

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
SETOR DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE
MATERIAIS – MESTRADO

DANIELLE CRISTINA CAMILO

ESTUDO DA LAMINAÇÃO CRIOGÊNICA E DO ENVELHECIMENTO NATURAL NA
LIGA AA7050: MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES

PONTA GROSSA
2013

DANIELLE CRISTINA CAMILO

ESTUDO DA LAMINAÇÃO CRIOGÊNICA E DO ENVELHECIMENTO NATURAL NA
LIGA AA7050: MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES

Dissertação apresentada para obtenção do grau de Mestre no Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, da Universidade Estadual de Ponta Grossa. Área de concentração: Processamento de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho

PONTA GROSSA
2013

Ficha Catalográfica
Elaborada pelo Setor de Tratamento da Informação BICEN/UEPG

Camilo, Danielle Cristina
C183 Estudo da laminação criogênica e do
 envelhecimento natural na liga aa7050:
 microestrutura e propriedades/ Danielle
 Cristina Camilo. Ponta Grossa, 2013.
 124f.

 Dissertação (Mestrado em Engenharia e
 Ciência de Materiais - Área de
 Concentração: Desenvolvimento e
 Caracterização de Materiais), Universidade
 Estadual de Ponta Grossa.
 Orientador: Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki
 Cintho.

 1.Alumínio AA7050. 2.Laminação
 criogênica. 3.Envelhecimento natural.
 4.Microestrutura. 5.Propriedades
 mecânicas.. I.Cintho, Osvaldo Mitsuyuki.
 II. Universidade Estadual de Ponta Grossa.
 Mestrado em Engenharia e Ciência de
 Materiais. III. T.

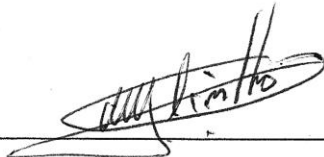
CDD: 672

DANIELLE CRISTINA CAMILO

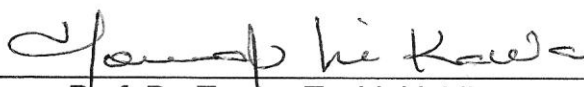
ESTUDO DA LAMINAÇÃO CRIOGÊNICA E DO ENVELHECIMENTO NATURAL NA
LIGA AA7050: MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES

Dissertação aprovada como requisito para obtenção do grau de Mestre no Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, da Universidade Estadual de Ponta Grossa. Área de concentração: Processamento de Materiais.

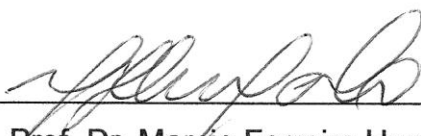
Ponta Grossa, 10 de julho de 2013.



Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho (Orientador)
Doutor em Engenharia Metalúrgica
Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG)



Prof. Dr. Tomaz Toshini Ishikawa
Doutor em Ciência dos Materiais
Universidade Federal de São Carlos (UFSCar)



Prof. Dr. Marcio Ferreira Hupalo
Doutor em Engenharia Metalúrgica
Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG)

Aos meus pais:
Antônio Vamir Camilo (*in memoriam*) e Marli Ferreira Camilo,
pelo esforço, dedicação e incentivo aos estudos em todos os momentos.

AGRADECIMENTOS

Ao meu esposo, Thiago Malta Magalhães, que sempre me apoiou, incentivou, compreendeu e colaborou durante esta jornada.

Aos meus familiares, pela dedicação e apoio e que souberam compreender minha ausência durante a realização deste curso.

Ao professor Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho pela orientação, confiança e amizade, com quem tive o privilégio de partilhar idéias e receber atenção especial nessa jornada durante a elaboração deste trabalho.

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais pela oportunidade de desenvolvimento deste curso de Mestrado.

A todos os professores do Departamento de Engenharia de Materiais e aos funcionários dos laboratórios. Em especial, ao professor Dr. Marcio Ferreira Hupalo, sempre prestativo e interessado nos resultados deste trabalho, pelas sugestões e auxílios dados nas laminações. Agradecimentos, também, ao professor MSc. Selauco Vurobi Jr. pelas dicas e auxílios prestados com os tratamentos térmicos.

Aos amigos por todo companheirismo e bons momentos partilhados ao longo desta caminhada. Em especial, ao compadre Carlos Alberto Silva de Lima pela ajuda nas horas difíceis, pela paciência e pelos momentos de descontração durante o Mestrado. Agradecimentos também ao Igor Ziareski pela ajuda com as usinagens e ao Maurício de Castro pela paciência com as análises térmicas.

A CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) pela bolsa de Mestrado concedida.

A ELEB Equipamentos Ltda pelo fornecimento da liga AA7050-T7451 utilizada para estudo neste trabalho.

A todos que direta ou indiretamente contribuíram para a realização e concretização deste Mestrado e que involuntariamente não foram nominados.

A tarefa não é tanto ver aquilo que ninguém viu, mas pensar o que
ninguém ainda pensou sobre aquilo que todo mundo vê.

(Arthur Schopenhauer)

RESUMO

A ênfase do presente trabalho foi caracterizar as propriedades mecânicas da liga de alumínio AA7050 submetida à laminação criogênica e envelhecimento natural. Amostras da liga de alumínio AA7050 foram laminadas criogenicamente em quatro graus de deformação equivalente: $\epsilon = 0,5$; $\epsilon = 0,9$; $\epsilon = 1,1$ e $\epsilon = 1,4$. Para cada grau de deformação, as amostras foram envelhecidas naturalmente por 0 hora, 10 horas, 100 horas e 1000 horas. A análise da cinética de envelhecimento natural indicou que com 10 horas de envelhecimento foi atingida uma fração transformada de 50%, o que mostra que a velocidade de transformação nessa liga é relativamente alta, exigindo baixa energia de ativação para ocorrer. O expoente de Avrami calculado foi igual a 0,828, indicando que a precipitação ocorre em discordâncias. Por meio da análise metalográfica constatou-se um refino microestrutural, o qual foi mais intenso para maiores graus de deformação. As propriedades mecânicas foram avaliadas por meio de medidas de dureza Vickers por micro-impressão e ensaio de tração uniaxial. A amostra sem deformação aumentou sua dureza em 30% nas primeiras 10 horas de envelhecimento natural, atingindo uma estabilização a partir de 100 horas. Já as amostras deformadas tiveram um aumento médio de 80% na dureza após 1000 horas, independentemente do grau de deformação. Foi observada uma competição entre a recuperação estática e a precipitação nas primeiras horas de envelhecimento natural para as amostras mais deformadas ($\epsilon = 1,1$ e $\epsilon = 1,4$). Os resultados também indicam que para maiores graus de deformação ($\epsilon = 1,1$ e $\epsilon = 1,4$) o envelhecimento natural não afetou as propriedades mecânicas sob tração significativamente. Por outro lado, para menores graus de redução, o aumento da resistência mecânica foi mais significativo. Para a amostra inicial, o limite de escoamento aumentou em 153% com 1000 horas de envelhecimento natural. A amostra com $\epsilon = 0,5$ e 1000 horas de envelhecimento apresentou um limite de escoamento 323% maior do que a amostra inicial, solubilizada. Além disso, em relação à todas as amostras deformadas, esta condição apresentou o maior alongamento total (15%), representando uma combinação ótima de deformação e tratamento térmico. As imagens de microscopia eletrônica das superfícies de fratura revelaram a ocorrência de fratura essencialmente dúctil, com abundância de “*dimples*”, para todas as condições. Os resultados de análise térmica (DSC) confirmaram a elevada fração volumétrica de zonas GP e da fase η' , formadas no envelhecimento natural. Além disso, a deformação alterou a forma das curvas de DSC, principalmente na temperatura de precipitação de η' , devido ao aumento de sítios para nucleação. As microanálises por EDS, tanto das partículas na superfície de fratura quando no material dissolvido para extração de precipitados, indicaram os elementos formadores das fases $MgZn_2$, Al_2CuMg , Al_2Cu , $Al_2Zn_3Mg_3$, Mg_2Si , Al_7Cu_2Fe e $AlZnMgCu$. As difrações de raios x indicaram textura cristalográfica para o menor grau de redução, na direção [110], o que foi associado com a distribuição bimodal de tamanho de grão.

Palavras-chave: Alumínio AA7050. Laminação criogênica. Envelhecimento natural. Microestrutura. Propriedades mecânicas.

ABSTRACT

The emphasis of this work was to characterize the mechanical properties of aluminum alloy AA7050 subjected to cryogenic rolling and natural aging. Samples of aluminum alloy AA7050 were cryogenically rolled in four degrees of effective strain: $\epsilon = 0,5$, $\epsilon = 0,9$, $\epsilon = 1,1$ and $\epsilon = 1,4$. For each degree of deformation, the samples were naturally aged for 0 hours, 10 hours, 100 hours and 1000 hours. The analysis of the kinetics of natural aging indicated with 10 hours was achieved transform a fraction of 50%, which shows that the rate of transformation in this alloy was relatively high, requiring low energy of activation to occur. The calculated Avrami exponent was equal to 0,828 indicating that precipitation occurs in dislocations. By means of metallographic analysis evidenced a microstructural refinement, which was more intense for higher degrees of deformation. Mechanical properties were evaluated by Vickers microhardness measurements and tensile testing. The sample without deformation the hardness increase 30% in 10 hours of natural aging, reaching a stabilization from 1000 hours. For the deformed samples had an average increase in hardness from 80% after 1000 hours regardless of the degree of deformation. There was a competition between the static recovery and precipitation in the early hours of natural aging for samples more deformed ($\epsilon = 1,1$ and $\epsilon = 1,4$). The results also indicate that for higher degrees of deformation ($\epsilon = 1,1$ and $\epsilon = 1,4$) the natural aging did not affect the mechanical properties under tension significantly. On the other hand, for lower degrees of reduction, increased mechanical strength was more significant. For the initial sample, the yield strength increased 153% with 1000 hours of natural aging. A sample of $\epsilon = 0,5$ and 1000 hours presented a 323% yield strength greater than as-quench sample. Furthermore, regarding all samples deformed, this condition had the highest total elongation (15%), representing an optimal combination of deformation and thermal treatment. The images of electron microscopy of the fracture surfaces revealed the occurrence of ductile fracture primarily, with plenty of dimples, for all conditions. Thermal analysis (DSC) results confirmed the high volume fraction of GP zones and η' phase, formed in natural aging. Moreover, the deformation changed the form of DSC curves, especially at a temperature of precipitation of η' due to the increase of sites for nucleation. The EDS microanalysis, both particles in the fracture surface when the dissolved material for extraction of precipitates indicated the elements forming the phases $MgZn_2$, Al_2CuMg , Al_2Cu , $Al_2Zn_3Mg_3$, Mg_2Si , and Al_7Cu_2Fe $AlZnMgCu$. The x-ray diffraction indicate a crystallographic texture for lower degree of reduction in the direction [110], which was associated with bimodal distribution of grain size.

Keywords: AA7050 aluminum alloy. Cryogenic rolling. Natural aging. Microstructure. Mechanical properties.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	- Sistema de classificação das ligas trabalháveis de alumínio.....	21
Tabela 2	- Sistema de classificação das ligas fundidas de alumínio.....	21
Tabela 3	- Composição química da liga AA7050 (7).....	22
Tabela 4	- Propriedades físicas típicas da liga de alumínio AA7050, na condição T4 ^(a) (1).....	23
Tabela 5	- Propriedades mecânicas da liga de alumínio AA7050, na condição T7451 ^(a) , em temperatura ambiente (1)	23
Tabela 6	- Resumo das principais fases presentes na liga AA7050.....	24
Tabela 7	- Resumo das designações adotadas para as ligas termicamente tratáveis.....	27
Tabela 8	- Especificações técnicas do tratamento térmico T7451 para a liga AA7050 (9).....	29
Tabela 9	- Resumo dos máximos tempos de atraso e de estocagem após a solubilização e têmpera para diversas ligas de alumínio (5).....	55
Tabela 10	- Resumo dos parâmetros obtidos nas laminações criogênicas. As linhas em destaque referem-se aos graus de deformação adotados neste trabalho.....	57
Tabela 11	- Resumo dos valores de limite de escoamento (em MPa) obtidos no ensaio de tração uniaxial da liga AA7050 com diferentes graus de deformação e tempos de envelhecimento natural.....	87
Tabela 12	- Resumo dos valores de limite de resistência à tração (em MPa) obtidos no ensaio de tração uniaxial da liga AA7050 com diferentes graus de deformação e tempos de envelhecimento natural.....	89
Tabela 13	- Resumo dos valores de alongamento total (em %) obtidos no ensaio de tração uniaxial da liga AA7050 com diferentes graus de deformação e tempos de envelhecimento natural.....	90
Tabela 14	- Análise quantitativa dos principais elementos de liga (% em peso) identificados nas microanálises por EDS das amostras da liga AA7050, com e sem deformação criogênica.....	110

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - Representação esquemática dos mecanismos de difusão. Em (a) auto-difusão em metais puros; (b) difusão intersticial de átomos em solução sólida intersticial e substitucional; e (c) difusão envolvendo lacunas. Círculos de cores diferentes representam diferentes elementos químicos. Adaptado de (16).....	30
Figura 2.2 - Representação esquemática da formação de dendritas na solidificação.....	31
Figura 2.3 - Diagrama de equilíbrio hipotético entre os elementos químicos A e B.....	33
Figura 2.4 - Representação esquemática das possíveis interfaces entre o reticulado da matriz e da partícula de precipitado. Em (a) completamente coerente; (b) coerência com distorção; (c) semicoerente; e (d) incoerente.....	35
Figura 2.5 - Partículas da fase γ' (Ni ₃ Al) cisalhadas por inúmeras discordâncias, na liga Ni19Cr69Al, envelhecida a 750 °C por 540 horas com 2% de deformação. Imagem obtida por microscopia eletrônica de transmissão.....	36
Figura 2.6 - Representação esquemática da passagem de uma discordância por dois precipitados de interface incoerente. Com a aplicação de uma tensão cisalhante, a discordância curva-se entre as partículas, até formar um anel. Após a passagem, ocorre a recombinação das discordâncias.....	36
Figura 2.7 - Gráfico tensão x deformação mostrando os três estágios do encruamento para um monocristal de estrutura cristalina CFC.....	40
Figura 2.8 - Alterações microestruturais que ocorrem com o aumento do grau de deformação. Em (a) sem deformação; (b) deformação moderada ($0,3 < \epsilon < 1$); (c) deformação elevada ($\epsilon > 1$); (d) efeito de partículas de segunda fase na deformação.....	42
Figura 2.9 - Representação esquemática da incompatibilidade entre a deformação da matriz e de uma partícula indeformável. Em (a) sem deformação; (b) partícula deformável; e (c) partícula	

indeformável.....	43
Figura 2.10 - Representação esquemática do processo de laminação e dos principais parâmetros envolvidos.....	46
Figura 3.1 - Microestrutura da liga AA7050-T7451, atacada com solução aquosa de HNO_3 (33,3%vol) a 70 °C. As setas vermelhas indicam partículas intermetálicas da fase T, enquanto as setas pretas apontam partículas alinhadas da fase $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$. Notar distribuição bimodal de tamanho de grão (29% ASTM nº 4; 71% ASTM nº 11)....	52
Figura 3.2 - Ampliação da microestrutura apresentada na Figura 3.1. Notar a distribuição de partículas das fases S e T.....	53
Figura 3.3 - Gráfico do efeito da concentração de sal sobre o coeficiente de transferência de calor na têmpera.....	55
Figura 3.4 - Representação esquemática da geometria dos corpos de prova usinados, com as seguintes dimensões: A = 57 mm; B = 50 mm; C = 20 mm; L = 200 mm; W = 12,5 ± 0,2 mm; G = 50,0 mm ± 0,1 mm; R = 12,5 e T = espessura da chapa.....	59
Figura 4.1 - Curva de endurecimento durante o envelhecimento natural da liga AA7050 a partir do estado solubilizado.....	62
Figura 4.2 - Gráfico linearizado dos valores para fração transformada a partir da dureza no envelhecimento natural da liga AA7050	63
Figura 4.3 - Gráfico da linearização da equação JMAK para o envelhecimento natural da liga AA7050	64
Figura 4.4 - Microestrutura da liga AA7050 solubilizada e envelhecida naturalmente (acima de 1000 horas). Ataque com reagente Keller....	66
Figura 4.5 - Microestruturas das amostras deformadas por laminação criogênica. (A) $\epsilon = 0,5$; (B) $\epsilon = 0,9$; (C) $\epsilon = 1,1$ e (D) $\epsilon = 1,4$. Ataque com reagente Keller.....	67
Figura 4.6 - Gráfico da dureza Vickers por tempo de envelhecimento natural para a amostra não deformada e as laminadas criogenicamente com diferentes graus de deformação equivalente.....	70
Figura 4.7 - Ampliação do gráfico da Figura 4.6, evidenciando a variação de dureza para as amostras da liga AA7050 laminadas criogenicamente em diversos tempos de envelhecimento natural.....	72

Figura 4.8 - Curvas de tensão x deformação de engenharia obtidas por ensaio de tração uniaxial, para 0 hora de envelhecimento natural da liga AA7050 laminada criogenicamente.....	73
Figura 4.9 - Curvas de tensão x deformação de engenharia para as amostras da liga AA7050 submetidas à laminação criogênica e envelhecidas naturalmente durante 10 horas.....	76
Figura 4.10 - Curvas tensão x deformação de engenharia para as amostras da liga AA7050 criolaminadas e envelhecidas naturalmente durante 100 horas.....	77
Figura 4.11 - Curvas tensão x deformação de engenharia para a liga AA7050 laminada criogenicamente e envelhecida naturalmente por 1000 horas.....	79
Figura 4.12 - Curvas tensão x deformação de engenharia para as amostras da liga AA7050 sem deformação e envelhecidas em diferentes tempos.....	81
Figura 4.13 - Curvas tensão x deformação de engenharia para as amostras da liga AA7050 laminadas criogenicamente até a deformação de $\epsilon = 0,5$ e envelhecidas naturalmente por diferentes períodos.....	82
Figura 4.14 - Curvas tensão x deformação de engenharia para as amostras da liga AA7050 laminadas criogenicamente até a deformação de $\epsilon = 0,9$ e envelhecidas naturalmente por diferentes períodos.....	84
Figura 4.15 - Curvas tensão x deformação de engenharia para as amostras da liga AA7050 laminadas criogenicamente até a deformação de $\epsilon = 1,1$ e envelhecidas naturalmente por diferentes períodos.....	85
Figura 4.16 - Curvas tensão x deformação de engenharia para as amostras da liga AA7050 laminadas criogenicamente até a deformação de $\epsilon = 1,4$ e envelhecidas naturalmente por diferentes períodos.....	86
Figura 4.17 - Gráfico dos valores de limite de escoamento por tempo de envelhecimento natural da liga AA7050 com diferentes graus de deformação equivalente.....	88
Figura 4.18 - Gráfico dos valores de limite de resistência à tração por tempo de envelhecimento natural da liga AA7050 com diferentes graus de deformação equivalente.....	89
Figura 4.19 - Gráfico dos valores de alongamento total por tempo de	

envelhecimento natural da liga AA7050 com diferentes graus de deformação equivalente.....	90
Figura 4.20 - Gráfico comparativo das curvas tensão x deformação de engenharia para amostras em diferentes condições de deformação (laminação a frio e criogênica) e de envelhecimento (solubilizado, T4 e T7451). Nota: LF = laminação a frio e LC = laminação criogênica.....	93
Figura 4.21 - Superfície de fratura da liga AA7050, sem deformação no estado solubilizado. Imagens da mesma região: (A) elétrons secundários e (B) elétrons retroespalhados. As setas indicam alguns “ <i>dimples</i> ” e aglomerados de precipitados.....	95
Figura 4.22 - Superfície de fratura da liga AA7050, sem deformação e envelhecida naturalmente por 10 horas. Imagens obtidas de um mesmo campo formadas por: (A) elétrons secundários e (B) elétrons retroespalhados. As setas indicam alguns “ <i>dimples</i> ” e aglomerados de partículas no interior dos microvazios.....	96
Figura 4.23 - Espectro da microanálise por EDS da liga AA7050 sem deformação e envelhecida naturalmente por 10 horas e o respectivo campo utilizado para a obtenção do espectro da microanálise (elétrons secundários).....	97
Figura 4.24 - Espectro da microanálise por EDS de uma partícula em forma de placa da liga AA7050 sem deformação e envelhecida naturalmente por 10 horas e o respectivo campo utilizado para obtenção da microanálise (elétrons secundários).....	98
Figura 4.25 - (A) Imagem da superfície de fratura, destacando as regiões analisadas por EDS; (B) espectro de EDS para a posição (1); e (C) espectro de EDS para a posição (2).....	99
Figura 4.26 - Superfície de fratura da liga AA7050, sem deformação e envelhecida naturalmente por 100 horas. Imagens obtidas de um mesmo campo formadas por: (A) elétrons secundários e (B) elétrons retroespalhados. As setas apontam para algumas partículas maiores de precipitados que fraturaram durante a deformação plástica.....	101
Figura 4.27 - Superfície de fratura da liga AA7050, sem deformação e	

envelhecida naturalmente por 1000 horas. (A) imagem obtida por elétrons secundários e (B) ampliação de uma região que mostra partículas fraturadas (elétrons retroespalhados). As setas apontam para partículas fraturadas durante a deformação plástica da matriz dúctil.....	102
Figura 4.28 - Superfície de fratura das amostras com $\epsilon = 0,5$. (A) imagem da amostra fraturada antes do envelhecimento natural; e (B) amostra fraturada após 1000 horas de envelhecimento natural. As setas indicam as prováveis direções de laminação das amostras. Imagens formadas por elétrons secundários.....	102
Figura 4.29 - Espectro da microanálise de EDS e respectiva região analisada da amostra com $\epsilon = 0,5$ envelhecida naturalmente (elétrons secundários). (A) partículas grosseiras e (B) partículas finas.....	103
Figura 4.30 - Superfície de fratura da liga AA7050 laminada criogenicamente com $\epsilon = 0,9$. (A) sem envelhecimento natural e (B) com 1000 horas de envelhecimento natural. Imagens formadas por elétrons secundários.....	104
Figura 4.31 - Superfícies de fratura da liga AA7050 laminada criogenicamente e submetida a envelhecimento natural por 1000 horas antes do ensaio de tração uniaxial. (A) $\epsilon = 1,1$ e (B) $\epsilon = 1,4$. Imagens formadas por elétrons secundários.....	105
Figura 4.32 - Espectro de EDS do filtro com a respectiva região analisada (elétrons secundários).....	106
Figura 4.33 - Espectro da microanálise de EDS e a respectiva região analisada do filtro com as partículas da amostra sem deformação e envelhecida naturalmente acima de 1000 horas (elétrons secundários).....	107
Figura 4.34 - Espectros das microanálises por EDS e a respectiva região analisada (elétrons secundários). (A) $\epsilon = 0,5$; (B) $\epsilon = 0,9$; (C) $\epsilon = 1,1$; e (D) $\epsilon = 1,4$	108
Figura 4.35 - Curvas de DSC obtidas para as amostras sem deformação e com deformação criogênica em diferentes níveis. Taxa de aquecimento: 10 °C/min.....	111
Figura 4.36 - Difratogramas de DRX das amostras sem deformação e	

submetidas à laminação criogênica, com envelhecimento natural
(acima de 1000 horas). Direção longitudinal..... 113

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AA	<i>Aluminium Association</i>
ASTM	<i>American Society for Tests and Materials</i>
CCC	Cúbica de Corpo Centrado (estrutura cristalina)
CFC	Cúbica de Face Centrada (estrutura cristalina)
DDW	Densas Paredes de Discordâncias (do inglês, " <i>Dense Dislocation Walls</i> ")
DL	Direção de Laminação
DN	Direção Normal
DT	Direção Transversal
DPD	Deformação Plástica Dinâmica (do inglês, " <i>Dynamic Plastic Deformation</i> ")
DRX	Difração de Raios x
EDE	Energia de Defeito de Empilhamento
EDS	Espectrometria por Dispersão de Energia (do inglês, " <i>Energy-Dispersive Spectrometry</i> ")
GNB	Contornos Geometricamente Necessários (do inglês, " <i>Geometrically Necessary Boundaries</i> ")
HC	Hexagonal Compacta (estrutura cristalina)
HPT	Torção sob Alta Pressão (do inglês, " <i>High-Pressure Torsion</i> ")
HV	Dureza Vickers (do inglês, " <i>Hardness Vickers</i> ")
JMAK	Jonhson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (equação)
LEDS	Estruturas de Baixa Energia de Discordâncias (do inglês, " <i>Low-Energy Dislocation Structures</i> ")
MB	Microbandas (do inglês, " <i>Microbands</i> ")
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
NL	Nitrogênio Líquido
SPD	Deformação Plástica Severa (do inglês, " <i>Severe Plastic Deformation</i> ")
SSSS	Solução Sólida Supersaturada
TS	Tetragonal Simples (estrutura cristalina)
UFG	Grão Ultrafino (do inglês, " <i>Ultrafined Grain</i> ")
ZLP	Zona Livre de Precipitados
Zona GP	Zona de Guinier-Preston

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	18
2	REVISÃO DE LITERATURA.....	20
2.1	ALUMÍNIO E SUAS LIGAS	20
2.1.1	Liga AA7050	22
2.1.2	Propriedades Físicas e Mecânicas da liga AA7050	22
2.1.3	Principais fases da liga AA7050	23
2.2	TRATAMENTOS TÉRMICOS EM LIGAS DE ALUMÍNIO	26
2.2.1	Designações dos Tratamentos Térmicos em Ligas de Alumínio	27
2.2.2	Homogeneização.....	29
2.2.3	Envelhecimento Artificial.....	31
2.2.4	Envelhecimento Natural.....	37
2.3	ENCRUAMENTO.....	38
2.3.1	Estado Encruado – Conceitos Gerais.....	38
2.3.2	Deformação Plástica Severa	44
2.3.3	Laminação	45
2.3.4	Laminação Criogênica	48
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	52
3.1	MATERIAL INICIAL.....	52
3.2	MÉTODOS EXPERIMENTAIS.....	54
3.2.1	Tratamento Térmico de Solubilização	54
3.2.2	Tratamento Térmico de Envelhecimento Natural (T4)	55
3.2.3	Laminação Criogênica	56
3.2.4	Caracterização Microestrutural	58
3.2.5	Caracterização das Propriedades Mecânicas.....	58
3.2.6	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	60
3.2.7	Extração de Precipitados	60
3.2.8	Difração de Raios x (DRX).....	61
3.2.9	Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC).....	61
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	62
4.1	CINÉTICA DE ENVELHECIMENTO NATURAL DA LIGA AA7050.....	62
4.2	MICROESTRUTURAS.....	65
4.3	INFLUÊNCIA DO GRAU DE DEFORMAÇÃO	70

4.4	INFLUÊNCIA DO TEMPO DE ENVELHECIMENTO NATURAL.....	80
4.5	SUPERFÍCIES DE FRATURA	95
4.6	EXTRAÇÃO DE PRECIPITADOS.....	105
4.7	CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC)	110
4.8	DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX).....	112
5	CONCLUSÕES	115
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	117
	REFERÊNCIAS.....	118

1 INTRODUÇÃO

Nas últimas décadas, o desenvolvimento de metais e ligas com propriedades mecânicas otimizadas cresceu consideravelmente. Um dos campos investigados é o de aumento de resistência mecânica e da ductilidade simultaneamente. Alguns materiais que apresentam essas características possuem, normalmente, tamanho de grão sub-micrométrico (até $\sim 1 \mu\text{m}$), enquanto outros combinam tamanho fino de grão com dispersão de partículas nanométricas. Diversas rotas são empregadas para se alcançarem estas características, sendo a deformação plástica seguida de recristalização amplamente empregada no desenvolvimento desses materiais.

A deformação plástica introduz uma grande quantidade de defeitos nos metais e ligas, de modo que no posterior recozimento, parte da energia armazenada durante a deformação é utilizada para a formação de novos grãos com baixa densidade de defeitos. Isto é traduzido no aumento da resistência mecânica, visto que os contornos atuam como barreiras ao deslizamento de discordâncias. Na última década, alguns estudos direcionaram para a deformação em baixas temperaturas, próximas à do nitrogênio líquido, ditas criogênicas.

A deformação em temperatura criogênica suprime parcialmente a ocorrência de recuperação dinâmica (durante a deformação), fazendo com que uma densidade de defeitos ainda maior seja introduzida no material. Com o posterior recozimento, diversos estudos indicaram que foi possível atingir tamanhos de grão sub-micrométricos e até mesmo nanométricos. Como a laminação é um processo amplamente utilizado na indústria, a escolha desse processo de conformação para deformar metais e ligas na temperatura do nitrogênio líquido é pertinente.

A liga aeronáutica de alumínio AA7050, largamente utilizada devido ao seu baixo peso específico aliado à elevada resistência mecânica e tenacidade, pode ter suas propriedades alteradas por processos de conformação em temperatura criogênica. Além disso, devido ao acentuado processo de envelhecimento natural apresentado por essa liga, o estudo da laminação criogênica combinado com o envelhecimento natural pode definir parâmetros de processamento para que se atinjam as melhores condições de resistência mecânica, ductilidade e tenacidade, essenciais para a conformação e aplicação desse material.

Diante do quadro apresentado, o objetivo deste trabalho foi submeter a liga de alumínio aeronáutica AA7050 à deformação por laminação criogênica, com

subsequente envelhecimento natural. Para tanto, foram realizadas deformações em diferentes níveis de deformação equivalente ($\epsilon = 0,5$, $\epsilon = 0,9$, $\epsilon = 1,1$ e $\epsilon = 1,4$), seguido do envelhecimento natural em diferentes tempos (0, 10, 100 e 1000 horas). Além disso, este trabalho teve como meta definir uma combinação adequada de condições de processamento e tratamento térmico, com a finalidade de atingir um acréscimo simultâneo de resistência e ductilidade, em relação às propriedades obtidas por laminação a frio e por processos adotados comercialmente para essa liga.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 ALUMÍNIO E SUAS LIGAS

O alumínio é o segundo metal mais abundante da crosta terrestre, sendo amplamente utilizado devido à sua elevada resistência mecânica aliada à baixa massa específica (1-4). Além disso, suas propriedades físicas, a aparência, a facilidade em reciclar componentes de alumínio a baixos custos e sua resistência à corrosão tornaram o alumínio e suas ligas importantes competidores em aplicações de engenharia desde o final do século XIX (1, 2).

Praticamente toda a produção atual de alumínio e suas ligas baseia-se na técnica desenvolvida independentemente por Charles Hall, em Ohio e Paul Heroult, na França, em 1886 (1). Esse processo, conhecido por Hall-Heroult, consiste na redução de alumina (óxido de alumínio, Al_2O_3) encontrada no mineral bauxita, pela sua dissolução em um banho de criolita (hexafluoraluminato de sódio, Na_3AlF_6). Uma corrente elétrica passa nesse banho para eletrolisar a alumina dissolvida, liberando oxigênio que reage no eletrodo de carbono (ânodo), enquanto alumínio metálico é depositado e removido no outro eletrodo (cátodo) (1, 5).

As ligas de alumínio são classificadas em dois grandes grupos que compreendem as ligas trabalháveis e as ligas fundidas. Cada uma dessas categorias possui subclassificações baseadas em mecanismos primários de desenvolvimento de propriedades, tais como resposta a diferentes tratamentos térmicos e mecânicos (1, 6). A *Aluminium Association* (AA) determinou um sistema de classificação amplamente aceito para ligas de alumínio, empregando diferentes nomenclaturas para ligas fundidas e trabalháveis (1, 6). Para as ligas trabalháveis, a divisão aceita compõe-se de quatro dígitos, definindo séries conforme a composição, apresentadas na Tabela 1. Além dessas séries, a *Aluminium Association* sancionou um padrão diferenciado para as ligas de elevada pureza, que também podem ser classificadas como pertencentes à série Pxxx. Nesse caso, os dígitos seguintes à letra “P” referem-se à porcentagem decimal máxima de silício e ferro, respectivamente. Por exemplo, a liga de alumínio P0506 contém teores abaixo de 0,05% em peso de silício e 0,06% em peso de ferro (1).

Tabela 1 – Sistema de classificação das ligas trabalháveis de alumínio.

Série	Principais elementos de liga
1xxx	Alumínio de elevada pureza (> 99% Al)
2xxx	O cobre é o principal elemento de liga (Al-Cu)
3xxx	O manganês é o principal elemento de liga (Al-Mn)
4xxx	O silício é o principal elemento de liga (Al-Si)
5xxx	O magnésio é o principal elemento de liga (Al-Mg)
6xxx	O magnésio e o silício são os principais elementos de liga (Al-Mg-Si)
7xxx	O zinco é o principal elemento de liga, porém outros elementos como cobre, magnésio, cromo e/ou zircônio podem estar presentes (Al-Zn-Mg-(Cu))
8xxx	Outros elementos, como estanho e/ou lítio são os principais elementos de liga dessa série (Al-Sn/Al-Li)
9xxx	Não utilizada (reservada para uso futuro)

Fonte: Adaptado pela autora de (1, 6).

Por outro lado, para as ligas fundidas, a nomenclatura é formada de três dígitos seguidos de um valor decimal, sendo o primeiro dígito um número de 1 a 9, assim como para as ligas trabalháveis, conforme é apresentado na Tabela 2. O decimal .0 refere-se, em todos os casos, aos limites de composição das ligas fundidas, enquanto os decimais .1 e .2 referem-se às composições do lingote (1, 6).

Tabela 2 – Sistema de classificação das ligas fundidas de alumínio.

Série	Principais elementos de liga
1xx.x	Alumínio de elevada pureza (> 99% Al)
2xx.x	O cobre é o principal elemento de liga (Al-Cu)
3xx.x	O silício é o principal elemento de liga, porém podem conter cobre e magnésio (Al-Si-Mg/Al-Si-Cu/Al-Si-Mg-Cu)
4xx.x	O silício é o principal elemento de liga (Al-Si)
5xx.x	O magnésio é o principal elemento de liga (Al-Mg)
6xx.x	Não utilizada (reservada para uso futuro)
7xx.x	O zinco é o principal elemento de liga, porém outros elementos como cobre, magnésio, cromo e/ou zircônio podem estar presentes (Al-Zn/Al-Zn-Cu/Al-Zn-Mg-Cu)
8xx.x	O estanho é o principal elemento de liga (Al-Sn)
9xx.x	Não utilizada (reservada para uso futuro)

Fonte: Adaptado pela autora de (1, 6).

2.1.1 Liga AA7050

A liga de alumínio AA7050, utilizada no presente trabalho, pertence à série 7xxx das ligas trabalháveis. Portanto, o zinco é o principal elemento de liga. Além do zinco, outros elementos de liga estão presentes, tais como cobre, magnésio e zircônio. A Tabela 3 indica a composição desta liga de alumínio, sendo que os elementos destacados são os principais constituintes da liga AA7050 (7).

Tabela 3 – Composição química da liga AA7050 (7).

Elemento	% em peso (mín.)	% em peso (máx.)
Silício	-	0,12
Ferro	-	0,15
Cobre	2,00	2,60
Manganês	-	0,10
Magnésio	1,90	2,60
Cromo	-	0,04
Zinco	5,70	6,70
Titânio	-	0,06
Zircônio	0,08	0,15
Outros elementos, total	-	0,15
Alumínio	Balanço	

Fonte: SAE AMS 4050G (7050-T7451) - Aerospace Material Specification.

Esta liga é denominada como liga aeronáutica devido às suas propriedades mecânicas, sendo extensivamente utilizada em componentes na indústria aeronáutica que requerem elevado nível de resistência mecânica, aliado a resistência à corrosão sob tensão, baixa massa específica e elevada tenacidade (1-4, 7-10). Usualmente, esta liga é empregada na construção de partes de trens de pouso, partes da fuselagem e como revestimentos de asas de aeronaves (1-8).

2.1.2 Propriedades Físicas e Mecânicas da liga AA7050

Algumas das propriedades físicas da liga AA7050 estão listadas na Tabela 4. O conhecimento de tais propriedades é muito útil para projetos, pois definem as condições de uso e aplicações da liga em questão, juntamente com as propriedades mecânicas, as quais estão listadas na Tabela 5, a seguir.

Tabela 4 – Propriedades físicas típicas da liga de alumínio AA7050, na condição T4^(a) (1).

Propriedade	Valores típicos
Massa específica	2,83 g/cm ³
Temperatura de fusão	490-630 °C
Coeficiente de expansão térmica linear ^(b)	21,1 µm/m. °C
Condutividade térmica ^(c)	157 W/m. °C
Resistividade elétrica ^(d)	0,0415 Ω.mm ² /m

Fonte: ASM Metals Handbook. **Properties and Selection Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**. v. 2. ASM International Handbook Committee, 2004.

Notas: ^(a) T4 refere-se à sequência de tratamentos térmicos solubilização seguida de envelhecimento natural até a estabilização de fases; ^(b) coeficiente de 20 a 100 °C; ^(c) a 25 °C; e ^(d) a 20 °C.

Tabela 5 – Propriedades mecânicas da liga de alumínio AA7050, na condição T7451^(a), em temperatura ambiente (1).

Propriedade	Valores típicos
Limite de resistência à tração	525 MPa
Limite de escoamento	470 MPa
Alongamento ^(b)	11%
Módulo de Elasticidade	72 GPa
Tenacidade à fratura no modo de deformação plana (K _{IC}) ^(c)	37 MPa.m ^{1/2}
Dureza Brinell ^(d)	140 HB

Fonte: ASM Metals Handbook. **Properties and Selection Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**. v. 2. ASM International Handbook Committee, 2004.

Notas: ^(a) T7451 refere-se à sequência de tratamentos térmicos de solubilização e duplo envelhecimento artificial (superenvelhecimento) até estabilização de fases; ^(b) em 50 mm, com corpo de prova cilíndrico de 1,3 mm de diâmetro; ^(c) placas de 25,4-50,8 mm de espessura; ^(d) valor calculado para carga de 500 kg e esfera de 10 mm.

2.1.3 Principais fases da liga AA7050

Para as ligas de alumínio da série 7xxx, da qual faz parte a liga AA7050, diversos tipos de precipitados podem ser formados de acordo com a composição química e o tratamento térmico adotado (1-5, 8). A microestrutura das ligas pertencentes a esta série é composta de uma matriz rica em alumínio (solução sólida com os demais elementos de liga) e um ou mais tipos de partículas de segunda fase, as quais dependem da proporção dos elementos de liga (1-4, 8, 9). A

Tabela 6 mostra um resumo dos principais precipitados que podem ser encontrados na liga AA7050, bem como nas ligas da série 7xxx (8, 10-14).

