

UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

MARIANA MOURA LEITE

**ESTUDO DE TRATAMENTO TÉRMICO DE SOLUBILIZAÇÃO E
ENVELHECIMENTO DO COMPÓSITO DE MATRIZ METÁLICA DA LIGA DE
ALUMÍNIO AA7075 REFORÇADA POR CARBONETO DE NIÓBIO**

Recife

2019

MARIANA MOURA LEITE

**ESTUDO DE TRATAMENTO TÉRMICO DE SOLUBILIZAÇÃO E
ENVELHECIMENTO DO COMPÓSITO DE MATRIZ METÁLICA DA LIGA DE
ALUMÍNIO AA7075 REFORÇADA POR CARBONETO DE NIÓBIO**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à
Universidade Federal de Pernambuco como
requisito básico para a obtenção do grau de
Bacharelado em Engenharia Mecânica.

Orientador: Prof. Dr. Oscar Olímpio de Araújo Filho.

Recife

2019

Catálogo na fonte
Bibliotecária Margareth Malta, CRB-4 / 1198

L533e Leite, Mariana Moura.
Estudo de tratamento térmico de solubilização e envelhecimento do compósito de matriz metálica da liga de alumínio AA7075 reforçada por carboneto de nióbio / Mariana Moura Leite. – 2019.
78 folhas, figs., tabs.

Orientador: Prof. Dr. Oscar Olímpio de Araújo Filho.
TCC (Graduação) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG.
Departamento de Engenharia Mecânica, 2019.
Inclui Referências.

1. Engenharia Mecânica. 2. Liga de alumínio AA7075. 3. Tratamento térmico T6. 4. Material compósito. 5. Metalurgia do pó. I. Araújo Filho, Oscar Olímpio de. (Orientador). II. Título.

UFPE

621 CDD (22. ed.) BCTG/2019-273

MARIANA MOURA LEITE

**ESTUDO DE TRATAMENTO TÉRMICO DE SOLUBILIZAÇÃO E
ENVELHECIMENTO DO COMPÓSITO DE MATRIZ METÁLICA DA LIGA DE
ALUMÍNIO AA7075 REFORÇADA POR CARBONETO DE NIÓBIO**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à
Universidade Federal de Pernambuco como
requisito básico para a obtenção do grau de
Bacharelado em Engenharia Mecânica.

Aprovada em: 04/07/2019.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Oscar Olímpio de Araújo Filho (Orientador)

Universidade Federal de Pernambuco

Prof. Dr. Ricardo Artur Sanguinetti Ferreira (Examinador Interno)

Universidade Federal de Pernambuco

Prof. Dr. Yogendra Prasad Yadava (Examinador Interno)

Universidade Federal de Pernambuco

AGRADECIMENTOS

Agradeço a todos que contribuíram de alguma forma para a conclusão deste trabalho:

Aos meus pais David e Ana Paula e toda minha família, por todo amor e suporte em todas as etapas de minha vida.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Oscar Olímpio de Araújo Filho pela orientação e confiança que foram imprescindíveis para a execução deste estudo.

A Diogo Monteiro do Nascimento pelo auxílio e paciência ao longo da realização deste trabalho.

A Moisés pelo suporte com as etapas de preparação metalográfica das amostras.

Aos técnicos do Laboratório de Preparação Metalográfica e Microscopia, Ivaldo França e Janaina Cirino, por todo o suporte.

RESUMO

Este trabalho apresenta o estudo microestrutural de amostras do compósito de matriz metálica da liga de alumínio AA7075 reforçado com carbeto de nióbio (NbC) tratado termicamente por solubilização e envelhecimento (T6). As amostras possuem diferentes combinações de tempos de moagem (60 minutos e 120 minutos) e porcentagem de reforço (5%, 10% e 15%). As amostras foram submetidas a um tratamento térmico no qual permaneceram por 90 minutos dentro de um forno a 470°C (etapa de solubilização) com subsequente resfriamento em água a temperatura ambiente 22°C (etapa de têmpera). Em sequência, retornaram ao forno a 125°C permanecendo por 24 horas (etapa de envelhecimento artificial ou tratamento térmico de precipitação). Para a caracterização das amostras foram utilizadas técnicas de microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva (EDS). Discute-se sobre a morfologia (forma e distribuição) e composição de partículas identificadas. A análise morfológica avaliou características microestruturais. A análise EDS identificou partículas ricas em ferro na liga, tratando-se possivelmente das fases Al_3Fe e $Al_7(Fe, Cu)$. Mais especificamente, é analisada a influência do tempo de moagem utilizado na fabricação das amostras na difusão do soluto em solução sólida, bem como a influência do reforço no consumo do soluto disponível.

Palavras-chave: Liga de alumínio AA7075. Tratamento térmico T6. Material compósito. Metalurgia do pó.

ABSTRACT

This work presents the microstructural study of 7075 aluminum alloy metal matrix composite reinforced with niobium carbide (NbC) samples submitted to thermal treatment of solubilization and aging (T6). The samples have different combinations of milling time (60 minutes and 120 minutes) and reinforcement ratio (5%, 10% and 15%). The samples were subjected to a heat treatment where they remained for 90 minutes inside a furnace at 470 ° C (solubilization step) and cooled in water at room temperature 22 ° C (quenching step). In sequence, they were returned to the furnace at 125 ° C and thus remained for 24 hours (artificial aging step). To characterize the samples, optical microscopy, scanning electron microscopy and energy dispersive spectroscopy were used. It's discussed about the morphology (shape and distribution) and composition of identified particles. The morphological analysis evaluated microstructural characteristics. The EDS analysis identified iron-rich particles in the alloy which were identified as possibly the following phases: Al_3Fe , $Al_7(Fe, Cu)$. More specifically, is analyzed the influence of the milling time used in the diffusion of the solute in solid solution, as well as the influence of reinforcement in the consumption of available solute.

Keywords: 7075 aluminum alloy. Thermal treatment T6. Composite material. Powder metallurgy.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Diagrama de fases hipotético para uma liga endurecível por precipitação com composição C_0	28
Figura 2 – Gráfico esquemáticos da temperatura em função do tempo para o processo de endurecimento por precipitação.....	28
Figura 3 – Esquema geral da microestrutura do material no estado inicial, solubilizado, envelhecido e superenvelhecido	28
Figura 4 – Diagrama esquemático evidenciando resistência/dureza em função do logaritmo do tempo de envelhecimento a uma temperatura constante (durante o tratamento térmico de precipitação)	29
Figura 5 – Diagrama esquemático do grau de coerência de precipitados: (a) zonas GM, (b) precipitados coerentes, (c) semicoerentes e (d) incoerentes.....	31
Figura 6 – Sequência de precipitação	33
Figura 7 – Domínio rico em alumínio do diagrama de fases ternário da liga Al-Zn-Mg. Seção a 200°C ($M = \eta = \text{MgZn}_2$; $T = \text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$).....	33
Figura 8 – Ilustração esquematizando a distribuição dos precipitados presentes na matriz e na MPZ.....	38
Figura 9 – Exemplo de micrografia obtida por microscopia óptica de uma amostra AA7075-T6.....	40
Figura 10 – Exemplos de imagens SE e BSE adquiridos através de microscopia eletrônica de varredura de uma amostra AA7075-T6: (a) imagem em elétrons secundários; (b) imagem em elétrons retroespalhados.....	42
Figura 11 – Exemplo de (a) imagem de elétrons retroespalhados (BSE) com regiões selecionadas (ponto e áreas) para análise EDS e (b) espectro de dispersão de energia referente ao ponto 1 adquiridos através de MEV de uma amostra de AA7075-T6.....	43
Figura 12 – Diâmetro médio equivalente dos pós ensaiados.....	46
Figura 13 – Forno tipo MUFLA da EDG	47
Figura 14 – Máquina tipo cut-off AROCOR 80 da AROTEC	48
Figura 15 – Lixadeira AROPOL 2V da AROTEC.....	49
Figura 16 – Politriz AROPOL 2V da AROTEC	49
Figura 17 – Microscópio ótico OLIMPUS modelo BX51M.....	50

Figura 18 – Microscópio TESCAN modelo MIRA3.....	51
Figura 19 – Micrografia obtida por microscopia ótica da amostra 1: (a) Superficial 500x; (b) Superficial 1000x; (c) Transversal 500x; (d) Transversal 1000x	52
Figura 20 – Micrografia obtida por microscopia ótica da amostra 2: (a) Superficial 500x; (b) Superficial 1000x; (c) Transversal 500x; (d) Transversal 1000x	53
Figura 21 – Micrografia obtida por microscopia ótica da amostra 3: (a) Superficial 500x; (b) Superficial 1000x; (c) Transversal 500x; (d) Transversal 1000x	53
Figura 22 – Micrografia obtida por microscopia ótica da amostra 4: (a) Superficial 500x; (b) Superficial 1000x; (c) Transversal 500x; (d) Transversal 1000x	54
Figura 23 – Micrografia obtida por microscopia ótica da amostra 5: (a) Superficial 500x; (b) Superficial 1000x; (c) Transversal 500x; (d) Transversal 1000x	54
Figura 24 – Micrografia obtida por microscopia ótica da amostra 6: (a) Superficial 500x; (b) Superficial 1000x; (c) Transversal 500x; (d) Transversal 1000x	55
Figura 25 – Micrografia obtida por microscopia ótica da amostra 7: (a) Superficial 500x; (b) Superficial 1000x; (c) Transversal 500x; (d) Transversal 1000x	55
Figura 26 – Micrografia obtida por microscopia ótica da amostra 8: (a) Superficial 500x; (b) Superficial 1000x; (c) Transversal 500x; (d) Transversal 1000x	56
Figura 27 – Micrografia obtida por microscopia ótica da amostra 9: (a) Superficial 500x; (b) Superficial 1000x; (c) Transversal 500x; (d) Transversal 1000x	56
Figura 28 – Partículas de tonalidade marrom evidenciados por setas vermelhas na amostra 357	
Figura 29 – Presença de partículas de tonalidade marrom evidenciados por setas vermelhas e partículas cinza escuro evidenciados por setas azuis na amostra 4 (imagem transversal 1000x).....	57
Figura 30 – Não conformidades evidenciadas por setas vermelhas na amostra 3 (imagem transversal 1000x).....	58
Figura 31 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da amostra 1: (a) Superficial 2000x; (b) Superficial 5000x; (c) Transversal 2000x; (d) Transversal 5000x	59
Figura 32 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da amostra 2: (a) Superficial 2000x; (b) Superficial 5000x; (c) Transversal 2000x; (d) Transversal 5000x	59
Figura 33 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da amostra 3: (a) Superficial 2000x; (b) Superficial 5000x; (c) Transversal 2000x; (d) Transversal 5000x	60

Figura 34 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da amostra 4: (a) Superficial 2000x; (b) Superficial 5000x; (c) Transversal 2000x; (d) Transversal 5000x	60
Figura 35 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da amostra 5: (a) Superficial 2000x; (b) Superficial 5000x; (c) Transversal 2000x; (d) Transversal 5000x	61
Figura 36 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da amostra 6: (a) Superficial 2000x; (b) Superficial 5000x; (c) Transversal 2000x; (d) Transversal 5000x	61
Figura 37 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da amostra 7: (a) Superficial 2000x; (b) Superficial 5000x; (c) Transversal 2000x; (d) Transversal 5000x	62
Figura 38 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da amostra 8: (a) Superficial 2000x; (b) Superficial 5000x; (c) Transversal 2000x; (d) Transversal 5000x	62
Figura 39 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da amostra 9: (a) Superficial 2000x; (b) Superficial 5000x; (c) Transversal 2000x; (d) Transversal 5000x	63
Figura 40 – Presença de partículas cinza claro evidenciados por setas vermelhas e partículas brancas evidenciados por setas azuis na amostra 6 (imagem transversal 5000x)..	64
Figura 41 – Imagem BSE e espectros de dispersão de energia de toda a superfície da imagem da secção Transversal da amostra 1: (a) Imagem BSE, (b) Mapa de elementos e (c) mapa de elementos individuais	65
Figura 42 – Imagem BSE e espectros de dispersão de energia de toda a superfície da imagem da secção Transversal da amostra 2: (a) Imagem BSE, (b) Mapa de elementos e (c) mapa de elementos individuais	65
Figura 43 – Imagem BSE e espectros de dispersão de energia de toda a superfície da imagem da secção Transversal da amostra 3: (a) Imagem BSE, (b) Mapa de elementos e (c) mapa de elementos individuais	66
Figura 44 – Imagem de elétrons retroespalhados (BSE) e espectros de dispersão de energia adquiridos a partir da secção superficial da amostra 4: (a) imagem de elétrons retroespalhados indicando os pontos de análise, (b) EDS referente ao ponto 19, (c) EDS referente ao ponto 20, (d) EDS referente ao ponto 21.	67

Figura 45 – Imagem de elétrons retroespalhados (BSE) e espectros de dispersão de energia adquiridos a partir da secção superficial da amostra 5: (a) imagem de elétrons retroespalhados indicando os pontos de análise, (b) EDS referente ao ponto 25, (c) EDS referente ao ponto 27, (d) EDS referente ao ponto 27	69
Figura 46 – Imagem BSE e espectros de dispersão de energia de toda a superfície da imagem da secção superficial da amostra 5: (a) Imagem BSE, (b) Mapa de elementos e (c) mapa de elementos individuais	72
Figura 47 – Gráfico de elementos em solução sólida encontrados na matriz em cada amostra	73

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Ligas submetidas a trabalho mecânico	19
Tabela 2 – Ligas para produção de peças fundidas	19
Tabela 3 – Propriedades mecânicas de algumas ligas da série 7XXX	20
Tabela 4 – Análise química da liga AA7075.....	21
Tabela 5 – Relação de classificação de tipos de tratamentos	25
Tabela 6 – Especificação dos tratamentos térmicos	25
Tabela 7 – Designações e Definições de Têmperas para a liga AA7075	31
Tabela 8 – Tipo, morfologia, quantidade e o possível mecanismo de nucleação dominante para os precipitados apresentados em compósitos Al 7075/B4C.....	36
Tabela 9 – Nomenclatura das amostras	45
Tabela 10 – Parâmetros Tratamento Térmico	47
Tabela 11 – Resultados da análise por EDS na secção superficial da amostra 4	68
Tabela 12 – Resultados da análise por EDS na secção superficial da amostra 5	71

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
2	OBJETIVOS	16
3	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	17
3.1	Alumínio	17
3.1.1	Ligas de alumínio	18
3.1.2	Ligas de Alumínio da série 7XXX	20
3.1.2.1	<i>Liga de Alumínio AA7075</i>	21
3.1.3	Compósito de matriz metálica de liga de alumínio	22
3.2	Metalurgia do Pó	22
3.3	Tratamentos térmicos	24
3.3.1	Tratamentos térmicos em Ligas de Alumínio.....	24
3.3.2	Tratamento térmico de endurecimento por precipitação	26
3.3.2.1	<i>Mecanismos de endurecimento</i>	29
3.3.3	Tratamento térmico na Liga AA7075.....	31
3.3.3.1	<i>Precipitação na Liga AA7075</i>	32
3.3.3.2	<i>Precipitados da Liga AA7075</i>	32
3.3.3.3	<i>Efeito da presença de reforço no processo de precipitação</i>	35
3.4	Análise microscópica em alumínio	38
3.4.1	Microscopia Ótica (MO)	39
3.4.2	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	40
3.4.2.1	<i>Microanálise de raios-x</i>	42
4	MATERIAIS E MÉTODOS	45
4.1	Tratamento Térmico	47
4.2	Preparação das amostras	48
4.2.1	Corte das amostras.....	48
4.2.2	Embutimento das amostras.....	48
4.2.3	Lixamento e Polimento das amostras	48
4.2.4	Ataque químico das amostras	49
4.3	Caracterização do material após tratamento térmico	50
4.3.1	Microscopia óptica (MO)	50
4.3.2	Microscopia eletrônica de varredura, EDS e BSE.....	51
5	RESULTADOS	52
5.1	Caracterização das amostras	52

5.1.1	Caracterização microestrutural por meio de microscopia ótica.....	52
5.1.2	Caracterização microestrutural por meio microscopia eletrônica de varredura	58
5.1.2.1	<i>Análise a partir de Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)</i>	64
6	CONCLUSÃO	75
7	SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS	76
	REFERÊNCIAS	77

1 INTRODUÇÃO

O Alumínio, terceiro elemento presente em maior abundância na crosta terrestre, foi descoberto por Sir Humphrey Davy em 1809, sendo isolado pela primeira vez por H. C. Oested, em 1825. Porém, apenas em 1886 foi desenvolvido um processo industrial econômico de redução da alumina em alumínio e, uma década depois disso, o processo químico que obtém a alumina a partir da bauxita; Desde então o alumínio tem sido usado em uma diversa gama de aplicações devido suas excelentes propriedades físico-químicas. A expectativa dos especialistas para o ano de 2025 é que a demanda de alumínio continue crescendo, impulsionada principalmente pela China e Ásia. (ABAL, 2007; ABAL, 2017)

Aparência, leveza, propriedades mecânicas e resistência a corrosão são algumas das propriedades do alumínio que fazem com que este metal e suas ligas sejam as mais econômicas e atraentes para uma variedade de aplicações. Além de sua longa lista de atraentes propriedades, uma vez produzido, o alumínio tem o potencial de funcionar como um verdadeiro banco de energia para as futuras gerações, podendo ser infinitamente reciclado com cerca de 5% da energia necessária para produzi-lo da primeira vez. (ROOY E. L., 1990; ABAL, 2007)

A liga AA7075 possui a maior resistência dentre todas as ligas de alumínio, devido a isto a mesma é amplamente utilizada em estruturas sob altas tensões, à exemplo de aplicações na indústria aeronáutica. As têmperas –T6 e T651 apresentam resistência típica de 572 MPa, a qual é maior do que muitos aços doces. (ALCOA, 2010)

Compósitos de matriz metálica (CMMs) contendo partículas de materiais cerâmicos como reforço são de grande interesse parcialmente pela flexibilidade com relação aos processos de fabricação, que incluem: metalurgia do pó, além de uma variedade de processos de fundição. Trabalhos publicados indicam o interesse em compósitos de matriz metálica composto por uma matriz de alumínio endurecidos por precipitação pelo potencial tecnológico do material e indicam interessantes alterações no processo de precipitação devido a presença das partículas de reforço. (CHUANDONG et al., 2017)

A análise microestrutural é uma ferramenta extremamente útil no estudo e caracterização de materiais. Propriedades de um material em estudo podem ser avaliadas de acordo com suas características microestruturais. Microscópios óticos e eletrônicos auxiliam nas investigações das características microestruturais de todos os tipos de materiais. (CALLISTER, 2000)

Este trabalho propõe-se a analisar microestruturalmente amostras de um compósito de matriz metálica de alumínio AA7075 reforçada por carvão de nióbio que apresentam variações na quantidade de reforço adicionado e tempos de moagem aplicados (aos pós utilizados na fabricação das amostras) após um tratamento térmico de solubilização e envelhecimento (T6) O estudo contemplará análises com base em testes de microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva (EDS).

2 OBJETIVOS

Realizar tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento de amostras de compósito de matriz metálica da liga de alumínio AA7075 reforçada por carboneto de nióbio processadas por técnicas de metalurgia do pó (MP).

São objetivos específicos do trabalho:

- Analisar as amostras microestruturalmente por meio de microscopia ótica (MO) após a realização de tratamento térmico de solubilização e envelhecimento, avaliando a microestrutura em termos de morfologia (forma e distribuição);
- Realizar análise microestrutural das amostras tratadas também por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), avaliando as diferentes fases apresentadas em termos de morfologia (forma e distribuição) e composição a partir de imagens de elétrons retroespalhados (BSE) e espectros de dispersão de energia;
- Comparar os resultados obtidos com publicações da liga AA7075-T6 e compósitos de matriz metálica (CMMs) de liga de alumínio.

3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

A presente seção apresenta um conjunto de referências bibliográficas de forma a orientar a análise realizada no estudo.

3.1 Alumínio

A abundante presença do alumínio no dia-a-dia da sociedade é relativamente recente na história. Já se era conhecido, por centenas de anos, diversos minérios como o ouro, prata, cobre, ferro, quando o processo de produção econômica do alumínio foi desenvolvido. Essa ingressão tardia se deu devido à grande afinidade que o metal tem pelo oxigênio, fazendo com que a quantidade de energia necessária para separá-los representasse um obstáculo para isolar o metal. Em 1886, Charles Martin Hall nos EUA e Paul Heroult, simultaneamente desenvolveram um processo eletrolítico para obtenção do alumínio metálico. Por volta de uma década depois, Carl Joseph Bayer desenvolveu o processo químico que obtém a alumina a partir da bauxita. Como resultado dessas invenções, que são ainda utilizadas nos dias de hoje, com alguns aprimoramentos, houve o advento da indústria do alumínio (ABAL, 2017).

Alumínio é o terceiro elemento mais abundante na crosta terrestre da terra e o segundo metal mais usado no mundo perdendo apenas para o aço. A excelente combinação de propriedades do alumínio faz com que este material seja um dos mais versáteis nos dias de hoje. Dentre estas propriedades se destacam: elevada resistência a corrosão, alta condutibilidade térmica e elétrica, baixo peso específico e infinita reciclagem (CARE RATINGS, 2017; ABAL, 2007).

Sua excepcional combinação de propriedades e preço competitivo permitem que o alumínio seja amplamente utilizado na engenharia, arquitetura e indústria em geral. Dentre suas principais aplicações tem-se a construção civil com telhas e estruturas; o setor de transporte, com destaque para a indústria aeronáutica; na construção de máquinas e equipamentos e embalagens. Além disso o alumínio também se encontra presente na maioria das utilidades domésticas, tais como: refrigeradores, micro-ondas, fogões, entre outros (ABAL, 2007).

Obtenção do alumínio a partir da bauxita ocorre em três etapas: Mineração, Refinaria e Redução. A bauxita é extraída, lavada, secada e então enviada a refinaria. Na indústria do alumínio o processo químico Bayer é o mais utilizado para a realização o refino do material. Através deste processo tem-se a obtenção da alumina (Al_2O_3) para que posteriormente, com a

eletrólise deste óxido por meio do processo de Hall-Heroult obtenha-se o alumínio primário. Com a terceira maior reserva de bauxita do mundo, além de grande potencial de geração de energia elétrica (necessária para a obtenção do alumínio a partir da eletrólise), o Brasil detém grande vocação para a produção de alumínio (ABAL, 2007).

3.1.1 Ligas de alumínio

É possível melhorar as propriedades do alumínio ao adicionar ao mesmo um ou mais de um elemento químico. Esse processo tem como resultado a formação de uma liga. Cobre (Cu), magnésio (Mg), manganês (Mn), silício (Si) ou zinco (Zn) compõem os principais elementos de liga. A escolha de elementos a serem adicionados bem como sua proporção vão depender das propriedades pretendidas.

A gama de propriedades que podem ser desenvolvidas a partir de alumínio de alta pureza e suas ligas é incrível. Mais de 300 composições de ligas de alumínio são comumente reconhecidas e diversas outras variações tem sido desenvolvidas internacionalmente (ROOY, 1990).

