FELIPE GIANISELLE

**Evolução Microestrutural Durante o Processamento da Liga de
Alumínio AA 7108**

São Paulo

2019

FELIPE GIANISELLE

**Evolução Microestrutural Durante o Processamento da Liga de
Alumínio AA 7108**

Dissertação apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de São Paulo
como parte dos requisitos para obtenção
do título de Mestre em Ciências.

Área de Concentração:
Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Orientador:
Prof. Dr. Angelo Fernando Padilha

São Paulo

2019

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Este exemplar foi revisado e corrigido em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, _____ de _____ de _____

Assinatura do autor: _____

Assinatura do orientador: _____

Catálogo-na-publicação

Gianiselle, Felipe

Evolução Microestrutural Durante o Processamento da Liga de Alumínio AA 7108 / F. Gianiselle -- versão corr. -- São Paulo, 2018.
120 p.

Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

1.Liga de alumínio AA 7108 2.Processamento 3.Solidificação 4.Extrusão
5.Tratamentos térmicos I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica.
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais II.t.

RESUMO

GIANISELLE, Felipe. **Evolução Microestrutural durante o processamento da liga de alumínio AA7108**. 2018 121 f. Dissertação (Mestrado em ciências de Engenharia dos Materiais) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2018.

Componentes extrudados da liga de alumínio AA 7108 pertencente ao sistema Al-Zn-Mg são frequentemente utilizados na área de transporte. No presente trabalho, a microestrutura da liga 7108 foi estudada nas seguintes condições: bruta de solidificação, após homogeneização e após extrusão. Foram utilizadas as seguintes técnicas complementares de caracterização microestrutural: microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV), microanálise por dispersão de energia acoplada ao MEV, difração de raios X, medidas de dureza Vickers e de condutividade elétrica. Após solidificação, a liga apresentou estrutura dendrítica, microsegregação e compostos intermetálicos. Após tratamento de homogeneização por cerca de 10 horas a 486°C, ocorreu dissolução quase completa das partículas de intermetálicos e diminuição da microsegregação. Foi detectada também a presença da fase $Al_3(Zr,Ti)$, que não se dissolveu durante tratamento térmico de homogeneização de até 20 horas de duração. Durante a extrusão ocorreu recristalização com significativo refino de grão, além de formação de zona periférica de grãos grosseiros. A técnica de difração de raios X utilizando o método proposto por Williamson e Hall mostrou eficaz e promissora para acompanhar a homogeneização.

Palavras chave: Liga de alumínio AA 7108, processamento, solidificação, extrusão, tratamentos térmicos, microestrutura.

ABSTRACT

GIANISELLE, Felipe. **Microstructural**. 2018 121 f. Dissertação (Mestrado em ciências de Engenharia dos Materiais) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2018.

Extruded components of the aluminum alloy AA 7108 belonging to the Al-Zn-Mg system are often used in the transport area. In the present work, the microstructure of alloy 7108 was studied in the following conditions: after solidification, after homogenization heat treatment and after extrusion. The following complementary techniques of microstructural characterization were used: optical microscopy, scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive microanalysis coupled to SEM, X-ray diffraction, Vickers hardness measurements and electrical conductivity. After solidification, the alloy presented dendritic structure, microsegregation and intermetallic compounds. After homogenization heat treatment for about 10 hours at 486 °C, almost complete dissolution of the intermetallic particles occurred and decreased microsegregation. The presence of $Al_3(Zr, Ti)$ phase was also detected, which did not dissolve during the homogenization heat treatment of up to 20 hours. During extrusion, recrystallization occurred with significant grain refining, in addition to formation of peripheral coarse grains zone. The technique of X-ray diffraction using the method proposed by Williamson and Hall showed effective and promising to accompany the homogenization.

Keywords: Aluminum alloy AA 7108, processing, solidification, extrusion, heat treatments, microstructure.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Resumo esquemático do fluxo do processo Bayer [1].	16
Figura 2 - Desenho esquemático de uma cuba eletrolítica [1].....	17
Figura 3 - Cubas eletrolíticas em série [CBA 2008].....	17
Figura 4 - Desenho esquemático do sistema Alpur de tratamento para remoção de hidrogênio [17].....	22
Figura 5 - Efeito da temperatura na solubilidade do hidrogênio no alumínio [17].....	23
Figura 6 - Efeitos da adição de refinador de grão na liga Al-Si. A macrografia da esquerda foi obtida no material sem adição de refinador e a da direita com adição de refinador [17].	25
Figura 7 - Conjunto de fundição, com molde e sapata de vazamento [18].....	26
Figura 8 - Poço e mesa de vazamento da CBA.	26
Figura 9 - a) Micrografia típica de liga AA7108 na condição bruta de solidificação (BS) evidenciando a presença de precipitados grosseiros. Aumento de 500 x.; b) Micrografia típica de liga AA7108 na condição homogeneizada (HO), evidenciando a presença de precipitados arredondados e fragmentados com precipitação massiva de elementos em solução sólida. Aumento de 500x [CBA 2017].	27
Figura 10 - Fluxograma completo esquemático do processo de fundição Wagstaff.	28
Figura 11 - Diagrama pseudo-binário para ligas do sistema Al-Mg-Zn [60].	29
Figura 12 - a) medidas de condutividade elétrica realizadas em amostras pós resfriamento b) medidas de dureza realizadas em amostras pós envelhecimento [58].	30
Figura 13 - Curva de envelhecimento natural da liga AA 7108 [43].	32
Figura 14 - Curva de envelhecimento da liga AA 7108 [43].	33
Figura 15 - Curva de envelhecimento da liga AA 7108 [43].	33
Figura 16 - Curva de envelhecimento da liga AA 7108 [43].	34
Figura 17 - Desenho esquemático da sequência de tratamentos térmicos das ligas série 7xxx [44].	35
Figura 18 - Diagrama pseudo-binário para ligas do sistema Al-Mg-Si [45].	36
Figura 19 - Representação esquemática de uma região zonada [47].	38
Figura 20 - Representação esquemática das condições que levam o crescimento dendritico [47].....	39

Figura 21 - Microestrutura esquemática após solidificação [47].....	40
Figura 22 - Micrografia da liga AA 7108 no estado bruto de solidificação, obtida por microscopia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados [33].	41
Figura 23 - Diagrama de fases Al-Mg [34].....	42
Figura 24 - Diagrama de fases Al-Zn [34].	43
Figura 25 - Projeção solvus do sistema Al-Mg-Zn [34].....	44
Figura 26 - Representação esquemática dos mecanismos de difusão [24].	46
Figura 27 - Variação do perfil de concentração com o tempo; segunda lei de Fick [24].	47
Figura 28 - Prensa de extrusão patenteada por Joseph Bramah em 1797 [26].	49
Figura 29 - Primeira prensa hidráulica de chumbo desenvolvida por Thomas Burr. A: Câmara, B: Matriz, C: Pistão e D: Tubo extrudado [26].	50
Figura 30 - Desenho esquemático de uma prensa de extrusão [adaptado 37].	51
Figura 31 - Tipos básicos de extrusão [27].....	52
Figura 32 - Principais processos de extrusão direta [26 – Adaptado].	53
Figura 33 - Principais processos de extrusão indireta. [26 – Adaptado].....	53
Figura 34 - Variação da temperatura emergente com a redução para várias velocidades de extrusão de um extrudado de alumínio superpuro [28].	54
Figura 35 - Arranjo esquemático de discordâncias em materiais (a) de baixa EDE e (b) de alta EDE [29].	56
Figura 36 - As quatro etapas principais da recuperação (desenho esquemático) [29].	57
Figura 37 - Comportamento típico da cinética recristalização em recozimento isotérmico [29].	59
Figura 38 - Crescimento de grão anormal em uma liga Al-1% Mg-1% Mn a 600°C [29].	60
Figura 39 - Efeito da temperatura de recozimento na recristalização de uma liga de Fe-Si deformada 60% [29].	61
Figura 40 - Mecanismos de restauração (recuperação e recristalização) possíveis durante a deformação a quente. (a) durante a laminação (baixas deformações) para metais de alta EDE. (b) durante a laminação para metais de baixa EDE. (c) durante a extrusão (altas deformações) para metais de alta EDE. (d) durante a extrusão para metais de baixa EDE /1/ [30].	63

Figura 41 - Curva tensão-deformação a quente. Ocorrência somente de recuperação dinâmica. O patamar é a tensão do estado estacionário ("steady state") [30].	64
Figura 42 - Curvas esquemáticas tensão-deformação mostrando comparativamente a ocorrência de encruamento, recuperação dinâmica e recristalização dinâmica [30].	64
Figura 43 - Difração de raios X por um cristal [24].	67
Figura 44 - Difratogramas refinados a partir de fatores físicos [52].	70
Figura 45 - Desenho esquemático do tarugo e localização da retirada de amostras.	72
Figura 46 - Ciclo térmico utilizado na CBA para no tratamento térmico de homogeneização [CBA 2016].	73
Figura 47 - Macrografia da seção transversal do tarugo da liga AA 7108 na condição bruta de solidificação. Ataque com reagente de Tucker.	82
Figura 48 - Micrografia óptica com luz polarizada da amostra BS. Ataque eletrolítico com HBF4 1,8%, duração de 180s. a) Periferia evidenciando a camada de refusão. Aumento 50X. b) Periferia. Aumento 100X. Seção transversal.	83
Figura 49 - Micrografia óptica com luz polarizada da amostra BS. Ataque eletrolítico com HBF4 1,8%, duração de 180s a) Região de meio raio. Aumento 100x. b) Centro. Aumento 100X. Seção transversal.	83
Figura 50 - Micrografia óptica com luz polarizada ilustrando a estrutura granular e a distribuição ao longo da amostra HO. Ataque eletrolítico HBF4 1,8%, duração de 180s. Aumento 100 X. Tamanho de grão ASTM E112: 3,5 e 107µm de diâmetro médio. Seção transversal.	84
Figura 51 - Micrografia óptica evidenciado a presença de aglomerados de partículas de uma segunda com morfologia facetada, imagem 100X, ataque HBF4 1%. Duração do ataque: 30s. a) Amostra BS. b) Amostra HO. Seção transversal.	85
Figura 52 - Micrografias ópticas da amostra extrudada, obtidas com luz polarizada. Ataque eletrolítico HBF4 1,8% duração de 180s a) Região periférica superior. Aumento 200X. b) Região periférica inferior. Aumento 200X. Seção transversal.	86
Figura 53 - Microscopia óptica com luz polarizada da amostra HO4. Ataque eletrolítico com HBF4 1,8% com duração de 35s. Imagens 500x e 100x. Seção transversal.	86
Figura 54 - Microscopia óptica com luz polarizada da amostra HO10. Ataque eletrolítico com HBF4 1,8% com duração de 35s. Imagens 500x e 100x. Seção transversal.	87

Figura 55 - Microscopia óptica com luz polarizada da amostra HO20. Ataque eletrolítico com HBF ₄ 1,8% com duração de 35s. Imagens 500x e 100x. Seção transversal.....	88
Figura 56 - Microestrutura da liga AA 7108 na condição BS, obtida por microscopia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados. Ataque com reagente de Tucker. Setas vermelhas indicando a presença de segunda fase nas regiões interdendríticas.....	90
Figura 57 - Microestrutura da liga AA 7108 na condição BS da mesma região da Figura 54, obtida por microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Ataque com reagente de Tucker. Setas vermelhas indicando presença de segunda fase nas regiões interdendríticas.	90
Figura 58 - Partícula de composto intermetálico encontrada em região interdendrítica da liga AA 7108 na condição BS. Microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Ataque com reagente de Tucker.	91
Figura 59 - Espectro de energia dispersiva da partícula da Figura 56.	91
Figura 60 - Microestrutura da liga AA 7108 na condição HO por microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Ataque com reagente de Tucker.	92
Figura 61 - Partícula de composto intermetálico encontrado no interior das dendritas da liga AA 7108 na condição HO. Microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Ataque com reagente de Tucker.	93
Figura 62 - Espectro de energia dispersiva da partícula da Figura 58.	94
Figura 63 - Microscopia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados na amostra EX evidenciando estrutura recristalizada com a presença de partículas de compostos intermetálicos. Setas vermelhas indicando partículas de compostos intermetálicos. Seção transversal.....	94
Figura 64 - Partículas de compostos intermetálicos encontrados na liga AA 7108 na condição EX. Microscopia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados. Seção transversal.....	95
Figura 65 - Espectro de energia dispersiva da partícula da Figura 62.	95
Figura 66 - Micrografia eletrônica de varredura com elétrons secundários da liga AA7108 na condição HO4. Ataque com reagente de Tucker. Seção transversal.	97
Figura 67 - Micrografia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados da liga AA7108 na condição HO4. Ataque com reagente de Tucker. Seção transversal.	97

Figura 68 - Partículas de compostos intermetálicos encontradas em região interdendrítica da liga AA 7108 na condição HO4. Microscopia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados. Ataque com reagente de Tucker. Seção transversal.	98
Figura 69 - Espectro de energia dispersiva das partículas da figura 66.	98
Figura 70 - Micrografia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados da liga AA7108 na condição HO10. Ataque com reagente de Tucker. Seção transversal. ..	99
Figura 71 - Micrografia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados da liga AA7108 na condição HO20. Ataque com reagente de Tucker. Seção transversal.	100
Figura 72 - Difratoograma de raios X da amostra BS, obtido com radiação Cu K α ...	101
Figura 73 - Difratoograma de raios X da amostra HO, obtido com radiação Cu K α	102
Figura 74 - Difratoograma de raios X da amostra extrudada, obtida com radiação Cu K α	102
Figura 75 - Difratoograma de raios X da amostra HO4, obtida com radiação Cu K α	104
Figura 76 - Difratoograma de raios X da amostra HO10, obtida com radiação Cu K α	104
Figura 77 - Difratoograma de raios X da amostra HO20, obtida com radiação Cu K α	105
Figura 78 - Perfis dos picos (111) na condição BS (a; superior).	106
Figura 79 - Perfis do pico (111) na condição HO (b; inferior).	106
Figura 80 - Perfis do pico (400) na condição BS (a; superior).	107
Figura 81 - Perfis do pico (400) na condição HO (b; inferior).	107
Figura 82 - Gráfico de Williamson e Hall para as condições bruta de solidificação (F; 1542) e homogeneizada (H; 1541) e as respectivas equações.	108

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Classificação das ligas de alumínio trabalháveis [13 – Adaptado].	19
Tabela 2 - Classificação de ligas de alumínio fundidas [13 – Adaptado].	20
Tabela 3 - Propriedades mecânicas e térmicas da liga AA 7108 no estado T6 [35].	31
Tabela 4 - Composição química (% em massa) da liga AA7108 [42].	31
Tabela 5 - Composição química (% em massa) da liga AA7003 [42].	31
Tabela 6 - Efeito da temperatura de solubilização nas propriedades mecânicas das ligas 6061 e 2024 após envelhecimento [48].	37
Tabela 7 - Solubilidades máximas no alumínio dos nove principais solutos das ligas AA 7003 e AA 7108 [23].	42
Tabela 8 - Solubilidades no alumínio dos dois principais solutos da liga AA 7108 a 486°C [fonte: autor].	42
Tabela 9 - Coeficientes de difusão no alumínio dos nove principais elementos das ligas AA 7003 e AA 7108 [23] e difusividades calculadas para 470°C.	48
Tabela 10 - Composição química (% em massa) da liga AA 7108 utilizada neste trabalho.	73
Tabela 11 - Medidas de condutividade em IACS das amostras nas três condições.	78
Tabela 12 - Medidas de microdureza em HV das amostras nas seis condições.	80
Tabela 13 – Tamanho de grão das amostras BS e HO.	88

LISTA DE EQUAÇÕES

(1).....	46
(2).....	47
(3).....	47
(4).....	47
(5).....	56
(6).....	60
(7).....	67
(9).....	79

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS	12
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	14
2.1. Breve histórico do metal alumínio	14
2.2 Obtenção do alumínio primário	15
2.3 Ligas de alumínio	18
2.4 O processo AirSlip Wagstaff	21
2.4.1 Degaseificação	22
2.4.2 Filtragem	23
2.4.3 Refino de grão	24
2.5 As ligas série 7xxx	28
2.6 Tratamentos térmicos das ligas de alumínio	34
2.6.2 Homogeneização	37
2.6.2.1 Microsegregação e formação de intermetálicos	38
2.6.2.2 Difusão	45
2.7 Extrusão	48
2.8 A microestrutura dos metais deformados	54
2.9 Recuperação e recristalização de materiais metálicos	57
2.10 Zona periférica com grãos grosseiros	65
2.11 Difração de Raios X	65
2.11.1 Os raios X e sua geração	66
2.11. 2 Princípios da difração de raios X	66
2.11.3 Fatores intrínsecos à amostra	68
2.11.4 Fatores instrumentais	68
2.11.5 Preparação da amostra	68
2.12 Análises da posição e dos perfis dos picos de difração de raios X	69
2.13 O método de Williamson Hall	71
3. MATERIAIS E MÉTODOS	72
3.1 Material utilizado	72
3.2 Corte das amostras	74

3.3	Caracterização do material como recebido	74
3.3.1	Medidas de condutividade	75
3.3.2	Preparação metalográfica	75
3.3.2	Microscopia óptica (MO)	76
3.3.4	Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	76
3.3.5	Microdureza Vickers	76
3.3.6	Difração de raios X	76
4.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	78
4.1	Medidas de condutividade	78
4.2	Medidas de microdureza	80
4.3	Análises macroscópicas e microscópicas	81
4.3.2	Microscopia óptica	82
4.3.3	Microscopia eletrônica de varredura	89
4.4	Difração de raios X	100
5.	CONCLUSÕES	111
6.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	113
7.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	114

1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

O alumínio é um dos metais não ferrosos mais utilizados no mundo. Devido às suas propriedades mecânicas favoráveis aliadas com sua baixa densidade, traz uma elevada relação resistência/peso, o que o torna atrativo para uma vasta gama de aplicações.