Tabela 6 – Resumo das principais fases presentes na liga AA7050.

Fase	Estrutura Cristalina ^(a)	Parâmetro de rede (nm)		Interface ^(b)	Morfologia Típica	Fontes
		a	c			
η' (MgZn_2)	HC	0,496	0,702	SC	Esférica irregular, placas ou discos	10-12
η (MgZn_2)	HC	0,515-0,523	0,848-0,862	IC	Esférica irregular	8, 10-12
T' ($\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$)	CCC	1,42-1,44	-	SC	Esférica irregular	10, 11, 12, 14
T ($\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$)	CCC	1,416-1,429	-	IC	Esférica irregular	8, 10-14
S (Al_2CuMg)	HC	0,507	0,829	IC	Irregular	10-14
$\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$	TS	0,633	1,481	IC	Agulhas/ placas finas	8, 10-12
Mg_2Si	CFC	0,635	-	IC	Escrita chinesa/ irregular	8, 10, 11
Al_3Zr	TS	0,402	1,732	IC	Partículas compactas	8, 10

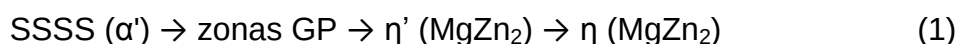
Fonte: Adaptado pela autora de (8, 10-14).

Notas: ^(a) HC = hexagonal compacta; CCC = cúbica de corpo centrado; TS = tetragonal simples e CFC = cúbica de face centrada; ^(b) SC = semicoerente e IC = incoerente.

Em geral, para ligas da série 7xxx com teores de zinco maiores que de magnésio, como é o caso da liga AA7050, a fase binária η (MgZn_2) é predominante (2-6, 10-14). A sequência de formação deste precipitado a partir de uma solução sólida supersaturada (SSSS) α' (obtida nos tratamentos de solubilização e têmpera, apresentados no item 2.2, a seguir) baseia-se, inicialmente, na formação de aglomerados ou “clusters” de átomos, também denominados de zonas de Guinier-Preston, ou zonas GP (5, 9-14). As zonas GP recebem esse nome em homenagem

aos pesquisadores André Guinier e George Dawson Preston, os quais descobriram independentemente tais estruturas (10, 11). As zonas GP são configurações instáveis, com morfologia de discos e/ou plaquetas e interface coerente com a matriz, com tamanho típico na ordem de 1-5 nm (9-14). Nas ligas da série 7xxx, podem ser diferenciados dois tipos de zonas GP: zonas GPI, formadas no envelhecimento natural e zonas GPII, formadas no envelhecimento artificial, também denominadas de zonas ricas em lacunas (ZRL) (9-12).

Na sequência, pode formar-se a fase η' (MgZn_2) ainda instável e com interface semicoerente, para então formar-se a fase estável η (MgZn_2), de interface incoerente (9-14). Alguns estudos indicam que a formação das zonas GP ocorre em baixas temperaturas devido ao número de lacunas retidas na têmpera, que auxiliam nos processos difusivos (9-14). A morfologia das partículas de fase η (MgZn_2) é aproximadamente esférica devido à pequena diferença de raio atômico entre os átomos de alumínio e solutos (10, 11). Entretanto, conforme indicam alguns estudos, pode adquirir a forma de placas em certos tratamentos de envelhecimento artificial (12). A dureza deste intermetálico atinge valores próximos de 2500 HV (8). Resumidamente, a formação da fase η (MgZn_2) obedece à sequência apresentada na relação (1):



Além disso, para composições contendo também cobre, sendo o teor de cobre maior que o de zinco, podem ser encontrados alguns precipitados da fase ternária S (Al_2CuMg) (2-6, 8, 11-14). Para a liga AA7050, essa fase dificilmente será encontrada, exceto para tratamentos que envolvam temperaturas superiores a 400 °C (temperatura de formação da fase), devido ao baixo teor de cobre, o qual permanece em solução sólida (5). Existe ainda, outra fase ternária que pode ser encontrada nas ligas da série 7xxx que é a T [$(\text{AlZn})_{49}\text{Mg}_{32}$] ou T ($\text{Al}_2\text{Zn}_3\text{Mg}_3$), formada a partir da SSSS (8, 10, 11).

No estado bruto de fusão, é encontrada na liga AA7050 a fase $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, apresentada na Tabela 6 anteriormente. Este precipitado apresenta-se na forma de agulhas finas e é encontrado até mesmo no estado solubilizado, pois trata-se de um constituinte que só é dissolvido em temperaturas acima da temperatura de fusão da liga (2, 5, 10, 11).

Além disso, em menores proporções podem ser encontrados precipitados à base de silício, que também é um elemento residual de ligas de alumínio. A fase Mg_2Si está presente na liga AA7050, na forma de partículas dispersas (8, 10, 14). A adição do zircônio à liga AA7050 confere a formação de dispersóides da fase Al_3Zr . A função deste intermetálico está associada com o controle do tamanho de grão e da recristalização (8, 10). Outras fases que podem ser encontradas em frações volumétricas baixas nas ligas da série 7xxx e não foram citadas na Tabela 6: $Al_2CuMgZn$, Al_2Cu , $\alpha-Al(Fe,Cr,Si)$, $Al_{18}Mg_3Cr_2$, $Al_6(Mn,Fe)$ e $\beta-AlFeSi$ (8, 10).

No estado tratado podem ser formadas outras fases conforme o tratamento térmico adotado e que dependem de diversos fatores, além dos parâmetros de tratamento, os quais são discutidos com maiores detalhes na seção 2.2, a seguir.

2.2 TRATAMENTOS TÉRMICOS EM LIGAS DE ALUMÍNIO

A partir da identificação da composição química das ligas de alumínio, podem ser aplicados tratamentos térmicos adequados com a finalidade de alterar a microestrutura do material (9, 10). As ligas da série 2xxx, 6xxx, 7xxx e a maioria das ligas da série 8xxx podem ter suas microestruturas e propriedades modificadas por tratamentos térmicos. Em relação ao estado bruto de fusão tem-se, como consequência após os tratamentos térmicos, a alteração de propriedades físicas e mecânicas nas ligas de alumínio tratadas (2-4, 9).

Controlando-se o tempo e a temperatura dos tratamentos, é possível determinar previamente as fases formadas, incluindo sua quantidade e distribuição, e a sua influência nas propriedades da liga (2-4, 8, 9). Por isso o entendimento dos fenômenos envolvidos nesses tratamentos torna-se tão importante, principalmente no desenvolvimento de peças de elevada responsabilidade, como é o caso dos componentes para indústria automotiva e aeronáutica (9, 10).

O processo de precipitação, acompanhado de endurecimento (aumento da resistência mecânica), é um dos tratamentos que merecem destaque para as ligas de alumínio e é assunto dos tópicos a seguir. Além disso, o encruamento é um mecanismo de endurecimento usualmente aplicado para aumento de resistência mecânica em ligas de alumínio, sendo associado ou não a outros tratamentos térmicos, como recozimento e precipitação, e é discutido com maiores detalhes nos próximos itens. O recozimento após o trabalho a frio, por sua vez, é um tratamento

térmico amplamente utilizado nas ligas de alumínio trabalháveis, principalmente nas das séries 1xxx, 3xxx, 4xxx e 5xxx.

2.2.1 Designações dos Tratamentos Térmicos em Ligas de Alumínio

A *Aluminum Association* (AA) categorizou os tratamentos térmicos aplicáveis às ligas pertencentes às séries: 2xxx, 6xxx, 7xxx e a maioria das ligas da série 8xxx. Esses tratamentos são designados por letras, as quais indicam uma ou mais etapas dos tratamentos térmicos e/ou termomecânicos adotados.

A Tabela 7 abaixo apresenta um resumo das subdivisões dos tratamentos térmicos de T1 a T10.

Tabela 7 – Resumo das designações adotadas para as ligas termicamente tratáveis.

Designação	Sequência de tratamentos
T1	Conformação a quente, resfriamento rápido e envelhecimento natural até estabilização
T2	Conformação a quente, resfriamento rápido, conformação a frio e envelhecimento natural até estabilização
T3	Solubilização, conformação a frio e envelhecimento natural até estabilização
T4	Solubilização e envelhecimento natural até estabilização
T5	Conformação a quente, resfriamento e envelhecimento artificial até estabilização
T6	Solubilização e envelhecimento artificial até estabilização
T7	Solubilização e estabilização (superenvelhecimento)
T8	Solubilização, conformação a frio e envelhecimento artificial até estabilização
T9	Solubilização, envelhecimento artificial e conformação a frio
T10	Conformação a quente, resfriamento e envelhecimento artificial até estabilização

Fonte: Adaptado pela autora de (9, 10).

Existem, ainda, outras classificações dos tratamentos térmicos das ligas de alumínio. A letra “O” indica, por exemplo, que o material está no estado recozido. Nesse caso, a liga pode ter sido encruada e depois recozida, ou então, pode se tratar de peças fundidas que foram recozidas para aumentar a ductilidade e a

estabilidade dimensional (9, 10). A letra “F” é adotada para indicar que o material está no estado como fabricado, ou seja, não foi submetido a nenhum tratamento térmico ou termo-mecânico (9, 10). A letra “W”, por sua vez, é utilizada para indicar o tratamento de solubilização em ligas que apresentem envelhecimento natural, tais como as da série 2xxx, 6xxx e 7xxx (9, 10). Existe, ainda, a designação “H”, que corresponde às ligas endurecidas por encruamento que podem ou não sofrer um tratamento adicional para alívio de tensões (9, 10). Já a letra “T” é utilizada para indicar que a liga foi termicamente tratada para produzir microestruturas estáveis, que diferem das obtidas por “O”, “H”, “W” e “F”, podendo ter ou não deformação plástica adicional (9, 10). Como a designação “T” pode abranger diferentes tipos de tratamentos térmicos associados ou não com deformação plástica, existem subdivisões que consistem da adição de um dígito após o “T”, de 1 a 10, como mostrado anteriormente na Tabela 7 (9, 10).

Existem, ainda, outras subdivisões de “T” para produtos submetidos a tratamento de alívio de tensões. A designação “Tx51”, por exemplo, é usada em ligas que são estiradas para redistribuição de tensões (9, 10). Por outro lado, a designação “Tx52” é aplicada em ligas que passam por processos envolvendo compressão direta (como a laminação), para alívio de tensões (9). Existe, ainda, a designação “Tx53” utilizada para produtos submetidos a alívio de tensões por combinação de estiramento e compressão (9, 10). Para produtos solubilizados a partir do estado “O” ou “F”, temperados e naturalmente envelhecidos para obtenção de fases estáveis, adota-se a designação “T42”. De modo semelhante, a designação “T62”, é aplicável para componentes solubilizados a partir do estado “O” ou “F”, e envelhecidos artificialmente (9, 10).

No caso da liga AA7050, a sequência de tratamentos designada por T7451 é largamente utilizada e é apresentada de forma resumida na Tabela 8 (15). Este tratamento consiste em, após a solubilização, submeter a liga à uma laminação a quente para redistribuição de tensões, com deformação plástica nominal de 2% de redução de espessura. Na sequência são feitos tratamentos térmicos de envelhecimento artificial com a finalidade de precipitar fases estáveis, aumentando a resistência mecânica e a resistência à corrosão sob tensão, apresentados na Tabela 8 (5, 9, 10, 15). Na primeira etapa o objetivo é crescer as zonas GP que estão estáveis em temperaturas elevadas e providenciar pontos de nucleação de fases endurecedoras metaestáveis. Por outro lado, após a segunda etapa, a liga adquire

as propriedades desejadas. Nesta etapa, reduz-se o efeito de envelhecimento natural intermediário que possa ocorrer, reduz-se o tempo total de tratamento e aumenta-se a resistência à corrosão devido à homogeneização da distribuição de precipitados, evitando as chamadas Zonas Livres de Precipitados (ZLP) nos contornos de grão (5, 9).

Tabela 8 – Especificações técnicas do tratamento térmico T7451 para a liga AA7050 (9).

Solubilização		Envelhecimento			
<i>Temperatura</i>	<i>Designação</i>	<i>Etapa</i>	<i>Temperatura</i>	<i>Tempo</i>	<i>Designação</i>
475 °C	^(a) W51	1	~107 °C	6-8 horas	T7451
		2	^(b) 160-170 °C	24-30 horas	
			^(c) 170-180 °C	8-10 horas	
			^(d) 170-180 °C	6-8 horas	

Fonte: ASM Metals Handbook. **Heat Treating**. v. 4. ASM International Handbook Committee, 2004. p. 1861-1960.

Nota: ^(a) a designação W51 refere-se à solubilização a 475 °C, seguido por têmpera em água ou outro fluido com temperatura máxima de 43 °C, e posterior deformação plástica nominal de 2% para redistribuição de tensões, prévio ao envelhecimento artificial; ^(b) para placas (espessas e finas); ^(c) para tubos e barras laminados ou acabados a frio; ^(d) para tubos e produtos extrudados.

2.2.2 Homogeneização

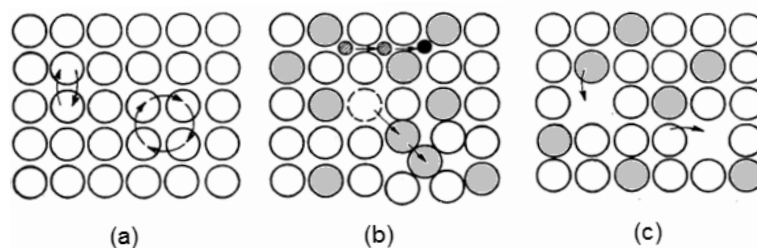
A homogeneização é um importante tratamento térmico, amplamente empregado na indústria de alumínio. Também é denominado de pré-aquecimento do lingote, realizado anteriormente a operações de conformação plástica a quente, com o objetivo de aumentar a ductilidade e a estabilidade dimensional (9, 10). Muitos componentes fundidos de alumínio são apenas homogeneizados antes de serem utilizados (1, 2, 9). O tempo e a temperatura adequados na homogeneização dependem, principalmente, do coeficiente de difusão e da microestrutura inicial, como forma e tamanho das dendritas, gradientes de concentração, fases, entre outros (9).

O coeficiente de difusão do soluto na matriz é decisivo para determinar o tempo em que a transformação de fase será processada (9, 16). Todos os tratamentos térmicos aplicados em ligas de alumínio são regidos por processos difusivos (9). A difusão em metais e ligas é um processo termicamente ativado e

consiste na movimentação de átomos pela estrutura cristalina (9, 17-19). A velocidade com que esse transporte de massa ocorre é um dos fatores que definem a taxa de transformação de fase, isto é, determina o tempo de tratamento térmico, bem como a temperatura correspondente para o processamento da transformação (9, 17, 18).

Os seguintes mecanismos podem estar envolvidos na difusão de metais e ligas: auto-difusão (metais “puros”), difusão por lacunas e difusão intersticial (9, 16-19). Nas ligas em que predomina a solução sólida substitucional, o mecanismo de troca de posições entre átomos e lacunas é o principal, pois ocorre com menor gasto de energia, menor distorção da rede e maior velocidade (16-18). Já em ligas com solução sólida intersticial, os átomos não trocam necessariamente de posição com lacunas, apenas migram entre os interstícios dos átomos em posições de rede, sendo que pouca energia é envolvida nesse mecanismo (16, 17). Entretanto, a difusão intersticial também pode ser observada em soluções sólidas substitucionais (16-19). A Figura 2.1 exemplifica esquematicamente os principais fenômenos de difusão envolvidos nos tratamentos térmicos no alumínio e suas ligas (16).

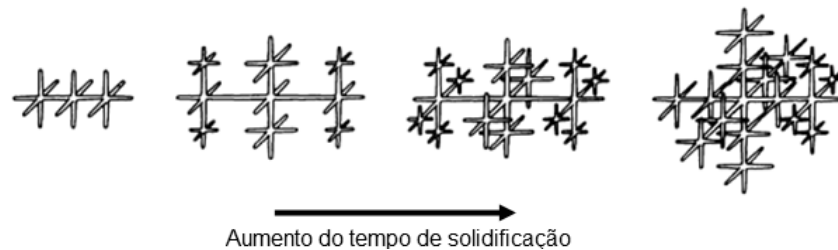
Figura 2.1 – Representação esquemática dos mecanismos de difusão. Em (a) auto-difusão em metais puros; (b) difusão intersticial de átomos em solução sólida intersticial e substitucional; e (c) difusão envolvendo lacunas. Círculos de cores diferentes representam diferentes elementos químicos. Adaptado de (16).



Fonte: PADILHA, A. F. **Materiais de Engenharia**: Microestrutura e Propriedades. Curitiba: Editora Hemus, 2000.

Além do coeficiente de difusão do soluto na matriz, a microestrutura do estado bruto de fusão também define o tempo e a temperatura adequados no tratamento de homogeneização (2, 9). Durante a solidificação da maioria das ligas de alumínio, formam-se as dendritas (9, 20). Vale ressaltar que em ligas de composição eutética não ocorre a formação de dendritas devido ao pequeno intervalo de solidificação (20). A Figura 2.2 exemplifica a formação de uma estrutura dendrítica.

Figura 2.2 – Representação esquemática da formação de dendritas na solidificação.



Fonte: ASM Metals Handbook. **Heat Treating**. v. 4. ASM International Handbook Committee, 2004.

A segregação química acompanha a formação de dendritas durante a solidificação de um grande número de ligas (2-4, 9, 20). Isto está associado com o intervalo de solidificação, no qual ocorre uma variação da composição química do líquido à medida que a fração sólida é formada (20). Consequentemente, o próximo sólido formado a partir desse líquido tem composição química diferente de sólido formado anteriormente. Esta condição persiste até que todo o líquido tenha se transformado em sólido. Dessa forma, as dendritas possuem intrinsecamente uma segregação química (2-4, 9, 20).

No tratamento térmico de homogeneização em ligas de alumínio, o principal objetivo é modificar a microestrutura de células dendríticas, bem como redistribuir os átomos de solutos, minimizando a segregação química (9, 10). Mantendo-se a liga em temperatura alta o suficiente e por tempo adequado, é possível obter uma microestrutura de grãos com composição química aproximadamente igual. Algumas vezes, na prática da indústria, a laminação a quente ou laminação primária é adotada como operação de desbaste. Neste processo, a estrutura dendrítica é modificada pelo encruamento, ao mesmo tempo em que a energia térmica fornecida é capaz de recuperar e recrystalizar essa microestrutura, e redistribuir os solutos como na homogeneização, obtendo-se um produto acabado com microestrutura mais refinada e homogênea (20).

2.2.3 Envelhecimento Artificial

O envelhecimento artificial é um tratamento térmico amplamente utilizado em ligas de alumínio (2-4, 9-19). Trata-se de um processo controlado de formação de partículas de segunda fase a partir de uma solução sólida supersaturada. Estas partículas de segunda fase são também denominadas de precipitados (9-21). A

solução sólida supersaturada é obtida em outro tratamento térmico, denominado de solubilização, seguido de têmpera. Neste tratamento, as fases solúveis são dissolvidas em temperatura e tempo adequados para promover a transformação (2, 9, 10, 17). Para manter essa solução sólida em temperatura ambiente, é feita uma têmpera, isto é, um resfriamento com elevada taxa de extração de calor, restando a solução sólida supersaturada em temperatura mais baixa, usualmente a temperatura ambiente (9, 10). Ou seja, o tratamento de precipitação ou envelhecimento para a grande maioria das ligas é precedido de pelo menos duas etapas: solubilização e têmpera (9, 10, 17).

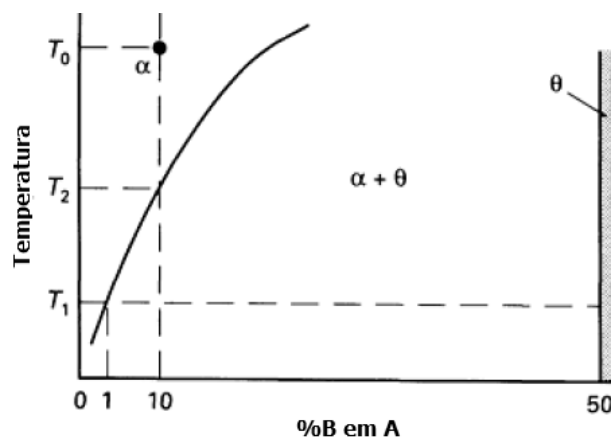
Na solubilização, a temperatura é definida em função da composição da liga. Temperaturas muito elevadas (“*overheating*”) podem causar a formação de líquido localizado, como em interfaces e em contornos de grão, devido às reações eutéticas (9, 10). Desse modo, propriedades mecânicas como limite de escoamento, tenacidade à fratura e ductilidade podem ser comprometidas (9, 10, 17-19, 21-26). Além disso, temperaturas elevadas podem contribuir para a oxidação superficial da peça tratada (24). Por outro lado, temperaturas mais baixas (“*underheating*”) podem ser insuficientes para a dissolução das fases solúveis e nem sempre as propriedades mecânicas podem ser mantidas. Em algumas ligas alumínio-cobre, as propriedades mecânicas exibidas após a solubilização em temperaturas elevadas são superiores, em comparação com as propriedades apresentadas por estas ligas tratadas em temperaturas mais baixas (9, 10). Por isso é tão importante a escolha correta da temperatura de solubilização, baseada na composição química da liga a ser tratada. O tempo também é outra importante variável que deve ser considerada. O tempo deve ser suficiente para que ocorra a dissolução das fases solúveis em determinada temperatura, bem como a homogeneização da solução sólida supersaturada obtida (2-4, 9, 10, 17).

A etapa seguinte à solubilização é a têmpera. Esta tem por objetivo reter em temperatura ambiente a solução sólida supersaturada obtida na solubilização (18, 19, 24, 26). Além disso, a têmpera também retém certo número de lacunas na estrutura cristalina, as quais são essenciais nos processos difusivos em baixas temperaturas para a formação de zonas (9, 10). Em geral, taxas elevadas de extração de calor estão associadas com as melhores combinações de resistência e tenacidade, além da resistência à corrosão (10). Entretanto, o meio de resfriamento, que define a taxa de extração de calor, deve ser adequado para a liga em

tratamento, de modo a manter as propriedades mecânicas e não gerar tensões residuais e distorções na peça tratada (9, 10, 26).

O tratamento de envelhecimento artificial em ligas de alumínio, por sua vez, é conduzido em temperaturas relativamente baixas, da ordem de 115 °C a 190 °C. Além disso, por ser uma transformação dependente da difusão atômica, leva tempos consideráveis para se completar, em geral de 5 a 48 horas (9). A determinação do tempo e da temperatura para se processar o envelhecimento artificial deve ser meticulosa. Precipitados grosseiros podem ser formados em tempos longos de tratamento em temperaturas elevadas, também denominado de superenvelhecimento (9, 10, 17-19). Por outro lado, um tratamento curto em temperatura elevada pode nuclear poucas partículas pequenas, que também não contribuem no aumento efetivo da resistência mecânica (9, 10, 17). Em outra situação, em que a temperatura é mais baixa, mas o tempo é relativamente longo, os precipitados formados são pouco numerosos e grosseiros, não contribuindo para o aumento de resistência (9, 17). Assim, para se obter um significativo aumento de resistência mecânica, a distribuição e o tamanho dos precipitados é um fator decisivo, sendo inteiramente dependentes da escolha adequada de tempo e temperatura de tratamento, baseando-se na composição da liga em questão (17). Considerando-se o diagrama de equilíbrio, é possível compreender melhor o fenômeno de precipitação. Na Figura 2.3 tem-se um diagrama de equilíbrio hipotético entre os elementos A e B (9).

Figura 2.3 – Diagrama de equilíbrio hipotético entre os elementos químicos A e B.



Na Figura 2.3, na composição com 10% do elemento B, uma redução da temperatura a partir de um campo monofásico conduz à precipitação de partículas de segunda fase em uma matriz monofásica, que é uma solução sólida de A+B. Isso ocorre devido à redução do limite de solubilidade de B em A, com o decréscimo da temperatura (9, 17-19). Após a têmpera a partir da região α , isto é, com a rápida redução da temperatura de T_0 para T_1 , obtém-se uma solução sólida supersaturada de B em A, como pode ser visto na Figura 2.3. Esta pode ser denominada de α' , devido à instabilidade desta fase (19). Com o posterior aquecimento até T_2 , que é uma temperatura ligeiramente acima da linha “*solvus*”, e manutenção da liga nessa temperatura por tempo adequado, ocorre a precipitação de partículas da fase θ , que é rica no elemento B, com consequente empobrecimento deste elemento em α' (9, 19). A seguinte reação descreve a precipitação: $\alpha' \rightarrow \alpha + \theta$.

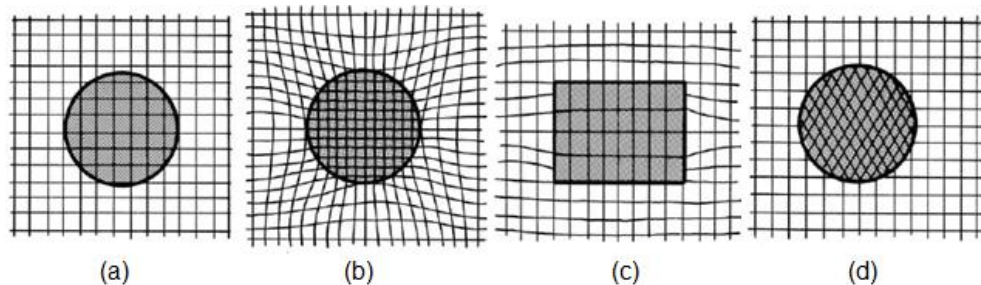
Em geral, os precipitados nucleiam em contornos de grão, discordâncias, defeitos de empilhamento e/ou interfaces preexistentes, que são regiões de maior energia, o que caracteriza a nucleação heterogênea (9, 19). Inicialmente, formam-se configurações instáveis (fora do equilíbrio), conhecidas como zonas de Guinier-Preston ou zonas GP (9-14).

As zonas GP, para o caso hipotético da liga AB, são regiões metaestáveis com interface coerente e formadas de aglomerados de átomos de B em determinados planos atômicos (9, 10, 17, 19). Consequentemente, na vizinhança dessas regiões, após a nucleação, ocorre um empobrecimento deste elemento na matriz da liga. Para que o crescimento de θ prossiga (etapa seguinte à nucleação das zonas GP), ocorre a difusão de B a partir de regiões mais distantes (9). A partir deste ponto, como o caminho a ser percorrido por esses átomos é relativamente grande e a difusão no estado sólido é lenta, são necessários tempos relativamente longos para que se processe o crescimento dessas zonas, formando os precipitados estáveis (19).

A presença de precipitados nas ligas de alumínio faz com que, invariavelmente, se tenha aumento de resistência mecânica (9, 15-18). A precipitação é um mecanismo de endurecimento, desde que se tenha uma dispersão fina de precipitados, isto é, numerosos precipitados de pequena dimensão dispersos uniformemente em uma matriz (17, 18). Além do tamanho, da distribuição e da quantidade de fase dispersa, a interface também é um fator importante a ser

considerado no aumento da resistência mecânica. A Figura 2.4 exemplifica esquematicamente as possíveis configurações de interfaces (17).

Figura 2.4 – Representação esquemática das possíveis interfaces entre o reticulado da matriz e da partícula de precipitado. Em (a) completamente coerente; (b) coerência com distorção; (c) semicoerente; e (d) incoerente.

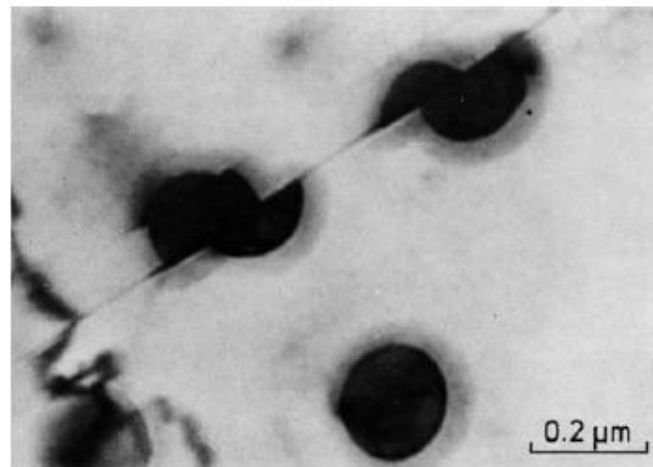


Fonte: MEYERS, M.; CHAWLA, K. **Mechanical Behavior of Materials**, 2ª ed. New York: Cambridge University Press, 2009.

Em geral, a interface dos precipitados é incoerente, ou seja, nenhum plano atômico da partícula possui correspondência com os planos da matriz (Figura 2.4D). Entretanto, a interface pode ser do tipo coerente em algumas ligas e nos estágios iniciais de nucleação (como as zonas GP), na qual todos os planos atômicos possuem algum tipo de correspondência com a matriz ou, ainda, semicoerente (alguns planos possuem correspondência), como pode ser visto nas Figuras 2.4A, 2.4B e 2.4C, respectivamente. (10, 11, 17).

Durante a deformação plástica, ocorre a multiplicação e movimentação de defeitos, principalmente de discordâncias (16-18). As discordâncias podem ter seu deslizamento dificultado por barreiras, tais como as interfaces dos precipitados (16-19, 27). Quando uma discordância encontra um precipitado no seu plano de deslizamento, podem ocorrer diferentes situações, dependendo do tipo de interface em questão. Se o precipitado apresenta interface do tipo coerente ou coerente com distorção, as discordâncias podem cisalhar a partícula (17-19, 27). Além disso, no caso das interfaces coerentes com distorção e semicoerentes, a presença de tensões elásticas também influencia a movimentação das discordâncias durante a deformação, dificultando sua passagem e o cisalhamento (que pode ocorrer em precipitados semicoerentes em determinados planos atômicos). A Figura 2.5 mostra uma imagem obtida por microscopia eletrônica de transmissão de precipitados cisalhados pela passagem de inúmeras discordâncias (17).

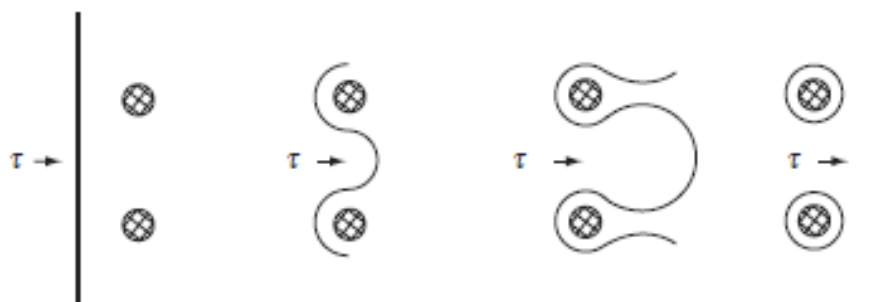
Figura 2.5 – Partículas da fase γ' (Ni_3Al) cisalhadas por inúmeras discordâncias, na liga Ni19Cr69Al , envelhecida a 750°C por 540 horas com 2% de deformação. Imagem obtida por microscopia eletrônica de transmissão.



Fonte: MEYERS, M.; CHAWLA, K. **Mechanical Behavior of Materials**, 2ª ed., New York: Cambridge University Press, 2009.

Por outro lado, as discordâncias que interagem com precipitados de interface incoerente podem ser curvadas a ponto de envolverem as partículas de precipitados, formando anéis de discordâncias (17, 18). Tal fenômeno é conhecido como mecanismo de Orowan, no qual propõe-se que a tensão cisalhante necessária para curvar a discordância é proporcional à distância entre as partículas (18). A Figura 2.6 ilustra esquematicamente a passagem de uma discordância por duas partículas incoerentes e indeformáveis em uma matriz dúctil (17).

Figura 2.6 – Representação esquemática da passagem de uma discordância por dois precipitados de interface incoerente. Com a aplicação de uma tensão cisalhante, a discordância curva-se entre as partículas, até formar um anel. Após a passagem, ocorre a recombinação das discordâncias.



Fonte: MEYERS, M.; CHAWLA, K. **Mechanical Behavior of Materials**, 2ª ed., New York: Cambridge University Press, 2009.

De qualquer forma, em ambos os casos, a redução do livre caminho médio das discordâncias na microestrutura conduz ao aumento da resistência mecânica observado em ligas de alumínio com dispersão de precipitados (9, 17-19, 27). Além disso, o tamanho de partícula e a coerência com a matriz definem os mecanismos atuantes durante a deformação plástica da ligas com dispersões de precipitados (10). Para a liga AA7050 envelhecida naturalmente, com a presença de zonas GP e de precipitados metaestáveis da fase η' , podem ser observados tanto o cisalhamento de partículas como o mecanismo de Orowan durante a deformação plástica. Isto ocorre porque as zonas GP possuem interfaces do tipo coerente, podendo ser cisalhadas por discordâncias e a fase η' possui interface do tipo semicoerente, podendo tanto ser cisalhada como bloquear o deslizamento das discordâncias (9, 10-14, 17-19). Considerando-se as demais fases presentes nessa liga ($\text{Al}_2\text{Zn}_3\text{Mg}_3$, Al_2CuMg , Al_3Zr , Mg_2Si , $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, entre outras), que possuem interface do tipo incoerente, o mecanismo de Orowan é observado durante a deformação plástica (17-19, 27).

2.2.4 Envelhecimento Natural

Além do envelhecimento artificial em ligas de alumínio, no qual ocorre precipitação sob condições controladas de tempo e temperatura, existe o envelhecimento natural. Esse tratamento térmico consiste em, após a solubilização e têmpera, manter o material em temperatura ambiente para que ocorra a precipitação. Esse tipo de precipitação ocorre em ligas da série 7xxx (9-14) contendo cobre, algumas ligas da série 6xxx (9, 26) e todas as ligas da série 2xxx (9).

Nas ligas susceptíveis ao envelhecimento natural, o aumento da resistência mecânica, como limite de escoamento e tenacidade à fratura, pode ser observado em algumas horas após a solubilização e têmpera, e essas propriedades atingem uma estabilização entre quatro e cinco dias, como no caso da série 2xxx (9). A explicação para esse fenômeno está relacionada com uma supersaturação de átomos de soluto e lacunas obtida na têmpera (9, 10). Esta supersaturação conduz a uma rápida formação de zonas GP em temperaturas relativamente baixas (baixa energia de ativação para que a transformação proceda), a qual está associada com a alteração nas propriedades mecânicas (10, 11).

O máximo endurecimento obtido no envelhecimento natural para o caso da liga AA7050 está associado com a formação de zonas GP coerentes e da fase η' (semicoerente). As zonas GP nucleiam homogeneamente na matriz e podem se transformar gradualmente na fase estável e de interface incoerente η (MgZn_2) (10). Tratando-se da fase η , esta pode nuclear a partir de imperfeições no retículo cristalino, tais como contornos de grão de baixo e de alto ângulo e discordâncias, conforme sugerem estudos (10, 11-14). O endurecimento observado está associado com a interação entre as zonas GP e/ou precipitados com as discordâncias (9-11, 17).

Os mecanismos relacionados ao aumento de resistência mecânica em ligas submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento natural são os mesmos já citados anteriormente para o envelhecimento artificial. Ou seja, a presença de partículas de segunda fase causa um decréscimo no livre caminho médio das discordâncias durante a deformação plástica (17-19, 27).

Usualmente, são adotadas combinações entre processamento mecânico e tratamentos térmicos. Além dos tratamentos térmicos citados na seção 2.2, as ligas de alumínio podem ter suas propriedades mecânicas alteradas a partir de processos de conformação plástica, os quais envolvem o encruamento, como a laminação, por exemplo. Este assunto faz parte do escopo do presente trabalho e é tema da seção 2.3, a seguir.

2.3 ENCRUAMENTO

2.3.1 Estado Encruado – Conceitos Gerais

Nos processos de deformação, grande parte da energia utilizada é perdida na forma de calor, e apenas uma pequena porção – cerca de 1 a 2% – é armazenada no material. Esta energia armazenada é capaz de modificar substancialmente certas propriedades do material deformado e é derivada da geração de defeitos na deformação, principalmente de discordâncias (28, 29). O endurecimento por trabalho a frio, ou encruamento, afeta as propriedades tais como limite de escoamento, dureza, limite de resistência à tração, tenacidade e entre outros (16-19, 28). Entretanto, outras propriedades são reduzidas com o

encruamento, como a ductilidade, a condutividade elétrica e a resistência à corrosão (18, 19).

Em geral, estas alterações são de interesse acadêmico, contudo também são muito importantes em aplicações industriais. Nesse caso, o conhecimento dos fenômenos envolvidos no encruamento pode prever o desgaste, o custo-benefício e a geometria do maquinário utilizado, além das propriedades adquiridas pelo material após o processamento, sendo possível avaliar a necessidade de tratamentos térmicos adicionais (19).

Durante a deformação plástica, ocorre a geração, interação, movimentação e aniquilação de discordâncias (16-19, 28, 29). Os fenômenos de geração, interação e movimentação ocorrem com maior frequência do que o fenômeno de aniquilação, visto que a densidade de defeitos, principalmente de discordâncias, aumenta com o aumento do grau de deformação plástica (17-19, 29). Entretanto, a taxa de aniquilação pode ser maior ou igual à de geração/movimentação/interação de defeitos nos casos de recuperação dinâmica, isto é, recuperação durante a deformação plástica, comum a metais e ligas de alta Energia de Defeito de Empilhamento (EDE) (16-19). Além disso, a extensão do encruamento depende da composição química, da estrutura cristalina, do modo de deformação, da microestrutura inicial, da taxa de deformação, da temperatura, entre outros parâmetros (18, 19).

A intersecção de discordâncias é um evento comum que ocorre durante a deformação plástica e também é responsável pelo aumento da resistência mecânica observado (17-19, 28). Ao se interceptarem, as discordâncias podem formar degraus, os quais só se movimentam de modo não conservativo, isto é, envolvendo fenômenos difusivos (ativados termicamente), a partir dos quais ocorre a emissão de lacunas (17, 19). Outro fenômeno observado no encruamento é a ativação de fontes de discordâncias. Essas fontes podem estar presentes em contornos de grãos, superfícies, partículas de segunda fase, discordâncias imobilizadas, entre outros (17-19). Além disso, as interações entre os campos de tensão elástica das discordâncias promovem a aniquilação ou empilhamento de discordâncias, dependendo dos tipos de campos de tensão envolvidos (17, 19).

