/AgCl). Após esse potencial, chamado de potencial de pite ( $E_{pit}$ ) há uma ruptura do filme de proteção seguido por um aumento acentuado da densidade de corrente de corrosão que caracteriza uma transpassivação e ruptura do filme ocorre a potencial de -0,4 V (Ag/AgCl).





A Figura 87 mostra a curva de polarização da amostra com redução em área de 75% e envelhecida artificialmente (EA). Pode-se notar que potencial de corrosão tem um valor muito próximo da amostra com 25% e EA, mas com uma densidade de corrente de corrosão menor. Não se observa apresenta uma região de passivação nítida. O valor do potencial de pite é -0,79V (Ag/AgCl). E assim como as outras amostras após o potencial de pite há rompimento da camada protetora com abrupto aumento da corrente, com exceção da amostra com 25% que apresentou uma região de transpassivação.





Fonte: autora.

As avaliações foram separadas da seguinte maneira, CR com S e EN, pois estas só passaram por tratamento térmico e depois CR com a 25%EA e 75%EA, pois além de tratadas também foram laminadas.

A Figura 88 exibe a comparação das curvas das amostras de Al AA7075 na condição de CR, S e EN, e a Figura 89 na condição de CR, 25%EA e 75%EA. A Tabela x traz valores retirados da extrapolação da curva de Tafel.

Na comparação das curvas entre as amostras CR (azul) S (verde) e EN (vermelho) observa-se que a amostra como recebida está com potencial de corrosão ( $E_{corr}$ ) mais negativo e densidade de corrente mais alta e também demora mais para se passivar. Comparando com as amostras EN e S, é mais susceptível a corrosão.

Já as amostras EN e S possuem características semelhantes como potencial de ruptura ( $E_{pit}$ ) muito próximo assim como  $i_{pass}$  e densidade de corrente de corrosão ( $i_{corr}$ ). Estes valores estão exibidos na Tabela x e foram obtidos por meio da extrapolação da reta de Tafel.

Figura 88 - Comparação das curvas de polarização potenciodinâmica das amostras da liga de Al 7075-T6 na condição de CR, S e EN. Ensaio realizado em meio desaerado 3,5% NaCl e pH 6.



Fonte: autora.

A Figura 89 compara as amostras CR (azul), 25%EA (rosa) e 75%EA (verde) a que apresenta maior resistência à pite é a 25%EA, pois apresenta valor de potencial de pite mais positivo que as outras amostras, e apresenta região de passivação e transpassivação.

Considerando os valores de Ecorr mais negativo que pertence a amostra CR de

-1,08V(Ag/AgCl) e da mais positiva da EN de -0,92 V(Ag/AgCl) pode-se afirmar que segundo diagrama de Poubaix as curvas estão dentro da região de passivação, ou seja, só haverá corrosão se for aplicada corrente elétrica.

Figura 89 - Comparação das curvas de polarização potenciodinâmica das amostras da liga de Al 7075-T6 na condição de CR, 25%EA e 75%EA. Ensaio realizado em meio desaerado 3,5%NaCl e pH 6.



Com relação a microestrutura os precipitados formados durante tratamento térmico de envelhecimento artificial e durante a laminação das amostras tem muita influência no deslocamento do potencial ( $E_{corr}$ ) tanto para valores mais positivos quanto para valores mais negativos.

Os precipitados intermetálicos como Al<sub>3</sub>Fe e Al<sub>2</sub>Cu deslocam o  $E_{corr}$  para valores mais positivos e partículas como Al<sub>2</sub>CuMg, MgZn<sub>2</sub>, Mg<sub>2</sub>Si para valores mais negativos (ABREU, C.P., 2016). Isto explica o fato do potencial de corrosão das ligas CR, EN e S apresentarem valores mais negativos, pois nestas amostras especialmente a CR encontrou precipitados mais anódicos como Al<sub>2</sub>CuMg. Já as amostras que foram laminadas e tratadas apresentaram precipitados com alto teor de Fe e Cu o que desloca o  $E_{corr}$  para valores mais positivos.

Na Tabela 27 são apresentados valores de  $E_{corr}$ ,  $E_{pit}$ ,  $i_{corr}$  e  $i_{pass}$  obtidas pela reta de Tafel. E por meio desta pode-se obter importantes informações como, corrente de passivação ( $i_{pass}$ ), que indica se a proteção foi realmente efetiva. Observando a curva de

polarização se a densidade de corrente anódica permanece com um valor mínimo por uma ampla faixa de potencial, indica que a amostra está passivada.

