

**MINISTÉRIO DA DEFESA
EXÉRCITO BRASILEIRO
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA
CURSO DE DOUTORADO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS**

SAULO BRINCO DINIZ

**AVALIAÇÃO ESTRUTURAL DA LIGA DE ALUMÍNIO 7475-T7351
LAMINADA E RECOZIDA QUANDO SUBMETIDA AO ENSAIO DE
TRAÇÃO UNIAXIAL EM DISTINTAS TEMPERATURAS E TAXAS DE
DEFORMAÇÃO**

Rio de Janeiro

2018

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

SAULO BRINCO DINIZ

**AVALIAÇÃO ESTRUTURAL DA LIGA DE ALUMÍNIO 7475-T7351 LAMINADA E
RECOZIDA QUANDO SUBMETIDA AO ENSAIO DE TRAÇÃO UNIAXIAL EM
DISTINTAS TEMPERATURAS E TAXAS DE DEFORMAÇÃO**

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciência dos Materiais

Orientadora: Prof^a. Andersan dos Santos Paula – D.Sc.

Co-orientador: Prof. Luiz Paulo Mendonça Brandão - D.Sc.

Rio de Janeiro
2018

c2018

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha

Rio de Janeiro – RJ CEP: 22290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmear ou adotar qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações, desde que sem finalidade comercial e que seja feita a referência bibliográfica completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do(s) autor(es) e do(s) orientador(es).

xxx.y Diniz, Saulo Brinco

Dxxxx Avaliação Estrutural da Liga de Alumínio 7475-T7351 Laminada e Recozida quando Submetida ao Ensaio de Tração Uniaxial em Distintas Temperaturas e Taxas de Deformação / Saulo Brinco Diniz; orientado por Andersan dos Santos Paula e Luiz Paulo Mendonça Brandão – Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia, 2018.

188p.: il.

Tese (Doutorado) – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2018.

1. Curso de Ciência dos Materiais – teses e dissertações. 2. Alumínio 7475-T7351. 3. Laminação. 4. Tração a Quente. I. Paula, Andersan dos Santos. II. Brandão, Luiz Paulo Mendonça. III. Instituto Militar de Engenharia.

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

SAULO BRINCO DINIZ

**AVALIAÇÃO ESTRUTURAL DA LIGA DE ALUMÍNIO 7475-T7351 LAMINADA E
RECOZIDA QUANDO SUBMETIDA AO ENSAIO DE TRAÇÃO UNIAXIAL EM
DISTINTAS TEMPERATURAS E TAXAS DE DEFORMAÇÃO**

Tese de Doutorado apresentada ao Curso de Doutorado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciências dos Materiais.

Orientador: Prof^a. Andersan dos Santos Paula – D.Sc.

Co-orientador: Prof. Luiz Paulo Mendonça Brandão – D.Sc.

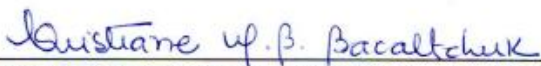
Aprovada em 7 de dezembro de 2018 pela seguinte Banca Examinadora:


Prof^a. Andersan dos Santos Paula – D.Sc. do IME - Presidente


Prof. Luiz Paulo Mendonça Brandão – D.Sc. do IME


Prof. Carlos Nelson Elias – D.Sc. do IME


Prof^a. Simone Izabel Vieira de Santana – Maj. M.Sc. do IME


Prof^a. Cristiane Maria Basto Bacaltchuk – Ph.D. do CEFET-RJ


Prof. Gláucio Soares da Fonseca – D.Sc. da UFF

Rio de Janeiro

2018

“Desistir.... eu já pensei seriamente nisso, mas NUNCA me levei realmente a sério. É que tem mais chão nos meus olhos do que cansaço nas minhas pernas, mais esperança nos meus passos do que tristeza nos meus ombros, mais estrada no meu coração do que medo na minha cabeça.”

Cora Coralina

À minha mãe (Maria Cristina da Cruz Brinco), pessoa que doou sua vida aos seus filhos, não medindo esforços e sem conhecer limites para fazer de nós seres humanos íntegros e capazes diante a sociedade que vivemos.

AGRADECIMENTOS

A Deus pelo dom da vida, por jamais ter deixado desistir dos meus sonhos e objetivos, por ter me dado força nos momentos de dúvida e decisões, e por nunca ter deixado caminhar sozinho nessa longa estrada da vida;

A minha orientadora professora Dr^a. Andersan dos Santos Paula, por sua dedicação, ensinamentos, atenção, paciência e incentivo nos meus momentos de dúvida no decorrer de todos os anos, que vem me acompanhando ao longo da minha vida acadêmica;

Ao meu co-orientador professor Dr. Luiz Paulo Mendonça Brandão, por suas contribuições à minha formação ao longo desses anos de doutorado;

A minha família, em especial a minha mãe Maria Cristina da Cruz Brinco, meus avós Luiza da Cruz Brinco, Marques Gonçalves Diniz e Bernadete Lima Diniz, e a minha tia Ângela Maria da Cruz Brinco, que sempre acreditaram no meu sucesso e sempre me apoiaram nos momentos mais difíceis;

A meus irmãos, Cinthia Brinco Diniz e Sydney Brinco Diniz, e a meus primos Rachel Brinco de Sousa e Raphael Brinco de Sousa por estarem ao meu lado em todos os momentos de minha vida, felizes ou tristes;

A minha esposa Marcela Oliveira, por todo companheirismo e por sua compreensão a todas as renúncias que tivemos que fazer em função da minha dedicação à pós-graduação;

A professora Maj. Simone Izabel Vieira de Santana (M.Sc.) pela ajuda e tutoria na utilização do Microscópio Eletrônico de Transmissão do IME;

Ao Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), em especial a analista engenheira Cinthia Cristina Calchi Kleiner e ao engenheiro Leonardo Wu, pela colaboração e ajuda na realização dos ensaios de tração a quente no Simulador Termomecânico (Gleeble 3800);

A Universidade Federal Fluminense (UFF), em especial a técnica de laboratório engenheira Isabela Santana de Oliveira (M.Sc.) e ao professor Dr. Luciano Pessanha Moreira, pela realização dos ensaios de tração a temperatura ambiente nas dependências do laboratório de Mecânica Aplicada;

Ao Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca (CEFET/RJ – Maracanã), em especial a professora *Ph.D.* Cristiane Maria Basto Bacaltchuk, ao técnico de laboratório engenheiro Hiron Akira Yamada e ao professor Dr. Luís Felipe Guimarães de Souza, pela possibilidade de realizar as medições de dureza no durômetro Instron Wolpert -

modelo GMBH;

A Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ / COPPE), em especial a técnica do laboratório de Microscopia Eletrônica engenheira Carla Brandão Woyames (M.Sc.) e ao professor Dr. Leonardo Sales de Araújo, pela ajuda na preparação via TenuPol 5 das amostras para as análises de MET;

Ao falecido professor Dr. André Luiz Pinto por todos os ensinamentos em Microscopia Eletrônica;

Ao ex-técnico do laboratório de Microscopia Eletrônica do IME, ex-técnico de laboratório aposentado Joel Fonseca dos Santos, por sua ajuda e ensinamentos na operação do MEV (FEI - Quanta 250 FEG) do IME;

Ao Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca (CEFET-RJ) pelo incentivo para capacitação concedido para que eu pudesse finalizar o doutorado;

A CAPES pela bolsa de doutorado nos primeiros 3 anos do curso, sem este suporte financeiro no primeiro ano de doutorado, não seria possível a conclusão deste trabalho;

Aos amigos que conquistei no IME ao longo da minha trajetória, especialmente os de materiais metálicos: Andrey Casanova; Ângelo Siqueira; Bruna Madeira; Eustáquio Baeta; Juciane Alves; Mônica Aline; Renato Batista; Rodolfo Teixeira; Simone Isabel; Talita Gama, e a todos aqueles que não foram citados. Obrigada pelo companheirismo e pelas suas colaborações sempre que foi preciso.

Ao professor Dr. Rodrigo Felix de Araujo de Cardoso e a todos do CBPF que sempre estiveram dispostos a ajudar;

Ao professor M.Sc. Cel. Júlio Cesar Soares de Oliveira, por viabilizar a montagem dos aparatos utilizados para realizar o polimento eletrolítico das amostras em estudo;

Ao Instituto SENAI de Tecnologia – Solda (IST – Solda), pela realização da análise de composição química da liga 7475-T7351;

Agradeço a todas as pessoas, desde minha infância, que me incentivaram, apoiaram e possibilitaram a formação de um alicerce na minha atual vida acadêmica. Agradeço também aqueles que em algum momento de minha vida, não acreditaram em mim, fazendo com que eu buscasse um caminho de transposição de obstáculos e assim torna-me uma pessoa mais forte;

A todos que, de alguma forma, contribuíram para a realização deste trabalho.

SUMÁRIO

LISTA DE ILUSTRAÇÕES.....	10
LISTA DE TABELAS.....	18
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS	21
RESUMO	23
ABSTRACT	25
1 INTRODUÇÃO	26
1.1 OBJETIVO PRINCIPAL	28
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	29
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	30
2.1 ALUMÍNIO E SUAS LIGAS	30
2.1.1 Características Gerais e Obtenção do Alumínio e suas Ligas	30
2.1.2 A Liga de Alumínio 7475 e Conjunto de Tratamentos Térmicos e Mecânico T7351	32
2.2 CONFORMAÇÃO MECÂNICA DO ALUMÍNIO E SUAS LIGAS	43
2.2.1 Laminação do Alumínio e suas Ligas	43
2.3 TRATAMENTOS TÉRMICOS DE RECOZIMENTO PARA ALÍVIO DE TENSÃO E RECRISTALIZAÇÃO.....	47
2.3.1 Recuperação	48
2.3.2 Recristalização	50
2.3.3 Crescimento de Grão	55
2.4 ENSAIO DE TRAÇÃO E SUA RESPOSTA QUANTO AO CONDICIONAMENTO MICROESTRUTURAL E PARÂMETROS DE ENSAIO UTILIZADOS	58
3 MATERIAL E MÉTODOS.....	76
3.1 MATERIAL	76
3.2 MÉTODOS.....	76
3.2.1 Identificação das Amostras	76

3.2.2	Sequência Cronológica de Processamentos	77
3.2.3	Processamento Mecânico e Térmico da Liga de Alumínio 7475-T7351.....	79
3.2.4	Laminação Convencional e Laminação Cruzada	80
3.2.5	Tratamento Térmico de Recozimento	82
3.2.6	Preparação das Amostras	83
3.2.6.1	Preparação das Amostras para Medidas de Dureza Vickers	84
3.2.6.2	Preparação das Amostras para as Análises de DRX, MEV / EDS, MEV / EBSD e Microscopia Óptica	84
3.2.6.3	Amostras para Microscopia Eletrônica de Transmissão - MET.....	85
3.2.6.4	Análise de Fratura dos Corpos de Provas Tracionados a Quente.....	86
3.2.7	Caracterização Microestrutural e Mecânica das Amostras	86
3.2.7.1	Microscopia Óptica (MO)	86
3.2.7.2	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	87
3.2.7.3	Microscopia Eletrônica de Transmissão.....	88
3.2.7.4	Difração de Raios X (DRX)	89
3.2.7.5	Dureza Vickers	90
3.2.7.6	Ensaio Mecânico de Tração Uniaxial.....	90
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	94
4.1	CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL DE PARTIDA (CONDIÇÃO CR)	94
4.2	LAMINAÇÃO CRUZADA E TRATAMENTOS TÉRMICOS DE RECOZIMENTO PARA RECRISTALIZAÇÃO.....	116
4.3	COMPARAÇÃO ENTRE AS CONDIÇÕES C, Z5cA E Z5cR E SEUS RESPECTIVOS TRATAMENTOS TÉRMICOS	127
4.4	COMPORTAMENTO EM TRAÇÃO DA LIGA DE ALUMÍNIO 7475-T7351 EM SUAS DISTINTAS CONDIÇÕES DE PROCESSAMENTO	136
4.4.1	Comportamento Mecânico quanto a Tração a Temperatura Ambiente	137
4.4.2	Comportamento Mecânico quanto a Tração a Quente	142
4.4.2.1	Análise de Fratura após a Tração a Quente	157
5	CONCLUSÃO	172
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	174

7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	176
8	ANEXOs.....	181
8.1	ANEXO 1 – NOMENCLATURA E SIGNIFICADOS DAS AMOSTRAS	181
8.2	ANEXO 2 – PRINCIPAIS DEFEITOS OBSERVADOS DURANTE A LAMINAÇÃO DE CHAPAS DA LIGA 7475-T7351	183
8.3	ANEXO 3 – RESULTADOS OBTIDOS NOS ENSAIOS DE TRAÇÃO COM DISTINTAS TEMPERATURAS E TAXAS DE DEFORMAÇÃO	185

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIG. 2.1 Variação de temperatura sofrida pela liga 7475 desde sua concepção até o final do conjunto de tratamentos térmicos e mecânico T7351 (Adaptado de ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014).	34
FIG. 2.2 (a) Microestrutura típica das ligas de alumínio da série 7XXX laminadas a quente, e (b) Sub-estrutura parcialmente recristalizada com dispersóides distribuídos ao longo da mesma (Adaptado de ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014).	37
FIG. 2.3 Sequência de formação dos dispersóides $MgZn_2$ e η' em ligas da série 7XXX (Adaptado de WERENSKIOLD, DESCHAMPS e BRÉCHET, 2000).	39
FIG. 2.4 Dilatometria de uma liga de composição similar a 7475, envelhecida a (a) 120 °C, (b) 150 °C e (c) 200 °C (Adaptado de HADJADJ e AMIRA, 2009).	41
FIG. 2.5 Desenho esquemático da laminação de uma chapa.	45
FIG. 2.6 Estágios da recuperação: (a) emaranhado de discordâncias; (b) formação das células; (c) aniquilação das discordâncias dentro da célula; (d) formação de subgrãos; (e) crescimento do subgrão (Adaptado de HUMPHREYS e HATHERLY, 2004).	49
FIG. 2.7 Representação esquemática da migração de contorno de grão induzida por deformação durante a recristalização (LIMA, 2002).	51
FIG. 2.8 Formação de um grão recristalizado pelo coalescimento de dois subgrãos: (a) estrutura original antes do coalescimento; (b) rotação de um dos subgrãos e (c) grão recristalizado após migração de subcontornos (LIMA, 2002).	52
FIG. 2.9 Microestruturas obtidas para uma liga de alumínio da série 7XXX com baixo ((a) e (b)), médio ((c) e (d)) alto teor de Cu ((e) e (f)). As figuras ((a), (c) e (e)) apresentam as microestruturas obtidas por MEV após a laminação a quente, e ((b), (d) e (f)) apresentam as microestruturas obtidas por MO após o tratamento térmico de envelhecimento (Adaptado de LIAO <i>et al.</i> , 2015).	54
FIG. 2.10 Mecanismo de crescimento de grão anormal (Adaptado de PADILHA e SICILIANO Jr, 2005).	56
FIG. 2.11 Efeito de uma partícula esférica na migração do contorno de grão (Adaptado de PORTER E EASTERLING, 1992).	57
FIG. 2.12 Curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia, de ligas de alumínio da série 7XXX, com um baixo, médio e alto percentual em peso (%p) de Cu (Adaptado de	

LIAO <i>et al.</i> , 2015).....	60
FIG. 2.13 Curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia obtidas para chapas de alumínio comercialmente pura com distintas reduções de espessura através da laminação (Adaptado de JIANG <i>et al.</i> , 2009).....	61
FIG. 2.14 Curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia de uma liga de alumínio 5052. (a) Diferentes percentuais de deformação e (b) amostra com 75% de deformação e submetida ao tratamento térmico de recozimento com diferentes temperaturas de encharque (Adaptado de WANG <i>et al.</i> , 2015).....	62
FIG. 2.15 Curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) para as ligas de alumínio (a) 7022, (b) 7050, (c) 7085, e (d) 7055 deformadas com uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ com temperatura de 30 a 450 °C (Adaptado de LI, 2017).....	65
FIG. 2.16 Curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) verdadeiras, da liga de alumínio 7050, obtidas pelo ensaio de tração realizadas nas temperaturas de 400 a 465 °C, com uma taxa de deformação de $5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ (Adaptado de SUBROTO <i>et al.</i> , 2017).	66
FIG. 2.17 Fractografias obtidas por MEV da superfície de fratura de amostras da liga de alumínio 7050 ensaiadas a 400 °C. Com uma ((a) e (b)) menor ($5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) e ((c) e (d)) maior ($5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$) taxa de deformação, obtidas com um menor ((a) e (c)) e maior ((b) e (d)) aumento (Adaptado de SUBROTO <i>et al.</i> , 2017).	67
FIG. 2.18 Fractografias obtidas por MEV da superfície de fratura de amostras da liga de alumínio 7050 ensaiadas a 465 °C. Com uma ((a) e (b)) menor ($5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) e ((c) e (d)) maior ($5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$) taxa de deformação, obtidas com um menor ((a) e (c)) e maior ((b) e (d)) aumento (Adaptado de SUBROTO <i>et al.</i> , 2017).	67
FIG. 2.19 Curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) verdadeira da liga de alumínio 7075 com (a) uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ e diferentes temperaturas de ensaio, (b) diferentes taxas de deformação a uma temperatura de 400 °C (Adaptado de XIAO <i>et al.</i> , 2018).....	69
FIG. 2.20 ((a), (b) e (c)) Mapa de orientação dos grãos e ((d), (e) e (f)) distribuição dos contornos de grão da liga de alumínio 7075 tracionada com uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ e uma temperatura de 400 °C. ((a) e (d)) condição de partida, ((b) e (e)) deformado a 30% e ((c) e (f)) após a ruptura do corpo de prova (XIAO <i>et al.</i> , 2018).....	70
FIG. 2.21 Microestrutura da liga de alumínio 7075 tracionada com uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ a uma temperatura de ensaio de (a) 300 °C e (b) 350 °C (XIAO <i>et al.</i> ,	

2018).....	71
FIG. 2.23 Representação esquemática de diferentes tipos de serrilhados que aparecem em curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) devido o envelhecimento dinâmico (Adaptado de RODRIGUEZ, 1984).....	73
FIG. 2.24 Curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia para um aço baixo carbono quando tracionado à uma taxa de deformação de (a) $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e (b) $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ (Adaptado de TAHERI, MACCAGNO e JONAS, 1995).....	74
FIG. 2.25 Curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) obtidas no ensaio de tração a temperatura ambiente de uma liga de alumínio fundida com 4,8% atômico de Mg, com três distintos condicionamentos microestruturas (Adaptado de ABOULFADL, <i>et al.</i> , 2015).....	75
FIG. 3.1 Identificação das amostras utilizadas neste trabalho, conforme lista detalhada no item 8.1 Anexo 1, onde constam as nomenclaturas e significados das amostras.....	77
FIG. 3.2 Sequência cronológica do processamento e análises realizadas, conforme lista detalhada no item 8.1 Anexo 1, onde constam as nomenclaturas e significados das amostras.....	79
FIG. 3.3 Laminador instalado no Laboratório de Processamento Termomecânico do IME. ..	80
FIG. 3.4 Esquema da laminação cruzada. Na imagem DL representa a direção de laminação no passe e DL ₀ a direção da laminação original da chapa laminada a quente.	81
FIG. 3.5 Processamento da amostra CR até a obtenção das chapas com 3 mm de espessuras.	82
FIG. 3.9 Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) instalado no Laboratório de Microscopia Eletrônica do IME.	87
FIG. 3.10 Microscópio Eletrônico de Transmissão instalado no IME.....	89
FIG. 3.14 Dimensões dos corpos de provas, unidade em mm, utilizados para o ensaio de tração a temperatura ambiente. (a) condição CR, (b) condições Z5C e (c) condições C, C2, C3, Z5cA, Z5cA2, Z5cA3, Z5cR, Z5cR2 e Z5cR3.	91
FIG. 3.15 (a) Gleeble 3800 instalada no LNLS, Campinas – SP, (b) câmara contendo as garras de fixação, e (c) desenho técnico dos corpos de prova para tração a quente.	92
FIG. 4.1 Microestrutura da condição CR visualizada nas regiões a $\frac{1}{4}$ da espessura ((a) e (b)), $\frac{1}{2}$ espessura ((c) e (d)) e $\frac{3}{4}$ da espessura ((e) e (f)), registradas com menor aumento ((a), (c) e (e)) e maior aumento ((b), (d) e (f)).	95
FIG. 4.2 Microestrutura da condição CR visualizada através do MEV a $\frac{1}{4}$ da espessura ((a) e (b)) e a $\frac{1}{2}$ espessura ((c) e (d)), registradas com um menor ((a) e (c)) e maior aumento	

(b) e (d)).	97
FIG. 4.3 Microestrutura da condição CR visualizada através do MEV a $\frac{1}{4}$ da espessura ((a), (b) e (e)) e a $\frac{1}{2}$ espessura ((c), (d) e (f)) registradas com um menor aumento ((a) e (c)), aumento intermediário ((b) e (d)) e maior aumento ((e) e (f)).	98
FIG. 4.4 Imagens de duas regiões distintas da microestrutura da condição CR obtida por MET, com um (a) e (b) menor aumento, (c) e (d) aumento intermediário e (e) e (f) maior aumento.	101
FIG. 4.5 Varredura de EBSD em uma posição associada a $\frac{1}{4}$ da espessura com um menor aumento. (a) Padrão de qualidade, (b) mapa da distribuição dos grãos e (c) mapa da desorientação interna dos grãos.....	102
FIG. 4.6 Varredura de EBSD em uma posição associada a $\frac{1}{2}$ espessura com um menor aumento. (a) Padrão de qualidade, (b) mapa da distribuição dos grãos e (c) mapa da distribuição da desorientação.	102
FIG. 4.7 Varredura de EBSD em uma posição associada a $\frac{1}{4}$ da espessura com um maior aumento. (a) Padrão de qualidade, (b) mapa da distribuição dos grãos e (c) mapa da desorientação interna dos grãos.....	102
FIG. 4.8 Varredura de EBSD em uma posição associada a $\frac{1}{2}$ espessura com um maior aumento. (a) Padrão de qualidade, (b) mapa da distribuição dos grãos e (c) mapa da desorientação interna dos grãos.....	103
FIG. 4.9 Imagens da microestrutura da condição CR localizadas a $\frac{1}{4}$ da espessura, obtida por MEV com (a) menor aumento, (b) aumento intermediário e (c) maior aumento.	105
FIG. 4.10 Imagens da microestrutura da condição CR localizadas a $\frac{1}{2}$ da espessura, obtida por MEV com (a) menor aumento, (b) aumento intermediário e (c) maior aumento.	106
FIG. 4.11 Difratomia de raios X da amostra CR em posições associadas a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura. (a) Aspecto geral do difratograma e (b) ampliação para evidenciar os picos referentes aos precipitados.	109
FIG. 4.12 (a) Curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia obtidas para três amostras da condição CR e (b) média e desvio padrão da dureza Vickers realizada em regiões associadas a $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$ e $\frac{3}{4}$ da espessura da condição CR.....	111
FIG. 4.13 (a) Curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia da condição CR, obtidas no ensaio de tração a quente, e (b) deformação obtida no ensaio de tração a quente após a ruptura do corpo de prova. (c,d,e) Detalhamento das regiões destacadas na curva tensão x deformação indicadas na FIG. 4.13a.	114

FIG. 4.14	Variação da dureza Vickers (média e desvio padrão) da amostra Z e das amostras submetidas ao tratamento térmico de recozimento para recristalização com distintas temperaturas e tempos de encharque.....	117
FIG. 4.15	Difratogramas das condições Z, Z2, Z3 e Z4. (a) Aspecto geral do difratograma e (b) ampliação para evidenciar os picos referentes aos precipitados.	119
FIG. 4.16	Difratogramas das condições Z5a, Z5b, Z5c e Z5d. (a) Aspecto geral do difratograma e (b) ampliação para evidenciar os picos referentes aos precipitados.....	119
FIG. 4.17	Microestrutura da condição Z visualizada através do MEV a $\frac{1}{4}$ da espessura ((a) e (b)) e a $\frac{1}{2}$ espessura ((c) e (d)) registradas com um menor aumento ((a) e (c)) e com um maior aumento ((e) e (f))......	123
FIG. 4.18	Microestrutura da amostra Z5c visualizada através do MEV a $\frac{1}{4}$ da espessura ((a) e (b)) e a $\frac{1}{2}$ espessura ((c) e (d)) registradas com um menor aumento ((a) e (c)) e com um maior aumento ((e) e (f))......	124
FIG. 4.19	Microestrutura obtida por MET da condição Z com (a) menor e (b) maior aumento, e da condição Z5c com (c) menor e (d) maior aumento.....	125
FIG. 4.20	Curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia para as três amostras ensaiadas da condição Z5c durante ensaio de tração a temperatura ambiente....	127
FIG. 4.21	Evolução da dureza Vickers (média e desvio padrão) das condições C, Z5cA e Z5cR e submetidas ao tratamento térmico de recozimento.	128
FIG. 4.22	Difratogramas das condições C, C2, C3, C4 e C5a. (a) Aspecto geral do difratograma e (b) ampliação para evidenciar os picos referentes aos precipitados.....	130
FIG. 4.23	Difratogramas das condições Z5cA, Z5cA2, Z5cA3, Z5cA4 e Z5cA5a. (a) Aspecto geral do difratograma e (b) ampliação para evidenciar os picos referentes aos precipitados.	130
FIG. 4.24	Difratogramas das condições Z5cR, Z5cR2, Z5cR3, Z5cR4 e Z5cR5a. (a) Aspecto geral do difratograma e (b) ampliação para evidenciar os picos referentes aos precipitados.	131
FIG. 4.25	Imagens obtidas via MET das condições C ((a), (b)), C2 ((c), (d)) e C3 ((e), (f)) com um menor aumento ((a), (c), (e)) e um maior aumento ((b), (d), (f))......	133
FIG. 4.26	Imagens obtidas via MET das condições Z5cA ((a), (b)), Z5cA2 ((c), (d)) e Z5cA3 ((e), (f)) com um menor aumento ((a), (c), (e)) e um maior aumento ((b), (d), (f)).	134
FIG. 4.27	Imagens obtidas via MET das condições Z5cR ((a), (b)), Z5cR2 ((c), (d)) e Z5cR3	

	((e), (f)) com um menor aumento ((a), (c), (e)) e maior aumento ((b), (d), (f))... 135
FIG. 4.28	Curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia das condições (a) C, (b) C2 e (c) C3, obtidos pelo ensaio de tração a temperatura ambiente. 137
FIG. 4.29	Curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia das condições (a) Z5cA, (b) Z5cA2 e (c) Z5cA3, obtidos pelo ensaio de tração a temperatura ambiente..... 138
FIG. 4.30	Curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia das condições (a) Z5cR, (b) Z5cR2 e (c) Z5cR3, obtidos pelo ensaio de tração a temperatura ambiente. 138
FIG. 4.31	Evolução do (a) LE, (b) LR e (c) ϵ das condições em estudo, obtidos pelo ensaio de tração a temperatura ambiente..... 139
FIG. 4.32	Curva Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia obtidas no ensaio de tração a quente para as condições (a) C, (b) C2 e (c) C3..... 143
FIG. 4.33	Curva Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia obtidas no ensaio de tração a quente para as condições (a) Z5cA, (b) Z5cA2 e (c) Z5cA3. 144
FIG. 4.34	Curva Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia obtidas no ensaio de tração a quente para as condições (a) Z5cR, (b) Z5cR2 e (c) Z5cR3. 144
FIG. 4.35	Limite de resistência (LR) obtido de acordo com a temperatura do ensaio de tração para as condições (a) C, C2 e C3, (b) Z5cA, Z5cA2 e Z5cA3, (c) Z5cR, Z5cR2 e Z5cR3. 147
FIG. 4.36	Influência da temperatura utilizada no ensaio de tração a quente, para as taxas de deformação de ((a), (c), (e)) $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e ((b), (d), (f)) $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 150
FIG. 4.37	Deformação obtida em relação a taxa de deformação para o ensaio conduzido à 250 °C. (a) C, C2 e C3; (b) Z5cA, Z5cA2 e Z5cA3; (c) Z5cR, Z5cR2 e Z5cR3..... 152
FIG. 4.38	Deformação obtida em relação a taxa de deformação para o ensaio conduzido à 300 °C. (a) C, C2 e C3; (b) Z5cA, Z5cA2 e Z5cA3; (c) Z5cR, Z5cR2 e Z5cR3..... 153
FIG. 4.39	Deformação obtida em relação a taxa de deformação para o ensaio conduzido à 350 °C. (a) C, C2 e C3; (b) Z5cA, Z5cA2 e Z5cA3; (c) Z5cR, Z5cR2 e Z5cR3..... 154
FIG. 4.40	Influência do condicionamento microestrutural na deformação plástica, para as taxas de deformação e temperaturas de ensaio de: (a) $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e 250 °C; (b) $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e 250 °C; (c) $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e 300 °C; (d) $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e 300°C; (e) $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e 350 °C, (f) $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e 350 °C. 156
FIG. 4.41	Aspecto da fratura da condição C tracionada à temperatura de 250 °C, com um (a) menor, ((b) e (c)) intermediário e (d) alto aumento. Na figura, RF indicam as regiões fundidas. 159

- FIG. 4.42 Aspecto da fratura da condição C2 tracionada à temperatura de ((a), (c), (e), (g)) 250 °C e ((b), (d), (f), (h)) 350 °C, com um ((a), (b)) menor, ((c), (d), (e), (f)) intermediário e ((g), (h)) alto aumento. Na figura, RF indicam as regiões fundidas.
..... 160
- FIG. 4.43 Aspecto da fratura da condição C3 tracionada à temperatura de ((a), (c), (e), (g)) 250 °C e ((b), (d), (f), (h)) 350 °C, com um ((a), (b)) menor, ((c), (d), (e), (f)) intermediário e ((g), (h)) alto aumento. Na figura, RF indicam as regiões fundidas.
..... 161
- FIG. 4.44 Aspecto da fratura da condição Z5cA tracionada à temperatura de ((a), (c), (e), (g)) 250 °C e ((b), (d), (f), (h)) 350 °C, com um ((a), (b)) menor, ((c), (d), (e), (f)) intermediário e ((g), (h)) alto aumento. Na figura, RF indicam as regiões fundidas.
..... 162
- FIG. 4.45 Aspecto da fratura da condição Z5cA2 tracionada à temperatura de 250 °C, com um (a) menor, ((b) e (c)) intermediário e (d) alto aumento. Na figura, RF indicam as regiões fundidas..... 163
- FIG. 4.46 Aspecto da fratura da condição Z5cA3 tracionada à temperatura de ((a), (c), (e), (g)) 250 °C e ((b), (d), (f), (h)) 350 °C, com um ((a), (b)) menor, ((c), (d), (e), (f)) intermediário e ((g), (h)) alto aumento. Na figura, RF indicam as regiões fundidas.
..... 164
- FIG. 4.47 Aspecto da fratura da condição Z5cR tracionada à temperatura de ((a), (c), (e), (g)) 250 °C e ((b), (d), (f), (h)) 350 °C, com um ((a), (b)) menor, ((c), (d), (e), (f)) intermediário e ((g), (h)) alto aumento. Na figura, RF indicam as regiões fundidas.
..... 165
- FIG. 4.48 Aspecto da fratura da condição Z5cR2 tracionada à temperatura de ((a), (c), (e), (g)) 250 °C e ((b), (d), (f), (h)) 350 °C, com um ((a), (b)) menor, ((c), (d), (e), (f)) intermediário e ((g), (h)) alto aumento. Na figura, RF indicam as regiões fundidas.
..... 166
- FIG. 4.49 Aspecto da fratura da condição Z5cR3 tracionada à temperatura de ((a), (c), (e), (g)) 250 °C e ((b), (d), (f), (h)) 350 °C, com um ((a), (b)) menor, ((c), (d), (e), (f)) intermediário e ((g), (h)) alto aumento. Na figura, RF indicam as regiões fundidas.
..... 167
- FIG. 4.50 Evolução do percentual de redução de área para as condições (a) C, C2 e C3; (b) Z5cA, Z5cA2 e Z5cA3; (c) Z5cR, Z5cR2 e Z5cR3..... 170

FIG. 8.1 (a) Vista frontal e (b) vista lateral de uma amostra da condição CR ao ser laminada.
..... 184

FIG. 8.2 Vista superior de uma chapa laminada com uma espessura final de 3 mm..... 184

LISTA DE TABELAS

TAB. 2.1 Classificação das ligas de alumínio trabalháveis em relação ao principal elemento de liga (Adaptado de ASM HANDBOOK, 1990).	31
TAB. 2.2 Faixa de composição química (% em peso) da liga de alumínio 7475 (Adaptado de AMS 2355, 2017).	33
TAB. 3.1 Composição química da liga 7475-T7351 em estudo (% em peso).	76
TAB. 4.1 Composição química obtida pela sonda EDS em uma região a ¼ da espessura na condição CR, conforme indicações na FIG. 4.9. Valores em % em massa.	105
TAB. 4.2 Composição química obtida pela sonda EDS em uma região a ½ da espessura na condição CR, conforme indicações na FIG. 4.10. Valores em % em massa.	106
TAB. 4.3 Limite de resistência a tração (LR, medidos em MPa), obtidos no ensaio de tração a quente para as condições em estudo.	145
TAB. 8.1 Nome e significado da amostra com 12,5 mm de espessura.	181
TAB. 8.2 Nome e significado das amostras com 6,2 mm de espessura.	181
TAB. 8.3 Nome e significado das amostras com 3 mm de espessura que foram submetidas a laminação convencional.	182
TAB. 8.4 Nome e significado das amostras com 3 mm de espessura, que foram laminadas a temperatura ambiente, a partir da condição Z5c.	182
TAB. 8.5 Nome e significado das amostras com 3 mm de espessura, que foram laminadas com resfriamento prévio em nitrogênio líquido, a partir da condição Z5c.	183
TAB. 8.6 Limite de escoamento, limite de resistência e deformação plástica obtida após a ruptura dos corpos de prova tracionados a temperatura ambiente.	186
TAB. 8.7 Limite de resistência (medidos em MPa), obtidos no ensaio de tração a quente para as condições em estudo.	186
TAB. 8.8 Redução percentual de área dos corpos de provas ensaiados a uma taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ nas temperaturas de 250 e 350 °C.	187
TAB. 8.9 Deformação obtida nos corpos de prova após a fratura no ensaio de tração realizado a uma temperatura de 250 °C.	187
TAB. 8.10 Deformação obtida nos corpos de prova após a fratura no ensaio de tração realizado a uma temperatura de 300 °C.	188

TAB. 8.11 Deformação obtida nos corpos de prova após a fratura no ensaio de tração realizado a uma temperatura de 350 °C.	188
--	-----

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

ABREVIATURAS

BF	-	<i>Bright Field</i> - Campo Claro
CFC	-	Cúbica de Face Centrada
CG	-	Contorno de grão
DL	-	Direção de laminação
DL ₀	-	Direção de laminação original
DN	-	Direção normal
DT	-	Direção transversal
EFE	-	Energia de Falha de Empilhamento
ETD	-	Elétrons Secundários
G.P.	-	Guinier-Preston
GR	-	Grãos recristalizados
GA	-	Grão Alongado
LE	-	Limite de escoamento
LR	-	Limite de resistência
MO	-	Microscópio óptico
PA	-	Pró-análise
WD	-	<i>Work distance</i> – Distância de trabalho

SÍMBOLOS

%	-	Porcentagem
%p	-	Porcentagem em peso

°	-	Graus
°C	-	Graus Celsius
°C/min	-	Graus Celsius por minuto
α	-	Alfa
ε	-	Deformação plástica
μm	-	Micrometros
Å	-	Angstroms
Al ₂ O ₃	-	Alumina
CH ₃ OH	-	Metanol
F	-	Grãos de menor espessura
G	-	Precipitados com maior dimensão
g/cm ³	-	Gramas por centímetro cúbico
H ₂ O	-	Água
HCl	-	Ácido Clorídrico
HF	-	Ácido Fluorídrico
HNO ₃	-	Ácido Nítrico
kgf	-	Kilograma – força
kN	-	Kilonewton
kV	-	Kilovolts
L	-	Grãos com uma espessura maior
N	-	Newton
nm	-	Nanômetro
P	-	Precipitados de menores dimensões
rpm	-	Rotações por minuto
s	-	Segundos
S	-	Cavidades presentes na matriz metálica
s ⁻¹	-	Taxa de deformação
SiO ₂	-	Sílica
SUB	-	Subestruturas de discordâncias (sub-grãos)
T6	-	Tratamento térmico de envelhecimento

T7351	-	Codificação de um conjunto de tratamentos térmicos e mecânicos
W_1, W_2 e W_3	-	Velocidades de rotação dos cilindros de laminação

LISTA DE SIGLAS

AMS	-	<i>American Materials Society</i>
CEFET	-	Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca
COPPE	-	Instituto Alberto Luiz Coimbra de Pós-Graduação e Pesquisa em Engenharia
CTS	-	Centro de Tecnologia SENAI
DRX	-	Difração de Raios X
EBSD	-	<i>Electron Backscatter Diffraction</i> - Difração por Elétrons Retroespalhados
EDS	-	<i>X-Ray Energy Dispersive Spectrometer</i> (Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X)
EEIMVR	-	Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda
FEG	-	<i>Field Emission Gun</i>
FEI	-	<i>Field Electron and Ion</i>
IME	-	Instituto Militar de Engenharia
JEOL	-	<i>Japan Electron Optics Laboratory</i>
LNLS	-	Laboratório Nacional de Luz Síncrotron
MET	-	Microscopia Eletrônica de Transmissão
MEV	-	Microscópio Eletrônico de Varredura
MRD	-	<i>Materials Research Diffraction</i>
SAE	-	<i>Society of Automotive Engineers</i>
UFF	-	Universidade Federal Fluminense
UFRJ	-	Universidade Federal do Rio de Janeiro

RESUMO

O alumínio apresenta uma série de vantagens para uso como estrutura, porém o que limita uma maior aplicação é sua relativa baixa resistência mecânica e baixo ponto de fusão. A primeira limitação pode ser contornada com a adição de elementos de ligas, tratamentos térmicos adequados e encruamento, no qual pode se obter um limite de resistência a tração por volta de 510 MPa, em uma liga de alumínio, a citar como exemplo a 7475-T7351. A segunda limitação é o seu baixo ponto de fusão, faz com que estas ligas tenham suas propriedades mecânicas reduzidas significativamente com baixos incrementos de temperatura. Este trabalho teve como objetivo principal, verificar o condicionamento microestrutural e sua estabilidade durante o ensaio de tração a quente com diferentes temperaturas (250, 300 e 350 °C) e taxas de deformação (1×10^{-3} e $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$). Para tal, utilizou-se a liga de alumínio de nomenclatura 7475-T7351, a qual foi submetida a diferentes rotas de laminação e tratamentos térmicos de recozimento. Para acompanhar a evolução microestrutural e mecânica desta liga de alumínio e suas distintas condições de processamento, foram realizadas análises de Difração de Raios X, Microscopia Eletrônica de Transmissão, ensaio de dureza Vickers e ensaios de tração com distintas taxas de deformação e temperaturas de ensaio. No ensaio de tração a quente, foi constatado que quanto maior a temperatura de ensaio e menor a taxa de deformação, menor é o limite de resistência e maior é a deformação, sendo que esta última se deu a maior parte na estrição. Foi observado, que a realização de um resfriamento em nitrogênio líquido previamente a segunda etapa de laminação, induz modificações apenas nas durezas das amostras, e com a realização do recozimento posterior, esta diferença decresceu até se igualarem com o tratamento térmico realizado a 300 °C. Ao recozer as amostras deformadas nas temperaturas de 200 e 300 °C, oriundas da laminação convencional até 3 mm de espessura (condição C), estas operações não modificaram significativamente o limite de resistência obtido no ensaio de tração a quente, levando em consideração os mesmos parâmetros. Após o tratamento térmico de recozimento entre as operações de laminação cruzada e convencional (condições Z5cA e Z5cR), ocorreu um decréscimo no limite de resistência, principalmente nas amostras que foram recozidas previamente à temperatura de 300 °C. Este resultado pode ser associado devido a presença de regiões recristalizadas evidenciadas por Microscopia Eletrônica de Transmissão. As condições somente submetidas a laminação convencional (C, C2 e C3) foram menos afetadas pelos parâmetros do ensaio de tração a quente, apresentando indícios que possuem uma estabilidade microestrutural maior do que as condições previamente submetidas a laminação cruzada (Z5cA, Z5cA2, Z5cA3, Z5cR, Z5cR2 e Z5cR3). Foi evidenciado através das análises da superfície de fratura dos corpos de prova, uma evolução microestrutural mais significativa no ensaio que foi realizado a 350 °C em comparação com o que foi realizado a 250 °C.

Palavras-chaves: Alumínio 7475-T7351, Laminação, Tratamento Térmico de Recozimento, Ensaio de Tração a Quente.

ABSTRACT

The aluminum has a several of advantages for use as structure, but what limits a greater application is their relatively low mechanical properties and low melting point. The first limitation can be overcome with the addition of alloying elements, suitable heat treatments and work hardening, which is possible obtained a tensile strength of 510 MPa for the 7475-T7351 aluminum alloy. The second disadvantage is the low melting point, and because of this, these alloys have their mechanical properties notably decreased with low temperature increments. This work is focused on verify the microstructural conditioning and its stability during hot tensile test with different temperatures (250, 300 and 350 °C) and tensile rates (1×10^{-3} and $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$). With this purpose, a 7475-T7351 aluminum alloy was used, and subjected to different rolling routes and annealing heat treatments. In order to follow the microstructural and mechanical properties changes of the aluminum alloy and its different processing conditions, were carried out X-Ray Diffraction, Transmission Electronic Microscopy, Vickers hardness tests and tensile tests with different tensile rates and temperatures. In the heat tensile tests, it was verified that with higher temperature test and lower deformation rate, lower is the tensile strength of the condition tested, and greater is ductile obtained, whose the large deformation happened in the necking region. It was observed that perform a cooling in liquid nitrogen before the second stage of rolling, changes only the samples hardness, and with the subsequent annealing, this difference decreased until match in the heat treatment performed at 300 °C. Annealing the deformed samples at temperatures of 200 and 300 °C, from conventional rolling up to 3 mm thickness (C condition), these operations did not significantly modify the tensile strength obtained in the hot tensile tests, taking the same parameters. After an annealing heat treatment between the cross and conventional rolling operations (Z5cA and Z5cR conditions), had decreases in the tensile strength, especially in samples that were previously annealed at 300 °C, which fact is justified due to the presence of recrystallized regions, which was evidenced by Transmission Electronic Microscopy. The conditions only subjected to conventional rolling (C, C2, and C3) were less affected by the hot traction test parameters, showing indications that have a greater microstructural stability than the conditions previously subjected to cross rolling (Z5cA, Z5cA2, Z5cA3, Z5cR, Z5cR2 and Z5cR3). It was evidenced through the fracture analyses of the samples, a most significant microstructural evolution in the test that was carried out at 350 °C in comparison with that was carried out at 250 °C.

Keywords: 7475-T7351 aluminium alloy, Rolling, Annealing heat treatment, Hot tensile test.

1 INTRODUÇÃO

O cenário atual das pesquisas busca uma maior eficiência energética, e a redução de peso das estruturas metálicas em diversos setores como, por exemplo, o aéreo e o automobilístico, tem sido uma alternativa viável. Dentre os materiais que são largamente utilizados nestes setores, se destaca o alumínio na forma de liga devido sua baixa densidade.

O alumínio apresenta dentre as várias vantagens, uma densidade de aproximadamente 2,7 g/cm³, grande abundância de seu minério na crosta terrestre, baixo custo de obtenção em relação aos demais metais não ferrosos, alta condutividade térmica e elétrica e alta ductilidade. Porém, o que limita uma maior aplicação é sua relativa baixa resistência mecânica, e um baixo ponto de fusão (que é por volta de 660 °C para o alumínio puro) (ASM HANDBOOK, 1990; MINATEL, 2009; ZHANG, CHEN e HU, 2018). A primeira limitação do alumínio pode ser contornada de diversas formas, como por exemplo, a adição de elementos de liga, realização de tratamentos térmicos adequados, encruamento e redução do tamanho médio dos grãos (LIMA, 2002). Dentre as ligas de alumínio, as que possuem uma maior resistência mecânica são as ligas da série 2XXX e 7XXX, e devido a esta característica, são amplamente utilizadas para construção de partes das estruturas de aeronaves (ASM HANDBOOK, 1990, ZHANG, CHEN e HU, 2018).

Por outro lado, dentre as ligas das séries 2XXX e 7XXX, a que possui o maior destaque, são as ligas de alumínio da série 7XXX. Estas ligas, apresentam como principal elemento de liga o zinco, podendo ser adicionados também outros elementos de liga como por exemplo, o cobre, magnésio e zircônio. Além do aumento da resistência mecânica devido a adição de elementos de liga, as ligas da série 7XXX apresentam alta resposta aos tratamentos térmicos de precipitação (ZHANG, CHEN e HU, 2018).

Dentre os tratamentos térmicos que aumentam a resistência mecânica das ligas de alumínio, o mais utilizado é o tratamento térmico de envelhecimento artificial (T6). Primeiramente é realizado um tratamento térmico de solubilização, que consiste em aquecer a liga a uma certa temperatura (geralmente entre 460 – 510 °C), e após um determinado tempo, resfriar-se rapidamente até a temperatura ambiente, obtendo assim uma solução sólida supersaturada (ASM HANDBOOK, 1990; HADJADJ e AMIRA, 2009; ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014). Posteriormente a este tratamento térmico, a liga da série 7XXX na condição

supersaturada é aquecida até uma temperatura entre 90 e 200 °C, e mantida durante tempos relativamente grandes (entre 6 e 48 horas) (ASM HANDBOOK, 1990; HADJADJ e AMIRA, 2009; ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014)

A correta faixa de temperatura e tempo, proporcionam a formação de uma grande fração volumétrica de precipitados, que ficam finamente dispersos ao longo da matriz da liga, obtendo-se assim uma maior dureza. Após o tempo que se obtém a maior dureza, mantendo a liga exposta a temperatura, pode ocorrer um crescimento excessivo dos precipitados e conseqüentemente, ocorrer uma redução da resistência mecânica da liga, cujo comportamento é denominado de superenvelhecimento.

Apesar de ter como resultado uma alta resistência mecânica com o tratamento térmico T6, este traz algumas desvantagens, como por exemplo, uma baixa vida à fadiga. Com o objetivo de contornar este comportamento, alguns autores nos últimos anos têm buscado novos ciclos térmicos para os tratamentos térmicos de solubilização / envelhecimento, com o objetivo de incrementar a vida à fadiga e manter uma alta resistência mecânica (ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014; ZANG, 2018).

Outra alternativa para melhorar as propriedades mecânicas das ligas de alumínio, é a realização de uma deformação plástica. Esta geralmente tem como objetivo conferir às ligas processadas, melhores propriedades mecânicas devido ao encruamento, e ao refinamento do tamanho de grão quando a deformação é conjugada com tratamentos térmicos de recozimento.

Dentre os processos de conformação mecânica existentes, o mais utilizado na indústria atualmente, devido a uma série de vantagens como por exemplo: alta produtividade, alta gama de propriedades mecânicas obtidas pelos materiais processados, controle dimensional do produto acabado, etc., é a laminação (BRESCIANI Filho *et al.*, 2011).

A segunda limitação do alumínio, como foi dito anteriormente, é seu baixo ponto de fusão, no qual em se tratando das ligas de alumínio, na maior parte das vezes, é menor do que 660 °C. Quanto a esta limitação, não há formas para se contornar, e devido a este fator, o alumínio tem suas propriedades mecânicas alteradas significativamente quando exposto a solicitações mecânicas realizadas a temperaturas ainda que relativamente baixas, como por exemplo 200 °C.

Os efeitos desta segunda limitação, podem ser mitigados conhecendo-se a faixa de temperatura em que uma determinada liga de alumínio é utilizada, e qual a influência desta temperatura nas propriedades mecânicas, como por exemplo, nas propriedades mecânicas relacionadas ao ensaio de tração.

No que diz respeito a liga de alumínio 7475-T7351, uma grande parte dos trabalhos

encontrados na literatura, avaliam a resistência a fadiga e a resistência à corrosão desta liga após diferentes processamentos e/ou diversos meios (CHEMIN *et al.*, 2014; KADLEC, RUZEK e NOVAKOVA, 2015; CHEMIN *et al.*, 2015; HOMOLA, RUZEK e BEHAL, 2015; RAMOS *et al.*, 2016; RAO, 2016; COULES *et al.*, 2018). Sendo assim, a literatura ainda carece de um estudo mais aprofundado de seu comportamento mecânico quando esta é submetida a rotas de processamentos mecânicos e térmicos.

Durante o ensaio de tração, podem ocorrer uma série de mecanismos metalúrgicos, que são dependentes principalmente da taxa de deformação, temperatura do ensaio e condicionamento microestrutural do metal a ser ensaiado. Sendo assim, pode ocorrer a mudança dos mecanismos de deformação frente a estabilidade que um determinado condicionamento microestrutural apresente, quando exposto a uma determinada temperatura durante a deformação. No caso da taxa de deformação, esta pode afetar ou não estes mecanismos de deformação, dando tempo ou não para a restauração da estrutura que está sendo encruada no intervalo de temperatura do trabalho mecânico a morno ou a quente.

Sendo assim, se faz necessário o estudo do comportamento das ligas de alumínio, como no caso desta tese, a liga de alumínio 7475-T7351, quando esta é submetida ao ensaio de tração em condições distintas de temperaturas e taxas de deformação, para averiguar se suas propriedades mecânicas são modificadas ou não, mediante a variação do condicionamento microestrutural prévio ao ensaio de tração.

1.1 OBJETIVO PRINCIPAL

O presente trabalho teve como objetivo principal analisar a variação do condicionamento microestrutural de uma liga de alumínio e sua estabilidade durante o ensaio de tração a quente em diferentes temperaturas e taxas de deformação. Para tal, utilizou-se a liga de alumínio 7475-T7351, a qual foi submetida a diferentes rotas de laminação e tratamentos térmicos de recozimento.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Dentre os objetivos específicos deste presente trabalho destacam-se:

(i) Realizar a caracterização mecânica e microestrutural da liga no estado “como recebida”, e acompanhar sua evolução durante o processamento mecânico e térmico;

(ii) Escolher os melhores parâmetros de tratamento térmico de recozimento para a recristalização das amostras oriundas da laminação cruzada, permitindo que as mesmas apresentassem trabalhabilidade adequada durante a laminação convencional posterior, principalmente na condição com resfriamento prévio em nitrogênio líquido antes de cada passe de redução;

(iii) Comparar as propriedades mecânicas e características microestruturais das amostras submetidas a laminação convencional até 3 mm de espessura, e as chapas que foram submetidas primeiramente a uma laminação cruzada, recozidas e por final laminadas até 3 mm de espessura (em distintas temperaturas);

(iv) Avaliar a evolução dos precipitados existentes na matriz metálica da liga de alumínio 7475-T7351, após os tratamentos térmicos de recozimento nas temperaturas de 200 e 300 °C.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 ALUMÍNIO E SUAS LIGAS

2.1.1 Características Gerais e Obtenção do Alumínio e suas Ligas

O alumínio e suas ligas monofásicas têm a matriz metálica de estrutura cristalina CFC (Cúbica de Face Centrada), e devido uma série de características / vantagens, como por exemplo: baixo custo em relação aos outros metais não ferrosos, grande abundância de seu minério na crosta terrestre, alta condutividade térmica e elétrica, densidade relativamente baixa (por volta de $2,7 \text{ g/cm}^3$), resistência à corrosão em alguns ambientes (incluindo o ambiente atmosférico), alta ductilidade, não magnético, atóxico, é o metal não ferroso mais utilizado mundialmente (ASM HANDBOOK, 1990; MINATEL, 2009; ZHANG, CHEN e HU, 2018). O que impede que o alumínio não seja ainda mais utilizado é a sua baixa temperatura de fusão ($660 \text{ }^\circ\text{C}$ quando a pureza do alumínio é de 99,80%, e para suas ligas uma temperatura inferior a $660 \text{ }^\circ\text{C}$) e sua baixa resistência mecânica em comparação a outros metais (ASM HANDBOOK, 1990; MINATEL, 2009). Porém no que diz respeito a resistência mecânica do alumínio na forma de ligas, há um incremento significativo com a adição de determinados elementos de liga e quando submetidas a tratamentos termomecânicos adequados. Um exemplo disto, é a liga de alumínio 1060-O que possui um limite de resistência à tração de aproximadamente 70 MPa, enquanto que a liga de alumínio 7050-T6 chega a ter um limite de resistência à tração de aproximadamente 570 MPa (ASM HANDBOOK, 1990).

Para a obtenção do alumínio na sua forma metálica, geralmente segue-se 3 etapas distintas: primeiramente ocorre a extração da bauxita (principal minério de alumínio) da crosta terrestre e o beneficiamento do mesmo (MINATEL, 2009); no segundo estágio a bauxita é transformada em óxido (alumina, Al_2O_3) geralmente pelo processo denominado Bayer que é o mais utilizado nas indústrias produtoras de alumínio (MINATEL, 2009); e no terceiro e último estágio ocorre a redução eletrolítica da alumina (Al_2O_3) para a obtenção do alumínio metálico através de um processo denominado Hall-Heroult (PRASAD, 2000; SVERDLIN, 2003; MINATEL, 2009).

O alumínio e suas ligas estão sendo cada vez mais utilizados em diversos segmentos como, por exemplo, o ramo automobilístico, aéreo, naval, elétrico e farmacêutico. Essa ampla gama de aplicações é devido a inigualáveis características físico-químicas e uma grande possibilidade de se obter uma ampla faixa de propriedades mecânicas através do controle da composição química aliado a tratamentos térmicos (LIMA, 2002) e mecânicos.

No sistema de classificação mais geral das ligas de alumínio, estas são classificadas como ligas fundidas ou trabalháveis (ASM HANDBOOK, 1990). A liga de alumínio em estudo (7475) está compreendida no universo das ligas trabalháveis, e tais ligas são classificadas em função do elemento de liga principal (TAB. 2.1). As ligas trabalháveis são nomeadas de acordo com um código de 4 dígitos, cujo primeiro dígito indica a classificação de acordo com a(s) adição(ões) de elemento(s) de liga que conferem a estas a maior mudança de suas propriedades, o segundo dígito indica a modificação que a liga sofreu e os dois últimos indicam o percentual mínimo de alumínio nesta liga.

TAB. 2.1 Classificação das ligas de alumínio trabalháveis em relação ao principal elemento de liga (Adaptado de ASM HANDBOOK, 1990).

Código	Descrição
1XXX	Alumínio puro.
2XXX	Cobre é o elemento de liga principal, porém pode ser adicionado também o magnésio.
3XXX	O Manganês é o principal elemento de liga.
4XXX	O Silício é o principal elemento de liga.
5XXX	O Magnésio é o principal elemento de liga.
6XXX	O Magnésio e Silício são os principais elementos de liga.
7XXX	O Zinco é o principal elemento, porém também pode conter Cobre, Magnésio, Cromo e Zircônio.
8XXX	O Estanho ou Lítio são os principais elementos de liga.
9XXX	Reservado para uso futuro.

As ligas trabalháveis, ou seja, ligas que são submetidas a processos de conformação mecânica durante sua produção, ainda se subdividem em ligas não tratáveis termicamente, no qual sua resistência mecânica não aumenta através de tratamentos térmicos, mas apenas através do trabalho a frio; e ligas tratáveis termicamente, no qual sua resistência mecânica pode ser aumentada através de tratamentos térmicos adequados (LIMA, 2002). No grupo das ligas não tratáveis termicamente estão às ligas de alumínio das séries 1XXX, 3XXX, 4XXX e 5XXX, e no grupo das ligas de alumínio que são tratáveis termicamente enquadram-se as ligas da série 2XXX, 6XXX, 7XXX e 8XXX (LIMA, 2002).

2.1.2 A Liga de Alumínio 7475 e Conjunto de Tratamentos Térmicos e Mecânico T7351

As ligas de alumínio da série 7XXX apresentam uma maior resistência mecânica em relação as outras ligas de alumínio trabalháveis, devido a adição dos elementos de liga como por exemplo, o zinco, cobre, magnésio, manganês e silício, e de tratamentos termomecânicos adequados. Desta forma, por alinharem uma relativa alta resistência mecânica, alta ductilidade, alta resistência a corrosão e alta resistência a fadiga, à uma baixa densidade, são amplamente utilizadas na indústria aeroespacial. Estas ligas de alumínio, são empregadas na fabricação da fuselagem e longarinas de asas de aviões, e em estabilizadores horizontais e verticais (BRAGA, 2011; DURSUN e SOUTIS, 2014; ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014).

Devido ao fim a que se destinam, algumas ligas de alumínio da série 7XXX, como por exemplo, a liga 7075 e 7050, que apresentam como características marcantes, uma baixa tenacidade a fratura e uma baixa resistência a corrosão, tem seu emprego sendo limitado nos últimos anos na indústria aeroespacial. Trabalhos recentes focam no desenvolvimento de ligas do sistema Al-Zn com propriedades balanceadas (resistência a corrosão, resistência mecânica, vida a fadiga, tenacidade a fratura) (ZHANG, CHEN e HU, 2018).

A liga de alumínio 7475 (às vezes denominadas por alguns autores de como liga Al-Zn-Mg-Cu) é uma versão modificada da liga de alumínio 7075, e tal modificação se deve a uma redução total do teor máximo de impurezas (ferro e silício) de 0,90% para 0,22% em peso (AMS 2355, 2011; ZHANG, CHEN e HU, 2018). Na TAB. 2.2 é apresentada a faixa de composição química da liga 7475 conforme a norma AMS 2355 (2011).

A redução dos teores totais de ferro e silício da liga 7075 para a liga 7475 proporcionam uma maior resistência mecânica e uma maior tenacidade à fratura (podendo chegar até 52 MPam^{1/2}) (DURSUN e SOUTIS, 2014; ZHANG, CHEN e HU, 2018). Esta redução do percentual total de Fe + Si, também influencia os parâmetros dos tratamentos térmicos (solubilização, têmpera e de envelhecimento) quando se compara a liga 7075 com a liga 7475 (DURSUN e SOUTIS, 2014).

Um exemplo de tal influência, é a temperatura empregada para o tratamento térmico de solubilização que faz parte do conjunto de tratamentos térmicos e mecânico T7351, no qual para a liga 7075 a temperatura do tratamento térmico de solubilização é de 480 °C, e já para a liga 7475 é de 510 °C, no qual ambos os parâmetros de tratamentos térmicos são os empregados em chapas com as mesmas faixas de espessuras (ASM HANDBOOK, 1991).

TAB. 2.2 Faixa de composição química (% em peso) da liga de alumínio 7475 (Adaptado de AMS 2355, 2017).

Elemento Químico (% em peso)	Mínimo	Máximo
Zinco	5,20	6,20
Magnésio	1,90	2,60
Cobre	1,20	1,90
Cromo	0,18	0,25
Silício	-	0,10
Ferro	-	0,12
Manganês	-	0,06
Titânio	-	0,06
Outros Elementos (cada)	-	0,05
Outros Elementos (total)	-	0,15
Alumínio	Restante	

Para ligas metálicas em geral, quando a quantidade de um determinado elemento de liga excede o limite de solubilidade no sólido, no qual para a liga de alumínio 7475 pode ocorrer durante o *casting* da liga ou após o tratamento térmico de solubilização, estes elementos de liga podem formar constituintes microestruturais de "segunda fase", sendo que para isto acontecer, é necessário um mínimo de energia térmica para proporcionar a formação dos mesmos. Para a liga em estudo, os microconstituintes de "segunda-fase" formados podem se dividir em três tipos diferentes segundo o modo de formação e as características dos mesmos (TOTTEN e MACKENZIE, 2003; ASM HANDBOOK, 2004; BRAGA, 2011; ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014):

(i) partículas primárias: são as primeiras a se solidificarem, antes mesmo do alumínio. Aparecem em ligas hipereutéticas, durante a solidificação, e em ligas trabalháveis, por reações peritéticas. As partículas primárias que geralmente são encontradas na liga de alumínio 7475-T7351 são: Al_7Cr , Al_3Ti e/ou Al_3Zr . Devido baixos valores de % em peso do zircônio (Zr), cromo (Cr) e titânio (Ti) obtidos pela análise de espectroscopia de emissão ótica da liga em estudo e apresentados na TAB. 3.1 (capítulo 3 Material e Métodos), é esperado que estas partículas primárias sejam de certa forma raras de serem encontradas em análises pontuais, como por exemplo, análises realizadas pela sonda EDS (Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X) acoplada ao Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV);

(ii) partículas constituintes: são compostos intermetálicos formados em reações eutéticas durante a solidificação, podendo ser insolúveis ou parcialmente solúveis, e quando formadas nesta etapa, apresentam uma interface coerente com a matriz. Estas partículas são potenciais sítios de nucleação de grãos recristalizados, não causam aumento de resistência mecânica

devido seu tamanho grosseiro, geralmente diminuem a resistência à fadiga e tenacidade à fratura. As partículas constituintes mais comuns na liga de alumínio 7475-T7351 são: Al_7Cu_2Fe , $Al_{12}(Fe, Mn)_3Si$, $Al_6(Fe, Mn)$, Mg_2Si , SiO_2 , Al_2CuMg e $Al_{23}CuFe_4$;

(iii) dispersóides: são partículas muito pequenas (menores do que 1 μm de tamanho) que são incoerentes com a matriz e estão dispersas na mesma, no qual são formados tanto durante a solidificação quanto durante o pré-aquecimento do lingote. Tais partículas podem impedir ou atrasar a recristalização estática durante o processamento, pois atuam como bloqueio mecânico à movimentação dos contornos de grão (ancoramento dos contornos de grão). Os dispersóides mais comuns na liga de alumínio 7475-T7351 são os $Al_{12}Mg_2Cr$ e $MgZn_2$.

Com o objetivo de entender melhor o processamento e os ciclos térmicos que a liga de alumínio 7475-T7351 foi submetida desde sua concepção (*casting*) até sua forma final, a FIG. 2.1 apresenta de forma esquemática a sequência de processamentos / tratamentos térmicos e a variação da temperatura que ligas de alumínio da série 7XXX, e em especial a liga 7475-T7351, sofrem desde sua concepção até o final do conjunto de tratamentos térmicos e mecânico T7351. Na FIG. 2.1, as linhas tracejadas indicam uma certa imprecisão no tempo gasto para uma dada operação, e as linhas serrilhadas indicam uma componente mecânica aplicada durante a etapa em questão (ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014).

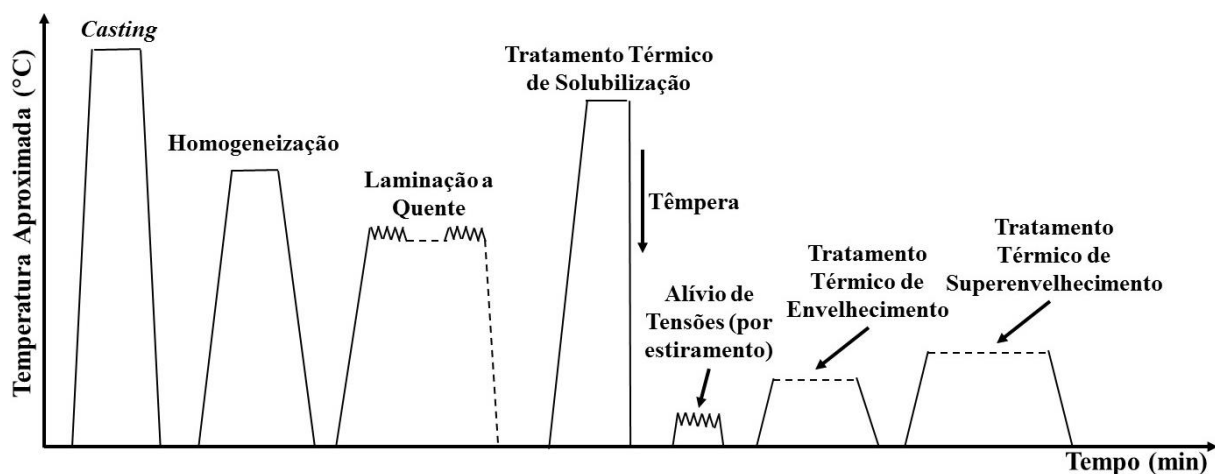


FIG. 2.1 Variação de temperatura sofrida pela liga 7475 desde sua concepção até o final do conjunto de tratamentos térmicos e mecânico T7351 (Adaptado de ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014).

Quando o alumínio é fundido e lingotado (*casting*), as regiões que se resfriam mais rapidamente e se solidificam ocorrem próximo da superfície do lingote. Dendritas da fase α do alumínio crescem na direção do fluxo de temperatura, resultando assim uma composição química diferente ao longo da espessura do lingote, devido uma segregação diferencial de

soluto, tanto em escala micro quanto em escala macro.

Pequenas variações de segregações de soluto podem ser removidas com a realização de um tratamento térmico de homogeneização posterior a solidificação do lingote. Segregações maiores de soluto não são possíveis de serem eliminadas nem mesmo com a realização de um tratamento térmico de recozimento posterior. Sendo assim, pode acontecer que em certas regiões de um lingote, existam porcentagens de um determinado elemento químico que fujam de uma faixa segundo uma determinada norma (ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014).

Durante o resfriamento do lingote, ocorre a formação de partículas que são chamadas de partículas constituintes, como mencionado anteriormente, as quais são geralmente insolúveis ou parcialmente solúveis quando o metal se encontra no estado sólido após o *casting*. Estas partículas que surgem na matriz metálica nesta etapa do processamento, são geralmente incoerentes com a matriz e normalmente se formam entre as dendritas da fase α , devido à grande quantidade de um determinado soluto presente nestas regiões (ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014).

Em se tratando de ligas de alumínio da série 7XXX, tem-se encontrado uma série de partículas contendo em sua composição os elementos Fe e Si, no qual as partículas com uma maior frequência são as Al_7Cu_2Fe e Mg_2Si . Teores de Cu em ligas de alumínio da série 7XXX, geralmente são limitados, pois estes proporcionam a formação de partículas intermetálicas muito grosseiras, como por exemplo, Al_2CuMg . A presença de partículas constituintes muito grosseiras pode deteriorar a resistência mecânica, resistência à fadiga, e a tenacidade à fratura destas ligas (ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014).

O tratamento térmico de homogeneização é tipicamente realizado em ligas da série 7XXX entre as temperaturas de 450 e 500 °C (FIG. 2.1), porém esta faixa de temperatura pode variar significativamente de acordo com a composição química da liga. Em alguns casos este tratamento térmico pode ser realizado em dois patamares de temperaturas diferentes, dependendo do objetivo que quer ser alcançado. O principal objetivo deste tratamento térmico é eliminar pequenas diferenças de segregação de soluto ao longo da espessura do lingote. Em ligas de alumínio da série 7XXX, os elementos de liga Cr, Mn e Zr formam dispersóides durante o tratamento térmico de homogeneização, no qual diminuem o crescimento de grão e inibem a recristalização em procedimentos posteriores quando a liga é exposta a altas temperaturas (ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014).

Após o tratamento térmico de homogeneização das ligas de alumínio da série 7XXX, há a realização da laminação a quente, que é executada por volta de 400 °C. Esta temperatura reduz

a resistência a deformação plástica do alumínio, sendo possível realizar grandes deformações, no qual lingotes com até 1000 mm são deformados até uma espessura final entre 6 e 150 mm (BRESCIANI Filho *et al.*, 2011; ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014).

