



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA  
CAMPUS TRINDADE  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE  
MATERIAIS

THAÍS COUTO SILVA

**EFEITO DA DEFORMAÇÃO A FRIO NO ENDURECIMENTO POR  
PRECIPITAÇÃO DE LIGAS DE Al-Zr E Al-Zr-Mg ENVELHECIDAS  
ARTIFICIALMENTE**

FLORIANÓPOLIS-SC

2020

Thaís Couto Silva

**EFEITO DA DEFORMAÇÃO A FRIO NO ENDURECIMENTO POR  
PRECIPITAÇÃO DE LIGAS DE Al-Zr E Al-Zr-Mg ENVELHECIDAS  
ARTIFICIALMENTE**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina para a obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Augusto Silva de Oliveira

Florianópolis

2020

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,  
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Silva, Thais Couto

Efeito da deformação a frio no endurecimento por precipitação de ligas de Al-Zr e Al-Zr-Mg envelhecidas artificialmente / Thais Couto Silva ; orientador, Carlos Augusto Silva de Oliveira, 2020.

94 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Florianópolis, 2020.

Inclui referências.

1. Ciência e Engenharia de Materiais. 2. Ligas Al-Zr e Al-Zr-Mg. 3. Deformação. 4. Precipitação. 5. Envelhecimento. I. Oliveira, Carlos Augusto Silva de. II. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. III. Título.

Thaís Couto Silva

**Efeito da Deformação a Frio no Endurecimento por Precipitação de Ligas de Al-Zr e Al-Zr-Mg Envelhecidas Artificialmente**

O presente trabalho em nível de mestrado foi avaliado e aprovado por banca examinadora composta pelos seguintes membros:

Prof. Carlos Augusto Silva de Oliveira, Dr.  
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Carlos Enrique Nino Bohórquez, Dr.  
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Juan Manuel Pardal, Dr.  
Universidade Federal Fluminense

Certificamos que esta é a **versão original e final** do trabalho de conclusão que foi julgado adequado para obtenção do título de mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

---

Prof. Dr. Guilherme Mariz de Oliveira Barra  
Coordenador do Programa

---

Prof. Dr. Carlos Augusto Silva de Oliveira  
Orientador

Florianópolis, 31 de março de 2020.

Este trabalho é dedicado aos meus amados pais.

## **AGRADECIMENTOS**

Primeiramente, agradeço à Universidade Federal de Santa Catarina por todo suporte e excelência acadêmica e, em especial, ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.

Agradeço ao meu orientador, Prof. Dr. Carlos Augusto Silva de Oliveira pela orientação, ensinamento e paciência. Foi enorme sua contribuição neste trabalho.

Gostaria de agradecer aos amigos do Laboratório de Conformação Mecânica (LABConf), em especial ao Paulo, Ricardo, Gustavo e Nathalia, pelo auxílio na realização desta pesquisa e também pela amizade. Ao Laboratório Central de Microscopia Eletrônica (LCME) por disponibilizar o Microscópio Eletrônico de Transmissão e ao Eduardo Isoppo no auxílio para a realização das análises. À Roberta do Núcleo de Pesquisa em Materiais Cerâmicos (CERMAT) pelas análises no MEV. Agradeço também ao Rogério de Campos, secretário do PGMAT, pelos esclarecimentos prestados durante o mestrado.

Agradeço também às amigas Sandyla Prata e Cristiane Wada pela amizade, apoio e incentivo durante o tempo em Florianópolis.

Por fim, agradeço à minha mãe Heloiza Couto e ao meu pai Edvaldo Silvestre, por confiarem em mim e também por me apoiarem em todos os momentos e decisões tomadas nesta trajetória. Obrigada, também, à minha irmã Thamires Couto, por todo amor e carinho.

“Só se pode alcançar um grande êxito, quando nos mantemos fiéis a nós mesmos.”

(Friedrich Nietzsche)

## RESUMO

As ligas de Alumínio-Zircônio e Alumínio-Zircônio-Magnésio possuem considerável resistência mecânica e dureza. Tais propriedades são obtidas por meio do tratamento térmico de envelhecimento dessas ligas. A adição de magnésio confere à liga endurecimento por solução sólida. Dentro desse contexto, este trabalho objetivou estudar a influência da deformação a frio na microdureza, microestrutura e cinética de precipitação das ligas Al-0,20%p.Zr e Al-0,20%p.Zr-0,90%p.Mg nas condições como deformada e envelhecida artificialmente na temperatura de 650 K, nos tempos de 4, 8, 12, 24, 50, 100 e 400 horas. Foram estudadas duas deformações, 50% e 70% de redução em altura para a liga Al-Zr-Mg e 70% de deformação para a liga Al-Zr. Para tal pesquisa foram utilizadas as seguintes técnicas: Microscopia Óptica (MO), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e de Transmissão (MET) e Microdureza Vickers. As três condições estudadas, já citadas anteriormente, apresentaram o pico de microdureza (endurecimento máximo) em 50 horas de envelhecimento proveniente da precipitação de compostos intermetálicos  $Al_3Zr$  cúbicos. Após 50 horas de tratamento térmico as ligas apresentaram redução em seu endurecimento devido ao processo de superenvelhecimento, coalescimento dos precipitados. A deformação a frio empregada antes do tratamento térmico de envelhecimento contribuiu para aumentar o endurecimento dessas ligas. A adição de magnésio provocou um aumento considerável na microdureza da liga Al-Zr-Mg quando comparada à liga Al-Zr, devido a ação do mecanismo de endurecimento por solução sólida.

