UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

ANA MÁRCIA BARBOSA DA SILVA ANTUNES

Estudo do comportamento em fadiga de alto ciclo das ligas de alumínio AA6351 e
AA7050 para aplicação aeronáutica

Lorena - SP

2017

ANA MÁRCIA BARBOSA DA SILVA ANTUNES

Estudo do comportamento em fadiga de alto ciclo das ligas de alumínio AA6351 e
AA7050 para aplicação aeronáutica

Tese apresentada à Escola de Engenharia de Lorena da
Universidade de São Paulo para a obtenção do título de
Doutora em Ciências do Programa de Pós-Graduação em
Engenharia de Materiais na área de Concentração:
Materiais Metálicos, Cerâmicos e Poliméricos.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Antonio Reis Pereira
Baptista
Co-orientador: Prof. Dr. Miguel Justino Ribeiro
Barboza

Edição reimpressa e corrigida

Lorena
Agosto, 2017

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema Automatizado
da Escola de Engenharia de Lorena,
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Antunes, Ana Márcia Barbosa da Silva

Estudo do comportamento em fadiga de alto ciclo das ligas de alumínio AA6351 e AA7050 para aplicação aeronáutica / Ana Márcia Barbosa da Silva Antunes; orientador Carlos Antonio Reis Pereira Baptista; co orientador Miguel Justino Ribeiro Barboza - ed. reimp., corr. - Lorena, 2017.
195 p.

Tese (Doutorado em Ciências - Programa de Pós Graduação em Engenharia de Materiais na Área de Materiais Convencionais e Avançados) - Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo. 2017

Orientador: Carlos Antonio Reis Pereira Baptista

1. Ligas de alumínio. 2. Fadiga de alto ciclo. 3. Envelhecimento interrompido. 4. Microestrutura. 5. Sensibilidade ao entalhe. I. Título. II. Baptista, Carlos Antonio Reis Pereira, orient. III. Barboza, Miguel Justino Ribeiro, co-orient.

Aos meus amados pais, Jair Barbosa da Silva e Marlene Barbosa da Silva, com carinho e gratidão por todas as vezes que ao longo da minha existência renunciaram a si próprios para que um dia este objetivo pudesse ser alcançado, por sempre me encorajarem e acreditarem em minha capacidade.

Ao meu irmão Carlos Eduardo Barbosa da Silva, com carinho pela presença amiga em todos os momentos.

Ao meu esposo Felipe Antonio Fernandes Antunes, com amor e admiração por seu companheirismo e apoio incansável ao longo de toda nossa vida conjunta.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço a Deus pelo maravilhoso dom da vida e pela capacidade de lutarmos pela conquista de nossos ideais.

Aos meus pais Marlene Barbosa da Silva e Jair Barbosa da Silva e ao meu irmão pelo apoio em todos os momentos.

Ao meu marido, Felipe Antonio Fernandes Antunes pela presença e incentivo sempre.

Ao Prof. Dr. Carlos Antonio Reis Pereira Baptista pela orientação, incentivo, paciência, confiança e por todo apoio e amizade ao longo de todas as etapas do trabalho.

Ao Prof. Dr. Miguel Justino Ribeiro Barboza pela coorientação, motivação, atenção, auxílio no desenvolvimento do trabalho e pela amizade.

A CAPES e posteriormente ao CNPq pela concessão da Bolsa de Doutorado.

A Companhia Brasileira de Alumínio (CBA) e a EMBRAER pelo fornecimento das ligas de alumínio utilizadas no trabalho.

Ao técnico Francisco Paiva, pelo auxílio durante os ensaios mecânicos e pela amizade.

Ao Dr. Naga Vishnu Vardhan Mogili, pela colaboração na obtenção das imagens de Microscopia Eletrônica de Transmissão.

Ao CNPEM pela possibilidade de execução do treinamento em Microscopia Eletrônica de Transmissão e pela execução da proposta de trabalho.

Ao Prof. Dr. Durval Rodrigues, ao Doutorando Mateus Botani de Souza Dias, ao Mestre Bento Ferreira e ao Dr. Jorge Luiz Rosa pela ajuda na utilização dos Microscópios Eletrônicos de Varredura e pela disposição em ajudar sempre.

Aos Professores Dr. André Luis Moreira de Carvalho, Dr. José Benedito Marcomini, Dr. Marcelo Augusto Santos Torres e Dr. Viktor Pastoukhov, pelas contribuições dadas ao trabalho.

A EEL/USP pela oportunidade de realização do doutorado.

Aos funcionários Sr. José Carlos (in memoriam), Sr. Sebastião, Sr. Sérgio, Sr. Renato e Sr. Ygor pela contribuição dada ao trabalho e pela amizade.

Aos professores da pós-graduação pelos conhecimentos transmitidos ao longo do curso.

A todos os meus colegas de pós graduação pelos momentos de estudo e amizade.

A todos os funcionários da Soluções Serviços Terceirizados pela companhia nos cafés da manhã, no almoço e pela amizade.

A todos os funcionários da Escola de Engenharia de Lorena.

“Por vezes sentimos que aquilo que fazemos não é senão uma gota de água no mar. Mas o mar seria menor se lhe faltasse uma gota.”

Madre Teresa de Calcutá

“Seja você quem for, seja qual for a posição social que você tenha na vida, a mais alta ou a mais baixa, tenha sempre como meta muita força, muita determinação e sempre faça tudo com muito amor e com muita fé em Deus, que um dia você chega lá. De alguma maneira você chega lá.”

Ayrton Senna da Silva

RESUMO

ANTUNES, A. M. B. S. **Estudo do comportamento em fadiga de alto ciclo das ligas de alumínio AA6351 e AA7050 para aplicação aeronáutica.** 2017. 195 p. Tese (Doutorado em Ciências) - Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2017.

As ligas de alumínio são aplicadas em cerca de 70% dos componentes estruturais dos aviões e o processo de fadiga é o modo de falha predominante em estruturas aeronáuticas, para a maioria das quais a presença de concentradores de tensão é inevitável. O comportamento em fadiga e as propriedades mecânicas das ligas de alumínio endurecíveis por precipitação são fortemente influenciadas por parâmetros como tamanho, espaçamento e densidade dos precipitados endurecedores. Neste contexto, pesquisas anteriores têm mostrado que o envelhecimento interrompido (T6I4) pode proporcionar melhores combinações de propriedades mecânicas para estas ligas. O presente trabalho tem como objetivo o estudo das propriedades mecânicas e do comportamento em fadiga de alto ciclo das ligas de alumínio AA6351 e AA7050 nas condições de tratamento térmico convencionais (T6 e T7451, respectivamente) e na condição T6I4, bem como da influência das características microestruturais e do tratamento térmico sobre estas propriedades. Dentro deste contexto, análises de Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) da liga AA6351 mostraram que a condição T6I4 resultou em uma maior densidade de precipitados endurecedores com tamanho heterogêneo, quando comparada com a condição T6. Para esta liga, a condição T6I4 também resultou em menores valores de tensão limite de escoamento, resistência à tração, resistência à fadiga e sensibilidade ao entalhe, com maior ductilidade e tenacidade. Para a liga AA7050, as análises de MET mostraram que a condição T6I4 resulta em uma maior densidade de precipitados endurecedores com menor tamanho, promovendo um melhor impedimento ao movimento de discordâncias durante a deformação por fadiga, quando comparada com a condição T7451. Esta alteração microestrutural proporcionou à condição T6I4 valores de resistência ao escoamento e resistência à tração similares à condição T7451, com maior ductilidade e tenacidade. A resistência a fadiga da condição T6I4 foi similar à condição T7451, entretanto o envelhecimento interrompido resultou em um melhor comportamento em sensibilidade ao entalhe.

Palavras-chave: Ligas de alumínio. Fadiga de alto ciclo. Envelhecimento interrompido. Microestrutura. Sensibilidade ao entalhe.

ABSTRACT

ANTUNES, A. M. B. S. **Study of the high cycle fatigue behavior of the AA6351 and AA7050 aluminum alloys for aeronautics applications.** 2017. 195 p. Thesis (Doctoral of Science) - Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de Lorena, Lorena, 2017.

Aluminum alloys are applied in approximately 70% of the aircraft structural components and the fatigue process is the dominant failure mode in aeronautical structures, for the most of which, the presence of stress concentrators is unavoidable. The fatigue behavior and the mechanical properties of the age hardenable aluminum alloys are strongly influenced by parameters including the size, spacing and density of strengthening precipitates. Within this context, previous researches have shown that the interrupted ageing (T6I4) could provide an improved combination of mechanical properties for these alloys. This work aims to study the mechanical properties and the high cycle fatigue behavior of AA6351 and AA7050 aluminum alloys in the conventional heat treatment conditions (T6 and T7451, respectively) and in the T6I4 condition, as well as the influence of the microstructural characteristics and of the heat treatment on these properties. Within this context, Transmission Electron Microscopy (TEM) analyzes of the AA6351 alloy showed that T6I4 condition resulted in higher density of hardening precipitates with heterogeneous size compared to T6 condition. For this alloy, the T6I4 condition resulted in lower values of yield stress, ultimate tensile strength, fatigue strength and notch sensitivity, with higher ductility and toughness. For the AA7050 alloy, TEM analyses showed that T6I4 condition presented a higher density of strengthening precipitates with smaller size promoting an improved dislocation pinning effect during the fatigue deformation compared to T7451 condition. This microstructural change provided to T6I4 condition yield stress and ultimate tensile strength similar to T7451, with higher ductility and toughness. The fatigue strength of T6I4 condition was also similar to T7451, however the interrupted ageing provided a better notch sensitivity behavior.

Keywords: Aluminum alloys. High cycle fatigue. Interrupted ageing. Microstructure. Notch sensitivity.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Propriedades requeridas para os materiais aplicados em aeronaves e algumas das aplicações das ligas AA6351 e AA7050.....	31
Figura 2 - (a) Representação de uma discordância cortando um precipitado endurecedor. (b) Esquema dos estágios na passagem de uma discordância entre precipitados, baseado no mecanismo de Orowan.....	34
Figura 3 - Representação esquemática genérica dos tratamentos de envelhecimento interrompido T6I4 e T6I6.	36
Figura 4 - Estrutura de precipitados resultante do envelhecimento da liga AA7050 sob 3 diferentes condições de envelhecimento: (a) T6, (b) T7451 e (c) T6I4-65.	37
Figura 5 - Esquema da coluna de um típico microscópio eletrônico de transmissão.	40
Figura 6 - Possíveis formas pelas quais um elétron pode interagir com uma amostra no MET. Feixes de elétrons espalhados são retos, enquanto os feixes de fótons são curvos. Os ângulos estão representados de maneira exagerada, de modo que os feixes de elétrons espalhados são, por exemplo, muito próximos ao feixe direto.	41
Figura 7 - Projeção de várias espécies microestruturais presentes em uma lâmina fina.	43
Figura 8 - Diagrama completo de raios para um objeto finito, simetricamente posicionado em torno do eixo óptico. Todos os raios emergem de um ponto no objeto (distante do da lente) que são recolhidos pela lente objetiva e convergem para um ponto na imagem (distante d_i da lente). Todos os raios paralelos provenientes do objeto estão focados no plano focal (distância f da lente).....	44
Figura 9 - Difração de um conjunto de planos (hkl) a uma distância d . Os planos cristalinos foram orientados de modo a estarem na condição de difração de Bragg. Pode-se observar que os planos não são paralelos ao feixe incidente.....	45
Figura 10 - Vista superior de famílias de planos cristalinos observados no espaço real. (b) Espaço real versus espaço recíproco.....	47
Figura 11 - Construção da esfera de Ewald com raio $1/\lambda$	48
Figura 12 - Representação esquemática dos padrões de difração obtidos para: (a) região monocristalina, (b) região policristalina e (c) material amorfo. Padrões de difração obtidos para alguns materiais em um MET convencional: (d) um único grão de alumínio, (e) ouro policristalino e (f) carbono amorfo.	50

Figura 13 - Padrões de difração correspondentes a regiões policristalinas: (a) região constituída por grãos finos, (b) região constituída por grãos grosseiros. (c) material com grãos texturizados.	51
Figura 14 - Modo de difração: introdução da abertura de área selecionada no plano de imagem da lente objetiva. Diagrama altamente simplificado mostrando somente 3 lentes. Os METs modernos possuem muito mais lentes em seus sistemas de imagem.....	52
Figura 15 - Ilhas de ouro em um filme de carbono. (a) Imagem de campo escuro. (b) Imagem de campo claro.	53
Figura 16 - Diagramas mostrando como a lente objetiva e a abertura da lente objetiva são usadas em combinação para produzir: (a) imagem de campo claro; (b) imagem de campo escuro e (c) imagem de campo escuro centrada.....	54
Figura 17 - Esquema de imagem de alta-resolução.	55
Figura 18 – Mecanismo para formação de extrusões e intrusões.	57
Figura 19 - Modelo proposto por Wood. (a) Deformação estática, (b) intrusão e (c) extrusão.	58
Figura 20 - Estágios da propagação da trinca.	59
Figura 21 - Fractografia da superfície de fratura do corpo de prova da liga AA 6005 obtida por MEV- 2000X. A tensão máxima aplicada no ensaio foi de 173 MPa.....	60
Figura 22 - Mecânica do crescimento da trinca no Estágio II (arredondamento plástico e refinamento da ponta da trinca). (a) Carga zero, (b) pequena carga de tração, (c) pico de tensão de tração, (d) início da carga reversa, (e) pico de carga compressiva, e (f) pequena carga de tração no ciclo de tração subsequente. As setas indicam a direção do deslizamento.	61
Figura 23 - Iniciação de uma trinca por fadiga a partir de uma ranhura longa e superficial combinada com um corte de usinagem em um corpo de prova produzido a partir da liga AA7050-T7451.	64
Figura 24 - Dois exemplos de descontinuidades iniciadoras de fadiga causadas pelo jateamento (<i>shot peening</i>) de esferas de vidro em corpos de prova produzidos a partir da liga AA7050-T7451. As linhas pontilhadas em vermelho mostram (a) a deformação produzida pelo jateamento, e (b) um corte profundo e o dano causado pelo impacto de uma esfera de vidro quebrada.....	64
Figura 25 - Exemplo de propagação de trinca por fadiga de origem muito próxima a um poro grande (linha pontilhada) em uma chapa feita a partir da liga AA7050-T7451.	65
Figura 26 - Exemplos de partículas constituintes iniciadoras de trincas por fadiga em corpos de prova produzidos a partir da liga AA7050-T7451. As linhas pontilhadas vermelhas	

indicam a forma aproximada das partículas. (a) aglomerado fino e profundo de inclusões.	
(b) Partícula com formato irregular.	66
Figura 27 - Agrupamento e flexão das linhas de fluxo de tensão próximas às obstruções ajuda a visualizar a concentração de tensões e deformações próximas ao entalhe. A seção maior e a seção menor são as mesmas para ambos os casos, mas as transições são diferentes.....	67
Figura 28 - Exemplo de um furo mal acabado em uma longarina principal da asa feita a partir da liga AA7075-T6. A falha por fadiga na parte superior foi iniciada a partir de uma rebarba na borda do furo. Na parte inferior a trinca por fadiga foi iniciada a partir de um corte na borda do furo. As setas indicam outros cortes presentes no furo.	69
Figura 29 - Superfície de fratura da longarina do avião RAAF Macchi A7-076 e as marcas de progressão da fadiga a partir do lado esquerdo superior (seta vermelha).	70
Figura 30 - (a) Cilindro externo quebrado na (a) condição como recebida; (b) esquema do trem de pouso; (c) presença de marcas radiais indicando a origem da fratura (furos A e B).	71
Figura 31 - Comparação entre dois modelos de ajuste para os dados de fadiga.....	73
Figura 32 - (a) Disc Grinder, Modelo 623 - Gatan. (b) Microscópio óptico, Modelo DMLM – Leica. (c) Micrômetro digital (Mitutoyo) (CNPEM-Campinas/SP).	79
Figura 33 - (a) Dimple Grinder, Modelo 656-Gatan.(b) Estereoscópio Modelo 656.022-Gatan (CNPEM-Campinas/SP).....	79
Figura 34 - Precision Ion Polishing System – Gatan – Model 691 (CNPEM-Campinas/SP).	80
Figura 35 - Amostra para análise de Microscopia eletrônica de transmissão. (a) No início do polimento iônico. (b) Após a obtenção do furo na amostra.	81
Figura 36 - Corte transversal de uma amostra para MET.	81
Figura 37 - Microscópio eletrônico de transmissão - MET MSC (JEM 2100) – Tensão de aceleração de 200 keV (CNPEM - Campinas/SP).	82
Figura 38 - Dimensões dos corpos de prova utilizados nos ensaios de tração.	83
Figura 39 - Máquina Fatigue Dynamics - modelo RBF-200.	84
Figura 40 - Dimensões dos corpos de prova utilizados nos ensaios de fadiga de alto ciclo (a) sem entalhe e (b) com entalhe.	85
Figura 41 - (a) Projetor de perfis modelo Pantec DP-100 (LOM - EEL/USP). (b) Projeção com lente de ampliação de 100x da ferramenta utilizada para produzir o entalhe nos corpos de prova.	85

Figura 42 - Microscopia óptica da liga AA6351-T6 mostrando os contornos de grãos e as partículas intermetálicas (1000X). Ataque químico: ácido fluorídrico 0,5%.	89
Figura 43 - Microscopia óptica da liga AA6351-T6I4 mostrando partículas intermetálicas (1000X). Ataque químico: ácido fluorídrico 0,5%.	90
Figura 44 - Microscopia óptica da liga AA7050-T7451 mostrando a morfologia dos grãos e a presença de partículas intermetálicas (200X). Ataque químico: solução Keller.....	91
Figura 45 - Microscopia óptica da liga AA7050-T7451 mostrando a morfologia dos grãos e a presença de partículas intermetálicas (200X). Ataque químico: solução Keller.....	92
Figura 46 - Microscopia óptica da liga AA7050-T6I4 mostrando a morfologia dos grãos e a presença de partículas intermetálicas (200X). Ataque químico: solução Keller.	92
Figura 47 - Microscopia óptica da liga AA7050-T6I4 mostrando a morfologia dos grãos e a presença de partículas intermetálicas (100X). Ataque químico: solução Keller.	93
Figura 48 - Posições das amostras retiradas da barra da liga AA7050-T7451.	94
Figura 49 - Distribuição de frequência de tamanho de grãos em diferentes áreas da barra da liga AA7050-T7451 (20 medidas de grãos finos e 20 medidas de grãos grosseiros para cada uma das 6 amostras, totalizando 240 medidas).	96
Figura 50 - Distribuição de frequência de tamanho de partículas intermetálicas em diferentes áreas da barra da liga AA7050-T7451 (10 medidas de partículas esféricas e 10 medidas de partículas alongadas para cada uma das 6 amostras, totalizando 120 medidas).	97
Figura 51 - Microscopia óptica da liga AA7050-T7451 mostrando a morfologia dos grãos e a presença de partículas intermetálicas - Amostra 1A (200X). Ataque químico: solução Keller.....	98
Figura 52 - Microscopia óptica da liga AA7050-T7451 mostrando a morfologia dos grãos e a presença de partículas intermetálicas - Amostra 2A (200X). Ataque químico: solução Keller.....	98
Figura 53 - Microscopia óptica da liga AA7050-T7451 mostrando a morfologia dos grãos e a presença de partículas intermetálicas - Amostra 3A (200X). Ataque químico: solução Keller.....	99
Figura 54 - Microscopia óptica da liga AA7050-T7451 mostrando a morfologia dos grãos e a presença de partículas intermetálicas - Amostra 1B (200X). Ataque químico: solução Keller.....	99
Figura 55 - Microscopia óptica da liga AA7050-T7451 mostrando a morfologia dos grãos e a presença de partículas intermetálicas - Amostra 2B (200X). Ataque químico: solução Keller.....	100

Figura 56- Microscopia óptica da liga AA7050-T7451 mostrando a morfologia dos grãos e a presença de partículas intermetálicas - Amostra 3B (200X). Ataque químico: solução Keller.	100
Figura 57 - Micrografia da liga AA6351-T6 mostrando a morfologia dos grãos e a presença de partículas intermetálicas (5000X). Ataque químico: HF 0,5%.	101
Figura 58 - Micrografia da liga AA6351-T6I4 mostrando a morfologia dos grãos e a presença de partículas intermetálicas (1000X). Ataque químico: HF 0,5%.	102
Figura 59 - Micrografia da liga AA7050-T7451 mostrando a distribuição e a morfologia das partículas intermetálicas (300X). Não foi utilizado ataque químico.	102
Figura 60 - Micrografia da liga AA7050-T7451 mostrando a distribuição e a morfologia das partículas intermetálicas, bem como a morfologia dos grãos (1500X). Ataque químico: solução Keller.	103
Figura 61 - Micrografia da liga AA7050-T6I4 mostrando a distribuição e a morfologia das partículas intermetálicas (300X). Não foi utilizado ataque químico.	103
Figura 62 - Micrografia da liga AA7050-T6I4 mostrando a distribuição e a morfologia das partículas intermetálicas, bem como os contornos de grãos (1500X). Ataque químico: solução Keller.	104
Figura 63 - Micrografia da liga AA7050-T7451 mostrando a distribuição e a morfologia das partículas intermetálicas (3000X). Não foi utilizado ataque químico.	107
Figura 64 - Micrografia da liga AA7050-T7451 mostrando uma partícula intermetálica grande e trincada (3000X). Ataque químico: solução Keller.	108
Figura 65 - Micrografia da liga AA7050-T7451 mostrando aglomerados de partículas intermetálicas nos contornos dos grãos e no interior dos grãos (2000X). Ataque químico: solução Keller.	108
Figura 66 - Micrografia da liga AA7050-T6I4 mostrando aglomerados de partículas nos contornos de grãos (5000X). Ataque químico: solução Keller.	109
Figura 67 - Micrografia de MET apresentando precipitados endurecedores nos contornos de grãos e no interior dos grãos na liga AA6351-T6 (50 kX).	110
Figura 68 - Micrografia de MET apresentando precipitados endurecedores nos contornos de grãos e no interior dos grãos na liga AA6351-T6 (50 kX).	110
Figura 69 - Micrografia de MET apresentando precipitados endurecedores na liga AA6351-T6I4 (50 kX).	111
Figura 70 - Micrografia de MET apresentando precipitados endurecedores e discordâncias na liga AA6351-T6 (400 kX).	111

Figura 71 - Micrografia de MET apresentando precipitados endurecedores e discordâncias na liga AA6351-T6I4 (400 kX).	112
Figura 72 - Micrografia de MET apresentando precipitados endurecedores no interior dos grãos e nos contornos dos grãos, bem como a presença de partículas intermetálicas grosseiras e zona livre de precipitados (ZLP) nos contornos de grãos da liga AA 7050-T7451 (150kX).	115
Figura 73 - Micrografia de MET apresentando precipitados endurecedores no interior dos grãos e nos contornos de grãos da liga AA 7050-T6I4 (150kX).	115
Figura 74 - Micrografia de MET apresentando precipitados endurecedores no interior dos grãos e nos contornos de grãos, bem como a presença de ZLP nos contornos de grãos da liga AA 7050-T6I4 (150kX).	116
Figura 75 - Curvas tensão-deformação de engenharia representativas das condições AA6351-T6 e AA6351-T6I4.	120
Figura 76 - Curvas tensão-deformação de engenharia representativas das condições AA7050-T7451 e AA7050-T6I4.	121
Figura 77 - Curvas experimentais tensão-deformação e Modelo de Ludwik para a liga AA6351 nas condições T6 e T6I4.....	125
Figura 78 - Curvas experimentais tensão-deformação verdadeira e Modelo de Ludwik para a liga AA7050 nas condições T7451 e T6I4.....	126
Figura 79 - Sobreposição dos pontos experimentais e do ajuste do modelo utilizando o Método da Máxima Verossimilhança – ligas AA6351-T6 e AA6351-T6I4.	129
Figura 80 - Imagem de MET mostrando precipitados endurecedores e a configuração de discordâncias da liga AA6351-T6 (σ_{max} =247 MPa; 37.700 ciclos) - 400kX.....	131
Figura 81 - Imagem de MET mostrando precipitados endurecedores e a configuração de discordâncias da liga AA6351-T6 (σ_{max} =247 MPa; 37.700 ciclos) - 400kX.....	131
Figura 82 - Imagem de MET mostrando precipitados endurecedores e a configuração de discordâncias da liga AA6351-T6I4 (σ_{max} =194 MPa; 20.900 ciclos) – (a, b, d - 400kX; c - 250kX).	132
Figura 83 - Imagem de MET mostrando precipitados endurecedores e a configuração de discordâncias da liga AA6351-T6 (σ_{max} =124MPa; 10 milhões de ciclos) - 50kX.....	133
Figura 84 - Imagem de MET mostrando precipitados endurecedores e a configuração de discordâncias da liga AA6351-T6 (σ_{max} =124MPa; 10 milhões de ciclos) - 50kX.....	133
Figura 85 - Imagem de MET mostrando precipitados endurecedores e a configuração de discordâncias da liga AA6351-T6I4 (σ_{max} =124MPa; 10 milhões de ciclos) - 50kX.	134

Figura 86 - Sobreposição dos resultados experimentais e do ajuste do modelo utilizando o Método da Máxima Verossimilhança - ligas AA7050-T7451 e AA7050-T6I4.....	136
Figura 87 - Imagem de MET mostrando precipitados endurecedores e a configuração de discordâncias na liga AA7050-T7451. (a-c) paredes de células de discordâncias e (d) discordâncias retidas por precipitados (σ_{max} =353MPa; 23.900 ciclos) - 150kX.....	138
Figura 88 - Imagens de MET mostrando precipitados endurecedores e as configurações de discordâncias na liga AA7050-T6I4. (a-d) discordâncias retidas por precipitados (σ_{max} =353MPa; 28.100 ciclos) - 150kX.	139
Figura 89 – Imagens de MET mostrando as configurações de discordâncias na liga AA7050-T6I4. (a-b) direções de deslizamento; (c-d) imagens de campo claro e campo escuro mostrando anéis de discordâncias; (e) padrão de difração no eixo de zona $[\bar{1}\bar{1}3]$ correspondente às figuras (c-d); (f) emaranhados de discordâncias (σ_{max} =212MPa; 10^7 ciclos) - (a) 150kX; (b, c, d, f) 50kX.	140
Figura 90 - Sobreposição dos resultados experimentais e do ajuste do modelo utilizando o Método da Máxima Verossimilhança - Ligas AA6351-T6 e AA6351-T6I4 (corpos de prova com entalhe).....	143
Figura 91 - Sobreposição dos resultados experimentais e do ajuste do modelo utilizando o Método da Máxima Verossimilhança - liga AA7050-T7451 e AA7050-T6I4 (corpos de prova com entalhe).....	144
Figura 92 - Sobreposição dos resultados dos ensaios de fadiga e do ajuste do modelo utilizando o Método da Máxima Verossimilhança para os corpos de prova com entalhe e sem entalhe - liga AA6351-T6 e AA6351-T6I4.....	145
Figura 93 - Sobreposição dos resultados dos ensaios de fadiga e do ajuste do modelo utilizando o Método da Máxima Verossimilhança para os corpos de prova com entalhe e sem entalhe - liga AA7050-T7451 e AA7050-T6I4.....	146
Figura 94 - Coeficiente de concentração de tensão em fadiga K_f versus número de ciclos - ligas AA6351-T6 e AA6351-T6I4.....	150
Figura 95 - Coeficiente de concentração de tensão em fadiga K_f versus número de ciclos - ligas AA7050-T7451 e AA7050-T6I4.....	150
Figura 96 - Sensibilidade ao entalhe (q) versus número de ciclos - ligas AA6351-T6 e AA6351-T6I4.....	151
Figura 97 - Sensibilidade ao entalhe (q) versus número de ciclos - ligas AA7050-T7451 e AA7050-T6I4.....	151

Figura 98 - Fractografia do corpo de prova ensaiado sob tração da liga AA6351-T6 obtida por MEV- 30X.	152
Figura 99 - Fractografia obtida por MEV mostrando a morfologia dos <i>dimples</i> em um corpo de prova ensaiado sob tração da liga AA6351-T6. (a) 500X e (b) 3000X.	153
Figura 100 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova ensaiado sob tração da liga AA6351-T6I4 – 30X.	154
Figura 101 - Fractografia obtida por MEV mostrando a morfologia dos <i>dimples</i> em um corpo de prova ensaiado sob tração da liga AA6351-T6I4. (a) 500X e (b) 2000X.	155
Figura 102 - Fractografia obtida por MEV mostrando trincas intergranulares no corpo de prova ensaiado sob tração da liga AA6351-T6I4. (a) 300X e (b) 100X.	156
Figura 103 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova ensaiado sob tração da liga AA7050-T7451 – 30X.	157
Figura 104 – Fractografia obtida por MEV mostrando a fratura de partículas intermetálicas na liga AA7050-T7451 - (a-c) 3000X; (d) 5000X.	158
Figura 105 – Fractografia obtida por MEV mostrando a fratura transgranular dúctil por cisalhamento - liga AA7050-T7451 - (a) 300X; (b) 3000X.	159
Figura 106 – Fractografia obtida por MEV do corpo de prova da liga AA7050-T7451 - (a) 500X; (b) 2000X.	160
Figura 107 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova ensaiado sob tração da liga AA7050-T6I4 – 30X.	161
Figura 108 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova ensaiado sob tração da liga AA7050-T6I4 mostrando a presença de <i>dimples</i> – 100X.	161
Figura 109 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova ensaiado sob tração da liga AA7050-T6I4 mostrando a presença de <i>dimples</i> – 3000X.	162
Figura 110 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova ensaiado sob tração da liga AA7050-T6I4 mostrando a presença de <i>dimples</i> – 3000X.	162
Figura 111 – Fractografia obtida por MEV do corpo de prova ensaiado sob tração mostrando a fratura de partículas intermetálicas na superfície de fratura da liga AA7050-T6I4 (a-b) 3000X.	163
Figura 112 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova da liga AA6351-T6 ensaiado sob fadiga 40X ($\sigma_{max} = 177$ MPa).	164
Figura 113 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova da liga AA6351-T6I4 ensaiado sob fadiga – 40X ($\sigma_{max} = 177$ MPa).	164

Figura 114 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova da liga AA6351-T6 ensaiado sob fadiga, mostrando a presença de partículas intermetálicas nas proximidades dos sítios de nucleação de trincas – 3000X ($\sigma_{max} = 177$ MPa).....	165
Figura 115 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova da liga AA6351-T6I4 ensaiado sob fadiga, mostrando a presença de partículas intermetálicas nas proximidades dos sítios de nucleação de trincas – 3000X ($\sigma_{max} = 177$ MPa).....	165
Figura 116 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova da liga AA6351-T6I4 ensaiado sob fadiga, mostrando facetas planas próximas a alguns sítios de nucleação de trincas - (a) 150X e (b) 3000X ($\sigma_{max} = 177$ MPa).....	166
Figura 117 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova da liga AA6351-T6 ensaiado sob fadiga, mostrando estrias – 5000X ($\sigma_{max} = 177$ MPa).	167
Figura 118 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova da liga AA6351-T6I4 ensaiado sob fadiga, mostrando estrias - (a e b-5000X), c (3000X) ($\sigma_{max} = 177$ MPa).	168
Figura 119 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova da liga AA6351-T6 ensaiado sob fadiga, mostrando <i>dimples</i> - (a-b) 5000X ($\sigma_{max} = 177$ MPa).....	169
Figura 120 - Fractografias obtidas por MEV dos corpos de prova da liga AA7050 (a) T7451 e (b) T6I4 ensaiados sob fadiga – 40X ($\sigma_{max} = 283$ MPa).....	170
Figura 121 - Fractografia obtida por MEV dos corpos de prova da liga AA7050 (a) T7451 e (b) T6I4 ensaiados sob fadiga, mostrando sítios de nucleação de trincas - (a) 3000X e (b) 5000X ($\sigma_{max} = 283$ MPa).	171
Figura 122 - Fractografia obtida por MEV dos corpos de prova da liga AA7050 (a) T7451 e (b) T6I4 ensaiados sob fadiga, mostrando estrias - (a-b) 7000X ($\sigma_{max} = 283$ MPa).	172
Figura 123 - Fractografia obtida por MEV dos corpos de prova entalhados da liga AA6351 (a) T6 e (b) T6I4 ensaiados sob fadiga – 40X ($\sigma_{max} = 104$ MPa).....	173
Figura 124 - Fractografia obtida por MEV dos corpos de prova entalhados da liga AA6351 (a-b-2000X) T6 e (c-d; 3000X e 1500X, respectivamente) T6I4 ensaiados sob fadiga, mostrando sítios de nucleação de trincas ($\sigma_{max} = 104$ MPa).	174
Figura 125 - Fractografia obtida por MEV dos corpos de prova entalhados da liga AA6351 (a) T6 e (b) T6I4, mostrando estrias – 5000X ($\sigma_{max} = 104$ MPa).....	175
Figura 126 - Fractografia obtida por MEV dos corpos de prova entalhados da liga AA7050 (a) T7451 e (b) T6I4 – 40X ($\sigma_{max} = 104$ MPa).....	176
Figura 127 - Fractografia da superfície de fratura do corpo de prova entalhado da liga AA7050-T7451 (a-b) AA7050-T6I4 (c-d) obtidas por MEV, mostrando sítios de nucleação de trincas – 3000X ($\sigma_{max} = 104$ MPa).....	177

Figura 128 - Fractografia obtida por MEV dos corpos de prova entalhados da liga AA7050
(a) T7451 e (b) T614, mostrando estrias – 5000X ($\sigma_{max} = 104$ MPa).178

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Exemplos de descontinuidades iniciadoras de trincas por fadiga (FSFT = <i>Full-Scale Fatigue Test</i> (teste de fadiga em grande escala).	63
Tabela 2 - Condições de tratamento térmico nas quais as ligas foram recebidas.	75
Tabela 3 - Dimensões das barras fornecidas para o desenvolvimento do trabalho.	75
Tabela 4 - Composição química das ligas AA6351 e AA7050 (porcentagem em peso).	76
Tabela 5 - Condições de tratamento térmico por envelhecimento interrompido – Liga AA6351.	76
Tabela 6 - Condições de tratamento térmico por envelhecimento interrompido – Liga AA7050.	76
Tabela 7 - Número de níveis de tensão, número total de corpos de prova utilizados e replicância.	86
Tabela 8 - Tamanho médio de grão da liga AA6351 nas condições de tratamento térmico T6 e T6I4.	90
Tabela 9 - Tamanho médio de grãos, razão de aspecto de grãos grosseiros e porcentagem de grãos finos e grosseiros da liga AA7050 nas condições T7451 e T6I4.	94
Tabela 10 - Tamanho de grãos finos, grãos grosseiros e razão de aspecto de grãos grosseiros em amostras cortadas em diferentes áreas da barra da liga AA7050-T7451.	95
Tabela 11 - Fração volumétrica de grãos grosseiros e grãos finos em amostras cortadas em diferentes áreas da barra da liga AA7050-T7451.	95
Tabela 12 - Fração volumétrica e tamanho das partículas intermetálicas em amostras cortadas em diferentes áreas da barra da liga AA7050-T7451.	96
Tabela 13 - Resultados das análises de EDS das partículas intermetálicas com formato aproximadamente alongado e com formato aproximadamente esférico.	105
Tabela 14 - Fração volumétrica de partículas intermetálicas das ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4).	106
Tabela 15 - Tamanho médio de partículas intermetálicas das ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4).	106
Tabela 16 - Tamanho de precipitados endurecedores presentes na liga AA6351 nas condições T6 e T6I4.	112
Tabela 17 – Fração volumétrica de precipitados endurecedores na liga AA6351 nas condições T6 e T6I4.	114

Tabela 18 - Tamanho de precipitados endurecedores da liga AA7050 nas condições T7451 e T6I4.	117
Tabela 19 – Fração volumétrica de precipitados endurecedores da liga AA7050 nas condições T7451 e T6I4.....	117
Tabela 20 - Valores de dureza Vickers das ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4).....	118
Tabela 21 - Valores médios dos resultados dos ensaios de tração das ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4).	121
Tabela 22 - Valores médios das constantes K e n das ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4).....	124
Tabela 23 - Resultados experimentais dos ensaios de fadiga dos corpos de prova não entalhados das ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4).	127
Tabela 24 - Resultados dos cálculos de A'_1 e A'_2 utilizando o Método da Máxima Verossimilhança para as ligas AA6351(T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4).	128
Tabela 25 - Equações obtidas com o cálculo das constantes A'_1 e A'_2 utilizando o Método da Máxima Verossimilhança para as ligas AA6351(T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4).	128
Tabela 26 - Resultados experimentais dos ensaios de fadiga dos corpos de prova entalhados.	142
Tabela 27 - Resultados dos cálculos de A'_1 e A'_2 utilizando o Método da Máxima Verossimilhança para os corpos de prova entalhados.....	142
Tabela 28 - Equações obtidas com o cálculo das constantes A'_1 e A'_2 utilizando o Método da Máxima Verossimilhança para os corpos de prova entalhados.....	142
Tabela 29 - Valores da variância e do desvio padrão dos resultados dos ensaios de fadiga por flexão rotativa para as ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4).	146
Tabela 30 - Valores do fator de concentração de tensão em fadiga K_f das ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4).....	148
Tabela 31 - Valores da sensibilidade ao entalhe das ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451) e (T6I4).	149
Tabela 32 - Tensões máximas utilizadas para o cálculo de K_f para as ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451) e (T6I4).....	149

LISTA DE SIGLAS

AA - ALUMINUM ASSOCIATION

Al - Alumínio

ASM - American Society for Metals

ASTM - American Society for Testing and Materials

BF - *brigh field*

BFP - *back-focal plane*

CBA - Companhia Brasileira de Alumínio

CNPEM - Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais

Cr - Cromo

Cu - Cobre

DF - campo escuro

DSTO - *Defence Science and Tchnology Organization*

EDE - energia de defeito de empilhamento

EDS - *Energy Dispersive Spectrograph*

EELS - *Electron Energy-Loss Spectrometry*

EEM - *Environment Electron Microscope*

Fe - Ferro

FEG - *Field Emission Gun*

GP - Guiner e Preston

HAADF - STEM - *High-Angle Annular Dark Field - Scanning Transmission Electron Microscopy*

HREM - *High Resolution Electron Microscope*

IVEM - *Intermediate Voltage Electron Microscope*

LEEM - *Low Energy Electron Microscopy*

LNNano - Laboratório Nacional de Nanotecnologia

MEV - Microscopia Eletrônica de Varredura

MET - Microscopia Eletrônica de Transmissão

Mg - Magnésio

Mn - Manganês

MO - Microscopia Óptica

PIPs - *Precision Ion Polishing System*

SAD - *Selected-area diffraction*

Si - Silício

SSS - Solução sólida supersaturada

T6 - Têmpera na qual as ligas são solubilizadas e então envelhecidas artificialmente à temperatura de 180° C por um intervalo de tempo de 8 horas.

