Autarquia Associada à Universidade de São Paulo

Caracterização de liga metálica a base de alumínio - magnésio obtida por método convencional após tratamentos termomecânicos visando estruturas microcristalinas.

Ricardo Bulcão Ferrari

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de mestre na Área de Tecnologia Nuclear-Materiais

Orientador:

Dr. Waldemar Alfredo Monteiro

São Paulo

2008

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares

Autarquia Associada à Universidade de São Paulo

Caracterização de liga metálica a base de alumínio - magnésio obtida por método convencional após tratamentos termomecânicos visando estruturas microcristalinas.

Ricardo Bulcão Ferrari

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de mestre na Área de Tecnologia Nuclear-Materiais

Orientador:

Dr. Waldemar Alfredo Monteiro

São Paulo

2008

Ao meu pai e meu avô,

meus exemplos de vida

À minha mãe e irmã

por todo o apoio amor e carinho

AGRADECIMENTOS

- Ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares pela oportunidade para realização deste trabalho;
- Ao Prof. Waldemar pela orientação durante o mestrado, ajuda, amizade, conselhos, informações e boas conversas;
- Ao Dr. Sidnei José Buso, que eu gostaria de ter conhecido antes, pelas sugestões, orientações, observações utilizando o Microscópio Eletrônico de Transmissão e os cafés com boas conversas para relaxar;
- Aos meus amigos por serem simplesmente eles;
- Aos técnincos do laboratório da Companhia Brasileira de Alumínio, em especial ao Miguel Borodiak e Alex Sandro Felipe de Morais pela instrução e ajuda na anodização das amostras bem como observações das mesmas;
- Ao Nildemar Aparecido Messias Ferreira e pelo auxilho prestado na observação das amostras usando Microscopia de Transmissão;
- Aos Técnicos do Laboratório de Fenômenos de Superfície do Departamento de Engenharia Mecânica da Escola Politécnica – USP por toda ajuda prestada na preparação das amostras e testes de microdureza realizados neste trabalho;
- E a todos que direta ou indiretamente contribuiram para a realização deste trabalho.

Caracterização de liga metálica a base de alumínio - magnésio obtida por método convencional após tratamentos termomecânicos visando estruturas microcristalinas.

Ricardo Bulcão Ferrari

Resumo

O objetivo deste trabalho é a caracterização mecânica e microestrutural por microscopia óptica e eletrônica, bem como testes de microdureza da liga Al-6063 após tratamentos termomecânicos. As ligas de Al-Mg recebem especial atenção devido a sua leveza, propriedades mecânicas e reciclabilidade. Tais ligas apresentam boas propriedades mecânicas quando submetidas a trabalhos mecânicos moderados, apresentando também boa resistência à corrosão. Para estudos de recristalização, foram empregados trabalhos a frio (30%, 60% e 90% de redução em área) na liga Al-6063, seguidos de tratamentos térmicos utilizando quatro temperaturas isotérmicas (423K, 523K, 623K e 723K) durante 1800, 3600, 5400 e 7200 segundos. As observações microestrutural e microanalise química foram realizadas em microscópio eletrônico de transmissão JEOL JEM 200C e 2010 combinado com a caracterização mecânica utilizando medidas de microdureza Vickers. A preparação das amostras seguiu a rotina usual de preparação metalográfica. Usualmente classificadas como termicamente não tratáveis, estas ligas obtém maior dureza através da deformação plástica A nucleação de novos grãos é uma característica não estável da microestrutura deformada, dependente do tamanho do subgrão, heterogeneidades presentes como potenciais sítios no estado deformado adjacente o sítios de alta desorientação. Os resultados obtidos indicam um efeito significativo das partículas de segunda fase durante a recristalização e como modificar os resultados da microestrutura utilizando estas partículas. Isto pode ser um crescimento preferencial nos estágios iniciais devido a rede local ou a seleção de certa orientação pelas partículas.

Characterization of aluminum – magnesium base metallic alloy obtained due conventional after thermomechanical treatments aiming microcrystalline structures

Ricardo Bulcão Ferrari

Abstract

The aim of this work is the mechanical and microstructural characterization by optic and electron microscopy as well as microhardness of Al-6063 alloy after mechanical and thermal treatments. Al-Mg based alloys take special attention due to the lightness material, mechanical properties and reciclability. Such alloys have good mechanical properties in moderate mechanical efforts (up to 700 MPa) and good resistance to the corrosion. Simples of Al 6063, cold rolled (30%, 60% and 90% in area reduction), were employed for the recrystallization studies, (thermal treatment using four isothermal heating, 423K, 523K, 623K and 723K, during 1800, 3600, 5400 and 7200 s). The direct observation and chemical microanalysis were made in a JEOL 200C and 2010 TEM and the mechanical characterization was made in Vickers microhardness equipment. The samples preparation followed the usual route of metallographic specimen preparation. Normally classified as non-heat-treatable these alloys obtain higher strength either by strain-hardening or by solid solution. The nucleation of new grains is a non stability of the deformed microstructure, depending on subgrain size heterogeneities present as potential embryos in the deformed state adjacent to high local misorientation. The obtained results indicate a significant effect of second-phase particles on recrystallization and how to control the resulting microstructure and texture by the use of particles. It may be a preferential growth in the early stage due to their local environment or a selection of certain orientations from among those produced by particles stimulated nucleation or a preferential nucleation at particles in favored sites such as grain boundaries.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO 8
2. OBJETIVO..... 9
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA..... 10

3.1 MATERIAIS METÁLICOS..... 10

3.2 O ALUMÍNIO..... 11

3.3 LIGAS DE ALUMÍNIO..... 13

3.4 LIGA DE ALUMÍNIO 6063 14

3.5 DEFEITOS CRISTALINOS..... 14

3.5.1 DEFEITOS PUNTIFORMES 15

3.5.2 DEFEITOS BIDIMENSIONAIS..... 15

3.5.3 DEFEITOS INTERFACIAIS..... 17

3.5.3.1 SUPERFÍCIE DE GRÃO..... 17

3.5.3.2 CONTORNO DE GRÃO..... 18

3.6 PROCESSOS TERMOMECÂNICOS..... 20

3.6.1 SOLUBILIZAÇÃO..... 20

3.6.2 ENCRUAMENTO..... 21

3.6.3 MICROESTRUTURA E DEFORMAÇÃO PLÁSTICA..... 22

3.6.4 DEFORMAÇÃO HETEROGÊNEA NA MICROESTRUTURA..... 25

3.6.5 RECUPERAÇÃO E RECRISTALIZAÇÃO..... 26

3.6.5.1 RECUPERAÇÃO..... 26

3.6.5.1.1MIGRAÇÃO E ANIQUILAÇÃO DURANTE O PROCESSO DE RECUPERAÇÃO.. 27

3.6.5.1.2 REARRANJO DAS DISCORDÂNCIAS EM ARRANJOS ESTÁVEIS..... 28

3.6.5.1.2.1 POLIGONIZAÇÃO..... 28

3.6.5.1.2.2 FORMAÇÃO E CRESCIMENTO DE SUBGRÃO..... 29

3.6.5.2 RECRISTALIZAÇÃO..... 30

3.6.5.2.1 NUCLEAÇÃO..... 30

3.6.5.2.2 CRESCIMENTO DE GRÃO..... 33

3.6.5.2.3 AS SETE LEIS DA RECRISTALIZAÇÃO.....34

3.7 TÉCNICAS DE OBSERVAÇÃO.....35

3.7.1 MICROSCOPIA ÓPTICA (MO)..... 35

3.7.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO (MET)..... 36
3.7.3 MICRODUREZA VICKERS (HV)..... 40
4. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS..... 42
4.1 SOLUBILIZAÇÃO DO MATERIAL DE PARTIDA..... 43
4.2 REDUÇÃO DE ÁREA (LAMINAÇÃO)..... 43
4.3 CORTE..... 43
4.4 TRATAMENTOS TÉRMICOS..... 43
4.5 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA VISANDO OBSERVAÇÕES EM MO, MEV E TESTES DE MICRODUREZA..... 44
4.5.1 EMBUTIMENTO..... 44
4.5.2 ATAQUE METALOGRÁFICO..... 45
4.6 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA VISANDO OBSERVAÇOES EM MET..... 45
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES..... 46
5.1 ANÁLISE QUÍMICA..... 46
5.2 MICRODUREZA..... 46
5.3 MICROSCOPIA ÓPTICA (MO)..... 49
5.4 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO (MET)..... 70
6. CONCLUSÃO..... 77
7. BIBLIOGRAFIA..... 79
8. APÊNDICE 81
8.1 DIAGRAMA DE FASES.....81
8.2 TAMANHO MÉDIO DE GRÃO.....82
8.2.1 PROCEDIMENTO.....82
8.2.2 RESULTADOS.....82

1. Introdução

A humanidade sempre procurou entender e modificar o mundo a sua volta. Um longo caminho foi percorrido desde o domínio do fogo até a manipulação de componentes do átomo. Durante este período, diversos estudos foram desenvolvidos e separados didaticamente em campos de pesquisa, dos quais, alguns estudam os materiais e suas propriedades. Segundo Morris Cohen, cientista do Massachusetts Institute of Technology (MIT), materiais são substâncias com propriedades tais que se tornam úteis nas mais diversas e específicas áreas de nossas vidas [1].

Os materiais podem ser classificados quanto a suas ligações químicas, sendo eles: Materiais Metálicos; Materiais Cerâmicos e Materiais Poliméricos.

O mundo atual demanda, cada vez mais, por materiais específicos para os mais diversos tipos de aplicação, como: indústria automobilística, construção civil, robótica, aeroespacial, utensílios domésticos ou embalagens.

As características principais para a seleção de cada material com sua aplicabilidade são: a resistência mecânica específica (relação resistência/peso) e a rigidez específica [2].

As ligas de alumínio vêm sendo muito utilizadas nas indústrias, como de aeronáutica, que desde a década de 1930 substituiu muitas peças de outros metais por peças de alumínio, devido as suas propriedades peculiares como alta resistência mecânica específica, boa resistência a corrosão e reciclabilidade dentre outras propriedades físico-químicas.

Algumas utilizações do Alumínio:

- Embalagens: papel de alumínio, latas, tetrabriks e outras.
- Construção civil: janelas, portas, divisórias, grades e outros.
- Bens de uso: utensílios de cozinha, ferramentas e outros.
- Transmissão elétrica: ainda que a condutilidade elétrica do alumínio seja 60% menor que a do cobre, o seu uso em redes de transmissão elétricas é compensado pela sua grande maleabilidade, permitindo maior distância entre as torres de transmissão e reduzindo, desta maneira, os custos da infra-estrutura.

- Recipientes Térmicos: recipientes criogênicos até -200 ºC.

Outra característica importante a ser destacada é sua relação custo benefício. Por ser um metal abundante, extraído da natureza a custos razoáveis e ter alta reciclabilidade, o alumínio e suas ligas possuem um baixo custo, quando comparados a outros metais de grande importância, como aços [3].

Entre as ligas de alumínio, destacam-se as da série 6xxx, sendo a mais utilizada para a produção de materiais extrudados (80%) [4]. De acordo com Troeger (2000), estas ligas se destacam por sua resistência mecânica, facilidade de serem conformadas e extrudadas, alta resistência a corrosão e baixo custo. Estas, após os devidos tratamentos térmicos, podem ser utilizadas, por exemplo, em fuselagem de aviões, partes automotivas, ao invés das séries 2xxx e 7xxx que são mais caras.

Dentre as ligas da série 6xxx, para este trabalho foi escolhida a liga comercial Al6063, pois esta apresenta duas dentre outras características que se destacam: sua capacidade de endurecimento por precipitação e sua elevada dutilidade, o que proporciona altas porcentagens de deformação e permitindo trabalhos como extrusão [3].

2. Objetivo

Este trabalho tem por objetivo a caracterização mecânica e microestrutural da liga comercial de alumínio 6063 utilizando medidas de dureza e microscopia óptica e eletrônica após tratamentos termomecânicos.

Com esta caracterização, pretende-se entender as similaridades e diferenças de mecanismos envolvidos em cada processamento mecânico ou na combinação dos mesmos, por meio de análise das diversas microestruturas, bem como, a interação dos arranjos de discordâncias com as segundas fases, principalmente precipitados os quais tem participação nos mecanismos de deformação, endurecimento e tratamentos térmicos subseqüentes presentes.

3. Revisão Bibliográfica

3.1. MATERIAIS METÁLICOS

Os materiais metálicos são comumente usados em combinações de dois ou mais elementos metálicos. Estes apresentam um grande numero de elétrons livres que lhes confere grande parte das suas propriedades condutivas. Além desta, os metais possuem propriedades mecânicas não encontradas em outros elementos, sendo resistentes, porém deformáveis. Sua enorme aplicabilidade no cotidiano se deve a estas propriedades peculiares.

Dos elementos da tabela periódica, 76% possuem propriedades metálicas [1]. Alguns são conhecidos há milênios, como ferro, ouro e cobre, porém a grande maioria foi descoberta nos últimos dois séculos (Figura 3.1.1). Apesar de recentes, estes últimos encontraram tanto espaço no cotidiano moderno como os mais tradicionais, sendo o caso do alumínio e suas ligas.

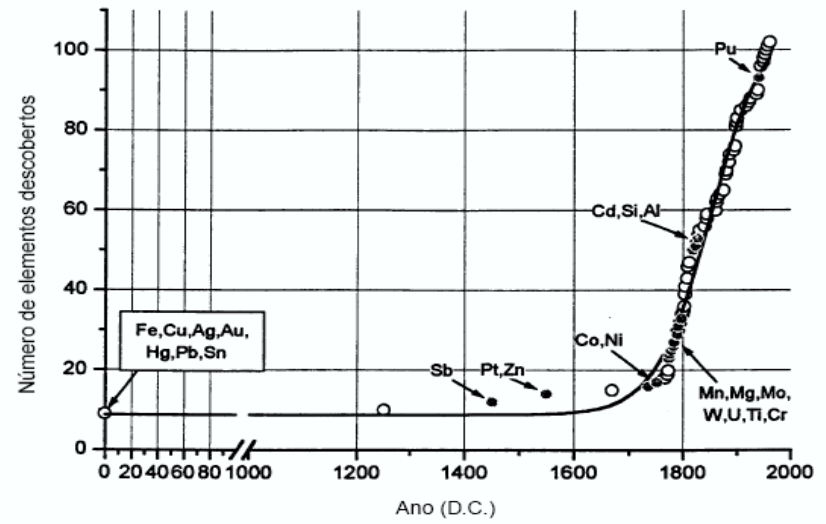


Figura 3.1.1 – Gráfico esquemático da descoberta de novos materiais[1]

Materiais metálicos são largamente utilizados no cotidiano do homem moderno, por este motivo, seu estudo é de grande importância para o desenvolvimento das mais diversas áreas do conhecimento e tecnologia, podendo ser encontrados desde elementos simples

como lâminas de barbear, até a indústria aeroespacial.

3.2. O ALUMÍNIO

O alumínio é o elemento metálico mais abundante na crosta terrestre (aproximadamente 8%) [1]. Isto aliado as suas propriedades, como aparência, baixa densidade, estrudabilidade, propriedades físicas e mecânicas e resistência a corrosão, é o que fazem o uso deste metal e suas ligas, econômicos e atrativos, tornando-os os mais utilizados nos dias atuais pela sociedade moderna [3].

Em 1761, L.B.G. de Morveau propôs o nome *alumine* para a base do alúmen, mas foi só em 1787, que Lavoisier identificou definitivamente o óxido de um metal ainda por descobrir, o qual depois de vinte anos (1807) teria seu nome proposto por Sir Humphey Davy como sendo *aluminum.* Pouco tempo depois, este nome foi adaptado para concordar com a terminação do nome da maior parte dos elementos e foi generalizando esta designação por todo o mundo (na versão norte-americana, "aluminum"; na brasileira, alumínio).

Devido à elevada afinidade com o oxigênio, não é costume encontrá-lo na natureza como substância elementar, mas em formas combinadas tais como óxidos ou silicatos, chegando a ser considerado um metal precioso por este motivo. Geralmente é dado a Friedrich Wöhler o reconhecimento do isolamento do alumínio, ocorrido em 1827, porém este já havia sido obtido impuro em 1825 pelo físico-químico Hans Christian Orsted.

Em 1859, Henri Sainte-Claire Deville anunciou melhorias no processo de obtenção, substituindo o potássio por sódio e o cloreto simples pelo duplo. Posteriormente, em 1886, Charles Martin Hall de Oberlin (EUA) e Paul L. T. Héroult (França) descobriram e patentearam, quase simultaneamente, um processo no qual a alumina é dissolvida em criolita fundida e decomposta eletroliticamente, conhecido como Hall-Héroult que simplificou e barateou a extração do alumínio a partir do mineral. Assim, juntamente com o processo Bayer, descoberto no mesmo ano, permitiu a extensão do uso do alumínio para fins diversos, uma vez que sua aplicação tornou-se economicamente viável, sendo atualmente o processo mais utilizado para a produção de alumínio em quantidades comerciais.

Atualmente, um dos fatores que estimula o seu uso é a estabilidade do seu preço,

provocada principalmente pela sua reciclagem.

A maior parte do alumínio produzido atualmente é extraída da bauxita. Além deste, o único minério que serve de matéria prima para o metal é a nefelina, um silicato de sódio, potássio e alumínio.

O nome bauxita deriva do nome da localidade Les Bauxs no sul de França, onde foi descoberta em 1821. O termo é genérico, referindo-se a um minério ou a uma mistura de minerais ricos em óxidos de alumínio hidratados formada pela erosão de rochas ricas neste elemento, como a nefelina, feldspato, serpentina, argilas, entre outros.

A maior parte das bauxitas contém entre 40 a 60 % de alumina e para a produção de uma tonelada de alumínio são necessárias quatro toneladas de bauxita, as quais produzem 1,9 toneladas de alumina, a partir da qual é produzida a quantidade mencionada de alumínio.

Outros materiais são também consumidos em quantidades significativas durante o processo de beneficiamento do alumínio: 0,3 tonelada de óleo combustível e 0,45 tonelada de carbono. O fator mais crítico no processo é o consumo de energia elétrica que está na faixa de $1{,}4 \times 10^4$ kWh por tonelada de alumínio produzido.[3] Com a reciclagem deste elemento é possível economizar até 95% da energia despendida, motivo pelo qual é um processo muito utilizado, mas são suas propriedades físicas o que o tornam um material metálico bastante requisitado. Um resumo das principais características físicas do alumínio puro é apresentado na Tabela 3.2.1.

Tabela 3.2.1 - Algumas propriedades do Alumínio.

Propriedades Físicas	Alumínio	Unidades
Densidade	2,71	g/cm^3 (20 °C)
Temperatura de Fusão	660	°C
Módulo de Elasticidade	69000	MPa
Coeficiente de Expansão Linear	23×10^{-6}	m/°C
Condutilidade Térmica	0,56	cal/cm °C (25 °C)
Condutilidade Elétrica	62	(IACS)%

Fonte: Metals Handbook Vol. 2

3.3. LIGAS DE ALUMÍNIO

As ligas de alumínio são nomeadas a partir de um código de quatro dígitos. Neste, o primeiro número indica os principais elementos de liga (Tabela 3.3.1), o segundo os limites de pureza e o terceiro e quarto identificam a liga de alumínio.

Tabela 3.3.1 - Nomenclatura para as ligas de alumínio

Tipo da liga ***Série de 4 dígitos***	***Principal elemento de liga***	***Propriedades***
1XXX	pureza> 99,00% de Al	• Excelente resistencia a corrosão • Alta condutividade térmica e elétrica • Baixas propriedades mecânicas • Trabalhável
2XXX	Cobre	• Requer trabalho térmico para otimização das propriedades • Propriedades mecânicas parecidas com as do Aço de baixo carbono • Baixa resistência a corrosão
3XXX	Manganês	• Não tratável termicamente • Possuem 20% mais resistência mecânica que 1XXX • Trabalhável
4XXX	Silício	• Não é termicamente tratável
5XXX	Magnésio	• Não é termicamente tratável • De moderada a alta resistência mecânica
6XXX	Magnésio e Silício	• Boa maleabilidade • Boa soldabilidade • Boa resistência mecânica e de Corrosão
7XXX	Zinco	• Exelente resistência mecânica
8XXX	Outros elementos	----------
9XXX	Não Usado	----------

Fonte: Aluminium Standard and Data, *The Aluminum association;* Metals Handbook Vol. 2

3.4. LIGA DE ALUMÍNIO 6063

Os primeiros registros da produção de uma liga da série 6000 datam de 1921, quando foi produzida a liga 6051 com teores de 1%Si e 0,5%Mg, sendo um dos primeiros casos de sucesso de ligas envelhecíveis sem cobre.

A liga 6063, contendo teores bem menores de magnésio e silício (Tabela 3.4.1), foi primeiramente produzida após 23 anos da primeira série. É uma liga que apresenta um bom potencial de endurecimento por precipitação (termicamente tratável) e possui uma elevada dutilidade proporcionando alta capacidade de deformação, permitindo trabalhos que utilizem extrusão.

Tabela 3.4.1 – Composição química padrão da liga de alumínio 6063

Elemento	**Si**	**Mg**	**Fe**	**Cr**	**Cu**	**Zn**	**Mn**	**Ti**	**Outros**
(Em Peso) %	0,20	0,45	0,35	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,15
%(Máximo)	0,60	0,90	máx.	Max	max	Max	Max	Max	Max

Fonte:Metals Handbook Vol. 2

Nesta liga, como em todas da série 6000, a presença do composto intermetálico Mg_2Si se torna presente, sendo um dos responsáveis pelo endurecimento dessas ligas. Este endurecimento ocorre por meio do tratamento de solubilização e envelhecimento artificial controlado, o que proporciona o crescimento e uma distribuição uniforme do composto na matriz rica em alumínio [5]. Porém, se ocorrer o crescimento excessivo destes precipitados, através de tratamentos a altas temperaturas ou tempos muito longos, ocorre favorecimento do movimento de discordâncias ocasionando amolecimento da liga. Este tratamento longo é conhecido por superenvelhecimento.

3.5. DEFEITOS CRISTALINOS

Em cristais perfeitos os átomos são arranjados infinitamente de forma periódica. Em cristais reais, estes arranjos são perturbados por defeitos, os quais podem ser descritos como descontinuidades de rede. Estes defeitos podem ser classificados como: defeitos de dimensão zero (puntiformes) ou unidimensionais (lineares).

Um cristal perfeito pode existir apenas no zero absoluto. A qualquer temperatura mais elevada, o cristal deve conter certo número de defeitos cristalinos para que seja termodinamicamente estável [6].

3.5.1 Defeitos Puntiformes ou defeitos de ordem zero

Todo cristal possui defeitos puntiformes, os quais são definidos como imperfeições localizadas na rede. Estas introduzem desordem no material rompendo com a periodicidade perfeita do cristal, podendo ser devida a:

- Vacância – lacunas ou ausência de um átomo na rede (Fig. 3.5.1.1a);
- átomo substitucional – presença de um átomo de impureza no lugar de um átomo da matriz (Fig. 3.5.1.1b e c);
- átomo intersticial – átomo (da matriz ou impureza) colocado no lugar de interstício (Fig. 3.5.1.1d).

