SAUL HISSACI DE SOUZA

**Cinética de amolecimento da liga de alumínio AA 7075 durante
recozimento após laminação a frio**

São Paulo
2018

SAUL HISSACI DE SOUZA

**Cinética de amolecimento da liga de alumínio AA 7075 durante
recozimento após laminação a frio**

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
2018

SAUL HISSACI DE SOUZA

**Cinética de amolecimento da liga de alumínio AA 7075 durante
recozimento após laminação a frio**

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

São Paulo
2018

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

de Souza, Saul Hissaci

Cinética de amolecimento da liga de alumínio AA 7075 durante recozimento após laminação a frio / S. H. de Souza -- versão corr. -- São Paulo, 2018.

94 p.

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

1.Ligas de alumínio 2.AA 7075 3.Recuperação 4.Recristalização
I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais II.t.

Aos meus pais e verdadeiros heróis Tadeu e Iolanda pela formação, criação e amor. À minha esposa Monica S. A. Yamazaki, um verdadeiro poço de paciência e carinho (exceto no trânsito). Aos meus sogros Massami e Lidia pelo incentivo durante todas as etapas desse trabalho. À minha irmã Priscila Akemi Souza e a todos os amigos e familiares presentes durante essa etapa.

AGRADECIMENTOS

Ao professor Angelo Fernando Padilha, pela orientação, apoio e paciência durante a realização deste trabalho.

A todos os amigos da pós, em especial, César Yuji, Gustavo Suto, Vitor Campos, Leidy Hernandez, Dany e Lina Maria pela sincera amizade e bons momentos de café, karaokê, entre outros.

A todos os funcionários do PMT e PMI pelas conversas e contribuições mais do que fundamentais para a realização desse trabalho, em especial aos técnicos Rubens e Veríssimo (PMT) e Jorge Sakamoto (PMI).

Ao professor Dr. Arnaldo Homobono Paes de Andrade (IPEN) pelas sugestões e ajuda com os ensaios de tração.

Ao funcionário Nildemar Aparecido Messias (IPEN) pela ajuda na preparação das amostras para microscopia eletrônica de transmissão.

Ao Dr. Ricardo do Carmo Fernandes (CBA) pela colaboração e sugestões.

Aos funcionários da Companhia Brasileira de Alumínio (CBA), Miguel Borodiak e Alexandro Rafael de Andrade pela ajuda magistral na preparação metalográfica das amostras.

A professora Dr. Andrea Madeira Kliauga (UFSCar) pela ajuda com a técnica de microscopia eletrônica de transmissão.

A Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo apoio financeiro durante a pesquisa desenvolvida (Edital de referência: PROEX – 0487).

E a todos que contribuíram de alguma forma para a realização do presente trabalho.

"Happiness can be found, even in the darkest of times, if one only remembers to turn on the light."

Alvo Dumbledore.

RESUMO

O presente trabalho apresenta um estudo sobre o amolecimento após laminação e recozimento da AA 7075, uma liga de alumínio endurecível por precipitação. As amostras recebidas no estado T6 foram caracterizadas com auxílio das técnicas de microscopia óptica de luz polarizada, microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia de raios X por dispersão de energia, difração de raios X, condutividade elétrica e dureza Vickers. As amostras foram então separadas em dois grupos. O primeiro sofreu um tratamento térmico de solubilização (485°C por 5 horas) enquanto o segundo foi submetido a um tratamento de superenvelhecimento (300°C por 5 horas) e, em seguida, ambos os grupos de amostras tratadas foram novamente caracterizadas pelas técnicas descritas anteriormente (exceto microscopia óptica) e laminadas a frio. Durante a etapa de laminação, constatou-se a dificuldade em causar deformação plástica na amostra solubilizada. Optou-se em conduzir o estudo com as amostras superenvelhecidas, que foram laminadas com reduções de 45%, 75% e 90% em espessura. A seguir, estas foram submetidas a tratamentos isotérmicos e isócronos com o objetivo de estudar a cinética de amolecimento das amostras deformadas a frio. As amostras superenvelhecidas e deformadas em 45% em redução de espessura, apresentaram somente indícios de início de recristalização (nas amostras tratadas a partir de 250°C por 1 hora) via EBSD, sendo que a maior parte do amolecimento pode ser explicada pelo mecanismo de recuperação. Além disso, a cinética de amolecimento das amostras recozidas nesse grupo apresentaram boa concordância com a lei logarítmica proposta por Kulhmann (1948) e (coincidentemente) também com o consolidado modelo JMAK. As amostras superenvelhecidas e deformadas em 75% e 90% apresentaram comportamento similar (isso é, principalmente recuperação) para recozimentos realizados em temperaturas de até 350°C por uma hora. Recozimentos realizados a 400°C promoveram a recristalização total das amostras desse grupo para tempos inferiores a 15 minutos. Dessa forma, não foi possível estudar a cinética de recristalização para esse segundo grupo de amostras.

Palavras chave: Ligas de Alumínio. AA 7075. Recuperação, Recristalização.

ABSTRACT

This work presents a study about the softening after cold rolling and annealing of aluminium alloy AA 7075. Firstly, polarized light optical microscopy, scanning electron microscopy, energy dispersive X-ray spectroscopy, X-ray diffraction, electrical conductivity and Vickers hardness have been used at the starting material (T6). The samples were then separated in two groups. The former underwent a solubilization heat treatment (485°C for 5 hours) whilst the latter underwent an overaging treatment to grow up the existing precipitates (300°C for 5 hours). Both groups of treated samples were again characterized by the techniques described above (except optical microscopy). In the rolling stage, the difficulty in straining the solubilized sample and the relative ease for doing so to the overaged sample was verified. It was therefore decided to conduct the study with the samples of the second group, which were 45%, 75% and 90% rolled in thickness reduction. Then, they underwent isothermal and isochronous treatments in order to study its softening kinetics by Vickers hardness measurements, polarized light optic microscopy and EBSD. The overaged and rolled samples (45% in thickness reduction) didn't present evidences of recrystallization except by very few grains found via EBSD (in samples treated from 250 ° C for 1 hour). So, most of the observed softening can be explained by recovery. In addition, the softening kinetics of the annealed samples in this group showed good agreement with the logarithmic law proposed by Kulhmann (1948) and (coincidentally) also with the consolidated JMAK model. The overaged samples that underwent thickness reduction of 75% and 90% showed a similar behavior (that is, mainly recovery) for annealing at temperatures up to 350 ° C. Annealing at 400 ° C promoted total recrystallization of the samples from this group (75% and 90% in thickness reduction) in less than 15 minutes. Thus, it was not possible to study the kinetics of recrystallization for this second group of samples.

Keywords: Aluminium Alloys, AA 7075, Recovering, Recrystallization

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Fluxograma de obtenção do alumínio metálico a partir da bauxita (6)	4
Figura 2 – A primeira curva de endurecimento publicada por Alfrerd Wilm (9).....	6
Figura 3 – Condutividade elétrica de ligas de alumínio de elevada pureza (12).....	8
Figura 4 - Diagrama de equilíbrio indicando possibilidade de endurecimento por precipitação (14).....	9
Figura 5 - Curvas TTT para precipitação em algumas ligas de alumínio (11).	10
Figura 6 – Gráfico esquemático da temperatura em função do tempo para um tratamento típico de precipitação em ligas de alumínio (14)	10
Figura 7 – MET mostrando a microestrutura da AA 7150 – T651 endurecida por precipitação. A matriz, mais clara é formada por uma solução sólida de Al. A maior parte das pequenas partículas escuras em formas de placa representam a fase de transição η' e o restante destas corresponde à fase de equilíbrio η (14). Mais detalhes sobre a fase η e outras fases intermetálicas serão apresentados em tabela na seção 2.7.....	11
Figura 8 – Dureza em função do tempo de envelhecimento para liga 96%p Al – 4%p Cu a 130°C. (15)	12
Figura 9 – Seção isotérmica do diagrama Al-Mg-Cu a 200°C A fase α corresponde ao Al em solução sólida, θ : Al_2Cu , S: Al_2CuMg , T: Al_6CuMg_4 , e β : $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$. (18).....	13
Figura 10 – Mecanismo de Orowan para o movimento de discordâncias através de uma matriz metálica que contém precipitados. (20)	14
Figura 11 – Comparação entre os valores calculados pelo modelo de Orowan e resultados experimentais. (19)	15
Figura 12 – Ilustração do mecanismo de cisalhamento de precipitado pela passagem de uma linha de discordância.	16
Figura 13 - Competição entre os mecanismos de cisalhamento de partícula e de Orowan. Uma distribuição de precipitados com raio de aproximadamente 7nm é a situação ótima, que resulta no maior ganho de resistência em relação ao material da matriz (22).....	17
Figura 14 – Desenho esquemático mostrando a distribuição de defeitos de linha dentro de um grão em materiais (a) de baixa EDE e (b) de alta EDE. (25)	19

Figura 15 – Micrografia obtida por MET mostrando o arranjo celular de discordâncias em alumínio deformado por laminação. (26)	19
Figura 16 – Representação esquemática das etapas da recuperação de um metal deformado. (24)	21
Figura 17 – Mecanismo de migração de contornos pré-existentes. O contorno migra do grão A, menos deformado, na direção do grão B, mais deformado. As estruturas representadas dentro de cada grão são células de discordâncias. (28)	23
Figura 18 – Formação de um núcleo de recristalização a partir de um subgrão. (A) arranjo inicial, (B) O subgrão maior cresce às custas dos vizinhos, (C) Núcleo de recristalização é formado. (24)	24
Figura 19 - Coalescimento de subgrãos. (a) Estrutura inicial antes da ocorrência do fenômeno, (b) Migração de subcontornos que causa efeito similar à rotação do subgrão CDEFGH. (c) Estrutura dos subgrãos após coalescimento. (d) Estrutura após ocorrência do mecanismo. (31)	24
Figura 20 – Curva esquemática gerada pelo modelo JMAK.	26
Figura 21 – Curvas baseadas no modelo JMAK para alumínio de elevada pureza deformado 40% por laminação e recozido a temperaturas diferentes. (35)	27
Figura 22 – Efeito de teores de Fe em solução sólida na cinética de recristalização do Al de alta pureza (1XXX). (36)	28
Figura 23 – Esquema da distorção na rede gerada ao redor de partículas grosseiras. (34)	28
Figura 24 – Curvas TTT esquemáticas para recristalização e precipitação em ligas de alumínio. (25)	29
Figura 25 - Micrografia da Al - 0,12%p Sc recozida por um minuto a 425°C (39) ...	30
Figura 26 – Crescimento de bolhas de sabão em placa de vidro plano. (40)	31
Figura 27 – Tiras superenvelhecidas após laminação de 90% de redução em espessura	37
Figura 28 – Fluxograma – resumo da secção materiais e métodos. As etapas contidas nos diagramas de contorno vermelho são referentes ao processamento do material estudado, enquanto as técnicas de	

caracterização utilizadas em cada etapa são colocadas nos diagramas de contorno azul.....	39
Figura 29 – Micrografia obtida por microscopia óptica da AA 7075 no estado T6 (sem ataque).	41
Figura 30 - Micrografia da AA 7075 no estado T6 obtida através de microscopia óptica de luz polarizada.....	41
Figura 31 - Micrografia da AA 7075 (T6) obtida com microscopia óptica de luz polarizada. As setas indicam regiões de cores não bem definidas, possivelmente geradas pela presença de subcontornos.....	42
Figura 32 - Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura (imagem com elétrons retroespalhados) da AA 7075 no estado T6.	43
Figura 33 – Imagem com elétrons retroespalhados obtida por microscopia eletrônica de varredura indicando as regiões de análise por EDS na AA 7075 no estado T6.	43
Figura 34 – Espectros de dispersão de energia das regiões selecionadas; (a) Ponto 1, (b) Área 1, (c) Área 2 e (d) Área 3.	45
Figura 35 – Imagem com elétrons retroespalhados obtida por microscopia eletrônica de varredura dos precipitados encontrados na amostra superenvelhecida a 300°C por 5 horas. As setas indicam os novos precipitados que surgiram após superenvelhecimento.....	46
Figura 36 - Imagem com elétrons retroespalhados obtida por microscopia eletrônica de varredura dos precipitados encontrados na amostra superenvelhecida a 300°C por 72 horas.	47
Figura 37 - Imagem com elétrons retroespalhados obtida por microscopia eletrônica de varredura dos precipitados encontrados na amostra superenvelhecida a 300°C por 72 horas. O ponto 1 indica a região analisada via espectroscopia de raios – X.	47
Figura 38 - Espectro de dispersão de energia das regiões assinalada como ponto 1 na Figura 38.	48
Figura 39 - Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura (imagem com elétrons retroespalhados) da AA 7075 no estado solubilizado.....	48

Figura 40 – Imagem com elétrons retroespalhados obtida por microscopia eletrônica de varredura indicando as regiões de análise por EDS na AA 7075 no estado solubilizado.	49
Figura 41 - Espectros de dispersão de energia das regiões selecionadas; (a) Ponto 1 e (b) Área 1.....	50
Figura 42 - Micrografia obtida via microscopia eletrônica de transmissão mostrando a estrutura de precipitados da liga após superenvelhecimento a 300°C por 5 horas. Os pontos mais claros são resultado de precipitados que se descolaram da matriz durante a preparação das amostras.....	51
Figura 43 - Espectro de dispersão de energia da fase dispersa pela matriz nas amostras superenvelhecidas a 300°C por 5 horas.	52
Figura 44 - Difratoograma da liga AA 7075 no estado T6. Radiação utilizada: Cu α_1	52
Figura 45 – Difratoograma ampliado da liga AA 7075 no estado T6. Radiação utilizada: Cu α_1	53
Figura 46 – Difratoograma da liga AA 7075 após tratamento de superenvelhecimento a 300°C. Radiação utilizada: Cu α_1	54
Figura 47 - Difratoograma da liga AA 7075 no estado solubilizado. Radiação utilizada: Cu α_1	54
Figura 48 – Difratoograma ampliado da liga AA 7075 no estado solubilizado. Radiação utilizada: Cu α_1	55
Figura 49 – Medidas de dureza Vickers das amostras no estados inicial, superenvelhecido e solubilizado.....	55
Figura 50 - Micrografia obtida com microscopia óptica de luz polarizada da liga na condição superenvelhecida a 300°C e em seguida laminada a frio até 45% de redução em espessura	58
Figura 51 – Variação da dureza Vickers com o tempo de recozimento para a temperatura de recozimento de 300°C.....	58
Figura 52 - Variação da dureza Vickers com a temperatura de recozimento para o tempo de 4 horas.....	60
Figura 53 – curvas de amolecimento obtidas por meio de recozimentos isotérmicos de 200°C e 250°C	61
Figura 54 - Curva $\ln \{[\ln (1/1-X)]\}$ versus $\ln t$ para recozimento isotérmico a 200°C.	62