O encruamento ocorre devido à redução do livre caminho médio das discordâncias, conforme proposto por Taylor, em 1934 (19). Isso significa que as discordâncias podem se tornar “imóveis” após deslizarem por uma distância “L”,

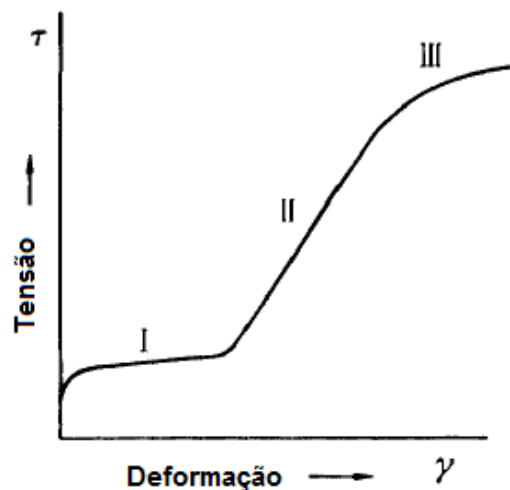
quando a densidade de discordâncias atinge um valor “ ρ ” (17-19). Essa redução na movimentação das discordâncias é denominada de encruamento. A densidade “ ρ ” e a distância “ L ” estão relacionadas com a deformação verdadeira (ϵ) pela expressão (2), a seguir:

$$\epsilon = \rho \cdot b \cdot L \quad (2)$$

Sendo “ b ” o vetor de Burgers da discordância.

No estudo do encruamento, é feita uma divisão das etapas envolvidas no processo (19). A Figura 2.7 mostra um gráfico de tensão x deformação (cisalhamento) para um monocristal de estrutura Cúbica de Face Centrada (CFC) (19).

Figura 2.7 – Gráfico tensão x deformação mostrando os três estágios do encruamento para um monocristal de estrutura cristalina CFC.



Fonte: SMALLMAN, R. E.; BISHOP, R. J. **Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering**. 6ª ed. Butterworth-Heinemann, 1999.

No estágio I, que se inicia logo após o limite de escoamento, tem-se uma região na qual o deslizamento é facilitado e a taxa de encruamento é baixa, sendo válido apenas para monocristais (19, 28). Por outro lado, no estágio II, a taxa de encruamento aumenta rapidamente. Este estágio também é denominado de região linear de endurecimento (19). Já o estágio III, conhecido como região parabólica de encruamento, aparecem bandas de deslizamento e a taxa de encruamento é reduzida. Nesse estágio, o encruamento é dependente da temperatura (19, 28). De uma forma geral, observa-se uma tendência dos metais com alta EDE apresentarem

os estágios I e II, enquanto os materiais de baixa EDE apresentam os três estágios (19).

Além do aumento da densidade de defeitos, o encruamento promove a alteração na forma dos grãos, bem como o aumento da sua área superficial total (17, 18, 29). Durante a deformação plástica, a forma dos grãos é alterada de modo a acompanhar as alterações de forma macroscópicas do componente sujeito à deformação (29). Além disso, para manter a contiguidade da microestrutura, é necessária a formação de novos contornos continuamente durante a deformação plástica, a qual ocorre pela geração de discordâncias (17, 28, 29). As discordâncias podem empilhar-se em contornos de grão, formando degraus, que fazem a área do contorno de grão aumentar progressivamente (17, 29). Nota-se que a maior parte da energia armazenada (do total de 1-2%) corresponde a essas alterações de forma dos grãos e criação de novas superfícies (29).

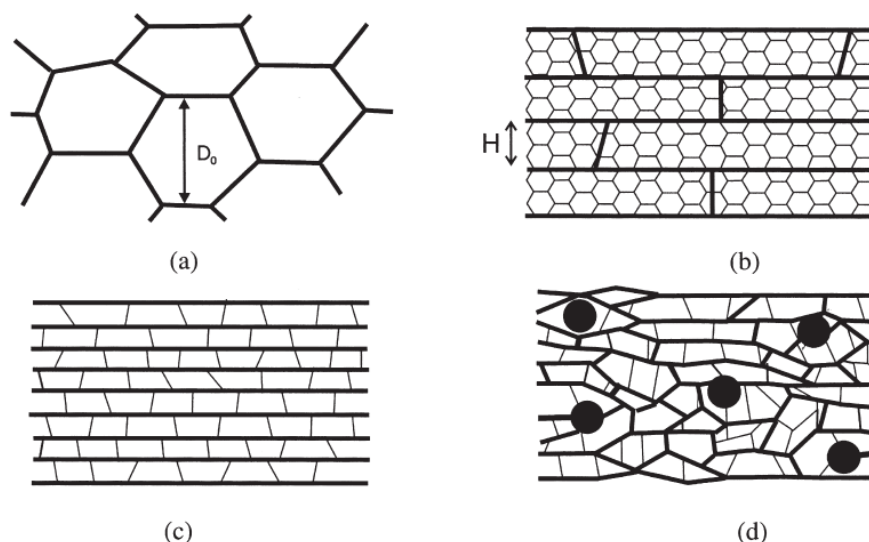
Outro fenômeno observado durante o encruamento é a formação de subestruturas, isto é, configurações de discordâncias no interior dos grãos (28, 29). Com o aumento da densidade de discordâncias, a principal tendência é a redução da energia armazenada pelo rearranjo das discordâncias. Isto conduz à formação de subestruturas, as quais são conhecidas por LEDS (do inglês, "*Low-Energy Dislocation Structures*") (30-33). As diferentes configurações que podem ocorrer dependem da EDE do metal ou liga, do modo de deformação e do grau de deformação (29). De um modo geral, metais ou ligas de alta EDE, quando deformados, tendem a formar células de discordâncias no interior dos grãos (ou subgrãos), isto é, possuem uma distribuição heterogênea de discordâncias (28). Por outro lado, metais e ligas de baixa EDE possuem uma distribuição homogênea (plana) de discordâncias no interior dos grãos. Além disso, a presença de partículas de segunda fase afeta essa distribuição, podendo ser uma fonte adicional de novas discordâncias (28).

Para o caso da liga AA7050, a qual apresenta uma EDE relativamente alta (da ordem de 150-160 mJ/m²), a distribuição heterogênea de discordâncias é predominante (29-32). Desse modo, durante a deformação, em escala microscópica ocorrem simultaneamente eventos que conduzem à subdivisão dos grãos, como a multiplicação de discordâncias e a formação de contornos geometricamente necessários (GNB, do inglês "*Geometrically Necessary Boundaries*"), formados por arranjos complexos de discordâncias (células de discordâncias) (31, 32). As células

de discordâncias formadas no encruamento possuem um grau de desorientação baixo em relação às demais células. Além disso, os grupos de células de discordâncias são delimitados pelas chamadas densas paredes de discordâncias (DDW, do inglês “*Dense Dislocation Walls*”) e microbandas (MB, do inglês “*Microbands*”) (31, 32). Com a evolução do encruamento, tanto as DDWs como as MBs transformam-se em estruturas lamelares. Tais estruturas são separadas pelos contornos lamelares (LB, do inglês “*Lamellar Boundaries*”) (31, 32).

Além disso, para ligas que apresentam dispersão de partículas de segunda fase, como é o caso das ligas de alumínio endurecidas por precipitação (por exemplo, AA7050), a taxa de encruamento é muito maior (17-19). Isto significa que a densidade de defeitos, principalmente de discordâncias, aumenta rapidamente devido à presença de precipitados. Ao encontrar uma partícula de interface incoerente, as discordâncias formam um padrão complexo e turbulento ao redor da mesma (19). Como discutido na seção 2.2, o mecanismo de Orowan é atuante nessas situações (17). A Figura 2.8 exemplifica o desenvolvimento microestrutural que ocorre em metais e ligas com o aumento do grau de deformação plástica.

Figura 2.8 – Alterações microestruturais que ocorrem com o aumento do grau de deformação. Em (a) sem deformação; (b) deformação moderada ($0,3 < \epsilon < 1$); (c) deformação elevada ($\epsilon > 1$); (d) efeito de partículas de segunda fase na deformação.

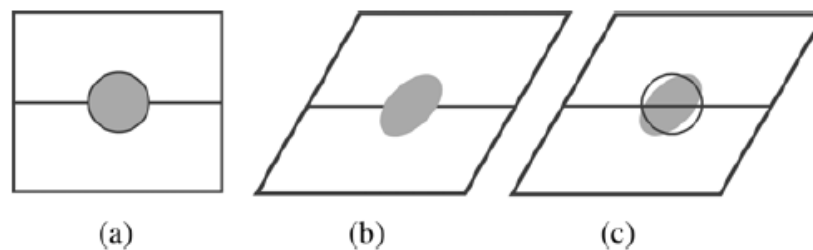


Fonte: HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and Related Annealing Phenomena**. Oxford: Pergamon, 1995.

A Figura 2.8 evidencia a alteração microestrutural ocorrido após a deformação plástica. Na Figura 2.8(b), tem-se a formação de subestruturas,

anteriormente inexistentes (Figura 2.8(a)). Com o aumento do grau de deformação, ocorrem mais subdivisões, refinando a microestrutura (Figura 2.8(c)). A presença de partículas de segunda fase durante a deformação plástica (Figura 2.8(d)) afeta a densidade de discordâncias, podendo até mesmo aumentar a velocidade da recristalização, em um subsequente tratamento de recozimento (29). Para o caso de partículas indeformáveis, como a grande maioria dos precipitados endurecedores de ligas de alumínio, a densidade de discordâncias é maior, se comparado ao caso de partículas deformáveis (que são cisalhadas pelas discordâncias, como discutido na seção 2.2) (17, 28, 29). Além disso, para esta situação, as discordâncias distribuem-se heterogeneamente ao longo da microestrutura, formando subestruturas. A Figura 2.9 mostra esquematicamente a incompatibilidade que ocorre durante a deformação plástica de ligas contendo dispersões de precipitados.

Figura 2.9 – Representação esquemática da incompatibilidade entre a deformação da matriz e de uma partícula indeformável. Em (a) sem deformação; (b) partícula deformável; e (c) partícula indeformável.



Fonte: HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and Related Annealing Phenomena**. Oxford: Pergamon, 1995.

Assim, ocorre uma incompatibilidade da deformação entre a matriz e o precipitado indeformável, a qual é acomodada pela geração de discordâncias nessa interface e pela geração de vazios (29). Para pequenas deformações, a densidade de discordâncias é muito maior em ligas contendo partículas, quando comparada a materiais monofásicos deformados sob as mesmas condições (29).

O entendimento dos mecanismos envolvidos na deformação plástica, bem como dos fenômenos relacionados ao encruamento são de extrema importância para a compreensão da extensão da alteração de propriedades e dos fenômenos envolvidos com o subsequente recozimento. Além da deformação plástica convencional, isto é, por meio de técnicas usuais de deformação, como laminação, extrusão, estiramento, estampagem e entre outros, a deformação plástica severa

tem sido extensivamente estudada devido às propriedades exibidas pelos materiais submetidos a tais técnicas não-convencionais de deformação. As diferenças microestruturais são bastante significativas e merecem destaque. Assim, a deformação plástica severa é tema da seção 2.3.2, a seguir.

2.3.2 Deformação Plástica Severa

Os métodos usuais de deformação plástica como laminação, extrusão e entre outros, reconhecidamente são capazes de aumentar a resistência mecânica. Entretanto, esse acréscimo em certas propriedades é acompanhado pela redução da capacidade de deformação, ou seja, da ductilidade (16-19, 28, 29). Nas últimas décadas, os materiais metálicos severamente deformados (deformação equivalente, ϵ , acima de 1,4) ganharam destaque e estão sendo extensivamente estudados (33, 34). O principal motivo desse interesse deve-se às propriedades diferenciadas exibidas por esses materiais, que incluem o acréscimo simultâneo de resistência e ductilidade e transformações de fase não usuais (33).

A deformação plástica severa (ou do inglês, “*Severe Plastic Deformation*” – SPD) representa um grupo de métodos de processamento, pelos quais é possível atingir elevados graus de deformação plástica (deformação equivalente da ordem de 15 a 20) e produzir um material com tamanho de grão significativamente menor do que o obtido em processos tradicionais (33-41). Muitas dessas técnicas deformam o material sem alterações dimensionais significativas e, devido a isso, é possível atingir tamanhos de grão sub-micrométricos (menor que $\sim 1 \mu\text{m}$) sem limitações de espessura (36-41).

Em geral, o tamanho de grão médio alcançado pelos métodos adotados industrialmente, como laminação, extrusão e forjamento, está limitado à ordem de alguns micrometros e o grau de deformação máximo é de dois ou menos. Entretanto, alguns estudos indicam ser possível obter materiais com grão ultrafino a partir dessas rotas tradicionais (42). Por isso as técnicas de SPD têm sido extensivamente estudadas nas últimas décadas (36-41, 43-45).

Materiais de grão ultrafino ou, do inglês, “*Ultrafine Grained Materials*” (UFG), são materiais policristalinos com tamanho de grão menor do que $\sim 1 \mu\text{m}$ (tamanho de grão sub-micrométrico). Esses materiais são produzidos, em geral, por técnicas de

deformação severa, sendo que podem ser distinguidas duas principais rotas: “bottom-up” e “top-down” (43).

A rota “bottom-up” ou “de baixo para cima” consiste da fabricação de materiais UFG a partir de átomos individuais ou da consolidação de partículas nanométricas (43). Ou seja, parte-se de um tamanho muito pequeno para o tamanho sub-micrométrico de grão, a partir de processos especiais que incluem a eletrodeposição (44) e moagem de alta energia com subsequente consolidação (45).

Por outro lado, a rota “top-down” ou “de cima para baixo” é caracterizada pela redução do tamanho de grão gradativamente, a partir de um tamanho mais grosseiro, até a escala sub-micrométrica ou nanométrica. Em geral, as técnicas de deformação severa são utilizadas nessa rota para obter materiais UFG (43).

Apesar das técnicas não-convencionais de deformação sejam bastante atrativas para produção de materiais UFG, os processos tradicionais, tais como a laminação, têm-se mostrado bastante competitivos (42). Recentemente, a deformação em temperatura criogênica, ou seja, na temperatura do nitrogênio líquido (NL), tem-se mostrado uma rota interessante e os resultados obtidos se aproximam daqueles oriundos das técnicas não-convencionais em temperatura ambiente. Devido às suas peculiaridades e potencialidades, a laminação criogênica, além de ser tema do presente trabalho, é discutida em maiores detalhes na seção 2.3.3, a seguir.

2.3.3 Laminação

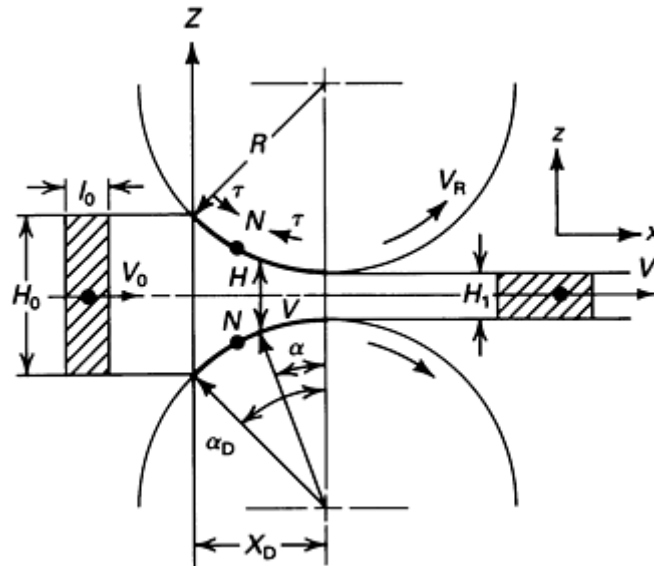
A laminação é um processo de conformação mecânica amplamente empregada na indústria na fabricação de placas, perfis e chapas, destinados principalmente à indústria automotiva, ferroviária e aeronáutica (46). Na laminação, dois rolos de trabalho (de raio “ R ”) que giram à mesma velocidade periférica, mas em sentidos opostos, promovem a deformação por compressão direta, durante a passagem de um corpo sólido (46-48). A peça a ser laminada entra com uma espessura inicial “ H_0 ” e com uma velocidade inicial “ V_0 ”, e após a passagem entre os rolos de trabalho, a peça laminada possui uma espessura final “ H_1 ” e uma velocidade final “ V_1 ”. Na zona de deformação, a peça possui espessura “ H ” e velocidade “ V ”. Estes parâmetros relacionam-se entre si pela expressão (3), considerando-se a constância de volume do material durante o processo:

$$V_0 \cdot H_0 \cdot W = V \cdot H \cdot W = V_1 \cdot H_1 \cdot W \quad (3)$$

Sendo “W” a largura da peça laminada.

Nota-se que para manter a igualdade, a velocidade final “V₁” é maior do que a velocidade inicial “V₀” (46-48). O ponto em que a velocidade “V” da chapa é igual à velocidade superficial dos rolos, “V_R”, é denominado de ponto neutro “N”. A pressão neste ponto é máxima durante a laminação (46, 47). A Figura 2.10 mostra esquematicamente o processo de laminação, bem como os principais parâmetros envolvidos.

Figura 2.10 – Representação esquemática do processo de laminação e dos principais parâmetros envolvidos.



Fonte: ASM Metals Handbook. **Forming and Forging**. v. 14. ASM International Handbook Committee, 2004.

Na Figura 2.10, o “α_D” é o ângulo de contato ou ângulo de mordida. Esse parâmetro possui um valor mínimo, abaixo do qual não há condições de atrito necessárias para promover o arraste da peça entre os rolos (48). As forças de atrito atuam no mesmo sentido da laminação até o ponto neutro “N”, e após este, atuam no sentido oposto (47, 48). O “α_D” relaciona-se com o coeficiente de atrito (μ), como mostra a expressão (4):

$$\mu = \operatorname{tg} \alpha_D \quad (4)$$

O parâmetro “ X_D ”, por sua vez, refere-se ao comprimento da projeção do arco de contato (47). Esse parâmetro é proporcional ao raio “ R ” dos cilindros e à variação de espessura, como mostra a expressão (5):

$$X_D \approx [R.(H_0-H_1)]^{1/2} \quad (5)$$

Um último parâmetro importante que envolve a geometria da laminação é o chamado fator Delta (Δ). Este fator define as condições de geometria necessárias para que a distribuição de tensões na peça laminada não seja excessivamente heterogênea e nem que se tenha uma elevada tensão residual (47). O fator Δ é expresso pela relação (6), a seguir:

$$\Delta = \frac{\left(\frac{H_0 - H_1}{2} \right)}{X_D} \quad (6)$$

Para $\Delta < 1$, a distribuição de tensões e deformações é mais homogênea (46). Se $\Delta > 1$, há grande probabilidade de empenamento e outros defeitos de laminação, devido à elevada tensão residual (46, 47).

Industrialmente, a laminação pode ser a quente ou a frio. Na laminação a quente, o processo de deformação é conduzido em temperaturas acima da temperatura de recristalização do material (47). A grande vantagem desse processo é que, devido aos fenômenos de difusão em larga escala e de recuperação dinâmica, o encruamento do material é menor (47, 48). Além disso, o limite de escoamento é reduzido devido à temperatura, facilitando a laminação e sendo possíveis maiores reduções por passe (48).

Por outro lado, a laminação a frio é realizada em temperaturas abaixo da temperatura de recristalização do metal ou liga, isto é, não são observados fenômenos difusivos em larga escala, e a recuperação e recristalização são obtidas em um tratamento de recozimento posterior ao passe de laminação (47). Na laminação a frio, a redução de espessura entre passes é menor, devido à resistência à deformação e ao encruamento obtido a cada passe. Entretanto, na laminação a frio não existem preocupações quanto à oxidação superficial, tendo melhor acabamento superficial (47, 48).

Existe, ainda, uma terceira classificação, que é a laminação a morno. Esta é realizada em temperaturas abaixo da temperatura de recristalização e acima da temperatura ambiente. A laminação a morno combina vantagens tanto da laminação a quente como da laminação a frio, tais como uso de menores cargas, menor gasto energético, bom acabamento superficial e maior controle dimensional (47).

2.3.4 Laminação Criogênica

Recentemente, muitas pesquisas têm sido desenvolvidas sobre a deformação criogênica, incluindo a laminação (ou criolaminação), para uma grande variedade de metais e ligas, tais como cobre eletrolítico (49-53), ligas de cobre (54), latão- α (55), ligas de alumínio (56-61), ligas Ni-Ti com memória de forma (62), titânio comercialmente puro (63, 64), vanádio de elevada pureza (65), aços inoxidáveis (66, 67), entre outros. Além disso, este método ainda não é aplicado em escala industrial, mas apresenta grande potencialidade, visto que os materiais obtidos por tal técnica apresentam elevada resistência combinada com elevada ductilidade (68-70).

A grande vantagem da deformação em baixas temperaturas refere-se ao maior acúmulo de discordâncias no material e à supressão parcial de mecanismos de recuperação dinâmica (49, 56). Dessa forma, com uma maior densidade de discordâncias inseridas no material durante a deformação, podem formar-se subestruturas no interior dos grãos (56). Assim, em tratamentos posteriores de recozimento, os fenômenos de recuperação e recristalização são favorecidos, sendo possível atingir tamanho de grão sub-micrométrico em poucas etapas (59, 60, 68).

Alguns estudos indicaram que o tamanho de grão nanométrico pode ser alcançado pela deformação severa criogênica, com a vantagem de ser possível a produção de grandes volumes e sem contaminações, em contraste com as técnicas tradicionais de obtenção de materiais nanocristalinos (49, 54).

Kon'kova, Mironov e Korznikov (49) estudaram a deformação severa criogênica em cobre eletrolítico usando HPT (do inglês, "*High-Pressure Torsion*") e encontraram um tamanho de grão médio de 0,2 μm e de subgrão de 0,11 μm , com uma elevada densidade de discordâncias. O tamanho inicial de grão do material utilizado era de 0,65 μm , portanto houve um refino de grão significativo. Os pesquisadores observaram também maclas na microestrutura, as quais possuíam tamanho médio de 30 nm. Entretanto, a principal conclusão nesse trabalho, foi de

que o mecanismo de deformação operante em temperaturas criogênicas foi o de deslizamento de discordâncias e não a maclagem mecânica, como acontece em temperatura ambiente para o cobre (49).

Por outro lado, Zhao *et al* (71) estudaram uma nova técnica de deformação severa em baixas temperaturas, denominada de deformação plástica dinâmica (DPD, do inglês "*Dynamic Plastic Deformation*"). Nesse caso, a deformação ocorre sob elevadas taxas de deformação com carregamento dinâmico, na temperatura do nitrogênio líquido (71). O material de estudo foi cobre eletrolítico, com tamanho de grão inicial na faixa de 200-300 μm e com poucas maclas de recozimento em alguns grãos. Durante a DPD, estimou-se a taxa de deformação como sendo aproximadamente $10^2\text{-}10^3 \text{ s}^{-1}$. Após a deformação, foi observada uma elevada densidade de discordâncias distribuídas heterogeneamente, formando células de discordâncias. Além disso, uma grande fração de maclas com dimensões nanométricas foi determinada, as quais possuíam lamelas com cerca de 40 nm de espessura. Isto indica que o mecanismo de deformação predominante foi o de maclagem mecânica, quando o cobre é deformado criogenicamente sob elevadas taxas de carregamento. Nos estudos de propriedades mecânicas, o limite de escoamento alcançado foi de 600 MPa com 11% de alongamento total, ou seja, o limite de escoamento determinado foi cerca de 10 vezes maior do que o material inicial (71).

Além dos estudos do efeito da temperatura sobre os mecanismos de deformação, muitos estudos também foram conduzidos em alumínio e suas ligas, com resultados bastante promissores de aumento simultâneo de resistência e ductilidade. Zhao *et al* (70) investigaram o aumento simultâneo de resistência e ductilidade na liga AA7075, utilizando laminação criogênica. O tamanho médio de grão encontrado para essa liga foi de aproximadamente 100 nm, após laminação criogênica. Além disso, os ensaios de tração indicaram que o limite de escoamento no material laminado criogenicamente foi de 550 MPa, em contraste com o material no estado solubilizado e sem deformação que apresentou 145 MPa de limite de escoamento. Empregando um tratamento de envelhecimento artificial, o limite de escoamento encontrado por Zhao *et al* (70), foi de 615 MPa. O alongamento uniforme obtido para a amostra solubilizada e a criolaminada e envelhecida artificialmente foi de 3,3% e 7,4%, respectivamente. Isto indica que, além de aumentar consideravelmente o limite de escoamento (324%), o alongamento

uniforme também aumentou (124%). A combinação da elevada densidade de discordâncias e do tamanho de grão ultrafino, é responsável por esse efeito. Além disso, a presença de partículas de segunda fase muito finas dispersas na matriz (oriundas do envelhecimento artificial), contribuíram para uma adição na resistência mecânica (70).

O entendimento do efeito da Energia de Defeito de Empilhamento (EDE) sobre os mecanismos de deformação plástica em baixas temperaturas também tem sido estudado (72). Em geral, metais e ligas de alta EDE deformam-se por deslizamento de discordâncias, pois as discordâncias parciais estão mais próximas facilitando eventos de deslizamento cruzado e, também, de recuperação dinâmica (recuperação durante a deformação) (31, 32, 72). Já os de baixa EDE, possuem discordâncias parciais mais afastadas, dificultando o deslizamento de discordâncias e, assim, a probabilidade de deformação por maclagem é favorecida (31, 72). A importância da compreensão desses mecanismos é de grande interesse tecnológico, pois se pode prever custos adicionais para a implementação da deformação criogênica em escala industrial (72). Esses custos adicionais podem ser justificados somente se as propriedades mecânicas alcançadas por processos de deformação criogênica superarem as atingidas pelos mesmos processos em temperatura ambiente (72).

Sarma *et al* (72) laminaram amostras de cobre eletrolítico, Cu-4,6%Al, Cu-9%Al, Cu-15%Al, alumínio comercialmente puro e a liga AA6061 na temperatura ambiente e na temperatura do nitrogênio líquido. O objetivo do estudo era comparar os mecanismos de deformação e as propriedades mecânicas atingidas para materiais de baixa EDE (cobre eletrolítico e ligas de cobre) e materiais de alta EDE (alumínio comercialmente puro e ligas de alumínio), submetidos à deformação severa em diferentes temperaturas. Para as ligas de alta EDE, a diferença de resistência mecânica foi inferior a 10%, quando foram submetidas à laminação à frio e criolaminação. Isto foi associado com a supressão pouco significativa da recuperação dinâmica nas ligas de elevada EDE durante a criolaminação. Por outro lado, a liga Cu-4,6% Al, que possui EDE intermediária dentre os materiais estudados, foi a que apresentou melhores resultados para as propriedades mecânicas, com um aumento de cerca de 25-30% na resistência mecânica. De um modo geral, esses resultados foram explicados pela alteração dos mecanismos de deformação com a EDE e a temperatura de deformação. Resumidamente, ligas de

alta EDE deformam-se preferencialmente por deslizamento de discordâncias, independentemente da temperatura; ligas de baixa EDE deformam-se por maclagem, independentemente da temperatura. Já as ligas de EDE intermediária, deformam-se por maclagem durante a laminação criogênica e por deslizamento de discordâncias na laminação a frio (72).

Dentro desse contexto, o objetivo deste trabalho foi submeter a liga de alumínio aeronáutica AA7050 à deformação por laminação criogênica, com subsequente envelhecimento natural. Para tanto, foram realizadas deformações em diferentes níveis de deformação equivalente ($\varepsilon = 0,5$, $\varepsilon = 0,9$, $\varepsilon = 1,1$ e $\varepsilon = 1,4$). Estas amostras foram, então, envelhecidas naturalmente em diferentes tempos (0, 10, 100 e 1000 horas), sendo conduzidos ensaios de tração e dureza para o estudo da variação de propriedades mecânicas, enfatizando tanto a influência da deformação criogênica como do tempo de envelhecimento natural. Além disso, este trabalho teve como meta definir uma combinação de condições de processamento e tratamento térmico para otimizar as propriedades mecânicas, atingindo um acréscimo simultâneo de resistência e ductilidade, em relação às propriedades obtidas por laminação a frio.

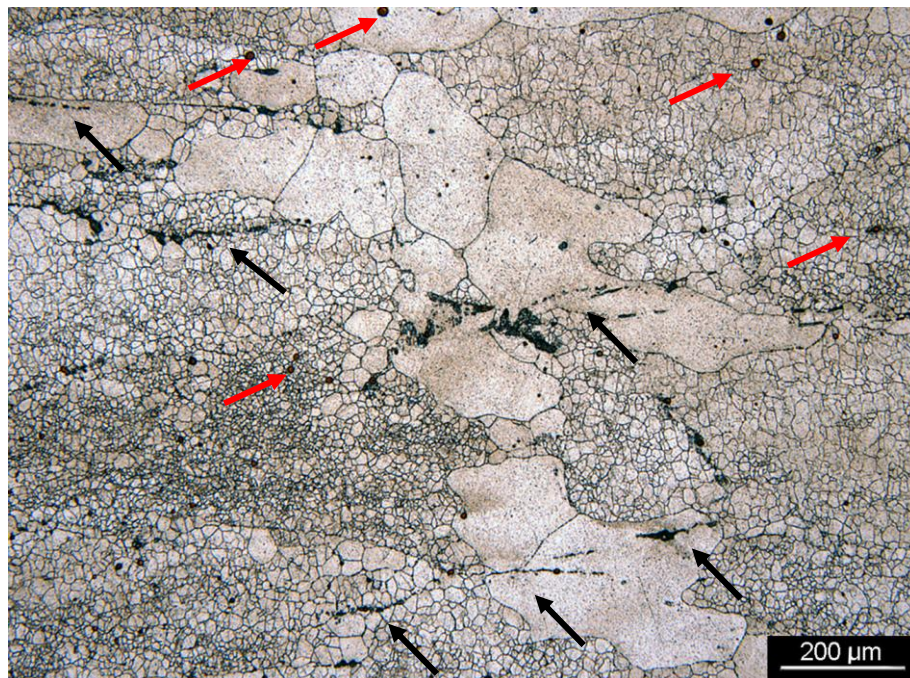
3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAL INICIAL

As amostras utilizadas no processamento por laminação criogênica foram retiradas de uma placa com dimensões de 600 x 180 x 75 mm (comprimento x largura x espessura) da liga de alumínio aeronáutico AA7050-T7451, que foi previamente submetida a uma deformação plástica nominal de 2% (laminação à quente) e duplamente envelhecida, como mostrado na Tabela 8 (15). Desse modo, todos os corpos de prova utilizados no presente trabalho foram extraídos na direção de laminação da placa. As dimensões das amostras utilizadas na laminação criogênica são de 100 mm x 22 mm x 10 mm (comprimento x largura x espessura).

A microestrutura do material inicial, ainda no estado como recebido (T7451), foi analisada por metalografia. Na Figura 3.1 é apresentada a microestrutura da liga AA7050-T7451 na direção de laminação (longitudinal).

Figura 3.1 – Microestrutura da liga AA7050-T7451, atacada com solução aquosa de HNO_3 (33,3%vol) a 70 °C. As setas vermelhas indicam partículas intermetálicas da fase T, enquanto as setas pretas apontam partículas alinhadas da fase $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$. Notar distribuição bimodal de tamanho de grão (29% ASTM nº 4; 71% ASTM nº 11).

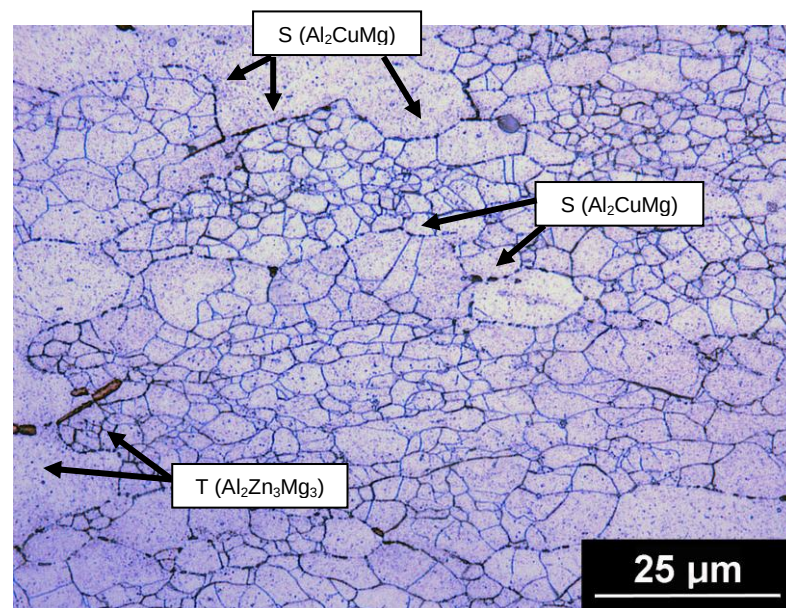


Fonte: A autora.

Nota-se, pela Figura 3.1, que a liga AA7050-T7451 possui uma microestrutura bastante heterogênea, com distribuição bimodal de tamanho médio

de grão. Os grãos finos possuem um tamanho de grão ASTM igual a 11 (equivalente ao tamanho médio de grão $7,9\text{ }\mu\text{m}$), ocupando cerca de 71% de fração volumétrica. Em contrapartida, os grãos grosseiros, que correspondem a 29% de fração volumétrica, possuem tamanho médio de grão ASTM 4 (equivalente a $89,8\text{ }\mu\text{m}$). As setas vermelhas indicam partículas de precipitados possivelmente de T ($\text{Al}_2\text{Zn}_3\text{Mg}_3$), as quais aparecem com morfologia arredondada e coloração marrom-avermelhada para o ataque utilizado (8). Por outro lado, as setas pretas apontam para partículas alinhadas na direção de laminação, as quais provavelmente sejam da fase insolúvel $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ (6, 9-14). A fase η (MgZn_2) está presente nessa liga tanto na forma de zonas GP quanto fase metaestável η' , de dimensões nanométricas, representando a maior fração volumétrica de precipitados (6, 8, 9). A Figura 3.2 mostra uma ampliação da microestrutura mostrada na Figura 3.1, mostrando com maiores detalhes a distribuição de intermetálicos.

Figura 3.2 – Ampliação da microestrutura apresentada na Figura 3.1. Notar a distribuição de partículas das fases S e T.



Fonte: A autora.

Foram realizadas também medidas de dureza Vickers por micro-impressão nas amostras do material inicial, de modo a fazer uma avaliação e caracterização preliminar do material utilizado. As medidas de dureza Vickers foram feitas apenas na direção de laminação (seção longitudinal), em temperatura ambiente, utilizando-

se carga de 200 gf aplicada continuamente por 15 segundos, com o durômetro Shimadzu HMV-2, instalado no Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa. O valor médio obtido tanto da seção longitudinal, como da seção transversal é de 140 ± 2 HV para a liga AA7050-T7451.

Doravante, exceto se mencionado o contrário, todos os equipamentos utilizados neste trabalho estão instalados no Departamento de Engenharia de Materiais, da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

3.2 MÉTODOS EXPERIMENTAIS

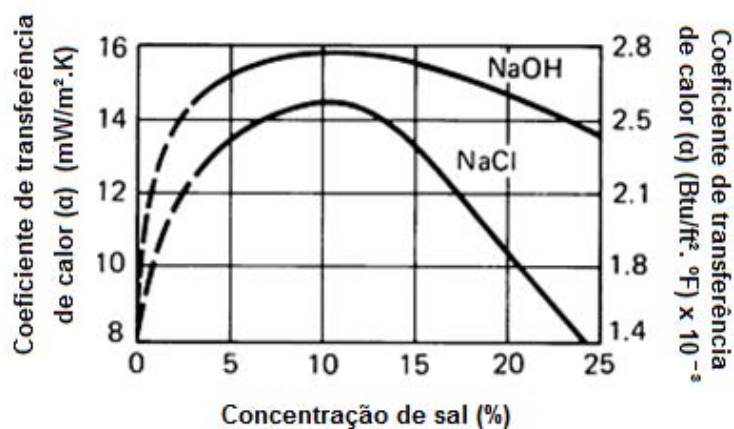
3.2.1 Tratamento Térmico de Solubilização

De modo a avaliar a influência do processamento no envelhecimento natural, foi realizado previamente um tratamento térmico de solubilização. Este tratamento consistiu em manter as amostras a 475 °C durante seis horas em forno tipo mufla. A temperatura de solubilização foi escolhida conforme descrito na Tabela 8, apresentada anteriormente (15). O tempo de permanência nessa temperatura não é estabelecido por normas técnicas, porém convém adotar um tempo suficientemente longo para que toda a transformação de fase ocorra no volume das amostras tratadas. Tanto o tempo como a temperatura de tratamento foram adotados como padrão para todas as amostras utilizadas no presente estudo.

Após a permanência dos corpos de prova por tempo suficiente para promover a dissolução dos precipitados solúveis, foi feita a têmpera em uma salmoura com concentração de 10% em peso de NaCl (cloreto de sódio) com gelo sob agitação mecânica. Foi escolhido um meio de têmpera severo, ou seja, com elevada taxa de extração de calor. A concentração da salmoura adotada no tratamento foi determinada através do gráfico da Figura 3.3 (9).

Como 10% em peso é a concentração de NaCl na qual obtém-se o máximo coeficiente de transferência de calor, esta foi utilizada no tratamento. Além disso, adicionou-se gelo e a temperatura média do banho de resfriamento foi de aproximadamente 6 °C. De forma a aumentar ainda mais a eficiência da extração de calor, foi promovida uma intensa agitação mecânica, a qual colaborou perturbando a camada de vapor formada ao redor dos corpos de prova.

Figura 3.3 – Gráfico do efeito da concentração de sal sobre o coeficiente de transferência de calor na têmpera.



Fonte: ASM Metals Handbook. **Heat Treating**. v. 4. ASM International Handbook Committee, 2004.

Como essa liga apresenta acentuado envelhecimento natural, as amostras foram mantidas em um “ultrafreezer” (Nuaire Glacier -86°C), de modo a suprimir esta transformação de fase. A condição obtida após a solubilização e têmpera pode ser mantida por alguns dias, conforme mostra a Tabela 9 (5).

Tabela 9 – Resumo dos máximos tempos de atraso e de estocagem após a solubilização e têmpera para diversas ligas de alumínio (5).

Liga	Tempo máximo de atraso após têmpera	Tempo máximo para estocagem (retenção da solução sólida supersaturada)		
		Máx. -12°C	Máx. -18°C	Máx. -23°C
2014	15 min.	1 dia	30 dias	90 dias
2219	15 min.	1 dia	30 dias	90 dias
6061	30 min.	7 dias	30 dias	90 dias
7075	30 min.	7 dias	30 dias	90 dias

Fonte: TOTTEN, G. E.; MACKENZIE, D. S. **Handbook of Aluminum**: Physical Metallurgy and Process. v. 1. New York: Marcel Dekker, 2003.