Com base nas informações retiradas das curvas e das tabelas pode-se afirmar que a amostra com maior resistência a corrosão é a com redução em área de 25%EA. A ordem de resistência a corrosão ficaria da seguinte forma. 25%EA>S~EN~75%EA>CR.

Em relação as amostras com redução em área de 25% EA e 75%EA. A amostra com menor redução em área se mostrou mais resistente à corrosão localizada, segundo autores como El-Amoush (2011) que fala que a queda de potencial é proporcional ao tamanho de grão, quanto maior é o tamanho de grão menor é o potencial de corrosão, ou seja, há deslocamento do potencial para valores mais negativos.

A amostra CR apresentou valor mais negativo de potencial e maior densidade de corrente de corrosão que implica em uma maior susceptibilidade a corrosão o que é explicado devido a heterogeneidade da liga. Pois nesta condição foi a amostra com maior quantidade de precipitados e como estes tem várias fases distintas gera diferença de potencial entre precipitados e matriz. Estes precipitados tem elementos de liga como Zn e Mg que agem como anodo. A dissolução dos precipitados nos contornos de grão afetam microquimicamente a região de contorno de grão acelerando a iniciação de corrosão devido à heterogeneidade da composição química nesta região produzindo microcélulas galvânicas.

|          | Ecorr      |   | $\mathbf{E}_{pit}$ |                        | OCP        |
|----------|------------|---|--------------------|------------------------|------------|
| Amostras | V(Ag/AgCl) | i <sub>corr</sub> (µA/cm <sup>2</sup> ) | V(Ag/AgCl)         | i <sub>pass</sub> (µA) | V(Ag/AgCl) |
| CR       | -1,08      | 1,02                                    | -0,68              | 1,01                   | -0,88      |
| S        | -1,04      | 0,62                                    | -0,75              | 0,65                   | -1,00      |
| EN       | -0,92      | 0,50                                    | -0,72              | 0,68                   | -0,96      |
| 25%EA    | -0,98      | 1,86                                    | -0,57              | 1,1                    | -1,25      |
| 75%EA    | -0,98      | 0,60                                    | -0,69              | 1,05                   | -1,15      |

Tabela 27- Valores da extrapolação da reta de Tafel para as amostras da liga de Al AA7075.

### **5 CONCLUSÃO**

A análise morfológica por MO, MEV nas amostras de alumínio AA7075 - T6 mostrou que as amostras laminadas com redução em área de 25%, 54% e 75% apresentaram maior alongando dos grãos conforme maior redução em área. E também observou-se que a quantidade de precipitados aumentou conforme maior redução. Estes se localizaram preferencialmente nos contornos de grão. Isto ocorre porque os contornos de grão é uma região de maior energia, possibilitando a nucleação de novos precipitados.

A microanálise por EDS revelou que todas amostras apresentaram ter em sua microestrutura precipitados mais grosseiros com alto teor de Fe e também precipitados mais finos, que supõem ser precipitados de endurecimento.

Resultados das curvas de polarização potenciodinâmica em meio desaerado de 3,5%NaCl com pH aproximadamente 6 revelaram que as amostras de Al 7075-T6 na condição solubilizada e envelhecida naturalmente mostraram ter propriedades protetivas melhores em relação a como recebida por apresentar  $E_{corr}$  e  $i_{corr}$  com valores mais positivos.

A amostra de Al 7075-T6 com 25% redução em área e envelhecida artificialmente mostrou ser mais resistenete a corrosão do que a com 75% redução em área e envelhecida artificialmente, pois apresenta potencial de pite bem mais positivo e região transpassivação.

Amostra CR foi a que apresentou menor resistência a corrosão, ficou evidenciado pelo valor de potencial de corrosão com valor mais negativo e também maior densidade de corrente de corrosão.

## **6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

As sugestões para trabalhos futuros estão listados a seguir:

- Fazer ensaio eletroquímico da liga Al AA7075 em meios mais agressivos, com pH <4 ou pH >8.
- Ensaio de voltametria cíclica nas amostras com diferentes reduções em área e tratamento artificial.
- Comparar microestruturalmente amostras Al AA7075 com diferentes tipos de conformação mecânica.
- Usar técnicas eletroquímicas de corrente alternada EIS (global) e LEIS (localizado) rm meio sulfato e cloreto.