Figura 55 - Curva $\ln \{[\ln (1/1-X)]\}$ versus $\ln t$ para recozimento isotérmico a 250°C.	62
Figura 56 - Micrografia obtida com auxílio de microscopia óptica de luz polarizada da amostra laminada a frio e recozida a 300°C por 4 horas.....	63
Figura 57 - Curva %Recuperada versus $\ln t$ para recozimento isotérmico a 200°C.	64
Figura 58 - Curva %Recuperada versus $\ln t$ para recozimento isotérmico a 250°C.	64
Figura 59 – Resultados obtidos via EBSD para a amostra recozida a 250°C por 4 horas	.
(a) Mapa de contornos de grão. As linhas vermelhas representam contornos de baixo ângulo ($\theta < 5^\circ$), enquanto as linhas verdes e azuis representam contornos de médio ($5^\circ < \theta < 15^\circ$) e alto ângulos ($\theta > 15^\circ$).	
(b) Imagem obtida via EBSD mostrando poucos grãos recristalizados, indicados pelas setas brancas.	65
Figura 60 – Curvas de recozimento isócronos (1 hora) das amostras deformadas 75% e 90% em redução de espessura.....	66
Figura 61 - Micrografia obtida com auxílio de microscopia óptica de luz polarizada da amostra laminada a frio em 90% de redução de espessura em e recozida a 350°C por 1 hora.....	67
Figura 62 - Micrografia obtida com auxílio de microscopia óptica de luz polarizada da amostra superenvelhecida, laminada a frio em (a) 75% e (b) 90% em redução de espessura e recozida a 400° por 1 hora.	68
Figura 63 - Micrografias obtida com auxílio de microscopia óptica de luz polarizada das amostras superenvelhecidas, laminadas a frio em 90% em redução de espessura e recozidas a 400° por (a) 8 minutos, (b) 15 minutos e (c) 30 minutos.	69

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 -Especificações das principais ligas em termos de composição (7)	5
Tabela 2 - Limites de composição para a liga AA 7075 (9).....	6
Tabela 3 - Dados de algumas fases intermetálicas na liga Al 7075 apontadas na literatura. (15)	13
Tabela 4 - Especificações dos tratamentos isócronos utilizados para as amostras deformadas	37
Tabela 5 - Especificações dos tratamentos isotérmicos utilizados para as amostras deformadas 45%	38
Tabela 6 - Especificações dos tratamentos isócronos utilizados para as amostras deformadas 75% e 90%	38
Tabela 7 - Especificações dos tratamentos isotérmicos utilizados para as amostras deformadas 90%	38
Tabela 8 – Composição química (em % em massa) da AA 7075 no estado como recebido.....	40
Tabela 9 - Medidas de condutividade elétrica em % IACS para as amostras da AA 7075 após diferentes tratamentos térmicos.....	56
Tabela 10 - Dureza e fração amaciada para recozimento da AA 7075 (superenvelhecida a 300°C por 5 horas e deformada 45% a temperatura ambiente por laminação) por 4 horas a diferentes temperaturas.	60
Tabela 11 - Parâmetros do ajuste JMAK para a AA 7075 superenvelhecida a 300C por 5 horas e deformada 45% em redução de espessura por laminação.....	63
Tabela 12 - Parâmetros do ajuste do modelo de Kulhmann para a AA 7075 superenvelhecida a 300C por 5 horas e deformada 45% em redução de espessura por laminação.	65

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS DO TRABALHO	1
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1 UM BREVE HISTÓRICO.....	3
2.2 OBTENÇÃO DO ALUMÍNIO.....	3
2.3 LIGAS DE ALUMÍNIO	4
2.4 A LIGA AA 7075	5
2.5 EFEITO DE ELEMENTOS EM SOLUÇÃO SÓLIDA NA CONDUTIVIDADE ELÉTRICA DE LIGAS METÁLICAS	7
2.6 ENDURECIMENTO POR PRECIPITAÇÃO NAS LIGAS DE ALUMÍNIO	8
2.7 NATUREZA DOS PRECIPITADOS NA AA 7075	12
2.8 INTERAÇÃO ENTRE DEFEITOS LINEARES E PRECIPITADOS.....	13
2.8.1 Partículas intransponíveis pelas linhas de discordância.	14
2.8.2 Partículas cisalhadas pelas linhas de discordância.....	16
2.8.3 Competição entre os mecanismos de Orowan e de cisalhamento de partícula .	16
2.9 RECOZIMENTO DE MATERIAIS METÁLICOS	17
2.9.1 O estado encruado	17
2.9.2 Recuperação	20
2.9.2.1 Cinética de Recuperação	21
2.9.3 Recristalização	22
2.9.3.1 Nucleação da recristalização	22
2.9.3.2 Crescimento das regiões recristalizadas	24
2.9.3.3 Uso do modelo JMAK para descrever a cinética global de recristalização	25
2.9.3.4 Influência de átomos de soluto e partículas de segunda fase na recristalização de materiais metálicos.	27
2.9.4 Crescimento de grão	30
3. MATERIAIS E MÉTODOS	32
3.1 MATERIAL UTILIZADO.....	32

3.2 CORTE DAS AMOSTRAS	32
3.3 CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL COMO RECEBIDO	32
3.3.1 Medidas de condutividade elétrica	32
3.3.2 Preparação metalográfica	33
3.3.3 Microscopia óptica e de luz polarizada (MO).....	33
3.3.4 Microscopia eletrônica de varredura, EDS e EBSD	34
3.3.5 Microscopia eletrônica de transmissão (MET).....	34
3.3.6 Dureza Vickers	34
3.3.8 Difração de raios X.....	35
3.4 TRATAMENTOS TERMOMECÂNICOS.....	35
3.4.1 Solubilização	35
3.4.2 Superenvelhecimento.....	35
3.5 LAMINAÇÃO A FRIO DAS AMOSTRAS SUPERENVELHECIDAS	36
3.6 RECOZIMENTO DAS AMOSTRAS LAMINADAS.....	37
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	40
4.1 MICROESTRUTURAS E MEDIDAS DE DUREZA DAS AMOSTRAS NO ESTADO COMO RECEBIDO E APÓS TRATAMENTOS DE SUPERENVELHECIMENTO E SOLUBILIZAÇÃO.....	40
4.1.1 Composição química.....	40
4.1.2 Microscopia óptica e de luz polarizada.....	40
4.1.3 Microscopia eletrônica de varredura e EDS	42
4.1.4 Microscopia eletrônica de transmissão.....	50
4.1.5 Difração de Raios X.....	52
4.1.6 Medidas de dureza Vickers	55
4.1.7 Medidas de condutividade.....	56
4.2 LAMINAÇÃO A FRIO DAS AMOSTRAS SUPERENVELHECIDAS SEGUIDA DE RECOZIMENTOS ISÓCRONOS E ISOTÉRMICOS.	57
4.2.1 Amostras superenvelhecidas laminadas em 45% de redução em espessura..	57

4.2.2 Amostras superenvelhecidas laminadas em 75% e 90% de redução em espessura.....	66
5. SÍNTESE DOS PRINCIPAIS RESULTADOS E CONCLUSÕES	70
6 . SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS	72
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	73

1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS DO TRABALHO

O alumínio é o metal não-ferroso mais produzido no mundo e o segundo metal mais utilizado, ficando atrás apenas do aço. A opção pelo uso do alumínio e suas ligas para as mais diversas aplicações está ligada às excelentes propriedades apresentadas por tais materiais, como sua excelente resistência específica, resistência à corrosão e usinabilidade.

Uma das ligas de alumínio de elevada importância para a indústria aeronáutica é a AA 7075, uma liga de alumínio que contém como principais elementos de liga o Zn (5,1 a 6,1%), Mg (2,1 a 2,9%) e o Cu (1,2 a 2,0%). Conforme mencionado, essa liga encontra suas principais aplicações na indústria aeronáutica e aeroespacial, onde se requer elevada resistência mecânica, razoável tenacidade e leveza (1).

A liga AA 7075 é um material que, devido ao elevado teor de elementos de liga, forma precipitados intermetálicos que podem promover o ganho de resistência. Para tal finalidade, é necessário que os precipitados formados sejam pequenos (da ordem de nanômetros) e coerentes ou semi-coerentes com a matriz, de modo a dificultar de forma mais efetiva a movimentação de linhas de discordância.

A importância tecnológica de ligas de alumínio de elevada resistência, como a AA 7075, torna o estudo do seu processamento termomecânico e de suas características microestruturais um assunto ainda de interesse, dado o crescimento brasileiro da frota de aeronaves nos últimos anos (2). Por outro lado, ainda existe a necessidade de se obter combinações mais favoráveis de resistência mecânica e ductilidade/tenacidade nesta liga. O estudo da cinética de amolecimento dessa liga pode oferecer subsídios para novos desenvolvimentos na direção mencionada.

Os principais objetivos do presente trabalho foram:

1. Caracterizar microestruturalmente amostras de chapas da liga AA 7075 nos estados como recebido (T6), solubilizado e superenvelhecido (após tratamento térmico a 300°C por 5 horas com a função de engrossar os precipitados responsáveis pelo aumento da dureza);
2. Estudar, por meio de ensaios de dureza Vickers, o amolecimento nas amostras superenvelhecidas a 300°C por 5 horas após estas sofrerem reduções de 45%, 75% e 90% em redução de espessura por laminação a frio e serem submetidas a recozimentos isotérmicos e isócronos. As medidas das propriedades

mecânicas permitem acompanhar a cinética de amolecimento e, ao lado de outras técnicas complementares de análise microestrutural, permitem identificar os modos e mecanismos de amolecimento, tais como recuperação e recristalização (3,4).

3. Ajustar os dados obtidos (pelos ensaios de dureza Vickers) a lei logarítmica deduzida por Kulhmann (1948) para cinética de recuperação e ao consolidado modelo de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) para cinética de recristalização.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 UM BREVE HISTÓRICO

Existem registros do uso do alumínio pelos gregos e romanos para aplicações médicas e para processos de tingimento. No entanto, é comum atribuir-se a descoberta desse metal a Sir Humphrey Davy em 1809. Até essa época, a obtenção desse material não se fazia economicamente viável. Apenas em 1886 foi desenvolvido um procedimento industrial econômico de obtenção do alumínio, o processo Hall – Héroult (5).

Antes da descoberta de um método de produção em grande escala, o alumínio era utilizado em aplicações mais artísticas e luxuosas, devido ao seu elevado custo. Ao final do século XIX, com o advento métodos de produção em maior escala, o alumínio foi sendo gradualmente utilizado em utensílios de cozinha e no setor de transporte. Uma das grandes barreiras ao emprego desse metal com elevada pureza era sua resistência mecânica limitada.

Em meados do século XX, as indústrias de alumínio começaram a desenvolver novas ligas de alumínio, isso é, materiais que associavam o alumínio a elementos como Mn, Mg e Cu e que possuíam propriedades mecânicas elevadas, o que propiciou a expansão das aplicações do material. Os primeiros experimentos foram realizados através de tentativa e erro aliados a observações. No entanto, pouco tempo depois, a produção de ligas passou a ser cada vez mais baseada no conhecimento dos princípios metalúrgicos fundamentais, e o desenvolvimento de ligas cada vez mais avançadas teve início.

2.2 OBTENÇÃO DO ALUMÍNIO

O alumínio é um metal extraído principalmente da alumina proveniente do minério denominado bauxita. É também o terceiro elemento mais abundante na crosta terrestre (cerca de 8% em massa, ficando apenas atrás do oxigênio e do silício) e por suas excelentes propriedades (elevada resistência específica, resistência à corrosão, altas condutibilidades térmica e elétrica) se mostra um material com ampla gama de aplicações, o que o torna o metal não-ferroso mais consumido no mundo. (6).

A obtenção da alumina, realizada através do processo Bayer, se inicia com a extração da mesma a partir da bauxita. Após sofrer processos de cominuição (britagem e moagem), o concentrado do minério é submetido a uma lixiviação aquosa em solução de NaOH. A partir daí, chega-se a um rejeito sólido e a um líquido que é posteriormente filtrado, cristalizado e calcinado para se obter a alumina (Al_2O_3).

A alumina obtida é então dissolvida em um eletrólito formado por sais de criolita e fluoreto de alumínio. Esse sistema é submetido à passagem de corrente elétrica que promove a redução da alumina em alumínio metálico. O processo sucintamente descrito é denominado Hall – Héroult e foi criado, de maneira independente, por dois pesquisadores: Charles Martin Hall, nos estados Unidos e Paul Louis Héroult, na França. A Figura 1 mostra um fluxograma que resume o processo de obtenção de alumínio metálico descrito.

Figura 1 - Fluxograma de obtenção do alumínio metálico a partir da bauxita (6)

2.3 LIGAS DE ALUMÍNIO

Em geral, o metal alumínio é associado a outros elementos, como Zn, Cu e Mg por exemplo, para gerar as chamadas ligas. As ligas de alumínio são classificadas de acordo com seu processamento (trabalhadas ou fundidas) e sua composição em

termo dos elementos de liga presentes. As composições são especificadas por um número com quatro dígitos, conforme mostrado na Tabela 1.

Tabela 1 -Especificações das principais ligas em termos de composição (7)

Número	Principal elemento de liga
1xxx	Alumínio comercialmente puro (>99% Al)
2xxx	Cobre
3xxx	Manganês
4xxx	Silício
5xxx	Magnésio
6xxx	Magnésio e silício
7xxx	Zinco

No caso de ligas de fundição separa-se o último algarismo com um ponto (XXX.X). Para as ligas trabalháveis, o primeiro dígito é referente ao elemento de liga em maior quantidade depois do alumínio. Os dois últimos dígitos possuem significado apenas para as ligas da família 1xxx. Nesse caso, estes são associados à pureza da liga em questão. Por exemplo, na liga AA1050, os dígitos 50 indicam que o alumínio possui pureza de 99,50%, e na liga AA 1070, os dígitos 70 indicam a pureza de 99,70%.

Após os dígitos, coloca-se também um hífen seguido de um símbolo que indica o tratamento termomecânico que o material foi submetido. Por exemplo, F, H ou O significam, respectivamente os estados: como fabricado, encruado ou recozido.

2.4 A LIGA AA 7075

O primeiro relato do desenvolvimento de ligas endurecíveis por precipitação data o ano de 1906, na Alemanha (8). Com o objetivo de desenvolver materiais leves e de elevada resistência para fins bélicos, Alfred Wilm realizou experimentos com a liga Al – Cu – Mn. Wilm realizou um tratamento térmico aquecendo amostras do material a 520°C e resfriando-as abruptamente. Alguns dias depois, para a surpresa de Wilm, a dureza das amostras tinha aumentado em relação ao momento

em que ele realizara os tratamentos térmicos. Esse fenômeno foi denominado envelhecimento. Wilm obteve uma patente para a liga com 3,5 – 5,5% de Cu e 0,5 – 1% de Mg e publicou seus estudos em 1911. A Figura 2 mostra a primeira curva de endurecimento por envelhecimento publicada por Wilm.

Figura 2 – A primeira curva de endurecimento publicada por Alfrerd Wilm (9)

Alguns anos depois, em 1940, A Sumitomo Metals desenvolveu uma liga Al-Mg-Zn para ser aplicada a fuselagem do caça Mitsubishi A6M2 Reisen “Zero”. Tal liga tinha composição muito parecida a AA 7075 que seria desenvolvida pela ALCOA alguns anos depois (10). A composição química da AA 7075 é mostrada na Tabela 2.

Tabela 2 - Limites de composição para a liga AA 7075 (10)

Elemento	% peso
Zn	5,1 a 6,1
Mg	2,1 a 2,9
Cu	1,2 a 2,0
Mn (teor máximo)	0,3
Si (teor máximo)	0,4
Fe (teor máximo)	0,5
Cr	0,18 a 0,28
Ti (teor máximo)	0,2
Outros elementos (teor máximo)	0,15
Al	balanço

2.5 EFEITO DE ELEMENTOS EM SOLUÇÃO SÓLIDA NA CONDUTIVIDADE ELÉTRICA DE LIGAS METÁLICAS

A condutividade elétrica é a propriedade dos materiais relacionada com a capacidade destes em conduzir corrente elétrica. A condutividade elétrica (σ) é relacionada com a resistividade elétrica (ρ) através da Equação 1:

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad (1)$$

A unidade da condutividade no S.I é o $\Omega^{-1}\text{m}^{-1}$. Para fins de comparação de valores de condutividade entre os materiais, é comum utilizar-se a unidade %IACS (*% of International Annealed Copper Standard*). Isso é, o cobre padrão recozido é utilizado como referência para medição de condutividade elétrica. Um dado material com 58% IACS, por exemplo, é aquele que possui 58% do valor da condutividade do cobre metálico puro recozido.