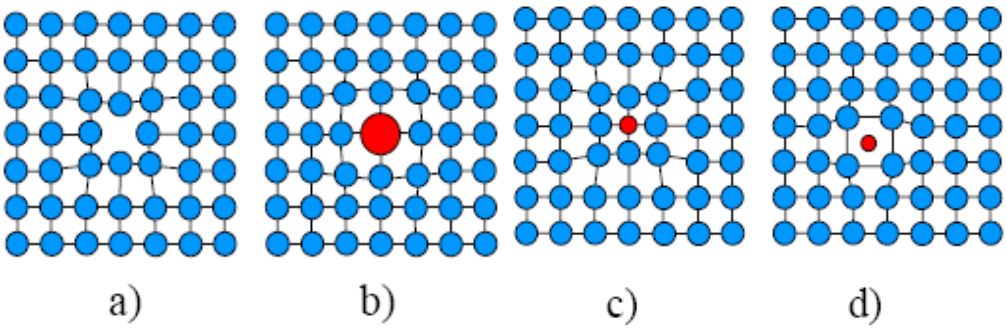


Figura 3.5.1.1 – Representação de defeitos puntiformes: a) Vacância b) e c) Átomo substitucional d) Átomo Intersticial

3.5.2 Defeitos Lineares ou Unidimensionais

Defeitos bidimensionais são imperfeições que ocorrem ao longo de um trecho da estrutura cristalina, podendo ser considerada como uma imperfeição extensa (defeitos lineares).

Em primeiro lugar, têm-se as imperfeições lineares, as quais podem ser separadas em dois tipos: discordâncias em cunha e discordâncias em hélice.

As discordâncias em cunha consistem da presença de um semi-plano inserido entre dois planos adjacentes. Na figura 3.5.2.1, é possível observar este semi-plano em negrito inserido em uma região entre dois planos perfeitos. Esta inserção ocasiona tensões na rede, as quais podem ser: tensão de compressão - ocorre ao lado dos semi-planos; tensão de tração – ausência do semi-plano.

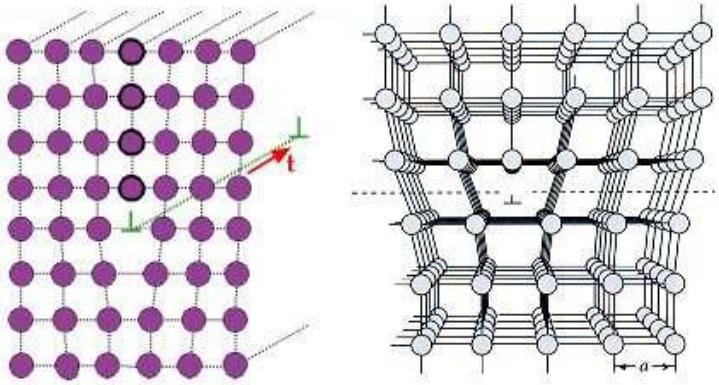


Figura 3.5.2.1 – Representação bidimensional (a) e tridimensional (b) do defeito em cunha, com a presença de um semi-plano entre os planos da rede cristalina [7].

Este tipo de discordância se "movimenta" paralelamente ao plano de escorregamento (representado pelo vetor t) e ao vetor de Burger (Figura 3.5.2.2).

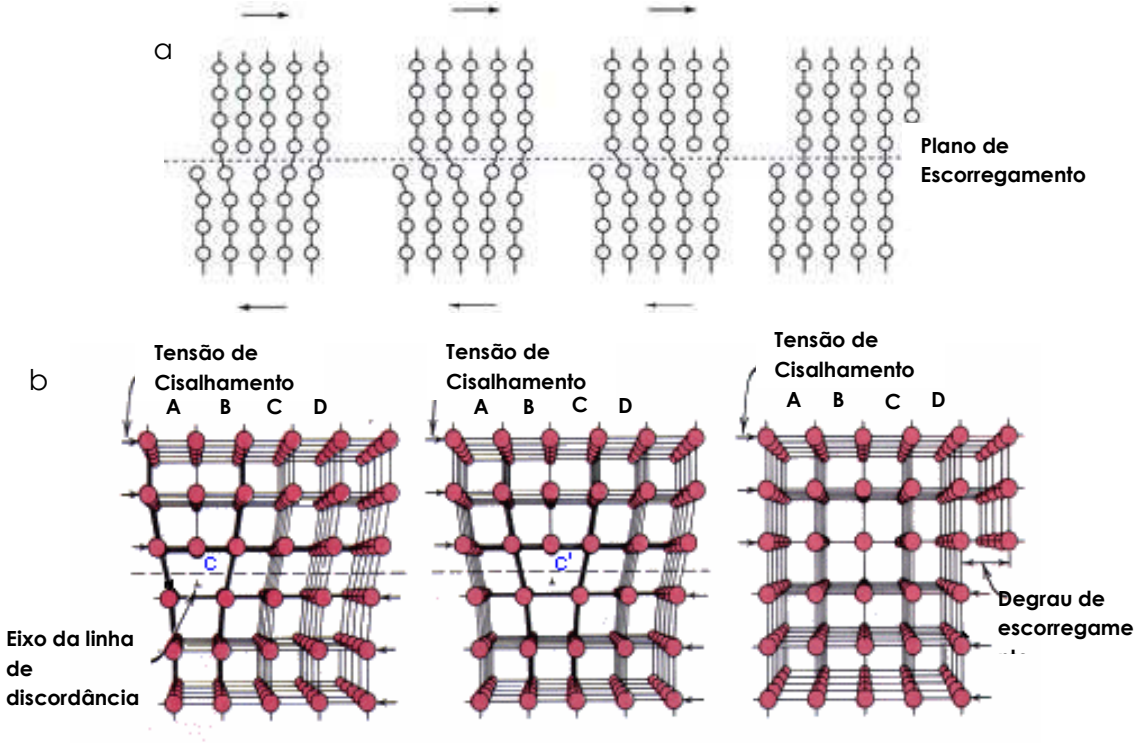


Figura 3.5.2.2 – Representação esquemática da movimentação das discordâncias em cunha (bi–a e tridimensionalmente-b) [1;7].

A discordância em hélice ou espiral é considerada como sendo formada por uma torção de um plano em relação a outro, devido a alguma tensão de cisalhamento aplicada de modo a produzir uma discordância onde seu eixo é em hélice (Fig. 3.5.2.3).

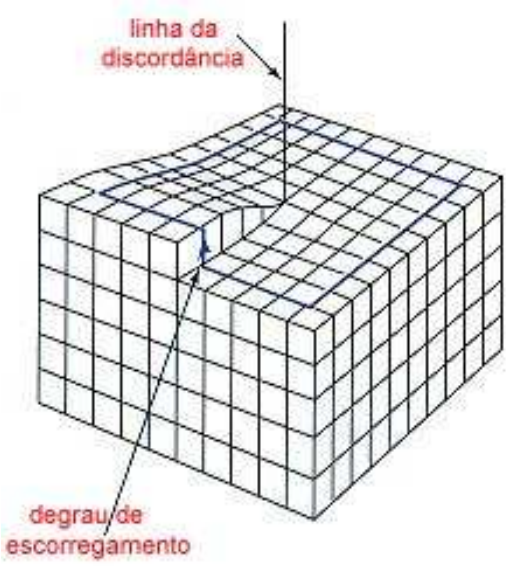


Figura 3.5.2.3 – Representação do defeito de discordância em hélice. [7]

O vetor de Burger expressa a magnitude e a direção das distorções da rede cristalina e está associada à discordância. A diferenciação entre as discordâncias em cunha e em hélice reside na diferença de orientação dos vetores t e b. Se estes forem paralelos, a discordância será em cunha, porém se forem perpendiculares entre si a denominação adotada é discordância hélice.

3.5.3 DEFEITOS INTERFACIAIS

Este tipo de defeito é encontrado em regiões que separam duas regiões do que possuem orientação ou estrutura cristalinas diferentes, as quais podem ser associadas a superfície externa ao material ou entre os grãos.

3.5.3.1 SUPERFÍCIES EXTERNAS

Como o próprio nome diz, é o contorno superficial do material. Os átomos da superfície do material não estão ligados ao numero máximo de vizinhos, o que os coloca

em um estado de energia maior do que os átomos em posições mais interiores. Isto faz com que estes átomos com ligações não completadas tenham uma energia maior do que a dos átomos abaixo da superfície, denominada energia superficial e expressa em unidade de energia por unidade de área [6].

3.5.3.2 CONTORNO DE GRÃO

É o contorno que separa duas regiões com diferentes orientações cristalográficas. Dentro da região do contorno existem alguns desarranjos atômicos na transição da orientação cristalina de um grão para a de outro grão.

São possíveis diversos graus de desalinhamento (ou desajustes) entre os grãos, o qual é medido em ângulos. Quando o desalinhamento entre os grãos é baixo, este é denominado de contorno de baixo ângulo, uma vez que o angulo formado pelo alinhamento dos átomos de um grão com o ângulo formado pelo alinhamento dos átomos do segundo é menor que 15°. Já em alinhamentos maiores do que 15°, recebem a denominação de contorno de alto ângulo (Figura 3.5.3.1) [1].

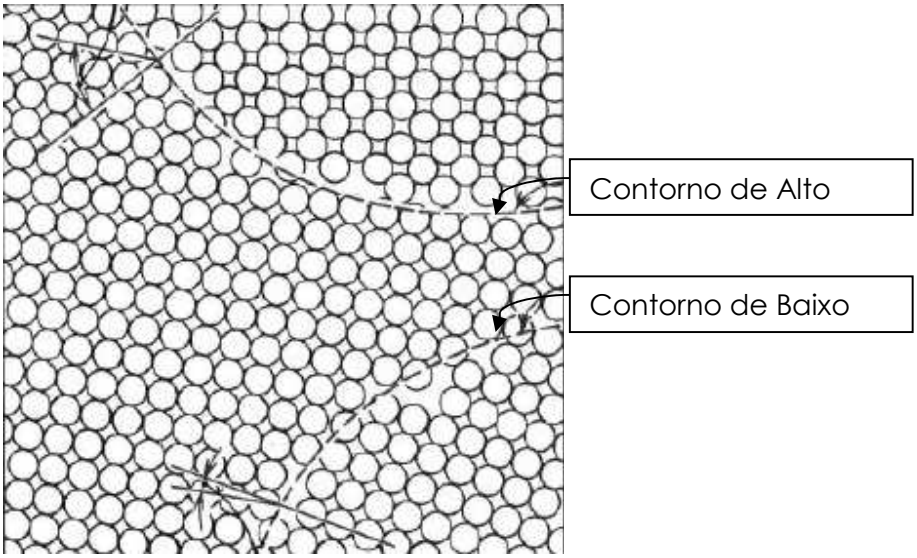


Figura 3.5.3.1 – Diagrama esquemático mostrando contornos com desorientações grandes, contorno de alto angulo, e pequenas, contorno de baixo angulo, bem como as posições atômicas que não possuem periodicidade definida, adjacentes a este [1].

Os átomos do contorno estão ligados de maneira menos regular do que dentro do grão. Isto tem como conseqüência a existência de uma energia interfacial, semelhante à energia de superfície, mas de magnitude diferente da energia existente dentro do grão. Esta magnitude é uma função do grau de desorientação dos grãos, sendo maior para contornos de alto ângulo.

Os contornos de grão são quimicamente mais reativos, em função das suas ligações menos regulares, o que os torna mais susceptíveis ao ataque, revelando assim o grão. Os átomos de impureza e precipitados são preferencialmente segregados nesta região devido ao seu maior estado de energia.

Em temperaturas elevadas o grão tende a crescer visando diminuir a energia total interfacial.

3.6 PROCESSOS TERMOMECÂNICOS

O processamento termomecânico consiste na conformação mecânica a frio ou a quente do material metálico, seguida de um tratamento térmico com o objetivo de alterar sua microestrutura e conseqüentemente propriedades físicas, tais como dureza, condutividade, resistência a corrosão. Este é um processo particularmente importante para a liga Al-6063, onde ocorre a formação de pequenas partículas (da ordem de décimos μm) de segunda fase (usualmente Mg_2Si) dispersas no interior da matriz, o que altera favoravelmente sua resistência mecânica.

Quando os materiais metálicos são submetidos ao processo de deformação plástica, onde grande parte da energia despendida é perdida sob a forma de calor, sendo que apenas de dois a dez por cento desta energia fica armazenada no metal na forma de defeitos cristalinos [8].

A energia retida está em grande parte associada ao campo de deformação gerado em torno dos defeitos cristalinos. Quando ocorre uma deformação, há o aumento da quantidade de defeitos e conseqüente diminuição da distância entre eles, culminando no aumento da densidade de defeitos cristalinos. Em média estes têm características repulsivas entre si e acabam por dificultar a mobilidade dos contornos através da rede cristalina. À medida que a densidade de discordâncias vai aumentando a resistência ao movimento entre estas também aumenta.

Esta energia retida tem a tendência de se dissipar, por meio da migração e aniquilação dos defeitos, a fim de que o material volte a ter a menor energia possível tornando-o termodinamicamente estável. Por ser um processo lento à temperatura ambiente, um tratamento térmico (recozimento, por exemplo) torna-se necessário quando da necessidade de dinamizar o processo, onde ocorrerá a recuperação, recristalização e o crescimento dos grãos do material deformado.

3.6.1 SOLUBILIZAÇÃO

Trata-se de um processo que, a partir da elevação da temperatura do material de partida, resulta na dissolução dos átomos a fim de formar uma solução sólida monofásica (Apêndice 1). Esta etapa é o início do processo de endurecimento por precipitação e é utilizada para padronizar a microestrutura dos grãos em um material metálico[6].

3.6.2 ENCRUAMENTO

O encruamento consiste no aumento da resistência mecânica de um material metálico por meio de sua deformação plástica a frio (em comparação com a temperatura absoluta de fusão T_f do material), tem como conseqüência a diminuição de sua dutilidade. Este processo é também conhecido por trabalho ou endurecimento a frio.

Com este processo, os limites de escoamento e resistência a tração do material metálico aumentam consideravelmente, o que torna esta técnica muito útil para materiais utilizados na construção civil, automobilística entre outros.

O grau de deformação plástica é definido em percentual de deformação (%TF):

$$\%TF = \left(\frac{A_0 - A_d}{A_0} \right) x\ 100$$

Onde:

A_0 representa a área original da secção reta que experimenta a deformação;

A_d representa a área após a deformação

Os materiais não se comportam da mesma forma e um dos fatores que determinam o comportamento de deformação da microestrutura de um material metálico é a energia de defeito de empilhamento (EDE) [2].

Metais com baixa EDE tendem a formar uma distribuição mais homogênea das discordâncias (Figura 3.6.2.1), porém, com menor mobilidade, isto é, as discordâncias têm mais dificuldade de se aniquilarem, pois estão muito afastadas entre si. O resultado é a dificuldade de ocorrer fenômenos do tipo escorregamento cruzado *(cross-slip)* e escalagem de discordâncias *(climb).*

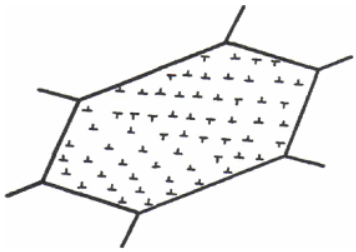


Figura 3.6.2.1. - Representação da distribuição homogênea de discordâncias em metais de baixa EDE. São normalmente cúbicos de corpo centrado, c.c.c [1].

Materiais com alta EDE apresentam uma distribuição de discordâncias com uma associação muito grande entre elas (Figura 3.6.2.2). Essa associação faz com que as discordâncias tenham maior mobilidade facilitando a aniquilação das das de sinais opostos. Daí o fato de metais com elevada EDE apresentarem menor densidade de discordâncias que um metal de baixa EDE, quando considerado um mesmo grau de deformação. O alumínio é um metal c.f.c. com alta EDE, 163 erg/cm^2.

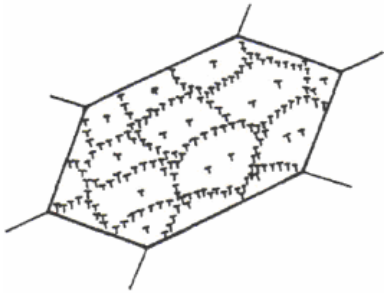


Figura 3.6.2.2. - Representação dos metais c.f.c. que apresentam uma distribuição de discordâncias com uma associação muito grande entre elas possibilitando maior mobilidade e facilitando a aniquilação destas[1].

A presença de elementos adicionados à solução sólida altera a EDE inicial do metal, alterando a distribuição das discordâncias e, por conseguinte, as propriedades deste material[6].

A temperatura na qual se conduz o encruamento tem papel crucial nas alterações microestruturais do material. Pequenas alterações na temperatura produzem grandes alterações na microestrutura do material. O encruamento em temperaturas baixas tende a diminuir a mobilidade das discordâncias além de diminuir a EDE[9]. Isso significa diminuir a dutilidade do material.

3.6.3 Microestrutura e Deformação Plástica

A etapa de deformação plástica do material irá introduzir uma série de alterações em sua microestrutura [2]. A forma inicial dos grãos será mudada para uma mais alongada, sendo que a área de contorno dos grãos aumentará significativamente, incorporando parte das discordâncias geradas durante a deformação e aumentando a energia de contorno. Interiormente os grãos também sofrem alterações com o desenvolvimento de subestruturas antes inexistentes.

Os fenômenos de recuperação e recristalização são dependentes da microestrutura desenvolvida com os processos de deformação plástica e consequentemente da sua EDE. Metais com elevada EDE tendem a desenvolver estruturas de discordâncias com baixa energia, alternando entre regiões com elevada densidade de discordâncias (paredes de células) e regiões de baixa densidade de discordâncias (interior de células e subgrãos), chamadas de estruturas de discordâncias de baixa energia *(*do inglês *Low Energy Dislocation Structure, LEDS)* [3].

Em uma escala mais abrangente, a classificação dos grupos de células de discordâncias, *blocos de células* (do inglês *Cell Blocks, CBs*), para pequenas e médias deformações (50% de deformação) pode ser dada por elementos de volume chamado de *paredes de discordâncias densas (*do inglês *Dense Dislocation Walls,* DDWs) e *microbandas (*do inglês *Microbands,* MBs). Quando são consideradas deformações bem mais significativas, as alterações tornam-se mais pronunciadas tornando as células de discordâncias mais achatadas, surgindo os *contornos lamelares de alto ângulo (*do inglês *Lamelar Boundaries,* LBs) em substituição aos DDWs e MBs. Estas estruturas terão papel fundamental no processo de recuperação em ligas encruadas a base de alumínio.

Os *contornos de discordâncias incidentais (*do inglês *Incidental Dislocation Boundaries,* IDBs), são originados nas paredes das células que, por sua vez, são formadas quando as discordâncias interagem entre si, de modo absolutamente aleatório, compartilhando os mesmos sistemas de deslizamento e posterior emaranhamento. As diferenças crescentes nas orientações entre as diferentes partes do cristal oriundas do processo de deformação são acomodadas pela presença dos DDWs, MBs e LBs. Esses contornos são classificados como *contornos geometricamente necessários* (do inglês *Geometrically Necessary Boundaries,* GNBs). No material em deformação, a separação entre os GNBs e IDBs diminui com o aumento da força aplicada. Inversamente, o aumento da força aplicada, isto é, o aumento da deformação tende a diminuir a diferença de orientação entre as regiões limitadas por esses contornos.

Em um processo onde a deformação plástica é sempre crescente, regiões com predominância da microestrutura lamelar tendem a produzir contornos de grãos de alto ângulo, dividindo em regiões distintas. Após deformações da ordem de 90%, um metal de alta EDE apresenta um número de contornos de alto ângulo maior que o número inicial de contornos de grãos. Esse comportamento pode ser observado na deformação plástica de

policristais. Bay e col., em 1992, observaram que, para deformações da ordem de 10 a 50%, o alumínio de alta pureza laminado a frio apresentava uma microestrutura formada de células de discordâncias, blocos de células (*Cell Blocks*, CBs), DDWs e MBs[10].

Nos metais com alta EDE, pequenas deformações (10%) apresentam uma microestrutura predominante de células que evolui para outra com predominância de blocos de células, DDWs e MBs, quando deformadas entre 20 e 50%. Com a elevação da deformação para cerca de 70%, a estrutura das células e blocos de células passam a apresentar uma forma alongada agrupando-se em estruturas lamelares, formando ângulos entre 0 e 15% em relação à direção de laminação. Estas estruturas representam apenas 25% da estrutura total.

Aplicando-se deformações elevadas, da ordem de 80 a 90%, as estruturas intermediárias desaparecem predominando os contornos lamelares paralelos à direção de laminação. As lamelas são separadas entre si por LBs e geralmente apresentam uma única célula resultante dessa intensa deformação. No alumínio, metal com elevada EDE, observa-se a ocorrência da recuperação dinâmica quando aplicado 90% de deformação, caracterizado pelo surgimento de subgrãos equiaxiais.

A análise dos fenômenos leva a um modelo onde a deformação aplicada pode ser acompanhada pela evolução da microestrutura de materiais com características distintas no que diz respeito a estrutura cristalina e EDE [9;11;12;13].

Para a melhor compreensão desses fenômenos, a Figura 3.6.3.1 apresenta um esquema com a representação das estruturas formadas.

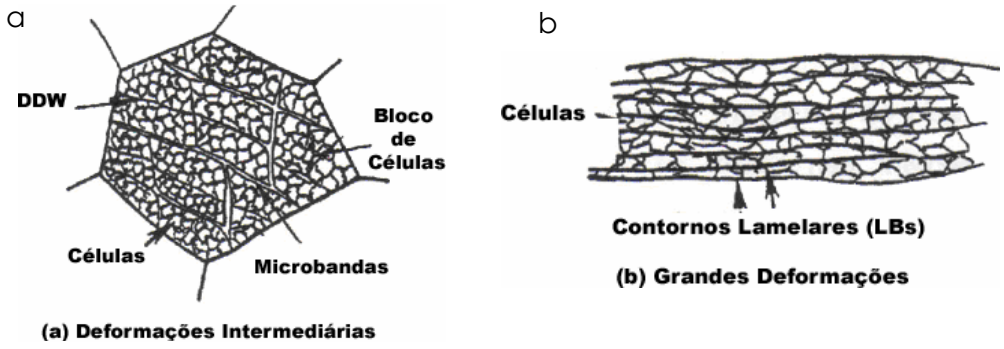


Figura 3.6.3.1 - (a) Microestrutura de um grão submetido a deformações intermediárias (0,06<ε<0,80); (b) O mesmo grão após uma grande deformação (ε>1) [14].

3.6.4 DEFORMAÇÃO HETEROGÊNEA NA MICROESTRUTURA

Os materiais, em geral, não apresentam uma estrutura homogênea. Assim, para o alumínio, os processos de deformação plástica geram uma estrutura heterogênea, devido à ocorrência de deslizamentos de diversas origens [9]. Dessa forma, a distribuição de defeitos cristalinos em um material encruado é heterogênea, concluindo-se que muitas características dos materiais são devidas a essa heterogeneidade.

As regiões que contém maior quantidade de defeitos cristalinos são aquelas que apresentam heterogeneidade durante a sua constituição A partir dessas regiões é que são criados os chamados sítios de nucleação (núcleos potenciais formados durante a deformação plástica) de novos grãos originando posteriormente os processos da recristalização. Uma vez que os metais têm características diferentes, naqueles em que há formação de bandas de transição, de cisalhamento e maclas mecânicas, a nucleação deverá se iniciar nas intersecções das heterogeneidades ou próxima a elas [2].