O Brasil é o décimo primeiro produtor de alumínio primário no mundo, ficando atrás apenas de países como China, Rússia, Canadá, Emirados Árabes, Índia, Austrália e Estados Unidos [1].

A utilização de ligas de alumínio na área de transporte rodoviário, ferroviário e naval teve início ainda no final do século XIX. Na indústria automobilística, as ligas fundidas tiveram predomínio inicial (exemplos: A356 e AlSi7Mg) sobre as trabalhadas. Em seguida, passaram a ser utilizados componentes forjados e extrudados de ligas de alta conformabilidade das séries 5xxx (exemplo: AA 5454) e 6xxx (exemplos: AA 6008, AA 6060 e AA 6082). Mais recentemente, as ligas da série 7xxx, de resistência mecânica mais elevada (exemplos: AA 7003, AA 7108 e AA 7020) ganharam espaço na construção de veículos para transporte rodoviário e ferroviário [2]. A liga AA 7108, objeto deste trabalho, é uma liga de alumínio do sistema Al-Zn-Mg com baixo teor de cobre (“copper lean”) e com teores típicos de zinco, por volta de 5,5%, e de magnésio, por volta de 1%. Além dos dois elementos de liga mencionados (Zn e Mg), pequenos teores de Si, Fe, Cu, Mn, Cr, Ti e Zr também podem estar presentes na sua composição química. De uma maneira ampla, pode-se afirmar que a liga AA 7108 apresenta propriedades mecânicas intermediárias entre as apresentadas pelas ligas da série 6xxx (Al-Mg-Si) e a liga AA 7075 contendo cobre (Al-Zn-Cu-Mg) [3,4]. Por exemplo, na condição envelhecida (T6), a liga AA 7108 apresenta limite de escoamento por volta de 300 MPa, ou seja, acima do limite de escoamento da liga AA 6061 (275 MPa) e bem abaixo do limite de escoamento da liga aeronáutica de alta resistência mecânica AA 7075 (505 MPa) [5]. Para as ligas de alumínio endurecíveis por precipitação [6], também vale a regra prática que preceitua que à medida que a resistência mecânica aumenta, a ductilidade, a conformabilidade e a resistência à corrosão sob tensão diminuem. Componentes extrudados da liga AA 7108 oferecem um bom compromisso de propriedades para aplicações na fabricação de veículos,

especialmente para os utilizados em transporte terrestre. Esta liga oferece também boa soldabilidade, frequentemente necessária para esta aplicação. O processamento de produtos extrudados da liga se inicia com a fundição de tarugos de cerca de 200 mm de diâmetro. Em seguida, esses tarugos são homogeneizados durante 10 horas por volta de 490°C e finalmente extrudados a quente. Antes do uso, são aplicados tratamentos térmicos finais e eventualmente tratamentos de superfície.

Os principais objetivos específicos deste trabalho são:

- Estudar as modificações microestruturais que ocorrem durante o processamento, especialmente na etapa de homogeneização, que precede a extrusão desta liga, com auxílio de várias técnicas complementares de análise microestrutural;
- Comparação dos resultados obtidos para as três condições: bruta de solidificação; homogeneizada e após extrusão.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A revisão bibliográfica apresentada em seguida foi subdividida em nove subitens que serão apresentados sequencialmente: breve histórico do metal alumínio; obtenção do alumínio primário; ligas de alumínio; o processo AirSlip/Wagstaff e suas sub etapas (degaseificação, filtragem e refino de grão); a liga AA 7108; tratamentos térmicos das ligas de alumínio; processo de extrusão; microestrutura dos metais deformados; recuperação e recristalização de materiais metálicos.

2.1. Breve histórico do metal alumínio

O alumínio é o metal mais recentemente utilizado industrialmente em grande escala. Há milênios atrás, a alumina já era utilizada na fabricação de vasos cerâmicos por civilizações persas e posteriormente passou a ser usado por egípcios e babilônios na fabricação de cosméticos, medicamentos e corantes de tecidos que continham o metal. Sua produção para fins comerciais se iniciou apenas há cerca de 150 anos atrás [1].

A primeira obtenção do metal na forma mais próxima da pura aconteceu em 1809, pelo químico britânico Humphry Davy (1778-1829). Em 1821, o francês Pierre Berthier (1782-1861) descobriu, em Les Baux, no sul da França, um minério avermelhado, com mais da metade de sua composição constituída de óxido de alumínio. Este foi o marco da descoberta da bauxita, minério que até os dias atuais é utilizado no processo de obtenção do metal na sua forma mais pura. Deve-se ao austríaco Karl Josef Bayer (1847-1904) o desenvolvimento entre 1888 e 1892 do processo de obtenção de alumina pura a partir da bauxita. Em 1886 foi patenteado o processo de obtenção do metal a partir da alumina pura. Esse processo é conhecido como Hall-Héroult, em homenagem aos inventores Charles Hall (1863-1914), norte americano, e o francês Paul Héroult (1863-1914), que permitiu o estabelecimento da indústria global de alumínio [1].

Uma de suas principais características é a combinação favorável de propriedades que ele oferece. Com uma densidade de $2,7\text{g/cm}^3$, o que representa aproximadamente um terço da densidade do aço, o alumínio apresenta boa resistência à corrosão, excelentes condutividades térmica e elétrica e quando a ele são adicionados elementos de liga, sua resistência mecânica pode superar a de muitos aços. O alumínio não é ferromagnético e esta característica é de extrema importância em indústrias elétricas e eletrônicas [7].

A seguir, é feito o detalhamento do processo de obtenção do alumínio, cobrindo desde o processamento do minério até a produção do produto primário final, na forma de tarugos ou lingotes.

2.2 Obtenção do alumínio primário

O ciclo de obtenção do metal alumínio em sua forma pura até a sua utilização como produto final é composto de cinco etapas principais: [8].

- Extração e beneficiamento do minério (Bauxita);
- Produção do óxido de alumínio;
- Obtenção do metal de alta pureza em sua forma líquida;
- Fabricação de produtos fundidos;
- Fabricação de produtos acabados.

O alumínio não é encontrado na natureza em sua forma pura, mas sempre combinado com outros elementos. O óxido de alumínio, cuja composição química é dada pela fórmula Al_2O_3 , é o composto utilizado para a obtenção do metal em sua forma pura. Esse óxido chamado de alumina é extraído da bauxita, que é uma rocha composta por óxido de ferro, sílica, água, alumina e diversos outros elementos.

O processo de extração a alumina a partir da bauxita, apresentado resumidamente na Figura 1, é conhecido como processo Bayer, que consiste de quatro operações [9]:

- 1) *Digestão*. A bauxita, depois de transportada por esteiras até moinhos de bola para controle de granulometria, é lavada e dissolvida sob pressão com soda caustica (NaOH) a temperaturas de 150°C.
- 2) *Clarificação*. O licor formado no processo de digestão é clarificado, removendo óxidos e outras impurezas.
- 3) *Precipitação*. O líquido clarificado resultante da etapa anterior é resfriado, filtrado e decantado. Essa etapa é o reverso da operação 1, onde a soda é recuperada e a alumina decantada.
- 4) *Calcinação*. A calcinação ocorre em temperaturas da ordem de 980°C, removendo água da composição e formando o óxido de alumínio, conhecido como alumina.

Figura 1 - Resumo esquemático do fluxo do processo Bayer [1].

Por meio do processo conhecido como Hall-Héroult a alumina é reduzida a alumínio metálico. O alumínio é separado do oxigênio por meio da eletrólise ígnea da alumina dissolvida em criolita.

A reação $2 \text{Al}_2\text{O}_3 + 3 \text{C} \rightarrow 4 \text{Al} + 3 \text{CO}_2$ ocorre com a participação do carbono com o oxigênio formando o CO_2 , enquanto o alumínio metálico é depositado ao fundo da cuba eletrolítica (vide Figuras 2 e 3), local onde ocorre a eletrólise [10].

Figura 2 - Desenho esquemático de uma cuba eletrolítica [1].

Figura 3 - Cubas eletrolíticas em série [CBA 2008].

O consumo teórico de alumina no processo é de 1,89 kg de alumina para a produção de 1 kg de alumínio, contudo como a alumina processada não é totalmente

pura, o consumo real acaba superando a estimativa teórica. A pureza do metal obtido no processo acima descrito é de 99,7% e para a grande maioria das aplicações se torna necessária a adição de elementos como magnésio, ferro, manganês, silício, titânio, entre outros, dando origem às chamadas ligas de alumínio.

2.3 Ligas de alumínio

O alumínio com pureza acima de 99,9% possui resistência mecânica muito baixa e em geral não é utilizado em aplicações onde resistência à deformação plástica é necessária. Mesmo os alumínios comercialmente puros, contendo até 0,5% (AA1050) ou até 1% (AA1100) de soluto, principalmente ferro e silício, apresentam níveis insuficientes de resistência mecânica para a maioria das aplicações.

Para superar esta limitação, são adicionados elementos de liga ao alumínio e aplicados tratamentos térmicos e mecanotérmicos, visando principalmente melhorar as suas propriedades mecânicas. Dessa maneira, obtêm-se ligas comerciais de alumínio com limite de escoamento em uma ampla faixa que vai desde 30 MPa, para o centenário alumínio AA 1050 (Al-Fe-Si; $\text{Fe}+\text{Si} \leq 0,5\%$) no estado recozido, até 680 MPa, para a liga de alumínio AA 7068 (Al-Zn-Cu-Mg) na condição envelhecida (T6) [11].

Quanto ao processamento, as ligas de alumínio podem ser divididas em duas grandes classes: ligas fundidas e ligas trabalhadas. As ligas fundidas representam apenas 15% dos componentes de alumínio. O restante, cerca de 85%, são produzidos por processos de conformação mecânica, tais como forjamento, laminação, extrusão e trefilação [12].

Por sua vez, as ligas de alumínio trabalhadas (“wrought aluminium alloys”) podem ser classificadas em dois subgrupos: i) tratáveis termicamente (“heat-treatable alloys”), ou seja, endurecíveis por precipitação coerente; e ii) não tratáveis termicamente (“non-heat treatable alloys”), isto é, os precipitados presentes na microestrutura são incoerentes e grosseiros e não causam significativo aumento de resistência mecânica. As ligas contendo precipitados incoerentes apresentam boa

ductilidade na temperatura ambiente e podem ser endurecidas por deformação plástica (encruamento).

As ligas de alumínio (AA = Aluminum Alloy) podem ser facilmente identificadas por uma numeração característica, que sucede as letras AA. De maneira similar, os tratamentos térmicos podem ser identificados por uma combinação de letras e números.

A identificação das ligas é em geral feita com auxílio de quatro números, sendo possível também o uso de prefixos ou sufixos alfabéticos [13]:

- O primeiro número define a classe da liga;
- O segundo define variações na liga original;
- O terceiro e quarto dígito, definem uma liga específica dentro da série característica.

Na Tabela 1, em seguida, são apresentadas as principais classes de ligas de alumínio.

Tabela 1 - Classificação das ligas de alumínio trabalháveis [13 – Adaptado].

Liga	Principal elemento de liga
1xxx	Alumínio puro, sem muitas adições de elementos de liga
2xxx	Cobre (Cu)
3xxx	Manganês (Mn)
4xxx	Silício (Si)
5xxx	Magnésio (Mg)
6xxx	Magnésio e Silício (Mg e Si)
7xxx	Zinco (Zn)

A designação para ligas fundidas é semelhante para as ligas trabalháveis. São utilizados 4 dígitos, sendo que o primeiro também representa o com maior presença na liga. Um ponto é utilizado entre o terceiro e quarto dígito, deixando claro que não são ligas trabalháveis (Vide tabela 2) [13].

Tabela 2 - Classificação de ligas de alumínio fundidas [13 – Adaptado].

Liga	Principal elemento de liga
1xx.x	Alumínio puro 99%
2xx.x	Cobre (Cu)
3xx.x	Silício (Si) com Cu ou Mg.
4xx.x	Silício (Si)
5xx.x	Magnésio (Mg)
7xx.x	Zinco (Zn)

Após esses dígitos é comum a utilização de um hífen e uma letra e um número, de um a três dígitos que indica o tratamento termomecânico o qual a liga foi submetida [14].

Ligas de alumínio são classificadas também pela têmpera escolhida. Entende – se como têmpera, a condição aplicada ao material que lhe propicia estrutura e propriedades mecânicas características [46].

Para ligas tratáveis termicamente (que é o caso da liga em estudo), a tempera é classificada conforme a ABNT NBR ISSO 2107 e de acordo com os processos a que são submetidas, onde a letra “T” é empregada com significado de “tratada termicamente”. Ela deve ser seguida por um ou mais dígitos que indicam a sequência dos processos realizados [46].

- T1: Quando o material é resfriado bruscamente após um processo de conformação a uma elevada temperatura e envelhecido naturalmente;
- T2: Quando o material é resfriado bruscamente após um processo de conformação a uma elevada temperatura, encruado e envelhecido naturalmente;
- T3: Quando o material é solubilizado, encruado e envelhecido naturalmente;
- T4: Quando o material é solubilizado e envelhecido naturalmente;
- T5: Quando o material é resfriado bruscamente após um processo de conformação a uma elevada temperatura e envelhecido artificialmente;
- T6: Quando o material é solubilizado e depois envelhecido artificialmente;

- T7: Quando o material é solubilizado e sobreenvelhado;
- T8: Quando o material é solubilizado, encruado e envelhecido artificialmente;
- T9: Quando o material é solubilizado, envelhecido artificialmente e depois encruado;
- T10: Quando o material é resfriado bruscamente após um processo de conformação a uma elevada temperatura, encruado e depois envelhecido artificialmente;

Para as designações descritas acima, pode-se ainda utilizar dígitos adicionais que indicam uma variação no tratamento térmico que muda as características do produto [46].

2.4 O processo AirSlip Wagstaff

O processo Airslip Wagstaff na produção de tarugos de alta qualidade, excelente acabamento superficial, estrutura granular uniforme e reduzida camada de refusão [15]. O início do processo ocorre com a retirada do metal líquido de fornos de fusão ou de cubas eletrolíticas que reduzem o óxido a alumínio líquido. Esse metal é transportado em panelões com capacidade de aproximadamente 5 toneladas e descarregados em fornos de espera.

Com o forno de espera carregado, é feita a correção de composição química através da adição de antelgas com posterior homogeneização, garantindo a uniformidade de composição ao longo do banho. Do forno até a mesa de vazamento, o metal flui através de calhas refratárias, passando por um sistema de degaseificação, filtragem e refino de grão.

2.4.1 Degaseificação

A porosidade é um dos principais defeitos em ligas de alumínio encontrados após a fundição, podendo afetar propriedades mecânicas e a resistência à corrosão. Ela pode ocorrer devido a contrações de solidificação e também pela presença de hidrogênio dissolvido no metal, que é rejeitado durante a solidificação. O melhor meio de controle dos níveis de hidrogênio dissolvido no metal é através da degaseificação, que pode ocorrer de diversas maneiras, tais como injeção de argônio, nitrogênio, ou até mesmo de cloro [16].

O material utilizado nesse estudo passou por um processo de degaseificação pelo sistema Alpur (vide Figura 4, apresentada em seguida), com a injeção do gás argônio através de rotores de grafite que formam pequenas bolhas para onde o hidrogênio dissolvido no metal se difunde e sobe para a superfície do banho e com isso é removido para a atmosfera. Esse processo depende do tamanho das bolhas e da superfície de contato das bolhas com o metal. Elevadas áreas de superfície de contato aceleram a cinética de reação com o metal, resultando em um tratamento mais eficiente. A eficiência de tratamento depende de diversos fatores, tais como quantidade inicial de hidrogênio, vazão de metal, tempo de tratamento, tipo de liga, vazão de gás e rotação do rotor [17].

Figura 4 - Desenho esquemático do sistema Alpur de tratamento para remoção de hidrogênio [17].

Outra maneira de controle do hidrogênio dissolvido é por meio do monitoramento da temperatura do metal. A Figura 5 apresentada em seguida mostra o efeito do aumento da temperatura na solubilidade de hidrogênio no metal líquido.

Figura 5 - Efeito da temperatura na solubilidade do hidrogênio no alumínio [17].

Nota-se que o aumento da temperatura causa uma considerável elevação da solubilidade do hidrogênio no metal, deixando o produto fundido mais suscetível a porosidades.