Devido aos fortes esforços de compressão e tração exercidos durante a laminação em um lingote, que possui uma estrutura inicialmente formada por dendritas (microestrutura celular grosseira bruta de fundição), sua microestrutura é modificada, no qual os grãos são achatados e alongados na direção de laminação, e desta forma, partículas constituintes presentes nos grãos são fragmentadas e dispersas ao longo da direção de laminação da chapa (OLIVEIRA, 2009; ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014).

Durante a laminação a quente ocorrem mecanismos de restauração do material, no qual são descritos em termos de recuperação e recristalização, e estes podem ocorrer de maneira dinâmica e/ou estática. Para isto, na laminação a quente, a placa a ser laminada passa pelos cilindros de laminação com uma temperatura superior a temperatura de recristalização (PADILHA e SICILIANO Jr, 2005). A menor temperatura para a laminação a quente é aquela cuja velocidade de recristalização é rápida o suficiente para eliminar o encruamento provocado enquanto o metal está sendo laminado (PADILHA e SICILIANO Jr, 2005). Porém, só a temperatura durante a laminação não é um fator único para a ocorrência ou não da recristalização.

A ocorrência da recristalização também depende de fatores como a energia de falha de empilhamento (EFE) do metal / liga, e da quantidade e da taxa de deformação imposta por passe. Caso estes fatores não sejam satisfeitos para ativar a recristalização ocorrerá a simples recuperação da estrutura, seja durante a deformação (dinamicamente) ou logo que seja cessada a deformação (estaticamente). Uma recuperação dinâmica significativa, também geralmente ocorre com a laminação a quente das ligas da série 7XXX, no qual se reorganizam em formato de subgrãos (ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014).

Diferente de outras ligas de alumínio, em que a laminação a quente é o suficiente para resultar em uma microestrutura completamente recristalizada, as ligas da série 7XXX geralmente só apresentam grãos recristalizados em regiões mais deformadas, pois os dispersóides inibem a completa recristalização. Mesmo após a laminação a quente com a realização de um tratamento térmico de solubilização posterior em condições usuais, estas ligas não recristalizam por completo, pois não há uma energia interna suficiente para ultrapassar esta força de ancoramento que os dispersóides exercem durante a movimentação das células de

discordâncias (baixo ângulo) e contornos de grão (alta ângulo) (ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014).

Embora não tenham uma microestrutura completamente recristalizada, ligas de alumínio da série 7XXX laminadas a quente, tipicamente possuem regiões com grãos recristalizados e partículas constituintes distribuídas ao longo dos contornos dos grãos alongados (não recristalizados), conforme apresentado na FIG. 2.2 (a). Na FIG. 2.2 (b) é apresentado um desenho esquemático, de como os dispersóides e subgrãos estão distribuídos ao longo de um grão indicado na FIG. 2.2 (a) (ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014).

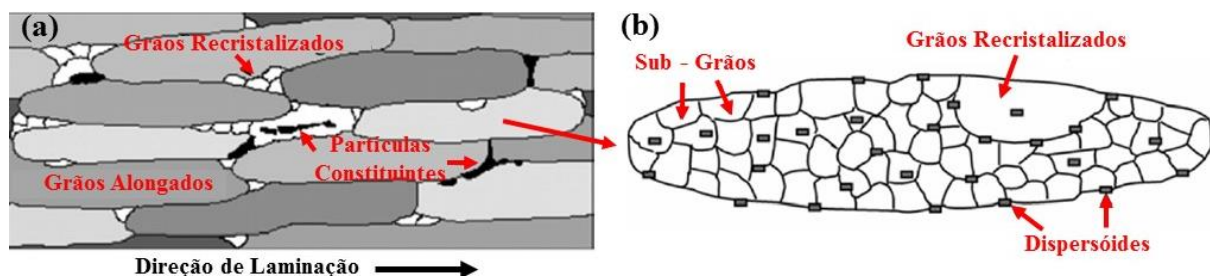


FIG. 2.2 (a) Microestrutura típica das ligas de alumínio da série 7XXX laminadas a quente, e (b) Subestrutura parcialmente recristalizada com dispersóides distribuídos ao longo da mesma (Adaptado de ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014).

Após a laminação a quente das ligas de alumínio da série 7XXX, estas podem ser submetidas a tratamentos térmicos para maximizarem uma determinada propriedade em questão. Para a liga em estudo na condição como recebida, a mesma foi submetida ao conjunto de tratamentos térmicos e mecânico de nomenclatura T7351, cujo que tem como finalidade maximizar a resistência à corrosão em detrimento das propriedades mecânicas devido ao superenvelhecimento desta liga.

O conjunto de tratamentos térmicos e mecânico T7351 para a liga de alumínio 7475 no formato de chapa, consiste em um conjunto de operações que engloba primeiramente um tratamento térmico de solubilização (T7 indica liga solubilizada e estabilizada), um alívio de tensões por estiramento, para obter-se uma microestrutura diferenciada para as próximas etapas, ou seja, os tratamentos térmicos de envelhecimento e superenvelhecimento (AMS 2355, 2017; ASM HANDBOOK, 1991).

No primeiro tratamento térmico realizado, ou seja, o tratamento térmico de solubilização, o mesmo é conduzido à uma temperatura de encharque de 510 °C (podendo ter uma variação máxima de ± 6 °C). Após ser atingido um determinado tempo de encharque, o material é retirado rapidamente do forno e resfriado até a temperatura ambiente por meio de uma imersão

em água a temperatura ambiente (ASM HANDBOOK, 1991; BRAGA, 2011).

Com a realização do tratamento térmico de solubilização, durante a manutenção na temperatura de encharque, ocorre a dissolução dos precipitados pré-existentes na matriz, transformando-a em uma matriz supersaturada, e além disto, também ocorre o aumento significativo de lacunas. Com o rápido resfriamento do material devido a sua imersão em água, não há tempo suficiente para ocorrer a difusão dos átomos, e desta forma, mantém-se a matriz supersaturada e com uma quantidade de lacunas relativamente grande mesmo a temperatura ambiente. Estas lacunas servem como pontos de nucleação de precipitados de pequenas dimensões, em tratamentos térmicos posteriores, como por exemplo, o tratamento térmico de envelhecimento (ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014).

Também com a realização do tratamento térmico de solubilização, devido ao rápido resfriamento, são gerados gradientes diferentes de resfriamento ao longo da espessura da chapa, e desta forma, geram-se tensões residuais internas. Após o tratamento térmico de solubilização, geralmente ocorre uma etapa posterior de alívio de tensões (ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014), como por exemplo, o alívio de tensões por estiramento, em que as chapas são aquecidas a baixas temperaturas e levemente tracionadas.

Após o alívio de tensões por estiramento é realizado um tratamento térmico de envelhecimento, o qual tem como objetivo promover o endurecimento da liga através de uma distribuição densa e uniforme de precipitados. Este tratamento térmico é realizado com o aquecimento da liga a uma determinada temperatura, suficiente para gerar taxas de difusão capazes de promover a nucleação de partículas de “segunda-fase” metastáveis, e após isto, com a manutenção da liga nesta temperatura durante um determinado tempo, ocorre o crescimento das partículas, e após o tamanho ideal ser obtido, a liga é resfriada até a temperatura ambiente. Para a liga de alumínio 7475 o tratamento térmico de envelhecimento que compõe o tratamento térmico de nomenclatura T7351, é realizado a uma temperatura de 107 °C durante um tempo de encharque de 6 a 8 horas (ASM HANDBOOK, 1991; BRAGA, 2011).

Com a realização do tratamento térmico de envelhecimento, a fração volumétrica de precipitados aumenta, no qual os precipitados inicialmente gerados com o tratamento térmico de envelhecimento são coerentes com a matriz, e depois de um determinado tempo, tornam-se semicoerentes, e finalmente se tornam incoerentes no final do tratamento térmico. Com a realização de tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento em ligas da série 7XXX, os valores médios de dureza e limite de resistência tipicamente variam entre 160 e 200 HV e 450 e 570 MPa, respectivamente (ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014).

O valor da resistência mecânica obtida devido o envelhecimento de uma liga de alumínio, depende fundamentalmente da temperatura e do tempo utilizados nos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento, e dos elementos de ligas adicionados. No que diz respeito ao tratamento térmico de envelhecimento, a temperatura e tempo utilizados nesta etapa, influenciam a cinética e a sequência de formação dos precipitados (LEO *et al.*, 2009).

A alta resistência mecânica exibida pelas ligas da série 7XXX no estado envelhecido, deve-se a uma fina dispersão de precipitados ao longo da matriz metálica, principalmente os dispersóides η' e η . Sendo este último, menos efetivo no aumento da resistência mecânica da liga devido a sua natureza (LEO *et al.*, 2009).

O dispersóide η' é metaestável, podendo ser coerente ou semicoerente com a matriz. Este dispersóide geralmente tem o formato de pequenos bastões, e apresentam uma fórmula química (com diferentes razões entre os elementos Mg e Zn) e uma estrutura cristalina controversa na literatura (YAMAMOTO *et al.*, 1998; HADJADJ e AMIRA, 2009). Sendo assim, não será atribuído a este dispersóide uma fórmula química como os demais precipitados, sendo chamado apenas de η' neste trabalho.

O dispersóide η é termodinamicamente mais estável do que o dispersóide η' , podendo ser incoerente ou semicoerente com a matriz, sendo esta natureza dependente da etapa em que é formado. Apresenta uma estrutura hexagonal com uma fórmula química $MgZn_2$ (YAMAMOTO *et al.*, 1998; HADJADJ e AMIRA, 2009; ZHANG, CHEN e HU, 2018),

Devido a importância da cinética de precipitação dos dispersóides $MgZn_2$ e η' no aumento da resistência de ligas da série 7XXX, alguns autores iniciaram os estudos, indicando possíveis rotas para a formação destes dispersóides (YAMAMOTO *et al.*, 1998; WERENSKIOLD, DESCHAMPS e BRÉCHET, 2000; WATERLOO *et al.*, 2001). Na FIG. 2.3, estão apresentadas resumidamente as duas possíveis rotas propostas de formação dos dispersóides $MgZn_2$ e η' .

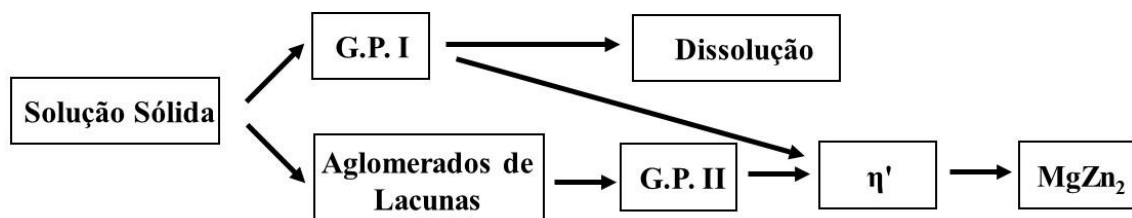


FIG. 2.3 Sequência de formação dos dispersóides $MgZn_2$ e η' em ligas da série 7XXX (Adaptado de WERENSKIOLD, DESCHAMPS e BRÉCHET, 2000).

Após o tratamento térmico de solubilização, são formadas duas diferentes zonas ou

aglomerado de átomos, cuja formação é facilitada pela difusão atômica. A primeira delas, é a formação de aglomerados de lacunas (vazios em ordem de grandeza atômica) e estes são preenchidos por átomos de soluto, que são formadas logo após ou durante o rápido resfriamento até a temperatura ambiente, e se mantém relativamente estáveis a temperatura ambiente (WATERLOO *et al.*, 2001; HADJADJ e AMIRA, 2009).

A segunda zona, é formada uma estrutura de aglomerados de átomos de soluto (conhecido como “*clusters*” de átomos), cuja largura não ultrapassa 100 unidades de átomos. Esta estrutura formada é conhecida como zonas de Guinier-Preston (zonas de G.P. I) (YAMAMOTO *et al.*, 1998).

Com a realização do tratamento térmico de envelhecimento, os aglomerados de lacunas preenchidos por átomos de soluto crescem rapidamente sendo substituídos por uma estrutura mais ordenada, que é conhecida como zonas de G.P. II. A manutenção da liga de alumínio na temperatura de patamar do tratamento térmico (sendo esta abaixo da temperatura de dissolução das zonas de G.P.), a G.P. II transforma-se no dispersóide η' , enquanto que as zonas de G.P. I se dissolvem ou também se transformam no dispersóide η' . Durante o curso do tratamento isotérmico, o dispersóide η' é substituído pelo dispersóide estável η , desde que a energia livre do sistema diminua (YAMAMOTO *et al.*, 1998; WATERLOO *et al.*, 2001; WERENSKIOLD, DESCHAMPS e BRÉCHET 2000; HADJADJ e AMIRA, 2009).

O dispersóide de $MgZn_2$, pode ocorrer na matriz metálica com diversas orientações, que é influenciada de acordo com o modo de formação (nucleação próxima dos dispersóides η' , sendo transformados a partir dos dispersóides η' , nucleação em regiões com uma densidade de discordâncias, nucleação nos contornos de grão, etc.) (HADJADJ e AMIRA, 2009).

Devido a importância dos dispersóides η' e $MgZn_2$ no aumento da resistência mecânica de ligas de alumínio da série 7XXX, alguns autores tem estudado a cinética de precipitação e transformação do precipitado η' no precipitado de $MgZn_2$.

WERENSKIOLD, DESCHAMPS e BRÉCHET (2000) em seu trabalho, fizeram um acompanhamento *in situ* em um Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET) de uma liga de alumínio com 5,5% de Zn, 1,2% de Mg, 0,16% de Zr e 0,15% de Fe (% em peso), quando esta foi submetida ao tratamento térmico de envelhecimento. Observou que até 7 horas de encharque a temperatura de 120 °C, não houve a nucleação de dispersóides η' , porém observou algumas regiões com *spots* de difração difusos, que possivelmente indicam zonas de G.P. II. Observou também que após a nucleação dos precipitados, não houve uma evolução significativa do diâmetro do mesmo com a permanência na temperatura de 120 °C.

Para os tratamentos térmicos realizados em temperaturas entre 140 e 170 °C foi observado que após a nucleação do dispersóide η' , ocorre um rápido crescimento até 6 horas. Após este tempo, o autor sugeriu que se iniciou o processo de coalescimento dos precipitados.

Com a manutenção da liga na temperatura de tratamento térmico de envelhecimento além do tempo ótimo que se obtém a máxima dureza e resistência mecânica, ou com a realização de um outro tratamento térmico posterior ao envelhecimento, como por exemplo o superenvelhecimento, há um decréscimo desta máxima dureza e resistência mecânica, no qual é associada ao coalescimento dos precipitados, e desta forma, reduz-se o número de partículas e aumenta o tamanho das mesmas (ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014). No conjunto de tratamentos térmicos e mecânico T7351 é realizado um segundo tratamento térmico (superenvelhecimento), onde a liga é mantida a uma temperatura de aproximadamente 163 °C durante um tempo de encharque de 24 a 30 horas (ASM HANDBOOK, 1991; BRAGA, 2011).

HADJADJ e AMIRA (2009) em seu trabalho, verificaram a estabilidade dos dispersóides η' e $MgZn_2$ em uma liga de alumínio com 7,8 % de Zn, 2,5% de Mg e 1,4% de Cu (% em peso), cuja composição química é similar à da liga 7475 (TAB. 3.1). Para tal, realizaram um tratamento térmico de solubilização, seguido de envelhecimento a 120, 150 e 200 °C por 24 horas. Devido ao objetivo proposto, realizaram ciclos de aquecimento em um dilatômetro de 30 a 480 °C, com uma taxa de aquecimento de 10 °C/min, cujos resultados obtidos são apresentados na FIG. 2.4.

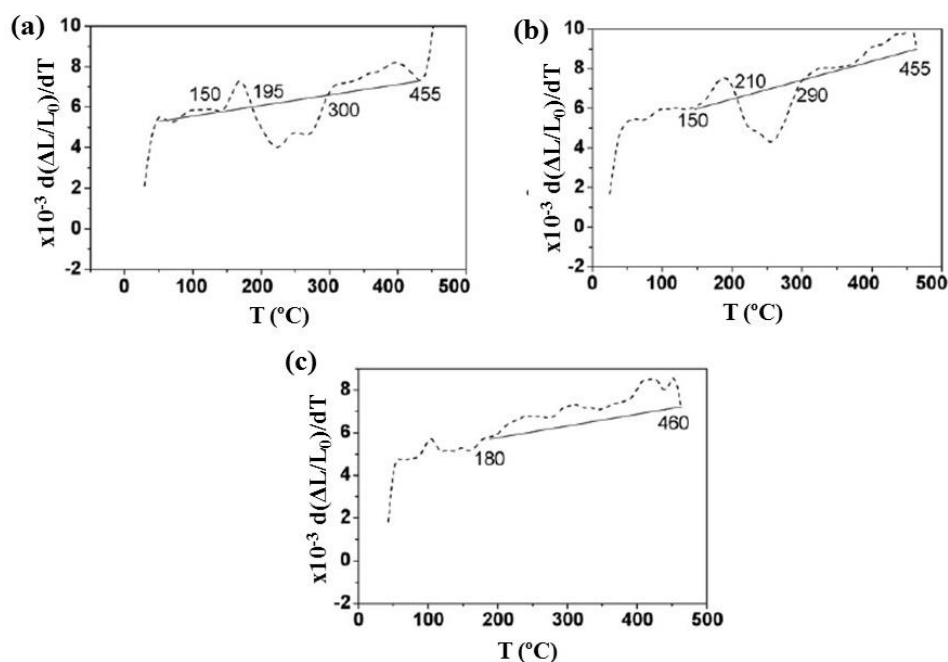


FIG. 2.4 Dilatometria de uma liga de composição similar a 7475, envelhecida a (a) 120 °C, (b) 150 °C e (c) 200 °C (Adaptado de HADJADJ e AMIRA, 2009).

HADJADJ e AMIRA (2009) observaram com os resultados de dilatométrica, que as condições que foram submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento, nas temperaturas de 120 e 150 °C, tiveram comportamentos similares. Porém as faixas de temperaturas em que ocorreram os eventos, foram ligeiramente diferentes. Observaram nas curvas uma expansão entre as temperaturas de 150 - 195 °C e 150 - 210 °C, para os tratamentos térmicos realizados a 120 e 150 °C, respectivamente. Estas expansões estão ligadas a dissolução das zonas de G.P.II e solubilização de parte dos dispersóides η' .

O segundo evento observado, aconteceu nos intervalos de temperatura de 195 - 300 °C e 210 - 290 °C para as amostras que foram tratadas a 120 e 150 °C, respectivamente. Este comportamento é devido a formação dos dispersóides de $MgZn_2$. O terceiro evento observado, ocorreu nos intervalos de 300 - 455 °C e 290 - 455 °C, para as amostras que foram tratadas a 120 e 150 °C, respectivamente. Este comportamento é justificado devido a solubilização dos dispersóides de $MgZn_2$.

Para a amostra que foi submetida ao tratamento térmico a temperatura de 200 °C (FIG. 2.4 (c)), foi observado apenas a expansão entre 180 a 460 °C. Indicando a formação dos dispersóides de $MgZn_2$, cujo comportamento pode estar ligado a solubilização dos dispersóides de η' .

O comportamento apresentado pelas curvas de dilatométrica, deve-se a uma possível saturação existente da matriz de alumínio, pois ao se aquecer a amostra durante o ensaio de dilatométrica, os átomos solubilizados na matriz tentarão retornar para o seu estado de equilíbrio através da difusão, formando precipitados intermediários ou precipitados estáveis. Esta precipitação pode ser provocada pela migração de átomos de Mg e Zn de solução sólida, para formarem precipitados (BERG *et al.*, 2001; HADJADJ e AMIRA, 2009).

A migração de átomos de solução sólida provoca a contração da matriz, pois no caso do Mg, que tem um raio atômico aproximadamente 20% maior do que o do Al. Analogamente, a expansão durante a dilatométrica é justificada pela dissolução dos precipitados que são solúveis, incorporando os átomos formadores em solução sólida (BERG *et al.*, 2001).

WERENSKIOLD, DESCHAMPS e BRÉCHET (2000) estudaram a cinética de formação dos dispersóides η' e $MgZn_2$ em uma liga da série 7XXX, durante visualizações *in situ* através do MET. Observaram que a formação dos dispersóides η' acontecem em menores temperaturas e conforme esta temperatura aumenta, ocorre a dissolução destes e a formação dos dispersóides de $MgZn_2$.

Devido à natureza dos dispersóides η' , que são coerentes ou semicoerentes com a matriz,

estes criam campos de tensão ao redor deles, dificultando a movimentação das discordâncias, ou até mesmo provocando o ancoramento dependendo da fração volumétrica distribuída ao longo da matriz (WERENSKIOLD, DESCHAMPS e BRÉCHET, 2000). Sendo assim, como é reportado em alguns trabalhos, a maior fração volumétrica destes precipitados, aumenta a dureza de ligas da série 7XXX (LEO *et al.*, 2009; WERENSKIOLD, DESCHAMPS e BRÉCHET, 2000).

Analogamente, o decréscimo da dureza acentuada de ligas da série 7XXX, para temperaturas superiores a 150 °C, deve-se a solubilização dos dispersóides η' levando a formação dispersóides de $MgZn_2$, ou então ao coalescimento do dispersóide intermediário η' (LEO *et al.*, 2009; WERENSKIOLD, DESCHAMPS e BRÉCHET, 2000).

2.2 CONFORMAÇÃO MECÂNICA DO ALUMÍNIO E SUAS LIGAS

Após o alumínio e suas ligas serem produzidos, estes são geralmente conformados na maior parte das vezes, através de processo de conformação mecânica a quente, para adquirirem uma determinada forma para que possam ser comercializados mais facilmente.

Processos de conformação mecânica, são processos que visam dar uma determinada forma a um metal devido a deformação plástica do mesmo. Atualmente existe uma série de processos de conformação mecânica como por exemplo, a extrusão, o forjamento, a trefilação, etc. Porém, como a liga de alumínio utilizada neste trabalho, foi processada via laminação, será abordado apenas este processo de conformação mecânica e suas vertentes.

Vale salientar que a abordagem sobre laminação não será aprofundada, pois o presente trabalho não tem como objetivo estudar em si a laminação, mas sim as mudanças microestruturais e mecânicas introduzidas por esta técnica.

2.2.1 Laminação do Alumínio e suas Ligas

A laminação pode ser dividida e classificada de diversas formas, e tais classificações e divisões somadas a uma série de vantagens, a tornam o processo de conformação mecânica

mais versátil e mais utilizado industrialmente.

De acordo com o formato da seção transversal do metal a ser laminado, a laminação pode ser classificada como laminação de produtos longos ou laminação de produtos planos. A laminação de produtos longos, ocorre quando se realiza a laminação de um determinado corpo metálico, cuja largura é praticamente desprezível em relação ao comprimento do mesmo, e tem por objetivo, a produção de barras (redondas, quadradas, chatas) ou perfis (cantoneiras, vigas U e I, trilhos, etc). Por outro lado, a laminação de produtos planos, ou seja, quando a largura do corpo metálico não é desprezível em relação ao comprimento do mesmo, tem como objetivo, transformar lingotes ou chapas grossas em chapas de pequenas espessuras (OLIVEIRA, 2009; BRESCIANI Filho *et al.*, 2011). Devido a utilização neste trabalho da laminação apenas para conformar chapas, será apenas mencionado a laminação de produtos planos.

A laminação é o processo de conformação mecânica que consiste na redução da seção transversal de placas, chapas ou perfis por meio da deformação plana. Para tal, um corpo metálico é forçado a passar entre dois ou mais cilindros de trabalho (que possuem rugosidade, diâmetros e velocidades constantes e iguais), que giram com sentidos opostos em torno de si mesmo (OLIVEIRA, 2009; BRESCIANI Filho *et al.*, 2011).

A passagem de um determinado tarugo / chapa entre os cilindros de laminação, ocorre devido a ação de uma força de atrito, que atua nas superfícies de contato, entre o tarugo / chapa e os cilindros de laminação. Por sua vez, a força de atrito está diretamente ligada ao coeficiente de atrito presente no contato entre as superfícies do cilindro de laminação e tarugo / chapa, e a abertura entre os cilindros (BRESCIANI Filho *et al.*, 2011).

A abertura entre os cilindros exerce uma força normal à superfície de contato, e esta é maior quando menor for a distância entre os cilindros, ou seja, quanto maior for a redução da espessura por passe. A força normal também está ligada a área da superfície de contato, ou seja, quanto maior a área da chapa a ser laminada maior é a força normal (BRESCIANI Filho *et al.*, 2011).

Com a realização de um passe, uma chapa metálica tem sua espessura reduzida, devido aos esforços de compressão exercidos pelos cilindros de laminação na chapa, e com isso, seu comprimento é aumentado. Na FIG. 2.5 está apresentado um desenho esquemático de como acontece a laminação convencional de uma chapa metálica, onde DL indica a direção de laminação, W_1 , W_2 e W_3 as velocidades de rotação dos cilindros, onde $W_1 < W_2 < W_3$.

A laminação também pode ser dividida de acordo com a temperatura que a mesma é executada, no qual pode ser dividida em: laminação a quente, laminação a morno e laminação a frio. Porém para a escolha correta da temperatura em que irá ocorrer a laminação, geralmente

são levados alguns critérios em consideração (espessura, redução por passe e estrutura cristalina do metal) (BRESCIANI Filho *et al.*, 2011).

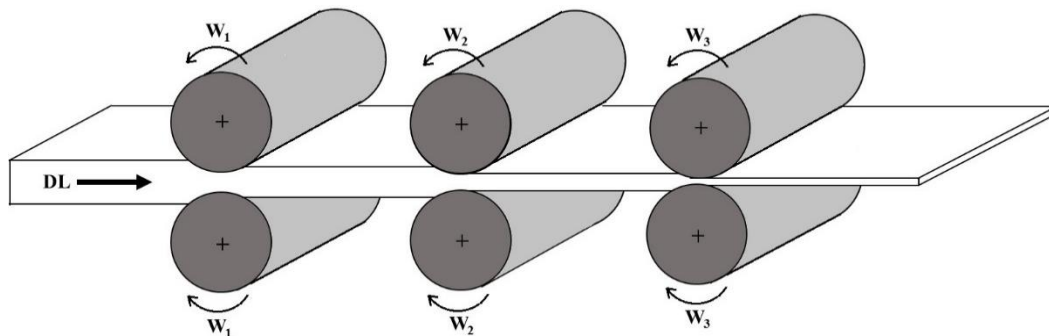


FIG. 2.5 Desenho esquemático da laminação de uma chapa.

A laminação a frio ocorre a uma temperatura geralmente inferior a 20% da temperatura de fusão absoluta do metal, e neste caso apenas o mecanismo de encruamento atua no mesmo. Já a laminação a morno é realizada em uma temperatura entre 20 e 50% da temperatura de fusão absoluta no metal, no qual o mecanismo de recuperação ocorre concomitante com o de encruamento. A laminação a quente ocorre em uma temperatura superior a 50 ou 60% da temperatura de fusão absoluta do material, sendo esta em função do potencial da liga para ocorrer a recristalização (PADILHA e SICILIANO Jr, 2005).

Tomando como base a temperatura de fusão para o alumínio 7475, que é de aproximadamente 635 °C, cuja temperatura pode variar de acordo com os elementos de liga que estão presentes (ASM HANDBOOK, 1990; MINATEL, 2009), a temperatura em que é realizada a laminação a frio no alumínio 7475, é em temperaturas inferiores a aproximadamente -91 °C, e a temperatura em que é realizada a laminação a morno varia entre -91 a 180 °C, aproximadamente.

Conforme apresentado no item 2.1.2 A Liga de Alumínio 7475 e Conjunto de Tratamentos Térmicos e Mecânico T7351, a liga de alumínio 7475-T7351 foi submetida a laminação a quente apenas durante o seu processo de fabricação, e como a mesma não foi submetida a laminação a quente em nenhuma outra etapa do processamento neste trabalho, não será abordado novamente a laminação a quente.

Na laminação a frio é utilizado como matéria prima na maior parte das vezes, uma chapa que é oriunda da laminação a quente. Como a temperatura de trabalho situa-se abaixo da temperatura de recristalização, o metal apresenta uma maior resistência a deformação, e esta aumenta quanto maior a quantidade de passes, devido ao encruamento introduzido na chapa.

Sendo assim, na laminação a frio não se obtém elevadas reduções da seção transversal por passe (BRESCIANI Filho *et al.*, 2011).

O número de passes a ser realizado em uma chapa, depende da espessura inicial da mesma, da espessura final que se deseja e da resistência mecânica que se quer alcançar. Os laminadores utilizados para esta etapa, são capazes de realizar passes de até 50% de deformação, sendo que esta redução depende também das características do metal que está sendo laminado. Na laminação a frio utilizam-se dois recursos: tensões avante e tensões a ré (OLIVEIRA, 2009).

Tanto a tensão avante quanto a tensão a ré, aliviam os esforços de compressão exercidos pelos cilindros de laminação e/ou aumentam a capacidade de redução da espessura da chapa por passe. Estes fatores são mais perceptíveis na laminação de chapas finas, pois a abertura entre os cilindros de laminação é praticamente inexistente (OLIVEIRA, 2009).

Na laminação a frio, com a utilização de laminadores quádruplos, geralmente a redução da espessura por passe, tanto no estágio inicial quanto no estágio intermediário, é entre 25 e 45%. Já no estágio final da laminação a frio, onde além de se reduzir a espessura tem-se como objetivo melhorar o acabamento superficial da chapa com uma pequena rugosidade, a deformação é entre 10 e 30% (BRESCIANI Filho *et al.*, 2011).

Durante a laminação, ocorre um aumento da temperatura devido a passagem da chapa entre os cilindros de laminação. Dependendo da deformação imposta por passe e tamanho da chapa, este incremento de temperatura pode chegar até por volta de 100 °C. Para minimizar este aquecimento, durante a laminação a frio geralmente é utilizado uma lubrificação entre a superfície de contato da chapa com os cilindros (BRESCIANI Filho *et al.*, 2011).

Durante a laminação de uma chapa de alumínio, ocorrem eventos importantes que provocam as modificações das propriedades mecânicas, como por exemplo (PADILHA e SICILIANO Jr, 2005): a quantidade de lacunas e de discordâncias por unidade de volume, aumentam em várias ordens de grandeza; os grãos mudam de forma; devido ao esforço aplicado, as orientações dos grãos mudam e podem apresentar uma textura de deformação.

Com uma pequena deformação plástica, durante o trabalho a frio ou a morno, acontece o encruamento do material (mais efetivo no caso do trabalho a frio), e este provoca uma distorção da estrutura cristalina que resulta em modificações nas propriedades mecânicas do material. Essa modificação nas propriedades mecânicas é mais elevada quanto maior for a intensidade da deformação a frio, pois maior será o encruamento (PADILHA e SICILIANO Jr, 2005). O encruamento pode ser descrito como o aumento de resistência mecânica com a deformação plástica devido ao aumento da densidade de discordâncias e defeito pontuais, interação entre

eles e com outros elementos microestruturais como precipitados e contornos durante o processo de deformação (PADILHA, 2000; PADILHA e SICILIANO Jr, 2005; OLIVEIRA, 2009). Desta forma o encruamento é muito importante para o aumento de resistência mecânica de metais que não tem sua resistência mecânica aumentada por tratamentos térmicos (devido ao aumento da resistência aos deslizamentos das discordâncias da fase deformada) (BRESCIANI, 1991; PADILHA e SICILIANO Jr, 2000).

Durante a deformação plástica em um processo de conformação mecânica, a microestrutura do metal processado, sofre sucessivas mudanças, no qual a primeira e mais perceptível é a mudança no formato dos grãos do metal. Com os esforços de compressão e tração exercidos durante a laminação, os grãos tornam-se mais achatados e alongados, no qual aumenta-se consideravelmente a área total de contornos de grão. Durante a deformação, as orientações de um grão dentro de um agregado policristalino mudam devido a aplicação de tensões inerentes do processo de conformação. Essas mudanças não são aleatórias e envolvem rotações do cristal e estão diretamente relacionadas à quantidade de deformação aplicada (HUMPHREYS e HATHERLY, 2004).

Em segundo, há um aumento contínuo na densidade de discordâncias durante a deformação que interagem entre si formando subestruturas mais complexas (HUMPHREYS e HATHERLY, 2004).

Em relação a laminação de ligas de alumínio da série 7XXX, sobretudo a liga de alumínio 7475-T7351, não foram encontrados trabalhos que tivessem como foco estudar o comportamento mecânico de chapas laminadas a frio e a morno da liga de alumínio 7475-T7351. Sendo assim, foi escolhida a laminação como rota principal de processamento mecânico da presente tese de doutorado, aumentando ainda mais o fator de ineditismo da mesma.

2.3 TRATAMENTOS TÉRMICOS DE RECOZIMENTO PARA ALÍVIO DE TENSÃO E RECRISTALIZAÇÃO

No seu sentido mais amplo, o tratamento térmico de recozimento para recristalização realizado em ligas de alumínio, consiste em realizar um ciclo térmico em um determinado metal ou liga metálica, no qual o mesmo é aquecido e mantido em uma faixa de temperatura durante

um tempo ideal até que um determinado objetivo seja alcançado, como por exemplo: recuperação de uma estrutura encruada, recristalização parcial ou total da estrutura. Após o objetivo ser alcançado, o metal é resfriado até a temperatura ambiente, no qual este resfriamento é realizado geralmente fora do forno.

Um tratamento térmico de recozimento para alívio de tensão, é realizado em baixas temperatura em amostras que foram por exemplo deformadas e possuem uma elevada densidade de discordâncias. Este tratamento térmico tem como objetivo fornecer ao metal a energia necessária para permitir que as discordâncias se movimentem para formarem estruturas de menores energias, que podem ser descritas por meio de contornos de discordância ou subgrãos (HUMPHREYS e HATHERLY, 2004; PADILHA e SICILIANO Jr, 2005; JIANG *et al.*, 2009). Sendo assim, o tratamento térmico de recozimento para alívio de tensão, é usado para aliviar as tensões de uma matriz encruada, no caso de operações de conformação mecânica, devido a recuperação da mesma.

Para melhor entender este tratamento térmico, é necessário relatar alguns mecanismos metalúrgicos, que podem operar de maneira separada ou simultaneamente durante o tratamento térmico de recozimento para recristalização e durante o ensaio de tração a quente, os quais são recuperação, recristalização e crescimento de grão. Estes mecanismos são influenciados pela Energia de Falha de Empilhamento (EFE) do material, ou seja, materiais com baixa EFE a recuperação e recristalização ocorrem separadamente, e materiais com alta EFE estes mecanismos ocorrem simultaneamente para eventos de ciclos térmicos em determinadas faixas de temperaturas.

Como não houve um processamento a quente da liga em estudo, sendo a mesma aquecida a partir do seu estado deformado (ou durante o tratamento térmico de recozimento para alívio de tensão ou recristalização, ou no ciclo térmico durante a deformação a quente no Simulador Termomecânico - Gleeble 3800), não serão apresentados os mecanismos de recuperação e recristalização dinâmico e/ou estático.

2.3.1 Recuperação

A recuperação é um mecanismo metalúrgico que ocorre durante o trabalho mecânico a quente e a morno, ou durante um aquecimento durante a etapa inicial de um tratamento térmico

adequado após trabalho mecânico a frio. A recuperação causa um alívio das tensões internas existente em um material deformado (devido ao encruamento), restaurando-se ao mesmo tempo parte de certas características físicas, sem que ocorra qualquer modificação significativa na microestrutura do metal (SLÁMOVÁ, OCENÁSEK e VOORT, 2004; HUMPHREYS e HATHERLY, 2004).

Durante a recuperação de um metal, não ocorrem modificações estruturais apreciáveis, porém ocorre a aniquilação e o rearranjo das discordâncias, obtendo-se assim configurações mais estáveis. Desta forma a recuperação provoca apenas uma restauração parcial das propriedades do material, porque a mesma não elimina por completo a alta densidade de discordâncias que é gerada pela deformação a frio (SLÁMOVÁ, OCENÁSEK e VOORT, 2004). Em um material deformado a frio submetido a um aquecimento, as etapas da recuperação podem ser descritas esquematicamente de acordo com a FIG. 2.6 (HUMPHREYS e HATHERLY, 2004).

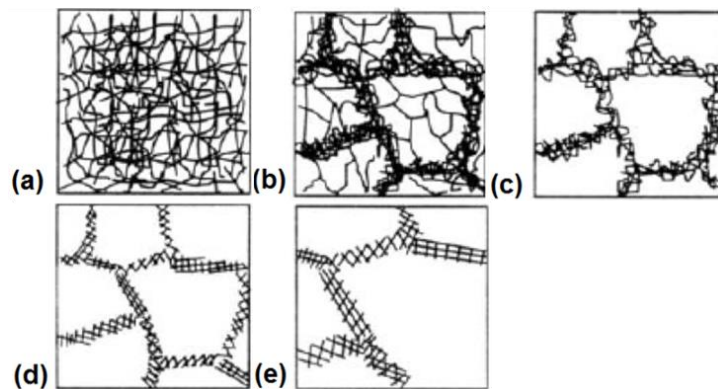


FIG. 2.6 Estágios da recuperação: (a) emaranhado de discordâncias; (b) formação das células; (c) aniquilação das discordâncias dentro da célula; (d) formação de subgrãos; (e) crescimento do subgrão (Adaptado de HUMPHREYS e HATHERLY, 2004).

De acordo com a FIG. 2.6, o primeiro estágio indicado por (a) observa-se a existência de emaranhado de discordâncias formadas nos primeiros estágios da deformação plástica, o qual é caracterizado por uma alta densidade de discordâncias que estão espalhadas de forma aproximadamente homogênea no material; no segundo estágio (b) há o início de formação das células de discordâncias, que são caracterizadas pela disposição preferencial das discordâncias na forma de uma subestrutura no interior dos grãos; no terceiro estágio (c), ocorre aniquilação de discordâncias com sinais opostos dentro das células formadas; no quarto estágio (d), ocorre um rearranjo das discordâncias a fim de formarem configurações de menores energias (tal configuração é denominada de subgrãos); e no quinto e último estágio (e), ocorre o crescimento

destes subgrãos formados. Apesar de ocorrer uma série de etapas distintas durante a recuperação, após a deformação plástica, não há uma modificação significativa no número total de discordâncias presentes no material (SLÁMOVÁ, OCENÁSEK e VOORT, 2004).

As etapas descritas anteriormente, que descrevem o mecanismo de recuperação, são mais facilitadas de acordo com o material em questão, e tal fator que facilita a recuperação é denominado de energia de defeito ou falha de empilhamento (EFE). Quanto maior a EFE maior é a facilidade de ocorrer o deslizamento cruzado e por escalagem das discordâncias, e desta forma, as estruturas como subgrãos (como ilustrado na FIG. 2.6 (d)) são facilmente observadas (SLÁMOVÁ, OCENÁSEK e VOORT, 2004; MINATEL, 2009).

Outros fatores que também influenciam na recuperação dos metais além da EFE são átomos de soluto que são adicionados aos metais, cuja adição pode facilitar ou dificultar a recuperação. Estes dificultam a movimentação das discordâncias ou podem afetar a concentração e a mobilidade das lacunas presentes nos metais, e até mesmo aumentar ou diminuir a EFE deste metal (MINATEL, 2009).

A temperatura à qual o material é exposto é outro fator importante que influencia na recuperação, pois quanto maior a temperatura, maior a participação da recuperação (HUMPHREYS e HATHERLY, 2004).

Após ocorrer a recuperação, devido ainda à existência de alta densidade de discordância, esta energia é suficiente para promover a recristalização da estrutura, cujo processo pode ocorrer de maneira simultânea com a recuperação, pois ambos mecanismos são movidos pela energia armazenada do estado deformado (SLÁMOVÁ, OCENÁSEK e VOORT, 2004; PADILHA, 2000). Em materiais com baixa EFE, a recuperação é lenta, não competindo de maneira significativa com a recristalização (PADILHA, 2000). Após a recuperação atingir um estado metaestável, inicia-se o processo de recristalização no material (SLÁMOVÁ, OCENÁSEK e VOORT, 2004).

2.3.2 Recristalização

Os estudos iniciais sobre recristalização de metais datam a partir do final da década de 40, cujos primeiros trabalhos encontrados na literatura foram realizados pelos autores CAHN (1949), CAHN (1950) e BECK (1949). Após estes estudos pioneiros, a recristalização de metais

e ligas deformados tem sido objetivo e reportada em vários trabalhos.

A recristalização é um processo onde novos grãos livres de tensões nucleiam-se dentro dos grãos deformados e/ou recuperados, estes novos grãos então crescem e consomem os grãos deformados / recuperados, resultando em uma nova estrutura de grãos, com uma baixa densidade de discordâncias (LIMA, 2002; HUMPHREYS e HATHERLY, 2004; SLÁMOVÁ, OCENÁSEK e VOORT, 2004). Devido à recristalização surgir na matriz deformada após a recuperação, esta nucleia-se em lugares preferenciais, nos quais são os contornos de grão, bandas de deformação, partículas de segunda fase e em zonas com grande desorientação entre os grãos (HUMPHREYS e HATHERLY, 2004; KIM *et al.*, 2004), ou seja, locais com maiores densidades de discordância.

A ocorrência da recristalização em metais é explicada através de dois mecanismos distintos mais comumente reportados na literatura, os quais são descritos através da migração de contornos de alto ângulo induzida por deformação e pela coalescência de subgrãos vizinhos (LIMA, 2002; PADILHA e SICILIANO Jr, 2005).

O mecanismo de migração de contornos de alto ângulo induzida por deformação ocorre quando há a formação de uma região livre de discordâncias no interior de um grão com contorno de alto ângulo ($>15^\circ$), e a recristalização ocorre pelo crescimento desse núcleo formado sobre a matriz encruada. Desta forma, o crescimento das regiões recristalizadas continuará até que os grãos recristalizados toquem uns nos outros. A FIG. 2.7 contém a representação esquemática de como ocorre o mecanismo de recristalização por migração de contorno de alto ângulo (LIMA, 2002).

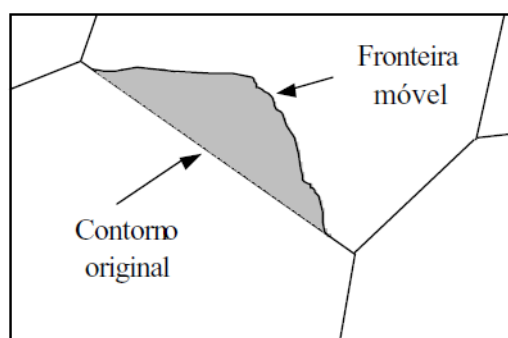


FIG. 2.7 Representação esquemática da migração de contorno de grão induzida por deformação durante a recristalização (LIMA, 2002).

O mecanismo de recristalização por coalescimento de subgrãos vizinhos ocorre pelo crescimento do subgrão eliminando os subcontornos, e desta forma, diminuindo a energia

armazenada, promovendo uma alteração de orientação cristalográfica entre o grupo que sofreu coalescimento e os subgrãos vizinhos. Com o mecanismo de coalescimento de subgrãos vizinhos, os reticulados cristalinos tornam-se coincidentes, como mostrado esquematicamente na FIG. 2.8 (LIMA, 2002).

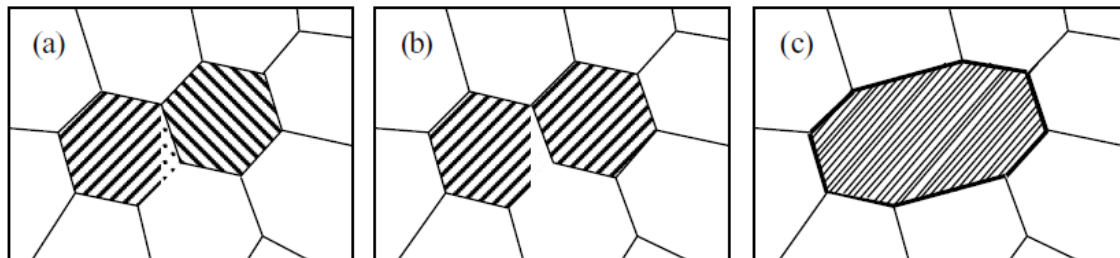


FIG. 2.8 Formação de um grão recristalizado pelo coalescimento de dois subgrãos: (a) estrutura original antes do coalescimento; (b) rotação de um dos subgrãos e (c) grão recristalizado após migração de subcontornos (LIMA, 2002).

Para a ocorrência da recristalização ou para que a cinética da recristalização seja aumentada, são necessários os seguintes fatores (PADILHA e SICILIANO Jr, 2005):

(i) uma quantidade mínima de encruamento, entretanto, quanto menor for o encruamento inicial, maior será a temperatura para se iniciar a recristalização;

(ii) quanto maior for o tempo de permanência em uma determinada temperatura, menor será a temperatura exigida para promover a completa recristalização de um metal;

(iii) a temperatura é um parâmetro que influencia a recristalização, mas não é o único, para que ocorra a recristalização outros fatores são importantes, como por exemplo, grau de encruamento do material;

(iv) a pureza do material, ou seja, quanto mais puro o material menor será a temperatura de recristalização.

Por causa da recristalização de um metal deformado a frio (encruado), algumas propriedades mecânicas como, por exemplo, resistência mecânica e dureza diminuem devido o decréscimo da densidade de discordâncias, porém a ductilidade do metal aumenta (BRESCIANI Filho *et al.*, 2011; ASM HANDBOOK, 1991).

Outro fator que também influencia na recristalização, é a presença de precipitados dispersos na matriz metálica, pois estes podem favorecer ou retardar o início da recristalização, de acordo com a natureza química, morfologia, distribuição, tamanho e quantidade dos mesmos. Precipitados finamente dispersos na matriz metálica impedem a movimentação dos subcontornos, e desta forma retardam ou suprimem totalmente a nucleação da recristalização

(HUMPHREYS e HATHERLY, 2004; NIEH, WADSWORTH e SHELBY, 2005; PADILHA e SICILIANO Jr, 2005).

Por outro lado, precipitados grosseiros (com um tamanho superior a 1 μm) atuam como locais preferenciais para a nucleação e progresso da recristalização, e os grãos recristalizados tendem a crescer na direção de laminação da chapa, quando expostos a temperaturas suficientemente altas, devido a maior energia associada a esta direção (HUMPHREYS e HATHERLY, 2004; LIAO *et al.*, 2015).

Geralmente a adição de determinados elementos de ligas (ou aumento da porcentagem em peso de um elemento em específico) modifica enormemente o comportamento das ligas durante um determinado tratamento térmico. Estas modificações dos elementos de ligas, alteram as sequências de precipitação ao longo da matriz metálica da liga, favorecendo a formação de certos precipitados devido ao não surgimento de outros. Sendo assim, esta modificação pode ocasionar a melhora das propriedades mecânicas de ligas da série 7XXX (HADJADJ e AMIRA, 2009).

LIAO e colaboradores (2015), estudaram a influência de diferentes teores de Cu (baixo (0%), médio (0,8%) e alto (1,6%)), nas microestruturas obtidas em diferentes estágios de processamento. Para tal objetivo, fundiram uma liga de alumínio da série 7XXX contendo teores aproximados em peso, para os elementos Zn (7,8%), Mg (1,6%) e Zr (0,14 %). Após a fundição da liga, e o lingotamento das mesmas, realizaram um tratamento térmico de homogeneização a 450 °C durante 24 horas, seguido por um resfriamento ao ar. Com o término do tratamento térmico, laminaram chapas com 20 mm de espessura até 2 mm de espessura, através de 5 passes de laminação realizados em uma temperatura de 420 °C. Em seguida, realizaram um tratamento térmico de solubilização (a 470 °C por 2 horas, com têmpera em água) e um tratamento térmico de envelhecimento (a 120 °C por 24 h).

Na FIG. 2.9 ((a), (c) e (e)) estão apresentadas as microestruturas obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) das ligas com os teores de Cu baixo, médio e alto, respectivamente, obtidas após a laminação a quente. Por outro lado, na FIG. 2.9 ((b), (d) e (f)) são apresentadas as microestruturas obtidas por microscopia óptica (MO) das ligas com os teores de Cu baixo, médio e alto, respectivamente, após a realização do tratamento térmico de envelhecimento. Na FIG. 2.9, os índices “G” indicam os precipitados de maiores dimensões, “SUB” subestruturas de discordâncias (subgrãos), e “GR” os grãos recristalizados encontrados na matriz das ligas.

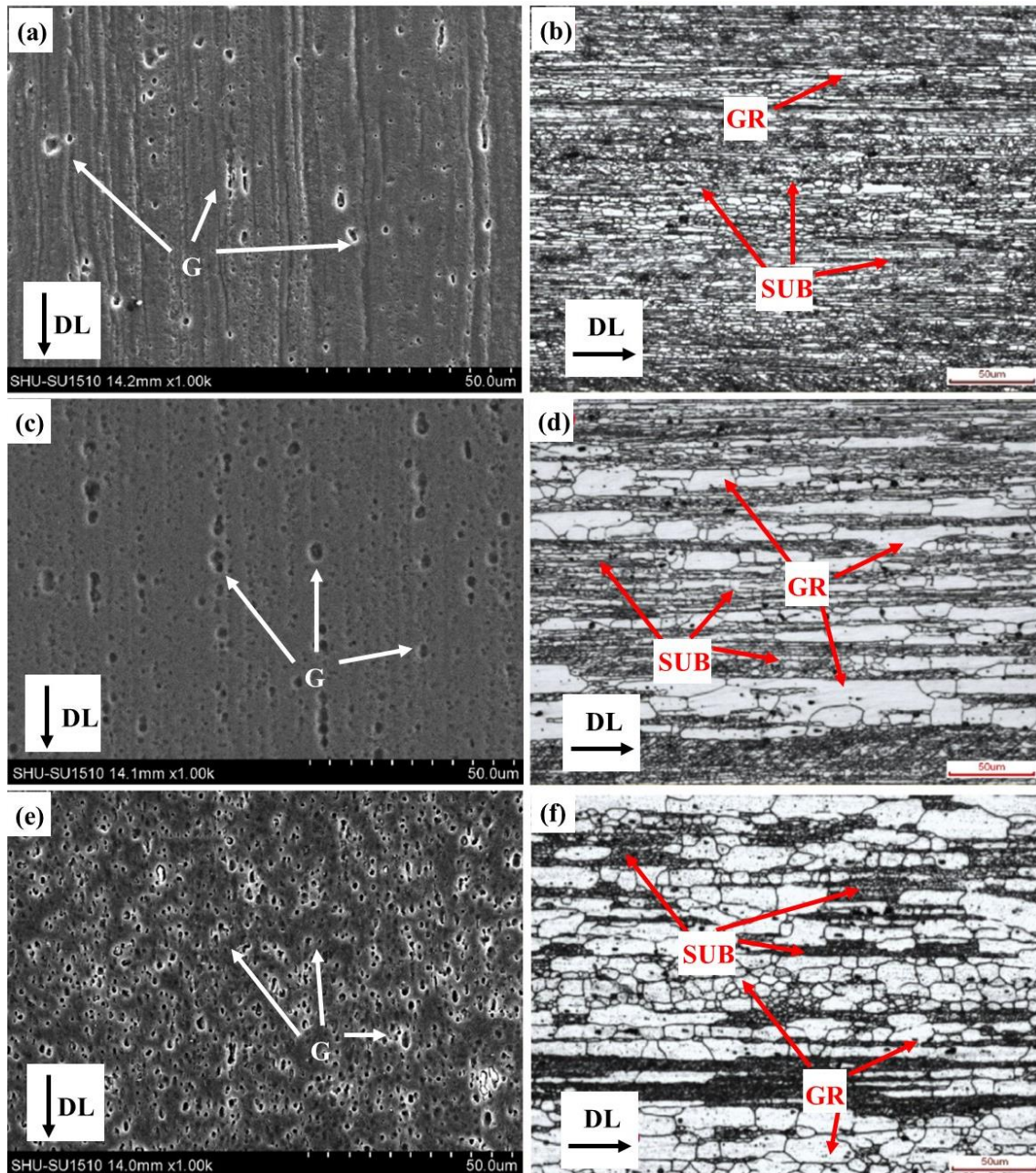


FIG. 2.9 Microestruturas obtidas para uma liga de alumínio da série 7XXX com baixo ((a) e (b)), médio ((c) e (d)) alto teor de Cu ((e) e (f)). As figuras ((a), (c) e (e)) apresentam as microestruturas obtidas por MEV após a laminação a quente, e ((b), (d) e (f)) apresentam as microestruturas obtidas por MO após o tratamento térmico de envelhecimento (Adaptado de LIAO *et al.*, 2015).

De acordo com a FIG. 2.9 ((a), (c) e (e)), pode ser observado um incremento da fração volumétrica de precipitados de maiores dimensões (indicados por G – com um tamanho variando entre 1 a 4 μm), com o incremento do teor de Cu da liga da série 7XXX. De acordo com as análises realizadas por LIAO *et al.* (2015), possivelmente estes precipitados apresentam a fórmula química $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$.

Segundo a FIG. 2.9 ((a), (c) e (e)), pode-se observar que os precipitados grosseiros para as ligas com baixo e médio teor de Cu, precipitam em regiões próximos aos contornos de grãos, cujas regiões são de maior energia. Enquanto que na liga com maior teor de Cu, há uma fração volumétrica muito mais significativa de precipitados grosseiros, e estes estão dispersos aleatoriamente ao longo da matriz. Esta maior fração volumétrica pode ser atribuída à modificação da cinética de precipitação da liga, devido a uma maior porcentagem de Cu presente na liga (LIAO *et al.*, 2015).

Devido ao ataque químico realizado, é observado nas imagens obtidas por MO (FIG. 2.9 (b), (d) e (f)) regiões mais claras (indicadas por GR), que são os grãos recristalizados durante o tratamento térmico, e regiões escuras indicadas por SUB, os quais são grãos deformados e formados por subestruturas de discordâncias. A liga com um menor teor de Cu apresenta uma subestrutura de grãos mais expressiva, onde se observa poucos grãos que foram recristalizados com o ciclo térmico executado na liga. Com o aumento do teor de Cu nas ligas, é observado uma fração volumétrica cada vez maior de grãos recristalizados, e estes em sua maioria estão alongados na direção de laminação da chapa (LIAO *et al.*, 2015).

Estatisticamente LIAO *et al.* (2015) obtiveram uma fração volumétrica de precipitados grosseiros após a laminação a quente, crescente com o teor de Cu na liga, no qual foi 6,1%, 9,8%, 14,5%. Posteriormente observaram que com a realização dos ciclos de tratamentos térmicos posteriores, resultou-se em uma fração volumétrica de grãos recristalizados também crescente com o teor de Cu, no qual foi: 3%, 27%, 55%.

Após o mecanismo de recristalização estar completo, ou seja, não há o aparecimento de novas regiões recristalizadas na amostra, os grãos agora livres de tensões internas, tendem a crescer, e esse crescimento de grão também é favorecido pela permanência a temperaturas acima da temperatura de recristalização (PADILHA e SICILIANO Jr, 2005).

2.3.3 Crescimento de Grão

O crescimento de grão é caracterizado pelo aumento do diâmetro dos grãos no qual pode ocorrer em todos os materiais policristalinos expostos a altas temperaturas. A força motriz (energia) para proporcionar o crescimento dos grãos está associada à energia dos contornos de grão, ou seja, à medida que os grãos crescem em tamanho, a área total de contornos decresce,

reduzindo assim a energia total (PORTER e EASTERLING, 1992). O crescimento dos grãos não precisa necessariamente ocorrer após recristalização, em muitas das aplicações este evento é indesejado.

O crescimento de grão após a recristalização do metal pode ocorrer de dois modos diferentes, crescimento de grão normal e anormal. O crescimento de grão normal é caracterizado pelo crescimento gradual e uniforme dos grãos, e já o crescimento de grão anormal ou recristalização secundária, o crescimento de grão restringe-se a alguns poucos grãos do metal recristalizado (PORTER e EASTERLING, 1992).

O crescimento anormal de grão ocorre pela migração dos contornos de grãos, porém nem todos os grãos crescem, mas alguns grãos grandes crescem à custa de outros grãos menores que diminuem de tamanho e estes grãos menores tendem a desaparecer. Na FIG. 2.10 encontra-se apresentado esquematicamente tal mecanismo de crescimento de grão anormal, onde as setas indicam a direção do crescimento dos grãos (PORTER e EASTERLING, 1992).

O crescimento de grão normal ocorre facilmente no alumínio de alta pureza e no caso de ligas (soluções sólidas) pode ocasionar a formação de grãos relativamente grosseiros. Este mecanismo de crescimento de grão ocorre quando há pequenos grãos recristalizados e quando o material é exposto a altas temperaturas, como por exemplo, acima de 400 °C para o alumínio e suas ligas.

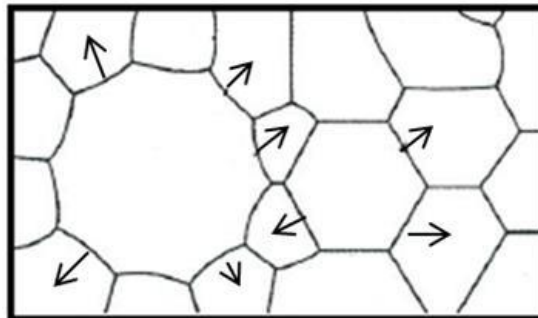


FIG. 2.10 Mecanismo de crescimento de grão anormal (Adaptado de PADILHA e SICILIANO Jr, 2005).

O crescimento de grão anormal é caracterizado pelo impedimento do crescimento de grande parte dos grãos, e tal impedimento é devido à presença de precipitados ou partículas de segunda fase, porém ocorre o crescimento de poucos grãos em locais distintos da matriz, e estes grãos crescem consumindo os menores (PORTER e EASTERLING, 1992; NIEH, WADSWORTH e SHELBY, 2005; NOVIKOV, 2010; PARK *et al*, 2012). Na FIG. 2.11 é

apresentada de forma ilustrativa o crescimento anormal dos grãos ao se depararem com precipitados finos.

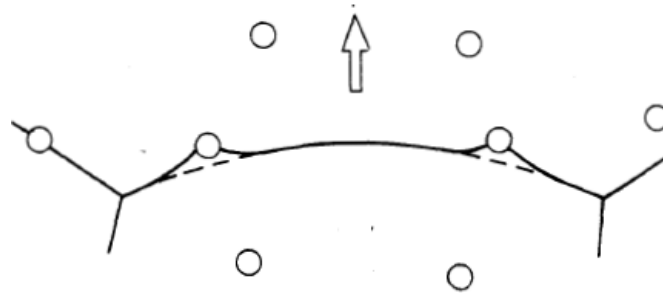


FIG. 2.11 Efeito de uma partícula esférica na migração do contorno de grão (Adaptado de PORTER E EASTERLING, 1992).

De acordo com a FIG. 2.11, durante o crescimento de grão, os contornos dos grãos terão seu movimento impedido pela presença de partículas, no qual exercem uma força de tração nestes contornos de grãos, restringindo o seu movimento e consequentemente o crescimento do grão (PORTER e EASTERLING, 1992; NOVIKOV, 2010; PARK *et al*, 2012).

Dependendo de uma série de características das partículas ou precipitados de segunda fase, o crescimento de grão anormal pode ocorrer de maneira menos frequente, e com isso, ocorre o crescimento de grão controlado, no qual o crescimento anormal de grão quase não ocorre ou não ocorre. As características das partículas de segunda fase que quando em conjunto proporcionam o crescimento de grão controlado são:

- fração volumétrica bem dispersa das partículas ou precipitados ao longo da matriz: quanto maior a fração volumétrica de partículas ou precipitados e maior a dispersão destes ao longo da matriz, maior será o impedimento do crescimento de grão e desta forma, menor será o tamanho final dos grãos (PORTER e EASTERLING, 1992; NOVIKOV, 2010; PARK *et al.*, 2012);

- tamanho dos precipitados ou partículas de segunda fase: de acordo com o estudo realizado por GOTTSTEIN e SHVINDLERMAN (2010), o tamanho ideal dos precipitados ou partículas de segunda fase, suficientes para suprimir o crescimento de grão, é tipicamente da ordem de 10 a 50 nm;

- mobilidade das partículas: as partículas presentes em um determinado material podem ser móveis ou imóveis, sendo assim, o crescimento do grão nos materiais com partículas móveis é diferente do crescimento de grão nos materiais com partículas imóveis. O crescimento de grão na presença de partículas móveis, estas no início do processo de crescimento de grão não impedem efetivamente o crescimento, porém com o crescimento de grão e a movimentação das

partículas estas tendem a se acumularem nos contornos de grão permanecendo imóveis (NOVIKOV, 2010; GOTTSTEIN e SHVINDLERMAN, 2010). O crescimento de grão na presença de partículas imóveis ou com baixa mobilidade, pode ser totalmente inibido até uma determinada temperatura, pois a partir de uma dada temperatura pode ocorrer, por exemplo, a dissolução das partículas. De uma maneira geral, o tamanho limite do grão obtido sobre a influência de partículas móveis pode ser bem menor do que o obtido sobre a influência de partículas imóveis quando estas partículas estiverem distribuídas aleatoriamente (NOVIKOV, 2010);

- estabilidade da partícula a altas temperaturas: ao se elevar a temperatura do metal a temperaturas muito altas, as partículas existentes na matriz tendem a engrossar (este caso só ocorre se a matriz estiver supersaturada do soluto (s) em questão) ou dissolverem-se (quando o percentual de soluto está dentro do limite de solubilidade na matriz numa temperatura inferior). Quando isso ocorre, alguns grãos podem crescer antes dos outros e um crescimento normal de grãos ocorre, transformando a matriz de grãos finos numa estrutura de grãos grosseiros (PORTER e EASTERLING, 1992; PARK *et al.*, 2012).

A influência dos precipitados ou partículas de segunda fase na inibição do crescimento de grão tem sido ultimamente muito estudada a fim de se entender os mecanismos que regem o impedimento do crescimento de grão, quais as contribuições dos precipitados e partículas de segunda fase em dificultar o crescimento de grão (KAIBYSHEV *et al.*, 2000; FURUKAWA *et al.*, 2000; XU *et al.*, 2003; ISLAMGALIEV *et al.*, 2003).

2.4 ENSAIO DE TRAÇÃO E SUA RESPOSTA QUANTO AO CONDICIONAMENTO MICROESTRUTURAL E PARÂMETROS DE ENSAIO UTILIZADOS

O ensaio de tração é um dos ensaios mecânicos mais utilizado na indústria, que apresenta como a principal vantagem a possibilidade de se obter uma grande gama de propriedades mecânicas (GARCIA, SPIM e dos SANTOS, 2014). Sendo assim, aliado a outros ensaios, o ensaio de tração é de suma importância para prever um determinado tipo de comportamento, principalmente em ligas de alumínio da série 7XXX que são amplamente utilizadas no setor aéreo, devido sua relativa alta resistência mecânica e uma baixa densidade.

Este tópico tem como objetivo discutir e apresentar, o comportamento mecânico quanto a

tração de ligas de alumínio, principalmente da série 7XXX. Vale salientar que a literatura ainda é pobre em relação ao comportamento mecânico quanto a tração da liga de alumínio 7475, principalmente quando é submetida ao conjunto de tratamentos térmicos e mecânicos T7351. Desta forma, são utilizados como exemplo outras ligas de alumínio, na maior parte similares a liga 7475.

Os resultados obtidos pelo ensaio de tração são fortemente influenciados por uma série de fatores, como por exemplo: a temperatura em que é realizado o ensaio, a velocidade de deformação, a anisotropia do material, o tamanho de grão do metal a ser ensaiado, a porcentagem de impurezas presentes no metal, o condicionamento microestrutural (se o material está encruado, recuperado ou recristalizado), etc. (GARCIA, SPIM e dos SANTOS, 2014).

A presença de precipitados ou partículas de segunda fase finamente dispersa ao longo da matriz metálica da liga de alumínio, são fundamentais nas modificações das propriedades mecânicas obtidas pelo ensaio de tração.

LIAO *et al.* (2015) estudaram a influência do teor de Cu nas propriedades mecânicas quanto a tração de ligas de alumínio da série 7XXX após serem submetida ao tratamento térmico de envelhecimento T6 (solubilizada à 470 °C durante 2 horas, rápido resfriamento em água, seguido de um envelhecimento a 120 °C durante 24 horas). Devido este objetivo, fundiu ligas controlando as porcentagens em peso (%p) dos elementos Z (7,8%), Mg (1,6%) e Zr (0,14%), para que estes não trouxessem influências nos resultados obtidos, variando apenas a %p do Cu para um baixo teor (0,0%), médio (0,8%) e alto teor (1,6%). Na FIG. 2.12 são apresentadas as curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) obtidas pelo ensaio de tração conduzido na temperatura ambiente com uma taxa de carregamento de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Após o ensaio de tração, para ligas com um percentual em peso (%p) de Cu, baixo, médio e grande, obteve limites de resistência a tração de 515 MPa, 571 MPa e 574 MPa, e alongamentos de 6,9%, 16,7% e 19,5%, respectivamente.

Como pode ser observado na FIG 2.12, após um teor de 0,8%p Cu as modificações nas propriedades mecânicas da liga de alumínio da série 7XXX não são tão significativas. Conforme foi apresentado na FIG. 2.9, o teor de cobre influencia fortemente na cinética de precipitação da liga e desta forma, a cinética de recristalização da liga também é modificada com a realização dos tratamentos térmicos de solubilização seguido de envelhecimento.

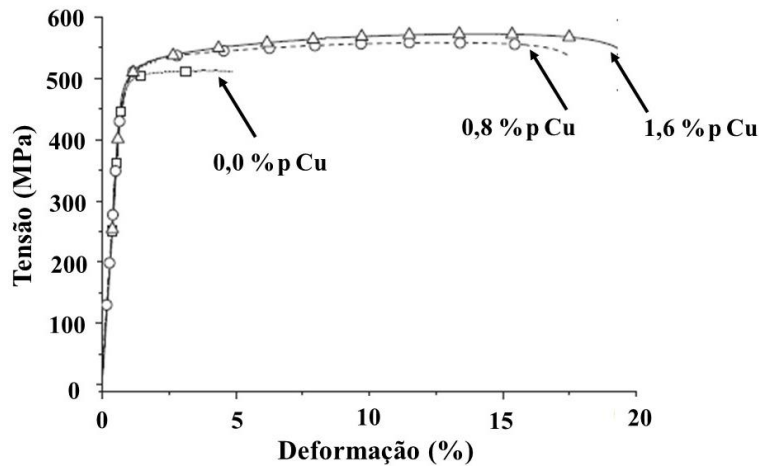


FIG. 2.12 Curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia, de ligas de alumínio da série 7XXX, com um baixo, médio e alto percentual em peso (%p) de Cu (Adaptado de LIAO *et al.*, 2015).

O principal motivo do aumento significativo da ductilidade da liga para um teor acima de 0,8%p de Cu, se deve a uma maior fração volumétrica de grãos recristalizados, e por sua vez, o aumento da resistência mecânica se deve ao aumento da fração volumétrica dos dispersóides de $MgZn_2$, cujos possuem dimensões entre 10 – 30 nm (LIAO *et al.*, 2015).

Como pode ser observado na FIG. 2.9, a fração volumétrica de grãos recristalizados para a liga com 1,6%p Cu é muito maior do que a fração volumétrica da liga com 0,8%p Cu, porém a ductilidade da liga com maior teor de Cu é pouco superior ao da liga com o teor intermediário de Cu. Este comportamento se deve a precipitados mais grosseiros que estão localizados próximos aos contornos de grão da liga com 1,6%p Cu, e desta forma, reduzindo a ductilidade da liga (LIAO *et al.*, 2015).