A figura 3.6.4.1 mostra uma representação esquemática do comportamento das propriedades físicas (resistência mecânica e dutilidade) do material trabalhado mecanicamente a frio, seguido dos processos térmicos.

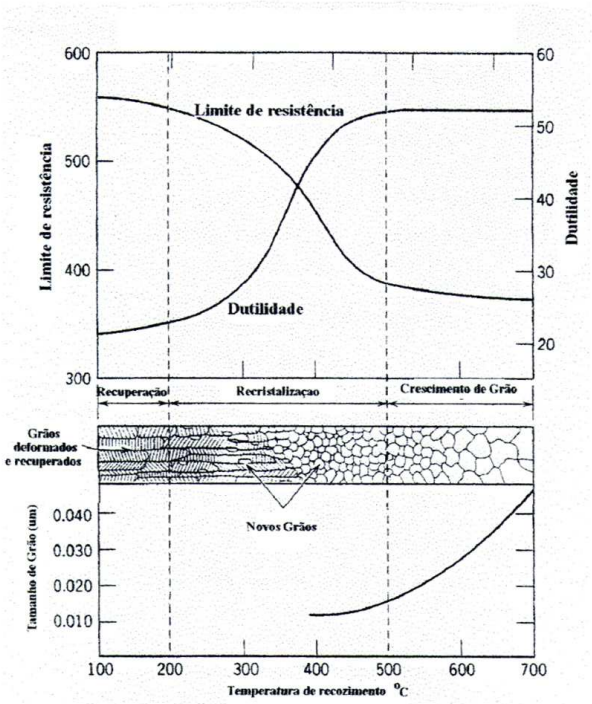


Figura 3.6.4.1 – Comportamento das propriedades físicas do material com relação ao processo envolvido [15].

3.6.5 Recuperação e Recristalização

Os fenômenos de recuperação e recristalização são determinados pela quantidade de energia armazenada durante os processos de deformação plástica. Dessa forma, as condições microestruturais do estado encruado irão determinar o desenvolvimento, o crescimento e a orientação dos núcleos que originarão os grãos após os processos de recuperação e recristalização [16]. A microestrutura do metal deformado será afetada em função da pureza do material, sua orientação, temperatura, taxa e grau da deformação.

3.6.5.1 Recuperação

O termo recuperação se refere às mudanças nas propriedades do material anteriores ao processo de recristalização. Este processo consiste na elevação da temperatura do metal encruado, facilitando sua difusão atômica, resultando na diminuição de sua energia interna de deformação. Existe uma redução no número de discordâncias e são produzidas configurações de discordâncias com baixa energia de deformação.

As mudanças microestruturais ocorridas na recuperação levam a uma recuperação parcial das propriedades iniciais do metal. Propriedades como condutividade elétrica e térmica, propriedades mecânicas e de densidade são restauradas aos estados iniciais em que se encontravam antes do encruamento [16].

O processo de recuperação possui várias etapas, as quais freqüentemente ocorrem ao mesmo tempo e podem ser identificadas pelas diferentes microestruturas. A figura 3.6.5.1 apresenta uma seqüência esquemática dos estágios de recuperação.

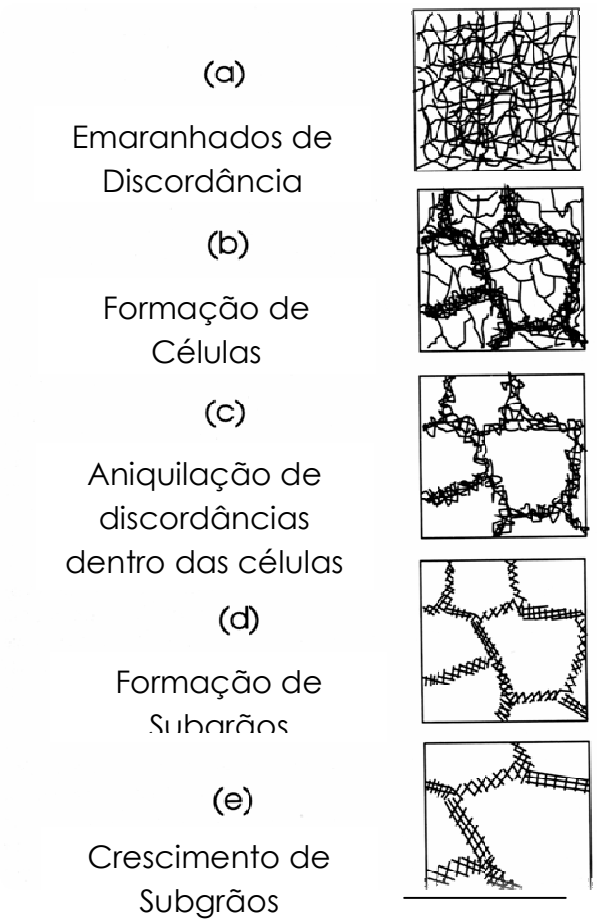


Figura 3.6.5.1 – Estágios da recuperação[16]

3.6.5.1.1 MIGRAÇÃO E ANIQUILAÇÃO DURANTE O PROCESSO DE RECUPERAÇÃO

Durante a recuperação, a energia armazenada no material através da deformação plástica é reduzida por meio do deslocamento de discordâncias e as conseqüentes aniquilações das discordâncias de sinais opostos (Fig. 3.6.5.2).

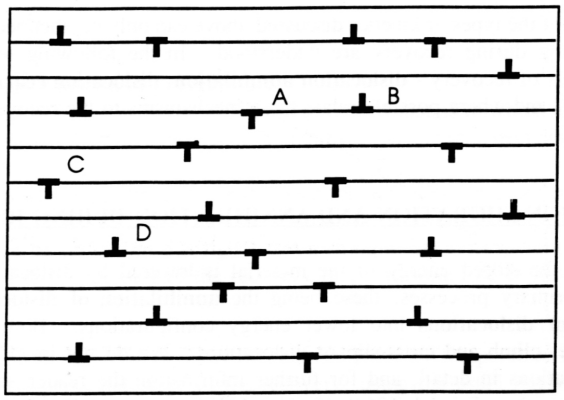


Figura 3.6.5.2 – Diagrama esquemático dos planos de um cristal contendo discordâncias[16]

As discordâncias de sinais opostos localizadas no mesmo plano são aniquiladas por meio de escorregamento de uma ao encontro da outra (exemplo A e B). Este processo ocorre em baixas temperaturas, diminuindo a densidade de discordância mesmo durante a deformação. Por este motivo é conhecida por recuperação dinâmica.

As discordâncias de sinais opostos localizadas em planos diferentes são aniquiladas por meio da combinação dos processos de escalada e do escorregamento de discordâncias (exemplo C e D). Para a escalada de discordância torna-se necessário uma energia térmica extra, limitando a ocorrência deste processo a temperaturas mais altas.

Para metais de alta EDE, como é o caso do alumínio, a aniquilação de C e D ocorre através do processo de escorregamento cruzado, requerendo menor temperatura.

Isto ocorre em temperaturas da ordem de 0,2 T_f quando ocorrem as aniquilações de intersticiais, lacunas e migração de defeitos aos contornos de grão e discordâncias [8].

3.6.5.1.2 REARRANJO DAS DISCORDÂNCIAS EM ARRANJOS ESTÁVEIS

3.6.5.1.2.1 POLIGONIZAÇÃO

Se quantidades desiguais de discordâncias de sinais opostos são produzidas durante a deformação, haverá um excedente de discordâncias não aniquiladas após o processo descrito no item 3.6.5.1.1, que se rearranjaram em uma configuração com menor energia possível, conhecida por *fronteiras (ou interface)de grão com baixo ângulo*.

Considere a distribuição de discordâncias produzida pela flexão de um monocristal e que foi deformado em único sistema de deslizamento. Se a distribuição envolver estas quantidades desiguais de discordâncias de sinais opostos, esta será rearranjada em uma ou mais configurações de menor energia (Fig. 3.6.5.3). Esses arranjos assumem configurações regulares ou estarão presentes em contornos de baixo ângulo (Fig. 3.6.5.3 c) [16].

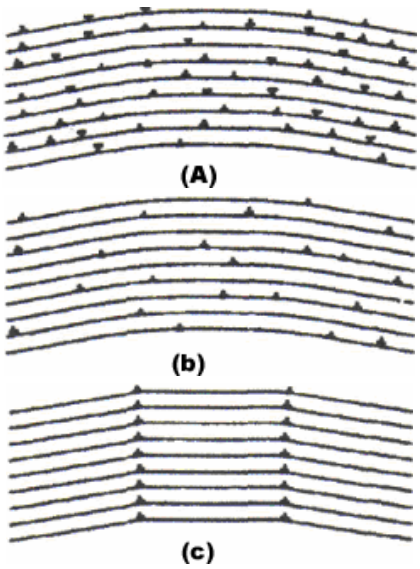


Fig. 3.6.5.3 – Representação esquemática dos planos de um cristal que sofreu poligonização: a) Deformado; b) Após o processo de aniquilação; c) Após o processo de rearranjo em configurações de baixa energia [8].

Este conceito de poligonização pode ser aplicável ao processo de formação de subgrãos. Com o aquecimento de um material metal deformado, com estruturas celulares, ocorre um rearranjo das paredes das células (formadas por emaranhados de discordâncias) que se tornarão os subcontornos de grãos. No caso do alumínio, material de elevada EDE, ou em outros com EDE moderada, forma-se uma estrutura celular com uma elevada densidade de discordâncias. Este processo ocorre em temperaturas entre 0,2 T_f e 0,3 T_f quando as aniquilações das discordâncias de sinais opostos e conseqüente delineação dos subcontornos de grão (contornos de baixo ângulo) ocorrem [9].

3.6.5.1.2.2 Formação e Crescimento de Subgrão

Como mencionado no item 3.6.5.1.2.1, os subcontornos se formarão a partir do rearranjo das discordâncias nos contornos das células. Este rearranjo fará com que a energia associada às discordâncias diminua até que seja a menor possível, tornando-se observáveis regiões sem discordâncias (no interior das células) com regiões com alta densidade de discordâncias ao redor destas (contornos). Uma vez formada a parede do subgrão, este começa a crescer sobre as regiões vizinhas. Este mecanismo ocorre em temperaturas superiores a 0,4 T_f [8].

O crescimento dos subgrãos leva à diminuição da área dos contornos de baixo ângulo e ocorre somente porque a energia no material recuperado ainda continua alta, já

que o material totalmente recristalizado apresenta uma subestrutura com menor energia, ou seja, mais estável.

O mecanismo mais aceito para explicar o crescimento de subgrãos baseia-se na migração de contornos de baixo ângulo. Durante a migração do subgrão ocorre a absorção de discordâncias provocando alteração na sua orientação gerando no final um contorno de alto ângulo. Por esse mecanismo fica mais evidente a formação de regiões com baixas densidades de discordâncias, uma vez que o mecanismo se baseia na poligonização, os defeitos são aniquilados rearranjando-se numa estrutura de baixa energia.

De uma forma geral, a recuperação constitui-se em um conjunto de processos regulares. As áreas afetadas por esse fenômeno têm um comportamento similar, sendo que as alterações ocorridas pelas células e subgrãos não são bem caracterizadas quanto ao seu início ou final [10].

3.6.5.2 RECRISTALIZAÇÃO

A recristalização pode ser definida como a eliminação de defeitos cristalinos através da migração de contornos de alto ângulo e tem como objetivo diminuir a energia armazenada durante a deformação (encruamento).

3.6.5.2.1 NUCLEAÇÃO

É o mecanismo através do qual ocorre um rearranjo das discordâncias a fim de formar regiões livres de defeitos. Esta região é associada a discordâncias em contornos de alto ângulo, ou seja, com alta mobilidade, o que torna passível uma rápida migração sobre a matriz.

Este processo possui os seguintes modelos (descritos de maneira sucinta):

- Nucleação por migração de contornos pré-existentes

Este mecanismo promove a migração de contornos de grãos pré existentes para o interior de um grão mais deformado (Figura 3.6.6.1).

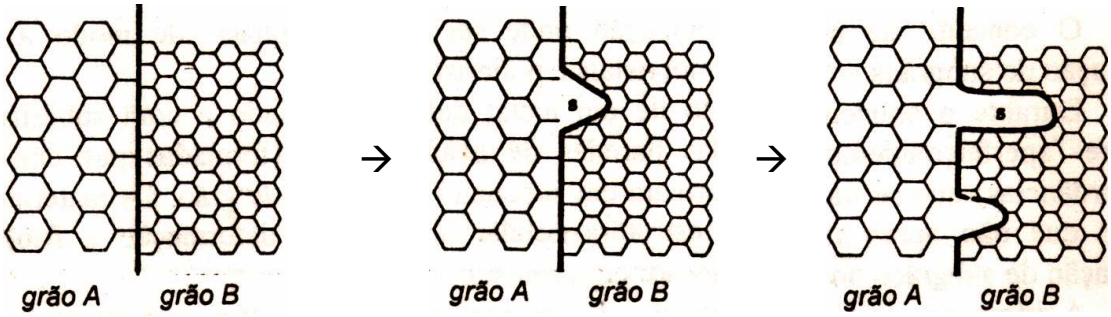


Figura 3.6.6.1. - Representação esquemática da nucleação por migração de contornos induzida por deformação [8].

Para que este mecanismo funcione é necessário uma redução da energia armazenada com a eliminação de defeitos e o aumento da superfície total do contorno devido ao "embarrigamento" (*bulge*), esquematicamente representado pela Figura 3.6.6.2.

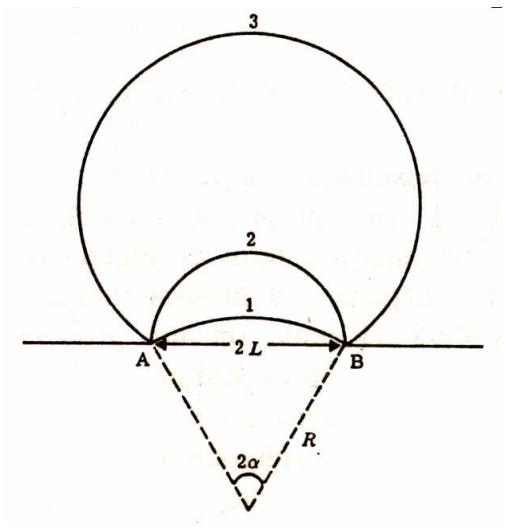


Figura 3.6.6.2. – Representação do modelo de migração de contornos induzida por deformação ("embarrigamento"). [8]

- Nucleação por crescimento de subgrãos

Este modelo baseia-se no fenômeno de poligonização, o qual ocorre a temperaturas mais altas ($T>0,4T_f$) e faz com que os subcontornos sejam agrupados. Neste processo são formadas regiões com baixa densidade de discordâncias circundadas por subcontornos. Uma vez formado o subgrão, este se torna capaz de crescer sobre seus vizinhos através de migração de subcontornos, onde ocorre uma diminuição da energia armazenada através de eliminação ou rearranjos de defeitos da microestrutura.

O subcontorno absorve as discordâncias aumentando sua diferença de orientação, energia e mobilidade até se tornar um contorno de alto ângulo.

- Nucleação por coalescimento de Subgrãos

Do ponto de vista termodinâmico, este processo é um processo lento e Doherty e Szpunar[17] mostraram que é um processo cineticamente viável a temperaturas abaixo de $0{,}65T_f$. Jones [18,19] observou a ocorrência de coalescimento de subgrãos em amostras de alumínio.

Neste mecanismo ocorre o coalescimento de dois subgrãos vizinhos, rotacionando um deles de modo que os reticulados coincidam. A Figura 3.6.6.3 mostra esquematicamente o processo de rotação do grão e coalescimento.

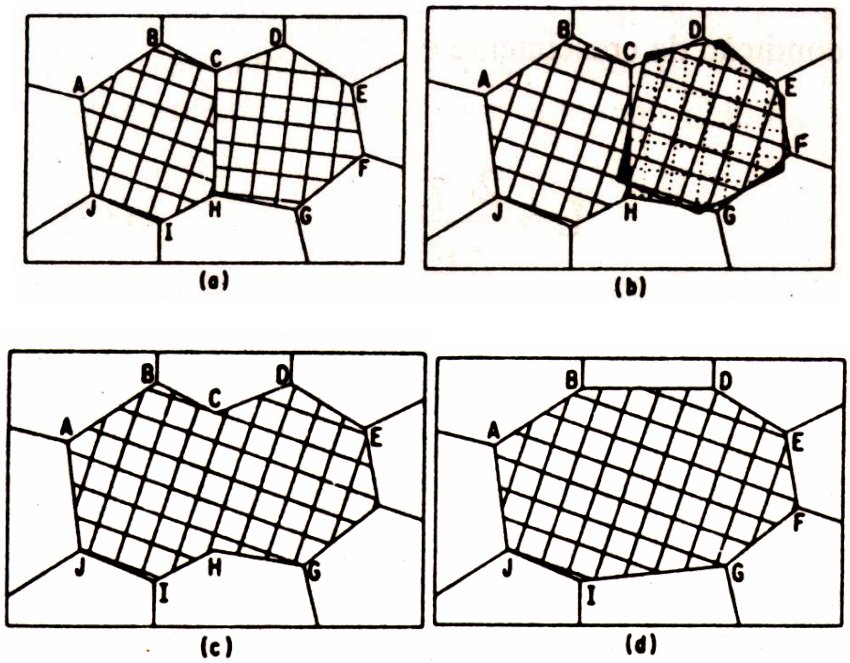


Figura 3.6.6.3 – Representação esquemática do processo de coalescimento com a rotação de um grão dos grãos envolvidos no processo. (a) estrutura original; (b) rotação do grão CDEFGH, até que sua orientação coincida com o grão ABHJ; (c) coincidência das orientações; (d) estrutura final com movimentação de alguns subcontornos [8].

Este processo promove crescimento de subgrão, eliminação de subcontornos (diminuição da energia) e alteração das diferenças entre as orientações entre estes e os

subgrãos vizinhos. Este fator leva ao aparecimento de um contorno de alto ângulo capaz de migrar com grande velocidade, constituindo um núcleo de recristalização. Fig 3.6.6.4

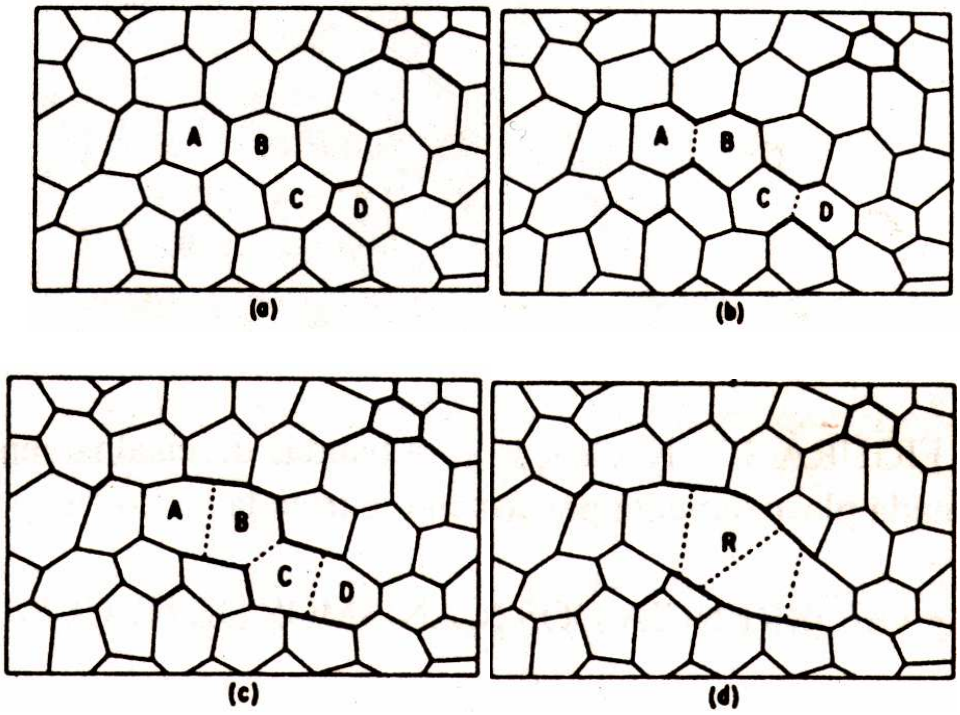


Figura 3.6.6.4 – Representação esquemática da formação de um grão recristalizado onde sua diferença de orientação é representada pela espessura da linha. (a) Estrutura original com orientações aleatória; (b) ocorre a rotação dos subgrãos e eliminação de subcontornos; (c) rotações de grupos e eliminação do subcontorno; Formação do grão recristalizado R. As linhas espessas representam contornos de alto ângulo [8].

3.6.5.2.2 Crescimento de Grão

Após a recristalização primária, a estrutura ainda não está estável, uma vez que a energia associada aos contornos ainda é grande. Esta será a força motriz para que o mecanismo de crescimento de grão se evidencie dentre os demais, visando a diminuição da energia de contorno de grão.

A importância tecnológica do crescimento de grão é a dependência das propriedades mecânicas do tamanho de grão. Para materiais em que trabalhem em baixas temperaturas, um material com grão de menor tamanho torna-se mais empregável, uma vez que estes aumentam a dureza do material. Grãos maiores aumentarão a resistência de materiais que trabalham em temperaturas mais altas. Para o controle da microestrutura de um material e suas propriedades, torna-se necessário um controle eficiente do crescimento dos grãos do material.

Alguns fatores que atuam no crescimento dos grãos:

Temperatura – Este fator é um determinante para a mobilidade de contornos de alto ângulo que por sua vez influencia fortemente no mecanismo de crescimento de grãos.

Tamanho da amostra – Para amostras finas, o crescimento de grão diminui quando o tamanho do grão se torna maior do que sua espessura.

3.6.5.2.3 AS SETE LEIS DA RECRISTALIZAÇÃO [8]

1) Para que a recristalização ocorra, é necessária uma deformação mínima, sem a qual não haverá energia suficiente para a recristalização.
2) Quanto maior o grau de recristalização, mais alta é a temperatura para início da recristalização.

3) Quanto mais longo o tempo de recozimento, menor é a temperatura necessária para ocorrência de recristalização, observável neste trabalho em tratamentos superiores as 5400s .

4) O tamanho de grão final depende (fortemente) do grau de deformação e (fracamente) da temperatura de recozimento. Quanto maior o grau de deformação e ou a temperatura de recozimento, menor será o tamanho de grão final, uma vez que mais energia será empregada ao material metálico.

5) Quanto maior o tamanho de grão original, maior é o grau de deformação necessário para que a recristalização se complete no mesmo tempo e temperatura de recozimento.

6) O grau de deformação necessário para se obter um mesmo endurecimento por deformação (encruamento) aumenta com o aumento da temperatura de deformação. Para um dado grau de deformação, quanto maior a temperatura de deformação, maior é a temperatura de recristalização e maior é o tamanho de grão final.