T6I4 - Têmpera na qual as ligas são primeiro subenvelhecidas à uma temperatura elevada (como exemplo, 150°C), e então temperadas e submetidas à uma temperatura menor (envelhecimento secundário entre 25 e 65°C).

T6I6 - Têmpera na qual o envelhecimento artificial é reassumido depois de um período de envelhecimento secundário,

T7451 - Têmpera na qual a liga é envelhecida a 110°C por 2h e posteriormente a 175°C.

Ti - Titânio

V(r) - potencial eletrostático projetado

ZLP - Zona livre de precipitação

Zn - Zinco

Zr - Zircônio

LISTA DE SÍMBOLOS

A_1 e A_2 - constantes do modelo matemático quando y é variável dependente

A_1' e A_2' - constante do modelo matemático quando x é variável dependente

b - expoente de resistência à fadiga

B' - precipitado endurecedor presente na liga AA6351

C - Nível de confiança

d - distância interplanar

dp - desvio padrão

d^2 - variância

D - diâmetro do corpo de prova

D' - diâmetro do corpo de prova na posição do entalhe

d_i - distância da imagem até a lente do MET

d_0 - distante do objeto até a lente do MET

d_{01} - distância entre os planos (01)

d_{10} - distância entre os planos (10)

d_{11} - distância entre os planos (11)

E - módulo de Young ou módulo de elasticidade

f - distância do plano focal até a lente do MET

f_1, f_2, f_3 e f_4 - coeficientes obtidos para o cálculo de K_t

h - diferença entre D (diâmetro do corpo de prova) e D' (diâmetro do corpo de prova na posição do entalhe)

k - número de ensaios realizados

K - coeficiente de resistência

K_f - fator de concentração de tensão em fadiga

K_t - fator de concentração de tensão teórico

L - distância da amostra até a tela de observação do MET

N - número de ciclos necessários para a fratura

n - parâmetro de encruamento

n' - número de pontos experimentais

q - sensibilidade ao entalhe

r - distância do ponto formado pelo feixe difratado em relação ao ponto formado pelo feixe transmitido no MET

r' - raio do entalhe em V

U_R - resiliência

U_T - tenacidade

U_1, U_2 - precipitados endurecedores presente na liga AA6351

x - a variável independente

y - a variável dependente

Y_{calc} - valor calculado para a vida em fadiga

Y_{exp} - valor experimental da vida em fadiga

β, β', β'' - precipitados endurecedores presentes na liga AA6351

ε - alongamento percentual

$\tilde{\varepsilon}$ - deformação verdadeira

η e η' - precipitados endurecedores presentes na liga AA7050

λ - comprimento de onda

μ_y - Estimativa da média pelo Método dos Mínimos Quadrados ou Máxima Verossimilhança

σ - tensão

$\tilde{\sigma}$ - tensão verdadeira

σ_a - amplitude de tensão

σ_e - tensão limite de escoamento

σ'_f - coeficiente de resistência a fadiga

σ_{fe} - resistência à fadiga (para um determinado número de ciclos) do material entalhado

σ_{fu} - resistência à fadiga (para um determinado número de ciclos) do material não entalhado

σ_{max} - tensão máxima

σ_{min} - tensão mínima

σ_{nom} - tensão nominal

σ_t - limite de resistência à tração

1A, 2A, 3A, 1B, 2B e 3B - cortes realizados na barra AA7050-T7451

2 N_f - número de reversões à falha

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO E OBJETIVOS	29
1.1 OBJETIVOS	30
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	31
2.1 APLICAÇÃO DAS LIGAS DE ALUMÍNIO NA INDÚSTRIA AERONÁUTICA....	31
2.2 ENDURECIMENTO POR PRECIPITAÇÃO.....	33
2.2.1 Envelhecimento interrompido das ligas de alumínio.....	35
2.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO	37
2.3.1 Origem do Microscópio: breve histórico	37
2.3.2 Funcionamento do Microscópio Eletrônico de Transmissão.....	39
2.3.4 Interação do feixe eletrônico com a amostra.....	41
2.3.5 Formação de imagens em MET	42
2.3.6 Difração de elétrons em MET.....	43
2.3.7 Espaço recíproco	46
2.3.8 Construção da Esfera de Ewald	47
2.3.9 Padrão de difração de área selecionada (<i>Selected Area Diffraction Pattern - SADP</i>) e imagem de campo claro e de campo escuro	51
2.3.10 Imagens de alta resolução em MET (<i>High-Resolution TEM - HRTEM</i>).....	54
2.4 ASPECTOS GERAIS DO PROCESSO DE FADIGA.....	56
2.4.1 Iniciação da trinca por fadiga em componentes estruturais.....	62
2.5 SENSIBILIDADE AO ENTALHE	66
2.6 ANÁLISE DOS DADOS DE FADIGA	71
3 MATERIAIS E MÉTODOS	75
3.1 MATERIAIS.....	75
3.2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	76
3.2.1. Tratamento térmico	76
3.2.2 Análise microestrutural.....	77
3.2.3 Microscopia Eletrônica de Transmissão	78
3.2.4 Ensaio de Dureza	83
3.2.5 Ensaio de tração	83
3.2.6 Ensaio de fadiga por flexão rotativa.....	84
3.3 PROCEDIMENTOS DE ANÁLISE DOS DADOS DE FADIGA	86

3.3.1 Construção das curvas tensão-vida em fadiga e análise dos resultados dos ensaios de fadiga por flexão rotativa	86
3.4 ESTUDO DA SENSIBILIDADE AO ENTALHE	87
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	89
4.1 ANÁLISE MICROESTRUTURAL	89
4.1.1 Microscopia óptica	89
4.1.2 Microscopia eletrônica de varredura	101
4.1.3 Microscopia eletrônica de transmissão (MET)	109
4.2 DUREZA	118
4.3 PROPRIEDADES DE TRAÇÃO UNIAXIAL.....	120
4.4 ANÁLISE DOS RESULTADOS DOS ENSAIOS DE FADIGA DOS CORPOS DE PROVA NÃO ENTALHADOS E INTERAÇÃO ENTRE OS PRECIPITADOS ENDURECEDORES E A ESTRUTURA DE DISCORDÂNCIAS DURANTE A DEFORMAÇÃO POR FADIGA.....	127
4.5 ANÁLISE DOS RESULTADOS DOS ENSAIOS DE FADIGA DOS CORPOS DE PROVA ENTALHADOS E ESTUDO DA SENSIBILIDADE AO ENTALHE	141
4.6 ANÁLISE FRACTOGRÁFICA DOS CORPOS DE PROVA DOS ENSAIOS DE TRAÇÃO..	152
4.6.1. Liga AA6351 nas condições T6 e T6I4	152
4.6.2. Liga AA7050 nas condições T7451 e T6I4	157
4.7 ANÁLISES FRACTOGRÁFICAS DA SUPERFÍCIE DE FRATURA DE FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA DOS CORPOS DE PROVA SEM ENTALHE	163
4.7.1 Liga AA6351 nas condições T6 e T6I4 - sem entalhe (σ_{max} =177 MPa).....	163
4.7.2 Liga AA7050 nas condições T7451 e T6I4 - sem entalhe (σ_{max}=283 Mpa).....	169
4.8 ANÁLISES FRACTOGRÁFICAS DA SUPERFÍCIE DE FRATURA DE FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA DOS CORPOS DE PROVA ENTALHADOS	173
4.8.1 Liga AA6351 nas condições T6 e T6I4 (σ_{max} = 104 MPa).	173
4.8.2 Liga AA7050 nas condições T7451 e T6I4 (σ_{max} = 104 MPa).	176
CONCLUSÕES	179
REFERÊNCIAS	183

1 INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

A estimativa da vida operacional útil de estruturas aeronáuticas está diretamente relacionada ao estudo das suas propriedades mecânicas, principalmente no que diz respeito ao comportamento em fadiga. Por esse motivo, no setor aeronáutico sempre foram necessárias pesquisas em fadiga de materiais, bem como o desenvolvimento de novas ligas para aplicações estruturais. Dentro deste contexto, apesar dos avanços recentemente alcançados no desenvolvimento de materiais compostos, as ligas de alumínio ainda constituem os principais materiais para emprego em estruturas aeronáuticas, e o processo de fadiga, é o modo de falha que predomina em peças produzidas a partir desses materiais (MOSINYI et al., 2006).

O processo de fadiga se refere às mudanças progressivas de degradação nas propriedades, que podem ocorrer em um material devido a aplicação de carregamentos cíclicos, especialmente àquelas mudanças que levam à formação de uma trinca ou resultam na falha do componente em questão. Além disso, o processo de fadiga é altamente influenciado pelas condições superficiais, de modo que, a nucleação da trinca de fadiga será preferencialmente na superfície da estrutura ou peça em questão.

Um extensivo estudo quanto aos sítios preferenciais de nucleação de trincas por fadiga em estruturas aeronáuticas reais vem sendo realizado pelo Departamento de Defesa do Governo Australiano (*Defence Science and Technology Organization* - DSTO) que tem observado a nucleação em pontos de concentração de tensão, como por exemplo, partículas de segunda fase (com diferentes dimensões e formatos), defeitos de usinagem e entalhes (MOLENT; BARTER; WANHILL, 2010). Deste modo, é evidente a necessidade de um maior conhecimento sobre o efeito da sensibilidade ao entalhe na resistência a fadiga, uma vez que, na maioria das estruturas que são submetidas ao carregamento cíclico durante o serviço é indispensável a presença de entalhes como furos, chanfros, cantos vivos ou estreitamento de seções, sendo esses entalhes um dos principais fatores que controlam a resistência à fadiga de estruturas, geralmente diminuindo a sua resistência (DOWLING, 2007; SURESH, 1998; WEIXING; KAIQUAN; YI, 1995).

Uma segunda questão, a composição e as condições de tratamento térmico para alcançar as melhores propriedades nas ligas de alumínio devem ser devidamente escolhidas uma vez que a composição e o estágio de precipitação influenciam significativamente suas propriedades. Assim, numerosos estudos têm sido realizados com o objetivo de entender a

sequência de envelhecimento e as fases metaestáveis que são supostamente responsáveis pelo controle das propriedades mecânicas (SON et al., 2011). Recentemente, tratamentos de envelhecimento interrompido ou secundário (envelhecimento constituído por estágios múltiplos) têm sido desenvolvidos para as ligas de alumínio, e têm possibilitado a obtenção de melhores combinações de propriedades mecânicas (BUAH et al., 2007; LI et al., 2013; LIMA et al., 2014; LIMA; JACUMASSO; CARVALHO, 2013; RISANTI et al., 2009).

Buah et al., (2008) investigaram a evolução da microestrutura durante o envelhecimento da liga AA7050 e observaram que o envelhecimento interrompido na condição T6I4-65 aumenta a densidade de precipitados endurecedores quando comparada com a têmpera T6. Foi assumido que o aumento da densidade de precipitados refinados (que retardam ou impedem a movimentação de discordâncias) na têmpera T6I4-65 resulta em propriedades em tração similares às aquelas obtidas com a têmpera T6 e simultaneamente permite obter um aumento considerável na tenacidade (BUHA; LUMLEY; CROSKY, 2008).

O estudo do comportamento em fadiga de diversos materiais, dentre eles as ligas de alumínio para emprego em estruturas aeronáuticas, consiste em uma linha de pesquisa desenvolvida na EEL/USP pelo orientador deste trabalho e seus colaboradores. Há poucos dados disponíveis na literatura sobre a influência que o envelhecimento interrompido exerce sobre o comportamento em fadiga das ligas de alumínio e também há um número ainda menor de dados no que diz respeito à sensibilidade ao entalhe dessas ligas.

1.1 OBJETIVOS

O objetivo deste trabalho é apresentar o estudo da fadiga de alto ciclo das ligas de alumínio AA6351 e AA7050, bem como o estudo da influência dos tratamentos térmicos nas condições convencionais e de envelhecimento interrompido (T6/T6I4 para a liga AA6351 e T7451/T6I4 para a liga AA7050) e das características microestruturais (tais como o tamanho e a densidade dos precipitados endurecedores) sobre o comportamento mecânico e sobre as propriedades em fadiga dessas ligas. O trabalho inclui ensaios de fadiga por flexão rotativa em amostras polidas e entalhadas, análises microestruturais (quanto aos precipitados endurecedores e sua influência sobre a estrutura de discordâncias, utilizando Microscopia Eletrônica de Transmissão; análises quanto a morfologia dos grãos e das partículas intermetálicas, utilizando Microscopia Óptica e Microscopia Eletrônica de Varredura), cálculos estatísticos e análises fractográficas.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 APLICAÇÃO DAS LIGAS DE ALUMÍNIO NA INDÚSTRIA AERONÁUTICA

As ligas de alumínio são aplicadas em cerca de 70% dos componentes estruturais dos aviões e um conhecimento aprofundado de seu comportamento mecânico é fundamental para que estas sejam empregadas de modo eficiente e seguro. A grande aplicabilidade das ligas de alumínio na indústria aeronáutica, na qual constituem o principal material de interesse desde 1930 se deve aos seus elevados valores de resistência e baixo peso (LIMA; JACUMASSO; CARVALHO, 2013). Esta combinação permite que a estrutura em questão atinja um maior desempenho mesmo com a utilização de propulsores de potência inferior, favorecendo diversos fatores, dentre eles a economia de combustível e o maior espaço para cargas. Além disso, o potencial das ligas de alumínio para a aplicação em estruturas aeronáuticas é favorecido por apresentarem uma ampla gama de combinações de resistência mecânica, resistência a corrosão, condutividade elétrica, usinabilidade, formabilidade, ductilidade, entre outros (OLIVEIRA, 2011). A Figura 1 apresenta as principais propriedades requeridas para materiais a serem aplicados em aeronaves e também algumas das áreas nas quais as ligas estudadas neste trabalho (AA6351 e AA7050) podem ser aplicadas (STARKE; STALEY, 1996):

Figura 1 - Propriedades requeridas para os materiais aplicados em aeronaves e algumas das aplicações das ligas AA6351 e AA7050.

Fonte: Adaptado de (STARKE; STALEY, 1996).

Os grupos de ligas de alumínio das séries 6xxx e 7xxx, tratáveis termicamente e de maior interesse para a indústria aeronáutica (juntamente às ligas da série 2xxx) serão descritos a seguir.

As ligas pertencentes à série 6xxx, são ligas consideradas de média resistência que contêm magnésio e silício como principais elementos de liga e são amplamente aplicadas nas áreas de construção e de transportes, devido a sua excelente resistência mecânica, alta resistência à corrosão e soldabilidade (CHROMINSKI; LEWANDOWSKA, 2016; SON et al., 2011). Em adição, elas estão entre as mais estudadas atualmente para aplicações em componentes estruturais que requerem significativa leveza, tais como aquelas que constituem carros de passageiros e caminhões (FALLAH et al., 2016). Além disso, também apresentam alta tenacidade à fratura, permitindo que trincas longas cresçam antes da ocorrência da fratura catastrófica, facilitando a inspeção não destrutiva com vistas à sua detecção (WOODWARD, 1989).

Na indústria aeronáutica, as ligas da série 6xxx podem ser empregadas em revestimentos e reforçadores de fuselagem. Entre elas, a liga AA6351, amplamente empregada nas indústrias automotiva, aeronáutica e de defesa, vem sendo objeto de estudos no desenvolvimento do processo de soldagem *Friction Stir Welding* (PALANIVEL; KOSHY-MATHEWS; MURUGAN, 2011).

As ligas que constituem a série 7xxx têm sido amplamente usadas na indústria aeroespacial, na fabricação de automóveis, e em sistemas de armas avançadas devido a suas excelentes propriedades mecânicas desenvolvidas pelo endurecimento por precipitação (ACER et al., 2016; MA et al., 2016). Nesta série encontram-se reunidas as ligas de alta resistência mecânica que apresentam Mg e Zn como principais elementos de liga. Na indústria aeronáutica, essas ligas são empregadas em revestimentos de fuselagem e asas, cavernas usinadas e conformadas, longarinas, nervuras e reforçadores. Dentre elas, as mais importantes são as ligas AA7050 e AA7475 (AL-RUBAIE; BARROSO; GODEFROID, 2006). A liga AA7050, conforme indicado na Figura 1, pode ser aplicada na fuselagem (cavernas), nas asas (longarinas, nervuras das empenagens, reforçadores, rebites e revestimentos), estabilizadores vertical e horizontal (reforçadores e longarinas) e no trem de pouso (partes de suporte) (OLIVEIRA, 2011). A liga AA7475 foi objeto de um estudo recente que teve como objetivos correlacionar a morfologia das estrias de fadiga com as características do carregamento, bem como estudar a fadiga de amplitude variável por meio da aplicação de históricos de voos randômicos em corpos de prova pré-trincados (RUCHERT, 2007).

2.2 ENDURECIMENTO POR PRECIPITAÇÃO

O endurecimento por precipitação das ligas de alumínio é relacionado ao aumento da dificuldade de movimentação das discordâncias e envolve várias etapas, como o tratamento térmico de solubilização, têmpera e envelhecimento (natural ou artificial) (BUHA, 2005). Para que o endurecimento por precipitação ocorra é necessário que a segunda fase seja solúvel em temperaturas elevadas, mas que diminua a sua solubilidade com o decréscimo da temperatura (DIETER, 1988).

No tratamento térmico de solubilização a liga é submetida a uma temperatura na qual ocorre a dissolução da segunda fase na fase mais abundante. A liga permanece nessa temperatura o tempo suficiente para que se obtenha uma solução sólida homogênea. Posteriormente, a liga é submetida à têmpera, durante a qual a liga é resfriada rapidamente desde a temperatura de solubilização até a temperatura ambiente. A têmpera possibilita manter a solução sólida que foi obtida no tratamento de solubilização à temperatura ambiente, ou seja, possibilita obter uma solução sólida supersaturada (SSS) (MILKEREIT; KESSLER; SCHICK, 2009).

Após a têmpera, o material pode ser submetido ao envelhecimento natural (à temperatura ambiente) ou ao envelhecimento artificial (temperatura mais elevada). Durante o envelhecimento ocorrerá a formação de precipitados endurecedores. A máxima resistência do material é alcançada quando o tamanho e a estrutura dos precipitados endurecedores é capaz de dificultar o movimento das discordâncias (MILKEREIT; KESSLER; SCHICK, 2009).

Há duas maneiras pelas quais os precipitados endurecedores podem dificultar o movimento das discordâncias. Primeiramente, se a discordância encontrar um precipitado coerente com a matriz, o precipitado pode ser cisalhado por esta discordância (Figura 2 (a)). Quando a deformação se dá pelo cisalhamento de partículas, ocorre um pequeno encruamento e a deformação é por deslizamento planar comum. Em segundo lugar, se a discordância encontrar um precipitado incoerente com a matriz ela poderá contornar este precipitado conforme o mecanismo apresentado na Figura 2 (b), proposto por Orowan (1948). De acordo com esse mecanismo, no primeiro momento (estágio 1) a linha de discordância se movimenta em direção a dois precipitados separados por uma distância λ . A discordância começa a se curvar no estágio 2 e atinge uma curvatura crítica no estágio 3, podendo então mover-se sem promover a diminuição de seu raio de curvatura. Uma vez que os segmentos de discordâncias que se encontram do outro lado do

precipitado apresentam sinais opostos, eles podem anular-se em parte do seu comprimento, deixando um anel de discordância ao redor de cada precipitado (estágio 4). A discordância original torna-se então livre para mover-se (estágio 5). Todas as discordâncias que deslizarem neste plano de deslizamento adicionarão um novo anel ao redor dos precipitados. Esses anéis proporcionam uma contratensão sobre as fontes de discordâncias, as quais precisarão superá-la para que ocorra um deslizamento adicional. Isso requer um aumento na tensão cisalhante, de modo que como resultado os precipitados não-coerentes proporcionam um rápido encruamento da matriz (DIETER, 1988; OROWAN, 1948; REED-HILL, 1982). Nas duas possibilidades de trajetória das discordâncias, em um reticulado que apresente partículas precipitadas, haverá um aumento da tensão necessária para a sua movimentação, sendo o segundo caso o mais eficiente no endurecimento do material (REED-HILL, 1982).

Figura 2 - (a) Representação de uma discordância cortando um precipitado endurecedor. (b) Esquema dos estágios na passagem de uma discordância entre precipitados, baseado no mecanismo de Orowan.

Fonte: (DIETER, 1988).

Deste modo os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento possuem o objetivo de gerar precipitados finos, mas que tenham tamanho adequado para agir como

obstáculos à movimentação das discordâncias, endurecendo a liga (MADURO, 2008). O grau de endurecimento resultante da presença de partículas de segunda fase depende da morfologia e distribuição dessas partículas na matriz, descrita pela especificação da fração volumétrica e da distância média entre as partículas (REED-HILL, 1982).

2.2.1 Envelhecimento interrompido das ligas de alumínio

O “envelhecimento secundário” ou “envelhecimento interrompido” é um termo comumente dado ao processo de desenvolvimento microestrutural de uma liga exposta à baixa temperatura após ter sido envelhecida a uma temperatura elevada. Consequentemente, esse processo produz uma mudança nas propriedades mecânicas da liga (MARCEAU et al., 2010).

Foi observado que a precipitação secundária ocorre em todas as ligas de alumínio endurecidas por precipitação, que são primeiro subenvelhecidas à uma temperatura elevada (como exemplo, 150°C), e então temperadas e submetidas à uma temperatura menor (envelhecimento secundário entre 25 e 65°C). Este ciclo de envelhecimento é designado como têmpera T6I4, onde I significa a interrupção (por têmpera) do tratamento térmico nas condições T6 e o número 4 é usado para indicar o envelhecimento na temperatura ambiente, ou um pouco acima da mesma (CHEN; WEYLAND; HUTCHINSON, 2013; MARCEAU et al., 2010). Se o envelhecimento artificial é reassumido depois de um período de envelhecimento secundário, este processo de envelhecimento interrompido é designado têmpera T6I6, o qual pode promover o aumento nas propriedades de tração e na tenacidade de uma ampla faixa de ligas de alumínio.

A Figura 3 apresenta um esquema dos tratamentos térmicos de envelhecimento interrompido T6I4 e T6I6 (LUMLEY et al., 2006; MARCEAU et al., 2010).

Figura 3 - Representação esquemática genérica dos tratamentos de envelhecimento interrompido T6I4 e T6I6.

Fonte: (LUMLEY et al., 2006; MARCEAU et al., 2010).

Pesquisas recentes têm mostrado que o tratamento térmico de envelhecimento interrompido permite melhorar a resposta de endurecimento e consequentemente as propriedades mecânicas das ligas de alumínio das séries 6xxx e 7xxx (BUHA; LUMLEY; CROSKY, 2008; LI et al., 2013; LIMA et al., 2014; LIMA; JACUMASSO; CARVALHO, 2013; RISANTI, et. al., 2009).

Buha et al., (2008) investigou a evolução da microestrutura durante o envelhecimento da liga AA7050, com a composição em porcentagem em peso de 5,75% de Zn, 2,06% de Mg, 2,06% de Cu, 0,08% de Fe, 0,05% de Si e 0,12% de Zr, envelhecida nas condições T6, T6I4-22 e T6I4-65. Foi observado que o envelhecimento secundário em 65°C (condição de tratamento térmico T6I4-65) aumenta a densidade de precipitados endurecedores na liga AA7050 quando comparada com a condição T6. Além disso, o aumento da densidade de precipitados refinados na têmpera T6I4-65 resulta nas propriedades em tração comparáveis com a têmpera T6, mas com considerável aumento da tenacidade (BUHA; LUMLEY; CROSKY, 2008).

Lima et al., (2014) comparou a estrutura de precipitados endurecedores resultante do envelhecimento da liga AA7050 sob três condições de envelhecimento: T6 (Figura 4 (a)),

T7451 (Figura 4 (b)) e T6I4 (Figura 4 (c)). Para as três condições observou-se nos contornos de grãos a presença da fase η e no interior dos grãos foram observadas as fases η e η' para as condições T6 e T7451, e a presença de zonas GP e da fase η' para a condição T6I4. As microestruturas resultantes dos três diferentes tratamentos térmicos apresentaram uma distribuição homogênea de precipitados na matriz, entretanto, a microestrutura resultante da condição T6I4 apresentou precipitados mais finos e em maior quantidade em relação às outras duas condições permitindo a obtenção de maiores valores de ductilidade e tenacidade sem grande perda da resistência, quando comparada às outras duas condições de tratamento térmico (LIMA et al., 2014).

Figura 4 - Estrutura de precipitados resultante do envelhecimento da liga AA7050 sob 3 diferentes condições de envelhecimento: (a) T6, (b) T7451 e (c) T6I4-65.

Fonte: (LIMA et al., 2014).

2.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO

2.3.1 Origem do Microscópio: breve histórico

As pesquisas para o desenvolvimento dos microscópios eletrônicos tiveram início na década de 1920 (STADTLÄNDER, 2007). Em 1925, Louis de Broglie estabeleceu pela primeira vez a teoria de que o elétron possui características de onda e comprimento de onda substancialmente menor do que a luz visível. No ano de 1927, dois grupos de pesquisadores, constituídos por Davisson e Germer, e Thomson e Reid, independentemente realizaram seus

experimentos de difração de elétrons, os quais demonstraram a natureza ondulatória dos elétrons (WILLIAMS; CARTER, 2009).

Pouco tempo depois, a ideia do microscópio eletrônico foi proposta, e este termo foi primeiramente utilizado em 1932 no trabalho de Knoll e Ruska. Neste trabalho foi desenvolvida a ideia das lentes eletromagnéticas dentro da realidade prática e além disso, foram demonstradas imagens eletrônicas obtidas com o instrumento por eles desenvolvido (WILLIAMS; CARTER, 2009). Esse primeiro microscópio eletrônico funcional era constituído por 3 lentes eletromagnéticas: lente condensadora, lente objetiva e lente projetiva (STADTLÄNDER, 2007).

Esta foi a etapa mais importante, pela qual Ruska recebeu o Prêmio Nobel em 1986, pouco tempo depois de seu falecimento que ocorreu em 1988. Dentro de um ano da publicação de Knoll e Ruska, o limite de resolução do microscópio eletrônico foi superado (WILLIAMS; CARTER, 2009).

Ruska, revelou que ele não havia ouvido falar das ideias de Broglie sobre ondas de elétrons e pensou que o comprimento de onda limite não se aplicava aos mesmos. A ideia de Ruska foi tão poderosa que os microscópios eletrônicos de transmissão comerciais foram desenvolvidos apenas 4 anos mais tarde. O Metropolitan-Vickers EM1 foi o primeiro instrumento e foi construído no Reino Unido em 1936. Aparentemente, este microscópio não funcionou muito bem e a produção regular de microscópios eletrônicos de transmissão comerciais foi iniciada realmente por Siemens e Halske na Alemanha em 1939. Depois do término da Segunda Guerra Mundial, os METs tornaram-se amplamente disponíveis a partir de várias outras fontes, como por exemplo, Hitachi, JEOL, Philips e RCA (WILLIAMS; CARTER, 2009).

Para os cientistas da área de Engenharia de Materiais, o desenvolvimento mais importante foi alcançado em meados da década de 50 quando Bollman na Suíça e Hirsch e co-autores em Cambridge, no Reino Unido, aperfeiçoaram técnicas de transparência eletrônica para chapas metálicas finas. Em adição, o grupo de Cambridge também desenvolveu a teoria do contraste em difração de elétrons na qual é possível identificar, frequentemente, todos os defeitos planares e de linha do cristal nas imagens de MET (WILLIAMS; CARTER, 2009).

Os microscópios eletrônicos de transmissão convencionais hoje são usados em muitos laboratórios de pesquisa. Estes microscópios foram adaptados para trabalhar com o auxílio de computadores, os quais fazem a visualização da amostra, armazenam e rotulam

as imagens, bem como, tornam a análise das micrografias mais fáceis para o pesquisador (STADTLÄNDER, 2007).

Há também inúmeros desenvolvimentos de instrumentos especializados no campo de Engenharia de Materiais nos últimos anos, como a criação do Microscópio Eletrônico de Baixa Energia (*Low Energy Electron Microscopy* - LEEM) que opera a baixas voltagens de aceleração (1-100 eV) e é usado primariamente para estudos *in-situ real-time* dos processos dinâmicos em materiais por reflexão de elétrons de baixa energia; Microscópio Eletrônico de Voltagem Intermediária (*Intermediate Voltage Electron Microscope* - IVEM) que é usado na voltagem de aceleração de 300-400 keV para imagens de seções espessas de amostras biológicas e de materiais; o Microscópio Eletrônico de Alta Resolução (*High Resolution Electron Microscope* - HREM) que opera no limite de resolução do instrumento para obter imagens de resolução-atômica e informações químicas de espectroscopia eletrônica de baixa energia; e finalmente, Microscópio Eletrônico Ambiental (*Environment Electron Microscope* - EEM) permite examinar amostras hidratadas no seu estado natural (STADTLÄNDER, 2007).

2.3.2 Funcionamento do Microscópio Eletrônico de Transmissão

Na Figura 5 pode ser observado o esquema de funcionamento de um típico microscópio eletrônico de transmissão. Dentro da coluna evacuada, os elétrons são emitidos por um feixe e acelerados por um campo eletrônico, mais comumente com energias entre 60-300 keV. O feixe eletrônico pode ser produzido por um canhão de emissão feito de tungstênio (W) ou de hexaboreto de lantânio (LaB₆) ou ainda por um canhão de emissão de campo (*Field Emission Gun* - FEG) feito de W. Um canhão de emissão de campo apresenta como vantagem o fornecimento de um feixe eletrônico com maior coerência e baixo espalhamento de energia (menor que 1 eV) (WENNER, 2014). O feixe de elétrons acelerado é então submetido ao campo magnético das lentes condensadoras que permitem variar a área da amostra a ser irradiada e a abertura da iluminação através das aberturas da lente condensadora (REMIER; KOHL, 2008).

Entre os elementos confinados na coluna do microscópio eletrônico de transmissão destacam-se a lente objetiva, a abertura da lente objetiva e a abertura de área selecionada devido a sua importância com relação aos fenômenos de difração de elétrons. A função das lentes projetivas é apenas a produção de um feixe paralelo e de suficiente intensidade incidente na superfície da amostra (PADILHA, 2016).

Figura 5 - Esquema da coluna de um típico microscópio eletrônico de transmissão.

Fonte: Adaptado de (WENNER, 2014).

A maioria dos microscópios tem mais lentes do que aquelas mostradas na Figura 5. O maior número de lentes possibilita aumentar a flexibilidade de controle do feixe eletrônico. Os elétrons viajam através do alto vácuo por todo o percurso da coluna do MET e analogamente às lentes ópticas, os ajustes dos campos eletromagnéticos manipulam o feixe de elétrons e também fazem com que eles assumam caminhos espirais. As lentes focam o feixe direto ou os feixes difratados para criar o padrão de difração ou a imagem da amostra. Esta imagem pode ser visualizada na tela de observação (tela de fósforo) ou na câmera CCD (WENNER, 2014).

Os avanços tecnológicos têm melhorado a resolução do MET para medidas menores que os diâmetros atômicos da maioria dos elementos químicos. As amostras de MET são discos circulares, geralmente com 3 mm de diâmetro (diâmetro do porta amostras). As

amostras também podem estar na forma de partículas dispersas numa grade ou coladas a um anel de metal. Na área de interesse, a espessura da amostra deve ser inferior a cerca de 100 nm para que se obtenha uma elevada transparência de elétrons. A espessura requerida depende do tipo de material estudado, da voltagem de aceleração do microscópio, e de qual informação se deseja obter (WENNER, 2014).

2.3.4 Interação do feixe eletrônico com a amostra

A formação da imagem em microscopia eletrônica de transmissão é relacionada com o tipo de interação que o feixe eletrônico exerce ao atravessar a espessura do material que constitui a amostra (OLEA, 2002). Uma vez que um elétron entra pela amostra, ele experimenta um de muitos modos de interação como pode ser observado de maneira resumida na Figura 6 (WENNER, 2014; WILLIAMS; CARTER, 2009).

Figura 6 - Possíveis formas pelas quais um elétron pode interagir com uma amostra no MET. Feixes de elétrons espalhados são retos, enquanto os feixes de fótons são curvos. Os ângulos estão representados de maneira exagerada, de modo que os feixes de elétrons espalhados são, por exemplo, muito próximos ao feixe direto.

Fonte: Adaptado de (WENNER, 2014).

Os elétrons elasticamente espalhados (sem perda de energia) são os mais úteis para a microscopia eletrônica de transmissão convencional uma vez que eles constituem a base para o contraste das imagens em campo claro, campo escuro e de alta resolução (WENNER, 2014).

O espalhamento inelástico significa que os elétrons perderam energia ao passarem através da amostra. Tendo perdido energia, os elétrons podem ser usados para Espectroscopia de Perda de Energia de Elétrons (*Electron Energy-Loss Spectrometry - EELS*) que é uma técnica frequentemente usada em conjunto com a microscopia eletrônica de transmissão (WENNER, 2014).

A perda de energia pode ocorrer por uma variedade de mecanismos e pode revelar a composição da amostra. A energia perdida pode ser entregue aos fônons, plasmons ou ionização de átomos. As perdas para plasmons (excitações coletivas de elétrons no material) são uma causa frequente de perda de energia. As perdas por fônons são muito menores, e a energia espalhada neste tipo de perda é particularmente pequena para ser detectada. Em adição, os átomos ionizados emitem os raios X que podem ser captados pelo detector de Espectroscopia de dispersão de energia (*Energy Dispersion Spectroscopy-EDS*) (WENNER, 2014).

Os elétrons espalhados em alto ângulo são incoerentes e são usados pelo modo de Imagem de Campo Escuro de Alto Ângulo em Microscopia Eletrônica de Varredura por Transmissão (*High-Angle Annular Dark Field - Scanning Transmission Electron Microscopy - HAADF - STEM*). HAADF-STEM é capaz de resolver estruturas atômicas com resolução superior a 2 Å (NUKALA, 2008).

Os elétrons retroespalhados e secundários são relevantes para a Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV. O modo como os elétrons serão espalhados por diferentes objetos presentes na amostra é determinado pela mecânica quântica e muitas pesquisas têm sido desenvolvidas com a finalidade de entender matematicamente o processo de espalhamento, para comparar os resultados teoricamente e experimentalmente (WENNER, 2014).