### 7 REFERÊNCIAS

- 1. ABOLHASANI, A. The room temperature mechanical properties of hot rolled 7075 aluminum alloy. **Materials and Design**, p. 631-636, 2012.
- ARABI JESHVAGHANI, R. Investigation of the age hardening and operative deformation mechanism of 7075 aluminum alloy under creep forming. Materials Science and Engineering, v. 552, p. 172-178, 2012.
- 3. ASM, Handbook Volume 4 Heat Treating : ASM Internacional, 2001. 3470 p.
- 4. ASM, Handbook Volume 3, Alloy Phase Diagrams: ASM International, 2004.
- ASM, HandBook VOL 2, Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials: ASM Internacional, 1992. 1300 p.
- BARBOSA, L. D. M. Influência da taxa de aquecimento no tratamento térmico de solubilização da liga Al 7075. Universidade Federal de Itajubá. Itajubá, 85 p. 2014.
- BARRA, S. R. Aspectos da matelurgia da solgagem do alumínio e suas ligas. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 48p. 2003.
- BRAGA, A. P. V. Análise de ligas de alumínio aeronáuticas conformadas por jateamento com granalhas - caracterização e previsão de deformação. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo, 269p. 2011.
- BO WANG, X. Effects of cold rolling and heat treatment on microstructure and mechanical properties of AA 5052 aluminum alloy. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, v. 25, n. 8, p. 2481-2489, 2015.
- 10. CAMPBEL, Manufacturing Technology for Aerospace Structural Materials, 2006.
- CODARO, E. N. Estudo da corrosão em ligas de alumínio utilizadas na indústria aeronáutica. Faculdade de Engenharia Campus de Guaratinguetá -UNESP. Guaratinguetá, 209 p. 2006.

- CURLE, U. A.Predicting yield strengths of Al-Zn-Mg-Cu-(Zr) aluminium alloys based on alloy composition or hardness. Materials and Design, v. 99, p. 211-218, 2016
- DA SILVA, N. F. A. D. Ligas de alumínio para o fabrico de rodas de bicicletas. Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto. Porto, 69p. 2010.
- DAR WU, S. The corrosion protection study on inner surface from welding of aluminum alloy 7075-T6 hydrogen storage bottle. nternational Journal of Hydrogen Energy, v. 41, n. 1, p. 570 - 596, 2016.
- 15. DE OLIVERA, G. R. G. **Tratamento térmico de uma liga Al-Si-Mg-Mn**. Universidade do Porto. Porto, 75p. 2012.
- 16. DOMINGUES JUNIOR, N. I. Estudo Do Comportamento Mecânico Da Liga Al-Cu 2024 Solubilizada e Eenvelhecida Para Aplicações Aeronáuticas. Universidade Presbiteriana Mackenzie. São Paulo, 65p. 2011.
- 17. DOS SANTOS JR, M. C. Emprego de Ferramentas Estatísticas Para Avaliação da Usinabilidade de Ligas de Alumínio. Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia, 116p. 2012.
- EL-AMOUSH, A. S. Intergranular corrosion behavior of the 7075-T6 aluminum alloy under different annealing conditions. Materials Chemistry and Physics, v. 126, n. 3, p. 607-613, 2011.
- EL-AMOUSH, A. S. An investigation of hydrogen-induced hardening in 7075-T6 aluminum alloy. Journal of Alloys and Compounds, v. 465, n. 1-2, p. 497-501, 2008.
- ESPINOZA, M. E. Estudo de parâmetros no processo semi-sólido de ligas de Alumínio. UFRGS. Porto Alegre. 1999.
- FELTRIN, J.V. Obtenção e caracterização de estruturas reofundidas tixofundidas de alumínio AA7075. Universidade Federal do Rio Grande do Sul -UFRGS - Escola de Engenharia. Porto Alegre, 153p. 2004.
- 22. FERRARI, J. V. Estudo da corrosão localizada da liga de alumínio 7475-T761 por espectroscopia de impedância eletroquímica global e local em meio de sulfato de sódio. Tese (Doutorado) Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo, 214p. 2011.