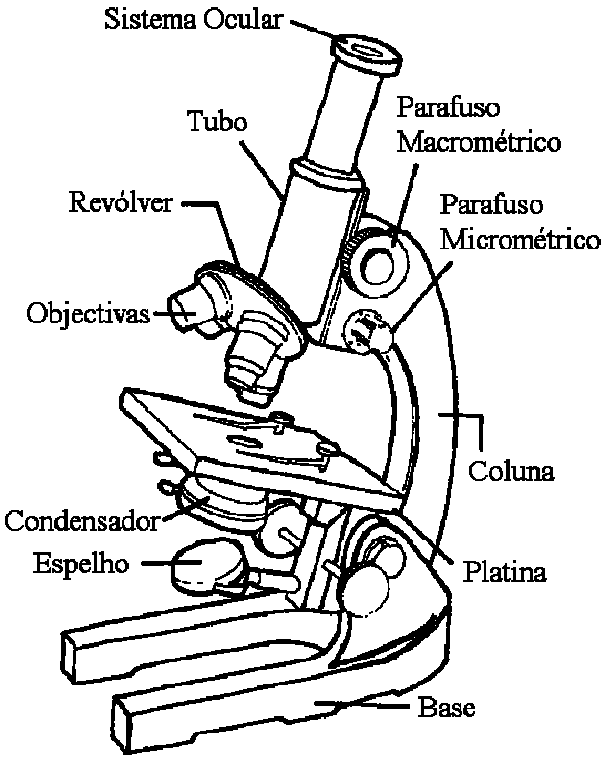
7) O aquecimento contínuo após o termino da recristalização causa crescimento de grão.

3.7. TÉCNICAS DE OBSERVAÇÃO

3.7.1. MICROSCOPIA ÓPTICA (MO)

A Microscopia Óptica é a técnica mais antiga e uma das técnicas mais utilizadas na metalografia. Através da utilização de um microscópio é possível observar estruturas da matéria não discerníveis a olho nu.

A técnica possibilita o aumento de imagens através da luz que, após incidir sobre determinada amostra, passa por um conjunto de lentes. Além de ampliar a imagem de um objeto, o microscópio serve para aumentar o poder de resolução do olho humano. Em geral, os microscópios ópticos têm um limite de resolução da ordem de 0,2µm [10].



3.7.1 - Exemplo do microscópio óptico. [20]

Para a observação utilizando-se esta técnica, torna-se necessária a preparação metalográfica da amostra e posterior ataque químico em solução ácida. Uma seqüência padrão de preparação de amostras é dada a seguir:

- Lixamento da superfície da amostra até que fique totalmente plana, seguindo uma seqüência de lixas de modo a tornar cada vez mais finos os riscos feitos por estas;

- Polimento, que pode ser manual ou mecanizado usando-se substâncias abrasivas muito finamente dispersas numa solução lubrificante, ou polimento eletroquímico onde a amostra sofre um ataque eletroquímico numa solução eletrolítica contendo um cátodo e a amostra como sendo anodo. Em ambos os casos os objetivos são: nivelar a superfície, isto é atenuar as irregularidades microscópicas, e em segundo lugar, espelhar a amostra, principalmente do ponto de vista microscópico.

- Ataque químico da superfície polida de forma a realçar certos constituintes da microestrutura e assim torná-los observável ao microscópio.

3.7.2. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO (MET)

A microscopia eletrônica de transmissão é uma das técnicas mais utilizadas para observação de estruturas em materiais metálicos ou não. Isso se deve ao fato dos elétrons possuírem comprimento de onda mais curto do que a luz visível e, dessa forma, poder interagir e trazer informações microestruturais (defeitos puntiformes, contornos de grãos, falhas de empilhamento, espaçamento entre discordâncias, diâmetros de grãos e subgrãos, entre outros) do que as observadas em microscopia óptica.

Como o próprio nome diz, a técnica utiliza os elétrons transmitidos e espalhados elasticamente pelos núcleos dos átomos da amostra (os elétrons espalhados inelasticamente não são muito utilizados). O resultado dessa interação é basicamente a formação de imagem e de padrões de difração de elétrons.

Nesta técnica, a preparação da amostra é uma etapa que deve ser realizada com muito cuidado. As amostras são normalmente afinadas para que os elétrons possam passar através destas e serem transmitidos. O processo de afinamento é escolhido em função do tipo da amostra. No caso do alumínio, as amostras devem ter, no máximo, uma espessura de 5000 Å.

O microscópio eletrônico de transmissão consiste basicamente de um canhão de elétrons, uma coluna de vácuo, onde se encontraram as lentes eletromagnéticas cuja configuração se assemelha ao Microscópio Óptico (FIG. 3.7.2.), o porta amostra, uma lente objetiva, uma abertura da objetiva, lentes projetoras e o filme.

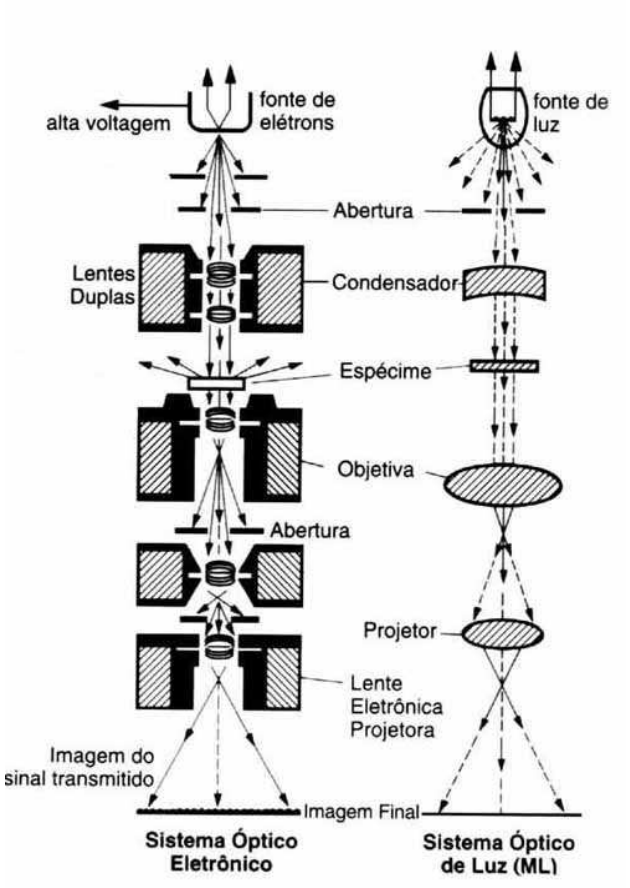


FIGURA 3.7.2. – Esquema de lentes de um Microscópio Eletrônico e um Microscópio Óptico[21].

No canhão de elétrons, pode-se encontrar três componentes principais: o filamento, o cilindro de Wehnelt e o anodo (FIG 3.7.3.). Enquanto o filamento produz elétrons em todas as direções, uma polarização é aplicada no cilindro de Wehnelt de modo que este aja como um cátodo repelindo os elétrons para um pequeno orifício. O anodo age no sentido de acelerar os elétrons para o interior da coluna devido à diferença de potencial (ddp) existente entre o cilindro e o anodo. Após serem acelerados para dentro da coluna, os feixes devem ter suas espessuras diminuídas (demagnificado) de modo a diminuir a imagem do *crossover* (de aproximadamente 10-50 μm para 1nm-1μm ao atingir a amostra). Inicialmente, este processo de demagnificação era feito, também, por lentes eletrostáticas, porém estas foram substituídas por lentes eletromagnéticas que apresentam coeficientes de aberração menores que as eletrostáticas.

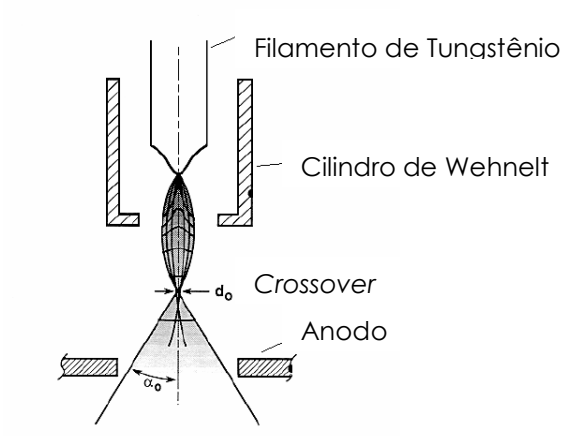


FIGURA 3.7.3. Diagrama esquemático do canhão de elétrons.

O vácuo necessário na coluna é delimitado pelo tipo de filamento usado, os quais vão delimitar o Brilho obtido no microscópio. Existem 3 tipos de filamento que necessitam de 3 tipos de vácuo para gerar respectivos Brilhos (Tab. 3.2.1.).

Tabela 3.2.1. – Relação entre filamentos, vácuos e brilhos.

Filamento	Vácuo (Torr)	Brilho (A/cm^2sr)
Tungstênio	10^{-5}	10^{3}
Hexaboreto de Lantânio	10^{-6}	10^{6}
FEG	10^{-9} ou 10^{-10}	10^{8}

Dentro da coluna podem ser encontrados lentes eletromagnéticas que tem por função a demagnificação (diminuição do diâmetro do feixe) do feixe de elétrons. Este atravessará a amostra extremamente fina e será dividido em feixe difratado e transmitido. O que proporcionará a possibilidade de observação da amostra de três diferentes maneiras.

Para a formação da imagem dois métodos podem ser usados visando a observação de diferentes detalhes. Na formação de imagem de campo claro (FIG 3.7.4. a), os elétrons transmitidos devem deixar a amostra e passar pela abertura da objetiva, enquanto os elétrons difratados são bloqueados pela abertura proporcionando um aumento do contraste. Já na formação do campo escuro (FIG. 3.7.4. b), os elétrons transmitidos são bloqueados enquanto os difratados encontram passagem livre até o anteparo, isto

proporciona a visualização da topografia da amostra. Outra maneira de se visualizar campo escuro é a mudança de angulação da amostra.

Para um difratograma, a formação de imagem ocorre com os elétrons que atravessam a amostra em toda a área irradiada pelo feixe incidente, não havendo o bloqueio de nenhum elétron que atravessa a amostra.

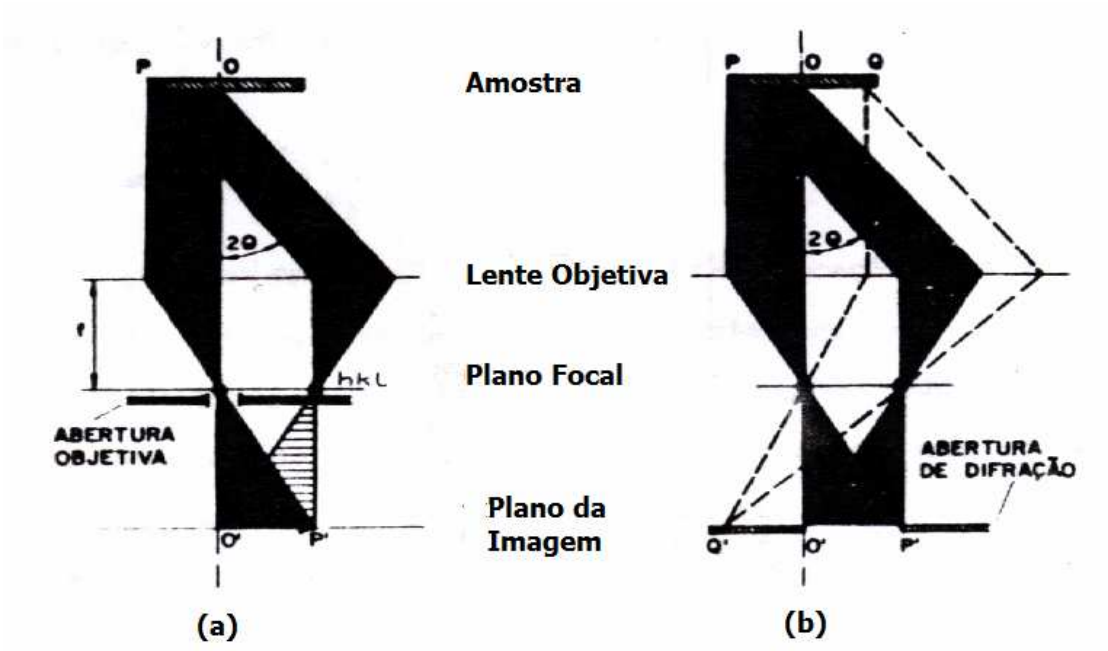


FIGURA 3.7.4. – Caminho do feixe após atravessar a amostra em um MET a) formação de imagem (b) formação do padrão de difração.

Após a formação das imagens, elas são ampliadas e projetadas em um anteparo ou registrados em um filme ou em um detector digital que transforma os feixes em sinais elétricos para serem registrados digitalmente.

Entretanto, devido aos altos aumentos característicos desta técnica, a representatividade da região observada é baixa.

3.7.3. MICRODUREZA VICKERS (HV)

Esta técnica foi utilizada pela primeira vez em 1925 por Smith e Sandland, e recebeu seu nome em homenagem à empresa que fabricou as máquinas mais conhecidas para operar essa técnica. Estas contêm um perfurador de diamante de base quadrada com um ângulo de 136º entre as faces opostas (FIG. 3.7.5.).

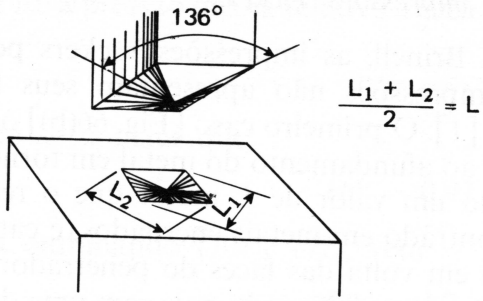


FIGURA 3.7.5. – Modelo de Penetrador Vickers [22]

Sendo de diamante, o penetrador é considerado como indeformável e como tendo todas as penetrações semelhantes entre si. A carga usada para este tipo de dureza varia entre 1 até 120 kgf, a qual aplicada lentamente e mantida na superfície por aproximadamente 18 segundos [22].

A forma da impressão é a de um losango regular (FIG. 3.7.6), e pela medida de suas diagonais (*L*) e conforme a expressão 3.3.1. obtem-se a Dureza Vickers (*HV*):

$$HV = \frac{carga}{área\ da\ superfície\ piramidal} = \frac{2Qsen\left(\frac{136}{2}\right)}{L^2} = \frac{1{,}8544\ Q}{L^2} \qquad (3.3.1)$$

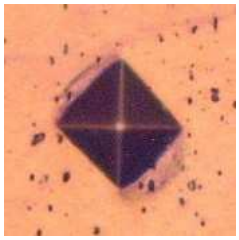


FIGURA 3.7.6. – Exemplo de impressão utilizando o penetrador Vickers

Onde:

Q – carga aplicada = [N/mm^2] ou [kgf/mm^2]

L – diagonal do losango [mm]

A medida da área deve ser precisa e para tanto, um microscópio com precisão de 1 μm é acoplado a máquina a fim de determinar com exatidão a medida das diagonais (L) [22]. Espaçamentos de 10 vezes a diagonal das impressões foram adotados de modo a separá-las, minimizando assim o efeito do campo de deformação sobre as outras impressões.

Principais vantagens do método Vickers:

1- escala contínua;

2- impressões extremamente pequenas, não inutilizando as amostras;

3- grande precisão de medida;

4- deformação nula do penetrador;

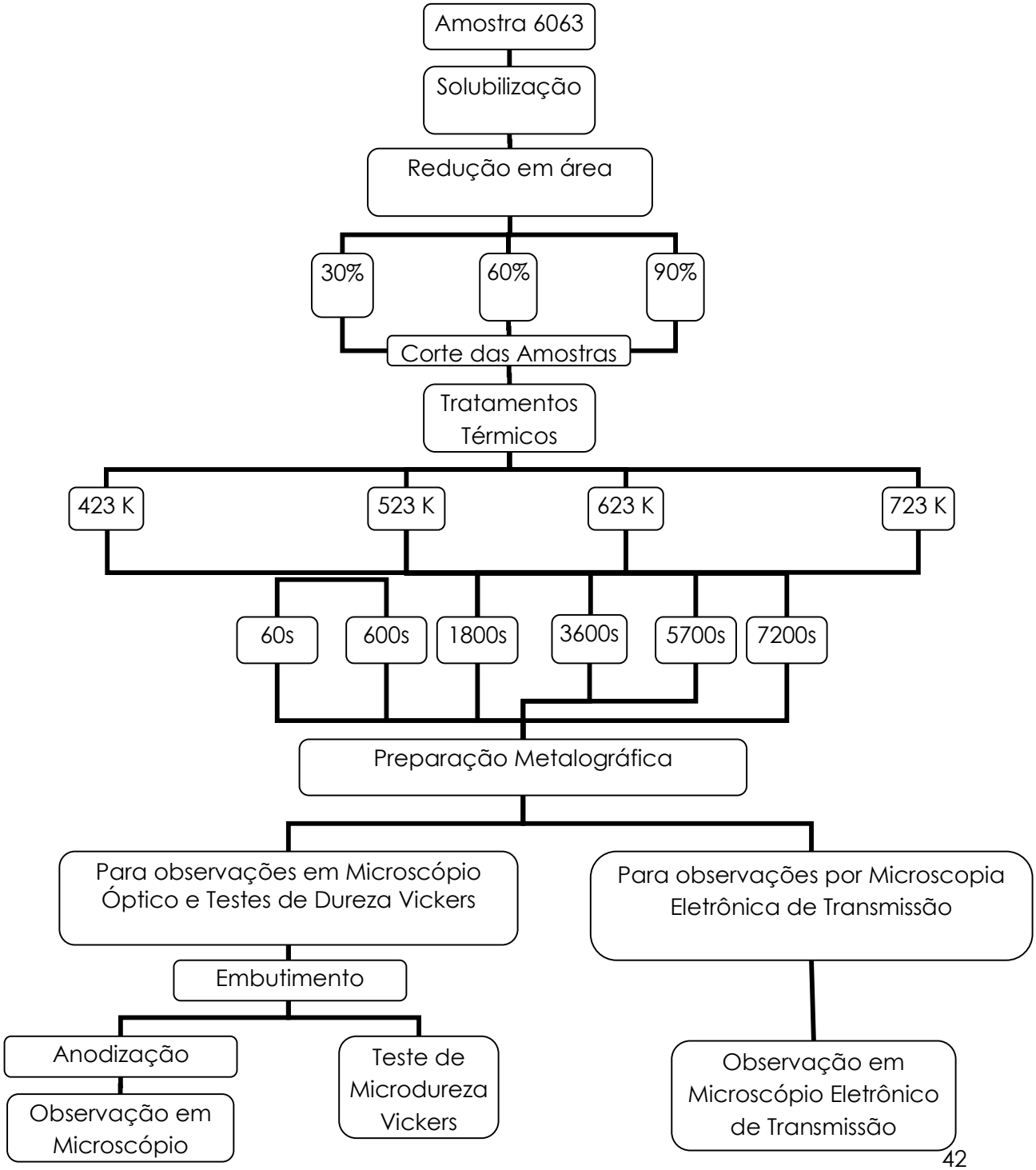
5- existência de apenas uma escala de dureza;

6- aplicação para toda a gama de durezas encontradas nos diversos tipos de materiais;

7- aplicação a qualquer espessura de material, podendo portanto medir também durezas materiais *in loco* [23].

4. Procedimentos Experimentais

Partindo de 8 tarugos da liga de alumínio 6063, fornecidos pela ALCOA, foram realizados os procedimentos para preparação e caracterização de amostras dispostos no Fluxograma 4.1 e posteriormente descritos neste capítulo.



4.1. – SOLUBILIZAÇÃO DO MATERIAL DE PARTIDA

A solubilização do alumínio foi realizada separando-se as amostras ainda na forma crua em dois lotes, contendo quatro tarugos cada. Os lotes foram separados e denominados Lote 1 e Lote 2. A temperatura utilizada foi de 853K por 3600s. Após a solubilização de ambos os lotes foi realizada a têmpera dos tarugos.

4.2. – REDUÇÃO DE ÁREA (LAMINAÇÃO)

Para a redução de área, foi utilizado um laminador simples do tipo ourives com cilindros de 64 mm de diâmetro disponível no Laboratório de Metalurgia do Pó (CCTM/IPEN).

A redução foi realizada a temperatura ambiente, utilizando incrementos constantes até atingir a redução necessária (Tabela 4.1).

Tabela 4.1. - Dados da laminação.

Redução (%)	Passos (adimensional)	Diâmetro inicial (mm)	Diâmetro final (mm)	Redução real (%)
30	5	6,29	4,40	30
60	8	6,30	2,62	59
90	12	6,26	0,60	90,4

4.3. – CORTE

Os cortes das amostras foram realizados em um aparelho de corte ISOMET 2000 – fabricado pela Buehler, localizado no Laboratório de Metalurgia, utilizando disco adiamantado produzido pela Buehler, qual visa minimizar a geração de discordâncias pelo corte.

4.4. - TRATAMENTOS TÉRMICOS

Os tratamentos térmicos foram realizados em um forno convencional Carbolite com temperatura nominal de 1500°C. Foram utilizadas as temperaturas de 423 K ($0,23T_f$); 523 K ($0,38T_f$); 623 K ($0,53T_f$); 723 K ($0,68T_f$); com os tempos de 1800; 3600; 5400; 7200 segundos para cada temperatura, seguidos de têmpera.

Testes foram realizados, utilizando-se o metodo de encapsulamento a vácuo das amostras, constatando-se que seus efeitos são despreziveis durante os tratamentos, devido a camada apassivadora que se forma no alumínio quando exposto ao meio ambiente.

4.5. Preparação metalográfica visando Observações em MO, MEV e Testes de Microdureza

4.5.1 – Embutimento

Para observações em Microscopia Óptica e de Varredura, assim como em testes de Microdureza, torna-se necessário o embutimento das amostras para que estas possam ser trabalhadas. Para tal o kit Epofix da Struers foi utilizado, nas proporções indicadas pelo fabricante. Este kit possui uma resina epoxi e um catalizador com tempo de cura de 28.800s e temperatura máxima de 348K.

4.5.2. – Lixamento e Polimento

Após o embutimento, as amostras foram preparadas seguindo a sequência de apresentada nas Tabelas 4.5.1 e 4.5.2.

Tabela 4.5.1. - Metodologia de Lixamento

LIXAMENTO	Estágio 1	Estágio 2	Estágio 3
Abrasivo	SiC	SiC	SiC
Tamanho do Abrasivo (#)	400	600	1200
Lubrificante	Água	Água	Água
Força (N)	Manual	Manual	Manual
Velocidade (RPM)	180	180	180
Tempo (min)	2	2	2

Tabela 4..5.2. - Metodologia de Polimento

POLIMENTO	Estágio 1	Estágio 2
Abrasivo	Suspensão	OP-S
Tamanho do Abrasivo (µm)	3	¼
Tipo do Lubrificante	Diapro Mol	Silica Coloidal
Força (N)	10	10
Velocidade (RPM)	200	180
Tempo (min)	5	5

4.5.3. – ATAQUE METALOGRÁFICO

Para o ataque metalográfico das amostras foi utlizado uma solução do tipo Barker (1,8% Acido Fluobórico).

Esta solução é colocada em contato com uma placa de alumínio série 1xxx a qual se tornará um cátodo ao ser aplicada uma tensão de 20 Volts, sendo corroido. A amostra se comporta como ânodo sobre o qual será depositada uma camada de oxido de alumínio. Ao ser observado atraves de luz polarizada, este óxido revela a orientação em que se encontram os grãos.

Esta técnica é indicada para ataques com o objetivo de revelar grãos, bem como a orientação destes.