2.3.5 Formação de imagens em MET

O microscópio eletrônico de transmissão projeta elétrons através de uma amostra preparada em forma de uma lâmina fina, produzindo uma imagem

bidimensional (STADTLÄNDER, 2007). Deste modo, a imagem observada é diferente do que seria observado na superfície da amostra. A Figura 7 apresenta a projeção de uma lâmina fina conforme observada no microscópio de transmissão e pode-se observar que ocorre a projeção das linhas, áreas e volumes, podendo ocorrer superposição desses componentes (PADILHA, 2016).

Figura 7 - Projeção de várias espécies microestruturais presentes em uma lâmina fina.

Fonte: (PADILHA, 2016).

O contraste observado nas imagens em MET é resultante de fatores como: diferença de espessura, difração, diferença de densidade ou de coeficiente de absorção de elétrons (contraste de massa) e campos elásticos de tensão (PADILHA, 2016). De acordo com o instrumento usado, as amostras podem ser ampliadas entre 500x a 500.000x nos microscópios eletrônicos de transmissão (STADTLÄNDER, 2007).

2.3.6 Difração de elétrons em MET

Uma grande vantagem do microscópio eletrônico de transmissão é a sua capacidade de observação tanto das imagens de microscopia eletrônica (informações no espaço real) quanto do padrão de difração (informações no espaço recíproco) para uma mesma região da amostra analisada (BENDERSKY; GAYLE, 2001; GOODHEW; HUMPHREYS; BEANLAND, 2001). Para isso, a lente objetiva recebe os elétrons que emergem da superfície da amostra e os dispersa para criar o padrão de difração no plano focal atrás da

lente objetiva (*back-focal plane - BFP*), e os recombina para formar uma imagem no plano da imagem conforme o esquema apresentado na Figura 8 (WILLIAMS; CARTER, 2009).

Figura 8 - Diagrama completo de raios para um objeto finito, simetricamente posicionado em torno do eixo óptico. Todos os raios emergem de um ponto no objeto (distante d_o da lente) que são recolhidos pela lente objetiva e convergem para um ponto na imagem (distante d_i da lente). Todos os raios paralelos provenientes do objeto estão focados no plano focal (distância f da lente).

Fonte: (WILLIAMS; CARTER, 2009).

Essa possibilidade da combinação de imagem e difração oferecida pelo MET fez com que o equipamento ganhasse espaço nas décadas de 50 e 60, pois a utilização da difração de elétrons permite a obtenção de informações adicionais. Algumas informações que podem ser obtidas por meio de difração de elétrons são: orientação da microregião analisada, determinação das fases presentes na matriz, planos preferenciais de precipitados, planos de deslizamento, dados cristalográficos de defeitos originados por deformações às quais o material foi submetido, entre outras (OLEA, 2002).

O fato de os elétrons possuírem características de partículas e também apresentarem propriedades de ondas, é de extrema importância para a resolução do microscópio eletrônico de transmissão, uma vez que, quanto menor o comprimento de onda (λ), maior o poder de resolução do microscópio.

A Lei de Braag fornece um modo simplificado para entender a difração de elétrons por meio da relação do valor de λ obtido no MET, com o ângulo no qual os elétrons são

difratados pelos planos cristalinos (hkl), os quais estão dispostos a uma determinada distância interplanar (d) (OLEA, 2002). A Figura 9 apresenta a representação da difração de elétrons em um cristal em termos da Lei de Braag para uma determinada amostra tipo lâmina fina.

Figura 9 - Difração de um conjunto de planos (hkl) a uma distância d . Os planos cristalinos foram orientados de modo a estarem na condição de difração de Bragg. Pode-se observar que os planos não são paralelos ao feixe incidente.

Fonte: Adaptado de (WILLIAMS; CARTER, 2009).

A Equação (1) fornece a Lei de Braag, na qual $n\lambda$ é um número inteiro de comprimento de onda, θ_B é o ângulo de difração e d é a distância interplanar (OLEA, 2002; WILLIAMS; CARTER, 2009).

$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda \quad (1)$$

Em difração de elétrons, é convencional trabalhar somente com a primeira ordem ($n=1$) e em função do baixo comprimento de onda empregado em MET pode-se simplificar a Equação (1) considerando-se $\sin\theta = \theta$. Deste modo, a Lei de Braag pode ser reescrita de acordo com a Equação (2):

$$2d_{hkl}\theta = \lambda \quad (2)$$

Além da simplificação anterior, para ângulos de difração muito pequenos, teremos a igualdade expressa na Equação (3), na qual r é a distância do ponto formado pelo feixe difratado em relação ao ponto formado pelo feixe transmitido e L é a distância da amostra até a tela de observação.

$$r/L = 2\theta \quad (3)$$

Pela combinação das Equações (2) e (3) obtém-se a Equação (4):

$$rd_{(hkl)} = L\lambda \quad (4)$$

Sendo $L\lambda$ o comprimento de câmera, ou seja, o fator de escala do padrão de difração (OLEA, 2002).

2.3.7 Espaço recíproco

É muito conveniente discutir a difração de elétrons em termos de espaço recíproco (GOODHEW; HUMPHREYS; BEANLAND, 2001). Deste modo, se no espaço real as estruturas cristalinas apresentam famílias de planos cristalinos (como pode ser observado na vista superior de planos apresentada na Figura 10 (a), na qual d_{11} representa a distância interplanar entre os planos (11), no espaço recíproco, essas famílias de planos serão observadas como pontos, ou *spots* (Figura 10 (b)) (GOODHEW et al., 2016).

Com o objetivo de facilitar o entendimento das informações obtidas no padrão de difração, utiliza-se a rede recíproca. Uma rede recíproca pode ser definida como uma construção no espaço recíproco, na qual a dimensão de $1/d$ (onde d é a distância interplanar entre os planos cristalinos) é frequentemente usada (GOODHEW et al., 2016).

Para cada rede real há uma rede recíproca equivalente. Uma rede real em duas dimensões (2-D) é definida por dois vetores unitários, a e b inclinados em um ângulo γ como mostrado na Figura 10 (b). A rede recíproca equivalente no espaço recíproco é definida por dois vetores, a^* e b^* . O vetor recíproco a^* possui magnitude $1/d_{10}$ onde d_{10} é a distância interplanar dos planos (10), e é perpendicular a b . Em adição, o vetor recíproco b^* é de

magnitude $1/d_{01}$ onde d_{01} é a distância interplanar dos planos (01), e é perpendicular a a (GOODHEW et al., 2016).

As construções das redes real e recíproca apresentam a mesma rede como base, usando descrições diferentes, mas equivalentes. Além disso, cada ponto no espaço recíproco representa um conjunto ou família de planos (GOODHEW et al., 2016).

Figura 10 - Vista superior de famílias de planos cristalinos observados no espaço real. (b) Espaço real versus espaço recíproco.

Fonte: Adaptado de (GOODHEW et al., 2016).

2.3.8 Construção da Esfera de Ewald

A relação entre a rede recíproca e o padrão de difração pode ser formalmente demonstrada pela construção da Esfera de Ewald que pode ser observada na Figura 11. Nesta figura, o cristal é representado por seu espaço recíproco e o feixe de elétrons é representado por um vetor de comprimento $1/\lambda$, paralelo à direção do feixe, e que termina na origem da rede recíproca O . Em adição, a Esfera de Ewald com raio $1/\lambda$ é desenhada a partir do ponto A (GOODHEW; HUMPHREYS; BEANLAND, 2001).

Figura 11 - Construção da esfera de Ewald com raio $1/\lambda$.

Fonte: (GOODHEW; HUMPHREYS; BEANLAND, 2001).

Conforme a Esfera de Ewald é desenhada, ela passa através de pontos da rede recíproca a uma distância $1/d$ da origem e a partir da geometria pode ser observado que (Equações 5 e 6):

$$\text{sen } \theta = \frac{(1/d)/2}{1/\lambda} = \frac{\lambda}{2d} \quad (5)$$

ou ainda:

$$\lambda = 2d \text{sen } \theta \quad (6)$$

E deste modo pode-se observar que a Lei de Braag é satisfeita para esta construção. Assim, pode-se afirmar que a difração ocorre quando a Esfera de Ewald toca um ponto ou *spot* na rede recíproca (GOODHEW; HUMPHREYS; BEANLAND, 2001). Ou seja, os *spots* observados em um padrão de difração são aqueles cortados pela esfera de Ewald, pois,

as famílias de planos correspondentes a estes *spots* satisfazem a Lei de Bragg e devem difratar fortemente. Além disso, a intensidade dos *spots* é relacionada com fatores como: quantidade de planos na família, quantos átomos estão no plano e fator de estrutura.

Ainda na Figura 11, o vetor g (vetor de espalhamento na condição de Bragg) no espaço recíproco é a distância entre o *spot* central e um outro *spot* adjacente. Seu valor corresponde ao inverso da distância interplanar ($1/d$) para uma determinada família de planos. Entretanto, para esta afirmação ser verdadeira, o cristal precisa estar devidamente alinhado em um determinado eixo de zona. O eixo de zona pode ser definido como uma direção paralela ao feixe incidente, ou seja, pode ser entendido como a direção normal à tela de observação do microscópio na qual se visualiza o padrão de difração (WILLIAMS; CARTER, 2009).

Logo, se o cristal for corretamente inclinado e alinhado em um determinado eixo de zona, é possível obter o valor do vetor g diretamente a partir do padrão de difração e uma vez que $g=1/d$, obtém-se a distância interplanar d .

Com os valores de d , pode-se consultar as Fichas JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) para o material analisado ou para as fases esperadas para este material e assim determinar quais famílias de planos estão difratando. Deste modo podemos indexar o padrão de difração, ou seja, podemos identificar as famílias de planos correspondentes a cada *spot* observado no padrão de difração.

Alguns tipos de padrões de difração podem ser observados dependendo da região analisada. Se a região é monocristalina, o padrão de difração correspondente a esta região será constituído por pontos (*spots*). Se a região analisada é policristalina, o padrão de difração apresentará anéis e para um sólido amorfo, o qual possui ordem de curto alcance, será observado um único anel no padrão de difração (PADILHA, 2016; WILLIAMS; CARTER, 2009).

A Figura 12 apresenta os tipos de padrões de difração mencionados anteriormente. Em todos os casos, o feixe direto de elétrons é responsável pela intensidade de brilho no centro do padrão de difração e os feixes espalhados são responsáveis pelos *spots* ou anéis que aparecem ao redor do feixe direto (PADILHA, 2016; WILLIAMS; CARTER, 2009).

Figura 12 - Representação esquemática dos padrões de difração obtidos para: (a) região monocristalina, (b) região policristalina e (c) material amorfo. Padrões de difração obtidos para alguns materiais em um MET convencional: (d) um único grão de alumínio, (e) ouro policristalino e (f) carbono amorfo.

Fonte: (PADILHA, 2016 (a, b, c)); (WILLIAMS; CARTER, 2009 (d, e, f)).

Com relação à região policristalina, se os grãos constituintes são finos, os anéis observados no padrão de difração são fortes e se os grãos são grosseiros, os anéis observados apresentam falhas. Para regiões com grãos texturizados (ou seja, que apresentam uma direção preferencial), os anéis no padrão de difração aparecem somente em algumas regiões, ou seja, eles aparecem na forma de arcos (WILLIAMS; CARTER, 2009).

As Figuras 13 (a, b e c) apresentam anéis nos padrões de difração de regiões policristalinas. Em (b) o tamanho de grão é maior do que em (a), então os anéis são constituídos por *spots* discretos. Um tamanho de grão fino, produz padrões com anéis mais contínuos como observado em (a), e a largura desses anéis torna-se mais ampla, de modo

que pode ser utilizada como uma medida inversa do tamanho de grão. A Figura 10 (c) é correspondente a uma região de grãos texturizados, para a qual os anéis são mais intensos ao longo de certos intervalos dos anéis (WILLIAMS; CARTER, 2009).

Figura 13 - Padrões de difração correspondentes a regiões policristalinas: (a) região constituída por grãos finos, (b) região constituída por grãos grosseiros. (c) material com grãos texturizados.

Fonte: (WILLIAMS; CARTER, 2009).

2.3.9 Padrão de difração de área selecionada (*Selected Area Diffraction Pattern - SADP*) e imagem de campo claro e de campo escuro

O padrão de difração contém elétrons de toda a área da amostra que é iluminada pelo feixe de elétrons. Nesta condição, o padrão de difração não é muito útil pois a amostra muitas vezes poderá quebrar e além disso, o feixe direto é frequentemente tão intenso que irá danificar a tela de visualização ou saturar a câmera CCD. Por este motivo, realiza-se uma operação básica do MET que seleciona uma área específica da amostra para contribuir com

o padrão de difração e reduz a intensidade do feixe direto na tela. Para isto uma abertura é inserida na coluna do MET (WILLIAMS; CARTER, 2009).

Não é possível inserir uma abertura no plano da amostra, entretanto, pode-se inserir uma abertura no plano conjugado com a amostra, ou seja, pode-se inserir a abertura no plano de imagem da lente objetiva, e então é criada uma abertura virtual no plano da amostra. É exatamente isto o que é feito e esta operação é chamada de difração de área selecionada (*Selected-area diffraction-SAD*) e é mostrada na Figura 14.

Figura 14 - Modo de difração: introdução da abertura de área selecionada no plano de imagem da lente objetiva. Diagrama altamente simplificado mostrando somente 3 lentes. Os METs modernos possuem muito mais lentes em seus sistemas de imagem.

Fonte: (WILLIAMS; CARTER, 2009).

Quando o padrão de difração de área selecionada é projetado na tela de fósforo ou na câmera CCD, pode-se realizar outras duas operações no MET: campo claro (*brigth field - BF*) e campo escuro (*dark field - DF*). Não importa o tipo de amostra que está sendo observada, o padrão de difração irá conter um *spot* central que contém o feixe direto de

elétrons e alguns feixes espalhados, a distribuição de cada um irá depender da natureza da amostra. A imagem formada a partir da seleção do feixe direto de elétrons (*spot* central), é chamada de imagem de campo claro (Figura 15 (b)) e se em vez disso, forem selecionados feixes espalhados (por exemplo, um feixe específico difratado (mais usual) ou uma porção de um anel de difração), então essa imagem é chamada de imagem de campo escuro (Figura 15 (a)) (WILLIAMS; CARTER, 2009).

Na imagem de campo claro (Figura 15 (b)), a parte que está escura é correspondente a todos os *spots* que são diferentes do *spot* central (feixe direto). Na foto de campo escuro (Figura 15 (a)), a parte clara corresponde ao *spot* escolhido, ou seja, qualquer *spot* diferente do *spot* central.

Figura 15 - Ilhas de ouro em um filme de carbono. (a) Imagem de campo escuro. (b) Imagem de campo claro.

Fonte: (WILLIAMS; CARTER, 2009).

Na Figura 16 são apresentados diagramas que indicam como a lente objetiva e a abertura objetiva são usadas em conjunto para produzir: (a) imagem de campo claro formada pelo feixe direto, (b) deslocamento da abertura para a obtenção de uma imagem de campo escuro formada com um feixe espalhado e (c) imagem de campo escuro centrada, na qual o feixe incidente é inclinado de modo que o feixe espalhado surja no eixo óptico.

Figura 16 - Diagramas mostrando como a lente objetiva e a abertura da lente objetiva são usadas em combinação para produzir: (a) imagem de campo claro; (b) imagem de campo escuro e (c) imagem de campo escuro centrada.

Fonte: (WILLIAMS; CARTER, 2009).

Ao obter uma imagem de campo escuro, selecionando um dos feixes difratados com a abertura, a imagem é obtida longe do eixo óptico e isso resulta em aberração esférica. A aberração esférica é um fenômeno no qual os raios de luz incidentes que atingem pontos próximos à borda da lente são muito mais refratados do que os raios que incidem próximos ao eixo óptico. Para evitar a aberração esférica, o ideal é fazer a imagem de campo escuro centrado, no qual o feixe direto é inclinado de modo que o feixe difratado fique no centro e assim a aberração seja reduzida (WILLIAMS; CARTER, 2009).

2.3.10 Imagens de alta resolução em MET (*High-Resolution TEM* - HRTEM)

Imagens de alta resolução em MET usam o contraste de fase (PHILLIPP, 2003; WENNER, 2014). Isto pode ser explicado através da analogia da luz óptica: um raio coerente de luz difrata quando atinge um objeto e todos os raios difratados podem ser focados em conjunto para formar uma imagem do objeto. Se uma área da imagem é clara ou escura depende se os raios de luz tem interferência construtiva ou destrutiva, isto é, se eles

alcançaram a tela de visualização ou detector com a mesma fase ou com fases opostas. A mesma ideia se aplica aos elétrons, apesar de terem um comprimento de onda muito mais curto do que a luz. Quando se observa uma rede atômica, os átomos devem idealmente aparecerem brilhantes contra o fundo escuro em uma imagem de alta resolução em MET. Entretanto, o contraste de fase é mais complicado do que isto, devido ao contraste reverso (WENNER, 2014). Feixes de elétrons em ângulos elevados de difração, os quais produzem os detalhes mais finos nas imagens, podem ter contraste oposto ao feixe direto. Em ângulos ainda mais elevados, o contraste pode se reverter várias vezes (WENNER, 2014).

A Figura 17 apresenta o esquema do processo de formação de uma imagem de alta resolução.

Figura 17 - Esquema de imagem de alta-resolução.

Fonte: Adaptado de (PHILLIPP, 2003).

Resumidamente, o feixe incidente interage com a amostra, e ocorre um intenso espalhamento dinâmico. Devido a esse espalhamento dinâmico, se obtém uma função de saída de onda do objeto que é dependente do potencial eletrostático projetado ($V(r)$). Quanto maior o número atômico e quanto mais espessa a amostra, maior será o potencial eletrostático. A função de onda é então transformada por uma função de transferência de

contraste. Dessa forma, o que se tem na tela de observação ou câmera CCD são diferentes intensidades de contrastes, resultantes de uma função de imagem. O forte espalhamento dinâmico e as aberrações introduzidas pela lente objetiva dão origem a padrões de imagem muito complexos e tem que ser considerados com muito cuidado para uma análise detalhada, em particular para defeitos que estão associados com estruturas não periódicas (PHILLIPP, 2003).

2.4 ASPECTOS GERAIS DO PROCESSO DE FADIGA

A Fadiga é um processo de falha mecânica originada primariamente por carregamentos cíclicos, cuja a principal característica é gerar e/ou propagar lentamente uma trinca, até a eventual fratura de peça (CASTRO; MEGGIOLARO, 2009; SURESH, 1998). A Fadiga também pode ser definida como um processo progressivo de alteração estrutural localizada e permanente que pode resultar em trincas ou na fratura completa após um número suficiente de flutuações (ASM, 1986).

A grande maioria das falhas estruturais que ocorrem na prática envolve o processo de fadiga (BATHIAS; PINEAU, 2010; CASTRO; MEGGIOLARO, 2009). Essas falhas resultam da ação simultânea de tensão cíclica, deformação plástica e tensão de tração. As duas primeiras são responsáveis pela iniciação da trinca enquanto a última é responsável por sua propagação (ASM, 1986).

Uma consideração estrutural marcante no processo de fadiga é o fato de que as trincas geralmente se iniciam em superfícies livres (DIETER, 1988), sendo o processo de fadiga bastante sensível às condições da superfície do material e influenciado pelo acabamento superficial e pelo tratamento que a superfície recebe (BAPTISTA, 2000; LUKÁS; KUNZ, 2001).

Uma vez que as trincas por fadiga se iniciam de modo preferencial na superfície, o aumento da resistência da superfície geralmente permite ampliar a vida em fadiga de um determinado componente sendo um método atrativo para melhoria do comportamento em fadiga. Pode-se obter o endurecimento superficial por diversos métodos. Um método muito usado é o jateamento da superfície com granalha de aço ou de vidro (*shot peening*), o que leva ao encruamento das camadas superficiais deixando-as sob um estado de tensão residual de compressão, que pode resultar em uma melhora considerável no comportamento em fadiga (BENEDETTI et al., 2010). Outro método também bastante utilizado é a nitretação que trata-se de um tratamento termoquímico de endurecimento superficial no qual o

nitrogênio é superficialmente introduzido, por difusão. O processo de nitretação pode ser realizado de 3 modos: nitretação à gás, nitretação líquida e nitretação a plasma (GONÇALVES, 2012).

O fenômeno da fadiga apresenta 3 etapas. A primeira etapa é a iniciação da trinca que depende da geometria da peça, do material, das condições da superfície e do histórico de tensões e deformações que nele atua. A segunda etapa é o crescimento progressivo cíclico ou propagação da trinca, que depende do histórico dos fatores de intensidade de tensões que solicita a peça ou estrutura em serviço. A etapa final é a fratura súbita da seção transversal restante (ASM, 1986; BATHIAS; PINEAU, 2010; CASTRO; MEGGIOLARO, 2009; MAKKONEN, 2009; REED HILL, 1982).

A iniciação típica das trincas por fadiga envolve a movimentação cíclica de discordâncias que tende a agrupá-las lentamente em células e a formar bandas de deslizamento persistentes na superfície da peça. Essas bandas de deslizamento persistentes, à medida que vão crescendo podem formar extrusões e intrusões superficiais e iniciar várias microtrincas no ponto crítico da estrutura (CASTRO; MEGGIOLARO, 2009).

Acredita-se que a formação de extrusões e intrusões seja exclusiva da deformação em fadiga. Existem vários modelos destinados a explicar o mecanismo de formação de intrusões e extrusões. O modelo de mecanismo de formação de extrusões e intrusões proposto por Cottrell e Hull é dependente da existência de dois sistemas de deslizamento e encontra-se representado na Figura 18. Mediante a atuação das componentes de tração do ciclo de tensões, os dois sistemas operam em sequência resultando em dois degraus na superfície (Figuras 18 (b) e 18 (c)). No momento em que a componente de compressão inicia sua atuação, o deslizamento do sistema que primeiro iniciou a operação resulta na formação da intrusão (Figura 18 (d)), enquanto a extrusão é formada quando o outro sistema de deslizamento opera (Figura 18 (e)) (COTTRELL; HULL, 1957; DIETER, 1988; SMITH, 1957).

Figura 18 – Mecanismo para formação de extrusões e intrusões.

Fonte: (COTTRELL; HULL, 1957).

Wood sugeriu um mecanismo de acordo com o qual as bandas de deslizamento são resultantes do acúmulo sistemático de pequenos movimentos de deslizamento. Este modelo permite justificar a acomodação da deformação total, que é resultado da soma das micro deformações de cada ciclo, sem causar um encruamento apreciável do material (BATHIAS; PINEAU, 2010; DIETER, 1988).

O modelo de Wood encontra-se representado na Figura 19 na qual encontra-se esquematizada uma estrutura fina de uma banda de deslizamento observada com aumentos obtidos no microscópio eletrônico. De acordo com o modelo proposto, o deslizamento resultante da deformação estática seria capaz de produzir um contorno na superfície do metal (Figura 19 (a)). Além disso, intrusões (Figura 19 (b)) ou extrusões (Figura 19 (c)) poderiam ser formadas devido aos pequenos movimentos de deslizamento em vai-e-vem que ocorrem durante o processo de fadiga. A intrusão, que também pode ser considerada um entalhe de dimensões atômicas, pode concentrar tensões, sendo capaz de iniciar uma trinca de fadiga. Este mecanismo para a iniciação de uma trinca de fadiga está de acordo com as constatações de que as trincas de fadiga começam nas superfícies e, frequentemente, em intrusões e extrusões (DIETER, 1988).

Figura 19 - Modelo proposto por Wood. (a) Deformação estática, (b) intrusão e (c) extrusão.

Fonte: (DIETER, 1988).

Ao investigar a nucleação e o crescimento de trincas de fadiga por meio de ensaios de laboratório, depois de iniciadas nas bandas de deslizamento, as trincas de fadiga passam pelo Estágio I de crescimento, durante o qual o crescimento ocorre ao longo dos planos de deslizamento ativos que possuem inclinação de aproximadamente 45° em relação ao eixo da máxima tensão de tração. A penetração da trinca no corpo de prova durante esse estágio raramente é maior do que alguns décimos de milímetros (GROSSKREUTZ, 1971; KLESNIL; LUKÁS, 1992).

A trinca então irá se acomodar e prosseguir em um caminho perpendicular à direção de máxima tensão de tração até atingir o tamanho crítico (Estágio II). O tipo de material, a amplitude do carregamento e as condições ambientais determinam o tamanho da trinca no qual ocorrerá a transição do Estágio I para o Estágio II. A transição para o Estágio II ocorre quando as trincas atingem comprimento da ordem de 1 a 4 tamanhos de grão (MCDOWELL, 1996) e está associada à mudança do tipo de deslizamento de simples para múltiplo (HERTZBERG, 1995).

Os Estágios I e II de crescimento de trincas por fadiga são representados na Figura 20.

Figura 20 - Estágios da propagação da trinca.

Fonte: (GROSSKREUTZ, 1971).

A presença de um iniciador artificial de trinca, ou entalhe, faz com que o número de ciclos no Estágio I torne-se desprezível (KLESNIL; LUKÁS, 1992). Além disso, independente da presença ou não de entalhe, é observado que a fração da vida total correspondente ao Estágio II normalmente aumenta com o aumento da amplitude do carregamento, representando até 75% da vida em solitação de baixo ciclo (GROSSKREUTZ, 1971).

O exame da superfície de fratura resultante da propagação de uma trinca por fadiga, para a qual é evidente que quase a sua totalidade corresponde ao crescimento da trinca no Estágio II, pode fornecer informações sobre os mecanismos de propagação da trinca (BAPTISTA, 2000). As estrias (marcas periódicas repetidas) formadas pelo o

crescimento da trinca por fadiga é a característica superficial mais importante do processo de fadiga (CASTRO; MEGGIOLARO, 2009).

A cada ciclo de carregamento, uma estria pode ser formada e a trinca possui direção de crescimento perpendicular às estrias, apresentando o sentido da curvatura convexa (GROSSKREUTZ, 1971). Observações bastante interessantes podem ser feitas quanto ao espaçamento entre estrias, que fornecem uma forte evidencia quantitativa do avanço médio da trinca e quanto a sua morfologia, a partir da qual pode se explicar os mecanismos de avanço da trinca (ROSSINO, 2008). Na Figura 21 encontram-se apresentadas estrias de fadiga observadas na superfície de fratura de corpos de prova produzidos a partir da liga AA6005 que pertence à série 6xxx (SILVA, 2012).

Figura 21 - Fractografia da superfície de fratura do corpo de prova da liga AA 6005 obtida por MEV- 2000X. A tensão máxima aplicada no ensaio foi de 173 MPa.

Fonte: (SILVA, 2012).

Inúmeros modelos conceituais têm sido propostos através dos anos para melhor entender a formação das estrias por fadiga e o crescimento planar no estágio II (SURESH, 1998; BAPTISTA, 2000). Entre estes, o conceito físico conhecido como “Processo de arredondamento plástico” de formação de estrias é o mecanismo mais aceito e foi proposto por Laird (GROSSKREUTZ, 1971; KLESNIL; LUKÁS, 1992; SURESH, 1998; TOMKINS, 1996).

Neste modelo, o aumento do comprimento da trinca por ciclo de fadiga no Estágio II acontece pela repetição do arredondamento e afinamento da ponta da trinca, o que pode ser observado a partir de seções da ponta da trinca visualizadas em diferentes partes de um ciclo de carregamento, cuja representação esquemática pode ser vista na Figura 22.

Figura 22 - Mecânica do crescimento da trinca no Estágio II (arredondamento plástico e re-afinamento da ponta da trinca). (a) Carga zero, (b) pequena carga de tração, (c) pico de tensão de tração, (d) início da carga reversa, (e) pico de carga compressiva, e (f) pequena carga de tração no ciclo de tração subsequente. As setas indicam a direção do deslizamento.

Fonte: (SURESH, 1998).

A sequência de Figuras 22 (a, b, c) mostra que na parcela trativa do carregamento, as grandes deformações plásticas que ocorrem na ponta da trinca causam o deslizamento localizado e o arredondamento da trinca. A reversão do carregamento causa a compressão das faces da trinca uma contra a outra e com isso, a nova superfície que foi criada durante a tração é dobrada de forma parcial junto à ponta da trinca. Com isso, um novo par de “orelhas” é formado. Quando a parcela compressiva do ciclo termina, ocorre um novo afinamento da ponta da trinca e o processo se reinicia com uma nova carga de tração, o que pode ser observado na sequência de Figuras 22 (d, e, f). Esse mecanismo evidencia que, o avanço da trinca no Estágio II está associado aos altos níveis de tensão que causam a deformação plástica cíclica na ponta da trinca. Além disso, o componente trativo da tensão é responsável pela separação das faces da trinca e pelo arredondamento da ponta; enquanto o componente cisalhante é responsável pela produção do deslizamento que resulta na nova superfície. As estrias de fadiga discutidas sob este ponto são uma consequência do deslizamento duplo e são conhecidas como estrias dúcteis (SURESH, 1998).

Além das estrias, outras características podem ser observadas nas superfícies resultantes da propagação de trinca por fadiga no Estágio II. Por exemplo, em alguns

materiais podem coexistir *dimples* isolados e estrias. Além disso, a trinca pode propagar no Estágio II através dos grãos (caminho transcristalino) ou entre os grãos (caminho intergranular). A combinação dessas duas formas de propagação é observada de modo geral em metais e nas ligas de engenharia (KLESNIL; LUKÁS, 1992). Finalmente, a propagação da trinca principal (ou das trincas principais) causada pelo carregamento cíclico irá resultar na ruptura do componente ou estrutura.

2.4.1 Iniciação da trinca por fadiga em componentes estruturais

Os defeitos estruturais consistem nos principais iniciadores de trincas por fadiga. Sob a ação do carregamento cíclico, uma zona plástica, ou região de deformação se desenvolve na ponta do defeito. Assim a zona de alta deformação torna-se um sítio de iniciação de trinca por fadiga (ASM, 1986). Quando as tensões cíclicas que solicitam o ponto de alta deformação da estrutura (ou componente em questão) são pequenas em relação à resistência ao escoamento do material, a iniciação da trinca por fadiga é lenta, requerendo muitos ciclos de carregamento (CASTRO; MEGGIOLARO, 2009). É observado que em muitos casos práticos, o estágio de iniciação abrange uma boa parte da vida em fadiga atingindo até 90% do tempo de vida em fadiga (BATHIAS; PINEAU, 2010).

A iniciação das trincas por fadiga ocorre de forma preferencial em superfícies livres, sendo o processo de fadiga bastante sensível às condições da superfície do material e influenciado pelo acabamento superficial e pelo tratamento da superfície (BAPTISTA, 2000; LUKÁS; KUNZ, 2001). Além disso, a nucleação da trinca, do mesmo modo que todo o processo de fadiga, é controlada pela deformação plástica cíclica. Desta forma, espera-se que as trincas se iniciem em pontos de concentração de deformação, os quais estão diretamente relacionados com a concentração de tensão (BAPTISTA, 2000; LUKÁS; KUNZ, 2001).

A existência de entalhes, partículas de segunda fase, inclusões ou precipitados em componentes mecânicos submetidos a carregamentos complexos ou a um carregamento axial que contenha pequenas excentricidades, gera gradientes de tensão. Esse efeito será maior na superfície do material e favorece a iniciação da trinca. Um fator importante, é que microtrincas oriundas, por exemplo, de soldas, tratamentos térmicos e conformações mecânicas podem também estar presentes no material antes da aplicação do carregamento cíclico. Quando isto ocorre não há de fato um processo de iniciação de trinca por fadiga, pois

as trincas embrionárias já se encontravam presentes no material antes da aplicação do carregamento cíclico (BAPTISTA, 2000; BARTER; MOLENT; WANHILL, 2011).

A produção de componentes e estruturas de aviões apresenta muitas fontes de descontinuidades na superfície ou próximas a superfície. Essas descontinuidades agem como concentradoras de tensão e são capazes de causar trincas de fadiga muito rapidamente em locais ou áreas altamente carregadas. Uma vez que na fadiga de alto ciclo, a maior parte da vida total em fadiga é gasta na etapa de iniciação, é interessante considerarmos alguns exemplos de descontinuidades capazes de gerar trincas por fadiga listados na Tabela 1. Essas descontinuidades têm sido encontrados em uma variedade de tipos de aviões e em várias condições de fadiga, sendo a maior parte delas referente às ligas de alumínio em função de sua ampla aplicação em estruturas aeronáuticas (MOLENT; BARTER; WANHILL, 2010).

Tabela 1 - Exemplos de descontinuidades iniciadoras de trincas por fadiga (FSFT = *Full-Scale Fatigue Test* (teste de fadiga em grande escala)).

Fontes de descontinuidade	Especificidades	Tipo de avião	Condições de fadiga
Furos mal acabados	Perfuração mal acabada	Aermacchi MB326	FSFT
		Airbus A380 MLB	FSFT
	Rebarbas mal retiradas	Aermacchi MB326	Serviço
Tratamentos superficiais	Rasgos e entalhes de usinagem	Aermacchi MB326	Serviço e FSFT
		Dassault Mirage III	Serviço
		Boeing F/A-18A/B	Corpo de prova
		Lockheed P3C	FSFT
	Pites de corrosão (<i>etch pits</i>)	Boeing F/A-18A/B	Corpo de prova
		Boeing F/A-18A/B	Serviço
	Pites de corrosão + usinagem	Boeing B747	Serviço
	Penetração intergranular	General Dynamics F-111	Serviço e FSFT
	Moagem química + jateamento (<i>peening</i>)	Lockheed P3C	FSFT
Porosidade Partículas constituintes	Decapagem	Boeing F/A-18A/B	Corpo de prova
	Amassados/cortes oriundos do jateamento		
	Porosidade das chapas	Boeing F/A-18A/B	FSFT
	Partículas trincadas	-	Corpos de prova
	Partículas de várias formas + usinagem pobre	Boeing F/A-18A/B	Corpos de prova
		Dassault Mirage III	FSFT

Fonte: (MOLENT; BARTER; WANHILL, 2010).

A seguir serão apresentados alguns exemplos das discontinuidades iniciadoras de trincas por fadiga observadas na liga AA7050-T7451. Como pode ser observado, a Figura 23 apresenta um corpo de prova contendo uma trinca que cresce a partir de um dos muitos cortes de usinagem (indicados por setas) em um furo. Os cortes foram associados a uma das várias ranhuras longas e superficiais que foram observadas dentro do furo (MOLENT; BARTER; WANHILL, 2010).

Figura 23 - Iniciação de uma trinca por fadiga a partir de uma ranhura longa e superficial combinada com um corte de usinagem em um corpo de prova produzido a partir da liga AA7050-T7451.

Fonte: (MOLENT; BARTER; WANHILL, 2010).

A Figura 24 mostra trincas de fadiga crescendo em corpos de prova a partir de defeitos causados pelo jateamento (*shot peening*) de esferas de vidro na superfície de uma liga de alumínio.

Figura 24 - Dois exemplos de discontinuidades iniciadoras de fadiga causadas pelo jateamento (*shot peening*) de esferas de vidro em corpos de prova produzidos a partir da liga AA7050-T7451. As linhas pontilhadas em vermelho mostram (a) a deformação produzida pelo jateamento, e (b) um corte profundo e o dano causado pelo impacto de uma esfera de vidro quebrada.

Fonte: (MOLENT; BARTER; WANHILL, 2010).

Na Figura 24, o primeiro defeito é uma ampla deformação, e o segundo é um corte devido a uma esfera de vidro quebrada. Para as ligas de alumínio o jateamento de esferas de vidro é preferível à esferas de aço, o qual pode produzir muitos cortes e amassados profundos na superfície, e também causar rebarbas ao longo dos cantos. Adicionalmente, é evidente a partir da Figura 24 que os amassados e cortes devido ao jateamento de esferas quebradas podem iniciar trincas por fadiga. Desta forma, é essencial um bom controle do processo inteiro, especialmente da intensidade do bombardeio (MOLENT; BARTER; WANHILL, 2010).

A porosidade é geralmente rara em ligas aeronáuticas forjadas. Uma exceção notável foram as chapas da liga AA7050-T7451 aplicadas em componentes de seção pesada como os barris centrais do avião F/A-18A/B. Este material foi susceptível a porosidade de meia espessura (*mid-thickness porosity*), um problema que não foi totalmente observado no momento em que os componentes foram produzidos. Este fato levou a extensivas investigações da qualidade das chapas, primeiro pelo fabricante e depois pela DSTO (*Defence Science and Technology Organisation*) pertencente ao Governo Australiano. Um extensivo trabalho desenvolvido na DSTO por Molent e colaboradores (MOLENT; BARTER; WANHILL, 2010) mostrou que a porosidade foi a fonte de trincas por fadiga.