O principal objetivo da fabricação de ligas de alumínio é o aumento da resistência mecânica, sem que haja dano as outras propriedades. De tal forma, diversas ligas foram e continuam a ser desenvolvidas, cada uma com uma combinação apropriada de propriedades adequadas a uma aplicação específica (ABAL, 2007).

Um aumento na resistência mecânica do alumínio pode ser alcançada por meio de deformação plástica a frio e através de formação de ligas; porém, ambos os processos tendem a reduzir a resistência a corrosão. Magnésio, cobre, silício, manganês e zinco compõem os principais elementos de liga. As ligas de alumínio que não são tratáveis termicamente podem ter a resistência aumentada por meio do endurecimento por solução sólida. As ligas termicamente tratáveis, como resultado do processo de formação de liga, podem ser submetidas a tratamento de endurecimento por precipitação para o mesmo fim (CALLISTER, 2000).

O sistema de classificação das ligas de alumínio adotado pela Aluminum Association em 1971 e também pela ABNT é atualmente o mais aceito internacionalmente. Nesse sistema, o primeiro número faz referência ao elemento de liga que predomina na liga e os dois últimos algarismos referem-se ao grau centesimal de pureza da liga (BARBOSA, 2014).

O sistema de classificação dessas ligas segundo a Aluminum Association é subdividido em duas partes: ligas utilizadas em trabalho mecânico e ligas utilizadas na

produção de peças fundidas. Para ambas as composições a designação é realizada por um número com quatro dígitos que indicam as principais impurezas que estão presentes e, em alguns casos, o nível de pureza. Para as ligas forjadas existe uma vírgula que pode ser encontrada entre os dois últimos dígitos.

Tabela 1 – Ligas submetidas a trabalho mecânico

Série	Composição Química	Aplicações principais
1XXX	Al comercialmente puro	Cabos de alumínio, utensílios domésticos, trocadores de calor
2XXX	Al-Cu e Al-Cu-Mg	Indústria aeronáutica
3XXX	Al-Mn e Al-Mn-Mg	Latas de bebidas. Painéis
4XXX	Al-Si	Metal de adição para soldas. Pistões forjados de motores.
5XXX	Al-Mg	Aplicações náuticas (navios e barcos), tanques para transporte de combustíveis e produtos especiais
6XXX	Al-Mg-Si	Perfis arquitetônicos. Componentes automotivos
7XXX	Al-Zn e Al-Zn-Mg	Indústria aeronáutica
8XXX	Outras ligas (Al-Li, Al-Fe...)	Laminados finos (folhas) e outras para embalagens descartáveis.

Fonte: BARBOSA, 2014.

Tabela 2 – Ligas para produção de peças fundidas

Série	Composição Química	Aplicações principais
1XX.X	Al comercialmente puro	Contatos elétricos
2XX.X	Al-Cu e Al-Cu-Mg	Indústria aeronáutica
3XX.X	Al-Si-Mg e Al-Si-Cu	Várias
4XX.X	Al-Si	Pistões fundidos de motore
5XX.X	Al-Mg	Aplicações náuticas (navios e barcos)
7XX.X	Al-Zn e Al-Zn-Mg	Indústria aeronáutica
8XX.X	Al-Sn	Várias, para ligas com baixo ponto de fusão

Fonte: BARBOSA, 2014

A série 1XXX identifica o alumínio comercialmente puro em diferentes graus de pureza. O alumínio comercialmente puro se caracteriza por sua elevada condutividade térmica e elétrica e pela baixa resistência mecânica, restringindo suas aplicações a principalmente componentes de sistemas térmicos e elétricos, o que não é o caso das ligas de alumínio. Para as ligas de alumínio (séries 2XXX a 8XXX), os dois últimos dígitos não representam nenhum significado especial, servem apenas para identificar as diferentes ligas do grupo (BARBOSA, 2014).

3.1.2 Ligas de Alumínio da série 7XXX

Da combinação de magnésio e zinco em alumínio, elementos que possuem uma alta solubilidade em alumínio, obtemos uma classe de ligas que são tratáveis termicamente, as ligas da série 7XXX (Al-Zn). Adições suplementares de liga a essas ligas incluem cromo, cobre e manganês (REDDY, 2008).

Os subgrupos Al-Zn-Mg e Al-Zn-Mg-Cu são os destaques da série 7XXX. As ligas Al-Zn são ligas endurecíveis por precipitação, ou seja, exibem ganhos de dureza por meio de tratamento térmico controlado em condições específicas, frequentemente de solubilização e envelhecimento. Essas ligas tem como sua principal aplicação a fabricação de aviões, uma vez que as ligas desta série, dentre as todas as ligas de alumínio, apresentam os níveis mais elevados de resistência mecânica (BARBOSA, 2014).

Tabela 3 – Propriedades mecânicas de algumas ligas da série 7XXX

(continua...)

Liga	Têmpera	Limite de resistência mecânica (MPa)	Limite de resistência ao escoamento (MPa)	Alongamento % (em 50 mm)	Dureza Brinell	Limite de resistência à fadiga (MPa)
7001	T6	675	625	9	160	150
7005	T5	360	315	15	96	-
7021	T62	420	380	13	-	138
7029	T5	430	380	15	-	-
7049	T73	540	475	10	146	-
7050	T74	510	450	13	142	-
7075	T6, T73	505	435	13	-	150

7475	T7351	505	435	14	-	-
7076	T61	510	470	14	150	-
7178	T6, T651	605	540	10	160	150

Fonte: BARBOSA, 2014

3.1.2.1 Liga de Alumínio AA7075

A liga de alumínio AA7075 é de grande importância para a indústria aeronáutica. A mesma dispõe de zinco (5,1 a 6,1%), magnésio (2,1 a 2,9 %), cobre (1,2 a 2,0 %) como seus principais elementos de liga, conforme pode ser observado na Tabela 4.

Tabela 4 – Análise química da liga AA7075

Porcentagem em peso	Elementos										
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Outros Cada	Outros Total	Alumínio
Mínimo	-	-	1,2	-	2,1	0,18	5,1	-	-	-	
Máximo	0,40	0,50	2,0	0,30	2,9	0,28	6,1	0,20	0,05	0,15	Restante

Fonte: Ligas e Têmperas de Extrusão, ALCOA, 2010

Devido sua elevada resistência mecânica, a liga AA7075 é utilizada em estruturas sob altas tensões. Suas principais aplicações incluem acessórios aeronáuticos, engrenagens e eixos, componentes de mísseis, componentes de válvula reguladora de pressão, engrenagem helicoidal, chaves e vários outros componentes aeronáuticos, aeroespaciais e de defesa (ALCOA, 2010).

Embora a liga AA7076 tenha sido introduzida na fabricação de aeronaves em 1940, somente com o desenvolvimento da liga AA7075, introduzida em 1943, esse tipo de liga ganhou maior presença na indústria aeronáutica. Apesar de sua elevada resistência mecânica, as ligas Al-Zn-Mg foram estudadas por muito tempo, principalmente com o intuito de superar a desvantagem significativa causada por sua baixa resistência à corrosão sob tensão. Ligas como as 7X49, 7X50 e versões de mais alta pureza da liga AA7075 têm ganhado espaço devido à sua alta resistência mecânica e maior ductilidade. Quando essas ligas são razoavelmente superenvelhecidas nas têmperas T7X a resistência mecânica atingida é inferior

à da têmpera T6, mas consegue-se praticamente a imunidade à corrosão sob tensão (BARBOSA, 2014).

3.1.3 Compósito de matriz metálica de liga de alumínio

Tecnologias modernas exigem, cada vez mais, melhores ou diferentes combinações de propriedades dos materiais empregados. Em função disto, a união de diferentes materiais é muitas vezes utilizada com o objetivo de se obter um produto com um novo conjunto de propriedades. Um exemplo atual é a busca por materiais ecologicamente corretos e o consequente desenvolvido de materiais de matrizes poliméricas com fibras naturais.

Um material compósito é obtido da união de materiais de naturezas diferentes, objetivando imprimir novas propriedades aos materiais. As fases do compósitos podem ser chamadas de:

- Matriz (fase contínua): É o corpo do material, envolve os componentes e compõe a forma do material. Pode ser cerâmica, polimérica e metálica;
- e reforço (fase dispersa): Pode ser classificado de forma geral em três categorias: compósitos particulados, compósitos de fibras descontínuas (whiskers) e compósitos de fibras contínuas.

Dotado de propriedades únicas como alto ponto de fusão, elevada dureza, elevada condutividade térmica e boa resistência ao desgaste, o carbetto de nióbio (NbC) tem se destacado na indústria mecânica, microeletrônica e na área química, sendo muito utilizado como fase dura para a melhora das propriedades de material sinterizado (FERNANDES, 2014).

3.2 Metalurgia do Pó

A técnica através da qual há a produção de peças resistentes a partir de diversos tipos de pó, sem fazer uso de fusão, apenas com o emprego de pressão e calor, é chamada de metalurgia do pó. Dentre as vantagens dessa técnica, podemos citar economia de material e bom acabamento superficial. Os diversos pós (podendo ser de metais, metalóides, ligas metálicas e, por vezes substâncias não-metálicas) são submetidos a uma série de etapas:

- Mistura ou moagem de pós: Preparação das matérias-primas em pó;
- Compactação: Compressão da mistura a partir do uso de matrizes;

- Sinterização: Operação de aquecimento do material compactado.

(CHIAVERINI, 1986a; CHIAVERINI, 1986b).

O primeiro passo é a preparação dos pós de interesse. No processo de moagem a principal intenção é de reduzir determinados pós a partículas de menores dimensões, a exemplo de carbonetos duros sinterizados, com o uso de moinhos de bola principalmente. De forma geral, o processo de preparação do pó é importantíssimo para garantir a homogeneidade do material, permitindo que este seja prensado de forma uniforme e relativamente rápida, com bom preenchimento dos contornos e pequenos espaços dentro do molde, assegurando a uniformidade isotrópica das propriedades da peça acabada (CHIAVERINI, 1986a).

Depois de submeter os pós a uma conveniente etapa de preparação, a próxima operação é a de compactação, a partir do uso de prensas especiais e matrizes. O pó é colocado nas cavidades das matrizes que são montadas em prensas de compactação. Com essa configuração, o pó é compactado a pressões determinadas a depender do tipo do pó e das características finais desejadas. A depender da porosidade desejada, a pressão de compactação irá variar, por exemplo (CHIAVERINI, 1986a).

Em seguida, é realizada a etapa de sinterização que consiste no aquecimento do material compactado a uma temperatura alta o suficiente de forma que tenha-se a difusão de átomos que promove a formação de ligações estáveis entre as partículas dos pós. Isso fornece maior dureza, resistência mecânica e rigidez aos materiais produzidos através da metalurgia do pó. Uma vez que a ligação entre as partículas é estabelecida, são formados “pescoços” entre as mesmas. Continuando com a difusão dos átomos pode haver a eliminação ou redução das cavidades existentes entre as partículas (BARBOSA, 2014).

Com diversos campos de aplicação da metalurgia do pó contemplados em setores industriais, os produtos obtidos a partir do processo são muitas vezes indispensáveis, sendo praticamente exclusivos da técnica devido elevados pontos de fusão ou características físicas e efeitos estruturais, ou por constituírem misturas de substâncias metálicas com não-metálicas, dentre estes podemos citar: (CHIAVERINI, 1986a; CHIAVERINI, 1986b)

- Materiais refratários, compreendendo os metais de alto ponto de fusão;
- Ligas pesadas, que caracterizam-se por apresentar tungstênio como principal componente (que possui um altíssimo ponto de fusão) e são utilizadas em aplicações que exigem peças de alta densidade, tais como capsulas para substâncias radioativas, contrapesos, amortecedores de vibrações torcionais, etc.;

- Materiais porosos, à exemplo de filtros metálicos, mancais e buchas auto lubrificantes, apresentam porosidade proposital e controlada e exemplificam a importância da técnica. A operação da compactação é realizada sem aplicação de pressão ou com pressão baixa.

Por outro lado, a técnica também se destaca para peças que tenham formas pequenas e relativamente complicadas e justifiquem o elevado custo de matrizes, apresentando vantagens econômicas quando comparados com outros processos de fabricação, competindo em condições vantajosas (CHIAVERINI, 1986b).

3.3 Tratamentos térmicos

Os processos de produção nem sempre fornecem os materiais de construção nas condições desejadas, de tal forma, muitas vezes há necessidade de submetê-los, antes de serem colocados em serviço, a determinados tratamentos de forma a adequar suas propriedades mecânicas. Os tratamentos mencionados são conhecidos como "tratamentos térmicos" e envolvem operações de aquecimento e resfriamento subsequente, dentro de condições controladas de temperatura, tempo à temperatura, ambiente de aquecimento e velocidade de resfriamento (CHIAVERINI, 1986a).

3.3.1 Tratamentos térmicos em Ligas de Alumínio

Levando em conta os tratamentos térmicos das ligas de alumínio, deve-se subdividir as ligas em dois grupos distintos: (BARBOSA, 2014)

- Ligas termicamente tratáveis: Das quais fazem parte as ligas das séries 2XXX, 6XXX, 7XXX e algumas da série 8XXX. Estas ligas são capazes de endurecer por meio de um tratamento térmico de solubilização e envelhecimento.
- Ligas não-tratáveis: Fazem parte deste grupo as ligas das séries 1XXX, 3XXX, 4XXX e 5XXX. Estas ligas podem apenas ser endurecidas por meio de trabalho mecânico a frio (encruamento).

Além do sistema numérico, que faz referência a composição química das ligas e seu grau de pureza, a Aluminum Association também foi responsável pela designação do tipo de tratamento térmico e trabalho mecânico ao qual a liga é submetida. Nesse sistema, a designação da têmpera segue a classificação referente a composição da liga, sendo separada desta por um hífen. Uma letra maiúscula irá representar uma designação básica de têmpera.

Outras t mperas, quando requerido, devem ser indicadas com um ou dois d gitos depois da letra. Esses d gitos tem a finalidade de especificar sequencias de tratamentos (ROOY, 1990).

Tabela 5 – Relac o de classifica o de tipos de tratamentos

Classifica�o	Defini�o
F	como fabricado: aplica-se aos produtos resultantes de conforma�o mec�nica (lamina�o, extrus�o e outros)
O	recozido: aplica-se aos produtos inicialmente trabalhados e depois recozidos para obter a resist�ncia mec�nica mais baixa, e aos produtos fundidos que s�o recozidos com o objetivo de aumentar a ductilidade e a estabilidade dimensional. A letra O pode ser seguida por um n�mero diferente de zero.
W	solubilizado: uma t�mpera inst�vel aplic�vel somente �s ligas que envelhecem espontaneamente na temperatura ambiente (envelhecimento natural) ap�s solubiliza�o. Esta designa�o � especificamente usada quando o per�odo de envelhecimento natural � indicado, como por exemplo no caso de W 1/2 h.
T	termicamente tratado para produzir t�mperas est�veis diferentes de F, O ou H: aplica-se aos produtos que s�o termicamente tratados, com ou sem deforma�o suplementar, para produzir t�mperas est�veis.

Fonte: BARBOSA, 2014

As ligas que passam por um tratamento t rmico com vista a melhorar as suas propriedades, s o classificadas com a letra T seguida por um ou mais d gitos.

Tabela 6 – Especifica o dos tratamentos t rmicos (continua...)

Tipo	Especifica�o do 1� d�gito
T1	Resfriado de uma temperatura elevada em um processo de conforma�o e envelhecido naturalmente at� uma condi�o substancialmente est�vel.
T2	Resfriado de uma temperatura elevada em um processo de conforma�o, trabalhado a frio e envelhecido naturalmente at� uma condi�o substancialmente est�vel.
T3	Solubilizado, trabalhado a frio e envelhecido naturalmente at� uma condi�o substancialmente est�vel
T4	Solubilizado e envelhecido naturalmente at� uma condi�o substancialmente

estável	
T5	Resfriado de uma temperatura elevada em um processo de conformação e envelhecido naturalmente
T6	Solubilizado e envelhecido artificialmente.
T7	Solubilizado e estabilizado.
T8	Solubilizado, trabalhado a frio e então envelhecido artificialmente.
T9	Solubilizado, envelhecido artificialmente e trabalhado a frio.
T10	Resfriado de uma temperatura elevada em um processo de conformação, trabalhado a frio e então envelhecido artificialmente.

Fonte: BARBOSA, 2014

3.3.2 Tratamento térmico de endurecimento por precipitação

O endurecimento por precipitação (envelhecimento) é um tratamento térmico através do qual são formadas pequenas partículas de segunda fase, ou seja, precipitados que melhoram a resistência do material. Esse tratamento térmico é composto por três etapas principais: (ANDRADE, 2003; ASM INTERNATIONAL, 1991)

- Solubilização: dissolução de fases solúveis;
- Têmpera: obtenção de solução supersaturada; e
- Envelhecimento: precipitação de átomos de soluto.

Para uma liga de composição C0, a solubilização consiste em aquecer a liga até o campo monofásico α na temperatura T0, e manter a liga a esta temperatura durante determinado tempo para que todos os precipitados da fase β possam ser dissolvidos, obtendo assim uma solução sólida homogênea α (ANDRADE, 2003).

É preciso primeiro produzir uma solução sólida para que se possa tomar proveito do endurecimento por precipitação. Esse processo é chamado solubilização e consiste em submeter a liga a uma temperatura suficientemente alta, em geral relativamente próxima ao ponto de fusão, durante um tempo suficientemente longo de forma a pôr em solução sólida a maior quantidade possível de átomos de soluto na matriz rica em alumínio (ASM INTERNATIONAL, 1991).

A etapa de solubilização é essencial para garantir que o envelhecimento subsequente, que é realizado em temperatura bem mais baixa e tempo mais prolongado, possam ocorrer de modo controlado, de tal maneira que os precipitados sejam formados de forma controlada, principalmente no que se refere ao tamanho dos mesmos (CALLISTER, 2000).

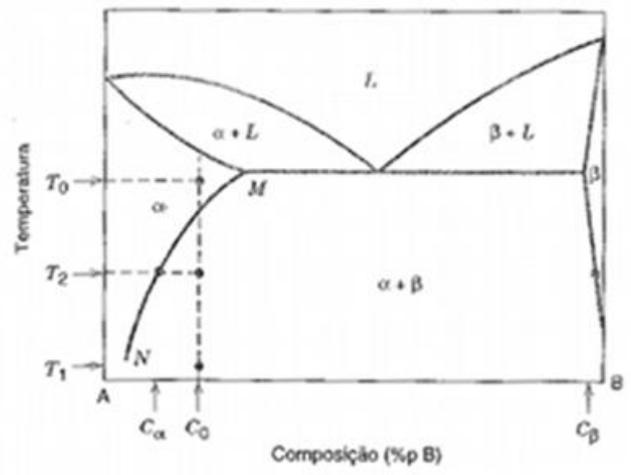
Embora a temperatura máxima deva ser restrita para evitar a fusão, o limite inferior deve, quando possível, estar acima da temperatura na qual a solução completa ocorre (solvus) (ASM INTERNATIONAL, 1991).

O processo de aquecimento da liga a uma temperatura adequada T_0 , localizada do campo de fase α , mantida por um tempo suficiente pode ser chamado de solubilização e tem como objetivo que os átomos de soluto se difundam de modo que se dissolvam na matriz. Este tratamento permite, por meio da elevação de temperatura, que os átomos de liga se dissolvam novamente na fase α , provocando o desaparecimento da fase β , formando uma solução sólida monofásica. O procedimento de solubilização é seguido pelo resfriamento rápido ou têmpera, onde se resfria rapidamente o material a uma temperatura T_1 , que é a temperatura ambiente para muitas ligas, de modo a manter os elementos de liga dissolvidos na matriz. Conservando os elementos de liga em solução sólida supersaturada em temperatura ambiente (NASCIMENTO, 2014; CALLISTER, 2000).

Ao fim da têmpera temos uma situação em ausência de equilíbrio, onde uma solução sólida de fase α supersaturada se encontra em na temperatura T_1 , nesse estado a liga é relativamente mole e fraca. De tal forma, a precipitação de átomos de soluto pode ser realizada ou à espontaneamente temperatura ambiente (envelhecimento natural) ou a temperatura elevada (envelhecimento artificial) (CALLISTER, 2000; ASM INTERNATIONAL, 1991).

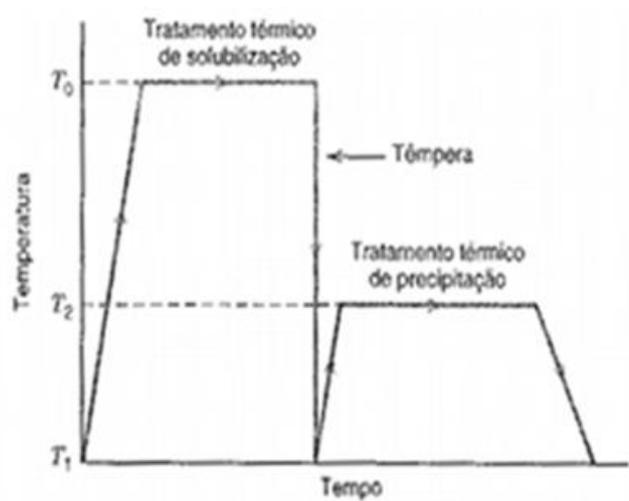
Posteriormente é realizado o envelhecimento mediante manutenção do material à temperatura ambiente (envelhecimento natural) ou a uma temperatura mais elevada (envelhecimento artificial) levando à formação de precipitados, que aumentam a dureza do material. Com o envelhecimento artificial, o material é aquecido a uma temperatura T_2 , localizada dentro da região bifásica $\alpha + \beta$. A fase β precipitada começa a se formar na forma de partículas finamente dispersas com composição C_β (CALLISTER, 2000; NASCIMENTO, 2014).

Figura 1 – Diagrama de fases hipotético para uma liga endurecível por precipitação com composição C_0



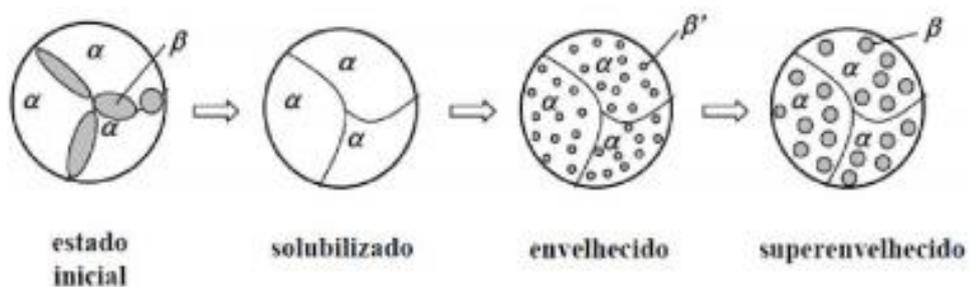
Fonte: CALLISTER, 2000.