4.6 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA VISANDO OBSERVAÇOES EM MET

Para a preparação das amostras utilizadas em micrografias utilizando o Microscópio Eletronico de Transmissão a seguinte seqüência de preparação foi utilizada:

1. Corte das amostras em lâminas finas com aproximadamente 0,6 mm de espessura;
2. Corte eletrolítico dos discos de modo a não ocasionar deformações às amostras.
3. Afinamento das amostras utilizando lixa d'agua número 600 até atingir a espessura de 0,10-0,20 mm;
4. Polimento e perfuração eletrolítico final utilizando-se uma máquina Tenupol 2000 com eletrólito composto por 15% de Acido Perclórico e 85% de Etanol.

5. Resultados e Discussões

5.1 - ANÁLISE QUÍMICA

Na tabela 4.1.1, é mostrada a composição química da amostra da liga Al-6063, em análise realizada pelo CQMA/IPEN – Técnica analítica: Espectrometria de Fluorescência de Raios-X (WDXRF) [8].

Tabela 4.1.1 – Composição química da liga de alumínio 6063

Elemento Químico	Si	Mg	Fe	Mn	Cu	Ni	Zn	Cr	Ti
%	0,47	0,54	0,17	0,05	0,02	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01

Em comparação com a tabela 4.1.1, padrão para a liga de alumínio 6063[5], observou-se que o ferro (Fe), que é a impureza mais significativa e comum, está em um percentual inferior, 0,17%, ao indicado na tabela padrão, 0,35%. Observam-se valores pouco significativos para as outras impurezas encontradas na referida liga.

5.2. MICRODUREZA

Nas figuras 5.2.1, 5.2.2 e 5.2.3 são apresentados os gráficos da dureza Vickers da liga de alumínio 6063, com os diferentes tempos de tratamento térmico (60, 600, 1800, 3600, 5400 e 7200 segundos) nas diferentes temperaturas analisadas (423 K, 523 K, 623 K e 723 K), separados em graus de deformação plástica de 30%, 60% e 90%. Para este trabalho será utilizada a carga de 100 kgf, de forma que se obtenha uma impressão regular, sem causar deformação apenas uma impressão de tamanho compatível com o visor da máquina [24].

De acordo com a literatura [25], nota-se que há um aumento do valor da dureza nas amostras tratadas a 423K em qualquer grau de laminação, devido ao envelhecimento da amostra. À temperatura de 523 K, para qualquer das laminações, ocorre um decréscimo praticamente constante da dureza do alumínio com o aumento do tempo, indicando os primeiros estágios da recuperação com a aniquilação e o rearranjo dos defeitos cristalinos. Em temperaturas mais elevadas é provável a ocorrência de uma superposição de eventos (cinética de precipitação e crescimento de grãos), com a provável formação de precipitados o que acarreta em uma dureza maior.

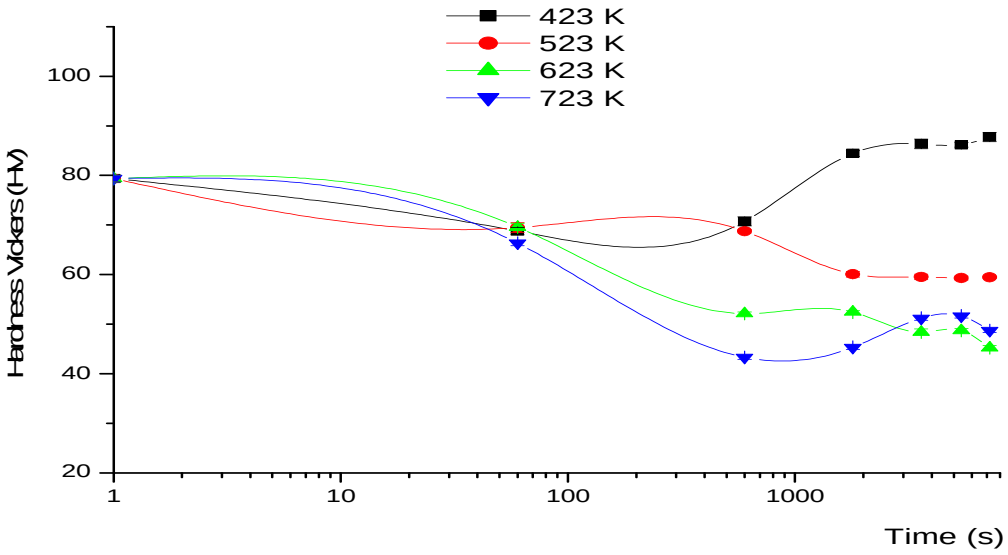


Figura 5.2.1 - Medidas de microdureza Vickers em função do tempo decorrido nos sucessivos tratamentos térmicos em ligas Al-6063 com 30% de laminação (redução em área).

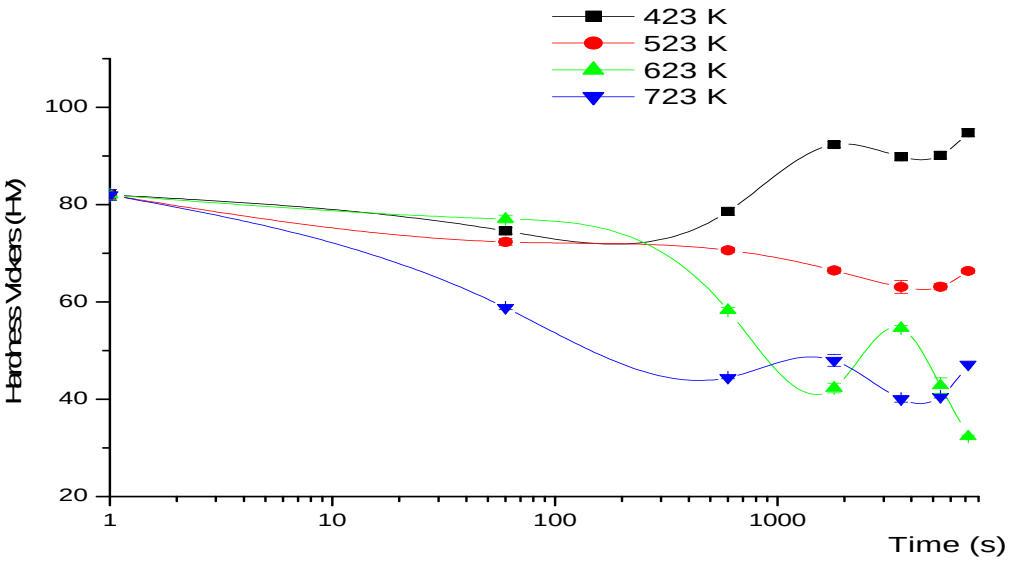


Figura 5.2.2 - Medidas de microdureza Vickers em função do tempo decorrido nos sucessivos tratamentos térmicos em ligas Al-6063 com 60% de laminação (redução em área).

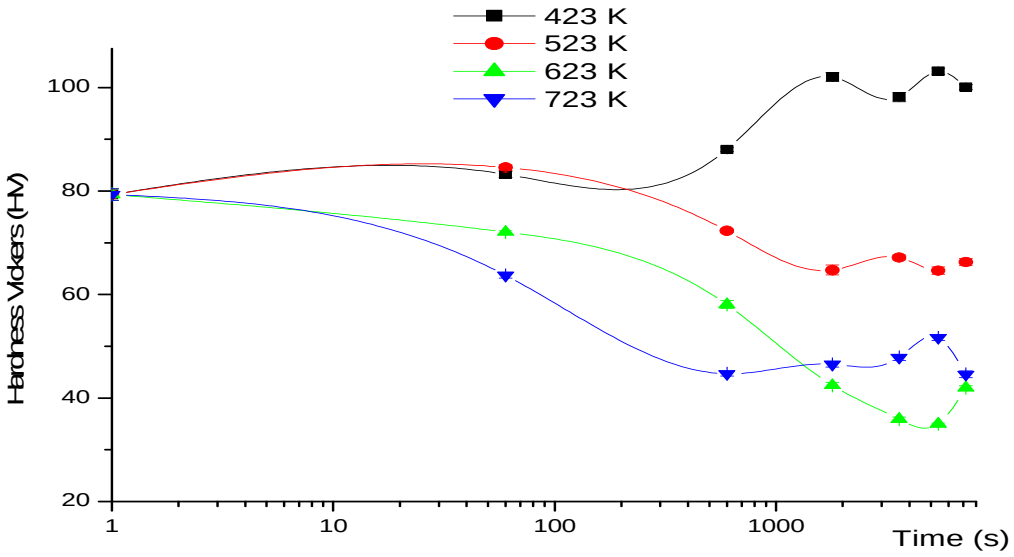


Figura 5.2.3 - Medidas de microdureza Vickers em função do tempo decorrido nos sucessivos tratamentos térmicos em ligas Al-6063 com 90% de laminação (redução em área).

Pela observação e comparação dos gráficos é possível notar uma diferenciação na velocidade de ocorrência dos estágios bem como em sua intensidade. Esta diferença é em grande parte devido à diferença de energia armazenada na amostra no momento de sua redução em área, sendo que quanto maior a energia armazenada, mais rápido e mais intensos serão os eventos.

Nota-se que para temperaturas mais elevadas, há a ocorrência de superposição de eventos, os quais ora diminuem a dureza do material (formação e conseqüente crescimento de grão) ora aumentam esta dureza (precipitação).

Com 60% de redução em área, é possível notar esta superposição de eventos ocorrendo principalmente às temperaturas de 623 e 723 K. Nestas temperaturas os eventos ocorrem quase que de maneira espelhada com acréscimos e decréscimos de dureza a partir do tratamento com tempo de 1800s de duração.

Esta seqüência pode ser observada também em amostras com 90% de redução em área, porém em tempos e intensidades diferentes. Esta diferenciação está relacionada à diferença da quantidade de energia empregada no processo de laminação, pois a densidade de defeitos formados tende a ser muito superior à que ocorre em amostras com redução de 60% acarretando em uma maior taxa de aniquilação dos defeitos.

5.3. MICROSCOPIA ÓPTICA

São apresentadas, a seguir, as micrografias ópticas obtidas em amostras da liga Al 6063 após a realização da deformação plástica de 30% 60% e 90% e tratamentos térmicos consecutivos nas temperaturas de 423 K; 523 K; 623 K e 723 K nos tempos de 60s; 600s; 1800s; 3600s; 5400s e 7200s. Para a observação e posterior dos grãos, foi realizada a anodização em cada amostra utilizando-se o reagente Barker (1,8% Ácido Fluobórico).

As micrografias foram obtidas e documentadas com um microscópio Olympus BX51M com filtro polarizador. Nas figuras 5.3.1 até 5.3.4 são mostradas as micrografias da amostra de Al 6063 sem tratamento térmico e com diferentes estados de redução em área.

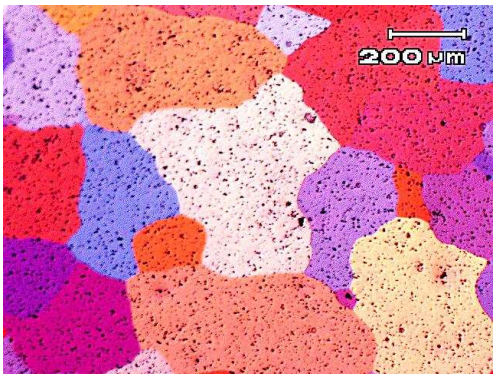


Figura 5.3.1 - Amostra de Al 6063 do material de partida

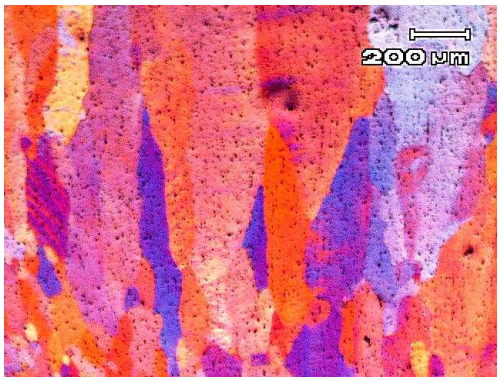


Figura 5.3.3 - Amostra de Al 6063 com redução em área de 60% sem tratamento térmico

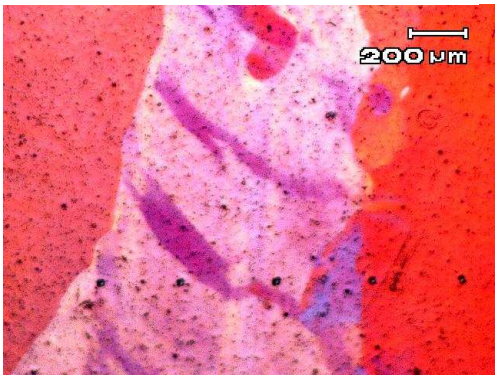


Figura 5.3.2 - Amostra de Al 6063 com redução em área de 30% sem tratamento térmico

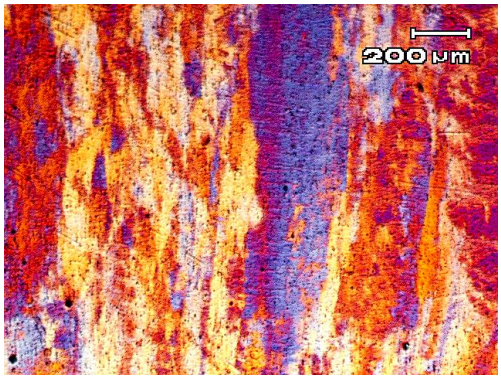


Figura 5.3.4 - Amostra de Al 6063 com redução em área de 90% sem tratamento térmico

As imagens de micrografia estão apresentadas em uma análise cronológica e separadas por redução em área e temperatura de tratamento.

5.3.1 REDUÇÃO EM ÁREA DE 30%

5.3.1.1 TRATAMENTO TÉRMICO A 423 K

Na seqüência de micrografias é apresentado, em evolução temporal, o tratamento realizado sobre as amostras Al 6063 com redução em área de 30% e tratamento térmico a 423K.

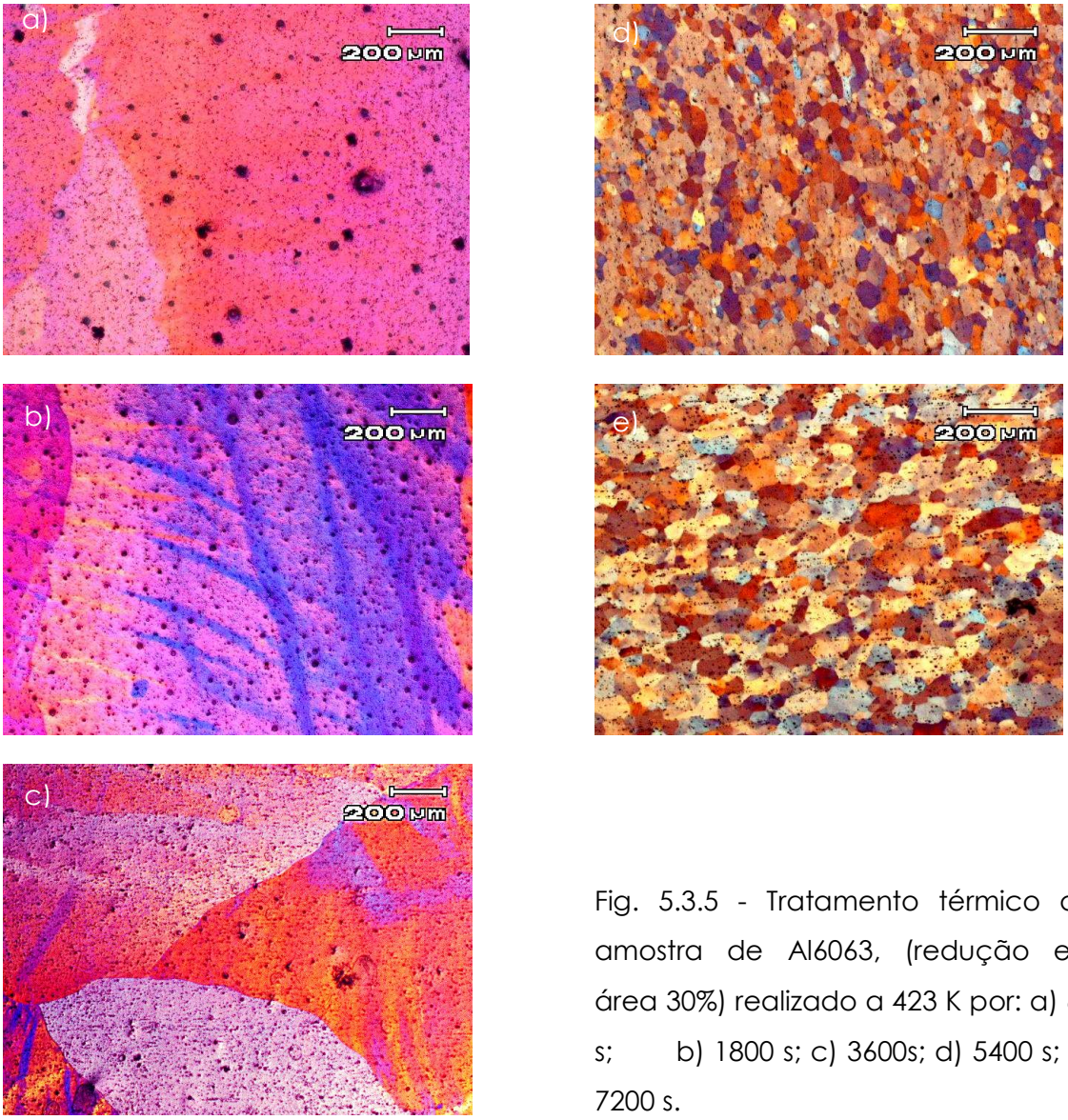


Fig. 5.3.5 - Tratamento térmico da amostra de Al6063, (redução em área 30%) realizado a 423 K por: a) 60 s; b) 1800 s; c) 3600s; d) 5400 s; e) 7200 s.

Na micrografia das amostras tratadas a 423 por 7200s é possível observar a formação de estruturas de grãos recristalizados.

Nas micrografias das amostras tratadas a 423 K por 5400s, diferentemente das tratadas por 3600s, é possível observar a formação de estruturas de grãos recristalizados.

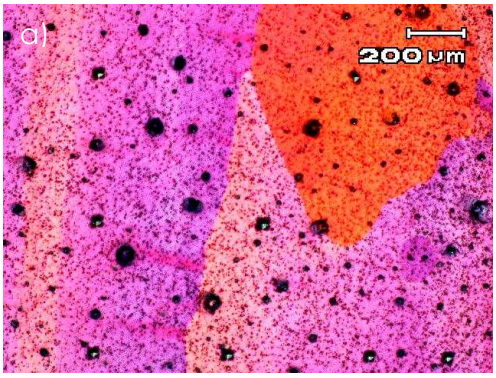
As alterações em 3600s aparentam ocorrer lentamente, de forma que não é possível determinar simplesmente pela análise da estrutura se há ainda processo de recuperação e ou recristalização

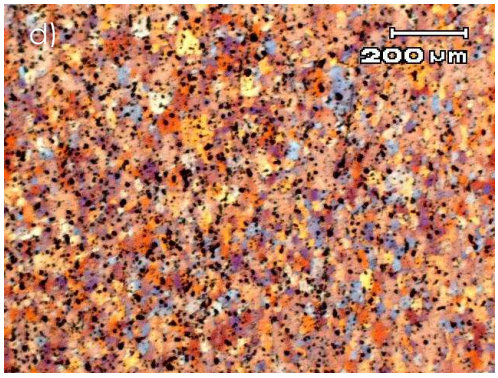
Em tratamento a 1800s, algumas estruturas em formação podem ser observadas, porém nada de relevância.

Pouca mudança microestrutural pode ser observada através da microscopia óptica nas amostras com redução em área 30% e tratadas termicamente por 60 segundos com relação as sem tratamento térmico.

5.3.1.2 TRATAMENTO TÉRMICO 523 K

A seqüência de micrografias apresenta em evolução temporal as condições das amostras com 30% de redução em área e tratamento térmico à temperatura de 423 K.





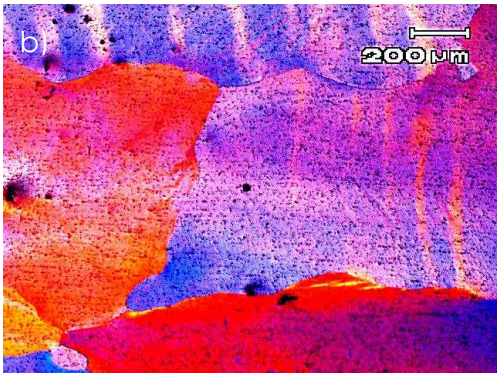


Fig. 5.3.6 - Tratamento térmico da amostra de Al6063, (redução em área 30%) realizado a 523 K por: a) 60 s; b) 1800 s; c) 3600s; d) 5400 s; e) 7200 s.

Na micrografia da amostra com tratamento de 7200 s, nota-se grãos melhor definidos, bem como um crescimento em seu tamanho com relação ao tratamento realizado a 5400s, podendo já indicar o começo do estágio de crescimento de grãos.

Transcorrido 5400 s de tratamento, é possível observar através da micrografia o aparecimento de grãos mais finos, evidenciado os estágios finais de recristalização;

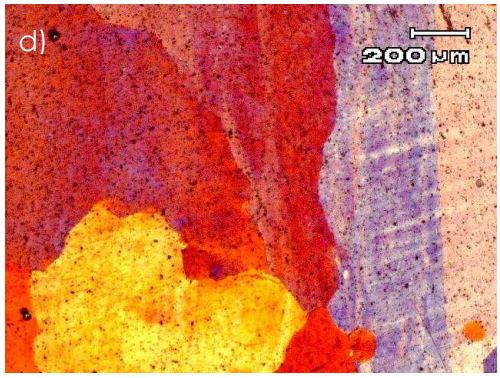
É possível notar em 3600s, regiões com grãos recristalizados e ainda grãos grosseiros Provavelmente, as razões para isto terem acontecido se devem a variações ocorridas durante o processo de laminação, acarretando substanciais mudanças com relação à criação de sítios de nucleação de novos grãos. Assim temos em grande parte do material em estudo o final do processo de recuperação e o avanço substancial do processo de recristalização (grãos finos);

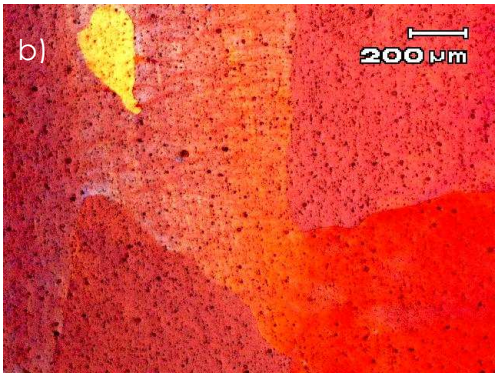
Em tratamento a 1800 s, algumas estruturas em formação podem ser observadas, porém nada de relevância isto é, grãos iniciais deformados com prováveis sítios de nucleação para a formação de novos grãos;

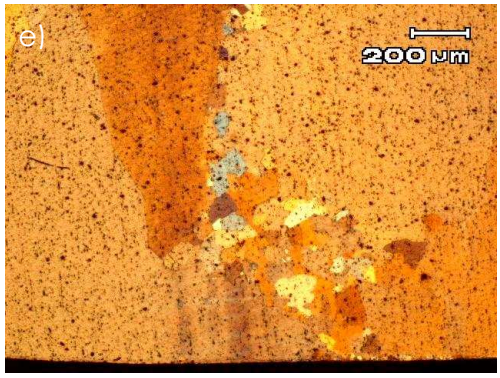
Pouca mudança pode ser observada nas amostras tratadas por 60 s. É possível observar estruturas alongadas com colorações diversas indicando orientações cristalográficas cristalográficos diferentes, possíveis de detectar com esta técnica metalográfica. Os pontos escuros parecem ser devidos ao próprio ataque;

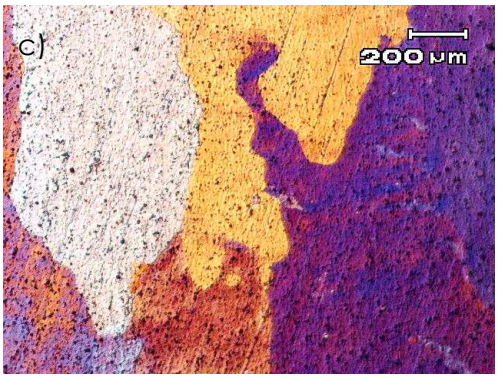
5.3.1.3 Tratamento Térmico a 623 K

Na seqüência de micrografias é apresentado, em evolução temporal, o tratamento realizado sobre as amostras Al 6063 com redução em área de 30% e tratamento térmico na temperatura de 623K.









ig. 5.3.7 - Tratamento térmico da amostra de Al6063, (redução em área 30%) realizado a 623 K por: a) 60 s; b) 1800 s; c) 3600s; d) 5400 s; e) 7200 s.