Outro fator que influencia fortemente nas propriedades mecânicas quanto a tração, é o condicionamento microestrutural do material, ou seja, se o mesmo está encruado, recuperado, recozido, etc. (GARCIA, SPIM e dos SANTOS, 2014).

Devido a carência de referências encontradas na literatura que descrevam o comportamento mecânico quanto a tração das ligas de alumínio da série 7XXX, após serem laminadas / recozidas, serão utilizados exemplos de ligas de alumínio que tiveram um processamento similar ao realizado neste trabalho.

JIANG *et al.* (2009) em seu trabalho estudaram a influência da laminação convencional nas propriedades mecânicas de uma liga de alumínio comercialmente pura. Para tal, laminou-se uma chapa com 4 mm de espessura, realizando passes com aproximadamente 10% de deformação cada, até se obter um total de redução da espessura de 30, 60 e 90%. Na FIG. 2.13 estão apresentadas as curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia obtidas pelo

ensaio de tração a temperatura ambiente, realizado a uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

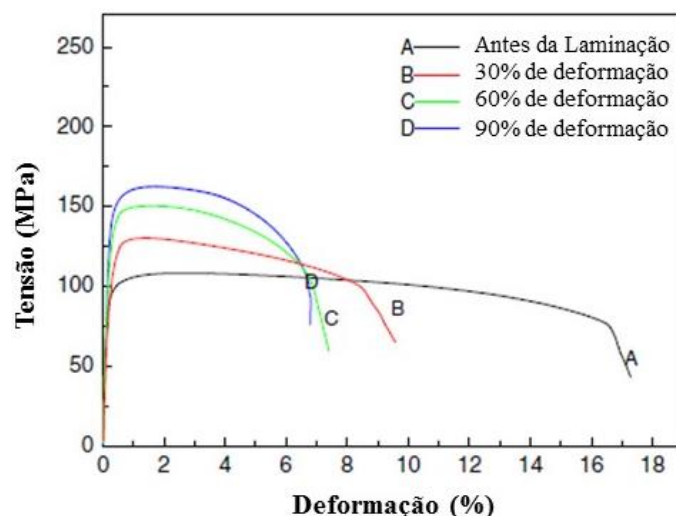


FIG. 2.13 Curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia obtidas para chapas de alumínio comercialmente pura com distintas reduções de espessura através da laminação (Adaptado de JIANG *et al.*, 2009).

Como pode ser observado na FIG. 2.13, o material de partida apresentou um limite de resistência a tração e deformação de engenharia de aproximadamente 100 MPa e 17%, respectivamente. Quanto maior foi a deformação realizada na laminação, maior foi a resistência mecânica e menor foi a ductilidade do corpo de prova, obtendo-se um limite de resistência de aproximadamente 170 MPa e uma ductilidade de 6,5% para a condição com 90% de deformação.

WANG *et al.* (2015) investigaram o comportamento quanto a tração a temperatura ambiente de uma liga de alumínio 5052 com diferentes condicionamentos microestruturais. Primeiramente realizou um tratamento térmico de homogeneização a 470 °C durante 15 horas em chapas brutas de solidificação, sendo posteriormente resfriada ao ar. Logo após, realizou passes de laminação com aproximadamente 15% de deformação cada, até uma redução total de 87%. Na FIG. 2.14 (a), são apresentadas as curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia, de corpos de provas com diferentes porcentagens de deformação. Em chapas com 75% de deformação, realizou tratamentos térmicos de recozimento para recristalização nas temperaturas de 220, 250, 300, 350 e 380 °C durante 4 horas de encharque, cujos resultados estão apresentados na FIG. 2.14 (b). Em todos os ensaios, foi utilizado uma taxa de deformação do corpo de prova de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

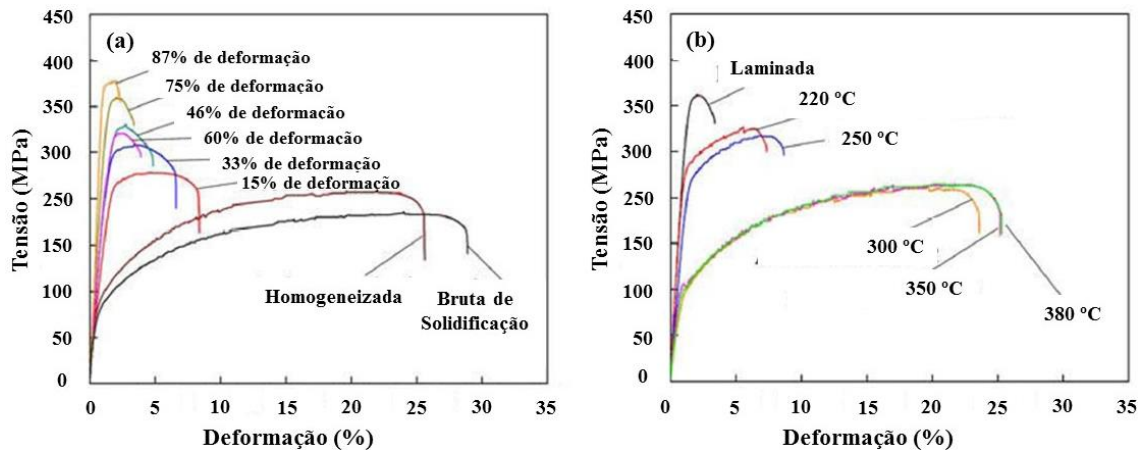


FIG. 2.14 Curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia de uma liga de alumínio 5052. (a) Diferentes percentuais de deformação e (b) amostra com 75% de deformação e submetida ao tratamento térmico de recozimento com diferentes temperaturas de encharque (Adaptado de WANG *et al.*, 2015).

Devido a adição de elementos de liga como por exemplo o Mg, as ligas de alumínio da série 5XXX, apresentam uma maior resistência mecânica em comparação as ligas de alumínio da série 1XXX, porém não possuem uma resistência mecânica relativamente alta como as ligas da série 7XXX.

De acordo com a FIG. 2.14 (a), a liga de alumínio 5052 apresentou um limite de resistência (LR) e ductilidade aproximadas de 250 MPa e 26%, respectivamente no estado homogeneizado. Da mesma forma como foi observado por JIANG *et al.* (2009), com a realização de uma deformação de aproximadamente 30% na chapa, ocorre uma redução expressiva na ductilidade e um aumento no limite de resistência da liga, no qual foram 7% e 305 MPa, respectivamente.

O incremento da resistência mecânica com uma maior deformação da chapa, se deve ao somatório de vários fatores. Primeiramente, com o aumento da redução da espessura a cada passe de laminação, os grãos presentes no material aumentam drasticamente na direção de laminação, e isto proporciona a formação de texturas de deformação, que contribuem para uma maior resistência do material evidenciada no ensaio de tração WANG *et al.* (2015).

Em segundo, o comportamento do aumento da resistência mecânica da liga de alumínio, se deve também ao efeito do encruamento introduzido na chapa com a realização da laminação. Devido ao fato da deformação plástica das ligas de alumínio ocorrer através da movimentação das discordâncias, e estas interagem entre si ou com outras imperfeições cristalinas. Devido a uma maior densidade de discordâncias, estas interações se tornam maiores, levam a uma redução na mobilidade das discordâncias, e necessariamente é preciso uma tensão maior para provocar a deformação plástica (PADILHA, 2000).

Conforme pode ser observado na FIG. 2.14 (b), com a realização do tratamento térmico de recozimento nas temperaturas de 220 °C e 250 °C, há uma pequena diferença nas curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%), sugerindo apenas um alívio de tensões e/ou início da recristalização das chapas deformadas. Porém com o incremento da temperatura para 300 °C ocorre uma modificação significativa das curvas. Com base nas evidências microestruturais, na temperatura do tratamento térmico de 300 °C ocorreu a recristalização das amostras deformadas.

A deformação sofrida por um corpo de prova e o modo fratura de metais submetidos ao ensaio de tração em elevadas temperaturas, são processos dependentes do tempo (VEHOFF, 1994). Ou seja, a escolha de uma determinada taxa de deformação, implicará na permanência do corpo de prova, um tempo maior ou menor, sendo exposto a uma determinada temperatura. Sendo assim, durante a tração a quente, podem ocorrer a recristalização, o crescimento de grão, coalescimento de precipitados, oxidação/corrosão da amostra, etc.

Quando expostos a alta temperatura, grande parte dos metais tendem a se oxidar facilmente. Devido a isto, em um ensaio de tração a quente, as trincas podem nuclear na superfície do metal devido uma corrosão localizada em partículas ou interfaces presentes, e crescerem ligando cavidades internas presentes no metal (VEHOFF, 1994). Para minimizar tal efeito, e consequentemente medir a variação das propriedades mecânicas de um metal, quando este é ensaiado a altas temperaturas, comumente utiliza-se uma atmosfera inerte ou um vácuo durante o ensaio.

A temperatura em que é realizado o ensaio de tração pode influenciar fortemente nas propriedades mecânicas avaliadas por este ensaio, no qual geralmente a resistência mecânica diminui e a ductilidade aumenta quanto maior for a temperatura em que é realizado o ensaio (DIETER, 1990; GARCIA, SPIM e dos SANTOS, 2014).

Porém, devido ao aumento da temperatura e a aplicação de uma taxa de deformação utilizada no ensaio de tração, mudanças microestruturais podem ocorrer e mudarem completamente o comportamento das curvas Tensão x Deformação, como por exemplo: dissolução de precipitados existentes, precipitação, envelhecimento por deformação ou recristalização. Estes mecanismos que são termicamente ativados favorecem a deformação durante o ensaio de tração e reduzem a resistência mecânica em temperaturas elevadas (DIETER, 1982).

No que diz respeito aos precipitados presentes na matriz metálica de amostras tracionadas a quente, estes podem ter um papel positivo nas propriedades mecânicas quanto a tração, se

estes forem estáveis as temperaturas em que ocorrem as deformações. Conforme apresentado em 2.3.3 Crescimento de Grão, precipitados ou partículas finamente dispersas ao longo da matriz metálica, podem restringir o crescimento de grão durante a exposição a alta temperatura, e desta forma resultarem em uma maior deformação dos corpos de prova (NIEH, WADSWORTH e SHELBY, 2005; XU *et al.*, 2003).

O estudo de ligas de alumínio da série 7XXX tracionadas a quente na condição bruta de solidificação, tem sido realizado por alguns autores (LI, 2017; SUBROTO *et al.*, 2017), para principalmente inferir o comportamento destas ligas em etapas posteriores de conformação mecânica, como por exemplo a laminação a quente. A segunda vantagem, que é de principal interesse para este trabalho, é verificar o comportamento mecânico da liga quando tracionada a quente, sem a influência de algum tratamento térmico e com uma estrutura de grãos relativamente grosseira, fruto da solidificação da liga.

LI *et al.* (2017) estudaram o comportamento de quatro diferentes ligas de alumínio (7022, 7050, 7085 e 7055), ou seja, diferentes porcentagens em peso de Zn, Cu e Mg quando tracionadas a quente em um Simulador Termomecânico (Gleeble 3500), na condição bruta de solidificação (*as casted*). Para tal, utilizaram uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ variando a temperatura de ensaio de 30 até 450 °C, cujos resultados obtidos de Tensão (MPa) x Deformação (%) para as ligas (a) 7022, (b) 7050, (c) 7085, e (d) 7055 estão apresentados na FIG. 2.15.

Nos ensaios realizados nas temperaturas de 100 e 150 °C é observado um incremento da resistência mecânica da liga de alumínio em comparação com o ensaio realizado a temperatura ambiente (30 °C), em especial as ligas de alumínio (a) 7022, (b) 7050, (c) 7085 que apresentaram uma maior resistência aliada a uma razoável ductilidade. LI *et al.* (2017) atribuíram este comportamento ao endurecimento devido a tensão, porém acredita-se que este comportamento esteja correlacionado, ao mecanismo descrito no tópico 2.1.2 A liga de alumínio 7475 e conjunto de tratamentos térmicos e mecânico T7351, porém agora em uma etapa distinta, ou seja, formação dos dispersóides η' durante o ensaio de tração.

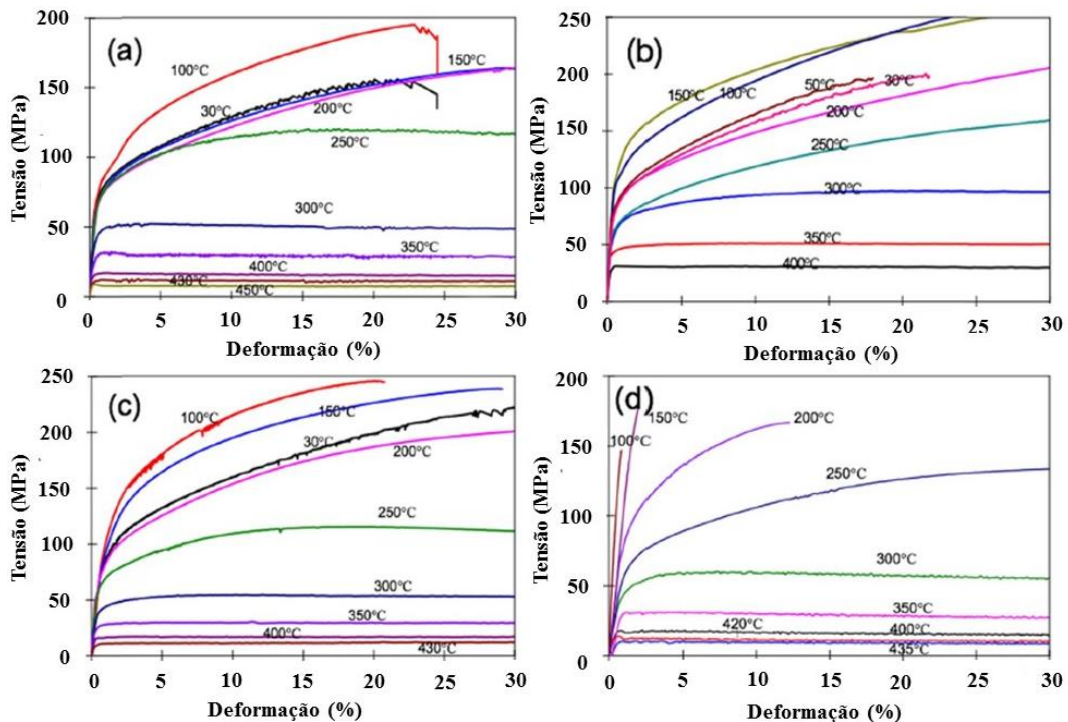


FIG. 2.15 Curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) para as ligas de alumínio (a) 7022, (b) 7050, (c) 7085, e (d) 7055 deformadas com uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ com temperatura de 30 a 450 °C (Adaptado de LI, 2017).

Em todas as curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) apresentadas na FIG. 2.15, é observado que a resistência mecânica da liga de alumínio decresce conforme a temperatura do ensaio é incrementada de 200 a 450 °C. A partir da temperatura de 350 °C, não é observado uma modificação muito significativa com o incremento da temperatura, cujos valores de LR apresentam pequenas diferenças entre si. LI *et al.* (2017) sugerem que este comportamento é devido a recuperação dinâmica que as ligas de alumínio da série 7XXX apresentam a partir de 350 °C.

Outro ponto observado nas curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) é que os valores das curvas para as ligas de alumínio (b) 7050 e (c) 7085 são superiores as apresentadas para a liga de alumínio (a) AA7022. Cujos comportamento possivelmente está ligado aos maiores teores de porcentagem em peso de Zn presentes nas ligas AA7050 e AA7085, e que desta forma, provocam uma precipitação maior dos dispersóides de MgZn_2 e/ou AlZnMgCu . No entanto, a liga de alumínio (d) 7055 que possui um valor de porcentagem em peso de Zn superior a 8%, torna-se extremamente frágil em temperaturas inferiores a 200 °C.

Outro fato também observado pelas curvas apresentadas na FIG. 2.15 é evolução do limite de resistência e ductilidade (medida em termos de redução de área) para as ligas de alumínio estudadas por LI *et al.* (2017). Estas apresentam os maiores valores de LR em temperaturas

inferiores a 200 °C, e a partir desta temperatura o LR decresce e a ductilidade aumenta com o incremento da temperatura no ensaio de tração.

SUBROTO *et al.* (2017) realizaram um estudo similar ao de LI *et al.* (2017), porém em seu trabalho avaliaram o comportamento mecânico quanto a tração e os aspectos da fratura do corpo de prova, quando estes foram tracionados a temperaturas mais elevadas (400, 420, 440, 450, 455, 460 e 465 °C). Para tal, realizou ensaios em um Simulador Termomecânico (Gleeble 3800), utilizando corpos de prova provenientes de uma liga de alumínio 7050, na condição bruta de solidificação. Na FIG. 2.16 estão apresentadas as curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) verdadeiras obtidas com o ensaio de tração em diferentes temperaturas, realizados com uma taxa de deformação de $5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

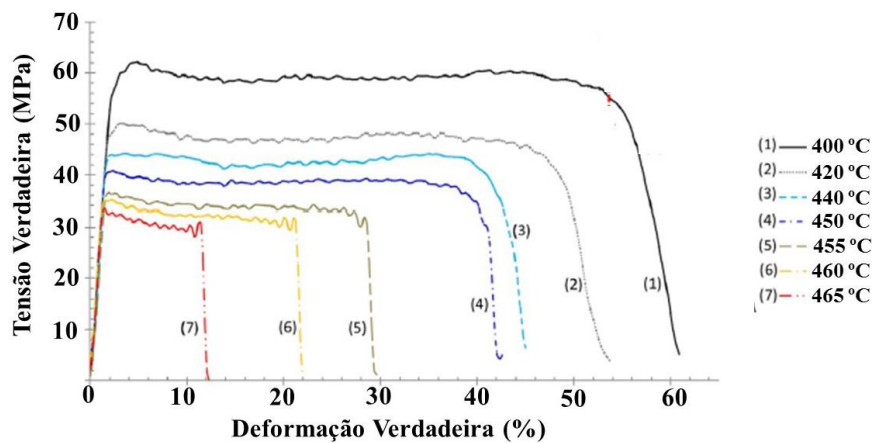


FIG. 2.16 Curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) verdadeiras, da liga de alumínio 7050, obtidas pelo ensaio de tração realizadas nas temperaturas de 400 a 465 °C, com uma taxa de deformação de $5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ (Adaptado de SUBROTO *et al.*, 2017).

Como pode ser observado nas curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) verdadeiras apresentadas na FIG. 2.16, a resistência mecânica e a ductilidade da liga 7050 diminuem a medida que a temperatura do ensaio aumenta, e tal comportamento é parcialmente contraditório com a literatura. Pois conforme é aumentada a temperatura do ensaio de tração, a resistência mecânica da liga tende a reduzir e a ductilidade aumentar (DIETER, 1990; GARCIA, SPIM e dos SANTOS, 2014).

Devido a este comportamento contraditório SUBROTO *et al.* (2017) realizaram análises da superfície de fratura de amostras que foram ensaiadas a 400 e 465 °C. Nas FIG. 2.17 e FIG. 2.18 são apresentadas as superfícies de fratura obtidas por MEV, de amostras ensaiadas a 400 e 465 °C, respectivamente. Os índices ((a) e (b)) apresentam as fraturas dos corpos de provas

ensaiados com uma menor ($5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) e ((c) e (d)) maior ($5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$) taxa de deformação, visualizadas com um menor ((a) e (c)) e maior ((b) e (d)) aumento.

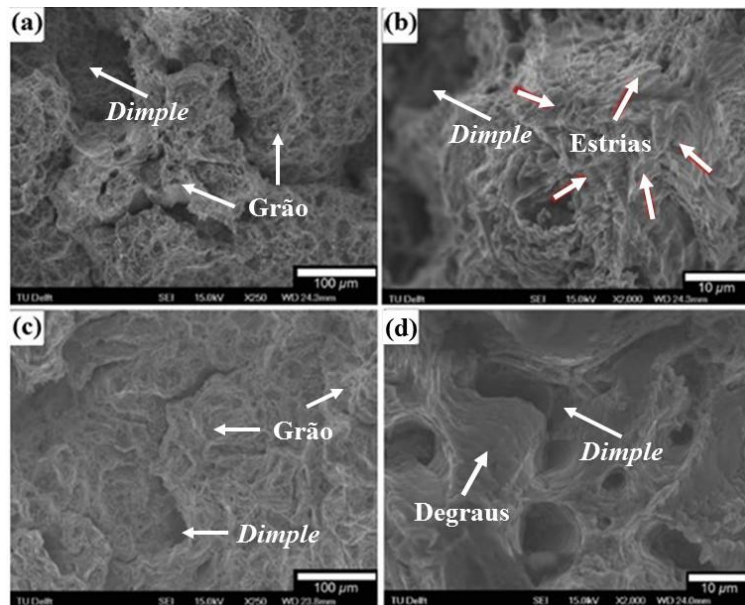


FIG. 2.17 Fractografias obtidas por MEV da superfície de fratura de amostras da liga de alumínio 7050 ensaiadas a 400 °C. Com uma ((a) e (b)) menor ($5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) e ((c) e (d)) maior ($5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$) taxa de deformação, obtidas com um menor ((a) e (c)) e maior ((b) e (d)) aumento (Adaptado de SUBROTO *et al.*, 2017).

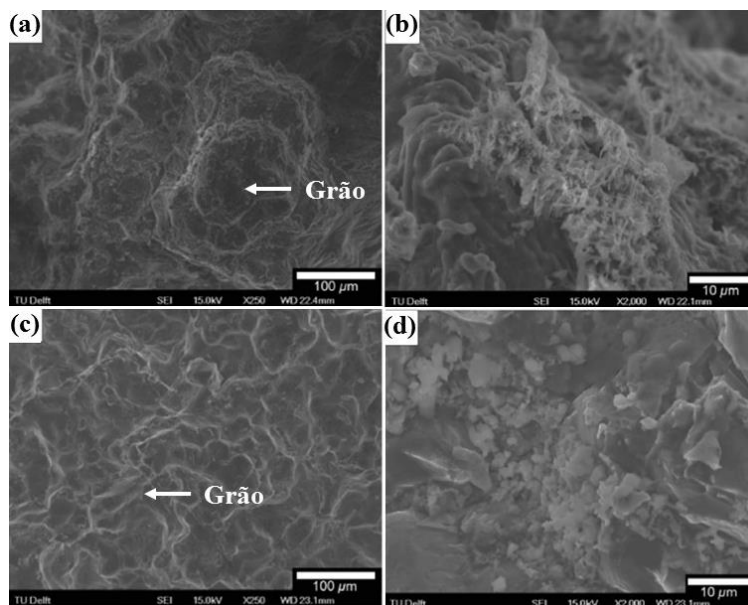


FIG. 2.18 Fractografias obtidas por MEV da superfície de fratura de amostras da liga de alumínio 7050 ensaiadas a 465 °C. Com uma ((a) e (b)) menor ($5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) e ((c) e (d)) maior ($5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$) taxa de deformação, obtidas com um menor ((a) e (c)) e maior ((b) e (d)) aumento (Adaptado de SUBROTO *et al.*, 2017).

Em um ensaio de tração a temperatura ambiente ou a quente, a fratura do corpo de prova ensaiado, pode ocorrer devido a nucleação e o crescimento de microcavidades (*dimples* – fratura dúctil), através da propagação de trincas ao longo dos contornos de grão (fratura intergranular – fratura frágil), ou então um misto entre as duas formas (VEHOFF, 1994). Cujas ocorrências de um determinado mecanismo de fratura, dependem da taxa de deformação, temperatura de ensaio, condicionamento microestrutural, estrutura do metal, etc.

Nas superfícies de fraturas apresentadas na FIG. 2.17 e FIG. 2.18, pode-se observar que o modo de fratura é um misto entre frágil (indicado nas imagens como “Grão”) e dúctil (indicado nas imagens como “*dimples*”). Através das imagens com um baixo aumento, este comportamento é o mesmo independente da taxa de carregamento, porém é observado diferenças nas imagens registradas com um maior aumento.

Com um maior aumento, observa-se na fratura do corpo de prova que foi ensaiado com uma taxa de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, pequenas linhas de estrias provocadas pelo ensaio (FIG. 2.18 (b)). Já com a utilização de uma maior taxa de deformação, as linhas de estrias apresentam um desnível entre elas, mais se assemelhando com degraus (FIG. 2.17 (d)) (SUBROTO *et al.*, 2017).

SUBROTO *et al.* (2017) constaram que no ensaio de tração realizado a temperatura de 465 °C independente da taxa de deformação utilizada no ensaio de tração, o aspecto da fratura é semelhante ao aspecto apresentado na FIG. 2.18, ou seja, fratura intergranular.

SUBROTO *et al.* (2017) reportam em seu trabalho que este comportamento de redução da ductilidade com o aumento da temperatura do ensaio, é observado em outros metais submetidos a ensaios em condições similares. Como principal causa para este comportamento, com base no aspecto da fratura dos corpos de provas observados por MEV, os mesmos sugeriram que durante o ensaio de tração a quente em altas temperaturas da liga 7050, o mecanismo predominante de deformação foi o de fluência por difusão.

O mecanismo de fluência por difusão, consiste pela migração por difusão de lacunas para os contornos de grão do material. Devido a tensão imposta durante o ensaio de tração, ocorre a condensação destas lacunas, levando à formação de espaços vazios nos contornos de grãos. A medida que a deformação continua, esses vazios conseqüentemente coalescem ao longo dos contornos de grão, e eventualmente levam a uma fratura precoce do metal (VEHOFF, 1994).

Há uma relativa grande quantidade de trabalhos na literatura, que ao realizarem ensaios de tração a quente em ligas de alumínio, independente do condicionamento microestrutural da liga, não ultrapassam a temperatura de 450 °C como temperatura de ensaio (XU *et al.*, 2003; ISLAMGALIEV *et al.*, 2003; LI, 2017; LUO *et al.*, 2018). Possivelmente este fator pode estar

relacionado a este mecanismo de fratura apresentado pelas ligas de alumínio, quando estas são ensaiadas a elevadas temperaturas.

XIAO *et al.* (2018) realizaram um ensaio de tração a quente em corpos de prova provenientes de uma chapa de alumínio 7075 sem tratamento térmico com 2 mm de espessura. Para tal, utilizaram um Simulador Termomecânico, variando as temperaturas de ensaio de 300, 350, 400 e 450 °C, e com diferentes taxas de deformação: 1×10^{-2} , 1×10^{-1} e 1 s^{-1} , cujas curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) verdadeira, estão apresentadas na FIG. 2.19.

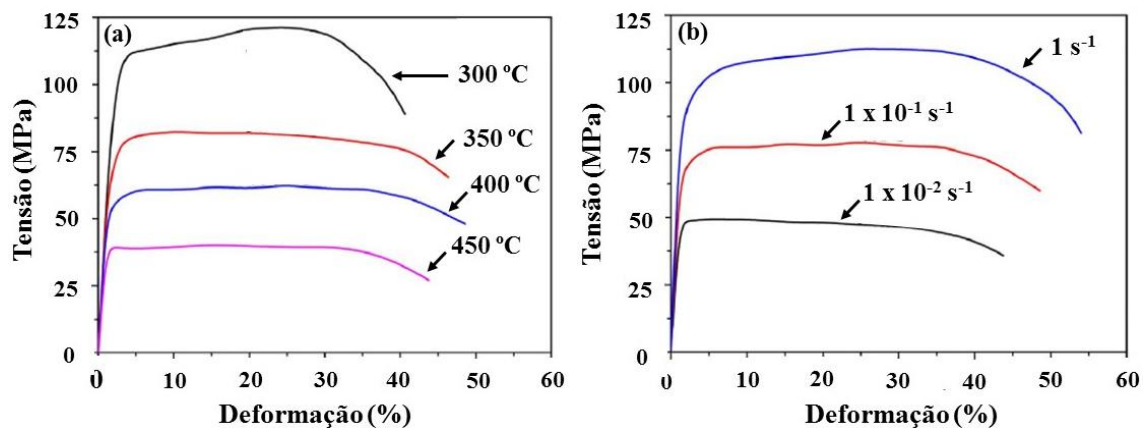


FIG. 2.19 Curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) verdadeira da liga de alumínio 7075 com (a) uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ e diferentes temperaturas de ensaio, (b) diferentes taxas de deformação a uma temperatura de 400 °C (Adaptado de XIAO *et al.*, 2018).

Conforme pode ser observado na FIG. 2.19, o comportamento encontrado por XIAO *et al.* (2018), vai de encontro com a literatura, ou seja, o LE aumenta com o aumento da taxa de deformação (FIG. 2.19 (b)), e reduz com o aumento da temperatura de ensaio (FIG. 2.19 (a)). Consequentemente, a ductilidade da liga tende a aumentar com o incremento da temperatura do ensaio.

Em conjunto com os ensaios de tração, analisou a evolução microestrutural devido o ensaio de tração a quente, realizando análises de EBSD (Difração de Elétrons Retroespalhados) na região central do comprimento útil dos corpos de prova ensaiados. Dentre as condições analisadas por EBSD, são apresentados os resultados mais pertinentes segundo o que é realizado na presente tese de doutorado, que trazem informações mais significativas de acordo com o tema presente.

Na FIG. 2.20 são apresentados os mapas de orientação dos grãos ((a), (b) e (c)) e distribuição dos contornos de grão ((d), (e) e (f)) para a liga de alumínio 7075 tracionada com

uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ a uma temperatura de $400 \text{ }^\circ\text{C}$. As imagens ((a) e (d)) foram realizadas no material de partida, ((b) e (e)) ao ser realizado uma deformação de 30%, o ensaio foi parado e o corpo de prova resfriado rapidamente, e ((c) e (f)) após a fratura do corpo de prova. Na FIG. 2.20, DL indica a direção de laminação e DT indica a direção transversal à direção de laminação.

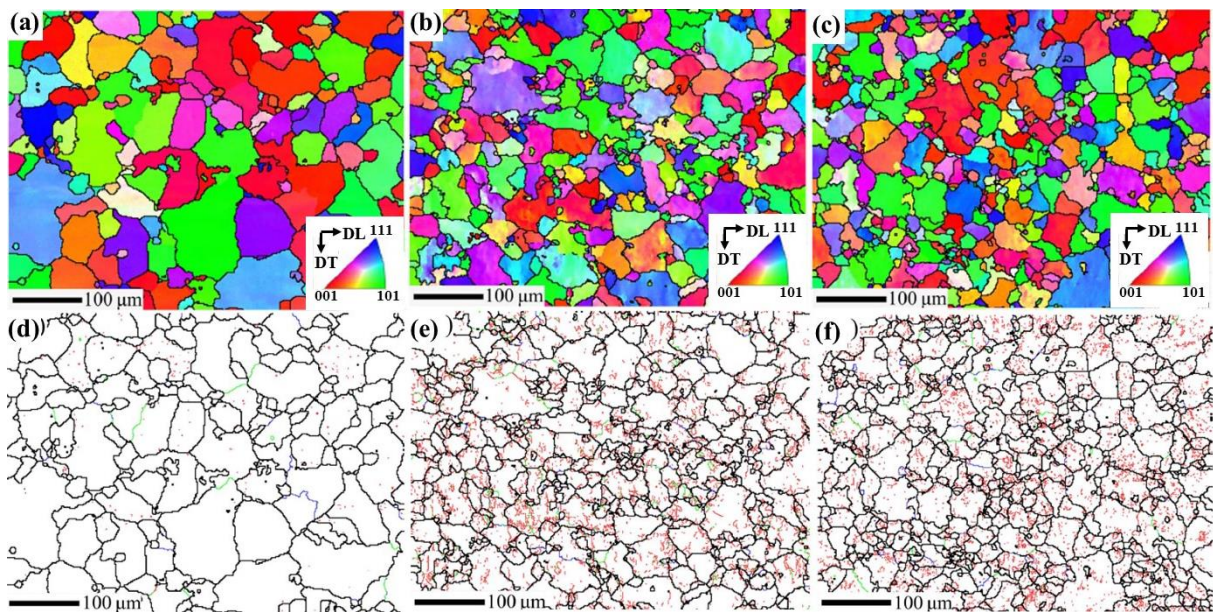


FIG. 2.20 ((a), (b) e (c)) Mapa de orientação dos grãos e ((d), (e) e (f)) distribuição dos contornos de grão da liga de alumínio 7075 tracionada com uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ e uma temperatura de $400 \text{ }^\circ\text{C}$. ((a) e (d)) condição de partida, ((b) e (e)) deformado a 30% e ((c) e (f)) após a ruptura do corpo de prova (XIAO *et al.*, 2018).

Conforme pode ser observado na FIG. 2.20, o material de partida apresenta uma matriz recristalizada (com um tamanho médio dos grãos de $28,1 \text{ } \mu\text{m}$), e conforme será apresentado em 4.1 Caracterização do material de partida (condição CR), possui uma microestrutura totalmente diferente da liga de alumínio utilizada como condição de partida na presente tese de doutorado.

Com o início do ensaio de tração, devido a uma taxa de deformação relativamente alta, ocorre o encruamento da amostra, e devido a exposição a uma alta temperatura, é facilitada a formação de contornos de baixo ângulos (XIAO *et al.*, 2018). Com uma deformação realizada de 30% (FIG. 2.20 (b)) é observado uma evidente redução no tamanho de grão da liga 7075, no qual o tamanho médio dos grãos passou a ser de $21,6 \text{ } \mu\text{m}$. Devido o incremento da deformação da amostra sendo realizada até a ruptura (aproximadamente 50%), houve uma pequena redução no tamanho de grão médio que passou a ser de $17,8 \text{ } \mu\text{m}$.

Sendo assim, devido a exposição a uma alta temperatura e uma taxa de deformação

relativamente alta, pode ocorrer o refinamento de grão de amostras tracionadas a quente, e com esta ocorrência, pode facilitar a modificação microestrutural do material durante o ensaio de tração a quente.

XIAO *et al.* (2018) também realizaram análises de EBSD em amostras tracionadas com uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ nas temperaturas de 300 e 350 °C. Na FIG. 2.21 estão apresentadas as microestruturas das amostras tracionadas até a ruptura (deformação aproximada de 50%) com uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$, de acordo com as temperaturas de ensaio de (a) 300 °C e (b) 350 °C. Na FIG. 2.21, DL indica a direção de laminação e DT indica a direção transversal à direção de laminação.

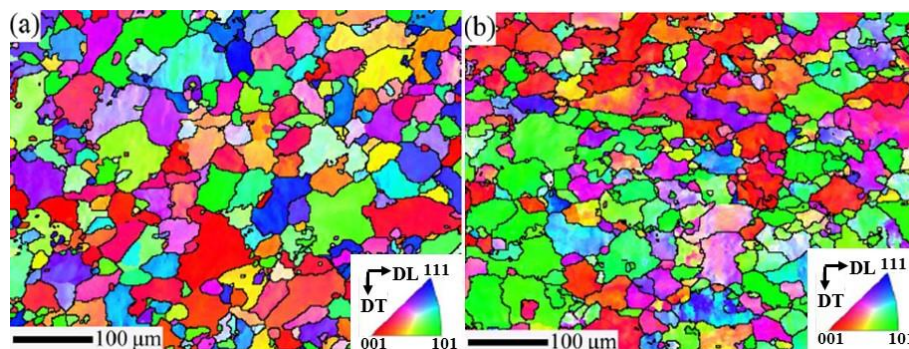


FIG. 2.21 Microestrutura da liga de alumínio 7075 tracionada com uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ a uma temperatura de ensaio de (a) 300 °C e (b) 350 °C (XIAO *et al.*, 2018).

Foi constatado que em menores temperaturas (300 e 350 °C) com uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$, há ocorrência de poucos grãos recristalizados em regiões próximas aos contornos de grão (tendo um tamanho médio dos grãos de 23,0 e 20,1 μm, para as amostras tracionadas a 300 e 350 °C, respectivamente). De acordo com as análises realizadas por XIAO *et al.* (2018), concluíram que a recuperação dinâmica é o principal mecanismo operante nestas temperaturas e taxas de deformação. Com o aumento da temperatura do ensaio para 400 °C, mantendo a mesma taxa de deformação, foi observado que a recristalização dinâmica foi o mecanismo principal operante na liga.

No geral, com base nos resultados de EBSD obtidos por XIAO *et al.* (2018), foi constatado que o tamanho médio dos grão da liga de alumínio 7075 pode ser refinado quanto maior for a deformação realizada e maior for a temperatura do ensaio, e quanto menor for a taxa de deformação.

Outro fato também observado por XIAO *et al.* (2018) é que uma grande quantidade de contornos de baixo ângulo foi formada no material devido a deformação, e que alguns contornos

de baixo ângulo foram transformados em contornos de alto ângulo devido o crescimento de subgrãos e devido a recristalização dinâmica. Nas condições de estudo que foram utilizadas, o ângulo médio de desorientação aumenta com o aumento da temperatura e a diminuição da taxa de deformação.

Nos ensaios de tração dependendo de alguns fatores, como por exemplo, taxa de deformação, temperatura de ensaio e composição química da liga tracionada, é comum a curva de Tensão (MPa) x Deformação (%) apresentar serrilhados ao longo de sua extensão (ABOULFADL, et al., 2015), cujo comportamento pode ser observado nas curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) apresentadas nas FIG. 2.14 a FIG. 2.16. Este comportamento é denominado de envelhecimento dinâmico que ocorre durante a deformação (*Dynamic Strain Aging*), e também é conhecido como efeito Portevin - Le Châtelier (RODRIGUEZ, 1984; TAHERI, MACCAGNO e JONAS, 1995; ABOULFADL, et al., 2015; ZHANG et al., 2017).

O termo “serrilhado”, ou seja, formato de zigue-zague (sucessivos aumentos e reduções da tensão) ocorridos em curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) obtidas em um ensaio de tração, refere-se a uma rápida resposta brusca no ensaio, mediante uma força ou campo externo (ZHANG et al., 2017). A explicação para tal comportamento apresentado nas curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) obtidas em um ensaio de tração, tem sido reportada por alguns autores em seus trabalhos.

Durante a deformação plástica ocorre a interação de átomos de soluto presentes na matriz metálica com as discordâncias, ocasionando o seu ancoramento. Porém, com o aumento progressivo da tensão imposta pelo ensaio de tração, esta força de ancoramento provocada pelos átomos de soluto, deixa de existir liberando assim a movimentação das discordâncias. Conseqüentemente ao se liberarem, as discordâncias são ancoradas novamente ao se movimentarem, e este efeito de bloqueio e liberação das discordâncias, persiste até o fim do ensaio (McCORMICK, 1988; TAHERI, MACCAGNO e JONAS, 1995; ZHANG et al., 2017).

Em um ensaio de tração a temperatura ambiente (para materiais com alta temperatura de fusão), o tempo gasto para a movimentação das discordâncias vencerem a força de ancoramento dos átomos do soluto é relativamente pequena, provocando assim zigue-zagues mais discretos nas curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) (McCORMICK, 1988).

Com o aumento da tensão, a densidade de discordâncias no material aumenta progressivamente, e conseqüentemente o tempo necessário para as discordâncias vencerem a força de ancoramento impostas pelos átomos de soluto também aumenta progressivamente no decorrer do ensaio. Com a realização de um ensaio de tração em altas temperaturas (condição

relativa a temperatura de fusão do material em análise), é aumentada a taxa de difusão dos átomos de soluto favorecido também pelo aumento da densidade de lacunas, resultando em uma maior força de ancoramento das discordâncias, e conseqüentemente tornando os zigue-zagues mais perceptíveis (McCORMICK, 1988).

RODRIGUEZ (1984) em seu trabalho citou os 5 diferentes tipos de serrilhados que aparecem em curvas de Tensão x Deformação devido o envelhecimento dinâmico, cujos estão apresentados esquematicamente na FIG. 2.22.

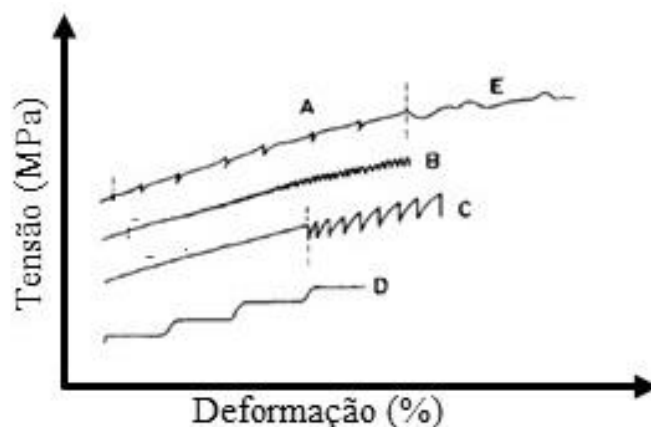


FIG. 2.22 Representação esquemática de diferentes tipos de serrilhados que aparecem em curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) devido o envelhecimento dinâmico (Adaptado de RODRIGUEZ, 1984).

Na FIG. 2.22, o serrilhado do tipo A, é caracterizado por um rápido aumento de tensão seguido por uma queda rápida da tensão, o qual ocorre geralmente em baixas temperaturas e com uma alta taxa de deformação. Os serrilhados do tipo B são pequenas oscilações da curva de Tensão (MPa) x Deformação (%), ou seja, ocorrem rápidas sucessões de aumento e decréscimo da tensão, e tem seu aparecimento em ensaios realizados com altas temperaturas e baixas taxas de deformação. Os serrilhados do tipo C são grandes quedas de tensão, e estes ocorrem em temperaturas mais altas e menores taxas de deformação do que os serrilhados do tipo A e B. Já os serrilhados do tipo D são paralelos ou quase paralelos ao eixo de deformação da curva, os quais ocorrem em condições muito restritas. Já os serrilhados do tipo E, apresentam um comportamento aleatório, no qual geralmente ocorre devido altas taxas de deformação (RODRIGUEZ, 1984).

TAHERI, MACCAGNO e JONAS (1995) realizaram o ensaio de tração em um aço de baixo carbono, variando a temperatura (temperatura ambiente até 450 °C) e a taxa de deformação. Na FIG. 2.23 estão apresentadas as curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) de

engenharia obtidas no ensaio de tração com as taxas de deformação de (a) $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e (b) $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$.

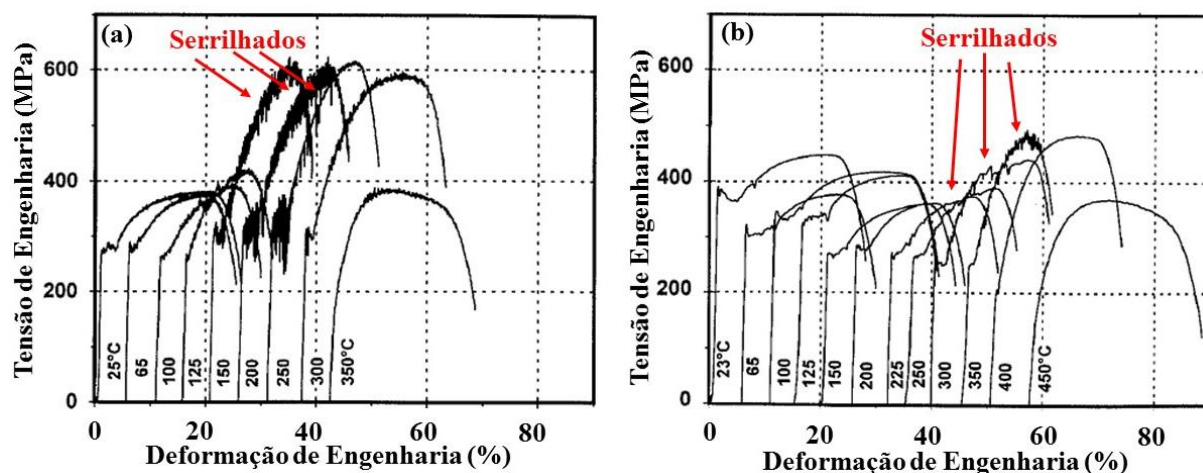


FIG. 2.23 Curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia para um aço baixo carbono quando tracionado à uma taxa de deformação de (a) $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e (b) $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ (Adaptado de TAHERI, MACCAGNO e JONAS, 1995).

Como pode ser observado na FIG. 2.23, o envelhecimento dinâmico tem como influência a temperatura (em função da temperatura absoluta de fusão do metal ou liga em análise) e a taxa de ensaio utilizada no ensaio de tração, pois para uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (FIG X (a)) foi mais evidente o serrilhado nos ensaios conduzidos nas temperaturas de 150 – 250 °C. Porém serrilhados com menores intensidades também são observados nos ensaios conduzidos nas demais temperaturas.

Ao se realizar o ensaio de tração com uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ (FIG (b)) os serrilhados são mais evidentes nas temperaturas de ensaio de 300 e 350 °C, porém estes possuem uma intensidade menor, em comparação com os apresentados nos ensaios conduzidos com uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Outro fato observado é que ao contrário do ensaio conduzido com a taxa de deformação de $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, só foram observados serrilhados mais discretos nas temperaturas de 225 e 250 °C.

O envelhecimento dinâmico, também pode ocorrer em ensaios conduzidos na temperatura ambiente, porém é mais difícil e os serrilhados apresentados nas curvas de Tensão x Deformação são mais discretos, conforme foram mencionados anteriormente.

ABOULFADL *et al.* (2015), em seu estudo, avaliaram 3 diferentes condicionamentos microestruturais e suas influências no envelhecimento dinâmico de uma liga de alumínio fundida com 4,8 % atômico de Mg. Para tal, laminaram uma chapa até se obter 90% de

deformação, em um dos corpos de prova, realizaram um tratamento térmico à 120 °C durante 20 horas (nomeando de condição estabilizada), e o terceiro corpo de prova, realizaram um tratamento térmico de recozimento para recristalização à 400 °C durante 10 minutos. Na FIG. 2.24 estão apresentadas as curvas obtidas no ensaio de tração conduzidos a temperatura ambiente com uma taxa de deformação de $1,67 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

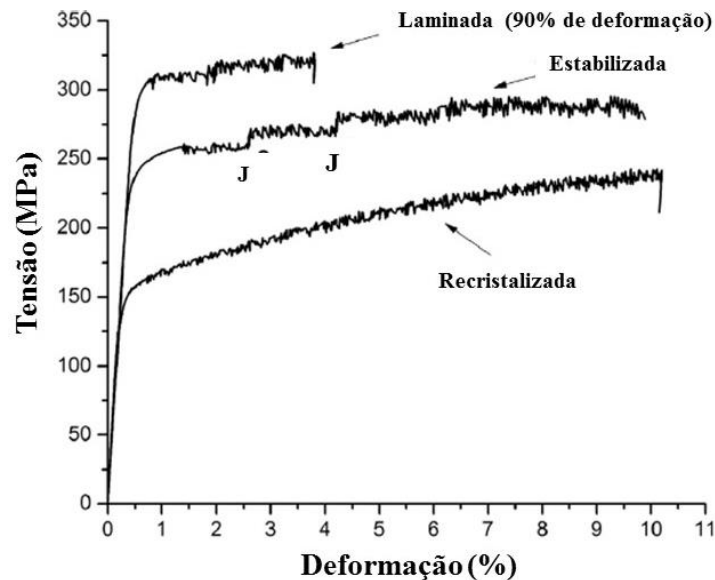


FIG. 2.24 Curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) obtidas no ensaio de tração a temperatura ambiente de uma liga de alumínio fundida com 4,8% atômico de Mg, com três distintos condicionamentos microestruturas (Adaptado de ABOULFADL, *et al.*, 2015).

Conforme pode ser observado nas curvas de Tensão x Deformação apresentadas na FIG. 2.24, os serrilhados foram observados em todas as condições ensaiadas, ou seja, os condicionamentos microestruturais das amostras não influenciaram no envelhecimento dinâmico. Outro fato também observado é que o início dos serrilhados e o limite de resistência foram diferentes entre as condições, sendo este último já esperado. Estes diferentes inícios dos serrilhados e um grande serrilhado apresentado na curva da amostra estabilizada (indicado por J), foram atribuídos pelos autores devidos aos diferentes condicionamentos microestruturais das amostras (densidade de discordância, uma microestrutura parcialmente recristalizada e completamente recristalizada).

De acordo com os resultados dos trabalhos apresentados anteriormente, foram escolhidas taxas de deformação e temperaturas para o ensaio de tração a quente, com o objetivo de observar a estabilidade das propriedades e características microestruturais da liga de alumínio 7475-T7351, ou seja, verificar se a liga é susceptível a fluência.

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 MATERIAL

No presente trabalho foram utilizadas amostras da liga de alumínio de nomenclatura 7475-T7351 (segundo a norma SAE AMS4202), na forma de chapa laminada a quente com uma espessura inicial de 12,5 mm. Na TAB. 3.1 é apresentada a composição química obtida pela análise de espectroscopia de emissão ótica, realizada no laboratório de Caracterização Microestrutural do CTS-Solda (Centro de Tecnologia SENAI/RJ – Solda).

TAB. 3.1 Composição química da liga 7475-T7351 em estudo (% em peso).

Composição química da liga 7475-T7351 (% em peso)									
Al	Zn	Cu	Mg	Si	Fe	Mn	Cr	Ni	Ti
89,5000	5,6700	1,7800	2,3800	0,0438	0,2420	0,0090	0,1970	0,0132	0,0413
Be	Ca	V	Pb	Sn	Zr	Ga	Cd	Co	Outros
0,0004	0,0028	0,0184	0,0041	0,0057	0,0007	0,0092	0,0038	0,0032	0,0754

3.2 MÉTODOS

3.2.1 Identificação das Amostras

Para uma melhor apresentação e discussão dos resultados, com base nas distintas condições de análises decorrentes dos processamentos mecânicos e térmicos realizados, daqui em diante cada condição de estudo é identificada segundo um código alfanumérico de acordo com a etapa do processamento termomecânico que a mesma se encontra. No item 8.1 ANEXO 1 – NOMENCLATURA E SIGNIFICADOS DAS AMOSTRAS, são apresentadas as nomenclaturas de todas as amostras utilizadas neste trabalho, com a descrição da laminação e o(s) tratamento(s) térmico(s) realizado(s).

As etapas de análises são representadas por X, XH, XHu, XHuQ e XHuQT, onde:

- CR, estado como recebido;
- X, indica a forma que foi realizada a laminação a partir da condição CR, podendo ser C para laminação convencional (espessura final de 3 mm) e Z para amostras submetidas a laminação cruzada (espessura final de 6,2 mm). Todas as laminções destas distintas etapas foram conduzidas a temperatura ambiente;
- H, indica a realizaço de um tratamento termico de recozimento que a amostra foi submetida, no qual tal algarismo pode ser 2, 3 ou 4, indicando as temperaturas de tratamentos termicos de 200, 300 ou 400 C, respectivamente, por um tempo de encharque de 15 minutos. H tambem pode assumir o valor 5, indicando um tratamento termico na temperatura de 500 C, porem neste caso  acompanhado do codigo u;
- u, indica o tempo de encharque que a amostra permaneceu na temperatura de 500 C durante o tratamento termico de recozimento. Este ndice pode assumir as letras: a, b, c e d, que indicam os tempos de encharque de 15, 30, 60 e 120 minutos, respectivamente;
- Q, indica a temperatura da laminaço convencional apos a laminaço cruzada + tratamento termico de recozimento adotado (temperatura de 500 C durante 60 minutos de encharque), podendo ser A para laminaço convencional conduzida a temperatura ambiente e R para laminaço convencional com resfriamento previo das amostras em nitrogenio liquido.

Para um melhor entendimento, na FIG. 3.1  apresentado de forma esquemtica como as amostras foram nomeadas.

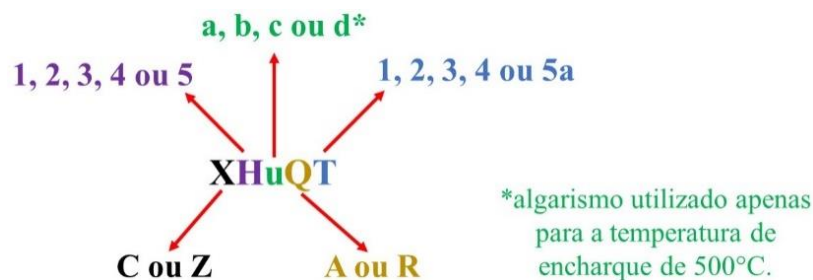


FIG. 3.1 Identificaço das amostras utilizadas neste trabalho, conforme lista detalhada no item 8.1 Anexo 1, onde constam as nomenclaturas e significados das amostras.

3.2.2 Sequncia Cronolgica de Processamentos

Inicialmente, foram extraidas amostras / corpos de provas da chapa laminada a quente da liga de alumnio 7475-T7351 para caracterizaço na condiço como recebida (nomeada de CR).

Com o material restante da liga de alumínio 7475-T7351 fez-se a divisão em 2 grupos. O primeiro grupo foi processado via laminação convencional a temperatura ambiente até uma espessura final de aproximadamente 3,0 mm (condição nomeada de C). O segundo grupo de amostra foi inicialmente processado via laminação cruzada até uma espessura final de aproximadamente 6,2 mm (condição nomeada de Z).

No que diz respeito as amostras processadas por laminação cruzada, foram realizados tratamentos térmicos de recozimento para recristalização com distintos tempos de encharques (15, 30, 60 e 120 minutos) a 500 °C e tempo fixo de 15 minutos em temperaturas de encharque inferiores (200, 300 e 400 °C). Com base nos resultados obtidos, foram escolhidos os parâmetros de tratamento térmico que permitissem que as amostras oriundas da laminação cruzada apresentassem uma melhor trabalhabilidade durante a etapa de laminação posterior. Sendo assim, todas as amostras com 6,2 mm de espessura, foram tratadas termicamente com os parâmetros eleitos e divididas em 2 grupos.

Ambos os grupos, referente a laminação cruzada prévia, foram por fim laminados via laminação convencional até aproximadamente 3,0 mm de espessura. Porém no primeiro grupo, a laminação foi conduzida a temperatura ambiente (condição nomeada de Z5cA) e no segundo grupo, as amostras foram previamente resfriadas em nitrogênio líquido (aproximadamente 15 minutos de imersão em um recipiente contendo nitrogênio líquido) antes de realizar cada passe (condição nomeada de Z5cR).

Após as diferentes condições de laminação, todas as amostras com 3 mm de espessura, condições C, Z5cA e Z5cR, foram tratadas durante 15 minutos nas temperaturas de 200, 300, 400 e 500 °C.

Para atingir os objetivos descritos anteriormente o material de partida e as condições posteriores de processamento, foram submetidos as seguintes técnicas de caracterização:

- Medidas de dureza com um durômetro Vickers, para avaliar a evolução da dureza a temperatura ambiente;

- MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura) associadas aos detectores de EDS (*X-Ray Energy Dispersive Detector* - Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raio X) e EBSD (*Electron Backscatter Diffraction* - Difração por Elétrons Retroespalhados); MET (Microscopia Eletrônica de Transmissão) por meio de imagens diretas da microestrutura; e MO (Microscopia Óptica); para analisar a morfologia da microestrutura, morfologia / natureza composicional dos precipitados e aspecto da fratura após o ensaio de tração a quente;

- Ensaio de tração uniaxial a temperatura ambiente e a quente, para avaliar a evolução das

propriedades mecânicas em distintas temperaturas e/ou taxas de deformação em função do processamento realizado na liga 7475-T7351.

Com o intuito de descrever de maneira simplificada a sequência cronológica de processamentos e caracterizações realizadas neste trabalho, na FIG. 3.2 encontra-se um fluxograma de cada condição e análises realizadas.

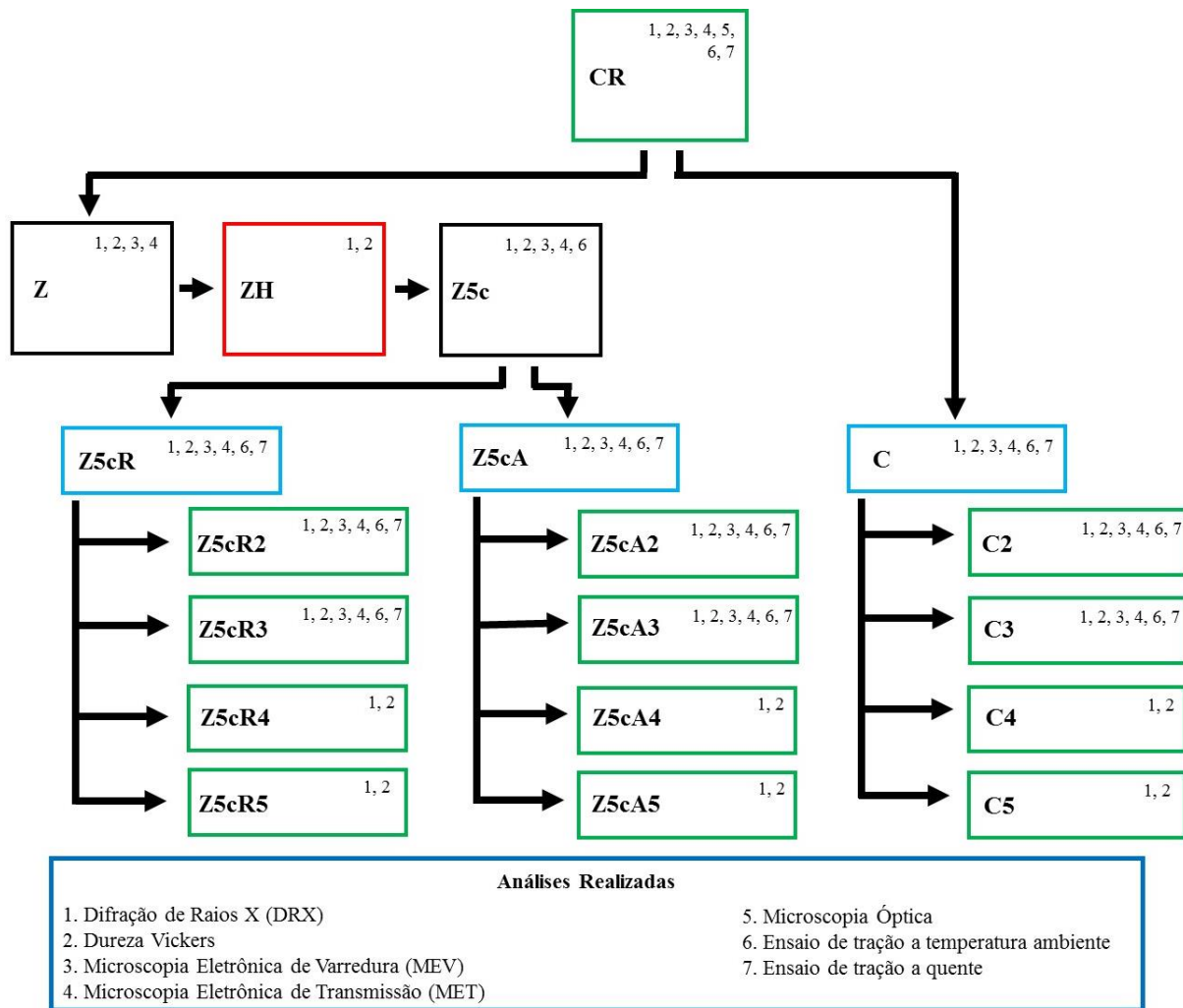


FIG. 3.2 Sequência cronológica do processamento e análises realizadas, conforme lista detalhada no item 8.1 Anexo 1, onde constam as nomenclaturas e significados das amostras.

3.2.3 Processamento Mecânico e Térmico da Liga de Alumínio 7475-T7351

Com o objetivo de obter condicionamentos microestruturais distintos, a fim de se avaliar

suas influências nas propriedades em tração a quente, as amostras da condição CR foram submetidas a distintas rotas de laminação, sendo que uma delas realizou-se um tratamento térmico de recozimento para recristalização intermediário. Após se obter chapas com 3 mm de espessura (condição em que foram realizados os ensaios de tração a quente), foram realizados tratamentos térmicos de recozimento para alívio de tensão. Este tratamento térmico teve o objetivo de se obter uma condição recuperada e parcialmente recristalizada a fim de confrontar com a estabilidade estrutural durante os ensaios tração em temperaturas elevadas com distintas taxas em amostras que foram avaliadas nas condições encruadas.

3.2.4 Laminação Convencional e Laminação Cruzada

Para realizar as laminações nas diferentes condições (convencional e cruzada) foi utilizado um laminador piloto do fabricante FENN MFG. Co., modelo D-51710:1973 (FIG. 3.3), operando na configuração *duo* (com dois cilindros, chamados cilindros de trabalho), no qual os cilindros possuem 133,70 mm de diâmetro e uma velocidade de rotação de aproximadamente 29 rpm. Este laminador encontra-se instalado no Laboratório de Processamento Termomecânico do IME. Para a laminação convencional e cruzada utilizou-se corpos de prova provenientes da condição CR com dimensões aproximadas de 100,0 x 50,0 x 12,5 mm (DL x DT x DN, respectivamente).



FIG. 3.3 Laminador instalado no Laboratório de Processamento Termomecânico do IME.

Para a laminação convencional (condição C) foram realizados um total de 14 passes de

laminação a temperatura ambiente com uma redução na espessura aproximada de 10% a cada passe de laminação. Nesta condição de processamento, a direção de laminação original da chapa não foi alterada, ou seja, durante a laminação não houve rotações das amostras durante os passes.

É importante salientar que a liga de alumínio 7475-T7351 se mostrou problemática durante a realização da laminação, no qual alguns dos problemas encontrados quando foram variados alguns parâmetros de laminação, como por exemplo: maior redução da espessura por passe, tratamentos térmicos não adequados antes da laminação, são reportados em Anexos 2 - Principais Defeitos Obtidos Durante a Laminação de Chapas da Liga 7475-T7351.

A realização da laminação cruzada (condição Z) da amostra CR teve como objetivo eliminar a estrutura de grãos alongados desenvolvida durante a laminação a quente que a condição CR foi submetida durante a sua fabricação. Foram realizados um total de 7 passes de laminação cruzada a temperatura ambiente, com uma redução na espessura aproximada de 10% por passe, até obter-se uma espessura aproximada de 6,2 mm.

No primeiro passe de laminação cruzada, fez-se um ângulo de 90° entre o sentido de laminação original (DL_0) da chapa com a direção de laminação neste passe (DL). No segundo passe, a direção de laminação original (DL_0) e a direção de laminação cruzada (DL) tiveram o mesmo sentido. O terceiro, o quinto e o sétimo passes tiveram a mesma angulação entre DL e DL_0 que o primeiro passe, ou seja, 90° . Já o quarto e o sexto passes, tiveram a mesma direção do que o segundo passe, ou seja, DL_0 e DL foram paralelos. Na FIG. 3.4 é apresentado esquematicamente como foi realizada a laminação cruzada.

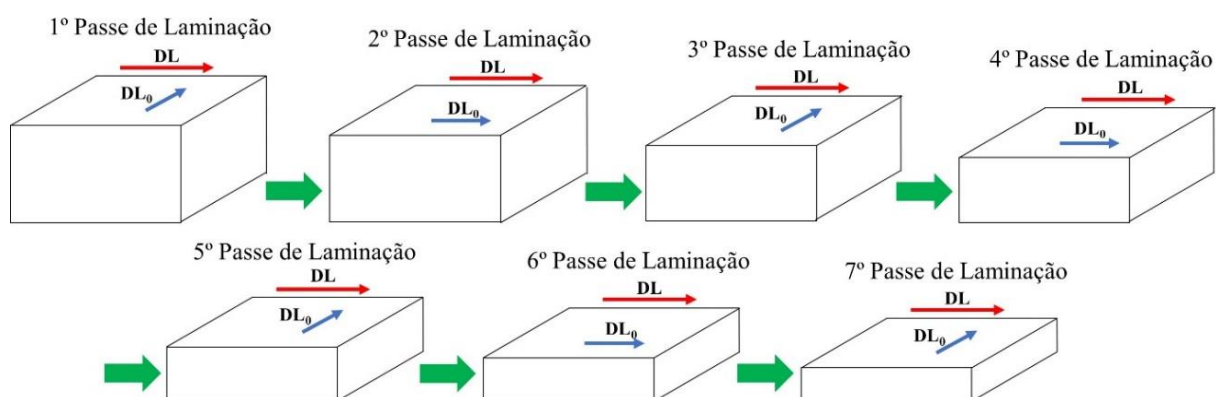


FIG. 3.4 Esquema da laminação cruzada. Na imagem DL representa a direção de laminação no passe e DL₀ a direção da laminação original da chapa laminada a quente.

Após obter-se uma espessura de 6,2 mm através da laminação cruzada, as amostras foram

submetidas a um tratamento térmico de recozimento para recristalização (melhor detalhado no item 2.3 TRATAMENTOS TÉRMICOS DE RECOZIMENTO PARA ALÍVIO DE TENSÃO E RECRISTALIZAÇÃO) e divididas em 2 grupos. No primeiro grupo, as amostras foram processadas via laminação convencional a temperatura ambiente com uma redução de aproximadamente 10% por passe até obter-se uma espessura de aproximadamente 3 mm (condição nomeada de Z5cA).

No segundo grupo, foi realizado o mesmo procedimento do primeiro grupo, porém as amostras foram imersas em um recipiente contendo nitrogênio líquido durante 15 minutos antes de cada passe de laminação (condição nomeada de Z5cR), e após a realização de cada passe de laminação, foram retornadas rapidamente para o recipiente que continha o nitrogênio líquido. Ao todo foram realizados mais 7 passes de laminação convencional após a condição Z5c até se obter uma espessura final de aproximadamente 3 mm.

Com o intuito de melhorar o entendimento de como foi realizado o processamento mecânico neste trabalho, na FIG. 3.5 é apresentado o esquema do processamento mecânico a partir da condição CR.

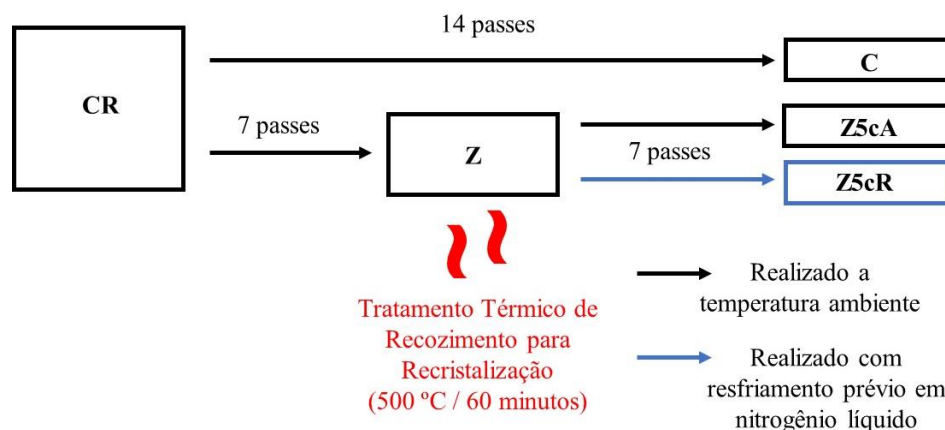


FIG. 3.5 Processamento da amostra CR até a obtenção das chapas com 3 mm de espessuras.

3.2.5 Tratamento Térmico de Recozimento

O tratamento térmico de recozimento foi utilizado em duas etapas distintas. Na primeira etapa, teve como objetivo recristalizar as amostras oriundas da laminação cruzada (condição Z), permitindo que as mesmas apresentassem trabalhabilidade adequada durante a laminação

convencional posterior, principalmente na condição que sofreu resfriamento prévio em nitrogênio líquido antes de cada passe. Nesta etapa, foram realizados tratamentos térmicos de recozimento para recristalização com distintos tempos de encharques (15, 30, 60 e 120 minutos) a 500 °C e tempo fixo de 15 minutos em temperaturas de encharque inferiores (200, 300 e 400 °C). Após o tempo de encharque estabelecido, as amostras foram retiradas do interior do forno e resfriadas ao ar parado.

