

Universidade Estadual de Ponta Grossa
Setor de Ciências Agrárias e de Tecnologia
Pós Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais

Luis Otavio Ribas de Lima

Estudo sobre o tratamento térmico de envelhecimento interrompido T6I4-65 e influência na propagação de trinca por fadiga em uma liga de alumínio AA7050

Ponta Grossa
Junho, 2014

Luis Otavio Ribas de Lima

Estudo sobre o tratamento térmico de envelhecimento interrompido T6I4-65 e influência na propagação de trinca por fadiga em uma liga de alumínio AA7050

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 Metálicos.

Orientador: Prof. Dr. André Luís Moreira de Carvalho.

Ponta Grossa
Junho, 2014

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

L732 Lima, Luis Otavio Ribas de
Estudo sobre o tratamento térmico de
envelhecimento interrompido T6I4-65 e
influência na propagação de trinca por
fadiga em uma liga de alumínio AA7050/
Luis Otavio Ribas de Lima. Ponta Grossa,
2014.
97

Dissertação (Mestrado em Engenharia e
Ciência de Materiais - Área de
Concentração: Desenvolvimento e
Caracterização de Materiais), Universidade
Estadual de Ponta Grossa.

Orientador: Prof. Dr. André Luís
Moreira de Carvalho.

1.Ligas de alumínio - tratamento
térmico de envelhecimento. 2.Ligas
aeronáuticas. 3.Alumínio AA7050.
4.Propagação de trinca por fadiga.
I.Carvalho, André Luís Moreira de. II.
Universidade Estadual de Ponta Grossa.
Mestrado em Engenharia e Ciência de

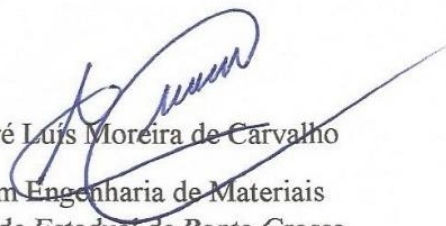
CDD: 669.72

Luis Otavio Ribas de Lima

Estudo sobre o tratamento térmico de envelhecimento interrompido T6I4-65 e influência na propagação de trinca por fadiga em uma liga de alumínio AA7050

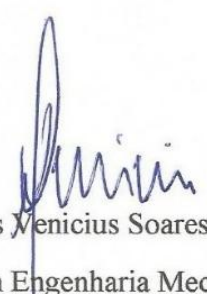
Dissertação apresentada para obtenção do grau de Mestre no Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, da Universidade Estadual de Ponta Grossa. Área de concentração: Desenvolvimento e Caracterização de Materiais.

Ponta Grossa, 18 de junho de 2014



Prof. André Luís Moreira de Carvalho

Doutor em Engenharia de Materiais
Universidade Estadual de Ponta Grossa



Prof. Marcos Venicius Soares Pereira

Doutor em Engenharia Mecânica
Pontífice Universidade Católica do Rio de Janeiro



Prof. Osvaldo Mitsuyuki Cintho

Doutor em Engenharia Metalúrgica
Universidade Estadual de Ponta Grossa

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. André Luís Moreira de Carvalho pela orientação, pela oportunidade e pelo conhecimento adquirido.

Aos Prof. Selauc Vurobi Jr. e Prof. Márcio Ferreira Húpalo pela amizade, apoio moral e auxílio técnico e teórico.

Ao Prof. Ivanir Luiz de Oliveira pelas análises químicas realizadas.

Aos colegas de pós-graduação pelo companheirismo, amizade e momentos de descontração.

A minha namorada Fernanda Nader da Silva e a minha família por todo apoio, carinho e compreensão.

A equipe de servidores e técnicos da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

A CAPES pelo auxílio financeiro.

Um homem sábio pode aprender
mais com uma pergunta tola do que um tolo
pode aprender com uma resposta sábia.
(Bruce Lee)

Resumo

Ligas de alumínio são o principal material de uso na indústria aeronáutica devido a suas propriedades como baixa densidade, alta resistência mecânica e a corrosão. Aeronaves comerciais utilizam ligas de alumínio em sua fuselagem, asas e na estrutura de suporte devido ao extenso conhecimento no projeto e produção de componentes em alumínio, e mais importante, as ligas de alumínio continuam a serem desenvolvidas, mantendo-se altamente competitivas. Ocorreu um grande avanço com o desenvolvimento das ligas tratáveis termicamente, que permitiram a otimização das propriedades mecânicas. Entre estas ligas tratáveis, destaca-se a família Al-Zn-Mg-Cu, conhecidas pela alta resistência mecânica, tenacidade e resistência a corrosão. O aperfeiçoamento destas ligas ocorre pela precipitação de partículas nanométricas de $MgZn_2$, conhecida como fase η . O objetivo deste trabalho foi obter um tratamento térmico interrompido T6I4-65 em uma liga de alumínio AA7050 com prioridade ao aumento de resistência à propagação de trinca por fadiga. Tratamentos interrompidos tem por objetivo otimizar o consumo de átomos de soluto durante os processos de nucleação e crescimento dos precipitados endurecedores na liga na forma de dispersão finamente dispersa. A condição T6I4-65 obtida foi analisada por meio de calorimetria diferencial de varredura, DSC, microscopia ótica e eletrônica de varredura e transmissão, ensaios mecânicos dureza, tração e propagação de trinca por fadiga. Este tratamento resultou em uma microestrutura com uma dispersão de finos precipitados de fase η' , cerca de 75% menores que os resultantes de tratamentos de uso corrente, T7451. Esta microestrutura promoveu a redução de até 24% na taxa de propagação de trinca por fadiga em comparação à resultante do tratamento T7451, mantendo grande ductilidade, até 17% de redução de área e limite de escoamento superior a 400MPa.

Palavras Chave: Alumínio AA7050, Ligas Aeronáuticas, Tratamento Térmico de Envelhecimento, T6I4-65, T7451, T6, Propagação de Trinca por Fadiga, Propriedades de Tração, DSC, Dureza, Fractografia, Microscopia Eletrônica de Varredura, Microscopia Eletrônica de Transmissão, Microscopia Ótica.

ABSTRACT

Aluminum alloys have been the primary material of choice for the aircraft due to their properties such as low density, high mechanical and corrosion resistance. Commercial aircraft apply aluminum alloys for the fuselage, wings and supporting structure due to the extensive knowledge in design and production of aluminum components, and most importantly, aluminum alloys continue to be developed, keeping it highly competitive. A great development happen with the heat-treatable alloys, which allow improvement of the mechanical properties. Among this alloys stand out the Al-Zn-Mg-Cu series, known for high strength, toughness and corrosion resistance. The improvement of those alloys occurs by the precipitation of nanometric particles MgZn_2 , called η phase. This study's aim was to promote an interrupted heat treatment T6I4-65 in an AA7050 aluminum alloy, with fatigue crack growth resistance as priority. Interrupted heat treatments' goal is optimizing the consumption of solute atoms during process of nucleation and growth of precipitates as a finely dispersion. The T6I4-65 condition obtained was analyzed by differential scanning calorimetry, DSC, optical and electronic microscopy, mechanical tests as hardness, tensile and fatigue crack growth. The T6I4-65 treatment results in a microstructure with a fine dispersion of precipitated phase η' , about 75% smaller than those resulting from in current use, T7451. This microstructure resulted in a reduction of up to 24% in fatigue crack growth rate compared to that resulting from T7451 treatment, keeping the ductility of 17% of area reduction and yield strength higher than 400MPa.

Key-words: Aluminum, AA7050, Aeronautical Alloy, Ageing Heat Treatment, T6I4-65, T7451, T6, Fatigue crack growth, Tensile Properties, DSC, Vickers Hardness, Scanning Electron Microscopy, Transmission Electron Microscopy, Optical Microscopy.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Propriedades físicas típicas para ligas AA7050.	20
Tabela 2	Principais fases presentes em ligas AA7050, sua classificação, composição química e estrutura cristalina.	23
Tabela 3	Elementos de liga presentes em ligas AA7050, sua composição nominal máxima e a temperatura de solubilização estimada para esta composição.	30
Tabela 4	Relação de reações esperadas para as amostras tratadas termicamente da liga AA7050 e a temperatura em que ocorrem.	43
Tabela 5	Composição encontrada na liga estudada e composição nominal da liga segundo <i>Aluminum Association</i> .	44
Tabela 6	Parâmetros de tempos e temperatura iniciais para os sete tratamentos analisados.	52
Tabela 7	Tamanhos de grão e distribuição dos tamanhos de grão para as microestruturas nas condições T7451, T6 e T6I4-65.	61
Tabela 8	Propriedades de tração para as três condições nas direções longitudinal e transversal a laminação.	74
Tabela 9	Taxa de propagação de trinca estável por fadiga para as condições analisadas, os parâmetros de Paris C e m para diferentes variações de intensidade de tensão aplicada ΔK .	77
Tabela 10	Distâncias médias entre estrias para as condições T7451, T6 e T6I4-65 analisadas, para intensidade de tensão aplicada ΔK de 15MPa $\sqrt{m}$.	90

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1.	Representação esquemática das possíveis relações de coerência entre matriz e partículas de segunda fase. Sendo (a) uma representação de coerência completa, (b) coerência contínua porém com restrição, (c) semicoerência e (d) incoerência.	22
Figura 2.2.	Representação esquemática do modelo de Orowan para a movimentação de discordâncias através de duas partículas.	26
Figura 2.3.	Representação esquemática de uma discordância cisalhando uma partícula. (a) posicionamento das partículas e da discordância antes e depois do cisalhamento. (b) Representação da discordância atravessando a partícula.	28
Figura 2.4.	Representação da concorrência entre os mecanismos de endurecimento de Orowan e cisalhamento de partículas. A linha tracejada mostra a curva resultante. O valor de r_c representa o raio crítico de uma partícula, quando ocorre a mudança de mecanismo preferencial.	29
Figura 2.5.	Representação esquemática comparando os tratamentos térmicos de envelhecimento T6 e T6I4.	33
Figura 2.6.	Representação esquemática do mecanismo de crescimento de trinca por fadiga.	35
Figura 2.7.	Figura 2.7. Representação esquemática dos possíveis modos de fratura microscópicas em fadiga. (a) Formação de estrias em material dúctil durante fratura transgranular. (b) Fratura transgranular por crescimento cíclico por cisalhamento. (c) Fratura com a presença de partículas de segunda fase.	35
Figura 2.8.	Representação de uma curva $\log da/dN$ por $\log \Delta K$.	37
Figura 2.9	Representação ilustrativa de uma superfície de fratura por fadiga, com estrias, cumes de rupturas e platôs.	40
Figura 2.10.	Esquema ilustrativo de um aparelho de DSC.	41
Figura 2.11.	Gráfico do aquecimento constante e possíveis curvas obtidas em DSC. Por convenção, reações exotérmicas ocorrem para cima.	42
Figura 3.1.	Corpos de prova para tração segundo norma ASTM E8M-01e2. Dimensões apresentadas em milímetros.	49
Figura 3.2.	Corpos de prova para propagação de trinca por fadiga segundo norma ASTM E 647 – 05. Dimensões apresentadas em milímetros.	50
Figura 3.3.	Representação esquemática da obtenção dos corpos de prova a partir do material recebido.	51

Figura 3.4.	Perfil da evolução de dureza Vickers para a condição T6 variando o tempo de tratamento térmico de envelhecimento em uma liga AA7050.	52
Figura 3.5.	Representação esquemática dos tratamentos térmicos de envelhecimento inicialmente analisados.	53
Figura 3.6.	Perfil da evolução de dureza Vickers para as amostras tratadas termicamente, variando o tempo da segunda etapa do tratamento térmico de envelhecimento.	54
Figura 4.1.	Análises térmicas por DSC para amostras na condição T6 com tempos de envelhecimento de 15, 30, 60, 120 e 240 minutos, além da amostra solubilizada e da amostra no tratamento T7451, (Reações exotérmicas para cima), juntamente com a tabela com a temperatura e a energia das reações visualizadas.	55
Figura 4.2.	Análises térmicas por DSC para amostras na condição T6I4-65 A com tempos envelhecimento de 30 minutos, 24 horas, 2 semanas, 2 meses, além das condições solubilizada e T7451, (Reações exotérmicas para cima), juntamente com a tabela com a temperatura e a energia das reações visualizadas.	56
Figura 4.3.	Análises térmicas por DSC para amostras na condição T6I4-65 B com tempos envelhecimento de 30 minutos, 24 horas, 2 semanas, 2 meses, além das condições solubilizada e T7451, (Reações exotérmicas para cima), juntamente com a tabela com a temperatura e a energia das reações visualizadas.	57
Figura 4.4.	Análises térmicas por DSC para amostras na condição T6I4-65 C com tempos de envelhecimento de 30 minutos, 24 horas, 2 semanas, 2 meses, além das condições solubilizada e T7451, (Reações exotérmicas para cima), juntamente com a tabela com a temperatura e a energia das reações visualizadas.	57
Figura 4.5.	Microestruturas de uma amostra da liga AA7050 das três direções seguindo o proposto na Figura 3.3 para amostra na condição T7451. Reagente: como descrito em material e métodos.	59
Figura 4.6.	Microestruturas de uma amostra da liga AA7050 das três direções seguindo o proposto na Figura 3.3 para amostra na condição T6. Reagente: como descrito em material e métodos.	59
Figura 4.7.	Microestruturas de uma amostra da liga AA7050 das três direções seguindo o proposto na Figura 3.3 para amostra na condição T6I4-65. Reagente: como descrito em material e métodos.	60
Figura 4.8.	Microestrutura por microscópio eletrônico de transmissão de uma amostra da liga AA7050 na condição T7451 em campo claro.	62
Figura 4.9.	Microestrutura por microscópio eletrônico de transmissão de uma amostra da liga AA7050 na condição T7451 em campo escuro.	63

Figura 4.10.	Microestrutura por microscópio eletrônico de transmissão de uma amostra da liga AA7050 na condição T7451 em campo escuro.	64
Figura 4.11.	Microestrutura por microscópio eletrônico de transmissão da amostra da liga AA7050 na condição T6 em campo claro.	65
Figura 4.12.	Microestrutura por microscópio eletrônico de transmissão da amostra da liga AA7050 na condição T6 em campo escuro.	65
Figura 4.13.	Micrografia de MET uma Microestrutura por microscópio eletrônico de transmissão da amostra da liga AA7050 na condição T6 em campo escuro.	66
Figura 4.14.	Microestrutura por microscópio eletrônico de transmissão da amostra da liga AA7050 na condição T6I4-65 em campo claro.	68
Figura 4.15.	Microestrutura por microscópio eletrônico de transmissão da amostra da liga AA7050 na condição T6I4-65 em campo claro.	68
Figura 4.16.	Microestrutura por microscópio eletrônico de transmissão da amostra da liga AA7050 na condição T6I4-65 em campo escuro.	69
Figura 4.17.	Microestrutura por microscópio eletrônico de transmissão da amostra da liga AA7050 na condição T6I4-65 com alta magnificação em campo escuro.	70
Figura 4.18.	Microestruturas por microscópio eletrônico de transmissão de uma amostra da liga AA7050 nas condições: (a) T7451, (b) T6 e (c) T6I4-65 para a mesma ampliação.	71
Figura 4.19.	Aumento de resistência teórico pela adição de partículas precipitadas no interior da matriz de alumínio segundo seu raio e a comparação das diferentes condições segundo o raio de suas partículas.	72
Figura 4.20.	Curvas reais obtidas através dos ensaios de tração para amostras nas condições T7451, T6 e T6I4-65 para as direções Longitudinal e Transversal à laminação.	73
Figura 4.21.	Propagação de trinca estável por (da/dN) versus ΔK na condição T7451, na orientação L-T na região de Paris.	75
Figura 4.22.	Propagação de trinca estável por (da/dN) versus ΔK na condição T6, na orientação L-T na região de Paris.	76
Figura 4.23.	Propagação de trinca estável por (da/dN) versus ΔK na condição T6I4-65, na orientação L-T na região de Paris.	76
Figura 4.24.	Propagação de trinca estável por (da/dN) versus ΔK na condição T6I4-65, na orientação S-T na região de Paris.	77
Figura 4.25.	Propagação de trinca por (da/dN) versus ΔK nas condições T7451 L-T, T6 L-T, T6I4-65 L-T e T6I4-65 S-T.	78

Figura 4.26.	Superfícies de fratura dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga nas condições T7451 (a), T6 (b) e T6I4-65 nas orientações L-T (c) e S-T (d) para intensidade de ΔK entre 5 e $10\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.	81
Figura 4.27.	Superfícies de fratura dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga nas condições T7451 (a), T6 (b) e T6I4-65 nas orientações L-T (c) e S-T (d) para intensidade de ΔK entre 10 e $15\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.	82
Figura 4.28.	Superfícies de fratura dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga nas condições T7451 (a), T6 (b) e T6I4-65 nas orientações L-T (c) e S-T (d) para intensidade de ΔK entre 15 e $20\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.	83
Figura 4.29.	Superfícies de fratura dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga nas condições T7451 (a), T6 (b) e T6I4-65 nas direções L-T (c) e S-T (d) para intensidade de ΔK entre 20 e $25\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.	84
Figura 4.30.	Superfícies de fratura dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga nas condições T7451 (a), T6 (b) e T6I4-65 nas orientação L-T (c) na região de propagação de trinca instável.	85
Figura 4.31.	Micrografia por MEV da superfície de fratura de um corpo de prova de propagação de trinca por fadiga na condição T7451, com destaque para as estrias de fadiga formadas durante a propagação de trinca estável. A trinca se propagou horizontalmente da esquerda para a direita.	86
Figura 4.32.	Micrografia por MEV da superfície de fratura de um corpo de prova de propagação de trinca por fadiga na condição T6, com destaque para as estrias de fadiga. A trinca se propagou horizontalmente da esquerda para a direita.	87
Figura 4.33.	Micrografia por MEV da superfície de fratura de um corpo de prova de propagação de trinca por fadiga na condição T6I4-65 L-T, com destaque para as estrias de fadiga. A trinca se propagou horizontalmente da esquerda para a direita.	88
Figura 4.34.	Micrografia por MEV da superfície de fratura de um corpo de prova de propagação de trinca por fadiga na condição T6I4-65 S-T, com destaque para as estrias de fadiga. As barras medem $0,5\mu\text{m}$. A trinca se propagou horizontalmente da esquerda para a direita.	89
Figura 4.35.	Comparação entre as estrias de fadiga resultantes para as condições (a) T7451, (b) T6, (c) T6I4-65 L-T e (d) T6I4-65 S-T. As barras nas figuras (a, b) medem $1\mu\text{m}$ e nas figuras (c, d) medem 500nm .	90

LISTA DE SIGLAS

ΔK	Varição de intensidade de tensão aplicada
AA	<i>Aluminum Association</i>
Al α	Matriz de alumínio
L	Orientação longitudinal a laminação
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
MET	Microscópio eletrônico de transmissão
T	Orientação transversal a laminação
S	Orientação da espessura
ZLP	Zona Livre de Precipitados
Zonas GP	Zonas Guinier Preston

SUMÁRIO

1	Introdução	15
1.1	Objetivos	18
2	Revisão Bibliográfica	19
2.1	Alumínio e Suas Ligas	19
2.1.1	Liga AA7050	20
2.2	Fases presentes na liga AA7050	21
2.2.1	Zonas Guinier Preston	23
2.2.2	Partículas η e η'	24
2.2.3	Partículas T e T'	25
2.2.4	Partículas S e S'	25
2.3	Mecanismos de endurecimento por precipitação e dispersão	26
2.4	Tratamento térmico de envelhecimento	29
2.4.1	Tratamento térmico de Solubilização	30
2.4.2	Têmpera	31
2.4.3	Envelhecimento Artificial	31
2.5	Propriedades mecânicas	33
2.5.1	Fadiga	33
2.5.2	Crescimento de trinca por Fadiga	36
2.6	Fratografia	39
2.7	Calorimetria diferencial de varredura	40
2.7.1	Análises de DSC em ligas AA7050	43
3.	Materiais e Métodos	44
3.1	Material	44
3.2	Procedimento Experimental	45
3.2.1	Tratamento Térmico de Solubilização e Têmpera	45
3.2.2	Tratamentos Térmicos de Envelhecimento	45
3.2.2.1	Tratamento térmico de envelhecimento T7451	45
3.2.2.2	Tratamento térmico de envelhecimento T6	46
3.2.2.3	Tratamento térmico de envelhecimento T6I4-65	46
3.2.3	Dureza Vickers	46
3.2.4	Calorimetria Diferencial de Varredura	47
3.2.5	Análise microestrutural por Microscopia Ótica	47

3.2.6	Análise microestrutural por Microscopia Eletrônica de Transmissão	48
3.2.7	Ensaio de tração	48
3.2.8	Ensaio de propagação de trinca por fadiga	49
3.2.9	Fratografia	50
3.2.10	Posicionamento dos corpos de prova	50
3.2.11	Determinação da duração das etapas dos tratamentos de envelhecimentos	51
4.	Resultados e Discussão	55
4.1	Análise térmica por DSC	55
4.2	Análise microestrutural por Microscopia	58
4.2.1	Análise microestrutural por Microscopia Ótica	58
4.2.2	Análise microestrutural por microscopia eletrônica de transmissão da condição T7451	61
4.2.3	Análise microestrutural por microscopia eletrônica de transmissão da condição T6	63
4.2.4	Análise microestrutural por microscopia eletrônica de transmissão da condição T6I4-65	66
4.2.5	Mecanismo de Orowan versus Mecanismo de Cisalhamento de Partículas	72
4.3	Determinação das propriedades mecânicas	73
4.3.1	Determinação das propriedades de tração	73
4.3.2	Determinação das propriedades relativas à propagação de trinca por fadiga	75
4.3.3	Fratografia	80
4.3.3.1	Propagação de trinca por fadiga estável	80
4.3.3.2	Propagação de trinca instável	84
4.3.3.3	Comparação entre as estrias de fadiga	85
5.	Conclusão	91
6.	Sugestões para trabalhos futuros	92
7.	Revisão Bibliográfica	93

1 INTRODUÇÃO

As ligas de alumínio são os materiais metálicos não ferrosos mais utilizados industrialmente. Suas propriedades como baixo peso específico, alta ductilidade e alta resistência a corrosão, destacam estas ligas das demais ligas metálicas, sendo utilizado em aplicações que variam de embalagens de alimentos e remédios a componentes automotivos e aeronáuticos.

Entre estas ligas de alumínio, as ligas da família 7xxx se destacam por sua alta resistência mecânica e a corrosão. A família 7xxx é composta por ligas a base de alumínio e zinco e com adições de outros elementos, tais como magnésio, cobre, cromo, titânio, zircônio entre outros. A adição destes elementos de liga resultam na formação de vários tipos de partículas de segunda fase nos interiores e contornos de grão da matriz de alumínio.

Estas partículas podem promover aumento de propriedades da liga, como resistência mecânica, dependendo de sua distribuição, tamanho e coerência. Parte destas partículas é insolúvel na matriz, que são resultado de reações durante a solidificação da liga, e permanecem estáveis mesmo em temperaturas elevadas, e outra porção destas partículas é solúvel e, ao atingir determinada temperatura, se dissolvem na matriz na forma de solução sólida, e que ao retornar a temperaturas abaixo desta temperatura de solubilização, voltam a nuclear e crescer novamente.

Sabendo disto, são aplicados tratamentos térmicos com o objetivo de solubilizar as partículas solúveis presentes, e em seguida, induzir sua precipitação de maneira desejada, aprimorando determinadas propriedades. A estes tratamentos é dado o nome de tratamento térmico de envelhecimento.

Existem inúmeros tipos de tratamentos térmicos de envelhecimento, classificados segundo seu objetivo e rota de processamento. Alguns destes tratamentos visam maximizar a resistência mecânica da liga, medida na forma de limite de escoamento e resistência a tração, outros tratamentos tem como objetivo aprimorar a resistência à corrosão ou à fadiga destas ligas.

Tratamentos térmicos de envelhecimento são realizados em três etapas, solubilização das partículas precipitadas, que consiste em aquecer a liga até temperaturas elevadas, suficientes para que as partículas solúveis se dissolvam na matriz na forma de solução sólida. A etapa seguinte é a têmpera, que consiste em resfriamento rápido desta microestrutura, obtendo uma solução supersaturada a temperatura ambiente. A partir desta solução sólida supersaturada, é

realizada a etapa de envelhecimento, cujo objetivo é controlar a nucleação e crescimento de partículas precipitadas. O envelhecimento pode ser realizado a temperatura ambiente ou em temperaturas elevadas, chamados envelhecimento natural e artificial, respectivamente.

As partículas finais, assim como as propriedades finais são dependentes da temperatura e da duração da etapa de envelhecimento. Visando a alteração das propriedades desejadas, a etapa de envelhecimento pode ser realizada em mais de uma temperatura diferente, com isto é possível otimizar a nucleação de determinadas fases e impedir a formação de outras fases não desejadas. Também é possível também aplicar diferentes etapas de envelhecimento sequenciais, intercalados por resfriamentos rápidos, levando a propriedades finais mais otimizadas e estabilizadas.

Tratamentos térmicos de envelhecimento interrompidos, com uma etapa em temperatura alta e a segunda com temperatura baixa e por períodos mais longos, aplicados em ligas das séries 2xxx e 6xxx por Buha et. al, [01], apresentaram melhora nos valores de resistência a fadiga e tenacidade. Isso está relacionado com o consumo total dos átomos de soluto na formação de partículas precipitadas, e com a estabilização destes precipitados, resultando em uma matriz mais rica em partículas, de menor tamanho e menos dispersa na matriz.

Em especial, a liga AA7050, composta por alumínio, zinco, cobre, magnésio e zircônio, é muito utilizada na indústria aeronáutica para aplicação estrutural, como exemplo, na construção da fuselagem de aviões. Esta liga tem suas propriedades mecânicas melhoradas pela formação de partículas de fase η e η' , sendo destas a fase η' a mais eficiente. O tratamento térmico de envelhecimento mais utilizado para esta liga é o T7451, realizado em duas etapas, que resultam em uma união de alta resistência mecânica, resistência a fadiga e a corrosão sob fadiga.

Para o presente estudo, é proposta a aplicação de um tratamento térmico de envelhecimento interrompido em uma liga AA7050. O tratamento térmico de envelhecimento escolhido é o tratamento T6I4-65, que se inicia com a aplicação do tratamento T6, em temperatura de 130°C, para promover a nucleação de zonas GP(2) e de precipitados η' até uma condição de subenvelhecimento e na sequência é aplicado o tratamento em temperatura de 65°C, para estabilizar estas partículas precipitadas de maneira a atingir alta resistência a fadiga e alta tenacidade a fratura. Os índices 65 indicam a temperatura de envelhecimento da segunda etapa em graus Celsius. Para obter os tempos para este tratamento térmico de envelhecimento foram produzidas amostras e analisadas através de dureza Vickers e análises térmicas de DSC.

E para avaliar a eficiência do tratamento final proposto, foram utilizados ensaios de tração, propagação de trinca por fadiga e análises microestruturais por microscopia ótica e eletrônica por transmissão, e de superfícies de fratura por microscopia eletrônica de varredura na liga na condição T6I4-65, e então comparados com amostras com o tratamento térmico T7451, de uso corrente na indústria aeronáutica e com o tratamento T6, que é um tratamento térmico clássico.

1.1 OBJETIVOS

Os objetivos deste trabalho foram:

- Aplicar o tratamento térmico de envelhecimento T6I4-65 em uma liga AA7050 e analisar as propriedades mecânicas finais obtidas;
- Verificar a presença de precipitados η' resultantes dos tratamentos térmicos aplicados, através da reação de estabilização desta fase, por meio de análises térmicas por DSC;
- Analisar a microestrutura final obtida pelos tratamentos térmicos aplicados, considerando a microestrutura dos grãos e a nanoestrutura das partículas.
- Quantificar as propriedades mecânicas de tração resultantes dos tratamentos térmicos de envelhecimento T6I4-65, T6 e T7451;
- Quantificar a resistência a propagação de trinca por fadiga resultante para os três tratamentos de envelhecimento analisados;
- Comparar as propriedades finais obtidas pelos tratamentos térmicos de acordo com a morfologia final dos precipitados formados.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 ALUMÍNIO E SUAS LIGAS

As ligas de alumínio são os materiais metálicos não ferroso de maior consumo no mundo, sendo indispensável no mundo industrial, estando presente na forma de componentes automobilísticos e aeronáuticos, embalagens de alimentos, transmissores de energia elétrica, ferramentas e em um grande grupo de bens duráveis. Isso ocorre devido às propriedades como alta resistência a corrosão, baixa densidade e alta resistência mecânica [02].

Alumínio é o terceiro elemento mais abundante na superfície sólida da terra. Em sua forma metálica possui coloração branco prateada e dentre suas propriedades destacam-se a baixa densidade, $2,7\text{g/cm}^3$, baixa resistividade elétrica, $2,68\mu\Omega\text{-cm}$, alta refletividade, 90%, e baixo ponto de fusão, $660,2^\circ\text{C}$ (propriedades para 99,99% de pureza e a 20°C). [02 - 04]

As ligas de alumínio são classificadas pela *Aluminum Association* por sua composição química, para ligas trabalhadas a classificação segue como:

- 1xxx: Alumínio de alta pureza, utilizado para condutores elétricos, capacitores e trocadores de calor;
- 2xxx: Alumínio-cobre, utilizado em componentes de suspensão e rodas para a indústria automobilística;
- 3xxx: Alumínio-mangânês, utilizado em latas de bebidas, utensílios domésticos e construção civil;
- 4xxx: Alumínio-silício, utilizado em componentes de motores de combustão, materiais para soldagem e brasagem;
- 5xxx: Alumínio-magnésio, utilizado em componentes de barcos e tanques para compostos químicos;
- 6xxx: Alumínio-magnésio-silício, utilizado em estruturas soldadas para construção civil;
- 7xxx: Alumínio-zinco, utilizado em componentes aeronáuticos e automobilísticos;
- 8xxx: Alumínio-lítio e alumínio-estanho, utilizado em aplicações diversas. [04, 05]

Para ligas fundidas, a classificação é muito semelhante, tendo a nomenclatura alterada para 3 dígitos e um decimal, como 1xx.x.