Pouca mudança pode ser observada nas amostras tratadas por 60s a 623 K. Algumas estruturas podem ser vistas entre as estruturas alongadas, evidenciando um inicio de recuperação;

Em 1800s, ocorre o aparecimento de estruturas com predominância de grãos grosseiros indicando principalmente processo de recuperação;

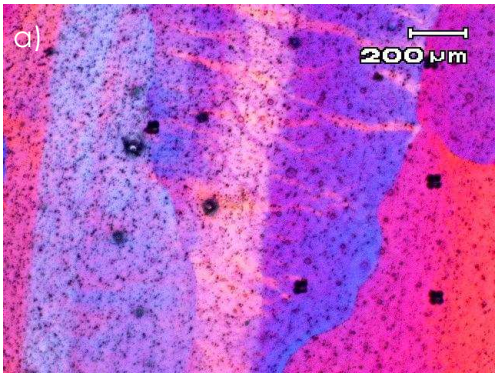
A 3600s é possível observar algumas regiões com grãos recristalizados e também com grãos "crescidos", indicando possível início do processo de crescimento de grão.

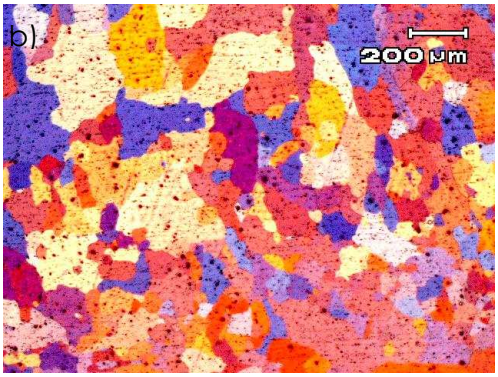
Em 5400s nota-se ainda estruturas alongadas, porém bem definidas, entre grãos espessos, indicando processo de recristalização.

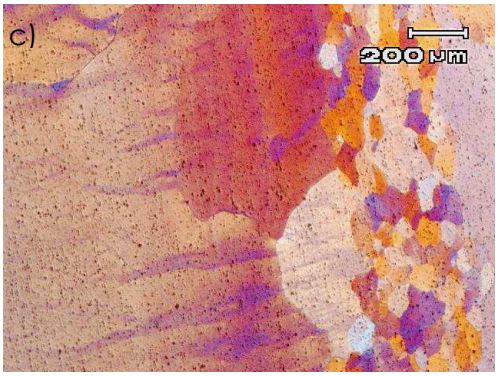
Nas micrografias das amostras tratadas a por 7200s, observa-se grãos em processo de recuperação e recristalização. É provável que tenha havido uma deformação não homogenia da amostra favorecendo os processos de recristalização apenas na faixa central.

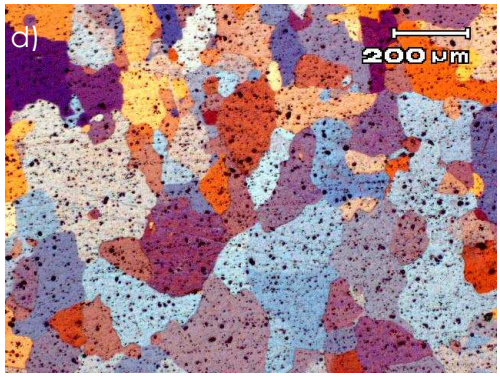
5.3.1.4 TRATAMENTO TÉRMICO A 723 K

Na seqüência de micrografias é apresentado, em evolução temporal, o tratamento realizado nas amostras Al 6063 com redução em área de 30% e tratamento térmico na temperatura de 723K.









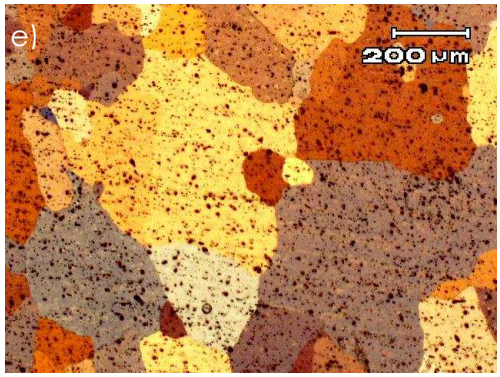


Fig. 5.3.8 - Tratamento térmico da amostra de Al6063, (redução em área 30%) realizado a 723 K por: a) 60 s; b) 1800 s; c) 3600s; d) 5400 s; e) 7200 s.

Após o tratamento por 60s, pouca mudança pôde ser registrada com relação às amostras sem tratamento térmico, podendo-se observar estruturas alongadas. As variações de orientação cristalográfica ficam evidentes em função das técnicas de ataque colorido empregadas;

Em 1800s os grãos se mostram bem definidos e distribuídos homogeneamente pela amostra, indicando que possivelmente o processo de recuperação está em sua fase final e o processo de recristalização deve ser predominante;

A 3600s é possível notar o final do processo de recristalização e início do processo de crescimento de grão;

Com tratamento de 5400s os grãos estão mais bem definidos indicando que o processo de recristalização está bem avançado, podendo-se inclusive observar o processo de crescimento de grãos em andamento;

Nas micrografias das amostras tratadas por 7200s, observa-se a continuidade do processo de crescimento de grão

5.3.2 REDUÇÃO EM ÁREA DE 60%

5.3.2.1 TRATAMENTO TÉRMICO A 423K

A seqüência de micrografias apresenta em evolução temporal as condições das amostras com 60% de redução em área e tratamento térmico à temperatura de 423 K.

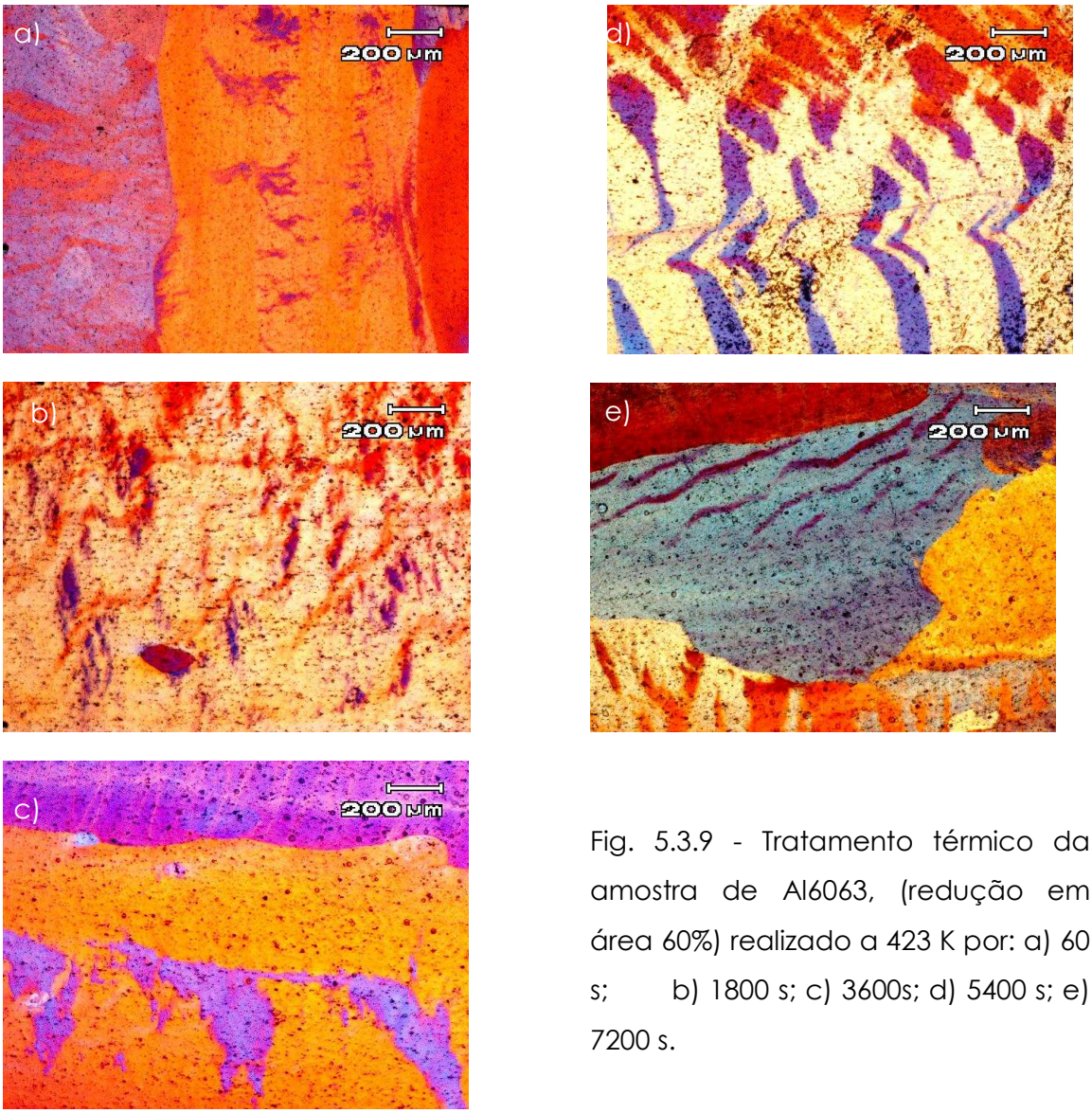


Fig. 5.3.9 - Tratamento térmico da amostra de Al6063, (redução em área 60%) realizado a 423 K por: a) 60 s; b) 1800 s; c) 3600s; d) 5400 s; e) 7200 s.

Nas amostras tratadas por 60s pouca mudança significativa pode ser observada. Observa-se a existência de estruturas alongadas com diferentes orientações cristalográficas, porém nada de muita relevância;

Com o tratamento realizado por 1800s, observam-se estruturas alongadas e sítios de nucleação entre estas estruturas o que evidencia a continuidade do processo de recuperação;

No tratamento realizado em 423K por 3600s é possível observar a continuidade do processo de recuperação e um possível processo de recristalização;

No tratamento térmico realizado por 5400s ocorre a continuidade do processo de recuperação e possíveis subgrãos (principio da recristalização) de difícil observação por MO;

Na micrografia referente ao tratamento realizado por 7200 s é possível notar grande variedade de tamanhos de grãos onde coexistem os grãos em processos de recuperação e recristalização e a formação de grãos de dimensões bem reduzidas.

5.3.2.2 TRATAMENTO TÉRMICO A 523 K

A seqüência de micrografias apresenta em evolução temporal as condições das amostras com 60% de redução em área e tratamento térmico à temperatura de 523 K.

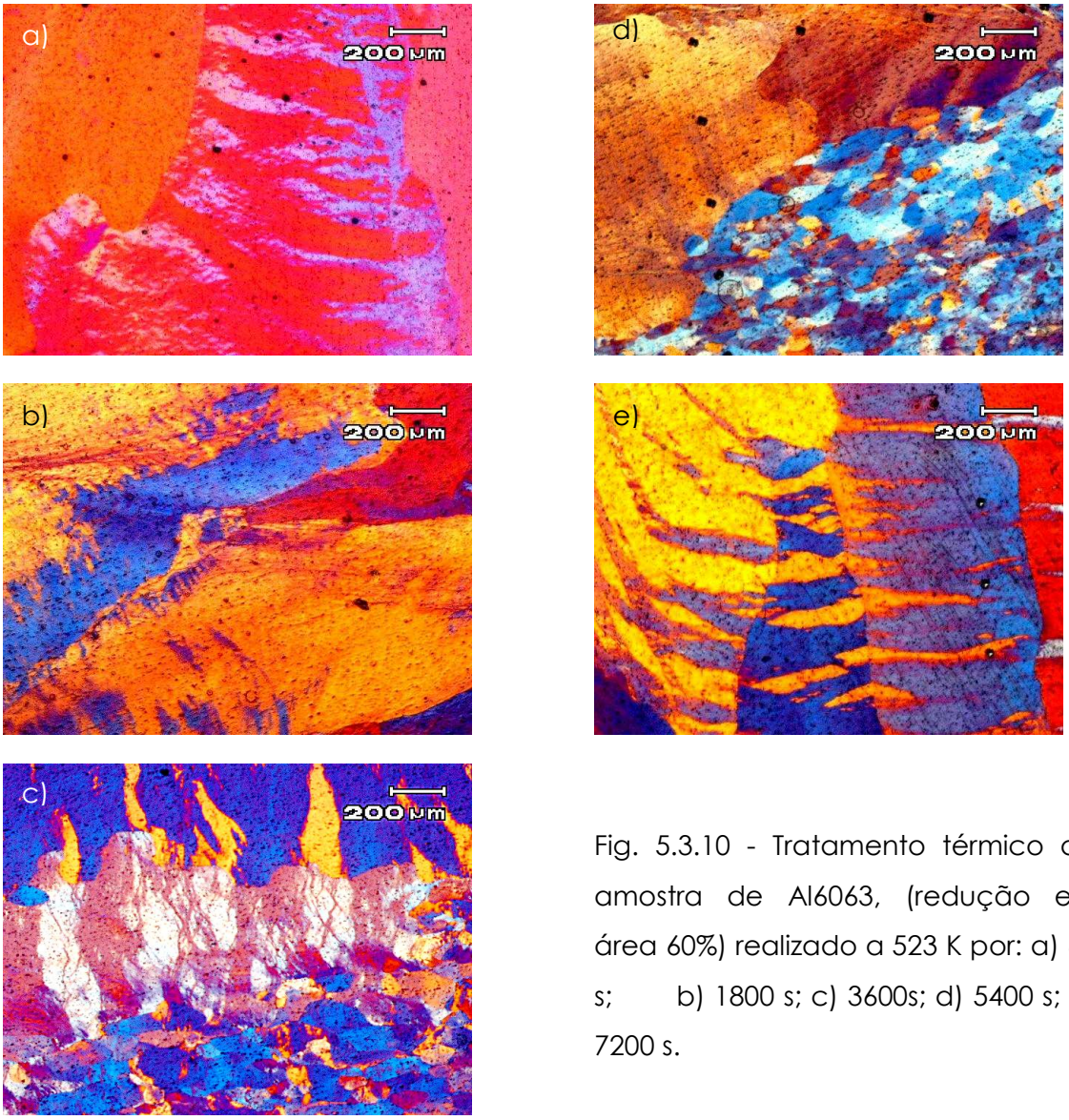


Fig. 5.3.10 - Tratamento térmico da amostra de Al6063, (redução em área 60%) realizado a 523 K por: a) 60 s; b) 1800 s; c) 3600s; d) 5400 s; e) 7200 s.

Nas micrografias na qual foi realizado o tratamento a temperatura de 423K por 60 s é possível observar algumas estruturas alongadas, no sentido da laminação. É possível observar os estágios iniciais de formação de novos grãos (provenientes de sítios de nucleação presentes nos contornos de grãos laminados e possivelmente em precipitações presentes na liga) alem da recuperação que está ocorrendo nos grãos iniciais da amostra. Os pontos escuros parecem ser devido ao ataque;

Em 1800 s, as micrografias obtidas apresentam a continuidade dos processos de recuperação/recristalização dos grãos laminados, além da formação de novos grãos provenientes dos sítios de nucleação já comentados anteriormente. (é possível observar-se estruturas com características de grãos alongados e estruturas com características de grãos grosseiros);

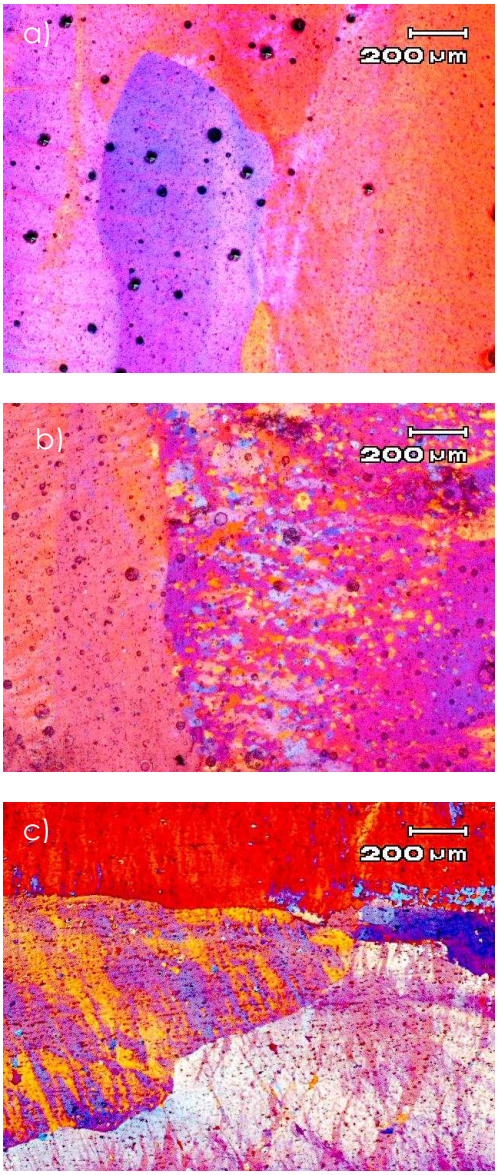
Com tratamento em 523K por 3600 s tem-se a continuidade do processo de recuperação e recristalização dos grãos inicialmente laminados, além dos grãos formados junto a contornos de grãos e precipitados;

Em 7200s, observa-se a continuidade dos processos anteriormente mencionados: recuperação, recristalização dos grãos inicialmente laminados alem dos grãos formados junto a contornos de grão e precipitados presentes na liga Al 6063.

Utilizando tempos maiores, 5400s, observa-se a continuidade dos processos anteriormente mencionados: recuperação, recristalização dos grãos inicialmente laminados, alem dos grãos formados junto a contornos de grão e precipitados presentes na liga Al 6063.

5.3.2.3 TRATAMENTO TÉRMICO A 623 K

A seqüência de micrografias apresenta em evolução temporal as condições das amostras com 60% de redução em área e tratamento térmico à temperatura de 623 K.



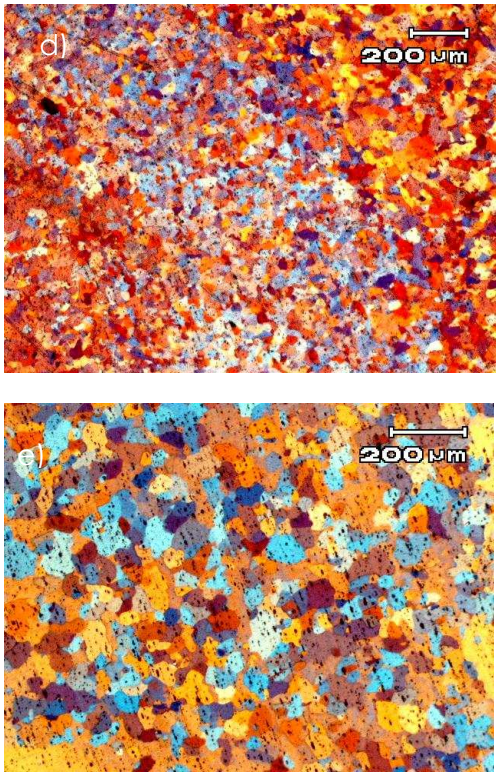


Fig. 5.3.11 - Tratamento térmico da amostra de Al6063, (redução em área 60%) realizado a 623 K por: a) 60 s; b) 1800 s; c) 3600s; d) 5400 s; e) 7200 s.

Em tratamento realizado a 623 K por 60s é possível observar estruturas grossas, provavelmente com processos de recuperação em ação;

Na micrografia obtida da amostra com tratamento por 1800s é possível observar estruturas muito finas paralelas a outras mais grosseiras, indicando que no interior dos grãos antigos houve o início dos processos de formação de novos grãos, formados junto às precipitações (segundas fases) da liga Al6063 alem da continuidade do processo de recuperação dos grãos inicialmente laminados;

Com 3600s de tratamento, novamente é possível observar-se estruturas muito finas paralelas a outras mais grossas, indicando que no interior dos grãos antigos houve o início dos processos de formação de novos grãos, formados junto às precipitações (segundas fases) da liga Al6063 alem da continuidade do processo de recuperação dos grãos inicialmente laminados;

Com tratamento por 5400s é possível observar o processo de recristalização em andamento e início do processo de crescimento de grãos;

A micrografia da amostra tratada a 623 K por 7200s apresenta uma região com grãos recristalizados, possivelmente em crescimento, entre regiões onde o processo de recristalização ainda se apresenta ativo.

5.3.2.4 TRATAMENTO TÉRMICO 723K

A seqüência de micrografias apresenta em evolução temporal as condições das amostras com 60% de redução em área e tratamento térmico à temperatura de 723K.