3.2.2 Tratamento Térmico de Envelhecimento Natural (T4)

Foram determinados quatro tempos de envelhecimento natural que seriam utilizados como padrão para o processamento dos corpos de prova: 0 hora, 10 horas, 100 horas e 1000 horas. O tempo de 0 hora foi determinado como sendo até

os primeiros 10 minutos após a têmpera. Os demais tempos foram contados a partir da têmpera dos corpos de prova. Estes tempos foram determinados a partir do levantamento de uma curva de endurecimento, na qual foram feitas medidas de dureza em diversos períodos. Assim, foram escolhidos quatro períodos de interesse para estudo do envelhecimento natural na liga AA7050.

O tratamento de envelhecimento natural consistiu em manter os corpos de prova nos tempos mencionados acima, em temperatura ambiente, com média entre 20 e 25 °C. Ao atingirem-se os tempos determinados, as amostras eram caracterizadas por meio de ensaios mecânicos.

3.2.3 Laminação Criogênica

Os corpos de prova, depois de solubilizados, foram processados por laminação criogênica. Esse processo consiste em laminar o material após este ter atingido temperatura próxima à do nitrogênio líquido (NL), igual a -196 °C. Vale ressaltar que, assim como outros processos que causam a deformação plástica de metais, ocorre um aquecimento adiabático durante a deformação. Dessa forma, na laminação criogênica tem-se apenas o controle da temperatura de entrada do material.

No processamento dos corpos de prova foi utilizado o laminador FENN-6 com frequência de 20 rpm. Antes de cada passe de laminação, o corpo de prova era mantido mergulhado completamente até observação da estabilização do NL, processo com duração aproximada de cinco minutos. Em seguida, o material era imediatamente colocado no laminador para ser deformado, sendo então mensurado e recolocado no recipiente com NL para o passe seguinte.

Este procedimento foi repetido igualmente para todos os corpos deformados, sendo determinados quatro graus médios de redução de espessura, classificados conforme deformação equivalente (ϵ) obtida: $\epsilon = 1,4$; $\epsilon = 1,1$; $\epsilon = 0,9$ e $\epsilon = 0,5$. A deformação equivalente pode ser calculada pela equação (7), a seguir:

$$\epsilon = \ln \frac{l_o}{l_f} \quad (7)$$

Sendo l_o a espessura inicial e l_f a espessura final.

A Tabela 10 mostra um resumo dos parâmetros obtidos nas laminações criogênicas, tais como espessuras de entrada e saída, deformação equivalente, número de passes de laminação e fator Δ .

Tabela 10 – Resumo dos parâmetros obtidos nas laminações criogênicas. As linhas em destaque referem-se aos graus de deformação adotados neste trabalho.

Passe	Espessura inicial	Espessura final	Largura inicial	Largura final	Fator Δ	%Redução	ϵ
1	11,40	10,60	22,00	22,20	1,18	7,02	0,07
2	10,60	9,60	22,20	22,50	0,97	9,43	0,17
3	9,60	8,60	22,50	23,00	0,87	10,42	0,28
4	8,60	7,70	23,00	23,30	0,82	10,47	0,39
5	7,70	6,80	23,30	23,40	0,73	11,69	0,52
6	6,80	6,00	23,40	23,50	0,68	11,76	0,64
7	6,00	5,50	23,50	23,80	0,78	8,33	0,73
8	5,50	4,60	23,80	23,90	0,51	16,36	0,91
9	4,60	4,10	23,90	24,00	0,59	10,87	1,02
10	4,10	3,60	24,00	24,00	0,52	12,20	1,15
11	3,60	3,20	24,00	24,10	0,52	11,11	1,27
12	3,20	2,80	24,10	24,20	0,45	12,50	1,40

Fonte: A autora.

Para todas as amostras tentaram-se reproduzir as mesmas condições de processamento, de modo a evitar grandes variações de microestrutura e heterogeneidades de deformação entre as amostras de estudo.

Para fins de comparação dos efeitos da deformação criogênica sobre as propriedades da liga AA7050, foram feitas laminações a frio seguindo os mesmos parâmetros selecionados para a laminação criogênica. Entretanto, o grau $\epsilon = 1,4$ não pôde ser obtido, visto que ocorriam falhas e outros defeitos importantes no corpo de prova a partir de $\epsilon = 1,2$. Isto significa que em temperatura criogênica, a liga AA7050 apresenta maior capacidade de deformação, o que provavelmente está relacionado com a supressão parcial de mecanismos de recuperação dinâmica. Dessa forma, apenas os demais graus foram analisados para o tempo de 0 hora de envelhecimento natural.

3.2.4 Caracterização Microestrutural

Na caracterização microestrutural procedeu-se com o uso das técnicas metalográficas. Após o processamento, o material foi cortado, sendo obtidas amostras da seção longitudinal (direção de laminação), seção transversal e da seção denominada de superficial, que é o plano paralelo à superfície em contato com os cilindros durante a laminação (ou direção normal).

Para minimizar o aquecimento e a deformação das amostras, procedeu-se com o embutimento em resina poliéster (resina de cura a frio). Em seguida, realizou-se a etapa de lixamento manual, com lixas d'água à base de carbetto de silício (SiC) com as seguintes granulometrias: 240, 320, 400, 600, 1000, 1200, 1500 e 2000 mesh. A cada troca de lixa, as amostras eram giradas 90° em relação à direção anterior de lixamento, de modo a obter uma superfície lixada plana e consecutivamente de menor rugosidade. Em seguida, partiu-se para a etapa de polimento mecânico realizada manualmente, com suspensão de diamante e álcool comercial. As granulometrias das suspensões de diamante utilizadas foram de 6 µm e 1 µm. Para o polimento final foi utilizada sílica coloidal e água destilada, com granulometria de 0,01 µm.

Na revelação da microestrutura com ataque químico corrosivo, foi utilizado o reagente Keller. A composição deste reagente é de 2 mL de ácido fluorídrico (HF), 3 mL de ácido clorídrico (HCl), 5 mL de ácido nítrico (HNO₃) e 190 mL de água destilada em temperatura ambiente (8). O ataque consistiu na imersão das amostras durante aproximadamente oito segundos, seguido de lavagem com água corrente e álcool comercial para remoção do reagente e interrupção do ataque. As amostras, depois de devidamente atacadas e secas, foram observadas no microscópio óptico Olympus BX-51.

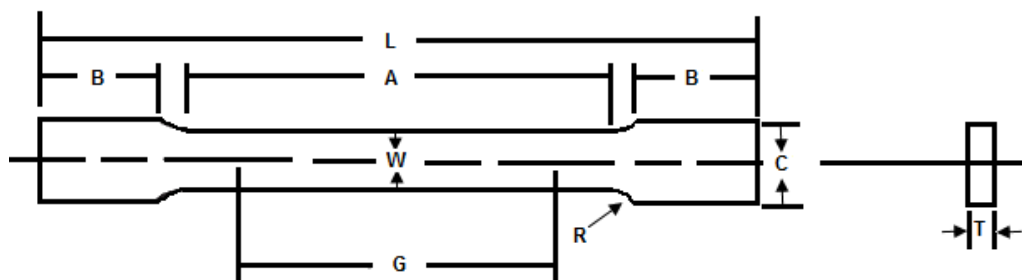
3.2.5 Caracterização das Propriedades Mecânicas

Na caracterização das propriedades mecânicas foram feitas medidas de dureza Vickers por micro-impressão e ensaio de tração uniaxial. As medidas de dureza Vickers foram feitas apenas na direção de laminação (seção longitudinal), em temperatura ambiente, utilizando-se carga de 200 gf aplicada continuamente por 15 segundos, com o durômetro Shimadzu HMV-2. O resultado obtido é uma média de

dez medidas feitas na superfície amostra em regiões distintas, com o respectivo desvio-padrão.

Os ensaios de tração, por sua vez, foram realizados em uma máquina universal de ensaios mecânicos Shimadzu 300kN, com velocidade constante de 1,5 mm/min, à temperatura ambiente. Apesar da norma ASTM E 08M-04 (*“Standard Test Methods For Tension Testing of Metallic Materials – Metric”*) indicar o uso de extensômetro, este não foi utilizado nos ensaios em virtude da dificuldade de se determinar qual o momento exato para a sua retirada, pois não ocorre estricção visível. Os corpos de prova utilizados nos ensaios foram preparados conforme descrito na norma ASTM E 08M-04, sendo usinados com dimensões de 12,5 mm de largura (W) por 57 mm de comprimento (A) de área útil, como mostra esquematicamente a Figura 3.4 (73).

Figura 3.4 – Representação esquemática da geometria dos corpos de prova usinados, com as seguintes dimensões: A = 57 mm; B = 50 mm; C = 20 mm; L = 200 mm; W = 12,5 ± 0,2 mm; G = 50,0 ± 0,1 mm; R = 12,5; e T = espessura da chapa.



Fonte: ASTM International. **ASTM E 08M-04** - Standard Test Methods For Tension Testing of Metallic Materials (Metric). USA, 2004.

Na usinagem dos corpos de prova, com a finalidade de manter a solução sólida supersaturada obtida na solubilização e têmpera, foram tomados alguns cuidados. Um desses cuidados foi referente às amostras que seriam ensaiadas sem sofrer envelhecimento natural (ou seja, 0 hora), as quais foram removidas do ultrafreezer e foram refrigeradas durante o período de usinagem (cerca de 15-20 minutos) com nitrogênio líquido. Dessa forma, foram minimizados os efeitos da exposição das amostras à temperatura ambiente, evitando-se a ocorrência de envelhecimento natural em larga escala. As amostras dos demais tempos de envelhecimento natural (10 h, 100 h e 1000 h), após serem retiradas do ultrafreezer foram cronometrados os tempos em que ficaram expostas em temperatura ambiente

(aproximadamente 15-20 minutos), sendo estes valores subtraídos dos tempos planejados para a realização dos ensaios de tração. Com estes cuidados, no momento do ensaio as amostras encontravam-se com os tempos de envelhecimento natural correspondentes ao planejamento.

3.2.6 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Na investigação de alguma possível variação na superfície de fratura conforme eram alterados os parâmetros de deformação e envelhecimento natural e, também, da alteração da distribuição de precipitados, foram feitas imagens por MEV na superfície de fratura das amostras submetidas ao ensaio de tração uniaxial. Além disso, procedeu-se com a Microanálise por Dispersão de Energia (EDS) em regiões de interesse, em uma tentativa de identificar a composição dos precipitados nessa liga. O equipamento utilizado foi o microscópio eletrônico SSX-500 da Shimadzu.

3.2.7 Extração de Precipitados

Para avaliar possíveis variações no processo de precipitação, decorrentes do grau de deformação imposto, cerca de 1,0 grama das amostras de cada grau de deformação em forma de cavacos foi dissolvida em uma solução aquosa com concentração de 10% em peso de NaOH (hidróxido de sódio) a 50 °C, sob agitação constante, durante 15-20 minutos, para extração de precipitados. A escolha da solução à base NaOH justifica-se pelo fato desta substância dissolver o alumínio e não atacar as partículas de $MgZn_2$ e $Al_2Mg_3Zn_3$, que são os principais intermetálicos da liga AA7050 (8). A solução resultante foi filtrada em filtro de papel comum, o qual foi pesado previamente, sendo que o conjunto filtro+resíduo foi seco em estufa por uma hora a 60 °C. Em seguida, o conjunto filtro+resíduo foi pesado para a determinação da massa resultante da extração de precipitados da liga AA7050. Os filtros foram analisados por MEV, sendo feitas análises qualitativas e quantitativas por EDS das partículas impregnadas nas fibras do filtro. O equipamento utilizado foi o microscópio eletrônico SSX-500 da Shimadzu.

3.2.8 Difração de Raios x (DRX)

Foram realizadas análises de difração de raios x para identificação de variações na intensidade, largura e posição dos picos referentes aos planos cristalográficos das amostras submetidas a diferentes graus de deformação na laminação criogênica. Estas análises foram realizadas no equipamento modelo XRD-6000, da Shimadzu. Utilizou-se a radiação $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$), com velocidade de varredura de $0,02^\circ/\text{min}$ em modo contínuo, de 15° a 85° (2θ), sendo que a cada ponto a coleta de sinais era feita durante 5 segundos, a fim de reduzir o ruído e aumentar a intensidade dos sinais obtidos. Todas as amostras analisadas foram cortadas e preparadas de modo que os raios x incidissem sobre a seção longitudinal, ou seja, sobre o plano paralelo à direção de laminação.

3.2.9 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

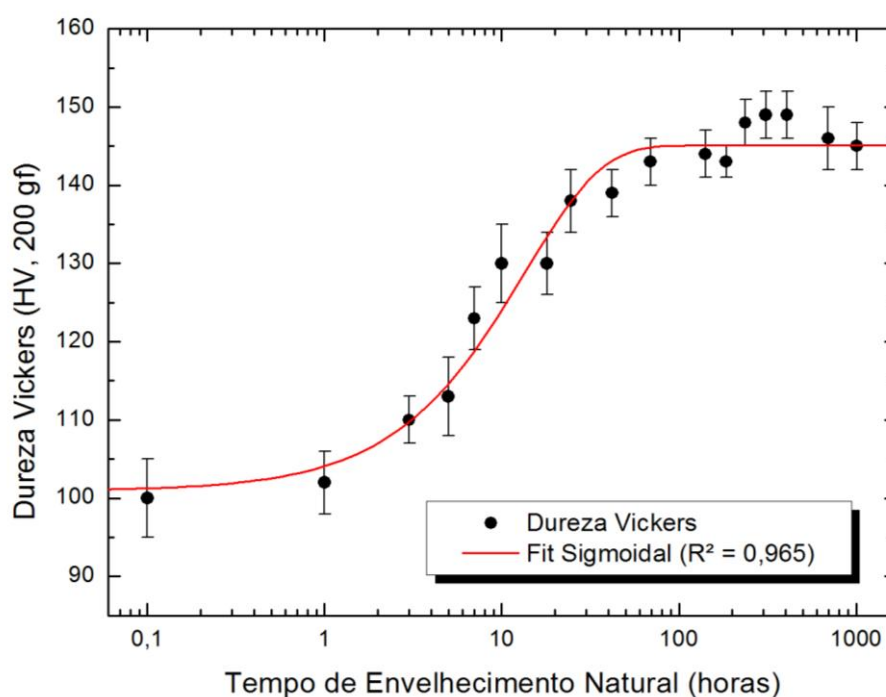
Foram conduzidas análises térmicas do material após deformação criogênica e envelhecimento natural até a estabilização (acima de 1000 horas). As análises foram realizadas no equipamento modelo LABSYS Evo, da Setaram, instalado no Complexo de Laboratórios Multiusuários, da Universidade Estadual de Ponta Grossa. Foi adotada a taxa de aquecimento de $10 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$, da temperatura ambiente até $450 \text{ }^\circ\text{C}$, para aquisição dos dados de interesse.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 CINÉTICA DE ENVELHECIMENTO NATURAL DA LIGA AA7050

Um estudo preliminar da cinética do envelhecimento natural da liga AA7050 foi realizado por medidas de dureza Vickers por micro-impressão nas amostras logo após a solubilização, em diversos tempos. A Figura 4.1 mostra a curva de endurecimento da liga AA7050 obtida após solubilização e o respectivo ajuste sigmoidal da curva.

Figura 4.1 – Curva de endurecimento durante o envelhecimento natural da liga AA7050 a partir do estado solubilizado.



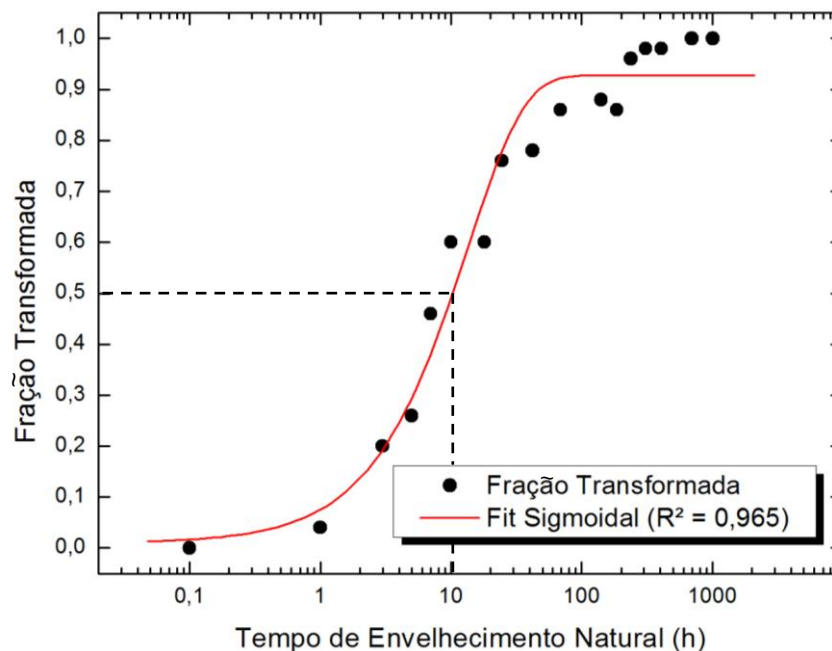
Fonte: A autora.

Pelo gráfico da Figura 4.1 observa-se que a dureza aumenta rapidamente nas primeiras 10 horas após a solubilização, sendo aproximadamente 30% maior. Esse efeito está relacionado com a rápida formação das zonas GP, devido à elevada densidade de lacunas retidas na têmpera (9-14). Dessa forma, o aumento de dureza observado nas primeira 10 horas deve-se ao endurecimento causado pela presença das zonas GP e, possivelmente, da fase metaestável η' (MgZn_2) presente em menor proporção nesse estágio (9, 10, 12). Esse aumento da dureza pode ser explicado considerando-se o campo de deformação elástica ao redor das zonas GP (interface

coerente) que interagem com os campos de tensão das discordâncias, obstruindo e retardando a sua movimentação durante a deformação plástica (9, 16-19).

Com o passar do tempo, nota-se certa estabilização do processo de envelhecimento natural a partir de 100 horas, na qual a dureza é cerca de 40% maior em relação ao material recém-solubilizado. De 100 a 1000 horas não houve nenhuma variação significativa de dureza Vickers, o que indica uma estabilização do envelhecimento natural, sem a formação adicional uma grande fração volumétrica de zonas GP e/ou partículas semicoerentes da fase η' . Com os dados de dureza, construiu-se uma curva de fração transformada, pela linearização do gráfico da Figura 4.1. Esse gráfico linearizado é apresentado na Figura 4.2, com a respectiva curva de ajuste sigmoidal.

Figura 4.2 – Gráfico linearizado dos valores para fração transformada a partir da dureza no envelhecimento natural da liga AA7050.



Fonte: A autora.

Nota-se, pela Figura 4.2, que com aproximadamente 10 horas de envelhecimento natural, tem-se 50% de transformação de fase. Ou seja, nas primeiras 10 horas de envelhecimento natural, tem-se a precipitação de aproximadamente metade da fração volumétrica esperada no envelhecimento natural dessa liga. Isto explica o aumento de dureza observado nesse período, a qual aumentou 30% em relação ao material recém-solubilizado. Esses precipitados são, na verdade, zonas GP e precipitados metaestáveis da fase η' (MgZn_2), os quais

se formaram rapidamente após a têmpera, devido às ZRL (10-12). Além disso, confirma-se que, de fato, a partir de 100 horas inicia-se uma estabilização do processo de envelhecimento natural.

A cinética de envelhecimento natural da liga AA7050, pode ser descrita em função da equação de Jonhson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (também denominada JMAK), apresentada na equação (8), a seguir (21).

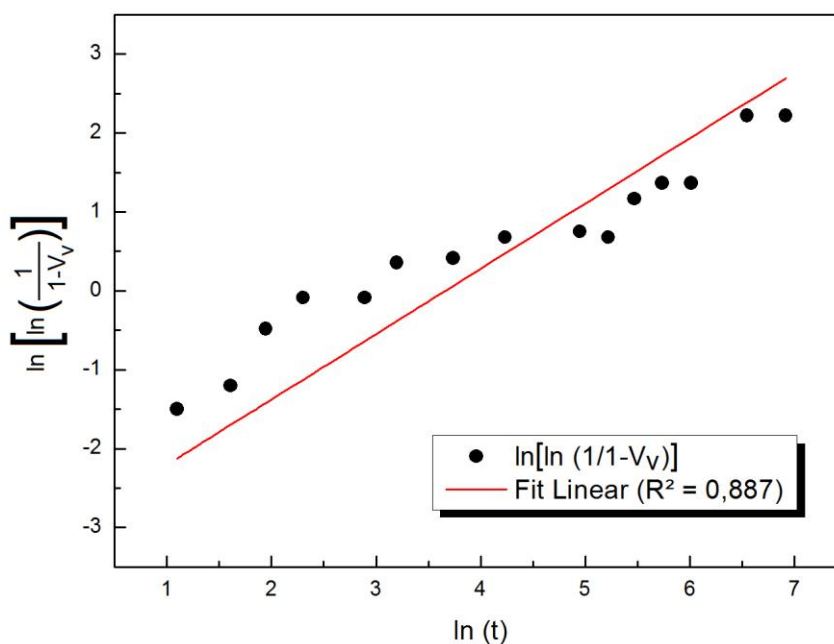
$$1 - V_v = \exp(-kt^n) \quad (8)$$

Na qual V_v é a fração volumétrica, k é uma constante, t é o tempo e n é uma constante conhecida como expoente de Avrami. Assim, foi construído um gráfico a partir dos valores obtidos de fração transformada, utilizando a forma linearizada da equação JMAK, apresentada em (9):

$$\ln \left[\ln \left(\frac{1}{1 - V_v} \right) \right] = \ln(k) + n \cdot \ln(t) \quad (9)$$

A Figura 4.3 mostra o gráfico da equação JMAK linearizada, com o respectivo ajuste linear.

Figura 4.3 – Gráfico da linearização da equação JMAK para o envelhecimento natural da liga AA7050.



Fonte: A autora.

O coeficiente angular calculado pelo ajuste linear é igual ao expoente de Avrami (n). Para o envelhecimento natural da liga AA7050, determinou-se esse valor como sendo igual a 0,828, a partir da Figura 4.3. De acordo com dados da literatura, em transformações com crescimento controlado por difusão, valores próximos de 0,67 indicam que a precipitação ocorre em discordâncias nos primórdios do envelhecimento natural (21).

A precipitação em discordâncias é verdadeira para a liga AA7050, visto que após a têmpera, a concentração de lacunas é bastante elevada (10-12, 74). Tais lacunas formam “*clusters*” ou aglomerados, os quais são utilizados na difusão para a formação de zonas GP, aumentando a velocidade da reação (10-12, 21, 74). Estes “*clusters*” tendem a atrair mais lacunas e, alguns deles podem ser absorvidos por anéis de discordâncias e discordâncias em hélice, as quais se tornam também pontos para nucleação heterogênea (74). Como os valores de fração transformada foram calculados a partir de dados de dureza (medida indireta), a diferença entre os valores obtidos e da literatura são justificáveis, e concordam com os fenômenos e mecanismos esperados para a liga AA7050 no envelhecimento natural.

4.2 MICROESTRUTURAS

Após a laminação criogênica, as amostras da liga AA7050 foram preparadas para a análise metalográfica. Na Figura 4.4 é apresentada uma montagem com as três seções analisadas da amostra sem processamento, apenas solubilizada a 475 °C por seis horas e envelhecida naturalmente. No momento da obtenção das imagens, a amostra encontrava-se com tempo de envelhecimento natural superior a 1000 horas, no qual se constatou a estabilização do processo. A direção de laminação (DL) é apresenta na imagem, assim como a direção transversal (DT) e a direção normal ao plano de laminação (DN).

Nota-se na Figura 4.4, que a microestrutura do material inicial é bastante heterogênea, contendo grãos pequenos ao redor de grãos grosseiros. Além disso, os pontos escuros que aparecem na microestrutura podem ser precipitados ou marcas decorrentes do ataque químico corrosivo (8-10). Considerando-se que uma porção desses pontos seja de precipitados, estes estão distribuídos homogeneamente por toda a microestrutura, tanto no interior dos grãos quanto nos contornos de grão. Isso indica que houve uma nucleação e crescimento de

partículas de segunda fase não-preferencial, ou seja, nucleação do tipo heterogênea (9).

Figura 4.4 – Microestrutura da liga AA7050 solubilizada e envelhecida naturalmente (acima de 1000 horas). Ataque com reagente Keller.

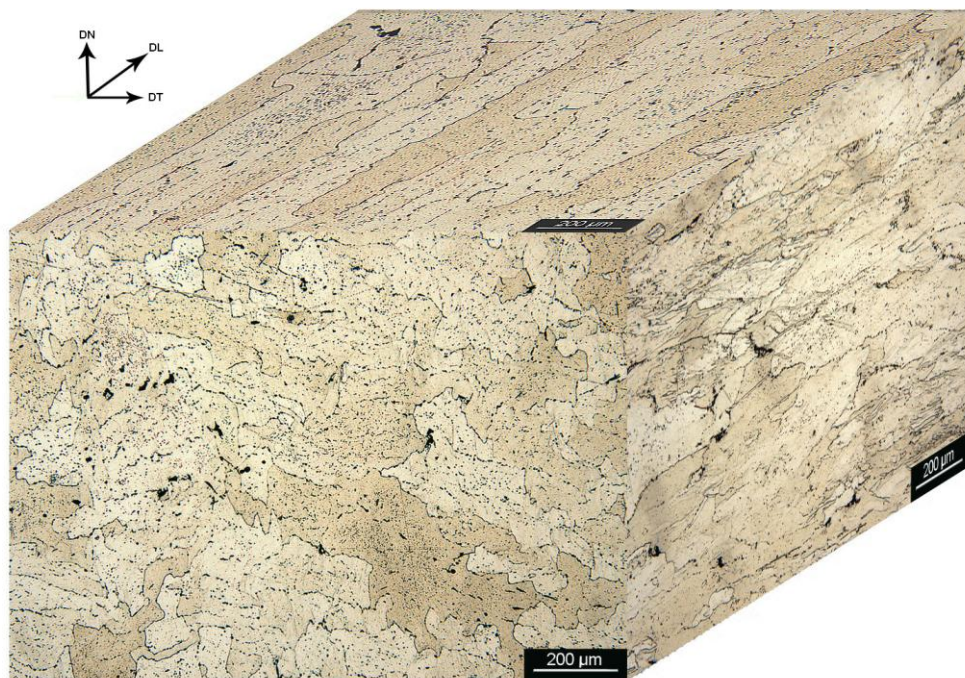


Fonte: A autora.

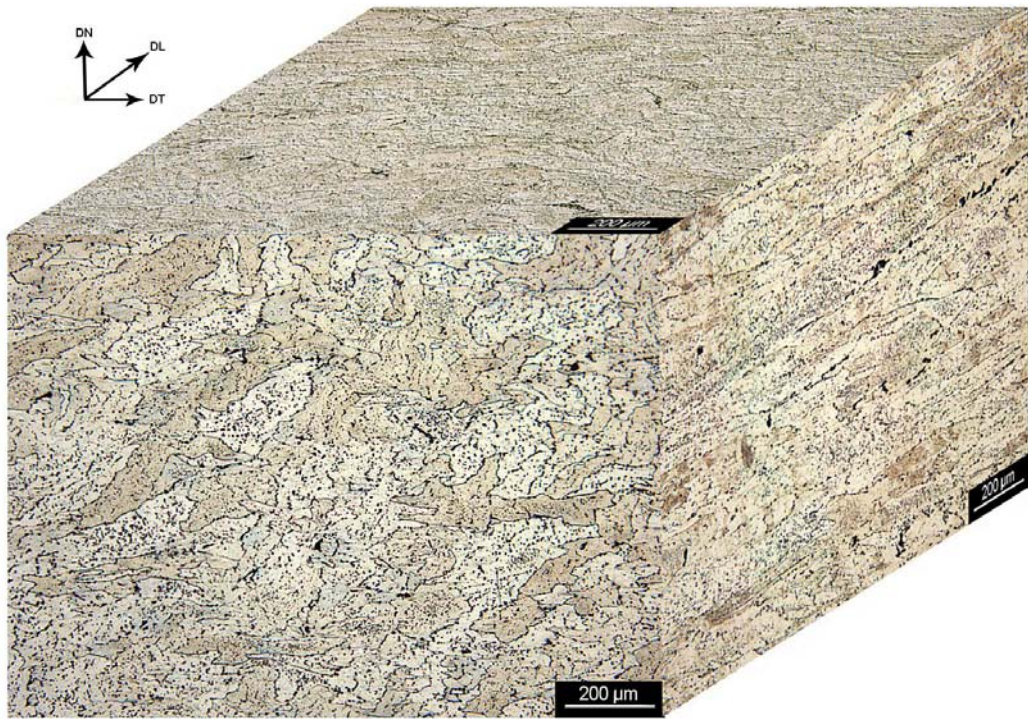
Entretanto, não é possível afirmar que todos os precipitados presentes nuclearam no envelhecimento natural, pois nem todos podem ter sido dissolvidos durante a solubilização, mesmo no tempo e temperatura adotados. Na liga AA7050, a fase insolúvel $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ é um exemplo deste tipo de intermetálico (10-12). Além disso, devido à grande quantidade de lacunas retidas na têmpera, as zonas GP (da fase MgZn_2) formam-se rapidamente, e consequentemente o processo de precipitação é acelerado (10). Dessa forma, com 1000 horas de envelhecimento natural, é provável que já existam precipitados da fase η , além de precipitados metaestáveis e de menores dimensões da fase η' (dimensões na ordem de nanômetros) e de outras fases não dissolvidas, como $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, Al_2CuMg , $\text{Al}_2\text{Zn}_3\text{Mg}_3$ (9, 10).

A Figura 4.5 mostra a montagem de imagens em três seções para as amostras deformadas criogenicamente com deformação equivalente de $\epsilon = 0,5$; $\epsilon = 0,9$; $\epsilon = 1,1$ e $\epsilon = 1,4$. Assim como para amostra não deformada, essas imagens também foram obtidas quando o envelhecimento natural já havia atingido sua estabilização.

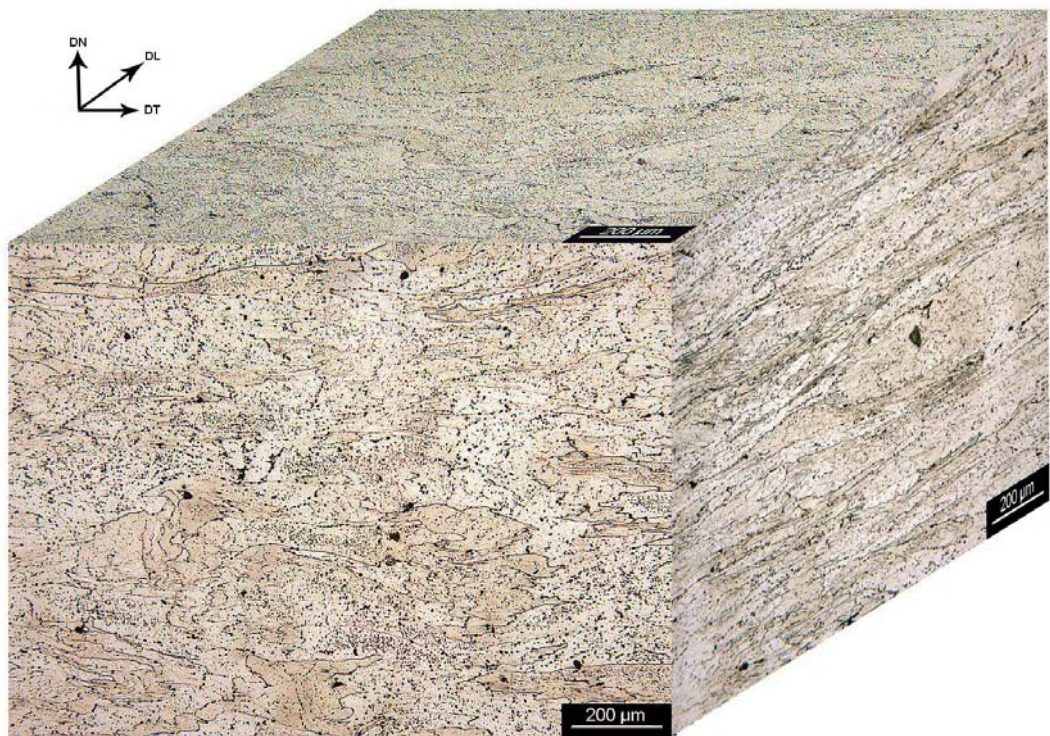
Figura 4.5 – Microestruturas das amostras deformadas por laminação criogênica. (A) $\epsilon = 0,5$; (B) $\epsilon = 0,9$; (C) $\epsilon = 1,1$ e (D) $\epsilon = 1,4$. Ataque com reagente Keller.



(A)



(B)



(C)



(D)

Fonte: A autora.

Pelas as imagens da Figura 4.5, é possível avaliar a evolução microestrutural da liga AA7050 submetida à laminação criogênica. Nota-se que, com maiores graus de deformação, a microestrutura é mais refinada, tendo os grãos alongados na direção de laminação. Essa alteração de forma dos grãos ocorre de modo a acompanhar a deformação macroscópica do corpo de prova durante a laminação (17, 18). Observa-se, também, certo alinhamento de partículas intermetálicas nos contornos de grãos, conforme se avança o grau de deformação.

Além disso, a distribuição dos precipitados também é homogênea, tanto no interior dos grãos como nos contornos. Aparentemente, observa-se uma maior fração volumétrica de precipitados para os maiores graus de deformação. Entretanto, como dito anteriormente, os pontos escuros podem ser tanto partículas de precipitados que foram atacadas ou que caíram durante o polimento deixando um buraco, como podem ser apenas pontos de ataque corrosivo localizado (8). Para maiores graus de redução na laminação, maior é a densidade de defeitos inseridos no material (16-18). Dessa forma, a superfície de ataque na metalografia é mais reativa, fazendo com que apareçam esses pontos escuros. Uma análise mais

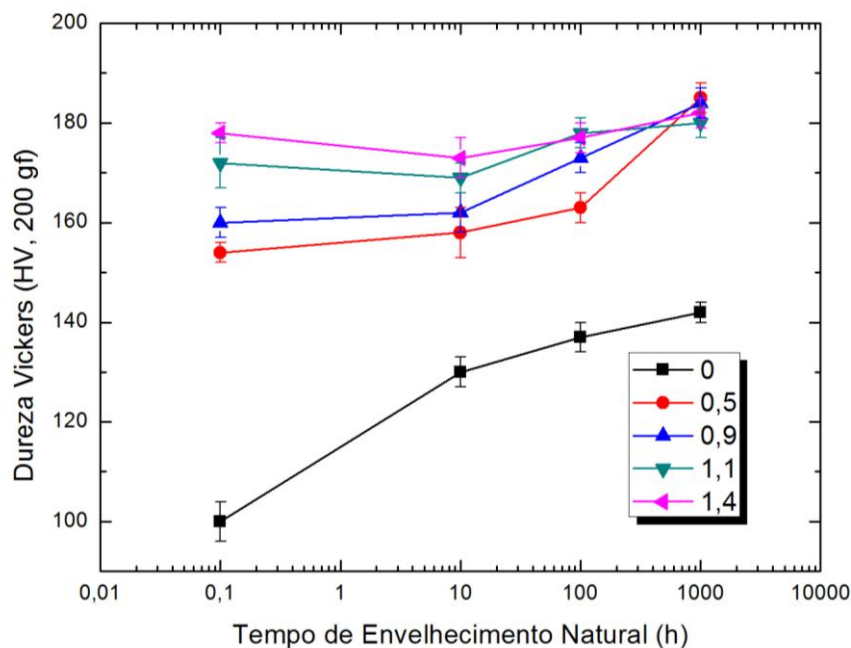
precisa para diferenciar esses pontos de partículas seria por meio de outras técnicas de microscopia de alta resolução, ou técnicas de extração de precipitados para a quantificação e caracterização (8).

4.3 INFLUÊNCIA DO GRAU DE DEFORMAÇÃO

Após analisar os resultados obtidos para o envelhecimento natural da amostra sem deformação (ver Figura 4.1), foram estabelecidos os tempos de interesse de envelhecimento natural que seriam adotados no presente trabalho: 0 hora, 10 horas, 100 horas e 1000 horas. Estes tempos foram utilizados para controlar o envelhecimento natural das amostras para efetuar as medidas de dureza Vickers e realizar ensaio de tração uniaxial das amostras deformadas criogenicamente e, também, das não deformadas para comparação.

Nas amostras que foram laminadas criogenicamente e, na sequência, submetidas ao envelhecimento natural, também foram medidas as durezas Vickers nos tempos pré-estabelecidos. O resultado destas medidas é apresentado na Figura 4.6, a seguir.

Figura 4.6 – Gráfico da dureza Vickers por tempo de envelhecimento natural para a amostra não deformada e as laminadas criogenicamente com diferentes graus de deformação equivalente.

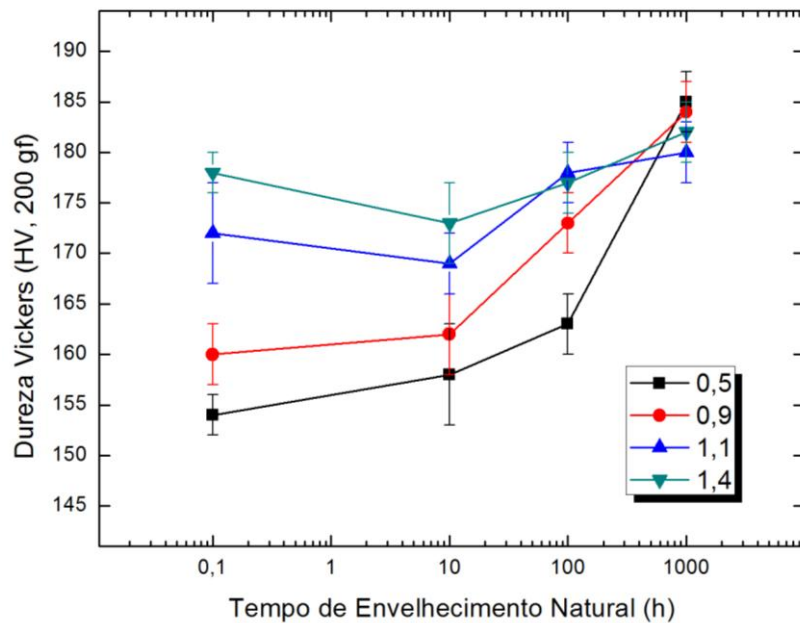


Fonte: A autora.