Figura 2 – Gráfico esquemáticos da temperatura em função do tempo para o processo de endurecimento por precipitação



Fonte: CALLISTER, 2000

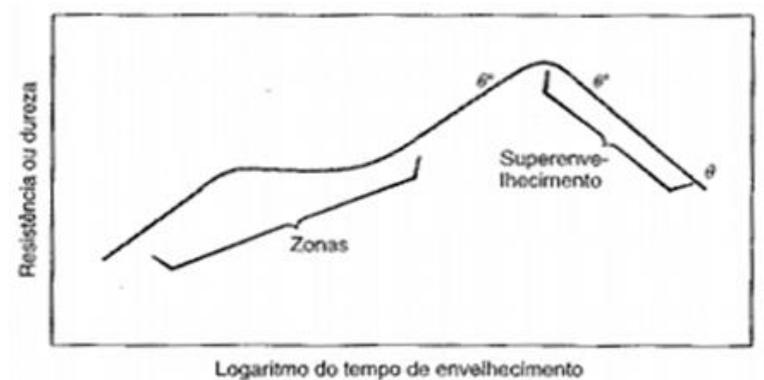
Figura 3 – Esquema geral da microestrutura do material no estado inicial, solubilizado, envelhecido e superenvelhecido



Fonte: NASCIMENTO, 2014.

A cinética de precipitação é mais lenta no envelhecimento natural do que no envelhecimento artificial. No envelhecimento artificial obtemos valores de dureza mais elevados com o controle de temperatura e tempo, sendo possível atingir o máximo de dureza para um determinado tempo de tratamento, depois do qual a o crescimento excessivo dos precipitados e consequente perda de coerência destes com a matriz leva à queda de dureza chamada de superenvelhecimento (BARBOSA, 2014).

Figura 4 – Diagrama esquemático evidenciando resistência/dureza em função do logaritmo do tempo de envelhecimento a uma temperatura constante (durante o tratamento térmico de precipitação)



Fonte: CALLISTER, 2000.

3.3.2.1 Mecanismos de endurecimento

Segundo BARBOSA (2014), o tratamento térmico de solubilização e envelhecimento objetiva obter precipitados finos que sejam ao mesmo tempo suficientemente grandes de forma a agir como barreiras ao movimento das discordâncias, endurecendo a liga e, por outro lado, suficientemente pequenos para manter a coerência com a matriz. Na primeira etapa, de solubilização, procuramos garantir uma solução sólida (dissolução dos elementos de liga), mantida de forma instável à temperatura ambiente a partir do resfriamento rápido (têmpera) de forma a ter um melhor controle do crescimento dos precipitados durante o envelhecimento.

As zonas de Guinier-Preston aparecem no início do envelhecimento, elas são, entretanto, muito pequenas para garantir um endurecimento substancial do material, pois podem ser facilmente cisalhadas por discordâncias. Seguindo com o envelhecimento, em uma temperatura suficientemente alta (envelhecimento artificial), surgem os precipitados metaestáveis, que são inicialmente coerentes com a matriz e posteriormente semicoerentes. É a coerência do precipitado com a matriz que, ao provocar distorções na mesma com pequenas

diferenças de parâmetro de rede, gera um campo de tensões que dificulta a movimentação de discordâncias, endurecendo o material (BARBOSA, 2014).

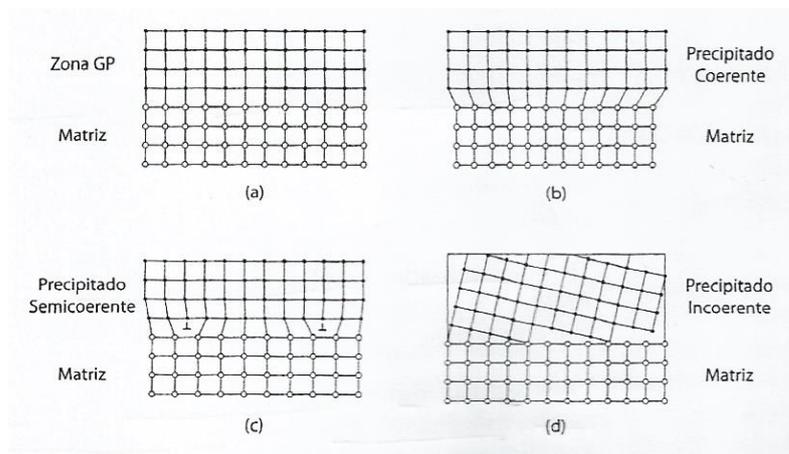
O endurecimento por precipitação é o aumento da resistência a partir da formação de partículas muito pequenas de uma segunda fase, ou fase precipitada. Deformações são estabelecidas na rede cristalina na interface precipitado-matriz. Essas distorções, no advento de uma deformação plástica, dificultam o movimento das discordâncias, tornando a liga mais dura e resistente.

Com o passar do tempo pode ocorrer a perda parcial ou total da coerência, ambas estão associadas a perda de dureza. A perda parcial da coerência é causada pelo surgimento de discordâncias na interface entre precipitado e matriz, levando a uma pequena queda de dureza. A perda total da coerência, com a prolongação exacerbada do envelhecimento, leva ao alívio das tensões (amolecimento significativo) com a formação de uma interface entre o precipitado e a matriz. Nesse estado os precipitados incoerentes estão grandes e afastados uns dos outros devido ao coalescimento, facilitando a movimentação das discordâncias (BARBOSA, 2014).

De forma geral, o aumento de dureza é causado pela geração de obstáculos à movimentação de discordâncias, forçando-as a cortar os precipitados ou se encurvar por entre as partículas. Se os precipitados forem coerentes, as discordâncias em movimento poderão cortá-los ou cisalhá-los. O endurecimento do material continua a aumentar com o crescimento do tamanho dos precipitados, tão longo quanto as discordâncias continuem a cortar os precipitados. Com a perda da coerência, o endurecimento é causado pelo fato das discordâncias serem forçadas a contornar os precipitados no lugar de cortá-los. O endurecimento progressivamente cai com a formação de precipitados estáveis incoerentes (ANDRADE, 2003; HATCH, 1984).

O máximo endurecimento está associado a um pequeno tamanho de precipitado e um grande número de partículas, enquanto o superenvelhecimento está associado a poucos precipitados relativamente grandes (ANDRADE, 2003).

Figura 5 – Diagrama esquemático do grau de coerência de precipitados: (a) zonas GM, (b) precipitados coerentes, (c) semicoerentes e (d) incoerentes



Fonte: BARBOSA, 2014.

3.3.3 Tratamento térmico na Liga AA7075

A liga de alumínio do tipo AA7075 pertence a série 7XXX, sendo classificada como uma liga termicamente tratável. As têmperas mais utilizadas para as ligas de alumínio AA7075 são T6 e T7 (ORTIZ D. et al., 2007).

Tabela 7 – Designações e Definições de Têmperas para a liga AA7075

Têmpera-padrão	Definição de Têmpera
T6, T651	Solubilizada e então envelhecida artificialmente. Aplicado aos produtos que não sofrem deformação plástica, depois do tratamento térmico de solubilização, ou nos quais o efeito do encruamento, devido ao endireitamento, pode ser desprezado ao serem fixados os limites de propriedades mecânicas. A têmpera –T651 é aplicada a produtos que sofrem alívio de tensão por tração.
T73, T7351	Solubilizada e super envelhecida/estabilizada. Aplicada em produtos manufaturados que são envelhecidos artificialmente após tratamento térmico de solubilização, continuando o processo de envelhecimento além do ponto de maior resistência mecânica, a fim de se controlar alguma característica especial. É aplicada aos produtos fundidos que são artificialmente envelhecidos após tratamento térmico de solubilização a fim de prover a estabilidade dimensional e resistência.

Fonte: Ligas e Têmperas de Extrusão, ALCOA, 2010.

As ligas de alumínio AA7075 (Al-Zn-Mg-Cu) apresentam alta resistência e rigidez, entretanto são propensas a trincas por corrosão sob tensão ou “Stress Corrosion Cracking” (SCC). As têmperas de super envelhecimento -T73 e – T7351 oferecem boa resistência a corrosão, aumentando a resistência a SCC, mas com uma perda de resistência mecânica. Para exemplificar, a tensão de escoamento da liga do tipo AA7075-T73 é cerca de 10 a 15% menos que a do tipo AA7075-T6 (REDDY, 2008).

As têmperas –T6 e T651 apresentam resistência típica de 572 MPa, a qual é maior do que muitos aços doces (ALCOA, 2010).

3.3.3.1 Precipitação na Liga AA7075

Dentre todas as ligas de alumínio termicamente tratáveis, as ligas Al-Zn-Mg(-Cu) têm sido o assunto de diversas pesquisas nas últimas décadas devido seu conjunto de úteis propriedades. Após a formação das zonas Guinier Preston (GP) usualmente ocorre a precipitação de fases de transição. O processo de precipitação pode ser escrito: (CHUANDONG et al., 2017; ZHANG, L., et al., 2016; ANDRADE, 2003)

Solução supersaturada (SSS) → Formação das zonas Guinier Preston (GP) a partir da solução sólida → Formação de precipitados intermediários metaestáveis (coerentes e semi-coerentes) → Formação de precipitados estáveis (incoerentes)

Um precipitado pode nuclear de maneira homogênea (formação espontânea do núcleo, através de flutuações de composição ao longo da solução) ou heterogênea (nucleando-se em sítios preferenciais) (ANDRADE, 2003).

Ao contrário da nucleação homogênea que acontece em qualquer ponto do sistema, pois não existem sítios preferenciais para a nucleação, a nucleação heterogênea ocorre sobre sítios favoráveis, catalisadores do processo de nucleação.

A nucleação é grandemente influenciada pela presença de discordâncias, contornos de grão e contornos de subgrão. Isso acontece pois a energia de ativação da nucleação heterogênea em discordâncias, por exemplo, é menor do que a energia de nucleação homogênea em um sítio não favorável (HATCH, 1984; CHUANDONG et al., 2017).

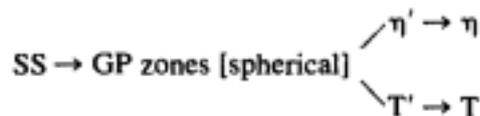
3.3.3.2 Precipitados da Liga AA7075

As fases em equilíbrio na matriz de ligas de alumínio comerciais são: $MgZn_2$ (fase-M ou η), $Mg_3Zn_3Al_2$ (fase-T), e Mg_5Al_3 (fase- β). A fase-M varia de composição de $MgZn_2$ até

Mg_4Zn_7Al . A fase-T pode variar bastante de composição. A fase- β aparece apenas quando o teor de magnésio é consideravelmente maior que a de zinco (HATCH, 1984).

O endurecimento por precipitação nas ligas que contém zinco em excesso (em relação ao magnésio) começa com a formação de zonas GP a partir da solução sólida supersaturada, em seguida há o surgimento de precipitados coerentes metaestáveis M' (η') até chegar à fase de equilíbrio M (η). Caso o teor de magnésio for um pouco mais alto que o de zinco, ocorre uma sequência semelhante, entretanto a fase precipitada é a fase-T em vez da fase-M. (BARBOSA, 2014)

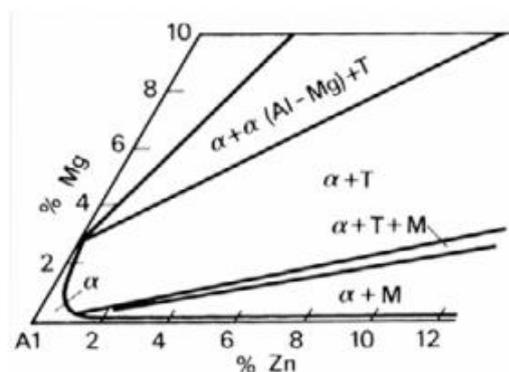
Figura 6 – Sequência de precipitação



Fonte: HATCH, 1984.

O zinco, por si só, é um elemento altamente solúvel no alumínio e não exerce influência apreciável na microestrutura para uma liga simples como a 7072. Porém, quando falamos de ligas Al-Zn, o tipo mais frequentemente usado contém também magnésio e cobre, bem como elementos adicionais como cromo, manganês e zircônio, além do ferro e do silício normalmente presentes mesmo como impurezas. Nestas ligas, a adição de magnésio modifica de forma notável as fases precipitadas, como pode ser visto no diagrama abaixo (HATCH, 1984; NICOLAS, 2002).

Figura 7 – Domínio rico em alumínio do diagrama de fases ternário da liga Al-Zn-Mg. Secção a 200°C ($M = MgZn_2$; $T = Al_2Mg_3Zn_3$)



Fonte: NICOLAS, 2002, apud POLMEAR, 1995.

Em ligas quaternárias comerciais contendo cobre, zinco se encontra em maior quantidade e o magnésio é geralmente encontrado em maior quantidade que o cobre. Para estas ligas (Al-Zn-Mg-Cu), a presença do cobre influenciará algumas alterações nas fases. A fase-M varia de composição de $MgZn_2$ à $CuMgAl$, e pode ser descrita como $Mg(Al, Cu, Zn)_2$. Para a fase-T, vai da composição presente na liga ternária até $CuMg_4Al_6$, e pode ser descrita como $Mg_3(Al, Cu, Zn)_5$. Se o teor de cobre for alto aparece a fase S (Al_2CuMg), com pequena variação de composição. A fase- θ $CuAl_2$ aparece somente quando o cobre é encontrado com quantidade consideravelmente maior a quantidade de magnésio. Adições de até 1% de cobre à ligas de Al-Zn-Mg não alteram o mecanismo básico de precipitação, nestas quantidades os efeitos do cobre no endurecimento por precipitação são modestos (HATCH, 1984; BARBOSA, 2014).

O ferro o silício e o manganês interagem entre si, bem como com o cobre e o magnésio. Na liga A7075 fundida encontra-se uma ou mais variantes de $Al_{12}(Fe, Cr)_3Si$, Mg_2Si , e $MgZn_2$. Mediante tratamento térmico as fases ricas em ferro transformam-se em Al_7Cu_2Fe ; $Mg(Al, Cu, Al)_2$ rapidamente começa a dissolver; ao mesmo tempo que Al_2CuMg precipita e requer altas temperaturas para ser completamente dissolvido. Cromo é precipitado da solução supersaturada como $Cr_2Mg_3Al_{18}$ (HATCH, 1984).

CALTABIANO (2016) relatou a ocorrência de precipitados ricos em ferro cuja razão dos pesos atômicos mensuradas assemelhava-se a precipitados Al_7Cu_2Fe e $Al_6(Fe, Cu)$ em amostras de liga de alumínio AA7075.

A fase Al_7Cu_2Fe (36,9% Cu e 16,2% Fe) pode também ser descrita como $\beta(Fe, Cu)$ ou fase-N. Essa fase apresenta uma composição que varia entre 29 à 39% de cobre e 12 à 20% de ferro (CALTABIANO, 2016).

Também conhecida como $Al_{23}Fe_4Cu$, a fase $Al_6(Fe, Cu)$ (7% Cu e 24,6% Fe) é uma variação metaestável da fase Al_6Fe , que se torna estável com um teor de Cu entre 7-8% e um teor de ferro entre 22-25% (CALTABIANO, 2016).

SOUZA, S. H. (2018) relatou a ocorrência de partículas com grande teor de ferro que ele identificou como possivelmente a fase Al_3Fe ou a fase Al_7Cu_2Fe na liga de alumínio AA7075-T6.

De forma geral, além das fases secundárias (à exemplo de $\theta = CuAl_2$), a microestrutura resultante é geralmente caracterizada pelas fases de equilíbrio M ($MgZn_2$) e T ($Mg_3Zn_3Al_2$), fases S (Al_2CuMg) e partículas insolúveis de Al_7Cu_2Fe . Essas fases constituem a maior parte dos precipitados formados e governam as propriedades gerais, sendo

a fase M e seus precursores zona GP e precipitado intermediário (η') geralmente associados a alta resistência obtida com esta liga (TAEK; EUN; WOO, 2003; NICOLAS, 2002).

3.3.3.3 Efeito da presença de reforço no processo de precipitação

As ligas de alumínio da série 7000 apresentam as melhores propriedades mecânicas dentre as ligas de alumínio, devido a expressiva quantidade de $MgZn_2$ presentes após precipitação. Entretanto, em compósitos de matriz metálica, a presença de partículas resultou em alterações no processo de envelhecimento, quando comparados com materiais sem reforço (SAHIN; SARIOGLU, 1997).

Segundo CHUANDONG, W. et al. (2017), dois tipos de regiões foram observadas em um compósito de matriz Al-Zn-Mg(-Cu) reforçada por partículas de B_4C envelhecido por precipitação (T6) ao estudar o fenômeno de precipitação na liga: regiões nas proximidades da interface reforço/matriz, definidas como zona plástica da matriz ou MPZ (“matrix plastic zone”) e regiões distantes da interface reforço/matriz.

Um fator crítico que afeta o comportamento da precipitação em materiais compósitos é a presença de discordâncias. Apesar do fato que a maioria desaparece com o tratamento de solubilização, as discordâncias reaparecem a partir da interface reforço/matriz durante a têmpera devido a disparidade no coeficiente de expansão térmica (CTE) do reforço e da matriz. A elevada concentração (“densidade”) de discordâncias em CMMs é principalmente devido a contração térmica diferencial que resultam em tensões substanciais que geram deslocamentos na interface reforço/matriz e próxima a ela. Essas discordâncias termicamente induzidas levam a formação da MPZ em volta dos reforços (CHUANDONG et al., 2017; SAHIN; SARIOGLU, 1997).

Os principais precipitados identificados em regiões na matriz (longe da interface) foram predominantemente zonas GP e precipitados η' em forma de placa. A maioria dos precipitados η' se encontravam próximos ou em discordâncias, possivelmente pelo fato de discordâncias agirem como sítios favoráveis a nucleação de precipitados η' . A presença de zonas GP finas distribuídas aleatoriamente na matriz pós têmpera sugere que elas são formadas a partir de nucleação homogênea. Quando analisada a MPZ já nota-se uma diferença crítica: a presença de vários precipitados nas proximidades do material de reforço, uma grande concentração de precipitados η' em forma de placa é encontrado nesta região. Também são encontradas zonas GP e finos precipitados η' em forma de plaqueta, que são

considerados uma fase intermediária entre a zona GP e os precipitados em forma de placa. Além destes precipitados mais comumente encontrados em ligas A7075 T6, diversos precipitados η em forma de ripa foram encontrados distribuídos de forma não uniforme na MPZ. De forma geral, a concentração de zonas GP é menor na MPZ quando comparados em regiões da matriz distantes da interface, enquanto os precipitados encontrados na MPZ são mais grosseiros (CHUANDONG et al., 2017).

Tabela 8 – Tipo, morfologia, quantidade e o possível mecanismo de nucleação dominante para os precipitados apresentados em compósitos Al 7075/B₄C

	tipo	Morfologia	Tamanho médio (nm)	Densidade	Mecanismo dominante de nucleação
Matriz (região distante da interface reforço/matriz)	GP zone	Esférica	3.7	Alto	Nucleação Homogênea
	η'	Forma de placa	58.7	Médio	Nucleação assistida por discordância
MPZ	GP zone	Formato esférico	4.7	Médio	Nucleação Homogênea
	η'	Forma de placa	25.1	Alto	Nucleação assistida por discordância
	η	Forma de ripa	11.6(comprimento) 2.1(largura)	Baixo	Nucleação Heterogênea
			110.4(comprimento) 22.0(largura)	Baixo	Nucleação Heterogênea

Fonte: CHUANDONG et al., 2017.

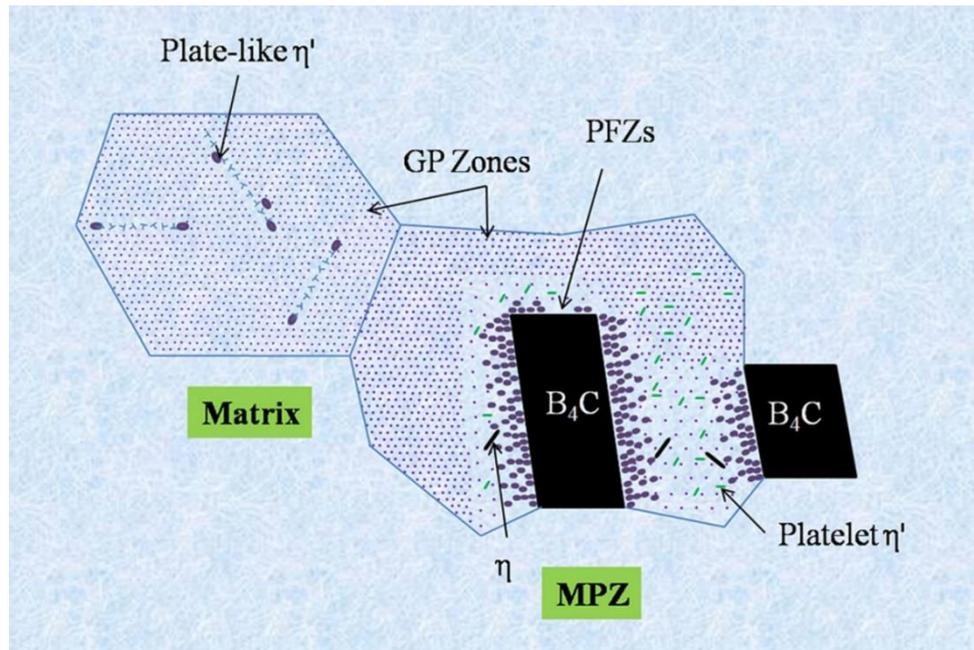
A nucleação homogênea de precipitados na liga Al-Zn-Mg é muitas vezes tida como intimamente relacionada com a concentração e distribuição de lacunas. Porém, fontes indicam (CHUANDONG et al., 2017; SAHIN; SARIOGLU, 1997) que discordâncias, contorno de grãos e interfaces podem atuar como extinguidores de lacunas, causando uma redução na concentração de zonas GP, pois estas tem seu processo de nucleação influenciado por interações soluto-lacuna. Nos estágios iniciais do tratamento de envelhecimento, lacunas

(então geradas a partir da t mpera) interagem com  tomos de soluto tais como Mg ou Zn, formando pares lacuna-soluto devido a for a atrativa entre a lacuna e o  tomo de soluto. O aglomerado ent o migra atrav s da matriz, ficando subseqentemente presos nas zonas GP. A lacuna   ent o eliminada da matriz, depois de contribuir para o processo de forma o de zonas GP. A menor concentra o de zonas GP apresentada na MPZ pode ser explicada pela elimina o das lacunas causadas pela presen a de interface refor o/matriz e discord ncias. Outra explica o para a menor ocorr ncia de zonas GP na MPZ   a transforma o destas em precipitados η' em forma de plaqueta. Uma vez que a nuclea o da zona GP acontece, seu subseqente crescimento depende da taxa de difus o apresentada. A alta densidade de discord ncias, que podem atuar como caminhos para r pida difus o at mica, levam a uma maior concentra o solutos presente nas pr prias discord ncias e nas proximidades destas, levando ao crescimento de zonas GP na MPZ (CHUANDONG et al., 2017).

A nuclea o homog nea de zonas GP na matriz causam uma redu o do soluto dispon vel, inibindo a transforma o de zonas GP em precipitados η' em forma de plaqueta. De tal forma, esses precipitados s o apenas encontrados na MPZ. Outra observa o   a presen a mais expressiva de precipitados η' em forma de placa na MPZ, que tamb m apresentam um tamanho reduzido quando comparados com os presentes na matriz. A quantidade pode ser explicada pela maior densidade de s tios preferenciais para nuclea o heterog nea fornecidos pela alta densidade de discord ncias e interface refor o/matriz desta regi o. De tal forma, a nuclea o e crescimento de uma grande quantidade de precipitados η' gera uma redu o r pida do soluto dispon vel, explicando o menor tamanho destes na MPZ (CHUANDONG et al., 2017; SAHIN; SARIOGLU, 1997).