A condutividade elétrica é uma propriedade bastante sensível a defeitos puntiformes, como lacunas e elementos em solução sólida. Dessa forma, a adição de elementos de liga que se solubilizam em uma matriz metálica causa a diminuição da condutividade do material. Isso ocorre pelo fato de que tais defeitos (lacunas ou elementos em solução sólida) atuam como centros de espalhamento de elétrons. Em outras palavras, eles atuam como barreira à passagem de elétrons pela amostra, causando assim a diminuição de corrente elétrica de um dado material.

A Figura 3 mostra a condutividade elétrica de algumas ligas de alumínio da série 1XXX (12). Observa-se que a diminuição do nível de pureza (isto é, o aumento da quantidade de elementos de liga) causa a redução da condutividade.

Figura 3 – Condutividade elétrica de ligas de alumínio de elevada pureza (12)

Ligas de alumínio de séries que contêm mais elementos de liga possuem condutividade ainda menor. Ligas da série 4XXX, como as estudadas por Yoshikawa (13) podem atingir níveis de condutividade de 53% IACS e as estudadas no presente trabalho (AA 7075) atingem níveis de 32% IACS.

2.6 ENDURECIMENTO POR PRECIPITAÇÃO NAS LIGAS DE ALUMÍNIO

Nem todas as ligas de alumínio ganham resistência através de operações de aquecimento e resfriamento. As ligas passíveis de serem tratadas termicamente atendem a dois requisitos:

- 1) Tem solubilidade considerável de um elemento em outro a temperaturas elevadas e;
- 2) Tal solubilidade diminui “rapidamente” com a diminuição da temperatura do sistema.

Tais condições para o caso de uma liga binária podem ser avaliadas com auxílio do diagrama de equilíbrio correspondente, conforme mostra a Figura 4. No mencionado diagrama, para uma composição global C_0 a temperatura T_0 temos a presença de uma única fase (α) rica em elemento A. Com a diminuição da temperatura, o elemento B fica cada vez menos solúvel em A, até atingir o campo de duas fases ($\alpha + \beta$) resultando na precipitação de uma segunda fase.

Figura 4: Diagrama de equilíbrio indicando possibilidade de endurecimento por precipitação (14)

O tratamento de precipitação pode ser dividido em três etapas, conforme descrito a seguir:

- **Solubilização:** aquecimento do material a temperaturas elevadas (T_0 na Figura 4), de modo que o coeficiente de difusão dos elementos de liga no alumínio seja elevado, promovendo a migração desses átomos e proporcionando a dissolução, pelo menos parcial, de partículas intermetálicas presentes na microestrutura.
- **Resfriamento rápido:** operação realizada para “congelar” a estrutura solubilizada obtida anteriormente. O resultado obtido é uma solução sólida supersaturada que existe de maneira metaestável a temperatura ambiente. Tal etapa exige cuidados e rapidez, visto que a precipitação para algumas ligas começa a acontecer quase instantaneamente após o início do resfriamento, como ilustrado pelo diagrama TTT mostrado na Figura 5. É importante observar que o mencionado diagrama foi obtido por meio da medição de propriedades mecânicas (obtidas em ensaios de tração, por exemplo).

Figura 5 - Curvas TTT para precipitação em algumas ligas de alumínio (11).

• Posteriormente é desejado que os elementos em solução sólida venham a formar precipitados pequenos, dispersos e coerentes ou semicoerentes com a matriz rica em alumínio. Isso pode acontecer de maneira natural ao longo do tempo e a temperatura ambiente (envelhecimento natural) ou ser acelerado por aquecimento a temperatura mais elevada que a ambiente, porém mais baixa que a utilizada no processo de solubilização (envelhecimento artificial).

A Figura 6 mostra um gráfico esquemático (temperatura x tempo) que resume o tratamento de precipitação descrito.

Figura 6 – Gráfico esquemático da temperatura em função do tempo para um tratamento típico de precipitação em ligas de alumínio (14)

A microestrutura desejada do tratamento descrito é constituída de uma solução sólida rica em alumínio que contém pequenas partículas dispersas com a função de dificultar a movimentação de linhas de discordância e, por consequência, endurecer o material. A Figura 7 mostra uma micrografia obtida por microscopia eletrônica de transmissão da liga AA 7150 – T651 (6,2% Zn; 2,3% Cu; 2,3% Mg; 0,12% Zr; sendo

as porcentagens em massa e o balanço de Al) endurecida por precipitação. As partículas de $MgZn_2$ (fase η) são as responsáveis pelo aumento de dureza da liga.

Figura 7 – MET mostrando a microestrutura da AA 7150 – T651 endurecida por precipitação. A matriz, mais clara é formada por uma solução sólida de Al. A maior parte das pequenas partículas escuras em formas de placa representam a fase de transição η' e o restante destas corresponde à fase de equilíbrio η (14). Mais detalhes sobre a fase η e outras fases intermetálicas serão apresentados em tabela na seção 2.7.

A Figura 8 mostra a variação da dureza Vickers com o tempo de envelhecimento para a liga 96% Al – 4% Cu (porcentagens em massa) a 130°C. No início do tratamento, os átomos de cobre formam pequenos aglomerados chamados zonas de Guinier-Preston com dimensões da ordem de centenas de átomos. Com o passar do tempo e a difusão dos átomos de cobre, as zonas crescem e transformam-se em partículas maiores. Tais partículas ainda sofrerão duas transformações intermediárias (as fases metaestáveis θ'' e θ') antes da formação da fase de equilíbrio $CuAl_2$ (θ).

Figura 8 – Dureza em função do tempo de envelhecimento para liga 96%p Al – 4%p Cu a 130°C. (15)

Observa-se que o pico de dureza coincide com a formação da fase θ'' , um intermetálico de composição química similar a fase θ (CuAl_2) porém coerente com a matriz. A continuação do tratamento após obtenção da dureza máxima resulta em precipitados maiores e com menor grau de coerência com a matriz, o que causa na queda da dureza da liga.

2.7 NATUREZA DOS PRECIPITADOS NA AA 7075

De acordo com Raghavan e colaboradores (16), as fases intermetálicas presentes nas ligas de alumínio endurecidas por precipitação podem ser classificadas em:

- **Constituintes:** Partículas de dimensão maior que as demais (2 a 5 μm) e de solubilidade bastante limitada na matriz rica em alumínio. São gerados a partir da combinação dos elementos de liga com impurezas como o Fe e o Si (exemplos: Al_3Fe , Al_6Fe).
- **Dispersóides:** Partículas menores que os constituintes (0,5 a 2 μm) compostos pelos elementos de liga como Mg, Cu e Zn que são adicionados com o objetivo de aumentar a dureza do material e retardar sua cinética de recristalização.
- **Precipitados finos:** intermetálicos de dimensão da ordem de nanômetros que se formam dispersos durante os tratamentos de envelhecimento.

A Tabela 3 mostra um levantamento de fases (dispersóides e precipitados finos) passíveis de serem encontradas na AA 7075

Tabela 3 - Dados de algumas fases intermetálicas na liga Al 7075 apontadas na literatura. (17)

Fase intermetálica	Designação	Grupo espacial	Átomos/célula	a (Å)	c (Å)
MgZn ₂	η	P6 ₃ /mmc	12	5,18	8,517
	θ	I4/mcm	12	6,066	4,874
CuAl ₂	θ'	I4/mcm	6	4,04	5,8
	θ''	I4/mcm	8	4,04	7,68
CuMgAl	M	P6 ₃ /mmc	12	5,07	8,29
Mg ₃ Zn ₃ Al ₂	T	Im3	162	14,31	
Al ₅ Cu ₆ Mg ₂	V	Pm3	39	8,311	
Mg ₂ Zn ₁₁	Z	Pm3	12	8,852	

Alguns dos compostos intermetálicos, como por exemplo θ' e θ'' são metaestáveis, porém outros existem em condições de equilíbrio e podem ser visualizados em diagramas de fases binários ou seções isotérmicas de diagramas ternários. A Figura 9 mostra uma porção da seção isotérmica do diagrama Al – Mg – Cu, na qual estão presentes algumas fases possíveis de serem observadas na liga AA 7075.

Figura 9 – Seção isotérmica do diagrama Al-Mg-Cu a 200°C. A fase α corresponde ao Al em solução sólida, θ : Al₂Cu, S: Al₂CuMg, T: Al₆CuMg₄, e β : Al₁₂Mg₁₇. (18)

2.8 INTERAÇÃO ENTRE DEFEITOS LINEARES E PRECIPITADOS

A presença de precipitados finos (dimensão em geral menor que 0,5 μm) e dispersos em ligas metálicas constitui uma eficiente barreira ao movimento das discordâncias presentes na matriz. Meyers e Chawla apontam dois modelos que explicam o ganho de resistência pela interação de discordâncias com precipitados: i) as linhas de discordância são forçadas a se curvar sobre uma partícula intermetálica

para contorná-la ou ii) as linhas de discordância cisalham o precipitado (19). A ocorrência de um mecanismo ou de outro depende fundamentalmente da natureza do precipitado e da relação de orientação entre o precipitado e a matriz. Em ambos os casos, a aplicação de uma tensão extra se faz necessária para mover a linha de discordância, conforme explicado nas próximas seções.

2.8.1 Partículas intransponíveis pelas linhas de discordância.

O primeiro mecanismo de interação entre discordâncias e precipitados é conhecido como mecanismo de Orowan, em homenagem a Egon Orowan (1902-1989), físico e metalurgista que o propôs. Essa abordagem coloca que se existem partículas de segunda fase interpenetrando os planos de deslizamento das discordâncias em uma matriz dúctil, então uma tensão adicional é necessária para fazer com que as linhas de discordância se curvem sobre as partículas e as contornem, deixando para trás anéis de discordâncias ao redor dos precipitados. A Figura 10 ilustra o mecanismo de Orowan.

Figura 10 – Mecanismo de Orowan para o movimento de discordâncias através de uma matriz metálica que contém precipitados. (20)

O acréscimo na tensão cisalhante necessário para curvar uma linha de discordância por duas partículas que distam “x” uma da outra é dada por:

$$\tau_{Orowan} = \frac{Gb}{x} \quad (2)$$

Onde G e b correspondem respectivamente ao módulo de cisalhamento e ao vetor de Burgers da matriz. Dessa forma, caso não haja cisalhamento de partículas de segunda fase, a tensão crítica cisalhante para uma liga metálica com precipitados pode ser expressa por:

$$\tau = \tau_m + \frac{Gb}{x} \quad (3)$$

Onde τ_m corresponde a tensão crítica cisalhante para a matriz na ausência de partículas intermetálicas.

Ghosh e coautores (21), ao estudarem a condutividade elétrica em ligas de cobre, levantaram também a variação nas propriedades mecânicas (limite de escoamento) com a variação do tamanho dos precipitados para liga Cu – 0,74% Ni - 0,14% P. Para tal, amostras do material foram solubilizadas a 900°C por uma hora e, em seguida, tratadas a 450°C e a 500°C de modo que o tamanho médio das partículas foi medido ao longo do tempo de tratamento. Além disso, o autor comparou os valores obtidos experimentalmente com os resultados fornecidos pelo modelo de Orowan.

Meyers e Chawla (19) adaptaram os resultados apresentados por Ghosh e coautores (21) e elaboraram o gráfico exibido na Figura 11. Nota-se que acréscimo do limite de escoamento decresce com o aumento do tamanho de partícula (e por conseqüência, o aumento da distância média entre elas), conforme prevê o modelo de Orowan. No entanto, observa-se que o valor medido de variação de resistência corresponde a cerca de metade do valor obtido pelo modelo matemático. Dessa forma, o modelo descreve apenas de maneira qualitativa o que é observado nos experimentos.

Figura 11 – Comparação entre os valores calculados pelo modelo de Orowan e resultados experimentais. (19)

2.8.2 Partículas cisalhadas pelas linhas de discordância.

O segundo mecanismo pela qual as linhas de discordância superam a barreira imposta pela presença de precipitados é através do cisalhamento destes, conforme indicado esquematicamente pela Figura 12.

Figura 12 – Ilustração do mecanismo de cisalhamento de precipitado pela passagem de uma linha de discordância.

O mecanismo descrito prevalece em relação ao proposto por Orowan quando a tensão adicional necessária para causar o cisalhamento do precipitado (τ_c) for menor que o valor da tensão necessária para encurvar a linha de discordância sobre este, isto é:

$$\tau_c < \tau_m + \frac{Gb}{x} \quad (4)$$

2.8.3 Competição entre os mecanismos de Orowan e de cisalhamento de partícula

A tensão necessária para fazer uma linha de discordância se encurvar e atravessar um precipitado sem cisalhá-lo, deixando um anel de discordância ao redor deste, é dada pela Equação 3. Se a tensão necessária para cisalhar a partícula for maior que a tensão de Orowan, o cisalhamento de partículas será o mecanismo preferencial para a movimentação de discordâncias em um material com dispersão de precipitados.

No início do envelhecimento, tem-se a presença das zonas GP e, em seguida, precipitados da ordem de nanômetros de diâmetro. Tais precipitados são, em geral, coerentes com a matriz e dispersos por toda esta, de modo que o espaçamento entre as partículas da fase dispersa (x nas Equações 3 e 4) é pequeno. A tensão necessária para o acontecimento do mecanismo proposto por Orowan é muito elevada, de modo que nessa etapa as partículas são, em geral, cisalhadas pela passagem das discordâncias presentes na matriz.

Com a continuidade do envelhecimento, as partículas intermetálicas coalescem, perdem a coerência com a matriz e tendem a ter sua fração volumétrica

elevada (até o limite estabelecido pelo diagrama de fases da liga). Dessa forma, a tensão necessária para o cisalhamento dos precipitados cresce, de modo que o mecanismo de Orowan passa a ser o preferencial.

A Figura 13 ilustra de maneira esquemática o fenômeno de competição entre os dois mecanismos para partículas de Al_3Zr ($G = 196 \text{ GPa}$) em matriz de solução sólida rica em Al. Existe portanto, um raio ótimo que resulta no máximo aumento de tensão necessária para a movimentação de discordâncias, seja por um mecanismo ou por outro.

Figura 13 - Competição entre os mecanismos de cisalhamento de partícula e de Orowan. Uma distribuição de precipitados com raio de aproximadamente 7nm é a situação ótima, que resulta no maior ganho de resistência em relação ao material da matriz (22)

2.9 RECOZIMENTO DE MATERIAIS METÁLICOS

Neste item serão discutidos o estado encruado e os fenômenos que podem ocorrer durante recozimento posterior, tais como recuperação e recristalização.

2.9.1 O estado encruado

Processos de deformação mecânica, sejam a quente ou a frio, levam o material metálico ao chamado estado encruado. Dentre as alterações nas propriedades de um material encruado, é possível citar: os aumentos da resistência mecânica e da resistência elétrica, além do aumento da dureza e a redução da ductilidade.