Nota-se que, para todos os graus de redução, a dureza ainda no estado solubilizado é muito maior do que o material original, sem deformação. Isto pode ser atribuído ao encruamento sofrido pelos corpos de prova, os quais tiveram um aumento expressivo na densidade de defeitos, principalmente de discordâncias. A liga AA7050 possui elevada EDE, então está sujeita a recuperação dinâmica durante a deformação plástica (27). Isto ocorre devido à proximidade das discordâncias parciais, facilitando a ocorrência de fenômenos como escalagem e aniquilação de discordâncias (18, 27). Por isso, foi possível atingir um grau de deformação relativamente elevado. Entretanto, mesmo com a recuperação dinâmica, há acúmulo de defeitos no material a cada passe de laminação criogênica. Esse aumento na densidade de defeitos acarreta na redução do livre caminho médio que as discordâncias possuem para deslizarem durante a deformação plástica, isto é, reduz-se a mobilidade das discordâncias fazendo com que a resistência para deformar aumente, portanto a dureza aumente (15-17, 26, 27). Além disso, a presença de precipitados insolúveis da fase Al_7Cu_2Fe e de precipitados não dissolvidos completamente das fases Al_2CuMg e $Al_2Zn_3Mg_3$ podem ter contribuído para o aumento de resistência observado, visto que as discordâncias são bloqueadas por essas partículas, podendo se empilhar nas interfaces e/ou formar anéis de discordâncias ao redor das partículas, conforme descreve o mecanismo de Orowan (5, 6, 11, 16-18).

Com o envelhecimento natural das amostras, nota-se que para os dois menores graus de redução – 0,5 e 0,9 de deformação equivalente – a dureza continuou aumentando até atingir um máximo em 1000 horas, sendo 80% maior do que o material recém-solubilizado. Por outro lado, para os demais graus de deformação, a dureza manteve-se aproximadamente constante independentemente do tempo de envelhecimento natural. De modo a facilitar a interpretação desse resultado, foi feita uma ampliação do gráfico apresentado anteriormente, somente com os dados das amostras laminadas criogenicamente. Este gráfico é apresentado na Figura 4.7.

Figura 4.7 – Ampliação do gráfico da Figura 4.6, evidenciando a variação de dureza para as amostras da liga AA7050 laminadas criogenicamente em diversos tempos de envelhecimento natural.



Fonte: A autora.

A partir do gráfico da Figura 4.7, nota-se que nos dois maiores graus de deformação – 1,1 e 1,4 de deformação equivalente – a dureza caiu ligeiramente nas primeiras 10 horas de envelhecimento natural. Isto pode ser associado a uma competição entre dois mecanismos: recuperação estática e precipitação. Nessas primeiras 10 horas, tanto a recuperação estática, que consiste na absorção e redistribuição de defeitos como lacunas e discordâncias na microestrutura após a deformação, e a precipitação, estão ocorrendo simultaneamente (28). Uma grande quantidade de lacunas retidas na têmpera está sendo utilizada na difusão atômica para a formação de zonas GP, as quais promovem o endurecimento observado nas 10 horas de envelhecimento natural. Entretanto, durante a migração dessas lacunas, muitas delas acabam sendo absorvidas em sorvedouros, como as superfícies (recuperação estática). A queda de dureza pode ser explicada pela superposição de um fenômeno sobre o outro, nesse caso da recuperação estática sobre a precipitação (10, 74).

Com o passar do tempo, observa-se na Figura 4.7, que ambos os processos atingem um equilíbrio, de modo que a dureza volta a aumentar, retornando a um valor próximo do mensurado em 0 hora, como pode ser observado no ponto referente a 100 horas. Isto pode ser atribuído à estabilização da difusão de lacunas

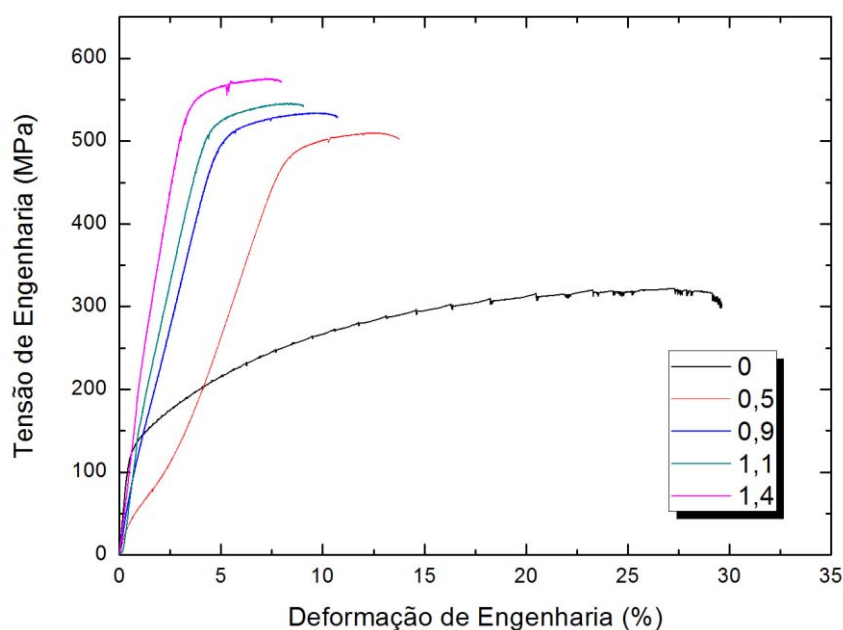
para a formação das zonas GP, isto é, a taxa de difusão é muito pequena a partir de 100 horas.

Na sequência do envelhecimento natural, com 1000 horas, a dureza converge para próximo de 180 HV, indicando a independência do processo de aumento de resistência mecânica do grau de deformação imposto. Isto pode ser um indicativo de que após 100 horas não se formam mais zonas GP para os maiores graus de redução ($\epsilon = 1,1$ e $\epsilon = 1,4$) e possivelmente ocorra apenas o crescimento da fase metaestável η' e da fase η .

Por outro lado, não é observada essa estabilização para os demais graus de deformação ($\epsilon = 0,5$ e $\epsilon = 0,9$), indicando que ainda podem estar ocorrendo fenômenos difusivos. Nesse caso, devido ao menor grau de deformação, a recuperação estática foi insignificante, de modo que as lacunas retidas na têmpera puderam atuar na formação de zonas GP após 100 horas.

Além das medidas de dureza Vickers, foram realizados ensaios de tração uniaxial para avaliar a variação das propriedades mecânicas. A Figura 4.8 mostra as curvas de tensão de engenharia por deformação de engenharia para as amostras deformadas por laminação criogênica com aproximadamente 0 hora de envelhecimento natural.

Figura 4.8 – Curvas de tensão x deformação de engenharia obtidas por ensaio de tração uniaxial, para 0 hora de envelhecimento natural da liga AA7050 laminada criogenicamente.



Fonte: A autora.

Um dado importante que pode ser inferido da Figura 4.8, é que o limite de escoamento para o material com $\varepsilon = 0,5$ é 277% maior do que o limite de escoamento do material sem deformação. Para os demais graus de deformação, tais como $\varepsilon = 0,9$ e $\varepsilon = 1,1$, o limite de escoamento é aproximadamente 290% maior. Finalmente, para $\varepsilon = 1,4$, tem-se um acréscimo no limite de escoamento comparado ao material inicial de 320%. Considerando-se apenas as amostras deformadas, em relação à amostra com $\varepsilon = 0,5$, as amostras $\varepsilon = 1,1$ e $\varepsilon = 1,4$ apresentam um limite de escoamento apenas 4% e 12% maior, respectivamente.

Analisando-se o alongamento obtido para as amostras sem envelhecimento natural, a amostra sem deformação apresenta cerca de 30% de alongamento total, enquanto as demais amostras que foram deformadas alcançaram valores menores, como por exemplo, as amostras com graus de deformação $\varepsilon = 0,5$ e $\varepsilon = 0,9$, que atingiram em média, um alongamento 60% menor. Já as amostras com $\varepsilon = 1,1$ e $\varepsilon = 1,4$, o alongamento obtido é aproximadamente 72% menor em relação ao material com $\varepsilon = 0$.

Outro ponto interessante a ser observado na Figura 4.8 é o aspecto “serrado” da curva de tensão x deformação da amostra sem deformação. O efeito Portevin-Le Chatelier explica a forma irregular desta curva (17). Como esta amostra foi apenas solubilizada e temperada, existe uma solução sólida supersaturada, a qual interage com as discordâncias durante o ensaio de tração. Os átomos de soluto podem mover-se mais rapidamente do que as discordâncias (excesso de lacunas), de modo que possam ocorrer eventos em que os átomos “perseguem” e bloqueiam a movimentação das discordâncias, devido à interação entre os campos de tensão elástica (17). Dessa forma, é necessário um aumento na tensão aplicada para “libertar” essas discordâncias, fazendo com que se tenha uma queda na tensão imediatamente após, o que se reflete no aspecto irregular da curva tensão x deformação. Esse tipo de interação é mais intenso para o material sem deformação, do que o material deformado. De uma forma geral, o efeito Portevin-Le Chatelier depende diretamente da densidade de discordâncias, da taxa de deformação, da temperatura, da concentração e da mobilidade dos átomos de soluto, entre outros (17).

Correlacionando os dados da Figura 4.8 com os obtidos no ensaio de dureza Vickers apresentados na Figura 4.6, observa-se um comportamento semelhante. Para $\varepsilon = 0,5$ e $\varepsilon = 0,9$ que tiveram um decréscimo de cerca de 60% de alongamento,

isto é, na capacidade de deformação, obteve-se um acréscimo na dureza de magnitude próxima. Além disso, considerando-se também o limite de escoamento, nota-se que quanto maior a dureza, maior o limite de escoamento, existindo certa proporcionalidade dos valores. O mesmo pode ser observado para $\varepsilon = 1,1$ e $\varepsilon = 1,4$, em que a dureza aumentou aproximadamente 75%, enquanto que o alongamento diminuiu proporcionalmente com aumento do grau de deformação.

Os resultados obtidos pelos ensaios de tração revelam que, de um modo geral, houve um acréscimo nas propriedades mecânicas, tais como limite de escoamento e limite de resistência à tração. A explicação para esse comportamento está associada ao encruamento do material durante a laminação criogênica. Ao deformar-se um metal ou liga, a densidade de defeitos aumenta, principalmente de discordâncias. Esse aumento conduz a uma maior dificuldade no deslizamento de discordâncias, que é traduzido como aumento da resistência mecânica durante a deformação plástica. Isso acarreta, também, a redução do alongamento, visto que a capacidade do material para deformar-se diminui devido ao aumento na densidade de defeitos (16-18).

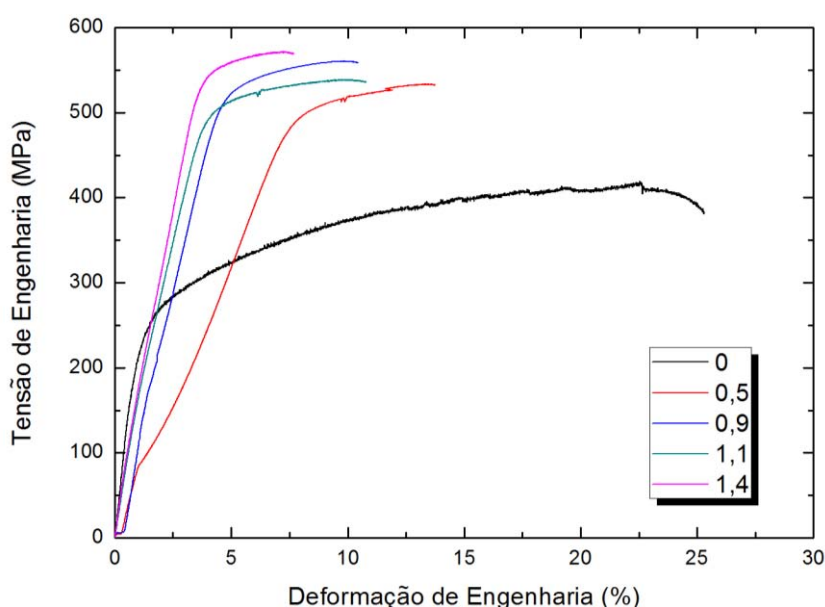
O aumento de resistência mecânica também pode estar relacionado com a presença das partículas insolúveis ($\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$) e de partículas que não foram completamente dissolvidas (Al_2CuMg e $\text{Al}_2\text{Zn}_3\text{Mg}_3$) (6, 11). Essas partículas afetam a mobilidade das discordâncias, sendo que para maiores graus de redução, maior a extensão da incompatibilidade durante a deformação plástica, resultando em um maior acúmulo de defeitos, principalmente de discordâncias, no material (28).

A Figura 4.9 apresenta as curvas de tensão de engenharia por deformação de engenharia obtidas no ensaio de tração uniaxial, para as amostras da liga AA7050 criolaminadas e envelhecidas naturalmente durante 10 horas. Estas curvas indicam que houve um acréscimo no limite de escoamento e redução no alongamento total, comparando-se as amostras deformadas com e sem deformação.

Para a amostra sem deformação, o limite de escoamento obtido é o dobro do alcançado para 0 hora de envelhecimento natural. Por outro lado, o alongamento obtido é apenas 17% menor para a amostra envelhecida por 10 horas. Isso está associado, provavelmente, com a formação de zonas GP (2-5, 10, 11). Estas zonas GP, com o prosseguimento dos processos difusivos, formarão os precipitados intermetálicos. Essas partículas atuam como barreiras à movimentação de discordâncias pela interação entre campos de deformação, reduzindo a capacidade

de deformação e aumentando a resistência mecânica (16-18, 28). Como esse material não estava deformado, a densidade de defeitos era menor e isso pode ter contribuído para esse acréscimo na resistência mecânica e na dureza (30% maior como mostrada na Figura 4.4), pois não há competição entre recuperação estática e precipitação. Além disso, o efeito Portevin-Le Chatelier é menos evidente, visto que já estão ocorrendo transformações de fases, pela formação de zonas GP e metaestáveis η' , ou seja, existe uma concentração menor de átomos de soluto para bloquear as discordâncias (17).

Figura 4.9 – Curvas de tensão x deformação de engenharia para as amostras da liga AA7050 submetidas à laminação criogênica e envelhecidas naturalmente durante 10 horas.



Fonte: A autora.

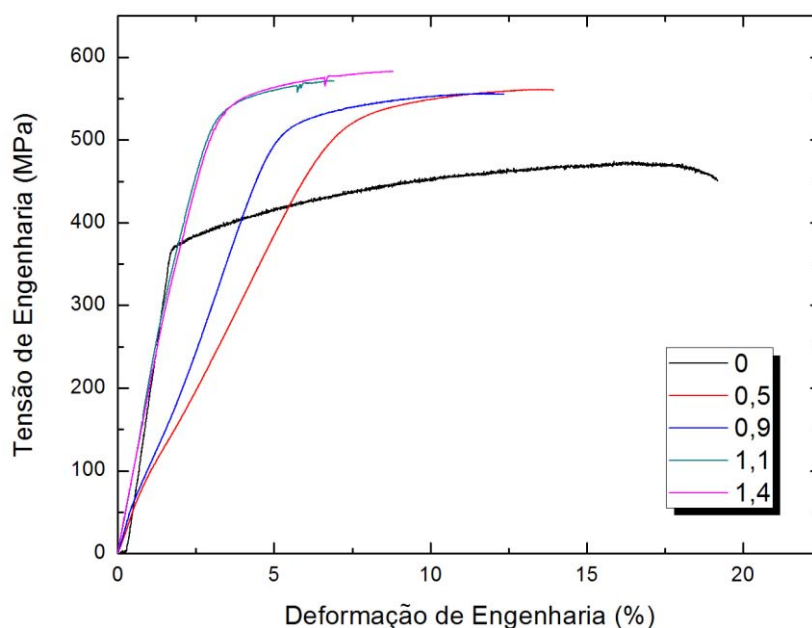
Em relação ao material deformado, com 10 horas de envelhecimento natural, nota-se que o limite de escoamento calculado varia pouco em comparação com os valores obtidos para as amostras sem envelhecimento, deformadas sob as mesmas condições. Por outro lado, o alongamento diminuiu concomitantemente com o aumento do grau de deformação. A amostra com $\epsilon = 1,4$, por exemplo, possui um alongamento total cerca de 68% menor do que o material sem deformação. Já a amostra com $\epsilon = 0,5$, tem um alongamento total 44% menor que o material inicial, envelhecido por 10 horas.

Correlacionando esses resultados com os obtidos para dureza Vickers (ver Figura 4.6), nota-se que nas primeiras 10 horas, a amostra sem deformação teve

sua dureza acrescida em cerca de 30%. Ou seja, em 10 horas, houve um aumento significativo tanto na dureza, como no limite de escoamento. Como citado anteriormente, isto está associado com a rápida formação de zonas GP, devido à grande densidade de lacunas retidas na têmpera. Para as amostras deformadas, em 10 horas não notou-se uma grande variação na dureza e o mesmo pode ser observado com relação ao limite de escoamento. Para as amostras com $\varepsilon = 1,1$ e $\varepsilon = 1,4$, ocorreu uma ligeira queda tanto de dureza como de limite de escoamento para 10 horas de envelhecimento natural. Isto pode estar associado com a competição entre a recuperação estática e a formação de zonas GP, nessas primeiras horas de envelhecimento.

Os resultados obtidos nas amostras criolaminadas e envelhecidas por 100 horas no ensaio de tração uniaxial são apresentados na Figura 4.10 a seguir.

Figura 4.10 – Curvas tensão x deformação de engenharia para as amostras da liga AA7050 criolaminadas e envelhecidas naturalmente durante 100 horas.



Fonte: A autora.

Pelas curvas da Figura 4.10, observa-se que o limite de escoamento da amostra sem deformação é cerca de 190% maior se comparado ao valor obtido para esse material sem envelhecimento natural. Isso indica que com 100 horas, já houve uma transformação de fase no material, de modo que a fração volumétrica de zona GP e possíveis partículas das fases η' e η é grande o suficiente para promover o

aumento da resistência mecânica. Além disso, pode-se afirmar que o mecanismo de precipitação é dominante sobre o de recuperação estática nesse tempo de envelhecimento natural.

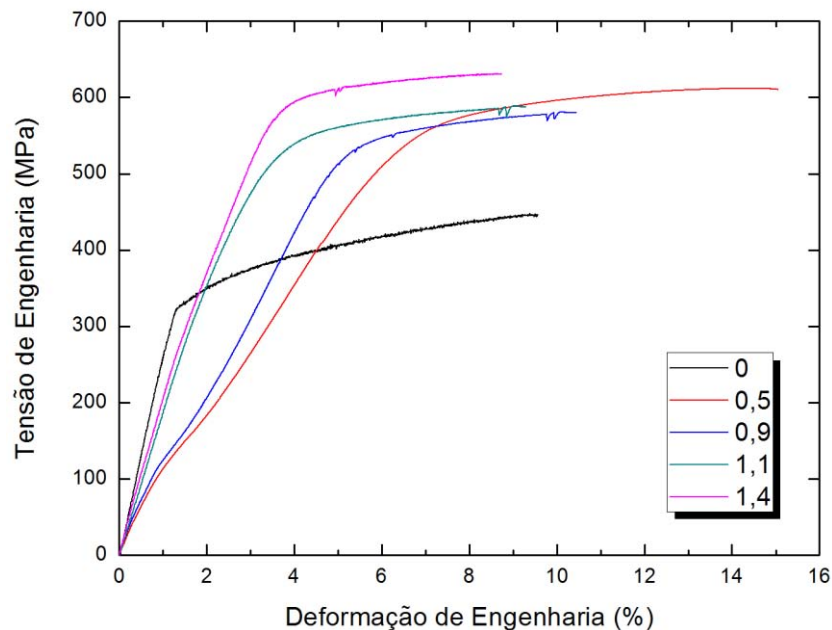
Para as amostras deformadas criogenicamente e com 100 horas de envelhecimento natural, o limite de escoamento aumentou em média, aproximadamente, 5% em relação ao material sem envelhecimento (0 hora) e com mesmo grau de deformação. Já o alongamento total não apresentou uma variação significativa comparado ao material sem envelhecimento e ao material com 10 horas de envelhecimento natural, ocorrendo apenas uma ligeira queda desses valores. Associando esses resultados com os de dureza apresentados na Figura 4.4 anteriormente, nota-se claramente que há uma tendência das amostras mais deformadas ($\epsilon = 1,1$ e $\epsilon = 1,4$) em manterem-se aproximadamente com o mesmo valor de dureza em 100 horas, comparando-se com o tempo de 0 hora de envelhecimento natural. Já para os outros dois graus de redução – $\epsilon = 0,5$ e $\epsilon = 0,9$ – a dureza aumentou até 100 horas, se comparada com o material antes do envelhecimento.

Comparando os dados obtidos para a amostra sem deformação e as amostras deformada, ambas com 100 horas de envelhecimento, observa-se que o limite de escoamento aumentou proporcionalmente ao grau de deformação, isto é, quanto mais deformado, maior o limite de escoamento. Para $\epsilon = 0,5$, $\epsilon = 0,9$ e $\epsilon = 1,1$ essa propriedade aumentou cerca de 36%, 38% e 42%, respectivamente. Para $\epsilon = 1,4$, o valor obtido é o mesmo que para $\epsilon = 1,1$. Já se considerando o alongamento total obtido, a amostra com $\epsilon = 0,5$, teve um alongamento 42% menor em relação ao material não deformado. Seguindo uma tendência semelhante, as amostras com $\epsilon = 0,9$, $\epsilon = 1,1$ e $\epsilon = 1,4$ apresentaram uma redução no alongamento total de 58%, 63% e 53%, respectivamente.

A Figura 4.11 apresenta as curvas de tensão de engenharia por deformação de engenharia para as amostras envelhecidas naturalmente por 1000 horas, após a laminação criogênica.

Nota-se, pelas curvas da Figura 4.11, que de um modo geral houve um aumento na resistência mecânica em função do envelhecimento natural e do grau de deformação imposto. Entretanto, o alongamento total obtido é semelhante para a maioria das condições, exceto para $\epsilon = 0,5$.

Figura 4.11 – Curvas tensão x deformação de engenharia para a liga AA7050 laminada criogenicamente e envelhecida naturalmente por 1000 horas.



Fonte: A autora.

A amostra sem deformação e envelhecida durante 1000 horas em temperatura ambiente, possui um limite de escoamento em torno de 330 MPa. Comparando-se com o material inicial, no estado solubilizado, esse valor é 154% maior. Isto é, apenas as etapas iniciais da precipitação são suficientes para multiplicar a resistência mecânica dessa liga por um fator igual a 1,5. Em relação ao alongamento total, este se apresenta cerca de 67% menor do que o material original sem envelhecimento natural.

Essa alteração das propriedades mecânicas é explicada em função da atuação de zonas GP e de precipitados semicoerentes (metaestáveis) como mecanismo de endurecimento efetivo no material. Estas dificultam o deslizamento de discordâncias, atuando como barreiras e distorcendo a rede cristalina ao redor (16-18). Estas distorções interagem com os campos de deformação das discordâncias, atrasando seu movimento e fazendo com que tensões cada vez mais elevadas sejam necessárias para deformar plasticamente a liga em questão.

Nota-se que para 1000 horas de envelhecimento natural, a amostra com $\varepsilon = 0,5$ possui um alongamento total maior que os demais graus de deformação. Em relação à $\varepsilon = 0$, o alongamento total é 50% maior. Esse valor de alongamento é comparável com as amostras, deformadas sob as mesmas condições, dos tempos

de 0 e 10 horas de envelhecimento. Isso pode estar associado com a recuperação do material após a deformação, de modo que a densidade de discordâncias e outros defeitos foi reduzida, aumentando a capacidade de deformação do material. Por outro lado, a formação de zonas GP e de possíveis precipitados das fases η' e η , são responsáveis pelo aumento da resistência mecânica observado. A amostra com $\varepsilon = 0,5$ possui limite de escoamento igual a 550 MPa, ou seja, 67% maior do que a amostra sem deformação. Comparando-se, ainda, essa amostra com a sem deformação no estado solubilizado, o limite de escoamento é 320% maior.

As amostras com $\varepsilon = 0,9$, $\varepsilon = 1,1$ e $\varepsilon = 1,4$ e envelhecidas naturalmente por 1000 horas apresentam um limite de escoamento 58%, 67% e 82% maior, respectivamente, em relação ao material sem deformação sob as mesmas condições de envelhecimento. O alongamento total obtido para essas amostras é próximo, sendo em média cerca de 9,5%.

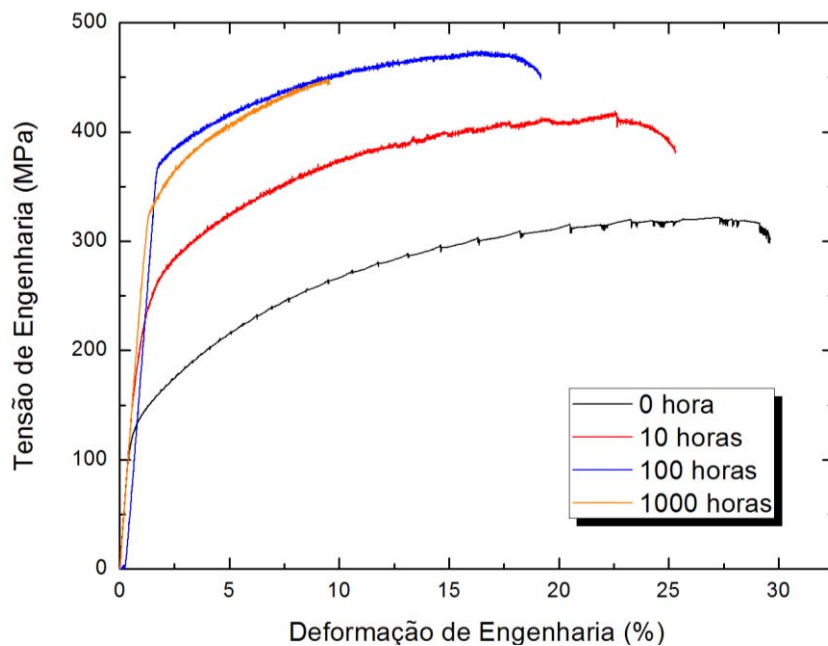
4.4 INFLUÊNCIA DO TEMPO DE ENVELHECIMENTO NATURAL

Além de avaliar as alterações das propriedades mecânicas com ênfase na influência do grau de deformação plástica imposto na laminação criogênica, é possível investigar também a influência do tempo de envelhecimento natural para um dado grau de deformação.

A Figura 4.12 mostra as curvas obtidas no ensaio de tração uniaxial das amostras sem deformação em diferentes tempos de envelhecimento natural.

Observa-se, pela Figura 4.12 que, quanto maior o tempo de envelhecimento, maior é a resistência mecânica. Além disso, o alongamento total é menor para maiores tempos. Como explicado anteriormente, esse comportamento está associado com a transformação de fase que ocorre nesse material, a precipitação. Essa transformação depende de tempo e energia térmica e, sendo somente o tempo a variável, quanto maior for esta, maior é a fração volumétrica da fase formada, como visto anteriormente na Figura 4.2. Esses precipitados atuam como barreiras à movimentação de discordâncias, fazendo com que maiores tensões sejam necessárias para promover a deformação plástica, isto é, a resistência mecânica é aumentada (15-17, 26, 27).

Figura 4.12 – Curvas tensão x deformação de engenharia para as amostras da liga AA7050 sem deformação e envelhecidas em diferentes tempos.



Fonte: A autora.

No tempo de 10 horas, o limite de escoamento obtido é o dobro do material no estado solubilizado (0 hora). Com relação ao alongamento total, essa amostra tem uma redução de 17%. Correlacionando esses valores com os obtidos nas medidas de dureza Vickers, mostrados na Figura 4.6, nota-se que com 10 horas a dureza aumentou 30%. Este dado concorda com o obtido no ensaio de tração, no qual a resistência mecânica aumentou significativamente em um período relativamente curto de tempo, em função da precipitação ocorrida. Como mostrado anteriormente na Figura 4.2, com esse tempo de envelhecimento natural tem-se a transformação de cerca de 50% da fração total de segunda fase, o que explica a rápida variação das propriedades mecânicas.

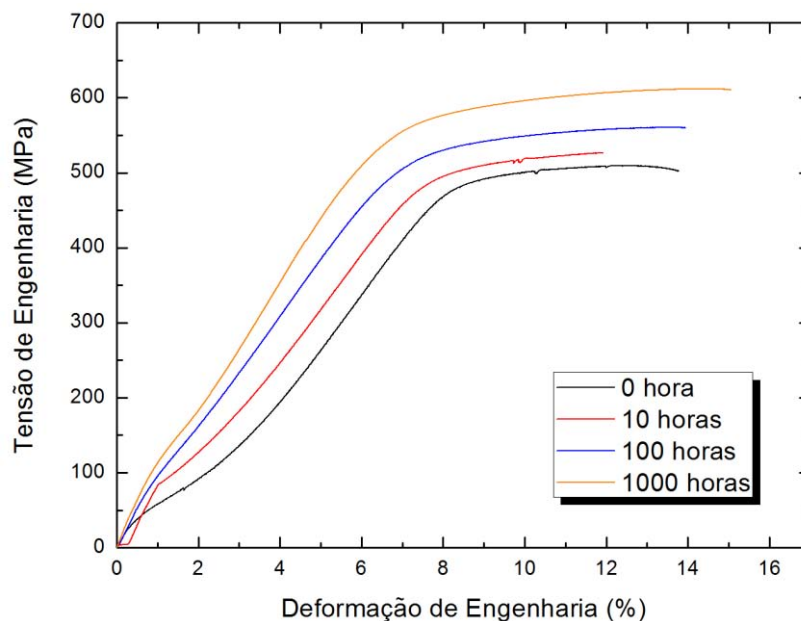
Para 100 horas de envelhecimento natural, o incremento do limite de escoamento é cerca de 188% em relação ao material inicial, sem envelhecimento. O alongamento total para esse corpo de prova, em relação ao material solubilizado, é aproximadamente 37% menor. Os dados de dureza Vickers indicam que para esse mesmo intervalo de tempo de envelhecimento, a dureza aumentou 37%. Dessa forma, nota-se uma tendência da resistência mecânica aumentar juntamente com o

tempo de envelhecimento natural, provavelmente associada com a nucleação e crescimento de partículas de segunda fase.

Já com 1000 horas, o limite de escoamento é 154% maior e o alongamento total 67% menor, comparando-se com a amostra no estado solubilizado. Além disso, a dureza obtida para essa amostra é cerca de 40% maior em relação ao material original sem envelhecimento. A proximidade dos valores de dureza e resistência mecânica das amostras de 100 e 1000 horas pode indicar uma tendência a estabilização do processo a partir das 100 horas de envelhecimento natural.

A Figura 4.13 mostra as curvas obtidas no ensaio de tração uniaxial das amostras que foram laminadas criogenicamente até $\epsilon = 0,5$ e envelhecidas em temperatura ambiente por diferentes períodos.

Figura 4.13 – Curvas tensão x deformação de engenharia para as amostras da liga AA7050 laminadas criogenicamente até a deformação de $\epsilon = 0,5$ e envelhecidas naturalmente por diferentes períodos.



Fonte: A autora.

O comportamento observado no gráfico da Figura 4.13 indica que a variação do limite de escoamento entre 0 hora e 10 horas é menor que 1%, bem como a variação dessa propriedade entre 0 hora e 100 horas. Além disso, o alongamento total também é aproximadamente o mesmo. Relacionando esses dados com os apresentados anteriormente na Figura 4.6, constata-se que a dureza pouco variou até 100 horas de envelhecimento natural para esse grau de deformação. Assim,

observa-se uma tendência das propriedades mecânicas serem muito pouco afetadas nas primeiras 100 horas de envelhecimento.

Com 1000 horas de envelhecimento natural tem-se uma condição ótima, que combina um grande aumento da resistência mecânica com a preservação da capacidade de deformação, comparando-se com outros graus de deformação e tempos de envelhecimento. Nessa condição, o limite de escoamento é de 550 MPa com 15% de alongamento total, em contraste com o estado solubilizado, que apresenta um limite de escoamento de 330 MPa, combinado com 10% de alongamento total.

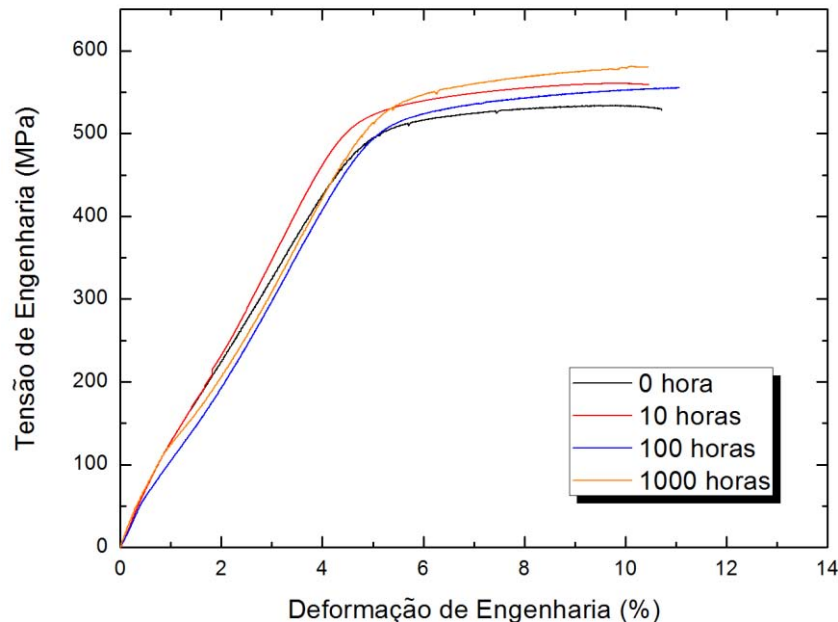
De acordo com os trabalhos conduzidos por Zhao *et al* (70), o aumento simultâneo de resistência e ductilidade ocorre pela combinação do refino de grão (formação de subestruturas de discordâncias) e da presença de finas partículas de segunda fase dispersas. Durante a deformação no ensaio de tração, a presença dos precipitados finos dificulta a movimentação de discordâncias, desfavorecendo a ocorrência da recuperação dinâmica. Dessa forma, aumenta-se a capacidade de armazenamento de discordâncias, resultando em uma maior deformação antes da instabilidade plástica, isto é, aumenta-se o alongamento total (70).

Na Figura 4.14 têm-se as curvas de tensão de engenharia por deformação de engenharia para as amostras da liga AA7050 que foram deformadas por laminação criogênica até atingirem aproximadamente $\epsilon = 0,9$ e, na sequência, foram mantidas em temperatura ambiente para envelhecimento natural em diferentes tempos preestabelecidos.

Nota-se, pela Figura 4.14, que independentemente do tempo, as curvas apresentaram valores de resistência mecânica e alongamento total próximos, diferindo em menos de 7% para o limite de escoamento.

Em relação ao material inicial, sem deformação e sem envelhecimento, a amostra com $\epsilon = 0,9$, também sem envelhecimento, apresenta um limite de escoamento 277% maior, e um alongamento total 63% menor. Já considerando-se o material inicial com 10 horas de envelhecimento e o material com $\epsilon = 0,9$ e 10 horas, nota-se um acréscimo de 93% no limite de escoamento e um decréscimo de 52% no alongamento. Seguindo esse mesmo raciocínio para 100 horas e 1000 horas, o limite de escoamento aumenta em aproximadamente 33% e 58%, respectivamente.

Figura 4.14 – Curvas tensão x deformação de engenharia para as amostras da liga AA7050 laminadas criogenicamente até a deformação de $\epsilon = 0,9$ e envelhecidas naturalmente por diferentes períodos.



Fonte: A autora.

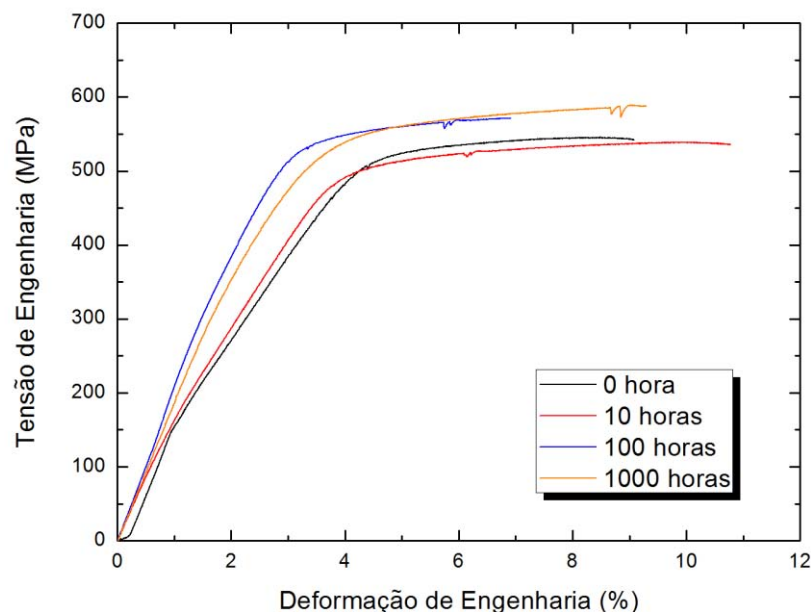
Correlacionando esses dados com os obtidos no ensaio de dureza Vickers, apresentado na Figura 4.6 anteriormente, nota-se que a dureza do material laminado com 0 hora é 60% maior do que o material sem deformação no estado solubilizado. Além disso, com 10 horas de envelhecimento natural, a dureza aumenta ligeiramente, assim como o limite de escoamento, considerando-se esse mesmo grau de deformação plástica. A partir de 100 horas, é mais evidente o aumento de dureza, porém não ultrapassa um acréscimo de 14% dessa propriedade para $\epsilon = 0,9$. Dessa forma, nota-se que ocorre um comportamento semelhante para outras propriedades mecânicas, como o limite de escoamento, o qual não variou significativamente com o tempo de envelhecimento.

Essa aproximada constância das propriedades mecânicas pode ser atribuída com a competição entre a recuperação estática e a precipitação, já citada anteriormente. Nesse caso, as propriedades apresentam pouca variação, porque simultaneamente ocorre a absorção dos defeitos inseridos na deformação plástica, os quais são sítios para a nucleação das partículas, e ocorre a nucleação e crescimento de partículas. Dessa forma, a densidade de defeitos diminui na mesma

taxa em que as novas partículas de precipitados formam-se na microestrutura, de modo que as propriedades mecânicas permaneçam quase inalteradas (26, 27).