Segundo SAHIN, SARIOGLU (1997) e CHUANDONG, W. et al. (2017) a presen a das part culas de refor o causa uma redu o na quantidade de zonas ZP e um aumento na quantidade de precipitados η' formados. Por m, os autores discordam com rela o a influ ncia da presen a do refor o na velocidade da precipita o. SAHIN encontrou menores valores de dureza p s tratamento t rmico para o comp sito A7075/TiC quando comparados a liga n o refor ada, especialmente em envelhecimento a temperaturas elevadas. Ele defende que a presen a das part culas n o aceleram a precipita o, de forma contr ria provavelmente retardam a precipita o. Enquanto isso CHUANDONG, W. et al. encontraram precipitados η em forma de ripa apenas nas proximidades do refor o, sugerindo que a presen a destes poderia acelerar o processo de precipita o no material.

Figura 8 – Ilustração esquematizando a distribuição dos precipitados presentes na matriz e na MPZ



Fonte: CHUANDONG et al., 2017.

3.4 Análise microscópica em alumínio

Por vezes, faz-se necessário ou desejável analisar os elementos estruturais ou defeitos que influenciam as propriedades de um material. Alguns elementos estruturais possuem dimensões macroscópicas, sendo grandes o bastante de forma a ser possível observá-los a olho nu. Porém, na maioria dos materiais seus grãos são de dimensão microscópica, devendo ser investigado com o uso de um microscópio. Dentre a técnicas comumente empregadas podemos citar a Microscopia Ótica (MO), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) (CALLISTER, 2000).

Características microestruturais relevantes incluem: porosidade, inclusões, partículas constituintes (fases insolúveis formadas durante solidificação), dispersóides (precipitados finos que se formam em operações térmicas em temperaturas elevadas) e precipitados finos de endurecimento (precipitados finos, normalmente coerentes, que formam a baixas temperaturas como resultado de tratamento térmico de solubilização seguido de têmpera, como exemplo podemos citar: $MgZn_2$ e zonas GP). Todas as características acima mencionadas podem influenciar o comportamento do material (HATCH, 1984).

Segundo HATCH (1984), a microscopia ótica (MO) identifica partículas de segunda fase de tamanhos de até $1\ \mu\text{m}$, é possível também avaliar morfologia de grãos bem como o tamanho e a distribuição das partículas de segunda fase. O processo de identificação das fases

é uma importante fase no processo de caracterização microestrutural, sendo estas fases consequência de reações de equilíbrio e não-equilíbrio durante processos como fundição e tratamentos térmicos.

Partículas constituintes, porosidade e inclusões são geralmente grandes o bastantes para serem examinadas a partir de um microscópio óptico. Características desta escala têm fortes efeitos no comportamento de fratura do alumínio. Propriedades como tenacidade à fratura e fadiga são influenciadas. Entretanto, o MO não permite a visualização de partículas responsáveis pelo endurecimento por precipitação ou discordâncias. Geralmente para a execução desse tipo de análise é necessário fazer uso de técnicas no domínio da microscopia eletrônica, fazendo uso de técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV) ou transmissão (MET) (HATCH, 1984).

3.4.1 Microscopia Ótica (MO)

O microscópio ótico é um tipo de microscópio que faz uso de luz visível juntamente a uma sistema de lentes para ampliar e regular estruturas não visíveis (ou difíceis de serem visualizadas) à olho nu. Esses aparelhos possuem dois sistemas de lentes de vidro ou cristal (ocular e objetiva) e fornecem ampliações da imagem. A ampliação total oferecida por um microscópio ótico corresponde ao aumento da lente objetiva multiplicado pelo aumento da lente ocular.

Pode-se fazer uso do microscópio ótico no modo transmissão, onde temos a luz atravessando a amostra; ou no modo reflexão, onde temos a luz sendo refletida na superfície da amostra. A luz é então difratada e recolhida pela lente objetiva, resultando em uma imagem aumentada.

Utiliza-se o microscópio na modalidade reflexão para materiais opacos à luz visível, à exemplo de metais, estando apenas a superfície do material sujeita a observação. Os contrastes visíveis na imagem obtida é resultante das diferenças de refletividade das diferente regiões da microestrutura (CALLISTER, 2000).

De forma a obter uma imagem que seja capaz de revelar importantes detalhes da microestrutura, um cuidadoso preparo superficial é necessário. Para tal são empregados processos de lixamento, polimento e ataque químico com o uso de papeis e pós abrasivos, bem como reagentes químicos apropriados.

O Limite máximo de ampliação possível de ser obtida a partir de um microscópio ótico é de aproximadamente 2000 vezes. De tal forma, houver a necessidade de visualizar

detalhes pequenos demais para a microscopia ótica, um microscópio eletrônico, capaz de maiores ampliações, pode ser utilizado (CALLISTER, 2000).

Figura 9 – Exemplo de micrografia obtida por microscopia ótica de uma amostra AA7075-T6



Fonte: SOUZA, S. H., 2018.

3.4.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Para os microscópios óticos, o limite máximo de resolução é definido pelos efeitos de difração devido ao comprimento de onda da radiação incidente, ficando limitados a um aumento máximo de 2000 vezes. Para aumentar a resolução, pode-se utilizar uma radiação com comprimento de onda menor que a luz visível. Em 1925, De Broglie mostrou que o comprimento de onda de um elétron é função de sua energia, de tal forma sob uma voltagem suficientemente grande (por exemplo: 50 kV) elétrons de comprimento de onda extremamente curto e, portanto, de poder de resolução potencialmente alto, podem ser produzidos (DEDAVID et al. 2007).

Na microscopia eletrônica de varredura, no lugar de feixes de luz utilizados em um microscópio óptico convencional, faz-se uso de feixes de elétrons, que “varrem” a superfície da amostra ponto a ponto, para rastrear o objeto a ser analisado. O feixe de elétrons refletido é coletado e então mostrado à mesma taxa de varredura sobre um tubo de raios catódicos (CALLISTER, 2000).

A superfície do material não precisa necessariamente estar polida ou ter sofrido ataque químico, mas ela deve ser condutora de eletricidade. Revestimentos metálicos podem ser aplicados sobre a superfície de materiais não condutores para que estes possam ser visualizados (CALLISTER, 2000).

A imagem formada no equipamento pode apresentar diferentes características tendo em vista que o sinal captado na varredura eletrônica é obtido de uma interação entre o feixe eletrônico e o material da amostra, sendo possível a emissão de diferentes sinais pela amostra. Dentre estes sinais, os mais utilizados para a obtenção de imagens são originários dos elétrons secundários (SE) e/ou dos elétrons retroespalhados (BSE). Os elétrons secundários, resultantes da interação do feixe eletrônico com o material da amostra, são de baixa energia (<50eV). A imagem formada a partir de elétrons secundários (SE) fornece detalhes da superfície ionizada da amostra em tons de cinza, sendo o contraste dado, sobretudo, pelo relevo da amostra. A imagem formada a partir de elétrons retroespalhados (BSE) demonstra diferenças composicionais na região ionizada da amostra (contraste em função do número atômico dos elementos presentes na amostra) (DEDAVID et al. 2007; DUARTE, L. C. et al., 2003).

Segundo DEDAVID et al. (2007), a microscopia eletrônica de varredura permite obter imagens da superfície de uma amostra com alta resolução e elevada profundidade de foco. Com a microscopia eletrônica, o poder de resolução foi aumentado em relação ao microscópio óptico, sendo possível obter aumentos de 300.000 vezes ou mais, para a maior parte de materiais sólidos. Além disso é possível fazer estudos de superfícies não planas, resultado de sua elevada profundidade de foco, à exemplo de superfícies de fratura, bem como realizar estudos quantitativos e qualitativos das amostras.

A análise qualitativa é realizada a partir da medida de raios-X característicos emitidos de uma região microscópica da amostra que foi bombardeada por um feixe de elétrons. As linhas de raios-X característicos são específicas do número atômico da amostra e, com o seu comprimento de onda ou sua energia pode-se identificar o elemento que está emitindo a radiação. Dois tipos de detectores que captam raios-X característicos podem ser utilizados: por dispersão de energia (EDS) ou por dispersão em comprimento de onda (WDS) (DEDAVID et al. 2007).

A análise quantitativa consiste em se obter a concentração a partir de relações de intensidade de raios-X da amostra em estudo e de um padrão apropriado. Existem vários métodos para quantificação dos elementos químicos presentes na amostra, sendo o método mais simples o sem padrões. Neste caso, a análise é denominada semiquantitativa. A

quantificação consiste, portanto, em medir a superfície dos picos que se tem previamente identificada a ser atribuído um coeficiente e então calcular as porcentagens (DEDAVID et al. 2007).

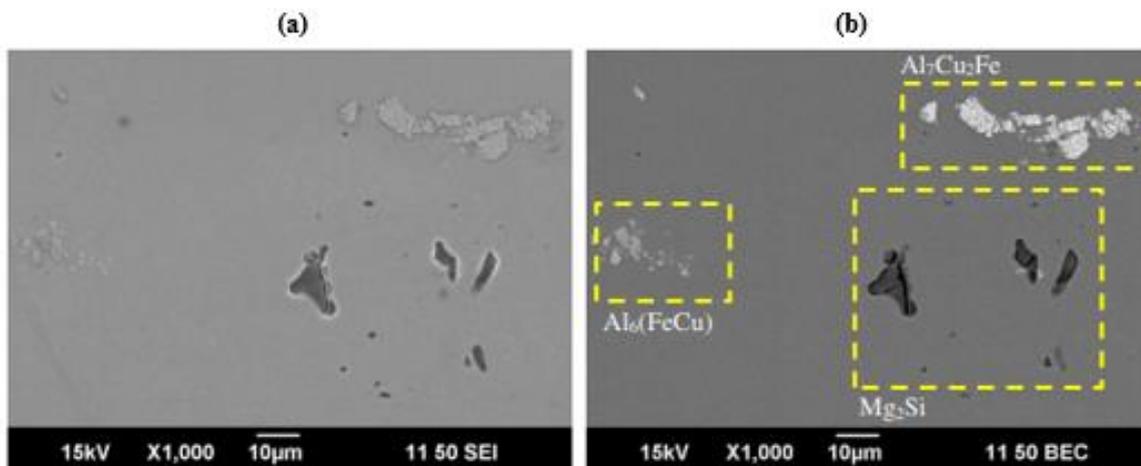
Todas essas vantagens fazem do MEV um instrumento extremamente versátil, sendo comumente empregado em biologia, odontologia, farmácia, engenharia, química, metalurgia, física, medicina e geologia.

Algumas vantagens de análises realizadas a partir de microscópios eletrônicos de varredura são:

- Fácil preparação de amostras;
- Excelente profundidade de foco para avaliar superfícies com grande variação topográfica;
- Capacidade de visualizar a superfícies de fratura e, simultaneamente, realizar análises microquímicas se o microscópio estiver bem equipado.

A figura 10 mostra exemplos de imagens de elétrons secundários (SE) e imagem de elétrons retroespalhados (BSE). Mostrando que precipitados com diferentes valores médios de peso atômico são melhor diferenciados nas imagens adquiridas por elétrons retroespalhados

Figura 10 – Exemplos de imagens SE e BSE adquiridos através de microscopia eletrônica de varredura de uma amostra AA7075-T6: (a) imagem em elétrons secundários; (b) imagem em elétrons retroespalhados



Fonte: CALTABIANO, 2016.

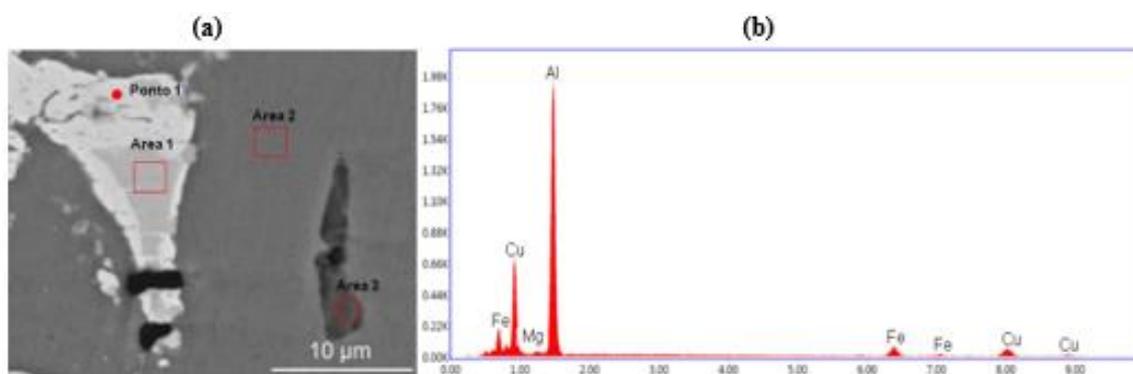
3.4.2.1 Microanálise de raios-x

Conforme já exposto, a microanálise de raios-x consiste na medida de raios-X característicos emitidos de uma região microscópica da amostra que foi bombardeada por um

feixe de elétrons de forma a identificar o elemento que está emitindo a radiação (DEDAVID et al. 2007).

Segundo DEDAVID et al. (2007), dois tipos de detectores que captam raios-X característicos podem ser utilizados: por dispersão de energia (EDS) ou por dispersão em comprimento de onda (WDS). Tais detectores permitem coletar fótons produzidos pelo feixe de elétrons primários. De tal forma, a zona analisada será aquela que é percorrida pelo feixe. Caso se trabalhe no modo de varredura (formação de uma imagem), a análise será de toda a superfície da imagem. É possível, também, analisar em um ponto (spot), área ou linha selecionada na imagem.

Figura 11 – Exemplo de (a) imagem de elétrons retroespalhados (BSE) com regiões selecionadas (ponto e áreas) para análise EDS e (b) espectro de dispersão de energia referente ao ponto 1 adquiridos através de MEV de uma amostra de AA7075-T6



Fonte: SOUZA, S. H., 2018.

Realizando a análise sobre toda a superfície da imagem é obtido uma imagem que mostra a distribuição espacial dos elementos da amostra. É formado um mapa de elementos no formato de uma imagem de pixel por pixel (bitmap) com base em elementos químicos. Mapas elementares adequados podem ser adquiridos por sistemas EDS, que é uma abordagem mais rápida, mas que sacrifica os limites de resolução e detecção. Os melhores mapas de elementos são adquiridos usando um sistema WDS porém seu o tempo de aquisição é mais longo (GOODGE, J., s.d.).

Cores falsas são geralmente utilizadas nos mapas de elementos, auxiliando o olho humano a distinguir as diferentes fases presentes ao expandir a faixa de matizes visíveis. Ao contrário de imagens de elétrons retroespalhados (BSE), pode-se formar diferentes mapas de elementos a partir da mesma área de análise para comparação. Enquanto em uma imagem BSE podemos ter dois elementos com número atômico (Z) similar, aparecendo de forma

semelhante na imagem, mapas de elementos formados por microanálise de raios-x pode fornecer diferentes mapas de forma a facilitar a análise dos elementos presentes (GOODGE, J., s.d.).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

As atividades desenvolvidas no neste trabalho foram realizadas no Laboratório de Metalurgia do Pó e no Laboratório Microscopia Eletrônica de Varredura, ambos do Instituto Nacional de Tecnologia em União e Revestimento de Materiais (INTM), bem como no Laboratório de Metalografia e o Laboratório de Microscopia e Análise Macroestrutural do DEMEC, todos da Universidade Federal de Pernambuco.

O material estudado no presente trabalho é o compósito de matriz metálica (CMM) composto por uma matriz de alumínio reforçada com partículas de Carbetto de Nióbio. As amostras utilizadas foram fornecidas por Monteiro, D. (2017), cujo trabalho de conclusão de curso envolveu a fabricação das mesmas. Foram fornecidas um total de dezoito amostras com 10g de matriz mais reforço, das quais apenas nove foram originalmente usadas no trabalho dele. As outras nove, fabricadas para serem utilizadas no atual estudo especificamente, são réplicas das primeiras e foram fabricadas da mesma forma, a partir do mesmo pó. De tal forma, é possível eventuais disparidades com relação ao estudo de Monteiro.

As amostras, fabricadas através da técnica de metalurgia do pó, tiveram seus pós submetidos a diferentes tempos de moagem e foram reforçadas com diferentes porcentagens de reforço. As composições e tempos de moagem utilizados podem ser visualizadas na Tabela 9, totalizando duas amostras por composição. O processo de fabricação das amostras fornecidas consistiu de moagem de alta energia (MAE), seguida de compactação uniaxial a frio numa prensa hidráulica e sinterização em um forno mufla com atmosfera de nitrogênio.

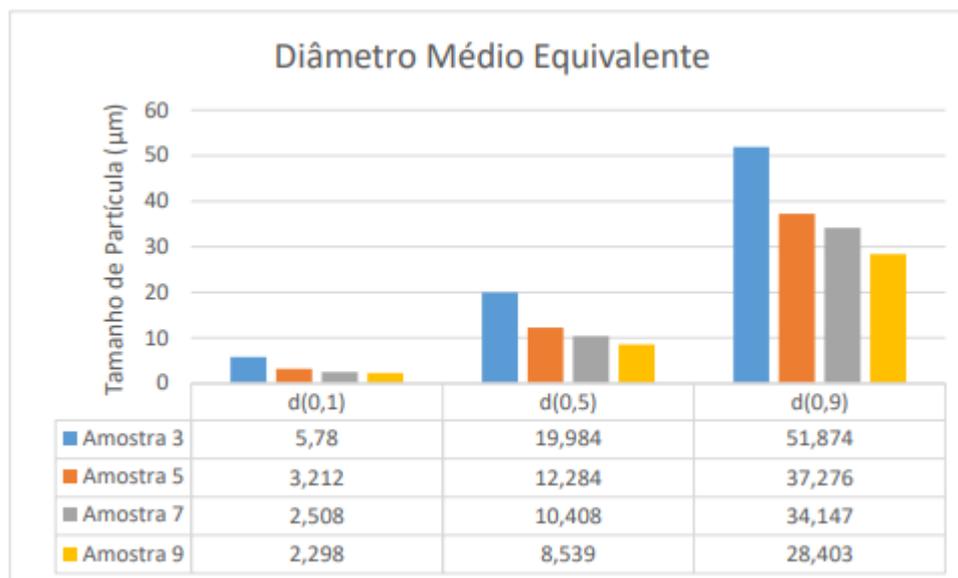
Tabela 9 – Nomenclatura das amostras

Número de Série	Composição
Amostra 1	100% AA7075 – 0h
Amostra 2	100% AA7075 – 1h
Amostra 3	100% AA7075 – 2h
Amostra 4	95% AA7075 + 5% NbC – 1h
Amostra 5	95% AA7075 + 5% NbC – 2h
Amostra 6	90% AA7075 + 10% NbC – 1h
Amostra 7	90% AA7075 + 10% NbC – 2h
Amostra 8	85% AA7075 + 15% NbC – 1h
Amostra 9	85% AA7075 + 15% NbC – 2h

Fonte: MONTEIRO, 2017.

O Gráfico apresentado na Figura 12 indica o diâmetro médio equivalente dos pós ensaiados. A medida é apresentada por três índices ($d(0,1)$; $d(0,5)$ e $d(0,9)$) que representam a quantidade de partículas que se encontram com tamanho inferior ou igual a um referencial. Por exemplo, um valor de $d(0,5)$ igual a $20\ \mu\text{m}$ significa que 50% das partículas apresentam tamanho menor ou igual a $20\ \mu\text{m}$ (MONTEIRO, 2017).

Figura 12 – Diâmetro médio equivalente dos pós ensaiados



Fonte: MONTEIRO, 2017.

A caracterização das amostras após compactação e sinterização foi realizada através de Microscopia ótica (MO), Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS).

As atividades deste trabalho, realizadas em parte a partir das amostras fornecidas, em parte a partir de amostras produzidas, consiste das seguintes etapas:

- Tratamento de solubilização e envelhecimento (T6)
- Preparação das amostras:
 - Corte das amostras;
 - Embutimento das amostras;
 - Lixamento das amostras;
 - Polimento das amostras;
 - Ataque químico das amostras.
- Caracterização microestrutural do material após tratamento térmico:
 - Microscopia ótica (MO);

- Microscopia eletrônica de varredura (MEV).

4.1 Tratamento Térmico

O tratamento foi realizado em um forno tipo MUFLA da EDG, modelo W – ONE no Laboratório de Metalurgia do Pó. Os parâmetros usados para a execução do tratamento de solubilização e envelhecimento (T6) foram baseados na literatura referente a liga A7075.

Na etapa de solubilização as amostras foram levadas ao forno que se encontrava a 743 K (470 °C) por 90 minutos. Ao fim do tempo determinado as amostras foram retiradas do forno e resfriadas em água a temperatura ambiente (22°C). Para o envelhecimento artificial as amostras retornaram ao forno que se encontrava em menor temperatura 398 K (125 °C) por um total de 24 horas.

Tabela 10 – Parâmetros Tratamento Térmico

Solubilização		Envelhecimento artificial	
Temperatura	Tempo	Temperatura	Tempo
743 K (470 °C)	90 minutos	398 K (125 °C)	24 horas

Fonte: A Autora, 2018.

Figura 13 – Forno tipo MUFLA da EDG



Fonte: A Autora, 2018.

4.2 Preparação das amostras

Após o tratamento térmico, as amostras foram preparadas para a realização do estudo.

4.2.1 Corte das amostras

As amostras tratadas foram cortadas ao meio de forma a realizar a análise na seção superficial bem como a seção transversal das mesmas. O corte foi realizado com o auxílio da máquina tipo cut-off AROCOR 80 fabricada pela AROTEC que se encontra localizada no laboratório Laboratório de Metalografia do DEMEC.

Figura 14 – Máquina tipo cut-off AROCOR 80 da AROTEC



Fonte: A Autora, 2018.

4.2.2 Embutimento das amostras

Depois de cortados, os compósitos foram embutidos a frio no Laboratório de Metalografia do DEMEC. Foi-se realizado o embutimento a frio de forma que a microestrutura do alumínio não fosse prejudicada. Para tal utilizou-se resina acrílica fabricadas pela AROTEC e um tempo de cura de 24 horas.

4.2.3 Lixamento e Polimento das amostras

Após o embutimento das amostras, as mesmas foram lixadas e polidas no Laboratório de Metalografia do DEMEC. O lixamento foi realizado em uma sequência de lixas de

granulometria 220, 320, 400, 600 e 1000 com o auxílio de água como umectante. Para o procedimento, foi utilizada a lixadeira AROPOL 2V da AROTEC.

Figura 15 – Lixadeira AROPOL 2V da AROTEC



Fonte: A Autora, 2018.

Para o polimento, foi usada uma politriz AROPOL 2V da AROTEC. O procedimento foi realizado com auxílio de lubrificante e dois panos de polimento de feltro com pastas de diamante fabricadas pela FORTEL de 1 μm e 3 μm .

Figura 16 – Politriz AROPOL 2V da AROTEC



Fonte: A Autora, 2018.

4.2.4 Ataque químico das amostras

Por fim, com o objetivo de gerar contraste entre as fases a serem analisadas, evidenciando características microestruturais, foi-se realizado o ataque químico das amostras.