2.4.2 Filtragem

O alumínio possui elevada tendência à oxidação podendo carregar impurezas não metálicas que são prejudiciais ao produto fundido e ao processo de conformação subsequente. Com isso, a filtragem do metal é de extrema importância para a remoção de impurezas sólidas [17].

O material desse estudo passou por um processo de filtragem, que consiste na passagem do metal através de um filtro cerâmico poroso, onde as inclusões são retidas e impedidas de permanecerem no produto fundido.

Existem diversos tipos de inclusões em ligas de alumínio, tais como óxidos (MgO , Al_2O_3), espinélios (Mg_2AlO_4), boretos (TiB_2), carbetos (TiC), compostos intermetálicos (FeAl_3) e partículas refratárias que podem ser provenientes do sistema de vazamento adotado [17].

A eficiência de filtragem pode ser influenciada por diversos fatores, tais como vazão de metal, área de superfície do filtro, tratamento do metal no forno e tipos de inclusões.

2.4.3 Refino de grão

Normalmente, é desejada uma microestrutura refinada com grãos equiaxiais e homogeneamente distribuídos. Para isso, durante o processo de vazamento é adicionada ao banho metálico a liga Al-Ti-B em taxas controladas.

Os efeitos do refino de grão são numerosos, tais como aumento de resistência mecânica, diminuição da tendência de formação de trincas, melhora no acabamento superficial e melhor resposta ao tratamento térmico [17].

Para vazamentos sem adição de refinador de grão, são encontrados grãos colunares (vide Figura 6, apresentada em seguida), que por sua vez são menos resistentes à formação de trincas durante a solidificação e seu posterior resfriamento. Grãos refinados diminuem essa tendência e promovem uma melhor distribuição dos compostos intermetálicos na microestrutura.

Figura 6 - Efeitos da adição de refinador de grão na liga Al-Si. A macrografia da esquerda foi obtida no material sem adição de refinador e a da direita com adição de refinador [17].

O refinador de grão atua adicionando partículas (substratos) nucleantes ao metal líquido, que em grande número inibem o crescimento de grãos vizinhos, resultando em uma estrutura fina e uniforme. A formação de cristais é ativada pela partícula solúvel TiAl_3 que cria uma camada sobre a partícula TiB_2 , permitindo a nucleação do alumínio. Elementos como Zr e Cr além de promover refino de grão oferecendo pontos de nucleação na matriz de alumínio, atuam com efeitos significativos no atraso do processo de recristalização, nas propriedades mecânicas e na resistência à corrosão do material. Sua presença na matriz de alumínio forma dispersóides coerentes de composição Al_3Zr que atuam como barreiras ao avanço da recristalização e à movimentação de discordâncias [23].

No entanto o Zr quando em contato com o Ti pode apresentar sinais de envenenamento de refino, onde o Zr reage com as partículas de TiAl_3 e TiB_2 inativando as mesmas através do revestimento dessas partículas por uma camada de ZrB_2 , que impede que o TiB_2 atue como um nucleante na matriz de alumínio [40].

Da mesa de vazamento, o metal flui através de um molde de alumínio e inicia sua solidificação no primeiro contato com a sapata de vazamento. O molde é composto de um anel de fundição poroso de grafite, pelo qual flui ar e óleo que garantem que o metal não encoste nas paredes do molde, minimizando assim a troca térmica com o mesmo e por orifícios pelos quais a água flui, garantindo a solidificação do material.

Na Figura 7, apresentada em seguida, temos o desenho representativo do molde e da sapata de vazamento e do metal em processo de solidificação.

Figura 7 - Conjunto de fundição, com molde e sapata de vazamento [18].

Após o contato com a água de resfriamento, o material se solidifica (vide Figura 8), produzindo uma microestrutura característica de grãos finos e equiaxiais, com intermetálicos bem distribuídos, mas com acentuada microsegregação. A taxa de resfriamento do processo é elevada, deixando assim parte dos elementos químicos retidos em solução sólida.

Figura 8 - Poço e mesa de vazamento da CBA.

Após a solidificação, os tarugos são submetidos a um processo de corte, descartando-se as extremidades, que são posições que podem conter maior quantidade de impurezas (inclusões), pois elas são formadas principalmente no início

e no final do vazamento. Usualmente, são descartados 150 mm da extremidade inicial e 50 mm da extremidade final. Por fim, os tarugos são levados ao tratamento térmico de homogeneização com objetivo de preparar o material para o processo de extrusão a quente, diminuindo a microsegregação, precipitando parcialmente os elementos em solução sólida, dissolvendo parcialmente intermetálicos grosseiros e transformando fases (vide Figura 9). O tratamento é realizado em temperaturas acima de 500°C, por tempos que podem variar entre 9 e 32 horas.

Figura 9 - a) Micrografia típica de liga AA7108 na condição bruta de solidificação (BS) evidenciando a presença de precipitados grosseiros. Aumento de 500 x.; b) Micrografia típica de liga AA7108 na condição homogeneizada (HO), evidenciando a presença de precipitados arredondados e fragmentados com precipitação massiva de elementos em solução sólida. Aumento de 500x [CBA 2017].

a)

b)

Na Figura 10 é apresentado o fluxograma esquemático completo do processo, com as etapas que antecedem a extrusão da liga utilizada no presente trabalho.

Figura 10 - Fluxograma completo esquemático do processo de fundição Wagstaff.

2.5 As ligas série 7xxx

No passado, ligas da série 7xxx eram quase exclusivamente utilizadas no setor de transportes aéreos. No entanto, nos dias atuais estão sendo cada vez mais utilizadas para a confecção de peças utilizadas no setor automobilístico por possuírem elevadas relações resistência/peso. Deve se notar que apesar das inúmeras aplicações, as ligas série 7xxx possuem diversas características não favoráveis ao processo de extrusão, como por exemplo: baixa extrudabilidade, exigem elevadas pressões de extrusão e baixas temperaturas de extrusão (devido à baixa temperatura solidus, que se ultrapassada pode causar fusão incipiente). Somado a isso, as ligas da série 7xxx possuem um longo intervalo de solidificação e por isso a microsegregação tende a ser significativa, requerendo longos intervalos de tempo de homogeneização. A formação nos perfis extrudados de uma camada periférica de

grãos grosseiros (PCG; peripheral coarse grain) é comum nessas ligas e pode afetar as propriedades mecânicas do produto final [41]. Isso pode ocorrer devido ao elevado potencial para recrystalizar durante deformações e tratamentos térmicos subsequentes. Elementos como o Mn, Cr e Zr são geralmente adicionados para aumentar a resistência à recrystalização dessas ligas, sendo o Zr o elemento mais efetivo para tal finalidade, formando dispersóides de composição Al_3Zr . [56]

Os principais elementos que compõe as ligas de alumínio série 7xxx são o Zn e o Mg, esses que quando combinados formam o precipitado MgZn_2 , principal responsável pelo mecanismo de endurecimento em ligas dessa família.

A figura 11 ilustra o lado rico em alumínio do pseudo-binário para ligas de alumínio do sistema Al-Mg-Zn. [60]

Figura 11 - Diagrama pseudo-binário para ligas do sistema Al-Mg-Zn [60].

Para prevenir a precipitação heterogênea, maciça e grosseira durante o processo de resfriamento, as ligas de alumínio requerem taxas elevadas e controladas de resfriamento, mantendo átomos de soluto em solução sólida até o processo de envelhecimento.

Ligas da série 7xxx no geral apresentam sensibilidade à tempera, onde o processo de precipitação pode ocorrer durante o resfriamento. Essa perda de átomos de soluto em solução sólida é geralmente indesejável pois acarreta perda de propriedades mecânicas quando super envelhecidas. [57] A saída de átomos de soluto durante o resfriamento impacta também na condutividade elétrica do material, visto que medidas de condutividade elétrica são sensíveis à presença defeitos puntiformes e átomos em solução sólida, que atuam como barreiras à movimentação de elétrons livre no material e diminuem a condutividade elétrica do mesmo [38].

Esse processo é de extrema importância para a fabricação de produtos com seção grossa (onde a taxa de resfriamento na superfície difere da taxa no centro da peça) e depende de diversos fatores como por exemplo a composição química, tipo de resfriamento e processamento da liga.

A figura 12 ilustra as medidas de condutividade elétrica e dureza realizadas em 3 diferentes ligas da série 7xxx através do ensaio Jominy [58].

Figura 12 - a) medidas de condutividade elétrica realizadas em amostras pós resfriamento b) medidas de dureza realizadas em amostras pós envelhecimento [58].

Para este presente trabalho, a liga de estudo é a AA 7108, cuja tabela 3 apresenta algumas das suas características e propriedades.

Tabela 3 - Propriedades mecânicas e térmicas da liga AA 7108 no estado T6 [35].

Densidade [g/cm ³]	Módulo de Elasticidade [GPa]	Tensão de escoamento [MPa]	Tensão de ruptura [MPa]	Coeficiente de expansão térmica [μm/m-K]	Intervalo de solidificação [°C]
2.9	69	290	350	24	630 - 530

A liga AA7108 é uma liga do sistema Al-Mg-Zn com baixo teor de cobre. Ligas desse sistema são amplamente utilizadas para aplicações estruturais na indústria aeronáutica e automotiva, devido às suas elevadas resistências mecânicas [6].

A tabela 4 apresenta a composição química da liga AA 7108 segundo a Aluminum Association [42].

Tabela 4 - Composição química (% em massa) da liga AA7108 [42].

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Zr
Máx	Máx	Máx	Máx	0,7 –	Máx	4,5 –	0,05	0,12 –
0,10	0,10	0,05	0,05	1,4	0,05	5,5		0,25

Em comparação com a liga AA 7003, do mesmo grupo e usada para a mesma aplicação, a liga 7108 apresenta menor velocidade máxima de extrusão (menor extrudabilidade) que a liga 7003 e um limite de escoamento após envelhecimento (T6) de cerca de 10% mais elevado [20].

Para fins comparativos, a tabela 5 apresenta a composição química da liga AA 7003 segundo a Aluminium Association. [42].

Tabela 5 - Composição química (% em massa) da liga AA7003 [42].

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Zr
Máx	Máx	Máx	Máx	0,50–	Máx	5,0 –	Máx	0,05 –
0,30	0,35	0,20	0,30	1,0	0,20	6,5	0,00	0,25

Conforme já foi mencionado no Capítulo 1 desta dissertação, a liga AA 7108 apresenta propriedades mecânicas intermediárias entre as apresentadas pelas ligas da série 6xxx (Al-Mg-Si) e a liga AA 7075 contendo cobre (Al-Zn-Cu-Mg). Para a liga

AA 7108, o potencial de ganho de propriedades mecânicas pós tratamento térmico de envelhecimento é muito maior que em ligas série 6xxx, pois a precipitação da fase Mg_2Si nas ligas da série 6xxx é menos eficaz como endurecedora por precipitação coerente que a precipitação da fase $MgZn_2$ na liga AA 7108.

A liga AA 7108 apresenta uma elevada tendência de envelhecimento natural e a figura 13, representa a curva de envelhecimento natural da liga AA7108 na temperatura de 24°C, caracterizada através de medidas de dureza HB realizadas de hora em hora [43].

Figura 13 - Curva de envelhecimento natural da liga AA 7108 [43].

As figuras 14, 15 e 16 representam as curvas de envelhecimento da liga AA7108. Essas curvas foram obtidas em amostras retiradas de perfis que sofreram solubilização em prensa com espessura de sessão em torno de 3mm. A curva de alongamento foi obtida em amostras de um perfil com formato de “barra chata” [43].

Figura 14 - Curva de envelhecimento da liga AA 7108 [43].

Figura 15 - Curva de envelhecimento da liga AA 7108 [43].

Figura 16 - Curva de envelhecimento da liga AA 7108 [43].

De modo geral, pode-se afirmar que a liga AA 7108 oferece um bom compromisso de propriedades para aplicações de produtos extrudados de alumínio, como é o caso da fabricação de veículos, especialmente os utilizados em transporte terrestre. Elas oferecem também boa soldabilidade, frequentemente necessária para esta aplicação.

2.6 Tratamentos térmicos das ligas de alumínio

O tratamento térmico de materiais metálicos consiste em uma prática extremamente comum e muito eficaz na alteração de características microestruturais e por consequência das características mecânicas. O material usualmente passa por um ciclo de aquecimento e resfriamento, característico para cada tipo de tratamento, com um determinado objetivo final [14].

A figura 17 representa um desenho esquemático representando o ciclo térmico das ligas da série 7xxx. Variações comerciais e experimentais são representadas pelas linhas tracejadas [44].

Figura 17 - Desenho esquemático da sequência de tratamentos térmicos das ligas série 7xxx [44].

A seguir, serão detalhados os principais tratamentos térmicos aplicáveis em ligas de alumínio.

2.6.1 Solubilização e Envelhecimento

Os fenômenos descritos neste item para as ligas Al-Mg-Si por questões didáticas, mas o mesmo ocorre com as ligas do sistema Al-Mg-Zn.

A figura 18 representa o diagrama pseudo-binário para ligas do sistema Al-Mg-Si [46].

Figura 18 - Diagrama pseudo-binário para ligas do sistema Al-Mg-Si [45].

No lado esquerdo do diagrama, encontramos o campo de solução sólida (Al - Mg_2Si), onde todo o soluto é solubilizado na matriz de alumínio. À direita desse campo, existe uma linha que determina o limite de solubilidade, onde a quantidade máxima de soluto a ser mantida em solução sólida a uma dada temperatura é determinada. Um dos fatores mais importantes para ligas tratáveis termicamente é que o limite de solubilidade do soluto na matriz aumente com o aumento da temperatura [46].

No tratamento térmico de solubilização, o material é aquecido a uma temperatura que garanta a dissolução dos precipitados Mg_2Si e o resfriamento é realizado de maneira tão rápida que garante que o Mg e o Si permaneçam em solução sólida [46]. A tabela 6 ilustra o efeito da temperatura de solubilização nas propriedades mecânicas das ligas 6061 e 2024.

Tabela 6 - Efeito da temperatura de solubilização nas propriedades mecânicas das ligas 6061 e 2024 após envelhecimento [48].

Liga	Temperatura de Solubilização (°C)	Resistência à tração (MPa)	Tensão de Ruptura (MPa)
6061 – T6	493	301	272
	504	316	288
	516	333	305
	527	348	315
2024 - T4	488	419	255
	491	422	259
	493	433	269
	496	441	271

Posteriormente ao tratamento térmico de solubilização, ocorre o tratamento térmico de envelhecimento que é um dos métodos mais eficazes de aumento de resistência mecânica em ligas de alumínio

2.6.2 Homogeneização

O processamento da liga AA7108 incluiu diversos tratamentos térmicos, sendo que o primeiro a ser realizado foi a homogeneização. A homogeneização é realizada logo após o processo de vazamento e corte de pontas do tarugo.

Nesta etapa, a microsegregação, que geralmente é encontrada em ligas metálicas brutas de solidificação, é diminuída, partículas mais finas eventualmente presentes são dissolvidas e outras podem precipitar (dispersóides). O tratamento térmico de homogeneização utilizado para a liga AA 7003 encontrado na literatura [21] foi 520°C por 12 horas.

Para um melhor entendimento de como ocorre a homogeneização, é necessário entender como a microsegregação é formada e qual é o mecanismo que rege o tratamento de homogeneização.

2.6.2.1 Microsegregação e formação de intermetálicos

Durante a solidificação de uma liga de alumínio, a primeira fase sólida formada, em geral na forma de dendritas, é uma solução sólida rica em alumínio. Simultaneamente, com o avanço da solidificação, o líquido interdendrítico remanescente se enriquece em soluto e em geral são formadas partículas de compostos intermetálicos, relativamente grandes e observáveis até ao microscópio óptico e regiões com diferentes concentrações de composição química, que recebem o nome zonada e é esquematizada na figura 19.

A composição química da fase sólida e da fase líquida em uma mesma temperatura são diferentes e variam continuamente com a diminuição da temperatura entre as linhas líquidus e solidus. Isso significa que o líquido remanescente entre os braços dendríticos possui composição diferente do sólido. Além disto, a composição química varia ao longo do eixo da dendrita. Este fenômeno, presente em praticamente todas as ligas metálicas, é conhecido como microsegregação. A microsegregação pode estar acompanhada de macrosegregação, que consiste na variação de composição química ao longo de regiões bem maiores, que podem envolver diversos grãos [22].

Figura 19 - Representação esquemática de uma região zonada [47].

Devido à segregação de átomos de soluto durante o processo de solidificação, ocorre uma aglomeração desses átomos da interface sólido/liquido tornando-se uma camada super-resfriada constitucionalmente e permitindo que qualquer protuberância dessa camada cresça estavelmente na forma de haste dendrítica [47].

Essas hastes quando em número suficiente, crescem formando uma frente de crescimento celular que é esquematizada na figura 20. A rejeição de soluto entre as hastes primárias, forma hastes secundárias e terciárias originando a morfologia dendrítica que é representada na figura 21. A solidificação se completa quando várias dendritas se encontram formando um único grão [47].

Figura 20 - Representação esquemática das condições que levam o crescimento dendrítico [47].

Figura 21 - Microestrutura esquemática após solidificação [47].

Na Figura 22 é apresentada evidência metalográfica (regiões claras) de microsegregação na liga AA 7108.