A maior parte do trabalho gasto para deformar plasticamente um material metálico é dissipada na forma de calor. Segundo Kapoor e Nasser, alguns metais como o titânio e o cobre podem ter sua temperatura elevada em até 90°C quando deformados a taxas da ordem de 10^3 s^{-1} (23). Apenas uma pequena parcela da energia utilizada para deformação é armazenada no material na forma de defeitos cristalinos, principalmente defeitos puntiformes e discordâncias.

Portanto, os processos mecânicos que causam a deformação plástica de materiais metálicos levam ao aumento da energia interna desses materiais pelo aumento da concentração de defeitos cristalinos (principalmente discordâncias). Para boa parte dos casos, é possível estimar a energia armazenada de acordo com:

$$E = \frac{\rho G b^2}{2} \quad (5)$$

Onde E é a energia armazenada na forma de defeitos, ρ é a densidade de discordâncias, G é o módulo de cisalhamento e b é o vetor de Burgers.

Seria esperado que o novo estado em que o material se encontra fosse instável, e que os defeitos desaparecessem de maneira espontânea. Para que isso acontecesse, no entanto, seria necessária a ocorrência de mecanismos a nível atômico que são muito lentos em baixas temperaturas homólogas. Assim, a estrutura de defeitos adquirida durante o processo de deformação plástica é em geral retida a temperatura ambiente (24).

O arranjo e a distribuição dos defeitos cristalinos em um material deformado dependem de alguns fatores, dentre os quais é possível citar: a energia de defeito de empilhamento (EDE), a presença de átomos de soluto, a temperatura e a velocidade de deformação. A Figura 14 ilustra esquematicamente as diferenças entre os arranjos de discordâncias para materiais de elevada e baixa EDE.

Figura 14 – Desenho esquemático mostrando a distribuição de defeitos de linha dentro de um grão em materiais (a) de baixa EDE e (b) de alta EDE. (25)

De maneira geral, fatores que aumentam a mobilidade das discordâncias, (elevada EDE, temperaturas elevadas e taxas de deformação mais baixas) tendem a promover um arranjo de defeitos denominado de células de discordância, um arranjo de menor energia capaz de ser alcançado em virtude da mobilidade desses defeitos. Por outro lado, fatores que causem diminuição na mobilidade das discordâncias tendem a gerar uma distribuição mais homogênea desses defeitos ao longo do material. A Figura 15 mostra uma imagem obtida por microscopia eletrônica de transmissão (MET) que mostra um arranjo de células de discordância em alumínio deformado a temperatura ambiente.

Figura 15 – Micrografia obtida por MET mostrando o arranjo celular de discordâncias em alumínio deformado por laminação. (26)

2.9.2 Recuperação

A recuperação consiste na restauração parcial das propriedades de um material deformado devido à formação de estruturas de defeitos mais estáveis que aquelas observadas no material no estado encruado. Esse fenômeno pode acontecer durante o recozimento após a etapa de conformação mecânica (recuperação estática) ou durante a deformação plástica (recuperação dinâmica).

O fenômeno de recuperação depende de alguns fatores como: o tipo de material, as temperaturas de recozimento e o grau e a velocidade de deformação ao qual o material é submetido.

De maneira geral, o fenômeno da recuperação pode ser dividido em estágios que facilitam sua compreensão, sendo eles:

- a) Aniquilação das discordâncias: As discordâncias geradas por processos prévios de conformação mecânica podem ser aniquiladas através de dois mecanismos: (i) O encontro de duas discordâncias de sinais opostos em um mesmo plano de deslizamento e (ii) a combinação de escorregamento com desvio em discordâncias do tipo hélice com vetores de Burgers opostos. A aniquilação de discordâncias acontece para temperaturas homólogas na faixa de 0,2 a 0,3 T_f , sendo T_f a temperatura de fusão absoluta (25).
- b) Formação de estruturas de defeitos mais estáveis: Caso as discordâncias não aniquiladas possuam mobilidade suficiente, ocorre a formação de configurações destes defeitos através da formação de subgrãos. A formação dessas estruturas requer temperaturas acima de 0,4 T_f , para garantir as discordâncias mobilidade suficiente para os mecanismos de escorregamento com desvio e escalada (25).

A Figura 16 ilustra de maneira esquemática as etapas do fenômeno de recuperação. É possível notar a diminuição da densidade de discordâncias com o passar das etapas.

Figura 16 – Representação esquemática das etapas da recuperação de um metal deformado. (24)

2.9.2.1 Cinética de Recuperação

De maneira geral, o grau de recuperação pode ser estimado através da Equação 5, reproduzida por Padilha e Siciliano (25):

$$\frac{1}{\rho} - \frac{1}{\rho_0} = k \cdot t \quad (6)$$

Onde ρ é a densidade de discordâncias no instante t , ρ_0 é a densidade de discordâncias no instante $t = 0$, t é o tempo de recozimento e k uma constante a ser determinada.

A cinética de recuperação de materiais metálicos pode (de maneira mais simples e, estatisticamente mais confiável) ser quantificada através de medidas indiretas, isso é, através da variação de propriedades mecânicas (como dureza) ou elétricas (condutividade elétrica), por exemplo. Kuhlmann (27) em 1948 deduziu uma relação logarítmica para quantificar a porcentagem recuperada de um material recozido a uma dada temperatura (Equação 7):

$$\% \text{ Recuperada} = A - B \ln t \quad (7)$$

Onde t é o tempo de recozimento e A e B são constantes a serem determinadas. A relação proposta por Kuhlmann foi utilizada no presente trabalho

para quantificar a recuperação das amostras recozidas. A variável “% Recuperada” foi estimada de acordo com a dureza das amostras recozidas, como será posteriormente explicado.

2.9.3 Recristalização

A recristalização é um fenômeno que ocorre durante o recozimento e que é responsável pela restauração das propriedades mecânicas do material (como ductilidade e tenacidade à fratura) através da formação de novos grãos menores, equiaxiais e com concentração de defeitos cristalinos ordens de grandeza menor que a do estado encruado. Em outras palavras, a recristalização pode ser entendida como a migração de contornos de alto ângulo que varrem uma matriz encruada de modo a eliminar os defeitos cristalinos da região varrida. A maior parte da energia armazenada pelo material em virtude da deformação plástica é eliminada durante após a ocorrência da recristalização.

Para facilitar o entendimento, o fenômeno é em geral dividido em duas etapas: A nucleação dos primeiros grãos dentro do material encruado e o crescimento destes até a formação de uma microestrutura de grãos isentos de deformação. Conforme discutido por alguns autores, embora consolidado, o termo nucleação, que será adotado no presente trabalho, não é estritamente adequado para descrever o início do fenômeno, devido às diferenças existentes entre a nucleação em transformações de fases (como solidificação, por exemplo) e o início da recristalização (24-25).

2.9.3.1 Nucleação da recristalização

O termo “nucleação” da recristalização refere-se aos mecanismos de rearranjo de discordâncias que geram uma região com baixa concentração de defeitos circundada por um contorno de grão de alto ângulo capaz de migrar. Dessa forma, ao contrário do que coloca a teoria clássica de nucleação homogênea, os “núcleos” que formarão os novos grãos não são gerados durante o aquecimento, mas já estão presentes no material a partir do momento que este é deformado. Três mecanismos de nucleação são apresentados a seguir.

a) Migração de contornos de alto ângulo pré-existent: Esse mecanismo considera a existência de contornos de alto ângulo após deformação plástica do

material. É observado para baixos graus de deformação (até 40%) quando um contorno entre dois grãos migra no sentido do mais deformado, conforme mostra de maneira esquemática a Figura 17.

Figura 17 – Mecanismo de migração de contornos pré-existentes. O contorno migra do grão A, menos deformado, na direção do grão B, mais deformado. As estruturas representadas dentro de cada grão são células de discordâncias. (28)

A condição para ocorrência do mecanismo é o balanço energético favorável entre a redução da energia associada aos defeitos (discordâncias) e o aumento da energia associada ao crescimento da superfície associada ao contorno de grão em migração

b) Nucleação pela migração de subgrãos: Esse mecanismo foi proposto de maneira independente pelos pesquisadores Cahn e Beck. O mecanismo propõe a formação de uma região com baixa concentração de defeitos circundada por contornos de baixo ângulo (29-30). Uma vez formada tal estrutura, observa-se que os subcontornos são capazes de migrar perante ativação térmica. Essa migração faz com que os subcontornos absorvam as discordâncias e aumentem a diferença de orientação até se transformarem em contornos de alto ângulo capazes de varrer a matriz e eliminar defeitos cristalinos durante a sua movimentação. Tal mecanismo se mostrou atuante para materiais de baixa EDE que sofreram elevada deformação e foram recozidos a temperaturas elevadas (maiores que $0,7 T_f$). A Figura 18 mostra esquematicamente o mecanismo.

Figura 18 – Formação de um núcleo de recristalização a partir de um subgrão. (A) arranjo inicial, (B) O subgrão maior cresce às custas dos vizinhos, (C) Núcleo de recristalização é formado. (24)

c) Nucleação por coalescimento de subgrãos: O mecanismo propõe a formação de um núcleo de recristalização através do coalescimento de subgrãos vizinhos. De maneira equivalente, é possível descrever esse mecanismo como sendo proveniente da rotação de um subgrão em relação ao outro, conforme ilustrado de maneira esquemática pela Figura 19.

Figura 19 - Coalescimento de subgrãos. (a) Estrutura inicial antes da ocorrência do fenômeno, (b) Migração de subcontornos que causa efeito similar à rotação do subgrão CDEFGH. (c) Estrutura dos subgrãos após coalescimento. (d) Estrutura após ocorrência do mecanismo. (31)

2.9.3.2 Crescimento das regiões recristalizadas

Uma vez formados os núcleos de recristalização, acontece a migração dos contornos de alto ângulo que varrem a microestrutura eliminando os defeitos cristalinos. A velocidade de migração desses contornos é em geral descrita de acordo com:

$$V = m \Delta P \quad (8)$$

Onde m é a mobilidade dos contornos e P o potencial termodinâmico para a ocorrência da transformação.

A Equação 8 é útil para avaliar previamente a mobilidade dos contornos devido a sua simplicidade e clareza. Porém, o termo “ m ” associado a mobilidade dos contornos, não deixa explícito quais parâmetros exercem influência sobre este. Em

uma tentativa, Burke e Turnbull (32) propuseram um modelo que expressava a velocidade de migração dos contornos como indicado pela Equação 9:

$$V = \left[\frac{b^4 f}{kT} \exp\left(\frac{-E_A}{kT}\right) \right] \Delta P \quad (9)$$

Onde b é um parâmetro relacionado ao tamanho do átomo, f é a frequência atômica com que ocorrem saltos através da interface (nesse caso o contorno de grão), E_A é a energia de ativação para a movimentação atômica, k é a constante de Boltzman e T é a temperatura do sistema estudado.

Como colocado por Rollet e coautores (33), existem outros modelos baseados na Equação 8. No entanto, os autores também concluem que o desafio de encontrar uma relação matemática que relacione o fenômeno de recristalização e mecanismo de migração de contornos de grão de maneira confiável ainda persiste.

Um método para medir o avanço de contornos durante a recristalização foi proposto por Cahn e Hagel. Tal método permite a obtenção da velocidade média de migração de contornos (V_M) durante a recristalização pelo uso de estereologia quantitativa em micrografias (34):

$$V_M = \left(\frac{1}{S_{VR}} \right) \left(\frac{dV_{VR}}{dt} \right) \quad (10)$$

Onde S_{VR} é a área da interface entre regiões recristalizadas e não recristalizadas, V_{VR} é a fração volumétrica recristalizada e t é o tempo de recozimento.

2.9.3.3 Uso do modelo JMAK para descrever a cinética global de recristalização

Dos modelos matemáticos existentes para descrever a cinética de recristalização, aquele proposto pelos pesquisadores Johnson, Mehl, Kolmogorov e Avrami é um dos que mais se destaca pela sua boa correlação com os dados obtidos experimentalmente. Segundo esse modelo, a fração recristalizada (X) de um material deformado e recozido pode ser estimada segundo:

$$X = 1 - \exp(-At^n) \quad (11)$$

Onde A e n são constantes que podem ser determinadas experimentalmente e t é o tempo de recozimento. O modelo JMAK resulta em uma curva sigmoidal, conforme ilustrado pela Figura 20.

Figura 20 – Curva esquemática gerada pelo modelo JMAK.

Em geral, comparam-se os resultados experimentais (obtidos através de estereologia quantitativa) ao modelo JMAK plotando-se $\ln \{ \ln [1/(1-X_v)] \}$ pelo $\ln (t)$. Assim uma reta de inclinação n é obtida. A Figura 21 mostra curvas desse tipo para alumínio contendo 0,0068% de cobre (em porcentagem atômica), deformado 40% por laminação para diferentes temperaturas. É possível notar que para temperaturas de recozimento mais baixas, os dados experimentais começam a sofrer desvios em relação ao modelo matemático. Possivelmente, essas faixas de temperatura favoreçam a ocorrência o fenômeno de recuperação, que diminui o potencial termodinâmico para a ocorrência da recristalização.

Figura 21 – Curvas baseadas no modelo JMAK para alumínio de elevada pureza deformado 40% por laminação e recozido a temperaturas diferentes. (35)

O modelo JMAK considera algumas hipóteses simplificadoras, sendo elas:

- A taxa de nucleação de novos grãos é constante;
- A taxa com a qual novos grãos crescem obedece uma lei linear;
- A nucleação ocorre de forma aleatória e homogênea.

Mesmo apresentando razoável concordância com os resultados experimentais para alguns casos, tais hipóteses levam a desvios da realidade. Por exemplo, é sabido que a nucleação de novos grãos se dá em locais de maior energia (regiões com alta concentração de defeitos e heterogeneidades) e não de maneira aleatória e homogênea, como adotado pelo modelo JMAK.

2.9.3.4 Influência de átomos de soluto e partículas de segunda fase na recristalização de materiais metálicos.

A presença de átomos de soluto ou precipitados de segunda fase tende a alterar a cinética de recristalização de um metal puro. A Figura 22 ilustra como a presença de pequenos teores de Fe em solução sólida afeta a cinética de recristalização do Alumínio de alta pureza, neste caso, aumentando a temperatura necessária para promover a migração dos contornos de grão.

Figura 22 – Efeito de teores de Fe em solução sólida na cinética de recristalização do Al de alta pureza (1XXX). (36)

No caso das soluções sólidas, sabe-se que em geral estas tendem a dificultar o processo de recristalização, em comparação com o respectivo metal puro. Isso acontece porque apesar da presença de átomos de soluto causar um aumento na energia interna armazenada em um material deformado, as forças de arraste que as nuvens desses átomos impõem sobre os contornos de grão em migração atrasam a recristalização.

No que se refere à presença de precipitados, esta pode atrasar ou acelerar a recristalização. A predominância de um comportamento ou de outro depende do tamanho das partículas de segunda fase e do espaçamento entre elas. Um material com partículas grosseiras e bastante espaçadas tende, quando deformado, a gerar uma estrutura de maior densidade de discordâncias ao redor das partículas. Isso é, uma estrutura de maior energia interna acumulada na forma de defeitos, o que leva a um aumento no número de sítios propícios a nucleação da recristalização. A Figura 23 ilustra esquematicamente a deformação da rede ao redor de uma partícula grosseira.