Na segunda etapa, foi realizado o tratamento térmico de recozimento em amostras laminadas até 3 mm de espessura, tanto para as oriundas da laminação convencional somente quanto laminação cruzada seguinte de convencional (condições C, Z5cA e Z5cR). Para esta etapa, foram realizados os tratamentos térmicos durante um tempo de encharque de 15 minutos nas temperaturas de 200, 300, 400 e 500 °C. Da mesma forma que foi realizado na primeira etapa, após o tempo estabelecido, as amostras foram retiradas do interior do forno e resfriadas ao ar parado.

O tratamento térmico da segunda etapa teve como objetivo, proporcionar uma condição microestrutural distinta ao da amostra apenas laminada (condições C, Z5cA e Z5cR), e desta forma, um comportamento diferente durante o ensaio de tração a temperatura ambiente e a quente.

Para a realização do tratamento térmico de recozimento, foi utilizado um forno de resistência elétrica (fabricante EDG, modelo 3000) instalado no Laboratório de Materiais Cerâmicos do IME. Foram utilizadas amostras com as dimensões de aproximadamente 130 x 100 x 3 mm (comprimento x largura x espessura, respectivamente).

3.2.6 Preparação das Amostras

Para as caracterizações microestruturais, as amostras nas diferentes condições de processamentos foram preparadas de acordo com a exigência de cada técnica de análise segundo os procedimentos a seguir.

3.2.6.1 Preparação das Amostras para Medidas de Dureza Vickers

As amostras foram lixadas em uma lixadeira rotativa manual com lixas de carvão de silício de 220, 320, 500, 800, 1000, 1200 e 2500 mesh. Após a etapa de lixamento as amostras foram lavadas sob água corrente, com álcool e secadas com jato de ar quente. Posteriormente foram polidas mecanicamente com abrasivos de diamantes, na forma de pasta, com granulometrias de 3 μm e 1 μm dispersas em um pano com auxílio de lubrificante para materiais não ferrosos (lubrificante vermelho para preparação metalográfica – fabricante Arotec). O tempo de permanência em cada pasta de diamante foi de aproximadamente 15 minutos, sendo posteriormente lavadas em água corrente e álcool, e secadas com jato de ar quente.

3.2.6.2 Preparação das Amostras para as Análises de DRX, MEV / EDS, MEV / EBSD e Microscopia Óptica

As amostras destinadas as análises de Difração de Raios X (DRX), Microscopia Óptica, análise microestrutural no MEV / EBSD, análises composicionais dos precipitados via MEV / EDS, foram preparadas conforme o procedimento descrito no item anterior. Após o polimento mecânico as amostras foram submetidas ao polimento eletrolítico, utilizando-se uma solução contendo 30% de ácido nítrico (HNO_3 - 65% PA) e 70% de metanol (CH_3OH) em volume, resfriadas a uma temperatura de $-30\text{ }^\circ\text{C}$. Os parâmetros utilizados para o polimento eletrolítico variaram entre 10 e 30 segundos e 10 a 15 volts, os quais dependiam da área da amostra a ser polida e da microestrutura da mesma.

Para registro de imagens da microestrutura obtidas através do detector de elétrons secundários (ETD) / MEV das condições Z e Z5c, as amostras foram preparadas como descrito anteriormente, e atacadas com o reagente KELLER (2,5% de HNO_3 , 1,5% de HCl , 1,0% de HF e 95% de H_2O). As amostras foram imersas em um recipiente contendo a solução durante um tempo de 50 segundos, e após este tempo, foram retiradas, lavadas com água e álcool e secadas com jato de ar quente.

3.2.6.3 Amostras para Microscopia Eletrônica de Transmissão - MET

A preparação das amostras para as análises de Microscopia Eletrônica de Transmissão, seguiram as seguintes etapas:

(i) primeiramente foram extraídas chapas finas (com espessuras entre 600 e 950 μm) correspondentes a seção transversal a direção de laminação das chapas, por meio de uma máquina de corte de precisão (Fabricante Struers instalada no Laboratório de Metalografia do IME) com disco diamantado;

(ii) as chapas finas foram lixadas com lixas de 600 mesh até atingirem uma espessura aproximada de 500 μm ;

(iii) as finas fatias foram lixadas com lixas de 1200 mesh até atingirem uma espessura aproximada de 200 μm ;

(iv) foram extraídos por meio de um punção mecânico (pertencente ao Laboratório de Microscopia Eletrônica do IME), discos de 3 mm de diâmetro. Estes discos foram afinados até uma espessura de aproximadamente 100 μm utilizando-se lixas de 1200 mesh;

(v) para obter uma região fina para análise, foi realizado um polimento eletrolítico até ser realizado um furo em uma região próxima ao centro da amostra/disco com auxílio de um equipamento de polimento eletrolítico por duplo jateamento Struers - TenuPol 5 pertencente ao Laboratório de Microscopia Eletrônica – UFRJ (Universidade Federal do Rio de Janeiro – COPPE) – Rio de Janeiro, RJ. Neste polimento foi usada uma solução de 30% de ácido nítrico (HNO_3 - 65% PA) e 70% de metanol (CH_3OH) a uma temperatura variando entre -12 à -20 $^\circ\text{C}$, com uma voltagem de 12 volts e uma vasão de 25 unid. arb. Após a realização do furo na amostra, as mesmas foram retiradas do TenuPol, e mergulhadas em 6 béqueres que continham álcool isopropílico. O tempo de permanência com leve agitação, em cada béquer foi de aproximadamente 30 segundos, e após este tempo ser atingido, a amostra era retirada e mergulhada no béquer seguinte. Este procedimento foi realizado para retirar qualquer resquício de solução química da amostra após a realização do furo. Após isto as amostras foram secadas com papel toalha e armazenadas em um local apropriado.

3.2.6.4 Análise de Fratura dos Corpos de Provas Tracionados a Quente

Após a fratura dos corpos de provas tracionados a quente, estes foram devidamente armazenados e conduzidos ao corte de uma das partes fraturada do corpo de prova. Estas partes foram cortadas com aproximadamente 20 mm de comprimento, e após o corte foram mergulhados em um béquer contendo acetona, e em seguida foram submetidos à limpeza via ultrassom durante 20 minutos.

A limpeza por ultrassom teve como objetivo remover qualquer tipo de impureza da superfície dos corpos de provas, bem como remover as camadas de óxidos que se formaram após o ensaio de tração a quente.

3.2.7 Caracterização Microestrutural e Mecânica das Amostras

3.2.7.1 Microscopia Óptica (MO)

A análise microestrutural via microscopia óptica (MO) teve como objetivo a visualização em um aspecto macro da microestrutura da condição CR, para identificar possíveis diferenças microestruturais ao longo da espessura da chapa da liga 7475-T7351. Para tal análise, uma amostra da condição CR, foi preparada metalograficamente segundo os procedimentos descritos no item 3.2.4.2. Foi utilizado um microscópio óptico do fabricante *Olympus*, modelo BX53M – acoplado a uma câmera digital (marca Olympus, modelo LC20), controlada pelo *software* de aquisição e análise de imagens LCMicro. Tal microscópio está instalado no Laboratório de Metalografia do IME.

Foram realizadas visualizações e registro de imagens da microestrutura na condição CR em regiões associadas a $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$ e $\frac{3}{4}$ da espessura da chapa, referentes a seção transversal a direção de laminação da chapa. Utilizou-se uma menor ampliação (200x) e maior ampliação (500x).

3.2.7.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Para realizar as caracterizações microestruturais e químicas semi-quantitativa das distintas amostras, foi utilizado o Microscópio Eletrônico de Varredura – MEV (fabricante FEI, modelo Quanta 250 FEG) (FIG. 3.6), que está instalado no Laboratório de Microscopia Eletrônica do IME.



FIG. 3.6 Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) instalado no Laboratório de Microscopia Eletrônica do IME.

Primeiramente foram realizadas visualizações / registro de imagens das condições CR, Z e Z5c em campos associados a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura, utilizando o detector de elétrons secundários (ETD) com ampliações de 1.000x, 5.000x, 10.000x, 30.000x, 50.000x. As análises de composição química elementar através do detector de EDS (fabricante Bruker, modelo XFlash Detector 5030), foram realizadas na amostra CR em regiões referentes a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura, em pontos associados a precipitados e a matriz metálica, no qual utilizou-se uma menor ampliação (1.000x) e uma maior ampliação (30.000x). Tanto no registro de imagens quanto nas análises composicionais realizadas por EDS, foi usado uma tensão de aceleração de 15 kV, *spot size* de 4,5 e distância de trabalho (WD) de 8,0 mm.

As análises de EDS tiveram como objetivo identificar os elementos químicos formadores dos precipitados presentes na condição CR, e em conjunto com a técnica de difração de raios X, identificar os possíveis precipitados.

Com o objetivo de verificar com maior detalhamento o tamanho e formato dos grãos, e distribuição das discordâncias por variações de orientação interna de cada grão - misorientação, a condição CR foi submetida a análises de EBDS (através do detector de EBSD e-flash HR do fabricante Bruker) em campos distintos correspondentes a regiões de $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura, com uma menor ampliação (1.000x) e uma maior ampliação (5.000x). Nestas análises, foram utilizados os seguintes parâmetros: inclinação da amostra de 70°; distância de trabalho (WD)

de 20 mm; inclinação do detector de 10,5°; distância entre o detector e a amostra de 16 mm; tensão de aceleração de 25 kV, *spot size* de 5,5. Após as coletas de dados, os mesmos foram tratados através do programa Esprit 1.9.4.

Para verificar os aspectos da fratura e possivelmente evidências da evolução da microestrutura devido ao ensaio de tração a quente, foram observadas e capturadas imagens da superfície de fratura das condições C, C2, C3, Z5cR, Z5cR2, Z5cR3, Z5cA, Z5cA2 e Z5cA3 tracionadas a quente com uma taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ nas temperaturas de 250 e 350 °C. Para esta análise, foi utilizado uma distância de trabalho (WD) de 24 mm, uma tensão de aceleração de 15 kV e *spot size* de 5,0. Para a captura das imagens foram utilizados os detectores de elétrons secundários (ETD) com as ampliações de 35x, 200x, 1.000x e 4.000x.

Devido à grande quantidade de amostras e parâmetros utilizados no ensaio de tração a quente, foram escolhidas a menor e maior temperatura utilizada no ensaio de tração a quente (250 e 350 °C). Já a escolha da taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, se deve ao fato das amostras tracionadas com esta taxa de deformação, permaneceram um maior tempo sendo expostas as temperaturas do ensaio de tração.

3.2.7.3 Microscopia Eletrônica de Transmissão

As análises via Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) foram realizadas através de um microscópio eletrônico de transmissão do fabricante JEOL, modelo JEM-2010 (FIG. 3.7), o qual está instalado no Laboratório de Microscopia Eletrônica do IME. Para esta análise, foram utilizadas amostras na forma de disco de 3 mm de diâmetro, os quais foram extraídas, independente das condições de processamento, da seção transversal da direção de laminação das chapas. As análises foram realizadas com uma tensão de aceleração de 200 kV, com uma menor ampliação (3.000x) e maior ampliação (10.000x). As amostras para as análises de MET foram preparadas segundo a rota descrita no item Amostras para Microscopia Eletrônica de Transmissão - MET.

Devido o contraste da microestrutura obtido por MET foram capturadas imagens da microestrutura das condições CR, C, C2, C3, Z5cR, Z5cR2, Z5cR3, Z5cA, Z5cA2 e Z5cA3. Todas as análises foram conduzidas em regiões próximas à $\frac{1}{2}$ espessura das amostras.



FIG. 3.7 Microscópio Eletrônico de Transmissão instalado no IME.

3.2.7.4 Difração de Raios X (DRX)

As análises de difração de raios X foram conduzidas em um difratômetro de raios X do fabricante PANalytical, modelo X'PERT PRO MRD, utilizando-se a configuração de foco linha, cujo equipamento está instalado no Laboratório de Difração de Raios X do IME.

Para a inserção dos parâmetros de operação do equipamento, utilizou-se o *software X'Pert Data Collector* versão 2.2j de 2010, cujos parâmetros foram: radiação de Co (com comprimento de onda de 1,789010 Å, filtro de Fe, máscara de 10 mm, *step size* de 0,0394°, tempo por *step* de 50 s e varredura de 30 a 120°, voltagem e corrente do tubo de 40 kV e 45 mA, respectivamente.

Todas as amostras em estudo (CR, Z à Z5d, C à C5a, Z5cR à Z5cR5a, Z5cA à Z5cA5a) foram submetidas as análises de difração de raios X, no plano da chapa em uma posição associada a $\frac{1}{4}$ da espessura, com exceção da condição CR, na qual tal análise também foi conduzida no plano da chapa em uma posição associada a $\frac{1}{2}$ da espessura. A realização da difração de raios X em 2 regiões distintas da amostra CR foi conduzida para verificar se a chapa laminada a quente apresentava alguma diferença significativa ao longo da espessura.

As análises de difração de raios X tiveram como objetivos verificar a evolução da estrutura da matriz de alumínio e modificação da fração volumétrica dos precipitados presentes nas distintas amostras. Para identificar os picos de difração associados à matriz de alumínio e aos precipitados existentes, foram utilizadas as fichas JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) para o Al (00-001-1180), Al₂CuMg (03-065-2501), MgZn₂ (03-065-

3578), MgSi_2 (00-017-0081), $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ (03-065-1685).

3.2.7.5 Dureza Vickers

Para analisar a variação da dureza, e de certa forma acompanhar a evolução do encruamento e a natureza dos grãos (deformado ou recristalizado), ao longo do processamento mecânico e tratamentos térmicos executados, foram realizadas medições em um durômetro Vickers.

Para a análise de dureza foi usado um durômetro (fabricante Instron Wolpert, modelo GMBH) que está instalado no Laboratório de Materiais Metálicos do Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca – CEFET / Maracanã, Rio de Janeiro - RJ. Neste ensaio foram realizadas 10 medições com uma carga teste de 10 kgf (98,07 N), durante um tempo de aplicação da carga de 20 segundos no plano da chapa. Para a amostra CR foram realizadas medições em regiões associadas a $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$ e $\frac{3}{4}$ da espessura, e para as demais amostras em estudo, ou seja, C, C2, C3, C4, C5a, Z, Z2, Z3, Z4, Z5a, Z5b, Z5c, Z5d, Z5cR, Z5c R2, Z5cR3, Z5cR4, Z5cR5a, Z5cA, Z5cA2, Z5cA3, Z5cA4 e Z5cA5a, foram realizadas medições em uma posição associada a $\frac{1}{4}$ da espessura. As amostras foram preparadas metalograficamente segundo os procedimentos descritos no item 3.2.3.1 Preparação das Amostras para Medidas de Dureza .

3.2.7.6 Ensaio Mecânico de Tração Uniaxial

Os ensaios de tração uniaxial tiveram como objetivo averiguar o comportamento mecânico da liga de alumínio 7475-T7351 quando ensaiada a temperatura ambiente e a altas temperaturas. Desta forma, testar a influência dos processamentos mecânicos e tratamentos térmicos no comportamento em tração uniaxial em distintas temperaturas. De acordo com este objetivo, os ensaios de tração foram divididos em dois grupos.

No primeiro grupo, 3 corpos de prova das condições: CR, C, C2, C3, Z5c, Z5cR, Z5cR2, Z5cR3, Z5cA, Z5cA2 e Z5cA3, foram destinadas ao ensaio de tração uniaxial a temperatura

ambiente. Devido diferentes espessuras dos corpos de provas, foram utilizadas duas máquinas universais para ensaios mecânicos com capacidades máximas de carregamento diferentes. Ambas as máquinas são do fabricante EMIC, porém uma máquina possui capacidade máxima de 600 kN (operando com uma célula de carga de 100 kN) e outra com uma capacidade de 20 kN (operando com uma célula de carga de 20 kN), modelos DL60000 e DL2000, respectivamente. Ambas as máquinas estão instaladas no laboratório de Mecânica Aplicada, da Escola de Engenharia Industrial e Metalúrgica de Volta Redonda - EEIMVR, da Universidade Federal Fluminense – UFF, Volta Redonda – RJ. A velocidade de carregamento em todos os ensaios foi de 1,0 mm/min (que corresponde à uma taxa de $5,21 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$). Não foi utilizado extensômetro durante os ensaios.

A padronização dos corpos de provas destinados ao ensaio de tração a temperatura ambiente, seguiram como base a norma ASTM E08-M. Na FIG. 3.8 estão representados os desenhos técnicos dos corpos de prova utilizados para o ensaio de tração a temperatura ambiente das condições: (a) CR (corpo de prova com 7,5 mm de espessura), (b) Z5c (corpo de prova com 6 mm de espessura) e (c) C, C2, C3, Z5cR, Z5cR2, Z5cR3, Z5cA, Z5cA2 e Z5cA3 (corpo de prova com 3 mm de espessura). Na condição CR as faces referentes ao plano da chapa foram desbastadas 2,5 mm em relação a espessura em cada lado, para que o corpo de prova pudesse ser fixado na garra da máquina de tração utilizada.

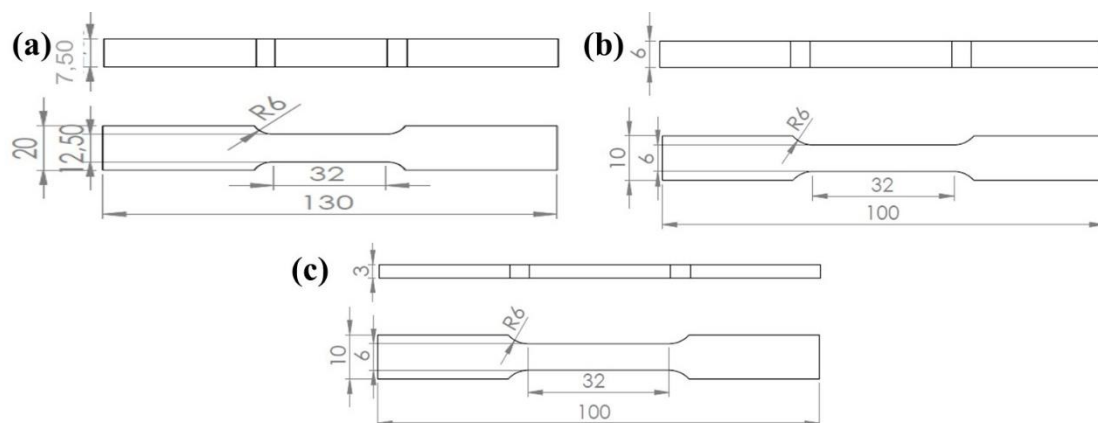


FIG. 3.8 Dimensões dos corpos de provas, unidade em mm, utilizados para o ensaio de tração a temperatura ambiente. (a) condição CR, (b) condições Z5C e (c) condições C, C2, C3, Z5cA, Z5cA2, Z5cA3, Z5cR, Z5cR2 e Z5cR3.

As amostras do segundo grupo, condições CR, C, C2, C3, Z5cA, Z5cA2, Z5cA3, Z5cR, Z5cR2 e Z5cR3, foram tracionadas a quente em um Simulador Termomecânico (Gleeble 3800) instalado no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron, LNLS, Campinas - SP. Para o ensaio em questão, utilizou-se uma célula de carga com capacidade máxima de 5 kN, um vácuo que variou

entre $1,0$ a $8,0 \times 10^{-1}$ Torr na câmara onde as amostras foram tracionadas e um tempo de aquecimento até a temperatura de ensaio de 10 segundos. Após a temperatura de ensaio ter sido alcançada, esperou-se um tempo de 10 segundos antes de iniciar o ensaio para que a temperatura do corpo de prova fosse homogênea. As amostras foram ensaiadas nas velocidades de 0,3 e 0,6 mm / min (que correspondem as taxas de 5×10^{-4} e $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, respectivamente) e com as temperaturas de 250, 300 e 350 °C, totalizando 6 amostras para cada condição analisada. Na FIG. 3.9 (a) e (b) estão apresentadas imagens do Simulador Termomecânico (Gleeble 3800) utilizada para o ensaio de tração a quente, bem como (c) o desenho técnico do corpo de prova utilizado.

Para ter um melhor acabamento superficial das amostras, e melhor fixação dos termopares que foram usados para controlar a temperatura, as amostras foram lixadas com lixas de carvão de silício de 600 mesh, em ambas as faces. Após o lixamento as amostras passaram a ter uma espessura média de 1,85 mm.

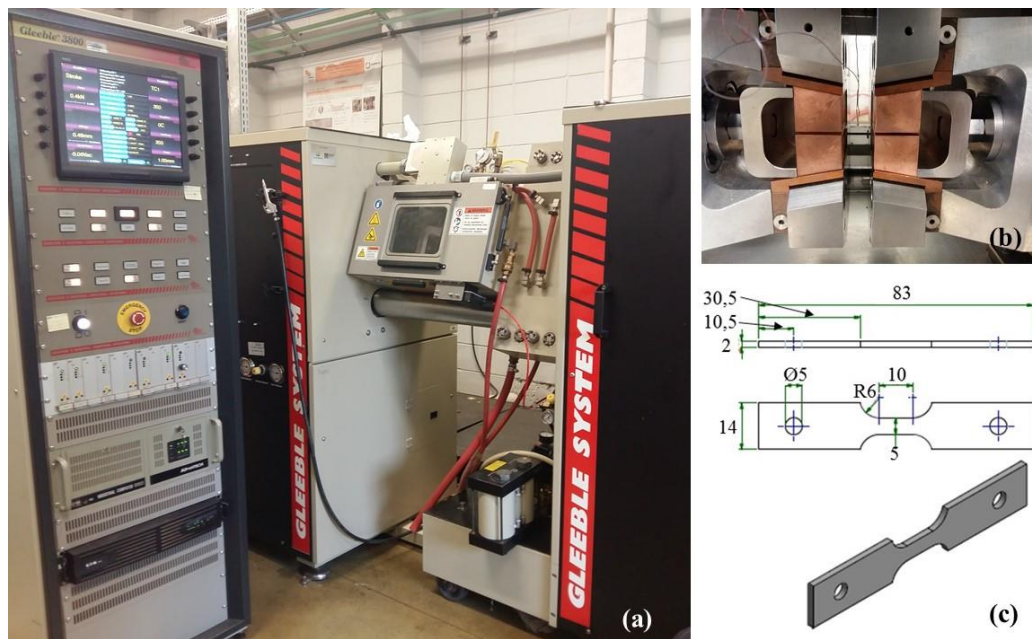


FIG. 3.9 (a) Gleeble 3800 instalada no LNLS, Campinas – SP, (b) câmara contendo as garras de fixação, e (c) desenho técnico dos corpos de prova para tração a quente.

Tanto no ensaio a temperatura ambiente quanto nos ensaios em altas temperaturas, foram marcadas linhas delimitando o comprimento útil do corpo de prova antes de se iniciarem os ensaios, e após a ruptura dos corpos de provas, as duas partes do mesmo corpo de prova foram posicionadas uma próxima a outra de forma que o espaço entre as duas fosse o mínimo possível ou inexistente, para que pudesse ser medido o comprimento final do corpo de prova após a

ruptura.

Com os valores do comprimento inicial e comprimento final dos corpos de provas, foram calculados os valores da deformação plástica dos corpos de provas após a fratura. Embora sejam apresentados na seção de 4 Resultados e Discussão, gráficos de Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia, para fins de comparações, não serão utilizados os valores de deformações obtidos nos gráficos de Tensão (MPa) x Deformação (%), pois como não se foi utilizado o extensômetro para realizar os ensaios, os valores apresentados nos gráficos, somam os valores de deformação não só do corpo de prova, mais também os valores dos componentes das máquinas de tração utilizadas. Também influencia nestes valores obtidos, é que não existe uma mesma posição inicial para todos os corpos de provas, ou seja, antes de se iniciar os ensaios de tração na temperatura ambiente, foram aplicados uma pré-carga, no qual não era a mesma para todos corpos de provas ensaiados, e esta pré-carga variou entre 30 e 200 N para o ensaio.

Já para o ensaio de tração realizado em altas temperaturas, como os corpos de prova possuíam uma área de seção transversal muito pequena, não foram aplicadas pré-cargas antes de se iniciar o ensaio (a aplicação de uma pré-carga poderia provocar a fratura de um corpo de prova antes de se iniciar o ensaio). Adotou-se como metodologia separar os dois cabeçotes da máquina de tração, uma distância tal que o corpo de prova ficasse na eminência de ser tracionado, e então iniciou-se o ensaio.

Além dos valores de deformação plástica obtidos após a ruptura dos corpos de prova, serão apresentados os valores para limite de escoamento e limite de resistência obtidos com base nas curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) para cada condição ensaiada a temperatura ambiente. A liga de alumínio em estudo, como o próprio alumínio puro, não apresenta um limite de escoamento definido, e desta forma, para se calcular o limite de escoamento foi-se traçado uma reta paralela a região elástica da curva e que interceptasse uma deformação de 0,2%. O ponto em que a reta interceptasse a curva Tensão (MPa) x Deformação (%) foi atribuído ao limite de escoamento. O limite de resistência, foi-se obtido através do valor máximo na curva Tensão (MPa) x Deformação (%).

Os percentuais de redução de áreas foram calculados para as amostras que foram tracionadas a quente. Inicialmente foram realizadas as medidas da seção transversal em relação o sentido de tração com o auxílio de um paquímetro. Após a ruptura dos corpos de prova, por meio das imagens de fratura obtidas por MEV, foram calculadas as áreas finais com o auxílio do programa de domínio público ImageJ (desenvolvido por *National Institutes of Health*, versão 1.50i).

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL DE PARTIDA (CONDIÇÃO CR)

Para caracterizar a microestrutura e propriedades mecânicas do material de partida (nomeado de condição CR), foram realizadas análises microestruturais e ensaios mecânicos, as quais são a base para o acompanhamento da evolução do material em confronto com os distintos processamentos termomecânicos adotados neste estudo, que são apresentados nos tópicos posteriores deste capítulo 4.

Primeiramente foi realizada uma análise microestrutural via microscopia óptica (MO) em regiões referentes a $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$ e $\frac{3}{4}$ da espessura de uma amostra na condição CR. A visualização da microestrutura em campos distintos foi conduzida para verificar se a chapa laminada a quente (condição CR) apresentava diferenças microestruturais perceptíveis por esta técnica ao longo da espessura da chapa.

Na FIG. 4.1 são apresentadas as microestruturas da condição CR visualizadas em posições associadas a $\frac{1}{4}$ da espessura ((a) e (b)), $\frac{1}{2}$ espessura ((c) e (d)) e $\frac{3}{4}$ da espessura ((e) e (f)) via microscopia óptica, com um menor aumento ((a), (c) e (e)) e um maior aumento ((b), (d) e (f)). Nas imagens apresentadas, estão presentes dois círculos com os índices “M” e “G”, os quais indicam os dois distintos tamanhos de precipitados grosseiros observados junto a matriz metálica da condição CR visualizados por esta técnica. Como também, um terceiro índice “CG” indica os contornos de grão que foram parcialmente revelados pelo polimento eletrolítico.

Na FIG. 4.1, os precipitados indicados por “G” (precipitados de maior dimensão) apresentam um formato alongados na direção de laminação da chapa, enquanto os precipitados indicados por “M” (precipitados de dimensão intermediária), aparentemente apresentam um formato esferoidal. Tais precipitados grosseiros (precipitados indicados por “G”), são devido ao tratamento térmico T7351 realizado, no qual uma das suas operações é o superenvelhecimento, o qual induz a formação de precipitados grosseiros e estáveis (ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014).

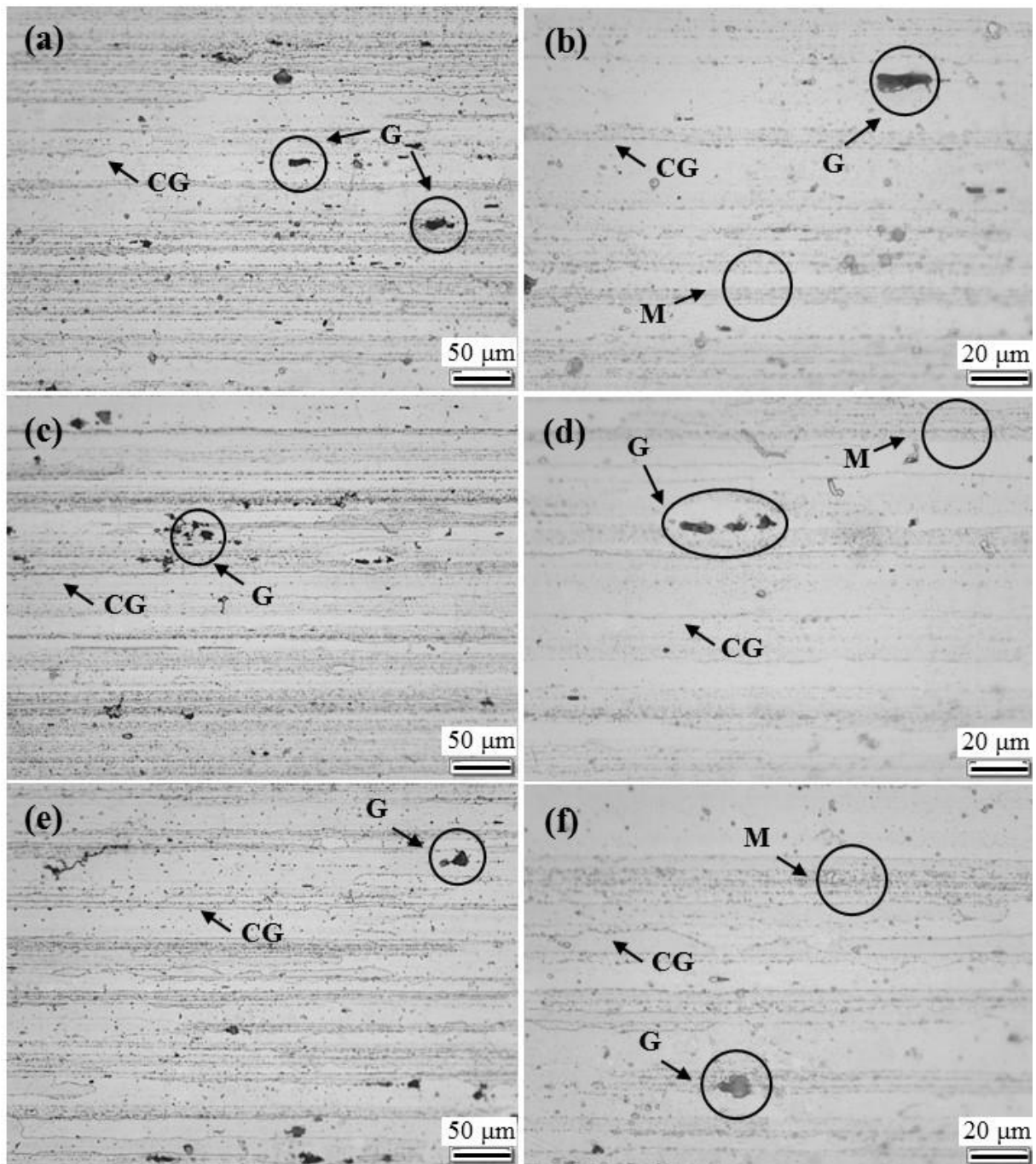


FIG. 4.1 Microestrutura da condição CR visualizada nas regiões a $\frac{1}{4}$ da espessura ((a) e (b)), $\frac{1}{2}$ espessura ((c) e (d)) e $\frac{3}{4}$ da espessura ((e) e (f)), registradas com menor aumento ((a), (c) e (e)) e maior aumento ((b), (d) e (f)).

Conforme apresentado na FIG. 4.1 os precipitados indicados por “G” estão distribuídos aleatoriamente na matriz metálica ao longo da espessura. Ou seja, não estão concentrados em regiões preferenciais quando observados em campos referentes a $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$ e $\frac{3}{4}$ da espessura. Porém, é constatado que os precipitados indicados por “M”, apresentam uma aparente maior fração volumétrica no interior de um determinado grão do que em outro.

O polimento eletrolítico realizado na amostra da condição CR foi suficiente para revelar parcialmente os contornos de grão da amostra CR (representados por “CG” na FIG. 4.1). Em relação a morfologia dos grãos, estes são achatados e estão alongados na direção de laminação da chapa. Conforme apresentado em 2.1.2 A liga de alumínio 7475 e o conjunto de tratamentos térmicos e mecânico T7351, esta morfologia de grãos é característica para a liga de alumínio 7475-T7351, devido a laminação a quente a qual foi submetida.

Como a morfologia dos grãos e distribuição dos precipitados das áreas situadas a $\frac{1}{4}$ da espessura e a $\frac{3}{4}$ da espessura, não apresentaram diferenças significativas entre si, as análises morfológicas e composicionais através da microscopia eletrônica de varredura (MEV) / *Electron Backscatter Diffraction* - Difração por Elétrons Retroespalhados (EBSD) / *X-Ray Energy Dispersive Detector* - Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X (EDS), apresentadas a seguir, foram conduzidas apenas em regiões associadas a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura da condição CR.

Devido à baixa resolução e limite de aumento obtido pela técnica de MO, esta técnica não será mais utilizada para a caracterização das distintas condições em estudo. Pois uma caracterização mais detalhada e precisa, quanto a distribuição e formato dos precipitados, foram realizadas através do MEV e MET. Além disso, podem ser realizadas análises de composição química de pontos específicos, como por exemplo de precipitados que estão dispersos na matriz metálica através da sonda EDS acoplada ao MEV.

Nas FIG. 4.2 e FIG. 4.3 são apresentadas microestruturas da condição CR visualizadas por MEV, em regiões associadas a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura com diferentes aumentos. Nas figuras, os índices “G” indicam os precipitados de maiores dimensões, “M” os precipitados de tamanho intermediário, “P” precipitados de menores dimensões, “F” grãos que apresentam uma espessura menor, “L” grãos com uma espessura maior, “GA” grãos alongados, “GR” grãos recristalizados e “S” indicam cavidades presente na matriz metálica.

Nas imagens com menor aumento (FIG. 4.2 (a) e (c)), pode-se observar um aspecto geral da microestrutura da condição CR visualizada em regiões associadas a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura. Ao comparar as imagens obtidas por MEV com as imagens obtidas por MO (FIG. 4.1 (b) e (d), com aumentos semelhantes), observa-se os mesmos pontos, ou seja, precipitados com dimensões maiores e intermediários, e grãos grosseiros alongados na direção de laminação. Porém, devido a melhor resolução do MEV, é possível observar outros detalhes que estão presentes na microestrutura, os quais não são possíveis de serem observadas nas imagens obtidas por MO.

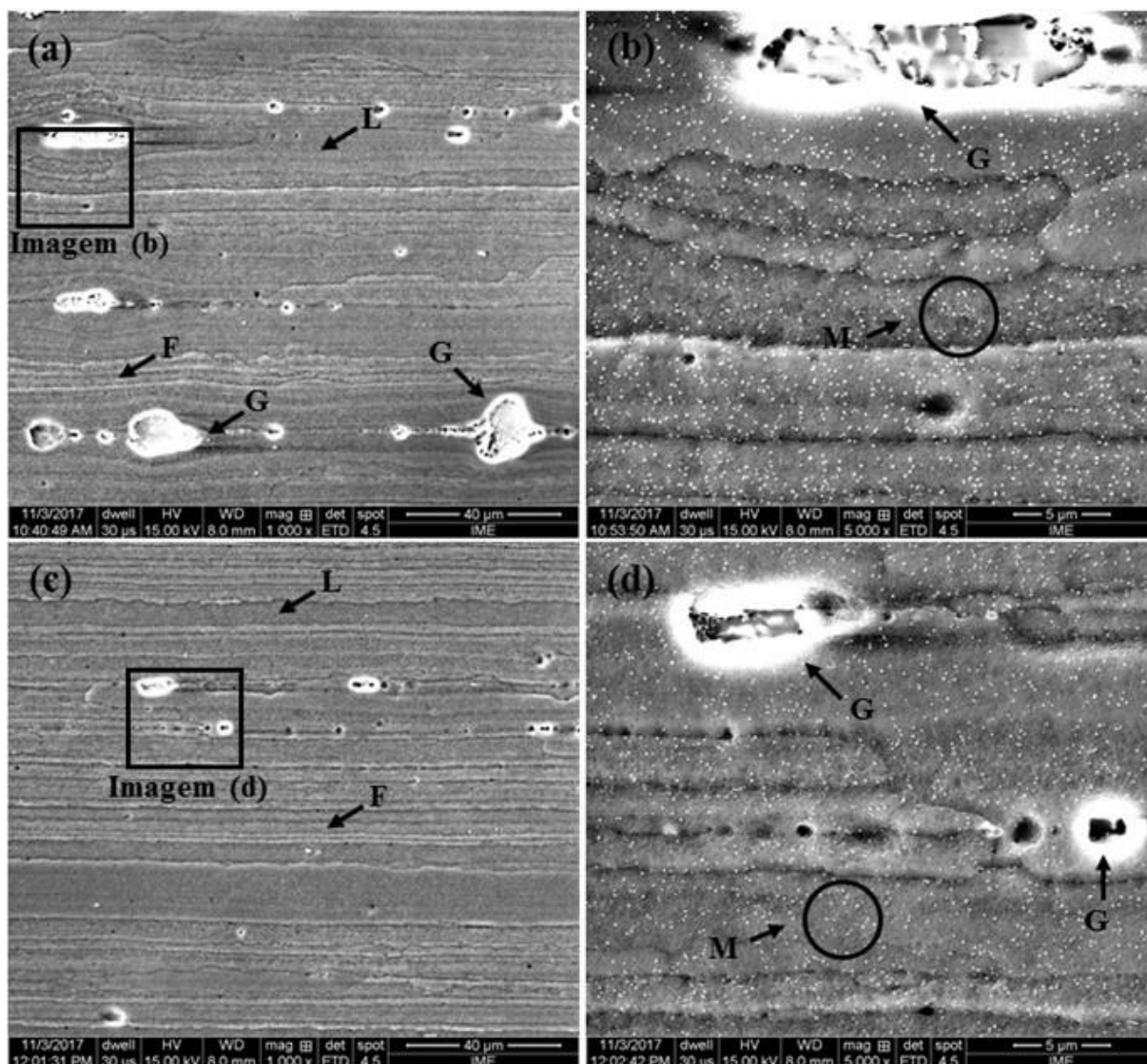


FIG. 4.2 Microestrutura da condição CR visualizada através do MEV a $\frac{1}{4}$ da espessura ((a) e (b)) e a $\frac{1}{2}$ espessura ((c) e (d)), registradas com um menor ((a) e (c)) e maior aumento ((b) e (d)).

Assim como visualizado na análise por MO, também é evidenciado precipitados com tamanhos distintos nas imagens com baixo aumento obtidas por MEV. Os precipitados de maiores dimensões indicados por “G” ao serem observados no MEV, apresentam uma coloração “esbranquiçada” a sua volta, cujo comportamento é característico de partículas que não são condutoras, as quais sofrem carregamento de elétrons durante a obtenção da imagem por MEV (GOLDSTEIN *et al.*, 2003).

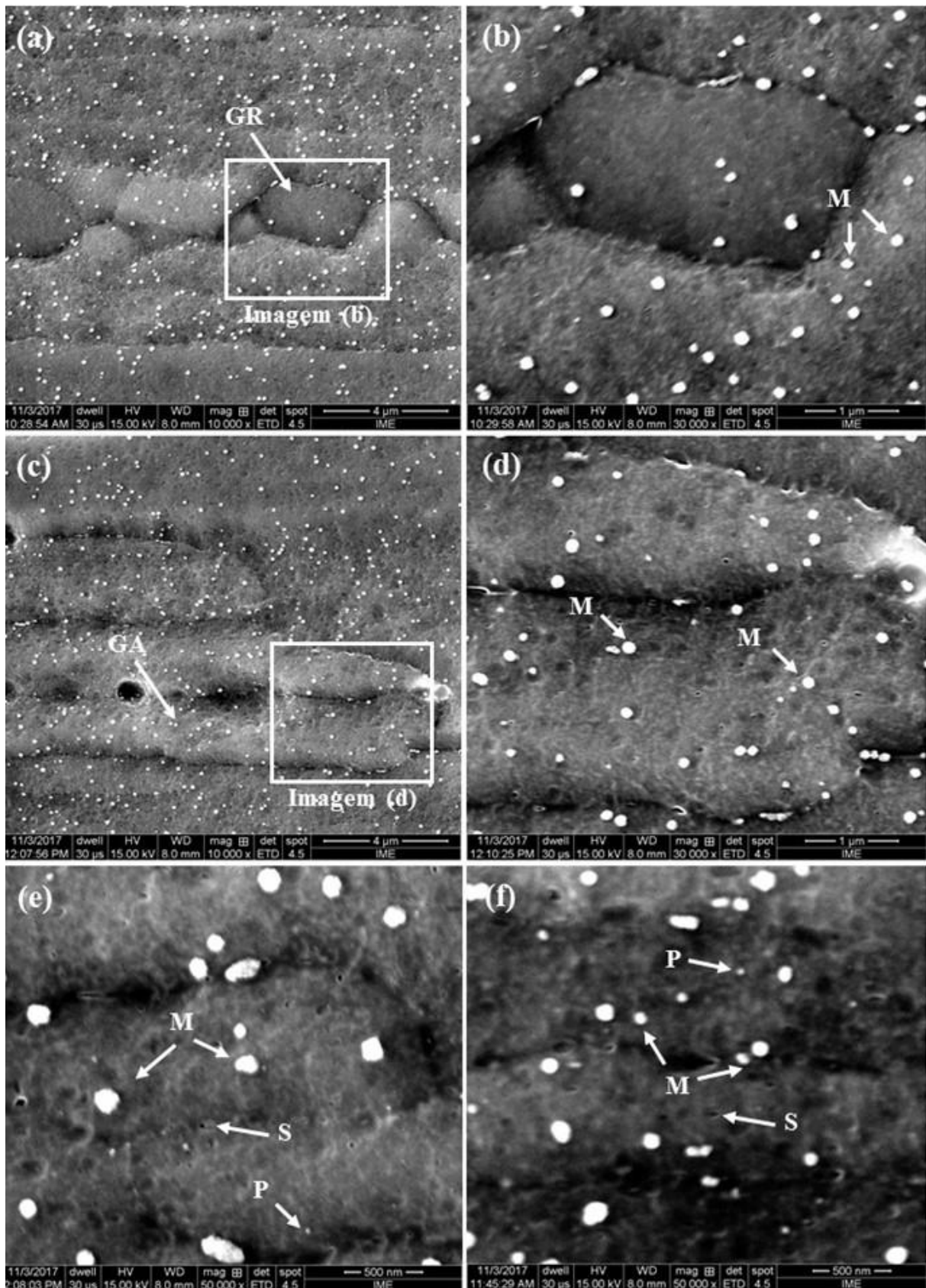


FIG. 4.3 Microestrutura da condição CR visualizada através do MEV a $\frac{1}{4}$ da espessura ((a), (b) e (e)) e a $\frac{1}{2}$ espessura ((c), (d) e (f)) registradas com um menor aumento ((a) e (c)), aumento intermediário ((b) e (d)) e maior aumento ((e) e (f)).

De acordo com a microestrutura da condição CR obtida por MO, houve indícios que esta condição apresentasse uma distribuição de precipitados indicados por “M”, de forma diferenciada ao longo da espessura da chapa. Onde certos grãos apresentam uma fração volumétrica de precipitados maior do que outros grãos, e tal fração volumétrica, a princípio modificava a coloração de certos grãos, levando-os a ter uma coloração mais escura.

Com base na FIG. 4.2 (b) e (d), os precipitados indicados por “M”, estão distribuídos aleatoriamente no interior dos grãos, e sendo assim, não apresentam maior fração volumétrica em um determinado grão do que em outro grão.

Outro fato que também é melhor evidenciado através das microestruturas obtidas por MEV, é que as colorações mais escuras que alguns grãos apresentaram quando visualizados por MO, é devido a uma concentração de grãos com um menor tamanho (indicados nas imagens obtidas por MEV por “F”).

Por meio da FIG. 4.2 (a) e (c) observa-se também grãos mais espessos, no qual estão indicados por “L”, e tal fato indica uma certa heterogeneidade em relação ao aspecto dos grãos presentes na condição CR. Este fato, possivelmente influenciará o comportamento de amostras da condição CR durante a laminação e posteriormente quando estas forem submetidas aos tratamentos térmicos de recozimento.

Durante a deformação plástica, por exemplo a laminação de um metal, este possuindo grãos com diferentes dimensões, porém alinhados, apresentam um potencial diferente de encruamento, ou seja, quanto menor o tamanho do grão maior o potencial para o encruamento (PADILHA, 2000). Desta forma, um metal possuindo grãos com níveis diferentes de encruamento, apresentará um potencial para recristalização em um determinado grão maior do que em outros, durante o tratamento térmico de recozimento.

Com base nas imagens da FIG. 4.3 (b) e (d), em comparação as imagens da FIG. 4.2, também é evidente uma grande fração volumétrica de precipitados identificados por “M”, cujo formato é aparentemente esférico, e estão distribuídos aleatoriamente ao longo de toda matriz metálica da condição CR, independente da região de visualização, seja ela a $\frac{1}{4}$ ou $\frac{1}{2}$ espessura.

Na FIG. 4.3 (a) e (b), são observados grãos recristalizados (indicado por “GR”) com um comprimento na direção de laminação de aproximadamente 3 μm . Segundo o que é reportado na literatura (ROMETSCH, ZHANG E KNIGHT, 2014), mesmo apresentando grãos grosseiros alongados na direção de laminação, é comum observar alguns poucos grãos recristalizados em ligas de alumínio da série 7XXX submetidas ao tratamento térmico T7351.

Devido a resolução e a capacidade de aumento do MEV em relação ao MO, foi possível

separar os precipitados da matriz da condição CR, em 3 grupos de tamanhos distintos e não de apenas 2 tamanhos distintos de precipitados como visualizados por MO. Na FIG. 4.3 (e) e (f), observa-se a presença de precipitados menores do que os precipitados indicados por “M”, os quais foram indicados por “P”. Com este mesmo aumento, observa-se pequenas regiões escuras indicadas por “S”, com características de cavidades com o desprendimento dos precipitados indicados por “M” e “P” durante o polimento eletrolítico da amostra.

Uma melhor caracterização e visualização dos precipitados existentes na matriz da condição CR, podem ser realizadas através do MET, devido o contraste e resolução que tal técnica traz. Na FIG. 4.4 são apresentadas imagens da microestrutura da condição CR visualizadas por MET em duas regiões distintas com aumentos diferentes. Nas figuras, os índices “P” indicam precipitados de menor dimensão, “GA” grãos alongados, “CG” contorno de grão e “S” indicam cavidades provocadas pelo desprendimento de precipitados, ou nanofuros presente na matriz metálica devido ao polimento eletrolítico.

Na FIG. 4.4 (a) e (b) observa-se grãos alongados, os quais estão orientados na direção de laminação. Da mesma forma como foi observado nas imagens obtidas por MEV, na figura FIG. 4.4 observa-se regiões de coloração branca, as quais estão indicadas por “S”, e tal coloração se deve a cavidades existentes na região observada. As cavidades observadas nas imagens obtidas por MET, também podem ser justificadas pelo desprendimento de precipitados devido a preparação das amostras de MET, e por estas apresentarem uma espessura muito fina, este fato ocorre com uma maior frequência.

Conforme pode ser observado na FIG. 4.4, em especial as imagens com um aumento intermediário e maior, as informações trazidas através das imagens obtidas por MET são diferentes das obtidas por MEV (apresentadas nas FIG. 4.2 e FIG. 4.3). Pode-se observar com maiores detalhes o formato dos precipitados indicados por “P”, no qual nas imagens por MEV o formato tendia para esferoidal devido o carregamento de elétrons. Já nas microestruturas obtidas por MET, devido à ausência de carregamento, é observado um formato dos precipitados em forma de bastonetes.

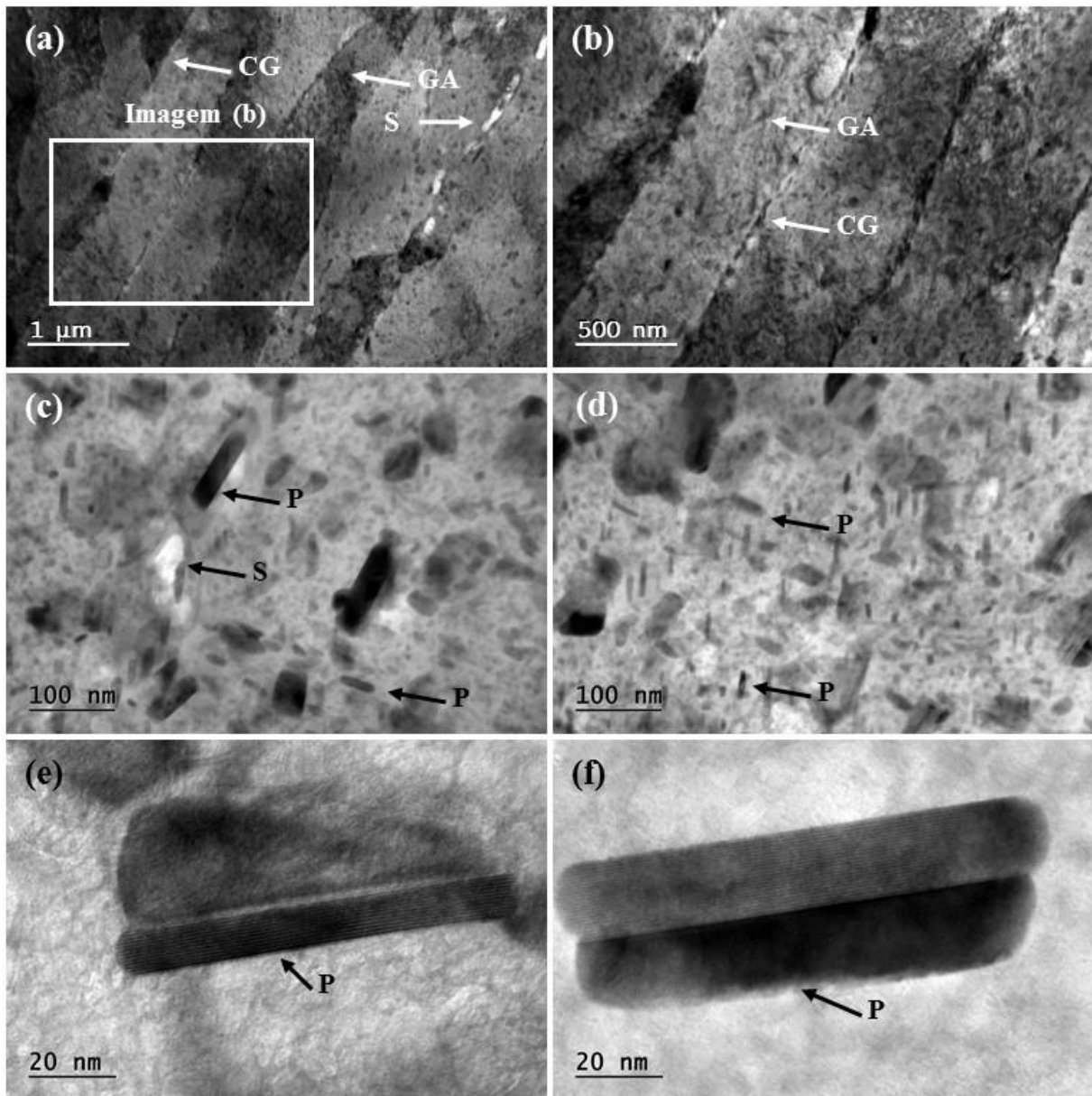


FIG. 4.4 Imagens de duas regiões distintas da microestrutura da condição CR obtida por MET, com um (a) e (b) menor aumento, (c) e (d) aumento intermediário e (e) e (f) maior aumento.

Os precipitados com forma de bastonetes apresentam um comprimento que varia entre 20 e 200 nm. Porém este tamanho aparente pode ser resultado da influência da posição em que os precipitados se encontram ao longo da espessura da amostra.

Nas FIG. 4.5 a FIG. 4.8 são apresentados os resultados das varreduras de EBSD da condição CR. As FIG. 4.5 e FIG. 4.6 apresentam as varreduras realizadas com um menor aumento, em campos referentes a uma posição localizada a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura, respectivamente. Por outro lado, nas FIG. 4.7 e FIG. 4.8 são apresentadas as varreduras realizadas com um maior aumento, em campos referentes a uma posição localizada a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura, respectivamente.

Nas figuras são apresentados os: (a) padrão de qualidade, (b) mapas da distribuição dos grãos (levando em consideração uma desorientação maior do que 15°) e (c) mapas da distribuição da desorientação interna dos grãos.

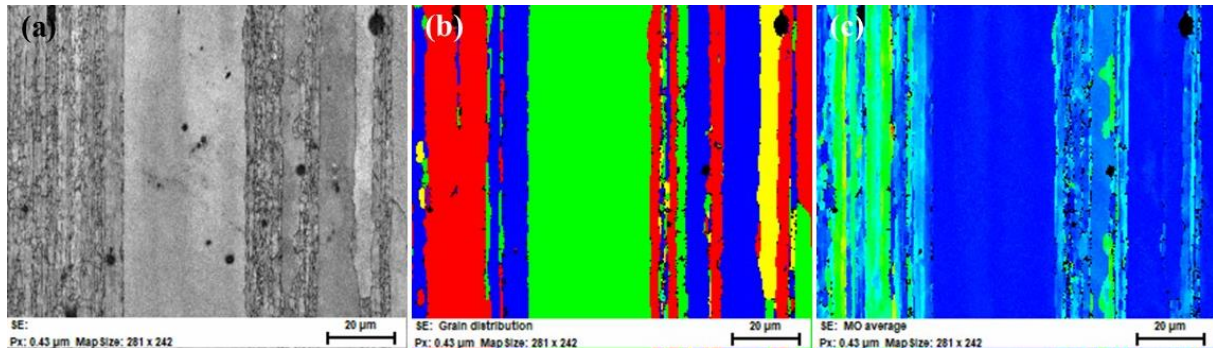


FIG. 4.5 Varredura de EBSD em uma posição associada a $\frac{1}{4}$ da espessura com um menor aumento. (a) Padrão de qualidade, (b) mapa da distribuição dos grãos e (c) mapa da desorientação interna dos grãos.

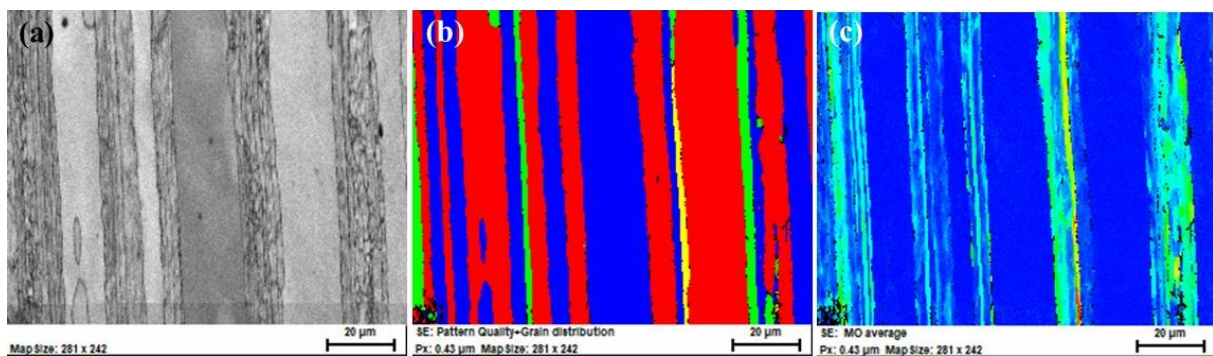


FIG. 4.6 Varredura de EBSD em uma posição associada a $\frac{1}{2}$ espessura com um menor aumento. (a) Padrão de qualidade, (b) mapa da distribuição dos grãos e (c) mapa da distribuição da desorientação.

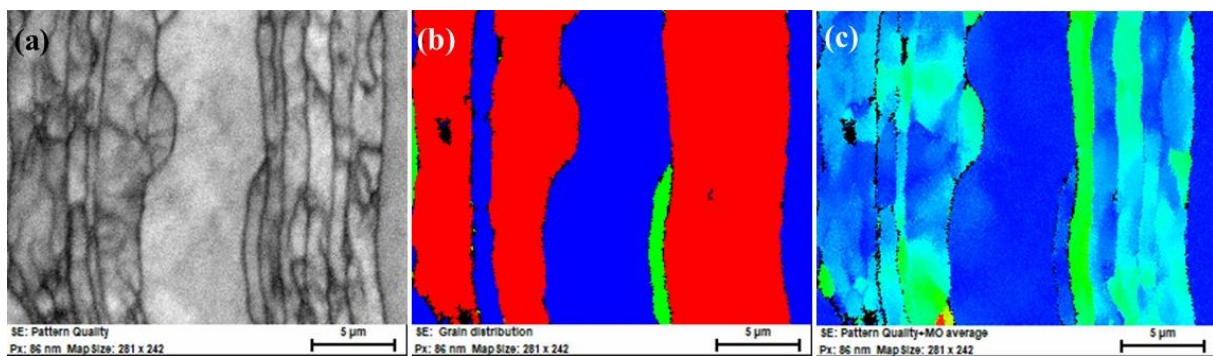


FIG. 4.7 Varredura de EBSD em uma posição associada a $\frac{1}{4}$ da espessura com um maior aumento. (a) Padrão de qualidade, (b) mapa da distribuição dos grãos e (c) mapa da desorientação interna dos grãos.

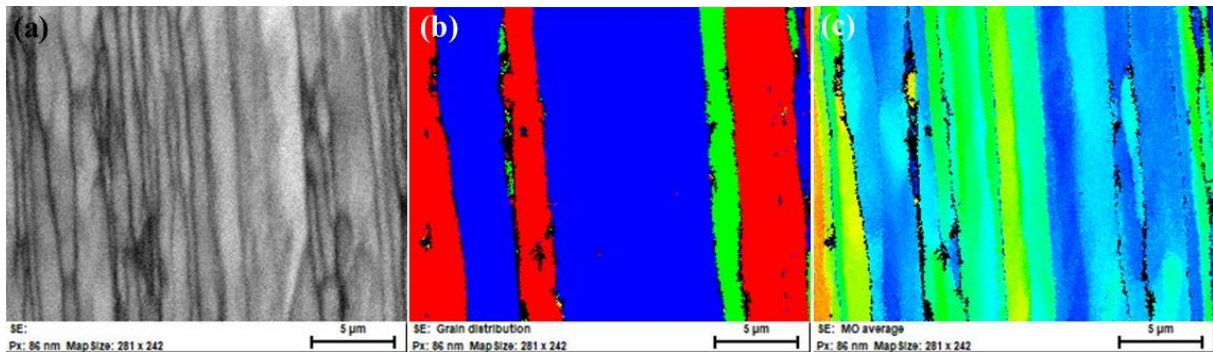


FIG. 4.8 Varredura de EBSD em uma posição associada a $\frac{1}{2}$ espessura com um maior aumento. (a) Padrão de qualidade, (b) mapa da distribuição dos grãos e (c) mapa da desorientação interna dos grãos.

Com base nos resultados das varreduras de EBSD obtidas com menor aumento (FIG. 4.5 e FIG. 4.6) e maior aumento (FIG. 4.7 e FIG. 4.8), quando comparados os resultados dos (a) padrão de qualidade com os resultados do (b) mapa da distribuição dos grãos, observa-se que em ambas as imagens, a microestrutura é constituída de grãos grosseiros e alongados na direção de laminação.

Porém, de acordo com o (a) padrão de qualidade, os grãos mais estreitos, são compostos por pequenas subdivisões no interior destes, dando indícios de um conjunto de grãos com um pequeno tamanho. Contudo, ao comparar estas imagens com a imagem apresentada em (b) mapa de distribuição de grãos (levando em consideração uma desorientação mínima superior a 15°), o resultado é diferente, onde observa-se apenas grãos grosseiros.

Confrontando os gráficos apresentados nas FIG. 4.5, FIG. 4.6, FIG. 4.7 e FIG. 4.8 (a) e (b) com os gráficos apresentados em (c), observa-se que os grãos finos com subdivisões em seus interiores, são pequenas desorientações internas, os quais são descritas como contornos de baixo ângulo ou subgrãos (PADILHA, 2000). A coloração azul neste tipo de mapa representa a ausência de desvio de orientação, tons cyan, verde, amarelo ao vermelho, representam incremento gradativo do nível de desvio de orientação no interior de um grão.

Nas imagens obtidas pelo detector de ETD são observados poucos grãos recristalizados distribuídos ao longo dos contornos dos grãos grosseiros, cujo comportamento corrobora com o apresentado por ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT (2014).

Devido a uma alta EFE das ligas de alumínio, esta favorece a recuperação quando aquecidas, no entanto, devido a uma baixa deformação realizada durante a laminação a quente, esta não introduz energia suficiente para ocorrer a recristalização da liga. Somado a isso, a liga 7475-T7351 apresenta uma grande fração volumétrica de precipitados, os quais impedem o crescimento dos grãos recristalizados nos contornos de grão, para o interior dos grãos.

Outro fato também observado segundo as análises de EBSD, o qual é mais facilmente observado na FIG. 4.7 (b) é que alguns grãos apresentam contornos não retilíneos. Este comportamento pode ser explicado pela interação dos contornos de grão com os precipitados existentes na matriz metálica durante a laminação a quente e nas etapas posteriores ao conjunto de tratamentos térmicos e mecânico T7351. Esta interação promove o ancoramento dos contornos e dificulta a migração dos mesmos durante alguma etapa anterior de processamento do material em que tenha ocorrido a recristalização, ou seja, migração de contornos de alto ângulo (SOUZA e PADILHA, 2017).

Além dos mapas apresentados anteriormente, o *software* Esprit 1.9 também gera o tamanho médio dos grãos, porém conforme pode ser observado nas FIG. 4.5, FIG. 4.6, FIG. 4.7 e FIG. 4.8 a condição CR tem uma microestrutura muito heterogênea em relação ao tamanho do grão. Ou seja, apresentam grãos muito grosseiros que estão alongados na direção de laminação, e outros grãos recristalizados que possuem um tamanho médio muito menor do que os grãos grosseiros. Desta forma, uma média do tamanho de grão da condição CR não representaria a realidade da condição em questão.

Para comparar a composição química dos precipitados com maiores dimensões (precipitados indicados por “G” na FIG. 4.2) com os precipitados de dimensões intermediárias (precipitados indicados por “M” na FIG. 4.3), nas FIG. 4.9 e FIG. 4.10 são apresentadas as microestruturas da condição CR visualizadas a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura da amostra, respectivamente, com indicações das regiões onde foram realizadas análises de composições químicas através da sonda EDS.

Nas FIG. 4.9 (a) e FIG. 4.10 (a), imagens com uma menor ampliação, os pontos 1 e 2, indicam os precipitados de maiores dimensões em que foram realizadas as análises de composição química, e o ponto 3, para fins de comparações, indica a região da matriz que foi realizada a análise de composição química elementar. Nas FIG. 4.9 (c) e FIG. 4.10 (c), estão apresentadas imagens obtidas com maior aumento, onde são indicados os precipitados de dimensões intermediárias (pontos 1, 2 e 3) e a matriz metálica (ponto 4) em que foram realizadas as análises de composição química elementar via sonda EDS.

Nas TAB. 4.1 e TAB. 4.2, estão apresentados os resultados da composição química (% em peso) obtida pela sonda EDS, dos pontos associados aos precipitados de maiores dimensões, dimensões intermediárias e matriz metálica da condição CR, os quais estão indicados nas FIG. 4.9 e FIG. 4.10, respectivamente.

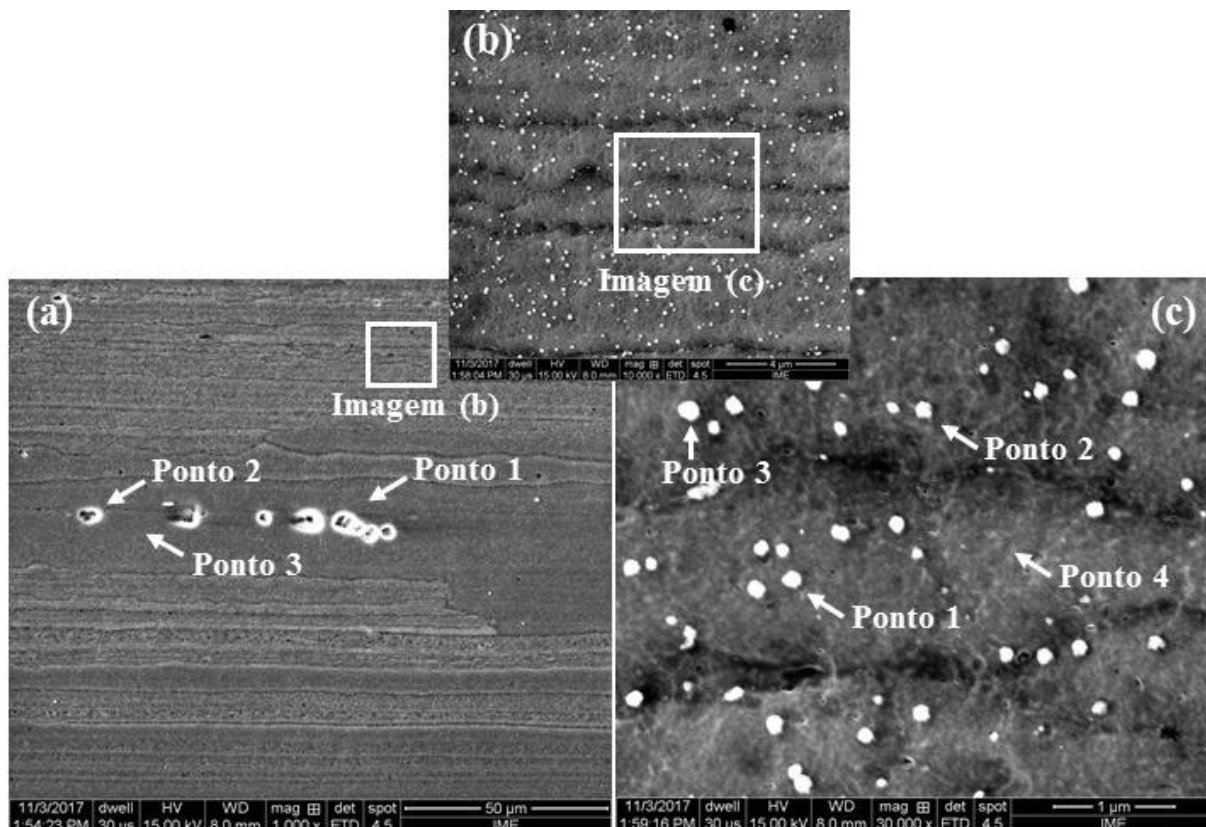


FIG. 4.9 Imagens da microestrutura da condição CR localizadas a $\frac{1}{4}$ da espessura, obtida por MEV com (a) menor aumento, (b) aumento intermediário e (c) maior aumento.

TAB. 4.1 Composição química obtida pela sonda EDS em uma região a $\frac{1}{4}$ da espessura na condição CR, conforme indicações na FIG. 4.9. Valores em % em massa.