A Figura 25 mostra uma trinca de fadiga crescendo a partir de um poro. Este poro é grande comparado com outras discontinuidades iniciadoras de trinca por fadiga.

Figura 25 - Exemplo de propagação de trinca por fadiga de origem muito próxima a um poro grande (linha pontilhada) em uma chapa feita a partir da liga AA7050-T7451.

Fonte: (MOLENT; BARTER; WANHILL, 2010).

As partículas constituintes estão sempre presentes nas ligas de alumínio, e em menor extensão nos aços aeronáuticos de alta resistência. As ligas de alumínio contém vários tipos de partículas constituintes, as quais são, entretanto, intermetálicos duros e frágeis. As partículas grandes podem trincar durante o processamento do material e também durante a usinagem e acabamento do componente. No segundo caso, elas irão frequentemente quebrar superficialmente e proporcionar potenciais sítios para a iniciação da trinca por fadiga.

A Figura 26 mostra trincas de fadiga crescendo de partículas constituintes em chapas da liga de alumínio AA7050-T7451. Essas partículas podem apresentar uma grande variação de forma e a submissão ou não dos corpos de prova ou dos componentes reais ao carregamento cíclico define a importância da iniciação da trinca de fadiga nessas partículas (MOLENT; BARTER; WANHILL, 2010).

Figura 26 - Exemplos de partículas constituintes iniciadoras de trincas por fadiga em corpos de prova produzidos a partir da liga AA7050-T7451. As linhas pontilhadas vermelhas indicam a forma aproximada das partículas. (a) aglomerado fino e profundo de inclusões. (b) Partícula com formato irregular.

Fonte: (MOLENT; BARTER; WANHILL, 2010).

2.5 SENSIBILIDADE AO ENTALHE

A maior parte das peças reais apresentam entalhes ou descontinuidades geométricas que são muitas vezes inevitáveis no projeto de componentes estruturais, tais como furos, chanfros e ranhuras, que fazem com que a tensão local seja elevada e por isso são chamados de concentradores de tensão (ASM, 1986; CASTRO; MEGGIOLARO, 2009; STEPHENS et al., 2001). Os concentradores de tensão, ou entalhes, merecem uma atenção especial pois sua presença reduz a resistência à fadiga de um componente ou estrutura. Esta ocorrência é simplesmente uma consequência da alta tensão local que provoca a iniciação de trincas por fadiga nessas localizações (STEPHENS et al., 2001). É evidente a necessidade da consideração desse efeito em análises e projetos de engenharia (DOWLING, 2007).

O fluxo de esforços através de uma estrutura em questão, pode ser representado qualitativamente por linhas de força que indicam a forma como eles se distribuem ao atravessar uma estrutura. As linhas de força podem ser entendidas como fios esticados sob uma força constante que ligam os pontos nos quais ocorrem a aplicação de esforços na estrutura. Os esforços também são análogos a uma corrente elétrica: ambos se conservam ao fluir através das estruturas que os apresentam. Ao adotar qualquer uma dessas analogias pode-se concluir que as linhas de força não podem ser cortadas pelos entalhes, elas precisam contorná-los. Da mesma forma como as linhas de força são os caminhos de força constante que ligam os pontos de aplicação da carga, as tensões são proporcionais ao número de linhas de força por unidade de área e, assim, quanto mais próximas estiverem as linhas de força, maior será o valor do fator de concentração de tensão teórico (K_t). Pode-se obter menores valores de K_t em uma determinada estrutura com a eliminação de seus cantos vivos (CASTRO; MEGGIOLARO, 2009).

A Figura 27 ilustra o fluxo de tensões em uma peça. Pode-se observar que ocorre o agrupamento e a flexão das linhas de fluxo de tensão próximas ao entalhe (STEPHENS et al., 2001). Isto ocorre devido ao fato de que a presença do concentrador de tensão resulta em uma distribuição de tensões não uniforme, de modo que a tensão será maior nas proximidades do entalhe onde a área útil é menor do que no restante da peça (DIETER, 1988; STEPHENS et al., 2001).

Figura 27 - Agrupamento e flexão das linhas de fluxo de tensão próximas às obstruções ajuda a visualizar a concentração de tensões e deformações próximas ao entalhe. A seção maior e a seção menor são as mesmas para ambos os casos, mas as transições são diferentes.

Fonte: (STEPHENS et al., 2001).

O fator de concentração de tensão teórico (K_t) é usado para representar a concentração de tensão na estrutura ou componente estrutural e é dado pela Equação (7):

$$K_t = \frac{\sigma_{max}}{\sigma_{nom}} \quad (7)$$

na qual (σ_{max}) é a tensão máxima e (σ_{nom}) é a tensão nominal baseada na seção resistente líquida. Alguns autores utilizam um valor da tensão nominal baseado em toda a seção reta do componente numa região onde não exista um concentrador de tensão (ASM, 1986). O fator de concentração de tensão teórico depende da geometria do componente, da geometria do entalhe e do tipo de carregamento (DUQUESNAY; TOPPER; YU, 1986).

Os concentradores de tensão geralmente diminuem a vida em fadiga pois criam regiões nas proximidades da ponta da trinca com estados triaxiais de tensões, o que causa a restrição da deformação plástica, ou seja, leva à fragilização do material (DOWLING, 2007; WEIXING; KAIQUAN; YI, 1995). Desta forma o fator de concentração de tensão em fadiga (K_f) assume um papel muito importante na estimativa da resistência à fadiga das estruturas. O fator K_f é obtido de acordo com a Equação (8) que expressa a razão da resistência à fadiga (correspondente a um determinado número de ciclos) obtida para o material não entalhado (σ_{fu}), pela resistência a fadiga do material entalhado (σ_{fe}), ensaiados sob as mesmas condições experimentais (WEIXING; KAIQUAN; YI, 1995).

$$K_f = \frac{\sigma_{fu}}{\sigma_{fe}} \quad (8)$$

O fenômeno que faz com que o efeito do entalhe na vida em fadiga seja menor do que o previsto por K_t é denominado sensibilidade ao entalhe e é representado pelo fator de sensibilidade ao entalhe (q). O fator q pode ser definido pela Equação 9 (CIAVARELLA; MENEGHETTI, 2004; MEGGIOLARO; MIRANDA; CASTRO et al., 2007; STEPHENS et al., 2001; WEIXING; KAIQUAN; YI, 1995):

$$q = \frac{K_f - 1}{K_t - 1} \quad (9)$$

A sensibilidade ao entalhe pode então ser definida como a medida do grau de acordo entre o fator de concentração de tensão experimental e o fator de concentração de tensão

teórico para um corpo de prova em particular contendo um concentrador de tensão de um determinado tamanho e forma (STALK, 1955; SURESH, 1998).

Na Equação 9, um material que não sofre redução no limite de fadiga devido a um entalhe ($K_f = 1$) possui um fator $q = 0$, enquanto que um material no qual o entalhe exerça seu efeito teórico total ($K_f = K_t$) possui um fator $q = 1$ (STEPHENS et al., 2001). O valor de q varia com a severidade e tipo do entalhe, com o tamanho do corpo de prova e com o tipo do carregamento.

As Figuras 28, 29 e 30 mostram exemplos de iniciação de trincas por fadiga a partir de concentradores de tensão em estruturas aeronáuticas. Na Figura 28 podem ser observadas trincas de fadiga que cresceram durante o serviço da estrutura a partir de defeitos de usinagem em um furo severamente danificado em uma longarina da asa.

Figura 28 - Exemplo de um furo mal acabado em uma longarina principal da asa feita a partir da liga AA7075-T6. A falha por fadiga na parte superior foi iniciada a partir de uma rebarba na borda do furo. Na parte inferior a trinca por fadiga foi iniciada a partir de um corte na borda do furo. As setas indicam outros cortes presentes no furo.

Fonte: (BARTER; MOLENT; WANHILL, 2012).

Em 22 de novembro de 1990, a asa do avião RAAF Macchi A7-076 falhou durante uma manobra de combate aéreo. O exame dos destroços recuperados no mar divulgou que a falha da asa ocorreu devido a fratura por fadiga da lança da longarina, a qual foi produzida utilizando a liga AA7075-T6. A trinca teve início a partir de um defeito de usinagem na base de um furo fixador do flange, Figura 29 (MOLENT, 2010).

Figura 29 - Superfície de fratura da longarina do avião RAAF Macchi A7-076 e as marcas de progressão da fadiga a partir do lado esquerdo superior (seta vermelha).

Fonte: (MOLENT, 2010).

A Figura 30 (a) apresenta um trem de pouso de um avião que falhou durante o procedimento de pouso devido à fratura de um cilindro externo, o qual foi produzido a partir de uma liga $\text{Al-5.7Zn-2.7Mg-0.5Mn-0.5Cu}$. O cilindro exterior fraturou em, pelo menos, sete partes menores (Figura 30 (a)). As marcas radiais presentes nos fragmentos 1 e 2 evidenciam que as trincas foram nucleadas nos furos A e B (ver a posição dos furos na Figura 30 (b)) (FARIAS-AZEVEDO; HIPPERT, 2002). Na Figura 30 (c) podem ser observadas marcas radiais que indicam a origem da fratura.

Figura 30 - (a) Cilindro externo quebrado na (a) condição como recebida; (b) esquema do trem de pouso; (c) presença de marcas radiais indicando a origem da fratura (furos A e B).

Fonte: (FARIAS-AZEVEDO; HIPPERT, 2002).

2.6 ANÁLISE DOS DADOS DE FADIGA

Em função da grande dispersão e variabilidade que acompanha os resultados dos ensaios de fadiga, torna-se necessária a análise estatística dos dados com o objetivo de se obter uma maior consistência do limite de fadiga a ser determinado (METALS, 1989).

As análises matemáticas dos resultados dos ensaios de fadiga tem por objetivo identificar o tipo do modelo a ser usado, a variável dependente adequada, o cálculo das

constantes do modelo, o grau de adequação com o qual o modelo descreve os resultados do teste e o grau de confiança com o qual o modelo pode ser usado para prever a vida em fadiga (CONWAY; SJODAHL, 1991).

Vários modelos podem ser usados para descrever a Curva tensão-vida em fadiga (CONWAY; SJODAHL, 1991; KLESNIL; LUKAS, 1992). A Lei de Basquin apresentada na Equação (10) é um dos modelos mais utilizados, na qual σ_a é a amplitude de tensão, $2N_f$ é o número de reversões para a falha (cada ciclo de tensão é constituído por duas reversões), σ'_f é o coeficiente de resistência a fadiga e b é o expoente de resistência a fadiga.

$$\sigma_a = \sigma'_f (2N_f)^b \quad (10)$$

Outros modelos matemáticos bastante utilizados para descrever as Curvas tensão-vida em fadiga encontram-se apresentados nas Equações de (11) a (14) nas quais σ_{max} é a tensão máxima, σ_{min} é a tensão mínima aplicada no carregamento cíclico e N é o número de ciclos (METALS, 1989):

$$\log N = A_1' + A_2' * \log(\sigma_{max} - \sigma_{min}) \quad (11)$$

$$\log N = A_1' + A_2' * \sigma_{max} \quad (12)$$

$$N = A_1' + A_2' * \sigma_{max} \quad (13)$$

$$N = A_1' + A_2' * \log \sigma_{max} \quad (14)$$

Além de determinar a expressão analítica que deve definir a relação entre tensão e vida, é importante definir qual será a variável considerada como a variável dependente. Ao utilizar a vida em fadiga como a variável independente obtém-se estimativas tendenciosas e inconsistentes, pois ocorre uma subestimação da vida em fadiga no regime de alta tensão e superestimação da vida em fadiga no regime de baixa tensão (CONWAY; SJODAHL, 1991; METALS, 1989). Portanto, a expressão mais realista é aquela que utiliza a vida em fadiga como a variável dependente, para a qual o resultado é a linha cheia observada na Figura 31 (METALS, 1989).

Figura 31 - Comparação entre dois modelos de ajuste para os dados de fadiga.

Fonte: (METALS HANDBOOK, 1989).

Um modelo plausível que utiliza a vida em fadiga como a variável dependente é aquele representado pela Equação 12. Após a escolha da equação matemática que irá representar a relação entre a tensão e a vida em fadiga e de qual será a variável dependente, torna-se necessário obter os coeficientes da equação.

No campo da engenharia o método mais utilizado para obter os coeficientes da equação é o Método da Regressão pelos Mínimos Quadrados, entretanto, esse método não permite incorporar os chamados pontos censurados nas análises dos resultados dos ensaios de fadiga (BORGES; COLOSIMO; FREITAS, 1996; SARKANI et al., 2007). Os pontos censurados são ensaios individuais que não se completam, precisam ser interrompidos ou são danificados de alguma forma. No caso da fadiga, esses pontos são chamados de *runouts* (SARKANI et al., 2007).

Os *runouts* são observados na maior parte dos testes de fadiga e indicam que o número de ciclos obtido no ensaio não representa o número de ciclos para falha correspondente às condições de teste impostas. Isso significa que os valores das resistências foram alcançados sem a ocorrência da falha do corpo de prova ao final do ensaio, porque o mesmo foi interrompido em um limite pré-determinado de número de ciclos (SARKANI et al., 2007; SPINDEL; HAIBACH, 1979). A análise e interpretação de dados contendo *runouts* requer um cuidado especial. Mesmo censurados, todos os resultados provenientes de um teste

devem ser usados na análise estatística. As várias abordagens para tratar *runouts*, como ignorar a observação de excentricidade, ou tratar *runouts* como falhas, podem afetar significativamente a estimativa.

Um método especialmente efetivo é incorporar os *runouts* nos resultados através do Método da Máxima Verossimilhança. Os resultados obtidos por este método são iguais àqueles obtidos pelo Método dos Mínimos Quadrados quando não se considera os *runouts* (METALS HANDBOOK, 1989; SPINDEL; HAIBACH, 1979).

O Método da Máxima Verossimilhança fornece uma abordagem consistente para problemas de estimação de parâmetros. Isto significa que a estimativa da máxima verossimilhança pode ser desenvolvida por uma grande variedade de situações de estimativa. Por exemplo, ela pode ser aplicada em análises de confiabilidade para dados “censurados” sob vários modelos de “censura” (NIST/SEMATECH).

O método da máxima verossimilhança é baseado na premissa de que, entre as hipóteses existentes, a mais provável é aquela que apresenta a maior probabilidade de gerar o resultado observado. A verossimilhança de uma hipótese é tomada como proporcional à probabilidade de se obter um dado resultado, pressupondo que a hipótese particular seja verdadeira. Para cada uma das hipóteses a serem testadas deverá ser especificado um modelo matemático a partir do qual esta probabilidade possa ser calculada (SPINDEL; HAIBACH, 1979).

Uma das vantagens do método da máxima verossimilhança é que seus estimadores tornam-se estimadores não viciados de variância mínima, conforme o tamanho da amostra aumenta. Um estimador é considerado não viciado quando, ao tomar um número grande de amostras, os valores médios dos estimadores dos parâmetros serão teoricamente, exatamente iguais aos valores da população (NIST/SEMATECH).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS

Para o desenvolvimento deste trabalho foram utilizadas duas ligas de alumínio, sendo a primeira pertencente à série 6xxx com a designação AA6351-T6 e fornecida pela CBA (Companhia Brasileira de Alumínio). A segunda liga pertence à série 7xxx com designação AA7050-T7451 e foi fornecida pela EMBRAER- LIEBHERR. A extrusão da liga AA6351 foi realizada a aproximadamente 400°C e a liga AA7050 foi laminada a quente também a aproximadamente 400°C. As condições de tratamento térmico e as dimensões nas quais as ligas foram fornecidas encontram-se apresentadas nas Tabelas 2 e 3, respectivamente. As composições químicas das ligas AA6351 e AA7050 determinadas usando Espectrômetro de Emissão Óptica Ametek Spectromaxx - LMF05 (FATEC-Sorocaba/SP) e Shimadzu PDA-700, respectivamente, são fornecidas na Tabela 4.

Tabela 2 - Condições de tratamento térmico nas quais as ligas foram recebidas.

Liga/ Condição de tratamento térmico	Solubilização	Envelhecimento	
		Primeira etapa	Segunda etapa
AA6351-T6	10°C/min para 580°C 580°C durante 15 min	180° C durante 6 h	Não há
AA7050-T7451	10°C/min para 485°C 485°C durante 4 h	Como recebido	

Fonte: (ALCOA, 2013; LIMA; JACUMASSO; CARVALHO, 2013).

Tabela 3 - Dimensões das barras fornecidas para o desenvolvimento do trabalho.

Liga/ Condição de tratamento térmico	Espessura (mm)	Largura (mm)	Comprimento (mm)
AA6351-T6	10	75	500
AA7050-T7451	35	76	244

Fonte: Arquivo pessoal.

Tabela 4 - Composição química das ligas AA6351 e AA7050 (porcentagem em peso).

Alloy	Si	Fe	Cu	Zn	Mn	Mg	Cr	Zr	Ti
AA6351	1.01	0.191	0.103	-	0.482	0.373	0.0164	-	0.0303
AA7050	0.02	0.07	2.00	5.58	-	1.88	-	0.15	-

Fonte: (LIMA et al., 2014).

3.2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3.2.1. Tratamento térmico

As ligas AA6351-T6 e AA7050-T7451 foram cortadas e usinadas na forma de barras cilíndricas de 8 mm de diâmetro e 55 mm de comprimento, solubilizadas e submetidas ao tratamento térmico na condição T6I4 (Tabelas 5 e 6). Nesta condição de tratamento térmico, as ligas são sub-envelhecidas à temperatura elevada por um curto período de tempo e então são envelhecidas à temperatura reduzida, tipicamente entre 25°C e 70°C por um período de tempo estendido (BUHA; LUMLEY; CROSKY, 2008).

As condições do tratamento térmico por envelhecimento interrompido para a liga AA6351 encontram-se apresentadas na Tabela 5 (LI et al., 2013; RISANTI, et. al., 2009) e as condições para a liga AA7050 encontram-se apresentadas na Tabela 6 (BUHA; LUMLEY; CROSKY, 2008; LIMA et al., 2014; LIMA; JACUMASSO; CARVALHO, 2013). Os tratamentos térmicos foram realizados utilizando fornos tipo mufla da Schaly-Modelo CR42 e da Fornitec- Modelo F2 DM - EEL/USP.

Tabela 5 - Condições de tratamento térmico por envelhecimento interrompido – Liga AA6351.

Liga/ Tratamento térmico	Solubilização	Envelhecimento interrompido	
		Primeira etapa	Segunda etapa
AA6351/T6I4-65	560°C por 2 h	180°C por 1 h	65°C por 24 h

Fonte: LI et al., 2013; RISANTI, et. al., 2009.

Tabela 6 - Condições de tratamento térmico por envelhecimento interrompido – Liga AA7050.

Liga/ Tratamento térmico	Solubilização	Envelhecimento interrompido	
		Primeira etapa	Segunda etapa
AA7050/T6I4-65	485°C por 3 h	145°C por 30 min	65°C por 24 h

Fonte: BUHA; LUMLEY; CROSKY, 2008; LIMA et al., 2014; LIMA; JACUMASSO; CARVALHO, 2013.

3.2.2 Análise microestrutural

A fim de caracterizar a microestrutura das ligas estudadas, foi realizada a preparação metalográfica em amostras do material, seguindo o sentido longitudinal à extrusão ou à laminação.

O corte das amostras foi realizado utilizando uma cortadeira de precisão Isomet 1000 - Buehler e disco adiamantado. Em seguida as amostras foram embutidas e lixadas manualmente utilizando-se lixas de carbetto de silício na seguinte sequência: 800, 1200, 2000 e 4000 mesh, sucessivamente. Foi realizado o polimento das amostras com pano OP-CHEM, utilizando suspensão de sílica coloidal O-PS e água. A superfície das amostras da liga AA6351 foi atacada com ácido fluorídrico 0,5% (à temperatura ambiente e tempo de aproximadamente 8 segundos) para revelar a microestrutura, enquanto a superfície das amostras da liga AA7050 foi atacada com solução Keller (à temperatura ambiente e tempo de aproximadamente 15 segundos) (ASM, 1985).

As amostras foram observadas utilizando Microscópio Óptico Leica modelo DM 4000 M e Microscópio Eletrônico de Varredura – Modelo HITACHI TM 3000 Tabletop Microscope - EEL/USP. As características microestruturais finas, como partículas de segunda fase foram observadas utilizando detector de elétrons retroespalhados. Além disso, realizou-se análises de EDS (*Energy Dispersive Spectrography*) para identificar a composição das partículas de segunda fase e da matriz. As frações volumétricas e o tamanho médio das partículas de segunda fase presentes nas ligas AA6351 e AA7050 foram obtidas utilizando o *software* IMAGE J 1.30. Foram utilizadas 6 imagens de microscopia eletrônica de varredura (aumento de 200X) para cada liga a fim de se obter um valor médio da fração volumétrica de partículas. O tamanho médio de grão foi obtido de acordo com a norma ASTM E112 -13 (ASTM, 2013). Para a liga AA6351 foram realizadas 20 medidas de tamanho de grãos para as condições T6 e T6I4. Em adição, para a liga AA7050 que apresenta distribuição bimodal de tamanho de grãos, foram realizadas 20 medidas de tamanho médio de grãos finos, 20 medidas de tamanho médio de grãos grosseiros e 20 medidas de razão de aspecto de grãos grosseiros nas condições T7451 e T6I4. Ainda para a liga AA7050, também foi calculada a fração volumétrica de grãos finos e grãos grosseiros. Para a realização das medidas de tamanho de grão foram utilizadas 12 imagens de cada condição de tratamento térmico analisada neste trabalho e para a obtenção do valor médio de fração volumétrica de grãos finos e grosseiros foram analisadas 6 imagens IMAGE J 1.30.

3.2.3 Microscopia Eletrônica de Transmissão

Amostras das ligas estudadas na condição como recebida e na condição de tratamento térmico de envelhecimento interrompido foram analisadas por Microscopia Eletrônica de Transmissão com o objetivo de caracterizar os precipitados endurecedores (quanto à fração volumétrica, tamanho e distribuição), bem como a interação desses precipitados com a estrutura de discordâncias resultante do processo de fadiga.

Para a realização das análises de Microscopia Eletrônica de Transmissão foi submetida uma proposta de desenvolvimento de pesquisa no Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano) do Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM - Campinas/SP). Após a aprovação da proposta, foi realizado o treinamento para operação do microscópio eletrônico de transmissão com duração de 6 semanas (totalizando aproximadamente 30 horas). Além disso, foi realizado treinamento de preparação de amostras para MET e treinamento de difração de elétrons em MET.

Com o objetivo de preparar as amostras a serem analisadas por Microscopia Eletrônica de Transmissão, os corpos de prova dos ensaios de fadiga (ensaiados ou não) tiveram o diâmetro de sua seção transversal reduzido de 4,05 mm para 3,00 mm (tamanho do porta amostras para MET). Para isso, foi utilizado torno mecânico convencional modelo Tormax 20 - marca Romi (LOM-EEL/USP), sob refrigeração com óleo solúvel para não aquecer o material. Em seguida, foram cortados discos com aproximadamente 200 µm de espessura usando uma cortadeira de precisão Isomet 1000 - Buehler (EEL/USP-Lorena/SP).

Um disco de cada condição a ser analisada foi colado em um *stub* (cilindro de alumínio) e acoplado a um Disc Grinder (Figura 32), Modelo 623-Gatan, (CNPEM-Campinas/SP) para lixamento plano com lixa de carbeto de silício de uma das faces e polimento com OP-S. O lixamento foi realizado até que esta superfície estivesse livre de ranhuras. Após esta etapa, a amostra foi descolada, virada e colada novamente no *stub* de modo que o lado não lixado ficou exposto. Este segundo lado da amostra foi lixado até que a mesma atingiu a espessura de aproximadamente 80 µm. Durante esta etapa da preparação da amostra, o controle da altura foi realizado utilizando um Micrômetro Digital da Mitutoyo acoplado a um Microscópio óptico, Modelo DMLM – Leica (CNPEM-Campinas/SP).

Figura 32 - (a) Disc Grinder, Modelo 623 - Gatan. (b) Microscópio óptico, Modelo DMLM – Leica. (c) Micrômetro digital (Mitutoyo) (CNPEM-Campinas/SP).

Fonte: Arquivo pessoal.

A amostra ainda colada ao *stub* seguiu para o polimento mecânico (côncavo) em um Dimple Grinder, Modelo 656-Gatan (CNPEM-Campinas/SP) acoplado a um Estereoscópio Modelo 656.022-Gatan (CNPEM-Campinas/SP) apresentado na Figura 33.

Figura 33 - (a) Dimple Grinder, Modelo 656-Gatan.(b) Estereoscópio Modelo 656.022-Gatan (CNPEM-Campinas/SP).

Fonte: Arquivo pessoal.

A amostra foi submetida ao polimento côncavo durante esta etapa até que atingiu a espessura central de aproximadamente 10 μm . Em seguida, ainda no Dimple Grinder, foi realizado um polimento da superfície côncava com alumina durante um período de 2 min. A amostra foi então descolada por imersão em acetona (aproximadamente 40 min) e seguiu

para a etapa de polimento iônico. Durante esta etapa as duas faces da amostra foram desbastadas pela remoção de átomos através da sua exposição a dois feixes de argônio (*sputtering*).

O polimento iônico foi realizado em um Precision Ion Polishing System (PIPS) – Gatan – Model 691 (CNPEM-Campinas/SP) apresentado na Figura 34. A intensidade dos feixes foi de 5 keV com ângulo de incidência dos feixes de 8° (um canhão positivo e o outro negativo) e velocidade de rotação de 3 rpm até que se obteve um furo no centro do côncavo da amostra. Duas limpezas de 15 minutos com menor intensidade dos feixes (2 keV) e menor ângulo dos canhões (4 e 2°) foram realizadas. Na Figura 35 pode-se observar uma amostra no início do polimento iônico e após a obtenção do furo e na Figura 36 pode-se observar o corte transversal de uma amostra preparada para MET utilizando o procedimento descrito anteriormente.

Figura 34 - Precision Ion Polishing System – Gatan – Model 691 (CNPEM-Campinas/SP).

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 35 - Amostra para análise de Microscopia eletrônica de transmissão. (a) No início do polimento ionico. (b) Após a obtenção do furo na amostra.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 36 - Corte transversal de uma amostra para MET.

Fonte. Adaptado de (AFONSO; BETTINI, 2011).

As análises de microscopia eletrônica de transmissão, tanto das amostras não ensaiadas quanto das amostras ensaiadas sob fadiga foram realizadas em Microscópio Eletrônico de Transmissão MET-MS (JEM-2100) (LNNano-CNPEM – Campinas/SP) que pode ser observado na Figura 37.

Este microscópio utiliza o hexaboreto de lantânio (LaB_6) como fonte emissora de elétrons e tensão de aceleração de 200 keV. O JEM-2100 possui três lentes condensadoras independentes e gera uma maior corrente, o que possibilita várias condições de iluminação. Essas funções possibilitam uma maior capacidade analítica e de difração em adição à função de alta resolução. Abaixo seguem as especificações do MET JEM-2100:

- Canhão eletrônico: Fonte emissora de elétrons termiônica LaB_6
- Resolução pontual: 0,25 nm
- Voltagem de aceleração: 200 keV
- Operação remota
- Inclinação da amostra: $\pm 30^\circ$

- Spot size: 20 - 200nm (modo MET); 1.0 – 25 nm (Modo analítico)
- Gravação de imagem: TV (Gatan ES500W); CCD (TVips– 16MP)
- EDS: Thermo-Noran
- Modo STEM.
- Porta amostras: Inclinação única; inclinação-dupla; inclinação dupla-berílio; inclinação única-rotação; porta amostras-criogênico.

Figura 37 - Microscópio eletrônico de transmissão - MET MSC (JEM 2100) – Tensão de aceleração de 200 keV (CNPEM - Campinas/SP).

Fonte: Arquivo pessoal.

O tamanho e a fração volumétrica de precipitados endurecedores observados por Microscopia Eletrônica de Transmissão foram obtidos por meio do *software* IMAGE J 1.30. Foram realizadas 20 medidas de tamanho de precipitado para cada uma das condições analisadas com o objetivo de se obter o tamanho médio de precipitados. A fração volumétrica

de precipitados endurecedores foi obtida por meio da média das análises de 6 imagens de Microscopia Eletrônica de Transmissão para cada uma das condições da liga AA6351 (T6 e T6I4) e 2 imagens para cada uma das condições da liga AA7050 (T7451 e T6I4).

3.2.4 Ensaio de Dureza

Os ensaios de dureza Vickers foram realizados utilizando um microdurômetro da Buehler, modelo Micromet 2004 - Microhardness Tester (LOM- EEL/USP). As indentações foram feitas com carga de 50 gf por um tempo de aplicação de 15 segundos seguindo o sentido da extrusão para a liga AA6351 e 500 gf por um tempo de aplicação de 15 segundos seguindo o sentido da laminação para a liga AA7050. As cargas utilizadas nos ensaios de dureza foram selecionadas de modo que a melhor indentação fosse obtida para cada uma das ligas. Foram realizadas 20 indentações para cada uma das condições.

3.2.5 Ensaio de tração

Os ensaios de tração foram realizados em conformidade com a norma ASTM E8/E8M - 11 (ASTM, 2011). Foram realizados 3 ensaios para cada condição em uma máquina de ensaios mecânicos EMIC com capacidade para 100kN, à temperatura ambiente, no Laboratório de ensaios mecânicos do LOM - EEL/USP. A velocidade de avanço utilizada foi de 1,0 mm/min e utilizou-se extensômetro axial com comprimento de referência de 25 mm para medir a deformação. As dimensões dos corpos de prova utilizados para os ensaios de tração encontram-se representados na Figura 38.

Figura 38 - Dimensões dos corpos de prova utilizados nos ensaios de tração.

Fonte: Arquivo pessoal.

Os corpos de prova utilizados nos ensaios foram produzidos na oficina mecânica do LOM-EEL/USP em torno mecânico convencional modelo Tormax 20 – Romi, utilizando frequência de 1000 rpm e sob refrigeração com óleo solúvel para não aquecer o material.

3.2.6 Ensaio de fadiga por flexão rotativa

Os ensaios de fadiga de alto ciclo foram realizados em condições de flexão rotativa ($R = -1$) no laboratório de ensaios mecânicos do LOM- EEL/USP, utilizando uma máquina Fatigue Dynamics - modelo RBF-200 conforme apresentada na Figura 39. A frequência foi ajustada a fim de garantir a menor vibração possível do corpo de prova e variou de 16 a 40 hertz.

Figura 39 - Máquina Fatigue Dynamics - modelo RBF-200.

Fonte: Arquivo pessoal.

As dimensões dos corpos de prova sem entalhe e com entalhe utilizados nos ensaios de fadiga de alto ciclo são indicadas nas Figuras 40 (a) e (b). Os corpos de prova utilizados nos ensaios de fadiga também foram produzidos na oficina mecânica do LOM - EEL/USP com torno mecânico convencional modelo Tormax 20 – Romi, utilizando ferramenta de aço com corte rápido, frequência de 1000 rpm e sob refrigeração com óleo solúvel para não aquecer o material. Os corpos de prova sem entalhe foram lixados na porção central com lixas de 400, 600 e 1200 mesh.

Para medir o raio da ferramenta (Figura 41 (b)) utilizada para produzir o raio do entalhe de 0,1 mm nos corpos de prova entalhados foi utilizado um projetor de perfis Modelo Pantec DP-100. LOM - EEL/USP (Figura 41 (a)) com lente de ampliação de 100x.

Figura 40 - Dimensões dos corpos de prova utilizados nos ensaios de fadiga de alto ciclo (a) sem entalhe e (b) com entalhe.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 41 - (a) Projetor de perfis modelo Pantec DP-100 (LOM - EEL/USP). (b) Projeção com lente de ampliação de 100x da ferramenta utilizada para produzir o entalhe nos corpos de prova.

Fonte: Arquivo pessoal.

3.3 PROCEDIMENTOS DE ANÁLISE DOS DADOS DE FADIGA

3.3.1 Construção das curvas tensão-vida em fadiga e análise dos resultados dos ensaios de fadiga por flexão rotativa

As curvas tensão-vida em fadiga foram construídas de modo que o ensaio de fadiga de cada liga foi iniciado com um valor elevado de tensão máxima (σ_{max}), para o qual esperase que a fratura do corpo de prova aconteça ainda em um baixo número de ciclos (N). A tensão máxima a ser usada foi convertida em momento fletor e então a máquina foi ajustada para a execução de cada ensaio. Posteriormente, a tensão foi diminuída até que não ocorreu mais a fratura dos corpos de prova, após 10^7 ciclos. Foram realizados ensaios aplicando-se diferentes níveis de tensão com o objetivo de se obter a resistência à fadiga dentro da faixa de vida de 10^4 a 10^7 ciclos. Para cada nível de tensão máxima, foram realizados três ensaios, possibilitando a obtenção de um melhor valor estatístico.

A determinação do número de ensaios realizados foi obtida de acordo com a norma ASTM E739-10 que exige o número mínimo de 6 a 12 ensaios e uma replicância acima de 50% para nível de pesquisa e desenvolvimento. Os valores de replicância obtidos de acordo com a equação (15) assim como o número de níveis de tensão e o número total de ensaios realizados para cada liga encontram-se apresentados na Tabela 7 (ASTM, 2010):

$$\% \text{ replicância} = 100 \left[1 - \left(\frac{\text{Número total de diferentes níveis de tensão}}{\text{Número de corpos de prova testados}} \right) \right] \quad (15)$$

Tabela 7 - Número de níveis de tensão, número total de corpos de prova utilizados e replicância.

Liga	Número de Níveis de tensão	Corpos de prova	Replicância (%)
Corpos de prova não entalhados			
AA6351-T6	5	15	66,67
AA7050-T7451	5	15	66,67
AA6351- T6I4	5	15	66,67
AA7050- T6I4	5	15	66,67
Corpos de prova entalhados			
AA6351-T6	4	12	66,67
AA7050-T7451	4	12	66,67
AA6351- T6I4	4	12	66,67
AA7050- T6I4	4	12	66,67

Fonte: Arquivo pessoal.

Nas análises dos resultados dos ensaios de fadiga por flexão rotativa foi utilizada a vida em fadiga (número de ciclos) como a variável dependente e a distribuição log-normal (ASTM, 2010). O Método da Máxima Verossimilhança, que é um método especialmente efetivo para incorporar os *runouts* aos resultados dos ensaios de fadiga, foi aplicado para a análise dos dados através do *software* Minitab® 15.

A equação (16) foi utilizada para a obtenção dos valores da variância (d^2) dos resultados dos ensaios de fadiga:

$$d^2 = \frac{\sum_{i=1}^{n'} (Y_{exp} - Y_{calc})^2}{k - 2} \quad (16)$$

onde n' é o número de pontos experimentais, Y_{exp} é o valor experimental da vida em fadiga, Y_{calc} é o valor esperado para a vida em fadiga de acordo com o Método da Máxima Verossimilhança e k é o número de ensaios realizados (ASTM, 2010).

3.4 ESTUDO DA SENSIBILIDADE AO ENTALHE

Com o objetivo de estudar a sensibilidade ao entalhe, o fator de concentração de tensão (K_t) para as ligas AA6351 e AA7050 nas condições de tratamento térmico analisadas foi calculado de acordo com a equação (17) (CASTRO; MEGGIOLARO, 2009).

As equações que seguem atendem às condições para o entalhe em V com raio (r') de aproximadamente 0,1mm (0,109±0,003 mm), ângulo de V de 60°, diâmetro do corpo de prova (D) de 6,35mm, diâmetro na posição do entalhe (D') de 4,05mm e $h = D - D'$ como pode ser observado na Figura 40 (b) da seção 3.2.6 (CASTRO; MEGGIOLARO, 2009). Para a equação (12), os valores de f_1, f_2, f_3 e f_4 são dados nas equações de (18) a (21).

$$K_t = 1,065 * [f_1 + f_2 * (2 * h/D) + f_3 * (2 * h/D)^2 + f_4 * (2 * h/D)^3] - [0,022 + 0,137 * (v/150)^2] * \quad (17)$$

$$[f_1 + f_2 * (2 * h/D) + f_3 * (2 * h/D)^2 + f_4 * (2 * h/D)^3 - 1] * [f_1 + f_2 * (2 * h/D) + f_3 * (2 * h/D)^2 + f_4 * (2 * h/D)^3]$$

$$f_1 = 0,935 + 1,922 * \sqrt{(h/r')} + 0,004 * h/r' \quad (18)$$

$$f_2 = -0,552 - 5,327 * \sqrt{(h/r')} + 0,086 * h/r' \quad (19)$$

$$f_3 = 0,754 + 6,281 * \sqrt{(h/r')} - 0,121 * h/r' \quad (20)$$

$$f_4 = -0,138 - 2,876 * \sqrt{(h/r')} + 0,031 * h/r' \quad (21)$$

O valor de K_t obtido pela equação (17) foi de 3,14. A partir das curvas de fadiga dos corpos de prova entalhados e não entalhados, os valores do coeficiente de concentração de tensão em fadiga K_f e da sensibilidade ao entalhe q , foram determinados de acordo com as equações (2) e (3) da seção 2.4 para o intervalo de 10^4 a 10^6 ciclos.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 ANÁLISE MICROESTRUTURAL

4.1.1 Microscopia óptica

As Figuras 42 e 43 apresentam as imagens de microscopia óptica da liga AA6351 nas condições de tratamento térmico T6 e T6I4, respectivamente. Na Figura 42, correspondente à condição T6, pode-se observar as partículas intermetálicas (pontos escuros) presentes na superfície e os contornos de grãos. Algumas destas partículas intermetálicas encontram-se indicadas por setas. Para esta condição de tratamento térmico, a liga AA6351 apresentou grãos aproximadamente equiaxiais. Na condição T6I4 (Figura 43) não foi possível observar os contornos de grão por microscopia óptica, mas pode-se observá-los na Figura 56 que foi obtida por microscopia eletrônica de varredura. Para esta condição, a liga AA6351 apresentou grãos alongados e os pontos escuros (alguns deles indicados por setas) são correspondentes às partículas intermetálicas.