Figura 23 – Esquema da distorção na rede gerada ao redor de partículas grosseiras. (34)

Já materiais com partículas finas (diâmetro menor que $1\mu\text{m}$) e pouco espaçadas tendem, quando deformados, a gerar a) uma estrutura de discordâncias mais homogeneamente distribuídas e b) o ancoramento dos subcontornos e contornos de grão em migração (37). Ambos os efeitos contribuem para retardar a cinética de recristalização.

Um caso de particular interesse é o recozimento de soluções sólidas supersaturadas previamente deformadas. Para o caso em questão, existem faixas de temperatura em que os fenômenos podem se sobrepor e se influenciar. A Figura 24 ilustra curvas TTT esquemáticas para ligas de alumínio deformadas por laminação ilustrando esse comportamento.

Figura 24 – Curvas TTT esquemáticas para recristalização e precipitação em ligas de alumínio. (25)

Para temperaturas de recozimento maiores que T_1 apenas a recristalização acontece. Para temperaturas de recozimento entre T_1 e T_2 a recristalização se completa antes do início da precipitação. Para temperaturas inferiores a T_2 a precipitação acontece antes do início da recristalização, o que tem influência sobre a migração dos contornos de alto ângulo e, por consequência, atrasa a cinética de formação dos novos grãos.

Jones e Humphreys (39) mostraram que o recozimento para ligas do sistema Al-Sc resultam em uma microestrutura com diferentes faixas de tamanho de grão. Isso ocorre devido ao fato da cinética de recristalização ser alterada após o início da precipitação das partículas de segunda fase. Com isso, a cinética de recristalização é retardada e grãos que surgiram antes da precipitação já estão na etapa de crescimento. A Figura 25 mostra a micrografia para a liga Al -0,12% Sc recozida por um minuto a 425°C .

Figura 25 - Micrografia da Al - 0,12%p Sc recozida por um minuto a 425°C (39)

2.9.4 Crescimento de grão

Após uma estrutura de grãos finos ser gerada pela recristalização, tem-se uma microestrutura que ainda não é a de menor energia interna. Grãos mais finos implicam em maiores áreas de contornos de grão, que por sua vez levam a um aumento da energia interna do sistema em virtude da energia associada às numerosas interfaces. Dessa forma, com o objetivo de atingir um estado mais estável, os grãos começam a crescer de modo a reduzir o número de grãos por unidade de volume e a área total dos contornos.

Esse tipo de comportamento é observado em muitos sistemas, não só aqueles ligados à área de metalurgia e materiais. A Figura 26 exhibe uma sequência de fotos obtida do trabalho de Smith retratando o crescimento em duas dimensões de bolhas de sabão em uma superfície plana de vidro. Os números ao lado de cada imagem indicam o tempo em minutos decorrido desde o início do experimento, quando o sistema foi agitado. É possível observar que, da mesma forma que acontece para os materiais metálicos em geral, as bolhas (grãos) maiores (que normalmente possuem mais de 6 lados) crescem às custas do desaparecimento das menores (que em geral possuem menos de 6 lados).

Figura 26 – Crescimento de bolhas de sabão em placa de vidro plano. (40)

Embora a recristalização e o crescimento de grão envolvam a migração de contornos de alto ângulo, existem algumas diferenças entre os dois casos. Enquanto o potencial termodinâmico para ocorrência do crescimento de grão é a diminuição da área total dos contornos, para a recristalização é a energia acumulada na forma de defeitos cristalinos que é reduzida. Outra diferença é a velocidade de migração dos contornos, que é maior durante a recristalização do que durante o crescimento de grão. Por fim, durante o crescimento de grão, os contornos se movem no sentido do seu centro de curvatura. Já na recristalização, o movimento dos contornos se dá no sentido contrário ao da curvatura.

Alguns fatores que influenciam a cinética do crescimento de grão são:

a) Temperatura: Sendo a migração dos contornos um fenômeno termicamente ativado, é de se esperar uma forte influência desse parâmetro no crescimento de grão. Maiores temperaturas tendem a acelerar a cinética do crescimento de grão

b) Presença de átomos de soluto ou partículas de segunda fase: A presença desses elementos na microestrutura do material pode ancorar o movimento dos contornos, resultado em atrasos no fenômeno de crescimento de grão.

c) Tamanho da amostra: Beck e coautores ao estudarem o crescimento de grão em alumínio de alta pureza, mostraram que o tamanho limite que alguns os grãos podem atingir durante o crescimento é função linear da espessura da chapa.

(41)

3. MATERIAIS E MÉTODOS

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

3.1 MATERIAL UTILIZADO

As amostras recebidas da AA 7075 no estado T6 (Solubilizada e envelhecida artificialmente) foram recebidas na forma de chapas (10 mm de espessura) e chegaram acompanhadas de análise química do fornecedor.

3.2 CORTE DAS AMOSTRAS

Para o corte das amostras foi utilizada uma máquina de corte por jato d'água, localizada no Departamento de Engenharia de Minas da Escola Politécnica. A escolha foi tomada em razão do baixo grau de aquecimento e deformação resultantes do uso dessa técnica, fatores sensíveis quando se lida com um material envelhecido do qual se deseja estudar o fenômeno de amolecimento. As amostras foram cortadas a partir de chapas de 10 mm de espessura em formas adequadas para a sua posterior caracterização e processamento.

3.3 CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL COMO RECEBIDO

A amostra da AA 7075 no estado T6 foi caracterizada com uso das técnicas experimentais descritas a seguir.

3.3.1 Medidas de condutividade elétrica

A condutividade elétrica de amostras com formato de paralelepípedo reto (com dimensões 15 mm x 15 mm x 10 mm) foi medida com emprego de um condutivímetro, marca Zappi, modelo DC-11M, localizado no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica.

As medidas dadas pelo instrumento são porcentagens da condutividade do cobre recozido (*IACS: International Annealed Copper Standard*). Dessa forma um material com 65 IACS de condutividade possui 65% da condutividade do cobre padrão recozido.

Para cada amostra foram realizadas três medidas. Sendo tais amostras planas, não foram necessários procedimentos de desbaste ou para dar acabamento a superfície. O padrão de calibração usado foi o da liga de alumínio de 59,4% IACS, fornecido pela Zappi juntamente com o condutivímetro.

3.3.2 Preparação metalográfica

O material como recebido foi enviado para a CBA, empresa do grupo Votorantim localizada em Alumínio – SP, para análise metalográfica pelo seguinte procedimento:

- As amostras em formato de paralelepípedo reto (com dimensões 15 mm x 15 mm x 10 mm) foram lixadas com lixas de carboneto de silício (SiC) de granulometria 220, 400, 800 e 1200 e então lavadas com água destilada e secas.
- Em seguida foi utilizada uma suspensão de alumina para um polimento mais grosseiro.
- Por fim, utilizou-se sílica coloidal para dar o polimento final. As amostras foram lavadas e secas.

A seguir, a amostra foi anodizada com solução de HBF_4 1,8%, utilizando fonte 20V e anodo da AA 1050 para revelar a estrutura de grãos.

Uma segunda amostra de mesmo formato foi preparada no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais através do seguinte procedimento:

- As amostras foram lixadas com lixas de carboneto de silício (SiC) de 400, 600 e 1200, e então lavadas com água destilada e secas.
- A seguir foi realizado um polimento grosseiro com uso de pasta diamantada de granulometrias 6 μm , 3 μm e 1 μm e lubrificadas com álcool etílico. As amostras foram novamente lavadas com água destilada após cada etapa.

Tal amostra não foi atacada e foi preparada com o intuito de ser levada ao microscópio eletrônico de varredura para análise mais detalhada dos precipitados

3.3.3 Microscopia óptica e de luz polarizada (MO)

A primeira amostra preparada conforme descrito no item anterior foi levada a um microscópio óptico com polarizador de luz, marca Olympus BX51M, localizado na

empresa CBA em Alumínio – SP, para uma análise preliminar que tinha como objetivo observar a morfologia e distribuição dos precipitados e a forma e o tamanho dos grãos. Foram tomadas micrografias com e sem o auxílio de luz polarizada

3.3.4 Microscopia eletrônica de varredura, EDS e EBSD

Análises por microscopia eletrônica de varredura foram realizadas em uma amostra não atacada, em um microscópio da marca Philips, modelo FEG - Inspect 50, localizado no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica. O equipamento foi também utilizado devido ao fato de possuir um analisador de raios X por dispersão de energia (EDS). O EDS foi utilizado para microanálise química semiquantitativa dos precipitados presentes na liga através da sua aplicação em regiões e pontos selecionados. Adicionalmente, a técnica de EBSD (Difração de elétrons retroespalhados) acoplada ao microscópio eletrônico de varredura foi utilizada com o objetivo de constatar a ocorrência da recristalização nas amostras posteriormente recozidas.

3.3.5 Microscopia eletrônica de transmissão (MET)

Foram realizadas análises via microscopia eletrônica de transmissão para as amostras superenvelhecidas a 300°C por 5 horas. As análises foram conduzidas no microscópio FEI TECNAI G² F20 HRTEM do Laboratório de Caracterização Estrutural da Universidade Federal de São Carlos (UFScar) em São Carlos – SP. As amostras foram preparadas previamente no Instituto de Pesquisas Energéticas Nucleares (IPEN) em São Paulo – SP através de corte de lâmina fina, estampagem de disco, afinamento mecânico por lixamento manual e polimento eletrolítico em solução de 80% Metanol e 20% HNO₃. Os parâmetros de polimento foram 25 V com corrente de 300 mA.

3.3.6 Dureza Vickers

Ensaio de dureza Vickers foram realizados ao longo da superfície de uma amostra mecanicamente polida e sem ataque. As medidas foram realizadas em um microdurômetro da marca Zwick, localizado no Departamento de Engenharia Metalúrgica e Materiais da Escola Politécnica. Uma carga de 300 gramas foi utilizada e foram tomadas 10 medidas por amostra.

3.3.8 Difração de raios X

Amostras AA 7075 nos estados T6 e após superenvelhecimento (em formato de paralelepípedo de dimensões 15 mm x 15 mm x 5 mm) tiveram sua superfície preparada através de polimento mecânico e foi submetida 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 da Escola Politécnica. Os parâmetros de análise foram:

- Passo angular: $0,02^\circ$ (faixa: 20° - 120°)
- Tempo por passo: 10 segundos
- Tubo de cobre – radiação $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1,542 \text{ \AA}$)

3.4 TRATAMENTOS TERMOMECAÑICOS

Os itens a seguir descrevem os tratamentos termomecânicos a qual foram submetidas amostras no estado “como recebido” (T6)

3.4.1 Solubilização

Para a etapa de solubilização, amostras cortadas a partir da chapa do material no estado inicial foram levadas a um forno do tipo mufla instalado nas dependências do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica a 485°C por 5h.

Atingindo-se o tempo previsto, as amostras foram rapidamente retiradas do forno e resfriadas em mistura de água + gelo a 0°C . As amostras foram então submetidas aos mesmos ensaios e experimentos (descritos nos itens 3.3.2 ao 3.3.7, com exceção da microscopia óptica) realizados nas amostras no estado inicial.

3.4.2 Superenvelhecimento

Com o objetivo de causar o engrossamento das partículas responsáveis pelo endurecimento do material, realizou-se um tratamento (no mesmo forno descrito no item anterior) para gerar amostras que daqui em diante passarão a ser chamadas de superenvelhecidas. Para tal finalidade, amostras cortadas a partir da chapa do material no estado inicial foram tratadas a 300°C por 5 horas.

Atingindo-se o tempo previsto, as amostras foram rapidamente retiradas do forno e resfriadas em mistura de água + gelo a 0°C. As amostras foram então submetidas aos mesmos ensaios e experimentos (descritos pelos itens 3.3.2 ao 3.3.8, com exceção da microscopia óptica) realizados nas amostras no estado inicial.

Adicionalmente, um segundo tratamento de superenvelhecimento foi realizado a mesma temperatura (300°C) mas por 72 horas. O objetivo desse novo tratamento era promover o coalescimento adicional das partículas para facilitar a microanálise química via EDS.

3.5 LAMINAÇÃO A FRIO DAS AMOSTRAS SUPERENVELHECIDAS

Amostras em formato de tiras retangulares (dimensões 10 mm x 15 mm x 133 mm) que sofreram tratamento a 300°C por 5 horas (superenvelhecidas) foram submetidas à laminação a temperatura ambiente para se obter um material deformado plasticamente com reduções em espessura de 45%, 75% e 90%. As amostras solubilizadas não foram laminadas em função da dificuldade apresentada por essas em sofrer deformação plástica a frio.

Tal etapa foi realizada em laminador duo reversível instalado no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica, e tinha como objetivo encruar o material para posteriormente recozê-lo. A direção de laminação escolhida foi transversal à direção usada pelo fabricante em processos anteriores. Os passes tiveram dimensão de 0,2 mm a fim de se atingir a redução almejada. Após cada passe, as amostras eram resfriadas em água. As amostras laminadas são mostradas na Figura 27.

Figura 27 – Tiras superenvelhecidas após laminação de 90% de redução em espessura

A partir das tiras laminadas foram retiradas pequenas amostras retangulares que foram submetidas a tratamentos térmicos que serão descritos posteriormente. Para tal finalidade, utilizou-se a cortadeira da marca Struers, instalada no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica. Foi utilizado um disco de corte diamantado de 100 mm de diâmetro a 3000 rpm.

3.6 RECOZIMENTO DAS AMOSTRAS LAMINADAS

As amostras cortadas, superenvelhecidas e laminadas 45% em redução de espessura conforme descrito no item anterior, foram submetidas a um tratamento isotérmico (300°C por diferentes tempos) e a outro isócrono (4 horas a diferentes temperaturas) em forno tubular horizontal, localizado no laboratório de processamento de cerâmicas do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica. A Tabela 4 resume os primeiros tratamentos realizados para as amostras deformadas em 45% de redução em espessura.

Tabela 4 - Especificações dos tratamentos isócronos utilizados para as amostras deformadas

Redução em espessura	Temperatura(s)	Intervalo(s) de tempo utilizado(s)
45%	300°C	30 min, 1h, 4h, 8h
45%	150°C, 200°C, 250°C,	4h

Após cada recozimento, realizou-se o ensaio de dureza Vickers para cada uma das amostras, da mesma forma descrita na seção 3.3.6. Os resultados desses primeiros recozimentos auxiliaram a seleção da temperatura para os tratamentos

isotérmicos realizados em seguida, também para as amostras deformadas em 45% em redução de espessura. A Tabela 5 mostra os parâmetros selecionados para os novos tratamentos térmicos.

Tabela 5 - Especificações dos tratamentos isotérmicos utilizados para as amostras deformadas 45%

Redução em espessura	Temperatura(s)	Intervalo(s) de tempo utilizado(s)
45%	200°C	30 min, 1h, 2h, 4h
45%	250°C	30 min, 1h, 2h, 4h

Após cada recozimento, realizou-se também o ensaio de dureza Vickers para cada uma das amostras, da mesma forma descrita na seção 3.3.6.

Em função dos resultados obtidos pelo recozimento das amostras deformadas 45% em redução de espessura, foram selecionados os parâmetros para recozimento das amostras deformadas em 75% e 90%, conforme indicado na Tabela 6.

Tabela 6 - Especificações dos tratamentos isócronos utilizados para as amostras deformadas 75% e 90%

Redução em espessura	Intervalo de tempo utilizado	Temperaturas utilizadas
75%	1h	150°C, 200°C, 250°C, 300°C, 350°C e 400°C
90%	1h	150°C, 200°C, 250°C, 300°C, 350°C e 400°C

Após cada recozimento, realizou-se também o ensaio de dureza Vickers para cada uma das amostras, da mesma forma descrita na seção 3.3.5.