O reagente químico utilizado foi o ácido fluorídrico 0,5% a partir do método do esfregaço, durante 10 segundos. Em seguida a superfície da amostra foi limpa em água destilada e etanol e então seca a partir da aplicação de um jato quente.

4.3 Caracterização do material após tratamento térmico

Após o tratamento térmico, os materiais foram caracterizados através de Microscopia óptica (MO) e Microscopia eletrônica de varredura (MEV).

4.3.1 Microscopia óptica (MO)

Para realizar as micrografias, as amostras foram levadas a um microscópio ótico OLIMPUS modelo BX51M com câmera de vídeo acoplado, localizado no Laboratório de Microscopia e Análise Macroestrutural do DEMEC. Com o auxílio de lentes oculares com aumento de 10x e lentes objetivas com aumentos de 5x, 10x, 20x, 50x, 100x é possível realizar imagens com aumentos nominais de 50x, 100x, 200x, 500x, 1000x.

A microscopia foi realizada para a amostra com a finalidade de caracterizar a estrutura dos grãos e a microestrutura de fases tais como reforço e precipitados; analisando sua morfologia (forma e distribuição).

Figura 17 – Microscópio ótico OLIMPUS modelo BX51M



Fonte: A Autora, 2018.

4.3.2 Microscopia eletrônica de varredura, EDS e BSE

Na análise por microscopia eletrônica de varredura foi utilizado um microscópio MIRA3 da marca TESCAN. As análises foram realizadas no Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura do Instituto Nacional de Tecnologia em União e Revestimento de Materiais (INTM) da Universidade Federal de Pernambuco, onde se encontra o microscópio.

Para as análises por MEV foram utilizadas técnicas de elétrons retroespalhados e análise por EDS.

A análise, realizada através de imagens formadas a partir de elétrons retroespalhados (BSE) e espectros de energia dispersiva (EDS), objetivou identificar características microestruturais presentes na liga, a partir da verificação de morfologia e composição química.

Figura 18 – Microscópio TESCAN modelo MIRA3



Fonte: A Autora, 2018.

5 RESULTADOS

A presente seção apresenta os resultados obtidos através do estudo.

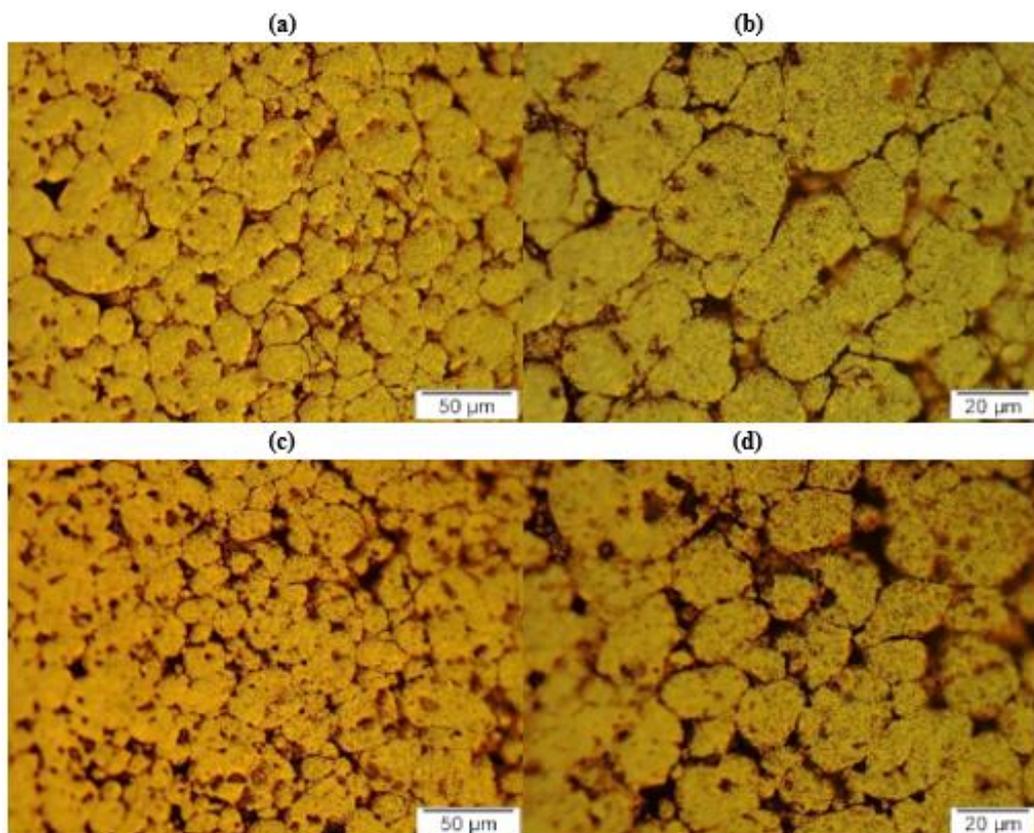
5.1 Caracterização das amostras

A caracterização das amostras foi realizada através de Microscopia óptica (MO) e Microscopia eletrônica de varredura (MEV).

5.1.1 Caracterização microestrutural por meio de microscopia ótica

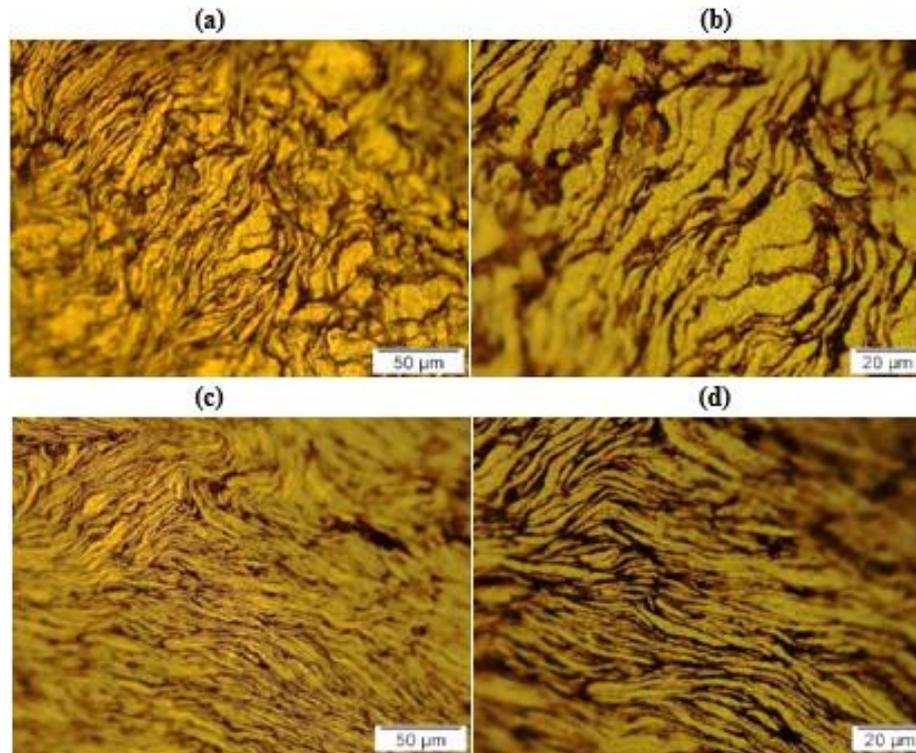
A microscopia ótica foi executada após realização de ataque químico por ácido fluorídrico fazendo-se uso de cinco aumentos (50x, 100x, 200x, 500x e 1000x). Foram escolhidas as imagens de maiores aumentos (500x e 1000x) de forma a proporcionar uma melhor visualização de características microestruturais.

Figura 19 – Micrografia obtida por microscopia ótica da amostra 1: (a) Superficial 500x; (b) Superficial 1000x; (c) Transversal 500x; (d) Transversal 1000x



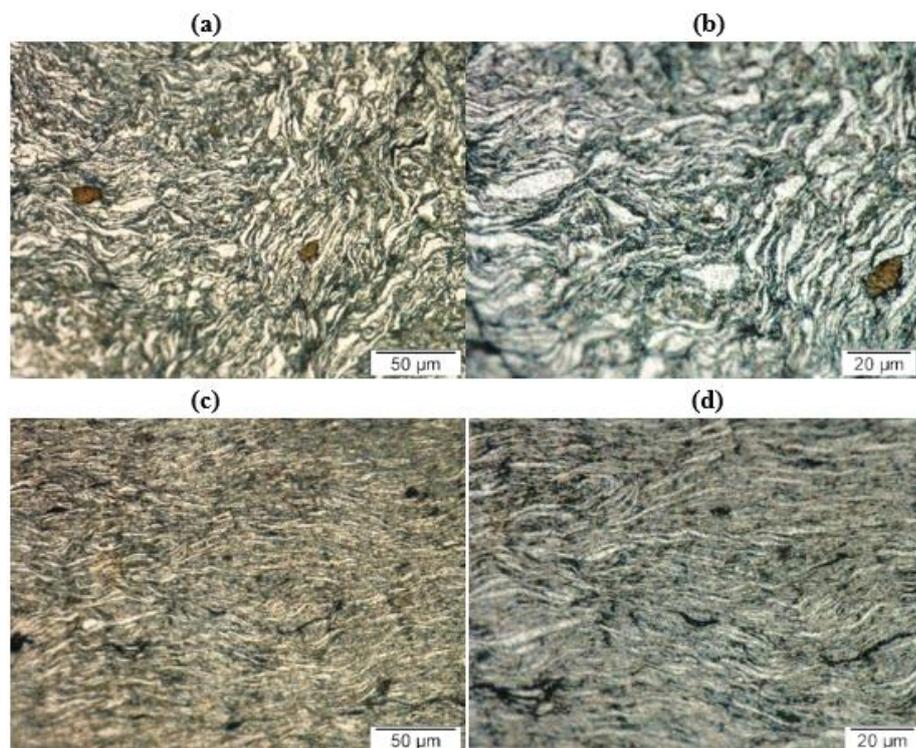
Fonte: A Autora, 2018.

Figura 20 – Micrografia obtida por microscopia ótica da amostra 2: (a) Superficial 500x; (b) Superficial 1000x; (c) Transversal 500x; (d) Transversal 1000x



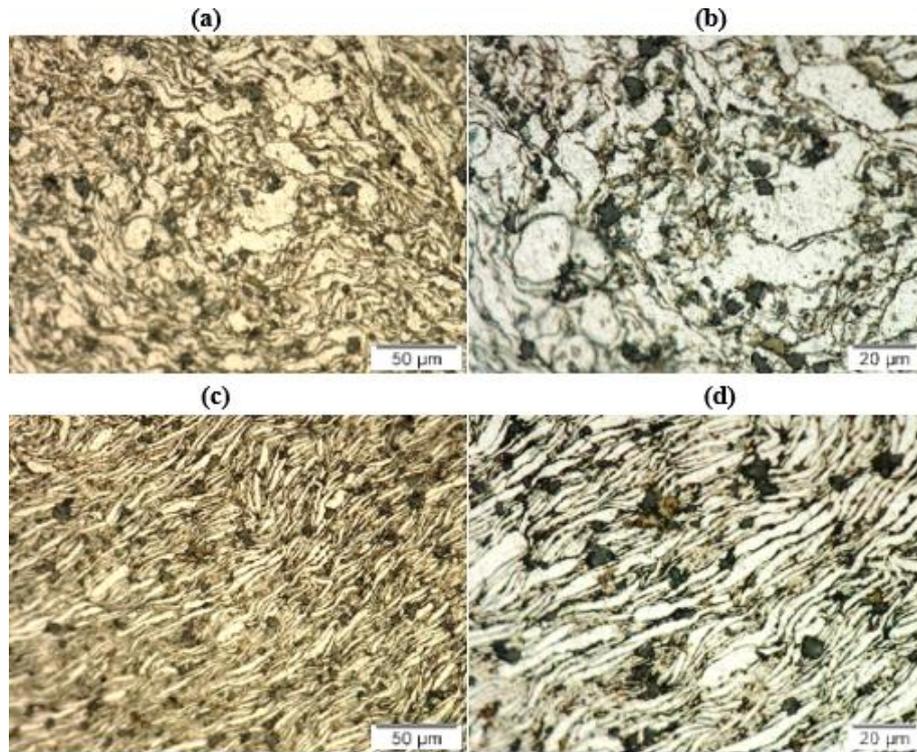
Fonte: A Autora, 2018.

Figura 21 – Micrografia obtida por microscopia ótica da amostra 3: (a) Superficial 500x; (b) Superficial 1000x; (c) Transversal 500x; (d) Transversal 1000x



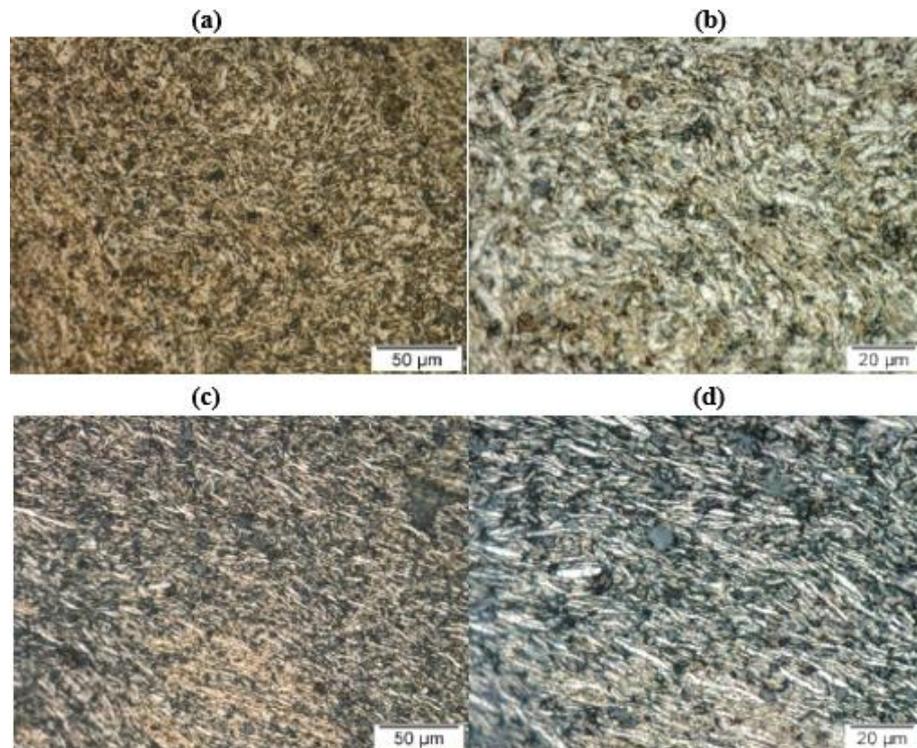
Fonte: A Autora, 2018.

Figura 22 – Micrografia obtida por microscopia ótica da amostra 4: (a) Superficial 500x; (b) Superficial 1000x; (c) Transversal 500x; (d) Transversal 1000x



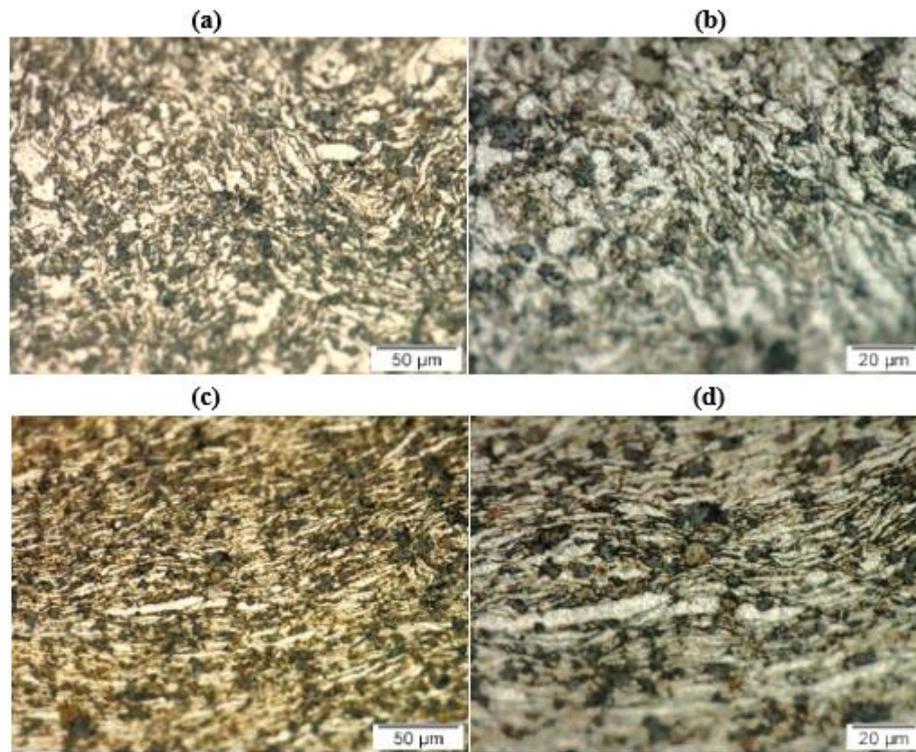
Fonte: A Autora, 2018.

Figura 23 – Micrografia obtida por microscopia ótica da amostra 5: (a) Superficial 500x; (b) Superficial 1000x; (c) Transversal 500x; (d) Transversal 1000x



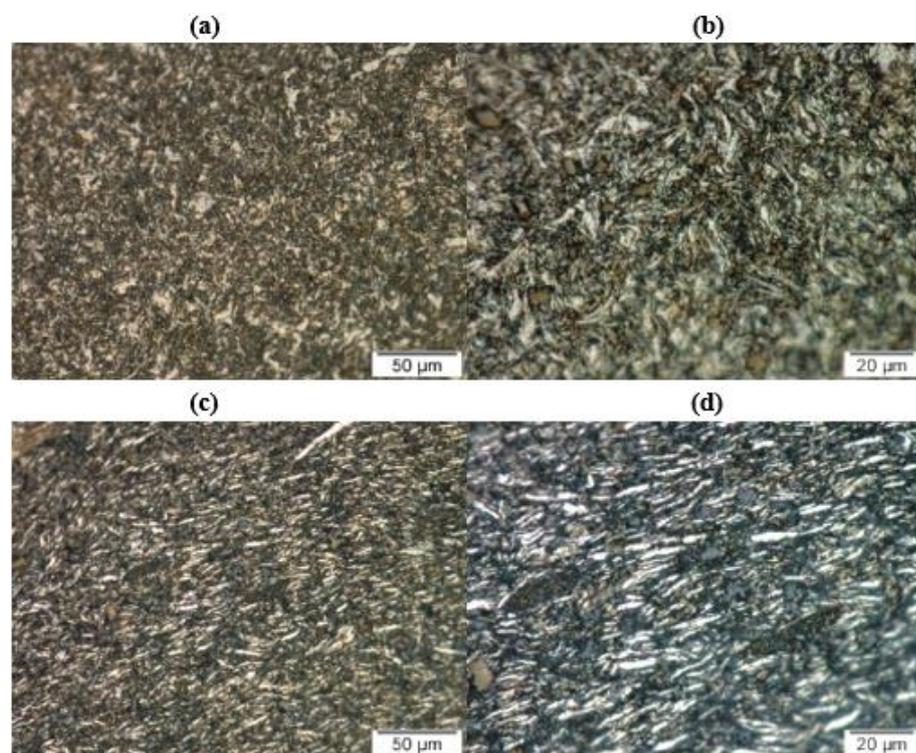
Fonte: A Autora, 2018.

Figura 24 – Micrografia obtida por microscopia ótica da amostra 6: (a) Superficial 500x; (b) Superficial 1000x; (c) Transversal 500x; (d) Transversal 1000x



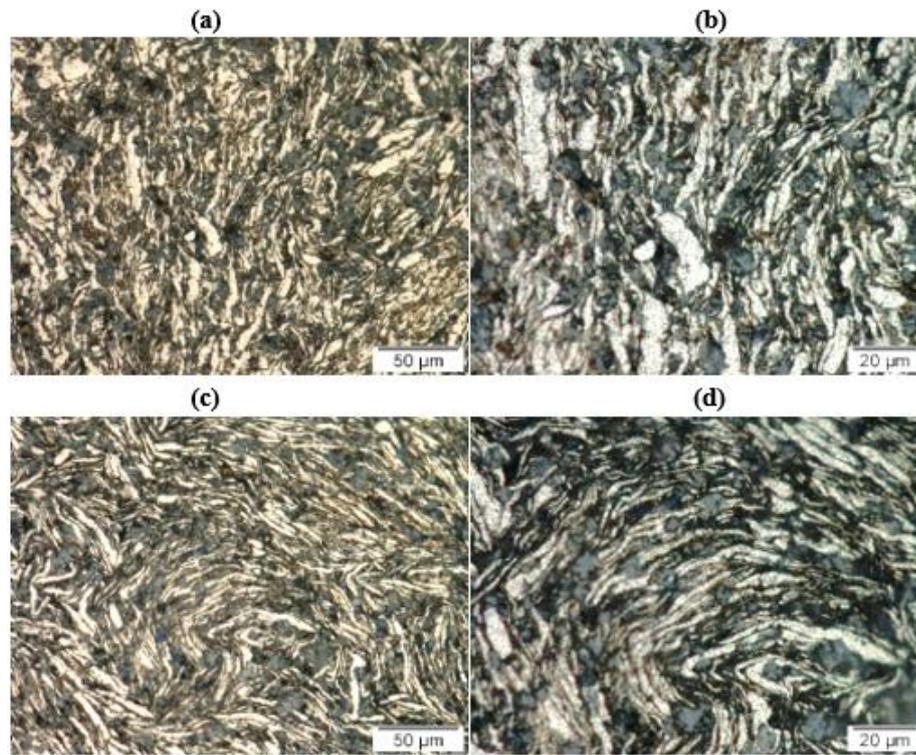
Fonte: A Autora, 2018.

Figura 25 – Micrografia obtida por microscopia ótica da amostra 7: (a) Superficial 500x; (b) Superficial 1000x; (c) Transversal 500x; (d) Transversal 1000x



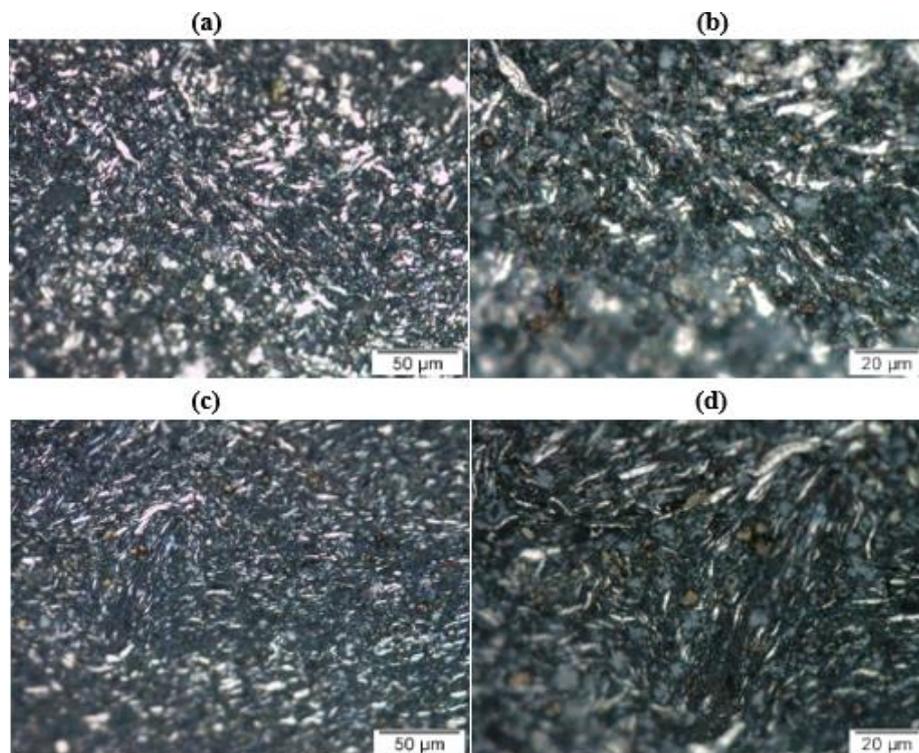
Fonte: A Autora, 2018.