Figura 42 - Microscopia óptica da liga AA6351-T6 mostrando os contornos de grãos e as partículas intermetálicas (1000X). Ataque químico: ácido fluorídrico 0,5%.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 43 - Microscopia óptica da liga AA6351-T6I4 mostrando partículas intermetálicas (1000X). Ataque químico: ácido fluorídrico 0,5%.

Fonte: Arquivo pessoal.

A Tabela 8 apresenta o tamanho médio de grãos equiaxiais obtido para a liga AA6351-T6 e a razão de aspecto para os grãos alongados da liga AA6351-T6I4. A liga AA6351 na condição T6I4 apresenta tamanho médio de grão maior quando comparada com a condição T6, o que pode ser melhor visualizado a partir da comparação das Figuras 57 e 58 obtidas por MEV na seção 4.1.2.

Tabela 8 - Tamanho médio de grão da liga AA6351 nas condições de tratamento térmico T6 e T6I4.

Tamanho de grão (μm)	
Liga	AA6351-T6
Grãos equiaxiais	5,66±1,42
Razão de aspecto grãos grosseiros	
Liga	AA6351-T6I4
Grãos alongados	0,17±0,08

Fonte: Arquivo pessoal.

As Figuras 44 e 45 apresentam as imagens de microscopia óptica da liga AA7050-T7451 e as Figuras 46 e 47 são referentes à liga AA7050-T6I4. Nas duas condições de tratamento térmico a liga AA7050 apresenta uma microestrutura heterogênea com distribuição bimodal de tamanho de grãos. Em adição, os grãos grosseiros são ligeiramente mais alongados no sentido longitudinal da laminação, com morfologia mais irregular em comparação aos grãos finos. Esta morfologia dos grãos é resultante do processamento termomecânico e do tratamento de solubilização (WEI, 2014). As setas presentes nas Figuras 44 a 47 indicam algumas das partículas intermetálicas (pontos pretos) que podem ser visualizadas nessas Figuras.

Figura 44 - Microscopia óptica da liga AA7050-T7451 mostrando a morfologia dos grãos e a presença de partículas intermetálicas (200X). Ataque químico: solução Keller.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 45 - Microscopia óptica da liga AA7050-T7451 mostrando a morfologia dos grãos e a presença de partículas intermetálicas (200X). Ataque químico: solução Keller.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 46 - Microscopia óptica da liga AA7050-T614 mostrando a morfologia dos grãos e a presença de partículas intermetálicas (200X). Ataque químico: solução Keller.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 47 - Microscopia óptica da liga AA7050-T6I4 mostrando a morfologia dos grãos e a presença de partículas intermetálicas (100X). Ataque químico: solução Keller.

Fonte: Arquivo pessoal.

O tamanho médio de grãos grosseiros e finos, a razão de aspecto de grãos grosseiros e a porcentagem de grãos finos e grosseiros obtidos para a liga AA7050 nas condições T7451 e T6I4 encontram-se apresentados na Tabela 9. A condição T6I4 para esta liga resultou em valores médios ligeiramente maiores de tamanho de grãos finos e grosseiros, bem como da razão de aspecto e da porcentagem de grãos grosseiros comparada com a condição T7451. O maior tamanho médio de grãos e a maior fração volumétrica de grãos grosseiros na condição AA7050-T6I4 foram possivelmente originados durante o tratamento de solubilização. Durante este tratamento térmico, os contornos de grãos de alto ângulo (que circundam os grãos recristalizados) incorporam os grãos finos (grãos não recristalizados). Em adição, os grãos finos podem coalescer, eliminando os contornos de grãos de baixo ângulo. Este fato promove o crescimento de grãos finos e diminui a energia armazenada (PADILHA, 2005).

Tabela 9 - Tamanho médio de grãos, razão de aspecto de grãos grosseiros e porcentagem de grãos finos e grosseiros da liga AA7050 nas condições T7451 e T6I4.

	Tamanho de grão (μm)	Tamanho de grão ASTM	% de tipo de grãos
Liga AA7050-T7541			
Grãos finos	6,0 $\pm$ 2,92	11	58,8 $\pm$ 2,98
Grãos grosseiros	73,5 $\pm$ 13,7	4	41,2 $\pm$ 2,98
Razão de aspecto dos grãos grosseiros	0,53 $\pm$ 0,16		
Liga AA7050-T6I4			
Grãos finos	8,2 $\pm$ 3,40	10	41,5 $\pm$ 2,37
Grãos grosseiros	89,2 $\pm$ 28,26	4	58,5 $\pm$ 2,37
Razão de aspecto dos grãos grosseiros	0,57 $\pm$ 0,16		

Fonte: Arquivo pessoal.

Para a análise mais aprofundada da heterogeneidade da microestrutura da liga AA7050-T7451, amostras foram retiradas em diferentes áreas de uma barra desta liga conforme ilustra a Figura 48.

Figura 48 - Posições das amostras retiradas da barra da liga AA7050-T7451.

Fonte: Arquivo pessoal.

O tamanho médio de grãos finos, grãos grosseiros e a razão de aspecto dos grãos grosseiros obtidos para cada uma das áreas indicadas na Figura 48 encontram-se apresentados na Tabela 10. A Tabela 11 apresenta a fração volumétrica de grãos grosseiros e de grãos finos e a Tabela 12 apresenta a fração volumétrica e o tamanho médio das

partículas intermetálicas. Cada resultado apresentado nas Tabelas 10, 11 e 12 são referentes à média dos valores obtidos pela análise de 6 imagens de cada uma das diferentes áreas de cada amostra, totalizando 36 imagens analisadas. Para cada região, foram realizadas 20 medidas de grãos grosseiros, 20 medidas de grãos finos, 20 medidas de razão de aspecto de grãos grosseiros, 10 medidas de tamanho de partículas aproximadamente esféricas, 10 medidas de partículas aproximadamente alongadas e 6 medidas de fração volumétrica de grãos finos e grosseiros. As representações gráficas da distribuição de frequência de tamanho de grão e de tamanho de partículas intermetálicas podem ser verificadas nas Figuras 49 e 50.

Tabela 10 - Tamanho de grãos finos, grãos grosseiros e razão de aspecto de grãos grosseiros em amostras cortadas em diferentes áreas da barra da liga AA7050-T7451.

Liga\Amostra	Grãos finos (μm)	Grãos grosseiros (μm)	Razão de aspecto
7050-T7451 (1A)	5,90 $\pm$ 1,33	48,93 $\pm$ 14,89	0,70 $\pm$ 0,16
7050-T7451 (2A)	6,30 $\pm$ 1,40	45,79 $\pm$ 8,83	0,81 $\pm$ 1,41
7050-T7451 (3A)	6,21 $\pm$ 2,11	54,39 $\pm$ 14,60	0,69 $\pm$ 0,11
7050-T7451 (1B)	4,76 $\pm$ 1,11	98,26 $\pm$ 31,57	0,35 $\pm$ 0,12
7050-T7451 (2B)	6,44 $\pm$ 0,89	112,38 $\pm$ 37,54	0,30 $\pm$ 0,12
7050-T7451 (3B)	8,52 $\pm$ 1,45	119,11 $\pm$ 42,41	0,24 $\pm$ 0,06

Fonte: Arquivo pessoal.

Tabela 11 - Fração volumétrica de grãos grosseiros e grãos finos em amostras cortadas em diferentes áreas da barra da liga AA7050-T7451.

Liga\Amostra	% Grãos grosseiros	% grãos finos
7050-T7451 (1A)	45,10 $\pm$ 10,9	44,90 $\pm$ 10,9
7050-T7451 (2A)	46,53 $\pm$ 5,58	53,47 $\pm$ 5,58
7050-T7451 (3A)	54,23 $\pm$ 5,69	45,77 $\pm$ 5,69
7050-T7451 (1B)	31,15 $\pm$ 2,77	68,85 $\pm$ 2,77
7050-T7451 (2B)	28,10 $\pm$ 4,50	71,9 $\pm$ 4,50
7050-T7451 (3B)	34,92 $\pm$ 3,65	65,08 $\pm$ 3,65

Fonte: Arquivo pessoal.

Tabela 12 - Fração volumétrica e tamanho das partículas intermetálicas em amostras cortadas em diferentes áreas da barra da liga AA7050-T7451.

Liga\Amostra	% Partículas	Tamanho de partícula	
		Formato aproximadamente alongado (μm)	Formato aproximadamente esférico (μm)
7050-T7451 (1A)	1,65 $\pm$ 0,25	12,91 $\pm$ 5,21	2,22 $\pm$ 0,67
7050-T7451 (2A)	2,08 $\pm$ 0,62	18,22 $\pm$ 9,46	2,10 $\pm$ 0,54
7050-T7451 (3A)	1,55 $\pm$ 0,20	12,61 $\pm$ 2,96	4,59 $\pm$ 1,48
7050-T7451 (1B)	0,53 $\pm$ 0,10	11,74 $\pm$ 2,84	2,49 $\pm$ 0,51
7050-T7451 (2B)	0,85 $\pm$ 0,18	15,95 $\pm$ 3,94	2,80 $\pm$ 0,80
7050-T7451 (3B)	0,87 $\pm$ 0,20	9,51 $\pm$ 3,23	3,86 $\pm$ 1,40

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 49 - Distribuição de frequência de tamanho de grãos em diferentes áreas da barra da liga AA7050-T7451 (20 medidas de grãos finos e 20 medidas de grãos grosseiros para cada uma das 6 amostras, totalizando 240 medidas).

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 50 - Distribuição de frequência de tamanho de partículas intermetálicas em diferentes áreas da barra da liga AA7050-T7451 (10 medidas de partículas esféricas e 10 medidas de partículas alongadas para cada uma das 6 amostras, totalizando 120 medidas).

Fonte: Arquivo pessoal.

As imagens de microscopia óptica apresentadas nas Figuras de 51 a 56 são referentes às amostras 1A, 2A, 3A, 1B, 2B e 3B, respectivamente. Pode-se verificar a partir dessas Figuras juntamente com os resultados apresentados nas Tabelas 10, 11 e 12 que as análises confirmam uma grande heterogeneidade para diferentes áreas da mesma barra da liga AA7050-T7451. Além disso, os gráficos de distribuição de frequência apresentados nas Figuras 49 e 50 evidenciam a grande variação de tamanho de grão que a liga AA7050-T7451 apresenta, sendo esta variação de 2,5 até 269 μm . O mesmo comportamento pode ser observado para a distribuição de frequência do tamanho de partículas intermetálicas, para as quais o tamanho varia de 1,3 até 34,5 μm . Essa heterogeneidade microestrutural observada na liga AA7050 é a principal causa do espalhamento dos resultados no que se refere à resistência à fadiga (BENNETT; WEIBERG, 1954; WEI et al., 2013).

Figura 51 - Microscopia óptica da liga AA7050-T7451 mostrando a morfologia dos grãos e a presença de partículas intermetálicas - Amostra 1A (200X). Ataque químico: solução Keller.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 52 - Microscopia óptica da liga AA7050-T7451 mostrando a morfologia dos grãos e a presença de partículas intermetálicas - Amostra 2A (200X). Ataque químico: solução Keller.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 53 - Microscopia óptica da liga AA7050-T7451 mostrando a morfologia dos grãos e a presença de partículas intermetálicas - Amostra 3A (200X). Ataque químico: solução Keller.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 54 - Microscopia óptica da liga AA7050-T7451 mostrando a morfologia dos grãos e a presença de partículas intermetálicas - Amostra 1B (200X). Ataque químico: solução Keller.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 55 - Microscopia óptica da liga AA7050-T7451 mostrando a morfologia dos grãos e a presença de partículas intermetálicas - Amostra 2B (200X). Ataque químico: solução Keller.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 56- Microscopia óptica da liga AA7050-T7451 mostrando a morfologia dos grãos e a presença de partículas intermetálicas - Amostra 3B (200X). Ataque químico: solução Keller.

Fonte: Arquivo pessoal.

4.1.2 Microscopia eletrônica de varredura

A Figura 57 apresenta a micrografia da liga AA6351-T6 e a Figura 58 apresenta a micrografia da liga AA6351-T6I4. Observa-se para as duas condições a presença de partículas intermetálicas (partículas brancas alinhadas no sentido da extrusão) e também a presença de microcavidades (pontos pretos) oriundas do arrancamento dessas partículas durante o polimento e do ataque químico. Nas duas Figuras algumas partículas intermetálicas encontram-se indicadas por setas. Além disso, pode-se observar a morfologia equiaxial dos grãos para a condição T6 (Figura 57) e a morfologia alongada e grosseira dos grãos para a condição T6I4 (Figuras 58) conforme foi discutido na seção 4.1.1.

Figura 57 - Micrografia da liga AA6351-T6 mostrando a morfologia dos grãos e a presença de partículas intermetálicas (5000X). Ataque químico: HF 0,5%.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 58 - Micrografia da liga AA6351-T6I4 mostrando a morfologia dos grãos e a presença de partículas intermetálicas (1000X). Ataque químico: HF 0,5%.

Fonte: Arquivo pessoal.

Nas micrografias da liga AA7050-T7451 (Figuras 59 e 60) e AA7050-T6I4 (Figuras 61 e 62) pode-se observar que as partículas intermetálicas tendem a se apresentar de forma aglomerada e não homogênea. Algumas das partículas intermetálicas observadas nas Figuras de 59 a 62 são indicadas por setas.

Figura 59 - Micrografia da liga AA7050-T7451 mostrando a distribuição e a morfologia das partículas intermetálicas (300X). Não foi utilizado ataque químico.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 60 - Micrografia da liga AA7050-T7451 mostrando a distribuição e a morfologia das partículas intermetálicas, bem como a morfologia dos grãos (1500X). Ataque químico: solução Keller.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 61 - Micrografia da liga AA7050-T6I4 mostrando a distribuição e a morfologia das partículas intermetálicas (300X). Não foi utilizado ataque químico.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 62 - Micrografia da liga AA7050-T6I4 mostrando a distribuição e a morfologia das partículas intermetálicas, bem como os contornos de grãos (1500X). Ataque químico: solução Keller.

EEL-USP

HL D4.1 x1.5k 50 um

7050

Fonte: Arquivo pessoal.

Na Tabela 13 verifica-se os resultados das análises de (EDS) das ligas AA6351 e AA7050. Os resultados mostram que as partículas intermetálicas (partículas brancas que podem ser observadas nas imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura) presentes na liga AA6351 são principalmente constituídas por Al, Fe, Mn e Si. Portanto, nessa liga as partículas intermetálicas devem ser constituídas principalmente pela fase $(\text{Fe, Mn})_3\text{SiAl}_{12}$ (HATCH, 1984). Para a liga AA7050, as partículas intermetálicas apresentam maior quantidade de Cu e Fe quando comparadas à matriz, portanto devem ser constituídas pela fase $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ (HATCH, 1984; MORETO et al., 2014; CHEMIN et al., 2014). As partículas $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ são maiores, quando comparadas a outros intermetálicos encontrados nas ligas da série 7xxx (BIRBILIS; CAVANAUCH; BUCHHEIT, 2006).

Tabela 13 - Resultados das análises de EDS das partículas intermetálicas com formato aproximadamente alongado e com formato aproximadamente esférico.

Formato aproximadamente alongado			Formato aproximadamente esférico		
% peso	AA6351-T6	AA7050-T7451	% peso	AA6351-T6	AA7050-T7451
Mg	0,39	1,48	Mg	0,47	3,29
Al	76,91	68,84	Al	84,05	69,31
Si	5,81	0,03	Si	4,23	0,06
Ti	0,01	0,03	Ti	0,02	0,01
Cr	-	0,01	Cr	-	0,01
Mn	6,85	0,03	Mn	5,29	0,04
Fe	9,35	5,35	Fe	5,47	3,12
Cu	0,58	18,16	Cu	0,43	17,26
Zn	0,09	6,02	Zn	0,03	6,85
Zr	-	0,04	Zr	-	0,05

Fonte: Arquivo pessoal.

É conhecido que o Fe consiste na impureza mais comum presente nas ligas de alumínio. Uma vez que o Fe apresenta solubilidade muito baixa na matriz de Al, a maior parte desse elemento encontra-se presente nessas ligas, formando partículas intermetálicas em conjunto com outros elementos (HATCH, 1984). Em adição, o tratamento térmico de solubilização e envelhecimento não tem influência na fração volumétrica e tamanho médio destas partículas intermetálicas insolúveis (JACUMASSO, 2014). Este fato está de acordo com os resultados apresentados nas Tabelas 14 e 15, nas quais pode-se verificar as frações volumétricas e o tamanho médio das partículas intermetálicas obtidos para cada uma das condições analisadas, respectivamente. Além disso, a fração volumétrica de partículas presentes na matriz depende da quantidade de elementos de liga (BORREGO et al, 2004; HATCH, 1984). Os precipitados endurecedores que são os principais responsáveis pelo endurecimento das ligas das séries 6xxx e 7xxx, não podem ser visualizadas por Microscopia Eletrônica de Varredura uma vez que possuem tamanho nanométrico. A observação de tais precipitados é possível através de Microscopia Eletrônica de Transmissão que será apresentada e discutida no item 4.1.3.

Tabela 14 - Fração volumétrica de partículas intermetálicas das ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4).

Liga	Fração volumétrica de partículas intermetálicas (%)
AA6351-T6	$1,6 \pm 0,3$
AA6351-T6I4	$1,4 \pm 0,7$
AA7050-T7451	$2,5 \pm 0,5$
AA7050-T6I4	$3,1 \pm 0,6$

Fonte: Arquivo pessoal.

Tabela 15 - Tamanho médio de partículas intermetálicas das ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4).

Liga	Formato aproximadamente alongado (μm)	Formato aproximadamente esférico (μm)
AA6351-T6	$5,1 \pm 1,8$	$1,7 \pm 0,5$
AA6351-T6I4	$6,3 \pm 1,1$	$2,5 \pm 1,0$
AA7050-T7451	$5,6 \pm 2,6$	$1,8 \pm 0,5$
AA7050-T6I4	$6,2 \pm 1,7$	$1,8 \pm 0,3$

Fonte: Arquivo pessoal.

Algumas das partículas intermetálicas constituídas pela fase $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ identificadas na liga AA7050 por meio de análises de EDS são indicadas por setas nas Figuras de 63 a 66. De acordo com Chemin et al. (2014) estas partículas intermetálicas são resultantes do processo de solidificação e apresentam uma morfologia aproximadamente alongada (CHEMIN et al., 2014). A mesma morfologia foi observada no trabalho de Moreto et al., 2014 e também na Figura 63 que não foi atacada quimicamente (CHEMIN et al., 2014; MORETO et al., 2014). Em adição, essas partículas intermetálicas grosseiras são fraturadas durante a extrusão ou laminação à quente, reduzindo seu tamanho e tornando-se alinhadas nesta direção. Este fato resulta em partículas com diferentes morfologias (BIRBILIS; CAVANAUGH; BUCHHEIT, 2006). Além disso, como a composição química das partículas alongadas e arredondadas nas ligas AA6351 e AA7050 são as mesmas, é suposto

que as partículas esféricas são resultantes da quebra das partículas alongadas (JACUMASSO, 2014).

A Figura 64 mostra uma partícula grande e trincada e nas Figuras 65 e 66 encontram-se apresentados aglomerados de partículas intermetálicas no interior dos grãos e nos contornos dos grãos. Essas partículas são importantes do ponto de vista do comportamento em fadiga, pois podem agir como concentradores de tensão e consequentemente como sítios de nucleação de trincas.

Figura 63 - Micrografia da liga AA7050-T7451 mostrando a distribuição e a morfologia das partículas intermetálicas (3000X). Não foi utilizado ataque químico.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 64 - Micrografia da liga AA7050-T7451 mostrando uma partícula intermetálica grande e trincada (3000X). Ataque químico: solução Keller.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 65 - Micrografia da liga AA7050-T7451 mostrando aglomerados de partículas intermetálicas nos contornos dos grãos e no interior dos grãos (2000X). Ataque químico: solução Keller.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 66 - Micrografia da liga AA7050-T6I4 mostrando aglomerados de partículas nos contornos de grãos (5000X). Ataque químico: solução Keller.

Fonte: Arquivo pessoal.

4.1.3 Microscopia eletrônica de transmissão (MET)

As Figuras de 67 e 68 apresentam imagens de microscopia eletrônica de transmissão da condição AA6351-T6, nas quais pode-se observar os precipitados endurecedores (alguns deles indicados por setas) nos contornos de grãos e no interior dos grãos com tamanho médio de 169 ± 53 nm (Tabela 16). Para a obtenção do tamanho médio de precipitados endurecedores foram analisadas 6 imagens para cada condição. Na Figura 69, correspondente à condição AA6351-T6I4 precipitados endurecedores (alguns deles indicados por setas) apresentam tamanho médio de 236 ± 67 nm. As Figuras 70 e 71 correspondem à maiores ampliações das condições AA6351-T6 e T6I4, respectivamente. Nestas imagens, os precipitados endurecedores possuem tamanho médio de $3,68 \pm 1,03$ nm e $4,92 \pm 2,75$ nm, respectivamente. Ainda, nas Figuras 70 e 71, discordâncias (indicadas por setas) estão presentes na microestrutura. Algumas destas discordâncias estão presentes em razão das amostras utilizadas para a obtenção destas imagens terem sido ensaiadas sob fadiga, outras são defeitos de linha pré-existentes no material. As fases correspondentes aos precipitados observados nas Figuras de 67 a 71 serão discutidas a seguir.

Figura 67 - Micrografia de MET apresentando precipitados endurecedores nos contornos de grãos e no interior dos grãos na liga AA6351-T6 (50 kX).

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 68 - Micrografia de MET apresentando precipitados endurecedores nos contornos de grãos e no interior dos grãos na liga AA6351-T6 (50 kX).

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 69 - Micrografia de MET apresentando precipitados endurecedores na liga AA6351-T6I4 (50 kX).

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 70 - Micrografia de MET apresentando precipitados endurecedores e discordâncias na liga AA6351-T6 (400 kX).

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 71 - Micrografia de MET apresentando precipitados endurecedores e discordâncias na liga AA6351-T6I4 (400 kX).

Fonte: Arquivo pessoal.

Tabela 16 - Tamanho de precipitados endurecedores presentes na liga AA6351 nas condições T6 e T6I4.

Liga/Condição	Tamanho médio (nm)
AA6351-T6	169±53
AA6351-T6I4	236 ± 67

Fonte: Arquivo pessoal.

A sequência de precipitação genérica para as ligas da série 6xxx é descrita como: SSS (solução sólida supersaturada) $\rightarrow$ AC $\rightarrow$ Zonas GP $\rightarrow$ β'' $\rightarrow$ β' + B' + U1 + U2 $\rightarrow$ β (Mg_2Si) (MURAYAMA; HONO, 1999; SIMAR et al., 2012; SON et al., 2011; VAN et al., 2006; VISSERS et al., 2007; XIAO-SONG et al., 2011). Nesta sequência, inicialmente, Mg e Si formam aglomerados atômicos e zonas GP (Guinier-Preston) são originadas (VISSERS et al., 2007) com razão de Si e Mg próxima de 1 (MURAYAMA; HONO, 1999). As zonas GP têm sido observadas com morfologia esférica de 1 a 3 nm de diâmetro (MURAYAMA; HONO, 1999; VISSERS et al., 2007).

Após envelhecimento adicional, precipitados da fase β'' são formados (VISSERS et al., 2007). Estes precipitados em forma de agulhas, são a principal fase endurecedora nas ligas

Al-Mg-Si (TAKEDA et al., 1998), com tamanho de $\sim 4 \times 4 \times 50$ nm de acordo com Andersen et al., 1998. Estudos têm mostrado que a sequência de precipitação nas ligas Al-Mg-Si é bastante complexa. Exceto para a fase β (fase de equilíbrio), a razão estequiométrica Mg_2Si não é observada. Por exemplo, Andersen et al. (2005) observou que a fase β'' é constituída pela fase Mg_5Si_6 (ANDERSEN et al., 1998). Em adição, outros estudos realizados por Hasting et al. (2009) mostraram que a composição da fase β'' inclui Al e é composta por $\text{Mg}_5\text{Al}_2\text{Si}_4$ (HASTING et al., 2009). A fase β' (Mg_9Si_5 ou Mg_6Si_3) é maior do que a fase precursora β'' e tem sido observada com tamanho de aproximadamente 100 e 200 nm (FÀRE; LECIS; VEDANI, 2011; GUPTA; LOYD; COURT, 2001). A fase de equilíbrio, β (Mg_2Si), é maior do que os outros precipitados endurecedores nas ligas da série 6xxx, e em forma de placas ou cubos com comprimento de vários micrometros. As dimensões mencionadas são somente uma aproximação, uma vez que seus valores dependem fortemente da composição da liga e do tratamento térmico utilizado (VISSERS et al., 2007).

Em ambas as condições de tratamento térmico estudadas para a liga AA6351 (T6 e T6I4), nas Figuras de 67 a 69, os precipitados estão em forma de placas ou com formato alongado e foram identificados como fase β' com base na sua morfologia (EDWARDS et al., 1998; FÀRE; LECIS; VEDANI, 2011; GUPTA; LOYD; COURT, 2001; RAO; VISWANADH; JAYAGANTHAN, 2014). Também para ambas as condições, nas Figuras 70 e 71, que apresentam maiores ampliações (400 kx), foram observados precipitados esféricos menores que também, com base em sua morfologia, foram identificados como zonas GP (BUAH et al., 2007; VISSERS et al., 2007).

A fração volumétrica de precipitados endurecedores são de $3,4 \pm 0,8\%$ e $5,7 \pm 2,2\%$ (Tabela 17) para as condições AA6351-T6 e AA6351-T6I4, respectivamente. Estes valores foram obtidos pela análise de 6 imagens de MET de cada condição. Comparada à condição AA6351-T6, a condição AA6351-T6I4 mostrou fração volumétrica de precipitados endurecedores levemente maior e maior heterogeneidade da microestrutura (indicada pelo maior espalhamento da fração volumétrica e tamanho de precipitados endurecedores). Esta maior heterogeneidade da microestrutura na condição AA6351-T6I4 pode ser resultante da coexistência da fase β' com as zonas GP, originadas pela precipitação secundária que ocorre no segundo estágio do envelhecimento interrompido. Além disso, a fase β' pode coexistir com os precipitados das fases B' (precipitados em forma de fita, com mais de 1 μm constituídos por $\text{Al}_3\text{Mg}_9\text{Si}_7$), U1 ($\text{Mg}_1\text{Si}_2\text{Al}_2$) e U2 ($\text{Mg}_4\text{Si}_4\text{Al}_4$), ambos precipitados em forma de agulhas com várias centenas de nanômetros de comprimento e ~ 15 nm de diâmetro (VAN et al., 2006; VISSERS et al., 2007). Em adição, de acordo com Buah et al. (2007), o

primeiro estágio do envelhecimento (em temperatura elevada) do tratamento térmico T6I4 deve ser descontinuado no momento em que a taxa de nucleação é ainda maior do que a taxa de dissolução de precipitados endurecedores. Assim, se o envelhecimento é continuado em uma temperatura reduzida durante o segundo estágio, como no tratamento T6I4, é esperado o desenvolvimento de uma maior densidade de precipitados endurecedores com menor tamanho (BUAH et al., 2007). Entretanto, a condição AA6351-T6I4 apresentou uma densidade de precipitados endurecedores levemente maior e com maior tamanho médio. Desta perspectiva, possivelmente a condição de 1h a 180°C (na primeira etapa do tratamento T6I4) não foi suficiente para a nucleação de todos os precipitados endurecedores, que poderiam crescer durante o segundo estágio de envelhecimento, resultando em precipitados com maior tamanho médio, como observado para a condição AA6351-T6I4 (BUAH et al., 2007).

Tabela 17 – Fração volumétrica de precipitados endurecedores na liga AA6351 nas condições T6 e T6I4.

Liga/ Condição	Fração volumétrica precipitados endurecedores (%)
AA6351-T6	3,4±0,8
AA6351-T6I4	5,7±2,2

Fonte: Arquivo pessoal.

As análises de microscopia eletrônica de transmissão para a liga AA7050 mostram uma intensa precipitação com distribuição homogênea de precipitados endurecedores dentro dos grãos. Na condição T7451 (Figura 72) os precipitados endurecedores observados são constituídos pela fase η , enquanto na condição T6I4 são observados precipitados referentes às zonas GP e precipitados constituídos pela fase η' (Figuras 73 e 74). Estudos anteriores da liga AA7050-T7451, usando a técnica de Calorimetria de Varredura Diferencial, indicaram que todos os precipitados η' foram transformados em precipitados da fase η nesta condição (JACUMASSO, 2014; LIMA et al., 2014; LIMA; JACUMASSO; CARVALHO, 2013).

Figura 72 - Micrografia de MET apresentando precipitados endurecedores no interior dos grãos e nos contornos dos grãos, bem como a presença de partículas intermetálicas grosseiras e zona livre de precipitados (ZLP) nos contornos de grãos da liga AA 7050-T7451 (150kX).

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 73 - Micrografia de MET apresentando precipitados endurecedores no interior dos grãos e nos contornos de grãos da liga AA 7050-T614 (150kX).

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 74 - Micrografia de MET apresentando precipitados endurecedores no interior dos grãos e nos contornos de grãos, bem como a presença de ZLP nos contornos de grãos da liga AA 7050-T6I4 (150kX).

Fonte: Arquivo pessoal.

Em ambas as condições estudadas, AA7050-T6I4 e AA7050-T7451, a fase η foi observada nos contornos de grãos com maior tamanho conforme indicado por uma seta vermelha na Figura 74 (JACUMASSO, 2014).

Nas ligas da série 7xxx, conforme apresentado na seção 2.2.3, a sequência de precipitação é geralmente descrita como: SSS $\rightarrow$ zonas G.P. $\rightarrow$ fase η' metaestável $\rightarrow$ fase estável η (MgZn_2) (BUHA; LUMLEY; CROSKY, 2008; DU et al., 2006; JIANG et al., 2016; LIN et al., 2006; YANG et al., 2015).

Primeiramente, as zonas GP são formadas a partir da solução sólida supersaturada (SSS) (LIMA et al., 2014). Estas zonas GP funcionam como sítios de nucleação para os precipitados η' (YANG et al., 2015). A fase η' apresenta morfologia de placas, e uma ampla dispersão desse precipitado é associada com a obtenção de ótimas propriedades em tração das ligas Al-Zn-Mg-Cu (BUHA; LUMLEY; CROSKY, 2008; HATCH, 1984). A fase de equilíbrio η , MgZn_2 , tem diferentes morfologias: agulhas ou placas e é originada pela transformação da fase η' . Em adição, a fase η pode mostrar 9 diferentes relações de orientações com a matriz de alumínio denominadas de η_1 a η_9 (BUHA; LUMLEY; CROSKY, 2008).

A fração volumétrica de precipitados endurecedores (Tabela 18) é levemente maior na condição AA7050-T6I4 ($41,4 \pm 1,5\%$) comparada com a condição AA7050-T7451

($38,8 \pm 2,3\%$), estes valores foram obtidos pela análise de 2 imagens de MET de cada condição. Em adição, o tamanho de precipitados endurecedores (Tabela 19) foi aproximadamente 6 vezes menor para a condição T6I4 ($5,5 \pm 1,7$ nm) quando comparada com a condição T7451 (30 ± 12 nm).

Tabela 18 - Tamanho de precipitados endurecedores da liga AA7050 nas condições T7451 e T6I4.

Liga/Condição	Tamanho médio de precipitados endurecedores (nm)
AA7050-T7451	30 ± 12
AA7050-T6I4	$5,5 \pm 1,7$

Fonte: Arquivo pessoal.

Tabela 19 – Fração volumétrica de precipitados endurecedores da liga AA7050 nas condições T7451 e T6I4.

Liga/ Condição	Fração volumétrica de precipitados endurecedores
AA7050-T7451	$38,8 \pm 2,3$
AA7050-T6I4	$41,4 \pm 1,5$

Fonte: Arquivo pessoal.

A comparação das Figuras 72 e 73 permite observar que a condição AA7050-T6I4 resultou em uma maior densidade de precipitados finamente dispersos na matriz de Al. Deste modo, pela redução da temperatura de envelhecimento no segundo estágio do tratamento térmico da condição AA7050-T6I4 (que é realizada a 65°C), o processo de nucleação de precipitados endurecedores torna-se mais eficiente em relação ao processo de crescimento de precipitados. Este aumento da densidade de precipitados endurecedores é correlacionado com uma melhor combinação de propriedades mecânicas na condição AA7050-T6I4, comparada com a condição AA7050-T7451 (BUAH et al., 2007; BUHA; LUMLEY; CROSKY, 2008; LIMA et al., 2014).

Na Figura 72 partículas grosseiras (indicadas por setas vermelhas) estão presentes nos contornos de grão da condição AA7050-T7451. Estas partículas são provavelmente constituídas pela fase $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ (JACUMASSO, 2014). Ainda na Figura 72, pode ser

observada uma zona livre de precipitação (ZLP), nos contornos de grão com uma espessura de aproximadamente 70 nm (seta amarela). A ZLP é originada a partir do processo de têmpera e pode produzir fratura intergranular (DESHPANDE et al., 1998). Os mecanismos de esgotamento de vacâncias e de esgotamento de soluto são amplamente usados para explicar a formação da ZLP. O primeiro, leva em conta os efeitos dos sumidouros de vacâncias durante o processo de têmpera, resultando no retardo da precipitação em torno dos contornos de grãos. De acordo com o segundo mecanismo, a repressão da precipitação nas regiões adjacentes aos contornos de grãos é atribuída à diminuição da supersaturação de átomos de soluto. Pesquisas anteriores, reportam que nas ligas da série 7xxx submetidas à têmpera e envelhecidas em temperaturas moderadas, a ZLP é formada pela combinação dos dois mecanismos (DOIG; EDINGTON; HIBBERT, 1973; HIROSAWA; OGURI; SATO, 2005; RAGHAVAN, 1979). Comparada à condição AA7050-T7451, a condição AA7050-T6I4 apresenta ZLP com menor espessura (aproximadamente 20 nm), como indicado na Figura 73 (seta vermelha). O mesmo comportamento foi observado no trabalho de Jacumasso (2014). Esta característica dos contornos de grãos da liga AA7050 na condição T6I4, associada com a maior densidade de precipitados endurecedores pode melhorar o comportamento em propagação de trinca intergranular, em comparação com a condição T7451. Este comportamento é interessante para algumas aplicações dessa liga, incluindo as aplicações que envolvem o carregamento cíclico (DESHPANDE et al., 1998; LIMA et al., 2014).

4.2 DUREZA

A Tabela 20 apresenta os valores de dureza Vickers obtidos para as ligas AA6351-T6 e T6I4 e AA7050-T7451 e T6I4. As medidas de dureza foram realizadas no sentido longitudinal à extrusão (liga AA6351) e à laminação (AA7050).

Tabela 20 - Valores de dureza Vickers das ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4).

Liga	AA6351-T6	AA6351-T6I4	AA7050-T7451	AA7050-T6I4
Dureza (HV)	83,7 ± 4,4	65,3 ± 1,9	170 ± 2,7	171,0 ± 1,8

Fonte: Arquivo pessoal.