Figura 22 - Micrografia da liga AA 7108 no estado bruto de solidificação, obtida por microscopia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados [33].

A Tabela 7, apresentada em seguida, mostra as solubilidades máximas no estado sólido dos nove elementos de liga presentes na liga AA 7108, ordenados em ordem decrescente de solubilidade máxima (em % em massa): $Zn > Mg > Cu > Mn > Si > Ti > Cr > Zr > Fe$.

É importante destacar que os valores apresentados na Tabela 7 foram extraídos de sistemas binários e que os diferentes solutos influenciam mutuamente as solubilidades. Outro ponto importante a ser destacado é que em geral a solubilidade diminui acentuadamente com a diminuição da temperatura.

Tabela 7 - Solubilidades máximas no alumínio dos nove principais solutos das ligas AA 7003 e AA 7108 [23].

Elemento	Temperatura (°C)	Temperatura (K)	% em massa	% atômica
Zinco	443	716	82,8	66,4
Magnésio	450	723	17,4	18,5
Cobre	548	821	5,65	2,40
Manganês	658	931	1,82	0,90
Silício	577	850	1,65	1,59
Titânio	665	938	~1,3	~0,74
Cromo	661	934	0,77	0,40
Zircônio	660,5	933,5	0,28	0,08
Ferro	655	928	0,05	0,025

Tabela 8 - Solubilidades no alumínio dos dois principais solutos da liga AA 7108 a 486°C [fonte: autor].

Elemento	Temperatura (°C)	Temperatura (K)	% em massa	% atômica
Zinco	486	759	48,5	28
Magnésio	486	759	13,5	14

Figura 23 - Diagrama de fases Al-Mg [34].

O sistema Al-Mg mostrado na figura 23 e apresenta duas soluções sólidas terminais. Assim como o alumínio, o magnésio possui uma baixa temperatura de fusão, (650°C) e tem sua solubilidade no alumínio aumentada com o aumento da temperatura. A 450°C a solubilidade do magnésio no alumínio é de aproximadamente 15 % em massa. Quando adicionado à liga e solubilizado na matriz, o Mg gera um incremento na resistência mecânica da liga pelo mecanismo de endurecimento por solução sólida por possuir raio atômico maior do que o do Al, causando uma deformação local e um campo elástico de tensões que atua como uma barreira à movimentação de discordâncias.

Figura 24 - Diagrama de fases Al-Zn [34].

O sistema Al-Zn é representado pela figura 24. O zinco é o elemento que possui maior solubilidade em alumínio no estado sólido, atingindo um máximo de 82,8 % em massa. Quando sozinho, não causa efeitos significativos nas propriedades mecânicas da liga, porém quando elementos como magnésio e cobre são adicionados as propriedades mecânicas se elevam significativamente devido à formação de precipitados como o $MgZn_2$. Devido ao grande campo de solubilização neste sistema, ligas Al-Zn possuem grande potencial de envelhecimento.

Figura 25 - Projeção solvus do sistema Al-Mg-Zn [34].

Como dito anteriormente, a adição de Mg ao sistema Al-Zn causa um significativo efeito sob as propriedades mecânicas da liga. Isso se deve ao fato de o magnésio combinar-se com o zinco, formando o precipitado MgZn_2 , que é o grande responsável pelo aumento de resistência mecânica das ligas série 7XXX.

A figura 25 é uma projeção da linha solvus do sistema Al-Mg-Zn. Quando comparadas com outras ligas de alumínio, as temperaturas solvus do sistema Al-Mg-Zn são relativamente baixas.

Vários compostos intermetálicos podem se formar durante o processamento das ligas do sistema Al-Zn-Mg, dentre eles podem ser mencionados: η ou M (MgZn_2); Z (Mg_2Zn); T ($\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$); Mg_2Si , α (AlFeMnSi), Al_6Mn , Al_3Ti e Al_3Zr [31].

Os compostos intermetálicos podem ser classificados por suas dimensões em três classes: i) partículas intermetálicas (1-10 μm) formadas predominantemente durante a solidificação, fraturadas e redistribuídas durante o processamento mecânico; ii) dispersóides (0,05-0,5 μm) formados durante os diferentes ciclos térmicos; iii) partículas endurecedoras, aglomerados de átomos ou zonas de Guinier-

Preston e precipitados coerentes ou semicoerentes, com dimensões entre 1 e 100 nm, formados durante o envelhecimento [39].

2.6.2.2 Difusão

Conforme foi descrito anteriormente, um material na condição bruta de solidificação (BS) pode apresentar uma ampla distribuição de intermetálicos grosseiros e elevada presença de microsegregação entre os braços dendríticos.

A difusão atômica é o mecanismo controlador da homogeneização de composição química durante a exposição em alta temperatura, sendo que as duas variáveis principais são temperatura e tempo de exposição e determinam a extensão da homogeneização, pois a difusão é um processo termicamente ativado que consiste no transporte de massa por meio da movimentação atômica dos diferentes elementos químicos presentes na liga [14].

No estado sólido, em princípio, a movimentação atômica por difusão pode acontecer por movimentação dos átomos do metal base (autodifusão) e por interdifusão dos átomos de soluto e impurezas, os quais podem ser substitucionais e intersticiais [14]. No caso da liga AA 7108, todos os solutos são substitucionais.

A Figura 26 apresentada em seguida ilustra os principais mecanismos de difusão em um metal:

Figura 26 - Representação esquemática dos mecanismos de difusão [24].

Mecanismo do anel: Não exige a presença de lacunas. Mecanismo pouco provável de ocorrer, pois exige um movimento coordenado de átomos na rede cristalina, onde o espaço livre é restrito [24].

Difusão intersticial: Ocorre por movimentação de átomos intersticiais para uma posição vizinha. Pelo fato de ocorrer com átomos de raio atômico menores e por existirem um maior número de posições intersticiais do que lacunas, esse mecanismo ocorre de forma mais rápida quando comparado com a difusão por lacunas [14]. Este mecanismo não é relevante nas ligas de alumínio.

Difusão por Lacunas: Ocorre com a movimentação atômica de uma posição normal no retículo cristalino para uma posição vaga no retículo, ou lacuna, adjacente. Para o processo ocorrer necessariamente deve haver presença de lacunas [14].

Além das possibilidades descritas acima, é possível ainda que a difusão ocorra ao longo ou através de defeitos cristalinos, tais como contornos de grão, superfície externa do material e defeitos lineares.

O tratamento matemático da difusão pode ser resumido nas duas leis de Fick, sendo que a primeira é válida para regime estacionário, ou seja, casos em que o gradiente de concentração não é alterado com o passar do tempo. O fluxo J_x é determinado por: [24]

$$J_x = -D\left(\frac{dC}{dX}\right)$$

Onde, D é o coeficiente de difusão dado em $[m^2/s]$ e o gradiente de concentração dC/dX é dado aproximadamente por:

$$\frac{CA - CB}{XA - XB}$$

(2)

O sinal negativo antes do coeficiente de difusão indica a direção de difusão, que em geral ocorre da concentração mais alta para a concentração mais baixa [14].

Já a segunda lei de Fick, é válida para condições transitórias, ou seja, quando a concentração varia com o tempo (vide Figura 25).

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D \frac{\partial C}{\partial x} \right)$$

(3)

Considerando D independente da composição:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \left(\frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \right)$$

(4)

A equação acima caracteriza a segunda lei de Fick [24].

Figura 27 - Variação do perfil de concentração com o tempo; segunda lei de Fick [24].

O coeficiente de difusão na maioria das vezes obedece a equação de Arrhenius, $D = D_0 \exp (-Q/RT)$, e na Tabela 9, mostrada em seguida, são apresentados os

coeficientes de difusão para os nove elementos de liga da Tabela 7. Na última coluna da Tabela 9 são apresentadas as difusividades para os nove elementos de interesse, calculadas para 470 °C. As difusividades calculadas foram ordenadas na seguinte ordem decrescente: Zn > Mg > Si > Mn > Cu > Cr > Fe > Zr > Ti.

Tabela 9 - Coeficientes de difusão no alumínio dos nove principais elementos das ligas AA 7003 e AA 7108 [23] e difusividades calculadas para 470°C.

Elemento	D_0 (m ² /s)	Q (kJ/mol)	D (m ² /s)
Zinco	1,10 E-05	93,70	2,85 E-12
Magnésio	1,10 E-04	117,20	6,34 E-13
Silício	9,00 E-05	125,60	1,33 E-13
Manganês	2,20 E-05	121,40	6,43 E-14
Cobre	2,90 E-05	125,60	4,29 E-14
Cromo	3,00 E-11	62,80	1,15 E-15
Ferro	4,10 E-15	58,60	3,11 E-19
Zircônio	7,28 E-02	347,00	8,58 E-19
Titânio	1,12 E-01	260,51	5,43 E-20

2.7 Extrusão

O processo de extrusão, quando comparado com a maioria dos processos de conformação mecânica, pode ser considerado um processo relativamente novo [25]. O primeiro registro do processo de extrusão foi patenteado em 1797 por Joseph Bramah. O trabalho possuía o seguinte título: “uma prensa para a produção de tubos de chumbo e outros metais leves com diâmetros e comprimentos específicos sem juntas” [26].

A Figura 28 ilustra a patente descrita acima, onde o metal líquido localizado no recipiente A é forçado pelo pistão B formando o tubo final E.

Figura 28 - Prensa de extrusão patenteada por Joseph Bramah em 1797 [26].

Em 1820, a primeira prensa vertical para extrusão de tubos de chumbo foi desenvolvida pelo inglês Thomas Burr (vide Figura 27). Porém, foi Alexander Dick que conseguiu diversos avanços no processo de extrusão de metais e passou a ser conhecido como o “pai da extrusão”. Em 1894, Dick patenteou uma prensa projetada exclusivamente para a extrusão de bronze. Dessa data em diante, Alexander Dick foi o responsável por diversas patentes relacionadas ao processo de extrusão [26].

Figura 29 - Primeira prensa hidráulica de chumbo desenvolvida por Thomas Burr. A: Câmara, B: Matriz, C: Pistão e D: Tubo extrudado [26].

Rápidos desenvolvimentos no processo de extrusão durante o início do século XX substituíram os antigos processos de produção de barras, perfis e fios. Foi em 1933 que sistemas de aquecimento por carvão ou gás foram substituídos por sistemas de aquecimento por resistência elétrica e indução, facilitando o processamento do metal alumínio [26].

O processo de extrusão consiste (vide Figura 30) na passagem de um bloco de metal através de um orifício na matriz com aplicação de pressões elevadas [25].

Através desse processo, pode – se obter barras, tubos ou materiais com seções mais complexas, pois é possível se obter formas finas com excelentes tolerâncias dimensionais e qualidade superficial.

Figura 30 - Desenho esquemático de uma prensa de extrusão [adaptado 37].

Existem dois tipos básicos de extrusão, mostrados na Figura 31: [27]

a) Extrusão direta: O metal aquecido é carregado na câmara e pressionado contra a matriz através de um pistão. O metal passa a fluir através da matriz formando o perfil requerido.

b) Extrusão indireta: Nesse caso não existe movimento relativo entre o metal e a câmara, o que causa um menor atrito no processo. O pistão oco é pressionado contra o metal que está contido na câmara, dando forma ao perfil requerido.

Figura 31 - Tipos básicos de extrusão [27].

O processo de extrusão é também classificado pela temperatura da matéria prima a ser extrudada. Para matérias primas que são previamente aquecidas, acima da sua temperatura de recristalização, a extrusão é denominada extrusão a quente. A maioria dos processos de extrusão é realizado a quente (acima da temperatura de recristalização) devido ao menor esforço necessário para a deformação [27].

Para matérias primas que são extrudadas com temperatura menor do que a temperatura de recristalização do material, a extrusão é denominada extrusão a frio, processo esse que vem progredindo cada vez mais [27].

Por último, os processos são sub classificados de acordo com a técnica de lubrificação utilizada, conforme ilustram as Figuras 32 e 33 [28].

Figura 32 - Principais processos de extrusão direta [26 – Adaptado].

Figura 33 - Principais processos de extrusão indireta. [26 – Adaptado].

A tensão de escoamento na temperatura de extrusão, maleabilidade do material e velocidade de extrusão determinam a capacidade de extrusão. A temperatura de extrusão é influenciada por diversos fatores como a geração de calor devido ao cisalhamento interno do tarugo e o atrito entre o material e a matriz. A Figura 34 mostra os efeitos da velocidade de extrusão no aumento da temperatura emergente na extrusão de um alumínio superpuro [28].

Figura 34 - Variação da temperatura emergente com a redução para várias velocidades de extrusão de um extrudado de alumínio superpuro [28].

É possível notar na Figura 34 que a temperatura superficial do perfil aumenta à medida que ocorre o aumento da velocidade de extrusão, com isso o controle de temperatura emergente é de fundamental importância para evitar defeitos de aquecimento e garantir a qualidade superficial do produto.

2.8 A microestrutura dos metais deformados

A deformação plástica em materiais metálicos pode ocorrer por quatro mecanismos que são descritos logo abaixo: [30]

- a) Deslizamento de planos por movimentações de discordâncias;
- b) Maclação mecânica;
- c) Difusão;
- d) Transformações de fases.

No caso do presente trabalho, ligas de alumínio deformadas por extrusão a quente, o mecanismo de deformação plástica operante é por movimentação de discordâncias.

Durante a deformação do material, muitas mudanças na microestrutura ocorrem, como mudanças na forma dos grãos, aumento da área total dos contornos de grão, orientação dos grãos (geralmente adquirem orientações preferenciais, isto é, textura cristalográfica) e na quantidade de defeitos puntiformes e lineares (discordâncias) [29].

A maior parte da energia aplicada na deformação de um material é perdida para a natureza na forma de calor, porém cerca de 1% dessa energia é armazenada no material na forma de defeitos cristalinos, principalmente puntiformes e discordâncias. Em condições normais de deformação (temperatura ambiente) quase toda energia armazenada no material é proveniente do acúmulo de discordâncias, que são multiplicadas consideravelmente durante a deformação [29].

A determinação experimental ou o cálculo dessa energia armazenada não é simples. Ela pode ser determinada por análises de calorimetria, difração de raios X ou indiretamente por mudanças em propriedades físicas ou químicas do material [29]. Determinações da densidade de discordâncias por microscopia eletrônica de transmissão, seguidas de cálculos da energia livre de Gibbs correspondentes, também são possíveis.

Dentre os fatores que afetam a microestrutura do material encruado, podemos destacar a energia de defeito de empilhamento, átomos de soluto em solução sólida, partículas de precipitados, tamanho de grão inicial, temperatura e velocidade de deformação.

A distribuição e arranjo das discordâncias na microestrutura do material tem forte ligação com a energia de defeito de empilhamento (EDE). Materiais de alta EDE, como é o caso da liga AA 7108, tendem a apresentar uma distribuição celular de discordâncias. Já materiais com baixa EDE, como é o caso das ligas de cobre e dos aços inoxidáveis austeníticos, tendem a apresentar discordâncias distribuídas mais homogeneamente. A Figura 35, em seguida, mostra esquematicamente da distribuição de discordâncias em materiais de alta EDE e baixa EDE [30].

Figura 35 - Arranjo esquemático de discordâncias em materiais (a) de baixa EDE e (b) de alta EDE [29].

Pelo fato de materiais de alta EDE apresentarem uma maior facilidade de movimentação de discordâncias a densidade encontrada no mesmo é mais baixa do que quando comparada com materiais de baixa EDE. Isso ocorre também devido a ocorrência de um maior número de aniquilações de discordâncias durante a seu rearranjo [30].

Átomos de soluto alteram a EDE do material, influenciando diretamente na distribuição de discordâncias como visto anteriormente. A adição de átomos de soluto na microestrutura em geral causa aumento gradativo da densidade de discordâncias no material e com isso a energia armazenada também é aumentada [30].

A equação proposta por Conrad e Christ evidencia que quanto maior a deformação (ε) menor o diâmetro médio (d) de grão, maior a densidade de discordâncias na microestrutura para o ferro puro [30].

$$\rho = \frac{\varepsilon}{k_1 b} \frac{1}{d^n} \quad (5)$$

Onde: k_1 e n são constantes que dependem do modo de deformação e b é o vetor de Burgers [30].

E por último, a temperatura e velocidade de deformação são fatores que exercem grande influência na densidade e distribuição das discordâncias. A diminuição da temperatura causa diminuição na mobilidade de discordâncias e aumento na energia

armazenada na deformação. Pequenas variações na temperatura causam significativo efeito nas modificações da subestrutura de discordâncias, porém grandes modificações na velocidade de deformação causam pouca influência [30].

2.9 Recuperação e recristalização de materiais metálicos

A recuperação causa mudanças microestruturais que restauram parcialmente as propriedades do material. Durante a deformação, muitos defeitos puntiformes e discordâncias são introduzidos à microestrutura e é durante a recuperação que esses defeitos tendem a assumir estados de menor energia quando comparados com o estado encruado [30].

Para um melhor entendimento, a recuperação pode ser dividida em quatro etapas como mostra a Figura 36.

Figura 36 - As quatro etapas principais da recuperação (desenho esquemático) [29].