Menor Aumento					
Elementos / Pontos	Mg	Al	Fe	Cu	Zn
Ponto 1	0,22	39,23	43,73	16,82	-
Ponto 2	1,89	83,89	-	3,69	10,53
Ponto 3	2,36	89,88	-	-	7,76
Maior Aumento					
Elementos / Pontos	Mg	Al	Fe	Cu	Zn
Ponto 1	1,31	83,43	-	9,19	6,07
Ponto 2	1,16	81,95	-	11,32	5,56
Ponto 3	1,25	73,72	-	19,28	5,75
Ponto 4	2,21	89,25	-	-	8,54

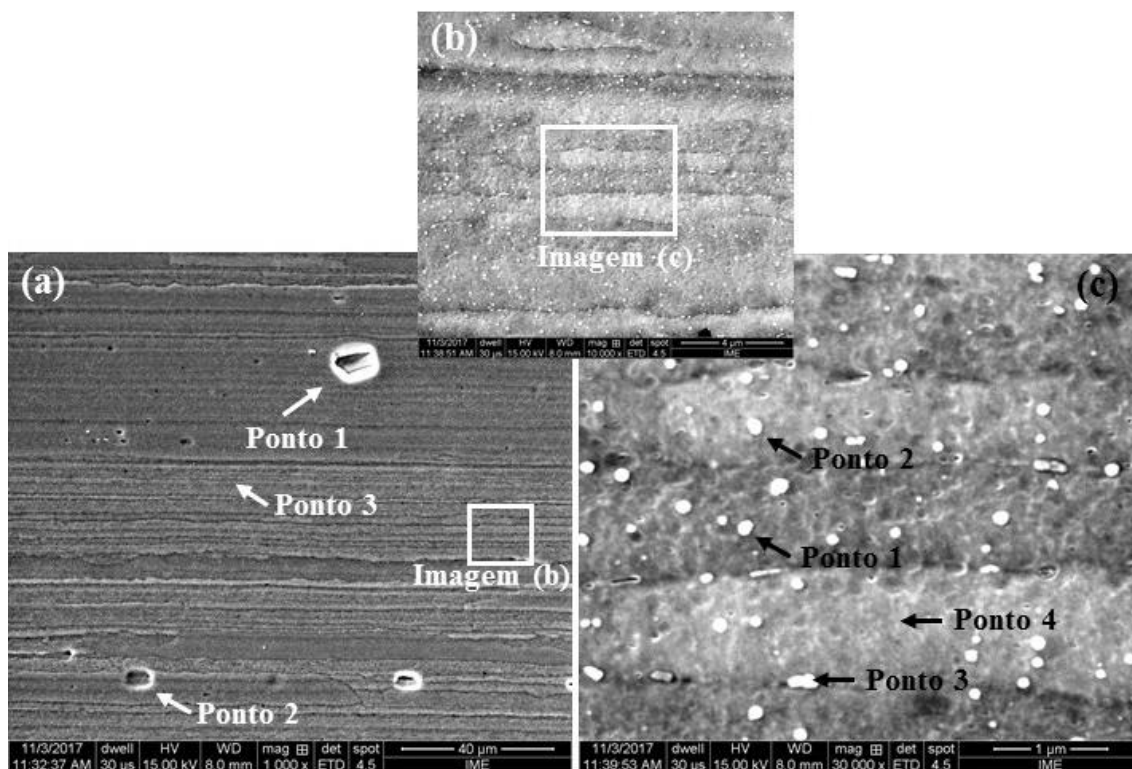


FIG. 4.10 Imagens da microestrutura da condição CR localizadas a $\frac{1}{2}$ da espessura, obtida por MEV com (a) menor aumento, (b) aumento intermediário e (c) maior aumento.

TAB. 4.2 Composição química obtida pela sonda EDS em uma região a $\frac{1}{2}$ da espessura na condição CR, conforme indicações na FIG. 4.10. Valores em % em massa.

Menor Aumento					
Elementos / Pontos	Mg	Al	Fe	Cu	Zn
Ponto 1	1,16	77,92	-	-	20,92
Ponto 2	2,25	86,57	-	-	11,18
Ponto 3	2,22	88,78	-	-	9,00
Maior Aumento					
Elementos / Pontos	Mg	Al	Fe	Cu	Zn
Ponto 1	2,34	75,83	-	13,42	8,41
Ponto 2	2,07	70,57	-	20,08	7,27
Ponto 3	2,00	74,94	-	16,59	6,48
Ponto 4	2,19	87,94	-	-	9,87

Nas análises de composições químicas da matriz da amostra (pontos indicados por 3 nas imagens com menor aumento (a) e os pontos indicados por 4 nas imagens com maior aumento (c)), observou-se um alto percentual em massa para o alumínio, que variou de aproximadamente 85 a 90%. Como era esperado, estes altos percentuais de alumínio (indicado como Al nas tabelas), se deve a análise ter sido realizada na matriz de alumínio, e estes valores são superiores

aos valores obtidos para os pontos associados aos precipitados, os quais variaram entre aproximadamente 39 a 84%.

O alto teor de alumínio nos precipitados, pode ser explicado devido à dois motivos. Primeiramente, o alumínio pode ser um dos elementos formadores dos precipitados analisados em combinação com outros elementos. O segundo motivo, deve-se a contribuição da matriz que circunda o precipitado, ou seja, devido ao volume de interação do feixe de elétrons com a subsuperfície da amostra, é possível ter contribuição da matriz ao redor, ou até mesmo de outros precipitados próximos.

Tendo em vista que todas as análises de EDS foram realizadas com as mesmas condições de ampliação, tensão de aceleração, *spot size* e distância de trabalho (WD), gerou-se aproximadamente o mesmo volume de interação dos elétrons do feixe na superfície e subsuperfície da amostra nos pontos de análise. Desta forma, a contribuição da matriz de alumínio é a mesma para todos os pontos.

O elemento químico zinco é evidenciado em quase todas as análises de composições químicas via EDS. Sua detecção pode ser por dois motivos ou pela combinação de ambos. O primeiro motivo se deve a alta solubilidade apresentada pelo Zn na matriz de alumínio a temperatura ambiente, que de acordo com o diagrama de fases Al-Zn, a solubilidade do zinco no alumínio é entre 1 e 2% (ASM HANDBOOK, 1992).

O segundo motivo da evidenciação do Zn em análises de EDS, deve-se por este estar em combinação com outros elementos na forma de precipitados. Dentre os elementos evidenciados pela sonda EDS, o magnésio não apresentou uma variação significativa do seu percentual em peso, quando a análise foi realizada na matriz (sendo aproximadamente 2%) ou em pontos associados aos precipitados (variando aproximadamente de 0 a 2%).

Devido à baixa solubilidade do Mg na matriz de Al, que segundo o diagrama de fases Al-Mg, é entre 0 e 1% a temperatura de 100 °C (ASM HANDBOOK, 1992; HUANGA *et al*, 2018), é esperado que este apresente uma solubilidade mais próxima a zero, na temperatura ambiente. Sua identificação está possivelmente associada ao fato de ser um dos elementos formadores de precipitados, tendo uma pequena contribuição da matriz.

Em relação ao cobre, este foi evidenciado com uma maior frequência nos precipitados de dimensões intermediárias, nos quais a porcentagem em peso deste elemento variou de aproximadamente 9 a 19%. Da mesma forma que o Mg, segundo relatos da literatura (ASM HANDBOOK, 1992), o Cu tem uma solubilidade de aproximadamente 0,5% na matriz de Al, a uma temperatura de 300 °C. Consequentemente, a identificação do Cu se deve em sua maior

parte ao fato de ser um dos elementos formadores de precipitados.

O elemento químico ferro, assim como o silício (Si), aparecem como impurezas no alumínio, os quais estão preferencialmente presentes nos precipitados, devido uma baixa solubilidade ou inexistência de solubilidade na matriz de alumínio (ASM HANDBOOK, 1992).

Devido à grande quantidade de precipitados com diferentes entre os elementos Al-Si-Fe-Zn-Mg-Cu (TOTTEN e MACKENZIE, 2003; ASM HANDBOOK, 2004; BRAGA, 2011; ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014; LIAO *et al.*, 2015; SOUZA e PADILHA, 2017; HUANGA *et al.*, 2018; ZHANG, CHEN e HU, 2018), estes foram utilizados para inferir possíveis precipitados analisados pela sonda EDS, e análises de difração de raios X (DRX) apresentadas a seguir, que apareceram com uma maior frequência na literatura nas ligas de alumínio da série 7XXX, os quais são: $MgZn_2$, Al_7Cu_2Fe , Al_2CuMg , Mg_2Si .

Desta forma, de acordo com as análises de EDS realizadas com maior aumento em regiões associadas a $\frac{1}{4}$ da espessura (FIG. 4.9 (a) e TAB. 4.1), obteve-se no ponto 1, altas porcentagens de Cu e Fe. Assim como foi evidenciado em uma liga 7075 (SOUZA e PADILHA, 2017), tais elementos químicos observados pela análise de EDS, trazem indicativos de que o ponto analisado possa ser a partícula constituinte de fórmula química Al_7Cu_2Fe .

Já para o ponto 2, é evidenciado a presença dos elementos químicos Mg, Al, Cu e Zn, cujo ponto analisado é possivelmente a partícula constituinte Al_2CuMg (SOUZA e PADILHA, 2017; ZHANG, CHEN e HU, 2018), tendo no espectro obtido na análise de EDS, uma contribuição significativa de Al e Zn oriundos da matriz. Embora não seja frequente encontrar na literatura, a citação para um precipitado formado entre os elementos Mg, Al, Cu e Zn, ZHANG, CHEN e HU (2018) em seu trabalho citaram o precipitado $AlCuMgZn$, como possível para ligas da série 7XXX.

Ao realizar as análises de EDS em regiões associadas a $\frac{1}{2}$ espessura, com um maior aumento (FIG. 4.10 (a) e TAB. 4.2), foi evidenciado tanto para o ponto 1 quanto para o ponto 2, a presença dos elementos Al, Zn e Mg. Os elementos químicos Mg e Zn, conforme apresentado anteriormente, só aparecem como elementos formadores do dispersóide $MgZn_2$. Tal dispersóide é apresentado na literatura (ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014), tendo um tamanho médio menor do que $1 \mu m$, o que o torna impossível de ser evidenciado com este aumento.

A justificativa para esta constatação, se deve a uma possível ausência de precipitados de tamanhos intermediários nos pontos 1 e 2 quando realizadas análises a $\frac{1}{2}$ espessura, nas imagens

com um maior aumento. Desta forma, o sinal da análise de EDS, se deve a grande quantidade de dispersóides $MgZn_2$ dispersos na matriz metálica.

Já para as imagens com um alto aumento FIG. 4.9 (c) e FIG. 4.10 (c), cujos resultados de EDS estão apresentados nas TAB. 4.1 e TAB. 4.2, é evidenciado para os pontos analisados associados à precipitados (ponto 1, 2 e 3), a presença dos elementos químicos Mg, Cu, Zn e Al. O qual tal fórmula química possivelmente é a mesma do que a obtida para o ponto 2 da FIG. 4.9 (a) e TAB. 4.1.

Em combinação com as análises de EDS, as análises de difração de raios X (DRX), podem trazer resultados mais significativos em relação aos possíveis precipitados existentes na matriz da condição CR. Sendo assim, na FIG. 4.11 são apresentadas os resultados obtidos de DRX da condição CR, cujas análises foram conduzidas no plano da chapa em posições associadas a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ da espessura. Na figura, estão indicados os picos referentes aos planos da matriz de alumínio e os picos referentes as partículas constituintes e aos dispersóides evidenciados (identificados por &, +, *, @ e \$). Na FIG. 4.11 (a) é apresentado um aspecto geral do difratograma, e devido à alta intensidade do plano (220) para o alumínio, e a baixa intensidade dos picos dos precipitados, na FIG. 4.11 (b) é apresentada a região compreendida entre $46^\circ < 2\text{ Theta} < 101^\circ$ com maior aumento.

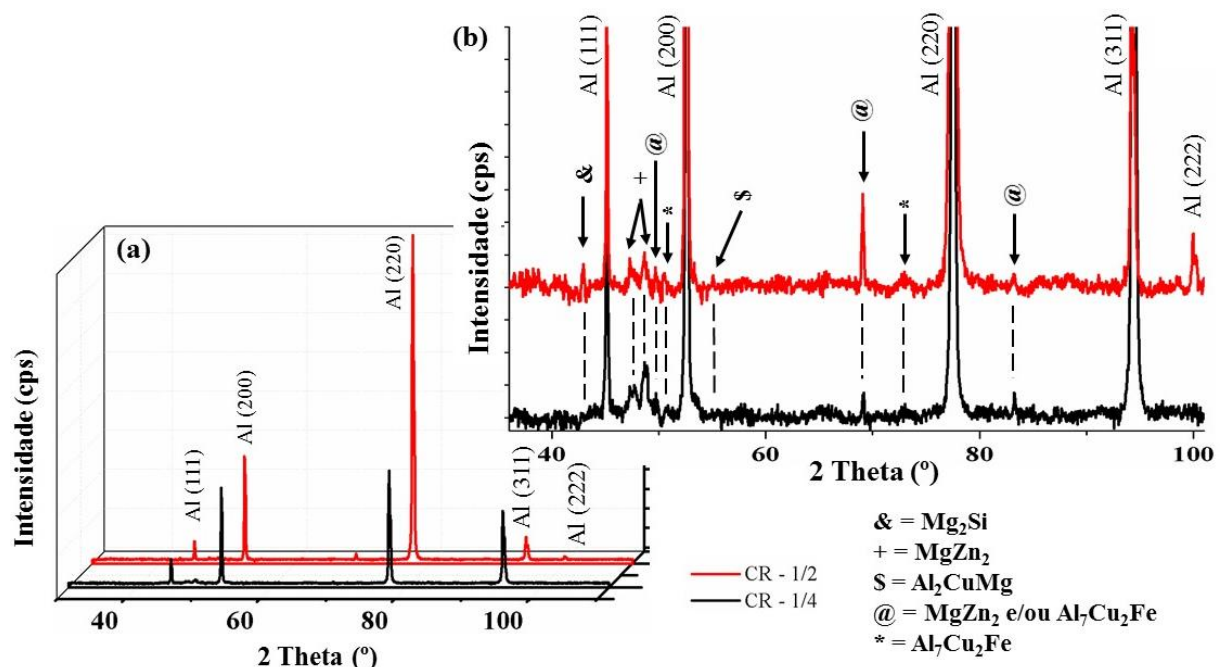


FIG. 4.11 Difractometria de raios X da amostra CR em posições associadas a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura. (a) Aspecto geral do difratograma e (b) ampliação para evidenciar os picos referentes aos precipitados.

De uma forma geral, observa-se que a amostra da condição CR apresentou picos de difração referentes aos planos do alumínio (111), (200), (220), (311) e (222), e picos com pequenas intensidades referentes aos precipitados existentes. A pequena intensidade de difração dos precipitados se deve possivelmente a suas pequenas dimensões, que são menores ou próximas do limite de detecção do equipamento de DRX utilizado. Um fato que reforça tal afirmação, pôde ser observado nas FIG. 4.2 e FIG. 4.3, onde é evidente uma grande fração volumétrica de precipitados, principalmente os precipitados de tamanho intermediário.

Com base na literatura (TOTTEN e MACKENZIE, 2003; ASM HANDBOOK, 2004; ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014; LIAO *et al.*, 2015; SOUZA e PADILHA, 2017; ZHANG, CHEN e HU, 2018), e de acordo com os elementos químicos evidenciados nas análises de EDS, foram indexados os planos referentes aos precipitados com (auxílio das fichas JCPDS) mais prováveis, para cada região analisada. Estes precipitados são indicados na FIG. 4.11, os quais são:

- o dispersóide $MgZn_2$ que possui uma estrutura cristalina hexagonal e que está indicado por “+” nos difratogramas, tem sua ocorrência nas angulações de 2Theta de: 47,30°; 48,66° e 53,28°, cujas angulações são referentes aos planos de difração (112), (211) e (202), respectivamente. Apresenta um formato de bastonetes, com uma razão (% em peso) entre os elementos Mg e Zn de 15,7 e 84,3%, respectivamente;

- a partícula constituinte Al_7Cu_2Fe que possui uma estrutura cristalina tetragonal, teve sua ocorrência na angulação de 2Theta de 50,50°, cujo ângulo é referente ao plano de difração (301). Esta partícula apresenta um formato de finas agulhas, com uma razão (% em peso) entre os elementos Cu, Fe e Al de 36,9, 16,2 e 46,9%, respectivamente;

- a partícula constituinte Al_2CuMg que possui uma estrutura cristalina ortorrômbica ou hexagonal, teve sua ocorrência na angulação de 2Theta de 55,03°, cuja angulação é referente ao plano (042). Apresenta uma razão (% em peso) entre os elementos Cu, Mg e Al de 55,7, 20,8 e 23,5%, respectivamente;

- a partícula constituinte Mg_2Si que possui uma estrutura hexagonal e que está indicado por “&”, teve sua ocorrência apenas no ângulo de 42,95° para 2Theta, e tal angulação é referente ao plano (202). Apresenta uma razão (% em peso) entre os elementos Mg e Si de 63,2 e 36,8%, respectivamente

- já os picos indicados por “@” cujas ocorrências foram nos ângulos de 2Theta de 49,68°; 69,07° e 83,25°, não é possível dizer com certeza qual a partícula constituinte e/ou dispersóide que foi responsável por tal pico. Pois as angulações e probabilidade de ocorrerem as partículas

constituintes e/ou dispersóide Al_7Cu_2Fe e $MgZn_2$, são muito próximas, podendo ser um deles, ou então uma sobreposição de picos, e sendo assim, ser ambos ao mesmo tempo;

De acordo com a FIG. 4.11 pode-se observar que os difratogramas obtidos para a condição CR são bem similares. Porém os picos associados as partículas constituintes e/ou dispersóides Al_7Cu_2Fe e $MgZn_2$ ($2\theta = 69,07^\circ$) e das partículas constituintes Mg_2Si ($2\theta = 42,95^\circ$), apresentaram uma maior intensidade na análise realizada a $\frac{1}{2}$ espessura, do que a análise que foi realizada a $\frac{1}{4}$ da espessura. Tal pequena diferença de intensidades dos planos difratados, pode estar associada a uma maior segregação de soluto em regiões a $\frac{1}{2}$ espessura da chapa laminada a quente, e desta forma proporcionando um maior crescimento dos precipitados.

Com base nas características microestruturais apresentadas anteriormente, é possível explicar certos padrões do comportamento mecânico da condição CR, quando esta for tracionada a temperatura ambiente e em altas temperaturas, e até mesmo, justificar certos comportamentos dos valores de dureza apresentados nesta condição.

Na FIG. 4.12 (a) estão apresentados os gráficos de Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia para os 3 corpos de prova ensaiados, e na FIG. 4.12 (b) é apresentada a média e o desvio padrão da dureza Vickers, realizadas no plano da chapa em posições associadas a $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$ e $\frac{3}{4}$ da espessura da condição CR.

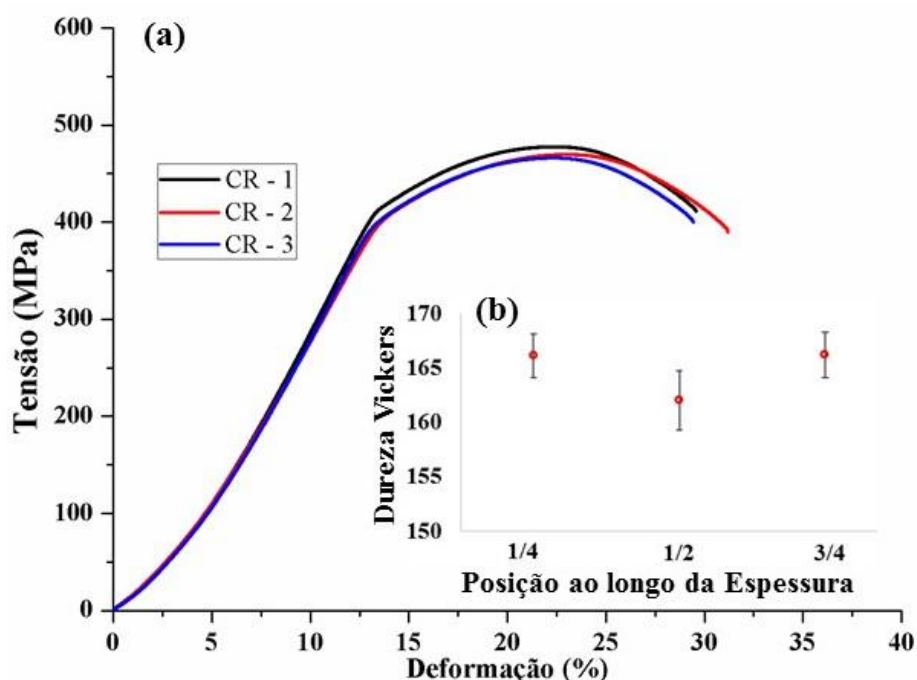


FIG. 4.12 (a) Curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia obtidas para três amostras da condição CR e (b) média e desvio padrão da dureza Vickers realizada em regiões associadas a $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$ e $\frac{3}{4}$ da espessura da condição CR.

De acordo com o gráfico da FIG. 4.12 (a) pode-se observar que as curvas obtidas no ensaio de tração de amostras da condição CR, são muito próximas, tendo as regiões elásticas e plásticas similares.

Para uma melhor interpretação do leitor, em Anexos 3 – Resultados obtidos nos ensaios de tração com distintas temperaturas e taxas de deformação, são apresentados todos os valores numéricos obtidos para o limite de escoamento, limite de resistência e deformação plástica, para os ensaios de tração conduzidos a temperatura ambiente, e os valores de deformação plástica, limite de resistência e redução percentual da área obtidos nos ensaios de tração a quente.

Com base nas curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia apresentadas na FIG. 4.12 (a), extraíram-se os valores médios e os desvios padrões para o limite de escoamento (LE), limite de resistência (LR) e de deformação plástica (ϵ) obtidas após a ruptura das três amostras ensaiadas da condição CR, os quais foram: $402,1 \pm 8,9$ MPa, $471,4 \pm 5,9$ MPa e $17,7 \pm 1,3\%$, respectivamente.

A norma AMS 4204 (2012) são apresentadas as propriedades mecânicas mínimas da liga de alumínio 7475-T7351 na forma de chapa com espessura entre 6,35 e 38,1 mm. Segundo esta norma as propriedades mecânicas mínimas devem ser de 414 MPa, 490 MPa e 10%, para o LE, LR e ϵ de engenharia respectivamente. Confrontando os valores mínimos da norma com os valores obtidos no ensaio de tração da condição CR, pode-se observar que os valores obtidos pelo ensaio de tração da condição CR tanto para LE quanto para LR, se encontram inferiores aos mínimos estabelecidos pela norma AMS 4204 (2012).

KADLEC, RUZEK e NOVAKOVA (2015) realizaram, em seu trabalho, ensaios de tração em 5 corpos de provas com comprimento útil de 50 mm, provenientes de uma chapa laminada da liga de alumínio 7475-T7351 com 6,35 mm de espessura. Obteve uma média para o LE de $429,9 \pm 0,8$ MPa; LR de $502,2 \pm 0,7$ MPa e ϵ de $16,5 \pm 0,6\%$, valores estes condizentes com a norma AMS 4204 (2012). Somado ao ensaio de tração, KADLEC, RUZEK e NOVAKOVA (2015) realizaram medidas do tamanho de grão, e obtiveram uma média de 30,1 e 9,4 μm , para as direções longitudinal e transversal a direção de laminação, respectivamente.

Com base na literatura (DIETER, 1990; GARCIA, SPIM e dos SANTOS, 2014), o possível motivo para a liga de alumínio 7475-T7351 utilizada neste trabalho apresentar valores inferiores aos mínimos estipulados pela norma AMS 4204, se deve a estrutura grosseira de grãos alongados na direção de laminação como foram evidenciadas nas imagens obtidas por MEV / EBSD em um maior aumento (FIG. 4.2, FIG. 4.5 e FIG. 4.6).

Conforme apresentado no gráfico da FIG. 4.12 (b), o valor médio da dureza Vickers para a condição CR, quando esta foi avaliada a $\frac{1}{4}$ e $\frac{3}{4}$ da espessura, foram $166,1 \pm 2,0$ e $166,2 \pm 2,1$ HV, respectivamente. Estes valores mostram que não há diferença quando avaliadas estas duas regiões ao longo da espessura da amostra. Porém, ao se comparar com os valores obtidos para $\frac{1}{2}$ espessura, é evidenciado uma pequena diferença no valor médio da dureza foi $162,0 \pm 2,8$ HV.

A pequena diferença de dureza, entre os valores obtidos para as análises realizadas em regiões a $\frac{1}{4}$ e $\frac{3}{4}$ da espessura com a região a $\frac{1}{2}$ espessura, corrobora de certa forma os resultados obtidos da difração de raios X. Ou seja, a maior segregação de soluto presente a $\frac{1}{2}$ espessura da chapa laminada a quente, provocou um maior crescimento de alguns precipitados (ROMETSCH, ZHANG e KNIGHT, 2014). Devido a isto, foram evidenciados picos mais intensos nas análises de DRX referentes aos precipitados, e conseqüentemente uma menor dureza associada a precipitados mais grosseiros presentes em regiões associadas a $\frac{1}{2}$ espessura.

Ao se realizar o ensaio de tração em altas temperaturas em uma liga metálica, se a microestrutura for passível de modificações devido a exposição a altas temperaturas, ocorre a modificação das propriedades mecânicas do metal, e desta forma, obtém-se curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) diferentes. Com o intuito de verificar a resposta da condição CR, ou seja, a estabilidade da microestrutura, quando esta é submetida ao ensaio de tração a quente, foram utilizadas combinações de 3 temperaturas e 2 taxas de deformações no ensaio de tração a quente.

Na FIG. 4.13 (a) estão apresentadas curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia da condição CR, obtidas no ensaio de tração a quente em relação aos parâmetros de ensaio utilizados. Na FIG. 4.13 (b) estão apresentados os resultados de deformação (em %) obtidos nos ensaios de tração a quente após a ruptura dos corpos de provas da condição CR nas temperaturas de 250, 300 e 350 °C com taxas de ensaio de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Nas FIG. 4.13 (c), (d) e (e), são apresentadas 3 regiões distintas da curva obtida no ensaio de tração da condição CR, tracionada a uma temperatura de 250 °C e uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ com um maior aumento.

Na FIG. 4.13 algumas curvas não são apresentadas, devido problemas ocorridos durante o ensaio de tração a quente. No ensaio realizado a temperatura de 300 °C com uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, houve a fusão do corpo de prova devido ao desprendimento do termopar utilizado para controlar a temperatura, e conseqüentemente não foi possível apresentar o seu valor de deformação na FIG. 4.13 (b). Também não é apresentada a curva de Tensão

(MPa) x Deformação (%) para o ensaio realizado a 250 °C com uma taxa de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, pois não houve registro dos dados pelo programa utilizado.

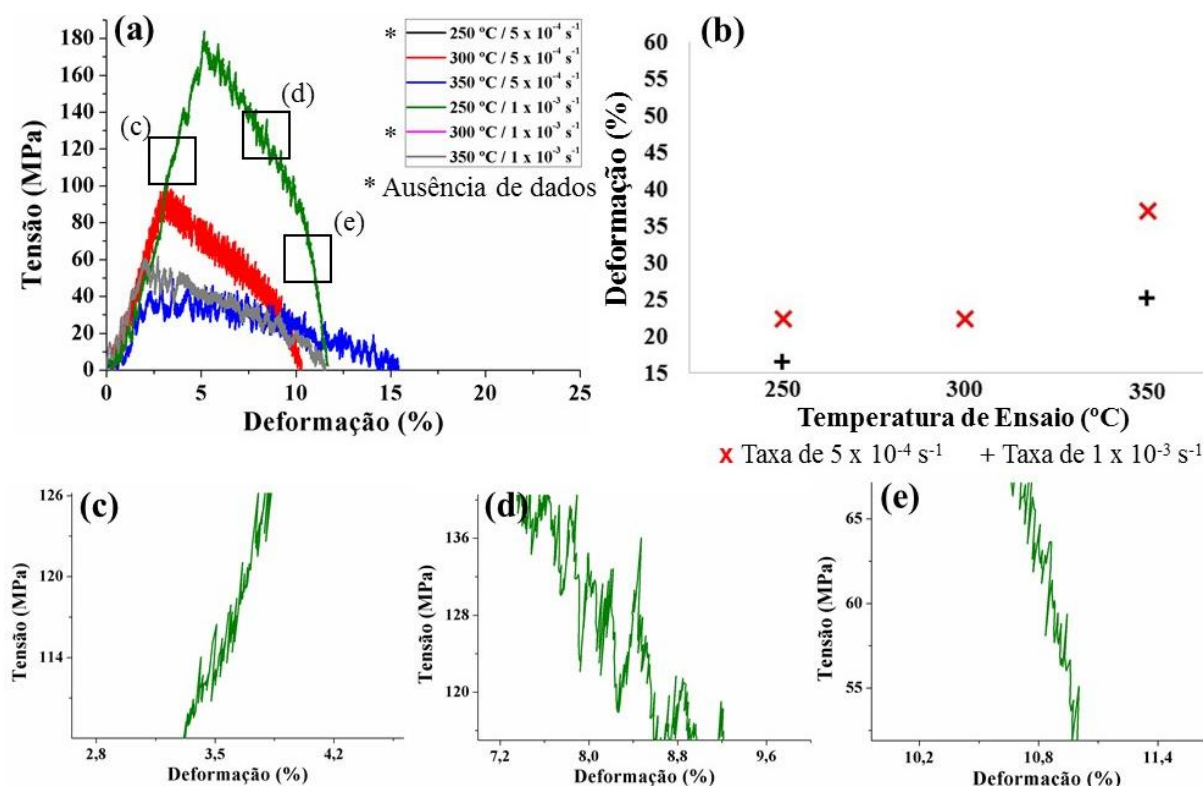


FIG. 4.13 (a) Curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia da condição CR, obtidas no ensaio de tração a quente, e (b) deformação obtida no ensaio de tração a quente após a ruptura do corpo de prova. (c,d,e) Detalhamento das regiões destacadas na curva tensão x deformação indicadas na FIG. 4.13a.

De uma forma geral, o primeiro aspecto que pode ser observado nas curvas Tensão (MPa) x Deformação de engenharia (%) obtidas no ensaio de tração a quente para a condição CR, é a presença de “serrilhados” ao longo de toda extensão das curvas. Este comportamento não é evidenciado nas curvas Tensão (MPa) x Deformação de engenharia (%) obtidas nos ensaios de tração realizados à temperatura ambiente. Conforme apresentado em 2 Revisão Bibliográfica, este fato mostra que a liga de alumínio 7475-T7351 apresenta um envelhecimento dinâmico durante o ensaio de tração a quente independente da taxa e da temperatura utilizada no ensaio.

De acordo com as FIG. 4.13 (c) e (e) que mostram com um maior aumento uma parte da região elástica e outra do final da estrição, é observado a presença de pequenos serrilhados, e estes apresentam uma amplitude próxima e um mesmo aspecto. Conforme foi apresentado no capítulo 2 Revisão Bibliográfica, o serrilhado característico do envelhecimento dinâmico ocorre apenas na região plástica do material, ou seja, após o limite de escoamento. Sendo assim, os

serrilhados presentes nestas duas regiões se devem a pequenas oscilações durante o ensaio de tração.

Comparando as curvas obtidas no ensaio de tração a quente (realizadas com uma taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) com as curvas do ensaio de tração realizado a temperatura ambiente (com a utilização de uma taxa de deformação de aproximadamente $5,2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) (FIG. 4.12), é evidente um grande decréscimo da resistência mecânica da liga 7475-T7351 ao se realizar o ensaio de tração em altas temperaturas. Desta forma, pode-se inferir que a condição CR não apresenta uma estabilidade microestrutural quando esta é submetida a altas temperaturas. Também é evidenciado que quanto maior a temperatura de ensaio, menor a resistência mecânica da liga.

No ensaio de tração realizado na temperatura de $350 \text{ }^\circ\text{C}$, pode-se observar que a condição CR apresentou um maior alongamento e uma menor resistência mecânica, quando foi ensaiada com uma taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, em comparação ao ensaio com a taxa de deformação de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

O decréscimo da resistência mecânica de uma liga, ao ser incrementada a temperatura do ensaio de tração a quente, é justificado pela maior facilidade que as discordâncias apresentam em ultrapassar obstáculos que impedem o seu movimento devido a um maior grau de agitação dos átomos, e sendo assim é reduzido o efeito do encruamento imposto pela taxa de deformação. Além disso, dependendo da temperatura de ensaio e da taxa de deformação, podem ocorrer também rotações de contornos como mecanismo de deformação.

Em relação a deformação obtida com o ensaio de tração a quente após a ruptura (FIG. 4.13 (b)), para uma taxa de ensaio de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, obteve-se como resultado as deformações plásticas de 17% e 25%, para as temperaturas de 250 e $350 \text{ }^\circ\text{C}$, respectivamente. O incremento de $100 \text{ }^\circ\text{C}$ na temperatura do ensaio de tração com a mesma taxa de deformação, foi suficiente para aumentar a deformação plástica em 8%.

Já para uma taxa de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, ao ensaiar corpos de prova da condição CR com as temperaturas de 250, 300 e $350 \text{ }^\circ\text{C}$, obteve-se os valores de deformações plásticas após a ruptura do corpo de prova de aproximadamente 23, 23 e 37%, respectivamente. Segundo estes resultados, pode-se inferir que a condição CR apresenta uma estabilidade estrutural até $300 \text{ }^\circ\text{C}$, pois não houve modificação significativa no resultado do ensaio de tração a quente da amostra CR quando ensaiada a uma taxa de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Porém ao ser incrementado $50 \text{ }^\circ\text{C}$ na temperatura de ensaio, a deformação plástica subiu 14%, cujo valor representa aproximadamente 61% de incremento em relação aos resultados quando ensaiado a temperatura de 250 e $300 \text{ }^\circ\text{C}$.

Também é observado que o ensaio conduzido a uma temperatura de 350 °C com uma taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, teve como resultado a maior deformação plástica para a condição CR. Sendo assim, os resultados obtidos para o ensaio de tração a quente vão de encontro com a literatura (GARCIA, SPIM e dos SANTOS, 2014).

4.2 LAMINAÇÃO CRUZADA E TRATAMENTOS TÉRMICOS DE RECOZIMENTO PARA RECRISTALIZAÇÃO

Este tópico não tem como objetivo explorar a fundo a condição que foi submetida a laminação cruzada (condição Z), e todas as outras condições que foram posteriormente submetidas aos tratamentos térmicos de recozimento para recristalização com distintos tempos e temperaturas de encharque.

Porém, como o principal objetivo da laminação cruzada é quebrar a estrutura de grãos alongados originados da laminação a quente (condição CR), será dado um pouco mais de atenção a condição Z, e ao parâmetro de tratamento térmico que foi capaz de recristalizar as amostras oriundas da condição Z, permitindo que a mesma apresentasse trabalhabilidade adequada durante a laminação convencional posterior, principalmente na condição que sofreu resfriamento prévio em nitrogênio líquido antes de cada passe.

Na FIG. 4.14 estão apresentados os valores médios de dureza Vickers e os seus respectivos desvios padrões para a condição Z, e posteriormente submetida aos tratamentos térmicos de recozimento para recristalização com um tempo fixo de 15 minutos, nas temperaturas de encharque de 200, 300 e 400 °C e com distintos tempos de encharques (15, 30, 60 e 120 minutos) a 500 °C, condições Z2, Z3, Z4, Z5a, Z5b, Z5c e Z5d, respectivamente.

Como pode ser constatado na FIG. 4.14, observa-se um baixo desvio padrão obtido para todas as condições em análise, e este fato indica que as amostras em suas distintas condições analisadas apresentam uma homogeneidade microestrutural no plano da chapa localizada a $\frac{1}{4}$ da espessura das amostras.

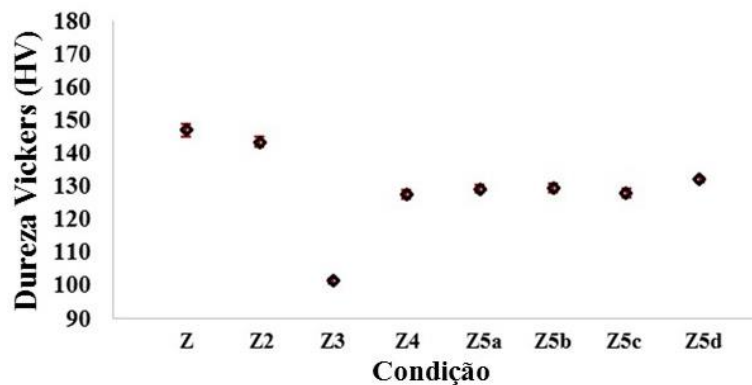


FIG. 4.14 Variação da dureza Vickers (média e desvio padrão) da amostra Z e das amostras submetidas ao tratamento térmico de recozimento para recristalização com distintas temperaturas e tempos de encharque.

De acordo com o gráfico apresentado, pode-se observar que após a condição Z ser submetida a um tratamento térmico de recozimento para recristalização a uma temperatura de 200 °C com 15 minutos de encharque (amostra Z2), a média da dureza teve um pequeno decréscimo cujos valores foram de $146,8 \pm 1,9$ HV para $143,3 \pm 1,3$ HV, respectivamente. Esta pequena diferença da dureza pode ser atribuída apenas as diferenças microestruturais existentes entre as duas amostras, uma vez que tal temperatura possivelmente não é suficiente para iniciar o processo de recristalização da amostra, devido à baixa energia armazenada pela laminação cruzada.

Com o aumento da temperatura do tratamento térmico de recozimento para 300 °C (amostra Z3), observa-se um decréscimo mais expressivo quando comparado a dureza Vickers obtidas para as condições Z e Z2. Para a condição Z3 houve um decréscimo da dureza em relação à condição Z de aproximadamente 42 HV. Este fato pode ser um indício do início da recristalização de amostras da condição Z, porém devido as limitações desta técnica, não é possível realizar tal afirmação com precisão.

Com o incremento da temperatura do tratamento térmico de recozimento para recristalização para a temperatura de 400 °C (condição Z4), ocorreu um incremento do valor de dureza Vickers em relação a condição Z3, no qual houve o incremento de $101,3 \pm 0,8$ HV para $127,5 \pm 1,3$ HV.

Com o incremento da temperatura de encharque do tratamento térmico de recozimento para recristalização de 400°C para 500°C (condições Z4 para Z5a, respectivamente), e a manutenção desta durante 30, 60 e 120 minutos (condições Z5b, Z5c e Z5d, respectivamente) os valores obtidos de dureza Vickers destas condições foram próximos, os quais tiveram como média e desvio padrão: $127,5 \pm 1,3$; $129,1 \pm 1,0$; $129,4 \pm 1,3$, $127,8 \pm 1,4$ HV e $131,0 \pm 0,8$ HV,

respectivamente.

A partir da condição Z4, devido a pequena variação de dureza da amostra, possivelmente não houve modificações apreciáveis na matriz metálica, na fração volumétrica e / ou tamanho dos precipitados com a realização do tratamento térmico de recozimento.

Como pode ser observado no trabalho realizado por HADJADJ e AMIRA (2009), os dispersóides existentes na matriz metálica (η' e $MgZn_2$) não são estáveis após o tratamento térmico de envelhecimento. Embora ainda não esteja reportado na literatura tal mecanismo para a liga 7475 e submetida ao conjunto de tratamentos térmicos e mecânicos T7351, o decréscimo acentuado de dureza das amostras tratadas com as temperaturas de encharque 200 e 300 °C, pode estar ligado a dissolução dos dispersóides η' , ou coalescimento dos mesmos e surgimento dos dispersóides de $MgZn_2$.

Já o incremento da dureza para um tratamento térmico realizado com a temperatura de 400 e 500 °C, pode ser devido a formação dos dispersóides η' e $MgZn_2$ durante o resfriamento da amostra até a temperatura ambiente após o tratamento térmico de recozimento para recristalização.

Para se fazer um acompanhamento de forma indireta da evolução da matriz metálica e dos precipitados existentes, devido à realização do tratamento térmico de recozimento para recristalização, foram realizadas análises de DRX, cujos difratogramas da condição Z e respectivos tratamentos térmicos de recozimentos, foram divididos em dois grupos: no primeiro grupo (FIG. 4.15), estão apresentados os difratogramas das condições Z, Z2, Z3, Z4, e no segundo grupo (FIG. 4.16) estão apresentados os difratogramas das condições Z5a, Z5b, Z5c, Z5d.

Nas FIG. 4.15 e FIG. 4.16 são apresentados difratogramas obtidos por difração de raios X. Devido à alta intensidade nos planos da matriz de alumínio e a baixa intensidade dos picos dos precipitados (a), as imagens (b) trazem uma ampliação da região compreendida entre $46^\circ < 2\theta < 101^\circ$.

Comparando os difratogramas da condição CR (FIG. 4.11) com o difratograma apresentado na FIG. 4.15 (a) para a condição Z, são observadas algumas similaridades, como por exemplo, não há um pico mais intenso referente a um determinado plano de difração. Este comportamento fornece indícios de aleatoriedade na orientação dos grãos presentes na condição CR, e este comportamento é o mesmo para a condição Z.

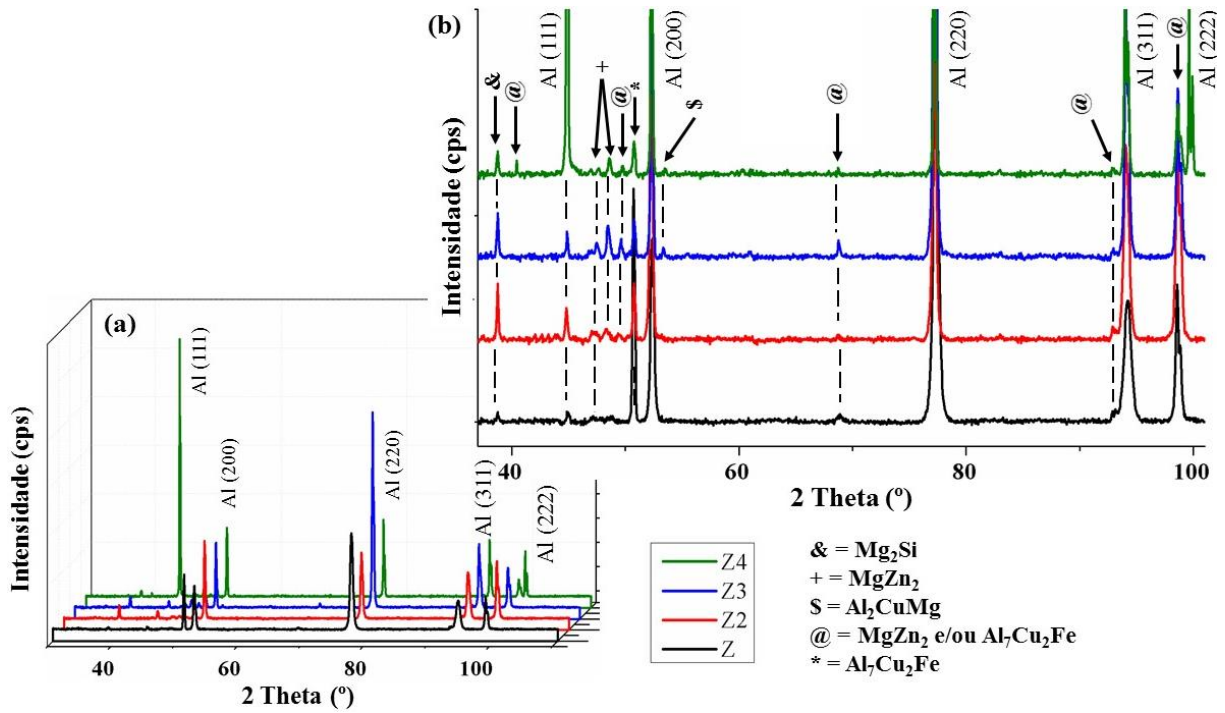


FIG. 4.15 Difractogramas das condições Z, Z2, Z3 e Z4. (a) Aspecto geral do difratograma e (b) ampliação para evidenciar os picos referentes aos precipitados.

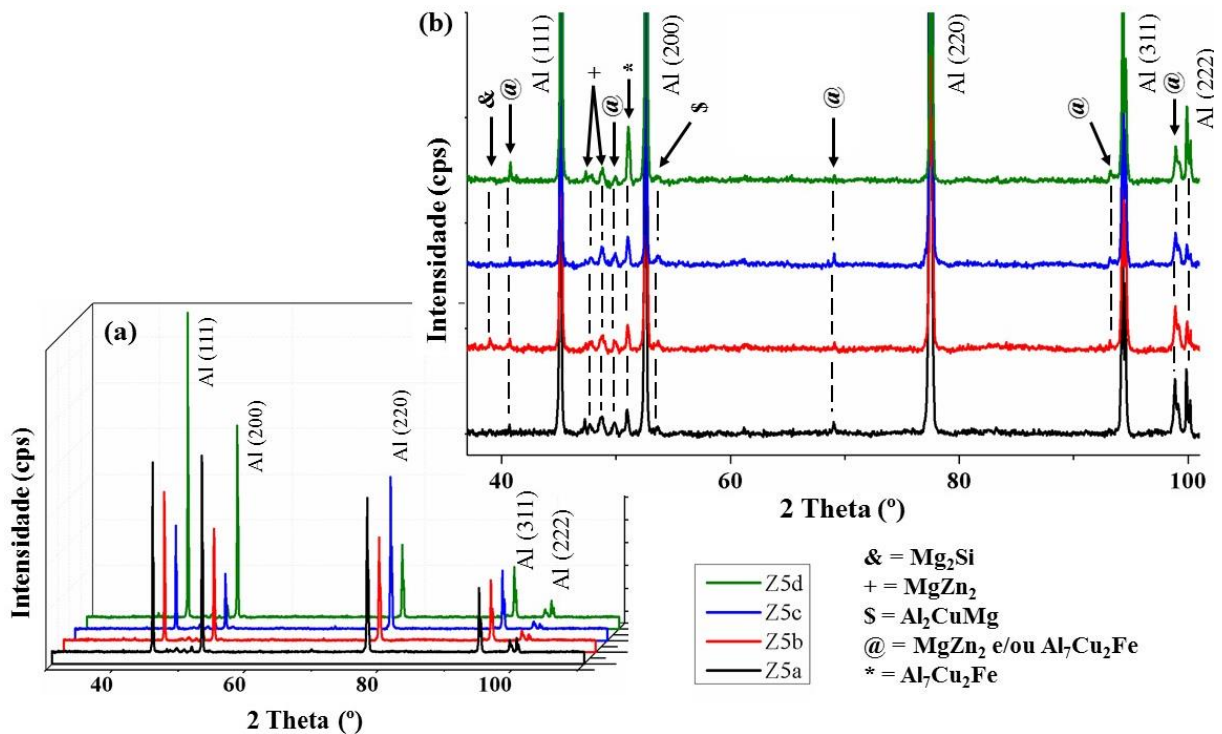


FIG. 4.16 Difractogramas das condições Z5a, Z5b, Z5c e Z5d. (a) Aspecto geral do difratograma e (b) ampliação para evidenciar os picos referentes aos precipitados.

No difratograma da condição Z é observado um pico com alta intensidade associado ao precipitado $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, que está localizado em um ângulo 2θ de aproximadamente 50° .

Como o ferro, que é um dos elementos formadores deste precipitado, que aparece nas ligas de alumínio como impureza (ASM HANDBOOK, 1990), possivelmente esta alta intensidade deste pico de difração, pode estar associada a uma relativa alta fração volumétrica, já existente na área analisada. E devido a exposição da amostra a temperatura de 500 °C durante 120 minutos provocou o coalescimento dos mesmos, sendo mais facilmente constatados pelas análises de DRX.

Para a condição Z foram observados outros picos identificados por @, os quais representam os dispersóides de $MgZn_2$ e/ ou as partículas constituintes de Al_7Cu_2Fe . Da mesma forma como foi mencionado anteriormente, as angulações e probabilidade associadas a difração destes precipitados, são muito próximas uma da outra, e sendo assim estes picos podem ser atribuídos tanto ao precipitado Al_7Cu_2Fe quanto ao $MgZn_2$, ou até mesmo ocorrer a sobreposição dos picos de difração ao mesmo tempo.

De acordo com os aspectos gerais dos difratogramas apresentados na FIG. 4.15 (a), pode-se observar que a condição Z2 apresenta os picos de difração da matriz de alumínio, ligeiramente mais intensos do que os picos da condição Z. Este fato pressupõe indícios que o tratamento térmico de recozimento realizado a 200 °C não proporcionou modificações significativas à matriz metálica de alumínio.

Comparando os picos associados aos precipitados existentes nas condições Z e Z2, observa-se que o pico associado a partícula constituinte Al_7Cu_2Fe que está localizado em um ângulo para 2θ de aproximadamente 50°, tem sua intensidade reduzida da condição Z para a condição Z2. Esta tendência do decréscimo de intensidade é presente até a condição Z4, no qual após esta condição, mantém sua intensidade relativamente próxima até a condição Z5c. Este decréscimo de intensidade de difração para o precipitado Al_7Cu_2Fe , pode estar associada a solubilização parcial do mesmo, ou então mudança de orientação.

Outro fato observado em relação aos picos de difração para os precipitados, quando se compara o difratograma da condição Z com a condição Z2, é um pequeno incremento da intensidade de alguns picos de difração associados aos dispersóides de $MgZn_2$ e partículas constituintes de Mg_2Si . Este incremento de intensidade, pode estar associado possivelmente ao início do coalescimento dos precipitados, os tornando maiores, e desta forma, detectáveis pelo DRX. Sendo assim, o pequeno decréscimo da dureza apresentada na FIG. 4.14 da condição Z para a condição Z2, pode estar associada ao coalescimento dos precipitados.

Com o incremento da temperatura do tratamento térmico de recozimento para 300 °C (amostra Z3), o pico de difração da matriz de alumínio associado ao plano (220) se destacou

entre os demais, e tal fato, pode estar relacionado a formação de determinadas orientações com menor resistência a indentação, originadas no estágio inicial da recristalização.

Também é observado um incremento na intensidade dos picos de difração que estão localizados entre os ângulos para 2θ de 45 a 50°, associados aos dispersóides de $MgZn_2$ e $MgZn_2$ e/ou Al_7Cu_2Fe , o pico de difração referente ao precipitado Al_2CuMg (ângulo de 2θ de aproximadamente 53°) e aos dispersóides de $MgZn_2$ e/ou partículas constituintes de Al_7Cu_2Fe (ângulo de 2θ de aproximadamente 69°).

Devido uma maior intensidade dos picos de difração referentes aos precipitados (devido ao coalescimento destes) e em conjunto com a eliminação do encruamento da amostra Z3 devido o estágio inicial da recristalização, possivelmente estes fatores foram os responsáveis pelo grande decréscimo da dureza apresentada na FIG. 4.14.

De acordo com o difratograma para a condição Z4, há uma modificação brusca nos picos difratados para a matriz de alumínio, no qual o plano mais intenso se torna o (111), cujo plano até as condições anteriores tinha apresentado uma intensidade de difração relativamente pequena. Os picos de difração relacionados aos planos (200) e (311) tiveram suas intensidades praticamente inalteráveis, enquanto que o pico referente ao plano (220) teve sua intensidade decrescida, porém houve o surgimento de um pico relacionado ao plano (222) para o alumínio, no qual até as condições anteriores, não tinha sido evidenciado nos difratogramas.

A modificação relacionada plano (111) e (222), possivelmente pode estar relacionada a uma evolução mais significativa da recristalização da condição Z3 para a condição Z4, onde uma maior fração volumétrica de grãos, relacionados a estes planos de difração, surgiram com o tratamento térmico de recozimento na condição Z4.

Em relação aos precipitados, observa-se uma pequena redução da intensidade do precipitado de $MgZn_2$, enquanto observa-se um decréscimo e acréscimo da intensidade dos picos de difração referentes a dispersóides de $MgZn_2$ e/ ou partículas constituintes de Al_7Cu_2Fe . Possivelmente este decréscimo e acréscimo de intensidade, estão associados a mudanças dos planos de difração destes precipitados.

Devido à grande modificação do difratograma da condição Z4, que possivelmente está associado a recristalização da amostra, pode-se inferir que o aumento da dureza observado na FIG. 4.14 é devido a redução do tamanho de grão da amostra devido a recristalização.

Com o incremento da temperatura de tratamento térmico para 500 °C, e com os tempos de 15, 30, 60 e 120 minutos (condições Z5a, Z5b, Z5c e Z5d, respectivamente), não é observado uma modificação significativa nas intensidades e ordem de intensidade dos planos de difração

da matriz de alumínio. Com exceção da condição Z5c, os planos de difração mais intensos foram os dois primeiros picos de difração ((111) e (200)). O comportamento apresentado pela condição Z5a a Z5d, é similar ao apresentado pela condição Z4.

Em relação aos precipitados, observa-se também que não há uma modificação significativa na intensidade dos planos referentes aos precipitados, com exceção da condição Z5d que apresentou um incremento da intensidade dos picos de difração associados aos precipitados em relação a condição Z5c. Da mesma forma que a dureza da condição Z4 não apresentou uma variação significativa até a condição Z5c, não foi observado modificações significativas nos difratogramas para estas condições. As amostras C, Z5cR e Z5cA quando foram submetidas ao tratamento térmico a 200 e 300 °C apresentaram o mesmo comportamento.

Conforme foi mencionado no tópico 3.2.3.1, apresentou uma trabalhabilidade limitada, principalmente quando foram realizados testes de laminação com um resfriamento prévio em nitrogênio líquido.

Devido os resultados obtidos pelas técnicas de caracterização utilizadas, as mesmas não foram satisfatórias para mostrar diferenças significativas do condicionamento microestrutural, sendo assim, foram utilizadas as condições Z4 e Z5c, como condições prévias a laminação convencional a temperatura ambiente e com resfriamento em nitrogênio líquido.

Após algumas tentativas sem êxito de seguir a laminação convencional até 3 mm de espessura com resfriamento prévio em nitrogênio líquido (devido a ocorrência do primeiro defeito apresentado em Anexo 2 – Principais defeitos observados durante a laminação de chapas da liga 7475-T7351), a partir da condição Z4, foi-se testado seguir a partir da condição Z5c, no qual tal amostra não apresentou nenhum problema em relação a sua trabalhabilidade a frio.

Daqui em diante neste tópico, serão apenas apresentados os resultados das análises referentes as condições Z e Z5c, pois as outras distintas condições tratadas apenas foram utilizadas para justificar a evolução da estrutura do material durante o tratamento térmico de recozimento subsequente a laminação cruzada.

Nas FIG. 4.17 e FIG. 4.18 estão apresentadas imagens da microestrutura das condições Z e Z5c visualizadas em regiões associadas a $\frac{1}{4}$ ((a) e (b)) e $\frac{1}{2}$ ((c) e (d)) espessura por MEV com distintas ampliações: menor ampliação ((a) e (c)) e maior ampliação ((b) e (d)). Nas figuras, os índices “G” indicam os precipitados de maiores dimensões, “M” indicam os precipitados de dimensões intermediárias, “S” cavidades provocadas pelo desprendimento dos precipitados de tamanho intermediário, “L” indicam grãos alongados com uma espessura maior, “F” indicam os precipitados alongados com uma menor espessura e “GR” indicam grãos recristalizados.

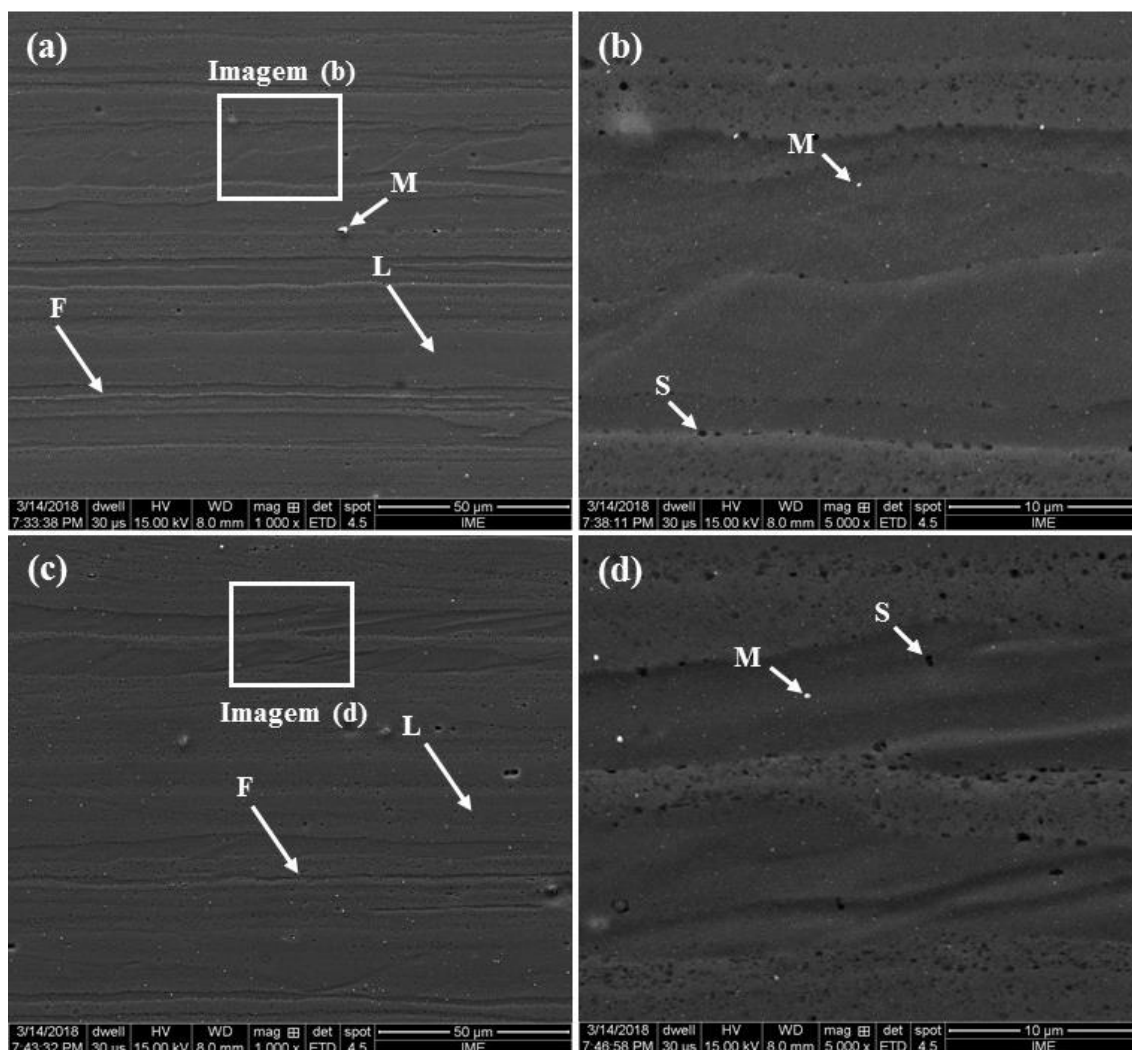


FIG. 4.17 Microestrutura da condição Z visualizada através do MEV a $\frac{1}{4}$ da espessura ((a) e (b)) e a $\frac{1}{2}$ espessura ((c) e (d)) registradas com um menor aumento ((a) e (c)) e com um maior aumento ((e) e (f)).

Ao ser realizado o polimento eletrolítico das condições Z e Z5c não foi possível evidenciar a microestrutura como foi evidenciada a microestrutura da condição CR (FIG. 4.2 e FIG. 4.3). Nas condições Z e Z5c não foi possível revelar os contornos de grãos e destacar os precipitados da matriz metálica. Para revelar os contornos de grãos e conseqüentemente o formado dos mesmos, foi realizado um ataque com o reagente KELLER como descrito em 3 Material e métodos. Porém foi observado uma grande quantidade de vazios, no qual alguns estão indicados por “S”. Estes vazios possivelmente estão ligados ao desprendimento dos precipitados da matriz devido o ataque com o reagente KELLER. Sendo assim, não foi possível fazer uma estimativa da evolução dos precipitados com a realização da laminação cruzada e do tratamento térmico de recozimento através do MEV.

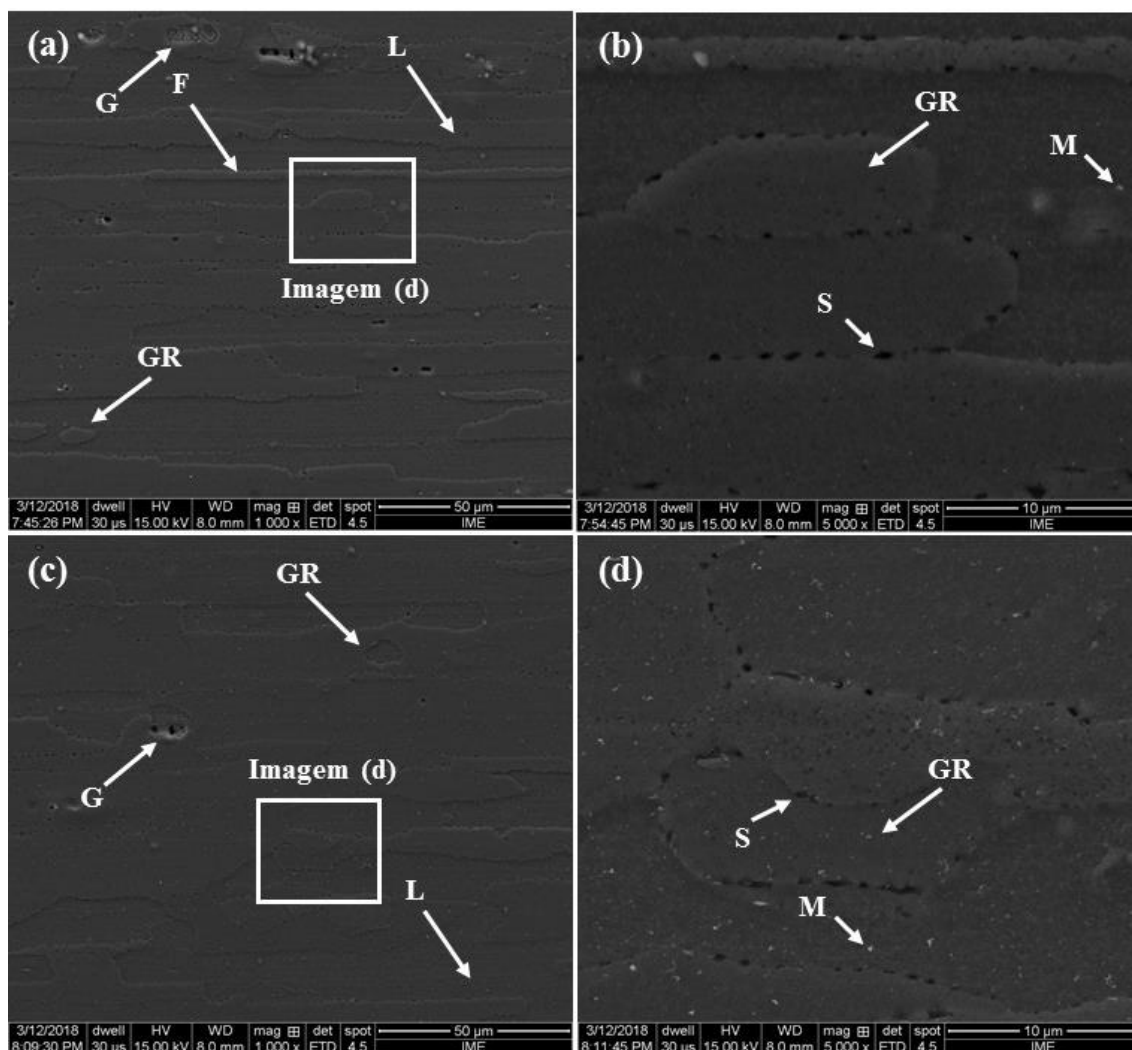


FIG. 4.18 Microestrutura da amostra Z5c visualizada através do MEV a $\frac{1}{4}$ da espessura ((a) e (b)) e a $\frac{1}{2}$ espessura ((c) e (d)) registradas com um menor aumento ((a) e (c)) e com um maior aumento ((e) e (f)).

Como pode ser observado na microestrutura da amostra deformada (FIG. 4.17 - condição Z), os grãos alongados na direção de laminação original da chapa laminada a quente (condição CR), cujos grãos são podem ser divididos em 2 classes diferentes, pois possuem uma maior (indicados por “L”) e menor (indicados por “F”) espessura. Este resultado mostra que a laminação cruzada não foi suficiente para alterar a estrutura dos grãos alongados, porém pode ter ocorrido diminuição do tamanho de grão na direção de laminação original da chapa, e um aumento do tamanho de grão na direção transversal a direção de laminação original.

Um fato observado na condição Z, o qual foi realizado com um maior aumento, e cuja microestrutura é apresentada nas FIG. 4.17 e FIG. 4.18 (b) e (d), é a ocorrência de uma subestrutura dentro de um grão com uma espessura maior. Este fato ocorre em regiões localizadas a $\frac{1}{4}$ e $\frac{1}{2}$ espessura da condição Z, e tal ocorrência pode estar vinculada ao possível

potencial efeito de revelar subestruturas no polimento eletrolítico. Tais regiões possivelmente são heterogeneidades da deformação, e possivelmente são devidas a laminação cruzada, pois certos grãos da amostra não foram capazes de acomodar as deformações provocadas pelas sucessivas rotações de 90° entre os passes de laminação.

Ao realizar o tratamento térmico de recozimento para recristalização a temperatura de 500 °C durante 60 minutos (condição Z5c), há indícios que ocorreu a recristalização da amostra, devido a morfologia diferente dos grãos após o tratamento térmico de recozimento para recristalização em comparação com a amostra deformada.

Devido a maiores contrastes obtidos na microestrutura através do MET, as condições Z e Z5c foram submetidas à caracterização por meio desta técnica, cujas microestruturas estão apresentadas na FIG. 4.19, onde foram realizadas registros da microestrutura com um menor aumento ((a) e (c)) e uma maior ampliação ((b) e (d)). Na figura, os índices “GR” indicam os grãos recristalizados, “GA” indicam os grãos alongados e “M” indicam os precipitados com dimensão intermediária.