**Palavras-chave:** Ligas de Al-Zr. Ligas de Al-Zr-Mg. Deformação. Envelhecimento. Precipitação.

## ABSTRACT

Aluminum-Zirconium and Aluminum-Zirconium-Magnesium alloys have considerable mechanical strength and hardness. Such properties are obtained by the heat treatment of ageing of these alloys. The addition of magnesium gives the alloy hardening by solid solution. Within this context, this study aimed to study the influence of cold deformation on the microhardness, microstructure and precipitation kinetics of the alloys Al-0.20% w.Zr and Al-0.20% w.Zr-0.90% w. Mg under conditions such as deformed and artificially aged at a temperature of 650 K, at times of 4, 8, 12, 24, 50, 100 and 400 hours. Two deformations were studied, 50% and 70% reduction in height for the Al-Zr-Mg alloy and 70% deformation for the Al-Zr alloy. For this research the following techniques were used: Optical Microscopy, Scanning Electron Microscopy (SEM) and Transmission (TEM) and Vickers Microhardness. The three conditions studied, already mentioned above, presented the peak of microhardness (maximum hardening) in 50 hours of ageing, resulting from the precipitation of cubic Al<sub>3</sub>Zr intermetallic compounds. After 50 hours of heat treatment, the alloys showed a reduction in their hardening due to the super-ageing process, coalescence of the precipitates. The cold deformation used before the ageing contributed to increase the hardening of these alloys. The addition of magnesium caused a considerable increase in the microhardness of the Al-Zr-Mg alloy when compared to the Al-Zr alloy, due to the action of the hardening mechanism by solid solution.

**Keywords:** Al-Zr alloys. Al-Zr-Mg alloys. Deformation. Ageing. Precipitation.

## LISTA DE FIGURAS

|   |    |
|---|----|
| Figura 3-1 - Resistência mecânica de alguns materiais de engenharia.....  | 18 |
| Figura 3-2 - Resistência específica de alguns materiais de engenharia.....  | 18 |
| Figura 3-3 - Variação da microdureza <i>Vickers</i> com temperatura e tempo de tratamento térmico para duas ligas: (a) Al-0,20%p.Zr e (b) Al-0,32%p.Zr.....                         | 21 |
| Figura 3-4 - Comportamento em fluência das ligas Al-0,2%p.Sc-2%p.Mg, Al-0,2%p.Sc e do Al puro, a variável n representa os expoentes de tensão para fluência de cada liga. ....      | 23 |
| Figura 3-5 - Fração de Zr precipitado como fase primária e variação da microdureza para uma liga Al-0,60%p.Zr em função da taxa de resfriamento utilizada na solidificação.....     | 24 |
| Figura 3-6 - Diagrama binário peritético hipotético.....  | 25 |
| Figura 3-7 - Mecanismos de solidificação : transformação peritética e reação peritética.....  | 25 |
| Figura 3-8 - Gráfico de barras para os resultados de análise por meio de microsonda em uma liga Al-0,83%p.Ti com amostras resfriadas em duas taxas de resfriamento diferentes. .... | 26 |
| Figura 3-9 - Variação do patamar de transformação peritética em função da taxa de resfriamento.....   | 27 |
| Figura 3-10 - Diagrama Al-Cu mostrando as etapas do tratamento térmico de endurecimento por precipitação e as microestruturas provenientes de cada etapa. ....                      | 28 |
| Figura 3-11 - Variação da microdureza de ligas (a) Al-0,34%p.Zr e (b) Al-0,67%p.Zr em função do tempo e temperatura de envelhecimento. ....   | 29 |
| Figura 3-12 - Representação esquemática das interfaces entre o reticulado da matriz e do precipitado. Sendo (a) coerente; (b) semi-coerente e (c) incoerente. ....                  | 31 |
| Figura 3-13 - Componentes na interação entre discordância e precipitados. L é o espaçamento efetivo entre precipitados e $r_d$ é o raio de curvatura da discordância. ....          | 32 |
| Figura 3-14 - Desenho esquemático das etapas da movimentação de uma discordância entre dois obstáculos, baseado no mecanismo de endurecimento por precipitação de Orowan. ....      | 33 |
| Figura 3-15 - Campo claro obtido no MET da liga Al-0,2%p.Zr envelhecida artificialmente a 577 °C por 24 horas. ....   | 33 |
| Figura 3-16 - Variação do limite de escoamento do material pelo mecanismo de Orowan....   | 34 |
| Figura 3-17 - Variação da TCPC para os mecanismos de cisalhamento e de Orowan em uma liga de Al. ....   | 35 |
| Figura 3-18 - Imagem obtida por MET da liga Ni <sub>19</sub> Cr <sub>69</sub> Al envelhecida artificialmente a 750 °C por 540 horas. ....   | 35 |