A Figura 4.15 mostra as curvas de tensão por deformação de engenharia para o grau de deformação $\varepsilon = 1,1$ das amostras da liga AA7050 laminadas criogenicamente e envelhecidas em temperatura ambiente.

Figura 4.15 – Curvas tensão x deformação de engenharia para as amostras da liga AA7050 laminadas criogenicamente até a deformação de $\varepsilon = 1,1$ e envelhecidas naturalmente por diferentes períodos.



Fonte: A autora.

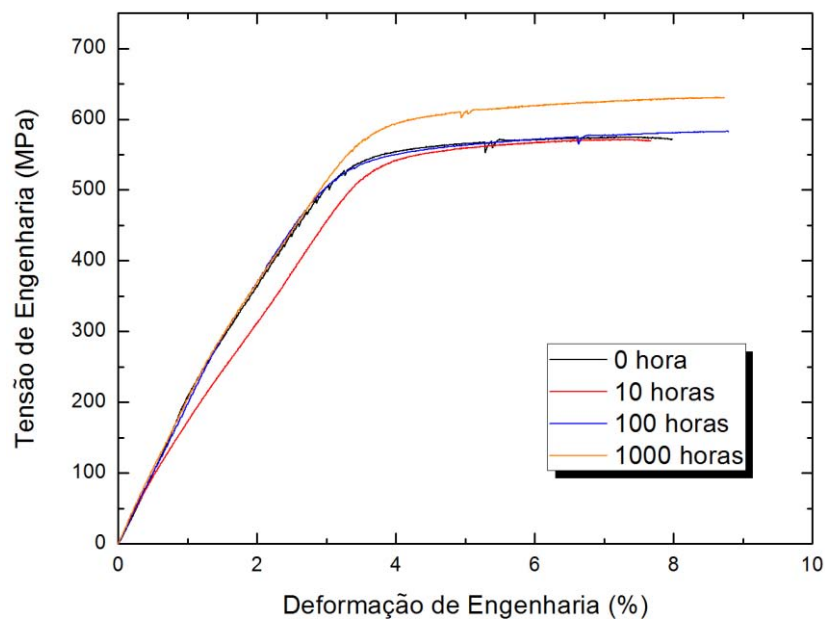
Na Figura 4.15 nota-se que a resistência mecânica das amostras com $\varepsilon = 1,1$ é relativamente elevada, comparando-se com o material sem deformação. De modo semelhante ao grau de deformação $\varepsilon = 0,9$, as propriedades mecânicas das amostras são próximas.

Para o tempo de 10 horas, com $\varepsilon = 1,1$, o limite de escoamento é ligeiramente menor do que para 0 hora com mesmo grau de deformação. Um comportamento semelhante ocorreu nas medidas de dureza Vickers (ver Figura 4.6) para 10 horas, em que houve uma ligeira redução dessa propriedade. Este comportamento pode ser atribuído à competição entre a recuperação estática e a precipitação, sendo que o primeiro mecanismo é dominante sobre o segundo nesse estágio de envelhecimento natural (26, 27).

Na sequência do envelhecimento, com 100 horas, nota-se que a dureza aumenta novamente. O mesmo pode ser observado nas curvas de tração, em que o limite de escoamento em 100 horas é 8% maior do que em 10 horas. Já com 1000 horas, o limite de escoamento pouco se altera ($< 3\%$), assim como a dureza Vickers (ver Figura 4.6).

A Figura 4.16 apresenta as curvas do ensaio de tração uniaxial para as amostras com $\epsilon = 1,4$, da liga AA7050, laminadas criogenicamente e envelhecidas em temperatura ambiente.

Figura 4.16 – Curvas tensão x deformação de engenharia para as amostras da liga AA7050 laminadas criogenicamente até a deformação de $\epsilon = 1,4$ e envelhecidas naturalmente por diferentes períodos.



Fonte: A autora.

Nota-se na Figura 4.16 que os maiores valores obtidos para as propriedades mecânicas são para as amostras com $\epsilon = 1,4$, para todos os tempos de envelhecimento natural. Isso está associado com o encruamento imposto a essas amostras, ou seja, à maior densidade de defeitos inseridos durante a deformação plástica, principalmente discordâncias (16-18). Vale ressaltar que o alumínio e suas ligas possuem elevada EDE e, assim, estão sujeitos à recuperação dinâmica (26, 27, 67). A laminação criogênica suprime parcialmente os fenômenos relacionados à recuperação dinâmica, por isso nota-se um aumento da resistência mecânica após a

deformação (10, 70, 74). Além disso, a elevada EDE contribui para que seja possível atingir grandes deformações durante a conformação plástica.

Analisando-se os resultados obtidos, nota-se que, assim como para $\epsilon = 1,1$, com 10 horas houve uma ligeira queda no limite de escoamento. O mesmo comportamento foi observado na Figura 4.6, com os dados de dureza Vickers, sendo aplicável a mesma explicação dada anteriormente. Além disso, nota-se que o limite de escoamento volta a aumentar a partir de 100 horas, aumentando ainda mais em 1000 horas. Fazendo-se novamente uma comparação com os dados de dureza Vickers, pode-se observar que esta aumenta também em 1000 horas, atingindo um valor 80% maior do que o obtido para o material inicial logo após a solubilização. Para o limite de escoamento, o acréscimo é de 362% em relação ao material sem deformação e no tempo de 0 hora, isto é, cerca de 4,5 vezes maior.

A Tabela 11 apresenta um resumo dos valores obtidos para o limite de escoamento nos ensaios de tração uniaxial de todas as amostras. Esses dados foram obtidos conforme a norma ASTM E 08M-04 (70).

Tabela 11 – Resumo dos valores de limite de escoamento (em MPa) obtidos no ensaio de tração uniaxial da liga AA7050 com diferentes graus de deformação e tempos de envelhecimento natural

Deformação equivalente (ϵ)	Tempo de envelhecimento natural (horas)			
	0	10	100	1000
0	130	260	375	330
0,5	490	488	510	550
0,9	490	505	500	520
1,1	510	500	540	540
1,4	550	535	550	600

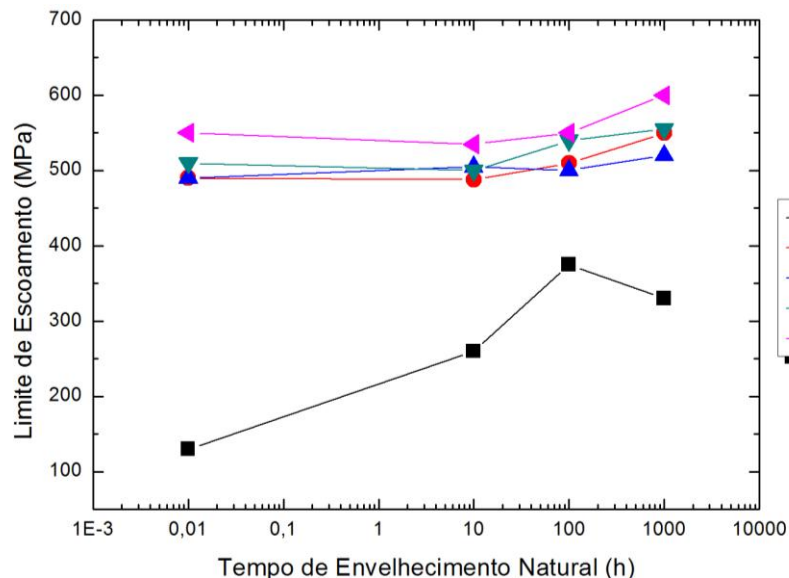
Fonte: A autora.

Com os dados da Tabela 11, foi construído o gráfico apresentado a seguir na Figura 4.17, o qual revela as tendências para essa propriedade para as diferentes variáveis adotadas neste trabalho.

A Figura 4.17 indica que para a amostra sem deformação, o envelhecimento natural contribuiu significativamente para o aumento da resistência mecânica. Isso está relacionado com a nucleação e crescimento de partículas de segunda fase na

microestrutura, as quais atuam como obstáculos para o deslizamento das discordâncias (16-18, 28).

Figura 4.17 – Gráfico dos valores de limite de escoamento por tempo de envelhecimento natural da liga AA7050 com diferentes graus de deformação equivalente.



Fonte: A autora.

Por outro lado, as amostras deformadas apresentaram, no geral, um grande aumento de resistência mecânica comparado com a amostra sem deformação. Além disso, o limite de escoamento dessas amostras manteve-se próximo para os diferentes tempos de envelhecimento. Comparando-se com o gráfico apresentado na Figura 4.4, nota-se certa semelhança no comportamento das curvas de dureza e de limite de escoamento, como já explicado anteriormente.

A Tabela 12 mostra um resumo dos resultados obtidos para o limite de resistência à tração dos corpos de prova da liga AA7050 sem deformação e deformados criogenicamente, ensaiados sob tração uniaxial, em diferentes tempos de envelhecimento natural.

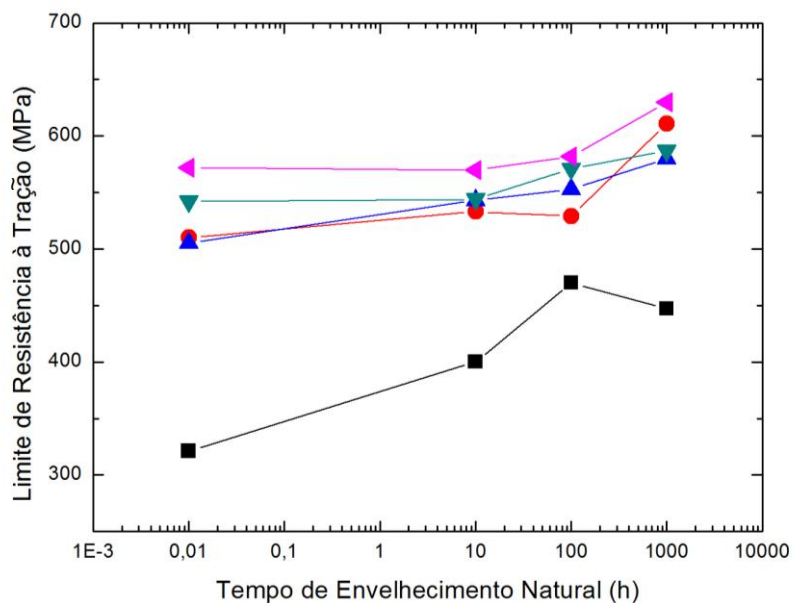
Tabela 12 – Resumo dos valores de limite de resistência à tração (em MPa) obtidos no ensaio de tração uniaxial da liga AA7050 com diferentes graus de deformação e tempos de envelhecimento natural

Deformação equivalente (ϵ)	Tempo de envelhecimento natural (h)			
	0	10	100	1000
0	321	400	470	447
0,5	510	533	529	611
0,9	505	543	553	580
1,1	542	544	571	587
1,4	572	570	582	630

Fonte: A autora.

A partir dos dados da Tabela 12, construiu-se o gráfico apresentado na Figura 4.18, o qual apresenta a tendência do limite de resistência à tração para diferentes condições de deformação e envelhecimento natural.

Figura 4.18 – Gráfico dos valores de limite de resistência à tração por tempo de envelhecimento natural da liga AA7050 com diferentes graus de deformação equivalente.



Fonte: A autora.

De acordo com a Figura 4.18, os resultados obtidos para o limite de resistência à tração seguem a mesma tendência dos valores de limite de escoamento, bem como de dureza. Da mesma forma, ocorre um aumento da

resistência mecânica da amostra sem deformação, apenas com o envelhecimento natural, enquanto as amostras deformadas variam suas propriedades de forma menos significativa com o tempo.

Outra importante propriedade a ser analisada é o alongamento total obtido nos corpos de prova durante o ensaio de tração. A Tabela 13 mostra um resumo dos valores obtidos para essa propriedade.

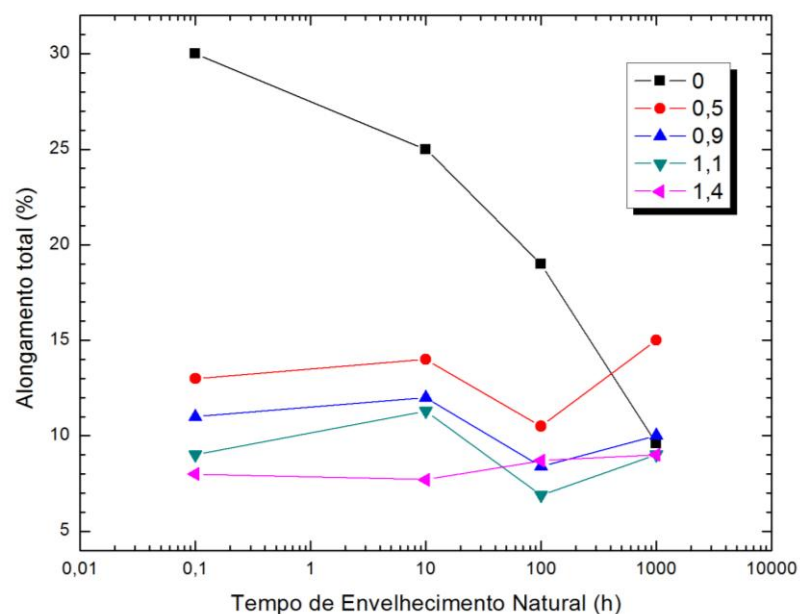
Tabela 13 - Resumo dos valores de alongamento total (em %) obtidos no ensaio de tração uniaxial da liga AA7050 com diferentes graus de deformação e tempos de envelhecimento natural

Deformação equivalente (ϵ)	Tempo de envelhecimento natural (h)			
	0	10	100	1000
0	30	25	19	10
0,5	13	14	11	15
0,9	11	12	8	10
1,1	9	11	7	9
1,4	8	8	9	9

Fonte: A autora.

Com os dados de alongamento total da Tabela 13, construiu-se o gráfico apresentado na Figura 4.19, a seguir.

Figura 4.19 - Gráfico dos valores de alongamento total por tempo de envelhecimento natural da liga AA7050 com diferentes graus de deformação equivalente.



Fonte: A autora.

Nota-se, pela Figura 4.19, um comportamento oposto ao observado para o limite de escoamento e para o limite de resistência à tração. O alongamento tende a ser reduzido pelo encruamento, visto que ocorre o aumento da densidade de defeitos, reduzindo o livre caminho médio das discordâncias (16-19, 28, 29). Isto pode ser claramente observado para o tempo de 0 hora de envelhecimento natural, em que quanto maior o grau de deformação, menor o alongamento total obtido.

Para 1000 horas de envelhecimento natural, excetuando $\epsilon = 0,5$, todas as demais condições convergem para um valor próximo de alongamento total, independentemente do grau de deformação imposto. Isto está associado com a precipitação, a qual conduz ao aumento de resistência mecânica e redução da ductilidade, devido às interações entre partículas e discordâncias (16-19). Nesse caso, para as amostras deformadas, além da redução de ductilidade por precipitação, tem-se a redução devido ao encruamento. A amostra de $\epsilon = 0,5$, por outro lado, apresentou maior ductilidade dentre as amostras deformadas para todos os tempos de envelhecimento natural e, também, foi a que apresentou um aumento na ductilidade com 1000 horas de envelhecimento natural.

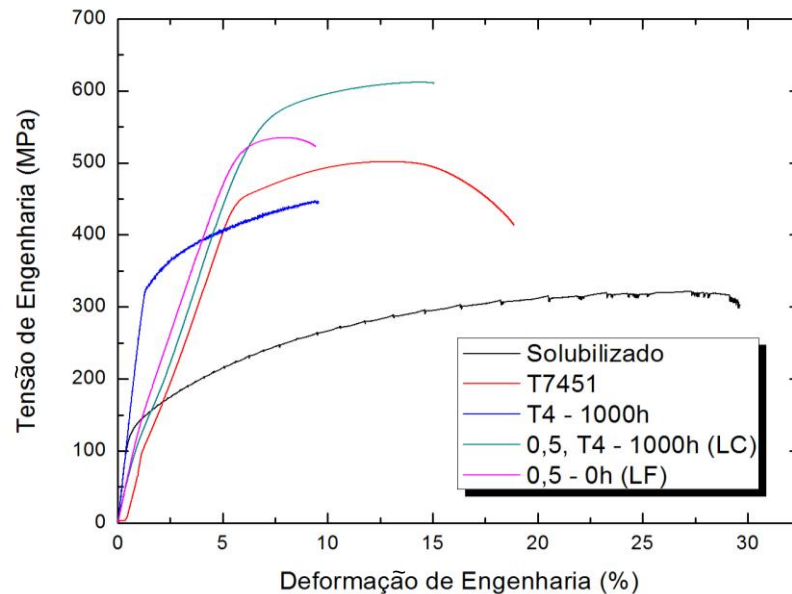
A explicação para esse fenômeno de aumento de resistência e ductilidade pode ser compreendida considerando-se a competição dos fenômenos de precipitação e recuperação e, também, os fenômenos associados com a deformação plástica. Da competição entre recuperação e precipitação, tem-se uma ligeira redução na densidade de defeitos cristalinos, os quais são parcialmente aniquilados em ambos os processos. Dessa forma, a capacidade de acumulação de discordâncias é aumentada (10, 70). Entretanto, não houve redução de resistência mecânica para essa condição, como mostrado anteriormente nos gráficos das Figuras 4.17 e 4.18. Devido à deformação plástica, formam-se subestruturas ou células de discordâncias. Dessa forma, a combinação entre pequeno tamanho de grão e elevada densidade de discordâncias devidas ao encruamento, conduz ao aumento da resistência mecânica, observados anteriormente para todas as condições estudadas (70). Contudo, com o envelhecimento natural, ocorre uma ligeira recuperação estática e a formação de finos precipitados dispersos na matriz, que compreendem principalmente zonas GP e precipitados da fase MgZn_2 (η' + η) (10-14, 70). Esses precipitados dificultam o deslizamento de discordâncias que ocorre durante a deformação plástica no ensaio de tração, principalmente os de interface semicoerente e incoerente, fazendo com que se aumente a taxa de

encruamento e a densidade de discordâncias (70). Desse modo, os mecanismos de recuperação dinâmica são prejudicados, aumentando a capacidade de estocagem de discordâncias (70). Isso conduz a um “atraso” para a instabilidade plástica no ensaio de tração, ou seja, a estricção ou espescoçamento ocorre após certo grau de deformação, aumentando o alongamento total em relação às demais condições, como observado no gráfico da Figura 4.19, para $\epsilon = 0,5$ e 1000 horas. Isto também explica o fato desta mesma amostra ter um alongamento total menor em 100 horas, pois nesse tempo ainda não houve a estabilização da transformação de fase e, assim, com menor fração volumétrica de precipitados, menor a taxa de encruamento em relação à 1000 horas. Nos estudos conduzidos por Zhao *et al* (70), utilizando a liga AA7075 deformada criogenicamente, revelaram tendências semelhantes, obtendo-se um acréscimo tanto de resistência como de ductilidade, os quais estão associados com a presença de grãos e precipitados finos.

Nas demais condições de deformação e tempo de envelhecimento, não ocorre um aumento de alongamento total significativo. Para maiores graus de deformação, mais células de discordâncias são formadas, de modo a haver um refino microestrutural responsável pelo aumento de resistência. Por outro lado, provavelmente, maior é a competição entre a precipitação e a recuperação estática, resultando em uma menor concentração de partículas de segunda fase. Dessa forma, a taxa de encruamento é menor, impossibilitando um aumento na capacidade de armazenamento de discordâncias, que se reflete como redução da ductilidade no ensaio de tração (70).

Com a finalidade de comparar os níveis de resistência atingidos após a laminação criogênica, foram realizadas laminações a frio (temperatura ambiente). Estas laminações seguiram as mesmas condições de deformação impostas na laminação criogênica, alterando-se apenas a temperatura de entrada das amostras. Também foi realizado um ensaio de tração com a liga AA7050 no estado tratado T7451, com finalidade comparativa de propriedades mecânicas sob tração. A Figura 4.20 mostra as curvas obtidas para as amostras da liga AA7050 na condição T7451, da liga recém-solubilizada e sem deformação, da amostra envelhecida por 1000 horas e sem deformação, da amostra deformada a frio com $\epsilon = 0,5$ sem envelhecimento natural e da amostra com $\epsilon = 0,5$ deformada criogenicamente e envelhecida naturalmente (condição T4).

Figura 4.20 – Gráfico comparativo das curvas tensão x deformação de engenharia para amostras em diferentes condições de deformação (laminação a frio e criogênica) e de envelhecimento (solubilizado, T4 e T7541). Nota: LF = laminação a frio e LC = laminação criogênica.



Fonte: A autora.

Observa-se na Figura 4.20, que a resistência mecânica aumenta tanto com a deformação, quanto com o envelhecimento natural, em relação à amostra sem deformação e recém-solubilizada. A amostra sem deformação e envelhecida naturalmente por 1000 horas teve um acréscimo de 154% no limite de escoamento e um decréscimo de 67% no alongamento total, em relação à amostra solubilizada.

Por outro lado, com a deformação criogênica com $\epsilon = 0,5$ e envelhecimento por 1000 horas, o limite de escoamento triplicou e o alongamento total reduziu pela metade. Apesar da redução na ductilidade, em comparação com outros graus de deformação criogênica e tempo de envelhecimento, essa condição foi a mais adequada para se atingir aumento simultâneo de resistência e ductilidade. Comparando-se esta amostra com a amostra laminada a frio, observa-se um limite de escoamento 10% maior. Isto ocorre tanto pela supressão de mecanismos de recuperação dinâmica pela baixa temperatura (aumento na densidade de discordâncias), como pela presença de precipitados (atuação de mecanismo de Orowan durante a deformação plástica). Entretanto, como a amostra laminada a frio ainda não foi envelhecida naturalmente, a sua resistência mecânica pode variar, aumentando e aproximando-se do valor obtido na laminação criogênica. Além disso,

com a precipitação nessa amostra laminada a frio, o mecanismo de Orowan estará presente na deformação plástica, dificultando a movimentação das discordâncias. Quanto ao alongamento total, a tendência é que seja reduzido com o envelhecimento natural. Porém, dependendo das dimensões e da distribuição dessas partículas, podem ocorrer eventos durante a deformação plástica que dificultem a ocorrência de recuperação dinâmica, aumentando a taxa de encruamento e aumentando o alongamento total, como o observado para a amostra com $\varepsilon = 0,5$ laminada criogenicamente e envelhecida por 1000 horas (T4).

Ainda, na Figura 4.20, observa-se que a amostra na condição T7451 (combinação de tratamentos encontrada comercialmente), apresentou um comportamento intermediário, atingindo um limite de escoamento de aproximadamente 450 MPa, que é 246% maior do que a amostra recém-solubilizada. Além disso, o alongamento total obtido é 33% menor, em função do envelhecimento artificial. Outra característica importante é que houve uma intensa estricção em comparação com as demais amostras. Isso pode ser interpretado considerando-se dois fatores: a) distribuição de tamanho bimodal; e b) tamanho e distribuição de precipitados. Em relação às amostras deformadas, o tamanho de grão da amostra T7451 apresenta uma distribuição bimodal de tamanhos de grão (ver Figura 3.1), oriunda de uma recristalização secundária ocorrida durante o passe de laminação a quente para redistribuição de tensões. Dessa forma, nos estágios iniciais do ensaio de tração, provavelmente mais sistemas de deslizamento sejam atuantes nos grãos grosseiros e, à medida que a deformação prossegue, os sistemas de deslizamento nos grãos mais finos são ativados. Dessa forma, tem-se uma variação na taxa de encruamento, de modo que eventos de aniquilação de discordâncias durante a deformação (recuperação dinâmica) sejam mais frequentes, levando à instabilidade plástica. Em contrapartida, os corpos de prova que foram previamente deformados, tanto em laminação a frio como criogênica, apresentam um refino microestrutural, principalmente pela formação de subestruturas de discordâncias, o que se reflete no aumento da resistência mecânica.

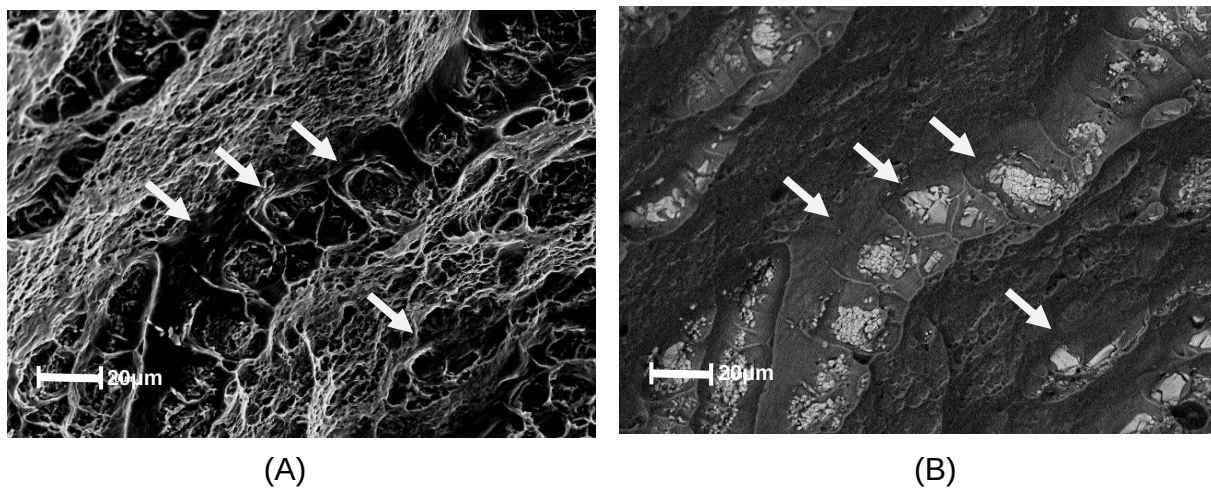
Por outro lado, no tratamento T7451, ocorre a nucleação e o crescimento de precipitados, os quais engrossam à medida que o tratamento prossegue. Ou seja, um superenvelhecimento ocorre nessa condição, de modo que durante a deformação plástica no ensaio de tração, esses precipitados não sejam efetivos para dificultar a recuperação dinâmica e aumentar a capacidade de armazenamento de

discordâncias, como ocorre para o envelhecimento natural da amostra, fazendo com que a estricção seja mais pronunciada.

4.5 SUPERFÍCIES DE FRATURA

As imagens obtidas por MEV das superfícies de fratura da amostra sem deformação no estado solubilizado são apresentadas na Figura 4.21, a seguir.

Figura 4.21 – Superfície de fratura da liga AA7050, sem deformação no estado solubilizado. Imagens da mesma região: (A) elétrons secundários e (B) elétrons retroespalhados. As setas indicam alguns “*dimples*” e aglomerados de precipitados.



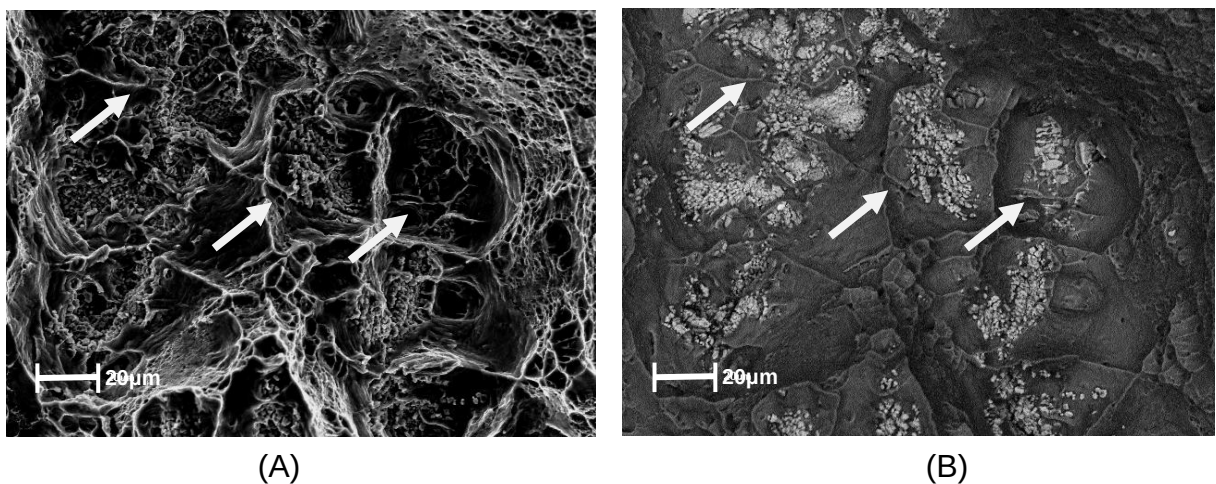
Fonte: A autora.

Nota-se, na Figura 4.21(A), que o aspecto da superfície é característica de uma fratura tipicamente dúctil, apresentando muitos “*dimples*”. Os “*dimples*” são microcavidades formadas após a coalescência de microvazios que, por sua vez, nucleiam e crescem ao redor de partículas de segunda fase. Nesse caso, a matriz dúctil deforma-se plasticamente, enquanto a partícula frágil quase não sofre deformação, formando esses microvazios (16-18). Na Figura 4.21(A) notam-se vários “*dimples*” na microestrutura, alguns indicados na imagem pelas setas. Na comparação das imagens no modo de elétrons secundários e elétrons retroespalhados, é possível ver na Figura 4.21(B) que as partículas de segunda fase estão localizadas nas microcavidades correspondentes da Figura 4.21(A). Apesar da amostra em questão estar no estado solubilizado, algumas partículas são insolúveis na temperatura adotada (475 °C). Estas partículas são, provavelmente,

intermetálicos contendo ferro, como $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, o qual só pode ser dissolvido em temperaturas acima do ponto de fusão da liga (2, 5, 10, 11). Estes intermetálicos são encontrados, usualmente, alinhados na direção de laminação (tratamento T7451), o que justifica a aparência de veios de partículas da Figura 4.21.

Na Figura 4.22 são apresentadas as imagens da amostra sem deformação envelhecida naturalmente por 10 horas.

Figura 4.22 – Superfície de fratura da liga AA7050, sem deformação e envelhecida naturalmente por 10 horas. Imagens obtidas de um mesmo campo formadas por: (A) elétrons secundários e (B) elétrons retroespalhados. As setas indicam alguns “*dimples*” e aglomerados de partículas no interior dos microvazios.



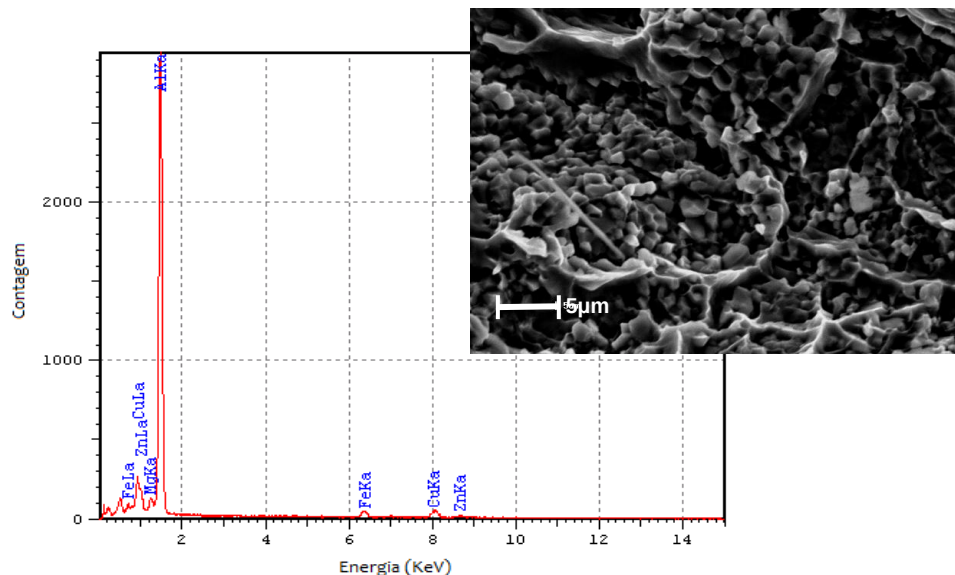
Fonte: A autora.

As imagens da Figura 4.22 mostram, também, um aspecto bastante característico de fratura dúctil. As setas nas imagens indicam os “*dimples*”, nos quais os microvazios nuclearam e cresceram a partir das partículas de segunda fase presentes na microestrutura (16-18). Como já discutido, com esse tempo de envelhecimento natural ocorreu um aumento significativo na resistência mecânica, sendo que a dureza aumentou em cerca de 30% e o limite de escoamento atingiu o dobro do valor do material no estado solubilizado. Isto indica que, de fato, a maior contribuição para esse acréscimo nas propriedades advém da transformação de fase que ocorre em temperatura ambiente, a qual atinge cerca de 50% nas primeiras 10 horas (ver Figura 4.2). As zonas GP e os precipitados semicoerentes da fase η' formados presentes nessa liga restringem a movimentação das discordâncias, as quais ficam impedidas de prosseguir o deslizamento em certos planos e podem ficar empilhadas nas interfaces (10, 11, 16). Além disso, as discordâncias podem ser

fletidas ao redor das partículas, até o ponto de contornarem a mesma, formando um anel (como descrito no mecanismo de Orowan) envolvendo partículas com interface do tipo incoerente (16-18).

Como as amostras da Figura 4.22 apresentavam mais aglomerados de partículas, foi feita a microanálise por EDS de uma região com elevada concentração dessas partículas, em uma tentativa de identificar aproximadamente a composição química desses precipitados. O espectro da microanálise por EDS é mostrado na Figura 4.23, juntamente com a imagem da região analisada.

Figura 4.23 – Espectro da microanálise por EDS da liga AA7050 sem deformação e envelhecida naturalmente por 10 horas e o respectivo campo utilizado para a obtenção do espectro da microanálise (elétrons secundários).



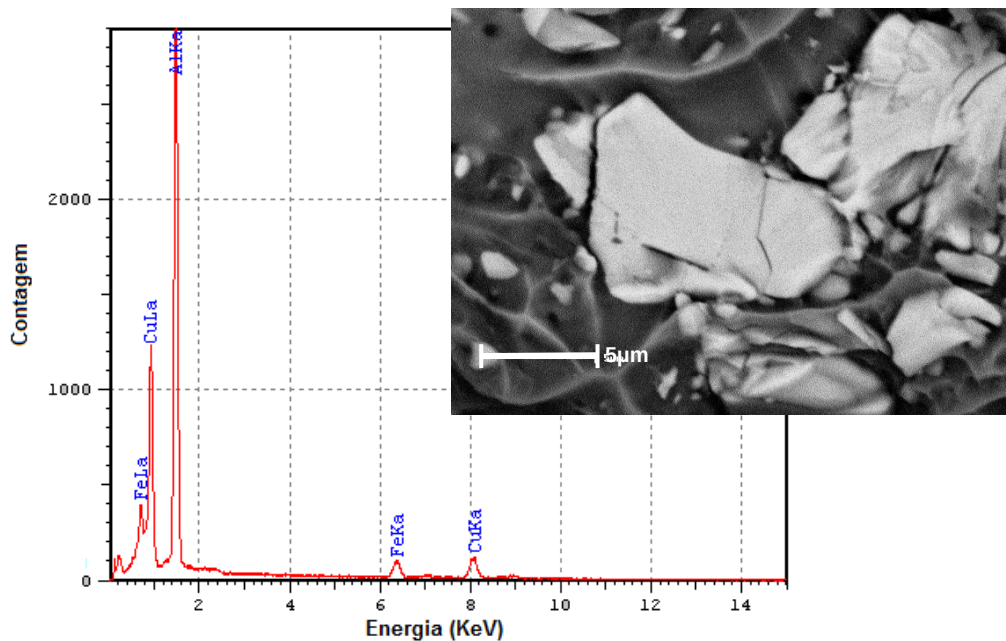
Fonte: A autora.

Na Figura 4.23 notam-se picos relativos aos elementos ferro, zinco, magnésio e cobre, além de alumínio. Conforme consta na literatura, os precipitados encontrados comumente na liga AA7050 são $\text{Al}_2\text{Zn}_3\text{Mg}_3$, $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ e MgZn_2 (1-6, 8-14). Como discutido anteriormente, o intermetálico $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ é um tipo de precipitado que só é solubilizado em temperaturas acima da temperatura de fusão da liga (2, 5, 10, 11). Este pode ser um dos tipos de partículas presente na Figura 4.22, visto que o espectro apontou a presença de ferro. As demais partículas podem ser das outras composições citadas, sendo provavelmente em maior fração volumétrica a fase η (MgZn_2) que é formada tipicamente na liga AA7050 envelhecida naturalmente,

porém esta possui dimensões nanométricas (10, 11). Além disso, pode-se estimar que o tamanho médio dos precipitados seja próximo de 2 μm .

Foram realizadas outras análises por EDS em partículas que estavam mais isoladas na matriz, em uma tentativa de identificar a composição e morfologia das mesmas. A Figura 4.24 mostra o espectro de EDS e a respectiva região analisada.

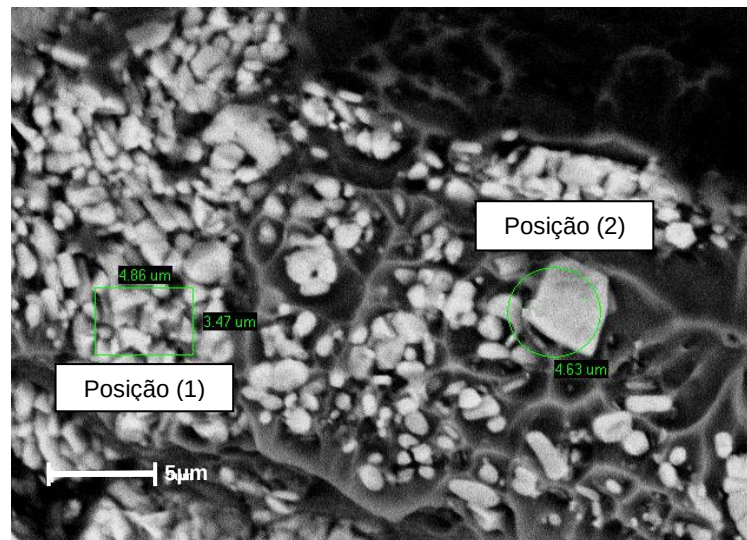
Figura 4.24 - Espectro da microanálise por EDS de uma partícula em forma de placa da liga AA7050 sem deformação e envelhecida naturalmente por 10 horas e o respectivo campo utilizado para a obtenção do espectro da microanálise (elétrons secundários).