Por fim, afim de se estudar a cinética de recristalização do material superenvelhecido e deformado 90% em redução de espessura, tratamentos térmicos de 400°C em diferentes intervalos de tempo foram realizados, conforme mostra a Tabela 7.

Tabela 7 - Especificações dos tratamentos isotérmicos utilizados para as amostras deformadas 90%

Redução em espessura	Intervalo de tempo utilizado	Temperaturas utilizadas
90%	8 min, 15 min e 45 min	400°C

A Figura 28 mostra um fluxograma que resume os procedimentos descritos na secção materiais e métodos.

Figura 28 – Fluxograma – resumo da secção materiais e métodos. As etapas contidas nos diagramas de contorno vermelho são referentes ao processamento do material estudado, enquanto as técnicas de caracterização utilizadas em cada etapa são colocadas nos diagramas de contorno azul.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados e discussões serão divididos e apresentados de acordo com os seguintes itens:

- Caracterização das microestruturas e obtenção de propriedades mecânicas (dureza Vickers e ensaios de tração) das amostras no estado “como recebido” e após tratamentos térmicos iniciais (de solubilização a 485°C e superenvelhecimento a 300°C ambos por 5 horas).
- Laminação a frio da amostra superenvelhecida, com 45%, 75% e 90% em redução de espessura, seguida de tratamentos térmicos isócronos e isotérmicos.

4.1 MICROESTRUTURAS E MEDIDAS DE DUREZA DAS AMOSTRAS NO ESTADO COMO RECEBIDO E APÓS TRATAMENTOS DE SUPERENVELHECIMENTO E SOLUBILIZAÇÃO.

4.1.1 Composição química

A Tabela 8 mostra a composição química disponibilizada pelo fornecedor da AA 7075 no estado como recebido (T6).

Tabela 8 – Composição química (em % em massa) da AA 7075 no estado como recebido

Elemento	Ti	Mn	Si	Cr	Fe	Cu	Mg	Zn	Al
% massa	0,02	0,08	0,08	0,19	0,26	1,3	2,3	5,2	90,57

4.1.2 Microscopia óptica e de luz polarizada

A Figura 29 mostra a micrografia da AA 7075 no estado T6 obtida com uso de microscopia óptica e aumento de 200 vezes.

Figura 29 – Micrografia obtida por microscopia óptica da AA 7075 no estado T6 (sem ataque).

A Figura 30 mostra a micrografia da AA 7075 no estado T6 obtida com uso da microscopia óptica de luz polarizada e aumento de 50 vezes. Na figura é indicado o sentido de laminação a qual foi submetido o material em alguma etapa anterior de seu processamento.

Figura 30 - Micrografia da AA 7075 no estado T6 obtida através de microscopia óptica de luz polarizada.

A micrografia indica uma estrutura de grãos de contornos encurvados e alongados na direção de laminação. Estruturas similares de grãos também foram observadas em outros trabalhos com a liga AA 7075 – T6 [42-43].

A não linearidade dos contornos pode ser explicada pela interação destes com os precipitados presentes no material. Tal interação promove o ancoramento dos contornos e dificulta a migração destes durante a recristalização.

As cores, relacionadas à orientação espacial ou cristalográfica de cada grão, não estão muito bem definidas para alguns grãos. A Figura 31 mostra a micrografia com aumento de 100 vezes, indicando locais onde tal fenômeno ocorre. É possível que nessas regiões existam subgrãos que ainda não migraram durante a recristalização e que sejam responsáveis pelo efeito de cores mencionado.

Figura 31 - Micrografia da AA 7075 (T6) obtida com microscopia óptica de luz polarizada. As setas indicam regiões de cores não bem definidas, possivelmente geradas pela presença de subcontornos.

Tais observações sugerem um material não totalmente recristalizado, visto que se a recristalização tivesse se completado, uma estrutura de grãos equiaxiais e de contornos retos seria o resultado esperado.

4.1.3 Microscopia eletrônica de varredura e EDS

A Figura 32 mostra micrografia da AA 7075 no estado “como recebido” (T6) obtida por microscopia eletrônica de varredura com aumento de 150 vezes no modo de elétrons retroespalhados. É possível observar partículas mais claras alinhadas na direção de um processo de laminação prévio.

Figura 32 - Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura (imagem com elétrons retroespalhados) da AA 7075 no estado T6.

A Figura 32 mostra uma micrografia de maior amplificação sobre as partículas onde aconteceram as análises via EDS: Um ponto (Ponto 1) e três áreas (Área 1, Área 2 e Área 3). No ponto indicado por "1", observa-se uma coloração mais clara, enquanto a Área 1 apresenta uma coloração levemente acinzentada. A Área 2, de coloração cinza escura, foi escolhida de modo a abranger a matriz e a Área 3 foi escolhida sobre uma das partículas intermetálicas que possuíam coloração mais escura.

Figura 33 – Imagem com elétrons retroespalhados obtida por microscopia eletrônica de varredura indicando as regiões de análise por EDS na AA 7075 no estado T6.

Os espectros de dispersão de energia para as regiões selecionadas são mostrados na Figura 34.

Figura 34 – Espectros de dispersão de energia das regiões selecionadas; (a) Ponto 1, (b) Área 1, (c) Área 2 e (d) Área 3.

Em relação ao Ponto 1, observa-se um elevado teor de cobre, sendo este um indicativo de que a partícula em questão possa ser um intermetálico binário, como o Al_2Cu (fase θ) ou talvez um ternário, como o AlCuMg .

Já na Área 1, nota-se um sinal mais forte relativo ao ferro conforme ilustra o espectro de dispersão na Figura 34. É possível que a área abrangida pela análise esteja próxima da matriz e, talvez, sobre alguma partícula intermetálica rica em ferro e praticamente indissolúvel na matriz, como por exemplo o intermetálico binário Al_3Fe ou um ternário como o $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$.

A análise realizada sobre a Área 2, observada na Figura 34, indica, conforme esperado, uma matriz rica em alumínio com presença Zn e Mg, em solução sólida.

Por fim, a Área 3, escolhida sobre a superfície de uma partícula escura, apresenta elevados teores de Mg e Si que indicam a possível presença do composto intermetálico Mg_2Si (fase β). Não foram encontradas mais partículas dessa fase durante a análise.

É válido lembrar que a microanálise química realizada pelo EDS no presente trabalho tem caráter semiquantitativo. Tal técnica é de grande valia, visto que mesmo elementos em quantidades muito pequenas podem ser detectados. No entanto, é possível que durante a interação do feixe de elétrons com o precipitado a ser analisado, os elementos presentes na matriz (ou até mesmo em algum precipitado próximo àquele que se pretende estudar) sejam detectados e causem interferência na análise.

Após tratamento de superenvelhecimento (300°C por 5h), o material foi novamente analisado via microscopia eletrônica de varredura e EDS. Para pequenas ampliações (por exemplo, 150 vezes) não houve mudanças aparentes na estrutura dos precipitados. No entanto, aumentos maiores, evidenciaram o surgimento de partículas muito pequenas e claras, conforme mostrado na Figura 35.

Figura 35 – Imagem com elétrons retroespalhados obtida por microscopia eletrônica de varredura dos precipitados encontrados na amostra superenvelhecida a 300°C por 5 horas. As setas indicam os novos precipitados que surgiram após superenvelhecimento.

É possível notar que as novas partículas precipitaram concentradas em algumas regiões, muito provavelmente nos contornos de grão da matriz rica em alumínio. Não foi possível realizar uma microanálise pontual acerca da composição química desses pequenos precipitados. No momento da análise descrita, suspeitou-se que poderiam ser partículas de $MgZn_2$ que engrossaram durante o tratamento.

Com o objetivo de causar um engrossamento maior das partículas, um tratamento térmico a 300°C, mas dessa vez por 72 horas, foi conduzido partindo-se da amostra no estado inicial (T6). A Figura 36 mostra a micrografia eletrônica obtida com elétrons retroespalhados da amostra tratada. Nota-se uma fração maior de partículas mais claras em relação à amostra tratada por 5 horas.

Figura 36 - Imagem com elétrons retroespalhados obtida por microscopia eletrônica de varredura dos precipitados encontrados na amostra superenvelhecida a 300°C por 72 horas.

A presença de precipitados maiores torna mais confiável a análise composicional destes via EDS. A Figura 37 mostra a micrografia eletrônica com a indicação da região onde foi realizada a microanálise química.

Figura 37 - Imagem com elétrons retroespalhados obtida por microscopia eletrônica de varredura dos precipitados encontrados na amostra superenvelhecida a 300°C por 72 horas. O ponto 1 indica a região analisada via espectroscopia de raios – X.

A Figura 38 mostra o espectro de dispersão de energia para a região selecionada na Figura 36. Na análise é possível notar sinais de elevada intensidade para o Mg e o Zn. Sendo a intensidade do sinal de Zn aproximadamente o dobro do sinal relativo ao Mg, tem-se um forte indício da presença da fase MgZn_2 , e o amolecimento da amostra envelhecida em relação ao estado T6 (como será discutido na seção 4.1.4) pode ser explicado pelo engrossamento dessa fase.

Figura 38 - Espectro de dispersão de energia das regiões assinalada como ponto 1 na Figura 38.

O material foi também analisado via microscopia eletrônica de varredura após tratamento de solubilização (485°C por 5 horas). A Figura 39 mostra micrografia da AA 7075 no estado solubilizado com aumento de 150 vezes obtida no modo de elétrons retroespalhados. Também é possível notar a presença de precipitados claros alinhados para este caso.

Figura 39- Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura (imagem com elétrons retroespalhados) da AA 7075 no estado solubilizado.

O EDS foi utilizado sobre as partículas e sobre a matriz de modo a identificar de maneira semiquantitativa composição química destes. A Figura 40 mostra uma micrografia realizada com aumento de 2500 vezes, indicando os pontos e a área sobre os quais foram feitos a microanálise.

Figura 40 – Imagem com elétrons retroespalhados obtida por microscopia eletrônica de varredura indicando as regiões de análise por EDS na AA 7075 no estado solubilizado.

Os espectros de dispersão de energia para as regiões selecionadas são mostrados na Figura 41. Com relação à partícula, é possível constatar a presença de ferro, indicando que o intermetálico em questão possa ser indissolúvel na matriz mesmo em temperaturas mais elevadas. A análise sobre a matriz indica a presença de cobre em solução sólida, elemento praticamente ausente no espectro da matriz da amostra no estado T6. Não foram encontradas partículas de elevados teores de cobre, magnésio e zinco, indicando que a solubilização (ao menos parcial) para tais partículas foi bem-sucedida.

Figura 41 - Espectros de dispersão de energia das regiões selecionadas; (a) Ponto 1 e (b) Área 1.

4.1.4 Microscopia eletrônica de transmissão

A Figura 42 mostra micrografia obtida por microscopia eletrônica de transmissão da amostra superenvelhecida (300°C por 5 horas). Nota-se a mesma estrutura de grãos alongados na direção de laminação prévia observada para a amostra no estado T6. É possível observar também a presença de pequenos precipitados escuros tanto nos contornos quanto no interior dos grãos. Os pequenos pontos mais claros, presentes nos contornos de grão, são resultado de precipitados que se descolaram da matriz durante a preparação das amostras.

Figura 42 - Micrografia obtida via microscopia eletrônica de transmissão mostrando a estrutura de precipitados da liga após superenvelhecimento a 300°C por 5 horas. Os pontos mais claros são resultado de precipitados que se descolaram da matriz durante a preparação das amostras.

A microanálise química dos precipitados observados por microscopia eletrônica de transmissão foi realizada, ainda no microscópio, via espectroscopia de dispersão de raios X. Os resultados, indicados na Figura 43, mostram a presença de picos de Mg e Zn (além daqueles associados ao Al), indicando se tratar da fase MgZn_2 . A análise via EDS realizada via microscopia eletrônica de transmissão tem caráter mais confiável, visto que a espessura da amostra analisada (da ordem de 100 nm) reduz a emissão de raios – X provenientes da matriz durante a análise. Dessa forma, o espectro obtido pode ser melhor relacionado ao ponto (precipitado) que se deseja estudar. A análise via EDS e difração de raios X (seção 4.1.3), juntamente com a comparação com os estudos conduzidos por Huo e colaboradores (44) permitem identificar os precipitados como a fase de equilíbrio MgZn_2 .

Figura 43 - Espectro de dispersão de energia da fase dispersa pela matriz nas amostras superenvelhecidas a 300°C por 5 horas.

4.1.5 Difração de Raios X

A análise de difração de raios X da liga AA7075 no estado “como recebido” (T6) é apresentada na Figura 44. Observa-se que os picos correspondentes a matriz rica em alumínio tem suas intensidades relativas alteradas em relação aos apontados pela ficha ICDD 01-085-1327 (que aponta o pico relativo ao plano (110) como sendo o mais intenso). Tal fenômeno indica presença de textura no material, algo comum de acontecer devido a processos de deformação prévios.

Figura 44 - Difratograma da liga AA 7075 no estado T6. Radiação utilizada: Cu α 1.

A Figura 45 também mostra o difratograma para a AA 7075 (T6), mas com uma maior ampliação. Além dos picos relativos ao alumínio (solução sólida), detectou-se a presença de picos menores, próximos aos ângulos 2θ de 58° e 62° . Tais picos não foram identificados, mas acredita-se que sejam relacionados a inclusões insolúveis de Fe e Si, tendo em vista que os mesmos foram observados no difratograma das amostras tratadas termicamente, como será mostrado adiante.

Embora não encontrada no difratograma da AA 7075 no estado T6, a presença da fase Al_2CuMg já foi sugerida por Cogan e colaboradores para a liga AA 7075 envelhecida em temperaturas elevadas (45). Outro estudo, realizado por Wert (46), na liga AA 7075 superenvelhecida a 400°C apontou que os precipitados presentes são compostos por uma combinação dos intermetálicos MgZn_2 e AlCuMg , podendo ser representados por $\text{Mg}(\text{Zn}_2, \text{AlCu})$. É possível que em virtude da baixa fração volumétrica, tais fases não tenham sido detectadas por difração de raios X, que embora precisa, apresenta limite de detecção pobre.

Figura 45 – Difratograma ampliado da liga AA 7075 no estado T6. Radiação utilizada: $\text{Cu } K\alpha 1$.

O difratograma relativo à amostra tratada a 300°C por 5 horas é mostrado de maneira ampliada na Figura 46. Novamente, o asterisco indica uma região de picos ainda não identificados. No difratograma ampliado observa-se a formação de dois novos picos próximos do ângulo $2\theta = 20^\circ$. Tais picos são indício da precipitação, ou simplesmente do engrossamento, das partículas de AlCuMg e foram identificados com auxílio da ficha ICSD número 03-065-5952.

Figura 46 – Difratograma da liga AA 7075 após tratamento de superenvelhecimento a 300°C. Radiação utilizada: Cu $K\alpha_1$.

Picos mais intensos, presentes na região $40^\circ < 2\theta < 50^\circ$, puderam ser analisados pela ampliação do difratograma na região de interesse. É conhecido que a fase $MgZn_2$ promove o surgimento de picos nessa região, conforme encontrado por outros trabalhos com a AA 7075 (47-48). Dois picos dessa região foram associados ao $MgZn_2$, pela proximidade com o picos indicados pela ficha ICSD número 01-077-1177. É possível que tais picos estejam sobrepostos àqueles gerados pelo $MgZn_2$, em virtude da proximidade dos ângulos de difração nessa região para essas fases.