A Figura 36 evidencia a diminuição da densidade de discordâncias e da energia armazenada na deformação conforme a recuperação avança. Isso ocorre devido à

aniquilação de discordâncias, onde as que possuem sinais opostos se aniquilam e outras se rearranjam, promovendo a formação de subgrãos. Essa formação de subgrãos necessita de maior energia térmica de ativação, pois os mecanismos de escorregamento com desvio e escalada de discordâncias envolvidos no processo são ativados termicamente [30].

A recuperação depende de alguns fatores, tais como grau de deformação do material, tipo do material, velocidade de deformação e temperatura de recozimento [29].

A recristalização é definida como sendo um processo irreversível que ocorre pela migração de contornos de alto ângulo causando uma acentuada redução de defeitos cristalinos, especialmente de discordâncias, da microestrutura e o seu principal potencial termodinâmico ou força motriz é a energia armazenada durante a deformação [30]. Quando a recristalização ocorre após o término da deformação plástica, ela é denominada recristalização estática, todavia quando ocorre simultaneamente com a deformação, é chamada de recristalização dinâmica. A mesma nomenclatura (estática e dinâmica) é utilizada para a recuperação.

É conveniente dividir a recristalização em duas etapas, nucleação e crescimento de grão. A nucleação é o termo usado para definição do início da recristalização. É durante essa etapa que regiões livres de defeitos (novos grãos) com capacidade de migrar pela matriz encruada são formadas na microestrutura a partir de núcleos pré-existentes. Ao contrário do que é suposto na teoria de nucleação homogênea, os embriões encontrados na microestrutura não são formados durante o recozimento, mas sim durante a deformação, pois grandes diferenças de orientação podem conter núcleos pré-formados. Assim, nas regiões com grande quantidade de defeitos cristalinos são encontrados os núcleos em potencial ou embriões, pois, além da maior concentração de defeitos, possuem uma maior heterogeneidade de deformação e com isso uma maior diferença de orientação [30].

A recristalização em geral é acompanhada por técnicas metalográficas, mas também pode ser mensurada por variações das propriedades mecânicas e físicas. A Figura 37 mostra o comportamento sigmoidal típico da cinética de recristalização. Nota-se que a recristalização se inicia com um processo lento (que pode ser devido

ao processo lento de formação do núcleo) que é acelerado com o aumento do tempo. O processo volta a ser lento após certo tempo, quando as frentes de reação de encontram [29].

Figura 37 - Comportamento típico da cinética recristalização em recozimento isotérmico [29].

Após a recristalização, pode ocorrer crescimento de grão, diminuindo a área total dos contornos por unidade de volume e a energia livre do sistema [30]. Em geral, as temperaturas necessárias para ocorrência de crescimento de grão são bem mais altas que as temperaturas necessárias para ocorrência de recristalização.

O crescimento de grão pode ocorrer de forma uniforme, caracterizando um crescimento normal de grão ou de forma bastante heterogênea, caracterizando um crescimento anormal de grãos, também conhecido como recristalização secundária. Durante o crescimento de grão, grãos maiores e com um maior número de lados (na realidade faces) tendem a crescer, enquanto grãos menores com um menor número de lados tende a desaparecer. Esse fenômeno depende de difusão para ocorrer [30].

Alguns fatores, tais como heterogeneidades de tamanho de grão, dispersão de partículas, textura pronunciada e espessura da amostra podem promover a ocorrência de recristalização secundária [30].

Figura 38 - Crescimento de grão anormal em uma liga Al-1% Mg-1% Mn a 600°C [29].

A cinética isotérmica de recristalização em geral segue a equação proposta por Johnson-Mehl-Avrami-Kolomogorov (JMAK), que considera que as grandezas fundamentais são a taxa de formação de grãos $\dot{N}$ e a taxa de crescimento de grãos $\dot{G}$.

A equação apresentada em seguida (compare com a curva da Figura 37) descreve matematicamente como a fração volumétrica recristalizada X aumenta com o tempo:

$$X = 1 - \exp(-At^k) \quad (6)$$

Onde: A e k são constantes [30]

O efeito da temperatura na cinética de recristalização é apresentado na Figura 39.

Figura 39 - Efeito da temperatura de recozimento na recristalização de uma liga de Fe-Si deformada 60% [29].

Em 1952, o efeito das principais variáveis na cinética de recristalização e no tamanho de grão final, foram sintetizadas na forma de 7 leis da recristalização por Burke e Turnbull [30].

1. A recristalização só irá ocorrer mediante a uma deformação mínima.
2. Quanto menor for o grau de deformação, mais alta terá que ser a temperatura para início de recristalização. Isso ocorre, pois, deformações brandas geram menos núcleos potenciais para o início da recristalização.
3. Quanto maior o tempo de recozimento, menor a temperatura para início da recristalização.
4. O tamanho de grão final tem elevada dependência do grau de deformação e menor dependência da temperatura de recozimento. Elevados graus de deformação formam um maior número de núcleos em potencial.
5. Para tamanhos de grão iniciais elevados, maior é a deformação necessária para que a recristalização ocorra no mesmo tempo e temperatura de recozimento.
6. Quanto maior a temperatura de deformação, maior será a necessidade de deformação para um mesmo grau de encruamento.
7. Se o aquecimento for contínuo após o término da recristalização, o crescimento de grão irá ocorrer.

No processo de deformação a quente, como é o caso da extrusão a quente utilizada no presente trabalho, ocorre simultaneamente com o aumento da densidade de defeitos cristalinos, que causa endurecimento ou encruamento, ocorrem também recuperação e recristalização, que causam amolecimento. Quando a recuperação e a recristalização ocorrem durante a deformação a quente, simultaneamente com a aplicação da carga, eles são denominados processos dinâmicos, diferindo dos processos estáticos discutidos até aqui, que ocorrem durante o recozimento aplicado após a deformação [30].

Devido à grande dificuldade de observação desses fenômenos dinâmicos, a recuperação e recristalização dinâmicas são acompanhadas indiretamente com auxílio da chamada metalografia mecânica, que consiste na obtenção e análise de curvas tensão versus deformação em ensaios mecânicos a quente [30].

A temperatura de ocorrência dos fenômenos dinâmicos depende do tipo de material utilizado, onde a principal característica é a energia de defeito de empilhamento (EDE). Materiais de alta EDE são menos suscetíveis à ocorrência de recristalização dinâmica, pois apresentam alta mobilidade de discordâncias recuperando-se rapidamente e por consequência diminuindo a quantidade de defeitos cristalinos, que conforme mencionado anteriormente, constituem o potencial termodinâmico para a recristalização. Já materiais de baixa EDE por apresentarem baixa mobilidade de discordâncias, são pouco susceptíveis à recuperação e a quantidade de defeitos cristalinos aumenta significativamente no decorrer da deformação a quente, sendo mais propensos à ocorrência de recristalização dinâmica [30]. A figura 40 ilustra os efeitos da redução (e da velocidade de deformação) e da EDE na ocorrência de fenômenos (recuperação e recristalização) estáticos e dinâmicos durante a deformação a quente.

Figura 40 - Mecanismos de restauração (recuperação e recristalização) possíveis durante a deformação a quente. (a) durante a laminação (baixas deformações) para metais de alta EDE. (b) durante a laminação para metais de baixa EDE. (c) durante a extrusão (altas deformações) para metais de alta EDE. (d) durante a extrusão para metais de baixa EDE /1/ [30].

A recuperação dinâmica no gráfico de tensão versus deformação da figura 41 pode ser notada através da estabilização da tensão, denominado estado estacionário. Nesse estado, a quantidade de defeitos gerados é compensada pela quantidade de defeitos eliminados.

Figura 41 - Curva tensão-deformação a quente. Ocorrência somente de recuperação dinâmica. O patamar é a tensão do estado estacionário ("steady state") [30].

Já a recristalização dinâmica ocorre quando altas taxas de deformação ou baixas EDE geram um grande número de defeitos cristalinos que não conseguem ser eliminados apenas pelo processo de recuperação dinâmica. Com isso o potencial termodinâmico para a recristalização é aumentado causando recristalização durante a deformação.

Figura 42 - Curvas esquemáticas tensão-deformação mostrando comparativamente a ocorrência de encruamento, recuperação dinâmica e recristalização dinâmica [30].

2.10 Zona periférica com grãos grosseiros

Uma zona periférica de grãos grosseiros, também conhecida como PCG (“Peripheral coarse grain”), ocorre frequentemente no processo de extrusão a quente do alumínio. A resistência mecânica e o acabamento superficial podem ser afetados negativamente com a ocorrência do PCG [49].

No geral, o PCG pode ser controlado por diversos fatores como: temperatura emergente, velocidade de extrusão e elementos inibidores de recristalização, como por exemplo o Zr e Cr e seu mecanismo de formação ainda não é completamente entendido [49].

Sua formação é muitas vezes é atribuída ao gradiente de tensão inerente ao processo de extrusão. A superfície do extrudado é submetida a uma maior concentração de tensão, ficando assim mais suscetível a ocorrência de recristalização [50].

O mecanismo de formação do PCG proposto por Eivani et. al. engloba a seguinte sequência: 1. Grãos iniciais equiaxiais; 2. Formação de subgrãos no processo de extrusão a quente; 3. Redução do tamanho de subgrão e formação da microestrutura parcialmente recristalizada por recristalização dinâmica; 4. Início da recristalização estática; 5. Crescimento normal de grãos recristalizados dinamicamente e anormal para os recristalizados estaticamente; 6. Microestrutura com PCG [50] [54].

2.11 Difração de Raios X

Neste item, serão discutidos fundamentos da técnica de difração de raios x com foco em aplicações, métodos quantitativos e qualitativos.

2.11.1 Os raios X e sua geração

Os raios X foram descobertos no séc. XIX pelo físico Wilhelm Conrad Rontgen. Esses raios são ondas eletromagnéticas que assim como a luz, se propagam em linha reta com velocidade de propagação característica [24].

Esses raios devem ter comprimentos de onda únicos, em fase e ser monocromáticos. São originados a partir da colisão entre elétrons acelerados provenientes de um catodo e um elétron bombardeado no átomo de um anodo. O elétron bombardeado é arrancado de sua camada deixando um sitio livre para que outro elétron de maior energia a ocupe. Essa transição eletrônica causa a liberação de raios X [52].

A maior parte das radiações características utilizadas em difração de raios x tem comprimento de onda entre 0,5 a 3,0 Å, medidas essas que são da mesma ordem de grandeza dos espaçamentos interplanares, garantindo que possa ocorrer interferência [24].

2.11. 2 Princípios da difração de raios X

Quando um feixe de raios X com determinada frequência incide sobre um átomo isolado de uma amostra, os elétrons desse átomo serão excitados. Essa excitação emite raios X em todas as direções. Se os átomos que emitem esses raios estiverem sistematicamente espaçados e a radiação incidente tiver a mesma ordem de grandeza das distâncias entre os átomos espalhadores, interferências construtivas irão ocorrer em certas direções e destrutivas em outras [24].

Figura 43 - Difração de raios X por um cristal [24].

A interferência construtiva só ocorrerá se a distância extra percorrida por cada feixe for um múltiplo inteiro de λ , ou seja, quando a lei de Bragg é satisfeita (Vide figura 43) [24].

$$PO + OQ = n\lambda = 2d \sin \theta$$

(7)

Os ângulos θ dos raios X refletidos possuem relação com as dimensões da célula cristalina e a orientação dos planos, que são específicos para o tipo de material. A intensidade dos picos refletidos está relacionada dentre outros fatores com a densidade planar de átomos e de elétrons contida no plano. Assim para um mesmo material a intensidade do pico será diferente para planos distintos. [52]

A seguir, serão detalhados os fatores interferentes na intensidade, posição e perfil dos picos de difração.

2.11.3 Fatores intrínsecos à amostra

A densidade de elétrons presentes em determinado plano cristalográfico exerce influência sobre a intensidade da difração e além disso, outras variáveis devem ser consideradas, como: Fator de Multiplicidade (p) que se refere à proporção relativa dos planos, Fator estrutura (F) que leva em consideração a eficiência do espalhamento pelos elétrons de um átomo e sua posição na estrutura cristalina, absorção linear onde a profundidade de penetração do feixe de raios x na amostra depende da natureza do material, o comprimento de onda utilizado e o ângulo de incidência, temperatura da amostra onde sabe-se que a elevação da temperatura de um material causa um aumento da vibração atômica e por consequência uma expansão da célula unitária, modificando a distância interplanar (d) e as posições angulares dos picos difratados, orientação preferencial que pode ser observada em materiais extrudados, como no caso desse estudo e quantidade de materiais amorfos presentes na amostra, deixando a linha de fundo não linear [52].

2.11.4 Fatores instrumentais

Fatores instrumentais são amplamente discutidos por Jenkins (1989), Jenkins e Snyder (1996) e Klug e Alexander (1974). Os principais interferentes são relacionados a desalinhamento do equipamento e o uso de fendas e comprimentos de onda inadequados [52].

2.11.5 Preparação da amostra

Considerando as três informações principais para cada reflexão (perfil de pico, intensidade de pico e posição angular), pode-se concluir que a preparação de amostra pode ser a maior fonte de erro na análise. A superfície da amostra deve ser plana horizontal prevenindo deslocamentos nas posições dos picos e alargamento assimétrico dos perfis [52].

O fator orientação preferencial (intrínseco à amostra) pode ser intensificado no momento da preparação da amostra e tem influência na intensidade dos picos de difração [52].

2.12 Análises da posição e dos perfis dos picos de difração de raios X

Com o passar dos anos, o acesso à informática e aos supercomputadores foi facilitado com a evolução da tecnologia, fato esse que possibilitou que métodos como o de Rietveld extraíssem maiores informações dos difratogramas através da simulação de um perfil completo difratométrico, que se baseia nas estruturas das fases presentes de uma amostra [55].

O método é baseado na simulação de um difratograma completo e permite refinar parâmetros geométricos das fases presentes considerando características cristalográficas [53]. Quando lê – se refinamento, devemos entender como o processo de ajuste dos parâmetros que foram utilizados na geração do difratograma calculado, de modo que ele seja o mais próximo possível do experimental, levando em consideração a sobreposição dos picos encontrados nos dois difratogramas [52].

O ajuste é realizado através do método dos mínimos quadrados, permitindo a obtenção de resultados quantitativos das fases presentes na amostra. A qualidade do ajuste é verificada através de kpi 's estatísticos como por exemplo o R_{wp} e GOF sendo que o mais eficiente matematicamente é o R_{wp} pois em seu numerador, existe um resíduo que é minimizado. Bons resultados fornecem valores de R_{wp} entre 2 a 10%. Os principais parâmetros de ajuste são: fator de escala, linha de base, perfil de pico, parâmetros de cela, fator estrutura, deslocamento e orientação preferencial [53].

A metodologia de refinamento parte através da obtenção de um difratograma de boa qualidade com modelos de estruturas atômicas inseridos em cada fase identificada. Recomenda – se que os primeiros ciclos de ajuste se iniciem com os coeficientes de linha de base e fator de escala ajustados e a partir disso outros ciclos de ajustes em outros parâmetros podem ser aplicados [53].

Um guia de refinamento foi elaborado por McCusker et al. (1999), onde influências de cada parâmetro são apresentadas. A figura 44 apresenta exemplos de difratogramas refinados gerados a partir de fatores físicos, permitindo visualizar qual parâmetro é o mais importante para cada etapa de refinamento. Para um refinamento perfeito, a linha do difratograma calculado e o observado devem se sobrepor e a linha de diferença localizada logo abaixo deve ser equivalente a uma reta.

Figura 44 - Difratogramas refinados a partir de fatores físicos [52].

Além do método de Rietveld, outros métodos são empregados quando o objetivo é a análise do tamanho do cristalito e microdeformações na rede cristalina, como por exemplo os métodos de Williamson & Hall (1953). A partir desse método, é possível analisar se os cristalitos são grandes ou pequenos e se apresentam anisotropia na forma [51].

2.13 O método de Williamson Hall

O método de Williamson e Hall permite a separação de contribuições relacionadas ao tamanho médio dos cristalitos e também da microdeformação no perfil de difração obtido através da análise experimental. Através desse método, um gráfico é construído baseado na equação 8:

$$\beta \cos \theta = \frac{k\lambda}{D} + \eta \sin \theta \quad (8)$$

Onde: β é a largura integrada do pico de difração a meia altura, λ é o comprimento de onda, D é a estimativa do tamanho de cristalito aparente, η é uma estimativa para a microdeformação. Construindo um gráfico $\beta \cos \theta$ x η , obtém-se na maioria dos casos, uma reta ajustada onde o tamanho do cristalito é determinado pelo intercepto do eixo das ordenadas e a microdeformação coeficiente angular da reta. Algumas vezes, o gráfico gerado tem formato de uma parábola, indicando a não homogeneidade da amostra (partículas com larga distribuição de tamanho). Esse método não prevê o deslocamento de picos referentes à densidade de discordâncias em um material que sofreu qualquer deformação [59].

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo serão descritos os materiais estudados assim como os métodos experimentais utilizados para tal finalidade.

3.1 Material utilizado

O material utilizado nesta pesquisa foi produzido em escala industrial pela Companhia Brasileira de Alumínio (CBA) e foi disponibilizado na forma de discos com cerca de 12,50 mm de espessura, seccionados de tarugos de diâmetro de 200 mm e na forma de barras extrudadas (EX) com seção retangular 15,95 x 25,60 mm. A figura 45 representa um desenho esquemático do tarugo produzido na CBA e a posição de retirada de amostras para análise.