Figura 26 – Micrografia obtida por microscopia ótica da amostra 8: (a) Superficial 500x; (b) Superficial 1000x; (c) Transversal 500x; (d) Transversal 1000x



Fonte: A Autora, 2018.

Figura 27 – Micrografia obtida por microscopia ótica da amostra 9: (a) Superficial 500x; (b) Superficial 1000x; (c) Transversal 500x; (d) Transversal 1000x

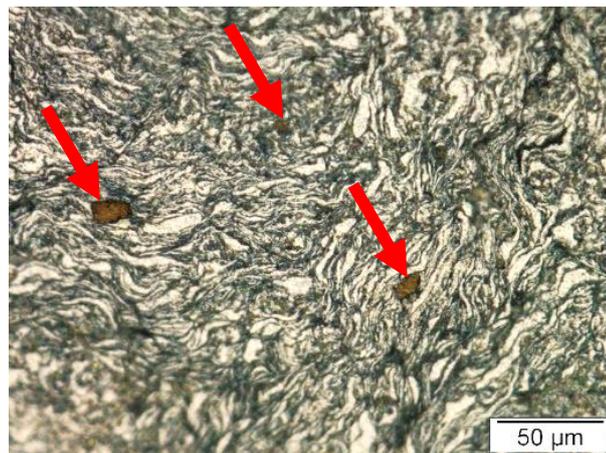


Fonte: A Autora, 2018.

É possível notar a influência da moagem no formato lamelar do material que compõe a matriz apresentado por todas as amostras que foram submetidas à moagem. Quando comparadas com as imagens da amostra de numeração 1, não submetida a moagem, essa característica fica ainda mais aparente.

É possível notar na amostra 3, que não possui adição de reforço, a presença uma partícula de tonalidade marrom se apresentando em tamanhos variados.

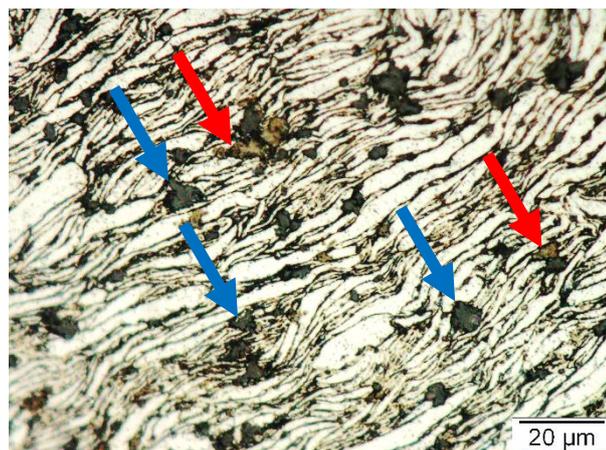
Figura 28 – Partículas de tonalidade marrom evidenciados por setas vermelhas na amostra 3



Fonte: A Autora, 2018.

A partir da amostra 4 nota-se a presença de partículas de coloração cinza escuro. É possível também perceber o aumento da quantidade deste particulado proporcionalmente ao aumento do carbeto de nióbio presente na composição da amostra, dando forte indicação que se trata do reforço de carbeto de nióbio adicionado.

Figura 29 – Presença de partículas de tonalidade marrom evidenciados por setas vermelhas e partículas cinza escuro evidenciados por setas azuis na amostra 4 (imagem transversal 1000x)



Fonte: A Autora, 2018.

Foram observadas não conformidades (defeitos) na secção transversal da amostra 3. Estes são indesejáveis pois podem fragilizar o componente, comprometendo sua utilização. Como pode-se observar, a Figura 30 abaixo sinaliza a presença de trincas no material. A causa pode ser o tempo de moagem elevado (2 horas, o maior tempo aplicado no estudo) que gera lamelas muito delgadas, elevada deformação e por conseguinte concentração de tensão.

Figura 30 – Não conformidades evidenciadas por setas vermelhas na amostra 3 (imagem transversal 1000x)



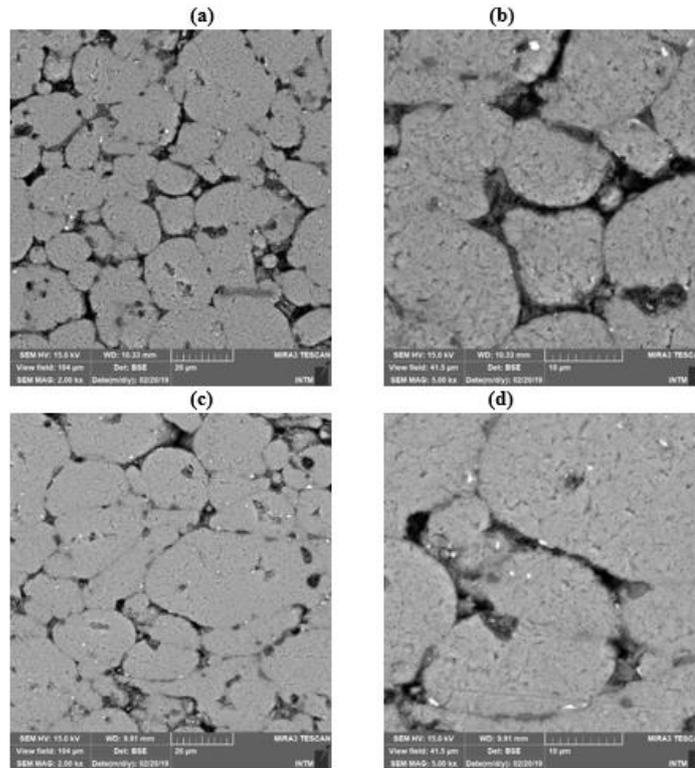
Fonte: A Autora, 2018.

5.1.2 Caracterização microestrutural por meio microscopia eletrônica de varredura

Seguindo com a microscopia eletrônica de varredura será possível identificar a composição das partículas que foram visualizadas a partir das imagens obtidas no MO. Para a análise a partir do MEV, uma vez que o principal interesse nesta seção é a identificação da composição das fases presentes, foram realizadas imagens de elétrons retroespalhados (que fornece um contraste em função do número atômico dos elementos presentes na amostra) com aumentos de 1000x, 2000x, 5000x e 8000x, além de análises EDS realizadas sobre pontos nas imagens, bem como sobre toda a superfície de imagens (com a formação de um mapa de elementos).

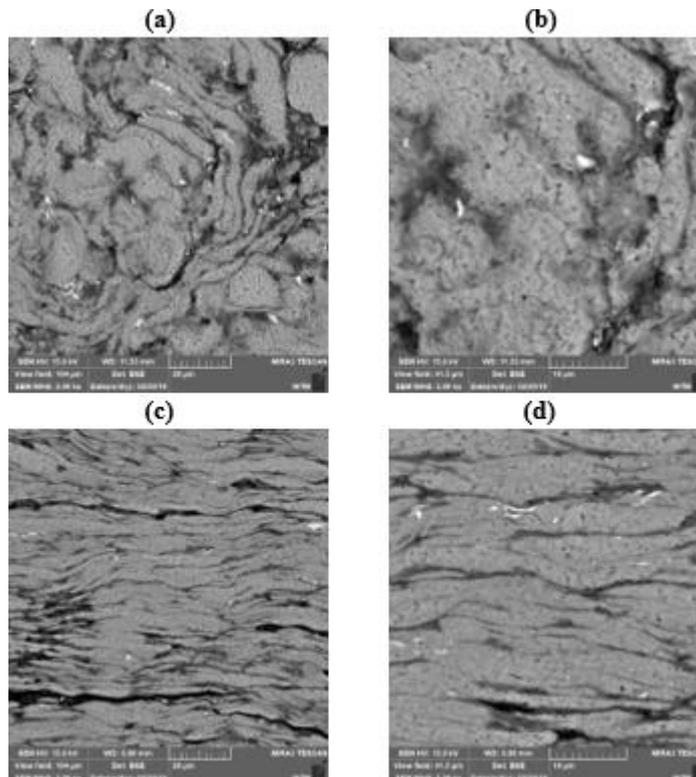
Das imagens obtidas, foram escolhidas as imagens de aumentos intermediários (2000x e 5000x) objetivando visualizar a distribuição das diferentes fases apresentadas e identificar as mesmas (uma vez que as imagens BSE apresentaram tons semelhantes para algumas fases apresentadas).

Figura 31 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da amostra 1: (a) Superficial 2000x; (b) Superficial 5000x; (c) Transversal 2000x; (d) Transversal 5000x



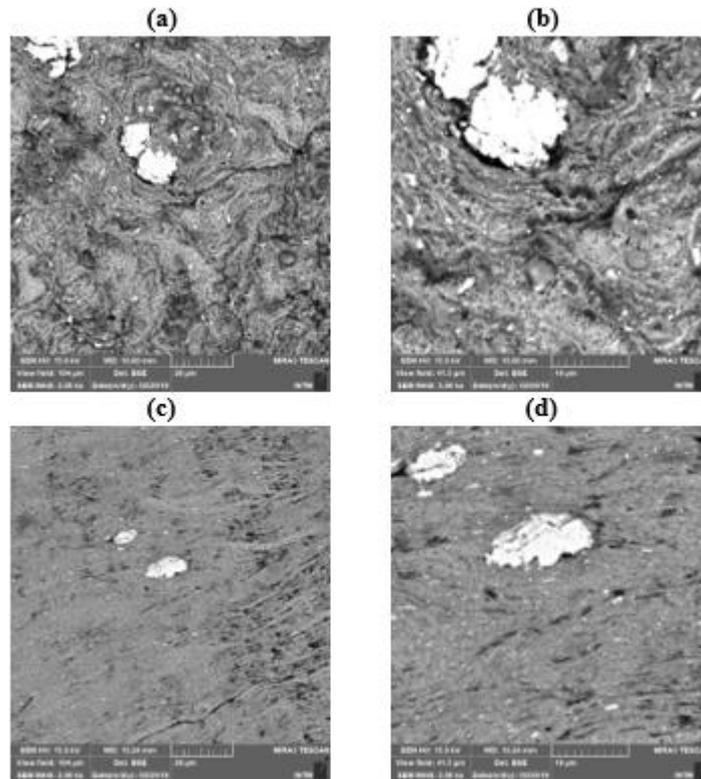
Fonte: A Autora, 2019.

Figura 32 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da amostra 2: (a) Superficial 2000x; (b) Superficial 5000x; (c) Transversal 2000x; (d) Transversal 5000x



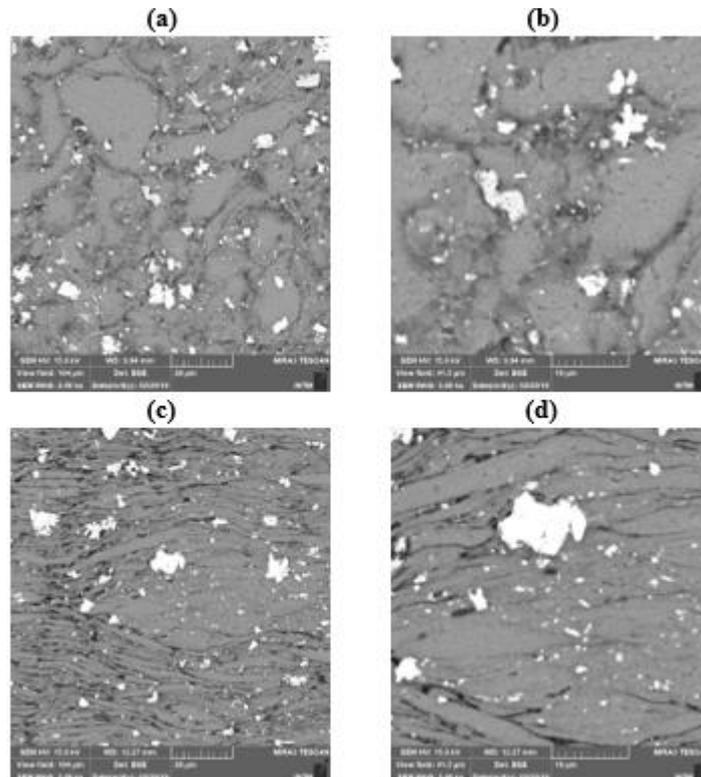
Fonte: A Autora, 2019.

Figura 33 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da amostra 3: (a) Superficial 2000x; (b) Superficial 5000x; (c) Transversal 2000x; (d) Transversal 5000x



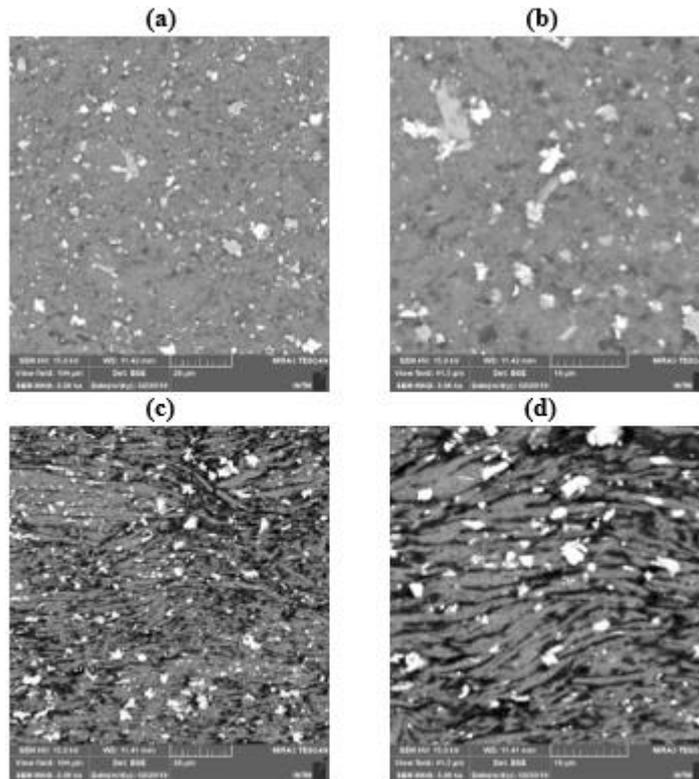
Fonte: A Autora, 2019.

Figura 34 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da amostra 4: (a) Superficial 2000x; (b) Superficial 5000x; (c) Transversal 2000x; (d) Transversal 5000x



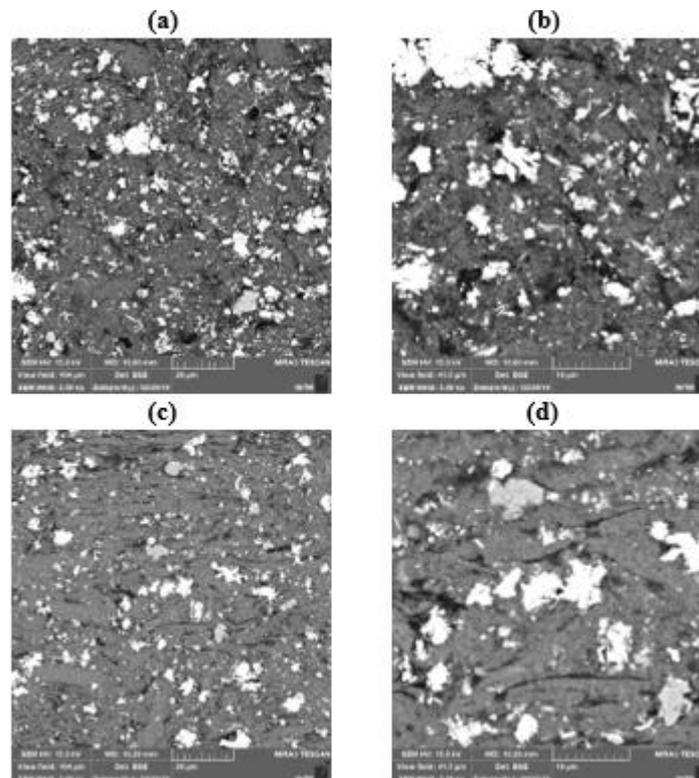
Fonte: A Autora, 2019.

Figura 35 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da amostra 5: (a) Superficial 2000x; (b) Superficial 5000x; (c) Transversal 2000x; (d) Transversal 5000x



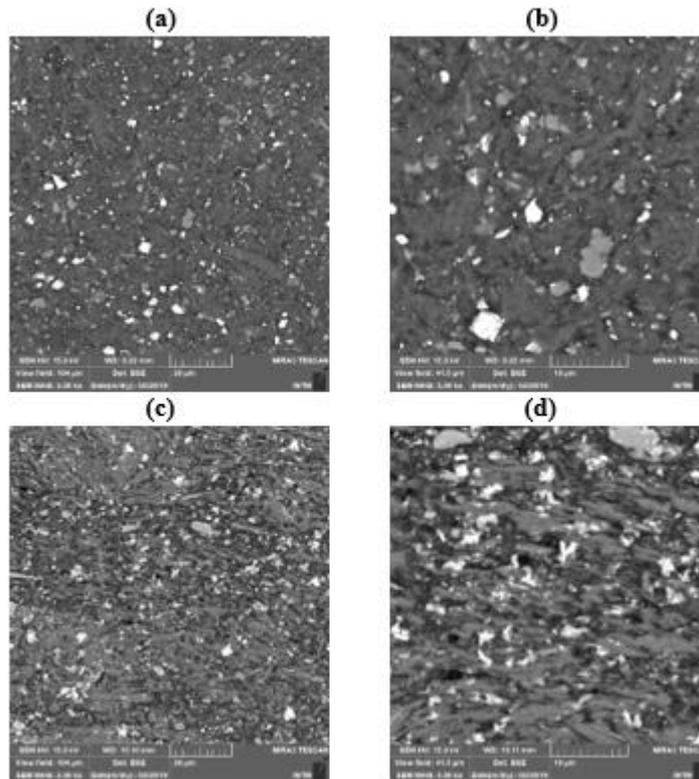
Fonte: A Autora, 2019.

Figura 36 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da amostra 6: (a) Superficial 2000x; (b) Superficial 5000x; (c) Transversal 2000x; (d) Transversal 5000x



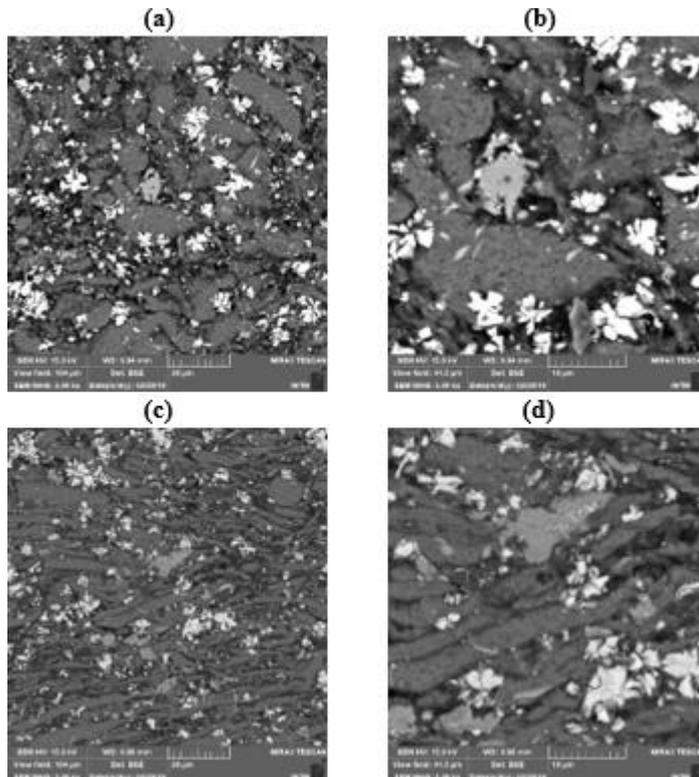
Fonte: A Autora, 2019.

Figura 37 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da amostra 7: (a) Superficial 2000x; (b) Superficial 5000x; (c) Transversal 2000x; (d) Transversal 5000x



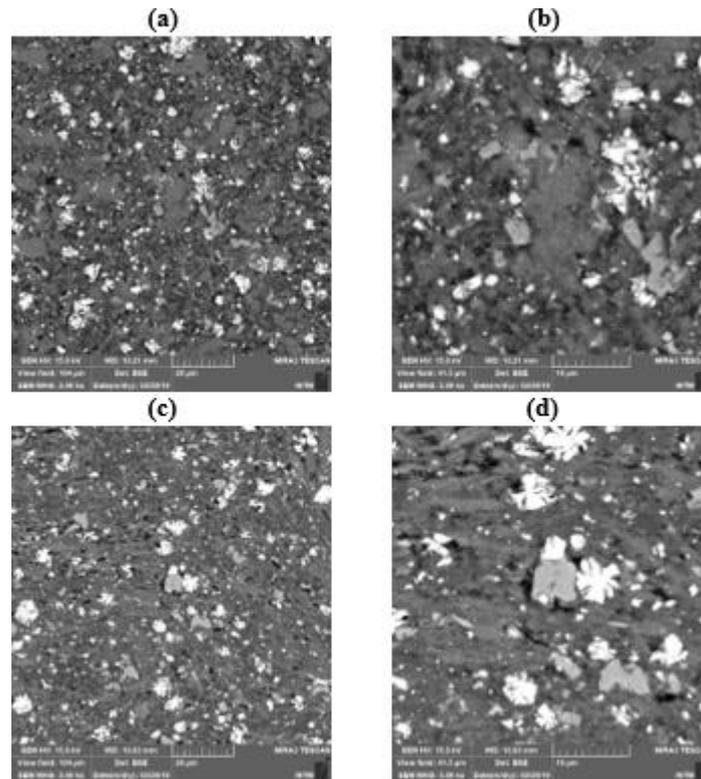
Fonte: A Autora, 2019.

Figura 38 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da amostra 8: (a) Superficial 2000x; (b) Superficial 5000x; (c) Transversal 2000x; (d) Transversal 5000x



Fonte: A Autora, 2019.

Figura 39 – Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da amostra 9: (a) Superficial 2000x; (b) Superficial 5000x; (c) Transversal 2000x; (d) Transversal 5000x



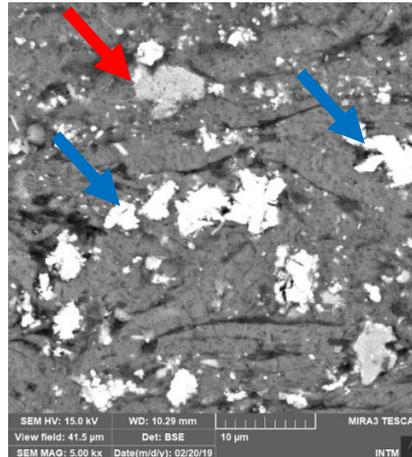
Fonte: A Autora, 2019.