|   |    |
|---|----|
| Figura 3-19 - Variação do limite de escoamento pelo mecanismo de endurecimento por módulo.<br>.....   | 36 |
| Figura 3-20 - Variação do limite de escoamento pelo mecanismo de endurecimento por coerência.....   | 37 |
| Figura 3-21 - Representação de domínios e contornos de antifase formados nos grãos de uma liga ordenada.....  | 38 |
| Figura 3-22 - Variação do limite de escoamento pelo mecanismo de endurecimento por ordem em função das frações volumétricas.....  | 39 |
| Figura 3-23 - Esquemas de soluções sólidas (A) substitucional e (B) intersticial.....   | 40 |
| Figura 3-24 - Efeito de adições de soluto na curva tensão-deformação.....   | 41 |
| Figura 3-25 - Propriedades mecânicas de ligas Al-Mg obtidas por ensaio de tração.....   | 41 |
| Figura 3-26 - Estruturas cristalinas $L1_2$ e $D0_{23}$ dos precipitados $Al_3Zr$ .....   | 42 |
| Figura 3-27 - Diagrama de fases do sistema Al-Zr com a linha <i>solvus</i> do precipitado $Al_3Zr$ $L1_2$ .<br>.....  | 43 |
| Figura 3-28 - Imagens de MET de precipitados de $Al_3Zr$ de estrutura tetragonal da liga Al-0,4%p.Zr deformada a frio. (a) envelhecida por 20 horas à 450 °C e (b) envelhecida por 25 horas à 600 °C.....   | 44 |
| Figura 3-29 - (a) Imagem de campo escuro e padrão de difração próximo dos precipitados esféricos no plano (110). (b) Precipitados em forma de bastões orientados nas direções $\langle 100 \rangle$<br>.....  | 45 |
| Figura 3-30 - Imagens de partículas formadas nos contornos de grãos durante a solidificação de uma liga Al-0,4%p.Zr, com taxa de resfriamento de 5 K/s em (a) e 1 K/s em (b) e (d): (a) e (b) uma visão geral da microestrutura; (c) imagem com alta ampliação dos precipitados presentes nos contornos de grão e (d) imagem em profundidade da matriz..... | 45 |
| Figura 3-31 - Gráfico tensão x deformação evidenciando os três estágio do encruamento para um monocristal de estrutura CFC.....   | 47 |
| Figura 3-32 - Desenho esquemático representando (a) forjamento de matriz aberta e (b) zonas de deformação características do processo de forjamento.....  | 48 |
| Figura 4-1 - Fluxograma de atividades realizadas no presente trabalho.....  | 50 |
| Figura 4-2 - Etapas do processo de produção dos lingotes: (a) fundição, (b) desgaseificação e (c) vazamento. As indicações numéricas são: 1: forno mufla; 2: cadinho de SiC; 3: metal líquido; 4: lança injetora de gás inerte; 5: placa refratária; 6: tijolo refratário; 7: caixa de areia;   |    |

|  |    |
|--|----|
| 8: mesa de refratário; 9: contêiner de aço SAE 1010; 10: água em temperatura ambiente; 11: câmara de vazamento; 12: molde de Cu; 13: suporte de Al.....                          | 51 |
| Figura 4-3 - Lingote de Al-0,2%p.Zr.....   | 52 |
| Figura 4-4 - Esquema de deformação por compressão.....   | 53 |
| Figura 4-5 - Ciclo do tratamento térmico de envelhecimento.....  | 53 |
| Figura 4-6 - Perfil de deformação por compressão, sendo as regiões: 1- zona morta; 2 - região de média deformação; 3 - região de alta deformação.....                            | 54 |
| Figura 5-1 - Variação da microdureza Vickers ao longo da sessão transversal dos lingotes como fundidos.....  | 59 |
| Figura 5-2 - Microscopia óptica da liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg sem envelhecimento (a) sem deformação (b) com 50% de deformação e (c) com 70% de deformação.....                    | 60 |
| Figura 5-3 - Microestrutura da liga Al-0,2%p.Zr com 70% de deformação e sem envelhecimento.....  | 61 |
| Figura 5-4 - Análise de EDS da liga Al-0,2%p.Zr com 70% de deformação e sem envelhecimento.....  | 62 |
| Figura 5-5 - Micrografias de MEV das amostras sem envelhecimento da liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg: (a) com 50% de deformação e (b) com 70% de deformação.....                        | 62 |
| Figura 5-6 - Análise de EDS da liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg, com 50% de deformação e sem envelhecimento.....  | 63 |
| Figura 5-7 - Micrografias do campo claro da liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg com 70% de deformação e sem envelhecimento.....  | 64 |
| Figura 5-8 - Variação da microdureza da liga Al-0,2%p.Zr com 70% de deformação durante envelhecimento a 650 K.....   | 65 |
| Figura 5-9 - Variação da microdureza para a liga (a) Al-0,1%p.Zr com deformação e (b) Al-0,2%p.Zr e sem deformação.....  | 66 |
| Figura 5-10 - Variação da microdureza para as condições sem envelhecimento e envelhecimento a 377°C por 8, 12, 50, 100 e 400 horas para as ligas Al-0,2%p.Zr e Al-0,32%p.Zr..... | 67 |
| Figura 5-11 - Variação do tamanho de grão com o tempo de envelhecimento da liga Al-Zr, com 70% de deformação.....  | 67 |
| Figura 5-12 - Micrografias por MEV da liga Al-0,2%p.Zr com 70% de deformação e envelhecida por (a) 8h (b) 50h e (c) 400h.....  | 68 |
| Figura 5-13 - Análise de EDS da liga Al-0,2%p.Zr, com 70% de deformação e 400 h de envelhecimento.....   | 69 |