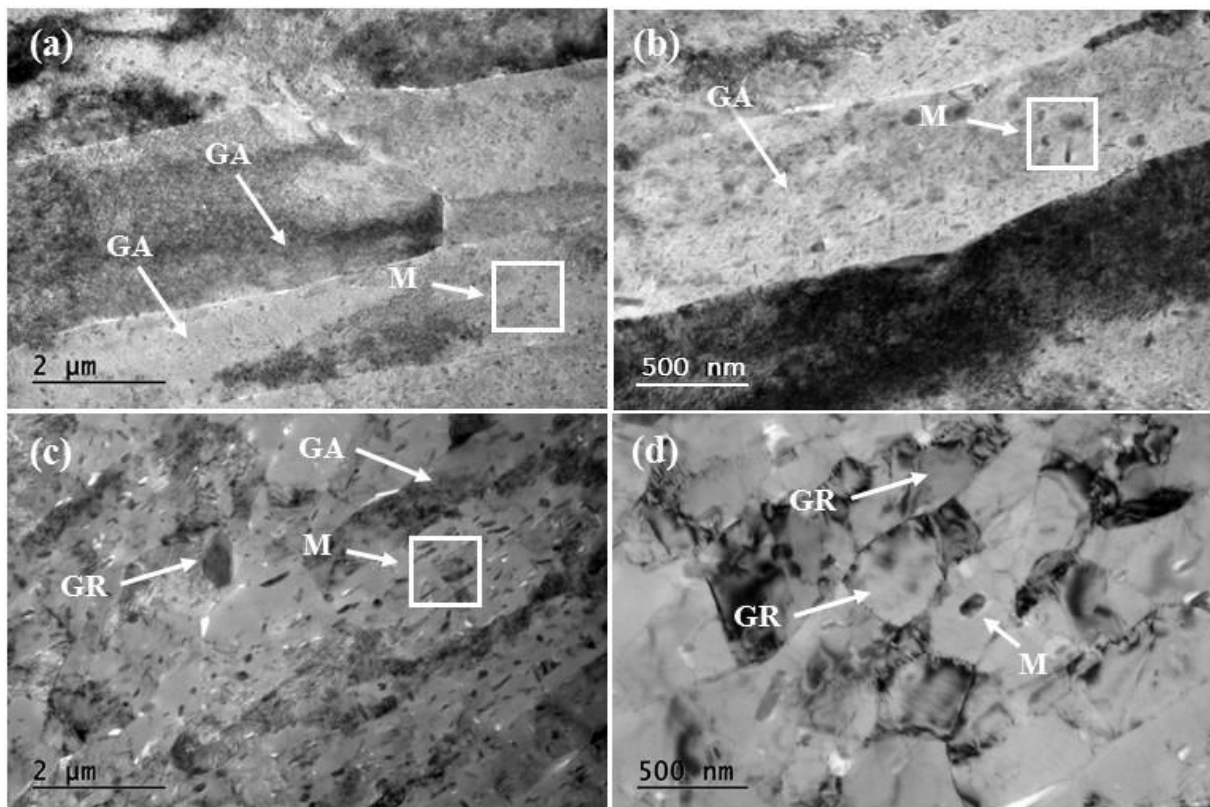


FIG. 4.19 Microestrutura obtida por MET da condição Z com (a) menor e (b) maior aumento, e da condição Z5c com (c) menor e (d) maior aumento.

De acordo com a FIG. 4.19 pode-se observar que a condição Z apresenta grãos alongados,

os quais indicam a direção de laminação original da amostra. Os grãos alongados estão indicados por “GA” na microestrutura, pois devido a limitada região que é observada por esta técnica, não é possível diferenciar com exatidão o grão que tem uma menor e maior espessura.

Ao comparar a microestrutura da condição Z com a microestrutura da condição Z5c é observado uma microestrutura totalmente diferente, onde a condição Z apresenta grãos grosseiros e alongados na direção de laminação, e a condição Z5c apresenta uma microestrutura formada por grãos recristalizados (indicado nas imagens por GR) e grãos alongados (indicados por “GA”).

De acordo com a FIG. 4.19, é evidente a influência do tratamento térmico com os parâmetros utilizados (500 °C durante 60 minutos de encharque) na microestrutura da condição Z. Porém a execução deste não foi suficiente para recristalizar completamente a microestrutura da condição Z, pois tanto nas imagens obtidas por MET quanto por MEV, são evidenciados alguns poucos grãos grosseiros alongados na direção de laminação, que possivelmente são frutos da condição prévia ao tratamento térmico (condição Z).

Outro fato que é mais claramente evidenciado através das imagens da microestrutura obtidas por MET, é o aumento significativo no tamanho dos precipitados existentes na matriz metálica, os quais estão indicados por “M”. Tal fato mostra que além de recristalizar quase que completamente a matriz de alumínio, o tratamento térmico de recozimento para recristalização realizado com os parâmetros adotados foi possível provocar o engrossamento dos precipitados devido ao coalescimento dos precipitados de menores dimensões.

Comparando as imagens apresentadas na FIG. 4.19 com os resultados de DRX apresentados nas FIG. 4.15 e FIG. 4.16, é reforçado que o tratamento térmico realizado provocou o coalescimento dos precipitados existentes na condição Z.

Como a condição de partida para a segunda etapa de laminação convencional após a laminação cruzada será a condição Z5c, a microestrutura desta condição possivelmente proporcionará resultados diferentes, tanto microestruturalmente quanto mecanicamente, em comparação aos resultados obtidos para a condição C (submetida a laminação convencional até 3 mm de espessura).

Na FIG. 4.20 estão apresentadas as curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia dos três corpos de prova ensaiados da condição Z5c. Nesta figura, é apresentado um quadro com os valores médios dos três corpos de prova para o LE, LR e ϵ (deformação medida no corpo de prova após o término do ensaio de tração).

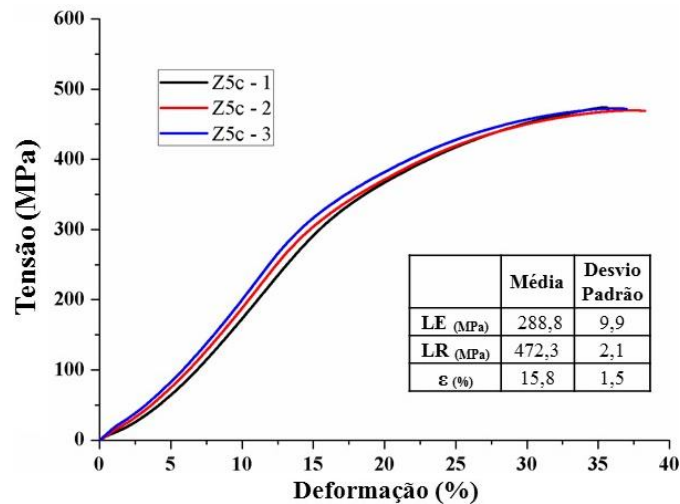


FIG. 4.20 Curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia para as três amostras ensaiadas da condição Z5c durante ensaio de tração a temperatura ambiente.

Pode-se observar que as curvas obtidas apresentam formas semelhantes com pequenas diferenças nos valores das propriedades entre os corpos de provas. É possível afirmar que as amostras na condição Z5c apresentam homogeneidade na propriedade mecânica de tração, a qual obteve-se como média e desvios padrões para o LE, LR e ϵ , os valores de $288,8 \pm 9,9$ MPa, $472,3 \pm 2,1$ MPa e $15,8 \pm 1,5\%$, respectivamente.

Comparando o resultado obtido no ensaio de tração a temperatura ambiente da condição Z5c com a condição CR, pode-se observar que estas apresentam valores próximos tanto para o LR quando para a ϵ , os quais foram: $471,4 \pm 5,9$ MPa e $17,7 \pm 1,3\%$ e $472,3 \pm 2,1$ MPa e $15,8 \pm 1,5\%$, respectivamente. Este fato mostra que embora as microestruturas sejam diferentes, não houve modificação apreciável das propriedades mecânicas quanto ao ensaio de tração a temperatura ambiente.

4.3 COMPARAÇÃO ENTRE AS CONDIÇÕES C, Z5cA E Z5cR E SEUS RESPECTIVOS TRATAMENTOS TÉRMICOS

Na FIG. 4.21 estão apresentados a evolução da média e seus respectivos desvios padrões da dureza Vickers, obtidos com uma carga teste de 10 kgf (HV10) das condições C, Z5cA e Z5cR e posteriormente submetidas ao tratamento térmico de recozimento com as temperaturas de encharque de 200, 300, 400 e 500 °C.

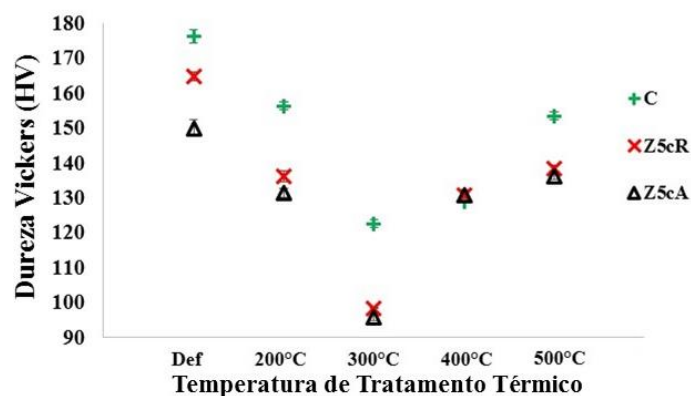


FIG. 4.21 Evolução da dureza Vickers (média e desvio padrão) das condições C, Z5cA e Z5cR e submetidas ao tratamento térmico de recozimento.

Como pode ser observado no gráfico da FIG. 4.21 a condição C apresentou dureza de $176,1 \pm 1,9$ HV, enquanto que as condições Z5cR e Z5cA apresentaram os valores de dureza de $164,6 \pm 1,3$ e $149,8 \pm 2,4$ HV, respectivamente. O valor superior de dureza apresentado pela condição C, se deve ao fato desta condição não ter sido submetida a um tratamento térmico de recozimento entre a realização dos passes de laminação, e desta forma, houve a evolução da dureza de $166,1 \pm 2,0$ HV (condição CR) para o valor em questão. Já para as condições que foram submetidas a um tratamento térmico de recozimento para recristalização entre as laminações, houve a evolução $127,8 \pm 1,4$ HV (condição Z5c), para os valores apresentados anteriormente para as condições Z5cR e Z5cA.

Devido a imersão em nitrogênio líquido antes da realização da laminação, as deformações realizadas nas amostras ocorreram em uma temperatura inferior a da condição Z5cA. Como era de se esperar, a condição Z5cR apresentou um maior incremento de dureza em relação a condição Z5cA. Este fato se deve ao maior encruamento introduzido na condição Z5cR, pois quanto menor a temperatura em que é realizada a deformação, menor é a mobilidade das discordâncias, e sendo assim estas se subdividem aumentando a densidade de discordâncias (PADILHA e SICILIANO Jr, 2005).

Com a realização do tratamento térmico de recozimento na temperatura de encharque de $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ nas amostras deformadas, condições C2, Z5cA2 e Z5cR2, observa-se o decréscimo dos valores das durezas das amostras em relação as condições deformadas, os quais foram: $156,2 \pm 1,2$, $131,3 \pm 1,3$, $136,2 \pm 1,6$ HV, respectivamente. Este decréscimo da dureza pode estar associado ao início da recristalização das amostras (PADILHA e SICILIANO Jr, 2005), e/ou modificação na estrutura dos dispersóides assim como apresentado anteriormente para as amostras Z e Z2 (FIG. 4.14).

Outro comportamento observado, é que a condição Z5cR2 apresentou maior decréscimo de dureza em relação à condição apenas deformada do que as condições Z5cA / Z5cA2. Este fato pressupõe que devido ao maior encruamento induzido durante a laminação com resfriamento prévio da amostra em nitrogênio líquido, e com a realização do tratamento térmico a temperatura de encharque de 200 °C, possivelmente caso tenha iniciado o processo de recristalização das amostras, ocorreu / resultou em uma maior fração volumétrica de grãos recristalizados na condição Z5cR2 em relação a condição Z5cA2 (FIG. 4.21).

Ao realizar o tratamento térmico nas amostras deformadas com a temperatura de encharque de 300 °C, observa-se um decréscimo da dureza mais acentuado, no qual obteve-se os valores de $122,5 \pm 1,2$, $95,6 \pm 0,8$ e $98,4 \pm 0,3$ HV, para as condições C3, Z5cA3 e Z5cR3, respectivamente. Este comportamento possivelmente está ligado a uma evolução mais significativa da recristalização devido ao aumento da temperatura do tratamento térmico, a partir de uma microestrutura encruada resultante da laminação criogênica, e desta forma gerando uma maior fração volumétrica de grãos recristalizados. Também pode ser ocorrido uma modificação mais significativa na fração volumétrica dos dispersóides η' e $MgZn_2$, assim como apresentado anteriormente para as condições Z2 e Z3.

Com o incremento da temperatura de encharque do tratamento térmico de recozimento para as temperaturas de 400 e 500 °C, assim como foi observado para a condição Z submetida a estes tratamentos térmicos, observa-se um incremento do valor da dureza das amostras, no qual foram: $128,8 \pm 0,4$ e $153,3 \pm 1,2$ HV para as condições C4 e C5a, respectivamente; $130,6 \pm 0,9$ e $136,2 \pm 1,2$ HV para as condições Z5cA4 e Z5cA5a, respectivamente; e $130,8 \pm 1,5$ e $138,4 \pm 0,8$ HV para as condições Z5cR4 e Z5cR5a, respectivamente.

Para reforçar o motivo pelo qual houve o decréscimo e o incremento da dureza com a realização dos tratamento térmico nas temperaturas de encharque de 200 a 500 °C, e para acompanhar de forma indireta as alterações da matriz, nas FIG. 4.22 a FIG. 4.24 são apresentados os difratogramas das condições C a C5a, Z5cA a Z5cA5a e Z5cR a Z5cR5a, respectivamente.

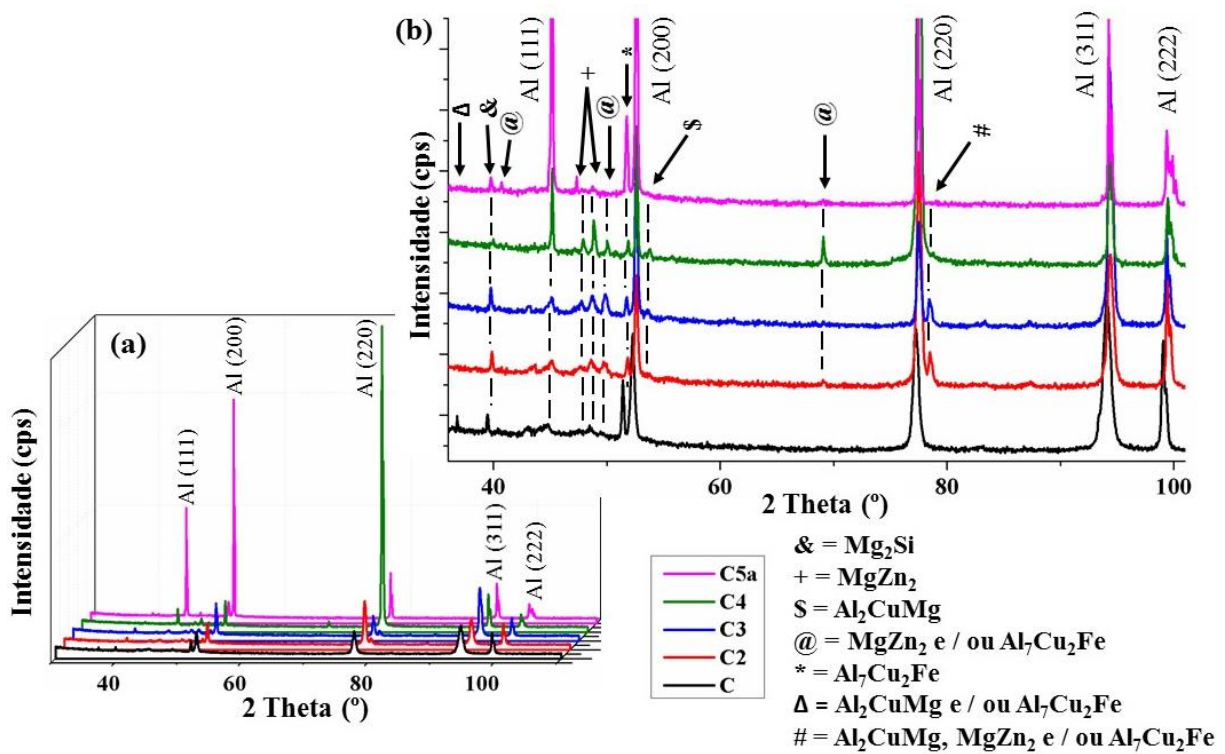


FIG. 4.22 Difratogramas das condições C, C2, C3, C4 e C5a. (a) Aspecto geral do difratograma e (b) ampliação para evidenciar os picos referentes aos precipitados.

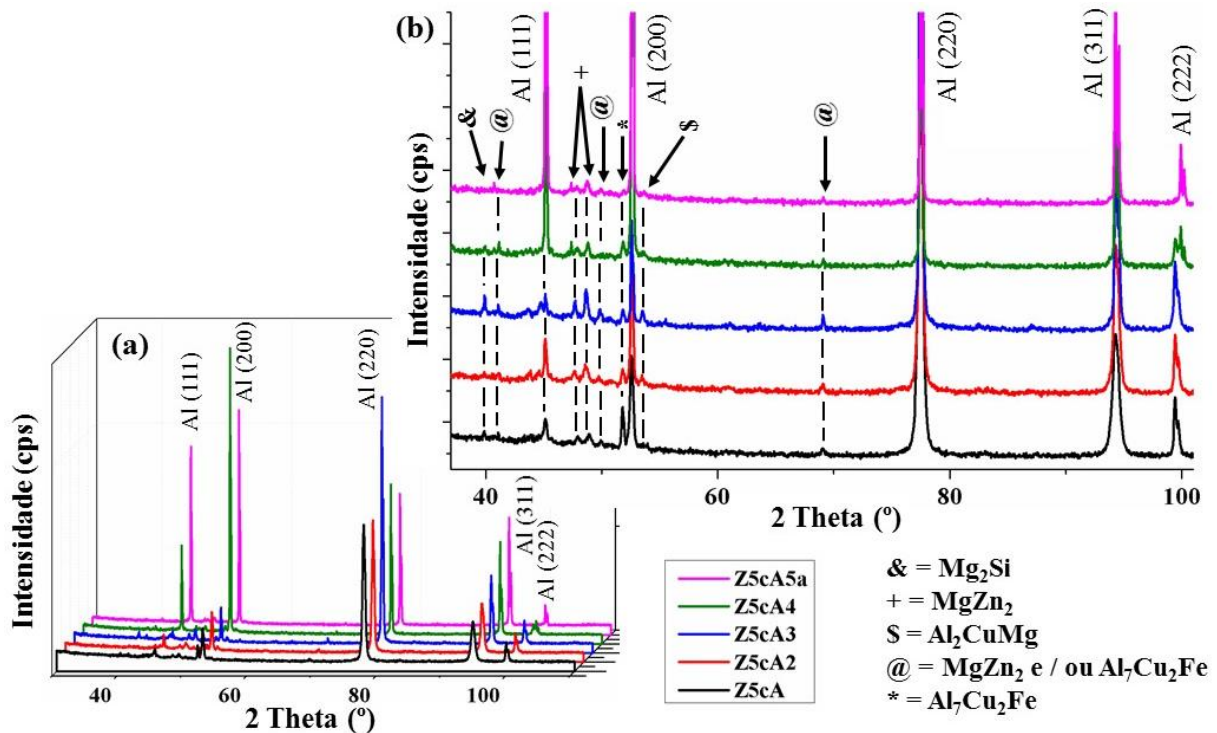


FIG. 4.23 Difratogramas das condições Z5cA, Z5cA2, Z5cA3, Z5cA4 e Z5cA5a. (a) Aspecto geral do difratograma e (b) ampliação para evidenciar os picos referentes aos precipitados.

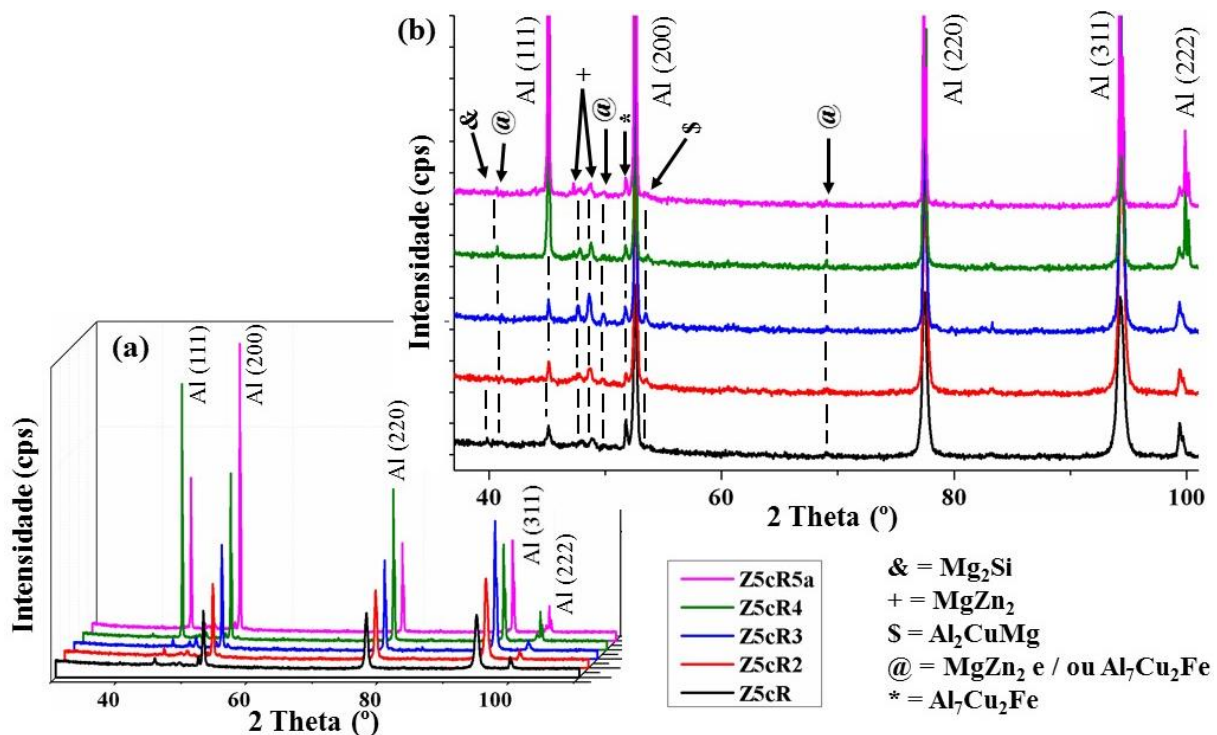


FIG. 4.24 Difratogramas das condições Z5cR, Z5cR2, Z5cR3, Z5cR4 e Z5cR5a. (a) Aspecto geral do difratograma e (b) ampliação para evidenciar os picos referentes aos precipitados.

Conforme pode ser observado no aspecto geral dos difratogramas das amostras deformadas, as condições C e Z5cR (FIG. 4.22 e FIG. 4.24) não apresentaram uma maior intensidade referente a um determinado plano de difração da matriz de alumínio, porém a condição Z5cA (FIG. 4.23) apresentou um pico associado ao plano (220) com uma intensidade um pouco superior aos demais.

Em relação aos precipitados, em todas as amostras deformadas é observado um pico próximo a 2Theta igual a 50°, cujo plano de difração corresponde ao precipitado Al_7Cu_2Fe . Com a realização do tratamento térmico de recozimento com uma temperatura de encharque de 200 °C nas amostras deformadas, é observado uma redução da intensidade deste pico de difração. Com o incremento das temperaturas de tratamentos térmicos para 200, 300 e 400 °C, observa-se a manutenção das intensidades.

Já com a realização do tratamento térmico a temperatura de 500 °C, condições C5a, Z5cA5a e Z5cR5a, houve um incremento significativo, decréscimo e manutenção da intensidade, respectivamente, para o pico de difração associado ao precipitado Al_7Cu_2Fe .

Ao realizar o tratamento térmico de recozimento a temperatura de 200 °C de encharque nas amostras deformadas (condições C2, Z5cA2 e Z5cR2), não se observa modificações significativas nos picos de difração referentes a matriz de alumínio. Porém alguns picos,

principalmente para a condição Z5cR (FIG. 4.24) houve um ligeiro incremento da intensidade de todos os picos de difração, e a condição Z5cA2 (FIG. 4.23) que apresentou uma maior intensidade do pico associado ao plano (220).

Em relação aos picos associados aos precipitados identificados, principalmente os que foram evidenciados entre os ângulos de 2θ de 46 a 51° , observa-se que com a realização do tratamento térmico de recozimento com a temperatura de 200°C , estes ficaram mais definidos e suas intensidades foram ligeiramente maiores do que os presentes nas amostras deformadas.

Comparando os valores obtidos da dureza Vickers com os difratogramas, da mesma forma como ocorreu na condição Z e Z2 (FIG. 4.14), o decréscimo da dureza das condições C, Z5cA e Z5cR para as condições C2, Z5cA2 e Z5cR2 (FIG. 4.21), pode ser devido ao início do coalescimento dos precipitados devido a maior evidência dos picos referentes aos precipitados com a realização do tratamento térmico.

Com o incremento da temperatura do tratamento térmico de recozimento para 300°C , observa-se uma modificação mais acentuada nas intensidades dos picos de difração do alumínio, no qual para as condições C3 e Z5cR3 o pico de difração referente ao plano (311) teve uma maior intensidade em relação aos demais. Já para a condição Z5cA o pico que teve uma maior intensidade foi o referente ao plano (220). Esta maior intensidade de um determinado plano de difração, pode estar associada ao início da recristalização dos grãos, e contribuindo assim para uma maior intensidade de um determinado plano de difração.

Também é evidenciado um aumento das intensidades dos picos de difração para os precipitados com o aumento da temperatura do tratamento térmico para 300°C . Desta forma pode-se inferir que o mecanismo de coalescimento dos precipitados ainda se fazem presentes. Devido ao somatório destes fatores, o engrossamento dos precipitados devido o coalescimento, e possivelmente o início da recristalização das amostras deformadas e submetidas ao tratamento térmico de recozimento a 300°C , contribuíram para um maior decréscimo da dureza Vickers das condições C2, Z5cA2 e Z5cR2 para as condições C3, Z5cA3 e Z5cR3 (FIG. 4.21).

Com a realização do tratamento térmico a temperatura de 400°C , observa-se um pico com intensidade maior do que os demais picos de difração para a matriz de alumínio, no qual para as amostras C4, Z5cA4 e Z5cR4 estes picos foram (220), (200) e (111), respectivamente. Com exceção da condição C4, houve um incremento significativo nas intensidades dos planos de difração (111), cujo comportamento não foi observado nas condições anteriores.

Com o objetivo de comparar as diferenças microestruturais após a realização do tratamento térmico de recozimento, nas FIG. 4.25 a FIG. 4.27 estão apresentadas imagens obtidas via MET

de amostras das condições C, Z5cA e Z5cR, respectivamente, com uma menor ampliação (a, c, e) e uma maior ampliação (b, d, f). Nas figuras, os índices “GR” indicam os grãos recristalizados, “GA” indicam os grãos alongados, “S” indicam cavidades e “M” indicam os precipitados de dimensão intermediária.

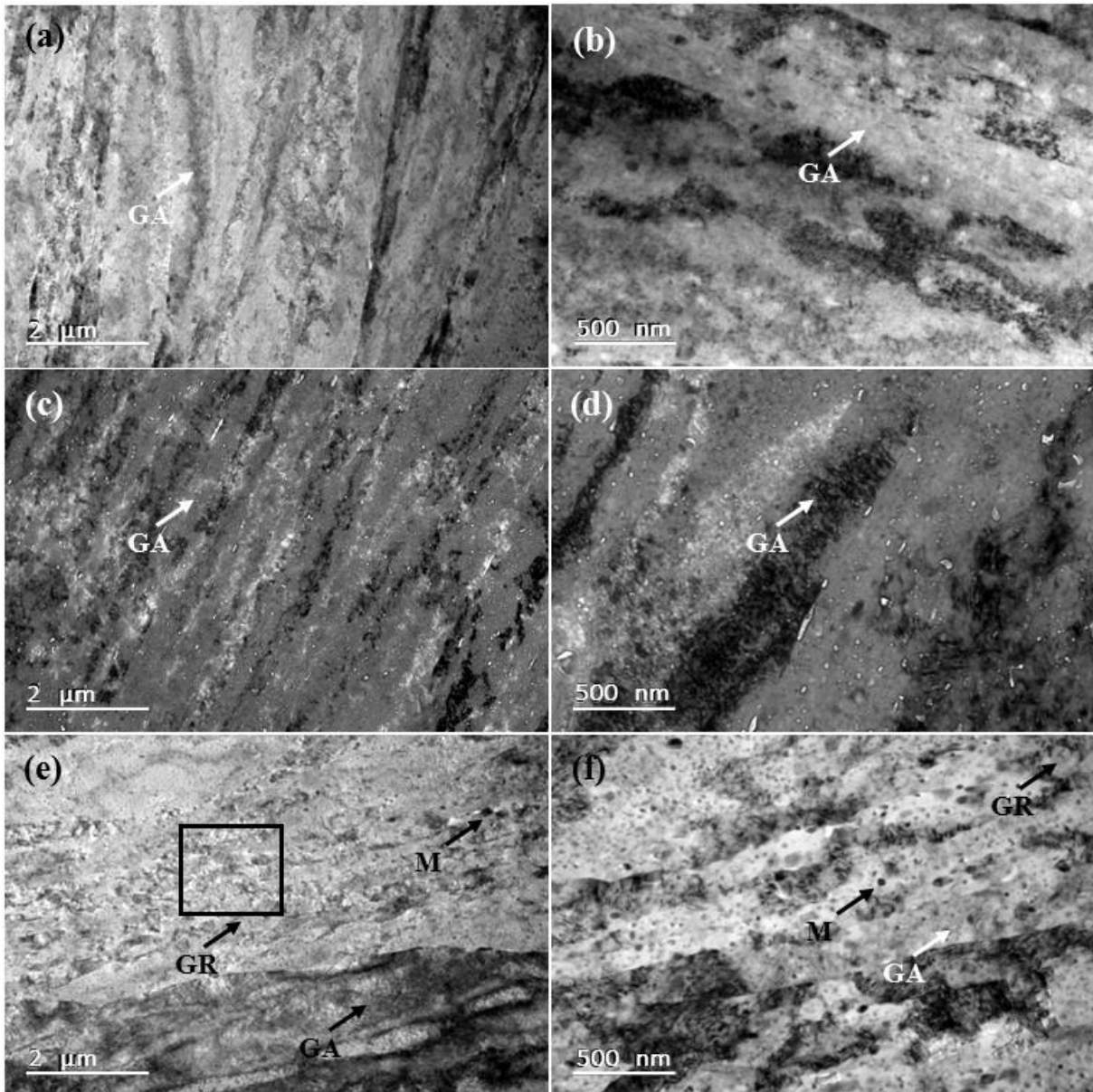


FIG. 4.25 Imagens obtidas via MET das condições C ((a), (b)), C2 ((c), (d)) e C3 ((e), (f)) com um menor aumento ((a), (c), (e)) e um maior aumento ((b), (d), (f)).

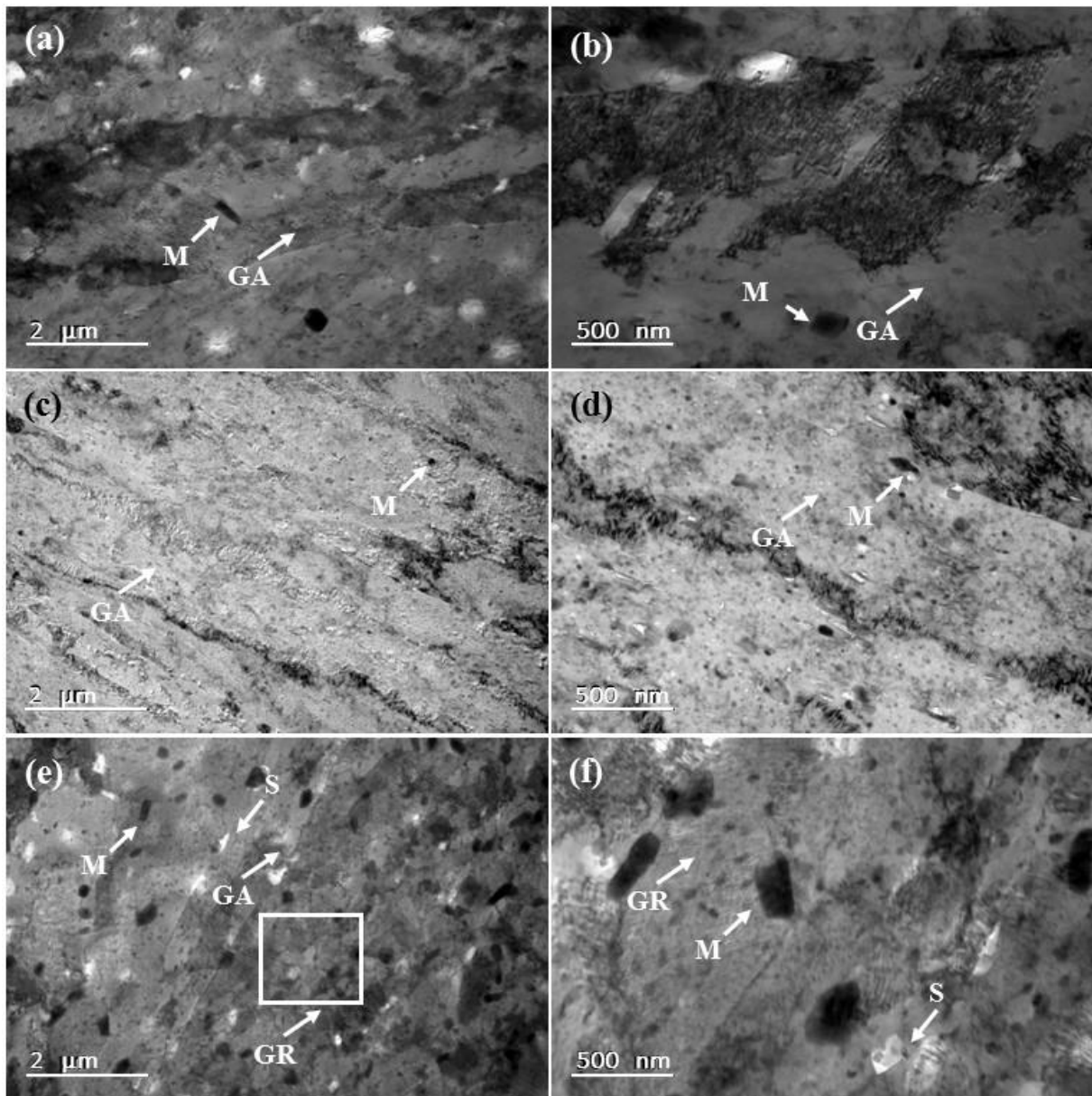


FIG. 4.26 Imagens obtidas via MET das condições Z5cA ((a), (b)), Z5cA2 ((c), (d)) e Z5cA3 ((e), (f)) com um menor aumento ((a), (c), (e)) e um maior aumento ((b), (d), (f)).

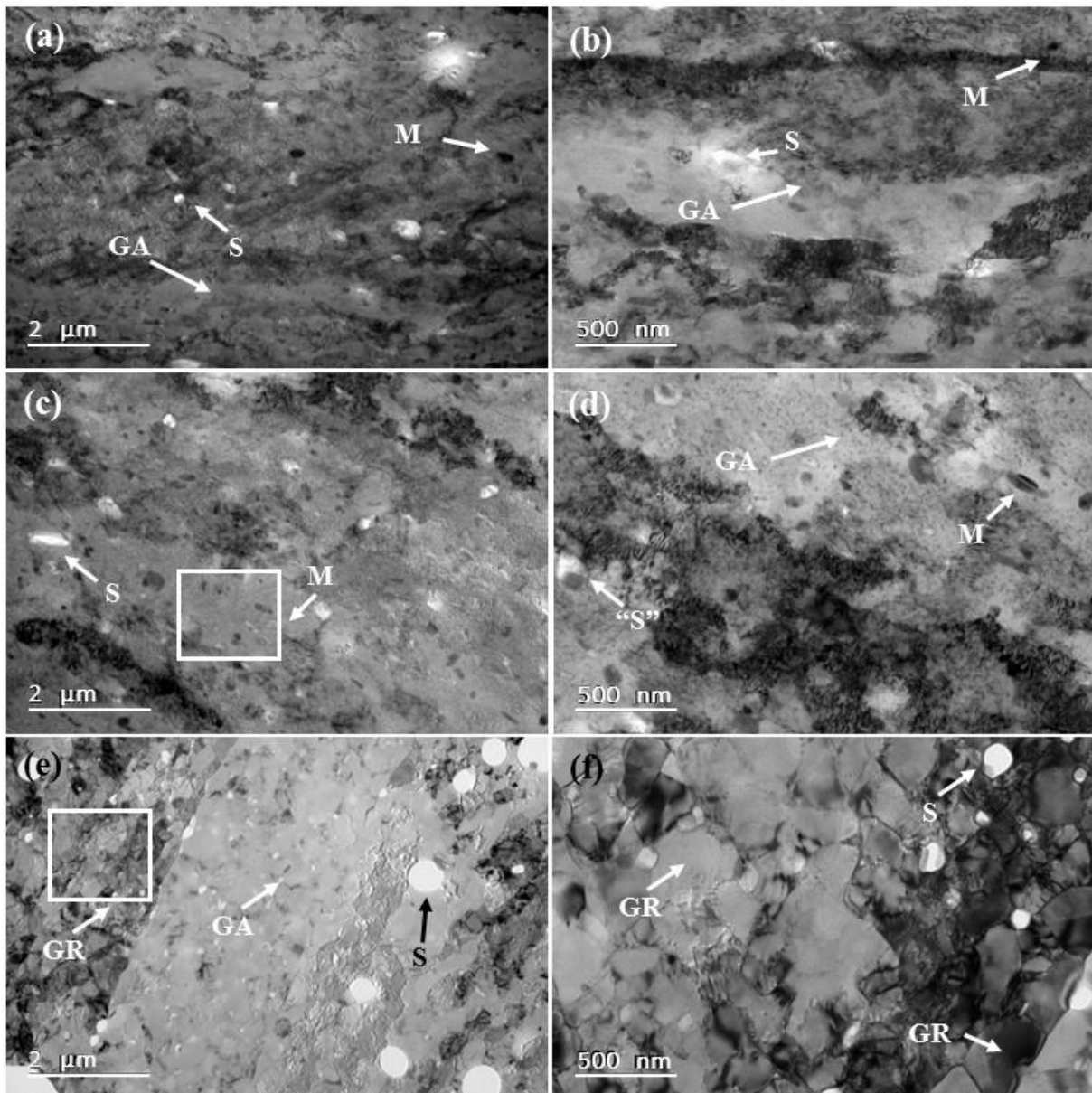


FIG. 4.27 Imagens obtidas via MET das condições Z5cR ((a), (b)), Z5cR2 ((c), (d)) e Z5cR3 ((e), (f)) com um menor aumento ((a), (c), (e)) e maior aumento ((b), (d), (f)).

Pode-se observar nas FIG. 4.25 a FIG. 4.27 (a) e (b), que a estrutura de grãos não é evidenciado claramente conforme é evidenciado para as condições CR (FIG. 4.4 (a) e (b)) e Z (FIG. 4.19 (a) e (b)). Porém, em algumas regiões são evidenciados indícios de alguns grãos alongados (indicados por GA), os quais possivelmente indicam a direção de laminação de cada amostra.

Outro fato observado é que as condições Z5cA e Z5cR e suas respectivas condições que foram submetidas aos tratamentos térmicos de recozimento nas temperaturas de 200 e 300 °C (condições Z5cA2, Z5cR2, Z5cA3 e Z5cR3, respectivamente) apresentam uma aparente maior fração volumétrica de precipitados com tamanho intermediário, indicados por M nas figuras,

em relação a condição C, C2 e C3. Tal fato era esperado, devido ao coalescimento dos precipitados com a realização do tratamento térmico de recozimento a temperatura de 500 °C durante 60 minutos de encharque.

Com a realização dos tratamentos térmicos das amostras deformadas (condições C3, Z5cA3) na temperatura de 300 °C, foram observadas e indicadas por GR, regiões de grãos recristalizados, FIG. 4.25 e FIG. 4.26 (e) e (f). Porém, não é evidenciado com detalhes, devido à falta de contraste obtidos nas análises.

Para a condição Z5cR3, cuja microestrutura é apresentada na FIG. 4.27, é observado com clareza regiões recristalizadas (indicadas por GR). Estes claros indícios corroboram com os dados de durezas apresentadas, pois das três condições de deformações (C, Z5cA e Z5cR), a condição Z5cR apresentou o maior decréscimo de dureza quando submetida ao tratamento térmico de recozimento, a temperatura de 300 °C durante 15 minutos. Possivelmente devido a combinação da dissolução dos dispersóides η' e $MgZn_2$ e início da recristalização da matriz.

Outro fato também observado mais claramente nas imagens obtidas por MET da condição Z5cR3 (FIG. 4.27 (e)), é a presença de um grão grosseiro alongado (indicado por GA), ao lado de uma região com uma alta fração volumétrica de grãos recristalizados. Possivelmente tal comportamento indica uma possível maior densidade de discordâncias em um grão do que o outro, frutos da deformação de uma estrutura heterogênea de grãos (grãos com uma maior e menor espessura).

4.4 COMPORTAMENTO EM TRAÇÃO DA LIGA DE ALUMÍNIO 7475-T7351 EM SUAS DISTINTAS CONDIÇÕES DE PROCESSAMENTO

Com o objetivo de testar distintos condicionamentos microestruturais, conforme apresentado anteriormente, e constatar suas influências nas propriedades mecânicas quanto a tração uniaxial, foram conduzidos ensaios a temperatura ambiente, e ensaios nas temperaturas de 250, 300 e 350 °C e com as taxas de deformação de 5×10^{-4} e $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Após a fratura dos corpos de provas tracionados a quente, foram realizadas análises de fratura das condições selecionadas, para verificar a influência do condicionamento microestrutural prévio e sua evolução de acordo com a temperatura utilizada no ensaio de tração.

4.4.1 Comportamento Mecânico quanto a Tração a Temperatura Ambiente

Nas FIG. 4.28 a FIG. 4.30 estão apresentadas as curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia de três corpos de prova ensaiados a temperatura ambiente para cada uma das condições C, C2, C3, Z5cA, Z5cA2, Z5cA3, Z5cR, Z5cR2 e Z5cR3. Nestas figuras, estão apresentados quadros com os valores médios dos três corpos de prova ensaiados para cada uma das condições ensaiadas, onde LE indica limite de escoamento (medido em MPa), LR indica o limite de resistência (medido em MPa) e ϵ indica a deformação plástica medida no corpo de prova após a fratura do corpo de prova (medido em % de deformação).

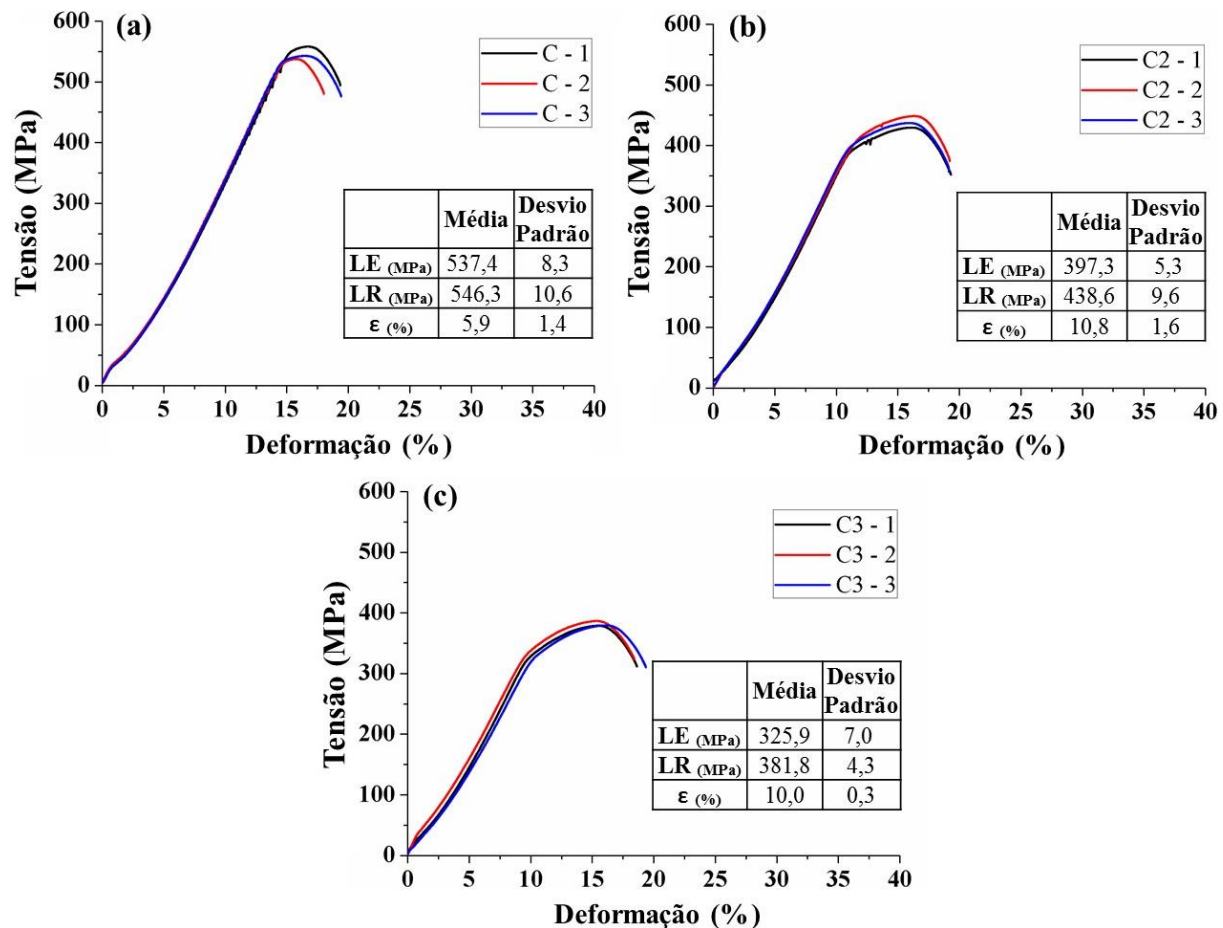


FIG. 4.28 Curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia das condições (a) C, (b) C2 e (c) C3, obtidos pelo ensaio de tração a temperatura ambiente.

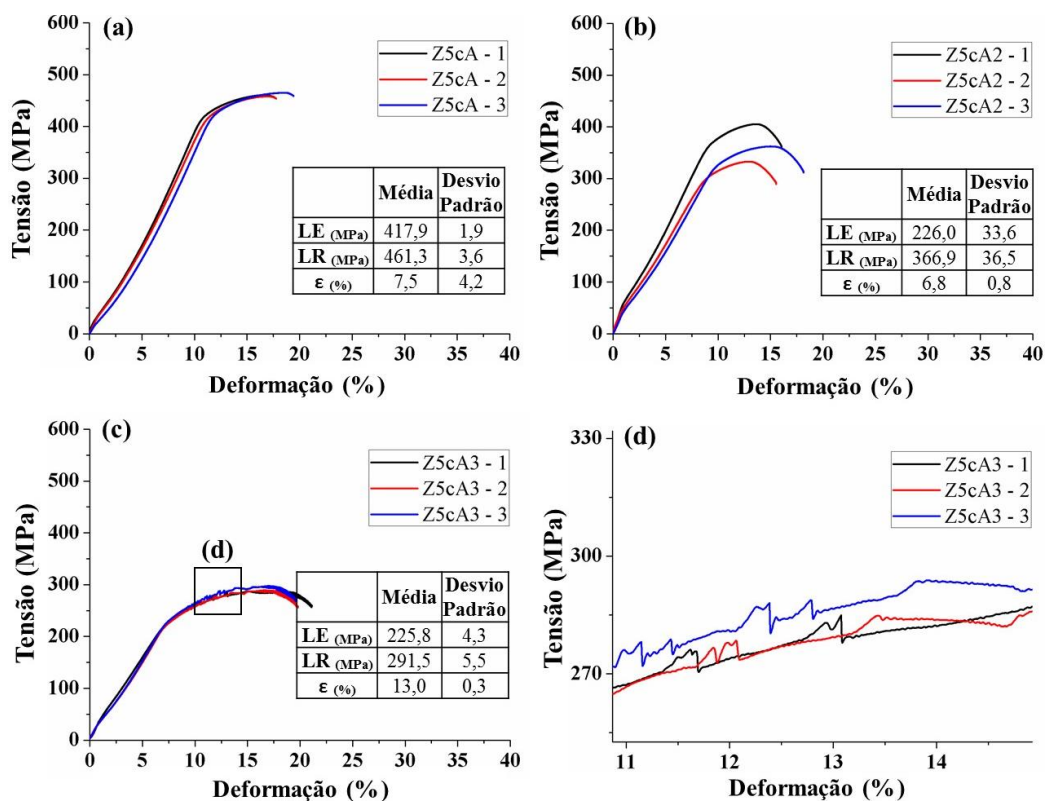


FIG. 4.29 Curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia das condições (a) Z5cA, (b) Z5cA2 e (c) Z5cA3, obtidos pelo ensaio de tração a temperatura ambiente. (d) Detalhamento da região destacada na curva tensão x deformação indicada na FIG. 4.29c

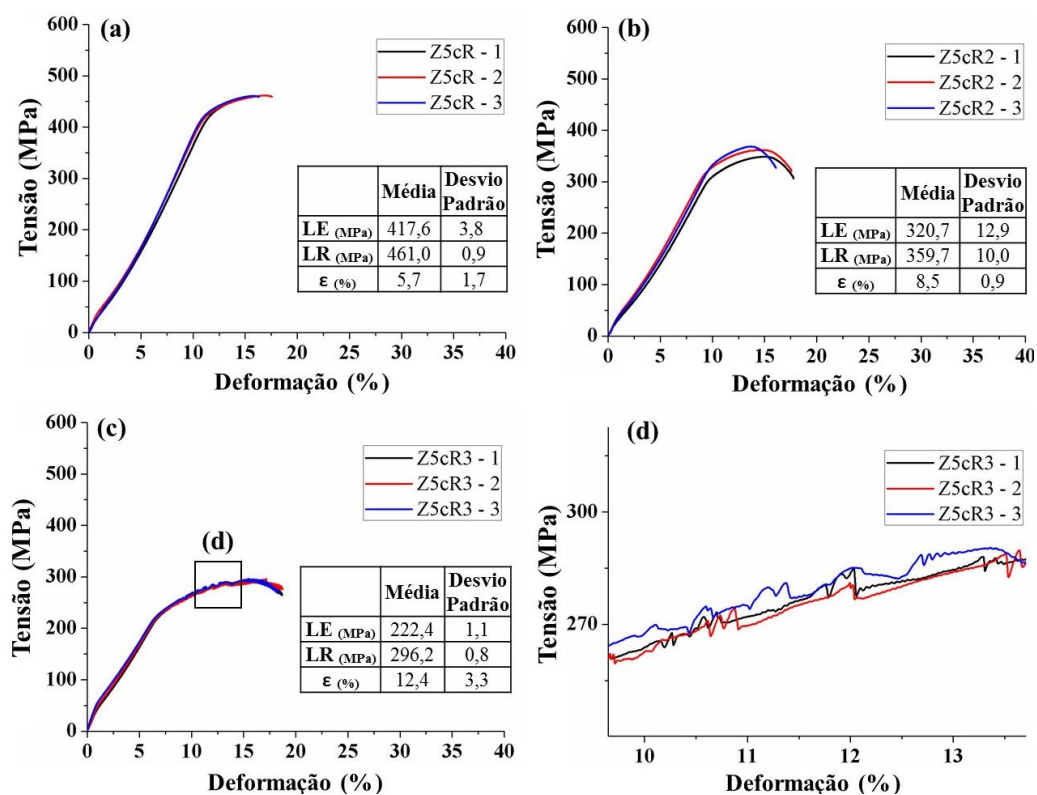


FIG. 4.30 Curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia das condições (a) Z5cR, (b) Z5cR2 e (c) Z5cR3, obtidos pelo ensaio de tração a temperatura ambiente. (d) Detalhamento da região destacada na curva tensão x deformação indicada na FIG. 4.30c

Para uma melhor visualização da influência dos tratamentos térmicos realizados nas amostras deformadas, na FIG. 4.31 é apresentado um gráfico que demonstra a evolução da propriedade mecânica de (a) LE, (b) LR e (c) ϵ após a ruptura do corpo de prova, das condições em estudo, obtidas pelo ensaio de tração a temperatura ambiente. Na FIG. 4.30, “Def” indicam as condições que foram laminadas até 3 mm de espessura (condições C, Z5cA e Z5cR), 200 °C indicam as operações de tratamento térmico de recozimento a 200 °C durante 15 minutos (condições C2, Z5cA2 e Z5cR2), 300 °C indicam as operações de tratamento térmico de recozimento à 300 °C durante 15 minutos (condições C3, Z5cA3 e Z5cR3).

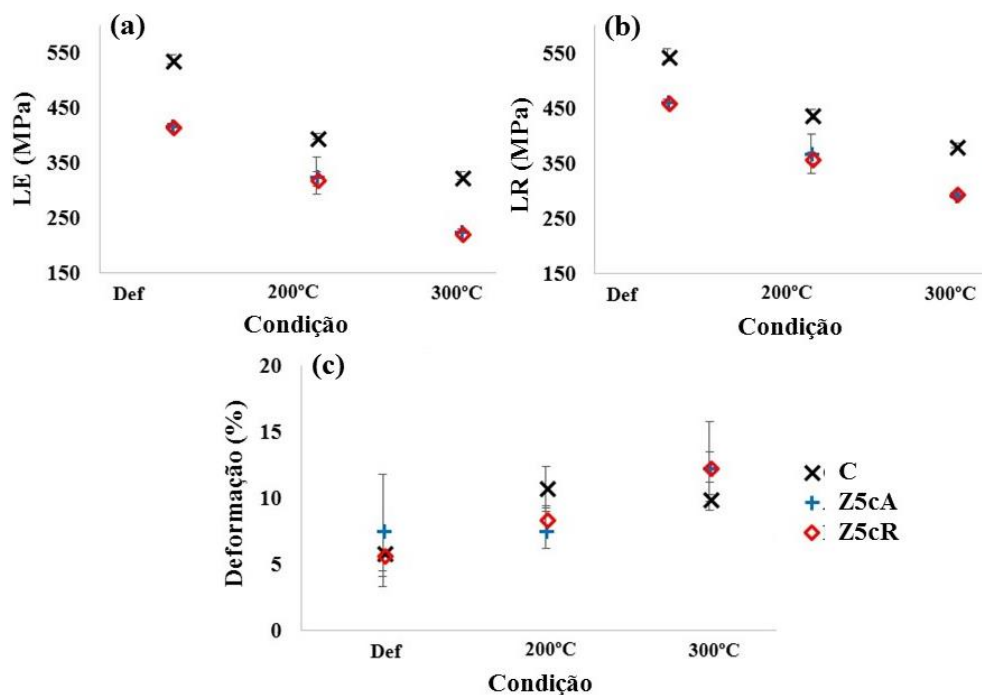


FIG. 4.31 Evolução do (a) LE, (b) LR e (c) ϵ das condições em estudo, obtidos pelo ensaio de tração a temperatura ambiente.

O primeiro aspecto geral que pode ser observado nas curvas das condições Z5cA3 e Z5cR3 (FIG. 4.29 e FIG. 4.30 (c), respectivamente), é a presença de serrilhados discretos e não bem definidos na região plástica, que podem ser melhores visualizados nas FIG. 4.29 (d) e FIG. 4.30 (d). Este fato poderia indicar que as rotas de processamento termomecânico Z5cA3 e Z5cR3 realizadas na liga 7475-T7351 propiciaram modificações estruturais que possivelmente favoreceram algum envelhecimento dinâmico durante o ensaio de tração a temperatura ambiente. No entanto, se faz necessário a condução de estudos detalhados para confirmar tal fato.

De acordo com os gráficos que demonstram a evolução do LE e LR, apresentados nas FIG.

4.31 (a) e (b), respectivamente, é observado que ao realizar a laminação convencional após a condição Z5c conduzida a temperatura ambiente (condição Z5cA) ou com resfriamento prévio em nitrogênio líquido (condição Z5cR), tais metodologias distintas embora resultaram em valores diferentes de dureza (FIG. 4.21), não trouxeram uma influência significativa nas propriedades mecânicas em termos de LR e LE, ou seja, ambos os valores obtidos tanto na condição Z5cA quanto na condição Z5cR, são praticamente os mesmos.

Este comportamento não era esperado, pois com a realização da laminação convencional com resfriamento prévio em nitrogênio líquido foi evidenciado uma maior dureza em relação a condição Z5cA, e sendo assim era esperado que os valores médios do LE e LR, também fossem superiores em relação aos valores obtidos na condição Z5cA, devido ao maior encruamento da amostra Z5cR.

Conforme apresentado na FIG. 4.12 (a), a condição CR apresentou um valor médio de LE e LR de $402,1 \pm 8,9$ MPa e $471,4 \pm 5,9$ MPa, respectivamente. Com a realização da laminação convencional (condição C), houve a evolução dos valores de LE e LR os quais tiveram um incremento para $537,4 \pm 8,3$ e $546,3 \pm 10,6$ MPa, respectivamente. Também foi observado o incremento dos valores de LE, e um pequeno decréscimo no valor de LR para as condições Z5cA e Z5cR, ou seja, a condição Z5c (FIG. 4.20) apresentou os valores de LE e LR de $288,8 \pm 9,9$ e $472,3 \pm 2,1$ MPa, respectivamente, e com a realização da laminação convencional a temperatura ambiente e com resfriamento prévio em nitrogênio líquido, condições Z5cA e Z5cR, os valores médios de LE e LR foram $417,9 \pm 1,9$ e $417,6 \pm 3,8$ MPa, e $461,3 \pm 3,6$ e $461,0 \pm 0,9$ MPa, respectivamente.

O incremento do LE e LR da condição CR para a condição C e o incremento do LR da condição Z5c para as condições Z5cA e Z5cR, é devido ao encruamento e possível achatamento dos grãos que foram provocados devido a laminação convencional que as amostras foram submetidas.

Porém o valor médio de LR foram ligeiramente menores ao se comparar os valores obtidos das condições Z5cA e Z5cR ($461,3 \pm 3,6$ e $461,0 \pm 0,9$, respectivamente) com o valor obtido para a condição Z5c, no qual foi de $472,3 \pm 2,1$.

Em relação a deformação plástica (ϵ) obtida após a ruptura de amostras das condições C, Z5cA e Z5cR, estas apresentaram os valores de: $5,9 \pm 1,4\%$, $7,5 \pm 4,2\%$ e $5,7 \pm 1,7\%$, respectivamente. Era esperado que as condições submetidas à laminação cruzada, recristalizadas e posteriormente laminadas convencionalmente, apresentassem valores de deformação maiores do que o da condição C, pois as condições Z5cA e Z5cR como foram

submetidas a um tratamento térmico de recozimento para recristalização, tiveram as tensões internas devido ao encruamento aliviadas pela recristalização dos grãos. O comportamento da condição Z5cA seguiu o esperado, porém a condição Z5cR apresentou um valor médio de deformação ligeiramente inferior ao da condição C, e este comportamento, pode ser justificado pelo resfriamento em nitrogênio que a condição Z5cR foi submetida durante o seu processamento.

Um fato observado, no qual é apresentado na FIG. 4.31, é que tanto o valor médio do LE quanto o valor médio do LR obtidos para as condições Z5cA e Z5cR, apresentam valores inferiores aos valores médios obtidos para o LE e LR da condição C. Este comportamento mostra que embora as condições Z5cA e Z5cR, que sofreram um tratamento térmico de recozimento para recristalização intermediário (condição Z5c), e tal tratamento térmico foi suficiente para promover a recristalização da condição Z (como foi demonstrado em 4.2 LAMINAÇÃO CRUZADA E TRATAMENTOS TÉRMICOS DE RECOZIMENTO PARA RECRISTALIZAÇÃO), com a realização da laminação convencional posterior, esta não foi suficiente para armazenar energia interna na forma de encruamento, que proporcionasse um incremento na resistência mecânica das condições Z5cA e Z5cR, que fizesse com que estas tivessem os valores médios de limite de escoamento e limite de resistência superiores do que a condição C.

Como é reportado na literatura, o alumínio é um metal de alta energia de falha de empilhamento, e devido a isto, com a realização de um determinado grau de deformação plástica, este não apresenta um relativo alto incremento na densidade de discordâncias, em comparação com os metais com baixa energia de falha de empilhamento (PADILHA e SICILIANO Jr, 2005). Este fato é justificado, pois metais com alta energia de falha de empilhamento, apresentam discordâncias dissociadas em parciais próximas umas das outras, facilitando assim o escorregamento com desvio e escalada. Desta forma, as discordâncias apresentam uma grande mobilidade, podendo-se aniquilar-se com as discordâncias vizinhas de sinal oposto ou se rearranjarem (PADILHA e SICILIANO Jr, 2005).

Além do encruamento, a resistência mecânica pode ser aumentada na deformação plástica de metais devido à mudança do formato dos grãos do metal provocada pela deformação, no qual estes são achatados e alongados na direção de laminação, proporcionando a formação de uma textura de deformação. Sendo assim, a área dos contornos de grão por unidade de volume aumenta, gerando-se assim um tamanho médio menor dos mesmos (PADILHA e SICILIANO Jr, 2005; WANG *et al.*, 2015).

Com base nas microestruturas apresentadas nas FIG. 4.25, FIG. 4.26 e FIG. 4.27 ((a) e (b)) para as condições C, Z5cA e Z5cR, respectivamente, devido ao contraste obtido por MET, não há evidências de redução significativas do tamanho de grão devido a deformação realizada, sendo assim, o incremento da resistência mecânica só é possível devido ao encruamento das amostras.

Outro fato observado com base nos gráficos de Tensão (MPa) x Deformação (%) apresentados nas FIG. 4.28, FIG. 4.29 e FIG. 4.30, e os gráficos que demonstram a evolução do LE e LR, apresentados na FIG. 4.31 (a) e FIG. 4.31 (b), respectivamente, é que ao realizar o tratamento térmico de recozimento nas condições deformadas (C, Z5cA e Z5cR), há um decréscimo nos valores dos LE e LR em relação a condição deformada, e um incremento nos valores obtidos para a deformação. Estes comportamentos são mais acentuados quanto maior é a temperatura do tratamento térmico. Este fato, reafirma em conjunto com os resultados obtidos para a dureza que ao realizar do tratamento térmico de recozimento para alívio de tensões, ocorre o início da recristalização da amostra.

4.4.2 Comportamento Mecânico quanto a Tração a Quente

Nas FIG. 4.32, FIG. 4.33 e FIG. 4.34 estão apresentados os resultados das curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia para as condições em estudo, em relação aos parâmetros de ensaio utilizados no ensaio de tração a quente. Nos gráficos apresentados, não foram plotados os valores de Tensão (MPa) e Deformação (%) para a condição Z5cR, ensaiada à uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e a uma temperatura de 300 °C, porque durante o ensaio de tração a quente, houve o desprendimento do termopar que controlava a aquisição de temperatura, provocando a fusão do corpo de prova.

Também não foi plotada a curva de Tensão (MPa) e Deformação (%) de engenharia para a taxa de deformação de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e temperatura de 250 °C, pois não houve o registro dos valores de Tensão (MPa) e Deformação (%) pelo programa de aquisição de dados no Simulador Termomecânico (Gleeble 3800).

Para uma melhor interpretação do leitor, em Anexos 3 – Resultados obtidos nos ensaios de tração com distintas temperaturas e taxas de deformação, são apresentados todos os valores numéricos obtidos para a deformação plástica, limite de resistência e redução percentual da área

obtidos nos ensaios de tração a quente, e os valores de limite de escoamento, limite de resistência e deformação plástica, para os ensaios de tração conduzidos a temperatura ambiente.

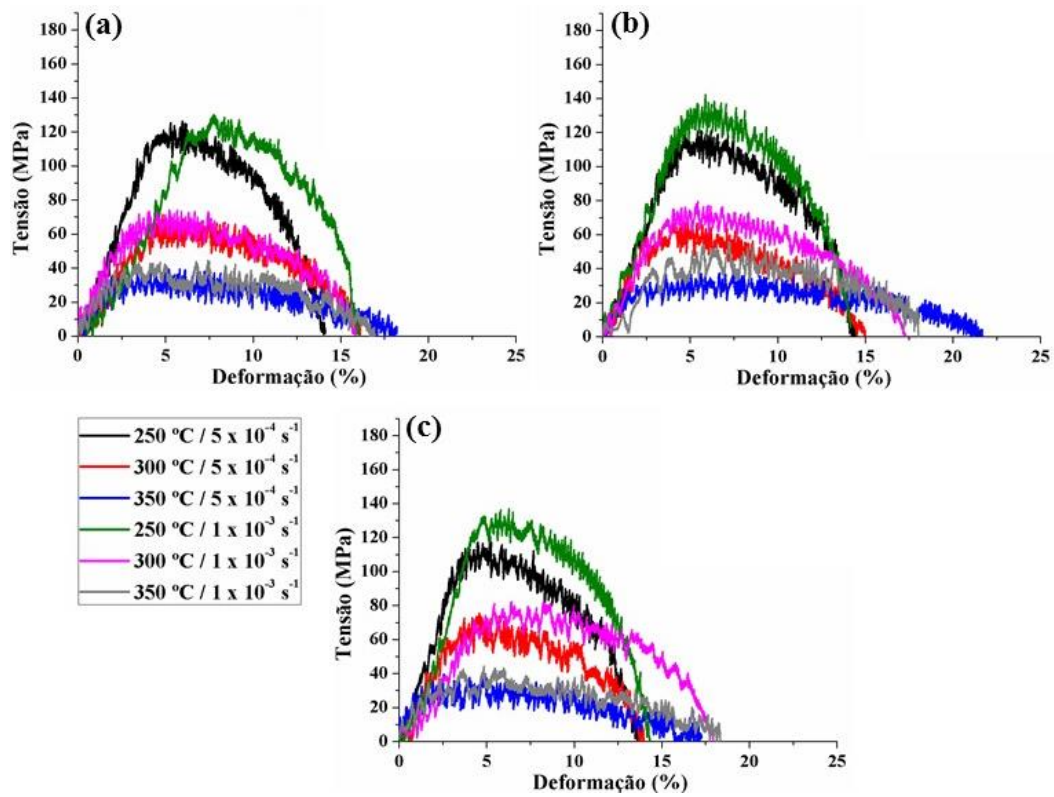


FIG. 4.32 Curva Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia obtidas no ensaio de tração a quente para as condições (a) C, (b) C2 e (c) C3.

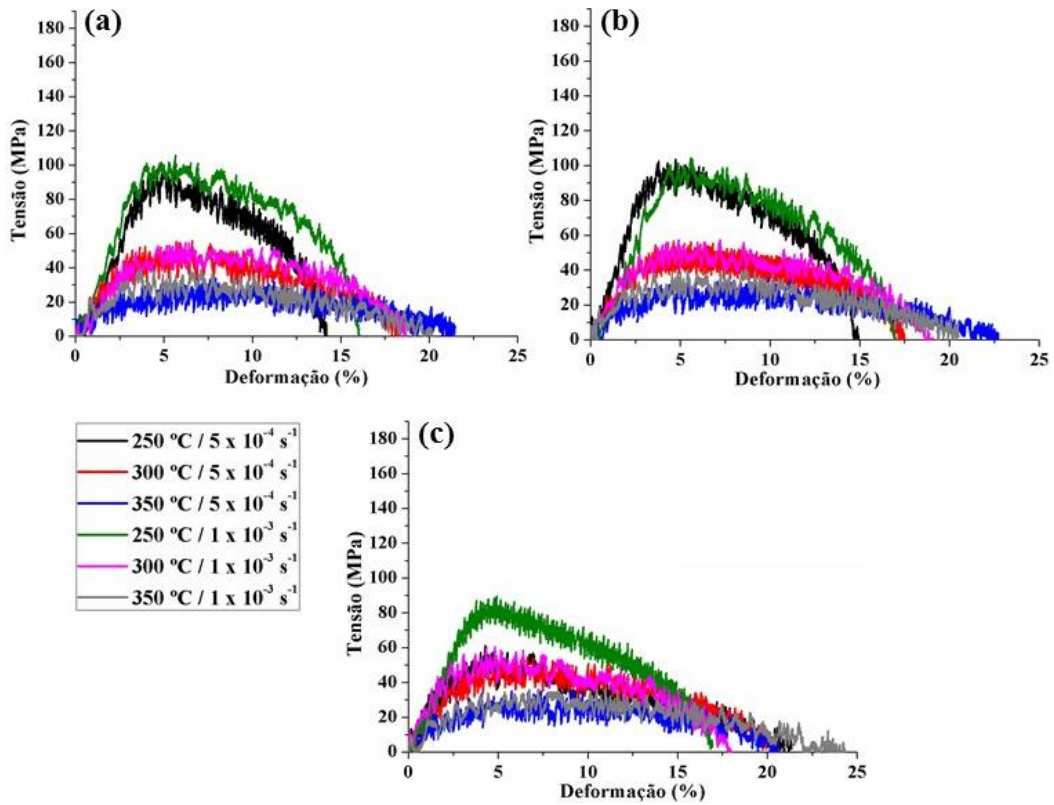


FIG. 4.33 Curva Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia obtidas no ensaio de tração a quente para as condições (a) Z5cA, (b) Z5cA2 e (c) Z5cA3.