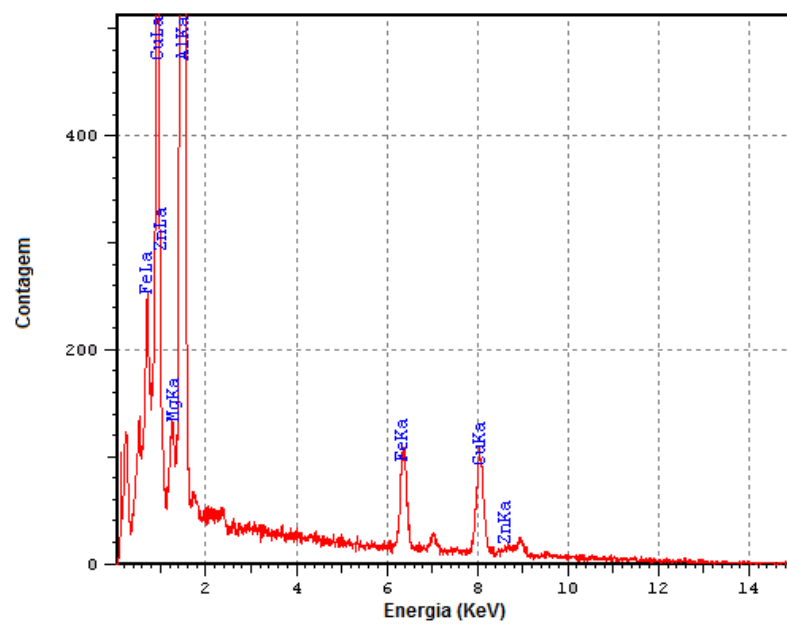
Fonte: A autora.

A microanálise apresentada na Figura 4.24 revela que as partículas de morfologia achatada, como placas finas de formato irregular, são do precipitado insolúvel $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$. De acordo com a literatura, essa fase aparece nas ligas da série 7xxx na forma de agulhas e de placas finas (9, 10), o que concorda com o observado na Figura 4.23. Além disso, foi realizada uma microanálise em partículas arredondadas encontradas nos “*dimples*” da fratura, na tentativa de determinar a composição química das mesmas. A Figura 4.25 apresenta o espectro da microanálise por EDS dessas partículas, encontradas em diferentes tamanhos, bem como as respectivas regiões de obtenção desses dados.

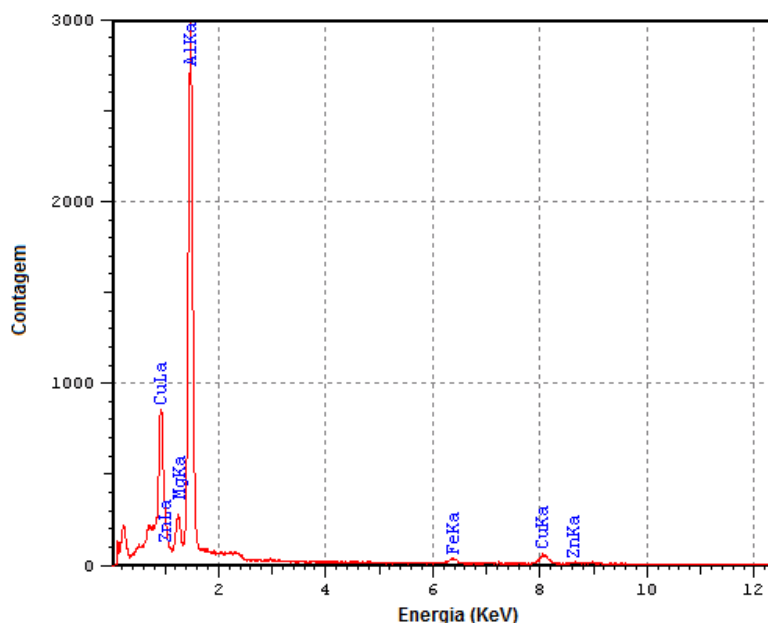
Figura 4.25 – (A) Imagem da superfície de fratura, destacando as regiões analisadas por EDS; (B) espectro de EDS para a posição (1); e (C) espectro de EDS para a posição (2).



(A)



(B) Posição 1



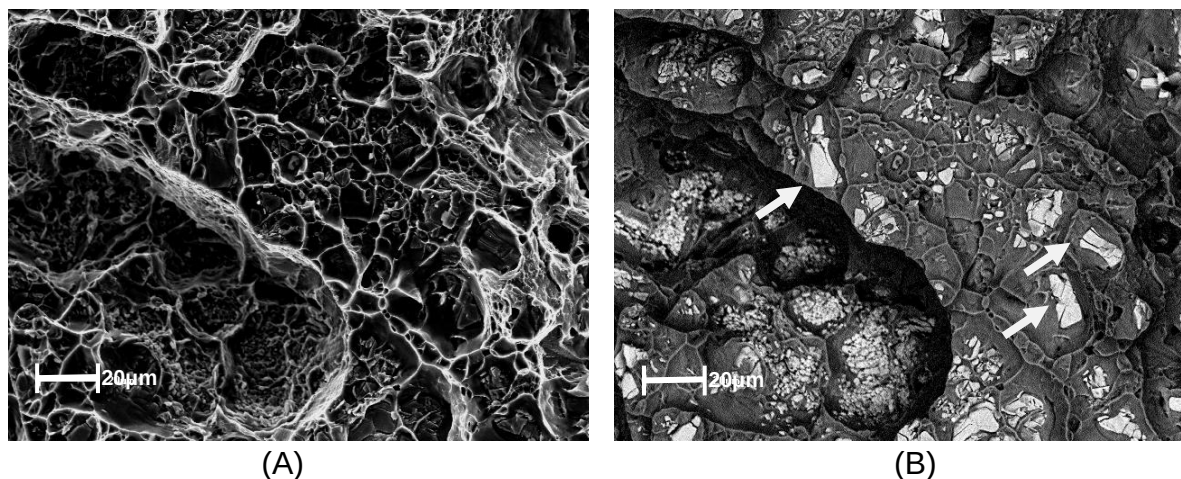
(C) Posição 2

Fonte: A autora.

Nas análises por EDS mostradas na Figura 4.25 indicaram que em ambas as regiões existem os elementos alumínio, cobre, zinco, magnésio e ferro, diferindo apenas a quantidade dos mesmos. Para a região (1), na qual as partículas são arredondadas e pequenas em relação às demais, foram determinados maiores teores de alumínio, cobre e ferro, indicando que a maioria desses precipitados possa ser da fase insolúvel $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$. A presença de zinco e magnésio pode ser tanto de partículas presentes na região analisada (MgZn_2 , $\text{Al}_2\text{Zn}_3\text{Mg}_3$ e AlZnMgCu), como de partículas que possam estar ao redor e abaixo da região analisada, como também esses elementos podem estar dissolvidos na matriz, devido ao volume de interação do feixe de elétrons com o material. Em contrapartida, para a partícula da região (2), foram encontrados maiores teores de alumínio, cobre e magnésio, indicando a formação de fases como Al_2Cu e Al_2CuMg . Assim como no caso da região (1), os demais elementos (ferro e zinco) estão presentes em partículas vizinhas à região analisada e, também, podem estar em solução sólida na matriz.

A amostra sem deformação e com 100 horas de envelhecimento natural também teve sua superfície de fratura analisada por MEV e as imagens obtidas são apresentadas na Figura 4.26, a seguir.

Figura 4.26 – Superfície de fratura da liga AA7050, sem deformação e envelhecida naturalmente por 100 horas. Imagens obtidas de um mesmo campo formadas por: (A) elétrons secundários e (B) elétrons retroespalhados. As setas apontam para algumas partículas maiores de precipitados que fraturaram durante a deformação plástica.



Fonte: A autora.

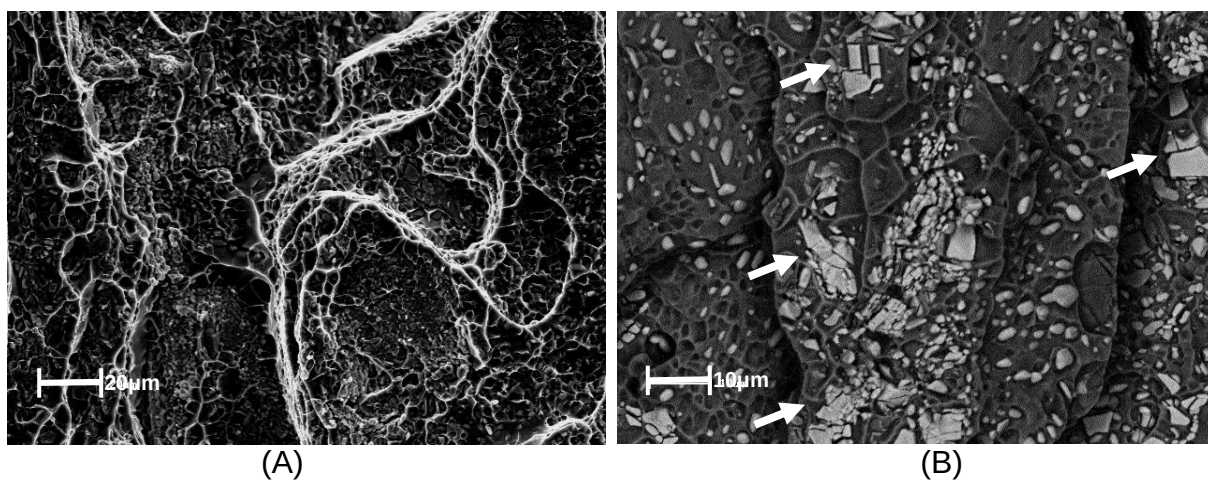
Assim como as imagens anteriores, na Figura 4.26, notam-se “*dimples*” que são característicos em fratura dúctil de ligas com dispersão de precipitados. Além disso, nota-se qualitativamente que há uma maior quantidade de “*dimples*” do que nos tempos anteriores. Isto é um indicativo da continuação do processo de envelhecimento natural, no qual as partículas nucleiam e crescem até atingirem um equilíbrio, ou seja, até a estabilização da transformação de fase pelo empobrecimento de elementos em solução sólida supersaturada na matriz (16, 17). As partículas grosseiras que aparecem nas imagens são, provavelmente, partículas que não foram totalmente dissolvidas na solubilização, tais como $\text{Al}_2\text{Zn}_3\text{Mg}_3$, AlZnMgCu e Al_2CuMg , além da fase insolúvel $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$.

Outra característica interessante que pode ser observada é que algumas das partículas maiores estão fraturadas, pois não conseguiram se deformar plasticamente junto com a matriz. Algumas dessas partículas fraturadas estão indicadas na figura por setas. Além disso, alguns “*dimples*” não possuem partículas. Nesse caso, a(s) partícula(s) podem ter ficado aderidas na outra superfície de fratura ou podem ter sido extraídas da matriz durante a deformação.

A Figura 4.27 mostra as imagens obtidas por MEV para a superfície fraturada das amostras da liga AA7050 com 1000 horas de envelhecimento natural e não deformadas. Seguindo a mesma tendência já apresentada pelas imagens anteriores, na Figura 4.27 notam-se muitos “*dimples*” na superfície de fratura. Além disso, não é

possível afirmar se houve ou não um aumento na quantidade de precipitados pelas imagens. Considerando-se os dados obtidos nos ensaios de dureza Vickers e de tração uniaxial, além do estudo de cinética de envelhecimento, constatou-se que ocorreu uma estabilização do envelhecimento natural acima de 100 horas.

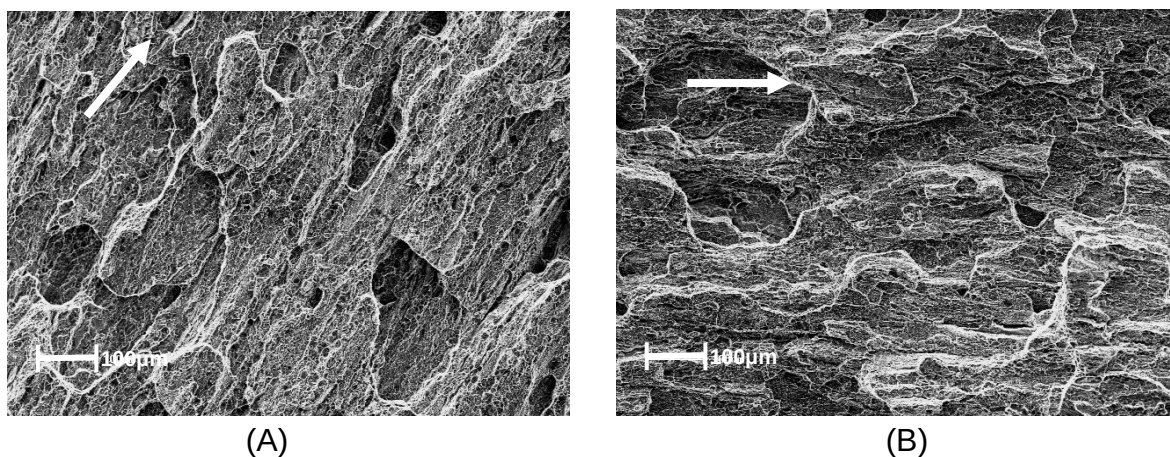
Figura 4.27 – Superfície de fratura da liga AA7050, sem deformação e envelhecida naturalmente por 1000 horas. (A) imagem obtida por elétrons secundários e (B) ampliação de uma região que mostra partículas fraturadas (elétrons retroespalhados). As setas apontam para partículas fraturadas durante a deformação plástica da matriz dúctil.



Fonte: A autora.

A Figura 4.28 apresenta as imagens obtidas para as amostras com $\epsilon = 0,5$ com 0 hora e 1000 horas de envelhecimento natural.

Figura 4.28 – Superfície de fratura das amostras com $\epsilon = 0,5$. (A) imagem da amostra fraturada antes do envelhecimento natural e (B) amostra fraturada após 1000 horas de envelhecimento natural. As setas indicam as prováveis direções de laminação das amostras. Imagens formadas por elétrons secundários.

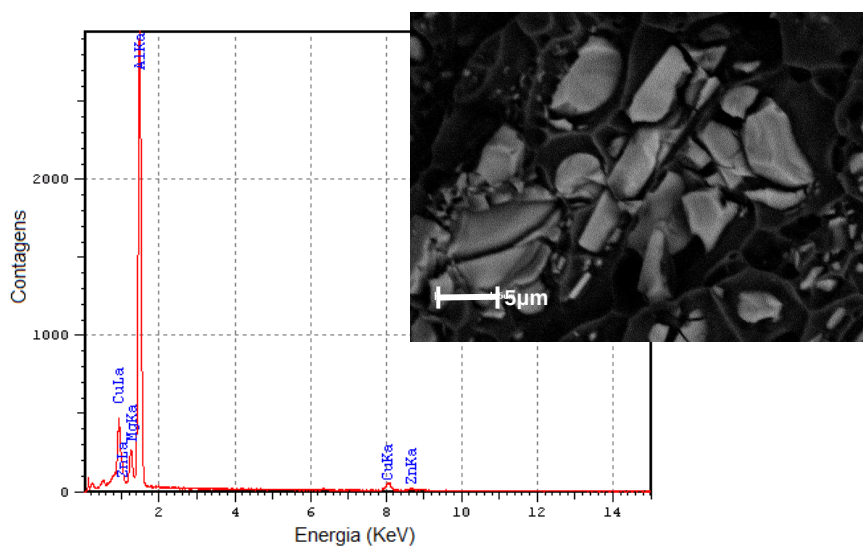


Fonte: A autora.

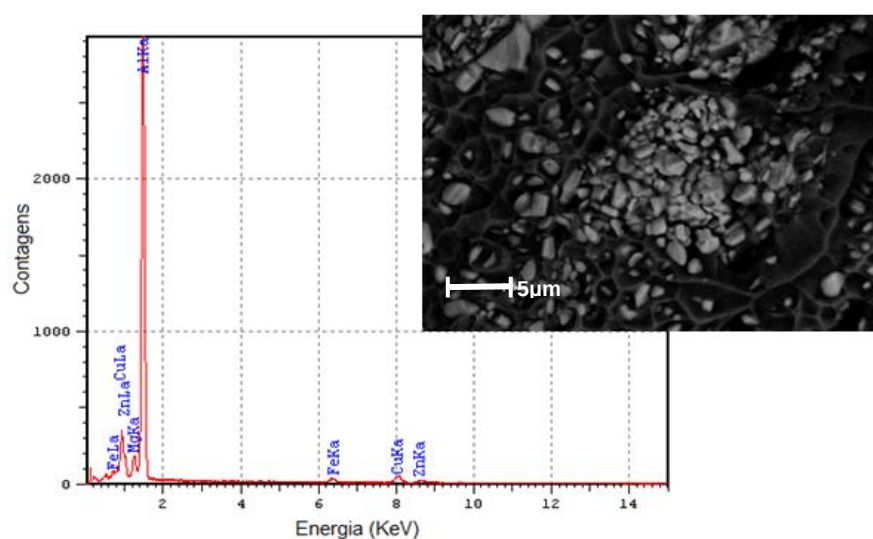
Nota-se que em ambos os tempos de envelhecimento natural o aspecto da fratura é bastante semelhante. A fratura é tipicamente dúctil, pois inúmeros “*dimples*” estão presentes na superfície.

Um aspecto interessante dessa amostra é que foram detectados dois tamanhos de partículas nas imagens. Existem aglomerados de partículas mais grosseiras de morfologia irregular em certas regiões, além de aglomerados de partículas mais finas de morfologia mais arredondada em outras áreas. Em uma tentativa de diferenciar a composição química desses precipitados, foi feita uma microanálise por EDS em regiões selecionadas. A Figura 4.29 apresenta os espectros e a respectivas regiões analisadas.

Figura 4.29 – Espectro da microanálise de EDS e respectiva região analisada da amostra com $\epsilon = 0,5$ envelhecida naturalmente (elétrons secundários). (A) partículas grosseiras e (B) partículas finas.



(A)



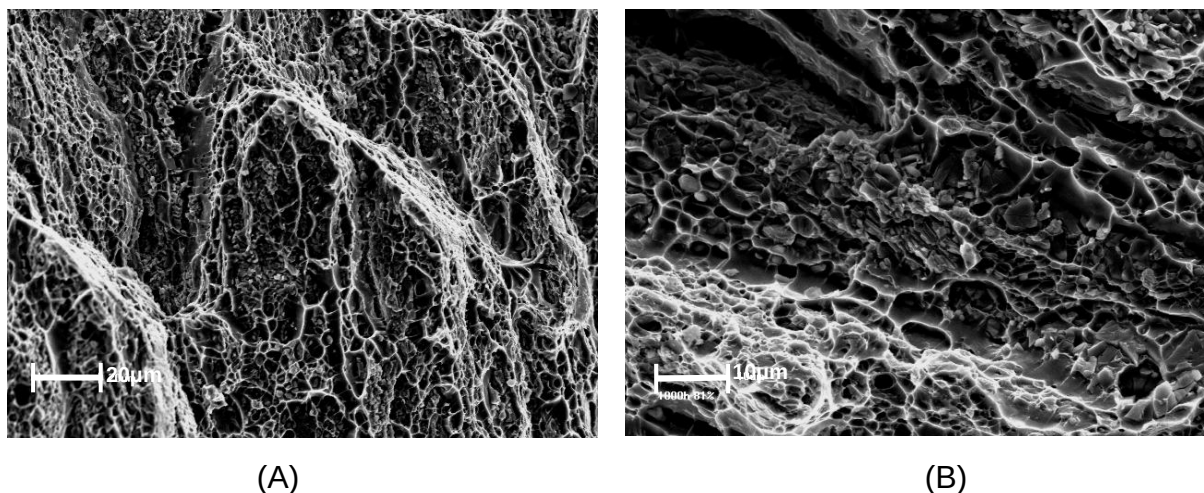
(B)

Fonte: A autora.

Nota-se que na Figura 4.29(A) as partículas grosseiras são compostas principalmente de alumínio, magnésio, zinco e cobre. Dessa forma, os possíveis precipitados presentes podem ser $\text{Al}_2\text{Zn}_3\text{Mg}_3$, AlZnMgCu e Al_2CuMg (2, 5). A fase MgZn_2 , apesar de compor majoritariamente a fração volumétrica de precipitados, possui dimensões na ordem de nanômetros (10-14). Já na Figura 4.29(B), o espectro de EDS apontou a presença de ferro. A fase insolúvel $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ pode estar presente nesse aglomerado de partículas, além de outras fases livres de ferro citadas anteriormente (2, 5, 10, 11).

As amostras deformadas por laminação criogênica até atingir $\epsilon = 0,9$ também foram analisadas por MEV após o ensaio de tração uniaxial. A Figura 4.30 mostra as imagens obtidas para a amostra sem envelhecimento e com 1000 horas de envelhecimento natural.

Figura 4.30 – Superfície de fratura da liga AA7050 laminada criogenicamente com $\epsilon = 0,9$. (A) sem envelhecimento natural e (B) com 1000 horas de envelhecimento natural. Imagens formadas por elétrons secundários.

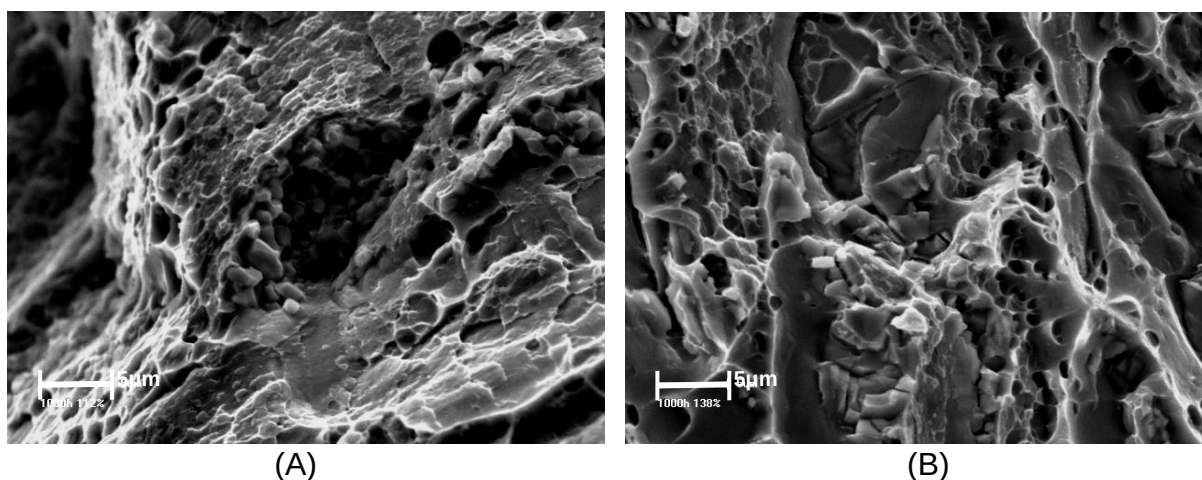


Fonte: A autora.

Pelas imagens da Figura 4.30 nota-se que o aspecto da superfície de fratura é bastante semelhante com o mostrado anteriormente para outros graus de deformação. A presença de “*dimples*” caracteriza uma fratura tipicamente dúctil, na qual os microvazios nucleiam e coalescem ao redor de partículas de segunda fase (16-18). Um ponto interessante a ser observado nessas imagens é que existe uma distribuição bimodal do tamanho dos “*dimples*”. Para regiões com grandes concentrações de partículas de segunda fase, os “*dimples*” são maiores em relação às regiões mais pobres em precipitados.

A Figura 4.31 apresenta as imagens das superfícies de fratura das amostras com $\epsilon = 1,1$ e $\epsilon = 1,4$, ambas com 1000 horas de envelhecimento natural. Como não houve diferença significativa na morfologia da superfície e nem nas propriedades mecânicas dessas amostras em relação ao material sem envelhecimento, as imagens das amostras com 0 hora foram omitidas.

Figura 4.31 – Superfícies de fratura da liga AA7050 laminada criogenicamente e submetida a envelhecimento natural por 1000 horas antes do ensaio de tração uniaxial. (A) $\epsilon = 1,1$; e (B) $\epsilon = 1,4$. Imagens formadas por elétrons secundários.



Fonte: A autora.

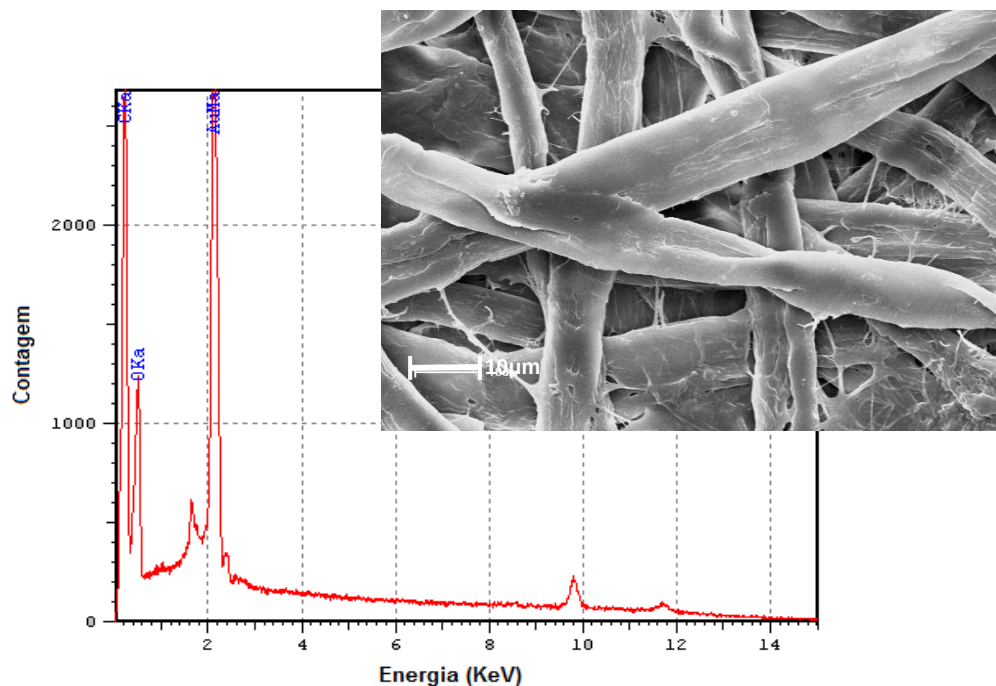
Em relação às amostras mais deformadas, mostradas na Figura 4.31, a superfície de fratura não apresentou variação significativa de morfologia. Os “*dimples*” estão presentes, indicando uma fratura tipicamente dúctil. Além disso, “*dimples*” maiores nuclearam em regiões com concentração de partículas, enquanto os “*dimples*” menores estão relacionados com partículas mais finas de precipitados.

4.6 EXTRAÇÃO DE PRECIPITADOS

Em uma tentativa de identificar e quantificar os precipitados formados nessa liga após a deformação criogênica e o envelhecimento natural, foram realizadas dissoluções de amostras da liga AA7050, para a extração de precipitados. Como a massa de amostra não foi totalmente dissolvida na solução, optou-se por fazer microanálises por EDS dos filtros utilizados, por conter partículas menores e, provavelmente, menos partículas da matriz de alumínio. Inicialmente, foi feita a análise do filtro apenas, para determinar os principais elementos químicos que o

compõem e, posteriormente, ser feita a subtração desses elementos dos espectros obtidos para os materiais dissolvidos. A Figura 4.32 amostra o espectro de EDS obtido para o filtro e a respectiva região analisada.

Figura 4.32 - Espectro de EDS do filtro com a respectiva região analisada (imagem formada por elétrons secundários).

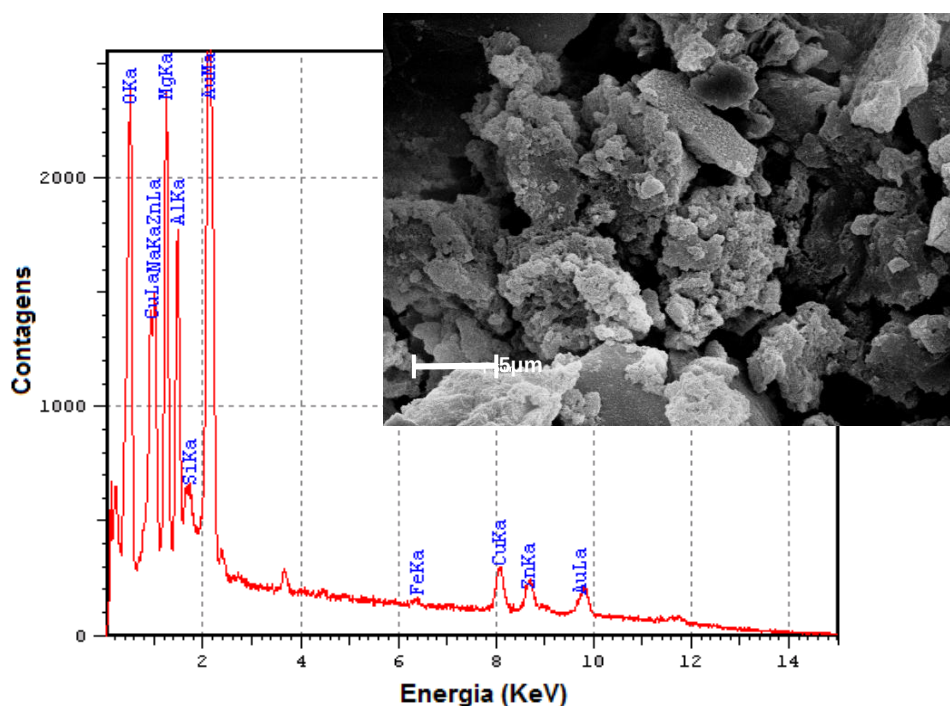


Fonte: A autora.

Nota-se, na Figura 4.32, que basicamente o filtro é composto de carbono e oxigênio, pois é feito à base de celulose que é um composto orgânico. O pico de ouro aparece no espectro em função do recobrimento feito anteriormente à análise. Esse recobrimento de ouro torna a amostra condutora, sendo então possível a obtenção da imagem. Portanto, o ouro não é um elemento constituinte do filtro, pertencendo apenas à camada superficial depositada.

A amostra sem deformação, que foi solubilizada e envelhecida naturalmente, também foi dissolvida para extração de precipitados. Assim como as amostras laminadas, essa amostra envelheceu por tempos superiores a 1000 horas, de modo que qualquer transformação de fase já tivesse cessado. A Figura 4.33 mostra o espectro da microanálise por EDS e a respectiva região do filtro que foi analisada.

Figura 4.33 - Espectro da microanálise de EDS e a respectiva região analisada do filtro com as partículas da amostra sem deformação e envelhecida naturalmente acima de 1000 horas (elétrons secundários).

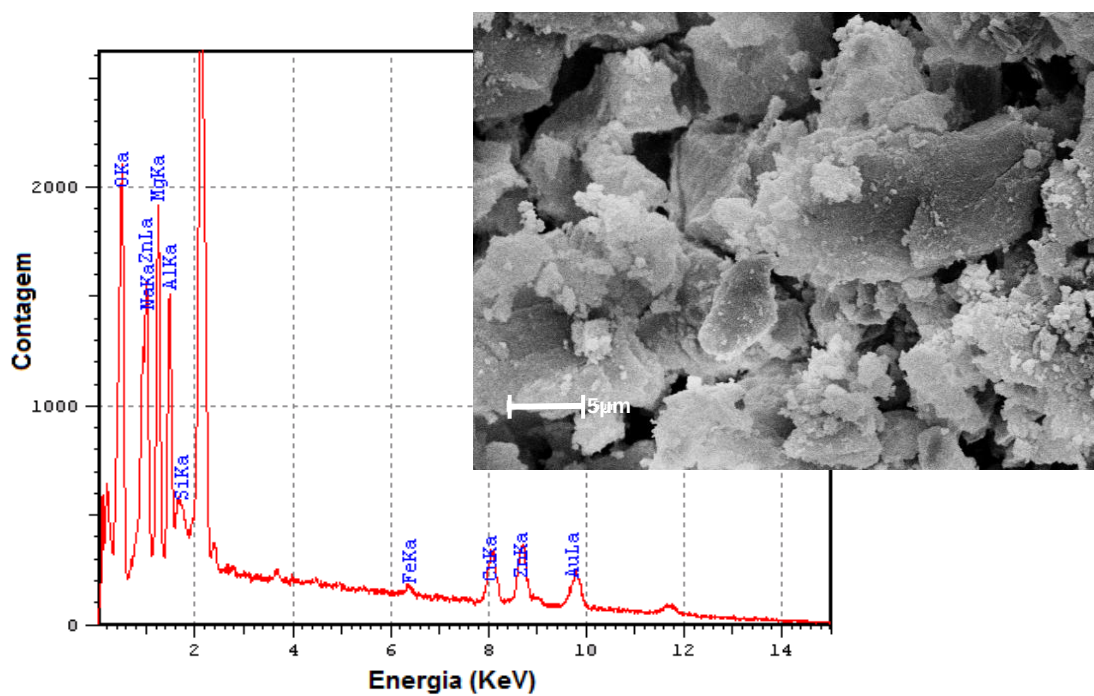


Fonte: A autora.

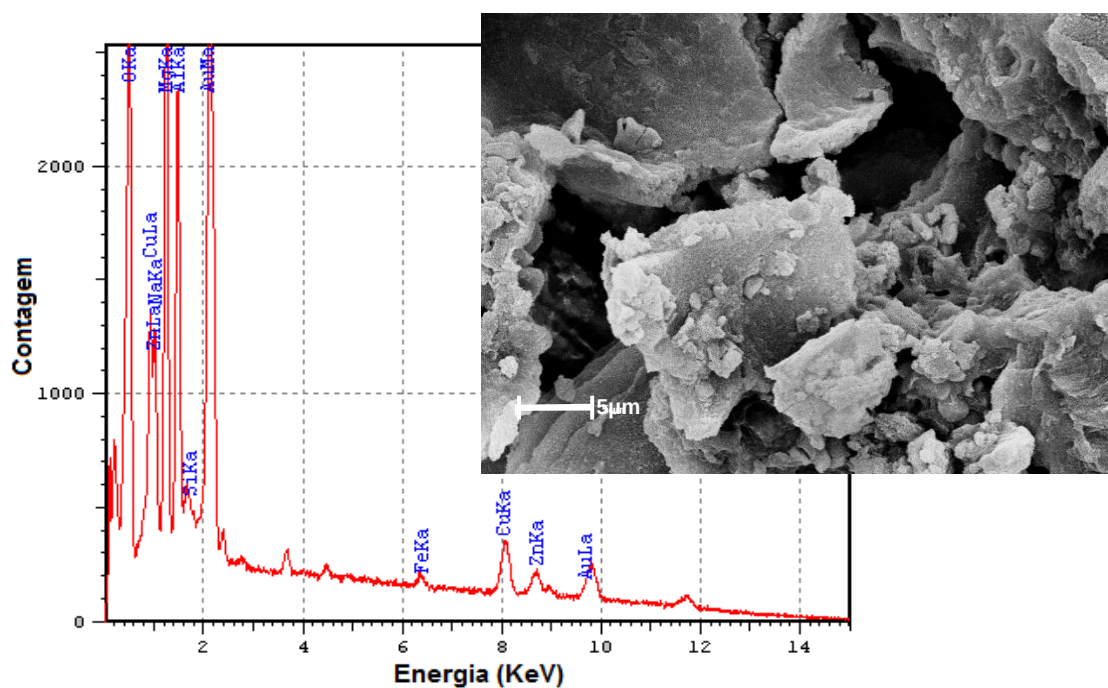
Na Figura 4.33 nota-se que além do próprio alumínio, existem picos intensos de magnésio, cobre e zinco. Isto indica que de fato existem precipitados na região analisada, provavelmente das fases MgZn_2 , Al_2CuMg e $\text{Al}_2\text{Zn}_3\text{Mg}_3$. O ferro também foi identificado na microanálise, indicando a presença da fase insolúvel $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$. Outro elemento identificado nessa microanálise foi o silício. Este elemento é residual nas ligas de alumínio e pode estar presente formando a fase Mg_2Si , como também pode estar na forma de silício metálico, ambos encontrados em baixas frações volumétricas, visto que a contagem no EDS foi baixa para este elemento. Além desses elementos, apareceram picos de sódio, oxigênio e de ouro. O sódio provavelmente é oriundo da dissolução, que foi realizada com NaOH, bem como o oxigênio. O oxigênio, em particular, pode também estar ligado com o alumínio formando hidróxido de alumínio ($\text{Al}(\text{OH})_3$) e/ou alumina (Al_2O_3), além de estar presente no próprio filtro, como mostrado na Figura 4.32. Já o ouro está presente por ter sido feito um recobrimento para tornar a amostra condutora para o MEV.

As amostras deformadas também foram dissolvidas para extração de precipitados. A Figura 4.34 traz os espectros de microanálises por EDS para essas amostras, bem como a respectiva região analisada.