- 23. FERRARI, R. B. Caracterização de liga metálica a base de Al Mg obtida por método convencional após tratamentos termomecânicos visando estruturas monocristalinas. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares. São Paulo, 85p. 2008.
- 24. FONTANA, M. Corrosion Engineering: McGraw-Hill Companies, 1987.
- 25. GAMBONI, O. C. Estudo do efeito do ambiente no comportamento em fadiga de novas ligas de Al de grau aeronáutico. Dissertação (Mestrado) -Escola de Engenharia de São Carlos. São Carlos ,164p. 2011.
- 26. GENTIL, V. Corrosão. 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2011.
- 27. HATCH, J. E. Aluminum: Properties and Physical Metallurgy, ASM. 4. ed. Ohio: Metals Park, 1990.
- HIDALGO-MANRIQUE, P. Evolution of the microstructure, texture and creep properties of the 7075 aluminium alloy during hot accumulative roll bonding.
   Materials Science and Engineering, v. 606, p. 434-442, 2014.
- HUANG, I. Dependence on Temperature, pH, and Cl- in the Uniform Corrosion of Aluminum Alloys 2024-T3, 6061-T6, and 7075-T6. Electrochimica Acta, v. 199, p. 242-253, 2016.
- HUMPHREYS, F. J. Recrystallization and related annealing phenomena. 2. ed.: Oxford: Pergamon, 2004. 556 p.
- 31. ISADARE, A. D. Effect of heat treatment on some mechanical properties of 7075 aluminium alloy. **Materials Research**, v. 16, n. 1, p. 190-194, 2013.
- 32. JONES, K.; HOEPPNER, D. W. T. The interaction between pitting corrosion, grain boundaries, and constituent particles during corrosion fatigue of 7075-T6 aluminum alloy. International Journal of Fatigue, v. 31, p. 686-692, 2008.
- 33. KORBEL, A. E. A. Anomalies in precipitation hardening process of 7075 aluminum alloy extruded by KOBO method. Journal of Materials Processing Technology, Cracóvia, v. 216, p. 160-168, 18 Setembro 2015. Disponivel em: <www.sciencedirect.com>.
- 34. KUMAR, S. M.; PRAMOD, R.; KUMAR, M. E. S. Evaluation of Fracture Toughness and Mechanical Properties of Aluminum Alloy 7075, T6 with Nickel Coating. Procedia Engineering, v. 97, p. 178-185, 2014.

- 35. LI, J. Mechanical properties, corrosion behaviors and microstructures of 7075 aluminium alloy with various aging treatments. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, v. 18, p. 755-762, 2008.
- LIN, Y.C. Effect of creep-aging pro- cessing on corrosion resistance of an Al– Zn–Mg–Cu alloy. Mater. Des, v. 61, p. 228–238, 2014.
- LIN, Y. C.Corrosion resistance of a two-stage stress-aged Al–Cu–Mg alloy: Effects of stress-aging temperature. Journal of Alloys and Compounds, v. 657, p. 855-865, 2016.
- MAHATHANINWONG, N.T6 heat treatment of rheocasting 7075 Al alloy.
  Materials Science and Engineering, v. 532, p. 91-99, 2012
- MANAKA, T. Microstructural evolution in Al-Zn eutectoid alloy by hot-rolling. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, v. 24, n. 7, p. 2107-2111, 2014.
- 40. MENDES, S. D. O. Estudo de materiais alternativos para a produção de espadins das chaves na empresa Huf Portuguesa. Universidade do Porto. Porto, 70p. 2012.
- 41. MISHINA O,Recovery and recrystallization in commercial purity aluminum cold rolled to an ultrahigh strain . Acta Materialia, v. 61, p. 5354–5364, 2013.
- 42. MONDAL, C. et al. Formation of a single, rotated-Brass
- 43. MOREIRA, M.F. Alumínio e suas ligas. Ligas de alumínio conformada. 2016 Disponível em: <a href="http://www.dalmolim.com.br/educacao/materiais/biblimat/aluminioconf.pdf">http://www.dalmolim.com.br/educacao/materiais/biblimat/aluminioconf.pdf</a>>.
- 44. NECULESCU, D. A. The effects of corrosion on the mechanical properties of aluminium alloy 7075-T6. UPB Scientific Bulletin, Series B: Chemistry and Materials Science, v. 73, n. 1, p. 223-229, 2011.
- 45. OLIVEIRA, R. R. D. Avaliação Da Tensão Residual Em Aluminio 7050 Conformado Pelo Processo Peen Forming. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Autarquia associada a Universidade de São Paulo. 128 p. 2011.