|   |    |
|---|----|
| Figura 5-14 – Micrografias do MET, da liga Al-0,2%p.Zr com 70% de deformação e 50 horas de envelhecimento a 650 K. ....   | 70 |
| Figura 5-15 - Micrografias do MET da liga Al-0,2%p.Zr com 70% de deformação e 50 h de envelhecimento à 650 K, sendo em (a) campo claro e (b) PDAS de (a) com as reflexões encontradas. ....                                 | 71 |
| Figura 5-16 - Variação da microdureza para a liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg com 50% e 70% de deformação. ....  | 72 |
| Figura 5-17 - Variação de microdureza Vickers das ligas Al-0,20Zr-0,9Mg envelhecidas a 650 ou 700 K e da liga Al-0,20Zr tratada a 650 K, sem deformação. ....   | 74 |
| Figura 5-18 - Variação do tamanho de grão com o tempo de envelhecimento da liga Al-Zr-Mg, com 50% e 70% de deformação. ....   | 75 |
| Figura 5-19 - Micrografias por MEV da liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg com 50% de deformação e envelhecida por (a) 8h (b) 50h e (c) 400h. ....   | 76 |
| Figura 5-20 - Análise de EDS da liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg, com 50% de deformação e 50 h de envelhecimento ....  | 76 |
| Figura 5-21 – Micrografias por MEV da liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg com 70% de deformação e envelhecida por (a) 8h (b) 50h e (c) 400h. ....   | 77 |
| Figura 5-22 - Micrografias de MET da liga Al-Zr-Mg com 50% de deformação e 50 h de envelhecimento à 650 K. ....   | 78 |
| Figura 5-23 - Micrografias do MET da liga Al-Zr-Mg com 50% de deformação, envelhecida por 50 h à 650 K. (a) campo escuro e (b) PDAS da imagem (a). ....   | 79 |
| Figura 5-24 - Micrografias por MET da liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg com 70% de deformação e envelhecida À 650 K. Em (a) campo claro da liga com 8 h de envelhecimento; (b) campo claro da liga com 50 h de envelhecimento. .... | 80 |
| Figura 5-25 - Variação da microdureza das ligas Al-0,2%p.Zr e Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg, ambas com 70% de deformação. ....   | 81 |

## LISTA DE TABELAS

|   |    |
|---|----|
| Tabela 3-1 - Nomenclatura para as ligas de alumínio. ....   | 19 |
| Tabela 4-1 - Composição química das ligas estudadas em porcentagem em peso.....   | 49 |
| Tabela 4-2 - Condições de temperatura, tempo e deformações aplicadas às ligas estudadas. .  | 49 |
| Tabela 5-1 - Valores de microdureza <i>Vickers</i> no estado deformado para as ligas estudadas.   | 57 |
| Tabela 5-2 - Valores do tamanho de grão para as ligas estudadas no estado sem envelhecimento.<br>.....                                    | 58 |
| Tabela 5-3 - Valores experimentais e teóricos para distância interplanar dos planos indexados da liga Al-Zr, com 70% de deformação. ....  | 71 |
| Tabela 5-4 - Valores experimentais e teóricos para distância interplanar dos planos indexados da liga Al-Zr-Mg com 50% de deformação..... | 79 |

## **LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS**

MO - Microscópio Óptico

MEV - Microscópio Eletrônico de Varredura

MET - Microscópio Eletrônico de Transmissão

EDS - Espectroscopia de Energia Dispersiva

CFC - Cúbico de Face Centrada

CCC - Cúbico de Corpo Centrado

ERE - Elétrons Retro-Espalhados

TCPC - Tensão de Cisalhamento Projetada Crítica

PDAS - Padrão de Difração de Área Seleccionada

UFSC - Universidade Federal de Santa Catarina

UFPA - Universidade Federal do Pará

LCME - Laboratório Central de Microscopia Eletrônica

ASTM - Association Society for Testing and Materials

CERMAT - Núcleo de Pesquisa em Materiais Cerâmicos

ASM – American Society for Metals

LRT – Limite de Resistência à Tração

## LISTA DE SÍMBOLOS

- A – Fator que envolve os coeficientes de proporcionalidade
- $\sigma$  - Tensão fixa do ensaio
- n – Expoente de tensão
- Q – Energia de ativação para fluência
- R – Constante universal dos gases
- T – Temperatura do ensaio
- D – Coeficiente de interdifusão química
- $N_{Al}$  – Fração atômica do alumínio
- $D_{Al}$  – Coeficiente de difusividade intrínseca do alumínio
- $N_{Zr}$  – Fração atômica de zircônio
- $D_{Zr}$  – Coeficiente de difusividade intrínseca do zircônio
- $C_s$  – Coeficiente de solubilidade no sólido
- $C_L$  – Coeficiente de solubilidade no líquido
- $K_0$  – Coeficiente de solubilidade (razão entre o coeficiente de solubilidade no sólido ( $C_s$ ) e o coeficiente de solubilidade no líquido ( $C_L$ ))
- $C_0$  – Composição nominal da liga
- $f_s$  – Fração solidificada
- M – Fator de Taylor para matriz
- $G_{Al}$  – Módulo de cisalhamento da matriz de alumínio
- b – Vetor de Burges
- $\nu$  - Módulo de Poisson da matriz
- L – Distância entre os precipitados
- $\langle \bar{r} \rangle$  - Raio médio dos precipitados
- $G_{Al}$  – Módulo de cisalhamento da matriz
- $G_p$  – Módulo de cisalhamento do precipitado
- $\chi$  - Constante de valor igual a 2,6
- $\delta$  - Grau de desajuste do precipitado com a matriz
- $\nu_p$  – Módulo de Poisson do precipitado
- f – Fração volumétrica dos precipitados
- $\Gamma$  – Energia de deformação de uma discordância
- $\Delta\sigma$  - Incremento no limite de escoamento da liga