Figura 45 - Desenho esquemático do tarugo e localização da retirada de amostras.

A composição química da corrida pesquisada neste trabalho é apresentada na Tabela 10 e foi realizada através da técnica de espectrometria por emissão óptica, onde amostras com cerca de 100g são retiradas do banho e analisadas em 3 pontos distintos.

Tabela 10 - Composição química (% em massa) da liga AA 7108 utilizada neste trabalho.

Elemento	Ti	Mn	Si	Cr	Fe	Cu	Mg	Zn	Al
Análise 1	0,02	ND	0,05	ND	0,09	ND	0,87	4,67	94,10
Análise 2	0,03	ND	0,05	ND	0,10	ND	1,00	4,85	93,77
Análise 3	0,02	ND	0,05	ND	0,11	ND	1,03	4,96	93,62

ND = Não detectado

Como primeiro passo, foram analisadas amostras em três condições: bruta de solidificação (BS), após tratamento térmico de homogeneização (HO) e após extrusão. O ciclo térmico de homogeneização, realizado em escala industrial na CBA, é apresentado na Figura 46, em seguida.

Figura 46 - Ciclo térmico utilizado na CBA para no tratamento térmico de homogeneização [CBA 2016].

Após homogeneização, os tarugos foram extrudados pelo processo de extrusão a quente realizado em planta industrial da CBA e amostras foram (EX) foram retiradas para análise. Os tarugos com sessão circular de 200 mm de diâmetro, após passarem

por um aquecimento de 4 horas em temperatura entre 440°C a 480°C, foram extrudados para a seção retangular de 15,95 x 25,60 mm. Depois de saírem da prensa de extrusão, as barras foram resfriadas pelo método de spray (mistura de água e ar) e estiradas 0,3% para posterior corte com comprimento de 1000 mm.

Em seguida, amostras do tarugo na condição BS com sessão retangular, foram submetidas a um tratamento térmico de homogeneização com os seguintes tempos de regime: 4 horas, 10 horas e 20 horas. O resfriamento foi realizado em água logo após a retirada do forno.

3.2 Corte das amostras

Os discos nas duas condições (BS e HO) foram subdivididos em quatro setores circulares idênticos para realização de análise macrográfica. Amostras menores, para realização de análise microestrutural, foram retiradas nos respectivos setores. Os cortes para retirada de amostras foram realizados com jato de água pressurizada (“jet-cutting”) para evitar aquecimento. Este equipamento de corte está localizado no Laboratório de Mecânica de Rochas do Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo (PMI) da Escola Politécnica da USP (EPUSP).

As barras extrudadas foram subdivididas com jet-cutting em pequenas amostras de sessão retangular para realização de análise microestrutural, sendo também observada sua região longitudinal das periferias e no centro da amostra.

3.3 Caracterização do material como recebido

A liga AA 7108 nos estados: bruto de solidificação, homogeneizada e extrudada, foram caracterizadas com uso das técnicas descritas nos itens subsequentes.

3.3.1 Medidas de condutividade

A condutividade das amostras foi medida com o uso do condutivímetro, marca Zappi, modelo DC-11M. Tecnologia. As medições são baseadas no fenômeno de correntes parasitas (*Eddy Current*). Este equipamento está localizado no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (PMT) da Escola Politécnica da USP (EPUSP). O padrão de calibração usado para obtenção das medidas de condutividade é constituído de um padrão de alumínio com condutividade de 40,6 %IACS.

Para cada amostra foram realizadas medidas nas posições discriminadas abaixo:

- Ao longo do raio do disco recebido, a fim de evidenciar possíveis variações ao longo da amostra;
- Em posições aleatórias nos setores circulares;
- Em posições aleatórias ao longo do comprimento da barra extrudada.

3.3.2 Preparação metalográfica

A preparação da superfície para macrografia consistiu inicialmente no lixamento com as lixas 100, 220, 320, 400, 600 e 1200. O ataque foi feito com o reagente de Tucker: 450 ml de HCl; 150 ml de HNO₃; 150 ml de HF e 250 ml de H₂O. O reagente foi preparado alguns minutos antes do ataque, que teve a duração de 12 segundos.

Já a preparação metalográfica, consistiu de lixamento com lixas de granulometrias 100, 180, 360, 400, 600, 1200 e 2000 e polimento com pastas de diamante 6 µm, 3 µm e 1 µm, respectivamente. O ataque metalográfico foi realizado com o reagente Keller: 2 ml de HF; 3 ml de HCl; 5 ml HNO₃ e 190 ml de H₂O. Para observação sob luz polarizada, amostras polidas foram anodizadas com solução aquosa de HBF₄ 1,8% (reagente de Barker), utilizando fonte 20 V e anodo da AA 1050.

3.3.2 Microscopia óptica (MO)

As análises de microscopia óptica foram realizadas no microscópio óptico Olympus BX51M, localizado no laboratório da CBA.

3.3.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram realizadas em amostras atacadas e não atacadas. Foram obtidas imagens com elétrons secundários e retroespalhados. O microscópio utilizado é de modelo Inspect-50 e marca FEG, que está localizado no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (PMT) da EPUSP. O MEV utilizado possui acoplado um analisador de raios X por dispersão de energia (EDS/EDX), que permitiu a realização de microanálise química (semiquantitativa) dos elementos metálicos.

3.3.5 Microdureza Vickers

As medidas de dureza das amostras foram realizadas em posições aleatórias com auxílio do microdurômetro de marca Wilson Hardness, localizado na CBA. A carga utilizada foi de 50g, aplicada por 10 segundos. Foram tomadas 10 medidas por amostra.

3.3.6 Difração de raios X

As amostras da AA 7108 foram preparadas através de lixamento e polimento mecânico com pastas de diamante 6 μm , 3 μm e 1 μm , respectivamente. E em seguida, submetidas à análise por difração de raios X. O experimento foi conduzido no equipamento PANalytical, modelo X'PERT, instalado no Laboratório de

Caracterização Tecnológica, localizado no Departamento de Engenharia de Minas (PMI) da Escola Politécnica da USP (EPUSP).

Os parâmetros de ensaio foram:

- Passo angular: 0.02°
- Tempo por passo: 200s
- Ângulo Inicial: 10°
- Ângulo Final: 120°
- Tubo de Cu – tensão 45-40 KV/ma

Os graus de microsegregação serão avaliados por meio da análise dos perfis dos picos de difração utilizando as análises de Williamson e Hall e Rietveld [32].

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados foram agrupados e serão apresentados e inicialmente discutidos por técnica experimental utilizada. Ao final deste capítulo, no item considerações finais (4.5), far-se-á uma síntese e discussão geral dos principais resultados.

4.1 Medidas de condutividade

A tabela 11 apresenta os dez resultados das medidas de condutividade realizadas para cada amostra. Para todas as amostras, a condutividade foi medida a 25°C.

Tabela 11 - Medidas de condutividade em IACS das amostras nas três condições.

Número da Medida	BS	HO	EX	HO4	HO10	HO20
Medida 1	38,8	41,4	38,7	41,6	42,1	41,6
Medida 2	38,4	41,3	38,7	41,5	42,1	41,1
Medida 3	38,8	41,3	38,6	41,8	42,0	41,4
Medida 4	39,0	41,4	38,7	41,5	41,6	41,3
Medida 5	38,8	41,4	38,7	41,5	41,8	41,5
Medida 6	38,8	41,3	38,7	41,5	41,8	41,0
Medida 7	38,7	41,3	38,7	41,7	42,0	41,5
Medida 8	38,6	41,3	38,8	41,5	41,9	41,2
Medida 9	39,0	41,4	38,8	41,7	41,6	41,4
Medida 10	39,1	41,3	38,7	41,5	40,3	41,3
Média	38,80	41,34	38,71	41,58	41,72	41,33
Desvio Padrão	0,20	0,05	0,05	0,11	0,53	0,18

Não foram encontradas diferenças significativas entre medidas da mesma amostra, porém quando comparadas amostras nas diferentes condições, pode-se notar que os valores de condutividade para a amostra HO (Homogeneizada) são aproximadamente 6% maiores do que para as amostras BS (Bruta de Solidificação) e EX (Extrudada). O processo de solidificação de tarugos wagstaff ocorre de forma muito rápida (Vide figura 7) não deixando que parte dos solutos se precipitem, sendo assim, a maior parte permanece em solução sólida e afeta a condutividade elétrica da amostra.

A condutividade elétrica dos materiais metálicos é afetada por qualquer fato que reduza a mobilidade dos elétrons no material. Ela indica a facilidade de condução de corrente elétrica em um material e é muito sensível à concentração de defeitos puntiformes como lacunas, autointersticiais e átomos de soluto em solução sólida, que atuam como barreiras à movimentação de elétrons livre no material, diminuindo a condutividade elétrica do mesmo [38].

Defeitos cristalinos lineares e bidimensionais têm uma influência bem menor na condutividade elétrica dos metais, especialmente para técnica de medição utilizada neste trabalho, como é possível observar pela comparação entre as amostras BS e EX.

A condutividade (σ) é dada por [24]:

$$\sigma = n \cdot |q| \cdot \mu \quad (8)$$

Onde: n é o número de elétrons livres, q é carga do elétron e μ é a mobilidade eletrônica.

Preliminarmente, poderia se esperar que a amostra HO tivesse um maior número de átomos de soluto em solução sólida quando comparada com as amostras BS. Isso deve ocorrer devido ao tratamento térmico de homogeneização, ao qual a amostra foi submetida e que, em princípio, deve causar a dissolução de precipitados. Portanto, seria esperado que a amostra HO apresentasse uma menor condutividade quando comparada com as amostras BS. Todavia, as medidas de condutividade elétrica sugerem que as amostras homogeneizadas (HO) tenham menos soluto em solução sólida que a amostra bruta de solidificação (BS), fato que pode estar ligado à grande sensibilidade à tempera que ligas série 7xxx apresentam. Um aspecto muito relevante do ponto de vista de processamento do material é que o tratamento térmico de homogeneização com duração de apenas 4 horas (HO4) já possibilita atingir o mesmo nível de condutividade elétrica da amostra solubilizada industrialmente por 10 horas. As medidas de condutividade elétrica sugerem ainda que o processo de extrusão (EX), que é executado após a homogeneização, é que acaba causando significativa

dissolução de partículas e aumento da concentração de soluto em solução sólida. Em outras palavras, o material na condição BS apresenta uma solução sólida mais rica em soluto que as condições HO, mas após a extrusão (amostra EX), o nível de soluto retorna ao nível do material bruto de solidificação. Infelizmente, as medidas microanálise química por de EDS/EDX (acoplada ao MEV) utilizadas neste trabalho não possibilitam a confirmação desta hipótese de maneira inequívoca. Por esta razão, será tentada a possibilidade de verificar a validade das hipóteses mencionadas acima por meio da análise do perfis dos picos de difração de raios X.

4.2 Medidas de microdureza

As medidas de microdureza Vickers das amostras nas seis condições são apresentadas na tabela 12, em seguida.

Tabela 12 - Medidas de microdureza em HV das amostras nas seis condições.

Número da Medida	BS	HO	EX	HO4	HO10	HO20
Medida 1	88,9	88,9	133,2	93,1	71,9	80,4
Medida 2	76,7	86,0	130,6	92,6	86,7	86,7
Medida 3	71,7	84,0	124,0	92,9	87	80,1
Medida 4	97,0	80,8	123,1	91,4	79,3	83,4
Medida 5	83,0	86,0	121,6	92,6	86,1	80,2
Medida 6	77,3	83,5	123,0	85,8	85,2	86,6
Medida 7	91,4	85,4	132,0	80,6	85,2	84,5
Medida 8	78,5	84,2	128,0	79,0	87,7	88,7
Medida 9	78,7	84,60	128,0	79,7	82,7	84,7
Medida 10	107,0	87,60	126,3	89,3	77,1	88,8
Média	85,02	85,01	126,98	87,7	82,89	84,41
Desvio Padrão	10,92	2,25	4,05	5,90	4,92	3,18

As medidas de dureza são mais sensíveis à concentração de defeitos cristalinos, especialmente de discordâncias, do que as medidas de condutividade elétrica, que são mais sensíveis à concentração de átomos de soluto em solução sólida como mencionado anteriormente. Precipitados dispersos na matriz alteram as propriedades mecânicas do alumínio, pois se comportam como barreiras à movimentação de discordâncias, endurecendo o material. Sendo assim, materiais com um menor número de precipitados na matriz, estando eles solubilizados ou não presentes na liga, tendem a ser menos resistentes quando comparados com materiais com um maior número de precipitados [38].

Nota-se uma elevada variabilidade na dureza medida da amostra BS, isso deve-se ao fato de a amostra apresentar um elevado grau de microsegregação com precipitados grosseiros, que não causam endurecimento significativo por serem incoerentes e bastante espaçados. Além disto, é provável que a amostra BS contenha mais defeitos cristalinos, especialmente discordâncias, do que a amostra na condição HO. A amostra HO apresentou a menor variabilidade das 6 amostras analisadas mostrando que o processo de homogeneização apresentou uma microestrutura mais homogênea na extensão analisada, retendo parte dos intermetálicos não dissolvidos. Já na amostra extrudada (EX) foi verificado um aumento da dureza devido ao processo de conformação e tempera que a amostra sofreu. Entre as amostras com diferentes tratamentos térmicos de homogeneização não foram detectadas mudanças significativas nos valores de dureza. Em outras palavras, as medidas de dureza não permitiram ou não apresentaram a sensibilidade necessária para o acompanhamento adequado dos fenômenos que ocorrem na liga AA7108 durante a homogeneização.

4.3 Análises macroscópicas e microscópicas

Neste item serão apresentadas e discutidas as imagens obtidas por microscopia óptica (com e sem luz polarizada) e microscopia eletrônica de varredura (imagens com elétrons secundários e retroespalhados), assim como os resultados de microanálise química por dispersão de energia (EDS/EDX).

4.3.1 Análise macroscópica

A caracterização da liga na condição bruta de solidificação (BS) foi iniciada com a análise macrográfica. Na Figura 47 é apresentada uma macrografia da liga na condição BS, podendo-se observar uma macroestrutura homogênea e isenta de defeitos. A observação atenta da macroestrutura com auxílio de uma lupa confirmou as observações a olho nu: macroestrutura homogênea, com granulação fina e homogênea, conforme ilustra a figura 6 [17] e isenta de defeitos macroscópicos.

Figura 47 - Macrografia da seção transversal do tarugo da liga AA 7108 na condição bruta de solidificação. Ataque com reagente de Tucker.

4.3.2 Microscopia óptica

A seguir, são apresentadas as micrografias realizadas com luz polarizada nas amostras BS, HO, EX, HO4, HO10 e HO20.

As Figuras 48 e 49 mostram as micrografias das amostras nos estados brutos de solidificação. É possível observar uma microestrutura com granulação relativamente homogênea típica de materiais brutos de solidificação, contendo dendritas em seus interiores, conforme ilustra esquematicamente a Figura 21 [47]. O tamanho de grão determinado segundo a norma ASTM E112 é 3,5, que corresponde a um diâmetro médio de grão de $107\mu\text{m}$.

Figura 48 - Micrografia óptica com luz polarizada da amostra BS. Ataque eletrolítico com HBF₄ 1,8%, duração de 180s. a) Periferia evidenciando a camada de refusão. Aumento 50X. b) Periferia. Aumento 100X. Seção transversal.

a)

b)

Figura 49 - Micrografia óptica com luz polarizada da amostra BS. Ataque eletrolítico com HBF₄ 1,8%, duração de 180s a) Região de meio raio. Aumento 100x. b) Centro. Aumento 100X. Seção transversal.

a)

b)

A Figura 50 mostra a micrografia da amostra no estado HO. Nota-se uma estrutura granular homogênea distribuída ao longo da amostra. O tamanho de grão ASTM E112 é 3,5 com $107\mu\text{m}$ de diâmetro médio.

No nível de microscopia óptica, não foram observadas diferenças significativas entre as micrografias das amostras no estado BS e HO.

Figura 50 - Micrografia óptica com luz polarizada ilustrando a estrutura granular e a distribuição ao longo da amostra HO. Ataque eletrolítico HBF₄ 1,8%, duração de 180s. Aumento 100 X. Tamanho de grão ASTM E112: 3,5 e $107\mu\text{m}$ de diâmetro médio. Seção transversal.

As micrografias ópticas da Figura 51 mostram a presença de partículas, aparentemente em regiões interdendríticas, e de aglomerados de uma fase facetada não habitual e não esperada nesta liga, que será identificada (vide item 4.3.3, em seguida) por EDS/EDX por como sendo $\text{Al}_3(\text{Zr},\text{Ti})$.