- 46. OLIVEIRA, J. D. C. P. T. D. Evolução da microestrutura e da textura durante a laminação a frio e a recristalização de alumínio com diferentes níveis de pureza. Universidade de São Paulo 260 p. 2009.
- 47. O'MULLANE, A. P. Electrochemistry. Molecular Sciences and Chemical Engineering, v. 2, p. 1-3, 2013
- PANG, J. Friction stir processing of aluminium alloy AA7075: Microstructure, surface chemistry and corrosion resistance. Corrosion Science, v. 106, p. 217-228, 2016.
- 49. POTOMATI, F. Avaliação da qualidade final de juntas dissimilares de ligas de alumínio 2024-6056 e 7075-6056 soldadas por FSW - Friction Stir Welding. Universidade Federal de São Carlos. São Carlos, 113 p. 2006.
- 50. RAJAMUTHAMILSELVAN M, R. S. Hot deformation behaviour of 7075 alloy. J Alloy Compd, v. 52, p. 509:948, 2011.
- 51. RAO, A. Stress corrosion cracking behaviour of 7xxx aluminum alloys: A literature review. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, v. 26, n. 6, p. 1447-1471, 2015.
- 52. REDA, Y. Improvements in mechanical and stress corrosion cracking properties in Al-alloy 7075 via retrogression and reaging. Materials Science and Engineering A, Cairo, v. 485, p. 468-475, 2008.
- 53. RODRIGUEZ, R. M. H. P. Formação De Óxidos Nos Revestimentos De Alumínio Depositados Por Aspersão Térmica. Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 134p. 2003.
- ROMETSCH, P. A.; YONG, Z. Heat treatment of 7xxx series aluminium alloys—Some recent developments. Trans. Nonferrous Met. Soc. China, v. 24, p. 2003–2017, 2014.
- 55. RYL, J. et al. Effect of native air-formed oxidation on the corrosion behavior of AA 7075 aluminum alloys. Corrosion Science, v. 87, p. 150-155, 2014.
- 56. SANTOS FILHO, O. C. Caracterização de propriedades microestruturais e mecânicas de ligas AA 1100 e AA 5052 processadas pela técnica de laminação acumulativa. Tese (Doutorado) - Universidade de São Paulo. São Paulo, 167 p. 2009.

- 57. SANTOS, E. S.M., Avaliação das Emissões Atmosféricas no Processo de Cozimento de Anodos com a Substituição do Óleo Diesel Por Flexgas. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Maranhão. São Luis, 88 p. 2014.
- 58. SANTOS, W. I. A. Caracterização da Resistência à corrosão de ligas de alumínio após o tratamento alternativo à cromatização com e sem revestimento orgânico. Dissertação (Mestrado) Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - Artarquia associada a Universidade de São Paulo. 2011.
- 59. SEDRIKS, A.J. Corrosion of Stainless Steels. New York, John Wiley & Sons Inc., 1979, 282p.
- SHOJAEI, K. On the mechanical behavior of cold deformed aluminum 7075 alloy at elevated temperatures. Materials Science and Engineering, n. 670, p. 81-89, 2016.
- 61. SINGH, A.; LIN, Y.; LIU, W. Plant derived cationic dye as an effective corrosion inhibitor for 7075 aluminum alloy in 3.5% NaCl solution. Journal of Industrial and Engineering Chemistry, v. 20, n. 6, p. 4276-4285, 2014.
- 62. SOARES, T.F., Resistência à corrosão dos aços inoxidáveis em soluções contendo íons cloreto e piridina ou benzimidazol como inibidores de corrosão. Dissertação (Mestrado). Centro de Ciências Exatas da Universidade Federal do Espírito Santo. Vitória ES. 135p 2014.
- 63. VARGEL, C. Corrosion of aluminium: Elsevier Amsterdam, 2004.
- 64. VASUDEVAN, A. K. Aluminum alloys Contemporary research and applications. Academic Press Inc., v. 31, p. 702, 1993.
- 65. WOLYNEC, S. Técnicas Eletrouímicas em corrosão: EDUSP, 2013.
- 66. WRIGHT, J.W.; FULAY, P.P.; ASKELAND, D.R., The Science and Engineering of Materials. 6 ed. CENGAGE Learning, 2011.
- 67. WU, S. D. The corrosion protection study on inner surface from welding of aluminum alloy 7075-T6 hydrogen storage bottle. International Journal of Hydrogen Energy, v. 41, n. 1, p. 570 - 596, 2015.

- YAN, X. Calculated phase diagrams of aluminum alloys from binary Al-Cu to multicomponent commercial alloys. Journal of Alloys and Compounds, v. 320, n. 2, p. 151-160, 2001.
- 69. YANG, Y.Processing maps for hot deformation of the extruded 7075 aluminum alloy bar: Anisotropy of hot workability. Materials Science and Engineering A, v. 615, p. 183-190, 2014.
- 70. YUE, T. Stress corrosion cracking behavior of Nd:YAG laser-treated aluminum alloy 7075. **Applied Surface Science**, v. 252, n. 14, p. 5026-5034, 2005.
- 71. ZHA MIN, L. Microstructurehardness evolution and thermal stability of binary Al-7Mg alloy processed by ECAP withintermediate annealing. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, v. 24, n. 7, p. 2301–2306, 2014.
- ZHANG, Y.Constitutive modeling for creep age forming of heat-treatable strengthening aluminum alloys containing plate or rod shaped precipitates.
   Mater. Sci. Eng. A, p. 8–16, 2013.