$\Delta\sigma_{ow}$  – Incremento no limite de escoamento pelo mecanismo de Orowan

$\Delta\sigma_{coe}$  – Incremento no limite de escoamento pelo mecanismo de Coerência

$\Delta\sigma_{ord}$  - Incremento no limite de escoamento pelo mecanismo de Ordem

$\gamma_{caf}$  – Energia por unidade de área do plano de deslizamento envolvido na formação do contorno de antifase

T – Tempo necessário para ocorrer à dureza máxima no envelhecimento

$t_0$  – Constante

Q – Energia de ativação para precipitação

$\Delta g_\alpha$  – Energia interfacial entre o precipitado e a matriz

$\Delta g^{ab}$  – Energia química livre entre a matriz e o precipitado

I – taxa de transferência por segundo do átomo de soluto da matriz para a partícula

S – Número de átomos na superfície formada

k – Constante de *Boltzmann*

$NB^b$  – Concentração do soluto na matriz após o fluxo deste para os precipitados

$r_0$  – Raio médio inicial

Kr – Taxa de coalescimento

t - Tempo

## SUMÁRIO

|              |   |           |
|--------------|---|-----------|
| <b>1</b>     | <b>INTRODUÇÃO .....</b>                             | <b>15</b> |
| <b>2</b>     | <b>OBJETIVOS .....</b>                              | <b>16</b> |
| 2.1          | OBJETIVO GERAL.....                                 | 16        |
| 2.2          | OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....                         | 16        |
| <b>3</b>     | <b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>                  | <b>17</b> |
| 3.1          | ALUMÍNIO: CARACTERÍSTICAS E APLICAÇÕES .....        | 17        |
| 3.2          | LIGAS DE ALUMÍNIO-ZIRCÔNIO .....                    | 20        |
| 3.3          | LIGAS DE ALUMÍNIO-MAGNÉSIO .....                    | 21        |
| 3.4          | SOLIDIFICAÇÃO PERITÉTICA .....                      | 23        |
| <b>3.4.1</b> | <b>Reação peritética .....</b>                      | <b>24</b> |
| <b>3.4.2</b> | <b>Reações peritéticas fora do equilíbrio .....</b> | <b>26</b> |
| <b>3.4.3</b> | <b>Supressão da transformação peritética .....</b>  | <b>27</b> |
| 3.5          | ENDURECIMENTO POR PRECIPITAÇÃO .....                | 27        |
| 3.6          | MECANISMOS DE ENDURECIMENTO POR PRECIPITAÇÃO .....  | 30        |
| <b>3.6.1</b> | <b>Mecanismo de Orowan .....</b>                    | <b>31</b> |
| <b>3.6.2</b> | <b>Endurecimento por módulo.....</b>                | <b>34</b> |
| <b>3.6.3</b> | <b>Endurecimento por coerência .....</b>            | <b>36</b> |
| <b>3.6.4</b> | <b>Endurecimento por ordem .....</b>                | <b>37</b> |
| 3.7          | ENDURECIMENTO POR SOLUÇÃO SÓLIDA .....              | 39        |
| 3.8          | CARACTERÍSTICAS DO PRECIPITADO $Al_3Zr$ .....       | 42        |
| 3.9          | DEFORMAÇÃO PLÁSTICA.....                            | 46        |
| <b>3.9.1</b> | <b>Forjamento a frio.....</b>                       | <b>47</b> |
| <b>4</b>     | <b>MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>                     | <b>49</b> |
| 4.1          | MATERIAIS .....                                     | 49        |
| 4.2          | MÉTODOS.....  | 50        |
| <b>4.2.1</b> | <b>Fundição das ligas .....</b>                     | <b>51</b> |

|       |   |           |
|-------|---|-----------|
| 4.2.2 | Corte das amostras.....   | 52        |
| 4.2.3 | Deformação a frio.....  | 52        |
| 4.2.4 | Tratamentos térmicos.....   | 53        |
| 4.2.5 | Microdureza.....  | 54        |
| 4.2.6 | Microscopia óptica.....   | 54        |
| 4.2.7 | Microscopia eletrônica de varredura.....  | 55        |
| 4.2.8 | Microscopia eletrônica de transmissão.....  | 55        |
| 5     | <b>ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS</b> .....                                     | <b>57</b> |
| 5.1   | CARACTERIZAÇÃO DAS LIGAS SEM ENVELHECIMENTO.....                                    | 57        |
| 5.1.1 | Microdureza e tamanho de grão.....  | 57        |
| 5.1.2 | Caracterização microestrutural.....   | 59        |
| 5.2   | CARACTERIZAÇÃO DA LIGA Al-0,2%p.Zr ENVELHECIDA.....                                 | 64        |
| 5.2.1 | Variação da microdureza.....  | 64        |
| 5.2.2 | Variação do tamanho do grão.....  | 67        |
| 5.2.3 | Caracterização microestrutural.....   | 68        |
| 5.3   | CARACTERIZAÇÃO DA LIGA Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg ENVELHECIDA.....                        | 72        |
| 5.3.1 | Variação da microdureza.....  | 72        |
| 5.3.2 | Variação do tamanho de grão.....  | 74        |
| 5.3.3 | Caracterização microestrutural.....   | 75        |
| 5.4   | COMPARAÇÃO DA MICRODUREZA DAS LIGAS Al-Zr E Al-Zr-Mg, COM 70%<br>DE DEFORMAÇÃO..... | 80        |
| 6     | <b>CONCLUSÕES</b> .....   | <b>82</b> |
| 7     | <b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....                                       | <b>83</b> |
|       | <b>REFERÊNCIAS</b> .....  | <b>84</b> |



## 1 INTRODUÇÃO

Santos (2010) aborda em seu trabalho o aumento constante da demanda de energia elétrica industrial e doméstica. Com a alta demanda surge alguns impasses, como aumento da temperatura nos cabos e linhas de transmissão, que tem como principal problema, a deterioração das suas propriedades mecânicas. Muitos estudos e pesquisas vem surgindo para o desenvolvimento de uma liga que possua, ao mesmo tempo, boas propriedades mecânicas, elétricas e que suporte trabalhar em altas temperaturas.