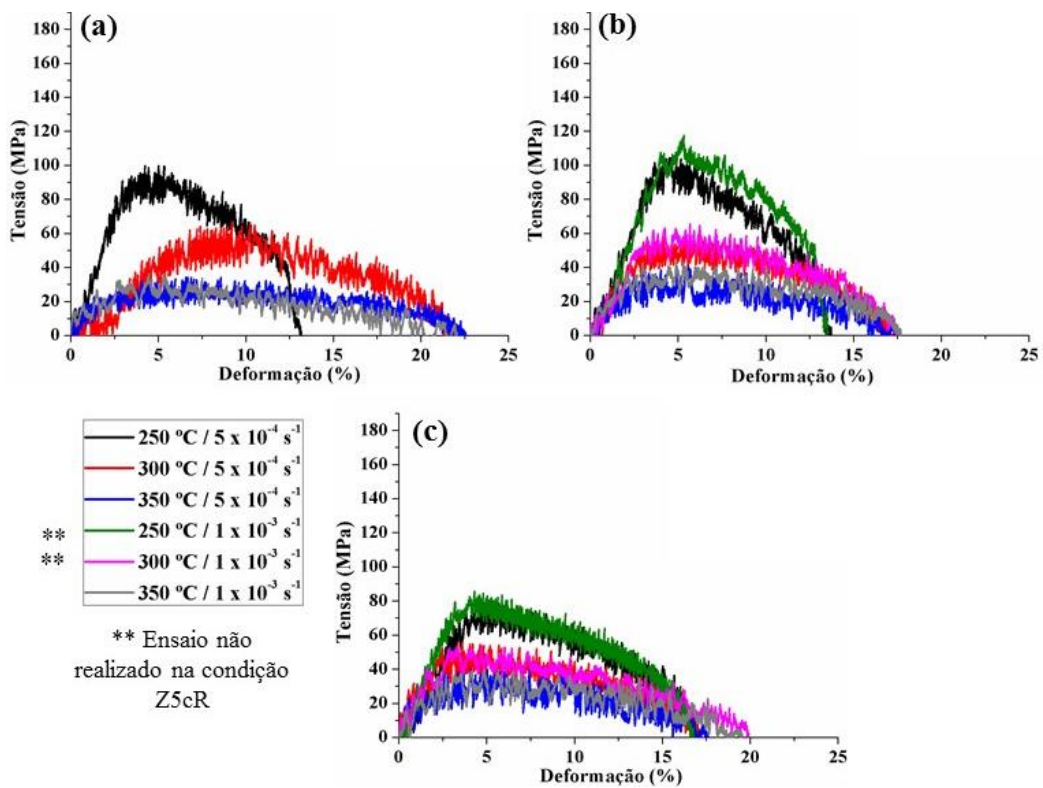


FIG. 4.34 Curva Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia obtidas no ensaio de tração a quente para as condições (a) Z5cR, (b) Z5cR2 e (c) Z5cR3.

Assim como foi observado no ensaio de tração a quente para a condição CR, as demais condições que foram submetidas ao ensaio de tração a quente também apresentam um “serrilhado” ao longo de toda a curva de Tensão (MPa) x Deformação de engenharia (%). Este comportamento também se deve ao envelhecimento dinâmico durante o ensaio de tração a quente conforme apresentado em 2.4 ENSAIO DE TRAÇÃO E SUA RESPOSTA QUANTO AO CONDICIONAMENTO MICROESTRUTURAL E PARÂMETROS DE ENSAIO UTILIZADOS.

Para melhor ser evidenciado a influência da temperatura de ensaio, taxa de deformação e condicionamento microestrutural no ensaio de tração a quente, na TAB. 4.3 estão apresentados os valores de limite de resistência a tração (LR, medidos em MPa), obtidos no ensaio de tração a quente (FIG. 4.32, FIG. 4.33 e FIG. 4.34) para todas as condições em estudo, de acordo com a temperatura e taxa de deformação utilizadas no ensaio de tração.

Com base nos resultados de LR obtidos e apresentados na TAB. 4.3, é evidenciada uma tendência de comportamento do LR em relação as taxas de deformação utilizadas no ensaio de tração a quente, e este comportamento também tem influência pelas temperaturas do ensaio de tração.

TAB. 4.3 Limite de resistência a tração (LR, medidos em MPa), obtidos no ensaio de tração a quente para as condições em estudo.

Temperatura do ensaio	Taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$			Taxa de deformação de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$		
	250 °C	300 °C	350 °C	250 °C	300 °C	350 °C
C	126,22	71,31	39,32	130,12	74,08	44,52
C2	120,86	67,47	37,33	142,20	79,40	55,89
C3	120,01	75,46	39,85	136,82	82,33	44,19
Z5cA	102,23	55,72	33,83	105,74	54,62	39,37
Z5cA2	103,54	56,50	35,09	104,08	57,30	40,26
Z5cA3	60,95	54,61	35,32	89,63	60,32	36,40
Z5cR	99,65	66,56	34,28	-	-	36,74
Z5cR2	104,45	58,97	40,39	117,46	65,42	43,88
Z5cR3	82,13	55,62	41,11	85,65	53,77	39,71

Ao realizar o ensaio de tração a quente nas amostras em estudo a uma temperatura de 250 °C, é observado que para uma maior taxa de deformação ($1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$), maior é o LR da amostra ensaiada. Porém, ao realizar os ensaios de tração nas temperaturas de 300 e 350 °C, a diferença entre os LR's obtidos de acordo com as duas taxas de deformação utilizadas no ensaio, tende a decrescer quanto maior for temperatura.

Esta tendência de comportamento apresentados pelos LR's, é reportada em parte na literatura (GARCIA, SPIM e dos SANTOS, 2014; LI, 2017), pois no geral quanto maior for a taxa de deformação utilizada no ensaio, maior é o LR obtido. Porém não é discutido este comportamento de quanto maior for a temperatura do ensaio de tração, menor é a diferença entre os LR's obtidos para duas mesmas taxas de deformações.

A justificativa para este comportamento, pode ser tão simplesmente devido a pequena diferença entre as duas taxas de deformação utilizadas no ensaio de tração a quente, que devido a temperatura de ensaio, estas tendem a ter a mesma influência na deformação da liga de alumínio 7475-T7351 e em sua evolução microestrutural. Em estudos posteriores, serão realizados ensaios em amostras similares as utilizadas neste trabalho, porém com uma gama maior de diferentes taxas de deformação, e também uma maior diferença entre as taxas de deformação, para ser melhor constatado a afirmação anterior ou não.

Por sua vez, a temperatura do ensaio de tração também tem uma influência significativa na resistência mecânica apresentada por uma determinada amostra tracionada, mantendo todos os outros parâmetros de ensaio constantes (taxa de deformação e condicionamento microestrutural antes do ensaio).

Assim como é reportado na literatura (GARCIA, SPIM e dos SANTOS, 2014; LI, 2017), em geral, as distintas condições em estudo apresentaram um decréscimo significativo na resistência mecânica (mais claramente observados em termos de LR), quanto maior for a temperatura do ensaio de tração, mesmo se tratando de incrementos de 50 °C.

Somado a este comportamento, é evidenciado que para o ensaio realizado com uma taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, cuja taxa de deformação é próxima a utilizada no ensaio de tração a temperatura ambiente (FIG. 4.28, FIG. 4.29 e FIG. 4.30 – taxa de deformação de $5,2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$), um incremento da temperatura de 225 °C, resultou em uma redução brusca do LR conforme é apresentado na FIG. 4.35.

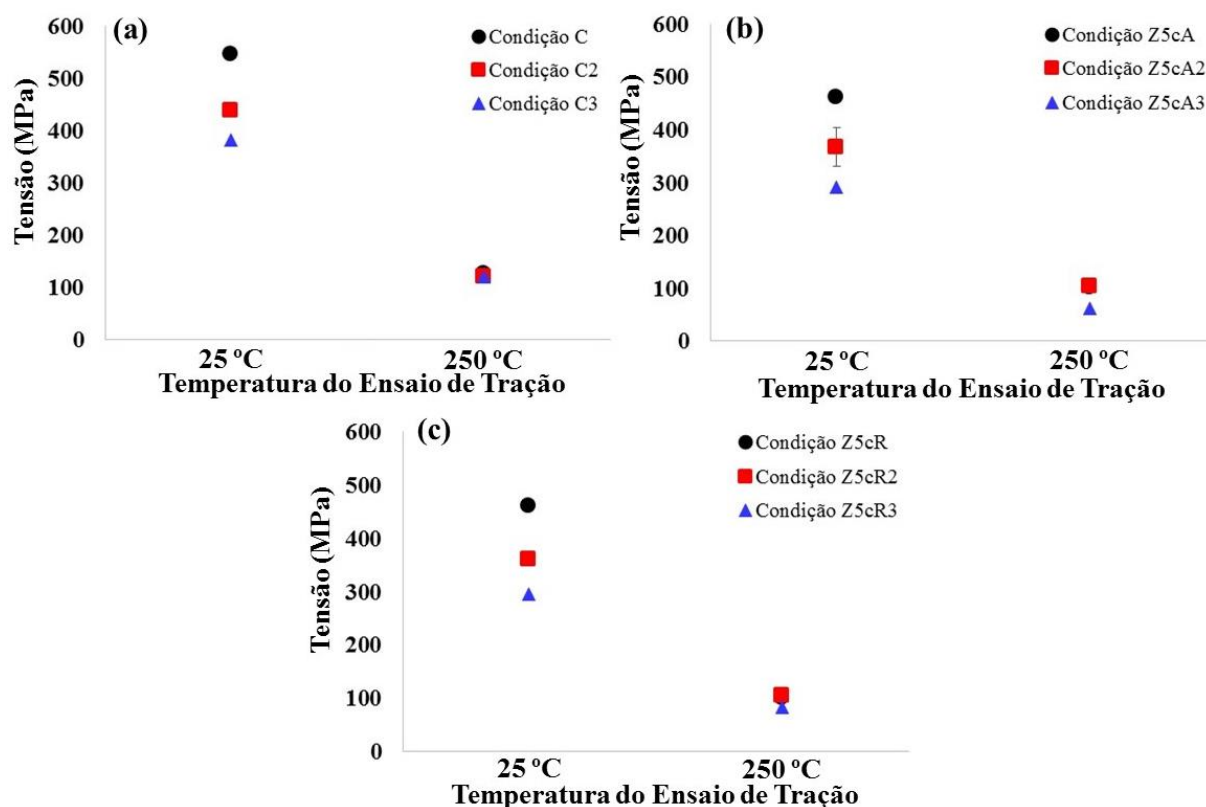


FIG. 4.35 Limite de resistência (LR) obtido de acordo com a temperatura do ensaio de tração para as condições (a) C, C2 e C3, (b) Z5cA, Z5cA2 e Z5cA3, (c) Z5cR, Z5cR2 e Z5cR3.

Foi observado que a redução de LR obtido no ensaio de tração a temperatura ambiente, para o ensaio realizado na temperatura de 250 °C (com uma taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$), é influenciado pelo condicionamento microestrutural da amostra. Sendo assim, é observado que para as amostras apenas deformadas o decréscimo do LR é maior, e este valor reduz conforme é incrementada a temperatura do tratamento térmico de recozimento realizado nas amostras deformadas.

Este comportamento pressupõe que para as amostras deformadas, ao se aquecer o corpo de prova para se realizar o ensaio de tração na temperatura de 250 °C, possivelmente ocorre o mesmo mecanismo de desestabilização de dispersóides de η' e formação de dispersóides de MgZn_2 apresentados anteriormente no item 4.2, e desta forma ocasionando uma queda brusca no LR.

Já para as condições que foram recozidas a 200 e 300 °C, o decréscimo do LR se torna menor, indicando possivelmente a ocorrência do mecanismo anterior, porém em menores proporções.

Ao avaliar a influência do condicionamento microestrutural das amostras tracionadas a

quente, é evidenciado que ocorre uma pequena variação entre os LR das amostras que foram recozidas a 200 °C (condições C2, Z5cA2 e Z5cR2) em relação as amostras deformadas (condições C, Z5cA e Z5cR), independente da temperatura e taxa de deformação.

Porém algumas condições apresentaram diferenças de LR um pouco mais significativas. A condição C2 quando tracionada as temperaturas de 250 e 350 °C a uma taxa de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, apresentou um incremento de aproximadamente 12 MPa em relação a condição deformada. Incrementos de LR ocorreram em outras condições, como pode ser observado na TAB. 4.3, porém foram relativamente baixos em comparação aos obtidos para a condição C2.

Devido ter sido realizado os ensaios de tração a quente em apenas uma amostra de cada condição para cada parâmetro utilizado (taxa de deformação / temperatura de ensaio), este incremento pode estar ligado a pequenas variações de resposta de um determinado corpo de prova frente ao ensaio, não indicando o acontecimento de algum mecanismo metalúrgico durante o ensaio de tração a quente.

Com a realização do tratamento térmico de recozimento com a temperatura de encharque de 300 °C nas amostras deformadas, ou seja, condições C3, Z5cA3 e Z5cR3, é evidenciado uma modificação mais significativa no LR obtido através das curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia, em relação as condições C2, Z5cA2 e Z5cR2.

As condições C3, Z5cA3 e Z5cR3, ensaiadas nas temperaturas de 350, 250 e 300 °C, ambas com uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, apresentaram um decréscimo aproximado de LR de 12, 15 e 12 MPa, respectivamente, em relação as condições C2, Z5cA2 e Z5cR2. Da mesma forma como dito anteriormente, estas pequenas variações podem estar ligadas apenas a pequenas variações de comportamento do corpo de prova frente ao ensaio.

Já para a condição Z5cR3, quando foi ensaiada a uma temperatura de 250 °C, com as taxas de deformações de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, apresentou um decréscimo aproximado do LR em relação a condição Z5cR2 (ensaiadas com os mesmos parâmetros) de 22 MPa e 32 MPa, respectivamente.

Um grande decréscimo do LR também foi evidenciado para a condição Z5cA3, quando tracionada a temperatura de 250 °C, com a taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, cuja apresentou um decréscimo aproximado do LR em relação a condição Z5cA2 (ensaiadas com os mesmos parâmetros) de 43 MPa. Estes grandes decréscimos de LR apresentados por estas 3 últimas amostras ensaiadas, certamente indicam uma instabilidade microestrutural das amostras, ou seja, durante o ensaio de tração, ocorreram mecanismos metalúrgicos que reduzem a resistência mecânica.

A ocorrência de maiores reduções de LR estão relacionadas a temperaturas menores, ou seja, no ensaio realizado a 250 °C. Este comportamento reafirma a hipótese mencionada anteriormente, em que quanto maior a temperatura do ensaio, mais homogêneo fica o comportamento do LR perante o ensaio de tração.

Considerando a influência das temperaturas dos ensaios de tração no que diz respeito ao LR, as condições C, C2 e C3 apresentaram uma melhor estabilidade microestrutural em relação as condições Z5cA, Z5cA2, Z5cA3, Z5cR, Z5cR2 e Z5cR3. Possivelmente este fato pode estar associado a exposição adicional ao aquecimento, a que foram submetidas as amostras que tiveram a primeira parte do processamento realizado via laminação cruzada.

Entre todas as condições em estudo, a condição Z5cR3 é a que apresentou maior variação do LR mediante a exposição da amostra nas temperaturas e taxas de deformação utilizadas nos ensaios. Possivelmente, este comportamento pode estar associado à recristalização, conforme foi evidenciado através das microestruturas obtidas por microscopia eletrônica de transmissão (MET) (apresentadas na FIG. 4.27 (e) e (f)).

Devido aos problemas atrelados à medição da deformação do corpo de prova através da movimentação do cabeçote do Simulador Termomecânico, para se ter uma melhor avaliação da influência dos parâmetros do ensaio de tração a quente e condicionamento microestrutural na deformação, foram utilizados dois métodos distintos. Primeiramente, são apresentados nesta seção a deformação dos corpos de provas obtidos através da medição do comprimento do corpo de prova antes e após a fratura. Na seção 4.4.2.1 Análise de Fratura após a Tração a Quente, serão apresentados os valores da deformação plástica em termos da redução de área percentual.

Devido ao erro inerente associado ao método de medição da deformação plástica (com a utilização de um paquímetro) dos corpos de prova após a fratura, as deformações obtidas com uma diferença inferior a 3%, foram consideradas como deformações plásticas similares.

Com o objetivo de constatar a influência do condicionamento microestrutural prévio, condições C, Z5cA, Z5cR, e seus respectivos tratamentos térmicos, na FIG. 4.36 estão apresentados gráficos que relacionam os resultados obtidos de deformação plástica (ϵ) após a ruptura do corpo de prova, de acordo com as taxas de deformação de (a), (c) e (e) $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e (b), (c) e (f) $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e temperatura de ensaio. Na figura, os índices ((a), (b)) apresentam os resultados para as condições C, C2 e C3; os índices ((c), (d)) para as condições Z5cA, Z5cA2 e Z5cA3; e os índices ((e), (f)) para as condições Z5cR, Z5cR2 e Z5cR3.

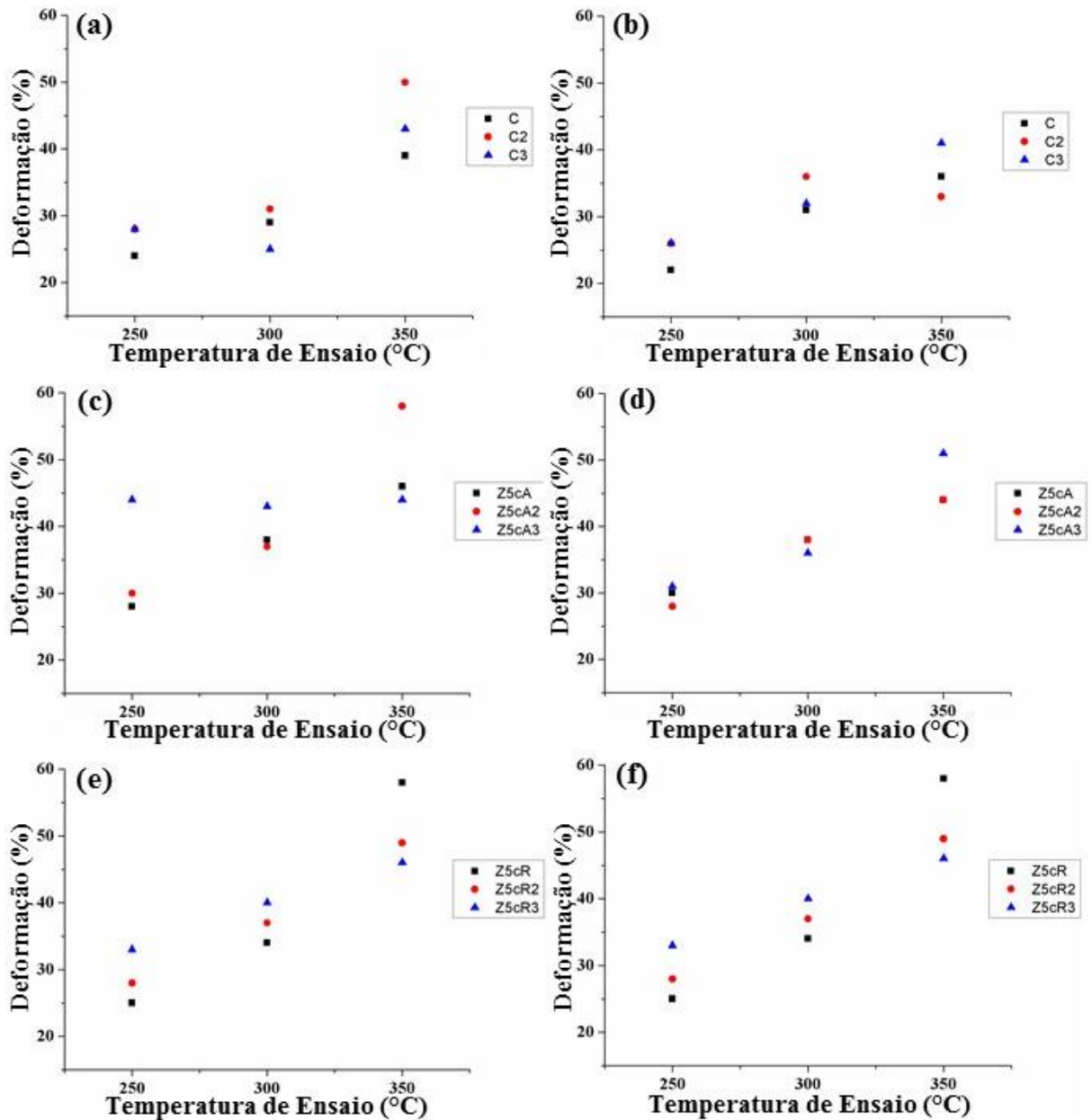


FIG. 4.36 Influência da temperatura utilizada no ensaio de tração a quente, para as taxas de deformação de ((a), (c), (e)) $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e ((b), (d), (f)) $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

A condição Z5cA3 quando ensaiada a uma taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (FIG. 4.36 (c)) apresentou os valores de deformação de 44, 43 e 44% para as temperaturas de ensaio de 250, 300 e 350 °C, respectivamente. De acordo com estes resultados, observa-se que a condição Z5cA3 não apresentou modificações significativas de deformação independente da temperatura de ensaio. Confrontando estes resultados, com os valores de LR apresentados na TAB. 4.3, observa-se que para as temperaturas de 250 e 350 °C, não foram observadas modificações significativas do LR, porém com a temperatura de ensaio de 350 °C ocorreu um decréscimo na resistência mantendo uma mesma deformação.

A condição C3 quando ensaiada a uma taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (FIG. 4.36 (a)) apresentou os valores de deformações de 28, 25 e 43%. A condição C2 ensaiada a uma taxa de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ apresentou valores de deformações de 26, 36 e 33%, ambas as condições para as temperaturas de 250, 300 e 350 °C, respectivamente. Devido ao erro atribuído a medida, observa-se que a condição C3 apresentou uma deformação constante nas duas primeiras temperaturas de ensaio, e após o incremento da temperatura, ocorre uma maior deformação. Já a condição C2, apresenta um incremento da deformação inicialmente e mantém uma deformação similar para o ensaio realizado nas temperaturas de 300 e 350 °C.

Comparando os resultados obtidos das deformações para as condições C2 e C3, nas condições de ensaio citadas anteriormente, com os resultados de LR apresentados na TAB. 4.3, observa-se que enquanto estas amostras apresentaram deformações similares em alguns intervalos de temperatura, o valor do LR reduz constantemente quanto maior for a temperatura.

Para as demais condições em estudo, fixando uma taxa de deformação e uma determinada condição, observa-se que quanto maior a temperatura do ensaio, maior é a deformação obtida na amostra. Normalmente, ocorre o decréscimo do LR da amostra quanto maior for a temperatura, porém este decréscimo do LR é mais acentuado do que ganho de ductilidade da amostra.

Outra comparação que pode ser realizada é a influência das taxas de deformações utilizadas nas deformações (ϵ) obtidas em uma dada temperatura de ensaio. Nas FIG. 4.37, FIG. 4.38 e FIG. 4.39 estão apresentados gráficos que descrevem a influência das taxas de deformações no ensaio de tração, em relação as temperaturas utilizadas de 250, 300 e 350 °C, respectivamente, para as condições (a) C, C2 e C3; (b) Z5cA, Z5cA2 e Z5cA3; (c) Z5cR, Z5cR2 e Z5cR3.

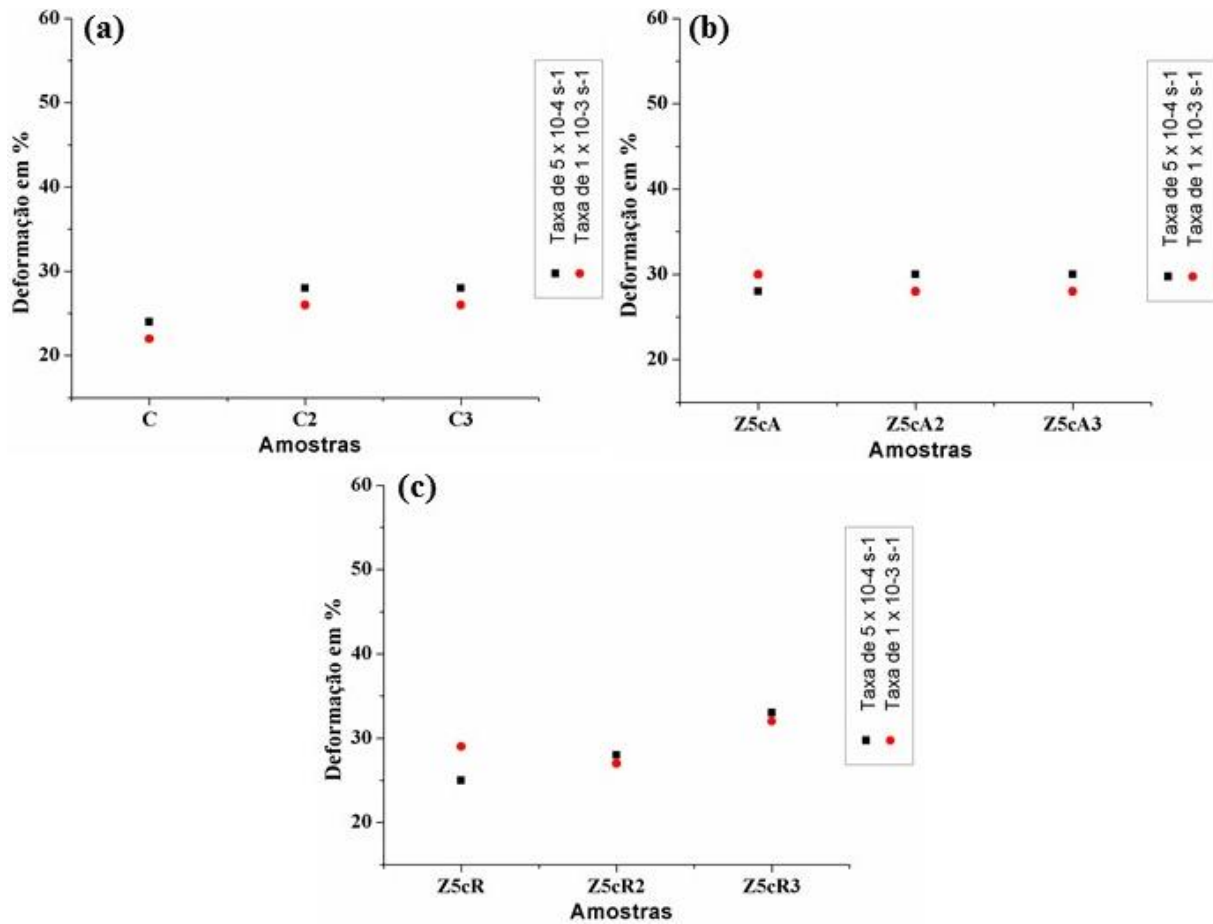


FIG. 4.37 Deformação obtida em relação a taxa de deformação para o ensaio conduzido à 250 °C. (a) C, C2 e C3; (b) Z5cA, Z5cA2 e Z5cA3; (c) Z5cR, Z5cR2 e Z5cR3.

Conforme os gráficos apresentados na FIG. 4.37, observa-se que as condições C, C2, C3, Z5cA2, Z5cA3, Z5cR2, Z5cR3 ensaiadas a uma temperatura de 250 °C, apresentaram valores de deformações (ϵ) superiores quando foram ensaiadas com uma taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. As condições Z5cA e Z5cR tiveram um resultado inverso, ou seja, apresentaram valores superiores quando ensaiadas a uma taxa de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Porém, ao observar os valores de deformação plástica obtidas, apenas a condição Z5cR apresentou uma diferença na deformação superior a 3% quando comparado os valores obtidos entre as duas taxas de deformação utilizadas no ensaio de tração a quente, no qual foram 25 e 29%, para as taxas de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, respectivamente.

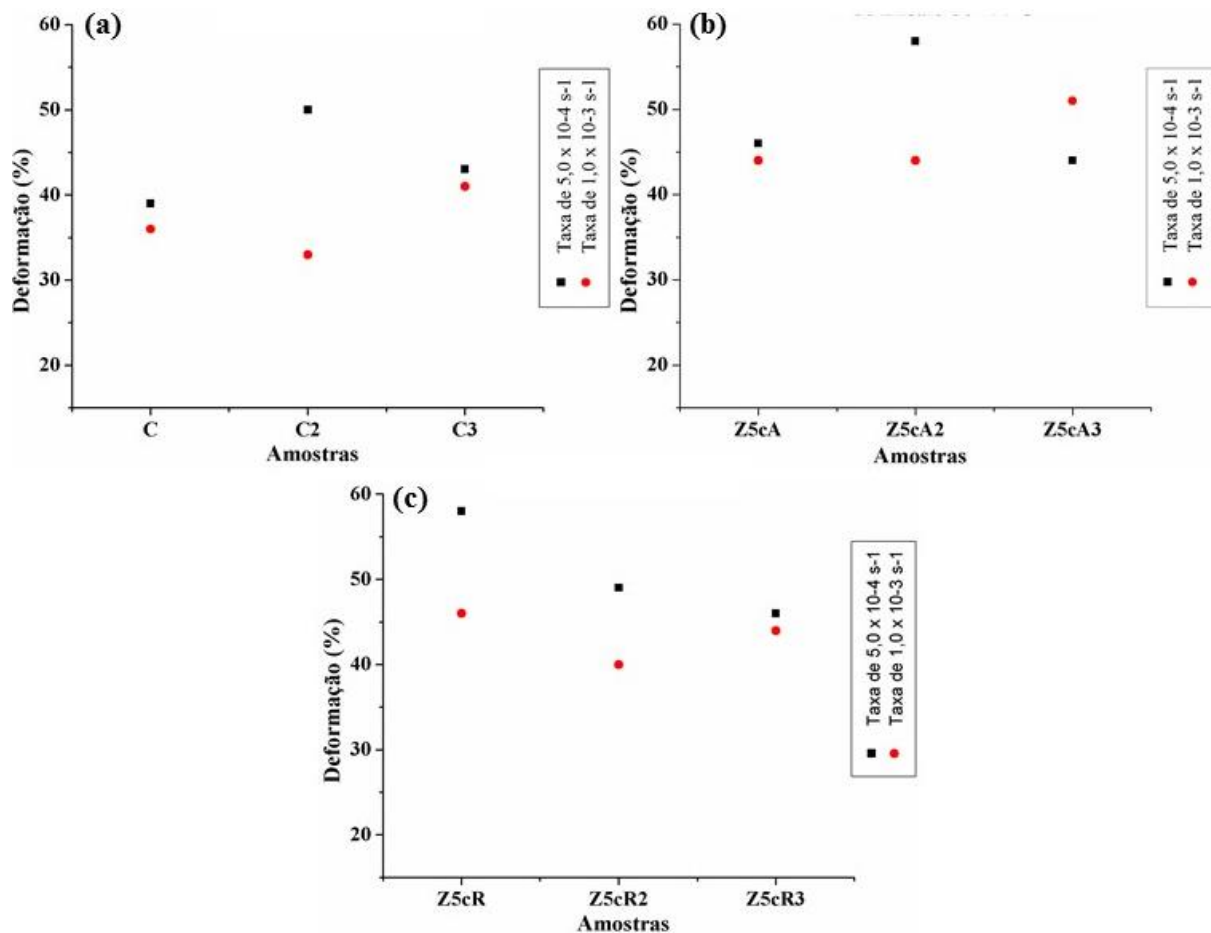


FIG. 4.38 Deformação obtida em relação a taxa de deformação para o ensaio conduzido à 300 °C. (a) C, C2 e C3; (b) Z5cA, Z5cA2 e Z5cA3; (c) Z5cR, Z5cR2 e Z5cR3.

De acordo com os gráficos da FIG. 4.38 observa-se visualmente que apenas a condição Z5cR2 ensaiada a uma temperatura de 300 °C, apresentou valores de deformação plástica superiores quando a mesma foi ensaiada com uma taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. As condições Z5cA e Z5cR3 apresentaram valores similares de deformação quando comparadas as duas taxas de deformação, e já nas condições C2, C3, Z5cA2 e Z5cA3 os valores obtidos foram superiores quando o ensaio foi realizado a uma taxa de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Porém, ao observar os valores das deformações obtidas, apenas as condições C2 e C3 apresentaram uma diferença na deformação superior do que 3% quando comparado os valores obtidos entre as duas deformações utilizadas, no qual foram 31 / 36% e 25 / 32%, para as taxas de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, respectivamente.

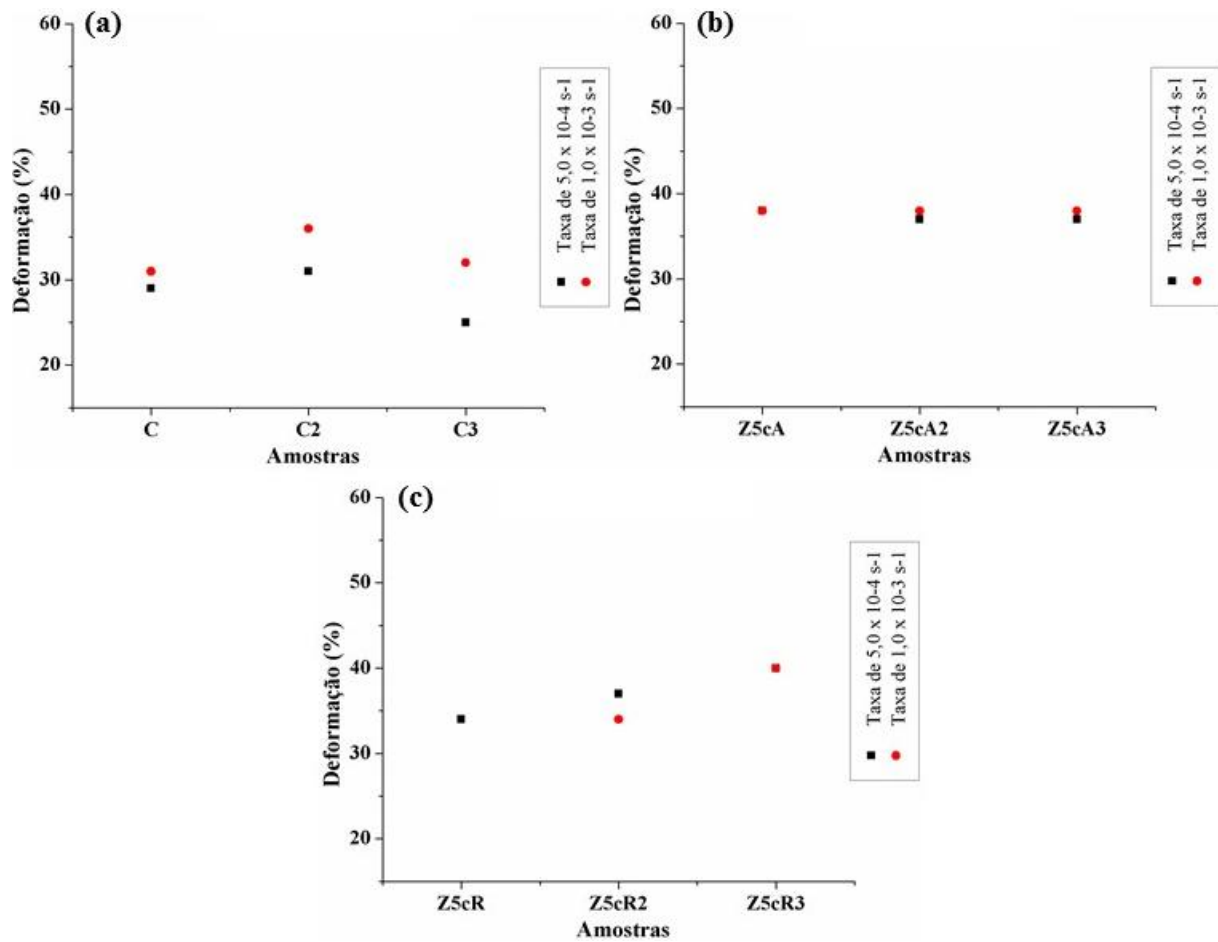


FIG. 4.39 Deformação obtida em relação a taxa de deformação para o ensaio conduzido à 350 °C. (a) C, C2 e C3; (b) Z5cA, Z5cA2 e Z5cA3; (c) Z5cR, Z5cR2 e Z5cR3.

Conforme é evidenciado na FIG. 4.39 as condições C, C2, C3, Z5cA2, Z5cA3, Z5cR2, Z5cR3 ensaiadas a uma temperatura de 350 °C, apresentaram valores de deformações (ϵ) superiores quando foram ensaiadas com uma taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, e já nas condições Z5cA e Z5cR, os resultados foram inversos, ou seja, apresentaram valores superiores quando ensaiado a uma taxa de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Porém, ao observar os valores de deformação obtidos, as condições C2, Z5cA2, Z5cA3, Z5cR e Z5cR2 tiveram uma diferença na deformação superior a 3% quando comparado os valores obtidos com as duas deformações utilizadas, no qual foram 17, 14, -7, 12, 9%, respectivamente.

De acordo com os valores de deformações (ϵ) obtidos para as taxas de ensaio utilizadas, mesmo que as variações dos valores da deformação plástica sejam pequenas, há indicativos que quanto menor a taxa de deformação utilizada no ensaio de tração a quente, maior é a deformação plástica resultante. Tais indícios vão de encontro o comportamento reportado na literatura (GARCIA, SPIM e dos SANTOS, 2014; LI, 2017).

Outro fato que se pode observar é que para temperaturas menores utilizadas no ensaio de tração a quente, ou seja, as temperaturas de 250 e 300 °C, as taxas de deformações aplicadas não tiveram tanta influência nos resultados obtidos, no que diz respeito a proporcionar uma maior ϵ após a ruptura. Esta conclusão se deve ao fato de grande parte das condições ensaiadas, apresentarem após a ruptura uma pequena variação de ϵ independente da taxa de deformação utilizada, no qual na maioria das condições ensaiadas, este valor não ultrapassou 3%.

Em contrapartida, com o incremento de temperatura de ensaio, ou seja, utilizando-se a temperatura do ensaio de 350 °C, observa-se uma variação mais relevante nos valores obtidos para a deformação plástica após a ruptura dos corpos de prova. Tal fato se deve a quantidade de condições que apresentaram uma variação da ϵ superior a 3%, no qual para a temperatura de ensaio de 250 °C apenas 1 amostra (Z5cR) apresentou, na temperatura de ensaio de 300 °C, a quantidade foi de 2 condições (C2 e C3), e no ensaio de tração realizado na temperatura de 350 °C, a quantidade de condições subiu para 5 (C2, Z5cA2, Z5cA3, Z5cR e Z5cR2).

Também é possível relacionar o condicionamento microestrutural das amostras ensaiadas, no valor de ϵ obtidas após a ruptura do corpo de prova. Na FIG. 4.40 estão apresentados os resultados da deformação plástica obtida após o ensaio de tração a quente, fixando uma determinada taxa e temperatura de ensaio: (a) $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e 250 °C; (b) $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e 250 °C; (c) $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e 300 °C; (d) $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e 300 °C; (e) $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e 350 °C, (f) $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e 350 °C. Nos gráficos “Def” indicam as condições deformadas, ou seja, condições C, Z5cA e Z5cR, e os índices “200 °C” e “300 °C” indicam a realização do tratamento térmico de recozimento durante 15 minutos nas temperaturas de 200 °C e 300 °C, respectivamente.

Mantendo-se uma determinada taxa de deformação e uma determinada temperatura de ensaio e apenas variando o condicionamento microestrutural prévio ao ensaio, observa-se que o condicionamento microestrutural prévio, não apresenta uma influência significativa e um comportamento definido no comportamento da ϵ . Pois em uma dada temperatura e taxa de deformação, há um comportamento de crescimento quando observado em uma determinada condição, e com a utilização de outra taxa e temperatura observa-se também um crescimento e depois um decréscimo, o comportamento inverso também é observado.

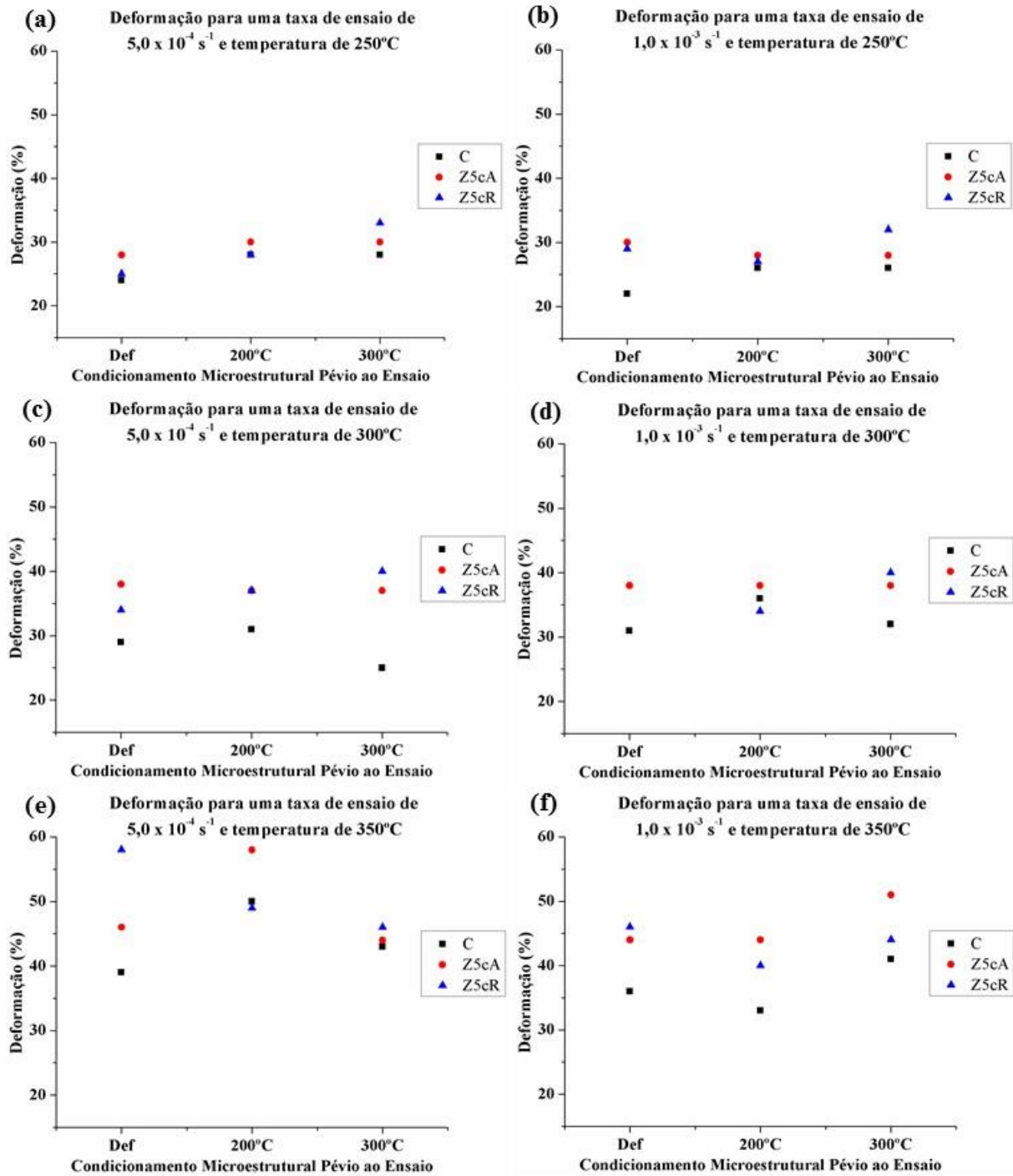


FIG. 4.40 Influência do condicionamento microestrutural na deformação plástica, para as taxas de deformação e temperaturas de ensaio de: (a) $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e $250 \text{ }^\circ\text{C}$; (b) $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e $250 \text{ }^\circ\text{C}$; (c) $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e $300 \text{ }^\circ\text{C}$; (d) $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e $300 \text{ }^\circ\text{C}$; (e) $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e $350 \text{ }^\circ\text{C}$, (f) $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e $350 \text{ }^\circ\text{C}$.

Comparando os resultados de deformação plástica obtidas para a condição CR (apresentados na FIG. 4.13) com os resultados obtidos para as amostras processadas, observa-se que os processamentos realizados trouxeram indicativos de aumento da deformação plástica

para liga 7475-T7351, porém como pode ser observado na TAB. 4.3 , ocorreu o decréscimo do LR.

De uma forma geral, para comprovar a afirmação pode-se tomar como exemplo, quando a condição CR foi ensaiada com uma temperatura de 250 °C e a uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, cuja condição apresentou o menor valor de deformação plástica no qual foi de 17%. Porém após o processamento da liga, quando esta foi ensaiada com os mesmos parâmetros, obteve-se o valor mínimo para a deformação plástica de 22% para a condição C e o máximo valor de deformação plástica de 32% para a condição Z5cR3.

Fazendo uma comparação das propriedades obtidas pelo ensaio de tração a quente para a condição CR em relação as distintas condições processadas, observa-se que no geral ocorreu um decréscimo do limite de resistência da condição CR para as amostras processadas, porém em contrapartida, as amostras processadas experimentaram uma maior deformação plástica do que a condição CR. Contudo, a maior extensão desta deformação plástica deu-se de forma localizada, ou seja, na estrição.

4.4.2.1 Análise de Fratura após a Tração a Quente

Com a ruptura dos corpos de prova após o ensaio de tração a quente, pôde-se obter o valor da deformação plástica sofrida pelos mesmos com o ensaio de tração. De acordo com os parâmetros utilizados no ensaio e o condicionamento microestrutural prévio ao ensaio de tração a quente, pôde-se inferir um determinado tipo de comportamento. Porém quando realizado a avaliação do comportamento da deformação plástica em relação ao condicionamento microestrutural não é observado um comportamento definido.

Este comportamento não definido dos resultados pode ser fruto da evolução de diferentes condicionamentos microestruturais dos corpos de prova quando expostos as temperaturas do ensaio e as taxas de deformação utilizadas. Desta forma, a análise da fratura após o ensaio das amostras em estudo pode dar indicativos de como a microestrutura evoluiu durante o ensaio.

Não são apresentados os aspectos da fratura de corpos de provas das condições C e Z5cA2, quando ensaiados a temperatura de 350 °C, pois ocorreu a fusão de toda a superfície de fratura destas condições no final do ensaio de tração. Sendo assim, nas FIG. 4.41 e FIG. 4.45 estão apresentadas as superfícies de fratura com quatro aumentos diferentes e crescentes ((a), (b), (c)

e (d)) das condições C e Z5cA2, respectivamente, quando foram tracionadas a uma temperatura de 250 °C com uma taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Nas FIG. 4.42, FIG. 4.43, FIG. 4.44, FIG. 4.46, FIG. 4.47, FIG. 4.48 e FIG. 4.49 estão apresentados os aspectos das fraturas das condições C2, C3, Z5cA, Z5cA3, Z5cR, Z5cR2 e Z5cR3, respectivamente. Onde foram registradas imagens da superfície de fratura com quatro aumentos diferentes e crescentes ((a) e (b), (c) e (d), (e) e (f), (g) e (h)) após o ensaio de tração a quente realizados com uma temperatura teste de 250 °C ((a), (c), (e), (g)) e 350 °C ((b), (d), (f), (h)), e com uma taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Nas FIG. 4.41 a FIG. 4.49 são indicados alguns pontos onde estão localizados os “*Dimples*” ou microcavidades, e alguns pontos estão indicados por RF, os quais indicam locais onde ocorreram a fusão ou micro fusões (nas imagens com um aumento intermediário e maior) da fratura.

Devido a forma com que é realizado o aquecimento de corpos de provas no Simulador Termomecânico (Gleeble 3800), ou seja, é realizado o aquecimento mediante o efeito Joule, instantes antes da fratura de alguns dos corpos de provas, foi observado uma grande variação da temperatura de ensaio sendo medida pelos controladores de temperatura.

Estas variações de temperaturas, são indicativos de início da fratura do corpo de prova, no qual há uma redução da seção transversal a passagem de corrente, devido a nucleação e crescimento das microcavidades no interior do corpo de prova. Com isso, dada uma corrente inicial fornecida pelo equipamento para manter o corpo de prova aquecido na temperatura de ensaio, com a redução da área da seção transversal, como a resposta do equipamento não é imediata, ocorre o aumento da temperatura do corpo de prova, provocando micro fusões ou até mesmo a fusão completa da superfície de fratura.

Desta forma, foram evidenciadas pequenas regiões fundidas, que geralmente estão localizadas nas extremidades dos corpos de prova, as quais estão demarcadas com linhas pretas ou brancas (a utilização de duas cores distintas de linhas e fontes, se deve a uma melhor identificação para o leitor).

De uma forma geral, observa-se que quanto maior a temperatura de ensaio, maior é a extensão da região fundida (até a fusão completa da superfície para as condições C e Z5cA2) na superfície de fratura. Em alguns casos, observa-se a união das duas extremidades através de uma fina faixa fundida (condições Z5cA, Z5cA3, C2 e C3 para o ensaio realizado a 350 °C, e condição C para o ensaio realizado a 250 °C). É importante salientar que não foi encontrado uma correção de uma maior área superficial fundida com uma possível fratura precoce do corpo

de prova, ou seja, o aquecimento do corpo de prova através do efeito Joule não afeta o seu comportamento durante o ensaio de tração.

Segundo as imagens com menores aumentos (índice (a) e (b)), é observado uma grande redução de área das amostras, e de acordo com os resultados apresentados nas curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia obtidas nos ensaios de tração a quente, onde observa-se uma grande deformação do material na estricção, pode-se inferir que a região em que ocorreu a deformação é confinada em um pequeno volume da amostra.

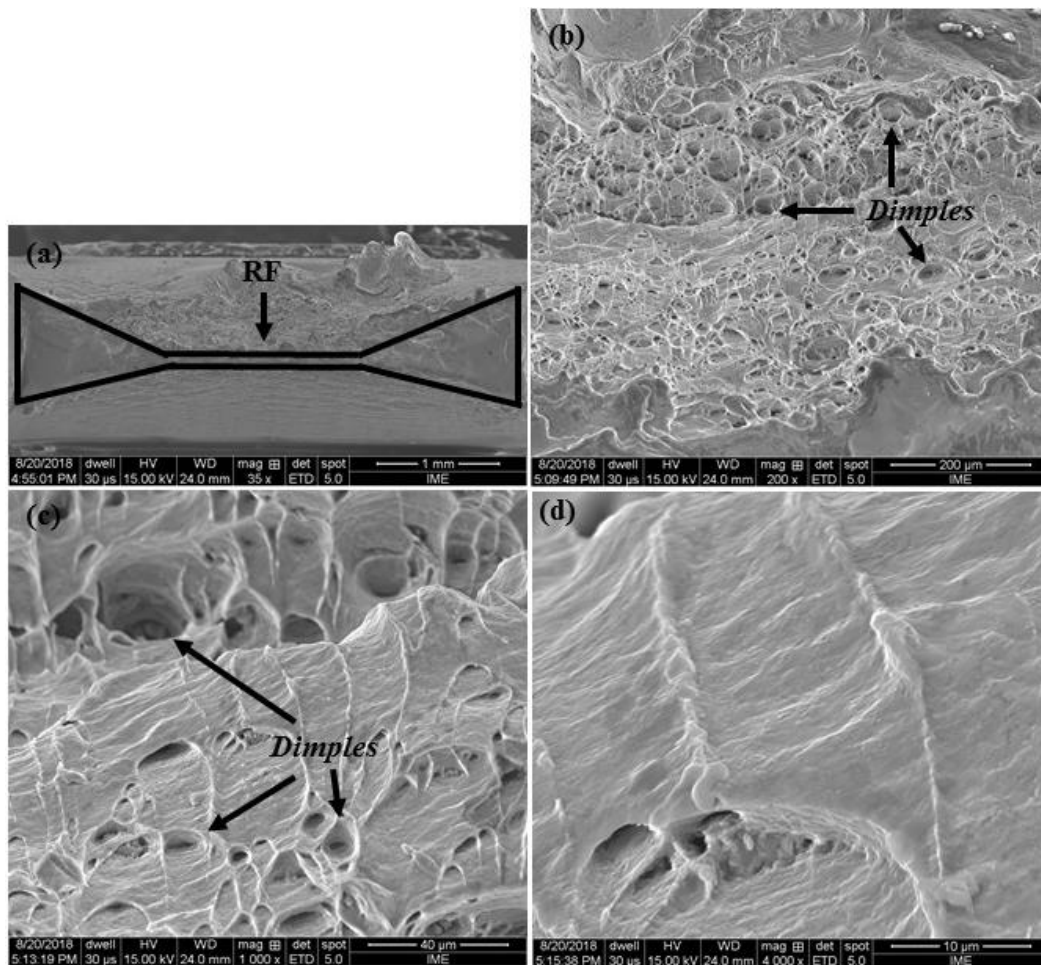


FIG. 4.41 Aspecto da fratura da condição C tracionada à temperatura de 250 °C, com um (a) menor, ((b) e (c)) intermediário e (d) alto aumento. Na figura, RF indicam as regiões fundidas.

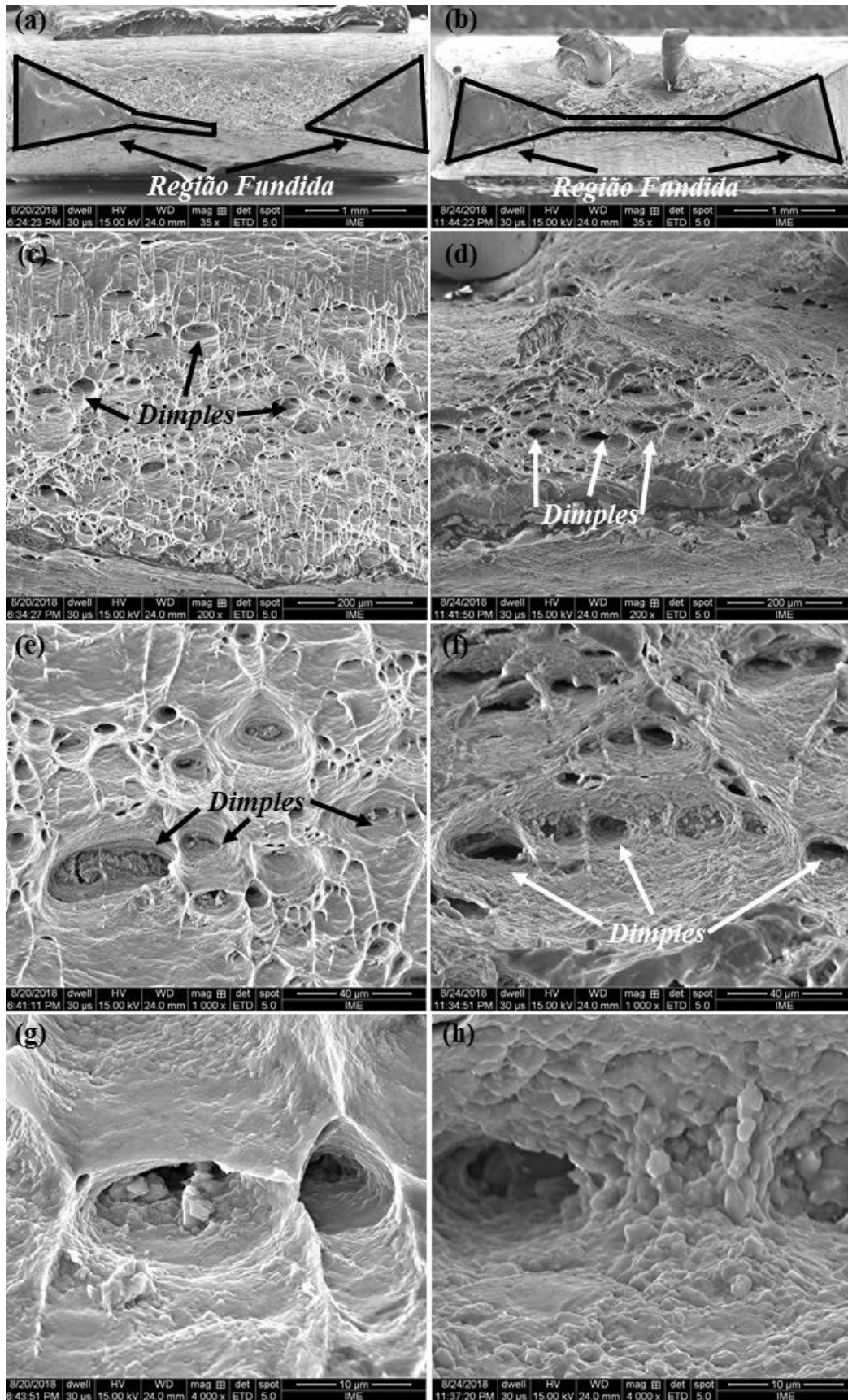


FIG. 4.42 Aspecto da fratura da condição C2 tracionada à temperatura de ((a), (c), (e), (g)) 250 °C e ((b), (d), (f), (h)) 350 °C, com um ((a), (b)) menor, ((c), (d), (e), (f)) intermediário e ((g), (h)) alto aumento. Na figura, RF indicam as regiões fundidas.

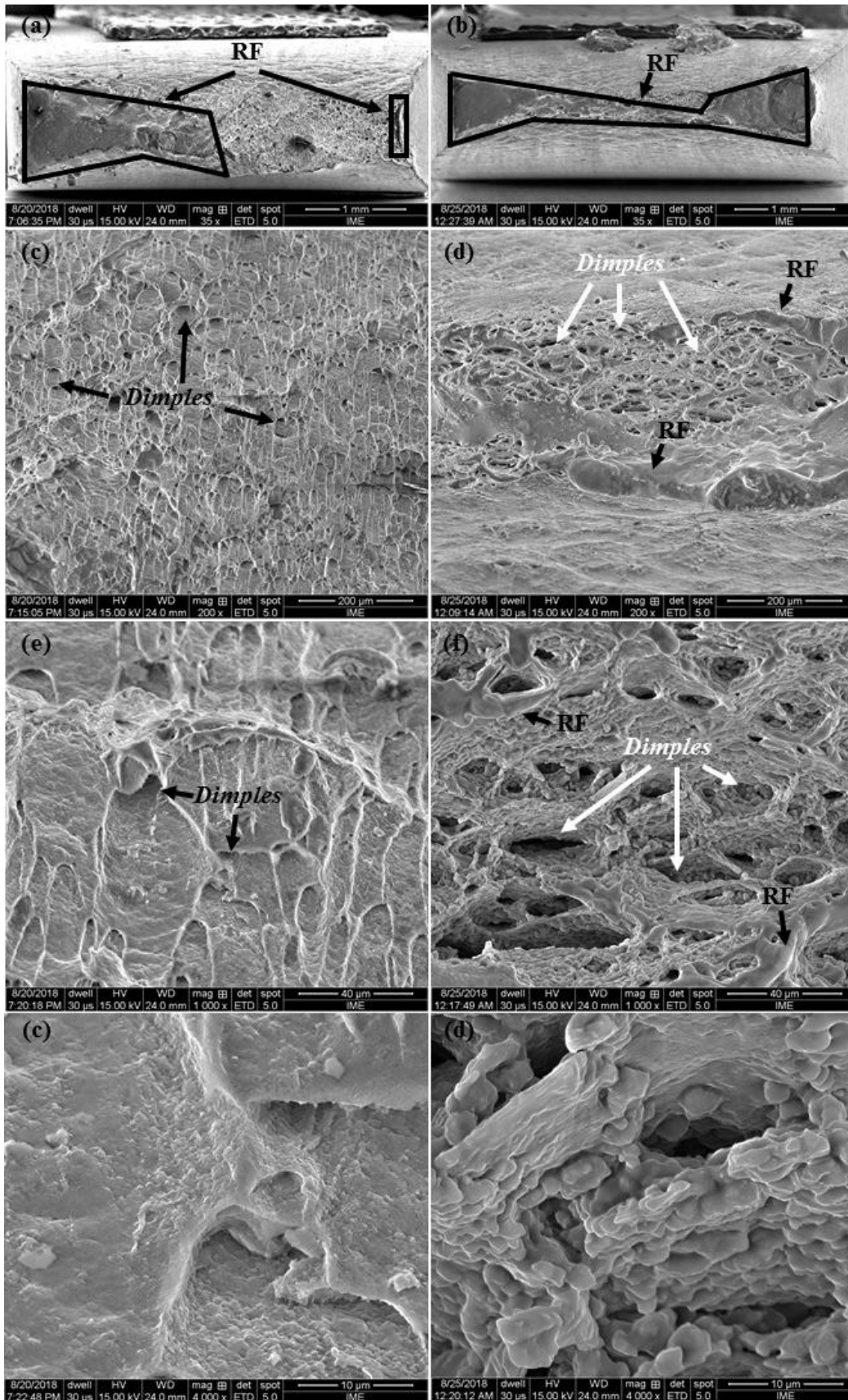


FIG. 4.43 Aspecto da fratura da condição C3 tracionada à temperatura de ((a), (c), (e), (g)) 250 °C e ((b), (d), (f), (h)) 350 °C, com um ((a), (b)) menor, ((c), (d), (e), (f)) intermediário e ((g), (h)) alto aumento. Na figura, RF indicam as regiões fundidas.

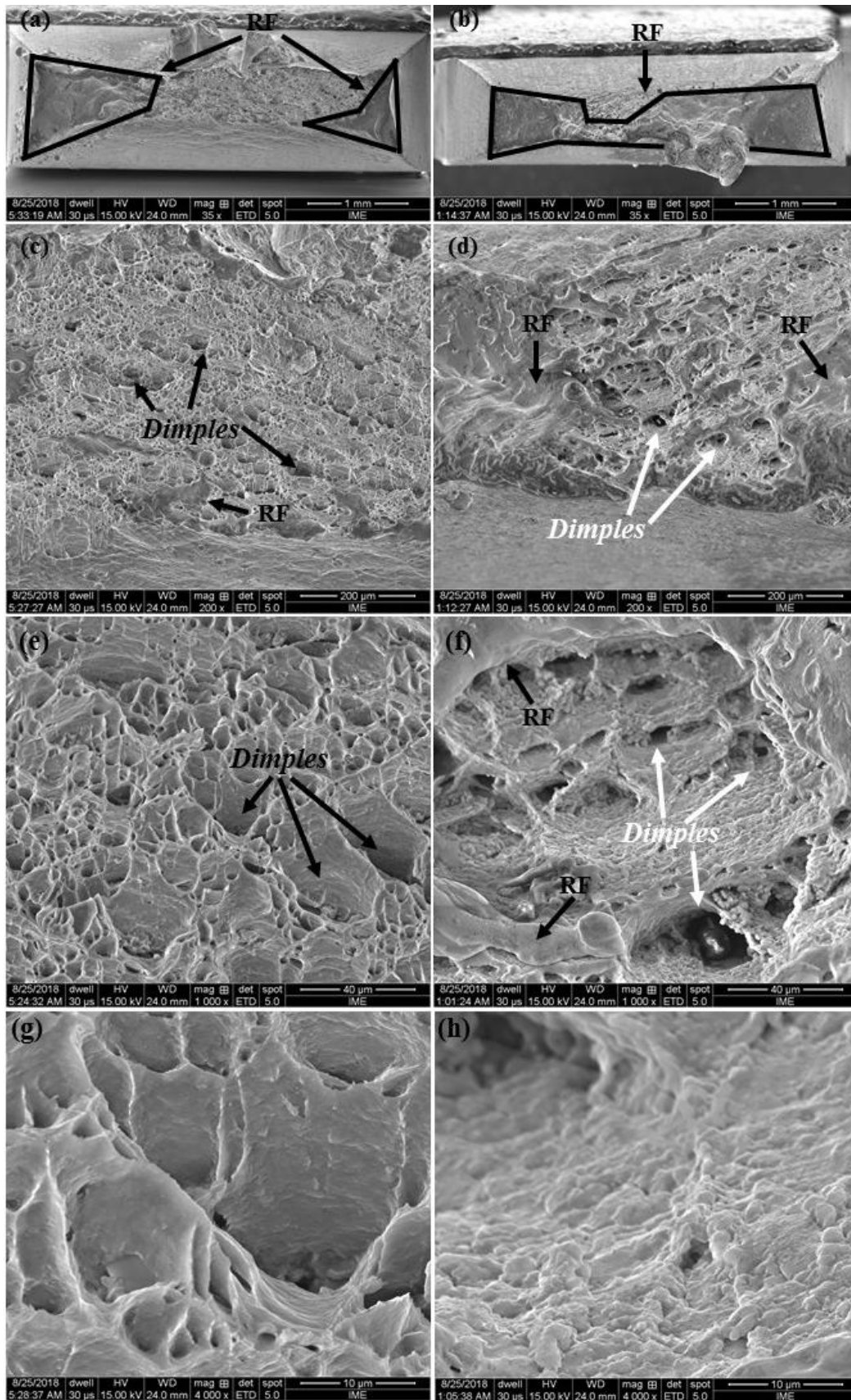


FIG. 4.44 Aspecto da fratura da condição Z5cA tracionada à temperatura de ((a), (c), (e), (g)) 250 °C e ((b), (d), (f), (h)) 350 °C, com um ((a), (b)) menor, ((c), (d), (e), (f)) intermediário e ((g), (h)) alto aumento. Na figura, RF indicam as regiões fundidas.