Ainda há a subclassificação das ligas em ligas tratáveis e ligas não tratáveis. As ligas tratáveis, das famílias 2xxx, 6xxx e 7xxx permitem modificação de suas propriedades através de uma sequência de tratamentos térmicos, como tratamentos de solubilização, têmpera e envelhecimento.

2.1.1 Liga AA7050

A série 7xxx é formada por ligas de alumínio-zinco, conhecidas por suas altas resistências mecânicas e tenacidade à fratura. Sua principal aplicação são componentes aeronáuticos. [02 - 06]

Em especial, a liga 7050 destaca se pela presença de magnésio, cobre e zircônio, além de zinco, em sua composição. O cobre é adicionado com a função de elevar a resistência química da liga e a adição de zinco, magnésio e zircônio é realizada para induzir a precipitação de partículas de segunda fase. A presença destas partículas precipitadas influencia as propriedades mecânicas e químicas finais da liga, e devido a possibilidade da alteração de sua morfologia e distribuição através de tratamentos térmicos, torna esta liga altamente versátil, possibilitando vários conjuntos de propriedades finais. [02 - 07]

Sua aplicação consiste em placas laminadas, perfis extrudados, e peças forjadas para componentes aeronáuticos e outras aplicações que requeiram grande resistência mecânica aliada a resistência à corrosão por esfoliação e corrosão em fadiga, alta resistência à fadiga e alta tenacidade. Algumas de suas propriedades físicas são listadas na Tabela 1. [02, 04, 06, 08 -10]

Tabela 1. Propriedades físicas típicas para ligas AA7050.

Propriedade	Valor Típico
Densidade	2,83g/cm ³
Temperatura líquidus	635°C
Temperatura Solidus	524°C
Calor específico ^a	860 J/kg.K
Coeficiente de expansão térmica ^a	23,5 µm/m.K
Condutividade térmica ^{a, b}	180 W/m.K
Resistividade elétrica ^{a, b}	36,7 mΩ.m

Fonte: 04, 10. ^a – propriedades a 20°C, ^b – propriedades típicas para a liga com tratamento térmico O.

Nas ligas da série 7xxx, também podem ser encontrados outros elementos presentes, como ferro, manganês e silício, consideradas como impurezas. Sua presença induz a formação de partículas primárias e constituintes durante a obtenção da liga, estas partículas não podem ser solubilizadas e reduzem as propriedades destas ligas.

2.2 FASES PRESENTES NA LIGA AA7050

A adição de átomos de outros elementos na liga AA7050 induz a formação de partículas de segunda fase dispersas na matriz. A atuação destas partículas alteram as propriedades da liga, como por exemplo, as partículas precipitadas podem alterar as propriedades mecânicas da liga pela atuação de mecanismos de endurecimento por precipitação.

Simplificadamente, estes métodos consistem em adicionar ou gerar partículas no interior da matriz dúctil, que interferem com a movimentação das discordâncias do material, aumentando a resistência mecânica.

O processo de envelhecimento de uma liga de alumínio segue as seguintes etapas: a partir de uma solução sólida supersaturada homogênea ocorre a formação de aglomerados de átomos de soluto, que atuam como precursores para a precipitação de fases metaestáveis e na sequência ocorre estabilização destas fases. Partículas precipitadas são solúveis na matriz e em geral são mais duras e resistentes que a matriz e podendo apresentar grau de semicoerência com a matriz.

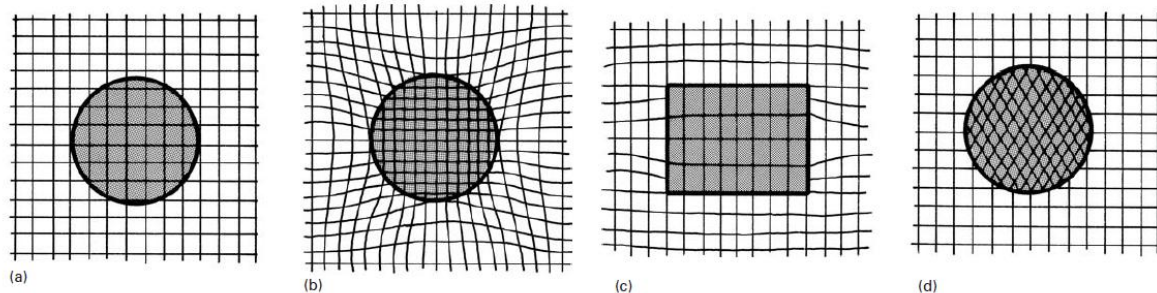
Para ocorrer o mecanismo de endurecimento por dispersão, partículas de segunda fase insolúveis, tipicamente incoerentes e de grande dureza são geradas ou adicionadas em uma matriz dúctil. A fração volumétrica destas partículas de endurecimento por dispersão é pequena, tipicamente menor a 3-4%. O objetivo é utilizar estas pequenas partículas duras para obstruírem o caminho de discordâncias e aumentar sua resistência sem alterar sua rigidez. [11].

O aumento de resistência é resultado da interação das partículas precipitadas com as discordâncias. Estas interações dependem principalmente das dimensões, formato, resistência, espaçamento, quantidade destas partículas e de sua interface com a matriz. Diferentes precipitados apresentam diferentes níveis de resistência a movimentação de discordâncias. [11, 12]

A natureza da interface precipitado-matriz gerada durante envelhecimento pode ser coerente, semicoerente ou incoerente. Coerência significa que existem ligações químicas entre os átomos do precipitado e os da matriz, semicoerência indica que existe algumas

correspondências nesta região de interface e incoerência significa que não há correspondência entre as redes cristalinas na região da interface. A Figura 2.1 apresenta as quatro possíveis coerências entre matriz e uma partícula de segunda fase.

Figura 2.1. Representação esquemática das possíveis relações de coerência entre matriz e partículas de segunda fase. Sendo (a) uma representação de coerência completa, (b) coerência contínua porém com restrição, (c) semicoerência e (d) incoerência.



Fonte: [11]

Partículas de segunda fase são classificadas de acordo com sua formação, coerência com a matriz e sua capacidade de dissolução. Baseado nisso, as classes de partículas de segunda fase são: partículas primárias, partículas constituintes, dispersóides e precipitados. [02 – 09]

Partículas primárias são formadas durante o início da solidificação da liga. As partículas mais comuns para as ligas de alumínio da família 7xxx são AlSi, Al₇Cr e Al₃Ti. Estas partículas possuem morfologia grosseira e atuam de maneira a reduzir a ductilidade da liga, então sua presença deve ser controlada.

Partículas constituintes são compostos intermetálicos formados principalmente com silício e ferro em reações eutéticas durante a solidificação da liga. São compostas, juntamente com alumínio ou outro elemento de liga como cobre e magnésio. Grande fração das partículas constituintes formadas na liga não pode ser dissolvida devido à baixa solubilidade de ferro e silício na matriz de alumínio, e mesmo as partículas que não apresentam ferro podem não solubilizar em ligas que possuem grande quantidade de elementos de liga, como a liga AA7050.

A quantidade dessas partículas presentes é reduzida pelo aumento da taxa de resfriamento durante a solidificação e redução da quantidade de ferro e silício na composição química. O diâmetro destas partículas depende das condições de solidificação da liga e de deformações plásticas, mas o tamanho típico varia entre 1 a 30µm. Estas partículas são incoerentes com a matriz e não contribuem para o aumento das propriedades mecânicas da liga, podendo reduzir seus valores de tenacidade. [02-09, 12]

Dispersóides são partículas de intermetálicos formadas entre alumínio com metais de transição como cromo, manganês e zircônio. A solubilidade e a difusividade destes elementos são muito baixas na matriz de alumínio, portanto as partículas formadas são muito pequenas, menores que $1\mu\text{m}$. O principal dispersóide encontrado na liga AA7050 é o intermetálico Al_3Zr . A função dos dispersóides é controlar a estrutura dos grãos e sua eficiência está relacionada com seu tamanho, partículas menores que $0,4\mu\text{m}$ podem retardar a recristalização descontínua ancorando sub contornos e prevenindo a coalescência destes sub contornos. Partículas de Al_3Zr tendem a ter alto grau de coerência com a matriz, tornando suas interfaces muito eficientes para a inibição da migração de contornos de grão. [08, 13, 14]

Precipitados são partículas intermetálicas compostas por elementos de liga com alta solubilidade na matriz alumínio, como cobre, magnésio e zinco. Estas partículas são dissolvidas na matriz quando é atingida a temperatura solvus e se formam novamente abaixo desta temperatura. Sendo assim, a morfologia destas partículas pode ser alterada por meio de tratamentos térmicos para que sua presença afete as propriedades da liga de maneira desejada.

As principais fases presentes em ligas AA7050 estão listadas na Tabela 2, juntamente com a classificação do tipo de partícula formada, composição química e estrutura cristalina.

Tabela 2. Principais fases presentes em ligas AA7050, sua classificação, composição química e estrutura cristalina.

Fase presente	Classificação	Composição química	Estrutura cristalina
Alumínio α	Matriz	Al	Cúbica de face centrada
AlSi	Partícula primária	AlSi	
Al_2CuMg	Constituinte	Al_2CuMg	Ortorrômbica
$\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$	Constituinte	$\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$	Tetragonal
Mg_2Si	Constituinte	Mg_2Si	Cúbica
Al_3Zr	Dispersóide	Al_3Zr	Tetragonal
η e η'	Precipitado	Mg_2Zn	Hexagonal
S e S'	Precipitado	Al_2CuMg	Ortorrômbica ou monoclínica
T e T'	Precipitado	$\text{Mg}_{32}(\text{Zn},\text{Al})_{49}$	Hexagonal ou Cúbica
GP(1)		Variável	
GP(2)		Variável	

Fonte: [02, 06, 10, 15]

2.2.1 Zonas Guinier Preston

As zonas Guinier Preston, zonas GP, são elementos microestruturais que podem ser encontrados em ligas de alumínio. Podem ser formados em componentes que passaram por

processos de envelhecimento natural ou por etapas de envelhecimento artificial abaixo de 180°C. Estas estruturas são caracterizadas como zonas coerentes com a matriz com pequena diferença de parâmetros de rede. Podem ser de dois tipos diferentes chamados GP (1) e GP (2). [16-18]

Zonas GP (1) são aglomerados de átomos de soluto de zinco e magnésio posicionados nos planos cristalinos $\{001\}_{Al}$. Estes acúmulos de átomos de soluto mantêm características cristalinas da matriz sem formarem compostos secundários. Foi determinado que para ligas da série 7xxx, zonas GP (1) são zonas coerentes, pequenas (entre 2 e 3,5nm) e com formato esférico, formadas em temperaturas a partir da temperatura ambiente até 140°C independente da maneira em que foi solubilizada. [16-18]

Zonas GP (2) são zonas ricas em zinco nos planos $\{111\}_{Al}$ que se formam durante envelhecimento acima de 70°C. Possuem morfologia de agulhas, e seu tamanho depende da temperatura e tempo do tratamento em que são formadas, mas tipicamente são mais finas e levemente mais compridas que as demais partículas precipitadas. [16-18]

Ambas as zonas agem como precursoras para partículas de fase η e T . [16-18]

2.2.2 Partículas η e η'

A fase η é estável a temperatura ambiente. Sua composição química é $MgZn_2$, sua estrutura cristalina é hexagonal, com parâmetros de rede $a=0,521nm$ e $c=0,860nm$ e é incoerente com a matriz de alumínio. A fase η' é sua precursora metaestável, com mesma composição química e estrutura cristalina, porém com parâmetros de rede $a=0,496nm$ e $c=0,702nm$ e é semicoerente com a matriz. Ambas possuem morfologia de plaquetas finas. [15, 19, 20]

Para ligas da família 7xxx, as partículas de η e η' são as partículas mais eficientes para promover aumento nas propriedades mecânicas. Sua formação e estabilização são o alvo de tratamentos térmicos de envelhecimento realizados nestas ligas.

A fase η pode possuir nove orientações diferentes em relação a matriz de alumínio, e também pode formar aglomerados de partículas, assumindo formato de blocos. As relações de orientações são descritas como η_1 a η_9 , mas as mais comuns são η_1 , com placas paralelas a $\{100\}_{Al}$, e η_2 , com placas paralelas a $\{111\}_{Al}$. [02, 16, 19, 21]

A formação de η segue uma sequência de reações: [16, 19]



Estas reações são favorecidas por uma alta razão entre zinco e magnésio presentes na matriz. Na liga AA7050 a razão Zn:Mg, em solução sólida supersaturada, varia entre 5:2 a 7:1, favorecendo a formação de η em relação às demais fases secundárias que possuem zinco ou magnésio em sua composição. [02, 16, 19, 21]

A reação de formação de η' e sua sequente estabilização em η são reações favoráveis, e ocorrem de maneira espontânea caso existam átomos de solução sólida. Sob aquecimento constante estas reações ocorrem de maneira quase instantânea em temperaturas chave, como por exemplo, em aquecimento de 10°C/min, a reação de estabilização de η' em η ocorre próximo a 220°C. [21, 22]

2.2.3 Partículas T e T'

A fase T é uma fase em equilíbrio, com estrutura cristalina cúbica simples, com parâmetros de rede a entre 1,416 e 1,429nm e composição química $Mg_{32}(Zn, Al)_{49}$ e é incoerente com a matriz de alumínio. T' é sua fase metaestável precursora, possui duas estruturas cristalinas, uma cúbica simples, com parâmetros de rede $a=1,42-1,44nm$ e outra hexagonal compacta, com parâmetros de rede $a=1,39nm$ e $c=2,75nm$, ambas semicoerentes com a matriz de alumínio. [02, 15, 19, 21]

A formação de T é favorecida por uma razão entre Zn:Mg próxima a 1,5:1. Na liga AA7050, sob aquecimento contínua, a formação de T ocorre em temperaturas acima de 250°C, após a formação de η , quando o zinco é consumido e sua razão com magnésio reduz. [02, 21]

2.2.4 Partículas S e S'

A fase S é uma fase em equilíbrio, com estrutura cristalina ortorrômbica, com parâmetros de rede $a=0,401nm$, $b=0,925nm$ e $c=0,715nm$ e composição química Al_2CuMg . A fase S' é sua precursora metaestável que possui estrutura cristalina ortorrômbica ou monoclinica. [02]

S e S' podem atuar de maneira a aumentar as propriedades mecânicas de liga de alumínio, e são as principais fases atuantes nas ligas da família 2xxx, mas em ligas da família 7xxx não apresentam grande importância. [02, 21]

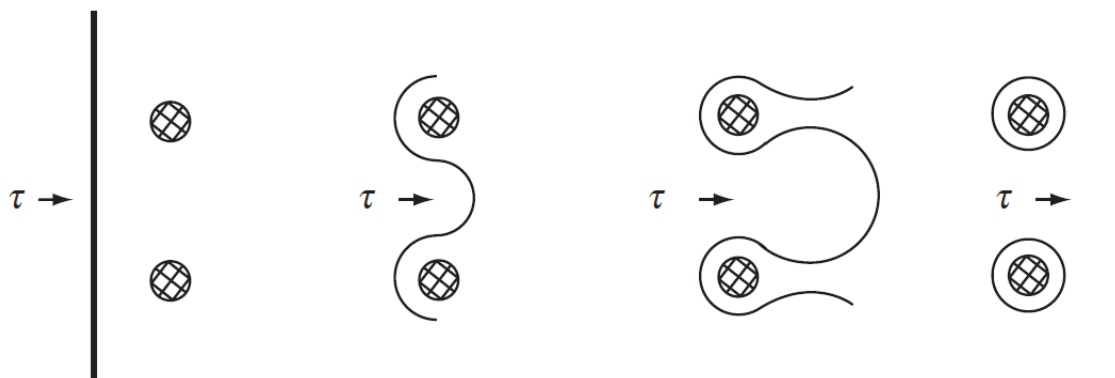
A formação de S é favorecida quando a quantidade de zinco dissolvida na matriz é inferior a de cobre. Em ligas AA7050, sob aquecimento contínuo, esta formação ocorre após a formação de η e de T, em temperaturas próximas a 270°C. [02, 21]

2.3 MECANISMOS DE ENDURECIMENTO POR PRECIPITAÇÃO E DISPERSÃO

Existem dois mecanismos principais que apontam a interação entre discordâncias e partículas. (1) as discordâncias contornam a partícula utilizando um plano de deslizamento, modelo de Orowan, e (2) as discordâncias atravessam a partícula, cortando-a utilizando um plano de deslizamento. A realização de um ou de outro depende da natureza da matriz, da partícula e da interface entre elas. [11]

1. Contorno de partículas ou mecanismo de Orowan: ocorre quando partículas de segunda fase incoerentes estão posicionadas no plano de deslizamento de uma discordância e esta discordância não possui a capacidade de penetrar estas partículas. Para continuar seu movimento uma tensão adicional deve ser aplicada para que a discordância se expanda por entre as partículas. Caso isso ocorra, a discordância irá se curvar em um formato semicircular e então irá passar pelo intervalo entre as partículas. Este processo resulta em anéis de discordâncias ao redor das partículas. Este processo está representado na Figura 2.2. [11]

Figura 2.2. Representação esquemática do modelo de Orowan para a movimentação de discordâncias através de duas partículas.



Fonte: [11]

Esta tensão τ necessária para curvar uma discordância para um raio r é dada pela equação 1. Onde G é o módulo elástico de cisalhamento da matriz e b é o vetor de Burgers.

$$\tau \approx Gb/2r \quad (1)$$

Se for considerado x sendo a distância média entre partículas contidas no mesmo sistema de deslizamento, e que a discordância sob a tensão τ precisa se curvar em um raio de $0,5x$ para passar entre as partículas, temos a equação 2. [11]

$$\tau \approx Gb/x \quad (2)$$

Se a tensão necessária para que a partícula seja cisalhada for maior que Gb/x , então a discordância irá se curvar para passar pelas partículas em vez de cisalhar. Se não ocorrer cisalhamento de partículas, o limite de escoamento final para uma liga endurecida por partículas dispersas ou precipitadas incoerentes é dada pela equação 3. Onde τ_m é a tensão cisalhante crítica para escoamento da matriz caso não existam partículas. [11]

$$\tau = \tau_m + Gb/x \quad (3)$$

Existem mais versões com maior precisão da equação 3 que consideram o tamanho e espaçamento médio das partículas e propriedades da matriz, como seu coeficiente de Poisson, como a equação aprimorada por Ashby, apresentada na equação 4. [11]

$$\tau = \tau_m + \left[\frac{Gb}{2.38\pi(1-\nu)^{1/2}} \ln\left(\frac{r}{b}\right) \right] / x \quad (4)$$

2. Cisalhamento de partículas: ocorre quando uma discordância penetra em uma partícula coerente através de um plano de deslizamento, atravessando e cisalhando a partícula. Se a tensão necessária para deformar a matriz e cisalhar a partícula for menor que a necessária para desviá-la, a partícula será cisalhada. Isto é descrito pela equação 5. [11]

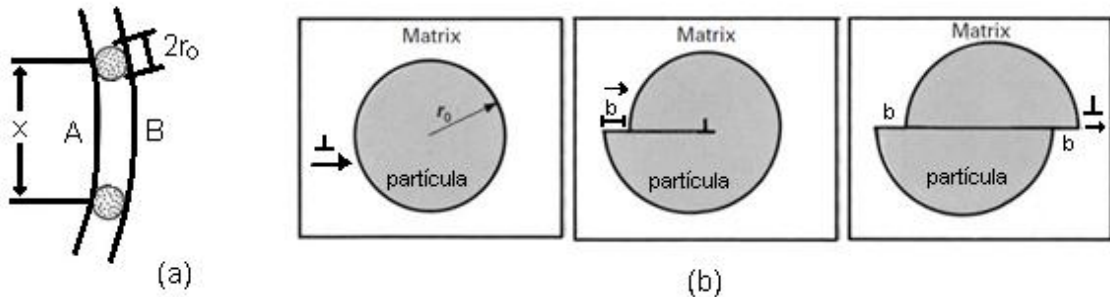
$$\tau < \tau_m + Gb/x \quad (5)$$

Mas este processo ainda depende da interface entre partícula e matriz. Para o caso de precipitados incoerentes na matriz de alumínio como partículas η ou T, que possuem dureza e resistência a cisalhamento maior que a matriz, o mecanismo preferencial será o de Orowan, porém para partículas que apresentam certa coerência, como partículas de η' , T ou de Al_3Zr , o cisalhamento de partículas pode ocorrer. [11]

Considerando o encontro entre uma discordância e uma partícula esférica e coerente, como representado na Figura 2.3 (a), localizada em um plano de deslizamento, com raio r_0 e espaçamento entre partículas x . A tensão cisalhante necessária para que a discordância atravesse a partícula do ponto A para o ponto B, visualizado na Figura 2.3(a), é descrito pela equação 6. Onde γ é a energia para criação das novas superfícies na partícula e b é o vetor de Burgers da matriz. Esta equação também pode ser descrita em função da fração volumétrica de partículas. [11]

$$\tau_{cisalhante} = \pi r_o \gamma / 2bx \quad (6)$$

Figura 2.3. Representação esquemática de uma discordância cisalhando uma partícula. (a) posicionamento das partículas e da discordância antes e depois do cisalhamento. (b) Representação da discordância atravessando a partícula.



Fonte: [11]

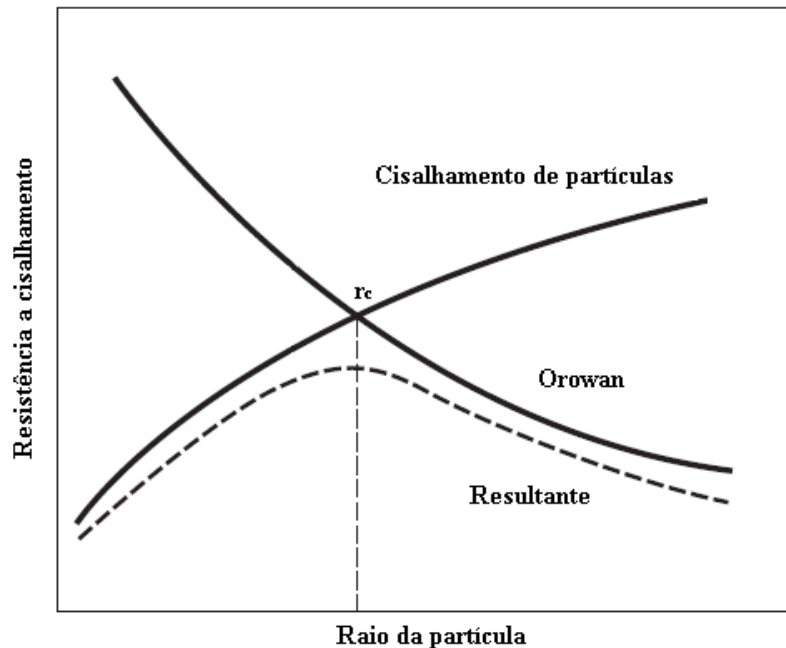
3. Interação entre os mecanismos com o decorrer do envelhecimento: No decorrer do envelhecimento, as partículas aumentam em tamanho e volume. O volume de partículas é limitado pela composição química, e o tamanho das partículas aumenta pelo consumo das partículas pequenas pelas partículas maiores. Este modo de crescimento de partículas resulta em um aumento no espaçamento x entre partículas. [11]

Com a variação do tamanho das partículas, ocorre aumento na resistência final concedida pelo mecanismo de cisalhamento de partículas, como visto na equação 6, a tensão necessária para cisalhar uma partícula é proporcional ao raio da partícula. Porém o aumento não é significativo para o mecanismo de Orowan, como visto na equação 4 o aumento é função do logaritmo de r_0 somado a uma constante. [11]

Com o aumento do espaçamento x , ocorre redução da resistência concedida por ambos os mecanismos, sendo ambos inversamente proporcionais a esta medida, como visto nas equações 2 e 6

O resultado final em ligas de alumínio é a atuação de ambos mecanismos, considerando que algumas das partículas presentes não podem ser cisalhadas devido suas características cristalinas e que ocorrerá o mecanismo de menor resistência, a concorrência entre os mecanismos é representada na Figura 2.4. [11]

Figura 2.4. Representação da concorrência entre os mecanismos de endurecimento de Orowan e cisalhamento de partículas. A linha tracejada mostra a curva resultante. O valor de r_c representa o raio crítico de uma partícula, quando ocorre a mudança de mecanismo preferencial.



Fonte: Apud [11]

2.4 TRATAMENTO TÉRMICO DE ENVELHECIMENTO

Para obter aprimoramento das propriedades mecânicas em ligas de alumínio, são aplicados tratamentos térmicos com o objetivo de gerar o envelhecimento da liga, ou seja, o fenômeno de precipitação de partículas na matriz, gerando mecanismos de endurecimento por precipitação. [23]

Para ligas da família 7xxx, são aplicados tratamentos de envelhecimento artificial, ou seja, acelerado por aplicação de temperatura, uma vez que as ligas dessa família podem continuar envelhecendo naturalmente por um longo tempo, variando suas propriedades durante décadas. Ligas tratadas artificialmente estabilizam após o tratamento, mantendo suas propriedades constantes e assim se tornam confiáveis para utilização em temperatura ambiente.

O processo do tratamento térmico de envelhecimento é dividido em três etapas, solubilização, têmpera e envelhecimento. A etapa de envelhecimento pode ser realizada em temperatura ambiente, processo chamado de envelhecimento natural, ou em temperatura elevada, chamado de envelhecimento artificial.

2.4.1 Tratamento térmico de Solubilização

O tratamento térmico de solubilização tem como objetivo obter uma matriz homogênea, por meio da dissolução das fases solúveis. Este processo é realizado através do aquecimento da liga até uma temperatura na qual as fases secundárias se dissolvem na matriz e mantendo esta temperatura por um tempo adequado para que as partículas solúveis solubilizem. Esta temperatura é definida pela composição global da liga e de quais precipitados solúveis estão presentes nela. [23-25]

A Tabela 3 apresenta uma lista dos principais elementos de liga encontrados em ligas AA7050 relacionando estes elementos com uma estimativa da temperatura necessária para solubilizar a composição na forma de solução sólida supersaturada. As estimativas foram feitas a partir de diagramas binários entre alumínio e o elemento listado, desconsiderando as interações entre os diferentes elementos de liga. O objetivo desta Tabela é sugerir a temperatura necessária para realizar o tratamento de solubilização.

Tabela 3. Elementos de liga presentes em ligas AA7050, sua composição nominal máxima e a temperatura de solubilização estimada para esta composição.

Elemento	Solubilidade máxima em Alumínio (% em peso)	Composição nominal na liga AA7050 (% em peso)	Temperatura para solubilizar composição nominal
Zinco	83,1%	6,7%	~140°C
Magnésio	17,1%	2,6%	~170°C
Cobre	5,65%	2,6%	~460°C
Zircônio	0,14%	0,16%	~660°C ^a
Ferro	0,025%	0,15%	~660°C ^a
Silício	1,6%	0,12%	~420°C
Cromo	0,71%	0,06%	~270°C
Titânio	1,2%	0,06%	~500°C
Manganês	1,25%	0,09%	~450°C

^a - o soluto não pode ser totalmente solubilizado na matriz no estado sólido.

Fonte: O Autor utilizando [02, 03, 25, 26]

Analisando as temperaturas aproximadas para a dissolução dos elementos de liga que compõem as principais fases precipitadas na liga, zinco, magnésio e cobre, pode-se concluir que o tratamento de solubilização deve ocorrer acima de 460°C, ainda lembrando que a interação entre elementos de liga não foi considerada, logo a temperatura para esta solubilização deve ocorrer acima desta temperatura.