A difração de raios x também foi utilizada na amostra solubilizada (tratada a 485°C por 5h). A Figura 47 mostra o difratograma em questão. Em relação ao estado “como recebido”, nota-se uma diminuição da intensidade relativa do primeiro pico (planos (110)) e do pico relativo aos planos (222).

Figura 47 - Difratograma da liga AA 7075 no estado solubilizado. Radiação utilizada: Cu $K\alpha_1$.

Maiores ampliações ilustram mais claramente as diferenças de intensidade dos picos relatada no parágrafo anterior, como ilustra a Figura 48 (Compare com o difratograma da amostra no estado T6, apresentada na Figura 45 da Página 53).

Figura 48 – Difratograma ampliado da liga AA 7075 no estado solubilizado. Radiação utilizada: Cu α 1.

4.1.6 Medidas de dureza Vickers

As medidas de dureza Vickers (HV) foram tomadas para as amostras no estado T6 e após os tratamentos de solubilização e superenvelhecimento. Os resultados são mostrados na Figura 49.

Figura 49 – Medidas de dureza Vickers das amostras no estados inicial, superenvelhecido e solubilizado.

Para ambos os tratamentos, o resultado observado é um decréscimo na dureza na liga em relação ao estado inicial. No caso da amostra superenvelhecida, a queda no valor de dureza pode ser explicada pelo engrossamento das partículas de $MgZn_2$, as principais responsáveis por causar o endurecimento na AA 7075.

Já no caso do tratamento de solubilização, a diminuição da dureza medida acontece em função da dissolução das partículas responsáveis pelo aumento de resistência. Embora os elementos em solução sólida também sejam responsáveis por endurecimento, estes não são tão eficazes quanto precipitados intermetálicos dispersos e coerentes com a matriz, como aqueles existentes na amostra na condição como recebida (T6).

4.1.7 Medidas de condutividade

As medidas de condutividade (em % IACS) obtidas para as amostras tratadas termicamente são mostradas na Tabela 9.

Tabela 9 - Medidas de condutividade elétrica em % IACS para as amostras da AA 7075 após diferentes tratamentos térmicos.

Medidas	Tratamentos térmicos		
	T6	Superenvelhecida	Solubilizada
MÉDIA	32,2	39,7	29,0
DESVIO PADRÃO	0,1	0,1	0,2

É possível observar que em relação ao material no estado “como recebido” (T6) há um aumento na condutividade da liga após tratamento térmico a 300°C por 5h (amostra “superenvelhecida”). Tal aumento pode ser atribuído à presença de intermetálicos, como $MgZn_2$, que se formam ou engrossam, respectivamente a partir dos elementos em solução sólida ou de pequenos precipitados já presentes na liga. A retirada dos átomos em solução sólida resulta na diminuição de centros de espalhamento de elétrons e, por consequência, no aumento da condutividade elétrica.

Em relação ao estado solubilizado, observa-se uma queda no valor da condutividade. A justificativa é análoga àquela dada para o caso da amostra superenvelhecida. A solubilização de alguns precipitados aumenta a concentração

de átomos de soluto na matriz, o que aumenta o número de centros de espalhamento de elétrons e causa queda na condutividade elétrica.

4.2 LAMINAÇÃO A FRIO DAS AMOSTRAS SUPERENVELHECIDAS SEGUIDA DE RECOZIMENTOS ISÓCRONOS E ISOTÉRMICOS.

Inicialmente, foram realizados experimentos prospectivos de laminação que mostraram a elevada dificuldade para se deformar a frio no material solubilizado e relativa facilidade em fazê-lo para o material superenvelhecido. Enquanto o primeiro grupo apresentava trincas para graus de redução em espessura próximos de 20%, o segundo grupo conseguiu ser deformado em até 90% em redução de espessura. Dessa forma, optou-se por conduzir o estudo do amolecimento do material superenvelhecido.

4.2.1 Amostras superenvelhecidas laminadas em 45% de redução em espessura

Um grupo de amostras superenvelhecidas foi laminado a temperatura ambiente partindo-se da espessura inicial de 10 mm até atingir a espessura final de 5,5 mm (45% de redução em espessura). A amostra superenvelhecida a 300°C e laminada a frio apresentou grãos com coloração menos definida (Figura 50), em comparação com as imagens obtidas para o estado T6 (compare com a Figura 31). A deformação, além de causar o alongamento dos grãos no sentido da laminação, introduz arranjos de discordâncias no material, que por sua vez acarretam mudanças de orientação no interior de cada grão, causando o efeito mencionado nas cores.

Figura 50 - Micrografia obtida com microscopia óptica de luz polarizada da liga na condição superenvelhecida a 300°C e em seguida laminada a frio até 45% de redução em espessura

O próximo passo consistiu de recozimentos (uma série isotérmica e outra isócrona) com o objetivo de prospectar faixas de temperatura e tempo apropriadas para estudar a recristalização da AA 7075 na condição superenvelhecida a 300°C por 5 horas.

A barra deformada foi cortada em tiras retangulares. Tais tiras foram levadas a um forno tubular horizontal para serem recozidas a 300°C pelos tempos de 30 minutos, 1 hora, 4 horas e 8 horas. A seguir, estes foram embutidos a frio, lixados, polidos e foram submetidos ao ensaio de dureza Vickers. A Figura 51 mostra o resultado obtido.

Figura 51 – Variação da dureza Vickers com o tempo de recozimento para a temperatura de recozimento de 300°C.

O gráfico sugere que para a temperatura de 300°C, o amolecimento é completo para tempos superiores a uma hora, visto que a dureza medida para maiores intervalos de tempo atinge o mesmo nível daquela observada para o material superenvelhecido e praticamente não se altera.

Em virtude da dificuldade de se medir a fração amaciada através de estereologia quantitativa, utilizou-se um método indireto baseado na dureza. Para tal, utiliza-se o grau de amolecimento, calculado pela relação exibida na Equação 12.

$$X_S = \frac{H_0 - H}{H_0 - H_{rec}} \quad (12)$$

Onde H_0 corresponde à dureza medida após trabalho de deformação a frio, H_{rec} é a dureza do material no estado inicial (no caso superenvelhecido) e H é a dureza do material após recozimento sobre condições de tempo e temperatura determinados.

A seguir, realizou-se um tratamento térmico isócrono. Mais três pequenas amostras retiradas da barra superenvelhecida a 300°C e deformada (45% em redução de espessura). Foram tratadas por 4 horas nas temperaturas de 150°C, 200°C e 250°C. Adicionalmente, foi utilizada a curva anteriormente apresentada (tratamento a 300°C por 4 horas) para a obtenção de um quinto ponto. A Figura 52 mostra o resultado das medidas de dureza Vickers medidas para cada temperatura. A carga utilizada foi 300g e foi tomada a média de dez medidas.

Figura 52 - Variação da dureza Vickers com a temperatura de recozimento para o tempo de 4 horas.

A metodologia utilizada anteriormente para estimar a fração amaciada pode ser aplicada para mais pontos nesse segundo tratamento. O resultado é apresentado na Tabela 10.

Tabela 10 - Dureza e fração amaciada para recozimento da AA 7075 (superenvelhecida a 300°C por 5 horas e deformada 45% a temperatura ambiente por laminação) por 4 horas a diferentes temperaturas.

Temperatura (°C)	Dureza (HV)	Fração amaciada
150	113,6	0,162
200	96	0,629
250	84	0,947
300	81,8	≈1,000

Com auxílio dos resultados obtidos até esse ponto, foram realizados mais dois recozimentos isotérmicos (200°C e 250°C) por 30 minutos, 1 hora, 2 horas e 4 horas. A Figura 53 exibe a curva de amolecimento obtida nesses tratamentos. É possível observar que para o tempo de 4 horas, o amaciamento se completa para a temperatura de 250°C. Já para o mesmo tempo, mas a 200°C, a fração amaciada estimada é de 63%.

Aparentemente, ambas as curvas atingem um patamar para o intervalo de tempo estudado, de modo que maiores intervalos de tempo poderiam não causar

diminuição significativa da dureza. Por exemplo, no caso do recozimento a 200°C, é possível que mesmo para tempos maiores que 4 horas não ocorra alterações significativas na dureza do material. Ainda que a dureza não tenha atingido valores próximos ao do material no estado superenvelhecido, existe a possibilidade da temperatura de recozimento em questão não ser elevada o suficiente para dar continuidade ao amaciamento do material.

Figura 53 – curvas de amolecimento obtidas por meio de recozimentos isotérmicos de 200°C e 250°C

Os dados obtidos por ambos tratamentos isotérmicos foram ajustados ao modelo JMAK. Para esse fim, foram plotados o logaritmo natural do tempo em segundos, contra $\ln \{ \ln [1/(1-X)] \}$, onde X é a fração amacida estimada com base nas medidas de dureza Vickers. A Figura 54 mostra a curva obtida para o tratamento isotérmico de 200°C.

Figura 54 - Curva $\ln \{ \ln(1/(1-X)) \}$ versus $\ln t$ para recozimento isotérmico a 200°C

A Figura 55 mostra a curva obtida para o tratamento isotérmico de 250°C.

Figura 55 - Curva $\ln \{ \ln(1/(1-X)) \}$ versus $\ln t$ para recozimento isotérmico a 250°C

Para o recozimento isotérmico realizado a 200°C, os parâmetros K e n do modelo JMAK calculados são respectivamente $2,06 \times 10^{-2}$ e 0,4. Já para o tratamento realizado a 250°C, os parâmetros calculados A e n correspondem respectivamente a $1,06 \times 10^{-2}$ e 0,6.

A Tabela 12 resume os resultados da cinética de amolecimento estudados pelo modelo JMAK para os recozimentos realizados.

Tabela 12 - Parâmetros do ajuste JMAK para a AA 7075 superenvelhecida a 300°C por 5 horas e deformada 45% em redução de espessura por laminação.

Temperatura (°C)	K	n	Fator de correlação (R^2)
200	$2,06 \times 10^{-2}$	0,4	0,9725
250	$1,06 \times 10^{-2}$	0,6	0,9141

Os resultados obtidos mostram, conforme esperado, um aumento na velocidade de amolecimento com o aumento da temperatura. Segundo as curvas de recozimento isotérmico, para se obter uma fração amaciada de 50% seriam necessários cerca de 20 minutos para a amostra recozida a 250°C e cerca de 2 horas para a amostra recozida a 200°C.

A Figura 56 mostra uma micrografia obtida por microscopia óptica de luz polarizada da amostra recozida a 300°C por 4 horas. Aparentemente, não houve o surgimento de novos grãos, ou seja, não ocorreu recristalização, sendo a queda de dureza justificada somente por intensa recuperação. Dessa forma a boa concordância com o modelo JMAK seria apenas uma coincidência.

Figura 56 - Micrografia obtida com auxílio de microscopia óptica de luz polarizada da amostra laminada a frio e recozida a 300°C por 4 horas.

Os dados experimentais obtidos pelo recozimento das amostras superenvelhecidas e deformadas 45% foram ajustados a lei cinética de recuperação deduzida por Kulhmann (1948), apresentado na Equação 6 (seção 2.9.2.1). O grau

de recuperação pode ser estimado por meio das propriedades mecânicas, no caso a dureza Vickers, conforme expresso pela Equação 7. A Figura 57 mostra a curva ajustada ao modelo de Kulhmann obtida para o tratamento isotérmico de 200°C.

Figura 57 - Curva %Recuperada versus $\ln t$ para recozimento isotérmico a 200°C

A Figura 58 mostra a curva ajustada ao modelo de Kulhmann obtida para o tratamento isotérmico de 250°C.

Figura 58 - Curva %Recuperada versus $\ln t$ para recozimento isotérmico a 250°C

O modelo para cinética de recuperação proposto por Kulhmann ajusta os dados experimentais tão bem quanto o modelo JMAK para a série de recozimentos realizados a 200°C ($R^2 = 0,9666$). O ajuste é ainda melhor do que o obtido pelo modelo JMAK para a série de recozimentos realizados a 250°C ($R^2 = 0,958$). A

Tabela 12 resume os parâmetros da cinética de amolecimento e do ajuste ao modelo de Kulhmann para os recozimentos realizados.

Tabela 11 - Parâmetros do ajuste do modelo de Kulhmann para a AA 7075 superenvelhecida a 300°C por 5 horas e deformada 45% em redução de espessura por laminação.

Temperatura (°C)	B	A	Fator de correlação (R^2)
200	13,297	-66,141	0,9666
250	0,1548	-0,5185	0,9580

Os resultados da análise via EBSD da amostra recozida a 250°C por 4 horas são mostrados na Figura 59. É possível observar na Figura 64-a uma grande quantidade de contornos de baixo ângulo (representados pelas linhas vermelhas) dentro de regiões delimitadas por contornos de alto ângulo (representados pelas linhas azuis), provavelmente os grãos originais antes do processo de laminação. Nota-se também a presença de poucos e pequenos novos grãos recristalizados, indicados por setas na Figura 64-b. Como a fração volumétrica de grãos é menor que 5%, a queda da dureza observada nos tratamentos pode então ser atribuída ao mecanismo de recuperação.

Figura 59 – Resultados obtidos via EBSD para a amostra recozida a 250°C por 4 horas . (a) Mapa de contornos de grão. As linhas vermelhas representam contornos de baixo ângulo ($\theta < 5^\circ$), enquanto as linhas verdes e azuis representam contornos de médio ($5^\circ < \theta < 15^\circ$) e alto ângulos ($\theta > 15^\circ$). (b) Imagem obtida via EBSD mostrando poucos grãos recristalizados, indicados pelas setas brancas.

4.2.2 Amostras superenvelhecidas laminadas em 75% e 90% de redução em espessura

A Figura 60 mostra os resultados obtidos para os ensaios de dureza Vickers realizados para as amostras deformadas em 75% e 90% e recozidas por uma hora a diferentes temperaturas. Nota-se para ambas as amostras uma queda abrupta na dureza Vickers para os recozimentos realizados a 200°C. Nota-se que para temperaturas mais elevadas, ambas as amostras atingem um nível de dureza ligeiramente mais elevado do que o correspondente as amostras superenvelhecidas (82 HV).

Figura 60 – Curvas de recozimento isócronos (1 hora) das amostras deformadas 75% e 90% em redução de espessura.

A análise microestrutural realizada via microscopia óptica de luz polarizada, não revelou indícios do surgimento de novos grãos recristalizados nas amostras tratadas até a temperatura de 350°C, como é possível observar para amostra deformada 90% em espessura na Figura 61. Novamente, aparentemente todo o amolecimento observado pode ser explicado por recuperação.

Figura 61 - Micrografia obtida com auxílio de microscopia óptica de luz polarizada da amostra laminada a frio em 90% de redução de espessura e recozida a 350°C por 1 hora.

Nota-se que para as dadas condições de deformação e temperatura utilizadas, não ocorre recristalização para o material superenvelhecido. Afim de promover a recristalização do material, realizou-se o recozimento da liga deformada 75% e 90% a temperatura de 400°C. A Figura 62 mostra micrografias das amostras recozidas. Nota-se que ambas as amostras possuem uma elevada fração (praticamente 100%) de novos grãos recristalizados e equiaxiais, diferente do observado na amostra como recebida (vide Figura 31). O material no estado T6 teve o andamento do processo de recristalização dificultado possivelmente em virtude da presença dos pequenos precipitados da fase $MgZn_2$. Além disso, tendo sido a deformação nesse estudo causada perpendicularmente ao processo prévio de laminação do material como recebido, é possível que uma quebra do alinhamento e da distribuição heterogênea dos precipitados tenha ocorrido, o que também favoreceria a formação de novos grãos recristalizados e equiaxiais.