Os precipitados endurecedores nanométricos constituídos por Mg e Si, são os principais responsáveis pelo endurecimento das ligas da série 6xxx, conforme discutido

anteriormente. Nas ligas dessa série, o aumento da quantidade de Si e Mg na solução sólida supersaturada com o aumento da temperatura de solubilização, é fundamental para que ocorra a formação dessas partículas durante o processo de envelhecimento (ASM, 1990; TROEGER, 2000). Além disso, o endurecimento dessas ligas aumenta com a quantidade de elementos de liga (MRÓWKA-NOWOTNIK; SIENIAWSKI, 2005). Em especial, uma maior quantidade de Cu melhora a cinética de precipitação e aumenta o pico de dureza (MAN; JING; JIE, 2007).

O valor de dureza Vickers da condição AA6351-T6I4 ($65,3 \pm 1,9\%$ HV) foi 28% menor quando comparado com a condição AA6351-T6 ($83,7 \pm 4,4\%$ HV). Apesar de ser esperado que o tratamento T6I4 pudesse resultar em uma maior densidade de precipitados endurecedores com menor tamanho e assim, uma melhor resposta de endurecimento (BUHA et al, 2007), este efeito não foi observado na liga AA6351. O maior tamanho de precipitados (β') na condição AA6351-T6I4 é relacionado com a menor dureza desta condição, uma vez que o máximo endurecimento das ligas de alumínio endurecíveis por precipitação é associado com o menor tamanho de precipitado endurecedor em maior quantidade (REED-HILL, 1982).

Embora algumas áreas das amostras desta liga tenham mostrado precipitados menores (zonas GP), a segunda etapa do envelhecimento interrompido foi mais efetiva no crescimento dos precipitados endurecedores pré-existentes do que na nucleação de zonas GP (LIMA; JACUMASSO; CARVALHO, 2013). Além disso, o maior tamanho médio de grão encontrado na condição AA6351-T6I4 contribui com a diminuição do valor da dureza, uma vez que os metais policristalinos têm frequentemente uma forte dependência entre tamanho de grão, dureza e resistência. É conhecido que, na temperatura ambiente, materiais com menor tamanho de grão apresentam maior dureza e melhores propriedades mecânicas (REED-HILL, 1982).

Os valores de dureza (Tabela 20) para as condições AA7050-T7451 ($170 \pm 2,7$ HV) e AA7050-T6I4 ($171,0 \pm 1,8$ HV) foram similares. Conforme discutido na seção 4.1.3, a utilização da menor temperatura (65°C) na segunda etapa do envelhecimento da condição AA7050-T6I4, resulta em um processo de nucleação mais efetivo do que o processo de crescimento, originando uma maior densidade de precipitados endurecedores com tamanho reduzido. Deste modo, foi possível obter os mesmos níveis de dureza, com similar resistência a tração e maiores valores de ductilidade e tenacidade, quando comparada com a condição AA7050-T7451 (LIMA et al., 2014; LIMA; JACUMASSO; CARVALHO, 2013).

4.3 PROPRIEDADES DE TRAÇÃO UNIAXIAL

As Figuras 75 e 76 mostram as curvas tensão-deformação de engenharia representativas das ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4), respectivamente. Em adição, a Tabela 21 apresenta os valores médios e o desvio padrão dos resultados do ensaio de tração, onde σ_e representa a tensão limite de escoamento, σ_t é o limite de resistência à tração, ε representa o alongamento percentual, E é o módulo de Young ou módulo de elasticidade, U_T indica o valor de tenacidade e U_R indica o módulo de resiliência do material. Os valores da tenacidade e da resiliência foram calculados pelo método integral, enquanto a ductilidade foi medida em forma de alongamento e redução de área, com base em 3 testes para cada condição.

Figura 75 - Curvas tensão-deformação de engenharia representativas das condições AA6351-T6 e AA6351-T6I4.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 76 - Curvas tensão-deformação de engenharia representativas das condições AA7050-T7451 e AA7050-T6I4.

Fonte: Arquivo pessoal.

Tabela 21 - Valores médios dos resultados dos ensaios de tração das ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4).

Liga	σ_e (MPa)	σ_t (MPa)	ϵ (%)	E (GPa)	σ_t / σ_e	U_R (N.mm/mm ³)	U_T (N.mm/mm ³)	Redução de área (%)
AA6351-T6	312±3	342±2	13±0,5	91±5	1,09±0	0,80±0	40±1	35±2
AA6351-T6I4	112±10	213±6	46±1,9	94±6	1,90±0,1	1,02±0	69±0	51±6
AA7050-T7451	470±5	531±8	11±1,3	91±3,4	1,13±0	1,67±0,1	52±5	22±4
AA7050-T6I4	473±11	561±5	19±0,6	92±2	1,19±0	2,46±0,5	100±3	37±6

Fonte: Arquivo pessoal.

Os valores de tensão limite de escoamento, resistência à tração e alongamento obtidos para a liga AA6351-T6 são próximos aos valores encontrados na literatura, que são de

330±0MPa, 358,7±1,7 MPa e 9,6±0,4 %, respectivamente (COUTO et al., 2008). A partir da Tabela 21, é possível verificar para a liga AA6351, que a condição T6I4 quando comparada com a condição T6, apresenta menores valores de tensão limite de escoamento (~3x menor) e resistência à tração (61% menor). Esta observação está de acordo com o menor valor de dureza da condição AA6351-T6I4. O valor do Módulo de Young é 3% maior para a condição T6I4. Consideráveis aumentos foram observados para os valores da resiliência (28% maior), tenacidade (73% maior) e alongamento (~3x maior). A redução de área também foi aproximadamente 46% maior para a condição T6I4, indicando junto com o maior valor de alongamento, uma maior ductilidade em comparação com a condição T6. Além disso, a condição AA6351-T6I4 apresentou a maior razão σ_t/σ_e (74% maior). A razão σ_t/σ_e é a medida do grau do endurecimento por deformação e indica o grau de encruamento do material. O valor de σ_t/σ_e encontrado na literatura para a liga AA6351 (1,14) é próximo ao valor encontrado para a condição AA6351-T6 no presente trabalho (1,09) (ASTM, 2008). Valores de σ_t/σ_e abaixo de 1,2, como observado para a liga AA6351 na condição T6, são considerados baixos e indicam que o deslizamento com desvio ocorre com maior facilidade. Entretanto, valores acima de 1,2, como observado para a condição T6I4 são considerados altos, indicando uma maior dificuldade de movimentação de discordâncias para esta condição (DOWLING, 2007).

Para a liga AA7050-T7451 os valores de tensão limite de escoamento, resistência à tração e alongamento também são próximos aos valores encontrados na literatura, que são iguais a 479,4 MPa, 564,7 MPa e 13,3%, respectivamente (FENGMEI et al., 2013). Além disso, a Tabela 21 mostra que a tensão limite de escoamento e a resistência à tração foram similares para as condições T7451 e T6I4. Estes resultados estão de acordo com os valores próximos de dureza apresentados pelas duas condições. Em adição, ambas as condições, apresentam valores similares de Módulo de Young e a partir da Tabela 21, também pode-se observar um aumento de 47% da resiliência e de aproximadamente 92% da tenacidade e 73% do alongamento para a condição AA7050-T6I4. A redução de área foi aproximadamente 68% maior, indicando juntamente com o maior valor de alongamento, um considerável aumento da ductilidade em comparação com a condição T7451. Estes efeitos benéficos da condição T6I4 para a liga AA7050 são alcançados devido à precipitação secundária que ocorre no segundo estágio do envelhecimento interrompido à baixa temperatura (em 65°C), resultando em precipitados endurecedores mais finamente dispersos na matriz de alumínio, conforme mencionado anteriormente (BUHA; LUMLEY; CROSKY, 2008; LUMLEY; POLMEAR; MORTON, 2002). Dessa forma, o aumento da densidade de

precipitados com tamanho reduzido é diretamente relacionado com a obtenção de melhores propriedades mecânicas na condição T6I4 (BUAH, 2008). As duas condições de tratamento térmico da liga AA7050 apresentam valores da razão σ_t/σ_e próximos ao valor encontrado na literatura para a liga AA7050-T7451, que é de 1,18 (FENGMEI et al., 2013). Além disso, os valores observados para as duas condições são menores do que 1,2, que conforme discutido anteriormente, são relativamente baixos, indicando uma maior facilidade de deslizamento com desvio para estes materiais (DOWLING, 2007).

As curvas tensão-deformação dos metais são frequentemente descritas por expressões matemáticas que permitem que a parte plástica da curva possa ser tratada por parâmetros que possibilitam o estudo dos mecanismos de deformação (KLEEMOLA; NIEMINEN, 1974). Várias equações podem ser utilizadas com o objetivo de um melhor entendimento do comportamento de endurecimento dos materiais, como por exemplo, o modelo de Ludwik. De acordo com este modelo, a tensão é proporcional à deformação para valores menores ou iguais à tensão limite de escoamento, enquanto que para valores superiores à tensão limite de escoamento, é necessário utilizar a equação de Ludwik (Equação 22) (DOWLING, 2007; KLEEMOLA; NIEMINEN, 1974).

$$\tilde{\sigma} = K * \tilde{\varepsilon}^n \quad (22)$$

onde $\tilde{\sigma}$ e $\tilde{\varepsilon}$ são os valores verdadeiros da tensão e da deformação plástica, respectivamente. Os outros parâmetros são constantes do material, os quais podem variar com as condições de processamento (KLEEMOLA; NIEMINEN, 1974). O parâmetro K é o coeficiente de resistência para o qual a unidade é MPa, em adição, n é o parâmetro de encruamento e pode ser definido como a capacidade de endurecimento por deformação quando o material é solicitado mecanicamente. Materiais com alto valor de n mostram distribuição de deformação plástica mais uniforme em presença de gradientes de tensão (DOWLING, 2007). Dentro deste contexto, o estudo do comportamento de endurecimento por deformação das ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4) foi conduzido pelo uso da equação de Ludwik para modelar a resposta mecânica do material. Pelo uso dos resultados obtidos, os parâmetros requeridos para a equação de Ludwik (K e n) foram determinados usando a técnica da regressão pelo método dos mínimos quadrados e são mostrados na Tabela 22.

Tabela 22 - Valores médios das constantes K e n das ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4).

Condição	K (MPa)	n
AA6351 - T6	434,26	0,066
AA6351 - T6I4	387,47	0,256
AA7050 - T7451	710,67	0,084
AA7050 - T6I4	808,48	0,122

Fonte: Arquivo pessoal.

A partir da Tabela 22, pode-se verificar que a liga AA6351 na condição T6 apresentou o maior valor (12% maior) de coeficiente de resistência (K), o que está de acordo com os maiores valores de tensão limite de escoamento e de resistência à tração. O valor de n encontrado na literatura para a liga AA6351-T6 é de 0,022 (FONSECA Jr.; MAGNABOSCO, 2012), sendo 3 vezes menor do que o valor encontrado no presente trabalho para a liga AA6351 na mesma condição de tratamento térmico. A condição AA6351-T6I4 apresentou o maior valor de n (~4 vezes maior), o que está relacionado com a maior razão $\sigma_t/\sigma_e=1,90$ e indica uma maior habilidade de acumular deformação plástica para esta condição.

A liga AA7050 possui energia de defeito de empilhamento relativamente alta (150-160 mJ/m²) que resulta em alta mobilidade de discordâncias. Assim, uma alta aniquilação de discordâncias ocorre e o endurecimento por deformação não é muito alto (CAMILO, 2013; DIETER, 1988; REED-HILL, 1982). Entretanto, a Tabela 22 mostra que a condição T6I4 apresentou maior coeficiente n (45% maior) quando comparada com a condição T7451, isto é, este material possui uma maior capacidade de acomodar deformação plástica durante o carregamento e mostra uma distribuição de deformação mais uniforme. Esta observação é associada com uma maior densidade de precipitados endurecedores com menor tamanho obtida na condição T6I4 (seção 4.1.3), que resulta em uma maior capacidade de impedimento de movimento de discordâncias para a condição T6I4, conforme será discutido na seção 4.4. O maior valor de n apresentado pela condição AA7050-T6I4 também foi relacionado com a maior razão de endurecimento por deformação ($\sigma_t/\sigma_e=1,19$), reforçando a evidência da maior capacidade de acumular deformação plástica que esta condição possui. Além disso, esta condição apresentou maior valor de parâmetro K (14% maior), o que está

de acordo com os seus maiores valores de tensão limite de escoamento e de resistência à tração. O valor de n (0,0397) encontrado na literatura para a liga AA7050-T7451 é 2 vezes menor quando comparado ao valor encontrado para esta condição no presente trabalho e o valor de K (613,38 MPa), também encontrado na literatura para a condição AA7050-T7451 é 16% menor (FENGMEI et al., 2013). Estas diferenças entre os valores de n e K , para uma mesma liga são resultantes das diferentes condições de processamento do material.

As sobreposições das curvas tensão-deformação (valores verdadeiros) e do Modelo de Ludwik (KLEEMOLA; NIEMINEN, 1974) para as ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4) encontram-se apresentadas nas Figuras 77 e 78, respectivamente, a partir dos quais pode-se comparar o comportamento de cada liga nas duas condições de tratamento térmico estudadas.

Figura 77 - Curvas experimentais tensão-deformação e Modelo de Ludwik para a liga AA6351 nas condições T6 e T6I4.

Fonte: Arquivo pessoal

Figura 78 - Curvas experimentais tensão-deformação verdadeira e Modelo de Ludwik para a liga AA7050 nas condições T7451 e T6I4.

Fonte: Arquivo pessoal

4.4 ANÁLISE DOS RESULTADOS DOS ENSAIOS DE FADIGA DOS CORPOS DE PROVA NÃO ENTALHADOS E INTERAÇÃO ENTRE OS PRECIPITADOS ENDURECEDORES E A ESTRUTURA DE DISCORDÂNCIAS DURANTE A DEFORMAÇÃO POR FADIGA

Os resultados experimentais dos ensaios de fadiga por flexão rotativa dos corpos de prova não entalhados das ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4) encontram-se apresentados na Tabela 23. Com o objetivo de verificar a resistência à fadiga dos corpos de prova dentro da faixa de vida de 10^4 a 10^7 ciclos, diferentes níveis de tensão máxima foram aplicados nos ensaios.

Tabela 23 - Resultados experimentais dos ensaios de fadiga dos corpos de prova não entalhados das ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4).

AA6351-T6		AA6351-T6I4		AA7050-T7451		AA7050-T6I4	
Vida	$\sigma_{\max}$	Vida	$\sigma_{\max}$	Vida	$\sigma_{\max}$	Vida	$\sigma_{\max}$
(ciclos)	(MPa)	(ciclos)	(MPa)	(ciclos)	(MPa)	(ciclos)	(MPa)
37700	247	15200	194	12700	353	17200	353
47900	247	20900	194	21400	353	28100	353
52800	247	28200	194	23900	353	33500	353
110800	212	45000	177	30000	300	61000	300
135200	212	51500	177	30200	300	61900	300
143600	212	56600	177	36700	300	100800	300
457800	177	114800	159	35200	283	90100	283
531000	177	120100	159	70400	283	90300	283
2101000	177	165100	159	99300	283	120800	283
1079500	141	286700	141	120200	247	169400	247
2980000	141	335300	141	222300	247	243000	247
4655800	141	426100	141	441600	247	467500	247
10000000	124	486000	124	825100	212	243600	212
10000000	124	9877600	124	4985000	212	8185200	212
10000000	124	10000000	124	10000000	212	10000000	212

Fonte: Arquivo pessoal.

Para a liga AA6351 foram considerados 3 *runouts* (10^7 ciclos) para a condição de tratamento térmico T6 e 1 *runout* para a condição T6I4. Quanto aos resultados para a liga AA7050 foi considerado 1 *runout* para cada uma das condições analisadas. Os valores de A'_1 e A'_2 e as equações obtidas pelo ajuste do modelo utilizando o Método da Máxima Verossimilhança encontram-se apresentados nas Tabelas 24 e 25, respectivamente.

Tabela 24 - Resultados dos cálculos de A'_1 e A'_2 utilizando o Método da Máxima Verossimilhança para as ligas AA6351(T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4).

Liga	A'_1 (adimensional)	A'_2 (MPa ⁻¹)
AA6351-T6	9,38091	-0,0195942
AA6351-T6I4	10,1383	-0,0306979
AA7050-T7451	9,56692	-0,0159944
AA7050-T6I4	9,14884	-0,0140264

Fonte: Arquivo pessoal.

Tabela 25 - Equações obtidas com o cálculo das constantes A'_1 e A'_2 utilizando o Método da Máxima Verossimilhança para as ligas AA6351(T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4).

Liga	Equação
AA6351-T6	$\log N = 9,38091 - 0,0195942 * (\sigma_{\max})$
AA6351-T6I4	$\log N = 10,1383 - 0,0306979 * (\sigma_{\max})$
AA7050-T7451	$\log N = 9,56692 - 0,0159944 * (\sigma_{\max})$
AA7050-T6I4	$\log N = 9,14884 - 0,0140264 * (\sigma_{\max})$

Fonte: Arquivo pessoal.

A Figura 79 apresenta a sobreposição dos pontos experimentais e dos ajustes do modelo utilizando o Método da Máxima Verossimilhança para a liga AA6351 nas condições T6 e T6I4. Os dados apresentados na Figura 79 mostram que quanto maior a tensão máxima aplicada nos ensaios, mais se destaca a resistência a fadiga da liga AA6351 na condição T6 quando comparada com a condição T6I4.

Figura 79 - Sobreposição dos pontos experimentais e do ajuste do modelo utilizando o Método da Máxima Verossimilhança – ligas AA6351-T6 e AA6351-T6I4.

Fonte: Arquivo pessoal.

Uma das razões para a menor resistência a fadiga dos corpos de prova não entalhados da liga AA6351 na condição T6I4 é o maior tamanho de grão observado para esta condição (KARRY; DOLAN, 1963). Conforme discutido na seção 4.2 quase sempre, para os metais policristalinos, quanto menor é o tamanho de grão, maior a dureza e a resistência do material (REED-HILL, 1982). Considerando-se que os contornos de grão atuem como obstáculos ao deslizamento de discordâncias, originando empilhamentos em seus planos de deslizamento, supõe-se que a quantidade de discordâncias presentes nesses empilhamentos se torne maior com o aumento do tamanho de grão e também com a intensidade da tensão aplicada. Em adição, esses empilhamentos devem produzir uma concentração de tensões no grão adjacente que também varia com a quantidade de discordâncias empilhadas. Assim, em materiais que apresentam grãos grosseiros, a concentração da tensão no grão adjacente deve ser muito maior do que em materiais que apresentam granulação fina. Essa afirmação significa que, em materiais constituídos por grãos finos, é necessário que uma tensão muito maior seja aplicada para causar o deslizamento através do contorno, do que em materiais com grãos grosseiros (REED-HILL, 1982). Os comentários anteriores também explicam o

comportamento da liga AA6351-T6I4 em apresentar uma resistência a fadiga cada vez menor comparada à condição T6 conforme a tensão é aumentada.

Outros fatores que contribuem para a menor resistência à fadiga da liga AA6351 na condição T6I4 podem ser considerados. Primeiramente, a superfície de fratura de todos os corpos de prova analisados por MEV para a condição AA6351-T6I4 (seção 4.7.1) mostraram que esta condição apresenta um maior número de sítios principais de nucleação de trincas quando comparada com a condição T6. Para as duas condições foram observadas partículas intermetálicas nas proximidades dos sítios de nucleação de trinca, as quais agem como concentradores de tensão. Entretanto, para a condição T6I4, em adição às partículas intermetálicas, foram observadas facetas planas nas proximidades dos sítios de nucleação de trincas, as quais agravam a concentração de tensão, reduzindo o estágio de iniciação da trinca. Essas facetas parecem relacionadas à separação de contornos de grãos como consequência a maior deformação, e deste modo, maior concentração de tensão nesses pontos.

Outro fator, é a grande heterogeneidade da superfície de fratura observada para os corpos de prova na condição T6I4. Esta característica é resultante da maior heterogeneidade de deformação resultante do maior tamanho de grão, contribuindo com a redução da resistência à fadiga. Além desses fatores, a interação entre os precipitados endurecedores e a estrutura de discordâncias também interfere fortemente no comportamento em fadiga observado. Por este motivo esta interação foi analisada por microscopia eletrônica de transmissão como será discutido a seguir.

As imagens de microscopia eletrônica de transmissão apresentadas nas Figuras 80 e 81 correspondem à amostra retirada do corpo de prova da liga AA6351-T6 ensaiada sob fadiga com tensão máxima de 247 MPa. Este corpo de prova apresentou vida em fadiga de 37.700 ciclos. Todas as imagens de microscopia eletrônica de transmissão, referentes à corpos de prova ensaiados sob fadiga, foram obtidas a partir de amostras retiradas próximas à ruptura dos corpos de prova fraturados. Para os corpos de prova que apresentaram vida infinita (10^7 ciclos), as amostras foram retiradas da região central dos corpos de prova. Na Figura 80, existe uma ampla quantidade de discordâncias entre os precipitados endurecedores identificados como zonas GP (seção 4.1.3). Algumas dessas discordâncias encontram-se dispostas nos sentidos vertical e horizontal, enquanto outras encontram-se dispostas de maneira irregular, sendo retidas pelos precipitados conforme indicado por setas vermelhas. Na Figura 81, anéis de discordâncias encontram-se indicados por uma seta vermelha e discordâncias sendo retidas por precipitados são indicados por setas amarelas.

Figura 80 - Imagem de MET mostrando precipitados endurecedores e a configuração de discordâncias da liga AA6351-T6 (σ_{max} =247 MPa; 37.700 ciclos) - 400kX.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 81 - Imagem de MET mostrando precipitados endurecedores e a configuração de discordâncias da liga AA6351-T6 (σ_{max} =247 MPa; 37.700 ciclos) - 400kX.

Fonte: Arquivo pessoal.

Na Figura 82, pode-se visualizar as imagens de microscopia eletrônica de transmissão da amostra da liga AA6351-T6I4 obtida a partir de um corpo de prova ensaiado

sob fadiga a 194 MPa e com vida em fadiga de 20.900 ciclos. Nesta condição é possível verificar as discordâncias (algumas delas, indicadas por setas) distribuídas de modo irregular na matriz, apresentando áreas com maior ou menor densidade de discordâncias.

Figura 82 - Imagem de MET mostrando precipitados endurecedores e a configuração de discordâncias da liga AA6351-T614 ($\sigma_{max}=194$ MPa; 20.900 ciclos) – (a, b, d - 400kX; c - 250kX).

Fonte: Arquivo pessoal.

Também foram analisadas por microscopia eletrônica de transmissão amostras retiradas de corpos de prova da liga AA6351 nas condições T6 (Figura 83) e T614 (Figuras 84 e 85) que apresentaram vida em fadiga de 10 milhões de ciclos e foram ensaiadas na menor tensão máxima (124 MPa) utilizada durante os ensaios de fadiga desta liga.

Existem dois modos pelos quais as discordâncias podem ultrapassar as barreiras de precipitados: as discordâncias podem se abaular ou cisalhar os precipitados endurecedores. Quanto menor a distância entre os precipitados, maior será a tensão necessária para acontecer o abaulamento e maior a resistência do material. Por outro lado, se a distância entre as partículas for grande, a tensão necessária para abaular a discordância cai, e a discordância irá ultrapassar a barreira e com isso a sua área de superfície será aumentada, podendo resultar

em falhas. Para a condição AA6351-T6, pode-se observar na Figura 83, a ocorrência de abaulamento de linhas de discordâncias por precipitados endurecedores adjacentes (MA et al. 2016) indicado pela seta vermelha e a presença de emaranhados de discordância (seta azul).

Durante o processo de deformação, pode ocorrer a formação de dipolos de discordâncias. Por sua vez, um dipolo pode formar um anel prismático, que irá se romper formando anéis isolados (DIETER, 1988). Na Figura 84 (condição AA6351-T6I4), a seta vermelha indica a presença de um dipolo. De acordo com Dirras e colaboradores (DIRRAS; DONNADIEU; DOUIN, 2003), a presença de dipolos indica fortemente a ocorrência do mecanismo de ultrapassagem de precipitados por deslizamento com desvio de componentes em hélice de discordâncias.

Uma grande quantidade de discordâncias encontra-se presente na Figura 85 (condição AA6351-T6I4). Nesta mesma Figura também estão presentes paredes de células de discordâncias, indicadas por setas.

Figura 83 - Imagem de MET mostrando precipitados endurecedores e a configuração de discordâncias da liga AA6351-T6 ($\sigma_{max}=124\text{MPa}$; 10 milhões de ciclos) - 50kX.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 84 - Imagem de MET mostrando precipitados endurecedores e a configuração de discordâncias da liga AA6351-T6 ($\sigma_{max}=124\text{MPa}$; 10 milhões de ciclos) - 50kX.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 85 - Imagem de MET mostrando precipitados endurecedores e a configuração de discordâncias da liga AA6351-T6I4 ($\sigma_{max}=124\text{MPa}$; 10 milhões de ciclos) - 50kX.

Fonte: Arquivo pessoal.

Comparando-se os dois corpos de prova ensaiados sobre o mesmo nível de tensão e com a mesma vida em fadiga (10 milhões de ciclos), correspondentes às condições AA6351-T6 e AA6351-T6I4, é possível observar que a liga AA6351-T6, aparentemente, apresenta

menor quantidade de discordâncias. Pelos aspectos observados, pode-se dizer que neste material ocorreu uma menor deformação quando comparado com a liga AA6351-T6I4, a qual apresentou uma maior quantidade de discordâncias, maior deformação e assim menor resistência a fadiga. Além disso, como discutido anteriormente (seção 4.1.3), a liga AA6351 na condição T6I4 apresenta precipitados endurecedores em maior tamanho médio, deste modo, estes precipitados exercem uma menor resistência à movimentação de discordâncias, contribuindo para esta redução da resistência à fadiga.

Conforme discutido na seção 4.1, as análises por microscopia óptica e por microscopia eletrônica de varredura realizadas para a liga AA6351 mostraram uma considerável diferença de tamanho de grãos entre as condições T6 e T6I4. Por este motivo, para esta liga é interessante também considerar o efeito do tamanho de grão na estrutura de discordâncias originada pelo processo de fadiga.

Durante os ensaios de fadiga, normalmente observa-se que a formação de subestruturas de discordâncias de baixa energia é mais lenta em materiais de grãos finos quando comparados com materiais de grãos grosseiros (SANKARAN; SANGAL; PADMANABHAN, 2006). Esta afirmação está de acordo com a não existência de subestruturas de discordâncias de baixa energia para o corpo de prova ensaiado sob fadiga no menor nível de tensão máxima (124 MPa) para a liga AA6351-T6 que apresenta grãos mais finos do que a liga AA6351-T6I4. Já para o corpo de prova da liga AA6351-T6I4 (que apresenta grãos grosseiros), ensaiado sob o mesmo nível de tensão as subestruturas de discordâncias de baixa energia foram observadas.

O material com grãos finos apresenta deslizamento homogêneo por duas razões: em primeiro lugar, os grãos finos exercem maior restrição ao deslizamento durante a deformação quando comparados com grãos grosseiros. Dessa forma, o processo de deslizamento múltiplo acomoda deformação mais facilmente em grãos grosseiros, enquanto as rotações de grãos ocorrem em materiais de estrutura fina. Em segundo lugar, a densidade de discordâncias é inicialmente maior no material com estrutura de grãos finos. Isso pode reduzir o caminho médio livre de discordância desde o início da deformação e diminuir a habilidade de formar subestruturas de baixa energia (SANKARAN; SANGAL; PADMANABHAN, 2006).

Em materiais constituídos por grãos finos, as estruturas de discordâncias de baixa energia resultam em um relaxamento considerável, uma vez que as discordâncias são fortemente empilhadas e muitos de seus campos de deformação são cancelados. Nos materiais com grãos grosseiros, as estruturas de discordâncias de baixa energia não fornecem

tanto relaxamento e por isso menos campos de deformação são cancelados. Deste modo, com base nas discussões de desenvolvimento de estruturas de baixa energia, pode-se considerar que a liga AA6351-T6 (condição com grãos finos) se deforma mais lentamente do que a liga AA6351-T6I4 (condição com grãos grosseiros). Resumidamente, o efeito do tamanho de grão fino é reduzir o caminho médio livre das discordâncias. Como resultado, um material com grãos finos requer um maior número de ciclos para alcançar a saturação de deformação, quando comparado com um material com grãos grosseiros, devido a sua melhor distribuição de tensões (SANKARAN; SANGAL; PADMANABHAN, 2006).

A Figura 86 apresenta a sobreposição dos pontos experimentais e do ajuste do modelo utilizando o Método da Máxima Verossimilhança para a liga AA7050 nas condições T7451 e T6I4.

Figura 86 - Sobreposição dos resultados experimentais e do ajuste do modelo utilizando o Método da Máxima Verossimilhança - ligas AA7050-T7451 e AA7050-T6I4.

Fonte: Arquivo pessoal.

Pode-se observar a partir da Figura 86 que a resistência a fadiga dessa liga é semelhante sob as duas condições de tratamento térmico. Este comportamento está de acordo com os valores similares de dureza, tamanho de grãos, limite de resistência ao escoamento e resistência à tração observados para essa liga nas condições T7451 e T6I4. Além disso,

para esta liga, a superfície de fratura (seção 4.7.2) dos corpos de prova sob as duas condições de tratamento térmico apresentam um número similar de sítios de nucleação de trinca, sendo que partículas intermetálicas grosseiras ($\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$) foram observadas nas proximidades desses sítios de nucleação.

Assim como para a liga AA6351, análises por microscopia eletrônica de transmissão também foram realizadas para a liga AA7050, com o objetivo de um melhor entendimento da interação entre os precipitados endurecedores e a configuração de discordância originada pelo processo de fadiga. Dentro deste contexto, as Figuras 87 (a-d) e 88 (a-d) mostram as imagens de MET das estruturas de discordâncias nos corpos de prova ensaiados sob fadiga da liga AA7050 nas condições T7451 e T6I4. A tensão máxima (σ_{max}) aplicada nos corpos de prova foi de 353 MPa e a vida em fadiga foi de 23.900 e 28.100 ciclos para a liga AA7050-T7451 e AA7050-T6I4, respectivamente.

Sabe-se que a densidade de discordâncias aumenta durante a deformação plástica e assim, o material tende a reduzir a energia armazenada pelo rearranjo de discordâncias. As diferentes estruturas de discordâncias que podem ocorrer dependem da energia de defeito de empilhamento (EDE) (CAMILO, 2013). Usualmente, metais ou ligas com alta EDE tendem a formar células de discordâncias dentro dos grãos, isto é, eles apresentam distribuição heterogênea de discordâncias (PADILHA, 2005). Para a liga AA7050 que, conforme mencionado anteriormente, apresenta EDE alta (150-160 mJ/m²), uma distribuição heterogênea de discordâncias é predominante. Assim, durante a deformação ocorre a formação de estruturas de discordâncias, incluindo as células. As redes de células de discordâncias são delimitadas pelas chamadas paredes densas de discordâncias (CAMILO, 2013). Dentro deste contexto, as Figuras 87 (a-c) mostram células de discordâncias e paredes de células de discordâncias dentro dos grãos da liga AA7050-T7451 (SANKARAN; SANGAL; PADMANABHAN, 2006). Além disso, Figura 87 (d) apresenta discordâncias retidas por precipitados endurecedores em alguns pontos (setas vermelhas).

Figura 87 - Imagem de MET mostrando precipitados endurecedores e a configuração de discordâncias na liga AA7050-T7451. (a-c) paredes de células de discordâncias e (d) discordâncias retidas por precipitados ($\sigma_{\max}$ =353MPa; 23.900 ciclos) - 150kX.

Fonte: Arquivo pessoal.

Com base nas Figuras 88 (a-d), referente à liga AA7050-T6I4, se observa discordâncias abauladas (setas vermelhas) entre vários precipitados adjacentes (MA, 2016), as quais contribuem para aumentar as tensões de atrito na rede e, por consequência, oferecem resistência ao movimento de discordâncias livres (LI, 2007; MA, 2016).

Figura 88 - Imagens de MET mostrando precipitados endurecedores e as configurações de discordâncias na liga AA7050-T6I4. (a-d) discordâncias retidas por precipitados ($\sigma_{max}=353\text{MPa}$; 28.100 ciclos) - 150kX.

Fonte: Arquivo pessoal.

Ligas com alta energia de falha de empilhamento como a liga AA7050, são também propensas ao deslizamento com desvio sob a aplicação de cargas. A partir das Figuras 89 (a-b), é verificado que a estrutura de discordâncias, possivelmente, apresentou 2 direções de deslizamento com desvio. A interação entre discordâncias aumenta com o aumento do número de discordâncias (LIU et al., 2013; XIAO-SONG et al., 2011). Além disso, as Figuras 89 (c-d) mostram imagens de campo claro e de campo escuro de anéis de discordâncias (seta vermelha) na liga AA7050-T6I4. A Figura 89 (f) apresenta o padrão de difração no eixo de zona $[\bar{1}\bar{1}3]$ correspondente às Figuras 89 (c-d). Na Figura 89 (d) a direção $(2\bar{2}0)$ é apresentada. O mecanismo para a formação de anéis de discordâncias foi descrito no modelo de abaulamento de discordâncias (*dislocation bowing model*) proposto por Orowan (1948). Para um espaçamento suficientemente grande entre os precipitados, as discordâncias podem passar entre esses dois precipitados e deixar anéis de discordâncias, o que endurece o material por deformação. Na Figura 89 (f) é observada uma alta densidade de discordâncias em configuração de emaranhados de discordâncias, resultante da intensa

movimentação, interação e multiplicação destes defeitos (LI, 2007; OROWAN, 1948). Além disso, a formação destes emaranhados de discordâncias está relacionada ao maior valor de coeficiente de encruamento ($n=0,122$), que a liga AA7050-T6I4 apresenta, e assim a uma maior habilidade de acumular deformação plástica.

Figura 89 – Imagens de MET mostrando as configurações de discordâncias na liga AA7050-T6I4. (a-b) direções de deslizamento; (c-d) imagens de campo claro e campo escuro mostrando anéis de discordâncias; (e) padrão de difração no eixo de zona $[\bar{1}13]$ correspondente às figuras (c-d); (f) emaranhados de discordâncias ($\sigma_{\max}=212\text{MPa}$; 10^7 ciclos) - (a) 150kX; (b, c, d, f) 50kX.

Fonte: Arquivo pessoal.

A condição AA7050-T6I4 (Figuras 88 e 89) possui maior densidade de precipitados endurecedores com menor tamanho (~6 vezes menor), e consequentemente, o efeito de retenção ao movimento de discordâncias exercido por estes precipitados foi mais intenso nesta condição do que na condição AA7050-T7451 (Figura 87). Além disso, a condição AA7050-T6I4 apresenta anéis de discordâncias, os quais aumentam o endurecimento por deformação do material. Estas características melhoram as propriedades mecânicas da liga AA7050-T6I4, principalmente a tenacidade com a redução da taxa de propagação da trinca por fadiga (BUAH, 2008; LIMA et al., 2014). Na Tabela 21 da seção 4.3, que apresenta os resultados dos ensaios de tração, foi observado que a tenacidade da condição AA7050-T6I4 (100 N.mm/mm^3) é aproximadamente 93% maior do que a tenacidade da condição AA7050-T7451 (52 N.mm/mm^3). Como a maior parte da vida em fadiga de corpos de prova polidos é gasta na iniciação da trinca por fadiga, nos resultados dos ensaios de fadiga deste tipo de corpo de prova não foi observado o efeito de melhoria da resistência à fadiga para a condição AA7050-T6I4. Entretanto, o efeito de melhoria da resistência à fadiga foi evidente nos resultados dos ensaios dos corpos de prova entalhados da condição T6I4 (seção 4.5), para os quais a etapa da propagação da trinca gasta a maior parte da vida total em fadiga.

4.5 ANÁLISE DOS RESULTADOS DOS ENSAIOS DE FADIGA DOS CORPOS DE PROVA ENTALHADOS E ESTUDO DA SENSIBILIDADE AO ENTALHE

Os resultados experimentais dos ensaios de fadiga por flexão rotativa dos corpos de prova entalhados são mostrados na Tabela 26. Foram considerados 5 *runouts* nos resultados da liga AA7050 na condição T6I4, entre estes *runouts*, 2 são observados para níveis mais elevados de tensão utilizados nos ensaios. As Tabelas 27 e 28 apresentam os valores de A'_1 e A'_2 e as equações obtidas pelo ajuste do modelo utilizando o Método da Máxima Verossimilhança.

Tabela 26 - Resultados experimentais dos ensaios de fadiga dos corpos de prova entalhados.