É importante não aquecer excessivamente a liga para o processo de solubilização, uma vez que isto pode acarretar em fusão localizada da liga por processos eutéticos, e este fenômeno degrada propriedades da liga como tenacidade e ductilidade. Esta fusão localizada pode ocorrer acima de 500°C. [03, 23-26]

2.4.2 Têmpera

Uma vez que é obtida uma estrutura homogênea em alta temperatura é realizado o processo de têmpera, para manter os elementos de liga, que foram solubilizados no processo anterior, em solução sólida à temperatura ambiente, e assim, formando uma solução sólida supersaturada. [23, 24]

Além da solução sólida supersaturada, também são mantidas as lacunas geradas durante o aumento de temperatura. Estas lacunas auxiliam os processos de difusão, formação de zonas GP e na precipitação a baixa temperatura, como em envelhecimento natural. A velocidade de têmpera é importante para a qualidade final do tratamento de envelhecimento, se a têmpera for muito lenta, os átomos de soluto podem formar precipitados antes da liga receber o tratamento adequado. [12, 23, 24, 27]

2.4.3 Envelhecimento Artificial

Envelhecimento artificial é o processo destinado a controlar a nucleação e crescimento de partículas precipitadas no interior de uma matriz de alumínio através da aplicação de temperatura controlada por um tempo pré-determinado. [02, 24]

A temperatura atua na seleção das fases formadas durante o tratamento, pois as taxas de nucleação de cada fase são favorecidas por faixas de temperatura determinadas. Para ligas 7050, 7075, 7175 e 7475 são aplicados tratamentos térmicos com o intuito de formar zonas GP(2) a partir da solução supersaturada obtida após a têmpera e então nuclear partículas de η' e η a partir destas zonas. Tratamentos térmicos de envelhecimento podem ser realizados em uma ou várias etapas, com temperatura e duração diferentes. Os tratamentos térmicos de envelhecimento mais utilizados são realizados em duas etapas, pois apresentam propriedades finais mais adequadas para a aplicação em estruturas aeronáuticas. Esta rota de processamento induz a formação de partículas no interior dos grãos com tamanho homogêneo e reduz o tamanho das zonas livres de precipitados no contorno dos grãos. [01, 02, 21, 23, 24, 27]

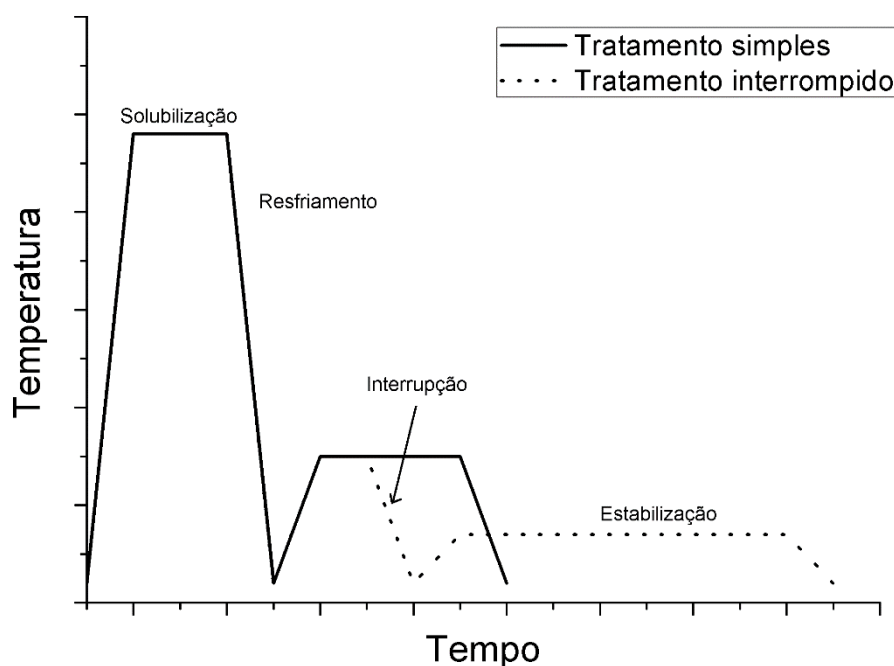
Os tratamentos de duplo envelhecimento resultam em resistência mecânica e a corrosão superiores às obtidas por envelhecimento natural, com tempos de processamento menores. Porém, é conhecido que com o passar da vida útil do componente em temperaturas baixas ocorre o fenômeno de precipitação secundária, e com esta, pode ocorrer a redução de propriedades como ductilidade e tenacidade a fratura. [01, 27, 28]

Por outro lado, se este fenômeno de envelhecimento secundário for utilizado para promover aumento das propriedades mecânicas de ligas de alumínio, a redução das propriedades com o passar do tempo de utilização é minimizada. Tratamentos térmicos que aplicam este princípio foram chamados de tratamentos térmicos de envelhecimento interrompido. [02, 21, 28]

Tratamentos térmicos interrompidos tem sido utilizados em ligas das séries 2xxx e 6xxx em duas etapas, como o tratamento T6I4, cuja primeira etapa tem como objetivo induzir a nucleação de zonas GP em temperaturas entre 130 e 160°C e então a partir destas zonas GP nuclear partículas precipitadas em uma segunda etapa em temperaturas mais baixas, entre 30 e 100°C. As durações destes tratamentos térmicos podem superar algumas semanas, a Figura 2.5 mostra um comparativo entre um tratamento térmico de envelhecimento simples, T6, e um tratamento térmico de envelhecimento interrompido, T6I4, mostrando como este tratamento alterna entre as diferentes etapas. Com isto ocorre o consumo de grande porção dos átomos de soluto presentes em processos de nucleação e crescimento de partículas metaestáveis η' , por toda extensão do componente. Os resultados são inúmeras pequenas partículas precipitadas metaestáveis distribuídas homogeneamente, e devido a isto, apresentaram resultados promissores em questão de aumento de tenacidade. [01, 16, 19, 21, 28, 29]

Buha et. al, em seu trabalho com uma liga AA6061 obtiveram aumento de cerca de 17% em valores para tenacidade à fratura substituindo um tratamento T6 por um tratamento interrompido T6I4. [01]

Figura 2.5. Representação esquemática comparando os tratamentos térmicos de envelhecimento T6 e T6I4.



Fonte: Apud [01].

2.5 PROPRIEDADES MECÂNICAS

2.5.1 Fadiga

Fadiga se define como a degradação das propriedades mecânicas de um componente que leva a sua falha durante sua aplicação, devido a ação de pequenas tensões oscilantes. Em geral, fadiga é um problema que afeta todos os componentes estruturais e partes móveis de um sistema mecânico. É estimado que 90% das falhas em serviço de materiais metálicos são causadas por fadiga. [11]

Fadiga ocorre pela nucleação e crescimento de trincas. Entre os perigos da falha por fadiga é que ela ocorre em tensões muito inferiores do que as necessárias para fraturar sob carregamento estático e que não há sinais aparentes da propagação das trincas pelo interior do componente. [31]

Fratura por fadiga em metais apresenta três estágios distintos: nucleação e propagação de trinca e fratura catastrófica. Na etapa inicial ocorre a nucleação de trincas, que se propagam por cisalhamento, esta etapa é chamada de estágio 1. Durante este estágio, a nucleação das trincas ocorre devido ao deslizamento de planos nos sistemas de deslizamento mais favoráveis da estrutura cristalina, e as trincas se propagam com velocidade de poucos micrometros, ou menos, por ciclo, formando ângulo de 45° com a aplicação da força. Esta propagação é

considerada parte do processo de nucleação. A nucleação ocorre de maneira mais favorável em descontinuidades no material. Estas descontinuidades podem ter caráter estrutural, como interfaces de segunda fase, ou geométricas, como riscos ou micro vazios. Como a presença destes defeitos é mais comum e mais crítica na superfície, esta é a região mais propícia a nucleação de trincas. [11, 31]

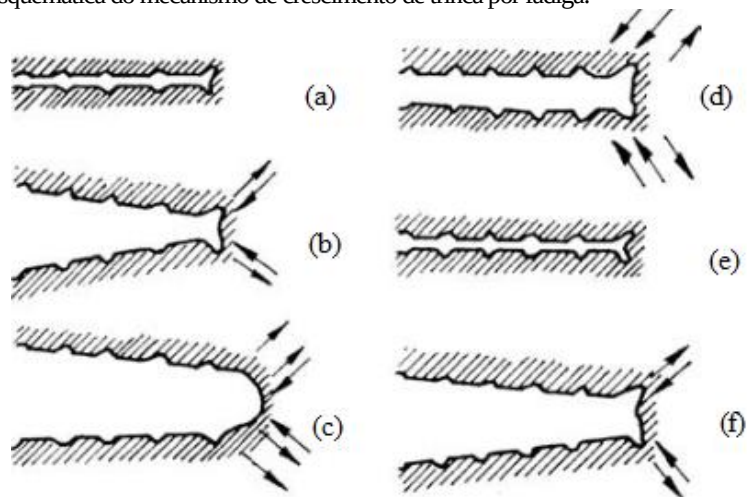
Então uma trinca dominante começa a se propagar na direção perpendicular à aplicação da força. Esta etapa é chamada estágio 2. A extensão do estágio 1 em relação ao estágio 2 reduz com o aumento da amplitude da tensão aplicada. Cerca de 90% da vida em fadiga ocorre durante a nucleação da trinca.

A presença de partículas duras dispersas pelo interior da matriz causam tensões de ordem elástica que forçam a deflexão da trinca, fratura da interface ou fratura da partícula, sempre seguindo o caminho de menor resistência, dependendo da resistência da matriz, da partícula e da interface entre estas. [11, 31]

Quando área resistente é insuficiente para resistir à tensão aplicada, então a propagação da trinca passa a ser por ação cisalhante e a fratura catastrófica ocorre por mecanismos monotônicos como ruptura por coalescência de dimples. Este é o estágio 3 de fadiga.

O modelo proposto para descrever o crescimento de trinca por fadiga, apresentado na Figura 2.6, envolve a repetida sequência de variação de formato da ponta da trinca entre uma forma arredondada e uma aguda. Na sequência, 2.6(a) representa o estado inicial no qual não há aplicação de tensão. Durante a aplicação de tensões de tração, 2.6(b), a trinca se abre com o deslizamento dos planos de máximo cisalhamento na ponta da trinca. A situação de aplicação da tensão de tração máxima é mostrada em 2.6(c). Na sequência, 2.6(d) apresenta o início do ciclo de compressão. As tensões compressivas forçam as faces da trinca a se unirem, 2.6(e). E o ciclo recomeça com a aplicação de tensões de tração, 2.6(f). A cada ciclo são formadas estrias resultantes da deformação plástica ao redor da ponta da trinca. [11, 31]

Figura 2.6. Representação esquemática do mecanismo de crescimento de trinca por fadiga.

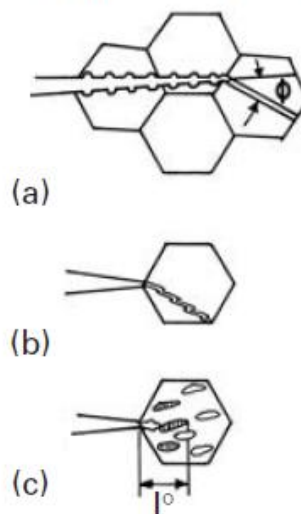


Fonte: Apud [11]

A fratura ainda pode apresentar características importantes de acordo com o caminho em que se propaga. A trinca tende a percorrer o caminho de menor resistência no interior do material, podendo este ser no interior dos grãos da matriz, por contornos de grãos da matriz, através de partículas de segunda fase ou então pela interface entre partícula e matriz. A análise deste modo de fratura pode indicar qual a etapa de fadiga no momento da fratura local, lembrando que estes modos podem se interpolar. A Figura 2.7 apresenta uma representação dos possíveis modos de fratura para a liga analisada.

Figura 2.7. Representação esquemática dos possíveis modos de fratura microscópicas em fadiga. (a) Formação de estrias em material dúctil durante fratura transgranular. (b) Fratura transgranular por crescimento cíclico por cisalhamento. (c) Fratura com a presença de partículas de segunda fase.

Fratura Transgranular



Fonte: Apud [11]

2.5.2 Crescimento de trinca por Fadiga

Aplicando os conceitos de mecânica da fratura linear elástica para analisar as fraturas por fadiga, é considerado que sempre existe a presença de uma trinca em componentes produzidos, e esta trinca se propaga com o decorrer da utilização do componente.

Em termos de estudo de crescimento de trincas por fadiga é determinado que a vida de um componente em fadiga é determinada pela propagação da trinca no decorrer a aplicação de tensões cíclicas.

Em laboratório, pode se determinar a resistência do material, baseado em quanto a trinca se propaga com determinado número de ciclos, utilizando coeficientes de K_{IC} e K_C , que são parâmetros de resistência a fratura do material que correlacionam tensão aplicada e tamanho de trinca crítico. Para efeito de projeto, é considerado que se a maior trinca de um componente é menor que a trinca crítica para aquele material em determinada tensão, o componente não irá falhar. Porém, como dito anteriormente, as trincas presentes nos componentes mecânicos crescem com sua aplicação. [11, 32]

Logo, para determinar a vida útil de determinado componente é necessário que se conheça a resistência ao crescimento subcrítico de trincas pelo seu interior, seja por fadiga, corrosão ou fluência. [11]

Nem sempre é possível determinar as propriedades de forma ideal para cada utilização, mas na prática são utilizados métodos de cálculo realizados com base em dados obtidos experimentalmente. Utilizando as leis de Paris-Erdogan e através de ensaios de taxa de propagação de trinca por fadiga é possível determinar o crescimento de trincas por fadiga, no estágio 2, através da equação 07:

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m \quad (07)$$

Onde: “a” é o comprimento da trinca, “N” é o número de ciclos, C é uma constante do material. ΔK é a diferença entre K_{max} e K_{min} , que são os fatores de intensidade de tensão máximo e mínimo, correspondentes às cargas máxima e mínima, calculados pela equação 08. Os valores de m são valores empíricos que variam de 2 a 4 que são obtidos a partir da inclinação da reta no gráfico $\log\left(\frac{da}{dN}\right) \times \Delta K$ no intervalo de domínio da lei de Paris-Erdogan. [11, 32]

$$\Delta K = K_{max} - K_{min} \quad (08)$$

Para determinar a vida em fadiga em número de ciclos, é realizada a adequação da equação 1 na forma da equação 10, considerando a equação 09: [11, 32]

$$\frac{da}{dN} = F(\Delta K, K_{\max}, R, \text{frequência, temperatura } \dots) \quad (09)$$

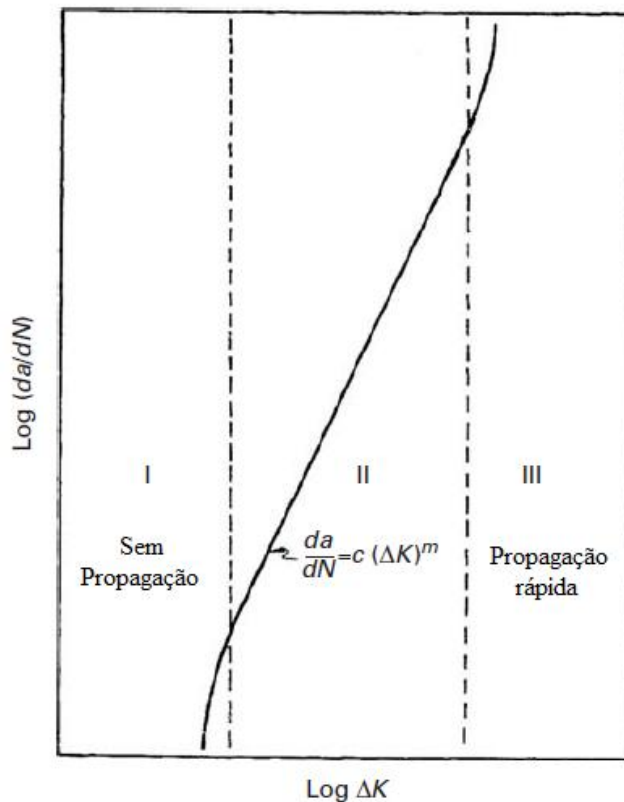
$$\Delta N = N_f - N_o = \int_{a_0}^{a_f} \frac{da}{F(\Delta K, \dots)} \quad (10)$$

E considerando que a , é proporcional a K , é possível tornar a equação 4 em função de K , obtendo a equação 11. [11, 32]

$$N_f = \int_{K_{\min}}^{K_{\max}} \frac{dK}{\left(\frac{dK}{da}\right) F(\Delta K, \dots)} \quad (11)$$

Ao se desenhar um gráfico de $\log \frac{da}{dN}$ por $\log \Delta K$, é formada uma curva sigmoidal com três etapas. A curva $\log\left(\frac{da}{dN}\right) \times \Delta K$ característica é apresentada na Figura 2.8.

Figura 2.8. Representação de uma curva $\log da/dN$ por $\log \Delta K$.



Fonte: Apud [11, 32]

As três etapas apresentam características diferenciadas. Durante a etapa I, o crescimento médio da trinca por ciclo é menor que o parâmetro de rede. Os mecanismos gerados nesta etapa tem caráter descontínuo e localizado. A etapa II é onde as leis de Paris-Erdogan se aplicam, a propagação da trinca ocorre de maneira contínua e estável. Na etapa III ocorre a

propagação da trinca por mecanismos de carregamentos estáticos devido ao sobre carregamento na área resistente.

O início da curva, durante a etapa I, inicia com ΔK maior que zero, isso indica que é necessária a aplicação de cargas dinâmica para que a fadiga ocorra. A intensidade mínima de ΔK necessária para que o processo de propagação da trinca ocorra é chamado de fator *threshold*, abaixo deste limite a trinca não se propaga.

De acordo com HORNBORGEN e ZUM GAHR [33], os precipitados que podem ser cisalhados podem promover a distribuição das discordâncias, reduzindo a tensão elástica local. Quando um carregamento cíclico é aplicado, algumas discordâncias podem retornar a sua posição original durante o descarregamento utilizando o mesmo plano de deslizamento utilizado no seu avanço durante o aumento da carga aplicada. Estas discordâncias não contribuem para a propagação de trinca, enquanto partículas que não podem ser cisalhadas geram o acúmulo de discordâncias ao seu redor. Este acúmulo de discordâncias facilita a propagação da trinca por fadiga. Segundo KRUEGER et al, [34] o tamanho destes precipitados também influencia na resistência final, quanto maiores forem os precipitados cisalháveis, maior será a resistência concedida por eles, sem que ocorra um acúmulo de discordâncias. [33-35]

As zonas livres de precipitados, ZLPs, que se formam nos contornos de grão também influenciam na resistência a propagação de trinca por fadiga. Estas regiões não contam com o aumento de resistência mecânica conferido pelos precipitados, sendo regiões mais propícias a formação de microvazios, e assim, com o aumento destas ZLPs ocorre a redução da resistência final à propagação de trinca por fadiga. [34-36]

2.6 FRATOLOGRAFIA

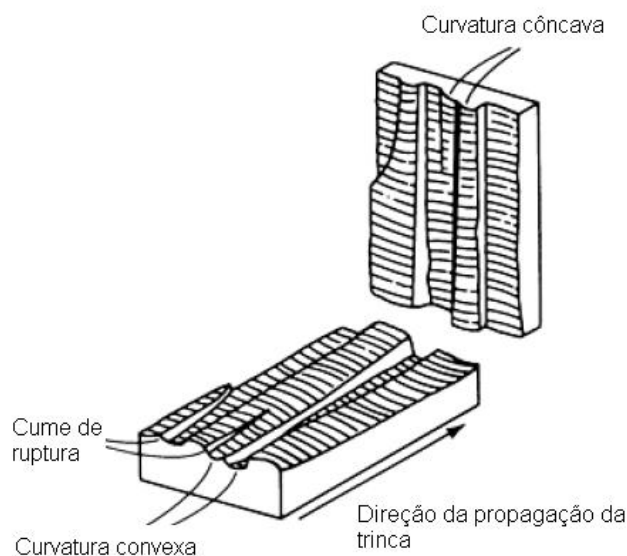
Fratografia tem como objetivo analisar as superfícies geradas por fratura e tentar relacionar sua topografia com as causas e mecanismos da fratura. Fratura em ligas de engenharia pode ocorrer transgranular ou intergranular, em quatro modos principais: ruptura por dimples, clivagem, ruptura por descoesão e por fadiga. Cada um destes modos tem superfícies características e mecanismos de propagação de trinca próprios. [37]

A falha por fadiga ocorre geralmente em três estágios: nucleação de trinca, propagação de trinca estável e propagação de trinca instável. A nucleação e crescimento inicial na etapa 1 ocorrem principalmente por deslizamento de planos nos sistemas de deslizamentos ativos mais favoráveis do metal, assim as trincas tendem a seguir planos cristalinos, mudando de direção ao encontrarem descontinuidades, como contornos de grão. As superfícies de fratura geradas nesta etapa são facetadas, similares à superfícies geradas por clivagem e não apresentam estrias de fadiga. São características desta etapa superfícies chamadas de “degraus de escada” (do inglês *stair-steps*). [37]

A etapa 2 consiste na propagação de trinca estável. Nesta etapa o crescimento da trinca ocorre de modo transgranular e é mais influenciado pela variação e intensidade da tensão aplicada do que pela microestrutura. As superfícies de fratura geradas durante esta etapa 2 apresentam marcas típicas conhecidas como estrias de fadiga, que são marcas visuais, perpendiculares a direção macroscópica de propagação de trinca, que indicam a posição da frente da trinca durante sua propagação, o mecanismo de sua formação é demonstrado na Figura 2.6. A propagação estável de trinca e o espaçamento entre as estrias são afetados pelas condições de carregamento, resistência do material, microestrutura do material e pelas condições ambientais, como temperatura, pressão e composição da atmosfera gasosa. Quanto maior for a resistência a propagação de trinca por fadiga de um material, mais próximas estarão as estrias. As condições de carregamento são o fator mais impactante no espaçamento entre as estrias, reduzindo este espaçamento com sua ampliação. Estas condições incluem, em ordem de importância, amplitude de intensidade de tensão aplicada, a tensão média aplicada e frequência de ciclos. [37]

Durante a etapa 2, a trinca se propaga em múltiplos platôs, chamados facetas, que possuem diferentes elevações e inclinações. Estes platôs são unidos por paredes que contêm estrias de fadiga, chamadas cumes de ruptura (do inglês *tear ridges*). Estas formações topográficas estão representadas na Figura 2.9. [37]

Figura 2.9. Representação ilustrativa de uma superfície de fratura por fadiga, com estrias, cumes de rupturas e platôs.



Fonte: Apud [37]

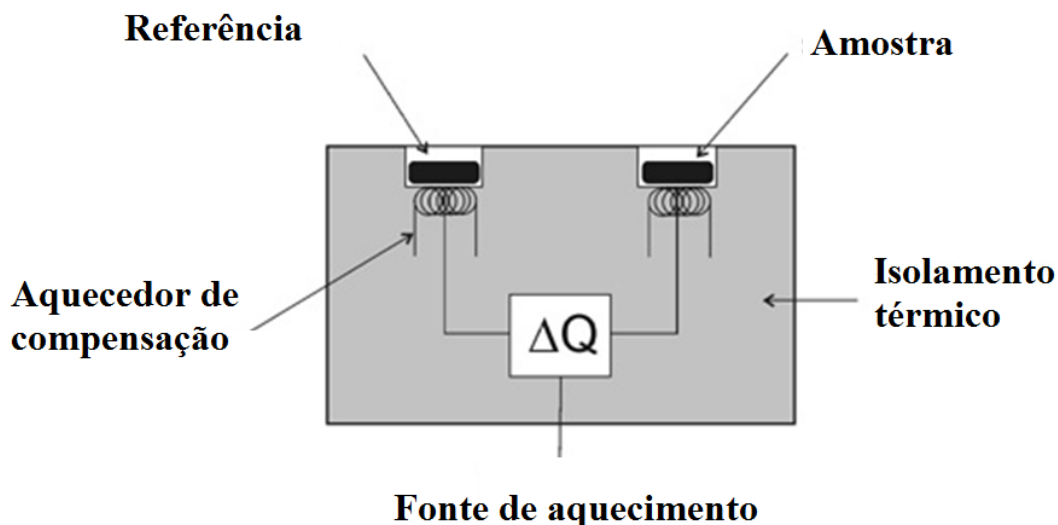
A etapa 3 é a etapa final da propagação de trinca e a formação de estrias de fadiga é substituída pela por modos de fratura estáticos como ruptura de dimples e clivagem.

2.7 CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA

Calorimetria diferencial de varredura, do inglês differential scanning calorimetry (DSC), é uma técnica de análise térmica utilizada para identificação e quantificação das energias envolvidas em reações químicas e físicas. [38, 39]

O aparelho é composto por uma fonte de aquecimento, dois portas amostras, um contendo a amostra de referência que é uma amostra inerte e os aquecedores de compensação, protegidos por isolamento térmico. Um esquema ilustrativo deste aparelho está demonstrado na Figura 2.10.

Figura 2.10. Esquema ilustrativo de um aparelho de DSC.



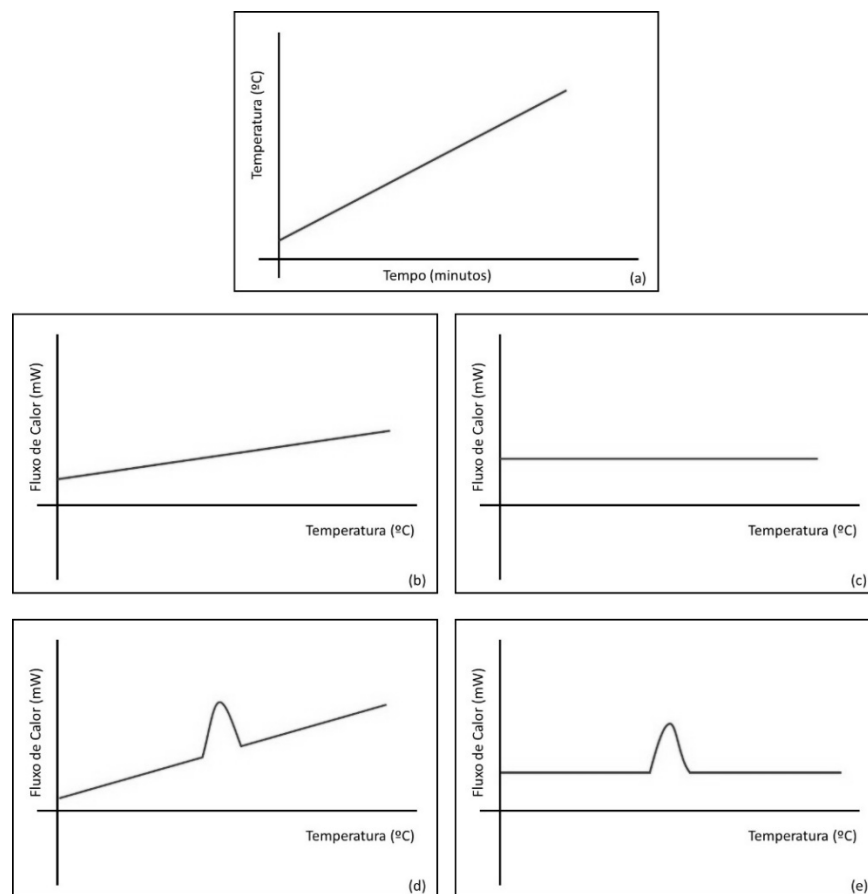
Fonte: Apud [38].

A análise é realizada durante o aquecimento das duas amostras a taxa constante. Quando ocorre alguma reação química ou física, ocorre variação da energia na amostra, aumento em caso de reação exotérmica ou redução em caso de reação endotérmica. Esta variação não ocorre na amostra de referência, então para que a taxa de aquecimento seja mantida constante, os aquecedores auxiliares fazem a compensação desta energia, aquecendo mais a amostra de referência ou a amostra analisada. [38, 39]

Esta energia extra é quantificada, e então é composto uma curva de energia acumulada no decorrer do tempo. A partir desta curva é feita a diferencial da energia pelo tempo, que é a taxa de aquecimento. A taxa de aumento da temperatura é constante, porém há variações no fluxo de calor fornecido devido às energias extras fornecidas durante as reações que ocorreram.

Se a taxa de aquecimento é constante, a temperatura e o tempo de ensaio são proporcionais e as curvas de fluxo de calor podem ser feitas baseadas na temperatura. A Figura 2.11 apresenta o gráfico do aquecimento constante e as possíveis curvas que podem ser obtidas com o uso da técnica de DSC. [38, 39]

Figura 2.11. Gráfico do aquecimento constante e possíveis curvas obtidas em DSC. Por convenção, reações exotérmicas ocorrem para cima.



Fonte: O Autor

A Figura 2.11 apresenta cinco gráficos, a curva de temperatura e tempo e os possíveis resultados de DSC, a curva (a) demonstra que a taxa de aquecimento durante o ensaio foi constante, caso esta curva se apresente de maneira diferente o ensaio não deve ser desconsiderado. A curva (b) representa um ensaio feito com uma amostra inerte, não ocorrem reações químicas ou físicas nesta faixa de temperaturas analisada, a inclinação da curva é resultado da variação da capacidade térmica do material com o aquecimento, o que ocorre para todos os materiais. A curva (c) representa a curva (b) após o tratamento de linearização, no qual essa inclinação é corrigida através de uma amostra inerte de mesmo material. A curva (d) demonstra uma curva na qual ocorre um pico na curva, identificado como uma reação exotérmica. A curva (e) representa a curva (d) após o tratamento de linearização. [38]

Através destas curvas é possível se identificar as reações por meio da temperatura em que ocorrem, pela energia total da reação, calculada pela área sob o pico da curva, e pela entalpia da reação, que pode ser calculada dividindo a energia total da reação pela massa da amostra. [38, 39]

2.7.1 Análises de DSC em ligas AA7050

Em ligas de alumínio AA7050, análises de DSC podem ter inúmeras aplicações, como determinação de ponto de fusão, solidificação ou ainda determinar a temperatura em que determinadas reações ocorrem e sua energia. Para este estudo, as análises de DSC foram utilizadas para determinar a presença e a energia da reação de estabilização da fase metaestável η' , encontrada na forma de partículas precipitadas na liga AA7050. A Tabela 4 apresenta a relação de reações esperadas para as amostras de alumínio tratadas e a temperatura em que elas ocorrem sob aquecimento contínuo de 10°C/min. [22, 39]

Tabela 4. Relação de reações esperadas para as amostras tratadas termicamente da liga AA7050 e a temperatura em que ocorrem.

REAÇÃO	Temperatura	Tipo de Reação
Formação de GP (1)	Próximo de 70°C	Endotérmica
Formação de GP (2)	A partir de 70°C	Endotérmica
Formação de η'	Próximo de 160°C	Exotérmica
Estabilização $\eta' \rightarrow \eta$	Próximo de 220°C	Exotérmica
Formação de T	Próximo de 250°C	Exotérmica
Formação de S	Próximo de 270°C	Exotérmica

Fonte: Apud [02 – 19, 22]

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Para estudar a influência do tratamento térmico de envelhecimento na liga AA7050 em termos de resistência a propagação de trinca por fadiga, foram propostas três diferentes condições para o estudo, a condição T7451, tratamento térmico de uso corrente na indústria aeronáutica, T6, tratamento clássico e T6I4-65, o tratamento alternativo. Todas as amostras e corpos de prova foram retirados do mesmo material inicial.