Figura 62 - Micrografia obtida com auxílio de microscopia óptica de luz polarizada da amostra superenvelhecida, laminada a frio em (a) 75% e (b) 90% em redução de espessura e recozida a 400° por 1 hora.

Dessa forma, uma outra série de tratamentos térmicos isotérmicos (a 400°C) foi conduzida nas amostras deformadas 75% em redução de espessura com o objetivo de estudar a cinética de recristalização do material superenvelhecido e deformado. A Figura 63 mostra as micrografias obtidas para os intervalos de tempo de (a) 8 minutos, (b) 15 minutos e (c) 30 minutos. Observa-se que a microestrutura das amostras submetidas a maiores tempos (15 e 30 minutos) já se encontra totalmente recristalizada, enquanto não são encontrados indícios da ocorrência de recristalização na amostra recozida durante 8 minutos. As amostras deformadas 75% e recozidas a uma 400°C atingem 100% em fração volumétrica de grãos recristalizados para um intervalo de tempo relativamente curto (entre 8 e 15 minutos). Dessa forma, o estudo da cinética de recristalização para as dadas condições de processamento se torna inviável, visto que seria necessário fazer uso de intervalos de tempo que iriam diferir da ordem de segundos entre si. Tal procedimento requer fornos de banho de sal com baixa flutuação térmica para ser realizado com precisão.

Figura 63 - Micrografias obtida com auxílio de microscopia óptica de luz polarizada das amostras superenvelhecidas, laminadas a frio em 90% em redução de espessura e recozidas a 400° por (a) 8 minutos, (b) 15 minutos e (c) 30 minutos.

5. SÍNTESE DOS PRINCIPAIS RESULTADOS E CONCLUSÕES

O material no estado como recebido apresentou grãos alongados na direção de laminação, com contornos curvos e somente bem identificados com o uso de microscopia óptica de luz polarizada. A microscopia eletrônica aliada do EDS permitiu a microanálise química dos precipitados e da matriz, sendo que foram encontrados precipitados solúveis a base de cobre e magnésio e, em menores quantidades, precipitados insolúveis a base de ferro e silício.

Após tratamento a 300°C por 5 horas (denominado superenvelhecimento, nesse trabalho), observou-se a formação de pequenos precipitados claros em contornos de grão. Em virtude do pequeno tamanho destes, não foi possível utilizar o EDS para estimar sua composição química. Um segundo tratamento de superenvelhecimento realizado a 300°C mas por 72 horas, promoveu maior grau de coalescimento dessas partículas, permitindo que essas fossem analisadas via EDS. Os resultados da microanálise química aliados aos da difração de raios X apontaram a presença da fase $MgZn_2$. Em relação às propriedades mecânicas, a amostra superenvelhecida apresentou queda nos valores de dureza Vickers (82 HV contra 180 HV da amostra T6), e aumento na ductilidade e condutividade elétrica em relação ao estado T6. As amostras desse grupo puderam ser laminadas a frio com relativa facilidade, chegando a sofrer reduções de até 90%.

A amostra submetida ao tratamento de solubilização (485°C por 5 horas) apresentou precipitados claros quando observada por microscopia eletrônica. A análise via EDS não encontrou partículas a base de cobre e magnésio, anteriormente observadas na amostra no estado T6, e apontou a presença de cobre em solução sólida na matriz rica em alumínio, indicando que a solubilização foi bem sucedida. As amostras deste grupo também apresentaram queda na dureza. No entanto, estas apresentaram dificuldades ao serem laminadas a frio, apresentando trincas para reduções em espessura maiores que 25%.

O recozimento das amostras superenvelhecidas e deformadas por laminação em 45% em redução em espessura promoveu o amaciamento destas, como pode ser observado pela queda de dureza da amostra encruada (114 HV) ao longo dos tratamentos térmicos. No entanto, uma avaliação com auxílio do EBSD mostrou que apenas amostras recozidas a temperaturas maiores que 250°C por 1 hora apresentavam uma quantidade muito pequena (menos que 5% em fração

volumétrica) de novos grãos recristalizados. Dessa forma, o mecanismo de recuperação é predominante no amolecimento das amostras superenvelhecidas e processadas nas mencionadas condições.

Ainda para as amostras superenvelhecidas e deformadas por laminação em 45% em redução em espessura, o ajuste das medidas de dureza realizadas mostrou boa concordância com a lei logarítmica deduzida por Kulhmann (1948) para a cinética de recuperação e também com o consolidado modelo de JMAK, extensamente utilizado para o estudo da cinética de recristalização. Acredita-se que o bom ajuste ao segundo modelo se deu apenas pelo baixo número de pontos amostrais (4 médias de medidas de dureza) utilizado, visto que as evidências microestruturais não sugerem a recristalização como mecanismo de amolecimento predominante para as dadas condições de processamento termomecânico.

O recozimento (até a temperatura de 350°C) das amostras superenvelhecidas e deformadas por laminação em 75% também promoveu o amolecimento do material por meio do mecanismo de recuperação, visto que também não foram encontradas evidências microestruturais do surgimento de quantidade significativa de novos grãos. No entanto, recozimentos promovidos a 400°C durante uma hora promoveram a recristalização completa do material para ambos os graus de deformação (75% e 90%). Tentativas de estudar a cinética de recristalização a 400°C não foram bem sucedidas, pois a recristalização se completava para intervalos de tempo inferiores a 15 minutos.

6 . SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

A continuidade do trabalho com a AA 7075 pode acontecer em algumas frentes diferentes para esclarecer questões que não foram possíveis de ser aprofundadas no presente trabalho.

Primeiramente, poderiam ser utilizados fornos de banho de sal fundido para os tratamentos de solubilização, superevelhecimento e, especialmente, para os recozimentos realizados após deformação a frio. A razão para tal, é que a pequena flutuação térmica, e a alta taxa de aquecimento das amostras podem facilitar o estudo da cinética de recristalização da liga deformada. Com essa ferramenta, talvez seja possível, inclusive, obter mais dados experimentais (ou seja, uma confiabilidade estatística maior) para realizar o ajuste aos modelos de cinética de transformação de fases (como JMAK, por exemplo).

A utilização de técnicas de EBSD e MET em maior número de amostras permitirá um melhor entendimento dos mecanismos de recuperação e de recristalização operantes durante o recozimento das amostras encruadas.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ALCOA. **ALCOA Mill Products**. 2012. Disponível em: <http://www.alcoa.com/mill_products/catalog/pdf/alloy7075techsheet.pdf>. Acesso em 12 dez. 2016.
2. ABAG **Anuário Brasileiro de Aviação Civil**. 2015. Disponível em: <http://www.abag.org.br/anuario_aviacao/documents/Anuario_Brasileiro_Aviacao_Geral_2015.pdf>. Acesso em 05 dez. 2016.
3. TAJALLY, M.; HUDA, Z. Recrystallization kinetics for aluminum alloy 7075. **Metal science and heat treatment**, v. 53, n. 5-6, p. 213-217, 2011.
4. GUIMARÃES, P.B.; OLIVEIRA, C. A. N.; DA SILVA, R. J. F.; YADAVA, Y. P.; FERREIRA, R. A. S. A cinética de recristalização da liga de alumínio AA 8023. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 6, n. 3, 2011.
5. ABAL **Fundamentos do Alumínio e suas Aplicações**. 2004. Disponível em: <<http://www.abal.org.br/site/pdf/fundamentos-do-aluminio/001.pdf>>. Acesso em 08 out. 2016.
6. TOTTEN, G.E.; MacKENZIE, D.S. **Handbook of Aluminum**. v. 2. New York – Basel. 2003.
7. SINGH R.V. **ALUMINIUM ROLLING: Processes, Principles and Applications**. [S.l], McGraw-Hill, 2011.
8. POLMEAR, I. J. Aluminium Alloys – A Century of Age Hardening. **MATERIALS FORUM**, v.28, 2004.
9. MARTIN, J. W. **Precipitation Hardening**, Oxford, Pergamon Press, 1968.
10. STARKE JR, E. A.; HORNBOKEN, E. Precipitation Hardening: From Alfred Hilm to the Present. In: HIRSCH, J.; SKROTZKI, B.; GOTTSTEIN, G. **Aluminium Alloys. Their Physical and Mechanical Properties**. Weinheim: Wiley-VCH, v. 1, 2008.
11. ASM INTERNATIONAL. **ASM Handbook. Properties and Selection. Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**. EUA: ASM International, v. 2, 1991.
12. OLIVEIRA, J.C.P.T. **Estudo da microestrutura e da textura durante a laminação de alumínio com diferentes níveis de pureza**. 2009. Tese (doutorado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.
13. YOSHIKAWA, D.S. **Correlação entre microestrutura e comportamento de corrosão em duas ligas do sistema Al-Fe-Si produzidas pelos processos industriais de lingotamento contínuo e semi-contínuo**. 2015. Tese (doutorado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo. 2015.
14. CALLISTER, W. D.; RETHWISCH. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. Editora LTC, 2008.

16. RAGHAVAN, A.; KOO, J. Y.; STEEDS, J. W.; PARK, B. K. Microanalytical study of the heterogeneous phases in commercial Al-Zn-Mg-Cu alloys. **Metallurgical Transactions A**, v. 16, n. 11, p. 1925-1936, 1985.
17. Aluminum Association. **Aluminum: properties and physical metallurgy**. Editado por: HATCH J. E. ASM International, 1984.
18. WANG, S. C.; STARINK, M. J. Precipitates and intermetallic phases in precipitation hardening Al-Cu-Mg-(Li) based alloys. **International Materials Reviews**, v. 50, n. 4, p. 193-215, 2005.
19. MEYERS, M.; CHAWLA, K. **Mechanical Behaviour of Materials**. New York: Cambridge University Press, 2009.
20. HILL, R.E. **Physical Metallurgy Principles**. Nova York: Van Nostrand, 1973.
21. GHOSH, G.; MIYAKE, J.; FINE, M. E., The systems-based design of high-strength, high-conductivity alloys. **JOM: Journal of the Minerals, Metals, and Materials Society**, v. 49, n. 3, p. 55-60, 1997.
22. FAN Y. **Precipitation Strengthening of Aluminium by Transition Metal Aluminides**. 2012.. Dissertação (mestrado) - Worcester Polytechnic Institute, Worcester, 2012.
23. KAPOOR, R.; NASSER, N., Determination of temperature rise during high strain rate deformation. **Mechanics of Materials**, v. 27, p. 1-12, 1998.
24. HUMPHREYS, F. J.; HARTHERLY, M., **Recrystallization and Related Annealing Phenomena**. Oxford: Pergamon, 1995.
25. PADILHA, A. F.; JUNIOR, SICILIANO F. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. São Paulo: ABM, 2005.
26. SWAN P. R., **Dislocations arrangements in face centered cubic metals**. In: G. Thomas and J. Washburn (eds.); *Electron Microscopy and Strength of Crystals*, pp. 131-181, Interscience, New York, 1963.
27. KULHMANN D., Zur Theorie der Nachwirkungserscheinungen. **Zeitschrift für Physik**. v. 124, n. 7-12, p. 469 – 481, 1948.
28. RIOS P.R., SILICIANO F., SANDIM H.R.Z, PLAUT R. L., PADILHA A.F, **Nucleation and Growth During Recrystallization**. *Materials Research*, v. 8, n. 3, p. 225-238, 2005.
29. CAHN. R.W., **A new theory of recrystallization nuclei**. *Proceedings of the Physical Society of London*, v. 63, p.323 – 326, 1950.
30. BECK P.A., **The formation of recrystallization nuclei**. *Journal of Applied Physics*, v. 20, p. 633 – 634, 1949.

31. LI, J. **Possibility of subgrain rotation during recrystallization**. Journal of Applied Physics, v. 33, n. 10, p. 2958-2965, 1962.
32. BURKE J., TURNBULL D. Recrystallization and grain growth. **Progress in Metal Physics**, v. 3, p. 220 – 292, 1952.
33. ROLLETT, A. D.; GOTTSTEIN, G.; SHVINDLERMAN, L. S.; MOLODOV, D.A. Grain boundary mobility – a brief review. **Zeitschrift für Metallkunde**, v. 95, n. 4, p. 226-229, 2004.
34. CAHN J.W., HAGEL W., **Decomposition of austenite by diffusional processes**. ZACKAY Z.D., H. AARONSON H. I. (editores), Interscience Publishers, pp 96 – 131, New York, 1960
35. VANDERMEER, R. A.; GORDON, P. **The influence of recovery on recrystallization in aluminum**. ILLINOIS INST OF TECH CHICAGO, 1962.
36. VASUDEVAN, Asuri K.; DOHERTY, Roger D. (Ed.). **Aluminum Alloys-- Contemporary Research and Applications: Contemporary Research and Applications**. Elsevier, 2012.
37. PORTER, J. R.; HUMPHREYS, F. J. Nucleation of recrystallization at second-phase particles in deformed copper alloys. **Metal Science**, v. 13, n. 2, p. 83-88, 1979.
38. DERMARKAR, S.; GUYOT, P.; PELISSIER, J. Study of recrystallization in aluminium alloys containing second phase particles. **Acta Metallurgica**, v. 31, n. 9, p. 1315-1322, 1983.
39. JONES, M. J.; HUMPHREYS, F. J. Interaction of recrystallization and precipitation: the effect of Al 3 Sc on the recrystallization behaviour of deformed aluminium. **Acta Materialia**, v. 51, n. 8, p. 2149-2159, 2003.
40. SMITH, C. S. Metal interfaces. **ASM, Cleveland, OH**, v. 65, 1952, p.65
41. BECK, Paul A.; KREMER, Joseph C.; DEMER, L. Grain growth in high purity aluminum. **Physical Review**, v. 71, n. 8, p. 555, 1947.
42. CAVALCANTE, FF. **Comportamento mecânico e tenacidade à fratura de ligas de alumínio 2024 e 7075 submetidas a diferentes tempos de envelhecimento**. 2016. Dissertação (mestrado) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Rio Grande do Norte. 2016.
43. GOLOBORODKO A, ITO T, YUN X, MOTOHASHI Y, ITOH G. Friction stir welding of a commercial 7075-T6 aluminum alloy: grain refinement, thermal stability and tensile properties. **Materials Transactions**, v. 45, n. 8, p. 2503 – 2508, 2004.
44. HUO W.T., SHI J.T., HOW L.G., ZHANG J.S. An improved thermo-mechanical treatment of high-strength Al–Zn–Mg–Cu alloy for effective grain refinement and

ductility modification. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 239, p. 303-314, 2017.

45. COGAN, S. F. et al. Extraction and X-ray analysis of phases in aluminium alloys. **Journal of Materials Science**, v. 13, n. 12, p. 2687-2691, 1978.

46. WERT, J. A. Identification of precipitates in 7075 Al after high-temperature aging. **Scripta Metallurgica**, v.15, n.4, p.445-447, 1981.

47. TRIVEÑO C, LIMA RL. **Avaliação da liga 7075-T651 fundida em molde de areia**. ABCM - Congresso Nacional de Engenharia Mecânica. 2010

48. DEAQUINO-LARA, R. et al. Structural characterization of aluminium alloy 7075–graphite composites fabricated by mechanical alloying and hot extrusion. **Materials & Design**, v. 53, p. 1104-1111, 2014.