Figura 51 - Micrografia óptica evidenciado a presença de aglomerados de partículas de uma segunda com morfologia facetada, imagem 100X, ataque HBF4 1%. Duração do ataque: 30s. a) Amostra BS. b) Amostra HO. Seção transversal.

a)

b)

As micrografias da Figura 52 mostram a microestrutura do material extrudado. Pode-se observar uma microestrutura com estrutura granular recristalizada e com a presença de grãos mais grosseiros na região periférica. O tamanho de grão ASTM E112 na região central é 4,5 com diâmetro médio de 76 μm e na região da periferia o tamanho de grão ASTM E112 é 1 com diâmetro médio de 254 μm , evidenciando que ocorreu recristalização durante ou após a extrusão. Esta zona periférica de grãos grosseiros (PCG – Peripheral coarse grain) é indesejada, mas ocorre frequentemente em ligas de alumínio extrudadas, especialmente em ligas da série 6xxx [49,54], e seu mecanismo de formação é ainda objeto de discussão [50]. A ocorrência desse fenômeno ainda é pouco relatada na literatura para essa liga em questão e pode estar relacionada com as partículas grosseiras facetadas ricas em alumínio e zircônio demonstradas na figura 61. Sabe-se que partículas com diâmetro menor e bem distribuídas causam uma maior homogeneidade na distribuição dos defeitos na microestrutura, e conseqüentemente uma maior ancoragem nos subcontornos dificultando a nucleação da recristalização [24].

Figura 52 - Micrografias ópticas da amostra extrudada, obtidas com luz polarizada. Ataque eletrolítico HBF4 1,8% duração de 180s a) Região periférica superior. Aumento 200X. b) Região periférica inferior. Aumento 200X. Seção transversal.

Neste ponto é importante destacar a potencialidade da técnica de microscopia óptica de luz polarizada utilizada para revelar se uma microestrutura está recristalizada ou não.

As imagens 53, 54 e 55 mostram a microestrutura do material com diferentes tempos (4, 10 e 20 horas) de homogeneização (HO), realizada em escala de laboratório. Para 4 horas de duração (HO4), foram observados uma granulação homogênea e dois tipos de partículas: partículas escuras em regiões aparentemente interdendríticas e aglomerados de partículas facetadas de cor amarelada.

Figura 53 - Microscopia óptica com luz polarizada da amostra HO4. Ataque eletrolítico com HBF4 1,8% com duração de 35s. Imagens 500x e 100x. Seção transversal.

Na Figura 53 o tamanho de grão ASTM E112 é 2,0, que corresponde a um diâmetro médio de grão de $127\mu\text{m}$.

Na Figura 54, para 10 horas de duração (HO10), observa-se uma considerável diminuição na quantidade de partículas escuras, mas a permanência das partículas facetadas amareladas.

Figura 54 - Microscopia óptica com luz polarizada da amostra HO10. Ataque eletrolítico com HBF₄ 1,8% com duração de 35s. Imagens 500x e 100x. Seção transversal.

Na Figura 54, o tamanho de grão ASTM E112 é 3,0, que corresponde a um diâmetro médio de grão de $127\mu\text{m}$.

Na Figura 55, para 20 horas de duração (HO10), as partículas escuras praticamente desapareceram, mas a permanência das partículas facetadas amareladas.

Figura 55 - Microscopia óptica com luz polarizada da amostra HO20. Ataque eletrolítico com HBF4 1,8% com duração de 35s. Imagens 500x e 100x. Seção transversal.

Na Figura 55, o tamanho de grão ASTM E112 é 3,0, que corresponde a um diâmetro médio de grão de 127µm.

A tabela 13 evidencia o resumo dos tamanhos de grão encontrados nas amostras BS, BS4, BS10 BS20 e HO.

Tabela 13 – Tamanho de grão das amostras BS e HO.

Amostra	BS	HO	BS4	BS10	BS20
Tam. Grão	107 µm	107 µm	127µm	127µm	127µm

As experiências de homogeneização/solubilização realizadas em escala de laboratório mostram o tempo de 4 horas de duração é insuficiente para dissolução de todas partículas interdendríticas. Além da dissolução de partículas formadas na solidificação, outra finalidade do tratamento térmico de homogeneização, que precede a conformação mecânica, no caso a extrusão a quente, é a diminuição da microsegregação por meio da difusão atômica. A partir dos dados de difusão apresentados na Tabela 8 [23], da raiz quadrada de Dt e da figura 56, pode-se concluir que a distância de difusão estimada em µm para o tratamento térmico de homogeneização de 10 horas a 486°C foi de: 377 µm para o Zn, 0,018 µm para o Mg, suficiente para eliminar a microsegregação desses elementos.

4.3.3 Microscopia eletrônica de varredura

A Figura 56 revela uma microestrutura típica de materiais no estado bruto de solidificação com dendritas no interior dos grãos. Uma observação mais atenta das Figuras 56 e 57 revela a presença de segunda fase nas regiões interdendríticas. Na imagem com elétrons retroespalhados (Figura 56) pode-se notar que a fase interdendrítica é mais clara que o interior das dendritas, sugerindo que as partículas interdendríticas sejam de um composto intermetálico contendo elementos de maior número atômico (em média) que o alumínio ou que a solução sólida da matriz. Na Figura 58 é mostrada uma partícula intermetálica, enquanto o seu espectro de energia dispersiva é apresentado na Figura 59. O espectro da Figura 59 revela a presença no composto intermetálico de grande quantidade de alumínio e ferro e teores menores de zinco, silício e magnésio. A composição química (% em massa) determinada foi: Al = 77,4%; Fe = 18,7%; Zn = 1,9%; Si = 1,1%; Mg = 0,9%. Na mesma amostra, no centro da dendrita foi encontrada a seguinte composição química (em % em massa): Al = 96,0%; Zn = 2,7%; Mg = 1,3%.

Figura 56 - Microestrutura da liga AA 7108 na condição BS, obtida por microscopia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados. Ataque com reagente de Tucker. Setas vermelhas indicando a presença de segunda fase nas regiões interdendríticas.

Figura 57 - Microestrutura da liga AA 7108 na condição BS da mesma região da Figura 54, obtida por microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Ataque com reagente de Tucker. Setas vermelhas indicando presença de segunda fase nas regiões interdendríticas.

Figura 58 - Partícula de composto intermetálico encontrada em região interdendrítica da liga AA 7108 na condição BS. Microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Ataque com reagente de Tucker.

Figura 59 - Espectro de energia dispersiva da partícula da Figura 58.

A figura 60 mostra a micrografia da amostra no estado HO e comparando a micrografia da Figura 60, com as micrografias das Figuras 56, 57 e 58 pode-se concluir que o tratamento térmico de homogeneização causou a dissolução quase completa das partículas intermetálicas situadas nas regiões interdendríticas.

Figura 60 - Microestrutura da liga AA 7108 na condição HO por microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Ataque com reagente de Tucker.

Assim como na micrografia óptica, tanto no estado bruto de solidificação como após o tratamento térmico de homogeneização foi detectada a presença de uma fase facetada (vide Figura 61) rica em alumínio e zircônio, contendo ainda titânio (vide Figura 62).

Figura 61 - Partícula de composto intermetálico encontrado no interior das dendritas da liga AA 7108 na condição HO. Microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Ataque com reagente de Tucker.

A composição química (em % em massa) desta fase é aproximadamente: Al = 53%; Zr = 45%; Ti = 2%. Esta composição corresponde à estequiometria $\text{Al}_3(\text{Zr,Ti})$. Segundo o diagrama de fases Al-Zr, esta fase faz parte do peritético: $\text{L} + \text{Al}_3\text{Zr} \rightarrow \text{Al}$ (entenda-se Al = solução sólida Al-Zr). A sua formação no interior das dendritas causa empobrecimento de zircônio nos canais interdendríticos e insuficiência de dispersoides nessas regiões, causando uma zona livre de dispersoides (DFZ; Dispersoid Free Zone), com consequências negativas para a microestrutura e as propriedades do componente extrudado [6]. A detecção e identificação da fase $\text{Al}_3(\text{Zr,Ti})$ no âmbito deste trabalho levou ao ajuste do processo, no sentido de evitar a sua ocorrência.

Figura 62 - Espectro de energia dispersiva da partícula da Figura 61.

A figura 63 mostra uma micrografia eletrônica de varredura da amostra EX. É possível notar uma estrutura recristalizada e a presença de algumas partículas intermetálicas fragmentadas. A estrutura fibrosa nela apresentada pode estar relacionada ao ataque realizado na amostra.

Figura 63 - Microscopia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados na amostra EX evidenciando estrutura recristalizada com a presença de partículas de compostos intermetálicos. Setas vermelhas indicando partículas de compostos intermetálicos. Seção transversal.

As Figuras 64 e 65 demonstram que as partículas facetadas e grosseiras, que não são dissolvidas durante o tratamento térmico de homogeneização, também não são dissolvidas durante a extrusão. Assim como na amostra HO, a composição química (em % em massa) destas fases é de aproximadamente: Al = 53%; Zr = 45%; Ti = 2%. Esta composição também corresponde à estequiometria $\text{Al}_3(\text{Zr},\text{Ti})$.

Figura 64 - Partículas de compostos intermetálicos encontrados na liga AA 7108 na condição EX. Microscopia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados. Seção transversal.

Figura 65 - Espectro de energia dispersiva da partícula da Figura 64.

A presença das partículas de $\text{Al}_3(\text{Zr}, \text{Ti})$ após o processo de extrusão foi um alerta de que este composto não é facilmente solubilizado e isto pode ter consequências negativas na microestrutura final.

A figura 66 mostra uma micrografia eletrônica de varredura da amostra HO4. Assim como nas figuras 56 e 57 (amostra BS) é possível notar a presença de segunda fase nas regiões interdendríticas. Na imagem com elétrons retroespalhados (Figura 67) pode-se notar que a fase interdendrítica é mais clara que o interior das dendritas, sugerindo que as partículas interdendríticas sejam de um composto intermetálico contendo elementos de maior número atômico (em média) que o alumínio ou que a solução sólida da matriz. Na Figura 68 são mostradas partículas intermetálicas, enquanto o seu espectro de energia dispersiva é apresentado na Figura 69. O espectro da Figura 69 revela a presença no composto intermetálico de grande quantidade de alumínio e ferro e teores menores de zinco e magnésio. A composição química (% em massa) determinada foi: Al = 73,64%; Fe = 18,51%; Zn = 4,30%; Mg = 1,36%.

Figura 66 - Micrografia eletrônica de varredura com elétrons secundários da liga AA7108 na condição HO4. Ataque com reagente de Tucker. Seção transversal.

Figura 67 - Micrografia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados da liga AA7108 na condição HO4. Ataque com reagente de Tucker. Seção transversal.

Figura 68 - Partículas de compostos intermetálicos encontradas em região interdendrítica da liga AA 7108 na condição HO4. Microscopia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados. Ataque com reagente de Tucker. Seção transversal.

Figura 69 - Espectro de energia dispersiva das partículas da figura 68.

As figuras 70 e 71 mostram as micrografias das amostras nos estados HO10 e HO20. Comparando-se a micrografia 67 com as micrografias 70 e 71 pode-se concluir que o tratamento térmico de homogeneização com tempo de regime de 4 horas não causou a dissolução da maioria das partículas situadas nas regiões interdendríticas. Nas figuras 70 e 71, nota-se que os tratamentos térmicos de 10 e 20 horas causaram

a dissolução da maioria das partículas intermetálicas. Não foram observadas diferenças significativas entre as amostras HO10 e HO20, o que indica que o tratamento de 20 horas não causa modificações microestruturais significativas, em comparação com o de duração de 10 horas.

Figura 70 - Micrografia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados da liga AA7108 na condição HO10. Ataque com reagente de Tucker. Seção transversal.

Figura 71 - Micrografia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados da liga AA7108 na condição HO20. Ataque com reagente de Tucker. Seção transversal.

4.4 Difração de raios X

Neste item serão apresentados apenas os difratogramas nas seis condições (BS, HO, EX, HO4, HO10 e HO20) com uma breve análise dos resultados obtidos com esta técnica.

Em seguida, serão escolhidas duas amostras (BS e HO) para uma análise do efeito do tratamento térmico de homogeneização com auxílio do método de Williamson-Hall. [32]

A Figura 72 mostra o difratograma da amostra BS, onde pode-se observar os picos da matriz de alumínio (solução sólida). Picos referentes aos precipitados são bem menos intensos e não permitiram (e em nenhum dos difratogramas seguintes) uma indexação que possibilitasse a identificação inequívoca das fases responsáveis por esses picos.

Figura 72 - Difratoograma de raios X da amostra BS, obtido com radiação $\text{Cu K}\alpha$.

A Figura 73 mostra o difratograma da amostra HO, onde se pode observar, como no difratograma para a amostra BS da Figura 72, os picos da matriz de alumínio. Assim como na figura 72, picos referentes aos precipitados são bem menos intensos.

Figura 73 - Difratoograma de raios X da amostra HO, obtido com radiação Cu K α .

A Figura 74 mostra o difratograma da amostra EX, onde se pode observar, como no difratograma para a amostra BS da Figura 72, os picos da matriz de alumínio. Picos referentes aos precipitados são bem menos intensos.

Figura 74 - Difratoograma de raios X da amostra extrudada, obtida com radiação Cu K α .

Ao comparar as Figuras 72, 73 e 74, observa-se mudanças significativas nas intensidades relativas dos picos do material extrudado. Isto se deve muito provavelmente à forte mudança de textura cristalográfica durante a extrusão.

As figuras 75, 76 e 77 demonstram os difratogramas obtidos com análises das amostras HO4, HO10 e BS20, onde pode-se observar os picos da matriz de alumínio.

Figura 75 - Difratoograma de raios X da amostra HO4, obtida com radiação Cu K α .

Figura 76 - Difratoograma de raios X da amostra HO10, obtida com radiação Cu K α .

Figura 77 - Difratoograma de raios X da amostra HO20, obtida com radiação Cu K α .

4.4.1 Acompanhamento da homogeneização com o método de Williamson-Hall

Nas figuras 78 e 79 são apresentados os perfis dos picos (111) na condição BS (a; superior) e HO (b; inferior), onde se pode notar um deslocamento para a direita (valores maiores de 2θ e menores de “d” e de “a”) para a condição homogeneizada. Nas figuras 80 e 81 são apresentados os perfis dos picos (400) na condição BS (a; superior) e HO (b; inferior), onde também se pode notar um deslocamento para a direita (valores maiores de 2θ e menores de d e de a) para a condição homogeneizada. Este comportamento (diminuição do espaçamento interplanar “d” e do parâmetro de reticulado “a”). Para refinamento dos picos de difração das amostras HO4, HO10 e HO20 e determinação do parâmetro de rede com precisão, foi utilizado o método de Rietveld com o software GSAS. Os resultados demonstraram um parâmetro de rede de $4,0565 \pm 3$, (valores especificados em Angstrom) que são valores estáveis para esse tipo de medida. Através desse resultado, o deslocamento observado pelo método de Williamson-Hall pode estar relacionado ao posicionamento da amostra na análise e não com o tratamento térmico realizado. Isso entra em concordância com os valores de condutividade elétrica apresentados nesse trabalho, onde pouca variação entre as amostras HO4, HO10 e HO20 foram observadas.

Figura 78 - Perfis dos picos (111) na condição BS (a; superior).

Figura 79 - Perfis do pico (111) na condição HO (b; inferior).

Figura 80 - Perfis do pico (400) na condição BS (a; superior).

Figura 81 - Perfis do pico (400) na condição HO (b; inferior).

Na Figura 82 são apresentados os gráficos de Williamson e Hall para as condições bruta de solidificação e homogeneizada. Neste gráfico pode-se notar que a “reta” referente à condição homogeneizada apresenta menor coeficiente angular, indicando a presença de menor microtensão, fato que é associado ao tratamento térmico aplicado na amostra.

Figura 82 - Gráfico de Williamson e Hall para as condições bruta de solidificação (F; 1542) e homogeneizada (H; 1541) e as respectivas equações.

4.5 Considerações finais

Inicialmente foi analisada a microestrutura da liga AA 7108 na condição bruta de solidificação (BS). Nessa condição, o tarugo apresentou ao longo de sua secção transversal uma microestrutura relativamente homogênea com grãos com diâmetro médio da ordem de 110 μm . No interior desses grãos existiam dendritas (essencialmente soluções sólidas Al-Zn-Mg) e compostos intermetálicos nas regiões interdendríticas. Além disto, foram detectadas partículas facetadas e grosseiras do composto $\text{Al}_3(\text{Zr},\text{Ti})$.

Em seguida foi analisada a microestrutura na condição homogeneizada (HO). Durante o tratamento térmico de homogeneização realizado em escala industrial a 486°C e com duração de 10 horas em regime ocorreu dissolução quase completa dos compostos intermetálicos interdendríticos. Tratamentos térmicos de homogeneização realizados em escala laboratorial com durações de 4, 10 e 20 horas mostraram que a duração de 4 horas é insuficiente para causar a dissolução dos compostos intermetálicos situados nas regiões interdendríticas, enquanto o de duração de 20 horas, pouco acrescentava, em comparação com o de 10 horas. Os tratamentos térmicos de homogeneização causaram crescimento normal de grão, sem aumentar substancialmente o diâmetro médio de grão. Durante os tratamentos de homogeneização não houve dissolução do composto $\text{Al}_3(\text{Zr},\text{Ti})$.