Uma pesquisa concomitante foi realizada por Jacumasso et al [40], com o objetivo de analisar a microestrutura das partículas de segunda fase presentes após os mesmos tratamentos térmicos de envelhecimento aplicados. Portanto, os resultados de microscopia eletrônica de transmissão das três condições investigadas foram fundamentados na pesquisa referida.

3.1 MATERIAL

O material inicial foi uma liga AA7050 fornecida pela empresa EMBRAER-LIEBHERR (ELEB), na forma de um bloco, 305 x 153 x 76mm, laminado a quente e na condição de tratamento térmico de envelhecimento T7451.

A composição química da liga foi determinada através de análise de espectrômetro de emissão ótica, realizada com equipamento Shimadzu PDA-7000, localizado nas instalações dos laboratórios da UTFPR Ponta Grossa, e está apresentada na Tabela 5, juntamente com a composição nominal da liga.

Tabela 5. Composição química encontrada na liga estudada e composição nominal da liga segundo *Aluminum Association*.

Composição	%Al	% Zn	% Mg	% Cu	% Zr	% Si	% Fe	% Mn
Encontrada	90,318	5,56	1,88	2,00	0,13	0,002	0,07	0,01
Nominal	Balanço	5,70 – 6,70	1,90 – 2,60	2,00 - 2,60	0,08 – 0,15	0,12 max.	0,15 max.	0,10 max.

Fonte: [40]

3.2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Para promover os tratamentos térmicos de envelhecimento desejados, as amostras foram solubilizadas e então envelhecidas artificialmente segundo os procedimentos abaixo citados. Os procedimentos experimentais foram realizados nas instalações do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Foi tomado cuidado especial para que as amostras sofressem o mínimo envelhecimento natural possível entre a preparação e os ensaios realizados.

3.2.1 Tratamento Térmico de Solubilização e Têmpera

Este tratamento térmico foi realizado com o objetivo de promover a solubilização das partículas precipitadas e gerar uma microestrutura homogênea. Para isso as amostras sofreram aquecimento em forno mufla até 485°C e permaneceram nesta temperatura por 4 horas. A têmpera foi realizada com o objetivo de manter a microestrutura homogênea em temperatura ambiente, na qual se torna uma solução sólida supersaturada. O resfriamento foi realizado em água agitada à temperatura ambiente (25°C). Este procedimento segue o utilizado por Buha et al em seus trabalhos sobre envelhecimento com a mesma liga. [19, 21]

3.2.2 Tratamentos Térmicos de Envelhecimento

O objetivo do estudo foi obter o tratamento térmico de envelhecimento T6I4 e analisar suas propriedades em propagação de trinca por fadiga. Para parâmetros de comparação foram escolhidos os seguintes tratamentos térmicos de envelhecimento: T7451, o tratamento de uso corrente pela indústria aeronáutica e T6, um tratamento clássico. Os tratamentos térmicos de envelhecimento foram realizados em uma estufa de esterilização adaptada com um micro controlador de temperatura externo, termopar tipo K e com calibração para uma faixa de temperatura entre 50 e 150°C.

3.2.2.1 Tratamento térmico de envelhecimento T7451

O tratamento térmico T7451 utilizado foi o mesmo do material como recebido, então para as amostras com este tratamento nenhum tratamento foi aplicado. Para parâmetros de comparação, um tratamento similar foi realizado em laboratório para comparar os perfis de dureza com os demais tratamentos térmicos, este tratamento de envelhecimento segue o padrão

estabelecido para a condição T74, realizados nas mesmas condições que o tratamento T7451, porém não conta com o tratamento de alívio de tensões pós laminação, T__51. Foi realizado em duas etapas com temperaturas de 110° e 175°C, na estufa adaptada.

3.2.2.2 Tratamento térmico de envelhecimento T6

O tratamento T6 é um tratamento simples, realizado em uma etapa com o objetivo de precipitar e estabilizar partículas precipitadas em temperaturas maiores que a temperatura ambiente. Sendo assim, o tratamento de envelhecimento foi realizado na temperatura de 130°C na estufa adaptada. Sua duração foi determinada através do método citado em 3.2.11.

3.2.2.3 Tratamento térmico de envelhecimento T6I4-65

O tratamento T6I4-65 utiliza o princípio do tratamento tradicional T6, iniciando se com uma etapa em 130°C e então é interrompido durante o subenvelhecimento e passa a envelhecer em uma temperatura mais baixa, em sua segunda etapa a 65°C. Ambos as etapas de 130 e 65°C foram realizadas em estufa adaptada. Seguindo o procedimento proposto por Buha et al. [19, 21]

A primeira etapa possui o objetivo de gerar zonas GP(2), que servirão de precursoras para a nucleação de partículas da fase η' . A segunda etapa prioriza a nucleação e o crescimento destas partículas desta fase. Para a determinação da duração das etapas foi utilizado o método descrito em 3.2.11.

O nome T6I4 vem da sequência da primeira etapa seguindo o tratamento “T6”, “I” de interrompido e “4” devido à segunda etapa ser realizada com temperaturas mais baixas.

3.2.3 Dureza Vickers

Para acompanhar a evolução das propriedades mecânicas com o decorrer dos tratamentos térmicos foram utilizadas medidas de dureza Vickers. As medidas foram feitas utilizando carga de 1kgf e tempo de penetração de 15 segundos, segundo a norma ASTM - E 92 [41], considerando a média de 10 valores de dureza. Foi utilizado um equipamento LEICA modelo VMHT MOT, localizado nas instalações do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

3.2.4 Calorimetria Diferencial de Varredura

Para verificar a presença de partículas η' , foi utilizado o método de calorimetria diferencial de varredura, DSC, nas amostras da liga AA7050 que receberam os tratamentos térmicos listados na Tabela 5, assim como as condições T7451 e solubilizada. O método visa a detecção de reações endotérmicas ou exotérmicas no interior das amostras, e para este estudo, a reação esperada é a estabilização das partículas precipitadas, a partir da fase η' para a fase η . Esta reação ocorre na temperatura de aproximadamente 220°C sob aquecimento contínuo. A presença desta reação confirma a presença desta fase na amostra analisada.

As análises de DSC foram realizadas em equipamento Shimadzu, modelo DSC-60, localizado nas instalações do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa. As amostras utilizadas possuíam formato de placas finas polidas na face de contato, com no máximo de 20 mg. Foi utilizado aquecimento contínuo de 10°C/min, de temperatura ambiente até 400°C seguido de resfriamento ao ar, o resfriamento não foi registrado devido ao fato de não ocorrerem reações durante o resfriamento.

3.2.5 Análise microestrutural por Microscopia Ótica

Para analisar as microestruturas resultantes dos tratamentos térmicos de envelhecimento, foram realizadas análises metalográficas óticas de amostras nas condições analisadas, para as três faces do bloco, longitudinal a laminação, transversal e na espessura. As análises foram realizadas nas instalações do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa utilizando um microscópio Olympus BX51 com câmera integrada Olympus Q-Color- 3. As amostras foram lixadas em lixas d'água 240, 320, 480, 600, 800, 1200 e 1500, então polidas com alumina 1 e 0,3 μ m e atacadas quimicamente por imersão em duas soluções químicas, a primeira com 10ml de HF 40% e 40ml de água destilada por 1 segundo e a segunda solução com 10ml de HNO₃ 60%, 5ml de CH₃COOH 60% e 45l de água destilada por aproximadamente 10 segundos.

A partir destas análises metalográficas, foram determinados os tamanhos de grão presentes e a distribuição destes baseando se nas normas ASTM E112-13 [42], E1181-02 [43], E930-07 [44], ASTM E562-11 [45] e no trabalho de Vander Voort et al [46]. O método utilizado para determinar o tamanho médio dos grãos menores foi o método do Intercepto Linear de Heyn

[42] utilizando a equação 12 para relacionar o diâmetro médio encontrado com o tamanho de grão ASTM.

$$G = (6,643856 \cdot \log_{10} \bar{N}_L) - 3,288 \quad (12)$$

Onde G é o tamanho de grão ASTM e $\bar{N}_L$ é a média de interceptos encontrados durante a análise.

Para determinar o tamanho médio dos grãos grandes foi utilizado o método de determinação de áreas de grãos individuais [43, 44], utilizando a equação 13 para relacionar área média dos grãos com o tamanho de grão ASTM.

$$G = [-3,3223 \cdot \log \bar{A}] - 2,955 \quad (13)$$

Onde G é o tamanho de grão ASTM e $\bar{A}$ é a média das áreas encontradas durante a análise.

E para determinar a proporção entre os diferentes grãos foi utilizado o método de determinação de Fração Volumétrica de Fases, [45].

3.2.6 Análise microestrutural por Microscopia Eletrônica de Transmissão

Para confirmação da presença e distribuição das partículas presentes foram feitas micrografias por microscopia eletrônica de transmissão. As análises foram realizadas em equipamento da marca FEI e modelo Tecnai G² F20, localizado nas instalações do laboratório de microscopia eletrônica do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos. As amostras foram preparadas pelos técnicos responsáveis pelo equipamento.

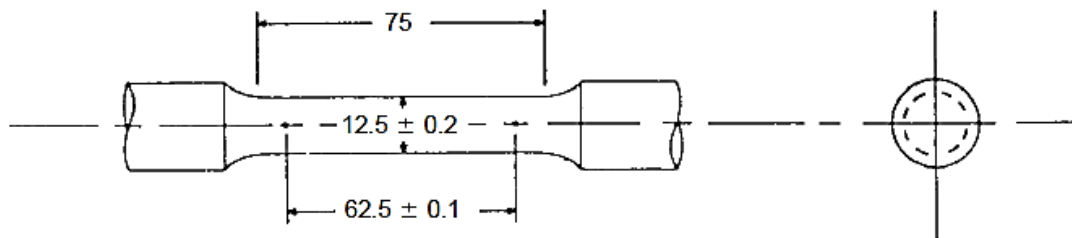
3.2.7 Ensaios de tração

Para quantificar as demais propriedades de tração da liga AA7050 após o tratamento térmico foram realizados ensaios de tração. A partir dos ensaios de tração foram obtidos os valores de limite de escoamento, resistência à tração, ductilidade por redução de área e índices de encruamento.

Os ensaios de tração foram realizados de acordo com a norma ASTM E8M – 01e2 [47] em corpos de prova com formato e medidas demonstradas na Figura 3.1. Foram preparados três corpos de prova para as direções de laminação, DL, e na direção transversal, DT, para cada condição analisada. Os ensaios foram realizados em equipamento da marca Shimadzu, modelo

AG-300 kN, em temperatura ambiente, com velocidade de 0,5mm/min, do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Figura 3.1. Corpos de prova para tração segundo norma ASTM E8M-01e2. Dimensões apresentadas em milímetros.



Fonte: Apud [47]

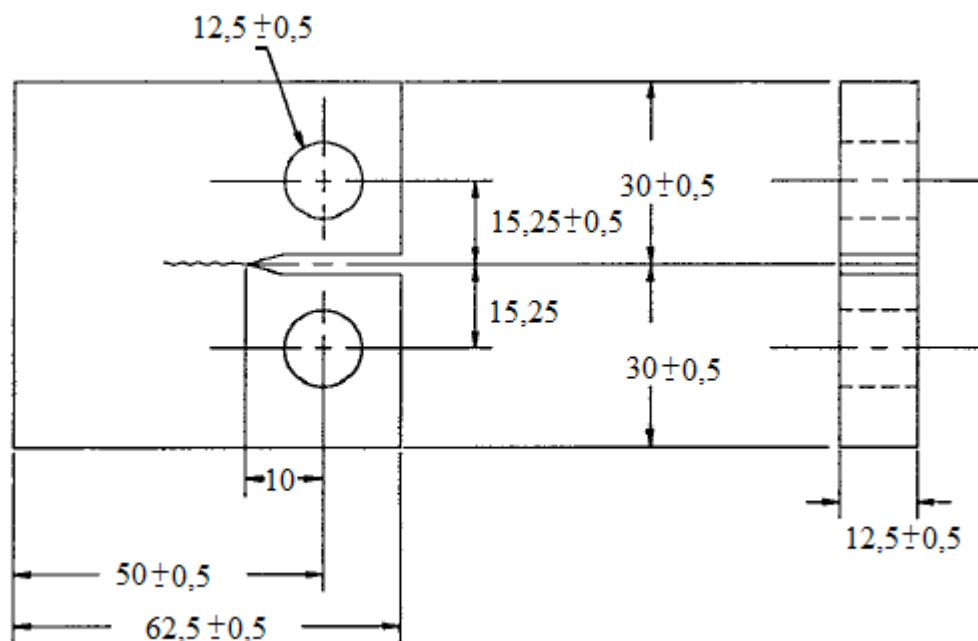
3.2.8 Ensaio de propagação de trinca por fadiga

Para analisar as propriedades em fadiga resultantes dos tratamentos térmicos de envelhecimento, foram realizados ensaios de propagação de trinca por fadiga. Os ensaios foram realizados de acordo com a norma ASTM E 647 – 05 [48], utilizando uma máquina servohidráulica da marca Landmark MTS, modelo 370, com capacidade de 100kN, usando a técnica compliance empregando um clip gauge na ponta do entalhe. Estes ensaios foram realizados nas instalações do Departamento de Engenharia de Materiais, Automobilística e Aeronáutica da Universidade de São Paulo, na cidade de São Carlos.

Por meio dos dados obtidos nestes ensaios foram traçadas curvas $\log da/dN$ por $\log \Delta K$, esta curva apresenta uma região central linear, chamada região de Paris, a inclinação desta reta é o parâmetro m e através deste é calculado o parâmetro C utilizando a equação de Paris.

Foi utilizado um corpo de prova para cada condição na orientação L-T e um na orientação S-T para a condição T6I4-65, com variação de intensidade de tensão aplicada. Os corpos de prova utilizados seguem a geometria apresentada na Figura 3.2

Figura 3.2. Corpos de prova para propagação de trinca por fadiga segundo norma ASTM E 647 – 05. Dimensões apresentadas em milímetros.



Fonte: Apud [48].

3.2.9 Fratografia

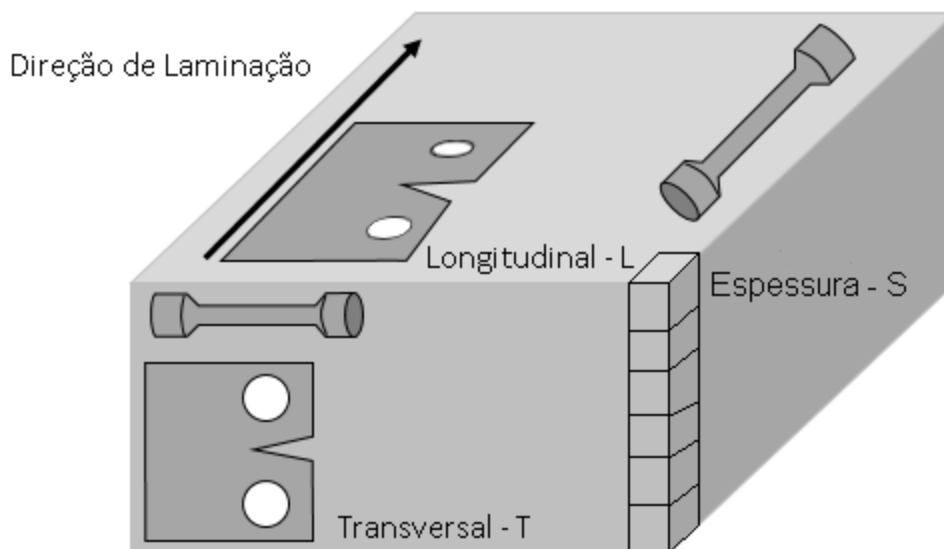
Para analisar as superfícies de fratura após o ensaio de propagação de trinca por fadiga, nas três condições de tratamento de envelhecimento, foram realizadas micrografias das superfícies de fratura. As micrografias foram realizadas em um Microscópio Eletrônico de Varredura, da marca Shimadzu, modelo SSX-550, localizado nas instalações do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa e em um Microscópio Eletrônico de Varredura da marca Tescan, modelo Mira 3, no Laboratório Multiusuários da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

3.2.10 Posicionamento dos corpos de prova

A Figura 3.3 mostra uma representação esquemática da obtenção dos corpos de prova a partir do bloco inicial. Os corpos de prova de tração nas direções de laminação e transversal, e os corpos de prova de propagação de trinca por fadiga de acordo com as orientações L-T e S-T.

As análises de fractografia foram realizadas nas superfícies de fratura dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga enquanto as análises de microscopia eletrônica de transmissão foram realizadas em amostras em direções aleatórias. Para as análises óticas, análises térmicas e dureza foram retirados cubos de 25 x 25 x 25 mm como demonstrado na figura 3.3.

Figura 3.3. Representação esquemática da obtenção dos corpos de prova a partir do material recebido.



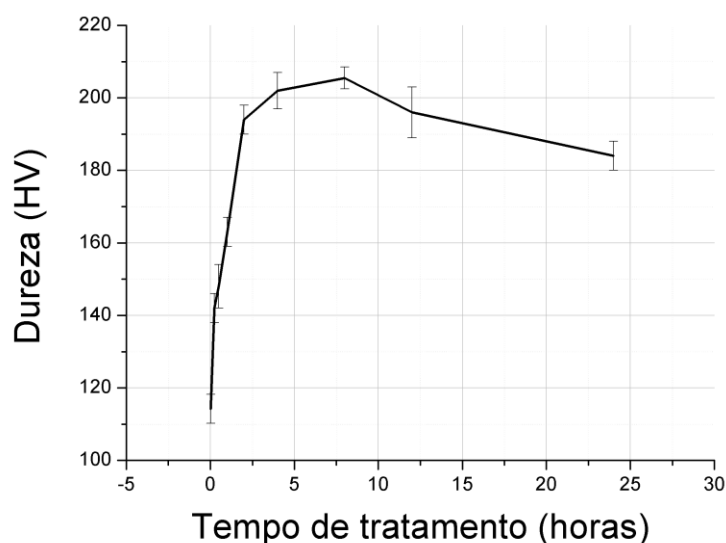
Fonte: O Autor.

3.2.11 Determinação dos tempos de tratamentos de envelhecimentos

Foi determinado que as condições a serem obtidas pelos tratamentos térmicos deveriam estar no estado subenvelhecido. Neste estado as partículas de precipitados possuem tamanho reduzido e estão, de maneira geral, na transição entre zonas GP(2) e fase η' .

O parâmetro utilizado para se definir o grau de envelhecimento de cada tratamento foi a dureza Vickers. Utilizando o método descrito em 3.2.2.2, foi determinado o perfil de dureza por tempo de tratamento, para a condição T6. Este perfil de dureza para o tratamento térmico T6 é mostrado na Figura 3.4. Este perfil serviu como base para a determinação do tempo da primeira etapa de tratamento para a condição T6I4-65.

Figura 3.4. Perfil da evolução de dureza Vickers para a condição T6 variando o tempo de tratamento térmico de envelhecimento em uma liga AA7050.



Fonte: O Autor.

A primeira etapa do tratamento interrompido T6I4-65 deve atuar promovendo a formação de zonas GP(2), não atingindo a precipitação de η' . Foram propostas três variações para a primeira varredura para a condição T6I4-65, tendo sua primeira etapa em 130°C com as durações de 15, 30 e 60 minutos.

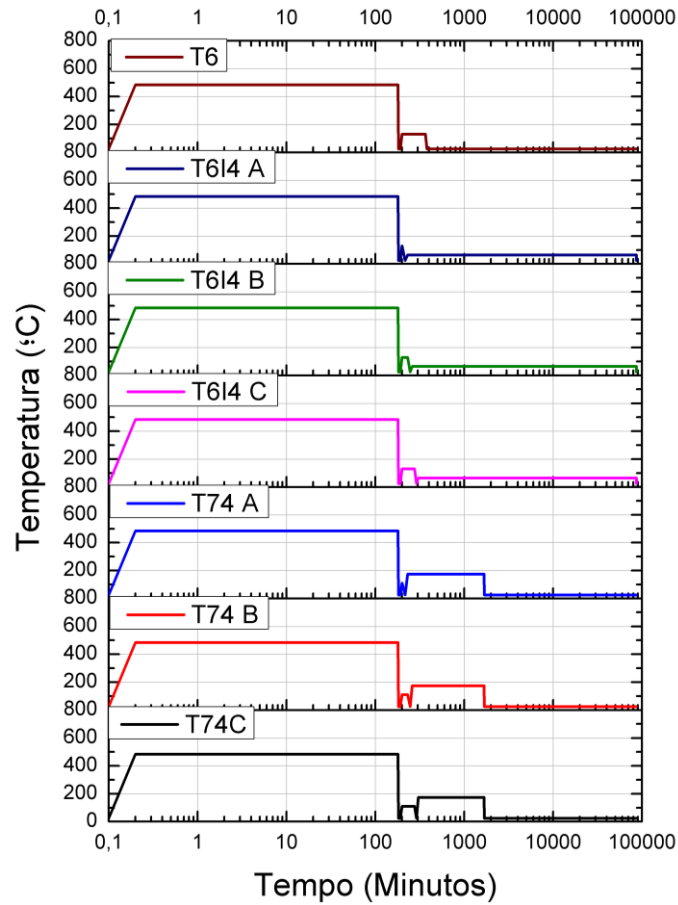
Também foi determinado que as amostras resultantes dos tratamentos T6 e T6I4-65 deveriam possuir durezas semelhantes, para enfatizar as diferenças resultantes do tratamento térmico de envelhecimento interrompido. Para efeito de comparação, os mesmos tempos foram aplicados para o tratamento térmico T74. A Tabela 6 e a Figura 3.5 mostram as variações para as três condições analisadas inicialmente. As representações esquemáticas contam com o tratamento de solubilização descrito anteriormente.

Tabela 6. Parâmetros de tempos e temperatura iniciais para os sete tratamentos analisados.

Tratamento térmico	1ª Etapa		2ª Etapa	
	Temperatura	Tempo	Temperatura	Tempo máximo
T6	130°C	24 horas	-	-
T6I4 A	130°C	15 minutos	65°C	2 meses
T6I4 B	130°C	30 minutos	65°C	2 meses
T6I4 C	130°C	60 minutos	65°C	2 meses
T74 A	175°C	15 minutos	110°C	24 horas
T74 B	175°C	30 minutos	110°C	24 horas
T74 C	175°C	60 minutos	110°C	24 horas

Fonte: O Autor.

Figura 3.5. Representação esquemática dos tratamentos térmicos de envelhecimento inicialmente analisados.



Fonte: O Autor.

Aplicando estas variações de tratamento térmico listadas na Tabela 6, foram obtidos sete perfis de dureza apresentados na Figura 3.6. Para o tratamento T6I4-65 o patamar máximo de dureza ocorre para tratamentos térmicos com duração da segunda etapa superior a 48 horas. O envelhecimento é mais acentuado para os tratamentos com maior duração.

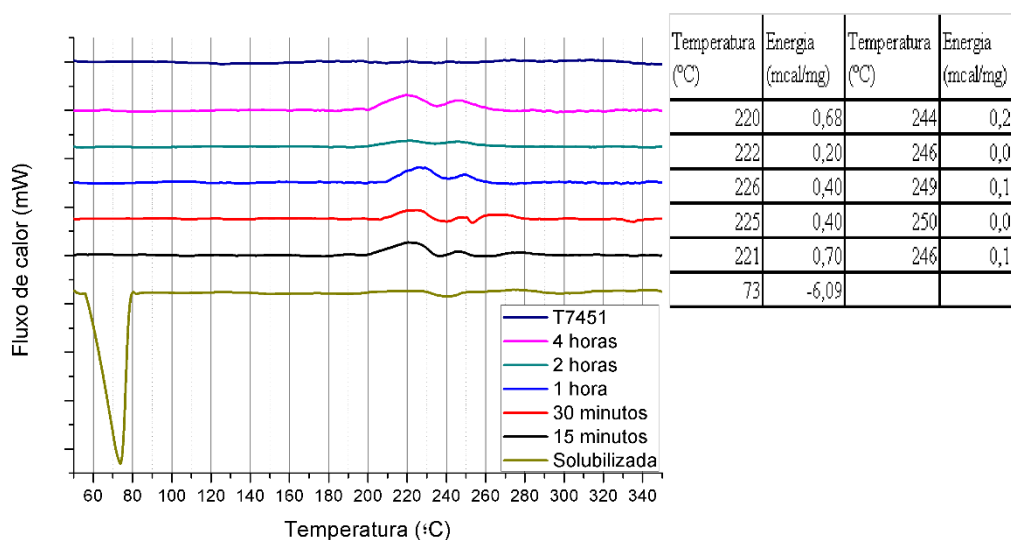
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Análise térmica por DSC

Por meio das análises térmicas por DSC foram obtidos perfis de calorimetria, nos quais foram avaliados a presença e energia da reação de estabilização de fase $\eta' \rightarrow \eta$, que ocorre em temperaturas próximas a 220°C, para amostras nas condições solubilizadas, T7451, T6, T6I4-65 A, T6I4-65 B e T6I4-65 C, realizados de acordo a Tabela 6, considerando variações nos tempos da segunda etapa de tratamento.

A Figura 4.1 apresenta análises térmicas obtidas para amostras na condição T6 para cinco tempos de tratamento de envelhecimento, e para comparação, as análises para as amostras solubilizadas e na condição T7451.

Figura 4.1. Análises térmicas por DSC para amostras na condição T6 com tempos de envelhecimento de 15, 30, 60, 120 e 240 minutos, além da amostra solubilizada e da amostra no tratamento T7451, (Reações exotérmicas para cima), juntamente com a tabela com a temperatura e a energia das reações visualizadas.



Fonte: O Autor.

Em trabalhos realizados sobre envelhecimento secundário em ligas AA7050, Buha e Lumley et al [19], obtiveram análises térmicas de DSC apresentando cinco picos de reações durante aquecimento, a formação de zonas GP(1) próximo à 70°C, indícios de formação de η' próximos a 160°C, estabilização de η' em η próximo à 220°C, formação de T em 250°C e formação de S em 280°C.

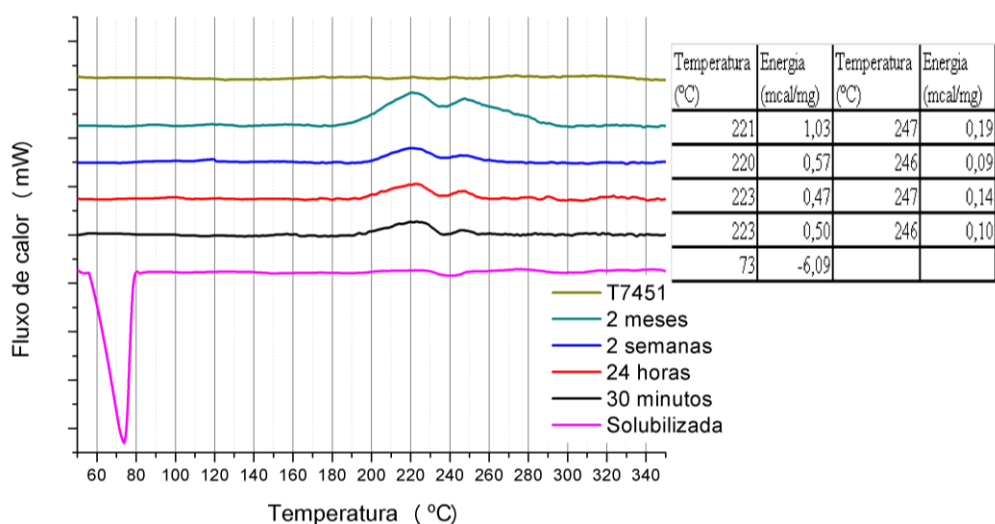
Desse modo, é possível notar na Figura 4.1 a presença dos picos em 220 e 250°C em todas as amostras, estes picos estão associados a estabilização de η' em η e a formação de fase T. Isto indica que partículas de fase η' estão presentes nas amostras analisadas.

Nota se ainda para a condição solubilizada um grande pico endotérmico em aproximadamente 70°C, este pico é associado com a formação de zonas GP(1). Também não é possível verificar a presença de picos exotérmicos relativos a estabilização da fase η' , confirmando a eficiência do tratamento de solubilização. [18, 19]

A Figura 4.1 também apresenta a análise térmica da amostra na condição T7451. Nesta análise é possível perceber ausência dos picos relativos a estabilização da fase η' , indicando somente partículas precipitadas já estabilizadas na forma de η .

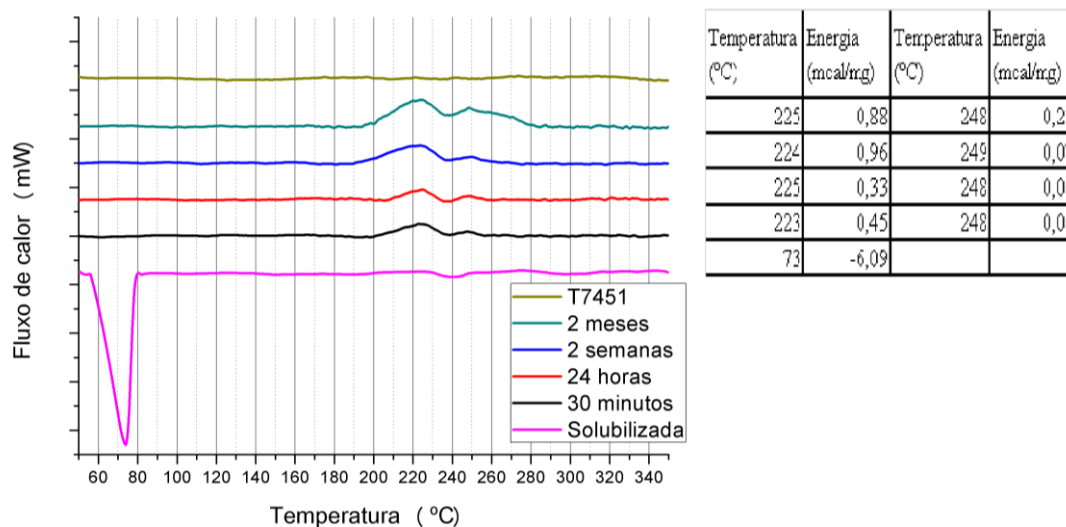
A Figura 4.2 apresenta as análises térmicas para as amostras na condição T6I4-65 A, a Figura 4.3 apresenta as análises para as amostras na condição T6I4-65 B, e a Figura 4.4 para as amostras da condição T6I4-65 C, com tempo de envelhecimento de 30 minutos, 24 horas, 2 semanas e 2 meses, respectivamente. As Figuras 4.2, 4.3 e 4.4 também apresentam as análises das amostras nas condições solubilizadas e T7451.