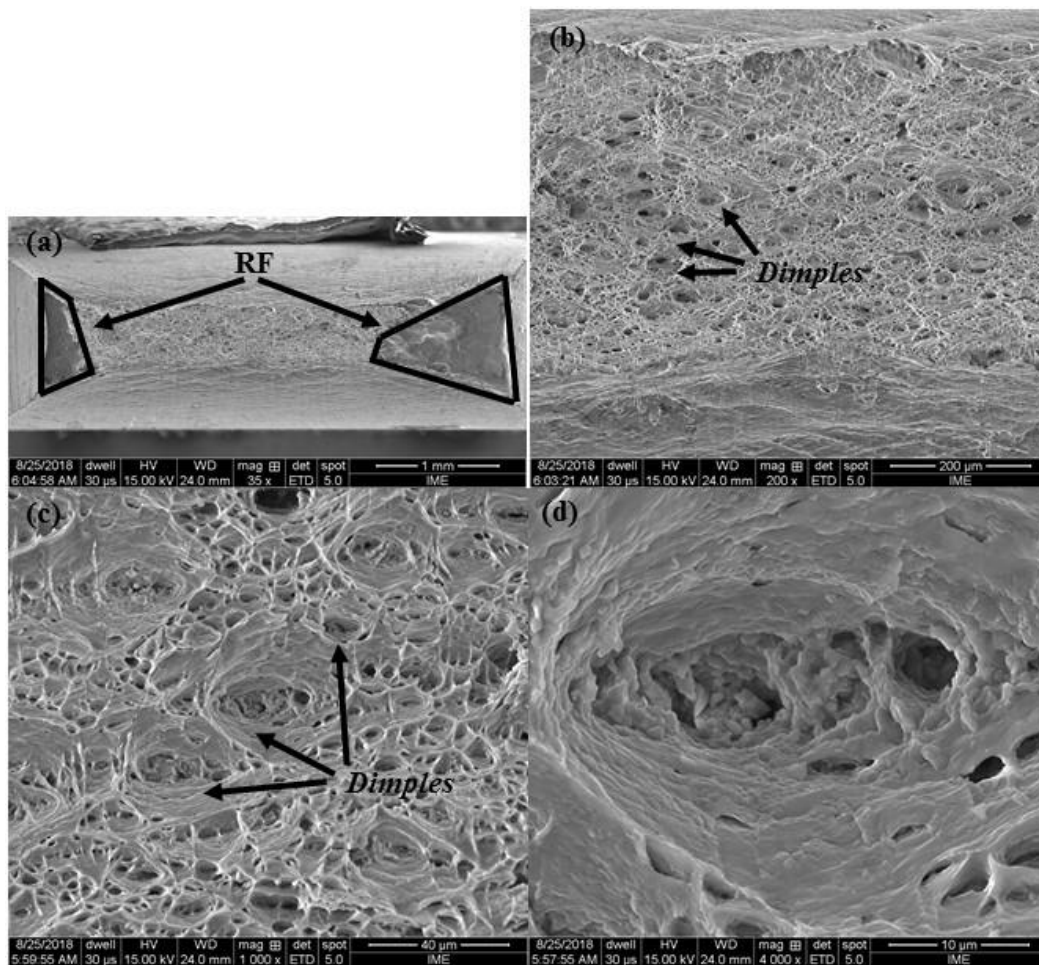


FIG. 4.45 Aspecto da fratura da condição Z5cA2 tracionada à temperatura de 250 °C, com um (a) menor, ((b) e (c)) intermediário e (d) alto aumento. Na figura, RF indicam as regiões fundidas.

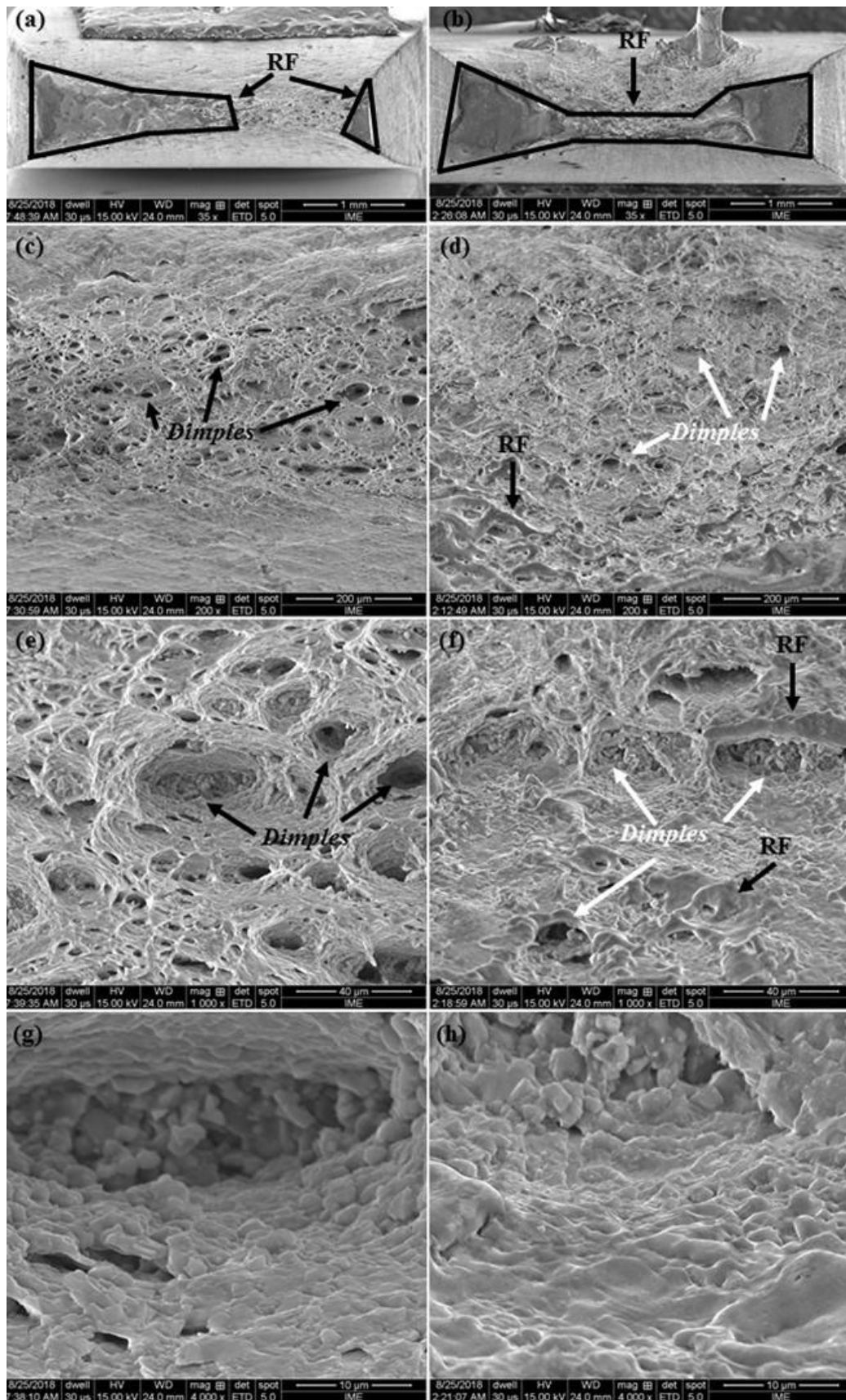


FIG. 4.46 Aspecto da fratura da condição Z5cA3 tracionada à temperatura de ((a), (c), (e), (g)) 250 °C e ((b), (d), (f), (h)) 350 °C, com um ((a), (b)) menor, ((c), (d), (e), (f)) intermediário e ((g), (h)) alto aumento. Na figura, RF indicam as regiões fundidas.

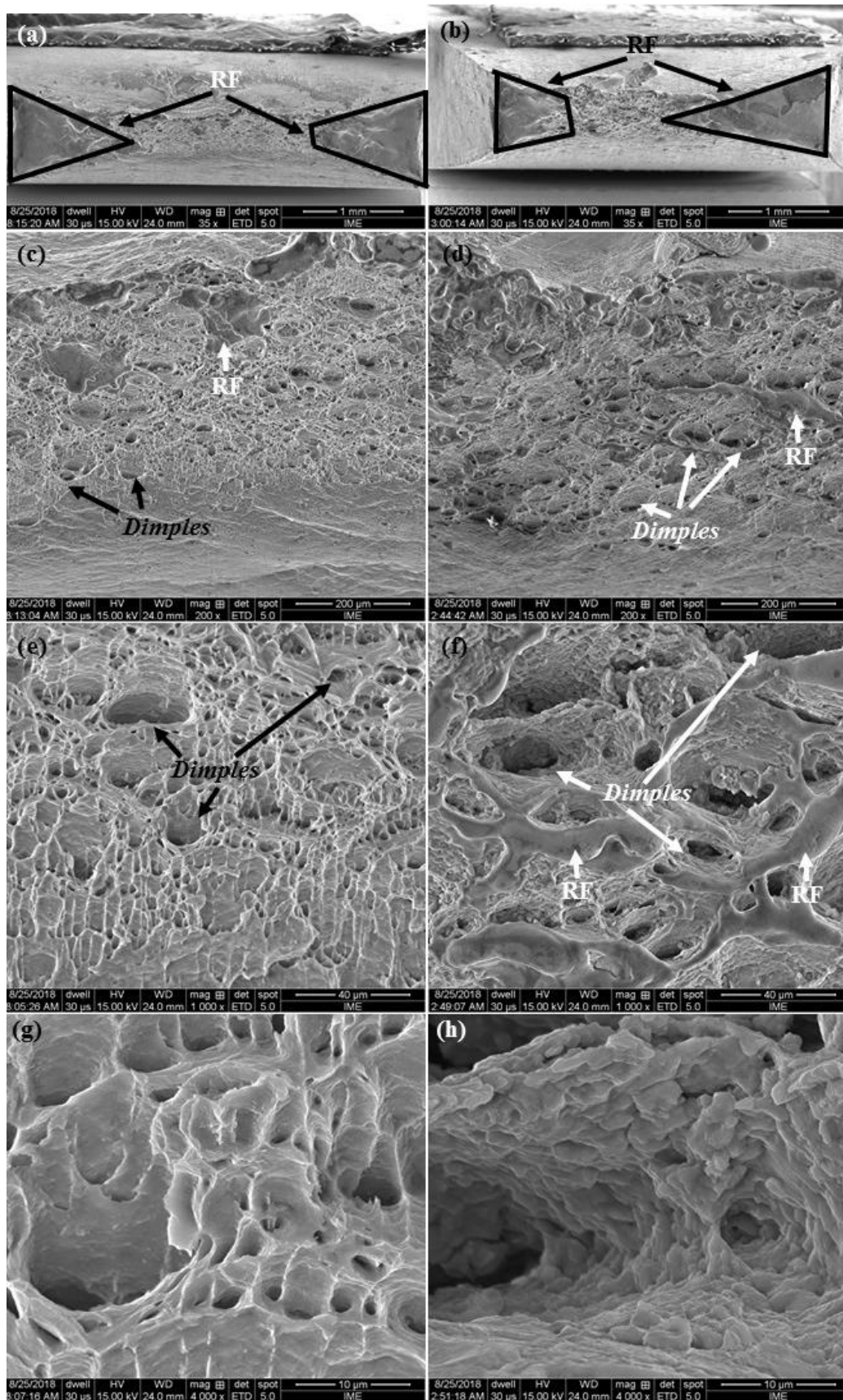


FIG. 4.47 Aspecto da fratura da condição Z5cR tracionada à temperatura de ((a), (c), (e), (g)) 250 °C e ((b), (d), (f), (h)) 350 °C, com um ((a), (b)) menor, ((c), (d), (e), (f)) intermediário e ((g), (h)) alto aumento. Na figura, RF indicam as regiões fundidas.

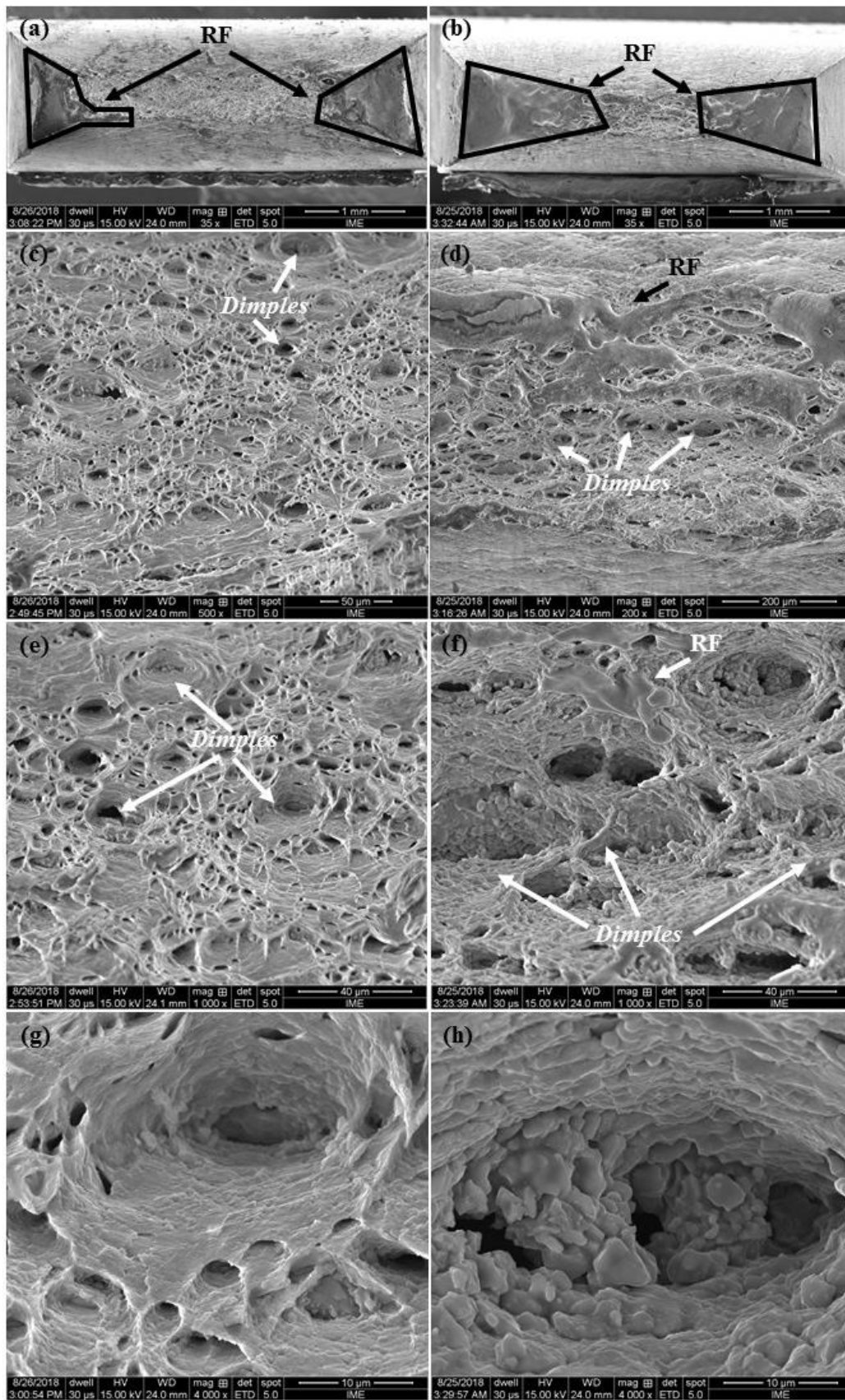


FIG. 4.48 Aspecto da fratura da condição Z5cR2 tracionada à temperatura de ((a), (c), (e), (g)) 250 °C e ((b), (d), (f), (h)) 350 °C, com um ((a), (b)) menor, ((c), (d), (e), (f)) intermediário e ((g), (h)) alto aumento. Na figura, RF indicam as regiões fundidas.

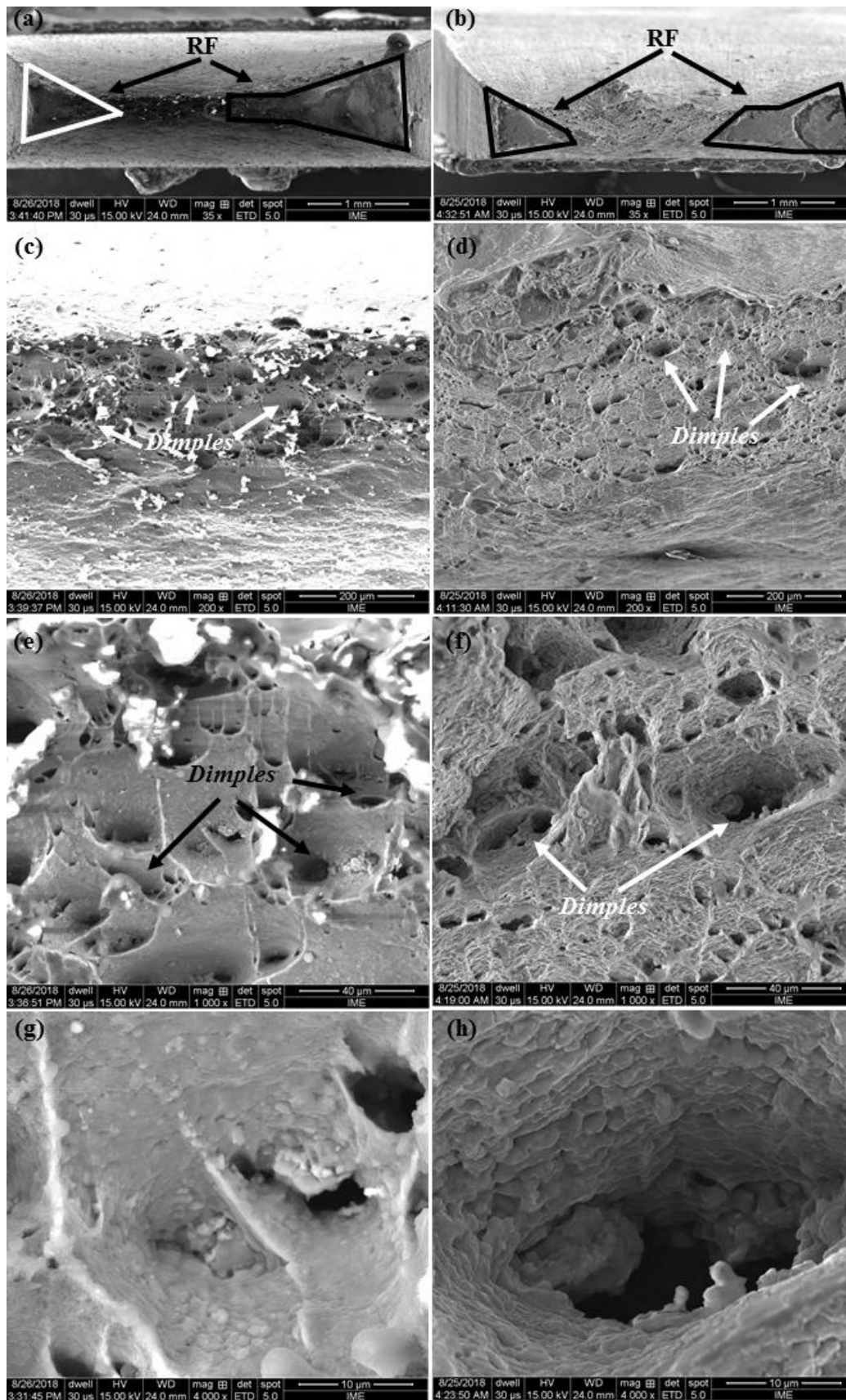


FIG. 4.49 Aspecto da fratura da condição Z5cR3 tracionada à temperatura de ((a), (c), (e), (g)) 250 °C e ((b), (d), (f), (h)) 350 °C, com um ((a), (b)) menor, ((c), (d), (e), (f)) intermediário e ((g), (h)) alto aumento. Na figura, RF indicam as regiões fundidas.

Nas fratógrafias pode-se observar que para a condição Z5cR3 quando ensaiada a uma temperatura de 250 °C e uma taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (FIG. 4.49 (a), (c) e (e)), apresentou um carregamento da superfície. Este carregamento dá indícios de que a preparação da fratura desta condição (limpeza com acetona / ultrassom), não foi efetiva para remover a oxidação superficial da amostra. Porém, este carregamento, não impede a sua análise por completo.

Conforme pode ser evidenciado nas fratógrafias dos corpos de prova (FIG. 4.41 a FIG. 4.49), são observados a presença de “*Dimples*” ou microcavidades em todas as superfícies de fratura. Estas características indicam que o modo de fratura foi do tipo dúctil. Nessas figuras são observados diferentes tamanhos de “*Dimples*” ou microcavidades, cujos estão relacionados ao tamanho de grão heterogêneo vindos da condição CR.

Ao realizar visualizações com um maior aumento em regiões próximas aos “*Dimples*” ou microcavidades (índices (g) e (h)) para as condições que tiveram as imagens registradas após os ensaios nas 2 temperaturas, e índice (d) para as imagens apenas visualizadas na temperatura de 250 °C), é observado aspectos diferentes ao se comparar as duas temperaturas de ensaio.

No ensaio realizado com uma temperatura de 250 °C, todas as condições menos a condição Z5cA3, apresentaram o mesmo aspecto de regiões próximas aos “*Dimples*”, ou seja, uma superfície de fratura sem ondulações, ou então com uma ondulação discreta. Porém ao se observar as imagens da fratura obtidas para as amostras que foram tracionadas na temperatura de 350 °C, observa-se uma superfície de fratura granular, cujas regiões são possíveis grãos com um pequeno tamanho.

Comparando as imagens da superfície de fratura com as imagens obtidas por MET (FIG. 4.26 e FIG. 4.27), pode-se observar que quando foi realizado o tratamento térmico de recozimento na temperatura de 300°C, ocorreu um significativo aumento da fração volumétrica de grãos recristalizados de dimensões reduzidas. Com a realização do tratamento térmico na temperatura na temperatura de 200 °C, mantem-se o aspecto de grãos alongados que no máximo recuperam. Este comportamento é similar ao observado nas superfícies de fratura, no qual com uma temperatura de 250 °C, não ocorreu a recristalização durante o ensaio, porém no ensaio conduzido na temperatura de 350 °C, já ocorreu um incremento significativo na fração de grãos recristalizados. Este fato traz evidências que se ocorreu uma evolução da microestrutura durante o ensaio de tração a quente, quando este foi realizado a uma temperatura de 350 °C.

Comparando a influência do tratamento térmico prévio ao ensaio de tração, com o aspecto da fratura em regiões próximas aos “*Dimples*” ou microcavidades, não é observado uma

correção direta entre ambos. Pois, aparentemente todas as fraturas dos corpos de provas que foram ensaiados com a temperatura de 350 °C são parecidos entre si, e o mesmo comportamento se aplica para os ensaios realizados na temperatura de 250 °C, com exceção da condição Z5cA, que apresentou o mesmo aspecto independente da temperatura de ensaio.

Confrontando os resultados obtidos dos aspectos da fratura com os valores obtidos para o LR, apresentados na TAB. 4.3, pode-se inferir que a possível justificativa para ocorrer grandes variações no valor do LR com os ensaios realizados a temperatura de 350 °C, seja devido a recristalização das amostras que ocorreu durante o ensaio de tração a quente.

Para se ter uma melhor certeza deste fato, ou seja, se ocorreu uma evolução da microestrutura com o ensaio de tração a quente, seja ela em termos de recristalização e/ou crescimento de grão, serão realizadas análises quantitativas no futuro de tamanho de grão na seção transversal do corpo de prova. Tais análises serão conduzidas antes e após o ensaio de tração a quente em suas distintas taxas de deformação e temperaturas de ensaio.

Através das imagens da fratura dos corpos de provas obtidas via MEV, pode ser realizado a medição da área da seção transversal a direção de tração, e desta forma calcular a ductilidade em termos de redução percentual de área do corpo de prova. Esta análise se faz necessária, pois a maior parte da deformação sofrida pelas amostras se deu durante a estrição do corpo de prova, cujo comportamento é típico de materiais metálicos deformados em altas temperaturas e principalmente com baixas taxas de deformação. e também se consegue uma melhor precisão nas medidas em comparação as realizados com o auxílio do paquímetro. Sendo assim, na FIG. 4.50 estão apresentados gráficos comparativos de redução percentual da área após o ensaio de tração a quente para as condições (a) C, C2 e C3; (b) Z5cA, Z5cA2 e Z5cA3; (c) Z5cR, Z5cR2 e Z5cR3.

Devido uma maior precisão da medida de área das amostras, tanto inicial quanto final, pequenas variações de porcentagem de redução de área serão levadas em consideração, trazendo indícios de um determinado comportamento.

Conforme é apresentado na FIG. 4.50 (a), após o ensaio de tração conduzido na temperatura de 250 °C, foram obtidos uma redução do percentual de área de 76, 75 e 72% para as condições C, C2 e C3, respectivamente. Já para o ensaio que foi realizado na temperatura de 350 °C, os valores obtidos foram de 82, 82 e 85% para as condições C, C2 e C3, respectivamente.

De acordo com os valores apresentados, observa-se que para o ensaio de tração conduzido na temperatura de 250 °C há uma sutil tendência de decréscimo da redução de área, conforme é aumentada a temperatura do tratamento térmico de recozimento realizado na condição C.

Porém, já para o ensaio de tração conduzido na temperatura de 350 °C, é evidenciado uma manutenção da redução de área e logo após é aumentado.

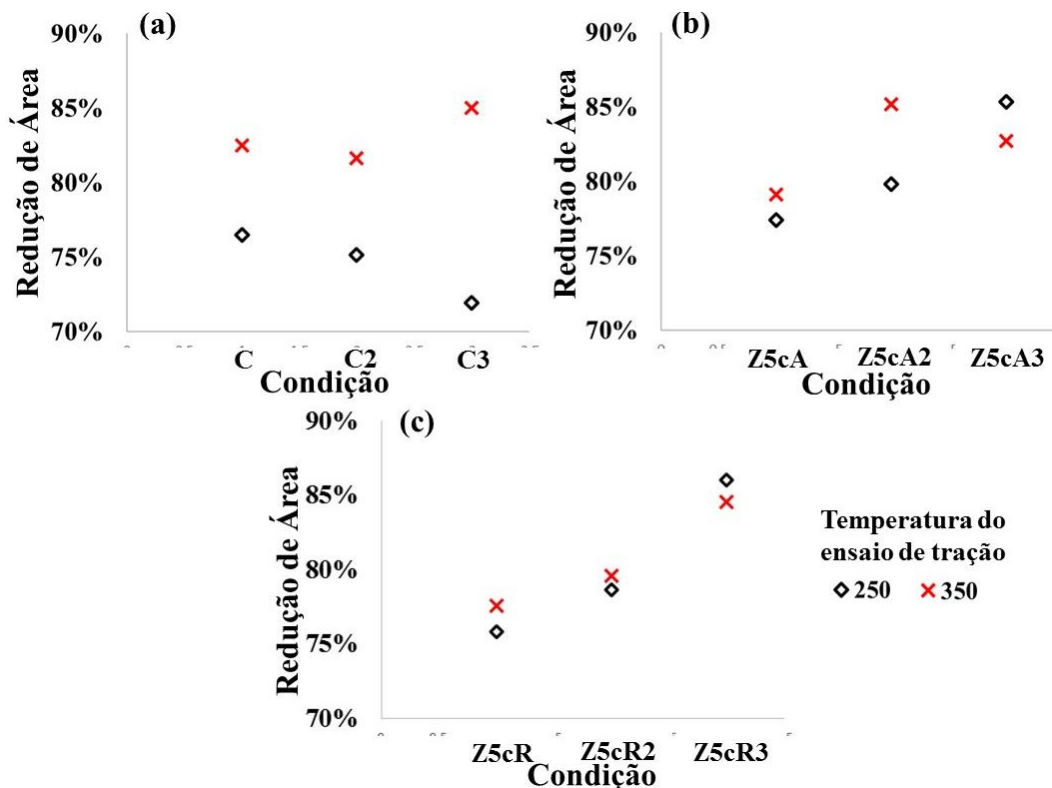


FIG. 4.50 Evolução do percentual de redução de área para as condições (a) C, C2 e C3; (b) Z5cA, Z5cA2 e Z5cA3; (c) Z5cR, Z5cR2 e Z5cR3.

Na FIG. 4.50 (b) estão indicados os valores da redução percentual de área, para a condição Z5cA e seus tratamentos térmicos, após ser realizado o ensaio de tração na temperatura de 250 °C, no qual obteve-se os valores de 77, 80 e 85% para as condições Z5cA, Z5cA2 e Z5cA3, respectivamente. Já para o ensaio que foi conduzido na temperatura de 350 °C, os resultados obtidos foram 79, 85 e 83% para as condições Z5cA, Z5cA2 e Z5cA3, respectivamente.

Segundo os dados de redução percentual de área para as condições Z5cA, Z5cA2 e Z5cA3, é observado que para o ensaio realizado na temperatura de 250 °C, ocorre uma tendência de crescimento da redução de área do corpo de prova. Enquanto no ensaio na temperatura de 350 °C, ocorreu inicialmente um incremento e logo após para a condição Z5cA3 ocorre um decréscimo.

Para as condições Z5cR, Z5cR2 e Z5cR3, obteve-se os valores de reduções percentuais de 76, 79 e 86%, respectivamente, quando ensaiadas a 250 °C, e valores de 78, 80 e 85% para as condições Z5cR, Z5cR2 e Z5cR3, respectivamente, quando ensaiadas a 350 °C. Diferente das

outras condições, para a condição Z5cR e seus tratamentos térmicos (FIG. 4.50 (c)), é constatado um aumento progressivo da redução de área da amostra conforme é aumentada a temperatura do tratamento térmico de recozimento realizado na amostra deformada Z5cR.

De todas as condições, a que apresentou uma maior redução percentual de área, mesmo que seja ligeiramente maior do que as demais, é a condição Z5cR3, cujo motivo pode ser justificado pelo início da recristalização, conforme foi observado nas imagens obtidas por MET (FIG. 4.27), e possível evolução da mesma durante o ensaio de tração a quente.

Comparando o comportamento dos resultados obtidos para a redução percentual de área para as amostras C a C3, Z5cA a Z5cA3 e Z5cR a Z5cR3 com os resultados de deformação (em relação a variação do comprimento) apresentadas nas FIG. 4.37 e FIG. 4.39, verifica-se que os comportamentos são divergentes. Tal divergência pode ser atribuída devido o erro de medição do comprimento após o ensaio de tração, ou até mesmo a pequena deformação (tanto redução de área quando alongamento) sofrida pelos corpos de prova, os quais pequenos desvios de medições podem influenciar positivamente ou negativamente.

De acordo com os resultados apresentados, em suma é observado que as condições C, C2 e C3 foram menos afetadas pelos parâmetros do ensaio de tração a quente, apresentando indícios que possuem uma estabilidade microestrutural maior do que as condições Z5cA a Z5cA3 e Z5cR a Z5cR3.

5 CONCLUSÃO

Com base nos resultados apresentados, conclui-se que:

- O material no estado como recebido (condição CR) apresentou grãos grosseiros e alongados na direção de laminação da chapa laminada a quente, porém em algumas regiões observou-se grãos recristalizados com pequenas dimensões. A condição CR também apresentou dois tipos diferentes de grãos alongados com diferentes granulometrias. A diferença da granulometria de grãos induziu distintos potenciais para o encruamento e recristalização nas etapas de deformações e tratamentos térmicos posteriores;

- Na microestrutura da condição CR observada por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), foram evidenciados 3 tamanhos distintos de precipitados. Através de análises realizadas por DRX e MEV/EDS, tais precipitados possivelmente estão associados as condições estequiométricas $MgZn_2$, Al_7Cu_2Fe , Mg_2Si e Al_2CuMg ;

- Só foi possível realizar uma laminação com resfriamento prévio em nitrogênio líquido, nas amostras oriundas da laminação cruzada (Z), após ser realizado um tratamento térmico de recozimento para recristalização a 500 °C durante 60 min. Este tratamento térmico além de proporcionar uma microestrutura parcialmente recristalizada, proporcionou o coalescimento dos precipitados, resultando em precipitados de maiores dimensões;

- Nos tratamentos térmicos de recozimento para recristalização nas temperaturas de 200, 300, 400 e 500 °C das amostras deformadas (C, Z, Z5cA e Z5cR) durante 15 minutos, foi evidenciado um comportamento similar. Há um decréscimo de dureza em relação a condição deformada, até a temperatura de 300 °C e após este decréscimo ocorre um novo incremento da dureza para as temperaturas de 400 e 500 °C. Conforme é reportado na literatura em ligas similares a liga de alumínio 7475, este comportamento é possivelmente justificado devido a solubilização de dispersóides η' , ou então a conversão em dispersóides de $MgZn_2$;

- Após o recozimento das amostras submetidas ao tratamento térmico de recozimento intermediário entre as operações de laminação, condições Z5cR e Z5cA, as propriedades mecânicas de tração foram semelhantes. Em relação a dureza das amostras deformadas, inicialmente houve uma diferença entre as condições Z5cR e Z5cA, porém conforme foram realizados os tratamentos térmicos, estas diferenças ficaram cada vez menores até a temperatura de 300 °C, no qual a partir desta temperatura os valores foram aproximados;

- As condições Z5cR e Z5cA apresentaram menores limites de resistência e de escoamento em tração a temperatura ambiente, em relação a condição C. Tal comportamento, é justificado pelo coalescimento dos precipitados e diminuição da densidade de discordâncias devido ao tratamento térmico intermediário entre as laminações cruzada e convencional;

- Os ensaios de tração a quente, apresentaram um comportamento coerente com o da literatura, ou seja, quanto maior a temperatura do ensaio, maior é a deformação do corpo de prova e menor é o valor do limite de resistência. Já as duas taxas de deformação utilizadas no ensaio de tração a quente, possuem uma maior influência nas propriedades mecânicas obtidas, quando menor é a temperatura do ensaio;

- O processamento térmico e mecânico aumentaram os alongamentos, os quais foram associados a deformação localizada durante o ensaio de tração a quente, cujo aumento do alongamento, é justificado pela modificação microestrutural provocada devido o processamento térmico e mecânico;

- A realização de um resfriamento em nitrogênio líquido antes da laminação convencional, não modificou significativamente as propriedades mecânicas em tração. Porém, foi observado com maior clareza, grãos recristalizados na amostra da condição Z5cR3, do que na amostra da condição Z5cA3;

- Mantendo a taxa de deformação e a temperatura no ensaio de tração a quente, o recozimento das amostras as temperaturas de 200 e 300 °C não influencia significativamente no alongamento;

- O ensaio de tração na temperatura de 350 °C, através das imagens do aspecto da fratura das amostras, pôde-se observar que houve uma evolução da microestrutura, em termos de recristalização, independente do condicionamento microestrutural prévio ao ensaio;

- As condições somente submetidas a laminação convencional (C, C2 e C3) foram menos afetadas pelos parâmetros do ensaio de tração a quente, apresentando indícios que possuem uma estabilidade microestrutural maior do que as condições submetidas as laminações cruzada e convencional (Z5cA a Z5cA3 e Z5cR a Z5cR3).

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar a caracterização por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e de Transmissão (MET), na sessão transversal a direção de laminação nas amostras submetidas ao ensaio de tração a quente, para melhor entender a influência das taxas de carregamento e temperaturas utilizadas, na microestrutura resultante das condições em estudo;
- Refinar as análises de MET, realizando análises de difração de elétrons e análises de Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X (*X-Ray Energy Dispersive Spectrometer* – EDS) com aumentos maiores, em pontos associados aos precipitados e a matriz de alumínio. Tais análises tem como objetivos identificar com precisão quais os precipitados existentes na matriz das amostras em estudo, e acompanhar suas possíveis evoluções durante o processamento realizado;
- Otimizar a preparação metalográfica quanto ao polimento eletrolítico, para que a microestrutura de todas as condições em estudo, possa ser visualizada por MEV, da mesma forma como a microestrutura da condição CR foi visualizada;
- Realizar uma maior gama de variação dos parâmetros dos ensaios de tração a quente (temperatura e taxas de deformação), para se ter um melhor acompanhamento da estabilidade da estrutura da liga de alumínio 7475-T7351, e sua evolução microestrutural durante o ensaio de tração a quente;
- Realizar análises de Difração por Elétrons Retroespalhados (*Electron Backscatter Diffraction* – EBSD) nas condições em estudo, além da condição CR. Esta análise terá como objetivo acompanhar a evolução da estrutura dos grãos e subestrutura ao longo do processamento da liga 7475-T7351;
- Realizar análises de dilatométrica em amostras das condições CR, Z, C, Z5cA e Z5cR para prever a evolução dos dispersóides η' e $MgZn_2$ durante os tratamentos térmicos de recozimento para recristalização e de alívio de tensão realizados.

- Realizar medidas de ultramicrodureza instrumentada principalmente nas amostras que foram submetidas ao tratamento térmico de recozimento para recristalização após a laminação cruzada, com o objetivo de verificar a evolução mecânica;

- Realizar ensaios de tração a quente, com uma repetição mínima de 5 corpos de provas por condição para se ter uma avaliação estatística. Para tal, serão utilizadas as condições C, C3, Z5cR e Z5cR3, ensaiados a uma taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e uma temperatura de 350 °C.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABOULFADL, H.; DEGES, J.; CHOI, P.; RAABE, D. **Dynamic Strain Aging Studied at the Atomic Scale**, Acta Materialia, 86(2015), pp. 34-42.
- ASM HANDBOOK. **Alloy Phase Diagrams**. ASM International: volume 3, 1992.
- ASM HANDBOOK. **Heat Treating**. ASM International: volume 4, 1991.
- ASM HANDBOOK. **Metallography and Microstructures**. ASM International: volume 9, 2004.
- ASM HANDBOOK. **Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**. ASM International: volume 2, 1990.
- AMS 2355. **Quality Assurance, Sampling and Testing, Aluminum Alloys and Magnesium Alloys, Wrought Products (Except Forging Stock), and Rolled, Forged, or Flash Welded Rings**. Norma técnica SAE International, atualizada em 2017.
- AMS 4202. **Aluminum Alloy Plate 5.7Zn - 2.2Mg - 1.6Cu - 0.22Cr (7475-T7351) Solution Heat Treated, Stress Relieved by Stretching, and Precipitation Heat Treated**. Norma técnica SAE International, revisão D, atualizada em 2012.
- BECK, P.A. **The Formation of Recrystallization Nuclei**, Journal of Applied Physics, 20(1949), pp. 633-634.
- BERG, L.K.; GJONNES, J.; HANSEN, V.; LI, X.Z.; WEDEL, M.K.; WATERLOO, G.; SCHRYVERS, D.; WALLENBERG, L.R. **GP-Zones in Al-Zn-Mg Alloys and their Role in Artificial Aging**, Acta Materialia, 49(2001), pp. 3443-3451.
- BRAGA, A.P.V. **Análise de Ligas de Alumínio Aeronáuticas Conformadas por Jateamento com Granalhas – Caracterização e Previsão de Deformação**. Dissertação apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Engenharia, USP, São Paulo, 2011
- BRESCIANI Filho, E.; ZAVAGLIA, C.A.C.; BUTTON, S.T.; GOMES, E.; NERY, F.A. da C. **Conformação Plástica dos Metais**. 6ª Edição (Primeira Digital). Campinas: Editora da Unicamp, 2011, 258 f. Volume Único.
- CAHN, R.W. **Recrystallization of Single Crystals after Plastic Bending**, Journal of the Institute of Metals, 76(1949), pp. 121-143.
- CAHN, R.W. **A New Theory of Recrystallization Nuclei**. Proceedings of the Physical Society of London, 63(1950), pp. 323-336.
- CHEMIN, A.; MARQUES, D.; BISANHA, L.; MOTHEO, A.J.; BOSE FILHO, W.W.;

- RUCHERT, C.O.F. **Influence of Al₇Cu₂Fe Intermetallic Particles on the Localized Corrosion of High Strength Aluminum Alloys**, *Materials and Design*, 53(2014), pp. 118-123.
- CHEMIN, A.; SPINELLI, D.; BOSE FILHO, W.; RUCHERT, C. **Corrosion Fatigue Crack Growth of 7475-T7351 Aluminum Alloy Under Flight Simulation Loading**, *Procedia Engineering*, 101(2015), pp. 85-92.
- COULES, H.E.; HORNE, G.C.M.; VENKATA, K.A.; PIRLING, T. **The Effects of Residual Stress on Elastic-Plastic Fracture Propagation and Stability**, *Materials and Design*, 143(2018), pp. 131-140.
- DIETER, G.E. **Metalurgia Mecânica**. Guanabara Dois, Rio de Janeiro, Segunda Edição, 1990, pp. 660.
- DURUSUN, T.; SOUTIS, C. **Recent Developments in Advanced Aircraft Aluminium Alloys**, *Materials and Design*, 56(2014), pp. 862–871.
- FERREIRA, N.; FERREIRA, J.A.M.; ANTUNES, P.V.; COSTA, J.D.; CAPELA, C. **Fatigue Crack Propagation in Shot Peened Al 7475-T7351 Alloy Specimens**, *Procedia Engineering*, 160(2016), pp. 254-261.
- FURUKAWA, M.; HORITA, Z.; NEMOTO, M; LANGDON, T.G. **Achieving Superplasticity at High Strain Rates Using Equal Channel Angular Pressing**, *Materials and Science and Technology*, 16(2000), pp. 1330-1333.
- GARCIA, A.; SPIM, J. A.; DOS SANTOS, C.A. **Ensaio dos Materiais**. 2ª Edição. Rio de Janeiro: LTC, 2014, 365 f. Volume Único.
- GOLDSTEIN, J.I.; NEWBURY, D.E.; ECHLIN, P.; JOY, D.C.; LYMAN, C.E.; LIFSHIN, E.; SAWYER, L.; MICHAEL, J.R. **Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis**. 3rd Edition. New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2003, 689 f. Volume Único.
- GOTTSTEIN, G.; SHVINDLERMAN, L.S. **On the retardation of grain boundary motion by small particles**, *Scripta Materialia*, 63(2010), pp. 1089-1091.
- HADJADJ, L; AMIRA, R. **The Effect of Cu Addition on the Precipitation and Redissolution in Al–Zn–Mg Alloy by the Differential Dilatometry**, *Journal of Alloys and Compounds*, 484(2009), pp. 891–895.
- HOMOLA, P.; RUZEK, R.; BEHAL, J. **Effect of Loading Spectrum Clipping and Truncation on Fatigue Crack Growth Behavior of 7475-T7351 Aluminum Alloy Under Variable Amplitude Loading**, *Procedia Engineering*, 101(2015), pp. 203-210.
- HUANGA, L.; LIUA, S.; DUA, Y.; ZHANG, C. **Thermal Conductivity of the Mg–Al–Zn Alloys: Experimental Measurement and CALPHAD Modeling**, *Calphad*, 62(2018), pp. 99–108.
- HUMPHREYS, F.J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and Related Annealing**

- Phenomena**, 2^o Edição. Oxford: Editora Pergamon, 2004. 614 f. Volume Único.
- ISLAMGALIEV, R.K.; YUNUSOVA, N.F.; VALIEV, R.Z.; TSENEV, N.K.; PEREVEZENTSEV, V.N.; LANGDON, T.G. **Characteristics of Superplasticity in an Ultrafine-Grained Aluminum Alloy Processed by ECA Pressing**. Scripta Materialia, 49(2003), pp. 467-472.
- JIANG, J.; DING, Y., ZUO, F.; SHAN, A. **Mechanical Properties and Microstructures of Ultrafine -Grained Pure Aluminum by Asymmetric Rolling**. Scripta Materialia, 60(2009), pp. 905-908.
- KADLEC, M.; RUZEK, R.; NOVAKOVA, L. **Mechanical Behaviour of AA 7475 Friction Stir Welds with the Kissing Bond Defect**. International Journal of Fatigue, 74(2015), pp. 7–19.
- KAIBYSHEV, R.; SITDIKOV, O.; MAZURINA, I.; LESUER, D.R. **Mechanism of Ultrafine Grain Formation During Intense Plastic Straining in an Aluminum Alloy at Intermediate Temperatures**. In: THERMEC 2000, Las Vegas, December 4-8, 2000.
- KIM, J. K. Kim, J.K., Jee, Y.K.; Huh, M.Y.; Jeong, H.T. **Formation of Textures and Microstructures in Asymmetrically Cold Rolled and Subsequently Annealed Aluminum Alloy 1100 Sheets**. Journal of Materials Science, Seoul, Korea, 39(2004), pp. 5365-5369.
- LEO, P.; CERRI, E.; MCQUEEN, H.J.; CHIOZZI, S. **Microstructure and Mechanical Characterization of an Al-Zn-Mg Alloy After Various Heat Treatments and Room Temperature Deformation**. Materials Science Forum, 604-605(2009), pp. 67-76.
- LI, H.X.; BAI, Q.L.; LI, Y.; DU, Q.; KATGERMAN, L.; ZHANG, J.S.; ZHUANG, L.Z. **Mechanical Properties and Cold Cracking Evaluations of Four 7XXX Series Aluminum Alloys Using A Newly Developed Index**. Materials Science & Engineering A, 698(2017), pp. 230-237.
- LIAO, Y.G.; HAN, X.Q.; ZENG, M.X.; JIN, M. **Influence of Cu on Microstructure and Tensile Properties of 7XXX Series Aluminum Alloy**. Materials and Design, 66(2015), pp. 581–586.
- LIMA, E. P. R. **Estudo da Cinética de Recristalização da Liga de Alumínio AA 8011 na Condição H18**. Recife, 2002. 92 f. Dissertação de Mestrado – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2002.
- LUO, T.; NI, D.R.; XUE, P.; LI, Y.Z.; XIAO, B.L.; MA, Z.Y.; FU, M.J.; LI, X.H.; ZENG, Y.S. **Low-Temperature Superplasticity of Nugget Zone of Friction Stir Welded Al-Mg Alloy Joint**, Materials Science and Engineering A, 727(2018), pp. 177-183.
- MCCORMICK, P. G. **Theory of Flow Localisation Due to Dynamic Strain Ageing**. Acta Metallurgica, 36/ 12(1988), pp. 3061–3067.
- MINATEL, R. **Um Estudo Comparativo Sobre a Recristalização de Chapas de Alumínio**

- AA1200 e AA3003 Obtidas por Lingotamento Contínuo (Twin RollCaster) e por Fundição de Placas (Direct Chill).** São Paulo, 2009. 84 f. Dissertação de Mestrado - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.
- NIEH, T.G.; WADSWORTH, J.; SHELBY, O.D. **Superplasticity in Metals and Ceramics.** Segunda Edição. New York: Cambridge University Press, 2005. 287 f. Volume Único.
- NOVIKOV, V.Y. **On Grain Growth in the Presence of Mobile Particles,** Acta Materialia, 58(2010), pp. 3326-3331.
- OLIVEIRA, J. da C.P.T. **Estudo da Microestrutura e da Textura Durante a Laminação a Frio e a Recristalização de Alumínio com Diferentes Níveis de Pureza.** São Paulo, 2009. 261 f. Tese de Doutorado – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.
- PADILHA, A.F.; SICILIANO JR, F. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura.** Terceira Edição, Revisada e Ampliada. São Paulo: ABM Livros, 2005. 248f. Volume Único.
- PADILHA, A.F. **Materiais de Engenharia, Microestrutura e Propriedades.** Primeira Edição. Curitiba: Editora Hemus, 2000. 343f. Volume Único.
- PARK, C.S.; NA, T.W.; PARK, H.K.; LEE, B.J.; HAN, C.H.; HWANG, N.M. **Three-Dimensional Monte Carlo Simulation for the Effect of Precipitates and Sub-Boundaries on Abnormal Grain Growth,** Scripta Materialia: 66(2012), pp. 398–401.
- PORTER, D.A.; EASTERLING, K. **Phase Transformations in Metals and Alloys,** Second Edition. New York, Editora Chapman and Hall, 1992.454 f. Volume Único.
- PRASAD, S. **Studies on the Hall - Heroult Aluminum Electrowinning Process.** J. Braz. Chem. Soc., 11/ 3(2000), pp. 245-251.
- RAMOS, R.; FERREIRA, N.; FERREIRA, J.A.M.; CAPELA, C.; BATISTA, A.C. **Improvement in Fatigue Life of Al 7475-T7351 Alloy Specimens by Applying Ultrasonic and Microshot Peening,** International Journal of Fatigue, 92(2016), pp. 87-95.
- RODRIGUEZ, P. **Serrated Plastic Flow,** Bulletin of Materials Science, 6-4(1984), pp. 653-663.
- ROMETSCH, P.A.; ZHANG, Y.; KNIGHT, S. **Heat Treatment of 7XXX Series Aluminium Alloys – Some Recent Developments,** Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 24(2014), pp. 2003-2017.
- SLÁMOVÁ, M.; OCENÁSEK, V.; VOORT, G.V. **Polarized Light Microscopy: Utilization in the Investigation of the Recrystallization of Aluminum Alloys.** Materials Characterization, 52(2004), pp. 165–177.
- SOUZA, S.H.; PADILHA, A.F. **Recozimento da Liga de Alumínio AA 7075 Após**

- Laminação a Frio.** 72° Congresso Anual da ABM ABMWeek 2017 (3° Edição) 72(2017), pp 172-182.
- SVERDLIN, A. **Introduction to Aluminum.** In: Handbook of Aluminum, Physical Metallurgy and Processes. New York, Editora Marcel Dekker, cap.1, p. 1-32, 2003.1309 f. Volume 1.
- SUBROTO, T.; MIROUX, A.; ESKIN, D. G.; KATGERMAN, L. **Tensile Mechanical Properties, Constitutive Parameters and Fracture Characteristics of an As-cast AA7050 Alloy in the Near-Solidus Temperature Regime,** Materials Science and Engineering A, 679(2017), pp. 28-35.
- TAHERI, T.M.; MACCAGNO, T.M.; JONAS, J.J. **Dynamic Strain Aging and the Wire Drawing of Low Carbon Steel Rods.** The Iron and Steel Institute of Japan International, 35-12(1995), pp. 1532-1540.
- TOTTEN, G.E.; MACKENZIE, D.S. (Ed.). **Handbook of Aluminum: Physical metallurgy and processes.** Nova Iorque, EUA, v. 1., 2003.
- WANG, B.; CHEN, X.H.; PAN, F.S.; MAO, J.J.; FANG, Y. **Effects of Cold Rolling and Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of AA 5052 Aluminum Alloy.** Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 25(2015), pp. 2481–2489.
- WATERLOO, G.; HANSEN, V.; GJONNES, J.; SKJERVOLD, S.R. **Effect of Predeformation and Preaging at Room Temperature in Al-Zn-Mg - (Cu, Zr) Alloys.** Materials Science and Engineering A, volume 303, p. 226 – 233, 2001.
- WERENSKIOLD, J. C.; DESCHAMPS, A; BRÉCHET, Y. **Characterization and modeling of precipitation kinetics in na Al–Zn–Mg alloy.** Materials Science and Engineering A, 293(2000), pp. 267-274.
- XIAO, W.; WANG, B; WU, Y.; YANG, X. **Constitutive Modeling of Flow Behavior and Microstructure Evolution of AA7075 in Hot Tensile Deformation.** Materials Science and Engineering A, 712(2018), pp. 704–713.
- XU, C. FURUKAWA, M.; HORITA, Z.; LANGDON, T.G. **Using ECAP to Achieve Grain Refinement, Precipitate Fragmentation and High Strain Rate Superplasticity in a Spraycast Aluminum Alloy.** Acta Materialia, 51(2003), pp. 6139–6149.
- YAMAMOTO, A.; MINAMI, K.; ISHIHARA, U.; TSUBAKINO, H. **Calorimetric and Resistivity Study of Formatio and Redissolution of Precipitates in 7050 Aluminium Alloy.** Materials Transactions, 39/ 1 (1998), pp. 69–74.
- ZHANG, Y.; LIU, J.P.; CHEN, S. Y.; XIE, X.; LIAW, P.K.; DAHMEN, K. A.; QIAO, J.W.; WANGA, Y. L. **Serration and Noise Behaviors in Materials.** Progress in Materials Science, 90(2017), pp. 358-460.
- ZHANG, X.; CHEN, Y.; HU, J. **Recent Advances in the Development of Aerospace Materials.** Progress in Aerospace Sciences, 97(2018), pp. 22-34.

8 ANEXOS

8.1 ANEXO 1 – NOMENCLATURA E SIGNIFICADOS DAS AMOSTRAS

Conforme mencionado no item 3.2.1 Identificação das Amostras, para uma melhor fluidez na apresentação dos dados e discussão dos mesmos, as amostras foram identificadas segundo a codificação apresentada na FIG. 3.1. Nas TAB. 8.1, TAB. 8.2, TAB. 8.3, TAB. 8.4, TAB. 8.5 estão apresentadas as nomenclaturas e os significados das amostras que foram utilizadas neste trabalho, separadas de acordo com a espessura e processamento das mesmas.

TAB. 8.1 Nome e significado da amostra com 12,5 mm de espessura.

Nome da Amostra	Descrição
CR	Material de partida

TAB. 8.2 Nome e significado das amostras com 6,2 mm de espessura.

Nome da Amostra	Descrição
Z	Amostra CR submetida a laminação cruzada até 6 mm de espessura.
Z2	Amostra CR submetida a laminação cruzada até 6 mm de espessura e recozida durante 15 minutos a temperatura de 200 °C.
Z3	Amostra CR submetida a laminação cruzada até 6 mm de espessura e recozida durante 15 minutos a temperatura de 300 °C.
Z4	Amostra CR submetida a laminação cruzada até 6 mm de espessura e recozida durante 15 minutos a temperatura de 400 °C.
Z5a	Amostra CR submetida a laminação cruzada até 6 mm de espessura e recozida durante 15 minutos a temperatura de 500 °C.
Z5b	Amostra CR submetida a laminação cruzada até 6 mm de espessura e recozida durante 30 minutos a temperatura de 500 °C.
Z5c	Amostra CR submetida a laminação cruzada até 6 mm de espessura e recozida durante 60 minutos a temperatura de 500 °C.
Z5d	Amostra CR submetida a laminação cruzada até 6 mm de espessura e recozida durante 120 minutos a temperatura de 500 °C.

TAB. 8.3 Nome e significado das amostras com 3 mm de espessura que foram submetidas a laminação convencional.

Nome da Amostra	Descrição
C	Amostra CR submetida a laminação convencional até 3 mm de espessura.
C2	Amostra CR submetida a laminação convencional até 3 mm de espessura e recozida durante 15 minutos a temperatura de 200 °C.
C3	Amostra CR submetida a laminação convencional até 3 mm de espessura e recozida durante 15 minutos a temperatura de 300 °C.
C4	Amostra CR submetida a laminação convencional até 3 mm de espessura e recozida durante 15 minutos a temperatura de 400 °C.
C5a	Amostra CR submetida a laminação convencional até 3 mm de espessura e recozida durante 15 minutos a temperatura de 500 °C.

TAB. 8.4 Nome e significado das amostras com 3 mm de espessura, que foram laminadas a temperatura ambiente, a partir da condição Z5c.

Nome da Amostra	Descrição
Z5cA	Amostra CR submetida a laminação cruzada até 6 mm de espessura, recozida durante 60 minutos a temperatura de 500 °C e laminada convencionalmente a temperatura ambiente até 3 mm de espessura.
Z5cA2	Amostra CR submetida a laminação cruzada até 6 mm de espessura, recozida durante 60 minutos a temperatura de 500 °C, laminada convencionalmente a temperatura ambiente até 3 mm de espessura e recozida durante 15 minutos a temperatura de 200 °C.
Z5cA3	Amostra CR submetida a laminação cruzada até 6 mm de espessura, recozida durante 60 minutos a temperatura de 500 °C, laminada convencionalmente a temperatura ambiente até 3 mm de espessura e recozida durante 15 minutos a temperatura de 300 °C.
Z5cA4	Amostra CR submetida a laminação cruzada até 6 mm de espessura, recozida durante 60 minutos a temperatura de 500 °C, laminada convencionalmente a temperatura ambiente até 3 mm de espessura e recozida durante 15 minutos a temperatura de 400 °C.
Z5cA5a	Amostra CR submetida a laminação cruzada até 6 mm de espessura, recozida durante 60 minutos a temperatura de 500 °C, laminada convencionalmente a temperatura ambiente até 3 mm de espessura e recozida durante 15 minutos a temperatura de 500 °C.

TAB. 8.5 Nome e significado das amostras com 3 mm de espessura, que foram laminadas com resfriamento prévio em nitrogênio líquido, a partir da condição Z5c.

Nome da Amostra	Descrição
Z5cR	Amostra CR submetida a laminação cruzada até 6 mm de espessura, recozida durante 60 minutos a temperatura de 500 °C e laminada convencionalmente a com resfriamento prévio em nitrogênio líquido até 3 mm de espessura.
Z5cR2	Amostra CR submetida a laminação cruzada até 6 mm de espessura, recozida durante 60 minutos a temperatura de 500 °C, laminada convencionalmente a com resfriamento prévio em nitrogênio líquido até 3 mm de espessura e recozida durante 15 minutos a temperatura de 200 °C.
Z5cR3	Amostra CR submetida a laminação cruzada até 6 mm de espessura, recozida durante 60 minutos a temperatura de 500 °C, laminada convencionalmente a com resfriamento prévio em nitrogênio líquido até 3 mm de espessura e recozida durante 15 minutos a temperatura de 300 °C.
Z7R4	Amostra CR submetida a laminação cruzada até 6 mm de espessura, recozida durante 60 minutos a temperatura de 500 °C, laminada convencionalmente a com resfriamento prévio em nitrogênio líquido até 3 mm de espessura e recozida durante 15 minutos a temperatura de 400 °C.
Z5cR5a	Amostra CR submetida a laminação cruzada até 6 mm de espessura, recozida durante 60 minutos a temperatura de 500 °C, laminada convencionalmente a com resfriamento prévio em nitrogênio líquido até 3 mm de espessura e recozida durante 15 minutos a temperatura de 500 °C.

8.2 ANEXO 2 – PRINCIPAIS DEFEITOS OBSERVADOS DURANTE A LAMINAÇÃO DE CHAPAS DA LIGA 7475-T7351

Este anexo tem como objetivo, apresentar os principais defeitos ocorridos durante a laminação a frio e a morno das chapas da liga de alumínio 7475-T7351, e quais os principais parâmetros utilizados na laminação que provocaram tais defeitos.

Na FIG. 8.1 estão apresentadas fotos de uma amostra que apresentou uma fratura localizada aproximadamente a $\frac{1}{2}$ da espessura, e na FIG. 8.2 está apresentada uma foto de um chapa que apresentou trincas em suas extremidades.

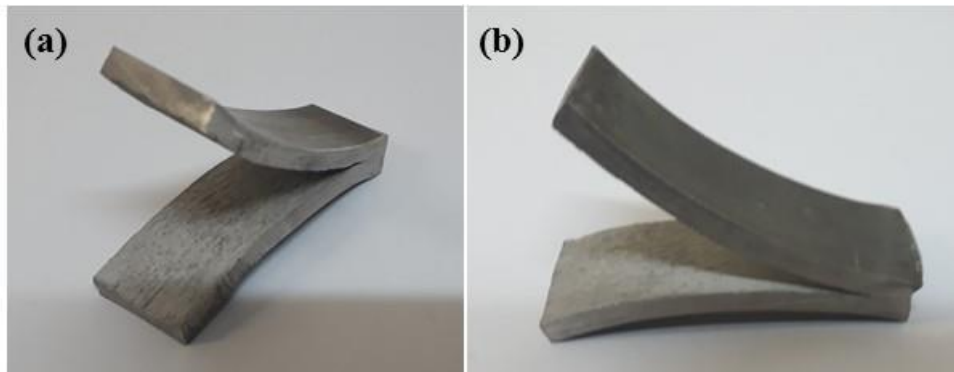


FIG. 8.1 (a) Vista frontal e (b) vista lateral de uma amostra da condição CR ao ser laminada.

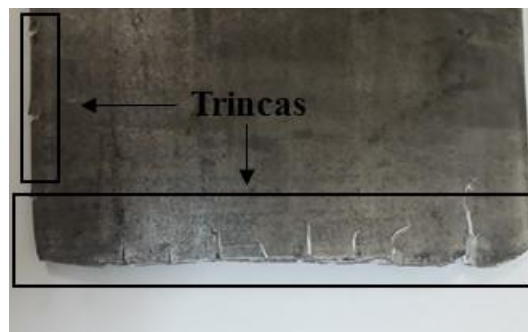


FIG. 8.2 Vista superior de uma chapa laminada com uma espessura final de 3 mm.

Conforme pode ser observado na FIG. 8.1, ocorreu uma fratura localizada próxima a $\frac{1}{2}$ da espessura da chapa, provocando sua abertura. Este tipo de comportamento foi constatado principalmente nas amostras em que tentou-se realizar a laminação com resfriamento prévio em nitrogênio líquido.

O comportamento apresentado na FIG. 8.1, ocorre entre o 2º e 5º passes de laminação da condição CR com o resfriamento prévio em nitrogênio líquido, independente da deformação realizada a cada passe e direção de laminação. Foi constatado que quanto maior a deformação a cada passe, este defeito ocorre mais próximo do 2º passe.

Conforme apresentado nas seções 3.2.3.1 Laminação convencional e laminação cruzada / 3.2.3.2. tratamento térmico de recozimento para recristalização, a laminação a partir da condição Z com resfriamento prévio da amostra em nitrogênio líquido, só foi possível ser realizada devido o tratamento térmico de recozimento para recristalização realizado nas amostras. Para tempos e temperaturas menores do que 500 °C e 60 minutos de encharque, ocasionaram o mesmo tipo de defeito.

Este defeito também ocorreu, porém apenas nas extremidades e com uma pequena extensão, nas amostras que tiveram a laminação convencional até 3 mm de espessura a

temperatura ambiente. Para que tal defeito não ocorresse, era necessário esperar a chapa que foi laminada voltasse a temperatura ambiente.

E por último, o defeito apresentado na FIG. 8.1 também ocorre na laminação convencional a temperatura ambiente da amostra CR, com deformações maiores do que 20% por passe. Sendo assim, somado a uma melhor planicidade das chapas laminadas no laminador do IME, foi-se escolhido uma deformação por passe de 10%.

Outro defeito também evidenciado durante a laminação das chapas de alumínio da liga 7475-T7351, é o surgimento de trincas nas bordas das chapas, conforme é apresentado na FIG. 8.2. Tal defeito só começou ser evidenciado, nos últimos passes de laminação, ou seja, após o 10º passe.

O defeito apresentado na FIG. 8.2 na maior parte das vezes ocorreu, durante a laminação das chapas que foram previamente resfriadas em nitrogênio líquido (laminação realizada após a condição Z5c). Porém, algumas poucas vezes foi evidenciado este tipo de defeito, em chapas que foram laminadas a temperatura ambiente (condições C e Z5cA).

8.3 ANEXO 3 – RESULTADOS OBTIDOS NOS ENSAIOS DE TRAÇÃO COM DISTINTAS TEMPERATURAS E TAXAS DE DEFORMAÇÃO

Conforme mencionado na seção 4.4.2 Comportamento Mecânico quanto a Tração a Quente, o anexo 3 apresenta os valores das propriedades mecânicas avaliadas, obtidas através das curvas Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia tanto no ensaio de tração a temperatura ambiente quanto com distintas temperaturas de ensaio. Também são apresentados os valores da deformação plástica dos corpos de prova após a ruptura, bem como a redução percentual da área dos corpos de provas submetidos ao ensaio de tração a quente.

Na TAB. 8.6 estão apresentados os valores da média e do desvio padrão do limite de escoamento, limite de resistência e deformação plástica obtida após a ruptura dos corpos de prova tracionados a temperatura ambiente. As curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia de onde se originaram os valores do limite de escoamento e de resistência, estão apresentadas nas FIG. 4.12, FIG. 4.20, FIG. 4.28, FIG. 4.29 e FIG. 4.30.

TAB. 8.6 Limite de escoamento, limite de resistência e deformação plástica obtida após a ruptura dos corpos de prova tracionados a temperatura ambiente.

Condições	Limite de Escoamento (MPa)		Limite de Resistência (MPa)		Deformação Plástica (%)	
	Média	Desvio	Média	Desvio	Média	Desvio
CR	402,10	8,88	471,38	5,89	17,75	1,28
C	537,44	8,34	546,33	10,56	5,93	1,42
C2	397,28	5,27	438,64	9,65	10,85	1,57
C3	325,91	7,00	381,83	4,27	10,02	0,25
Z7	288,77	9,87	472,26	2,07	15,79	1,52
Z7A	417,97	1,91	461,32	3,56	7,53	4,24
Z7A2	326,04	33,56	366,97	36,47	7,56	1,40
Z7A3	225,74	4,26	291,52	5,47	12,34	1,15
Z7R	417,61	3,82	461,01	0,90	5,73	1,68
Z7R2	320,67	12,89	359,72	10,02	8,45	0,92
Z7R3	222,44	1,13	296,16	0,76	12,43	3,34

Na TAB. 8.7 são apresentados os valores dos limite de resistência, obtidos através das curvas de Tensão (MPa) x Deformação (%) de engenharia geradas pelo ensaio de tração a quente, cujas curvas são apresentadas nas FIG. 4.32, FIG. 4.33 e FIG. 4.34.

TAB. 8.7 Limite de resistência (medidos em MPa), obtidos no ensaio de tração a quente para as condições em estudo.

Temperatura do ensaio	Taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$			Taxa de deformação de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$		
	250 °C	300 °C	350 °C	250 °C	300 °C	350 °C
C	126,22	71,31	39,32	130,12	74,08	44,52
C2	120,86	67,47	37,33	142,20	79,40	55,89
C3	120,01	75,46	39,85	136,82	82,33	44,19
Z5cA	102,23	55,72	33,83	105,74	54,62	39,37
Z5cA2	103,54	56,50	35,09	104,08	57,30	40,26
Z5cA3	60,95	54,61	35,32	89,63	60,32	36,40
Z5cR	99,65	66,56	34,28	-	-	36,74
Z5cR2	104,45	58,97	40,39	117,46	65,42	43,88
Z5cR3	82,13	55,62	41,11	85,65	53,77	39,71

Na TAB. 8.8 são apresentados os valores da redução percentual de área dos corpos de prova ensaiados a uma taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ nas temperaturas de 250 e 350 °C. Cujas imagens de fratura, de onde foram extraídos os valores da área final, para se poder calcular os valores das reduções de áreas estão apresentadas nas FIG. 4.41 a FIG. 4.49.

TAB. 8.8 Redução percentual de área dos corpos de provas ensaiados a uma taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ nas temperaturas de 250 e 350 °C.

Condição	Temperatura de Ensaio	
	250 °C	350 °C
CR	-	82,62%
C	76,48%	82,47%
C2	75,15%	81,62%
C3	71,94%	85,02%
Z5cA	77,40%	79,12%
Z5cA2	79,79%	85,14%
Z5cA3	86,05%	79,70%
Z5cR	75,84%	77,54%
Z5cR2	78,64%	79,55%
Z5cR3	-	84,53%

Nas tabelas TAB. 8.9, TAB. 8.10 e TAB. 8.11 são apresentados os valores da deformação plástica obtida após a ruptura dos corpos de prova, através do ensaio de tração realizado nas temperaturas de 250, 300 e 350 °C, respectivamente.

TAB. 8.9 Deformação obtida nos corpos de prova após a fratura no ensaio de tração realizado a uma temperatura de 250 °C.

Temperatura do Ensaio	Condição	Taxa de Deformação	
		$5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$
250 °C	CR	22,20%	16,92%
	C	23,80%	22,41%
	C2	27,45%	26,97%
	C3	27,56%	28,56%
	Z5cA	29,47%	33,20%
	Z5cA2	28,90%	28,03%
	Z5cA3	28,90%	28,03%
	Z5cR	27,00%	33,08%
	Z5cR2	27,54%	28,14%
	Z5cR3	36,94%	35,64%

TAB. 8.10 Deformação obtida nos corpos de prova após a fratura no ensaio de tração realizado a uma temperatura de 300 °C.

Temperatura do Ensaio	Condição	Taxa de Deformação	
		$5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$
300 °C	CR	17,62%	-
	C	27,88%	28,44%
	C2	33,84%	29,42%
	C3	23,75%	36,32%
	Z5cA	42,54%	43,33%
	Z5cA2	33,89%	37,92%
	Z5cA3	33,89%	37,92%
	Z5cR	40,15%	-
	Z5cR2	33,45%	33,01%
	Z5cR3	37,01%	42,67%

TAB. 8.11 Deformação obtida nos corpos de prova após a fratura no ensaio de tração realizado a uma temperatura de 350 °C.

Temperatura do Ensaio	Condição	Taxa de Deformação	
		$5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$
350 °C	CR	36,56%	24,78%
	C	35,44%	36,65%
	C2	49,44%	34,49%
	C3	44,36%	38,33%
	Z5cA	52,51%	47,69%
	Z5cA2	57,11%	29,92%
	Z5cA3	41,98%	50,59%
	Z5cR	75,33%	51,94%
	Z5cR2	49,97%	40,01%
	Z5cR3	47,80%	46,39%