Finalmente, foi analisada a microestrutura na condição extrudada (EX). A microestrutura do material extrudado apresentou em quase toda secção transversal uma granulação recristalizada homogênea com diâmetro médio de grão da ordem de 75 μm . Na superfície da amostra ocorreu a formação de uma zona periférica de grãos grosseiros, com diâmetro médio da ordem de 250 μm . Enquanto a maioria dos compostos intermetálicos interdendríticos foram fragmentados e dissolvidos, o composto $\text{Al}_3(\text{Zr},\text{Ti})$ permaneceu praticamente inalterado durante a extrusão.

Do ponto de vista de técnicas experimentais, a combinação de microscopia óptica de luz polarizada com microscopia eletrônica de varredura, utilizando elétrons secundários e elétrons retroespalhados, associada a análise química de partículas e microrregiões (EDX/EDS) mostrou-se satisfatória para acompanhar a evolução

microestrutural. Além disto, a técnica de análise dos perfis dos picos de difração de raios X pelo método de Williamson e Hall [32] mostrou-se promissora para acompanhar a homogeneização. A técnica de condutividade elétrica, baseada no fenômeno de correntes parasitas (*Eddy Current*), combinada com medidas de dureza Vickers, também contribuiu, mas em menor grau do que as técnicas mencionadas acima, para o entendimento dos fenômenos que ocorrem durante o processamento do material. No futuro, pretende-se dar continuidade à caracterização microestrutural com auxílio das técnicas de difração de elétrons retroespalhados (EBSD), acoplada ao MEV, e da técnica de microscopia eletrônica de transmissão. Uma lista mais completa de sugestões para trabalhos futuros é apresentada no Capítulo 6.

5. CONCLUSÕES

Os experimentos e as análises realizadas permitiram as seguintes conclusões:

- A microestrutura da liga AA 7108 na condição bruta de solidificação apresentou ao longo de sua secção transversal uma microestrutura relativamente homogênea com grãos com diâmetro médio da ordem de 110 μm . No interior desses grãos existiam dendritas (essencialmente soluções sólidas Al-Zn-Mg) e compostos intermetálicos contendo alumínio, ferro, zinco, magnésio e silício nas regiões interdendríticas. Foram detectadas partículas facetadas e grosseiras do composto $\text{Al}_3(\text{Zr},\text{Ti})$.
- Durante o tratamento térmico de homogeneização realizado em escala industrial a 486°C e com duração de 10 horas ocorreu dissolução quase completa dos compostos intermetálicos das regiões interdendríticas.
- Tratamentos térmicos de homogeneização realizados em escala laboratorial com durações de 4, 10 e 20 horas mostraram que a duração de 4 horas é insuficiente para causar a dissolução dos compostos intermetálicos situados nas regiões interdendríticas, enquanto o de duração de 20 horas, pouco acrescenta, em comparação com o de 10 horas. Os tratamentos térmicos de homogeneização causaram crescimento normal de grão, sem aumentar substancialmente o diâmetro médio de grão. Durante os tratamentos de homogeneização não houve dissolução do composto $\text{Al}_3(\text{Zr},\text{Ti})$.
- A microestrutura na condição extrudada apresentou em quase toda secção transversal uma granulação recristalizada homogênea com diâmetro médio de grão da ordem de 75 μm . Na superfície da amostra ocorreu a formação de uma zona periférica de grãos grosseiros, com diâmetro médio da ordem de 250 μm . Compostos intermetálicos remanescentes nas regiões interdendríticas foram fragmentados durante a extrusão, enquanto o composto $\text{Al}_3(\text{Zr},\text{Ti})$ permaneceu praticamente inalterado.
- A combinação de microscopia óptica de luz polarizada com microscopia eletrônica de varredura, utilizando elétrons secundários e elétrons retroespalhados, associada à análise química de partículas e microrregiões (EDX/EDS) permitiu acompanhar a

evolução microestrutural ocorrida durante o processamento da liga, enquanto a técnica de análise dos perfis dos picos de difração de raios X pelo método de Williamson e Hall mostrou-se promissora para acompanhar a homogeneização.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A despeito de sua crescente utilização nas últimas décadas, o número de publicações indexadas sobre a liga AA 7108 é relativamente pequeno, em comparação com outras ligas de alumínio da série 7xxx.

Em seguida, são apresentadas seis sugestões de temas para pesquisas que poderão ser realizadas para complementar o conhecimento da liga AA 7108:

- Estudo sistemático da etapa de homogeneização com auxílio da técnica de análise dos perfis dos picos de difração de raios X;
- Estudo sistemático das microestruturas resultantes da extrusão com auxílio das técnicas de EBSD e de microscopia eletrônica de transmissão;
- Estudo sistemático do endurecimento por precipitação (cinética e mecanismos) com auxílio de microscopia eletrônica de transmissão;
- Aprofundamento dos estudos realizados nesta dissertação sobre a zona periférica de grãos grosseiros (Peripheral Coarse Grain Zone; PCG);
- Identificação dos precipitados com auxílio da combinação das técnicas de extração de precipitados e de difração de raios X do resíduo extraído;
- Aperfeiçoamento do processo de adição de zircônio nesta liga.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE ALUMÍNIO. **Associação Brasileira de Alumínio**, 2017. Disponível em: <<http://abal.org.br/aluminio/historia-do-aluminio/>>. Acesso em: 23 Jun. 2017.
- [2] Miller W. S, Zhang L, Botterna J., Wittebrood A. J., De Smet P, aszler A. H, et al. Recent development in aluminium alloys for the automotive industry. **Materials Science and Engineering A**. Vol. 280A, 37-49; 2000.
- [3] Westermann I., Hopperstad O. S., Marthinsen K., Holmedal B.: Ageing and work-hardening behaviour of a commercial AA7108 aluminium alloy. **Materials Science and Engineering A**. Vol. A 524: 151–157; 2009.
- [4] Paulisch C., Lentz M., Wemme H., Andrich A., Driehorstb I., Reimers W.: The different dependencies of the mechanical properties and microstructures on hot extrusion and artificial aging processing in case of the alloys Al 7108 and Al 7175. **Journal of Materials Processing Technology**. Vol. 233, 68–78, 2016.
- [5] Davis J. R.: **ASM Handbook**. Heat treating of aluminum alloys, 10 nd edition. Vol 4, USA: ASM International: 1991.
- [6] Werenskiold J. C, Deschamps A., Bréchet Y. Characterization and modeling of precipitation kinetics in an Al–Zn–Mg alloy. **Materials Science and Engineering A**. Vol. A293: 267–274. 2000.
- [7] Davis J. R.: **ASM Handbook**. Aluminum and aluminum alloys, ilustrated edition. USA: ASM International: 1993. p. 784.
- [8] Minatel.R: **Um estudo comparativo sobre a recristalização de chapas de alumínio AA1200 e AA3003 obtidas por lingotamento contínuo (twin roll caster) e por fundição de placas (direct chill)**. 2009. 84 p. Dissertação de mestrado. Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.

[9] U.S. **Energy Requirements for Aluminum Production: Historical Perspective , Theoretical Limits and Current Practices.** 2007

[10] Jessen W. S: **Mathematical Modeling of a Hall Héroult Aluminum Reduction Cell.** 2008. 143 p. Dissertação de mestrado. Thechnical University of Denmark, Dinamarca, 2008.

[11] Minnicino M., Gray D. and Moy P.: Aluminum alloy 7068 mechanical characterization, **Report ARL-TR-4913**, Army Research Laboratory, USA, August 2009.

[12] Martin J.: **Materials for engineering.** The Institute of Materials, London, 1996.

[13] Kaufman J. G: **Introduction to Aluminum Alloys and Tempers**, EUA: ASM International, 2000.

[14] CALLISTER, W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução.** Editora LTC. 7ª ed, 2008.

[15] WAGSTAFF. **Wagstaff direct chill casting, 2017.** Disponível em: <http://www.wagstaff.com/Wagstaff/Products/Billet-Casting/AirSlip.htm> Acesso em: 24 jul. 2017.

[16] Xu H, Jian X., Meek T.T, Han Q. Degassing of molten aluminum A356 alloy using ultrasonic vibration. **Materials Letters.** Issue 29. 2004; Vol. 58: 3669–3673.

[17] ASM INTERNATIONAL. **ASM Handbook.** Casting. EUA: ASM International, v. 15, 1991.

[18] WAGSTAFF airslip: Manual de operações, 2004

[19] Rietveld, H. M. A. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. **Journal of Applied Crystallography**, Vol. 2, pp. 65-71, 1969.

- [20] Jensrud O: High strength aluminium alloys extrusions - a review of the thermo-mechanical-process in high performance profile manufacturing. **Key Engineering Materials**, Vol. 491, pp 11-18, 2012.
- [21] Krishnan C.: **Localized corrosion behaviour of Cu-lean AA 7003 extrusions**. 2011. 93 p. Master's Thesis, McMaster University, 2011.
- [22] Martorano M.A: **Efeitos de Algumas Variáveis de Processo na Microsegregação da liga Cu-8%Sn**. 1998. 293 p. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo, São Paulo, 1998.
- [23] J. Lamb: **Decomposition and its effects on mechanical properties in Al-Zn-Mg-Cu alloys**. 2016. 334 p. Tese de Doutorado, Georgia Institute of Technology, 2016.
- [24] Padilha, A. F. **Materiais de Engenharia: Microestrutura e Propriedades**. Editora Hemus S.A. 1ª edição, 2000.
- [25] Helman, H. Cetlin, P. R. **Fundamentos da Conformação Mecânica dos Metais**. Editora Artliber. 2ª ed, 2005.
- [26] Bauser. M, Sauer, G. Siegert, K. **Extrusion: Second Edition**. ASM International. 2 nd edition, 2006.
- [27] Chiaverini, V. **Tecnologia Mecânica: Processos de Fabricação e Tratamento**. Vol II. Editora Makron Books do Brasil, 2ª edição, 1986.
- [28] TAYLAN, A.; SOO-IK, O.; GEGEL, H. L. **Conformação de metais: fundamentos e aplicações**. São Carlos: EESC-USP, 1999.
- [29] HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and Related Annealing Phenomena**. 2nd edition. ed. [S.l.]: Elsevier, 2004.

- [30] PADILHA, A. F.; SICILIANO JR., F. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura**. 3^a ed. São Paulo: ABM Livros, 2005.
- [31] Padilha A. F ; Plaut R. L: **Work hardening, recovery, recrystallization, and grain growth (Chapter 6)**. In: Handbook of aluminum (Editors: G. E. Totten and D. S. MacKenzie), Vol. 2: Alloy production and materials manufacturing, pp. 193-220, 2003.
- [32] Williamson, G. K. and Hall, W. H. **X-ray line broadening from fcc aluminium and wolfram**. Acta Metallurgica, Vol. 1, pp. 22-31, 1953.
- [33] Gianiselle, F; Fernandes, R. C; Padilha, A. F; **Evolução Microestrutural Durante a Homogeneização da Liga de Alumínio AA 7108**, p. 217-226. In: *72º Congresso Anual da ABM [ABM WEEK 2017]*, São Paulo, 2017.
- [34] ASM INTERNATIONAL. **ASM Handbook**. Alloy Phase Diagrams EUA: ASM International, v. 3, 1992.
- [35] MAKE IT FROM. **Make it from, 2018**. Disponível em: <<https://www.makeitfrom.com/material-properties/7108-7108-T6-Aluminum>>. Acesso em: 13 Fev. 2018.
- [36] Perez M., Lame O., Deschamps A. Global Techniques for Characterizing Phase Transformations – A Tutorial Review. **Advanced Engineering Materials**. Vol. 6: 12. 2010.
- [37] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE ALUMÍNIO. **Associação Brasileira de Alumínio, 2017**. Disponível em: <<http://abal.org.br/aluminio/processos-de-producao/extrusao/>>. Acesso em: 10 Ago. 2017.
- [38] Oliveira.J C. P. T: **Evolução da microestrutura e da textura durante a laminação a frio e a recristalização de alumínio com diferentes níveis de pureza**. 2009. 261 p. Tese de doutorado. Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.

[39] Totten G. E; MacKenzie D. S: **Handbook of aluminum**, Vol. 2: Alloy production and materials manufacturing. v. 2. New York, 2003.

[40] Pourkia N., Emany M., Farhangi S.H., Ebrahimi S.: **The effect of Ti and Zr elements and cooling rate on the microstructure and tensile properties of a new developed super high-strength aluminum alloy**. Materials Science and Engineering A. Vol 527: 5318-5325. 2010.

[41] Eivani A. R.; Zhou J.; Duszczek J.; Microestrutural evolution during the homogenization of Al-Zn-Mg aluminium alloys. **Recent Trends in Processing and Degradation of Aluminium Alloys**. ISBN: 978-953-307-734-5. In Tech, 2011.

[42] THE ALUMINUM ASSOCIATION. **The aluminium association, 2010**. Disponível em: <http://www.aluminum.org/sites/default/files/TEAL_1_OL_2015.pdf>. Acesso em: 30 Mar. 2018.

[43] Neto.S. N: **Efeito da variação das condições de tratamento térmico na cinética de envelhecimento artificial da liga 7108 extrudada**. 2017. 121 p. Trabalho de conclusão de curso. Universidade Presbiteriana Mackenzie, São Paulo, 2017.

[44] Rometsch P. A; Zhang Y.; Knight S.; Heat treatment of 7xxx series aluminium alloys – some recent developments. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**. Vol 24, Issue 7. P 2003-2017. 2014.

[45] ZHU, H.; COUPER, M. J.; DAHLE, A. K. Effect of process variables on Mg-Si particles and extrudability of 6xxx series aluminum extrusions. **JOM Journal of the Minerals, metals and Materials Society**, n. 63, p. 66-71, 2011.

[46] Comissão Técnica. **Guia técnico do alumínio**. Tratamento térmico do alumínio e suas ligas, 2nd edição. Vol 6, USA: ABAL – Associação Brasileira de Alumínio: 2011.

[47] Nogueira. A. R: **Estudo da segregação e da homogeneização na liga Cu 50% Ni: Influência da deformação e da recristalização na homogeneização**. 1995. 110 p. Tese de doutorado. Instituto de pesquisas energéticas e nucleares, IPEN, São Paulo, 1995.

[48] Totten. G. E; Mackenzie, D. S. Handobook of Aluminium: **Physical Metallurgy and processes**. New York: Marcel Dekker, Inc, v. Vol 1, 2003

[49] Van Geertruyden, W. H.; Browne, H. M.; Misiolek, W. Z.; Wang, P. T. Evolution of surface recrystallization during indirect extrusion of 6xxx aluminum alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**. 2005: 36(4): 1049-1056

[50] Eivani, A. R.; Zhou, J.; Duszczyk, J; **Mechanism os the formation of peripheral coarse grain structure in hot extrusion of Al-4.5Zn-1Mg**. Philosophical magazine 2016: 96(12): 1186-1196.

[51] Andrade. C. V. A: **Aplicação do método de Rietveld na análise da influência de aditivos na estrutura, microestrutura e formação de fases em cerâmicas PZN preparadas por solução orgânica de citratos**. 158 p. Dissertação de mestrado. Universidade Estadual Paulista “Julio de Mesquita Filho”, UNESP, Araraquara, 1997.

[52] Antoniassi L. J: **A difração de raios X com o método de Rietveld aplicada a bauxitas de Porto Trombetas, PA**. 129 p. Dissertação de mestrado. Universidade de São Paulo, USP, São Paulo, 2010.

[53] Gobbo. A. L: **Aplicação da difração de raios X e método de Rietveld no estudo de cimento Portland**. 2009. Tese (Doutorado em Recursos Minerais e Meio Ambiente) - Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.

[54] Jinan. W. T; Santos. J. V. S.; Padilha, A. F. **CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE TUBO EXTRUDADO DA LIGA DE ALUMÍNIO AA 6351** , p. 64-74. In: *54º Seminário de Laminação e Conformação*, São Paulo, 2017.

[55] Cullity B. D. **Elements of X-Ray Diffraction**. Addison-Wesley publishing company INC. 2ª ed, 1978.

[56] Umamaheshwer Rao A. C, Vasu V., Govindaraju M., Srinadh S. V. K.: **Stress corrosion cracking behavior of 7xxx aluminum alloys: A literature review**. Trans. Nonferrous Met. Soc. China 26. 1447-1471. 2016.

[57] Robinson J.S; Tanner D.A? **The influence of aluminium alloy quench sensitivity on the magnitude of heat treatment induced residual stress**. Materials Science Forum. Vols 524-525. pp 305-310. 2006.

[58] Zhihui L.; Baiqing X.; ,Yongan Z.; Baohong Z.;Xiwu L.; Hongwei L.; Feng W. , Peiyue L.; Juncheng L.: **Investigation on Quench Sensitivity Characterization of Selected Heat-treatable Al Alloys based on Jominy End Quench**. Proceedings of the 12th International Conference on Aluminium Alloys. pp. 2363-2368. 2010.

[59] Oliveira R. R: **Estudo do efeito da tensão residual na microdeformação da rede cristalina e no tamanho de cristalito em aço Cr-Si-V jateado com granalhas de aço**. 2016. Tese (Doutorado em Ciências) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.

[60] Fujikawa S. I: **Diffusion of magnesium in Al-Zn-Mg alloys**. Proceedings of ICAA-6. Department of Materials Science, faculty of engineering. Tohoku University. 1998