Figura 4.2. Análises térmicas por DSC para amostras na condição T6I4-65 A com tempos envelhecimento de 30 minutos, 24 horas, 2 semanas, 2 meses, além das condições solubilizada e T7451, (Reações exotérmicas para cima), juntamente com a tabela com a temperatura e a energia das reações visualizadas.



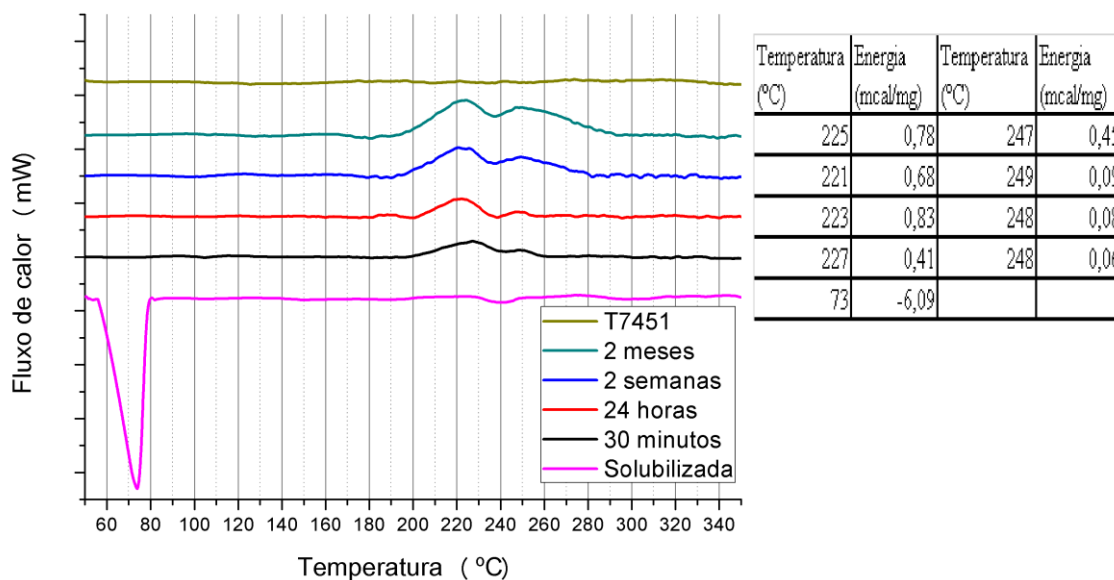
Fonte: O Autor.

Figura 4.3. Análises térmicas por DSC para amostras na condição T6I4-65 B com tempos envelhecimento de 30 minutos, 24 horas, 2 semanas, 2 meses, além das condições solubilizada e T7451, (Reações exotérmicas para cima), juntamente com a tabela com a temperatura e a energia das reações visualizadas.



Fonte: O Autor.

Figura 4.4. Análises térmicas por DSC para amostras na condição T6I4-65 C com tempos de envelhecimento de 30 minutos, 24 horas, 2 semanas, 2 meses, além das condições solubilizada e T7451, (Reações exotérmicas para cima), juntamente com a tabela com a temperatura e a energia das reações visualizadas.



Fonte: O Autor.

As Figuras 4.2, 4.3 e 4.4 apresentam curvas de fluxo térmico com comportamentos semelhantes para os três tratamentos desenvolvidos para T6I4-65. Em todas as curvas é possível verificar dois picos, um em 220°C, relativo à estabilização de η' e outro em 250°C, relativo à

formação de T. Também é visível uma tendência de aumento de intensidade destes picos com o aumento do tempo de tratamento das amostras. O aumento no pico relativo a reação de estabilização de η' em η para as três variações no tratamento térmico interrompido, indica que no período analisado, ocorre aumento da quantidade de fase η' presente. Isto pode ser explicado como o resultado de uma maior fração de zonas GP(2) transformadas em η' . Sugerindo que a transição entre zonas GP(2) $\rightarrow \eta'$ permanece acontecendo por até dois meses de tratamento térmico. [22, 27, 49]

Estas reações de transformações são mais energéticas para as amostras com primeira etapa de tratamento de envelhecimento mais longa, indicando que a primeira etapa atua de maneira a formar maior fração de zonas GP(2), porém o crescimento energético da reação analisada é menor, indicando menor precipitação durante a segunda etapa. Para tratamentos de envelhecimento interrompido, cujo objetivo é obter precipitados menores e mais estáveis, a precipitação durante a segunda etapa é mais desejada, portanto para este processo, a menor duração da primeira etapa é sugerida.

É possível perceber nas respectivas Figuras o aumento intensificado do segundo pico, em cerca de 250°C, para as amostras com tempo de tratamento superior a dois meses. Segundo Buha et al, [21], este pico é relacionado a formação de fase T.

A formação desta fase é favorecida por uma razão entre zinco e magnésio solubilizados na matriz de 1,5:1,0, uma vez que sua composição química estequiométrica é $Mg_{32}(Zn, Al)_{49}$. Considerando que a razão para a composição global da liga é cerca de 2,96:1,0, a formação da fase η' é mais favorecida e se inicia antes que as demais partículas. Com o decorrer do tratamento térmico de envelhecimento, a nucleação de partículas η' consome os elementos de liga presentes, e devido ao consumo maior de zinco, a razão entre zinco e magnésio em solução sólida reduz. Ao atingir valor próximo a 1,5:1,0 a formação da fase T se torna favorável para iniciar. [01, 19, 22, 29]

4.2 Análise microestrutural por Microscopia

As Análises microestruturais foram divididas em duas classes, análises por microscopia ótica e por microscopia eletrônica de transmissão. As análises por microscopia ótica foram realizadas para demonstrar a microestrutura de grãos da matriz da liga de alumínio e algumas partículas intermetálicas maiores, enquanto as análises por microscopia eletrônica de transmissão tinham como objetivo mostrar as partículas precipitadas no interior dos grãos.

4.2.1 Análise microestrutural por Microscopia Ótica

Com as condições determinadas de tratamento térmico de envelhecimento foram obtidas as microestruturas das direções de laminação, transversal e de espessura para as condições T7451, T6 e T6I4-65, respectivamente. As Figuras 4.5, 4.6 e 4.7 mostram a microestrutura em 3 dimensões das amostras T7451, T6 e T6I4-65 de acordo ao esquema apresentado na Figura 3.3.

Figura 4.5. Microestruturas de uma amostra da liga AA7050 das três direções seguindo o proposto na Figura 3.3 para amostra na condição T7451. Reagente: como descrito em material e métodos.



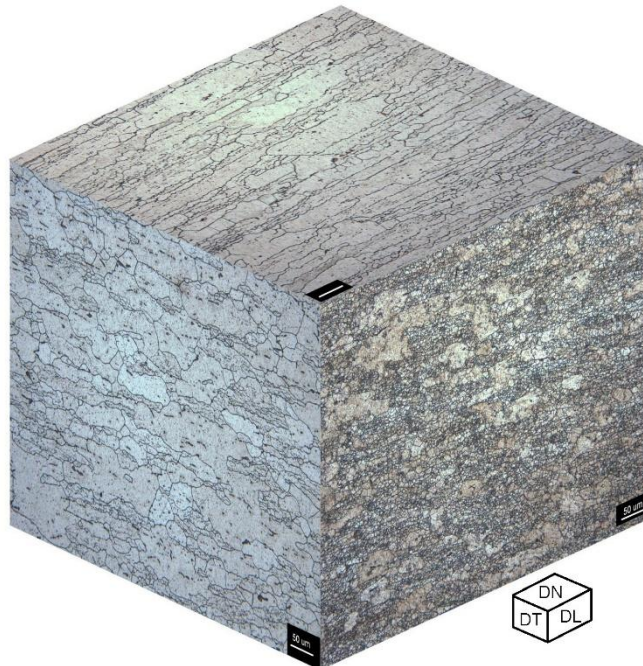
Fonte: O autor

Figura 4.6. Microestruturas de uma amostra da liga AA7050 das três direções seguindo o proposto na Figura 3.3 para amostra na condição T6. Reagente: como descrito em material e métodos.



Fonte: O Autor.

Figura 4.7. Microestruturas de uma amostra da liga AA7050 das três direções seguindo o proposto na Figura 3.3 para amostra na condição T6I4-65. Reagente: como descrito em material e métodos.



Fonte: O Autor.

É possível notar nas microestruturas apresentadas a microestrutura de grãos heterogêneos, contendo grãos pequenos e arredondados e grãos grandes e alongados segundo a direção de laminação, resultantes de crescimento secundário. O tamanho médio dos grãos

grandes é cerca de 500 vezes maior que o tamanho médio dos grãos pequenos. E enquanto os grãos pequenos apresentam regularidade de diâmetro em torno de $3,7\mu\text{m} \pm 0,4\mu\text{m}$, e área estimada de $18,7\mu\text{m}^2 \pm 0,1\mu\text{m}^2$, os grãos grandes apresentaram grande variação, com área estimada de $10740\mu\text{m}^2 \pm 8430\mu\text{m}^2$.

Não foi notado nas diferentes condições variação no tamanho, distribuição e morfologia dos grãos, indicando que não ocorreram processos de recristalização durante os tratamentos térmicos aplicados. Os tamanhos de grão ASTM encontrados, e a proporção de grãos grandes para as três condições estão apresentados na Tabela 7.

Tabela 7. Tamanhos de grão e distribuição dos tamanhos de grão para as microestruturas nas condições T7451, T6 e T6I4-65.

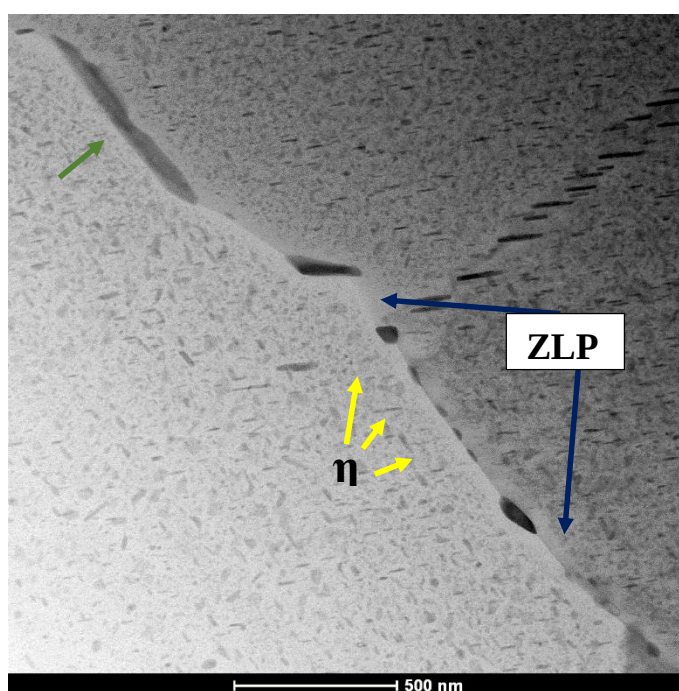
Condição	Grãos Pequenos		Grãos Grandes		Proporção
	Tamanho de Grão ASTM		Tamanho de Grão ASTM		
T7451	12,8	± 0,40	4,3	± 2,09	26,3%
T6	12,7	± 0,35	4,8	± 1,49	27,0%
T6I4-65	12,8	± 0,27	4,2	± 1,65	29,1%

Fonte: O Autor.

4.2.2 Análise microestrutural por microscopia eletrônica de transmissão da condição T7451

A Figura 4.8 mostra a microestrutura realizada por MET em campo claro da amostra da liga AA7050 na condição T7451, com destaque a região do contorno de grão. É possível notar na Figura a presença de partículas precipitadas no interior e nos contornos de grão e a presença de zonas livres de precipitados, semelhante às encontradas por Chen J. [35], M. N. Desmukh e R. K. Pandey [50] e Han et. al [51].

Figura 4.8. Microestrutura por microscópio eletrônico de transmissão de uma amostra da liga AA7050 na condição T7451 em campo claro.

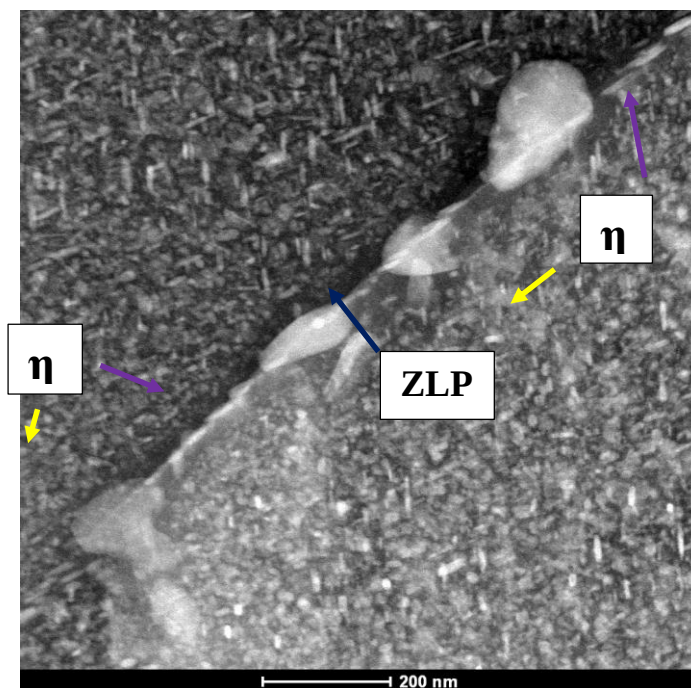


Fonte: O Autor.

Nota-se na Figura 4.8 uma grande distribuição de pequenas partículas no interior dos grãos e poucas partículas maiores nos contornos de grão. Também é visível a presença de uma região (seta azul) ao longo do contorno de grão na qual não são visualizadas partículas, estas são zonas livres de precipitados, ZLP, no inglês, *precipitation free zone*. As ZLPs visualizadas nesta Figura nas regiões de contornos de grãos possuem espessura aproximada de 0,075 μm. Estas zonas são consequência dos processos de têmpera que seguem o tratamento de solubilização. A presença de ZLPs auxilia a propagação de trinca intergranular e, desse modo, reduz a resistência à propagação de trinca por fadiga da liga. [08, 13, 17]

A Figura 4.8 também mostra uma partícula alongada e com comprimento aproximado de $1,2\mu\text{m}$ (seta verde), é uma partícula intermetálica constituinte de $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, como mostrado através de análise química por Jacumasso [40] e similar à encontrada por Garza [52]. As partículas localizadas no interior dos grãos, com morfologia de plaquetas, do inglês *platelets*, e tamanhos menores (setas amarelas), com comprimentos entre $0,030$ e $0,050\mu\text{m}$, são partículas endurecedoras η . [40]

Figura 4.9. Microestrutura por microscópio eletrônico de transmissão de uma amostra da liga AA7050 na condição T7451 em campo escuro.



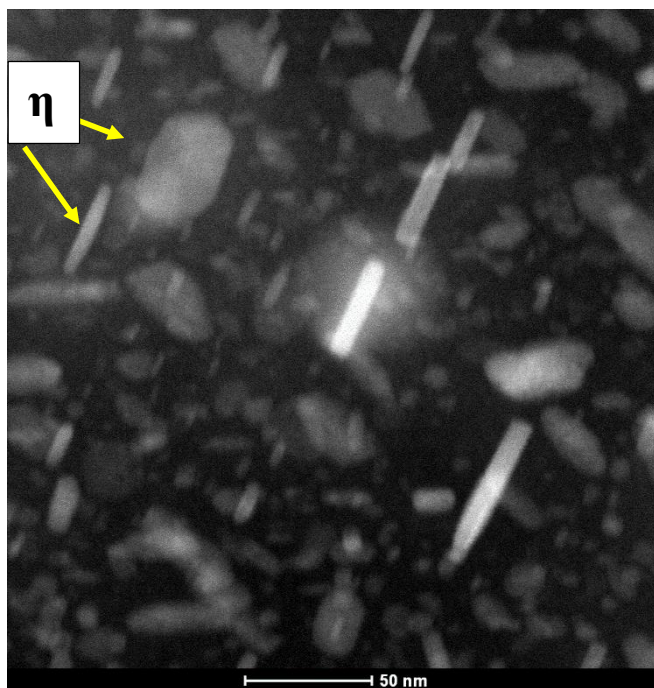
Fonte: O Autor.

A Figura 4.9 mostra uma maior ampliação a região de contorno de grão da amostra na condição T7451 em campo escuro. É possível visualizar na figura três padrões de partículas, precipitados com comprimento maior que $0,160\mu\text{m}$ (setas roxas), como aglomerados de partículas de fase η no contorno de grão, precipitados menores com morfologia de plaquetas (seta amarela) sendo partículas de η no interior do grão e precipitados constituintes grosseiros nos contornos de grão.

A Figura 4.10 apresenta uma microestrutura com mais detalhes para a região do interior do grão da matriz da amostra na condição T7451 em campo escuro. Nesta imagem é possível visualizar os precipitados citados anteriormente, nota se a melhor definição dos precipitados plaquetas, que nesta imagem apresentam morfologia hexagonal, típica de

partículas das fases η e η' [53]. As partículas apresentadas na Figura 4.10 possuem tamanho na mesma faixa que as apontadas na Figura 4.9, entre 0,030 e 0,050 μm .

Figura 4.10. Microestrutura por microscópio eletrônico de transmissão de uma amostra da liga AA7050 na condição T7451 em campo escuro.



Fonte: O Autor.

Para a condição T7451 foi considerado que as partículas presentes estão no estado de superenvelhecimento, com predominância precipitados de η . Os resultados de DSC para a amostra nesta condição não detectaram a presença de partículas η' .

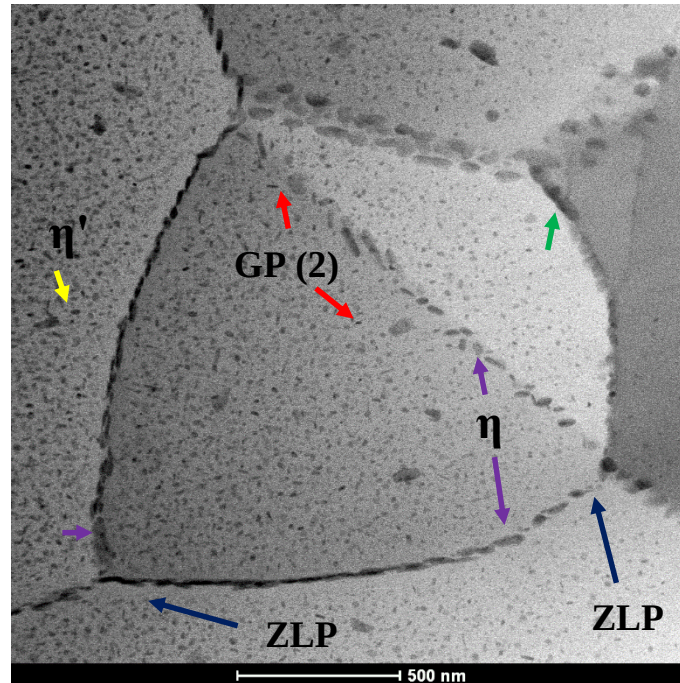
4.2.3 Análise microestrutural por microscopia eletrônica de transmissão da condição T6

A Figura 4.11 apresenta uma visão geral da distribuição das partículas na microestrutura de uma amostra na condição T6. É possível notar na Figura, três diferentes tipos de partículas com diferentes morfologias, as pequenas partículas em forma de plaquetas no interior dos grãos são precipitados de η' , as partículas médias com morfologia de agulhas, o inglês *needles*, são zonas GP(2) e partículas grandes e as irregulares localizadas nos contornos dos grãos são aglomerados de partículas de fase η (seta roxa).

Na Figura 4.11 também é possível notar regiões de ZLP acompanhando os contornos de grão (seta azul), esta região mede em média 0,060 μm de espessura. Uma partícula com

morfologia alongada e com pontas arredondadas, típica de intermetálico $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, possuindo mais de $0,200\mu\text{m}$ de comprimento pode ser notado na Figura 4.11 (seta verde). [21, 40, 52, 54]

Figura 4.11. Microestrutura por microscópio eletrônico de transmissão da amostra da liga AA7050 na condição T6 em campo claro.

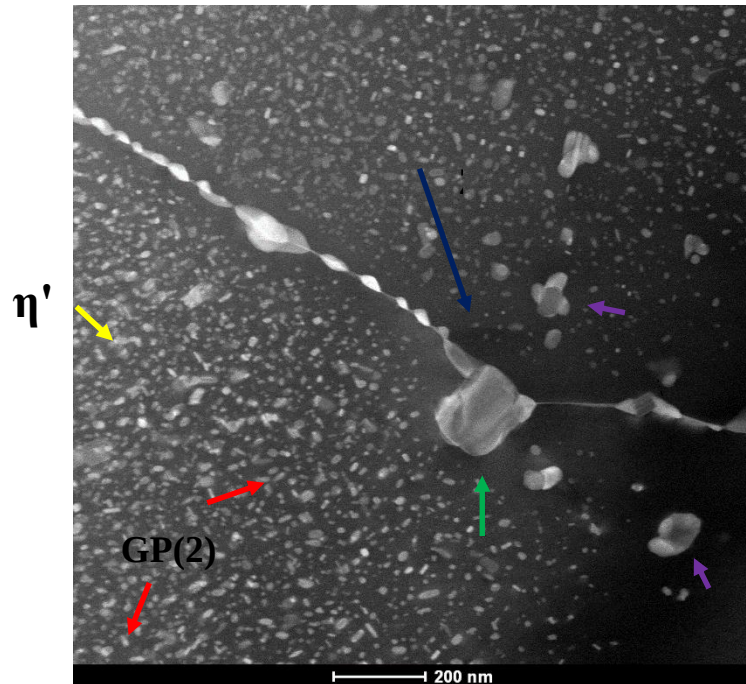


Fonte: O Autor.

A Figura 4.12 apresenta uma microestrutura da amostra na condição T6 em campo escuro. Na microestrutura é possível notar regiões de ZLP acompanhando os contornos de grão (seta azul). No contorno de grão é possível notar uma grande partícula quadrada com dimensões de $0,130 \times 0,180\mu\text{m}$ (seta verde), esta partícula é uma partícula de dispersóide Al_3Zr . [21, 40, 52, 54]

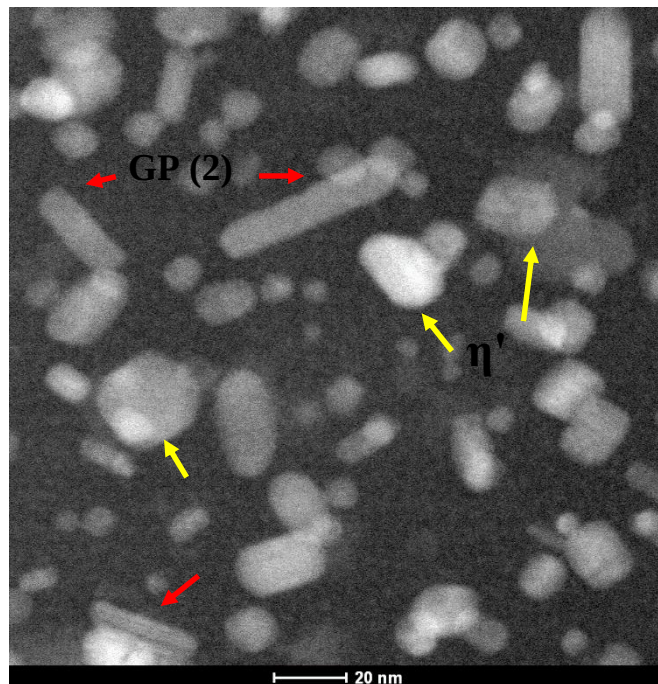
Além disso, a microestrutura revela partículas arredondadas e dispersas com comprimento superior a $0,100\mu\text{m}$, que são partículas de intermetálicos do tipo Al_2Cu e $\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$ (seta roxa) [40]. Também é possível notar na microestrutura precipitados agulhas de zonas GP(2) (seta vermelha), e pequenas plaquetas de precipitados de η' (seta amarela).

Figura 4.12. Microestrutura por microscópio eletrônico de transmissão da amostra da liga AA7050 na condição T6 em campo escuro.



Fonte: O Autor.

Figura 4.13. Micrografia de MET uma Microestrutura por microscópio eletrônico de transmissão da amostra da liga AA7050 na condição T6 em campo escuro.



Fonte: O Autor.

Figura 4.13 apresenta um alto aumento da microestrutura do interior de um grão da amostra na condição T6 em campo escuro. Nota se na Figura a presença de dois tipos de partículas, precipitados em agulhas e precipitados na forma de plaquetas. Os precipitados

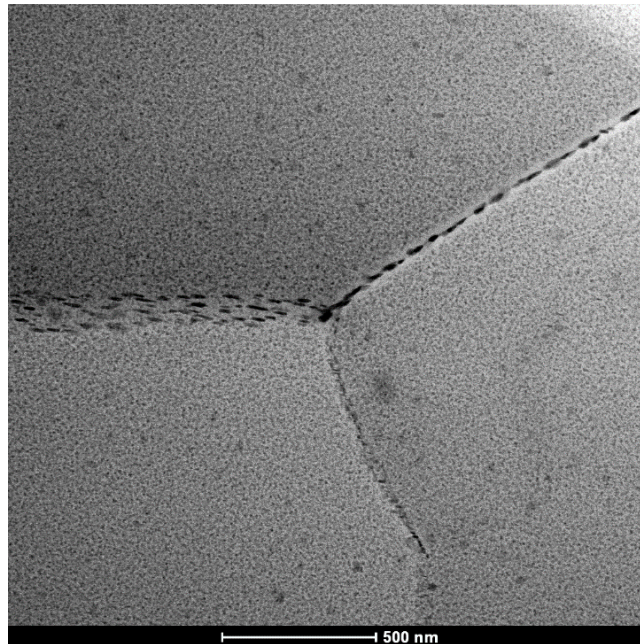
agulhas, indicadas pelas setas vermelha, possuem comprimento de entre 0,030 e 0,050 μm , zonas GP(2). Os precipitados na forma de plaquetas, algumas apresentando formato hexagonal, indicadas pelas setas amarelas, possuem diâmetro aproximado de 0,025 μm . Estas partículas são de fase η' .

As análises da condição T6 indicam que as partículas precipitadas presentes estão no estado de subenvelhecimento, com a maior parte de suas partículas precipitadas estando na transição GP(2) $\rightarrow\eta'$, com predominância de zonas GP(2) e presença de partículas η nos contornos de grão, como o esperado. Os resultados de DSC indicam a presença de η' nas amostras da condição T6, e que ocorre o aumento da energia da reação $\eta'\rightarrow\eta$ com aumento do tempo de tratamento, ou seja, com aumento do tempo de envelhecimento, ocorre aumento na quantidade de precipitados de η' . Estes precipitados são gerados a partir das zonas GP(2), indicando que existe grande quantidade de GP(2) na condição analisada. [52, 55]

4.2.4 Análise microestrutural por microscopia eletrônica de transmissão da condição T6I4-65

As análises de microestrutura realizadas na amostra da liga AA7050 na condição T6I4-65, em campo claro, revelam a presença de partículas precipitadas no interior e nos contornos de grão, como pode ser notado na Figura 4.14. A Figura mostra uma grande distribuição homogênea de pequenas partículas no interior dos grãos e aglomerados de partículas nos contornos de grão. Também é possível visualizar uma região de ZLP ao longo do contorno de grão.

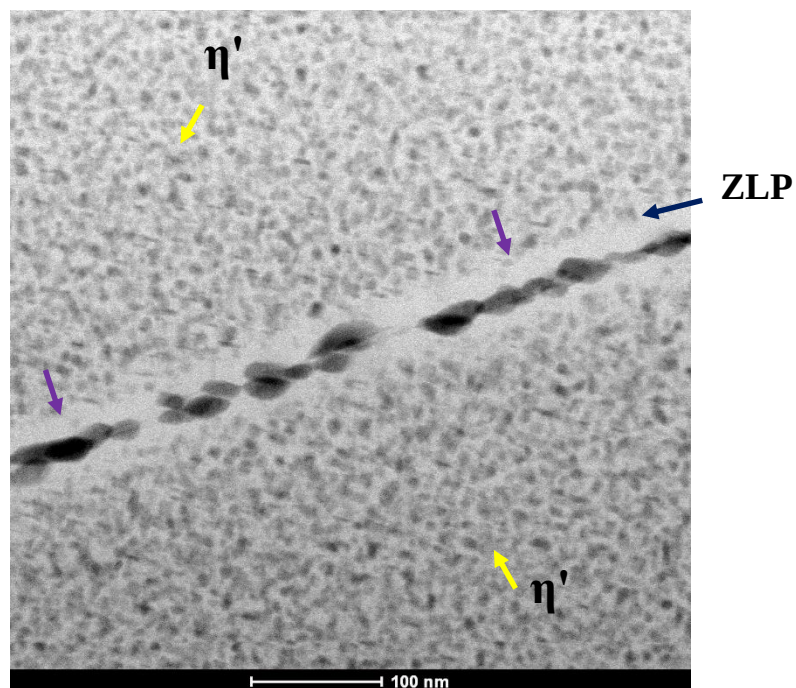
Figura 4.14. Microestrutura por microscópio eletrônico de transmissão da amostra da liga AA7050 na condição T6I4-65 em campo claro.