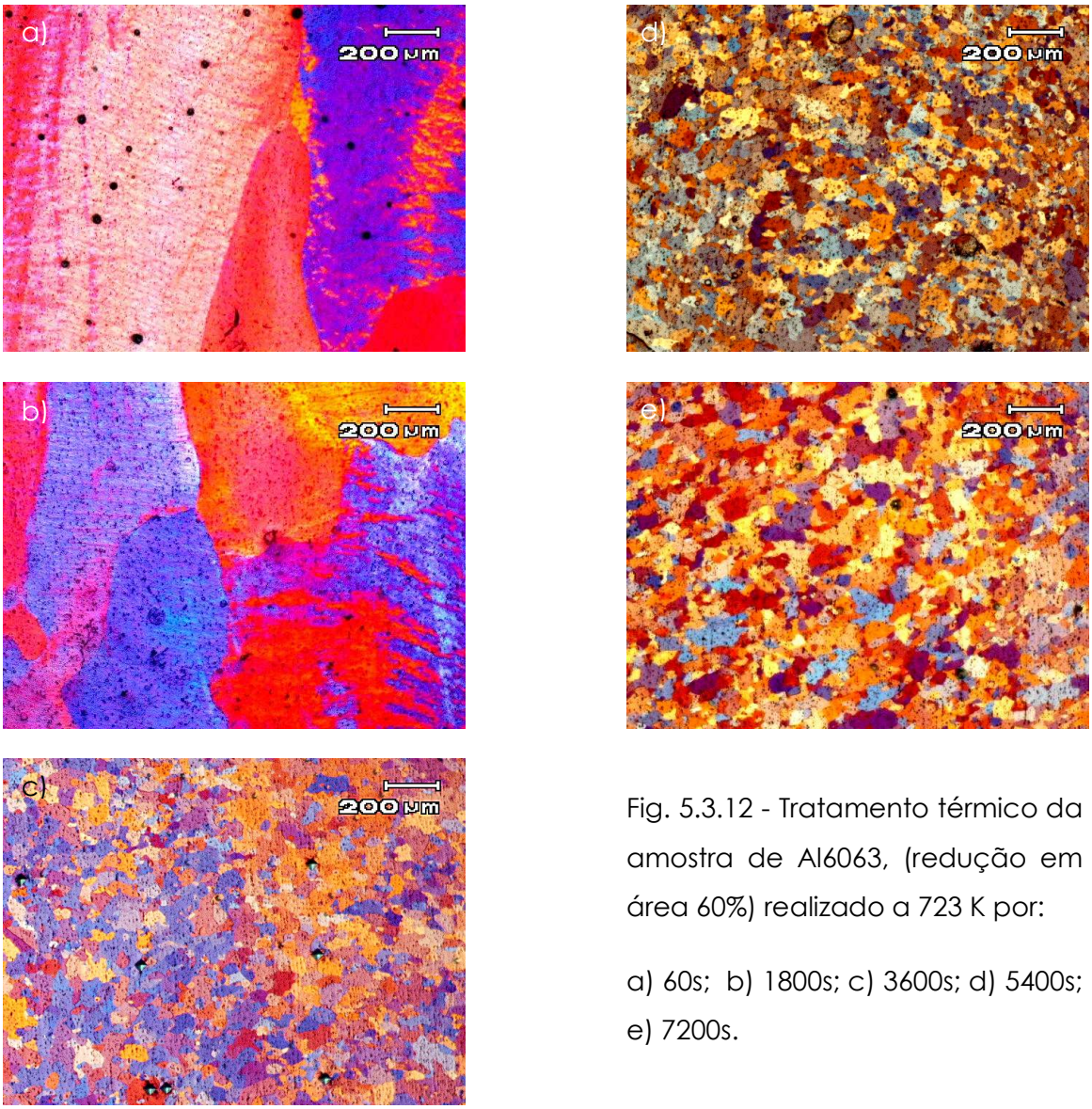


Fig. 5.3.12 - Tratamento térmico da amostra de Al6063, (redução em área 60%) realizado a 723 K por:

a) 60s; b) 1800s; c) 3600s; d) 5400s; e) 7200s.

Para o tratamento térmico realizado a 723K por 60s, as micrografias mostram a continuidade do processo de recuperação, estruturas muito finas no interior dos grãos primários, indicando que no interior destes grãos antigos houve o início dos processos de formação de novos grãos, formados junto as precipitações (segundas fases) da liga Al6063 alem da continuidade do processo de recuperação dos grãos inicialmente laminados e apresenta também estruturas de grãos alongados;

Após 1800s de tratamento térmico (723K.), a amostra se encontra nos estágios de recuperação e de recristalização apresentando estruturas ainda alongadas, as micrografias mostram a continuidade do processo de recuperação, junto com estruturas muito finas no interior dos grãos primários, indicando que no interior destes grãos "antigos" houve início dos processos de formação de novos grãos, formados junto às precipitações (segundas fases) da liga Al6063;

No tratamento térmico (723K) após 3600s é possível observar grãos equiaxiais entre regiões ainda em processos de recristalização;

Após 5400s de tratamento, o processo de recristalização se encontra em estágios finais, com grãos equiaxiais com tamanho médio de grão de (68 ± 4) μm;

A microestrutura da amostra com tratamento térmico (723K) após 7200s mostra todos os grãos equiaxiais, indicando o final do processo de recristalização e continuidade do processo de crescimento de grão.

3.3. REDUÇÃO EM ÁREA DE 90%

5.3.3.1 TRATAMENTO TÉRMICO A 623 K

A seqüência de micrografias apresenta, em evolução temporal, as condições das amostras com 90% de redução em área e tratamento térmico à temperatura de 623 K.

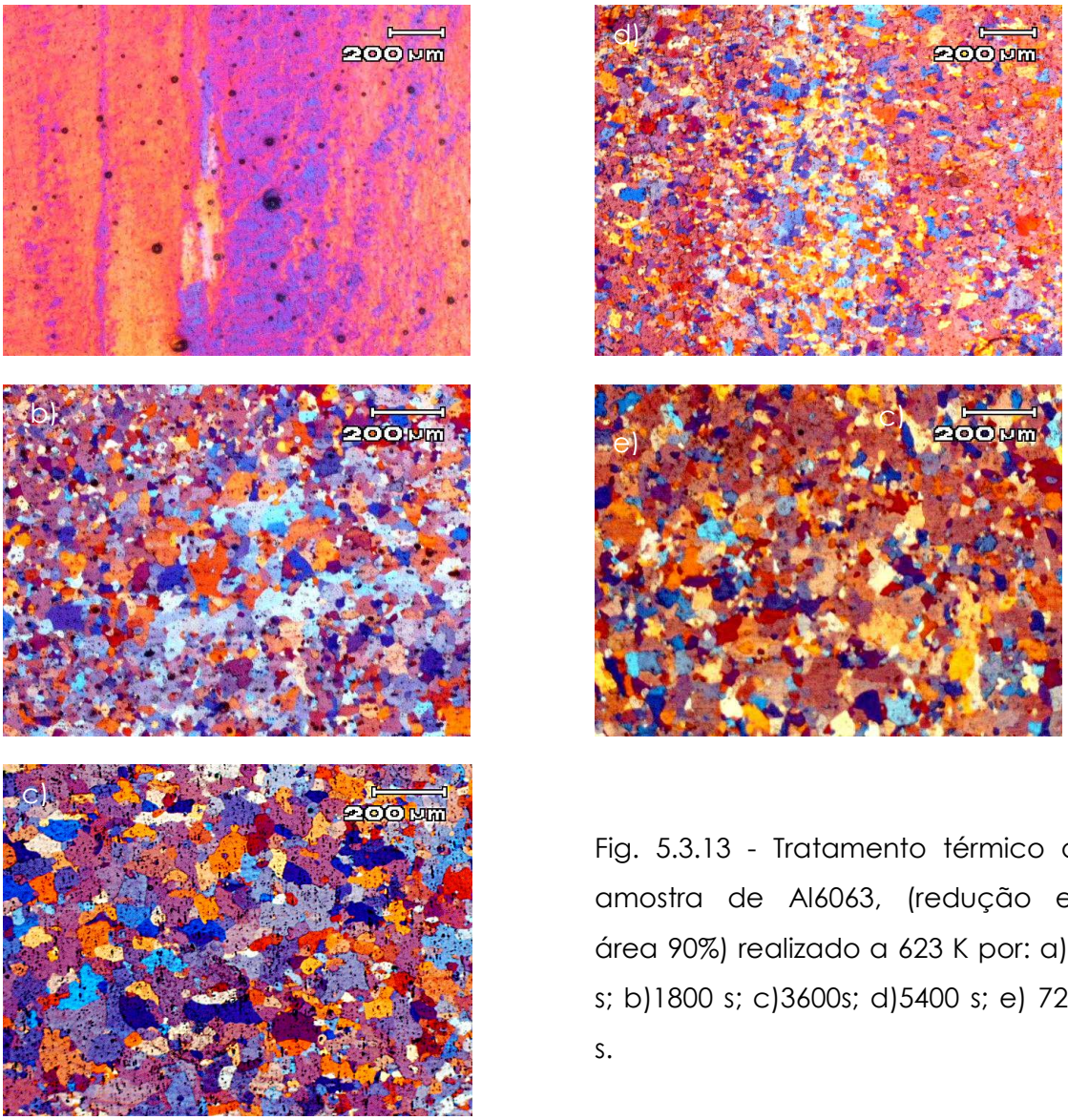


Fig. 5.3.13 - Tratamento térmico da amostra de Al6063, (redução em área 90%) realizado a 623 K por: a)60 s; b)1800 s; c)3600s; d)5400 s; e) 7200 s.

Pouca mudança pode ser observada no tratamento térmico realizado a 623 K por 60s. Podem-se diferenciar algumas estruturas nos estágios finais de recuperação, porém pouco definidas. Os pontos escuros são devido ao ataque;

Com 1800s de tratamento (623K), a microestrutura da amostra já se encontra em estágios avançados de recristalização, com muitos grãos equiaxiais, e algumas estruturas ainda em processo de recristalização;

Na micrografia da amostra tratada a 623K por 3600s é possível observar os estágios finais do processo recuperação e continuidade do processo de recristalização onde os grãos encontram-se equiaxiais em quase a totalidade, com provável início do processo de crescimento de grão;

Com o tratamento (623K) por 5400s a amostra encontra-se no final do processo de recristalização e continuidade do processo de crescimento de grão;

Após 7200s de tratamento (623K), as amostras se apresentam em boa parte recristalizadas e em estágios com processo de crescimento de grão em andamento.

5.3.3.2 TRATAMENTO TÉRMICO A 723K

A seqüência de micrografias apresenta em evolução temporal as condições das amostras com 90% de redução em área e tratamento térmico à temperatura de 723K.

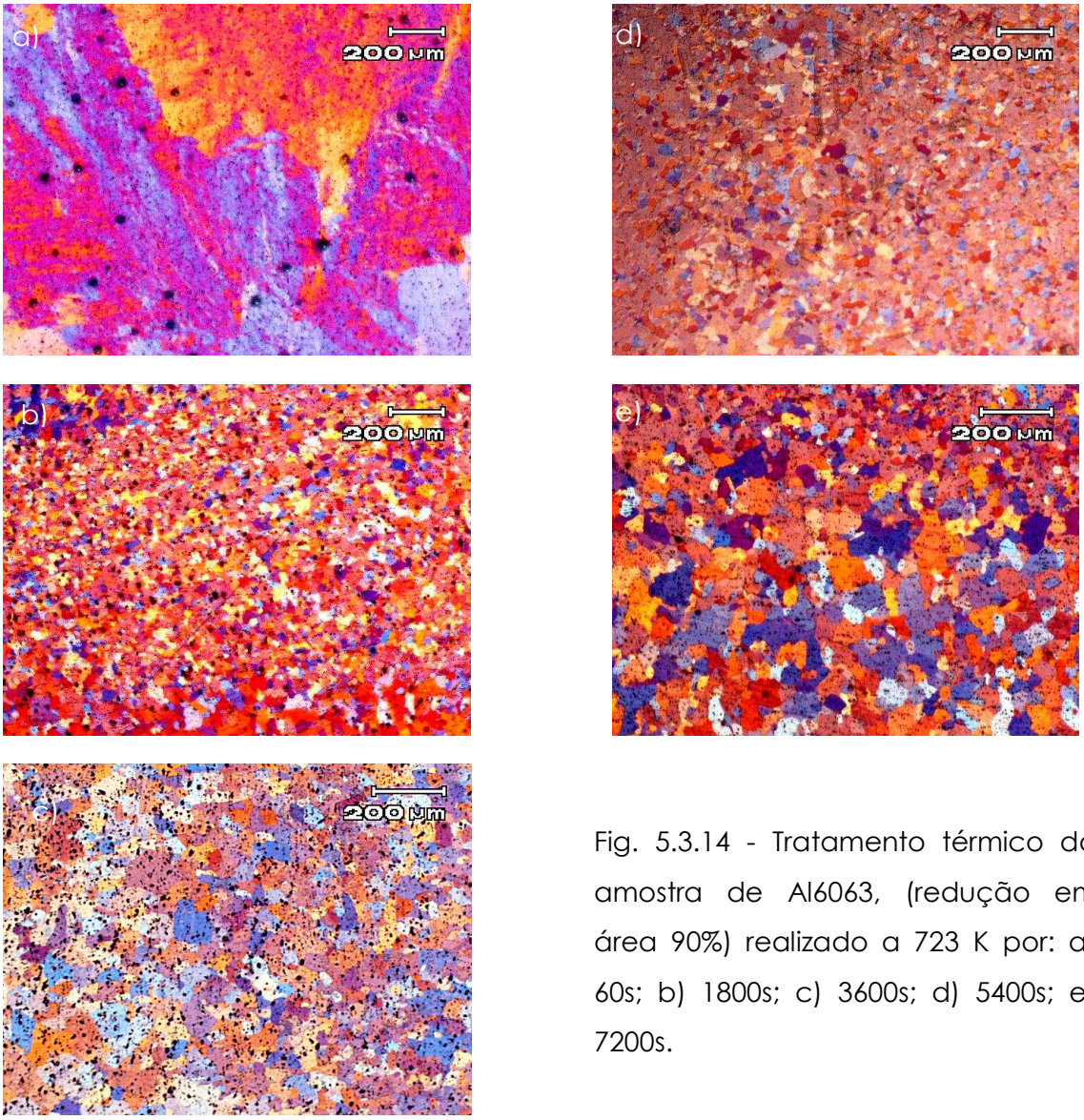


Fig. 5.3.14 - Tratamento térmico da amostra de Al6063, (redução em área 90%) realizado a 723 K por: a) 60s; b) 1800s; c) 3600s; d) 5400s; e) 7200s.

A micrografia referente ao tratamento térmico de 723K por 60s apresenta estruturas bastante alongadas, indicando a continuidade do processo de recuperação. Pontos escuros, devido ao processo de ataque da amostra, podem ser divisados;

O tratamento térmico a 723K por 1800s produziu grande mudança na microestrutura da amostra, apresentando grãos equiaxiais entre poucas estruturas não cristalizadas. Esta informação, aliada às informações sobre os valores de microdureza neste estágio, indicam o final da recristalização e o início do processo de crescimento de grão;

A micrografia da amostra tratada a 723K por 3600s apresenta muitos grãos equiaxiais, com tamanho de grão de (37±3) μm, corroborando o tratamento anterior que indica o final da recristalização e início do crescimento de grão;

No tratamento (723K) por 5400s o processo de crescimento de grão tem continuidade, apresentando grãos da com tamanho médio de (46±3) μm (Apêndice 2);

Após 7200s de tratamento a 723K, a micrografia registra grãos se totalmente recristalizados e em processo de crescimento de grão, com tamanho médio de (47±4) μm.

5.4 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO (MET)

As figuras 5.4.1 até 5.4.10 mostram as micrografias eletrônicas de amostras da liga Al 6063 deformadas plasticamente por laminação com redução em área de 30, 60 e 90% com ou sem tratamento térmico posterior.

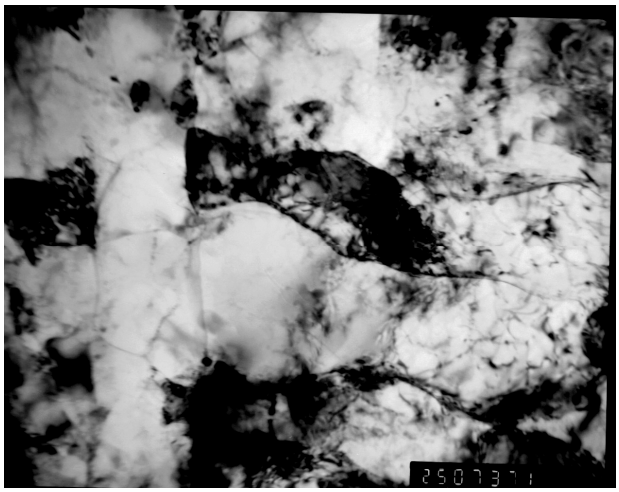


Figura 5.4.1 – Micrografia eletrônica de amostra de Al 6063 com redução em área de 20% sem tratamento térmico [11]: presença de grandes emaranhados de discordâncias interagindo com precipitados presentes.

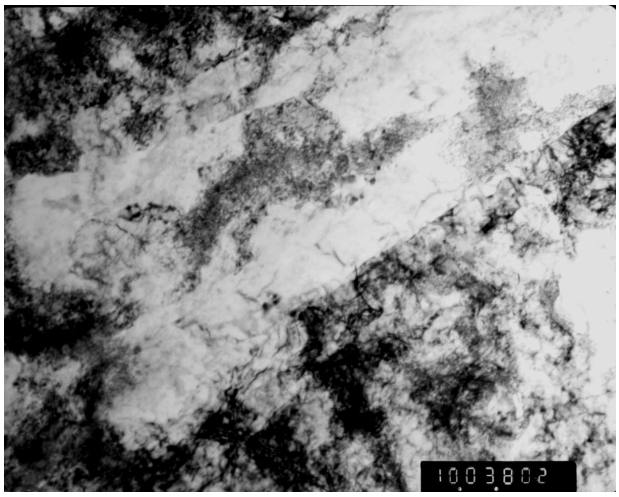


Figura 5.4.2 – Micrografia eletrônica de amostra de Al 6063 com redução em área de 90% sem tratamento térmico [11]: presença de intensos emaranhados de discordâncias interagindo com precipitados presentes, neste caso de difícil visualização.

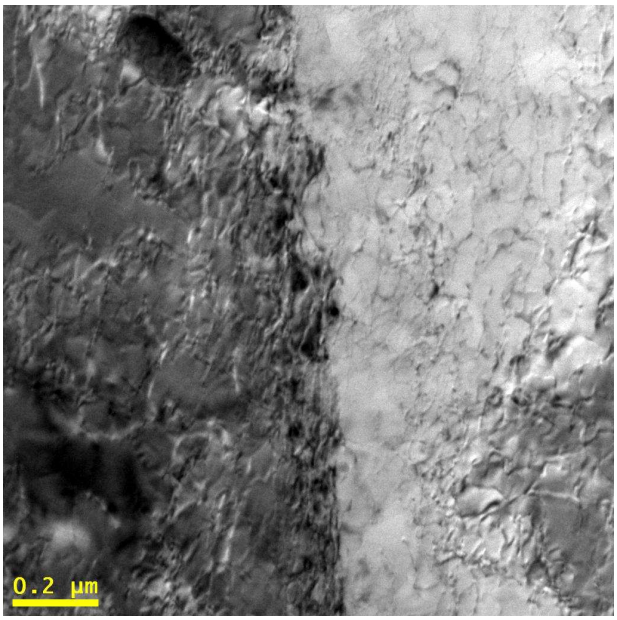


Fig. 5.4.3. – Micrografia eletrônica de amostra de Al 6063 com redução em área de 30% e tratamento térmico de 423K por 1800s: emaranhados de discordâncias no interior de dois grãos com presença de precipitados finos.

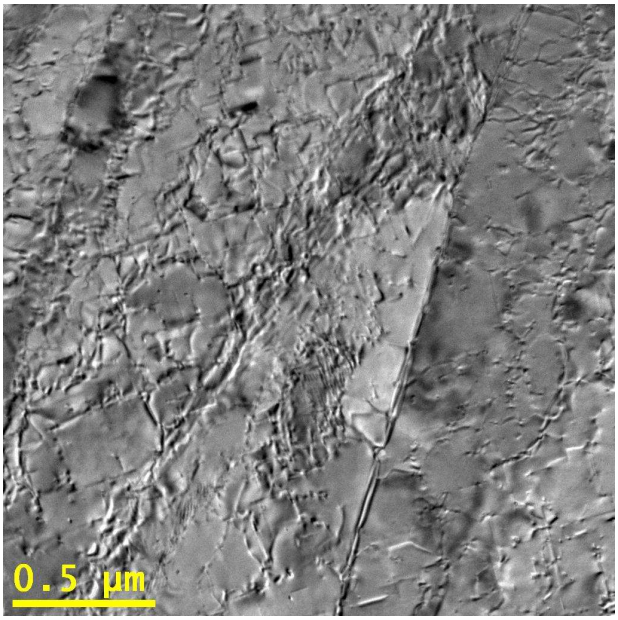
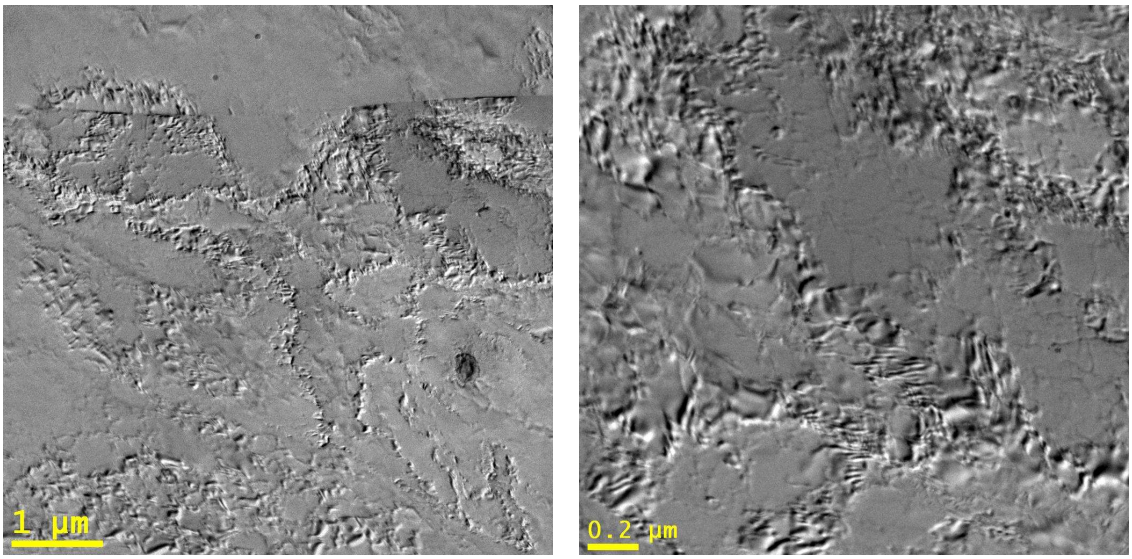


Fig. 5.4.4 - Micrografia eletrônica (contraste em condição dinâmica) de amostra de Al 6063 com redução em área de 30% e tratamento térmico de 423K por 3600s: presença significativa de emaranhados de discordâncias, precipitados muito finos.



(a) (b)

Fig. 5.4.5: Micrografias eletrônicas (contraste em condição dinâmica, mesma área de observação) de amostra de Al 6063 com redução em área de 30% e tratamento térmico de 423K por 5400s: presença de subgrãos, emaranhados de discordâncias, precipitados de diferentes dimensões.

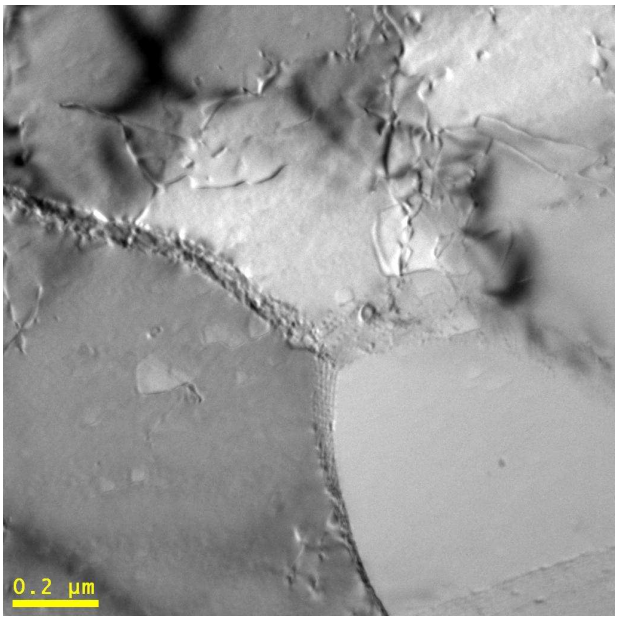


Fig. 5.4.6 - Micrografia eletrônica de amostra de Al 6063 após redução em área de 30% e tratamento térmico de 423K por 7200s: observa-se pouca presença de defeitos cristalinos no interior dos grãos indicando processo de recristalização em andamento.