Entre as propriedades que fazem o alumínio um metal atrativo, para algumas aplicações, destaca-se sua baixa densidade. Aliar essa característica a uma alta resistência mecânica faria com que o alumínio fosse aplicado em diversos outros segmentos (MORETO, 2012).

Uma solução encontrada para melhorar a resistência mecânica do alumínio foi a produção de ligas melhorando, consideravelmente, algumas propriedades mecânicas e mantendo a baixa densidade. O Al e suas ligas também apresentam boa resistência a corrosão, ausência de toxidade, boa condução elétrica e recicláveis. Em razão das combinações de propriedades, as aplicações das ligas de alumínio aumentam cada dia mais, destacando o uso nas áreas de transporte, construção, embalagens, transmissão de energia e bens de consumo (MORETO, 2012).

As ligas de alumínio com adições de zircônio têm sido consideradas como possíveis materiais para aplicações a elevadas temperaturas. Nas ligas Al-Zr forma-se um precipitado,  $Al_3Zr$ , que apresenta estrutura cúbica de face centrada (CFC), do mesmo tipo que  $Ni_3Al$  encontrados nas superligas de Níquel, as quais são amplamente conhecidas por serem utilizadas em aplicações em altas temperaturas, da ordem de  $0,75T_f$ . As ligas com adição de Zr, sofrem endurecimento por precipitação e são capazes de manter a resistência no pico de dureza por algum tempo em temperaturas elevadas (KNIPLING, 2006).

Muitos estudos vêm sendo desenvolvidos com o intuito de estudar o efeito da deformação a frio de ligas de alumínio-zircônio, para analisar as modificações na microestrutura, microdureza e na cinética de formação de precipitados. Segundo Du (2006), a deformação a frio no material faz com que o pico de dureza aconteça em tempos menores quando comparado ao pico de dureza da liga em que não houve deformação.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 OBJETIVO GERAL

Estudar os efeitos da deformação a frio, do tempo e da temperatura de envelhecimento na microestrutura, microdureza e cinética de precipitação das ligas Al-0,2Zr e Al-0,2Zr-0,9Mg utilizando duas deformações e a temperatura de 650 K no tratamento térmico de envelhecimento.

### 2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Analisar o efeito da deformação a frio na microestrutura e microdureza do material na condição como fundido e envelhecido artificialmente;
- Analisar a alteração gerada pela deformação na cinética de precipitação de compostos intermetálicos;
- Analisar o efeito do tempo de envelhecimento na microestrutura e microdureza do material;
- Estudar o efeito da adição de 0,90% em peso de magnésio na microestrutura e microdureza *Vickers*;
- Relacionar os mecanismos de endurecimento por precipitação e solução sólida com os resultados de microdureza e microestruturas obtidas.

### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 ALUMÍNIO: CARACTERÍSTICAS E APLICAÇÕES

O alumínio é um metal de estrutura cúbica de face centrada (CFC), estrutura cristalina típica de metais muito dúcteis. Ele possui baixa densidade, boa resistência a corrosão, boa condutividade térmica e elétrica, boa conformabilidade, significativa resistência mecânica específica, entre outras propriedades (KOLOSOSKI, 1996).

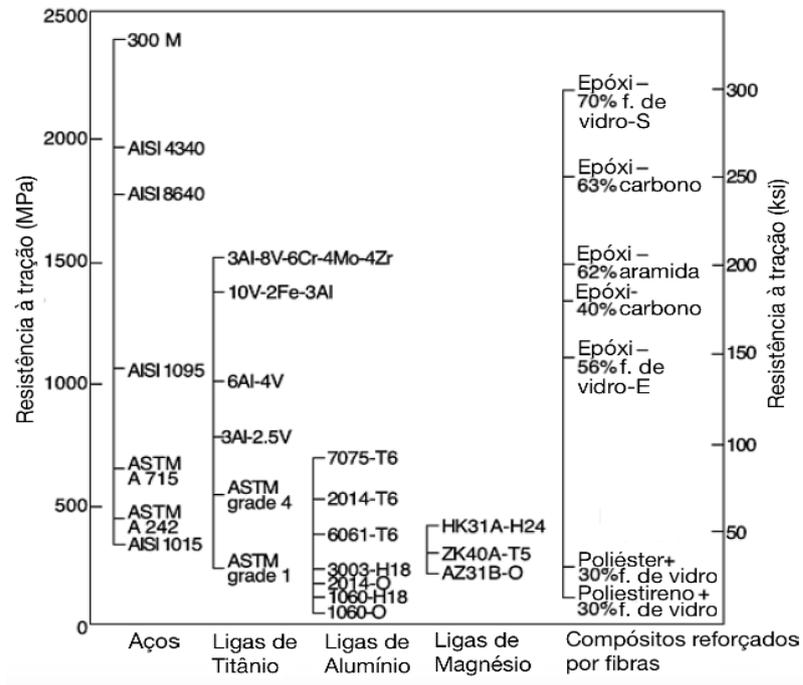
Segundo Gomes Filho *et al.* (2007), a maioria das ligas de alumínio apresentam uma boa resistência mecânica, quando tratadas termicamente. O alumínio é muito utilizado em diversos segmentos como, por exemplo, aeroespacial, aeronáutico, transmissão elétrica e indústrias de um modo em geral.