AA6351-T6		AA6351-T6I4		AA7050-T7451		AA7050-T6I4	
Vida (ciclos)	$\sigma_{\max}$ (MPa)	Vida (ciclos)	$\sigma_{\max}$ (MPa)	Vida (ciclos)	$\sigma_{\max}$ (MPa)	Vida (ciclos)	$\sigma_{\max}$ (MPa)
18200	139	10200	139	37100	139	45100	139
28600	139	15100	139	37200	139	70200	139
31000	139	29800	139	38500	139	114700	139
37600	121	37000	121	60600	121	107100	121
44400	121	49500	121	62700	121	214500	121
72400	121	66900	121	65100	121	1000000	121
94900	104	129300	104	113200	104	241400	104
97600	104	137900	104	128900	104	417800	104
175000	104	238700	104	129200	104	1000000	104
514600	69	288500	69	428700	69	1000000	69
561100	69	451600	69	976300	69	1000000	69
762200	69	605400	69	3769200	69	1000000	69

Fonte: Arquivo pessoal.

Tabela 27 - Resultados dos cálculos de A'_1 e A'_2 utilizando o Método da Máxima Verossimilhança para os corpos de prova entalhados.

Liga	A'_1	A'_2
AA6351-T6	7,14705	-0,0199554
AA6351-T6I4	7,11344	-0,0200810
AA7050-T7451	7,48191	-0,0217020
AA7050-T6I4	11,5925	-0,0486624

Fonte: Arquivo pessoal.

Tabela 28 - Equações obtidas com o cálculo das constantes A'_1 e A'_2 utilizando o Método da Máxima Verossimilhança para os corpos de prova entalhados.

Liga	Equação
AA6351-T6	$\log N = 7,14705 - 0,0199554 * (\sigma_{\max})$
AA6351-T6I4	$\log N = 7,11344 - 0,0200810 * (\sigma_{\max})$
AA7050-T7451	$\log N = 7,48191 - 0,0217020 * (\sigma_{\max})$
AA7050-T6I4	$\log N = 11,5925 - 0,0486624 * (\sigma_{\max})$

Fonte: Arquivo pessoal.

Nas Figuras 90 e 91 encontram-se apresentadas as sobreposições dos resultados experimentais dos ensaios de fadiga dos corpos de prova entalhados e dos ajustes do modelo para as ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4), respectivamente. Para a liga AA6351 (Figura 90), pode ser verificado um comportamento em fadiga semelhante para os corpos de prova entalhados das duas condições de tratamento térmico. Para a liga AA7050, (Figura 91) os corpos de prova com entalhe na condição T6I4 apresentam um melhor comportamento em fadiga.

Figura 90 - Sobreposição dos resultados experimentais e do ajuste do modelo utilizando o Método da Máxima Verossimilhança - Ligas AA6351-T6 e AA6351-T6I4 (corpos de prova com entalhe).

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 91 - Sobreposição dos resultados experimentais e do ajuste do modelo utilizando o Método da Máxima Verossimilhança - liga AA7050-T7451 e AA7050-T6I4 (corpos de prova com entalhe).

Fonte: Arquivo pessoal.

Com o objetivo de uma melhor visualização geral do comportamento em fadiga das duas ligas estudadas, as Figuras 92 e 93 apresentam a sobreposição dos resultados dos ensaios de fadiga dos corpos de prova com entalhe e sem entalhe e do ajuste do modelo para as ligas AA6351 e AA7050, respectivamente. Em adição, a Tabela 29 apresenta os valores da variância e do desvio padrão calculados para as ligas AA6351 e AA7050 nas condições como recebidas e tratadas termicamente na condição de envelhecimento interrompido (T6I4).

O espalhamento observado nos resultados dos ensaios de fadiga é diretamente relacionado a fatores característicos do material, como inclusões, diferença de tamanho de grão, morfologia e distribuição de partículas intermetálicas etc. (FONSECA Jr., 2003). Além disso, a variabilidade na localização da iniciação da trinca por fadiga resulta em considerável espalhamento (NANNINGA, 2008). No presente trabalho, o espalhamento observado nos resultados de fadiga é resultante principalmente das partículas intermetálicas grosseiras presentes nas proximidades da superfície dos corpos de prova polidos e nas proximidades da

raiz do entalhe dos corpos de prova entalhados, como poderá ser visualizado nas análises fractográficas apresentadas nas seções 4.7 e 4.8.

Para a liga AA6351, a condição T6I4 apresenta um maior espalhamento (Figura 92 e Tabela 29), tanto nos resultados dos corpos de prova entalhados quanto nos resultados dos corpos de prova não entalhados. Esta característica é resultante do maior tamanho de grãos presente na condição T6I4 quando comparada à condição T6, que resulta em uma maior heterogeneidade da deformação e assim em um maior espalhamento da vida em fadiga.

Para a liga AA7050, o espalhamento dos resultados de fadiga (Figura 93 e Tabela 29) são bem próximos para os corpos de prova sem entalhe das condições T7451 e T6I4. Já para os corpos de prova entalhados o espalhamento é maior para a condição T6I4. A principal razão do espalhamento observado nos resultados da liga AA7050 sob as duas condições de tratamento térmico, é a presença de partículas intermetálicas grosseiras (Al_7Fe_2Cu) próximas à superfície, como pode ser observado nas imagens de MEV na seção 4.7.1. A presença dessas partículas intermetálicas nas proximidades da superfície fazem com que a trinca por fadiga se inicie mais cedo nestas localizações (BENNETT; WEINBERG, 1954; WEI et al., 2013).

Figura 92 - Sobreposição dos resultados dos ensaios de fadiga e do ajuste do modelo utilizando o Método da Máxima Verossimilhança para os corpos de prova com entalhe e sem entalhe - liga AA6351-T6 e AA6351-T6I4.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 93 - Sobreposição dos resultados dos ensaios de fadiga e do ajuste do modelo utilizando o Método da Máxima Verossimilhança para os corpos de prova com entalhe e sem entalhe - liga AA7050-T7451 e AA7050-T6I4.

Fonte: Arquivo pessoal.

Tabela 29 - Valores da variância e do desvio padrão dos resultados dos ensaios de fadiga por flexão rotativa para as ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4).

Liga	Variância (d^2)	Desvio Padrão (dp)
Corpos de prova não entalhados		
AA6351-T6	0,0569183	0,2386
AA6351-T6I4	0,1313315	0,3624
AA7050-T7451	0,1755954	0,4190
AA7050-T6I4	0,1904145	0,4364
Corpos de prova entalhados		
AA6351-T6	0,0143293	0,1197
AA6351-T6I4	0,0400562	0,2001
AA7050-T7451	0,0576642	0,2401
AA7050-T6I4	0,9299639	0,9643

Fonte: Arquivo pessoal.

Para o estudo da sensibilidade ao entalhe os valores de K_f e q foram calculados para o intervalo de vida em fadiga de 10^4 a 10^6 e encontram-se apresentados nas Tabelas 30 e 31 e nas Figuras de 94 a 97. A Tabela 33 apresenta os valores de tensão máxima utilizados nos cálculos de K_f .

A partir da Tabela 30 e da Figura 94 pode-se observar que para a liga AA6351 os valores de K_f são menores para a condição T6I4 quando comparada com a condição T6. Para as duas condições de tratamento térmico, os valores de K_f aumentam conforme a vida em fadiga aumenta. Pode-se verificar para esta mesma liga a partir da Tabela 31 e da Figura 96 que os valores de q são maiores na condição T6. Deste modo, o efeito do entalhe na vida em fadiga tende a ser menor para a condição AA6351-T6I4. Além do efeito do tratamento térmico de envelhecimento interrompido (T6I4) que leva a um aumento da ductilidade e da tenacidade do material e assim diminui a sensibilidade ao entalhe, outro fator responsável pelos menores valores de q observados para a condição T6I4 é o seu maior tamanho de grão em relação à condição T6. Pesquisas anteriores mostraram que o fator de concentração de tensão em fadiga (K_f) e a sensibilidade ao entalhe (q) são propriedades dependentes do tamanho de grão e do raio da raiz do entalhe (KARRY; DOLAN, 1953). Além disso, quanto maior o tamanho de grão, menor a sensibilidade ao entalhe de um determinado material (KARRY; DOLAN, 1953).

Ainda para a liga AA6351 (Tabela 31 e Figura 96), os valores de q aumentam com o aumento da vida em fadiga para as duas condições de tratamento térmico (T6 e T6I4), esse mesmo comportamento foi observado para corpos de prova com entalhes agudos ensaiados até a fratura, obtidos a partir de uma liga da série 6xxx com composição de 0,23% de Cu, 0,6% de Si, 0,44% de Fe, 0,1% de Mn, 0,85% de Mg, 0,03% Zn e 0,25% Cr (BENNETT; WEINBERG, 1954).

A Tabela 30 e a Figura 95 apresentam os valores de K_f obtidos para a liga AA7050 nas condições T7451 e T6I4. A partir da Tabela 31 e da Figura 97 observa-se que, comparada com a condição AA7050-T7451, a condição AA7050-T6I4 apresenta menor sensibilidade ao entalhe, o que está relacionado à maior habilidade de acumular deformação plástica cíclica. Esta maior habilidade de acúmulo de deformação plástica cíclica resulta dos maiores valores de ductilidade (80% maior), tenacidade (~93% maior) e maior capacidade de endurecimento por deformação observados para esta condição (seção 4.3). Estas características da condição AA7050-T6I4 são associadas com o maior volume de discordâncias móveis que resulta em abaulamento ou curvatura de discordâncias e em emaranhados de discordâncias (Figure 89).

Outra observação sobre o melhor comportamento para a liga AA7050-T6I4 na condição dos corpos de prova com entalhe é que em pesquisas anteriores realizadas por Lima et al., 2014, sobre a propagação da trinca por fadiga na liga AA7050 nas condições T6, T6I4 e T7451, os autores verificaram que a condição T6I4 apresenta menor taxa de propagação da trinca por fadiga (da/dN) quando comparada com a condição T7451 e T6. Este comportamento foi relacionado com a morfologia e distribuição dos precipitados endurecedores obtidos na condição T6I4, a qual resulta em uma fina dispersão de precipitados endurecedores que exercem um maior efeito de impedimento da movimentação de discordâncias (conforme observado na Figure 88 da seção 4.4) e interação com a ponta da trinca, retardando a propagação e melhorando a resistência a fadiga (BUHA; LUMLEY; CROSKY, 2008; LIMA et al., 2014). É conhecido que para os corpos de prova com entalhe, a trinca se inicia mais cedo do que para corpos de prova polidos (como resultado da maior concentração de tensão), e assim, a maior parte da vida em fadiga é gasta na propagação da trinca. Este fato justifica a melhora da resistência a fadiga para corpos de prova entalhados na condição T6I4, embora este comportamento não tenha sido observado claramente nos corpos de prova polidos, os quais possuem uma curta etapa de propagação da trinca por fadiga. Deste modo, o tratamento térmico de envelhecimento interrompido (T6I4) torna-se eficaz do ponto de vista de aplicações que envolvam a presença de entalhes, nas quais o estágio de propagação da trinca constitui o estágio predominante da vida em fadiga total.

Tabela 30 - Valores do fator de concentração de tensão em fadiga K_f das ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451 e T6I4).

AA6351-T6		AA6351-T6I4		AA7050-T7451		AA7050-T6I4	
Vida	K_f	Vida	K_f	Vida	K_f	Vida	K_f
10^4	1,74	10^4	1,29	10^4	2,17	10^4	2,35
10^5	2,08	10^5	1,59	10^5	2,50	10^5	2,18
10^6	3,00	10^6	2,43	10^6	3,27	10^6	1,95

Fonte: Arquivo pessoal.

Tabela 31 - Valores da sensibilidade ao entalhe das ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451) e (T6I4).

AA6351-T6		AA6351-T6I4		AA7050-T7451		AA7050-T6I4	
Vida	q	Vida	q	Vida	q	Vida	q
10 ⁴	0,35	10 ⁴	0,14	10 ⁴	0,55	10 ⁴	0,63
10 ⁵	0,50	10 ⁵	0,28	10 ⁵	0,70	10 ⁵	0,55
10 ⁶	0,94	10 ⁶	0,67	10 ⁶	1,00	10 ⁶	0,45

Fonte: Arquivo pessoal.

Tabela 32 - Tensões máximas utilizadas para o cálculo de K_f para as ligas AA6351 (T6 e T6I4) e AA7050 (T7451) e (T6I4).

AA6351-T6		AA6351-T6I4		AA7050-T7451		AA7050-T6I4	
Corpos de prova com entalhe							
Vida	$\sigma_{\max}$ (MPa)	Vida	$\sigma_{\max}$ (MPa)	Vida	$\sigma_{\max}$ (MPa)	Vida	$\sigma_{\max}$ (MPa)
10 ⁴	157,70	10 ⁴	155,04	10 ⁴	160,44	10 ⁴	156,02
10 ⁵	107,59	10 ⁵	105,25	10 ⁵	114,36	10 ⁵	135,47
10 ⁶	57,48	10 ⁶	55,45	10 ⁶	68,28	10 ⁶	114,92
Corpos de prova sem entalhados							
10 ⁴	274,62	10 ⁴	199,96	10 ⁴	348,05	10 ⁴	367,08
10 ⁵	223,58	10 ⁵	167,38	10 ⁵	285,53	10 ⁵	295,79
10 ⁶	172,55	10 ⁶	134,81	10 ⁶	223,01	10 ⁶	224,49

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 94 - Coeficiente de concentração de tensão em fadiga K_f versus número de ciclos - ligas AA6351-T6 e AA6351-T6I4.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 95 - Coeficiente de concentração de tensão em fadiga K_f versus número de ciclos - ligas AA7050-T7541 e AA7050-T6I4.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 96 - Sensibilidade ao entalhe (q) versus número de ciclos - ligas AA6351-T6 e AA6351-T6I4.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 97 - Sensibilidade ao entalhe (q) versus número de ciclos - ligas AA7050-T7451 e AA7050-T6I4.

Fonte: Arquivo pessoal.

4.6 ANÁLISE FRACTOGRÁFICA DOS CORPOS DE PROVA DOS ENSAIOS DE TRAÇÃO

4.6.1. Liga AA6351 nas condições T6 e T6I4

A superfície de fratura dos corpos de prova ensaiados sob tração para a condição AA6351-T6 (Figura 98) apresenta um aspecto de fratura dúctil transgranular, sendo repleta de *dimples* com diferentes dimensões, que apresentam ou não partículas intermetálicas em seu interior, como pode ser observado em maior ampliação nas Figuras 99 (a) e (b). Os *dimples* que não apresentam partículas intermetálicas em seu interior estão associados ao acúmulo de discordâncias e, por consequência, ao aumento da tensão local.

Figura 98 - Fractografia do corpo de prova ensaiado sob tração da liga AA6351-T6 obtida por MEV- 30X.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 99 - Fractografia obtida por MEV mostrando a morfologia dos *dimples* em um corpo de prova ensaiado sob tração da liga AA6351-T6. (a) 500X e (b) 3000X.

Fonte: Arquivo pessoal.

Assim como observado para a liga AA6351 na condição T6, a superfície de fratura dos corpos de prova da mesma liga na condição T6I4 ensaiados sob tração (Figura 100) também apresentam o mecanismo transgranular de fratura com a superfície repleta de *dimples* (Figuras 101 (a) e (b)).

Figura 100 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova ensaiado sob tração da liga AA6351-T6I4 – 30X.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 101 - Fractografia obtida por MEV mostrando a morfologia dos *dimples* em um corpo de prova ensaiado sob tração da liga AA6351-T6I4. (a) 500X e (b) 2000X.

Fonte: Arquivo pessoal.

Pode-se observar ainda para a condição AA6351-T6I4 a presença de trincas intergranulares, indicadas por setas (Figuras 102 (a) e (b)), como o resultado do tamanho de grão grosseiro que esta condição apresenta, o que gera uma deformação heterogênea e assim uma maior concentração de tensão nessas localizações. Para a condição AA6351-T6, que apresenta granulometria fina, não foram observadas trincas intergranulares.

Figura 102 - Fractografia obtida por MEV mostrando trincas intergranulares no corpo de prova ensaiado sob tração da liga AA6351-T6I4. (a) 300X e (b) 100X.

Fonte: Arquivo pessoal.

4.6.2. Liga AA7050 nas condições T7451 e T6I4

A Figura 103 apresenta a superfície de fratura de um corpo de prova ensaiado sob tração da liga AA7050-T7451. Alguns mecanismos básicos de fratura podem ser observados e serão discutidos a seguir.

Figura 103 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova ensaiado sob tração da liga AA7050-T7451 – 30X.

Fonte: Arquivo pessoal.

Em vários pontos da superfície de fratura observa-se a decoesão de partículas constituintes grosseiras ($\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$), como pode ser observado na Figura 104. É conhecido que o primeiro evento de fratura, que trata-se da fratura de partículas constituintes, interfere significativamente no nível de tenacidade do material. Como as partículas intermetálicas são muito frágeis, sua fratura ou decoesão podem ocorrer nos primeiros estágios da deformação plástica, promovendo a iniciação do dano. Dessa forma, a maioria das partículas são danificadas muito tempo antes da ocorrência da fratura macroscópica do

material (DUMONT; DESCHAMPS; BRECHET, 2003). Essas partículas fraturadas iniciam cavidades, as quais crescem e coalescem resultando na fratura final quando a intensidade crítica de tensão é alcançada (TELESMAN, 1984). Na Figura 105 pode-se observar o mecanismo de fratura transgranular dúctil por cisalhamento (DUMONT; DESCHAMPS; BRECHET, 2003).

Figura 104 – Fractografia obtida por MEV mostrando a fratura de partículas intermetálicas na liga AA7050-T7451 - (a-c) 3000X; (d) 5000X.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 105 – Fractografia obtida por MEV mostrando a fratura transgranular dúctil por cisalhamento - liga AA7050-T7451 - (a) 300X; (b) 3000X.

Fonte: Arquivo pessoal.

As Figuras 106 (a) e (b) são correspondentes à região central da superfície de fratura. Nesta região pode-se observar a ocorrência dos mecanismos de fratura transgranular e intergranular. O primeiro é caracterizado por *dimples*, os quais apresentam ou não partículas constituintes em seu interior e o segundo é caracterizado por superfícies relativamente lisas, revelando a estrutura inicial dos grãos como pode ser observado na ampliação mostrada na Figura 106 (b) (DUMONT; DESCHAMPS; BRECHET, 2003). A presença do mecanismo de fratura intergranular na condição T7451 foi relacionada previamente na literatura com a presença de zonas livres de precipitados (ZLP) nos contornos de grãos (DESHPANDE et al.,

1998), uma vez que essas regiões possuem menor dureza em relação à matriz e assim são propensas à deformação localizada (TELESMAN, 1984).

Figura 106 – Fractografia obtida por MEV do corpo de prova da liga AA7050-T7451 - (a) 500X; (b) 2000X.

Fonte: Arquivo pessoal.

A superfície de fratura da liga AA7050 na condição T6I4 (Figura 107) apresenta uma maior quantidade de *dimples* quando comparada com a liga na condição T7451, ou seja, apresenta um aspecto mais dúctil (Figuras 108-110).

Figura 107 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova ensaiado sob tração da liga AA7050-T6I4 – 30X.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 108 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova ensaiado sob tração da liga AA7050-T6I4 mostrando a presença de *dimples* – 100X.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 109 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova ensaiado sob tração da liga AA7050-T6I4 mostrando a presença de *dimples* – 3000X.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 110 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova ensaiado sob tração da liga AA7050-T6I4 mostrando a presença de *dimples* – 3000X.

Fonte: Arquivo pessoal.

Assim como para a condição T7451, a superfície de fratura para a condição T6I4 também apresenta partículas intermetálicas ($\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$) fraturadas e indicadas por setas

vermelhas nas Figuras 111 (a) e (b). Por outro lado, não foi observado o mecanismo de fratura intergranular para a condição T6I4.

Figura 111 – Fractografia obtida por MEV do corpo de prova ensaiado sob tração mostrando a fratura de partículas intermetálicas na superfície de fratura da liga AA7050-T6I4 (a-b) 3000X.

Fonte: Arquivo pessoal.

4.7 ANÁLISES FRACTOGRÁFICAS DA SUPERFÍCIE DE FRATURA DE FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA DOS CORPOS DE PROVA SEM ENTALHE

4.7.1 Liga AA6351 nas condições T6 e T6I4 - sem entalhe ($\sigma_{max}=177$ MPa)

As Figuras 112 e 113 mostram a superfície de fratura das amostras sem entalhe da liga AA6351 nas condições T6 (Figura 112) e T6I4 (Figura 113) ensaiadas sob fadiga de alto ciclo com tensão máxima (σ_{max}) de 177 MPa. A vida em fadiga foi de 457.800 ciclos para o corpo de prova da liga AA6351 na condição T6 e de 56.600 ciclos para o corpo de prova na condição T6I4.

A superfície de fratura da Figura 112 mostra 3 regiões definidas: a região de nucleação da trinca (o principal sítio de nucleação de trinca está indicado por uma seta), a região de propagação e a região de fratura final. A área de fratura final é relativamente mais grosseira apresentando uma deformação plástica óbvia e características de rasgamento (XU et al., 2012). Na Figura 113, a superfície de fratura apresenta os principais sítios de nucleação de trincas em lados opostos (indicados por setas no lado direito e esquerdo), e dessa forma, as trincas principais propagaram em direção ao centro, até que a fratura final ocorreu nesta região. Além disso, o corpo de prova da liga AA6351 na condição T6 apresenta um número

menor de sítios principais de nucleação de trincas comparado com o corpo de prova da mesma liga na condição T6I4. Essas características mencionadas para os corpos de prova de cada condição, também são observadas na superfície de fratura dos demais corpos de prova analisados por microscopia eletrônica de varredura.

Figura 112 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova da liga AA6351-T6 ensaiado sob fadiga 40X ($\sigma_{max} = 177$ MPa).

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 113 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova da liga AA6351-T6I4 ensaiado sob fadiga – 40X ($\sigma_{max} = 177$ MPa).

Fonte: Arquivo pessoal.

Nas Figuras 114 e 115 alguns dos principais sítios de nucleação de trincas, relacionados a partículas intermetálicas (setas vermelhas) são mostrados em alta ampliação. Estas partículas, constituídas principalmente por Fe, Si e Mn, quando localizadas próximas à superfície do corpo de prova, agem como concentradores de tensão, os quais facilmente podem originar uma trinca por fadiga.

Figura 114 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova da liga AA6351-T6 ensaiado sob fadiga, mostrando a presença de partículas intermetálicas nas proximidades dos sítios de nucleação de trincas – 3000X ($\sigma_{max} = 177$ MPa).

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 115 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova da liga AA6351-T6I4 ensaiado sob fadiga, mostrando a presença de partículas intermetálicas nas proximidades dos sítios de nucleação de trincas – 3000X ($\sigma_{max} = 177$ MPa).

Fonte: Arquivo pessoal.

A superfície de fratura dos corpos de prova da liga AA6351 na condição T6I4, além das partículas intermetálicas, apresenta facetas planas (Figuras 116 (a) e (b)) que muitas vezes são observadas próximas aos sítios principais de nucleação de trinca. Essas facetas planas aparentemente estão relacionadas à separação de contornos de grãos, devido à alta deformação local presente nesses contornos, em função do tamanho de grão grosseiro quando comparado com a condição T6. Além disso, o menor tamanho de grão apresentado pela condição T6, reduz a heterogeneidade do deslizamento, o que aumenta a resistência à iniciação da trinca em relação à condição T6I4 (TELESMAN, 1984).

Figura 116 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova da liga AA6351-T6I4 ensaiado sob fadiga, mostrando facetas planas próximas a alguns sítios de nucleação de trincas - (a) 150X e (b) 3000X ($\sigma_{max} = 177$ MPa).

Fonte: Arquivo pessoal.

O espaçamento entre as estrias corresponde ao avanço da ponta da trinca por fadiga durante o carregamento cíclico sendo considerado a principal característica da superfície de fratura por fadiga. As Figuras 117 e 118 (a-c) apresentam as estrias por fadiga na superfície de fratura dos corpos de prova da liga AA6351 nas condições T6 (Figura 117) e T6I4 (Figura 118 (a-c)). Na Figura 117 o espaçamento médio entre estrias é de aproximadamente 586 nm e as estrias são orientadas em direção radial ao principal sítio de nucleação (lado esquerdo). Nas Figuras 118 (a-c) as estrias encontram-se orientadas com direção radial aos principais sítios de nucleação de trinca que estão localizados no lado direito e no lado esquerdo do corpo de prova da liga AA6351 na condição T6I4. O espaçamento médio entre as estrias na superfície de fratura neste corpo de prova foi de aproximadamente 381 nm. Ainda nas Figuras 117 e 118 pode-se verificar que em algumas áreas ocorre o trincamento entre as estrias, indicando uma maior fragilização do material nessas áreas. Estas trincas se

desenvolvem após a passagem da trinca principal e são resultantes do estado de tensão local. Elas frequentemente se abrem em um plano perpendicular ao plano da propagação (MILELLA, 2013).

A heterogeneidade observada em diferentes áreas da superfície de fratura dos corpos de prova da liga AA6351-T6I4 está relacionada a uma grande heterogeneidade de deformação, resultante do maior tamanho de grão da liga AA6351 nessa condição de tratamento térmico quando comparada com a condição T6.

Figura 117 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova da liga AA6351-T6 ensaiado sob fadiga, mostrando estrias – 5000X ($\sigma_{max} = 177$ MPa).

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 118 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova da liga AA6351-T6I4 ensaiado sob fadiga, mostrando estrias - (a e b-5000X), c (3000X) ($\sigma_{max} = 177$ MPa).

Fonte: Arquivo pessoal.

Nas Figuras 119 (a) e (b) são observados os *dimples* relacionados ou não a partículas intermetálicas na área de fratura final dos corpos de prova da liga AA6351 nas condições T6 e T6I4, respectivamente. Os *dimples* são associados à deformação, e assim, aos principais sistemas de deslizamentos da estrutura cristalina. O deslizamento ocorre, de modo preferencial, segundo os planos cristalográficos que possuem maior densidade atômica e na direção cristalográfica mais compacta pertencente a este plano. Considerando que os planos de maior densidade atômica apresentam-se de modo mais espaçado entre si, a resistência destes planos é menor em relação a outros conjuntos de planos cristalográficos. A direção e o plano de deslizamento, compõem o sistema de deslizamento. O alumínio possui estrutura cristalina CFC, para a qual os planos octaédricos $\{111\}$ e as direções $\langle 110 \rangle$ formam os sistemas compactos. Há oito planos $\{111\}$ na célula unitária CFC, entretanto, os planos das faces opostas do octaedro são paralelos entre si, resultando em apenas quatro grupos de planos octaédricos. Cada plano $\{111\}$ apresenta 3 direções $\langle 110 \rangle$, e assim, 12 sistemas de deslizamento são observados na estrutura CFC (DIETER, 1988).

Figura 119 - Fractografia obtida por MEV do corpo de prova da liga AA6351-T6 ensaiado sob fadiga, mostrando *dimples* - (a-b) 5000X ($\sigma_{max} = 177$ MPa).

Fonte: Arquivo pessoal.

4.7.2 Liga AA7050 nas condições T7451 e T6I4 - sem entalhe ($\sigma_{max}=283$ Mpa)

A superfície de fratura dos corpos de prova da liga AA7050 nas condições T7451 e T6I4 são apresentados nas Figuras 120 (a) e (b), respectivamente. Os corpos de prova foram ensaiados a 283 MPa e em sua superfície de fratura é possível observar as regiões de

nucleação da trinca (alguns dos principais sítios de nucleação de trincas encontram-se indicados por setas), de propagação da trinca e de fratura final.

Figura 120 - Fractografias obtidas por MEV dos corpos de prova da liga AA7050 (a) T7451 e (b) T6I4 ensaiados sob fadiga – 40X ($\sigma_{max} = 283$ MPa).

Fonte: Arquivo pessoal.

A vida em fadiga do corpo de prova da liga AA7050 na condição T7451 foi de 99.300 ciclos e a vida em fadiga do corpo de prova da liga na condição T6I4 foi de 90.300 ciclos. Os principais sítios de nucleação observados nos corpos de prova da liga AA7050 nas duas condições de tratamento térmico estão relacionados a partículas intermetálicas ou a aglomerados de partículas intermetálicas (setas pretas) próximas à superfície do corpo de prova (Figuras 121 (a) e (b)), como discutido anteriormente. Esta observação está de acordo com os trabalhos de Gupta e Agnew (2011) e Wei et al. 2013, segundo os quais, os aglomerados de partículas constituintes ou partículas singulares mostram-se como os sítios de nucleação de trincas dominantes na liga AA7050 (GUPTA; AGNEW, 2011; WEI et al. 2013). Vários estudos reportaram que as partículas intermetálicas, das quais as trincas se iniciam são comumente localizadas em regiões muito próximas à superfície do corpo de prova (GUPTA; AGNEW, 2011; PAYNE; WELSH, 2010; XUE; KADIRI, 2007; WEILAND; NARDIELLO, 2009).

Figura 121 - Fractografia obtida por MEV dos corpos de prova da liga AA7050 (a) T7451 e (b) T6I4 ensaiados sob fadiga, mostrando sítios de nucleação de trincas - (a) 3000X e (b) 5000X ($\sigma_{max} = 283$ MPa).

Fonte: Arquivo pessoal.

Nas Figuras 122 (a) e (b) podem ser observadas as estrias na superfície de fratura dos corpos de prova da liga AA7050 nas condições T7451 e T6I4, respectivamente. No corpo de prova da liga AA7050-T7451 o espaçamento médio entre as estrias foi de aproximadamente 565 nm, enquanto para o corpo de prova da liga AA7050-T6I4, o espaçamento médio entre as estrias foi de 534 nm.

Figura 122 - Fractografia obtida por MEV dos corpos de prova da liga AA7050 (a) T7451 e (b) T6I4 ensaiados sob fadiga, mostrando estrias - (a-b) 7000X ($\sigma_{max} = 283$ MPa).

Fonte: Arquivo pessoal.

4.8 ANÁLISES FRACTOGRÁFICAS DA SUPERFÍCIE DE FRATURA DE FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA DOS CORPOS DE PROVA ENTALHADOS

4.8.1 Liga AA6351 nas condições T6 e T6I4 ($\sigma_{\max} = 104$ MPa).

Nas Figuras 123 (a) e (b) pode ser visualizada a superfície de fratura dos corpos de prova entalhados da liga AA6351 nas condições T6 (175.000 ciclos) e T6I4 (238.700 ciclos) respectivamente. Nessas Figuras as setas indicam alguns dos principais sítios de nucleação de trincas e também pode-se verificar as áreas de propagação e de fratura final.

Figura 123 - Fractografia obtida por MEV dos corpos de prova entalhados da liga AA6351 (a) T6 e (b) T6I4 ensaiados sob fadiga – 40X ($\sigma_{\max} = 104$ MPa).

Fonte: Arquivo pessoal.

Os principais sítios de nucleação de trincas por fadiga (indicados por setas) encontram-se do lado esquerdo do corpo de prova da liga AA6351 na condição T6 (Figura 123(a)). Na superfície de fratura do corpo de prova da condição T6I4 (Figura 123 (b)), os principais sítios de nucleação de trinca por fadiga encontram-se no lado direito e esquerdo, de modo que as trincas propagaram até a região central onde ocorreu a fratura final, assim como foi observado para os corpos de prova sem entalhe. As Figuras 124 (a-d) mostram imagens com maior ampliação de alguns dos principais sítios de nucleação de trincas observados na superfície de fratura dos corpos de prova entalhados da liga AA6351 nas duas condições estudadas. Assim como foi observado para os corpos polidos, os sítios de nucleação de trincas são associados a partículas intermetálicas presentes na raiz do entalhe.

Figura 124 - Fractografia obtida por MEV dos corpos de prova entalhados da liga AA6351 (a-b-2000X) T6 e (c-d; 3000X e 1500X, respectivamente) T6I4 ensaiados sob fadiga, mostrando sítios de nucleação de trincas ($\sigma_{max} = 104$ MPa).

Fonte: Arquivo pessoal.

As ampliações de estrias observadas na superfície de fratura dos corpos de prova entalhados da liga AA6351 (T6 e T6I4) podem ser observadas nas Figuras 125 (a - b). O corpo de prova da liga AA6351 na condição T6 apresentou espaçamento médio entre estrias de 335 nm e o corpo de prova da AA6351 na condição T6I4 apresentou espaçamento médio entre estrias de 366 nm. Como mencionado anteriormente, o espaçamento entre estrias adjacentes é correlacionado com a taxa de crescimento da trinca e deste modo, pode-se dizer que os dois corpos de prova em questão, apresentam uma taxa de propagação de trinca semelhante.

Figura 125 - Fractografia obtida por MEV dos corpos de prova entalhados da liga AA6351 (a) T6 e (b) T6I4, mostrando estrias – 5000X ($\sigma_{max} = 104$ MPa).

Fonte: Arquivo pessoal.

4.8.2 Liga AA7050 nas condições T7451 e T6I4 ($\sigma_{max} = 104$ MPa).

As superfícies de fratura dos corpos de prova da liga AA7050 nas condições T7451 e T6I4 podem ser verificadas nas Figuras 126 (a) e (b), respectivamente, nas quais as setas indicam alguns dos principais sítios de nucleação de trincas e também pode-se verificar as áreas de propagação e de fratura final. A vida em fadiga do corpo de prova na condição T7451 é de 113.200 ciclos e do corpo de prova na condição T6I4 é de 417.800 ciclos.

Figura 126 - Fractografia obtida por MEV dos corpos de prova entalhados da liga AA7050 (a) T7451 e (b) T6I4 – 40X ($\sigma_{max} = 104$ MPa).

Fonte: Arquivo pessoal.

Os principais sítios de nucleação de trincas nos corpos de prova com entalhe da liga AA7050 nas condições T7451 (Figura 127 (a-b)) e T6I4 (Figuras 127 (c-d)), também estão relacionados a partículas intermetálicas grosseiras nas proximidades da raiz do entalhe.

Figura 127 - Fractografia da superfície de fratura do corpo de prova entalhado da liga AA7050-T7451 (a-b) AA7050-T6I4 (c-d) obtidas por MEV, mostrando sítios de nucleação de trincas – 3000X ($\sigma_{max} = 104$ MPa).

Fonte: Arquivo pessoal.

As Figuras 128 (a - b) apresentam as ampliações das estrias observadas na superfície de fratura dos corpos de prova entalhados da liga AA7050 (T7451 e T6I4), respectivamente. O espaçamento médio entre estrias na superfície de fratura do corpo de prova da liga AA7050-T7451 foi de 771 nm, enquanto para o corpo de prova da condição AA7050-T6I4 foi de 555 nm, indicando uma taxa de propagação mais lenta para o corpo de prova da liga AA7050-T6I4.

Figura 128 - Fractografia obtida por MEV dos corpos de prova entalhados da liga AA7050 (a) T7451 e (b) T6I4, mostrando estrias – 5000X ($\sigma_{max} = 104$ MPa).

Fonte: Arquivo pessoal.

CONCLUSÕES

- Na condição AA6351-T6, a densidade de precipitados endurecedores foi levemente maior do que na condição AA6351-T6I4, entretanto, estes precipitados apresentaram maior tamanho médio. Possivelmente, esta característica da condição AA6351-T6I4 foi resultante do fato de as condições (180°C-1h) da primeira etapa do envelhecimento interrompido não terem sido suficientes para a nucleação de um maior número de precipitados, de modo que o crescimento foi mais eficiente do que a nucleação, resultando em um maior tamanho médio para os mesmos. Para a liga AA7050, a condição T6I4 resultou em uma maior densidade de precipitados endurecedores em menor tamanho, quando comparada com a condição T7451. Esta característica é resultante do fato de que, para esta liga, a etapa de envelhecimento interrompido (T6I4) em menor temperatura (65°C), foi mais efetiva na nucleação do que no crescimento dos precipitados endurecedores.
- A liga AA6351 na condição T6I4 apresentou um menor valor de dureza em relação à condição T6. Esse menor valor de dureza é resultante do maior tamanho médio de precipitados endurecedores e do maior tamanho de grãos que esta condição possui. Os valores de dureza obtidos para as duas condições de tratamento térmico (T7451 e T6I4) da liga AA7050 foram similares.
- Os resultados dos ensaios de tração mostraram que a condição T6I4, para a liga AA6351 resultou em um aumento considerável dos valores de resiliência, tenacidade, alongamento e redução de área (ductilidade), entretanto foi observado um decréscimo dos valores de tensão limite de escoamento e resistência à tração. Este decréscimo dos valores de tensão limite de escoamento e resistência à tração é relacionado ao maior tamanho médio de grãos e de precipitados endurecedores que a condição AA6351-T6I4 apresenta. Por outro lado, para a liga AA7050, a condição T6I4 permitiu a obtenção de maiores valores de resiliência, tenacidade, alongamento e redução de área (ductilidade), sem que a queda dos valores de tensão limite de escoamento e de resistência à tração ocorresse. Este comportamento observado para a condição AA7050-T7451 é relacionado ao fato de que, ao mesmo tempo em que os precipitados endurecedores (em menor tamanho e em maior quantidade) exercem um maior efeito de impedimento ao movimento de discordâncias (o

que aumenta a resistência), esta condição também possui uma maior quantidade de discordâncias móveis (o que aumenta a ductilidade e a tenacidade do material).