Fonte: O Autor.

Na Figura 4.15, é possível notar a presença de áreas de ZLP ao longo do contorno de grão (seta azul), a mesma mede em média $0,030\mu\text{m}$ de espessura. Também é possível notar precipitados e aglomerados no contorno de grão (seta roxa). Além da presença de precipitados de η' no interior do grão (seta amarela).

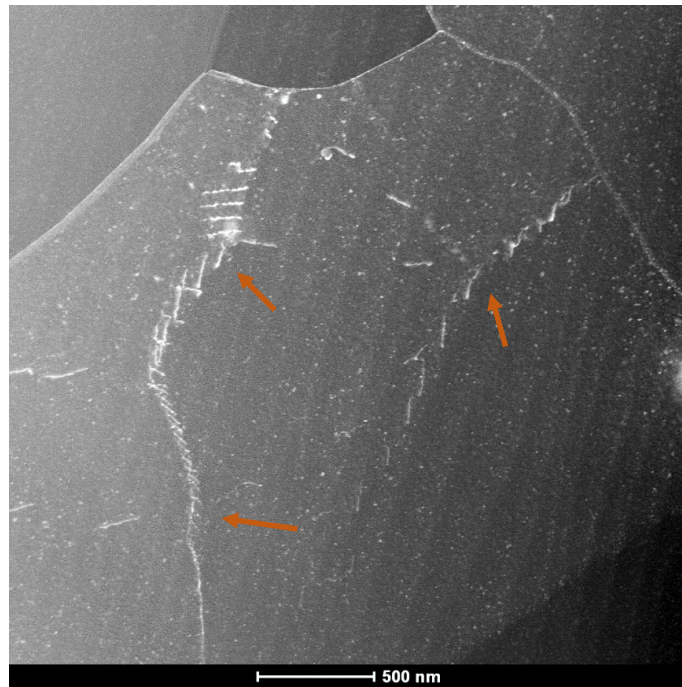
Figura 4.15. Microestrutura por microscópio eletrônico de transmissão da amostra da liga AA7050 na condição T6I4-65 em campo claro.



Fonte: O Autor.

A Figura 4.16 mostra uma micrografia na condição T6I4-65 em campo escuro. É possível visualizar um pequeno acúmulo de discordâncias indicadas pelas setas laranja. Esta pequena quantidade e o não acúmulo de discordâncias nos contornos de grão confirma que o material não se encontra no estado encruado.

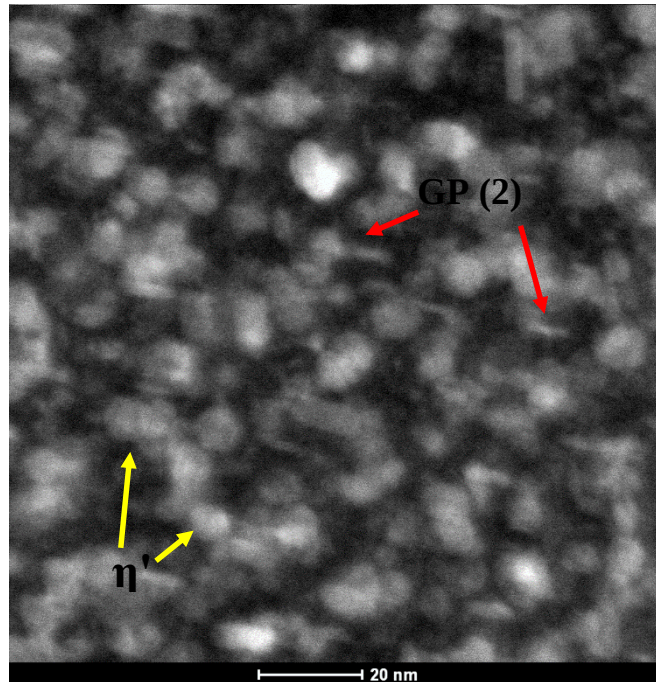
Figura 4.16. Microestrutura por microscópio eletrônico de transmissão da amostra da liga AA7050 na condição T6I4-65 em campo escuro.



Fonte: O Autor.

Na Figura 4.17 é possível notar a presença de precipitados, em formato irregular, estas partículas possuem diâmetro médio aproximada de $0,010\mu\text{m}$.

Figura 4.17. Microestrutura por microscópio eletrônico de transmissão da amostra da liga AA7050 na condição T6I4-65 com alta magnificação em campo escuro.

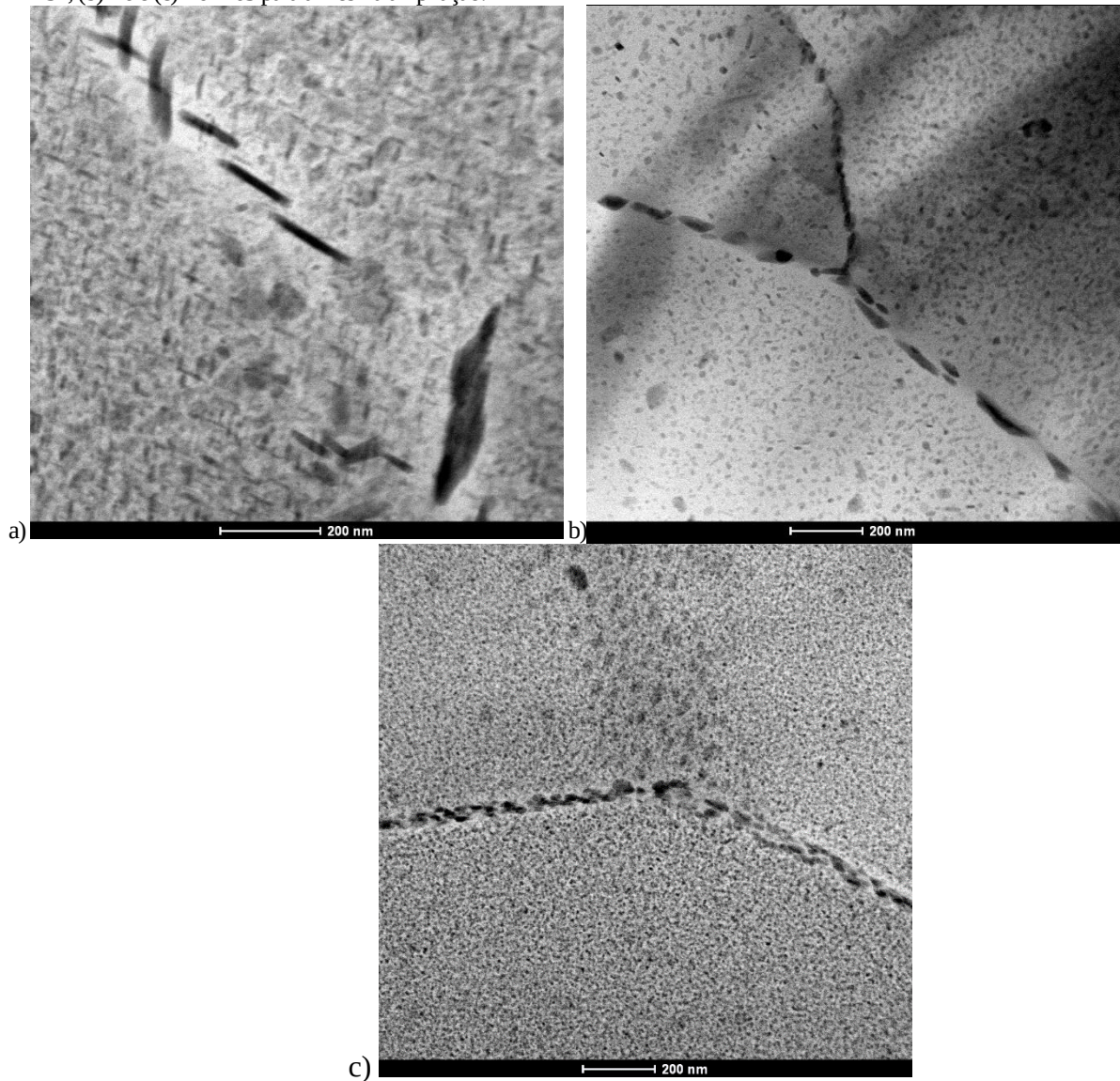


Fonte: O Autor.

De acordo com estas análises da condição T6I4-65, as partículas presentes estão no estado de subenvelhecimento, com a maior parte de seus precipitados estando na transição $GP(2) \rightarrow \eta'$, com predominância de zonas GP(2) e a presença de partículas η nos contornos de grão. As análises de DSC mostram que para os tempos de tratamento de envelhecimento escolhidos para esta condição, existe a presença de fase η' , no entanto, uma quantidade desta fase não predominante, confirmando a transição entre GP(2) e η' .

Desse modo, a Figura 4.18 apresenta uma comparação das três condições T7451, T6 e T6I4-65 obtidas por MET.

Figura 4.18. Microestruturas por microscópio eletrônico de transmissão de uma amostra da liga AA7050 nas condições: (a) T7451, (b) T6 e (c) T6I4-65 para a mesma ampliação.



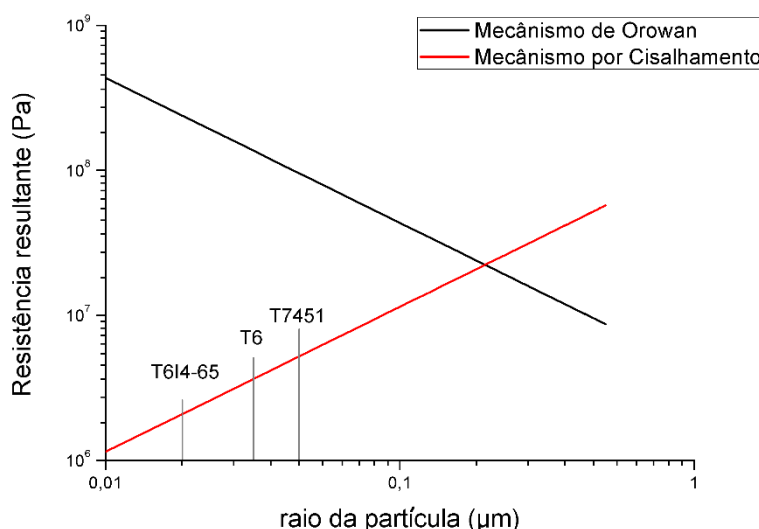
Fonte: O Autor.

Os precipitados da condição T7451 se encontram no estado superenvelhecido, com pouca presença de precipitados GP(2), o tamanho aproximado de seus precipitados η está entre 0,030 e 0,050 μm . A condição T6 está na condição subenvelhecida, tendo seus precipitados na transição GP(2) $\rightarrow\eta'$, com predominância de precipitados de zonas GP(2) com tamanhos entre 0,020 e 0,030 μm . A condição T6I4-65 também se encontra no estado subenvelhecido, com predominância de precipitados GP(2) com tamanho aproximado de 0,010 μm .

4.2.5 Mecanismo de Orowan versus Mecanismo de Cisalhamento de Partículas

Para compreender a influência do tamanho dos precipitados em cada condição nas propriedades mecânicas, foi realizado um cálculo estimado do modelo de aumento de resistência teórico pelos mecanismos de Orowan e por cisalhamento de partículas para a liga AA7050, calculadas a partir das equações 3 e 6, (item 2.3), e está apresentado na Figura 4.19. Para esta estimativa foi considerado que o módulo de cisalhamento para liga de alumínio é 30GPa, o vetor de Burgers mede cerca de 0,29nm, a energia para a criação de novas superfícies dentro de uma matriz de alumínio é 1,27 J/m², a distância média entre as partículas precipitadas medida nas Figuras 4.10, 4.13 e 4.17 mede 0,060μm e o tamanho médio dos precipitados medidos são 0,010μm, para a condição T6I4-65, 0,030μm para a condição T6 e 0,040μm para a condição T7451. [02-07, 53]

Figura 4.19. Aumento de resistência teórico pela adição de partículas precipitadas no interior da matriz de alumínio segundo seu raio e a comparação das diferentes condições segundo o raio de suas partículas.



Fonte: O Autor.

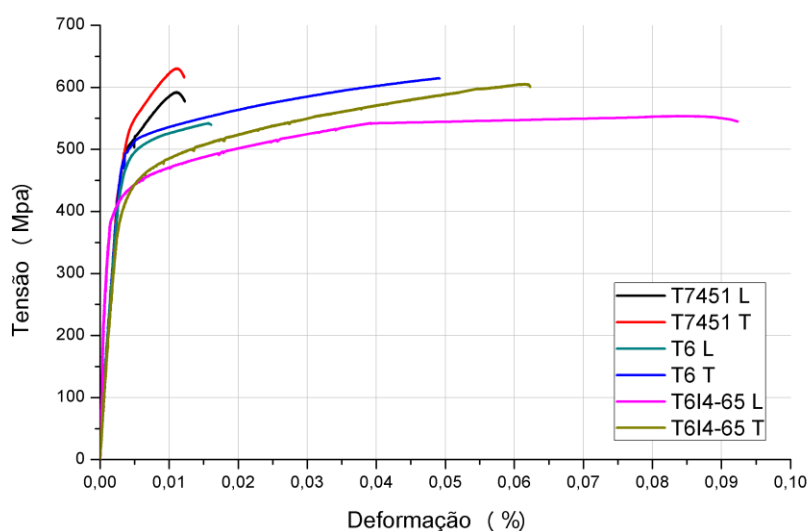
Considerando os parâmetros analisados na Figura 4.19, o mecanismo de aumento de resistência atuante nas três condições analisadas é o cisalhamento de partículas (linha vermelha). Para este mecanismo, o aumento de resistência é dependente do tamanho dos precipitados presentes, e assim, a resistência teórica é superior para a condição com maior tamanho médio de precipitados. O aumento da resistência mecânica pelo mecanismo de cisalhamento de partículas segue a ordem decrescente para as condições: T7451, T6 e T6I4-65.

4.3 DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS

4.3.1 Determinação das propriedades de tração

Para quantificar as propriedades de tração das condições T7451, T6 e T6I4-65, foram utilizados ensaios de tração. Assim, a partir das curvas reais de tração versus deformação, vistas na Figura 4.20, foram obtidas limite de escoamento, limite de resistência à tração e ductilidade por redução de área para as amostras nas diferentes condições e direções. Os resultados das propriedades de tração são apresentados na Tabela 8.

Figura 4.20. Curvas reais obtidas através dos ensaios de tração para amostras nas condições T7451, T6 e T6I4-65 para as direções Longitudinal e Transversal à laminação.



Fonte: O Autor.

É possível perceber na Tabela 8 os diferentes comportamentos a tração para as diferentes condições. Como o esperado, as direções transversais para as três condições apresentaram maiores valores de resistência mecânica, tanto em termos de limite de escoamento quanto limite de resistência à tração, porém apresentaram menor ductilidade em relação à direção longitudinal.

Tabela 8. Propriedades de tração para as três condições nas direções longitudinal e transversal a laminação.

Condição	Limite de escoamento (MPa)		Limite de resistência a tração (MPa)		Ductilidade por redução de área	
T7451 L	492	±10,5	592	± 23,1	3,7%	±1,2
T7451 T	528	± 5,0	636	± 5,3	2,8%	±0,9
T6 L	450	± 11,7	542	± 24,1	10%	±0,8
T6 T	501	± 23,1	614	± 14,0	5,2%	±0,4
T6I4-65 L	425	± 12,9	554	± 13,8	16,9%	±1,3
T6I4-65 T	451	± 9,8	605	± 13,3	14,6%	±0,8

Fonte: O Autor.

Como pode ser visto na Tabela 8, as propriedades em tração da condição T7451 foi superior às demais, com maiores limites de escoamento e de resistência a tração, porém com baixa ductilidade. Como previsto, as condições T6 e T6I4-65 apresentam valores para limite de resistência a tração muito próximos, com valores pouco superiores na condição T6. Porém a ductilidade apresentada pela condição T6I4-65 foi muito superior.

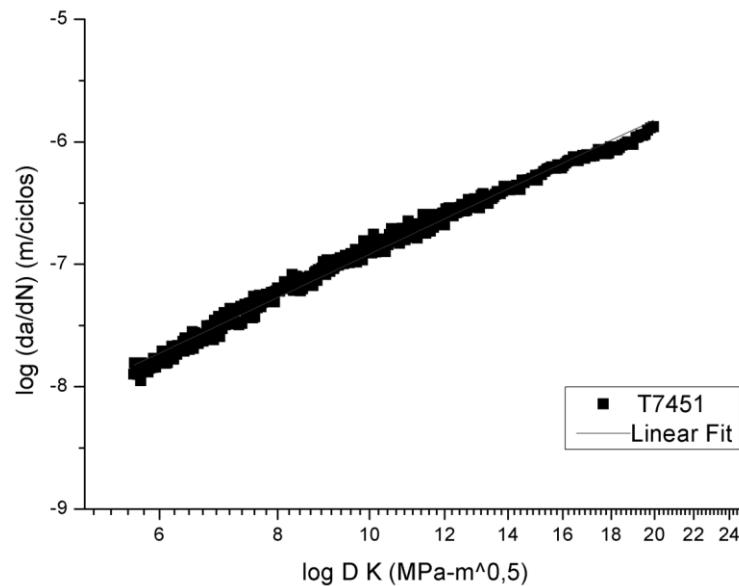
A variação nas propriedades de tração são resultado da alteração na microestrutura das partículas precipitadas. O aumento da resistência teórico ocorreu como o previsto pela análise das partículas precipitadas, mostrada na Figura 4.19. Indicando que a condição T7451, com maior tamanho de precipitados, apresentou maior limite de escoamento e limite de resistência à tração.

Como o mecanismo de resistência por cisalhamento de partículas foi menos eficiente na condição T6I4-65, esta obteve menores limites de escoamento e resistência à tração. A maior ductilidade encontrada para esta condição também é associada ao tamanho reduzido dos precipitados. Confirmando que o tempo escolhido do tratamento térmico resultou em partículas precipitadas no estado de subenvelhecimento. [56]

4.3.2 Determinação das propriedades relativas à propagação de trinca por fadiga

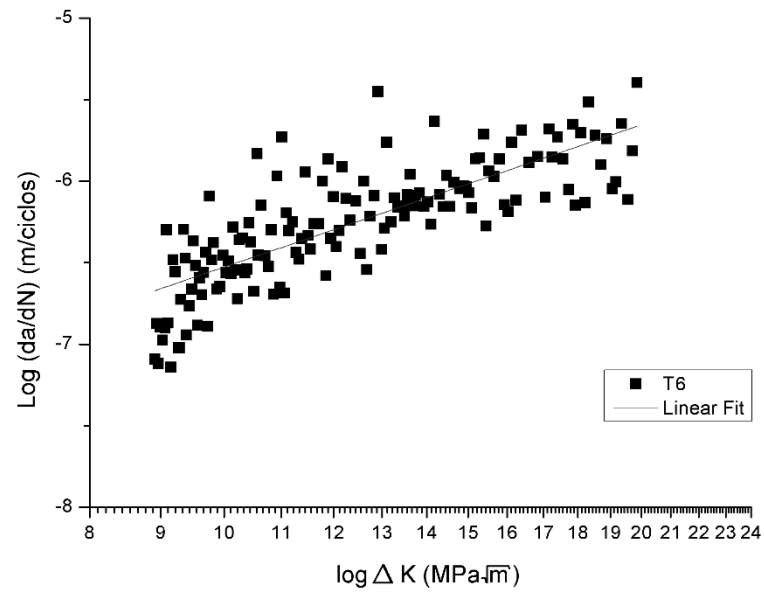
Para analisar as propriedades em fadiga da liga AA7050 nas condições T7451, T6 e T6I4-65, foram realizados ensaios de propagação de trinca por fadiga. Os resultados das curvas da/dN versus ΔK foram então obtidos. A porção linear da curva, ou seja, a região de Paris seguiu de acordo a equação 7, $\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m$, na qual C e m são as constantes de Paris. Estas regiões lineares podem ser vistas nas Figuras 4.21, 4.22, 4.23 e 4.24.

Figura 4.21. Propagação de trinca estável por (da/dN) versus ΔK na condição T7451, na orientação L-T na região de Paris.



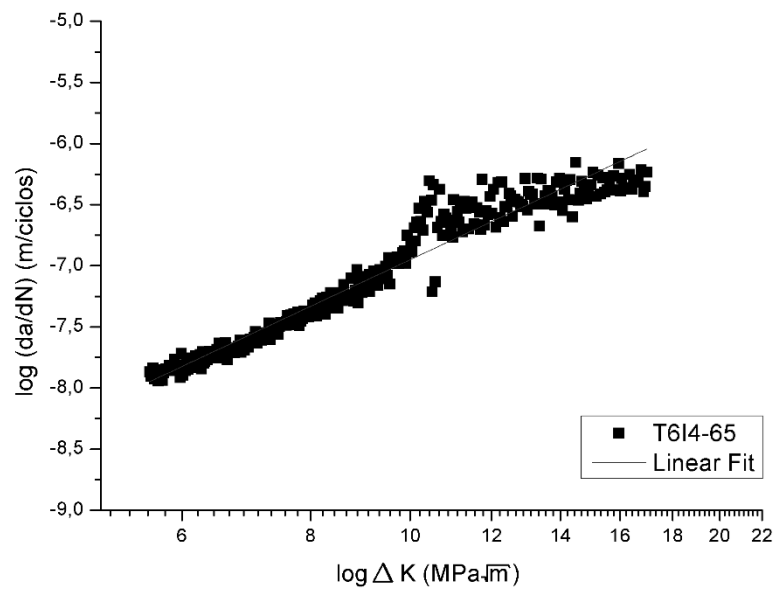
Fonte: O Autor

Figura 4.22. Propagação de trinca estável por (da/dN) versus ΔK na condição T6, na orientação L-T na região de Paris.



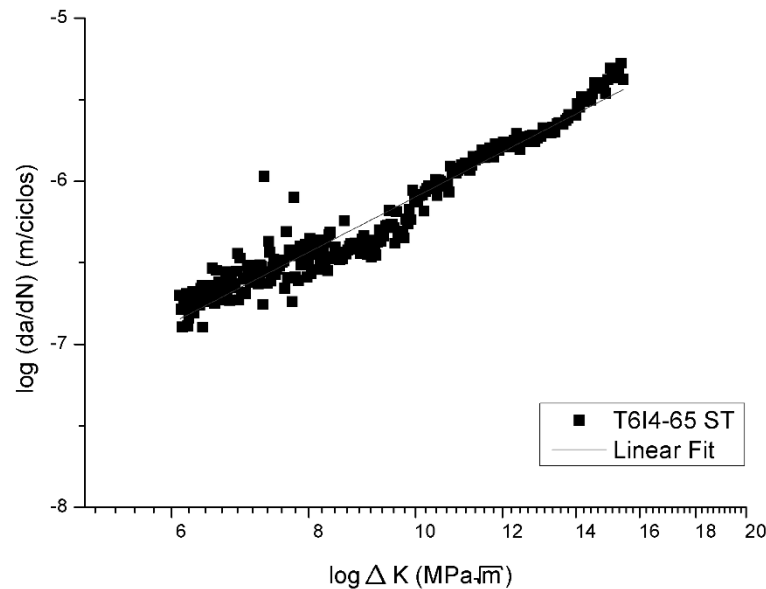
Fonte: O Autor

Figura 4.23. Propagação de trinca estável por (da/dN) versus ΔK na condição T6I4-65, na orientação L-T na região de Paris.



Fonte: O Autor

Figura 4.24. Propagação de trinca estável por (da/dN) versus ΔK na condição T6I4-65, na orientação S-T na região de Paris.



Fonte: O Autor

A Tabela 9 apresenta os valores numéricos das taxas de propagação de trinca estável por fadiga para as diferentes condições analisadas em função da variação do fator de intensidade de tensão aplicada de 10, 15, 20 e 25 MPa√m.

Tabela 9. Taxa de propagação de trinca estável por fadiga para as condições analisadas, os parâmetros de Paris C e m para diferentes variações de intensidade de tensão aplicada ΔK .

Condição	C	m	da/dN (m/ciclos) por ΔK [MPa√m]			
			$\Delta K=10$	$\Delta K=15$	$\Delta K=20$	$\Delta K=25$
T7451 L-T	3,14 E-11	3,677	1,49E-07	6,63E-07	19,1E-07	43,4E-07
T6 L-T	3,01E -09	2,163	4,38E-07	10,5E-07	19,6E-07	31,8E-07
T6I4-65 L-T	1,01 E-10	3,190	1,58E-07	5,77E-07	14,4E-07	29,4E-07
T6I4-65 S-T	5,12E-11	3,488	1,57E-07	6,47E-07	17,7E-07	38,5E-07

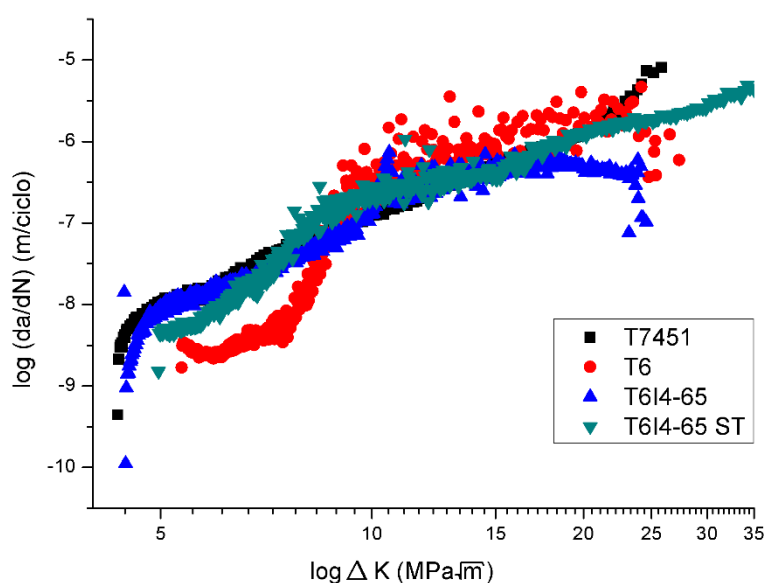
Fonte: O Autor

Na Tabela 9, para o nível $\Delta K=10$ MPa√m, os valores da taxa de propagação de trinca por fadiga para as condições T7451 e T6I4-65 foram equivalentes. No entanto, com o aumento do nível de tensão ΔK , ocorre uma diferenciação de comportamento entre as duas condições, até que, em $\Delta K=20$ MPa√m, a taxa apresentada pela condição T6I4-65 foi 24% menor quando comparada a condição T7451. Enquanto a condição T6 apresentou maior taxa de propagação de trinca para níveis de ΔK entre 10 e 20 MPa√m, em relação as condições T7451 e T6I4-65.

Além disso, para a condição T6I4-65, a variação de taxa de propagação de trinca para as orientações L-T e S-T só ocorreu após $\Delta K=15\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, após este nível de ΔK , a orientação S-T obteve taxa de propagação de trinca por fadiga superior em relação a orientação L-T.

Figura 4.25 apresenta as quatro curvas de propagação de trinca por fadiga da/dN por ΔK obtidas. Nesta figura é possível perceber a diferença da resistência a propagação de trinca por fadiga.

Figura 4.25. Propagação de trinca por (da/dN) versus ΔK nas condições T7451 L-T, T6 L-T, T6I4-65 L-T e T6I4-65 S-T.



Fonte: O Autor.

A diferença de comportamento de resistência a propagação de trinca por fadiga entre as três condições é resultado da ação conjunta dos precipitados e das regiões ZLPs. [33-35] Os precipitados atuam como barreiras para a propagação de trinca da mesma maneira que contribuem para o aumento de resistência a tração. O aumento de resistência é proporcional ao aumento do raio da partícula, e é inversamente proporcional ao aumento do espaçamento entre as partículas.

A maior eficiência dos precipitados está associada às partículas incoerentes, que geram campos de tensão elástica na rede cristalina da matriz, maior tamanho e maior razão de aspecto. [33-35, 57]. Os precipitados encontrados na condição T7451, possuem morfologia de plaquetas finas e apresentam diâmetros médios de $0,040\mu\text{m}$ e razão de aspecto em torno de 1,7; os encontrados na condição T6 possuem morfologia de plaquetas mais arredondadas, com

diâmetro médio de $0,025\mu\text{m}$ e razão de aspecto em torno de 1,45 e os presentes na condição T6I4-65 possuem morfologia de pequenas plaquetas finas, com diâmetros na média de $0,010\mu\text{m}$ e razão de aspecto em torno de 1,6. Analisando estes dados, é possível concluir que os precipitados presentes na condição T7451 são mais eficientes para promover o retardo do avanço da trinca.

Porém as análises de MET mostram que para a condição T6I4-65 possui maior fração volumétrica de precipitados, conseqüentemente, o espaçamento médio entre os precipitados é muito inferior ao detectado na condição T7451. Mesmo considerando que os precipitados presentes na condição T7451 sejam mais eficientes, a maior quantidade e maior proximidade dos precipitados presentes na condição T6I4-65 podem contribuir no aumento na resistência a propagação de trinca por fadiga. A condição T6 apresentou o maior espaçamento médio entre partículas, e isto pode ter influenciado na redução na resistência a propagação de trinca por fadiga.