De acordo com Hatch (1984), as ligas de alumínio são caracterizadas por terem o Al associado a outros elementos de liga (Mn, Cu, Si, Mg, Zn, Zr e Li). Essa associação provoca alterações significativas de algumas propriedades mecânicas nestes materiais. Por exemplo, aumento da resistência mecânica, resistência à fluência e a alta contração volumétrica durante a solidificação.

Nota-se que algumas ligas de alumínio têm resistência mecânica moderada, como visto na Figura 3-1, quando comparadas aos aços, ligas de titânio e materiais compósitos. Porém, sua resistência específica tem grande semelhança com ligas de titânio e magnésio como é apresentada na Figura 3-2.

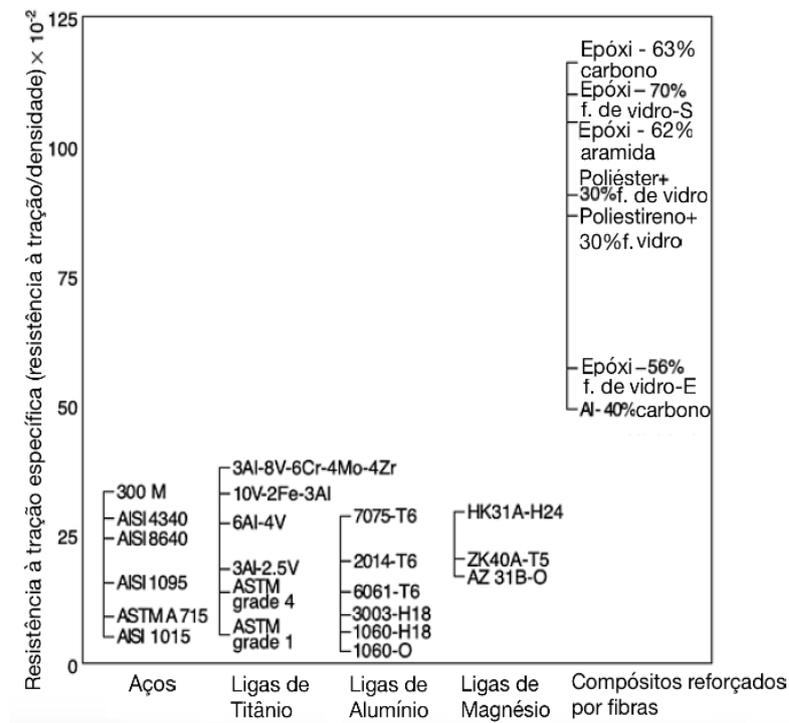
Em relação a nomenclatura das ligas de alumínio, pode-se dizer que tais ligas são classificadas por um código composto de quatro dígitos. O primeiro dígito indica os principais elementos de liga, o segundo a pureza e o terceiro e quarto identificam qual liga de alumínio em questão (FERRARI, 2008). A Tabela 3-1 resume algumas informações acerca das classes das ligas de alumínio.

Figura 3-1 - Resistência mecânica de alguns materiais de engenharia.



Fonte: Adaptada de AMERICAN SOCIETY FOR METALS (1997).

Figura 3-2 - Resistência específica de alguns materiais de engenharia.



Fonte: Adaptada de AMERICAN SOCIETY FOR METALS (1997).

Tabela 3-1 - Nomenclatura para as ligas de alumínio.

| <b>Tipo da liga<br/>Série de 4 dígitos</b> | <b>Principal elemento<br/>de liga</b> | <b>Propriedades</b>   |
|--|---------------------------------------|---|
| 1XXX                                       | Pureza > 99,0% de Al                  | - Excelente resistência a corrosão;<br>- Alta condutividade térmica;<br>- Baixas propriedades mecânicas;<br>- Trabalhável.  |
| 2XXX                                       | Cobre                                 | - Requer tratamento térmico para otimização de propriedades;<br>- Propriedades mecânicas parecidas com as do aço de baixo carbono;<br>- Baixa resistência a corrosão. |
| 3XXX                                       | Manganês                              | - Não tratável termicamente;<br>- Possuem 20% mais resistência mecânica que as ligas 1XXX;<br>- Trabalhável.  |
| 4XXX                                       | Silício                               | - Não é tratável termicamente   |
| 5XXX                                       | Magnésio                              | - Não é tratável termicamente;<br>- De moderada a alta resistência mecânica.  |
| 6XXX                                       | Magnésio e Silício                    | - Boa ductilidade;<br>- Boa soldabilidade;<br>- Boa resistência mecânica e a corrosão.  |
| 7XXX                                       | Zinco                                 | - Excelente resistência mecânica.   |
| 8XXX                                       | Outros elementos                      | -----   |
| 9XXX                                       | Não usado                             | -----   |

Fonte: ALUMINIUM STANDARD AND DATA (1998).