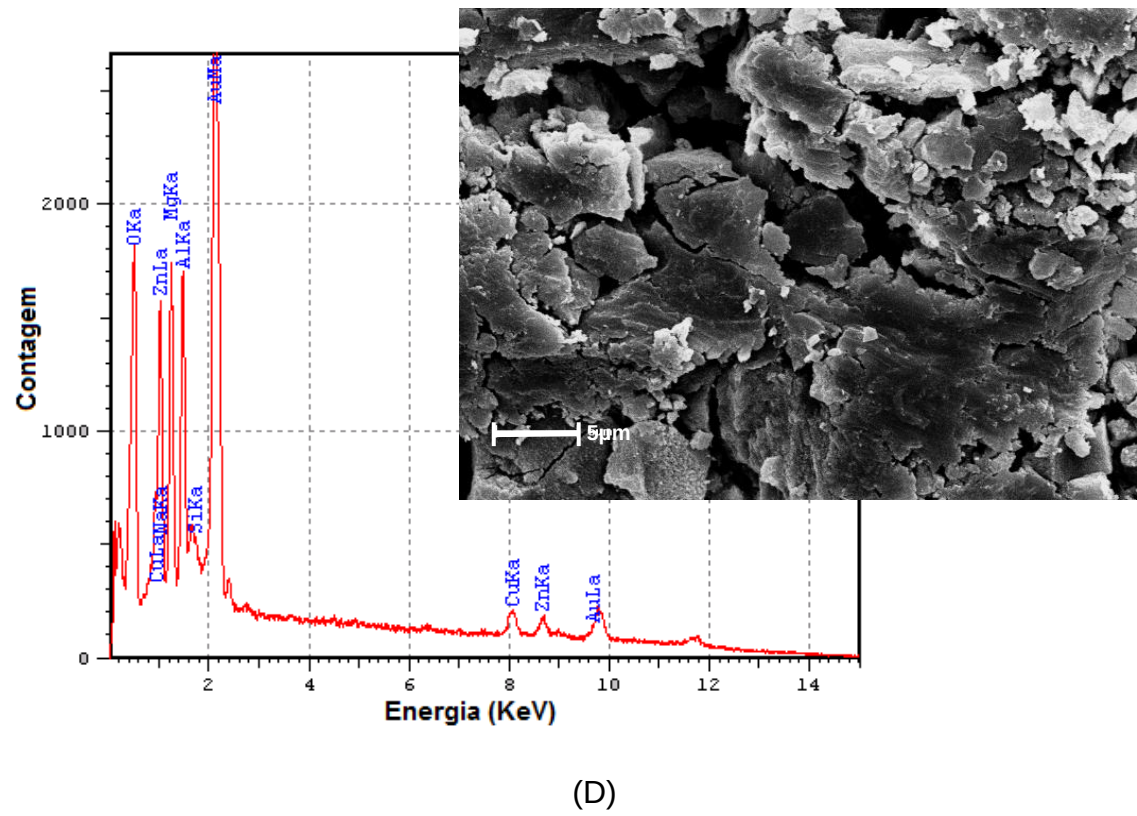
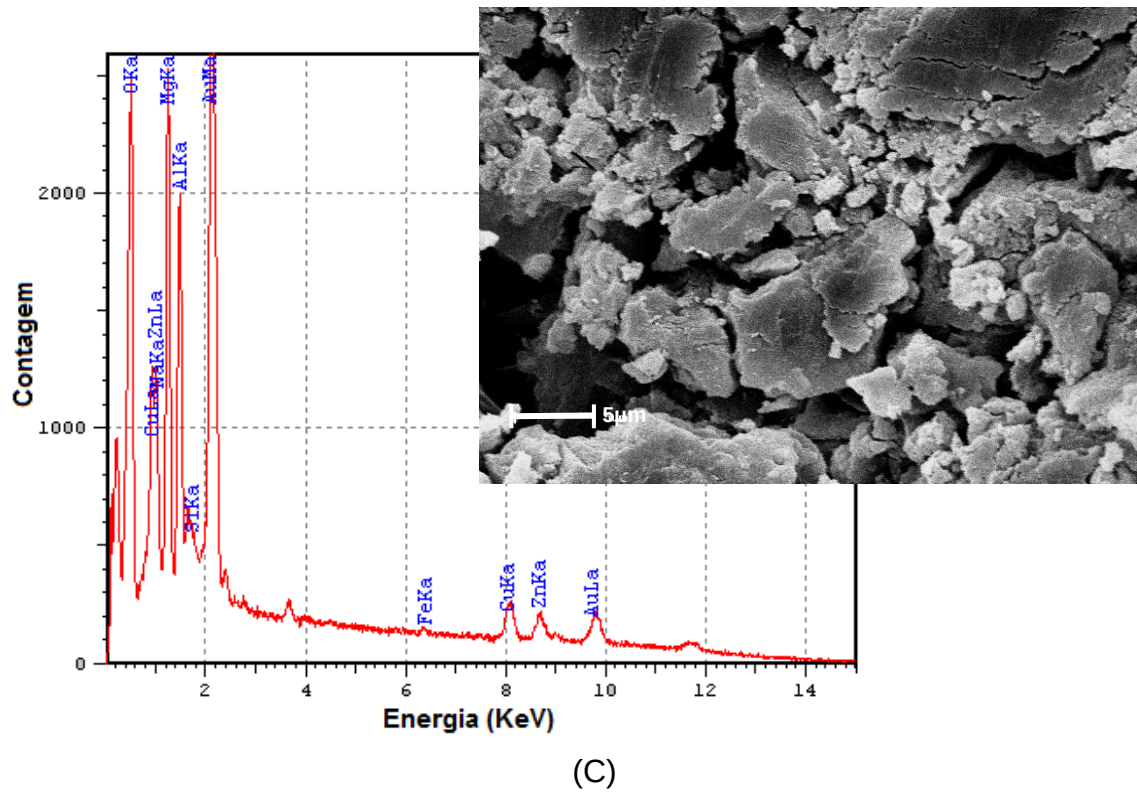
Figura 4.34 – Espectros das microanálises por EDS e a respectiva região analisada (elétrons secundários). (A) $\varepsilon = 0,5$; (B) $\varepsilon = 0,9$; (C) $\varepsilon = 1,1$; e (D) $\varepsilon = 1,4$.



(A)



(B)



Fonte: A autora.

Na Figura 4.34, nota-se que para todos os graus de deformação, a morfologia das partículas sobre o filtro é semelhante. Elas aparecem aglomeradas e em forma de placas, o que corresponde com os cavacos utilizados na dissolução. Portanto, essas placas podem ser cavacos que não foram completamente dissolvidos. De um modo geral, não é possível apontar se as partículas são precipitados, por isso não pôde ser feita uma quantificação da fração volumétrica, apenas uma análise qualitativa dos elementos componentes. Além disso, em todas as microanálises foram identificados os elementos alumínio, zinco, magnésio, cobre, ferro e silício, que compõem a liga AA7050 e, também, sódio, oxigênio e ouro, oriundos da dissolução e do recobrimento, como citados anteriormente. A Tabela 14 mostra um resumo das análises quantitativas obtidas nas microanálises por EDS dessas amostras e da amostra sem deformação, indicando os principais elementos.

Tabela 14 – Análise quantitativa dos principais elementos de liga (% em peso) identificados nas microanálises por EDS das amostras da liga AA7050, com e sem deformação criogênica.

Amostra	Al	Zn	Mg	Cu	Fe	Si
$\varepsilon = 0$	26,2	33,9	18,5	17,4	3,8	0,2
$\varepsilon = 0,5$	21,4	27,5	28,4	16,4	3,1	3,2
$\varepsilon = 0,9$	22,5	18,2	26,9	28,8	2,2	1,4
$\varepsilon = 1,1$	24,3	25,3	30,3	16,8	1,5	1,8
$\varepsilon = 1,4$	26,3	20,8	25,8	23,2	0,6	3,3

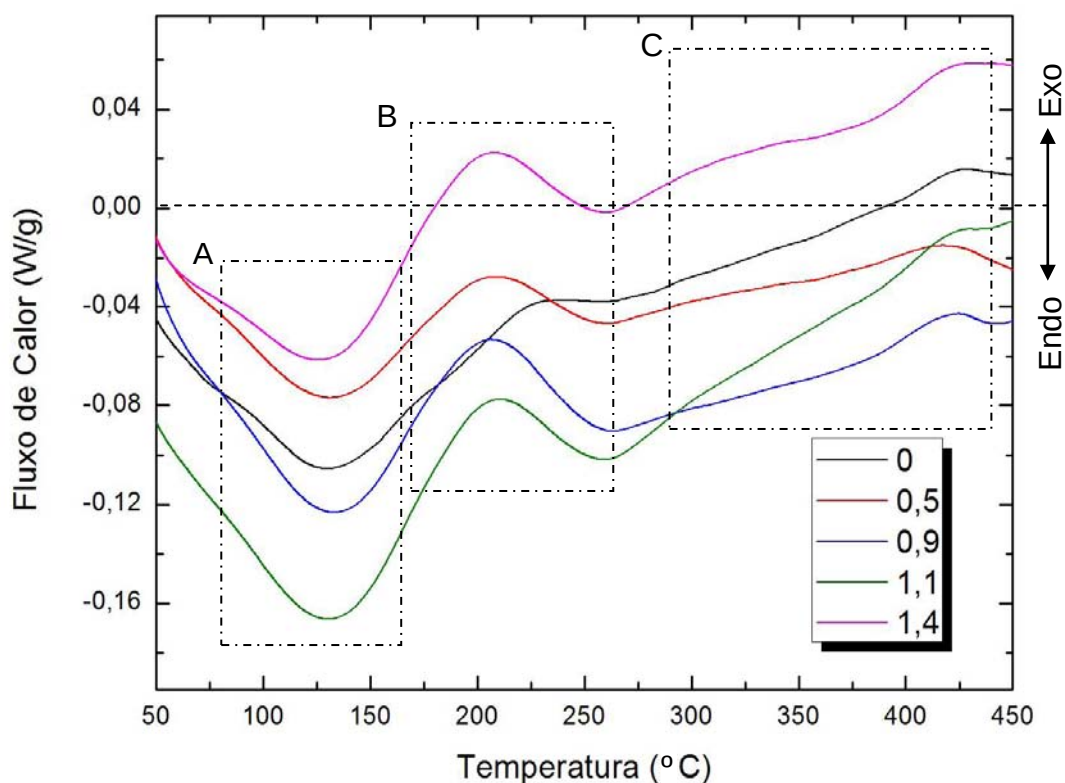
Fonte: A autora.

4.7 CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC)

Os resultados obtidos para as análises por DSC para a liga AA7050, em diferentes condições de deformação criogênica, realizadas com taxa constante de 10 °C/min de 50° C a 450 °C, são apresentados na Figura 4.35, a seguir. O objetivo destas análises térmicas é identificar as transformações de fases ocorridas, bem

como sua respectiva temperatura. Além disso, essas análises foram realizadas após o envelhecimento natural das amostras, em tempos superiores a 1000 horas.

Figura 4.35 – Curvas de DSC obtidas para as amostras sem deformação e com deformação criogênica em diferentes níveis. Taxa de aquecimento: 10 °C/min.



Fonte: A autora.

Os resultados de DSC, apresentados na Figura 4.35, indicam pelo menos quatro picos distintos, nos quais ocorreu algum tipo de transformação de fase. Os resultados obtidos apontam semelhanças com os estudos conduzidos por Li e Starink (75), com ligas de composição próxima à AA7050. Como as amostras analisadas já estavam envelhecidas naturalmente até a estabilização (acima de 1000 horas), os picos marcados na área A são, provavelmente, referentes à dissolução das zonas GP e/ou dos precipitados metaestáveis η' , visto que é uma reação do tipo endotérmica, entre 100 °C e 150 °C (75, 76). A ocorrência deste tipo de reação em temperaturas relativamente baixas está associada com a baixa estabilidade das zonas GP em relação à fase η' (10, 75, 76). Por outro lado, na região demarcada por B, os picos exotérmicos indicam a precipitação da fase η e η' ,

na faixa de 170 °C a 240 °C, a qual ocorre logo após a dissolução de precipitados metaestáveis (75).

Nota-se, também, na Figura 4.35 que a deformação resulta em alterações na curva de DSC. Analisando-se a curva da amostra sem deformação, observa-se, em relação às demais, que houve alteração na forma e na magnitude dos picos na região B, ou seja, faixa de temperatura em que ocorre a precipitação da fase η' . Nas amostras deformadas, esse pico aparece em temperaturas mais baixas e são mais bem definidos e intensos (75). Isso pode estar associado com a introdução de defeitos durante a deformação plástica (aumento da difusividade), o que conduz ao aumento no número de sítios para nucleação e crescimento de partículas de segunda fase. Como nas amostras deformadas existem mais sítios, a transformação de fase é adiantada em relação ao material sem deformação.

Por outro lado, na região C podem estar ocorrendo fenômenos de crescimento de partículas da fase η' que precipitaram na região B. Além disso, com o fornecimento de energia térmica, ocorre a dissolução desses precipitados metaestáveis em temperaturas próximas de 400 °C (75, 76). Alguns autores indicam, também, que pode ocorrer a formação da fase S (Al_2CuMg) a partir de 400 °C, aproximadamente, com sua posterior fusão próximo de 500 °C (75).

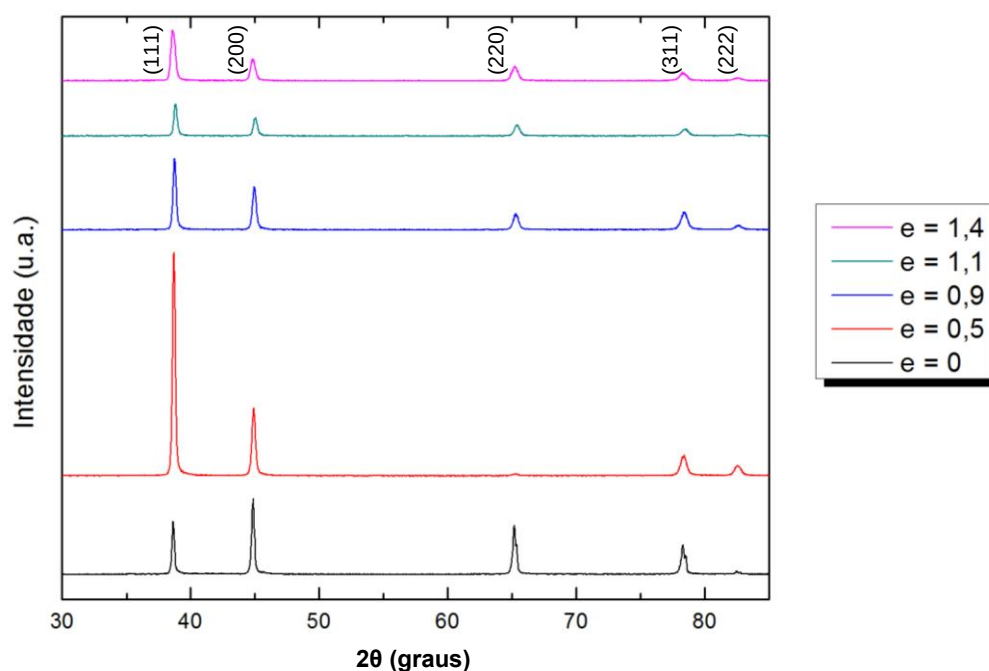
De um modo geral, como foi discutido anteriormente, a presença tanto de zonas GP, como da fase metaestável η' , conduzem a um aumento na resistência mecânica durante a deformação plástica, por reduzirem o livre caminho médio das discordâncias. Na liga AA7050, em especial, o aumento na densidade de discordâncias reduz a ocorrência de eventos de aniquilação durante o seu deslizamento, suprimindo parcialmente a recuperação dinâmica durante a deformação plástica. Isto se reflete em aumento de resistência mecânica, concomitantemente com a ductilidade. Associando-se esses fenômenos com a deformação criogênica anterior ao envelhecimento natural, pode-se afirmar que uma população ainda maior de zonas GP e η' estarão presentes, intensificando esses efeitos.

4.8 DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX)

Foram conduzidas análises por DRX, tanto das amostras deformadas criogenicamente, como da amostra sem deformação, na seção longitudinal. Nesta

análise, as amostras encontravam-se envelhecidas naturalmente por tempos superiores à estabilização (acima de 1000 horas). A Figura 4.36 mostra os difratogramas obtidos para essas amostras.

Figura 4.36 – Difratogramas de DRX das amostras sem deformação e submetidas à laminação criogênica, com envelhecimento natural (acima de 1000 horas). Seção longitudinal.



Fonte: A autora.

Nos difratogramas da Figura 4.36 foram identificados picos de alumínio (α -Al). As partículas da fase MgZn_2 possuem dimensões da ordem de nanômetros, não sendo possível identificá-las por picos no difratograma. As demais fases, tais como Al_2CuMg , $\text{Al}_2\text{Zn}_3\text{Mg}_3$ e AlZnMgCu , também não apareceram no difratograma em função do tamanho de partícula pequeno e da baixa fração volumétrica. Nota-se que, conforme o grau de deformação, os picos variaram de intensidade. Para a amostra sem deformação ($\epsilon = 0$), o pico referente ao plano (200) foi o mais intenso. Além disso, observam-se dubletos em todos os picos, o que está relacionado com intensa recristalização. Isto é verdadeiro para a liga AA7050, pois como mostrado na Figura 3.1, sua microestrutura é composta de grãos finos e alguns grãos grosseiros, sendo estes últimos oriundos de uma recristalização secundária na laminação à quente (tratamento T7451).

Entretanto, para as demais amostras analisadas, o pico (111) foi o mais intenso, principalmente para a amostra com $\epsilon = 0,5$. A liga AA7050 possui estrutura

do tipo CFC, então durante a deformação plástica as discordâncias deslizam sobre os planos de máxima densidade atômica, pertencentes à família {111}. Isto indica que para este grau de deformação, provavelmente esses planos tenham sido os mais solicitados, de forma que as subestruturas formadas também possuem planos (111), intensificando o sinal obtido na difração. Em outras palavras, a subdivisão dos grãos no grau mais baixo de deformação gerou textura cristalográfica pela rotação de grãos na direção da laminação, ou seja, na direção [110] (textura em chapa). Em contrapartida, a intensidade do plano (220) foi bastante reduzida, indicando que possam ter ocorrido rotações dos cristais anteriormente orientados nessa direção, para a direção [110], intensificando o plano (111). Considerando-se que a microestrutura inicial da liga AA7050 possui uma distribuição bimodal de tamanho de grão, no grau mais baixo de deformação, os grãos mais grosseiros foram mais solicitados do que os mais finos, por serem menos resistentes, facilitando os deslizamentos de discordâncias em planos e direções específicas, obtendo-se a textura cristalográfica.

Para maiores graus de deformação, observa-se uma tendência semelhante, apenas com a redução da intensidade do pico (111) e um aumento da intensidade do pico (200). Provavelmente, para maiores graus de redução, houve deformação mais intensa dos grãos mais finos, ao invés dos grãos mais grosseiros presentes na microestrutura inicial da liga AA7050 (ver Figura 3.1). A técnica de DRX é útil para determinação qualitativa de textura cristalográfica, porém milhares de grãos são analisados simultaneamente. Para confirmar e quantificar a textura obtida nestas amostras a técnica de difração de elétrons retroespalhados associada à MEV seria mais adequada, permitindo a identificação individual de orientação dos grãos.

5 CONCLUSÕES

As principais conclusões deste trabalho são:

- 1) A caracterização microestrutural revelou um refino de grão, o qual foi mais intenso para maiores graus de redução na laminação criogênica. Além disso, notou-se um alongamento dos grãos na direção de laminação;
- 2) O estudo da cinética de envelhecimento natural indicou a formação de zonas GP nas primeiras 10 horas de envelhecimento natural, pois a dureza do material sem deformação aumentou em 30% neste período. O expoente de Avrami obtido foi igual a 0,828, indicando que a precipitação ocorre em discordâncias nos primórdios do envelhecimento natural.
- 3) A dureza do material processado atingiu um valor cerca de 80% maior após 1000 horas do que o material inicial sem envelhecimento. Independentemente do grau de deformação, todas as amostras convergiram para um valor próximo de dureza em 1000 horas. Notou-se, também, que para os dois maiores graus de redução ($\epsilon = 1,1$ e $\epsilon = 1,4$), houve uma competição entre a recuperação estática e a precipitação, nas 10 horas iniciais de envelhecimento natural;
- 4) Para maiores graus de deformação na laminação criogênica, maior foi a resistência mecânica atingida. Os resultados também indicam que para maiores graus de deformação ($\epsilon = 1,1$ e $\epsilon = 1,4$) o envelhecimento natural não afetou as propriedades mecânicas sob tração significativamente. Por outro lado, para menores graus de redução, o aumento da resistência mecânica foi mais significativo. Para a amostra inicial, o limite de escoamento aumentou em 153% com 1000 horas de envelhecimento natural. A amostra com $\epsilon = 0,5$ e 1000 horas de envelhecimento apresentou um limite de escoamento 323% maior do que o material inicial solubilizado. Além disso, dentre todas as condições estudadas, esta obteve o maior alongamento total (15%). Dessa forma, esta combinação de deformação criogênica e tempo de envelhecimento natural ($\epsilon = 0,5$ e 1000 horas) são consideradas as melhores, pois houve aumento simultâneo de resistência e ductilidade.

5) Em relação ao material na condição encontrada comercialmente (T7451), a amostra submetida à laminação criogênica ($\epsilon = 0,5$) e envelhecimento natural (1000 horas) apresentou maior limite de escoamento. Já a amostra laminada a frio ($\epsilon = 0,5$) sem envelhecimento natural, apresentou um limite de escoamento 10% menor do que a amostra laminada criogenicamente e, também, um alongamento menor. De um modo geral, a laminação criogênica mostrou-se vantajosa para aumentar simultaneamente a resistência e a ductilidade, em função da fina dispersão de partículas de segunda fase e do refino de grão, suprimindo parcialmente a recuperação dinâmica.

6) A análise das superfícies de fratura revelou que a fratura é tipicamente dúctil, devido à presença de numerosos “*dimples*” formados ao redor das partículas e dos aglomerados de partículas. Além disso, constatou-se pela análise por EDS que as prováveis partículas são da fase insolúvel $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ e das fases $\text{Al}_2\text{Zn}_3\text{Mg}_3$, AlZnMgCu e Al_2CuMg . A fase MgZn_2 , apesar de estar presente em maior fração volumétrica, possui dimensões na ordem de nanômetros, não sendo visualizadas na superfície de fratura.

7) Na extração de precipitados não foi possível determinar a fração volumétrica, apenas fazer uma análise qualitativa dos precipitados presentes, confirmando o que já havia sido observado nas análises por EDS das superfícies de fratura.

8) Nas análises térmicas por DSC confirmou-se que ocorre a formação de zonas GP e da fase metaestável η' no envelhecimento natural, concordando com a literatura. Além disso, a deformação plástica promove alterações na forma da curva de DSC, indicando um aumento na quantidade de sítios para nucleação dessas fases.

9) As difrações de raios X indicaram textura cristalográfica na direção [110] para a amostra com menor grau de deformação, pois o pico (111) intensificou-se em relação às demais. Isto foi associado com a direção de laminação e à distribuição bimodal de tamanho de grão do material inicial.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- a) Comparar as variações de propriedades mecânicas obtidas entre a laminação a frio e a laminação criogênica, seguidas de envelhecimento natural;
- b) Estudar a influência de diferentes tratamentos de solubilização no posterior envelhecimento natural, tais como tratamentos multi-etapas;
- c) Após a laminação criogênica submeter a liga ao envelhecimento artificial em diferentes temperaturas e, com os dados obtidos de fração transformada, construir um diagrama TTT;
- d) Estudar a recuperação e recristalização das amostras laminadas criogenicamente e envelhecidas naturalmente.

REFERÊNCIAS

- 1 ASM Metals Handbook. **Properties and Selection Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**. v. 2. ASM International Handbook Committee, 2004.
- 2 FAN, X. *et al.* **The Microstructural Evolution of an Al-Zn-Mg-Cu Alloy During Homogeneization**. Materials Letters 60, p.1475-1479, 2006.
- 3 LI, X. M.; STARINK, M. J. **Effect of Compositional Variations on Characteristics of Coarse Intermetallic Particles in Overaged 7000 Aluminum Alloys**. Materials Science and Technology. v. 17(11), p. 1324-1328, 2001.
- 4 KAMP, N.; SINCLAIR, I.; STARINK, M. J. **Toughness-Strenght Relations in the Overaged 7449 Al-Based Alloy**. Metallurgical and Materials Transactions. A, Physical Metallurgy and Materials Science. v. 33A, p. 1125-1136, 2002.
- 5 SVERDLIN, A. Introduction to Aluminum. In: TOTTEN, G. E.; MACKENZIE, D. S. **Handbook of Aluminum**: Physical Metallurgy and Process. v. 1. New York: Marcel Dekker, 2003. p. 1-32.
- 6 VOORT, G. F. V. Atlas of Aluminum Microstructures. In: TOTTEN, G. E.; MACKENZIE, D. S. **Handbook of Aluminum**: Physical Metallurgy and Process. v. 1. New York: Marcel Dekker, 2003. p. 55-156.
- 7 SAE AMS 4050G – 7050-T7451 – Aerospace Material Specification.
- 8 ASM Metals Handbook. **Metallography and Microstructures**. v. 9. ASM International Handbook Committee, 2004. p. 711-751.
- 9 _____. **Heat Treating**. v. 4. ASM International Handbook Committee, 2004. p. 1861-1960.
- 10 KATGERMAN, L.; ESKIN, D. Hardening, Annealing, and Aging. In: TOTTEN, G. E.; MACKENZIE, D. S. **Handbook of Aluminum**: Physical Metallurgy and Process. v. 1. New York: Marcel Dekker, 2003. p. 259-304.
- 11 BERG, L. K. *et al.* **GP-zones in Al-Zn-Mg Alloys and their Role in Artificial Aging**. Acta Materialia. v. 49. p. 3443-3451, 2001.
- 12 MUKHOPADHYAY, A. K.; PRASAD, K. S. **Formation of Plate-Shaped Guinier-Preston Zones During Natural Ageing of an Al-Zn-Mg-Cu-Zr Alloy**. Philosophical Magazine Letters. v. 91. n. 3. p. 214-222, 2011.

- 13 LÖFFLER, H.; KOVÁCS, I.; LENDVAI, J. **Decomposition Process in Al-Zn-Mg Alloys**. Journal of Materials Science. v. 18, p. 2215-2216, 1983.
- 14 JIANG, X. J. *et al.* **Differential Scanning Calorimetry and Electron Diffraction Investigation on Low-Temperature Aging in Al-Zn-Mg Alloy**. Metallurgical and Materials Transactions. A, Physical Metallurgy and Materials Science. v. 31, p. 339-348, 2000.
- 15 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO. **Guia Técnico do Alumínio: Tratamento Térmico**. v. 6. 1ª ed. São Paulo: ABAL, 2003.
- 16 PADILHA, A. F. **Materiais de Engenharia: Microestrutura e Propriedades**. Curitiba: Editora Hemus, 2000.
- 17 MEYERS, M.; CHAWLA, K. **Mechanical Behavior of Materials**, 2ª ed., New York: Cambridge University Press, 2009. p. 558-593.
- 18 CAHN, R. W.; HAANSEN, P. **Physical Metallurgy**. v. 1, 4ª ed. Amsterdam: North-Holland, 1996.
- 19 SMALLMAN, R. E.; BISHOP, R. J. **Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering**. 6ª ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 1999.
- 20 GARCIA, A. **Solidificação: Fundamentos e Aplicações**. 2ª ed. Campinas: Unicamp, 2007.
- 21 RIOS, P. R.; PADILHA, A. F. **Transformações de Fase**. São Paulo: Artliber Editora Ltda, 2007.
- 22 HAN, N. M. *et al.* **Effect of Solution Treatment on the Strength and Fracture Toughness of Aluminum Alloy 7050**. Journal of Alloys and Compounds, n. 509, p. 4138-4145, 2011.
- 23 XU, D. K. *et al.* **Effect of Solution Treatment on the Corrosion Behavior of Aluminum Alloy AA7150: Optimization for Corrosion Resistance**. Corrosion Science, n. 53. p. 217-225, 2011.
- 24 DENG, Y. *et al.* **Evolution of Microstructures and Textures of 7050 Al Alloy Hot-Rolled Plate During Stage Solution-Heat Treatments**. Journal of Alloys and Compounds, n. 498. p. 88-94, 2010.
- 25 TODA, H. *et al.* **Influence of High-Temperature Solution Treatments on Mechanical Properties of an Al-Si-Cu Aluminum Alloy**. Acta Materialia, n. 58. p. 2014-2025, 2010.

- 26 DESCHAMPS, A; BRÉCHET, Y. **Influence of Quench and Heating Rates on the Ageing Response of Al-Zn-Mg-(Zr) Alloy.** Materials Science and Engineering A, n. 251, p. 200-207, 1998.
- 27 ESMAEILI, S.; LLOYD, D. J.; POOLE, W. J. **Effect of Natural Ageing on the Resistivity Evolution During Artificial Ageing of the Aluminum Alloy AA6111.** Materials Letters, v. 59. p. 575-577, 2005.
- 28 PADILHA, A. F.; SICILIANO Jr., F. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de grão e Textura.** São Paulo: ABM, 1996.
- 29 HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and Related Annealing Phenomena.** Oxford: Pergamon, 1995.
- 30 KUHLMANN-WILSDORF, D. **Questions You Always Wanted (or Should Have Wanted) To Ask About Workhardening.** Materials Research Innovation. n.1, p. 265-297, 1998.
- 31 SANDIM, H. R. Z. **Heterogeneidades de Deformação: uma visão microscópica.** In: II Workshop sobre textura e relações de orientação, 2003. Anais do II Workshop sobre textura e relações de orientação. São Paulo: EDUSP, 2003. CD-ROM.
- 32 KESTENBACH, H. J. **Estudos de Textura no Microscópio Eletrônico de Transmissão.** In: II Workshop sobre textura e relações de orientação, 2003. Anais do II Workshop sobre textura e relações de orientação. São Paulo: EDUSP, 2003. CD-ROM.
- 33 VALIEV, R. Z. **Paradoxes of Severe Plastic Deformation.** Advanced Engineering Materials. v. 5, n. 5, p. 296-300, 2003.
- 34 PETRYK, H.; STUPKIEWICZ, S. **A Quantitative Model of Grain Refinement and Strain Hardening During Severe Plastic Deformation.** Materials Science and Engineering A. n. 444, p. 214-219, 2007.
- 35 CHINH, N. Q. *et al.* **Plastic Behavior of Face-Centered Cubic Metals Over a Wide Range of Strain.** Acta Materialia. v. 58. p. 5015-5021, 2010.
- 36 BOWEN, J. R.; PRANGNELL, P. B.; HUMPHREYS, F. J. **Microstructural Evolution During Formation of Ultrafine Grain Structures by Severe Deformation.** Materials Science and Technology. v. 16, p. 1246-1250, 2000.
- 37 HAYES, J. S.; KEYTE, R.; PRANGNELL, P. B. **Effect of Grain Size on Tensile Behaviour of a Submicron Grained Al-3wt%Mg Alloy Produced by Severe Deformation.** Materials Science and Technology, v. 16, p. 1259-1264, 2000.

- 38 PRANGNELL, P. B.; BOWEN, J. R.; APPS, P. J. **Ultra-fine Grain Structures in Aluminum Alloys by Severe Deformation Process**. Materials Science and Engineering A, n. 375-377, p. 178-185, 2004.
- 39 TOROGHINEJAD, M. R.; ASHRAFIZADEH, F.; JAMAATI, R. **On the Use of Accumulative Roll-Bonding Process To Developed Nanostructured Aluminum Alloy 5083**. Materials Science and Engineering A. vol. 561, p. 145-151, 2013.
- 40 SU, L. *et al.* **Ultrafine Grained AA1050/AA6061 Composite Produced by Accumulative Roll Bonding**. Materials Science and Engineering A. vol. 559, p. 345-351, 2013.
- 41 SARAVANAN, M. *et al.* **Equal Channel Angular Pressing of Pure Aluminum – An Analysis**. Bulletin of Materials Science. vol. 29, n. 7, p. 679-684, 2006.
- 42 GHOLINIA, A.; HUMPREYS, F. J.; PRANGNELL, P. B. **Processing to Ultrafine Grain Structures by Conventional Routes**. Materials Science and Technology. v. 16, p. 1251-1255, 2000.
- 43 VALIEV, R. Z.; LANGDON, T. G. **Principles of Equal-Channel Angular Pressing as a Tool of Grain Refinement**. Progress in Materials Science. vol. 51, p. 881-981, 2006.
- 44 ERB, U. *et al.* **Synthesis, Structure and Properties of Electroplated Materials**. Nanostructured Materials. v. 2, n. 4, p. 389-390, 1993.
- 45 KOCH, C. C.; CHO, Y. S. **Nanocrystals by High Energy Ball Milling**. Nanostructured Materials. v. 1, n. 3, p. 207-212, 1992.
- 46 ASM Metals Handbook. **Forming and Forging**. v. 14. ASM International Handbook Committee, 2004.
- 47 DIETER, G. E. **Mechanical Metallurgy** (SI Metric Edition). 3^a ed. Nova York: McGraw-Hill Companie, 1988.
- 48 BRESCIANI Filho, E.; ZAVAGLIA, C. A. C.; BUTTON, S. T.; GOMES, E.; NERY F. A. C. **Conformação Plástica dos Metais**. 5^a ed. Campinas: Editora da Unicamp, 1997.
- 49 KON'KOVA, T. N.; MIRONOV, S. Y.; KORZNIKOV, A. V. **Severe Cryogenic Deformation of Copper**. The Physics of Metals and Metallography. v. 109, n. 2, p. 171-176, 2010.

- 50 KON'KOVA, T. N.; MIRONOV, S. Y.; KORZNIKOV, A. V. **Refining of Grains in Copper by Means of Cryogenic Deformation.** Metal Science and Heat Treatment. v. 53, n. 1-2, p. 95-100, 2011.
- 51 WANG, Y.; JIAO, T.; MA, E. **Dynamic Process for Nanosctructure Development in Cu after Severe Cryogenic Rolling Deformation.** Materials Transactions. v. 44, n. 10, p. 1226-1234, 2003.
- 52 BRANDAO, L. *et al.* **Development of High Strength Pure Copper Wires by Cryogenic Deformation for Magnet Applications.** IEEE Transactions on Applied Superconductivity. v.10, n.1, p. 1284-1286, 2000.
- 53 ZHANG, K.; WEERTMAN, J. R. **Microstructural Changes Produced by Fatigue in High-Purity Copper Severely Deformed by Cryogenic Rolling.** Metallurgical and Materials Transactions A. v. 40A, p. 255-263, 2006.
- 54 XIAO, G. H.; TAO, N. R.; LU, K. **Microstructures and Mechanical Properties of a Cu-Zn Alloy Subject to Cryogenic Dynamic Plastic Deformation.** Materials Science and Engineering A. v. 513-514, p. 13-21, 2009.
- 55 DAS, J. **Evolution of Nanostructure in α -Brass Upon Cryorolling.** Materials Science and Engineering A. v. 530, p. 675-679, 2010.
- 56 MARKUSHEV, M. V. *et al.* **Microstructure and Properties of an Aluminum D16 Alloy Subject to Cryogenic Rolling.** Russian Metalurgy (Metally). v. 2011, n. 4, p. 364-369, 2011.
- 57 SHANMUGASUNDARAM, T.; MURTY, B. S.; SARMA, V. S. **Development of Ultrafine Grained High Strength Al-Cu Alloy by Cryorolling.** Scripta Materialia. v. 54, p. 2013-2017, 2006.
- 58 PANIGRAHI, S. K.; JAYAGATHAN, R. **Effect of Ageing on Microstructure and Mechanical Properties of Bulk, Cryorolled, and Room Temperature Rolled Al 7075 Alloy.** Journal of Alloys and Compounds, v. 509, p. 9609-9616, 2011.
- 59 PANIGRAHI, S. K.; JAYAGATHAN, R. **Effect of Annealing on Precipitation, Microstructural Stability, and Mechanical Properties of Cryorolled Al 6063 Alloy.** Journal of Materials Science. v. 45, p. 5624-5636, 2010.
- 60 GANG, U. G.; LEE, S. H.; NAM, W. J. **The Evolution of Microstructure and Mechanical Properties of a 5052 Aluminum Alloy by the Application of Cryogenic Rolling and Warm Rolling.** Materials Transactions. v. 50, n. 1, p. 82-86, 2009.

- 61 SONG, H. R.; KIM, Y. S.; NAM, W. J. **Mechanical Properties of Ultrafine Grained 5052 Al Alloy Produced by Accumulative Roll Bonding and Cryogenic Rolling.** Metals and Materials International. v. 12, n. 1, p. 7-12, 2006.
- 62 ZHANG, Y. *et al.* **Deformation Mechanism of NiTi Shape Memory Alloy Subject to Severe Plastic Deformation at Low Temperature.** Materials Science and Engineering A., v. 559, p. 607-614, 2013.
- 63 ZHEREBTSOV, S. V. *et al.* **Formation of Nanostructure in Commercial-Purity Titanium via Cryorolling.** Acta Materialia, v. 61, n. 4, p. 1167-1178, 2013.
- 64 FOMENKO, L. S. *et al.* **Micromechanical Properties of Nanocrystalline Titanium Obtained by Cryorolling.** Low Temperature Physics. v. 36, n. 7, p. 645-652, 2010.
- 65 CHUN, Y. B. *et al.* **Combined Effects of Grain Size and Recrystallization on the Tensile Properties of Cryorolled Pure Vanadium.** Materials Science and Engineering A. v. 508, p. 253-258, 2009.
- 66 BEHJATI, P.; NAJAFIZADEH, A.; KERMANPUR, A. **Microstructural Investigation on Strengthening Mechanisms of AISI 304L Austenitic Stainless Steel During Cryogenic Deformation.** Materials Science and Technology. v. 27, n. 12, p. 1828-1832, 2011.
- 67 WANG, T. S. *et al.* **Microstructure of 1Cr18Ni9Ti Stainless Steel by Cryogenic Compression Deformation and Annealing.** Materials Science and Engineering A. v. 407, p. 84-88, 2005.
- 68 KANG, U. G. *et al.* **The Improvement of Strength and Ductility in Ultra-fine Grained 5052 Al Alloy by Cryogenic- and Warm-Rolling.** Journal of Materials Science. v. 45, p. 4739-4744, 2010.
- 69 PANIGRAHI, S. K.; JAYAGATHAN, R. **A Study on the Combined Treatment of Cryorolling, Short-Annealing, and Aging for the Development of Ultrafine-Grained Al 6063 Alloy with Enhanced Strength and Ductility.** Metallurgical and Materials Transactions A, v. 41A, p. 2675-2690, 2010.
- 70 ZHAO, Y. H. *et al.* **Simultaneously Increasing the Ductility and Strength of Nanostructured Alloys.** Advanced Materials. v. 18, p. 2280-2283, 2006.
- 71 ZHAO, W. S. *et al.* **High Density Nano-Scale Twins in Cu induced by Dynamic Plastic Deformation.** Scripta Materialia. v. 53, p. 745-749, 2005.

72 SARMA, V. S. *et al.* **Role of Stacking Fault Energy in Strengthening Due to Cryo-Deformation of FCC Metals.** Materials Science and Engineering A. v. 527, p. 7624-7630, 2010.

73 ASTM International. **ASTM E 08M-04 - Standard Test Methods For Tension Testing of Metallic Materials (Metric).** USA, 2004.

74 PORTER, D. A.; EASTERLING, K. E.; SHERIF, M. Y. **Phase Transformations in Metals and Alloys.** 3^a ed. EUA: CRC Press, 2009.

75 LI, X. M.; STARINK, M. J. **DSC Study on Phase Transitions and Their Correlation with Properties of Overaged Al-Zn-Mg-Cu Alloys.** Journal of Materials Engineering and Performance. v. 21, n. 6, p. 977-984, 2012.

76 GAO, N. *et al.* **Evolution of Microstructure and Precipitation in Heat-Treatable Aluminum Alloy During ECA Pressing and Subsequent Heat Treatment.** Materials Science Forum. n. 503-504, p. 275-280, 2006.