Além disso, a presença de zonas livres de precipitados contribui para redução da resistência a propagação de trincas por fadiga, uma vez que estas regiões não contam com o aumento de resistência promovido pelos precipitados e assim, se apresenta como um caminho de menor resistência para a propagação de trincas. Quanto maiores forem as ZLPs, menor será a resistência a propagação de trinca por fadiga. [36, 57-59]

Nas análises de MET, a condição T7451 apresentou espessura média de ZLP de $0,075\mu\text{m}$, a condição T6 uma espessura média de $0,060\mu\text{m}$ e a condição T6I4-65, uma espessura média de $0,030\mu\text{m}$. Desta maneira, a influência negativa gerada pelas ZLPs foi menor na condição T6I4-65.

A resistência a propagação de trinca resultante do tratamento de envelhecimento T6I4-65 foi superior as demais, e isto é associado com a maior densidade de precipitados semi coerentes e à redução das ZLPs, assim como os resultados do trabalho de DUMONT et al [13] e JIA et al [60].

4.3.3 Fratografia

A superfície de fratura dos corpos de prova fraturados durante os ensaios de propagação de trinca por fadiga foi examinada por microscopia eletrônica de varredura, MEV. O objetivo desta técnica foi apresentar e analisar a superfície de fratura resultante dos ensaios de propagação de trinca por fadiga e destacar as estrias de fadiga resultantes em cada condição.

Em materiais dúcteis, a propagação de trinca por fadiga ocorre como uma intensa deformação localizada de bandas de deslizamento próximas a ponta da trinca. O deslizamento de discordâncias ocorre geralmente no sistema de deslizamento mais favorável. Quando um sistema de deslizamento deixa de ser favorável devido a ação de obstáculos, partículas precipitadas neste caso, o deslizamento das bandas muda de orientação e passa a ocorrer em outro sistema de deslizamento. [58]

As estrias de fadiga são outro indicativo dos estágios de propagação estáveis de trinca, geradas pelo método esquematizado na Figura 2.6. A comparação das distâncias entre as estrias pode indicar qual condição é mais resistente à propagação de trincas por fadiga, pois, quanto menor for o espaçamento entre as estrias, menor foi a taxa de propagação de trinca por fadiga e maior foi a resistência a propagação de trinca por fadiga.

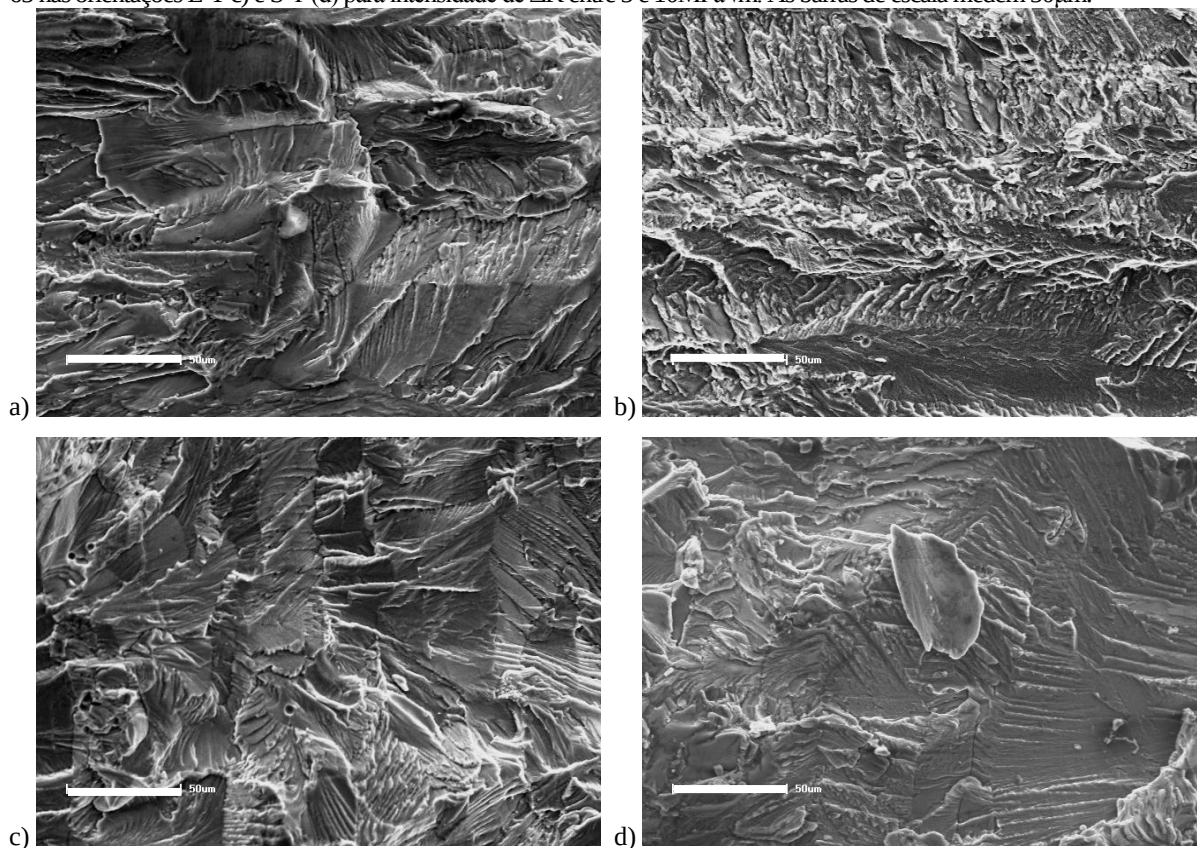
4.3.3.1 Propagação de trinca por fadiga estável

O início da propagação estável é a segunda etapa na fratura por fadiga, esta etapa se inicia quando uma das trincas nucleadas na primeira etapa atinge o tamanho crítico e propaga-se pelo interior da liga de alumínio.

A Figura 4.26 mostra as superfícies de fratura resultantes do início da propagação de trinca estável por fadiga para as condições T7451 (a), T6 (b) e T6I4-65, nas orientações L-T (c) e S-T (d), no nível de ΔK aplicado entre 5 e 10 MPa $\sqrt{m}$. A trinca se propagou macroscopicamente da esquerda para a direita.

É possível notar que para condição T7451, 4.26(a), a presença de múltiplas e largas facetas. Enquanto na condição T6, 4.26(b), as múltiplas facetas são mais estreitas. Para materiais menos resistentes, o tamanho das facetas é menor devido à maior deformação plástica na ponta da trinca como demonstrado por CUPTA [61]. A morfologia visualizada para as quatro condições é típica para propagação de trinca transgranular.

Figura 4.26. Superfícies de fratura dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga nas condições T7451 (a), T6 (b) e T6I4-65 nas orientações L-T c) e S-T (d) para intensidade de ΔK entre 5 e 10 MPa $\sqrt{m}$. As barras de escala medem 50 μm .

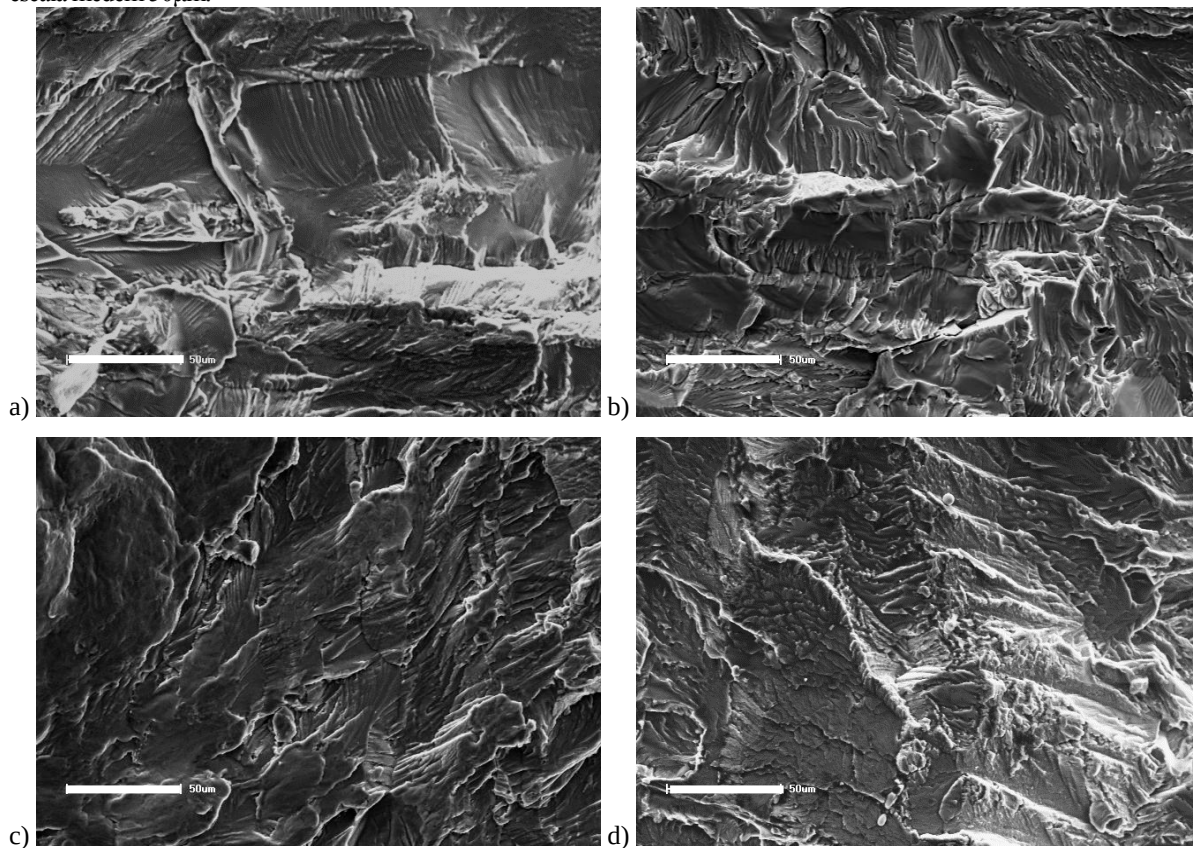


Fonte: O Autor.

Percebe-se que a condição T6, 4.26(b), apresenta maior rugosidade da superfície de fratura e os cumes de fratura são mais espessos, isto é resultado de maior deformação plástica na propagação de trinca, indicando menor resistência a esta propagação.

Com o aumento da intensidade de tensão aplicada ΔK , ocorre o aumento na taxa de propagação de trinca por fadiga (Tabela 9), a Figura 4.27 mostra as superfícies de fratura resultantes da propagação de trinca por fadiga estável, para tensão aplicada entre 10 e 15 MPa $\sqrt{m}$ para as quatro condições analisadas. As superfícies de fratura são formadas por facetas. A superfície de fratura da amostra da condição T6I4-65, 4.27(c), possui baixa rugosidade superficial e de maneira oposta, a amostra na condição T6, 4.27(b), apresenta maior rugosidade e facetas menores. Segundo WANG, [62], a maior rugosidade superficial indica maior deformação plástica na ponta da trinca e assim, menor resistência a propagação de trinca.

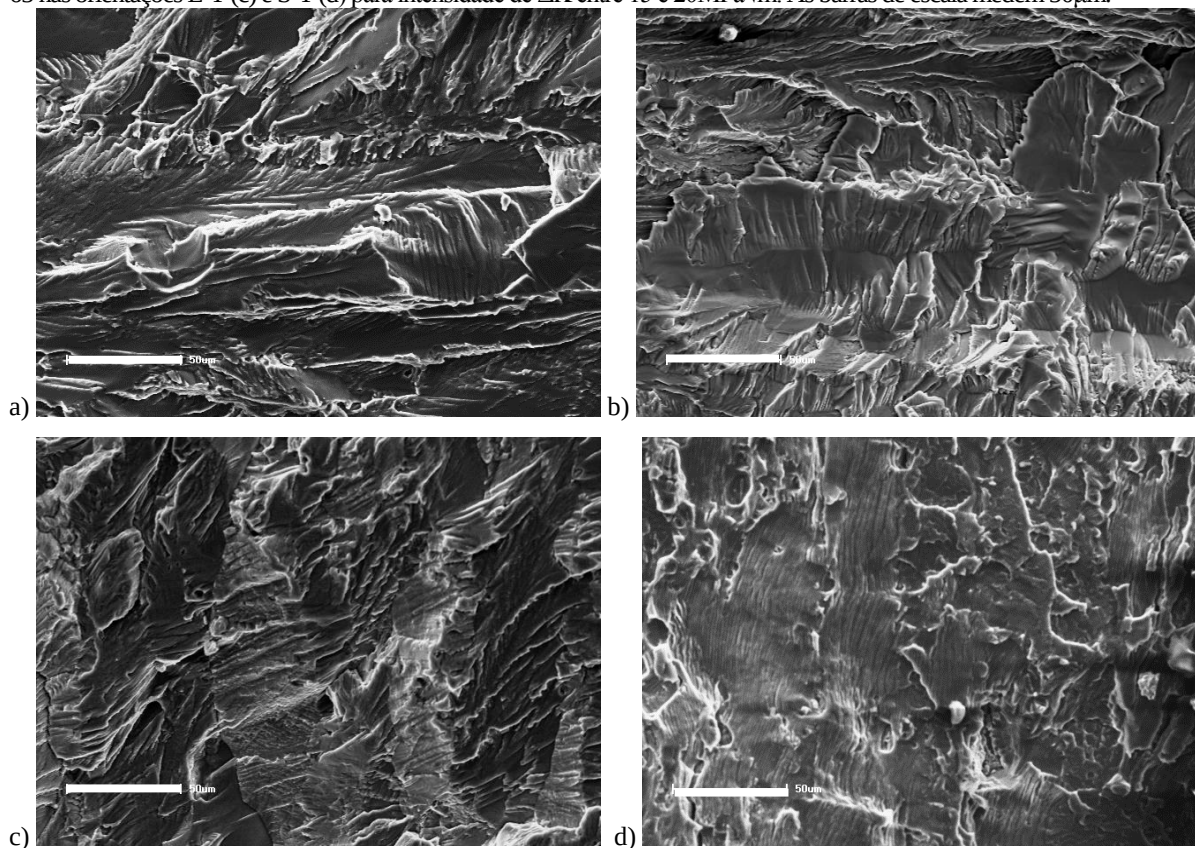
Figura 4.27. Superfícies de fratura dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga nas condições T7451 (a), T6 (b) e T6I4-65 nas orientações L-T (c) e S-T (d) para intensidade de ΔK entre 10 e 15 MPa $\sqrt{m}$. As barras de escala medem 50 μm .



Fonte: O Autor.

Na sequência, a Figura 4.28 mostra as superfícies de fratura resultantes da propagação de trinca estável por fadiga para as quatro condições mas para intensidade de ΔK aplicado entre 15 e 20 MPa $\sqrt{m}$. Estas superfícies apresentam facetas menores e com maior variação de orientação, também possuem maior rugosidade, demonstrando que a taxa de propagação local foi superior às apresentadas anteriormente. A condição T6I4-65, 4.28(c) e (d), apresentam menor variação na orientação das facetas e os cumes de fratura visualizados nesta condição são menos acentuados que os presentes nas outras condições, demonstrando maior resistência a propagação de trinca.

Figura 4.28. Superfícies de fratura dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga nas condições T7451 (a), T6 (b) e T6I4-65 nas orientações L-T (c) e S-T (d) para intensidade de ΔK entre 15 e 20 MPa $\sqrt{m}$. As barras de escala medem 50 μm .

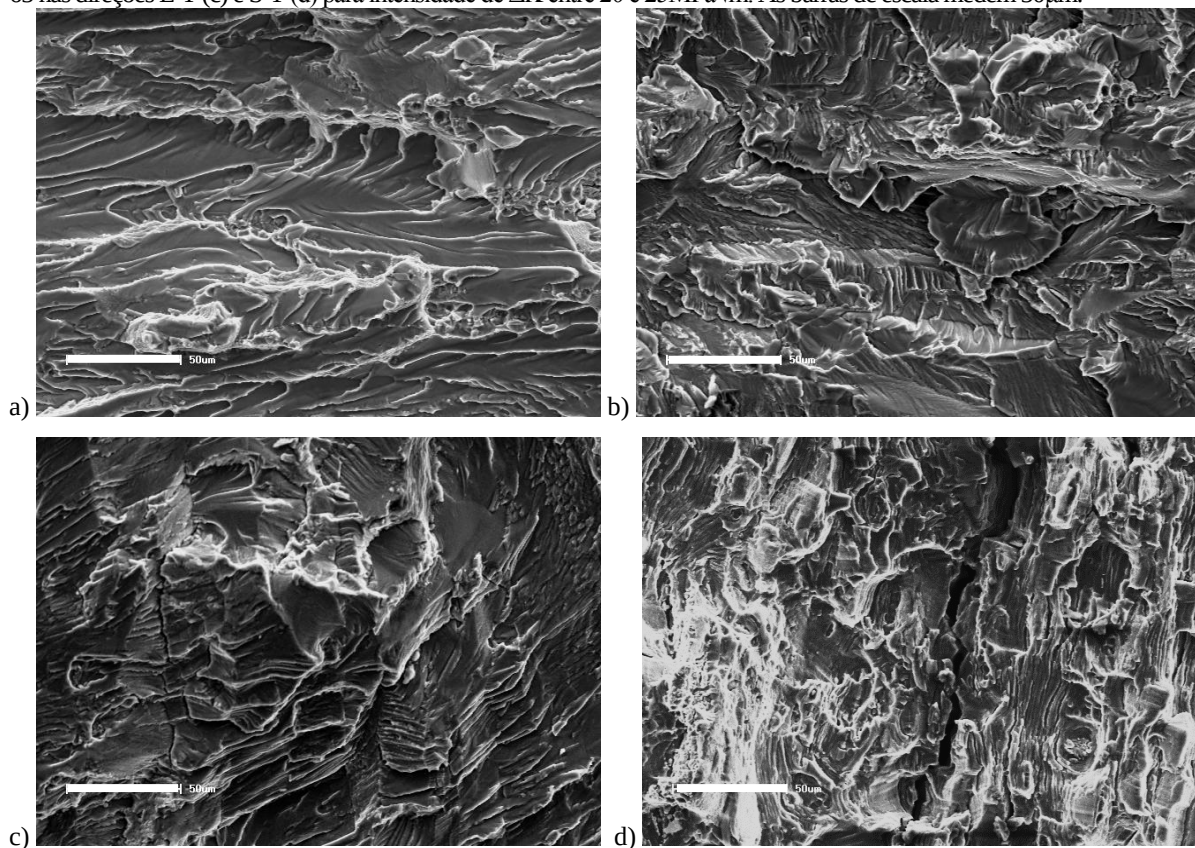


Fonte: O Autor.

A Figura 4.29 mostra as superfícies de fratura resultantes da propagação de trinca estável por fadiga para as quatro condições analisadas em tensão aplicada ΔK entre 20 e 25 MPa $\sqrt{m}$. Esta é etapa final da propagação de trinca por fadiga estável, na qual as taxas de propagação de trinca por fadiga são muito superiores às iniciais, as superfícies de fratura apresentam muitos sinais de deformação plástica como a grande rugosidade e a baixa definição de facetas. A superfície visualizada para a condição T7451, 4.29(a), possui um aspecto ondulado, sinal de deformação plástica, enquanto a condição T6I4-65, 4.29(c), ainda apresenta a superfície com facetas, demonstrando que nesta faixa de tensão aplicada, a condição T6I4-65 sofreu taxa de propagação de trinca por fadiga inferior.

A mesma condição na direção S-T, 4.29(d), apresentou uma superfície de fratura com inúmeras pequenas facetas, indicando menor resistência se comparada com a direção L-T. Nesta direção S-T também é possível visualizar uma trinca secundária perpendicular a direção de propagação da trinca primária.

Figura 4.29. Superfícies de fratura dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga nas condições T7451 (a), T6 (b) e T6I4-65 nas direções L-T (c) e S-T (d) para intensidade de ΔK entre 20 e 25 MPa $\sqrt{\text{m}}$. As barras de escala medem 50 μm .



Fonte: O Autor.

4.3.3.2 Propagação de trinca instável

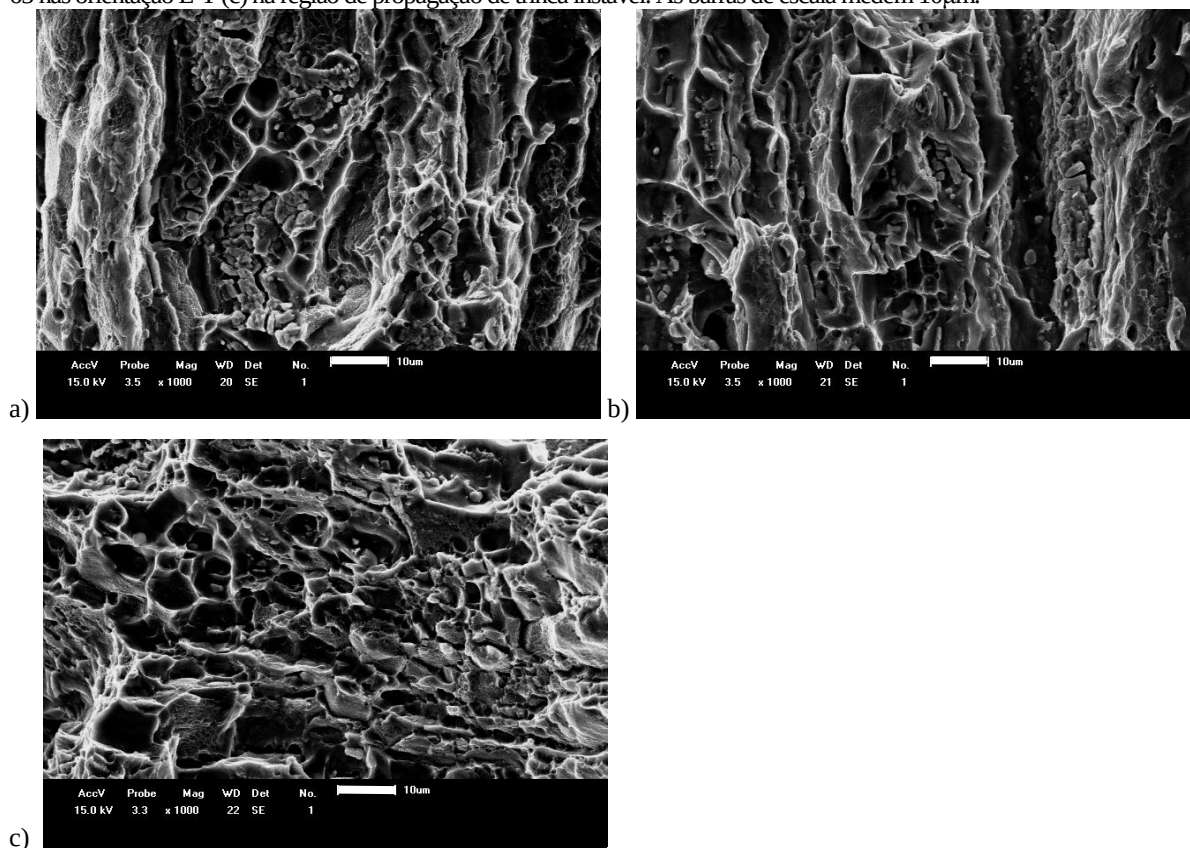
Quando a tensão aplicada excede a capacidade de resistência da área resistente, inicia-se a terceira etapa da propagação de trinca por fadiga, a propagação instável.

A Figura 4.30 mostra as superfícies de fratura resultantes da propagação de trinca instável nas condições T7451 (a), T6 (b) e T6I4-65 na orientação L-T (c). Nesta etapa, a propagação de trinca ocorre de maneira instável e com grande velocidade. As superfícies de fratura são muito diferentes das visualizadas durante a propagação de trinca estável, não sendo mais visualizadas facetas, ao invés, são visualizados microvazios, chamados *dimples*.

Estes microvazios são formados durante a deformação plástica concentrada durante a fratura. São gerados pelo rompimento da interface entre matriz e partículas intermetálicas constituintes e a fratura ocorre pela coalescência destes microvazios. Partículas de intermetálicos insolúveis podem ser visualizados nesta Figura 4.30, no interior dos *dimples* e

Nesta etapa da propagação de trinca por fadiga, não são visualizadas diferenças entre as diferentes condições analisadas.

Figura 4.30. Superfícies de fratura dos corpos de prova de propagação de trinca por fadiga nas condições T7451 (a), T6 (b) e T6I4-65 nas orientação L-T (c) na região de propagação de trinca instável. As barras de escala medem 10 μ m.



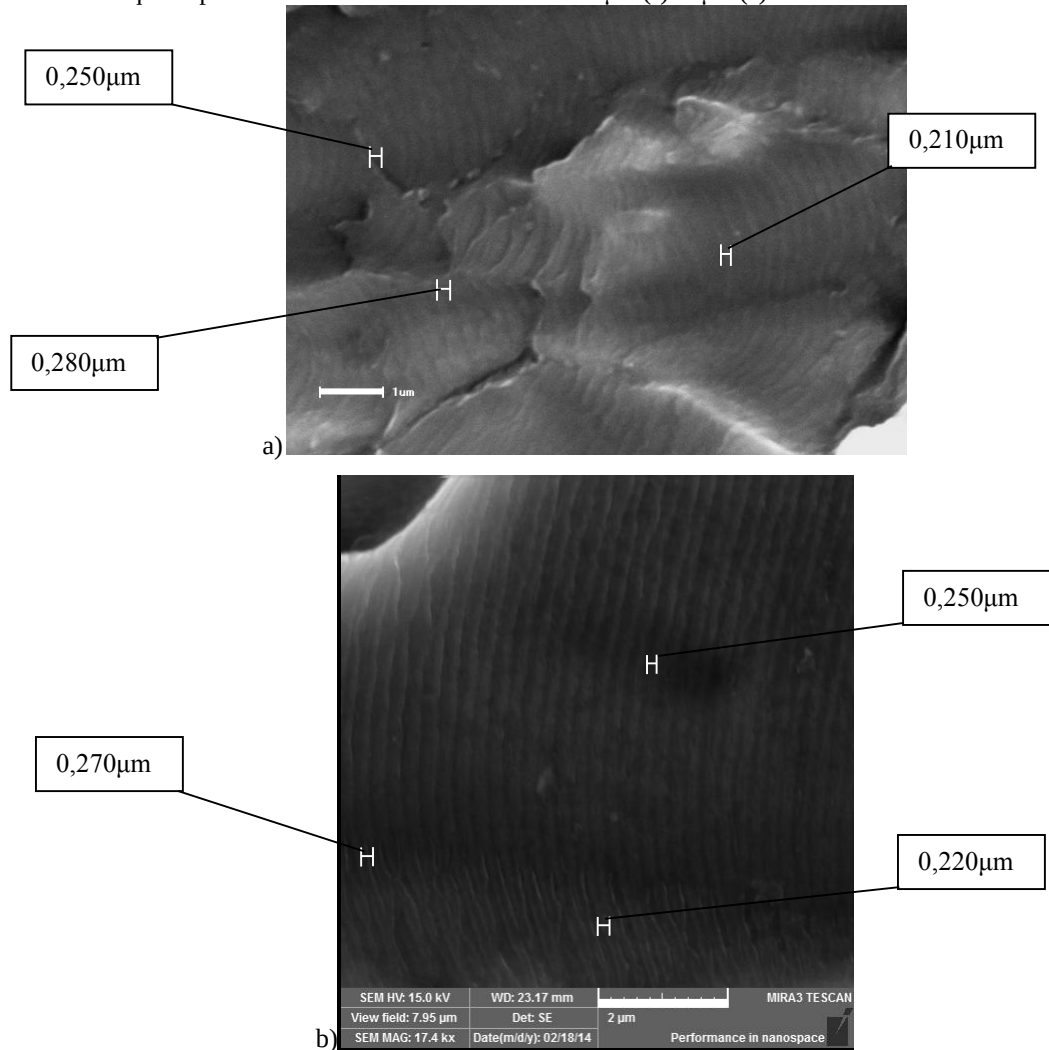
Fonte: O Autor.

4.3.3.3 Comparação entre as estrias de fadiga

A comparação entre a largura de estrias por fadiga é um indicativo da resistência à propagação de trinca por fadiga, pois, estas são originárias do processo da propagação de trinca estável. Quanto mais afastadas estiverem as estrias, maior será a taxa de propagação de trinca por fadiga. [57]. Todas as superfícies das quatro condições investigadas foram selecionadas em regiões próximas do nível de tensão $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Foram realizadas 15 medidas em 3 áreas para cada condição, algumas destas medidas estão destacadas nas figuras.

A Figura 4.31 mostra a superfície de fratura, com destaque para as estrias de fadiga para a amostra na condição T7451. O espaçamento entre as estrias medidas para a condição T7451 foi em média, $0,250 \pm 0,03 \mu\text{m}$, com pode ser notado na Figura 4.31.