- O estudo do comportamento de endurecimento por deformação das ligas conduzido pelo Modelo de Ludwik, mostrou que a liga AA6351-T6 apresentou o maior valor de coeficiente de resistência (K), o que está de acordo com os seus maiores valores de tensão limite de escoamento e de resistência à tração. Por outro lado, a liga AA6351-T6I4 apresentou o maior valor de parâmetro de encruamento (n), o que indica uma maior habilidade de acumular deformação plástica para esta condição. A liga AA7050-T6I4 apresentou os maiores valores de n e K quando comparada com a condição T7451. Para esta liga, esta observação é associada com a maior densidade de precipitados endurecedores com menor tamanho obtida na condição T6I4, que resulta em uma maior habilidade de impedimento ao movimento de discordâncias.

- O ajuste do modelo utilizando o Método da Máxima Verossimilhança para os resultados dos ensaios de fadiga dos corpos de prova não entalhados da liga AA6351 mostra que quanto maior a tensão máxima aplicada, mais se destaca a resistência à fadiga na condição T6. Para a liga AA7050 a resistência a fadiga dos corpos de prova não entalhados é semelhante nas duas condições de tratamento térmico.

- Os ensaios de fadiga dos corpos de prova entalhados mostraram que para a liga AA6351, as duas condições de tratamento térmicos apresentam um comportamento em fadiga semelhante. Para a liga AA7050, quanto menor a tensão máxima aplicada, mais se destaca a resistência à fadiga da liga na condição T6I4, quando comparada com a condição T7451.

- A liga AA6351-T6I4 apresentou uma menor sensibilidade ao entalhe quando comparada com a condição T6 no intervalo de 10^4 a 10^6 ciclos. A liga AA7050 na condição T6I4 apresenta menor sensibilidade ao entalhe, quando comparada com a condição T7451. A menor sensibilidade ao entalhe observada para as ligas AA6351 e AA7050 na condição de envelhecimento interrompido é resultante da maior ductilidade e tenacidade observadas para esta condição de tratamento térmico.

- As análises fractográficas da superfície de fratura tanto dos corpos de prova da liga AA6351 (T6 e T6I4) quanto da liga AA7050 (T7451 e T6I4) indicam que os principais sítios de nucleação de trincas são associados a partículas intermetálicas grosseiras próximas à superfície dos corpos de prova.

- As análises de Microscopia Eletrônica de Transmissão dos corpos de prova da liga AA6351 ensaiados sob fadiga, mostraram que na condição T6 há discordâncias alinhadas no sentido vertical e horizontal, enquanto outras encontram-se dispostas de maneira irregular na matriz de alumínio, sendo retidas por precipitados endurecedores. Ainda para esta condição foi observado o abaulamento de linhas de discordâncias por precipitados endurecedores adjacentes. Na condição AA6351-T6I4, a distribuição de discordâncias é irregular, com áreas de maior ou menor densidade de discordâncias, e presença de paredes de células de discordâncias e dipolos. A presença dos dipolos indica a ocorrência do mecanismo de ultrapassagem de precipitados por deslizamento com desvio de componentes em hélice de discordâncias. Aparentemente, a condição AA6351-T6, apresenta menor quantidade de discordâncias e deste modo, pode-se dizer que neste material ocorreu uma menor deformação quando comparado com a condição AA6351-T6I4, a qual apresentou uma maior quantidade de discordâncias, maior deformação e assim menor resistência a fadiga. Além disso, a liga AA6351 na condição T6I4 apresenta precipitados endurecedores em maior tamanho médio, que exercem uma menor resistência à movimentação de discordâncias, contribuindo para a redução da resistência a fadiga.

- As análises de Microscopia Eletrônica de Transmissão da AA7050 mostra uma distribuição heterogênea de discordâncias, como consequência de sua EDE relativamente alta (150-160 mJ/m²). Deste modo, células de discordâncias e paredes de células de discordâncias foram observadas dentro dos grãos da liga AA7050-T7451, além de discordâncias retidas por precipitados endurecedores em alguns pontos do material. Na condição AA7050-T6I4, foram verificadas discordâncias abauladas entre vários precipitados adjacentes, as quais contribuem com o aumento das tensões de atrito na rede e, por consequência, oferecem resistência ao movimento de discordâncias livres. Para esta condição, a estrutura de discordâncias, possivelmente, apresentou duas direções de deslizamento com desvio. Além disso, uma alta densidade de discordâncias em configuração de emaranhados foi identificada, sendo resultante da intensa movimentação, interação e multiplicação destes defeitos. A formação destes emaranhados está relacionada ao maior

valor de coeficiente de encruamento ($n=0,122$), que a liga AA7050-T6I4 apresenta, e assim a uma maior habilidade de acumular deformação plástica. Em adição, a maior densidade de precipitados endurecedores com menor tamanho (~6 vezes menor) presentes na condição T6I4, exerce um efeito de retenção ao movimento de discordâncias mais intenso do que na condição AA7050-T7451. A condição AA7050-T6I4 também apresenta anéis de discordâncias, os quais aumentam o endurecimento por deformação do material. Estas características melhoram as propriedades mecânicas da liga AA7050-T6I4, principalmente a tenacidade com a redução da taxa de propagação da trinca por fadiga.

- Foi verificado que o tratamento térmico utilizando a condição T6I4 é favorável para aplicações que envolvam a presença de concentradores de tensão, por proporcionar maiores valores de ductilidade e tenacidade, e assim em uma menor sensibilidade ao entalhe.
- Como sugestão de trabalhos futuros, torna-se interessante a obtenção das curvas de envelhecimento das duas ligas estudadas na condição T6I4, com as respectivas análises das características microestruturais de amostras referentes a diferentes tempos de envelhecimento. Estas informações podem permitir a obtenção das melhores combinações de tempo e temperatura para as duas etapas do envelhecimento interrompido das ligas AA6351 e AA7050, bem como a obtenção da melhor combinação possível de propriedades mecânicas das ligas estudadas.

REFERÊNCIAS

ACER, E.; ÇADIRLI, E.; EROL, H. KIRINDI, T.; GÜNDÜZ, M. Effect of heat treatment on the microstructures and mechanical properties of Al-5.5Zn-2.5Mg alloy. **Materials Science and Engineering A**, v. 662, p. 144-156, 2016.

ANDERSEN, S.J.; ZANDBERGEN, H.W.; JANSEN J.; TRAEHOLT, C.; TUNDAL, U. REISO, O. The crystal structure of the β'' phase in Al-Mg-Si alloys. **Acta Materialia**, v. 46, p. 3283-3298, 1998.

AFONSO, C. R. M.; BETTINI, J. **Procedimento para preparação de amostras metálicas (lâminas finas) para TEM através do PIPS**. 14/07/2011. Disponível em: http://lnnano.cnpem.br/wp-content/uploads/2011/08/PIPS_completo1.pdf>. Acesso em: 02 mar 2016.

ALCOA. **Ligas e têmperas de extrusão**. Disponível em: https://www.alcoa.com/brasil/pt/resources/pdf/industria/catalogo_extrusao2010.pdf>. Acesso em: 22 out 2013.

AL-RUBAIE, K. S.; BARROSO, E. K. L.; GODEFROID, L.B. Fatigue crack growth analysis of pre-strained 7475-T7351 aluminum alloy. **International Journal of Fatigue**, v.28, p. 934-942, 2006.

ASM international handbook. **Properties and selection: nonferrous alloys and special-purpose materials**. 9th ed. Metals Park: ASM Internacional, 1990. v. 2.

_____. **Mechanical testing**. 9th ed. Metals Park: ASM Internacional, 1985. v. 8.

_____. **Metallography and microstructures**. 9th ed. Metals Park: ASM Internacional, 1985. v. 9.

_____. **Failure analysis and prevention**. 9th ed. Metals Park: ASM Internacional, 1986. v. 11.

ASTM AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **B221-08**. Standard Specification for Aluminum and Aluminum-Alloy Extruded Bars, Rods, Wire, Profiles, and Tubes. In: ANNUAL book of ASTM standards. Philadelphia: ASTM, 2008.

ASTM AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **E739-10** Standard Practice for Statistical Analysis of Linear or Linearized Stress-Life (S-N) and Strain-Life (ϵ -N) Fatigue Data. In: ANNUAL book of ASTM standards. Philadelphia: ASTM, 2010.

ASTM AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **E8/E8M-11**. Standard test methods for tension testing of metallic materials. In: ANNUAL book of ASTM standards. Philadelphia: ASTM, 2011.

ASTM AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **E112-13** Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. In ANNUAL book of ASTM standards. Philadelphia: ASTM, 2013.

BAPTISTA, C. A. R. P. **Modelagem preditiva do comportamento de trincas de fadiga com aplicação ao titânio de pureza comercial**. 2000. 130 f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo – EEL/USP, Lorena, 2000.

BARTER, S. A.; MOLENT, L.; WANHILL, R. J. H. Typical fatigue-initiating discontinuities in metallic aircraft structures. **International Journal of Fatigue**, v. 41, p. 11- 22, 2012.

BATHIAS, C.; PINEAU, A. **Fatigue of materials and structures: fundamentals**. Hoboken, USA: Wiley, 2010.

BENDERSKY, L. A.; GAYLE, F. W. Electron diffraction using transmission electron microscopy. **Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology**. v. 106, p. 997-1012, 2001.

BENNETT, A.; WEINBERG, G. Fatigue notch sensitivity of some aluminum alloys. **Journal of Research of the National Bureau of Standards**. v. 52, p. 235-245, 1954.

BENEDETTI, M.; FONTANARI, V.; SANTUS, C.; BANDINI, M. Notch fatigue behaviour of shot peened high-strength aluminium alloys: experiments and predictions using a critical distance method. **International Journal of Fatigue**. v. 32, p. 1600-1611, 2010.

BIRBILIS, N.; CAVANAUGH, M. K.; BUCHHEIT, R. G. Electrochemical behavior and localized corrosion associated with Al_7Cu_2Fe particles in aluminum alloy 7075-T651. **Corrosion Science**, v. 48, p. 4202–4215, 2006.

BORGES, W. S.; COLOSIMO, E. A.; FREITAS, M. A. **Métodos estatísticos e melhoria da qualidade:** construindo confiabilidade em produtos. Caxambu: ABE - Associação Brasileira de Estatística, 1996.

BORREGO, L.P.; ABREU, L.M.; COSTA, J.M.; FERREIRA, J. M. Analyses of low cycle fatigue in AlMgSi aluminum alloys. **Engineering Failure Analyses**, v. 11, p. 715-725, 2004.

BUHA, J. **Interrupted ageing of Al-Mg-Si-Cu alloys.** 2005 PhD (Thesis) - University of New South Wales, 2005.

BUHA, J.; LUMLEY, R. N.; CROSKY, A. G.; HONO, K. Secondary precipitation in an Al-Mg-Si-Cu alloy. **Acta Materialia**, v. 55, p. 3015-3024, 2007.

BUHA J., LUMLEY R.N., CROSKY A.G. Secondary ageing in an aluminum alloy 7050, **Materials Science and Engineering**, 2008.

CAMILO, D. C. **Estudo da laminação criogênica e do envelhecimento natural na liga 7050: microestrutura e propriedades.** 2013. 124 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa 2013.

CARVALHO, A. L. M.; MARTINS, J. P.; SALVATI, E.; SUI, T.; KORSUNSKY, A. M. Fractography of fatigue cracks in aluminium alloy AA7050 subjected to interrupted ageing and retro-ageing heat treatments. **In: Proceedings of the INTERNATIONAL MULTICONFERENCE OF ENGINEERS AND COMPUTER SCIENTISTS (IMECS 2016)** March 16 - 18, 2016, Hong Kong.

CASTRO, J. T. P.; MEGGIOLARO, M. A. Fadiga: técnicas e práticas de dimensionamento estrutural sob cargas reais de serviço, v. 1-2, CreateSpace, 2009.

CHROMINSKI, W.; LEWANDOWSKA, M. Precipitations phenomena in ultrafine grained Al-Mg-Si alloy with heterogeneous microstructure. **Acta Materialia**, v. 103, p. 547-557, 2016.

COUTO, A. A.; MELO, N. M. P.; CABRAL NETO, A.; RAIA, F.; MACHADO, K. B. S. C. Estudo do comportamento em fadiga de ligas de alumínio endurecidas por precipitação. **In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS 18º**, (CBECiMat), Novembro 24-28, 2008, Porto de Galinhas, PE, Brasil, 2008.

CHEMIN, A.; MARQUES, D.; BISANHA, L.; MOTHEO, A. J.; BOSE FILHO, W. W.; RUCHERT, C. O. F. Influence of Al₇Cu₂Fe intermetallic particles on the localized corrosion of high strength aluminum alloys. **Materials and Design**, v. 53, p. 118–123, 2014.

CHEN, Y.; WEYLAND, M.; HUTCHINSON, C. R. The effect of interrupted aging on the yield strength and uniform elongation of precipitation-hardened Al alloys. **Acta Materialia**, v. 61, p. 5877- 5894, 2013.

CIAVARELLA, M.; MENEGHETTI, G. On fatigue limit in the presence of notches: classical vs. recent unified formulations. **International Journal of Fatigue**, 2004.

COTTRELL, A. H.; HULL, D. Extrusion and intrusion by cyclic slip in copper. **Proc. R. Soc. London**, v. 242A, p. 211-217, 1957.

CONWAY, J. B.; SJODAHL, L. H. **Analysis and representation of fatigue data**. Materials Park: ASM International-The Materials Information Society, 1991.

DESHPANDE, N.; GOKHALE, A. M.; DENZER, D. K.; LIU, J. Relationship between fracture toughness, fracture path, and microstructure of 7050 Aluminum Alloy: Part I. **Quantitative Characterization. Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 29, n 4, p. 1191-1201, 1998.

DIETER, G. E. **Mechanical metallurgy**. 3rd ed. Boston: McGraw-Hill, 1988.

DIRRAS, G.F.; DONNADIEU, P.; DOUIN, J. Dislocation/precipitate interaction mechanisms in 6xxx aluminum alloys. **Problems in Materials Science**, v. 1, p. 33-40, 2003.

DOIG, P.; EDINGTON, J. W.; HIBBERT, G. Measurement of Mg supersaturations within precipitate-free zones in Al-Zn-Mg alloys. **Philosophical Magazine**, v. 28, p. 971-981, 1973.

DOWLING, E. M. **Mechanical behavior of materials: engineering methods for deformation, fracture and fatigue**. 3rd ed. New Jersey: Prentice Hall, 2007.

DU, Z. W; SUN, Z. M.; SHAO, B. L.; ZHOU, T. T.; CHEN, C. Q. Quantitative evaluation of precipitates in an Al-Zn-Mg-Cu alloy after isothermal aging. **Materials Characterization**, v. 56, p. 121-128, 2006.

DUMONT, D.; DESCHAMPS, A.; BRECHET, Y. On the relationship between microstructure, strength and toughness in AA7050 aluminum alloy. **Materials Science and Engineering A**, v. A356, p. 326-336, 2003.

DUQUESNAY, D. L.; TOPPER, T. H.; YU, M. T. The effect of notch radius on the fatigue notch factor and the propagation of short cracks. **Mechanical Engineering Publications**, p. 323-335. 1986,

EDWARDS, G. A.; STILLER, K. DUNLOP, G. L.; COUPER, M. J. The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys. **Acta Materialia**, v. 46, p. 3893-3904, 1998.

FALLAH, V.; LANGELIER, B.; OFORI-OPOKU, N.; RAEISINIA, B.; PROVATAS, N.; ESMAEILI, S. Cluster evolution mechanisms during aging in Al-Mg-Si alloys. **Acta Materialia**, v. 103, p. 290 - 300, 2016.

FÀRE, S.; LECIS, N.; VEDANI, M. Aging behaviour of Al-Mg-Si alloys subjected to severe plastic deformation by ECAP and cold asymmetric rolling. **Journal of Metallurgy**, 2011.

FARIAS-AZEVEDO, C. R.; HIPPERT, E. Fracture of an aircraft's landing gear. **Engineering Failure Analysis**, v. 9, 265 - 275, 2002.

FENGMEI, X.; FUGUO, L.; JUAN, F.; JIANG, L.; ZHANWEI, Y. Experiments and simulations on tensile properties and fracture toughness of 7050-T7451 aluminum alloy hole specimens. **Rare Metal Materials and Engineering**, v. 42, 1767-1772, 2013.

FONSECA Jr., T. M. I.; MAGNABOSCO, R. Evaluation of methods for estimating fatigue properties applied to stainless steels and aluminum alloys. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, v. 9, p. 284-293, 2012.

FONSECA Jr., T. M. I. **Métodos de discussão da curva-deformação vida em fadiga para as ligas de alumínio AA 6261-T6 e AA6351-T6**. 2003. 120 f. Dissertação (Mestrado) Universidade Estadual de Campinas-Faculdade de Engenharia Mecânica, Campinas, 2003.

GONÇALVES, C. S. **Efeito do processo de nitretação sob plasma no comportamento em fadiga térmica dos aços ferramenta para moldes para injeção de alumínio sob pressão**. 2012. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo – USP, São Paulo, 2012.

GOODHEW, P. J.; FRETWELL, A.; TANOVICIAN, B.; JONES, I.; GREEN, A.; BROOK, D. **Electron diffraction**. Matter, Materials Teaching Educational Resources. University of Liverpool. Disponível: <http://www.matter.org.uk/diffraction/geometry/2D_reciprocal_lattices.htm>. Acesso em: 28 mar 2016.

GOODHEW, P. J.; HUMPHREYS, J.; BEANLAND, L. **Electron microscopy and analysis**. 3rd ed. Londres: Taylor & Francis, 2001.

GROSSKREUTZ, J. C. Fatigue mechanisms in the sub-creep range. In: METAL fatigue damage: mechanism, detection, avoidance and repair [S.L.]: American Society for Testing and Materials, p. 5-60, 1971, ASTM STP 495.

GUPTA, A.K.; LOYD, D. J.; COURT, S. A. Precipitation hardening in Al–Mg–Si alloys with and without excess Si. **Materials Science and Engineering A**, v. 316, p. 11-17. 2001

GUPTA, V. K.; AGNEW, S. R. Fatigue crack surface crystallography near crack initiating particle clusters in precipitation hardened legacy and modern Al–Zn–Mg–Cu alloys. **International Journal of Fatigue**, v. 33, p. 1159 - 1174, 2011.

HASTING, H. S.; FROSETH, A. G.; ANDERSEN, S. J.; VISSERS, J. C. W. R.; MARIOARA, C.D.; DANOIX, F.; LEFEBVRE, W.; HOLMESTAD, R. Composition of β'' precipitates in Al–Mg–Si alloys by atom probe tomography and first principles calculations. **Journal of Applied Physics**. v. 106, 2009.

HATCH, J. E. Aluminium: properties and physical metallurgy. Metals Park: American Society for Metals, 1984.

HERTZBERG, R. W. Deformation and fracture mechanics of engineering materials. 4th. New York: John Wiley & Sons, 1995. 786 p.

HIROSAWA, S.; OGURI, Y.; SATO, T. Experimental and computational investigation of formation of precipitate free zones in an Al–Cu Alloy. **Materials Transactions**, v. 46, p. 1230-1234. 2005.

JACUMASSO, S. C. **Caracterização microestrutural das partículas de segunda fase de uma liga de alumínio AA 7050 nas condições T7451, T6 e T6I4-65**. 2014. 112f. Dissertação (Mestrado). Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2014.

JIANG, F.; ZUROB, H. S.; PURDY, G. R.; ZHANG, H. Characterizing precipitate evolution of an Al–Zn–Mg–Cu based commercial alloy during artificial aging and non-isothermal heat treatments by in situ electrical resistivity monitoring. **Materials Characterization**, v. 117, p. 47-56, 2016;

KARRY, R. W.; DOLAN, T. J. **Influence of grain size on fatigue notch-sensitivity**. 1963 preprint. American Society for Testing Materials-ASTM, Race St., Philadelphia 3, Pa., 1916.

KLEEMOLA, H. J.; NIEMINEN, M. A. On the strain-hardening parameters of metals. **Metallurgical Transactions**, v. 5, 1974.

KLESNIL, M.; LUKAS, P. **Fatigue of metallic materials**. Amsterdam: Elsevier, 1992.

LI, JINXIA. **The effect of microstructure and texture on high cycle fatigue properties of Al alloys**. 2007. 201 f. Thesis (Doctorate) - University of Kentucky - Lexington, Kentucky, 2007.

LI, S.; HUANG, Z.; CHEN, W.; LIU, Z.; QI, W. Quench sensitivity of 6351 aluminum alloy. **Trans. Nonferrous Met. Soc. China**, v. 23, p. 46-52, 2013.

LIMA, L. O. R.; JACUMASSO, S. C.; CARVALHO, A. L. M. Influence of secondary ageing on mechanical properties of an AA7050 aluminum alloy. In: INTERNATIONAL CONGRESS OF MECHANICAL ENGINEERING (COBEM 2013) 22., November 3-7, 2013, Ribeirão Preto, SP, Brazil.

LIMA, L. O. R.; JACUMASSO, S. C.; RUCHERT, C. O. F. T.; MARTINS, J. P.; CARVALHO, A. L. M. Study of the effects of two-step ageing heat treatment on fatigue crack growth on an AA 7050 aluminum alloy. **Advanced Materials Research**, v. 1111, p. 891-892, 2014.

LIN, J. C.; LIAO, H. L.; JEHNG, W.D.; CHANG, C. H.; LEE, S. L. Effect of heat treatments on the tensile strength and SCC-resistance of AA7050 in an alkaline saline solution. **Corrosion Science**. v. 48, p. 3139 -3156, 2006.

LIU, J.; ZHANG, Q.; ZUO, Z.; XIONG, Y. Effect of fatigue behavior on microstructural features in a cast Al-12Si-CuNiMg alloy under high cycle fatigue loading. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 22, p. 3834-3839, 2013.

LUKÁS, P.; KUNZ, L. Cyclic slip localisation and fatigue crack initiation in fcc single crystals. **Materials Science and Engineering**, p. 75-80, 2001.

LUMLEY, R. N.; BUHA, J.; POLMEAR, I. J.; MORTON, A. J.; CROSKY, A. G. Secondary Precipitation in aluminium alloys and its role in modern heat treatment. **Materials Science Forum**, v. 519-521, p. 283-290, 2006.

LUMLEY, R.N.; POLMEAR, I.J.; MORTON, A.J. Control of secondary precipitation to improve the performance of aluminium alloys. **Materials Science Forum**, v. 396-402, p. 893-898, 2002.

MA, K.; HU, T.; YANG, H.; TOPPING, T.; YOUSEFIANI, A.; LAVERNIA, E. J.; SCHOENUNG, J. M. Coupling of dislocations and precipitates: impact on mechanical behavior of ultrafine grained Al-Zn-Mg alloys. **Acta Materialia**, v. 103, p.153-164, 2016.

MADURO, L. P. **Efeitos da razão de carregamento, da orientação da trinca e da pré-deformação no comportamento de trincas de fadiga na liga Al 2524-T3**. 2008. 107 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, EEL-USP, Lorena, 2008.

MAKKONEN, M. Predicting the local fatigue life in metals. **International Journal of Fatigue**, v. 31, p. 1163-1175, 2009.

MAN, J.; JING, L.; JIE, S. G. The effects of Cu addition on the microstructure and thermal stability of an Al-Mg-Si alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 437, p. 146-150, 2007.

MARCEAU, R. K. W.; SHA, G.; LUMLEY, R. N.; RINGER, S. P. Evolution of solute clustering in Al-Cu-Mg alloys during secondary ageing. **Acta Materialia**, v. 58, p. 1795-1805, 2010.

MCDOWELL, D. L. Basic issues in the mechanics of high cycle metal fatigue. **International Journal of Fracture**, v. 80, p. 103-145, 1996.

MEGGIOLARO, M. A.; MIRANDA, A. C. O.; CASTRO, J. T. P. Short crack threshold estimates to predict notch sensitivity factor in fatigue. **International Journal of Fatigue**, 2007.

METALS Handbook. 9th ed. Metals Park: ASM International, 1989. v. 8.

MILELLA, P. P. **Fatigue and corrosion in metals: morphological aspects of fatigue crack formation and growth**. Milano: Springer, 2013

MILKEREIT, B.; KESSLER, O.; SCHICK, C. Recording of continuous cooling precipitation diagrams of aluminium alloys. **Thermochimica Acta**, v. 492, p. 73-78, 2009.

MOLENT, L.; BARTER, S. A.; WANHILL, R. J. H. **The lead crack fatigue lifing framework**. Report. Netherlands: Australian Government - Department of defence. Defence Science and Technology Organization, 2010.

MOLENT, L. Fatigue crack growth from flaws in combat aircraft. **International Journal of Fatigue**, v. 32, p. 639–649, 2010.

MORETO, J. A.; MOTA, J. N. C.; ROSSINO, L. S.; BOSE FILHO, W. W.; MOREIRA, M. F.; FERNANDES, J. C. S. ROCHA, L. A. Estudo do efeito do transporte de massa nas curvas de polarização potenciodinâmica em ligas de alumínio da série 7XXX de aplicação aeronáutica. **Revista Brasileira de Física Tecnológica Aplicada**, v. 1, n.1, maio/ junho, 2014.

MOSINYI, B.R.; BAKUCKAS, J.G.; AWERBUCH, J.; LAU, A.C.; TAN, T.M. Experimental and analytical characterization of damage growth in fuselage structure during full-Scale fatigue testing. In: INTERNATIONAL FATIGUE CONGRESS, 9., 2006. Atlanta, USA. Oxford: Elsevier, 2006.

MRÓWKA-NOWOTNIK, G.; SIENIAWSKI, J. Influence of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of 6005 and 6082aluminum alloys. **Journal of Materials Characterization**, v. 58, p. 312-317, 2005.

MURAYAMA, M.; HONO, K. Pre-precipitate clusters and precipitation processes in Al-Mg-Si alloys, **Acta mater.** v. 47, p. 1537-1548, 1999.

NANNINGA, N. E. **High cycle fatigue of AA6082 and AA6063 aluminum extrusions**. Doctor of philosophy (Materials Science and Engineering), Michigan Technological University, 2008.

NIST/SEMATECH. **Handbook of statistical methods**. National Institute of Standards and Technology. Disponível em: <<http://www.itl.nist.gov/div898/handbook/>>. Acesso em: 20 out 2011.

NUKALA, H. **Quantitative thickness mapping in High-angle anular dark-field (HAADF) Scanning transmission electron microscopy (STEM)**. 2008. 80 f. Thesis (Master's degree) University of Central Florida - College of Engineering and Computer Science, Orlando, 2008.

OLEA, C. A. W. **Caracterização por microscopia eletrônica do aço SAE 1141 microligado ao Nb**. 2002. 90 f. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2002.

OLIVEIRA, R. R. **Avaliação da tensão residual em alumínio 7050 conformado pelo processo peen forming**. Dissertação (Mestrado em Ciências) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, 2011.

OROWAN, E. In: SYMPOSIUM ON INTERNAL STRESS IN METALS AND ALLOYS, 1948, Institute of Metals, London, 1948.

PADILHA, A. F. **Microscopia eletrônica de transmissão**. Disponível em: <http://www.angelfire.com/crazy3/qfl2308/1_multipart_xF8FF_3_MET_PMI-201.pdf> Acesso em: 11 mar 2016.

PADILHA, A. F.; SICILIANO Jr., F. **Encruamento, recristalização, crescimento de grãos e textura**. São Paulo:ABM, 2005.

PALANIVEL, R.; KOSHY-MATHEWS, P.; MURUGAN, N. Development of mathematical model to predict the mechanical properties of friction stir welded AA6351 aluminum alloy. **Journal of Engineering Science and Technology**, v.4, p.25-31, 2011.

PAYNE, J.; WELSH, G.; CHRIST, R. J.; NARDIELLO, J.; PAPAZIAN, J. M. Observations of fatigue crack initiation in 7075-T651. **International Journal of Fatigue**, v. 32, p. 247 - 255, 2010.

PHILLIPP, F. Transmission electron microscopy of optoelectronic materials: basics and advanced techniques. In: CEPHONA WORKSHOP ON MICROSCOPY CHARACTERIZATION OF MATERIALS AND STRUCTURES FOR PHOTONICS, 1., November 24, 2003. Heisenbergstr, Stuttgart, Germany.

RAGHAVAN, M. Microanalysis of precipitate free zones (PFZ) in Al-Zn-Mg and Cu-Ni-Nb Alloys. **Metallurgical Transactions A**, v. 11, 1980-1993, 1979.

RAO, P. N.; VISWANADH, B.; JAYAGANTHAN, R. Effect of cryorolling and warm rolling on precipitation evolution in Al 6061 alloy. **Materials Science and Engineering A**, v. 606, p. 1-10, 2014

REED-HILL, R. E. **Princípios de metalurgia física**. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1982.

REMIER, L.; KOHL, H. **Transmission electron microscopy**. Physics of the image formation. 5th ed. Springer, 2008. Springer Series in Optical Sciences. v. 36.

RISANTI, D. D.; YIN, M.; CASTILHO, P. E. J. R. D.; ZWAAG, S. V. D. A systematic study of the effect of interrupted ageing conditions on the strength and toughness development of AA6061. **Materials Science and Engineering A**, p. 99-111, 2009.

ROSSINO, L. S. **Estudo do comportamento em fadiga por fretting da liga de Al 7050-T7451**. 2008. Tese (Doutorado) - Escola de Engenharia de São Carlos, São Carlos, 2008.

RUCHERT, C.O.F.T. **Estudo da inferência de carregamento em histórias de vôos simulados na liga de Al aeronáutico SAE-AMS 7475 T7351**. Tese (doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais). São Carlos: Universidade de São Paulo, 207p., 2007.

SANKARAN, S.; SANGAL, G. S.; PADMANABHAN, K. A. Transmission electron microscopy studies of thermomechanically control processed multiphase medium-carbon microalloyed Steel: forged, rolled, and low-cycle fatigued microstructures. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 37A, p. 3259-3273, 2006.

SARKANI, S.; MAZZUCHI, T. A.; LEWANDOWSKI, D.; KIHIL, D. P. Runout analysis in fatigue investigation. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 74, p. 2971-2980, 2007.

SILVA, A. M. B. **Estudo do comportamento em fadiga de alto ciclo das ligas de alumínio AA6005 T6, AA6063 T6 e AA6351 T6**. 2012. 155 p. Dissertação (Mestrado em Ciências) - Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo – EEL/USP, Lorena, 2012.

SIMAR, A.; BRÉCHET, Y.; MEESTER, B.; DENQUIN, A.; GALLAIS, C.; PARDOEN, T. Integrated modeling of friction stir welding of 6xxx series Al alloys: Process, microstructure and properties. **Progress in Materials Science**, V. 57, P. 95–183, 2012.

SMITH, G. C. **Proc. R. Soc. London**, v. 242A, p. 189-196, 1957.

SON, S.K.; MATSUMURA, S.; FUKUI, K.; TAKEDA, M. The compositions of metastable phase precipitates observed at peak hardness condition in an Al–Mg–Si alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, p. 241 - 245, 2011.

SPINDEL, J. E.; HAIBACH, E. The method of maximum likelihood applied to the statistical analysis of fatigue data. **International Journal of Fatigue**, v. 1, p. 81 - 88, 1979.

STADTLÄNDER, C. T. K. H. Scanning electron microscopy and transmission electron microscopy of molluscs: Challenges and Opportunities. **Modern research and educational Topics in Microscopy**, Formatex, 2007.

STALK, G. **A study of fatigue notch sensitivity of 2014-T and 7075-T at elevated temperatures.** Pasadena - California: California Institute of Technology. 1955.

STARKE, E. A.; STALEYT, J. T. Application of modern aluminum alloys to aircraft. **Aerospace Science**, v. 32, p. 131-172, 1996.

STEPHENS, R. I.; FATEMI, A.; STEPHENS, R. R.; FUCHS, H. O. **Metal fatigue in engineering**, 2nd ed. New York: John Wiley, 2001.

SURESH, S. **Fatigue of materials**. 2th ed. New York: Cambridge University Press, 1998.

TAKEDA, M.; OHKUBO, F.; SHIRAI, T.; FUKUI, K. Stability of metastable phases and microstructures in the ageing process of Al-Mg-Si ternary alloys. **Journal of Materials Science**, v.33, p. 2385 - 2390, 1998.

TELESMAN, J. Review of the effects of micro structure on fatigue in aluminum alloys. Technical Memorandum, N° 84-22735. Lewis Research Center, National Aeronautics and Space Administration - NASA, Cleveland, Ohio, 1984.

TOMKINS, B. The mechanism of stage II fatigue crack growth. **Fatigue Fract. Engng Mater. Struct.**, v.19, p. 1295-1300, 1996.

TROEGER, L. P. Microstructural mechanical characterization of a superplastic 6xxx aluminum alloy, **Materials Science and Engineering: A**, v. 277, n. 1, p. 102 - 113, 2000.

VAN HUIS, M. A.; CHEN, J. H.; ZANDBERGEN, H. W.; SLUITER, M. H. F. Phase stability and structural relations of nanometer-sized, matrix-embedded precipitate phases in Al-Mg-Si alloys in the late stages of evolution. **Acta Materialia**, v. 54, p. 2945 – 2955, 2006.

VISSERS, R.; VAN HUIS, M. A.; JANSEN, J.; ZANDBERGEN, H. W.; MARIOARA, C.D.; ANDERSEN, S. J. The crystal structure of the β' phase in Al-Mg-Si alloys. **Acta Materialia**, v. 55, p. 3815-3823, 2007.

XIAO-SONG, J.; GUO-QIU, H.; BING, L.; SONG-JIEL, F.; MIN-HAO, Z. Microstructure-based analysis of fatigue behaviour of Al-Si-Mg alloy. **Trans. Nonferrous. Met. Soc. China**, v.21, p. 443 - 448, 2011.

XU, X.; YANG, X.; ZHOU, G.; TONG, J. Microstructures and fatigue properties of friction stir lap welds in aluminum alloy AA6061-T6. **Materials and Design**, v. 35, p. 175-183, 2012.

XUE, Y.; KADIRI, H. E.; HORSTEMEYER, M. F.; JORDON, J. B.; WEILAND, H. Micromechanisms of multistage fatigue crack growth in a high-strength aluminum alloy. **Acta Materialia**, v. 55, p. 1975 - 1984, 2007.

YANG, W.; JI, S.; ZHANG, Q.; WANG, M. Investigation of mechanical and corrosion properties of an Al-Zn-Mg-Cu alloy under various ageing conditions and interface analysis of η' precipitate. **Materials and Design**, v. 85, p. 752-761, 2015.

WEI, L.; PAN, Q.; WANG, Y.; FENG, L.; HUANG, H. Characterization of fracture and fatigue behavior of 7050 aluminum alloy ultra-thick plate, **Journal of Materials and Engineering Performance**, v.22, p. 2665-2672, 2013.

WEI, L.; PAN, Q.; HUANG, H.; FENG, L.; WANG, Y. Influence of grain structure and crystallographic orientation on fatigue crack propagation behavior of 7050 alloy thick plate. **International Journal of Fatigue**, v. 66, p. 55–64, 2014.

WEIXING, Y.; KAIQUAN, X.; Yi, G. On the fatigue notch factor, Kf. **Int. J. Fatigue**, v. 17, n. 4, p. 245-251, 1995.

WEILAND, H.; NARDIELLO, J.; ZAEFFERER, S.; CHEONG, S.; PAPA ZIAN, J.; RAABE, D. Microstructural aspects of crack nucleation during cyclic loading of AA7075-T651. **Engineering Fracture Mechanics**, v.76, p. 709 - 714, 2009.

WENNER, S. **Transmission electron microscopy and muon spin relaxation studies of precipitation in Al-Mg-Si Alloys**. 2014. 124 f. Thesis (Doctorate). Norwegian University of Science and Technology - Faculty of Natural Sciences and Technology, Trondheim, 2014.

WILLIAMS, D.; CARTER, C. **Transmission electron microscopy: A textbook for materials science**. 2nd ed. New York: Springer, 2009. v. 4.

WOODWARD, R. Developments in aluminium alloys. **Materials and Design**, v.10, p.248-254, 1989.