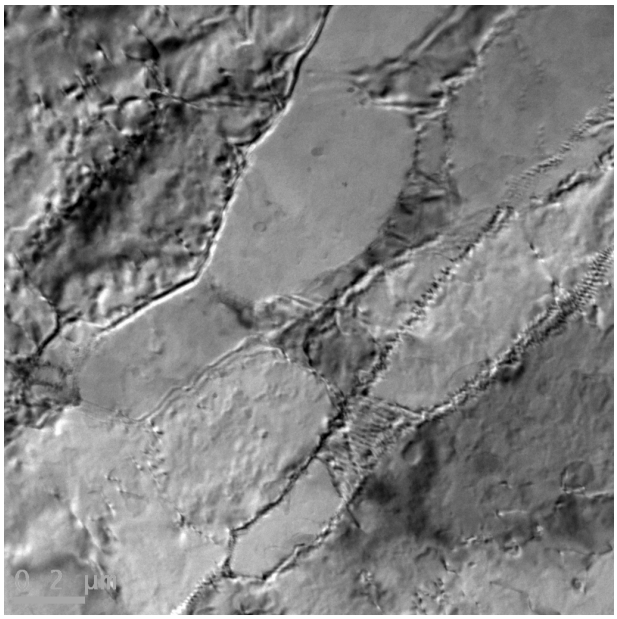


Fig. 5.4.7 - Micrografia eletrônica de amostra de Al 6063 com redução em área de 60% e tratamento térmico de 623K por 5400s: observa-se presença de grãos e subgrãos, pouca presença de defeitos cristalinos no interior dos mesmos; verifica-se também a presença de precipitados de diferentes tamanhos.

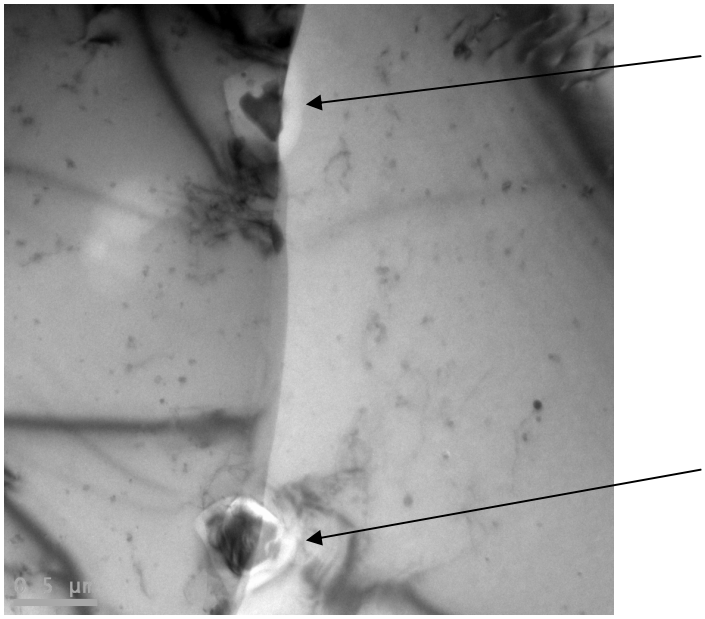


Fig 5.4.8 - Micrografia eletrônica de amostra de Al 6063 com redução em área de 60% e tratamento térmico de 623K por 7200s: observa-se ancoramento do contorno de grão por precipitados presentes (indicados por setas), alem de precipitados finos em todo o interior dos dois grãos interagindo com discordâncias individuais.

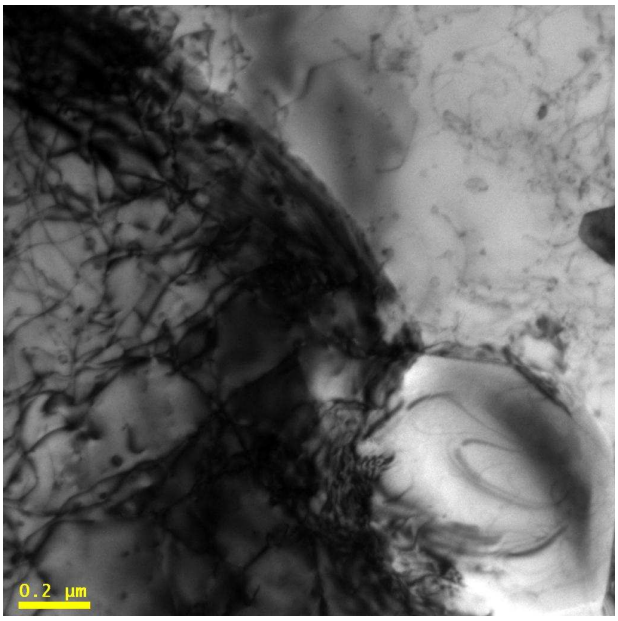


Fig. 5.4.9 – Micrografia eletrônica de amostra de Al 6063 após redução em área de 90% e tratamento térmico de 623K por 3600s: observa-se região de contorno de grão com presença de precipitado, discordâncias interagindo com precipitados finos impedindo em parte a sua movimentação durante o tratamento térmico ocorrido.

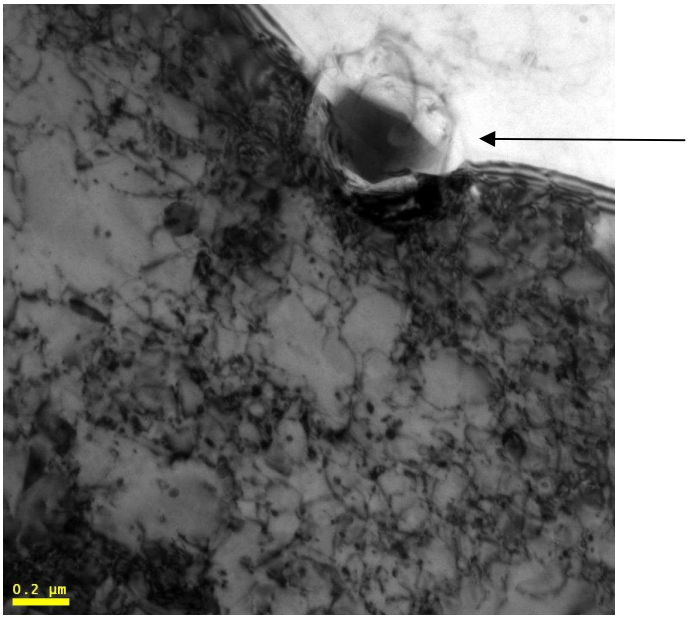


Fig. 5.4.10 - Amostra de Al 6063 com redução em área de 90% e tratamento térmico de 723K por 3600s: observa-se região de contorno de grão com presença de precipitado de grande dimensão (indicado por seta), discordâncias interagindo com precipitados finos que impedem parcialmente a movimentação das discordâncias durante o tratamento térmico ocorrido.

A análise das micrografias obtidas por microscopia eletrônica de transmissão das amostras da liga Al 6063 sem tratamento térmico (Figura 5.4.1 e 5.4.2) apresentam alto grau de defeitos cristalinos, principalmente o emaranhado de discordâncias, sendo que quanto maior o grau de deformação plástica mais significativo é o aumento destes defeitos.

As micrografias das amostras com deformação plástica de 30%, 60% e 90%, e tempo de tratamento térmico igual ou superior a 1800 s, revelam ainda grande densidade de defeitos cristalinos, entre os quais, emaranhados de discordâncias, precipitados e falhas de empilhamento, sendo este ultimo um defeito incomum de se observar em ligas de alumínio as quais apresentam uma alta energia de defeito de empilhamento (EDE) [1], grãos deformados pela laminação e formação de células que irão dar lugar a formação de subgrãos dentro destes alongados.

As micrografias referentes às amostras que passaram por tratamentos térmicos revelam, de forma geral, a diminuição de defeitos cristalinos (entre os quais, discordâncias), com o transcorrer do tempo de tratamento. Há a formação de subgrãos com tamanho da ordem de 0,1 μm, sendo estes os geradores da microestrutura final do processo de recristalização. É possível observar, em algumas micrografias, um aparente processo de coalescimento, previamente explicado. Observam-se precipitados do tipo Mg_2Si (Fig. 5.4.8 e 5.4.10 indicado pelas setas) mostrando processo de ancoramento de contornos de alto e baixo ângulo.

A seqüência de micrografias apresentada pelas figuras 5.4.3 – 5.4.7 apresenta alto grau de defeitos cristalinos, principalmente emaranhados de discordâncias, os quais diminuem com tempos crescentes de tratamento térmico, mostrando também uma concordância com a seqüência de micrografias ópticas da figura 5.3.5. Notadamente, quanto maior o grau de deformação plástica, mais significativo o aumento destes defeitos.

A alteração significativa na quantidade de defeitos presentes devido aos tratamentos térmicos mostra também ser compatível com os dados apresentados nas curvas de microdureza expondo principalmente a região dita recuperação-recristalização apresentada na figura 3.6.4.1. Pode-se observar que nas micrografias de amostras com

maior grau de deformação os defeitos aparentemente são eliminados mais rapidamente que as amostras de menor deformação inicial, as quais também mostram concordância com os resultados obtidos na microdureza.

Trabalhos anteriores mostram que para baixas temperaturas, em qualquer estado de deformação inicial, o processo de envelhecimento parece sobrepor-se aos de recuperação-recristalização [20], efeito este que também pode ser observado nas micrografias por MET apresentados nesta dissertação, em concordância com a literatura.

6. Conclusão

Baseado nos dados obtidos pelas técnicas experimentais empregadas e na literatura disponível pode-se inferir que as ligas de alumínio comercial 6063 com diferentes graus de deformação plástica (30%, 60% e 90%), após convenientes tratamentos térmicos (423 K, 523 K, 623 K e 723 K) em tempos pré-estabelecidos (60, 1800, 3600, 5400 e 7200 segundos) apresentam a possível seqüência de mecanismos:

- Inicialmente, o material após processos de deformação, apresenta grãos alongados dependentes da deformação empregada, ou seja, quanto maior a deformação, mais alongado o grão se apresentará. Esta deformação implica em altas energias retidas no material sob forma de defeitos cristalinos. Ao atingir valores altos deformação (90%) é gerada uma enorme densidade de defeitos cristalinos os quais são responsáveis pela alta dureza inicial observada nas curvas de microdureza da amostras. Os mecanismos envolvidos na recuperação/recristalização dinâmica entram em ação e acredita-se que já existam sítios de nucleação formados nos contornos de grãos alongados (iniciais) [16].

- A energia empregada, seja nos processos de redução em área seja na temperatura de tratamento, provoca uma antecipação dos processos de recuperação, recristalização e crescimento de grão. Esta característica pode ser observada através das curvas de microdureza, onde os eventos de endurecimento são observados com uma defasagem.

- De modo geral, em tratamentos térmicos com duração superior a 1800 segundos os processos de recuperação e recristalização diminuem consideravelmente a quantidade de defeitos cristalinos, se comparados com o material sem tratamento térmico, o que justifica a queda acentuada de dureza neste tempo de tratamento. Neste ponto, torna-se conveniente re-frisar a correlação da redução em área com a dureza do material. Acredita-se que os sítios de nucleação, que serão transformados em grãos, apresentam-se inicialmente pequenos e terão o seu tamanho de grão aumentado com o transcorrer do tempo, favorecidos pelos processos de recuperação e recristalização. Simultaneamente ocorre a participação de processos de precipitação (liga Al-6063), que impedirá parcialmente o crescimento de tais grãos.

- Em tratamentos com redução em área de 90% trabalhos térmicos a temperaturas de 623 K e 723 K por 7200 segundos, o processo de recuperação foi finalizado completamente. Os mecanismos envolvidos no processo de recristalização juntamente com o processo de precipitação nas amostras são predominantes. Tem-se também, a ocorrência de processo de crescimento de grãos, e aparecimento de precipitados, no caso da liga de alumínio 6063, Mg_2Si, nos intervalos de tratamento térmicos estudados, e que parecem ser os responsáveis pelo aumento de dureza observado.

- As micrografias das amostras com redução em área de 30% apresentam dados bastante condizentes com a literatura estudada. Em amostras com redução em área de 60%, a superposição de eventos torna-se significativa, devido a alta energia empregado nos processos de deformação, fazendo com que esta seqüência tenha menor correlação com a literatura. Já em amostras com redução em área de 90%, a energia inicial associada a redução em área antecipa os eventos de recuperação e recristalização como mostrado nas micrografias obtidas e gráficos de microdureza, deste trabalho [9].

7. Bibliografia

[1] Padilha, A.F., *Materiais de Engenharia*, Ed Hermus, 2000.

[2] Arzamasov, B.N. et al., *Material Sience*, cap 12. Mir Publish Moscow, 1989.

[3] Aluminium Standard and Data, *The Aluminum association*, Inc., 9th ed, Julho, 1988.

[4] Al-Marahleh, G. *Effect of Heat Treatment Parameters on Distribution and Volume Fraction of Mg2Si in the Structural Al 6063 Alloy*, American Journal of Applied Sciences 3 (5): 1819-1823, 2006

[5] Marshall, G.J., *Microstructural control during processing of aluminium canning alloys*. Mater. Sci, 217-222, 19-30, 1996.

[6] Callister, W.D., *Ciência e Engenharia de materiais, uma introdução* – LTC 2000.

[7] *Defeitos em linha nos materiais cristalinos*. Disponível em http://construtor.cimm.com.br/cgi-win/construt.cgi?configuradorresultado+462 último acesso em 22 de fevereiro de 2009

[8] Padilha, A.F.; Siciliano F. Encruamento, *Recristalização, Crescimento de Grão e Textura*, Associação Brasileira de Metalurgia e Metais – ABM, São Paulo 1995

[9] Peterzow, G., *Metallographic Etching*, Ed American Society for Metals 1978 pg 41

[10] Espósito, I. M., *Caracterização e Cinética de Recristalização da Liga de Alumínio 6063, após Tratamentos Termomecânicos*, Dissertação de Mestrado, 2006, IPEN-USP.

[11] Hughes D.A., Hansen N *Microstructural evolution in nickel during rolling from intermediate to large strains*. metallurgical transactions a-physical metallurgy and materials science, vol. 24 pag. 2021-2037, 1993

[12] Hughes D.A., Liu Q, Chrzan D.C., Hansen N *Scaling of microstructural parameters: misorientations of deformation induced boundaries*. Acta materialia vol. 45 issue: 1 pag. 105-112, 1997

[13] Hughes D.A. Microstructural evolution in a non-cell forming metal - al-mg. Acta metallurgica et materialia vol. 41 issue: 5 pag. 1421-1430, 1993

[14] Troeger, L.P. and Starke, E.A., *Microstructural and Mechanical Characterization*

of a Superplastic 6xxx Aluminum Alloy, 2000.

[15] Buso, S.J. *Estudos do Efeito da Composição Química e da Conformação Mecânica na Cinética de Recristalização de Ligas de Al-Mg-Zr* Tese de Doutorado, 2004, IPEN-USP

[16] Humphreys, F.J.; Hatherly M. *Recrystallization and related Annealing Phenomena*, ed. Elsevier Science Ltd, 1996

[17] Doherty R.D.; Szpunar, J.A., *Kinetics of subgrain coalescence – a reconsideration of the theory.* Acta Metallurgica, vol 32, p. 1789-1798, 1984

[18] Jones, A.R.; Ralph, B.; Hansen N., *Subgrain coalescence and the nucleation of recrystalization at grain boundaries in aluminum.* Proceedings of the Royal Society of London, vol. 368A, p. 345-357, 1976.

[19] Jones, A.R.; Ralph, B.; Hansen N., *Nucleation of recrystallization in aluminium containing dispersion of alumina*. Metal Sience, vol. 13,p. 149-154, 1979.

[20] *Aparecimento do Microscópio*. Disponível em: http://www.colegiosaofrancisco.com.br/alfa/microscopio/imagens/microscopio26.gif último acesso em 22 de fevereiro de 2009

[21] Parreira, G.G., *Métodos e Técnicas para o estudo de células tecidos e órgãos.* Disponível em: http://www.icb.ufmg.br/mor/biocelch/metodos_estudo/metodos.html, ultimo acesso em 22 de fevereiro de 2009

[22] Sousa, S.A. *Ensaios Mecânicos de Materiais Metálicos*, Ed. Edgar Blücher Ltda., 1982 p 111-127

[23] Tan E., OGEL B., *Influence of Heat Treatment on the Mechanical Properties AA6066 Alloy*

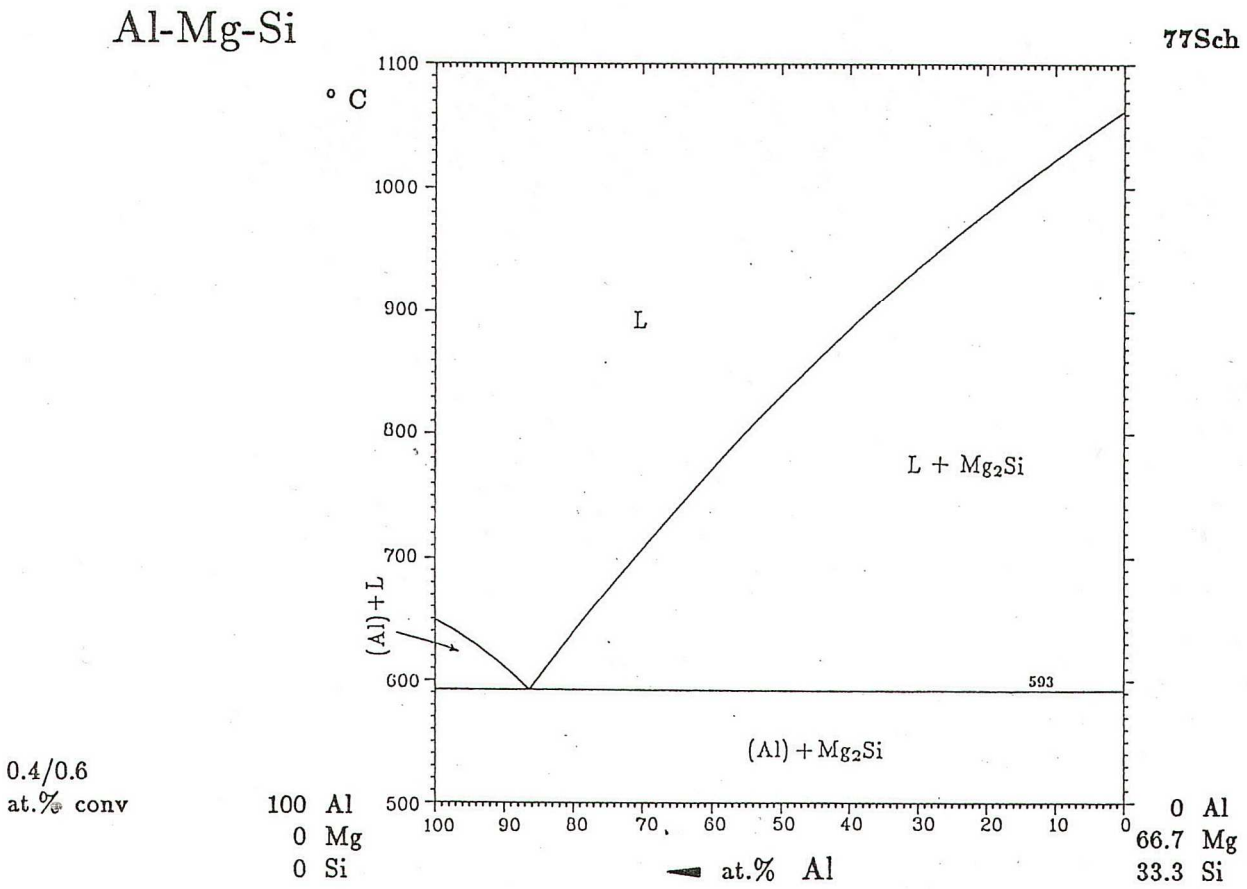
[24] Conversa privada com Dr. Waldemar Alfredo Monteiro

[25] Uttarask, K; Ngernbamrung, S.; Sirikulrat, N. *Microstructures and Mechanical Proprieties of Heat Treated Aluminium Alloy 6063*, 33nd Congress on Science and Technology of Tailand

[26] Al-Marahleh, G. *Effect of Heat Treatment Parameters on Distribution and Volume Fraction of Mg2Si in the Structural Al 6063 Alloy* American Journal of Applied

Sciences 3 (5): 1819-1823, 2006

8. APÊNDICE



8.1 DIAGRAMA DE FASES

Figura 8.1 – Diagrama de fases do sistema Al Mg Si

8.2 TAMANHO MÉDIO DE GRÃO

8.2.1 PROCEDIMENTO

Para o cálculo do tamanho médio de grão das amostras foi utilizado o método de medida direta, no qual são traçadas diagonais que atravessam o grão e tomadas suas medidas, como mostra a figura 8.2.

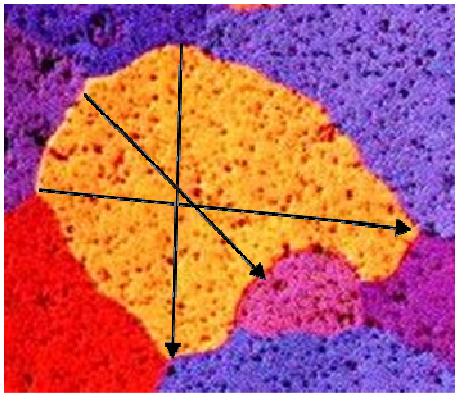


Figura 8.2 – Esquema de medição do tamanho dos grãos.

8.2.2 RESULTADOS

As tabelas 8.1, 8.2 e 8.3 apresentam as medidas do tamanho dos grãos das amostras de alumínio 6063 previamente trabalhadas com os tratamentos termomecânicos utilizados no trabalho.

Tabela 8.1 – Tamanho de grão das amostras com redução em área de 30% tratadas termicamente.

30%	423 K		523 K		723 K	
	L	d	L	d	L	d
1800			65 ±	3,8	112 ±	19,9
3600					64 ±	4,8
5400	36 ±	2,8	26 ±	2,5	72 ±	9,7
7200	49 ±	4,81	74 ±	5,9	172 ±	37,4

Tabela 8.2 – Tamanho de grão das amostras com redução em área de 60% tratadas termicamente.

60%	623 K	723 K

	L	d		L	d	
1800						
3600				56,00	±	12,0
5400	49	±	9,0	68	±	4,8
7200	38	±	3,0	61	±	4,2

Tabela 8.3 – Tamanho de grão das amostras com redução em área de 90% tratadas termicamente.

90%	623 K			723 K		
	L		d	L		d
1800	53	±	8,2	41	±	3,3
3600	52	±	6,2	37	±	3,9
5400	33	±	2,0	46	±	3,0
7200	46	±	2,6	47	±	4,0