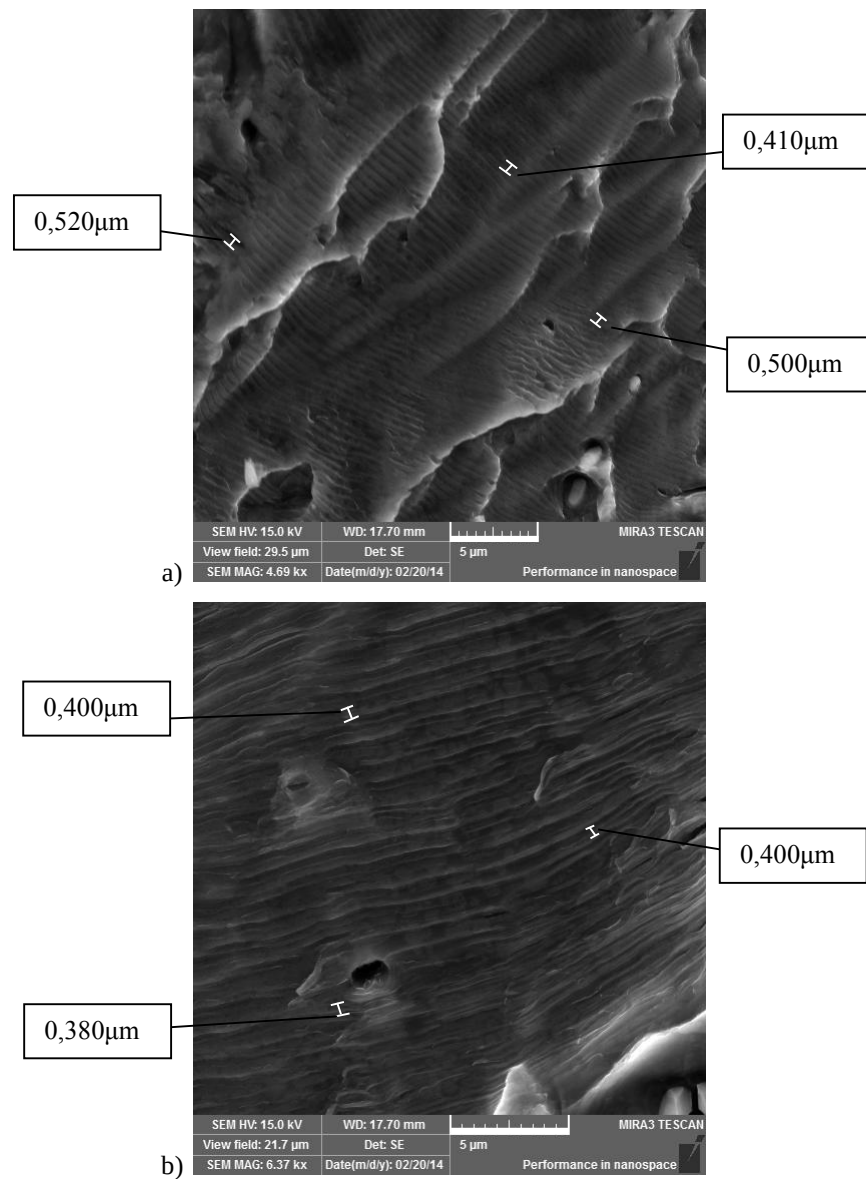
Figura 4.31. Micrografia por MEV da superfície de fratura de um corpo de prova de propagação de trinca por fadiga na condição T7451, com destaque para as estrias de fadiga formadas durante a propagação de trinca estável. A trinca se propagou horizontalmente da esquerda para a direita. As barras de escala medem $1\mu\text{m}$ (a) e $2\mu\text{m}$ (b).



Fonte: O Autor.

Enquanto na Figura 4.32 mostra a condição T6. O espaçamento encontrado entre as estrias foi, em média, $0,440 \pm 0,05\mu\text{m}$. É possível visualizar nesta Figura a presença de partículas intermetálicas constituintes. A morfologia ao redor desta partícula indica que esta foi destacada da superfície durante a fratura, não colaborando para a resistência à propagação da trinca.

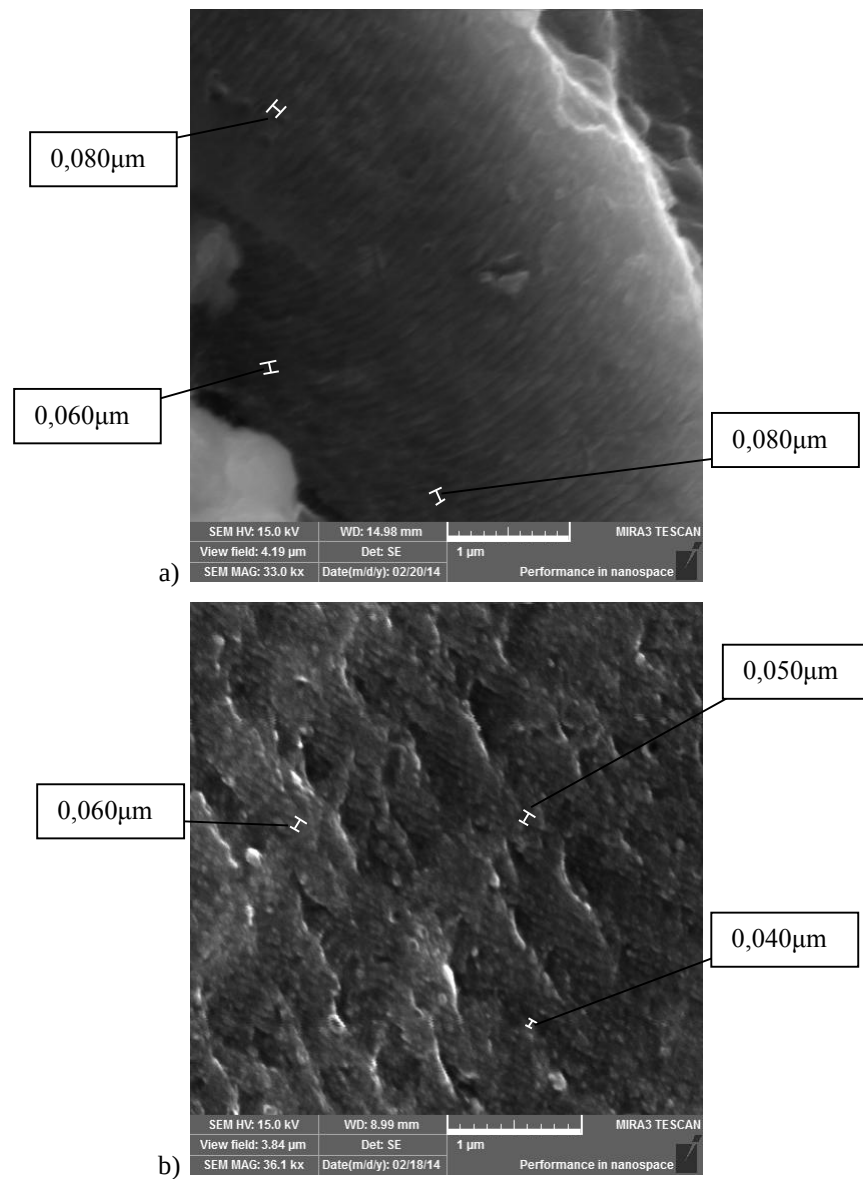
Figura 4.32. Micrografia por MEV da superfície de fratura de um corpo de prova de propagação de trinca por fadiga na condição T6, com destaque para as estrias de fadiga. A trinca se propagou horizontalmente da esquerda para a direita. As barras de escala medem 5µm.



Fonte: O Autor.

Ao passo que na Figura 4.33 mostra a condição T6I4-65, na direção L-T. As estrias de fadiga são mais estreitas quando comparada as demais amostras, e o espaçamento médio entre as estrias foi $0,070 \pm 0,010\mu\text{m}$.

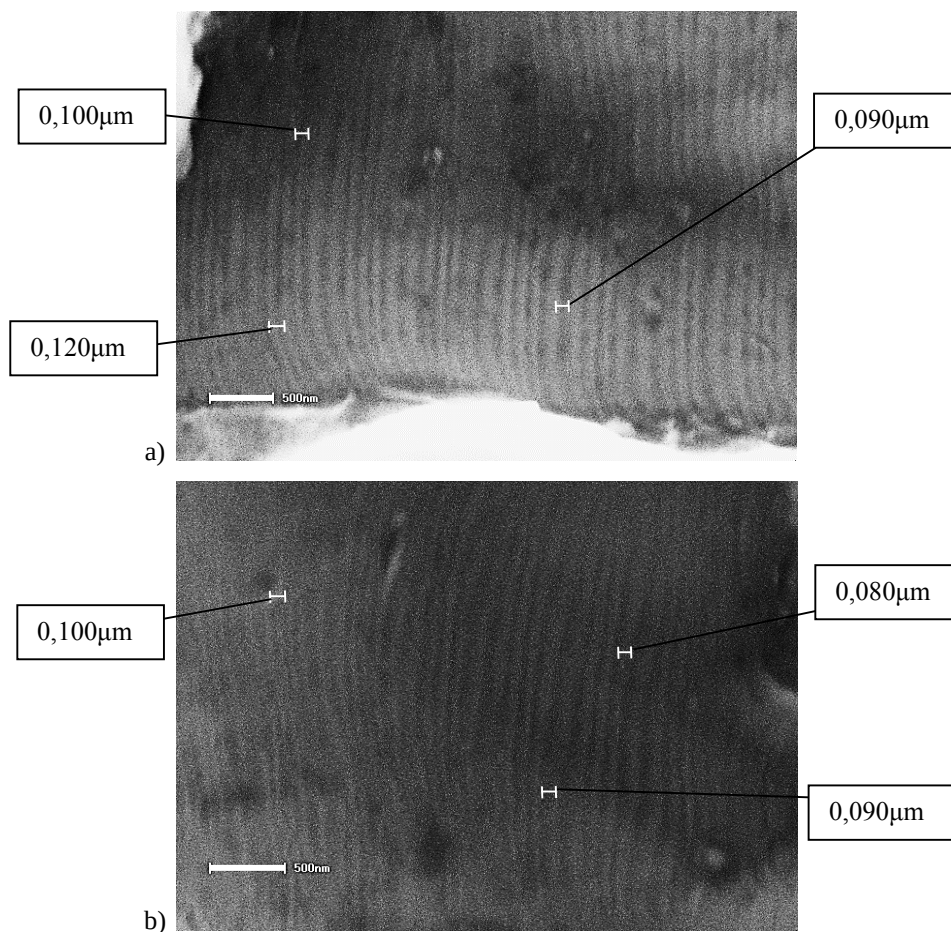
Figura 4.33. Micrografia por MEV da superfície de fratura de um corpo de prova de propagação de trinca por fadiga na condição T6I4-65 L-T, com destaque para as estrias de fadiga. A trinca se propagou horizontalmente da esquerda para a direita. As barras de escala medem 1 μ m.



Fonte: O Autor.

A Figura 4.34 mostra a condição T6I4-65, na direção S-T, o espaçamento médio medido entre as estrias foi de $0,090 \pm 0,02\mu\text{m}$.

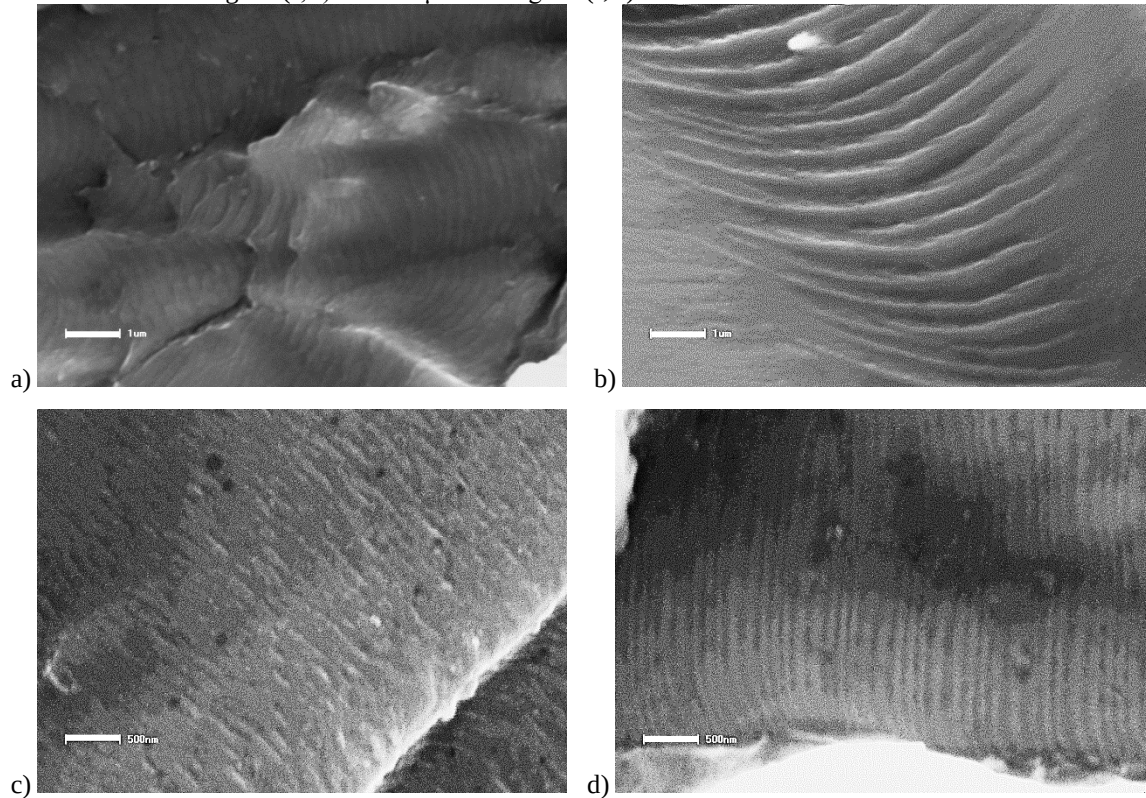
Figura 4.34. Micrografia por MEV da superfície de fratura de um corpo de prova de propagação de trinca por fadiga na condição T6I4-65 S-T, com destaque para as estrias de fadiga. A trinca se propagou horizontalmente da esquerda para a direita. As barras de escala medem 500nm.



Fonte: O Autor.

A Figura 4.35 mostra uma comparação entre espaçamento de estrias nas três condições, como resultado do ensaio de propagação de trinca por fadiga. Os valores medidos do espaçamento entre estrias estão apresentados na Tabela 10. É possível notar na Tabela que a condição T6 apresentou os maiores espaçamentos entre as estrias de fadiga, seguida da condição T7451 e a condição T6I4-65 apresentou distancias entre estrias menores. Relacionando as taxas de propagação de trinca apresentadas pelas três condições percebe-se a mesma tendência. A condição T7451 apresentou taxas de propagação de trinca superiores às apresentadas pela condição T6I4-65, até 24% maiores, e este comportamento foi confirmado pelo espaçamento entre as estrias, que chegou a ser 72% maior para a condição T7451.

Figura 4.35. Comparação entre as estrias de fadiga resultantes para as condições (a) T7451, (b) T6, (c) T6I4-65 L-T e (d) T6I4-65 S-T. As barras nas figuras (a, b) medem 1 μm e nas figuras (c, d) medem 500nm.



Fonte: O Autor.

Tabela 10. Distâncias médias entre estrias para as condições T7451, T6 e T6I4-65 analisadas, para intensidade de tensão aplicada ΔK de 15MPa $\sqrt{\text{m}}$.

Condição	Distância média entre estrias
T7451	0,250 $\pm$ 0,03 μm
T6	0,440 $\pm$ 0,05 μm
T6I4-65 L-T	0,070 $\pm$ 0,01 μm
T6I4-65 S-T	0,090 $\pm$ 0,02 μm

Fonte: O Autor.

5. CONCLUSÃO

A partir dos resultados obtidos é possível concluir:

O tratamento térmico de envelhecimento interrompido T6I4-65 apresentou comportamento promissor, promovendo o aprimoramento da resistência a propagação de trinca por fadiga e mantendo altos níveis de ductilidade.

O comportamento superior da condição T6I4-65 em propagação de trinca por fadiga é associado com a maior densidade de partículas precipitadas GP (2) - η' na forma de uma fina dispersão, com também maior redução de zona livres de precipitados, ZLPs.

A condição T6I4-65 apresentou taxas de propagação de trinca por fadiga de até 24% inferiores à condição T7451, além de alta ductilidade, com até 17% de redução de área, com limite de escoamento superior a 420MPa e limite de resistência a tração superior a 540MPa.

A maior resistência a propagação de trinca por fadiga apresentada pela condição T6I4-65 foi evidenciada pela superfície de fratura resultante nos corpos de prova ensaiados, que apresentavam característica mais rugosa com a presença de inúmeras facetas com orientação variada, que indica a ocorrência de maior quantidade de deformação plástica localizada na ponta da trinca durante sua propagação, resultado de maior resistência.

Os resultados de DSC mostraram que o tempo de 15min na primeira etapa na temperatura de 130 C, contribui para uma maior densidade de precipitados na temperatura de envelhecimento a 65C. Consequentemente, uma maior resistência a propagação de trinca por fadiga para a condição T6I4-65.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

O Autor sugere como sequência do presente trabalho as seguintes análises:

1 – Estabelecer o tempo ideal para a otimização das propriedades mecânicas e de resistência a fadiga para o tratamento térmico de envelhecimento T6I4-65.

2 – Avaliar as propriedades a corrosão e a corrosão sob fadiga resultantes do tratamento T6I4-65.

3 – Determinar os valores da tenacidade e resistência a impacto resultantes do tratamento T6I4-65.

7. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

- 01 – LUMLEY R.N.; POLMEAR I.J.; MORTON A.J.; **Temper Developments Using Secondary Ageing**, Materials Forum Vol. 28, Pág. 85-95, 2004.
- 02 – TOTTEN G. E.; MACKENZIE D. S.; **Handbook of Aluminum**, Physical Metallurgy and Process, New York, 2003.
- 03 – ASM Metals Handbook. **Aluminum Binary Alloy Phase Diagrams** v. 3. ASM International Handbook Committee, 2004.
- 04 – MONDOLFO L. F., **Aluminium Alloy: Structure and Properties**. Butterworths, London, 1976.
- 05 – Aluminum and Aluminum Alloys. [Si] ASM International, 1993.
- 06 – RICE R. C.; JACKSON J. L.; BAKUCKAS J.; THOMPSON S.; **Metallic Materials Properties Development and Standardization**, Washington, 2003.
- 07 – STARKE E.A.; STANLEY J.T., **Application of Modern Aluminum Alloys To Aircraft**, Elsevier Science Ltd, v.32, p. 131-172, 1996.
- 08 – DESHPANDE N. U.; GOKHALE A. M.; DENZER D. K.; LIU J.; **Relationship Between Fracture Toughness, Fracture Path, and Microstructure of 7050 Aluminum Alloy. Part 1**. Metallurgical and Materials Transactions A, v. 29, p. 1191-1201, 1998.
- 09 – LIN J. C.; LIAO H. L.; JEHNG W. D.; CHANG C. H.; LEE S. L.; **of of Heat Treatments On The Tensile Strength and Scc-Resistance of AA7050 in an Alkaline Saline Solution**, Elsevier Ltd., v.48, p. 3139-3156, 2005.
- 10 – ASM Metals Handbook. **Alloy and Temper Designation Systems for Aluminum and Aluminum Alloys**. v. 2. ASM International Handbook Committee, 2004.
- 11 – MEYERS M. A.; Chawla K. K.; **Mechanical Behavior of Materials**, 2ª Ed., Cambriedge, 2009.
- 12 – ANDREATA F. **Local Electrochemical Behaviour of 7xxx Aluminium Alloys**. Tese, Universidade Técnica De Delft, Holanda. 2004.
- 13 – DUMONT D.; DESCHAMPS A.; BRECHET, Y.; **On The Relationship Between Microstructure, Strength and Toughness in AA7050 Aluminum Alloy**, Materials Science and Engineering A, v. 256, p. 326-336, 2003.
- 14 – SENKOV O.N.; SHAGIEV M.R.; SENKOVA S.V.; MIRACLE D.B.; **Precipitation of Al₃(Sc,Zr) particles in an Al-Zn-Mg-Cu-Sc-Zr alloy during conventional solution heat treatment and its effect on tensile properties**, Acta Materialia, v. 56, p. 3723–3738, 2008.

- 15 – WOLVERTON C., **Crystal Structure and Stability of Complex Precipitate Phases in Al–Cu–Mg–(Si) and Al–Zn–Mg Alloys**, Acta mater, v. 49, p. 3129-3142, 2001.
- 16 – BERG L. K.; GJØNNES J.; HANSEN V.; LI X. Z.; KNUTSON-WEDEL M.; WATERLOO G.; SCHRYVERS D.; WALLENBERG L. R. **Gp Zones in Al-Zn-Mg Alloys and Their Role in Artificial Aging**, Acta Materialia Inc., v.49, p. 3443-3451, 2001.
- 17 – SHA G.; CERREZO A., **Early-Stage Precipitation in Al-Zn-Mg-Cu Alloy (7050)**, Acta Materialia, v. 52, p. 4503-4516, 2004.
- 18 – SCHMUCK C.; AUGER P.; DANOIX F.; BLAVETTE, D., **Quantitative analysis of GP zones formed at room temperature in a 7150 Al-based alloy**, Applied Surface Science, v. 87/88, p. 228-233, 1995.
- 19 – BUHA J.; LUMLEY R.N.; CROSKY A.G.; **Secondary Ageing in an Aluminium Alloy 7050**, Materials Science and Engineering, v. 492, p.1-10, 2008.
- 20 – LI X. Z.; HANSEN V.; GJØNNES J.; WALLENBERG L. R. **Atomistic Study and Structure Modeling of The η' Phase, The Hardening Precipitates in Commercial Al-Zn-Mg Alloys**, Acta Metallurgica Inc., v. 47, p. 2651-2659, 1999.
- 21 – STALEY J.T.; **Microstructure and Toughness of High-Strength Aluminum Alloys, and Properties Related to Fracture Toughness**. ASTM STP 605, American Society for Testing and Materials, p.71-103, 1976.
- 22 – JIANG X. J.; NOBLE B.; HOLME B.; WATERLOO B. E.; TAFTO J., **Differential Scanning Calorimetry and Electron Diffraction Investigation On Low-Temperature Aging in Al-Zn-Mg Alloys**, Metallurgical and Materials Transactions A, v. 31^a, p. 339- 348, 2000.
- 23 – FAN X.; JIANG D.; MENG Q.; LI Z. **The Microstructural Evolution of an Al–Zn–Mg–Cu Alloy During Homogenization**, Materials Letters, v. 60, p. 1475-1479, 2006.
- 24 – ASM Metals Handbook. **Heat Treatment of Aluminum Alloys**. v. 4. ASM International Handbook Committee, 2004.
- 25 – HAN N.M.; ZHANG X.M.; LIU S.D.; HE D.G.; ZHANG R., **Effect of Solution Treatment On The Strength and Fracture Toughness of Aluminum Alloy AA7050**, Journal of Alloys and Compounds, v. 509, p. 4138-4145, 2011.
- 26 – CHEN L.; YAN A.; LIU H.; LI X. Q.; **Strength and fatigue fracture behavior of Al–Zn–Mg–Cu–Zr(–Sn) alloys**, Transactions of Nonferrous Metals Society of China, v. 23, p. 2817-2825, 2013.

- 27 – DU Z.; SUN Z.; SHAO B.; ZHOU T.; CHEN C., **Quantitative Evaluation of Precipitates in an Al – Zn – Mg – Cu Alloy After Isothermal Aging**, Materials Characterization, v. 56, p. 121 – 128, 2006.
- 28 – 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. p. 214-222, 2011.
- 29 – BUHA J.; LUMLEY R.N.; CROSKY A.G.; HONO K. **Secondary Precipitation in an Al-Mg-Si-Cu Alloy**, Acta Materialia, v. 55, p. 3015–3024, 2007.
- 30 – BUHA J.; LUMLEY R.N.; CROSKY A.G. **Microstructural Development and Mechanical Properties of Interrupted Aged Al-Mg-Si-Cu Alloy**, Metallurgical and Materials Transactions A, v. 37, p. 3119-3130, 2006.
- 31 – CHARLES, J. A.; CRANE, F. A. A.; FURNESS J. A. G., **Selection and Use of Engineering Materials**, 3rd Ed., Oxford, 2001.
- 32 – DIETER G. E., **Mechanical Metallurgy**, Ed. Si Metric, London, 1988.
- 33 – HORNBOGEN E.; ZUM GAHR K. H.; **Microstructure and fatigue crack growth in a γ Fe-Ni-Al alloy**, Acta Metall, v.24, p. 581-592, 1976.
- 34 – KRUEGER D. D.; ANTOLOVICH S.D.; VAN STONE R. H.; **Effects of grain size and precipitate size on the fatigue crack growth behavior of alloy 718 at 427 °C.**, Metal Trans A, v 18, p. 1431-1449, 1987.
- 35 – CHEN J. Z.; ZHEN L.; YANG S.J.; DAI S. L.; **Effects of precipitates on fatigue crack growth rate of AA 7055 aluminum alloy**, Transactions of Nonferrous Metals Society of China, v.20, p. 2209-2214, 2010.
- 36 – OGURA T.; HIROSAWA S.; CEREZO A.; SATO T.; **Atom probe tomography of nanoscale microstructures within precipitate free zones in Al-Zn-Mg(-Ag) alloys**, Acta Materialia, v. 58, p. 5714 – 5723, 2010.
- 37 – ASM Metals Handbook. **Fractography: Principles and Practices**. v. 12 ASM International Handbook Committee.
- 38 – RAMACHANDRAN V.S.; PAROLI R.M.; BEAUDOIN J.J.; DELGADO A.H.; **Handbook of Thermal Analysis of Construction Materials**, Noyes Publications, Ottawa, Canadá, 2002.
- 39 – KIRK - OTHMER, **Encyclopedia of Chemical Technology**, John Wiley & Sons, 2004.

- 40 – JACUMASSO S. C., **Caracterização microestrutural das partículas de segunda fase de uma liga de alumínio AA7050 nas condições T7451, T6 e T6I4-65**. Dissertação, Universidade Estadual de Ponta Grossa 2014.
- 41 – ASTM - E 92 – 82 - Standard Test Method for Vickers Hardness of Metallic Materials. 2003.
- 42 – ASTM - E 112 – 13 - Standard Test Method for Determining Average Grain Size. 2013.
- 43 – ASTM - E 1181 – 02 - Standard Test Method for Characterizing Duplex Grain Sizes. 2002.
- 44 – ASTM - E 930 – 07 – Standard Test Method for Estimating the Largest Grain Observed in a Metallographic Section (ALA Grain Size). 2007.
- 45 – ASTM - E 562 – 11 - Standard Test Method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count. 2011.
- 46 – VANDER VOORT G. F.; FRIEL J. J.; **Image Analysis Measurements of Duplex Grain Structures**, Materials Characterization, v. 29, p. 293-312, 1992.
- 47 – ASTM - E 8m – 01e2 - Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials [Metric]. 2002.
- 48 – ASTM - E 647 – 05 - Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates. 2005.
- 49 – MALONEY S.K.; HONO K.; POLMEAR I.J.; RINGER S.P.; **The Chemistry of Precipitates in an Aged Al-2.1Zn-1.7Mg at % Alloy**. Scripta Materialia, v. 41, p. 1031–1038, 1999.
- 50- DESMUKH M. N; PANDEY R.K.; MUKHOPADHYAY A.K.; **Effect of aging treatments on the kinetics of fatigue crack growth in 7010 Aluminum alloy**, Materials Science and Engineering A, v. 435-436, p. 318-326, 2006.
- 51 – HAN N.; ZHANG X.; LIU S.; KE B.; XIN X.; **Effects of pre-stretching and ageing on the strength and fracture toughness of aluminum alloy 7050**, Materials Science and Engineering A vol. 528, p. 3714–3721, 2011.
- 52 – GARZA M.; ROS-YÁÑEZ T.; COLÁS R.; HOUBAERT Y.; **Study of Precipitates Formed in A Wrought Aluminum Alloy By Means of Atomic Force Microscopy**, Materials Characterization, v. 47, p. 397– 400, 2002.
- 53 – ASM Metals Handbook. **Metallographic Techniques for Aluminum and Its Alloys**. v. 9 ASM International Handbook Committee.

- 54 – SALAMCI E.; COCHRANE R. F.; **Investigation of Secondary Phase Particles in Spray Deposited 7000 Series Aluminium Alloys**. Materials Science and Technology, v.18, p. 1445-1452, 2002.
- 55 – GARCIA-GARCIA A. L.; DOMINGUEZ-LOPEZ I.; LOPEZ-JIMENEZ L.; BARCEINAS-SANCHES O., **Comparative Quantification and Statistical Analysis of η' and η Precipitates in Aluminum Alloy AA7075-T651 by TEM and AFM**, Materials Characterization, v. 87 p.116 –128, 2014.
- 56 – OGURA, T.; OTANI; T.; HIROSE A.; SATO, T.; **Improvement of strength and ductility of na Al–Zn–Mg alloy by controlling grain size and precipitate microstructure with Mn and Ag addition**, Materials Science & Engineering A, v. 580, p. 288–293, 2013.
- 57 – RITCHE R. O., **Mechanisms of Fatigue Crack Propagation in Metals, Ceramics and Composites: Role of Crack Tip Shielding**, Materials Science and Engineering A, v. 103, p. 15-28, 1988.
- 58 – WANG S.; WANG L.; LIU Y.; XU G.; ZHANG B.; ZHAO G., **Effect of long-term aging on the fatigue crack growth rate of a nickel-based superalloy**, Materials Science and Engineering A, v. 528, p. 2110 – 2117, 2011.
- 59 – JOGI B. F.; BRAHMANKAR P. K.; NANDA V. S.; PRASAD R. C.; **Some studies on fatigue crack growth rate aluminum alloy 6061**, Journal of Materials processing Technology, v. 201, p. 380-384, 2008.
- 60 – JIA Y.; CAO F.; NING Z.; GUO Z. **Influence of second phases on mechanical properties of spray-deposited Al-Zn-Mg-Cu alloy**, Materials and Design, v. 40, p. 536-540, 2012.
- 61 – GUPTA V.K.; AGNEW S.R. **Fatigue crack surface crystallography near crack initiating particle clusters in precipitation hardened legacy and modern Al– Zn–Mg–Cu alloys**, Int J Fatigue, v.33, p.1159–74, 2011.
- 62 – WANG Y. L.; PAN Q. L.; WEI L. L.; LI B., WANG, Y. **Effect of retrogression and reaging treatment on the microstructure and fatigue crack growth behavior of 7050 aluminum alloy thick plate**, Materials and Design, v. 55, p. 857-863, 2013.
- 63 – SKRIVER H. L.; ROSENGAARD N. M.; **Surface energy and work function of elemental metals**, Physical Review B, v. 46, n.º 11, 1992.