De forma geral, identifica-se partículas cinza claro na matriz em todas as amostras. Se trata provavelmente da fase de tonalidade marrom visualizada nas imagens de microscopia ótica. A partir da amostra 4, nota-se a presença de partículas de tonalidade ainda mais clara, próximos a cor branca, dando forte indicação que se trata do reforço de carbetto de nióbio adicionado (analogamente as partículas de coloração cinza escuro identificadas por MO).

Ambas as partículas são representados por cores muito semelhantes, dificultando um pouco a distinção das mesmas em imagens BSE de menor aumento.

Segundo CALTABIANO (2016), precipitados com diferentes valores médios de peso atômico são melhor diferenciados nas imagens adquiridas por elétrons retroespalhados, pois as fases com maior peso atômico tendem a aparecer mais claras que as fases com menor peso atômico. De tal forma, as partículas visualizadas devem possuir números atômicos semelhantes.

Figura 40 – Presença de partículas cinza claro evidenciados por setas vermelhas e partículas brancas evidenciados por setas azuis na amostra 6 (imagem transversal 5000x)



Fonte: A Autora, 2019.

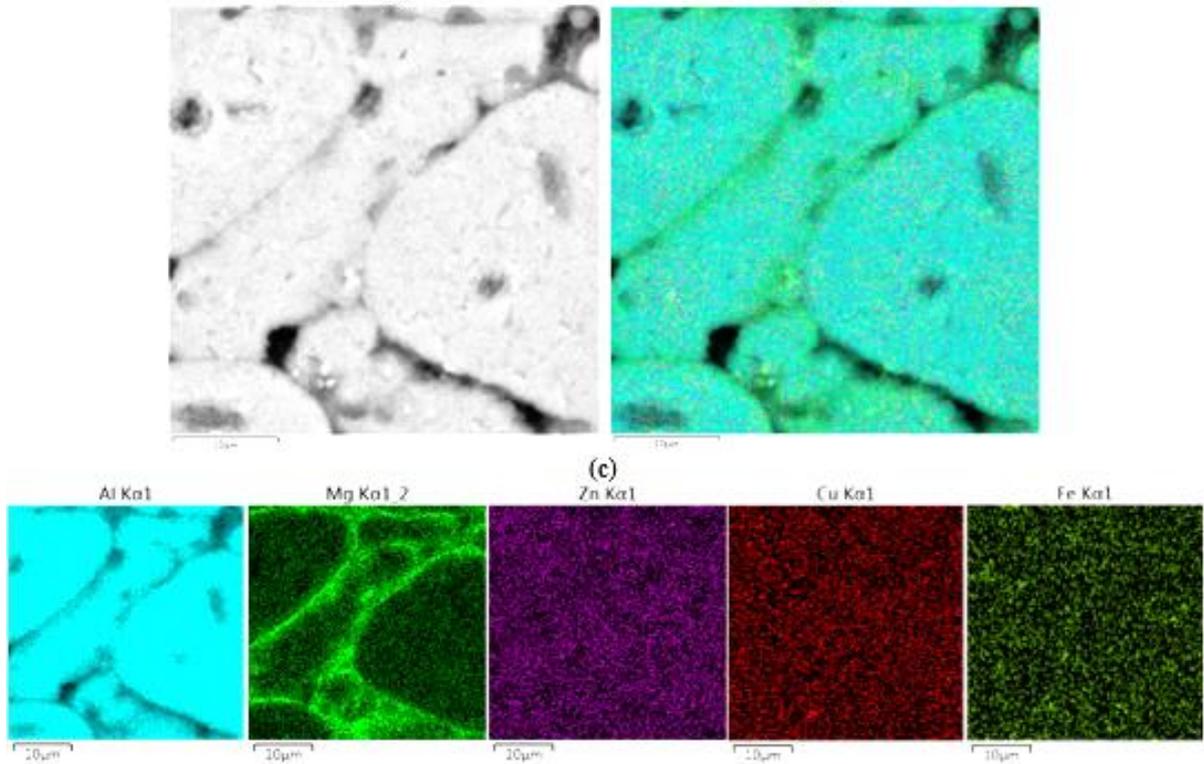
5.1.2.1 Análise a partir de Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

A análise de espectroscopia de energia dispersiva (EDS) foi realizada sobre toda a superfície das imagens, resultando em mapas de elementos, bem como sobre pontos selecionados na imagem.

É importante lembrar que em função do caráter semiquantitativo da técnica de análise EDS, é possível a ocorrência de interferência na análise causada em situações em que o volume de interação do feixe de elétrons abranja, além da região de interesse (ex.: precipitado), a vizinhança deste (ex.: matriz, reforço, etc.). Neste caso, os elementos detectados serão a média dos elementos presentes no volume de interação entre o feixe de elétrons e a amostra.

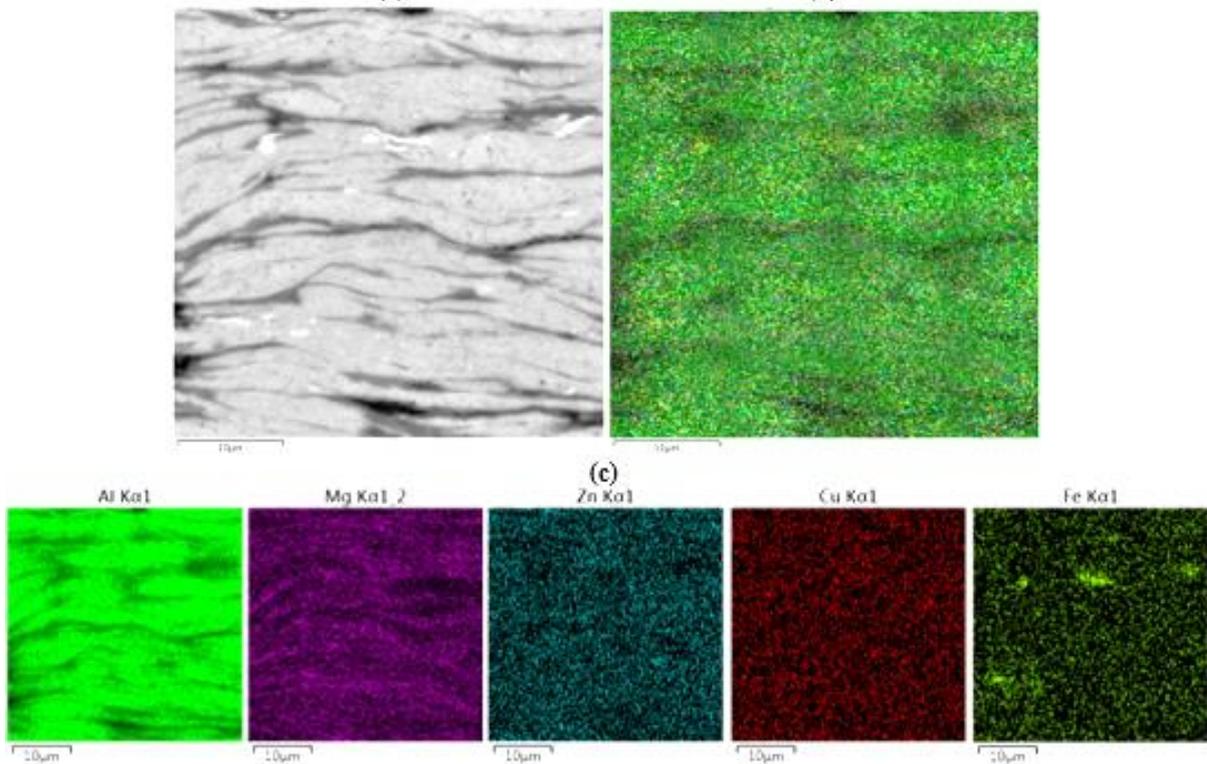
As seguintes figuras 41, 42 e 43 mostram espectros de dispersão de energia de toda a superfície da imagem de secções transversais das amostras 1, 2 e 3, todas sem adição de reforço. O mapa de elementos e mapas de elementos individuais elucidam sobre a distribuição dos elementos no campo do material visualizada na imagem. Os mapas dos elementos Ti, Mn, Cr e Si, embora obtidos, não foram contemplados abaixo devido à presença menos expressiva desses elementos na composição do material.

Figura 41 – Imagem BSE e espectros de dispersão de energia de toda a superfície da imagem da secção Transversal da amostra 1: (a) Imagem BSE, (b) Mapa de elementos e (c) mapa de elementos individuais



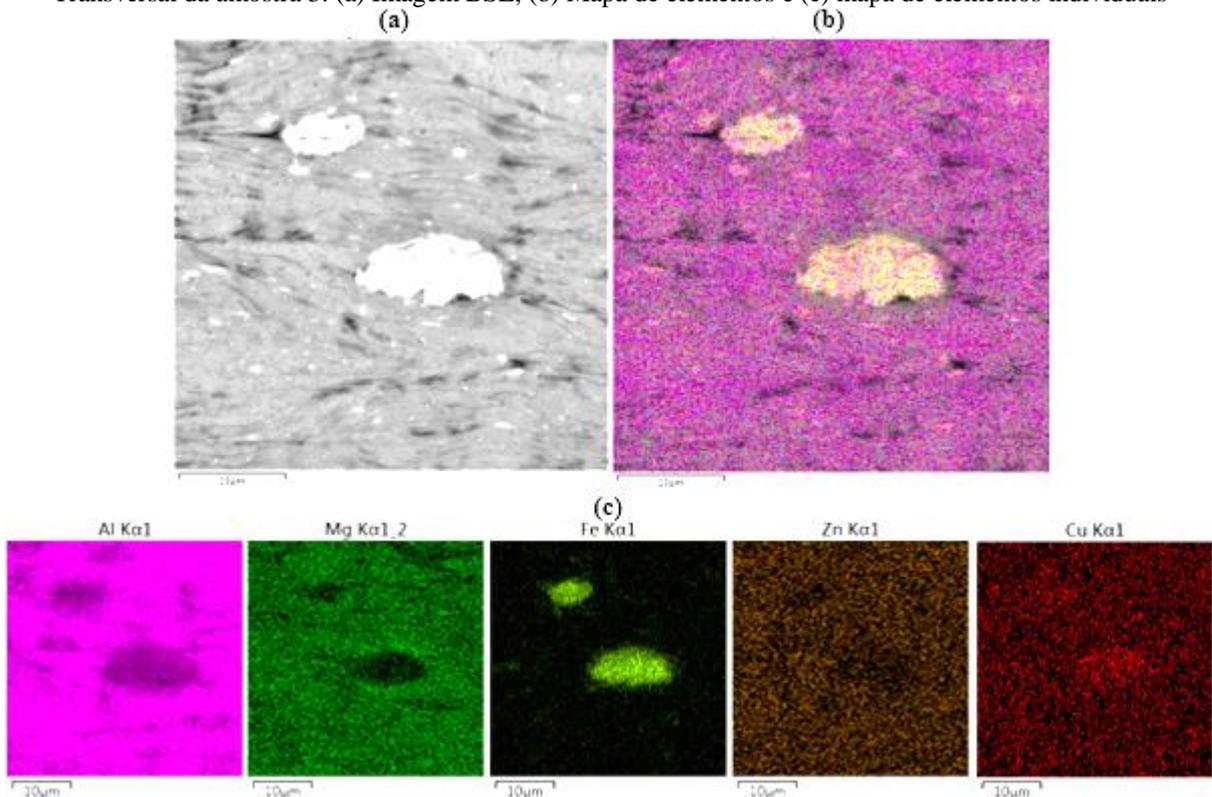
Fonte: A Autora, 2019.

Figura 42 – Imagem BSE e espectros de dispersão de energia de toda a superfície da imagem da secção Transversal da amostra 2: (a) Imagem BSE, (b) Mapa de elementos e (c) mapa de elementos individuais



Fonte: A Autora, 2019.

Figura 43 – Imagem BSE e espectros de dispersão de energia de toda a superfície da imagem da secção Transversal da amostra 3: (a) Imagem BSE, (b) Mapa de elementos e (c) mapa de elementos individuais



Fonte: A Autora, 2019.

Para as amostras 1 (sem moagem), 2 (1h de moagem) e 3 (2h de moagem), observa-se uma distribuição homogênea do zinco em toda a superfície do material abrangida pela imagem. Em contrapartida, os mapas de magnésio apresentam uma distribuição mais homogênea nas amostras que foram fabricadas com pós submetidos a maiores tempos de moagem, o que pode ser entendido como a capacidade do processo de preparação do pó em garantir a homogeneidade do material, assegurando a uniformidade isotrópica das propriedades da peça acabada.

Segundo LOBO (2014, apud HWANG, 2000), a partir da moagem de alta energia, alta deformação é introduzida nas partículas (manifestado pela presença de defeitos cristalinos, tais como discordâncias, vazios, falha de empilhamento e aumento no número de contornos de grão). A presença desses defeitos, além do refinamento da microestrutura que diminui as distâncias de difusão, aumentam a difusividade dos elementos solutos na matriz, sugerindo que o tempo de moagem pode ter influenciado diretamente na difusão atômica deste elemento químico.

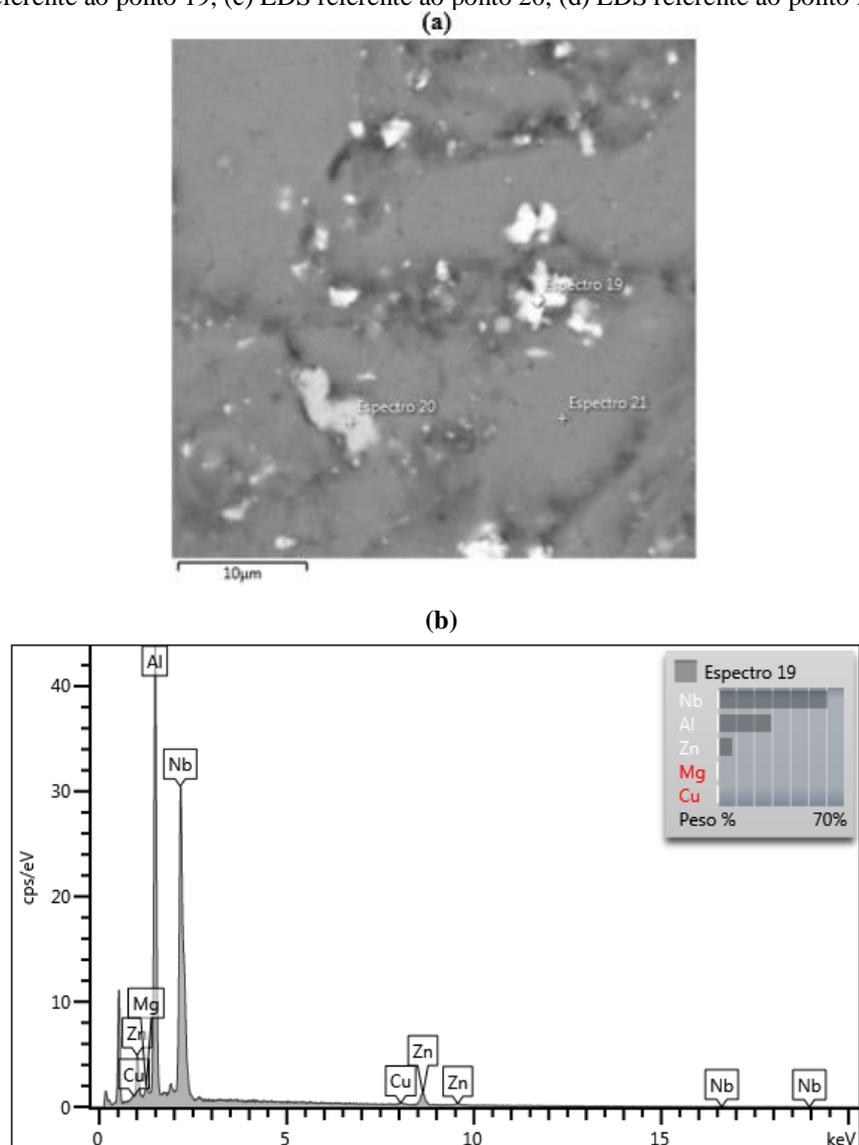
A baixa homogeneidade apresentada apenas para os mapas de magnésio em amostras submetidas a baixo tempo de moagem pode ser explicado devido a maior solubilidade do Zn

no Al, em comparação com o Mg e o Cu. Segundo NASCIMENTO (2014), a solubilidade máxima do Zn no Al é da ordem de 65% a 381°C, enquanto a do Mg é da ordem de 15% a 440°C; para completar, a solubilidade do Cu no Al é da ordem de 5% a 548°C.

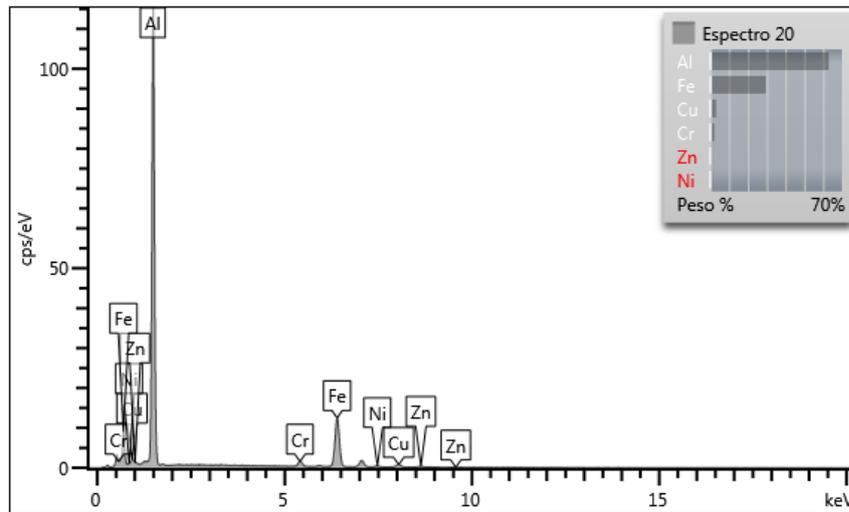
Nota-se uma concentração de ferro e cobre na partícula cinza claro. A presença de fases contendo ferro já era esperada uma vez que MONTEIRO reportou a presença de partículas identificadas como pós de ferro, presentes devido contaminação das amostras durante o processo de fabricação.

A figura 44 mostra uma imagem de elétrons retroespalhados (BSE) obtida da secção superficial da amostra 4, bem como os espectros de dispersão de energia (EDS). Na imagem são observadas as partículas mencionadas anteriormente (cinza claro e branca).

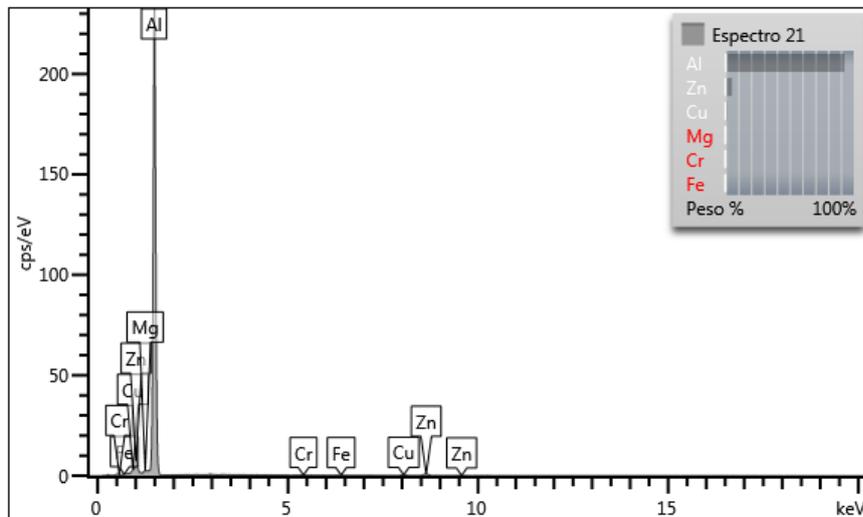
Figura 44 – Imagem de elétrons retroespalhados (BSE) e espectros de dispersão de energia adquiridos a partir da secção superficial da amostra 4: (a) imagem de elétrons retroespalhados indicando os pontos de análise, (b) EDS referente ao ponto 19, (c) EDS referente ao ponto 20, (d) EDS referente ao ponto 21.



(c)



(d)



Fonte: A Autora, 2019.

Tabela 11 – Resultados da análise por EDS na secção superficial da amostra 4

Ponto 19 (partícula branca)			Ponto 20 (partícula cinza claro)			Ponto 21 (matriz)		
Elemento	Wt%	At%	Elemento	Wt%	At%	Elemento	Wt%	At%
Nb	60,86	34,15	Al	62,92	78,04	Al	92,77	96,61
Al	29,67	57,32	Fe	29,51	17,69	Zn	4,99	2,14
Zn	8,05	6,42	Cu	3,2	1,69	Cu	1,64	0,73
Mg	0,72	1,54	Cr	2,17	1,40	Mg	0,32	0,37
Cu	0,7	0,57	Zn	1,11	0,57	Cr	0,19	0,10
			Ni	1,09	0,62	Fe	0,09	0,05

Fonte: A Autora, 2019.

Através da análise EDS verificou-se uma partícula rica em nióbio e uma partícula contendo ferro e cobre como elementos principais.

No ponto 19 identificou-se a partícula branca e apresentou, como pode-se observar através do espectro de dispersão de energia da Figura 44 (b), um grande teor de Nióbio, indicando que se trata do reforço de carbetos de nióbio adicionado. A identificação de alumínio e outros elementos é atribuída à matriz ao redor do reforço.

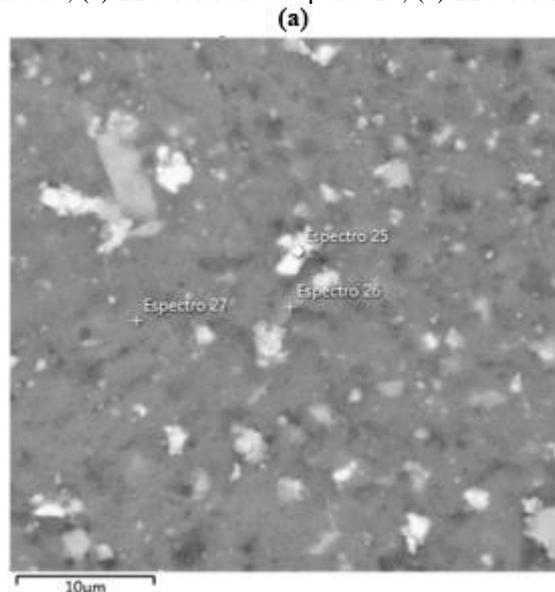
O ponto 20, referente a partícula cinza claro, apresentou a presença de principalmente alumínio e ferro, além de cobre. O que pode significar, com base na razão entre os pesos atômicos (at%) do alumínio e ferro de aproximadamente de 4,5, que se trata de uma partícula rica em ferro tal como a fase Al_3Fe .

A análise EDS realizada sobre o ponto 21 indica uma matriz rica em alumínio com uma expressiva presença de zinco, além de magnésio e cobre em solução sólida.

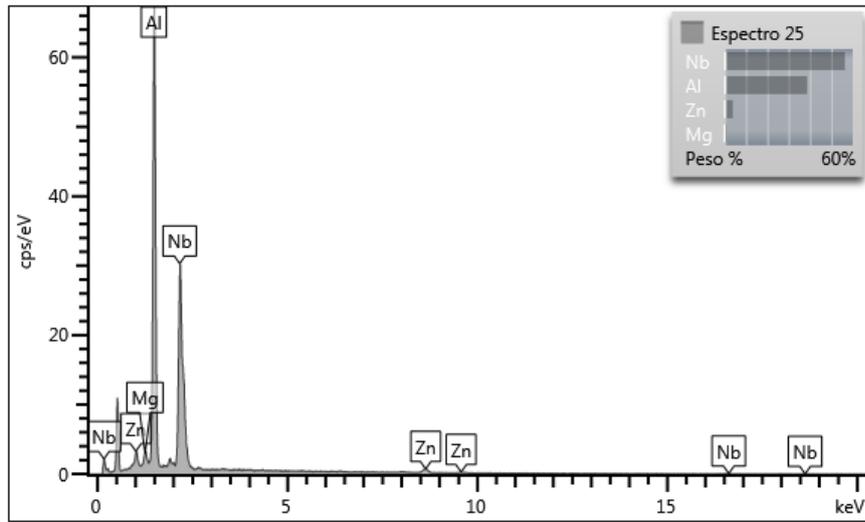
A distinção entre os precipitados ricos em ferro e o reforço de carbetos de nióbio nesta imagem não é muito clara devido a proximidade de números atômicos entre o ferro ($Z = 26$) e o nióbio ($Z = 41$). O carbetos de nióbio, por ser rico em nióbio que possui um maior número atômico, é representado por uma cor mais clara (próxima ao branco) quando comparado com o precipitado rico em ferro, que aparece nas imagens com uma cor cinza um pouco mais escura.

A figura 45 mostra uma imagem de elétrons retroespalhados (BSE) e espectro de energia dispersiva obtidos da secção superficial da amostra 5.

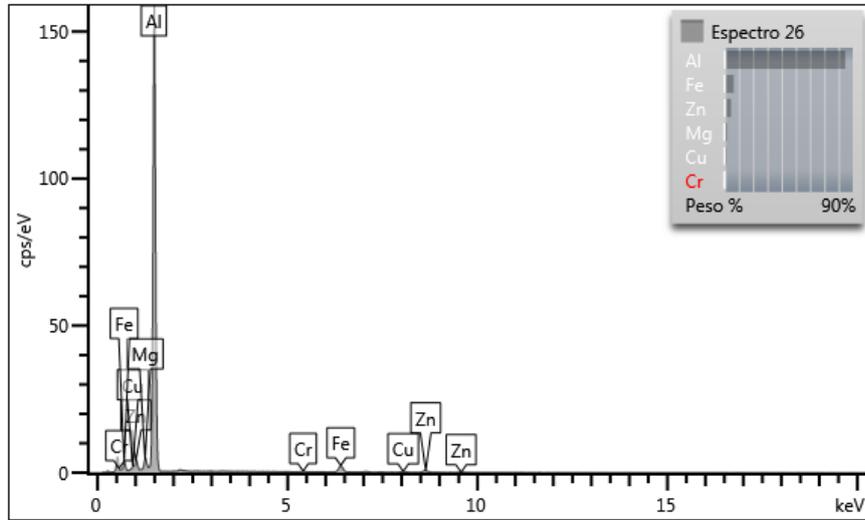
Figura 45 – Imagem de elétrons retroespalhados (BSE) e espectros de dispersão de energia adquiridos a partir da secção superficial da amostra 5: (a) imagem de elétrons retroespalhados indicando os pontos de análise, (b) EDS referente ao ponto 25, (c) EDS referente ao ponto 27, (d) EDS referente ao ponto 27



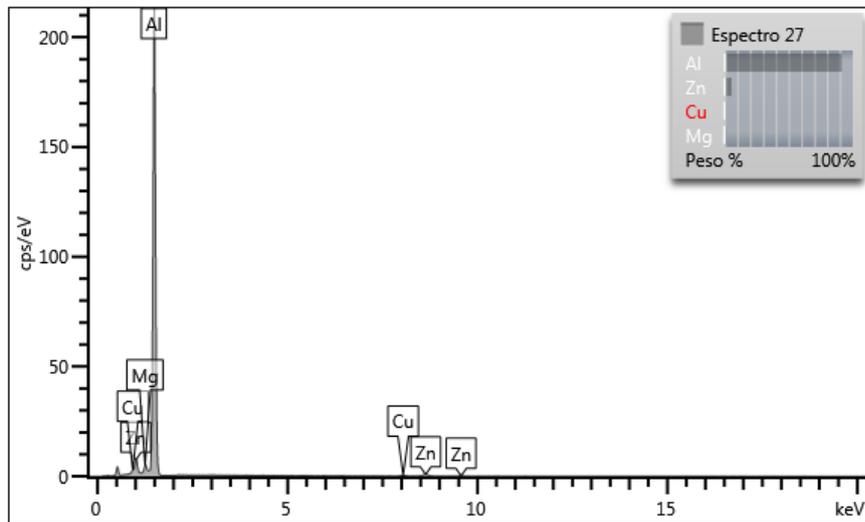
(b)



(c)



(d)



Fonte: A Autora, 2019.

Tabela 12 – Resultados da análise por EDS na secção superficial da amostra 5

Espectro 25 - Partícula branca			Espectro 26 - Partícula cinza claro			Espectro 27 - Matriz		
	wt%	at%		wt%	at%		wt%	at%
Nb	56,36	28,27	Al	84,75	91,23	Al	91,58	95,33
Al	38,65	66,76	Fe	6,48	3,37	Zn	5,44	2,34
Zn	3,82	2,72	Zn	4,58	2,03	Mg	1,42	1,64
Mg	1,17	2,24	Mg	1,89	2,26	Cu	1,56	0,69
			Cu	1,8	0,82			
			Cr	0,5	0,28			

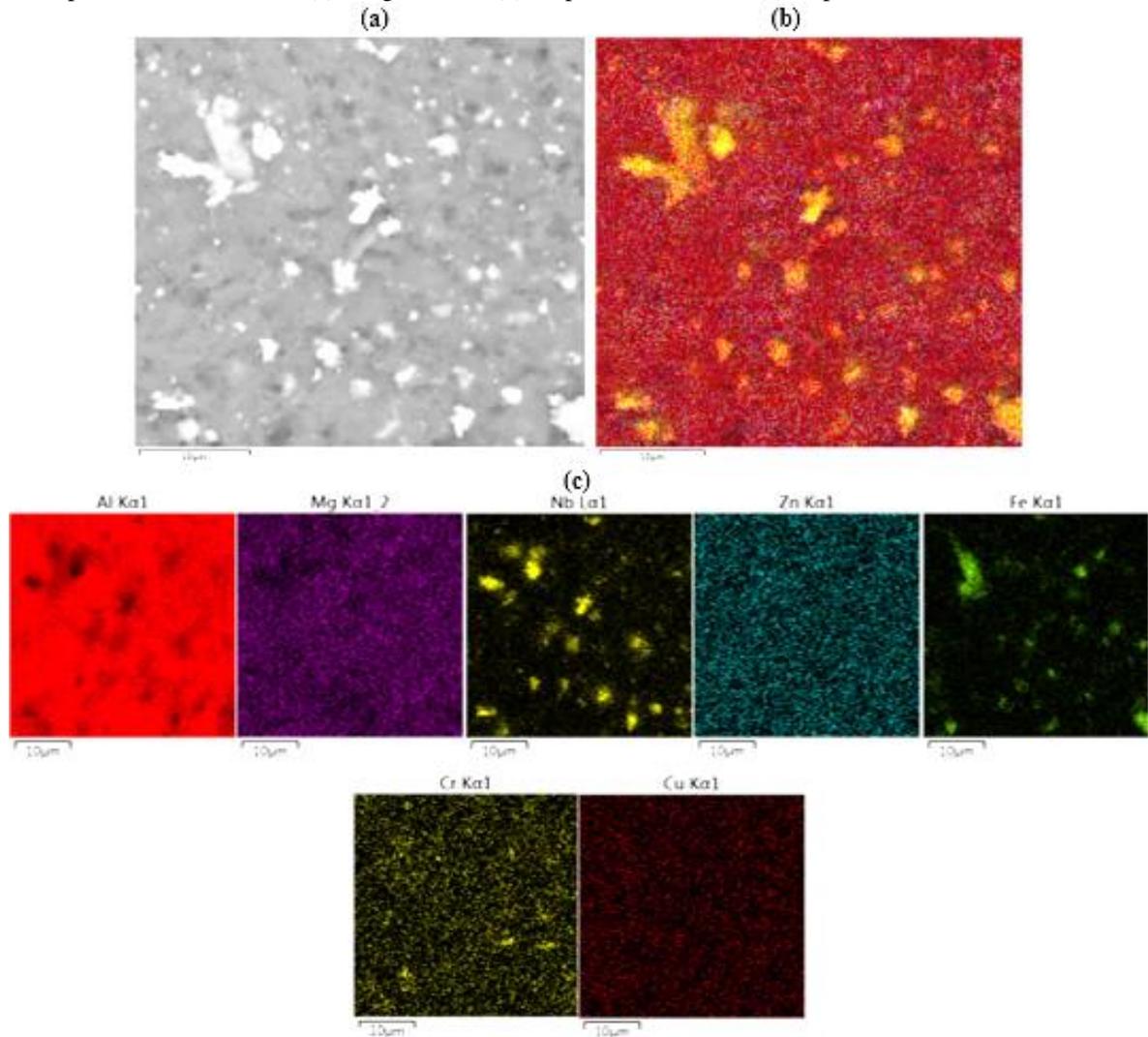
Fonte: A Autora, 2019.

A partícula branca, já identificada como o carbeto de nióbio, apresentou novamente grande teor de nióbio, conforme o esperado.

Desta vez, a partícula cinza claro, novamente rica em ferro e alumínio, apresentou uma razão entre os pesos atômicos (at%) do ferro e o cobre por volta de 4, em concordância com a fase $Al_{23}Fe_4Cu$ (também conhecido como $Al_7(Fe, Cu)$). O exacerbado teor de alumínio e a identificação de elemento como Mg, Zn e Cr são atribuídos ao caráter semiquantitativo da técnica EDS. Novamente, identificou-se uma matriz rica em alumínio com Zn, Mg e Cu em solução sólida.

A Figura 46 a seguir mostra mapas de elementos obtidos da secção superficial da amostra 5.

Figura 46 – Imagem BSE e espectros de dispersão de energia de toda a superfície da imagem da secção superficial da amostra 5: (a) Imagem BSE, (b) Mapa de elementos e (c) mapa de elementos individuais



Fonte: A Autora, 2019.

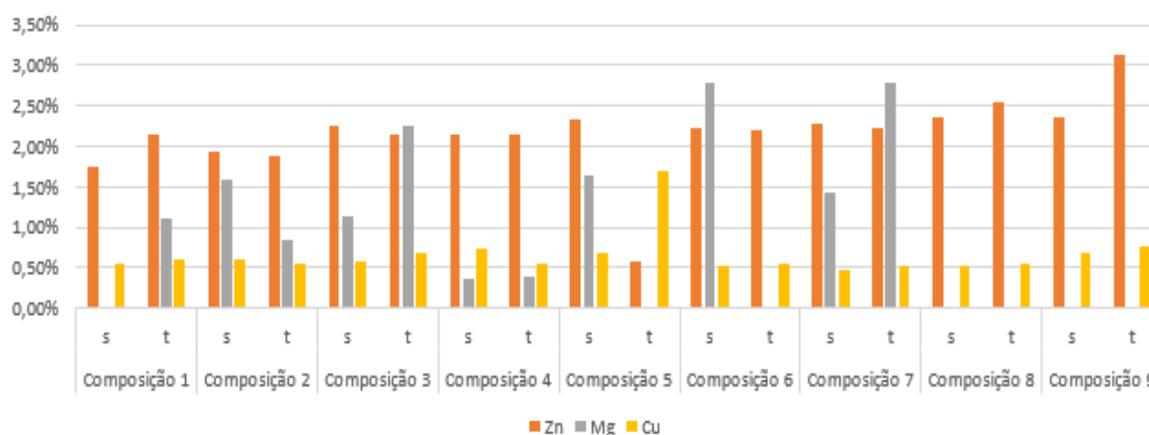
Em conjunto com a imagem BSE da Figura 46 (a), os mapas de elementos individuais facilitam a identificação das partículas presentes na matriz a partir do fornecimento da distribuição dos diferentes elementos apresentados no material. Neste caso, são mais facilmente visualizados o reforço adicionado, indicado no mapa de Nb, e os precipitados ricos em ferro.

Não foram encontradas partículas ricas em Zn e Mg, à exemplo das fases $MgZn_2$ (fase-M) e $Mg_3Zn_3Al_2$ (fase-T). Os mapas individuais Zn e Mg mostram uma distribuição homogênea para estes elementos, o que pode ser interpretado que estes se encontram em solução sólida na matriz e/ou nuclearam em partículas que não cresceram o bastante para serem visualizadas nos aumentos alcançados.

Esperava-se ser possível visualizar tais precipitados uma vez que os precipitados identificados por CHUANDONG et al. (2017) em um compósito de matriz Al-Zn-Mg(-Cu) reforçada por partículas de B_4C envelhecido por precipitação (T6) tinham dimensões máximas, para os precipitados η incoerentes, de 110.4 nm de comprimento por 22.0 nm de largura e estes foram identificados através das imagens de microscopia eletrônica de transmissão. Porém, SOUZA, S. H. (2018) visualizou precipitados $MgZn_2$ grandes o bastante para a realização de uma microanálise pontual confiável em uma liga AA7075-T6 apenas após um tratamento de superenvelhecimento de 300°C por 72h, conduzido a partir da amostra no estado inicial (T6).

O gráfico da Figura 47 foi gerado a partir de dados obtidos a através de análise EDS realizada a partir de pontos posicionados sobre a matriz das amostras. Os dados informam que a matriz é composta de forma geral de alumínio com presença de principalmente zinco, magnésio e cobre em solução sólida. O gráfico mostra apenas os principais elementos em solução sólida (Zn, Mg, Cu), não levando em conta ocorrências de elementos presentes em menores quantidades ou cuja detecção foi atribuída ao caráter semiquantitativo da análise EDS.

Figura 47 – Gráfico de elementos em solução sólida encontrados na matriz em cada amostra



Fonte: A Autora, 2019.

É possível observar que, ao contrário das amostras de composição de 1 a 7, as amostras de composição 8 e 9, que possuem maior adição de reforço, não apresentaram quantidade relevante de magnésio na análise. Esse fato sugere que, devido a maior quantidade de reforço presente e conseqüente elevada densidade de sítios preferenciais para nucleação heterogênea fornecidos pela alta densidade de discordâncias e interface reforço/matriz desta

região leva a nucleação e crescimento dos precipitados ali presentes gerando uma redução rápida do soluto disponível.

6 CONCLUSÃO

- Não conformidades foram observadas na amostra 3, fabricada com o maior tempo de moagem aplicado (2 horas), sugerindo que o tempo de moagem elevado, que gera lamelas muito delgadas, leva a uma elevada concentração de tensão.
- Acredita-se, com base nos mapas de elementos obtidos, que o aumento de tempo de moagem, além de contribuir para uma maior uniformidade da peça, pode ter tido influência na difusão atômica do magnésio (que apresenta uma solubilidade em alumínio relativamente menor ao zinco), assistindo para uma distribuição mais homogênea deste elemento nas amostras.
- A utilização do mapa de elementos foi de grande auxílio na identificação da distribuição de diferentes elementos apresentados em um material (neste caso, as partículas de reforço e outras fases presentes na matriz metálica), principalmente na ocorrência de elementos com semelhantes números atômicos, uma vez que estes serão representados por tons semelhantes em imagens de elétrons retroespalhados;
- As partículas ricas em ferro visualizadas foram identificadas, com base nas razões razão entre os pesos atômicos (at%), como as fases: Al_3Fe e $Al_{23}Fe_4Cu$ (também conhecido como $Al_7(Fe, Cu)$);
- Não foram encontradas partículas ricas em Zn e Mg, à exemplo das fases $MgZn_2$ (fase-M) e $Mg_3Zn_3Al_2$ (fase-T). Com base na distribuição homogênea apresentada nos mapas destes elementos, acredita-se que eles se encontram em solução sólida na matriz e/ou nuclearam em partículas que não cresceram o bastante para serem visualizadas nos aumentos realizados;
- Uma vez que as amostras que possuem maior adição de reforço (numeração 8 e 9) não apresentaram quantidade relevante de magnésio na análise, suspeita-se que a elevada densidade de sítios preferenciais para nucleação heterogênea fornecidos pelo reforço (alta densidade de discordâncias e interface reforço/matriz) levou a uma redução rápida do soluto disponível.

7 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

Fica como sugestão para trabalhos futuros:

- Realizar análise dos precipitados formados a partir de um microscópio eletrônico de transmissão (MET) que permite um estudo muito mais detalhado, tornando possível a análise do processo de precipitação desde a formação de zonas GP (que, segundo CHUANDONG (2017), tem em média um diâmetro 3.7 - 4.7 nm);
- Se possível, fazer uso da técnica de caracterização de difração por retroespalhamento de elétrons (EBSD) para compreensão da orientação cristalina das diferentes fases das amostras através do microscópio eletrônico de varredura (MEV), permitindo a identificação da coerência dos precipitados de endurecimento com a matriz;
- Tratar a liga AA7075 até o estado superenvelhecido objetivando um engrossamento de partículas de fase-M/fase-T de forma a garantir visualização através de microscopia eletrônica de varredura e microanálises pontuais confiáveis;
- Realizar análise microestrutural das amostras por etapas, avaliando o estado microestrutural nas etapas de solubilização, têmpera e envelhecimento separadamente;
- Realizar tratamento térmico de envelhecimento sem a interferência de paradas operacionais, as quais podem acarretar em envelhecimento natural, mascarando o verdadeiro comportamento da variação de dureza durante um processo de envelhecimento contínuo.

REFERÊNCIAS

- ALUMINIUM COMPANY OF AMERICA. **Ligas e Têmperas de Extrusão**. ALCOA, 2010.
- ANDRADE, A. **estabilidade microestrutural da liga Al - 2,4 Li - 1,2 Cu - 0,6 Mg - 0,12 Zr (8090) submetida a tratamentos de retrogressão e rejuvenescimento**. 2003. Dissertação (Mestrado), Universidade Católica do Rio de Janeiro – Puc. Rio de Janeiro, 2003.
- ASM. ASM Handbook. **Heat Treating**. v. 4, ASM International, 1991.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO. **Alumínio brasileiro: soluções para uma vida sustentável**. São Paulo: ABAL, 2017.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO. **Fundamentos e aplicações do alumínio**. São Paulo: ABAL, 2007.
- BARBOSA, C. **Metais não ferrosos e suas ligas microestrutura, propriedades e aplicações**. 1ª ed. Rio de Janeiro, 2014.
- CALLISTER Jr., W. D. **Ciência e engenharia dos materiais – uma introdução**. 5ª ed. São Paulo: LTC Editora, 2000.
- CALTABIANO, P. **Caracterização morfológica e microestrutural da liga AA7075 por microscopia correlativa e processamento digital de imagens**. 2016. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia, Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho". Guaratinguetá: UEP, 2016.
- CARE RATINGS. **Aluminium industry: the silver knight of the economy**. 2017. Disponível em: <http://www.careratings.com/upload/NewsFiles/SplAnalysis/Aluminium%20Industry%20Report.pdf>. Acesso em: 10 nov. 2018.
- CHIAVERINI, V. **Tecnologia mecânica: processos de fabricação e tratamento**. 2ª ed. São Paulo, 1986a. v. 2.
- CHIAVERINI, V. **Tecnologia mecânica: materiais de construção mecânica**. 2ª ed., São Paulo, 1986b. v. 3.
- CHUANDONG, W., et al. Precipitation phenomena in Al-Zn-Mg alloy matrix composites reinforced with B4C particles. **Scientific Reports**. 2017.
- DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. **Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparação de amostras: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores**. Porto Alegre: EdiPUCRS, 2007.
- DUARTE, L. C. et al. Aplicações de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e sistema de energia dispersiva (EDS) no Estudo de Gemas: exemplos brasileiros. **Pesquisas em Geociências**, v. 30, n. 2, 2003.

FERNANDES, M. **Compósito de matriz metálica a base de níquel com adição de TaC e NbC produzidos via metalurgia do pó.** 2014. Tese (Doutorado) – Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2014.

GOODGE, J. **Element Mapping.** Disponível em: https://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/elementmapping.html. Acesso em: 23 fev. 2019.

HATCH, J.E. **Aluminum: properties and physical metallurgy.** New York: American Society for Metals, 1984.

HWANG, S. J. The Effect of Microstructure and Dispersoids on the Mechanical Properties of NiAl Produced by Mechanical Alloying. **Journal of metastable and nanocrystalline materials**, v. 7, p.1-6, 1999.

LOBO, C. J. S. **Estudo das propriedades mecânicas de ligas Fe-Ni e Fe-Ni-Mo processadas por metalurgia do pó.** 2014. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência de Materiais)-Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2014. 156 f.

NASCIMENTO, E. M. **Efeito de tratamentos térmicos nas propriedades em compressão de compósitos de baixa densidade de matriz metálica.** 2014. Dissertação (Mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Campinas, SP.

NICOLAS, M. **Precipitation evolution in an Al-Zn-Mg alloy during non-isothermal heat treatments and in the heat-affected zone of welded joints.** 2002. Thesis (Science et Génie des Matériaux). l'Ecole Doctorale Matériaux et Génie des Procédés

ORTIZ, D. et al. Effect of Cold Work on the Tensile Properties of 6061, 2024, and 7075 Al Alloys. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v.16, n.5, 2007

REDDY, D. V. R. **Microalloying of advanced Al-Zn-Mg-Cu alloy.** Metalworld, 2008. Disponível em: www.metalworld.co.in/technology0908.pdf. Acesso em: 11 nov. 2018.

ROOY, E. L. **Introduction to aluminum and aluminum alloys.** ASM Metals Handbook. 10 ed. v. 2. 1990.

SAHIN, A.; SARIOGLU, F. Effect Of Reinforcements on Precipitation Behaviour in Al 7075/TiCp Composite. **Scripta Materialia**, v. 37, n. 8, 1997.

SOUZA, S. H. **Cinética de amolecimento da liga de alumínio AA7075 durante recozimento após laminação a frio.** 2018. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade de São Paulo, 2018.

TAEK, S.; EUN, S.; WOO, S. Control of equilibrium phases (M,T,S) in the modified aluminum alloy 7175 for thick forging applications. **Materials Transactions**, v. 44, n. 1, p. 181-187, 2003.

ZHANG, L., et al. Softening Behavior of a New Al-Zn-Mg-Cu Alloy Due to TIG Welding. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 25, n. 5, p. 1870–1879, 2016.