### 3.2 LIGAS DE ALUMÍNIO-ZIRCÔNIO

Segundo Cavalcante *et al.* (2006), quando se passa uma corrente elétrica por um condutor ocorre um aumento de temperatura por efeito Joule que é diretamente proporcional à corrente. Desta forma, busca-se opções de unir o alumínio a alguns elementos de liga, como o zircônio, para possibilitar a formação de ligas metálicas que suportem temperaturas mais elevadas de trabalho sem deterioração de suas propriedades mecânicas e elétricas.

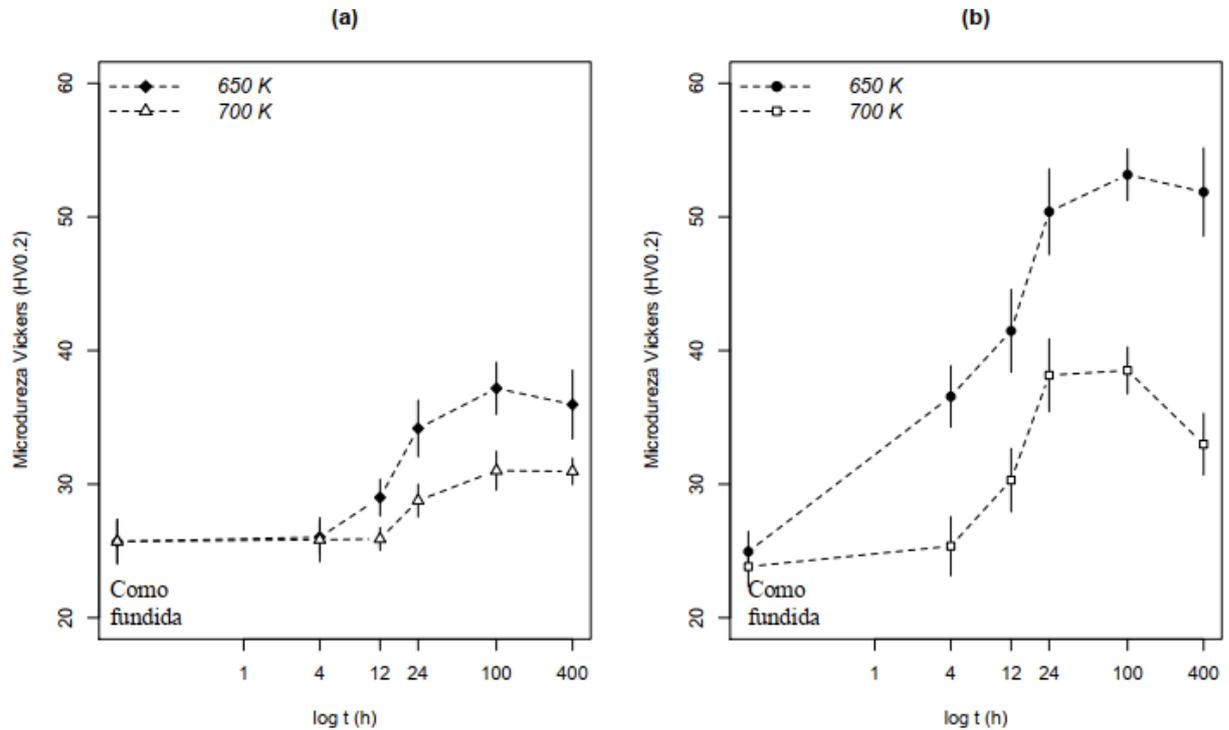
Conforme Handel (2004), as ligas de Al-Zr são empregadas na fabricação de condutores de energia de alta resistência térmica, conhecidas como TAL – Thermal Resistant Aluminium Alloy (Liga de Alumínio Termo Resistente). Elas têm como principal característica a preservação de suas propriedades mecânicas, ou seja, não sofrem uma degradação considerável, mesmo quando expostas a altas temperaturas de trabalho durante muito tempo.

A utilização das ligas TAL confere aumento da capacidade de transmissão de energia elétrica, tornando seu uso viável economicamente, visto que o custo total do cabo de transmissão utilizando ligas TAL é 10% maior, quando comparados às ligas convencionais. Todavia o aumento no carregamento em 60% justifica sua aplicação (NASCIMENTO, 1999).

A adição de pequenas quantidades de zircônio no alumínio provoca a redução no tamanho dos grãos da liga. É, comumente, utilizado adições de zircônio nas concentrações de 0,1% a 0,3%, com o objetivo de formar finos precipitados intermetálicos, que inibem as etapas de recuperação e recristalização e, também, dificultam a mobilidade das discordâncias, provocando aumento na resistência mecânica do material. Algumas ligas, como por exemplo as ligas Al-Zr-Mg, utilizam adições de zircônio para controlar o tamanho dos grãos e aumentar a temperatura em que os grãos irão se recristalizar (ASM INTERNATIONAL, 1998).

Segundo Souza (2017), a realização de um tratamento térmico de envelhecimento nestas ligas faz com que os elementos de transição precipitem na forma de partículas finas e distribuídas homogeneamente pela matriz de Al, conferindo aumento da sua resistência. Isso é mostrado no seu trabalho, quando ligas de Al-0,2%p.Zr e Al-0,32%p.Zr são envelhecidas nas temperaturas de 650 e 750 K. A Figura 3-3 apresenta as ligas citadas anteriormente e a evolução da microdureza ao longo de vários tempos envelhecimento artificial. Pode-se verificar que a dureza vai aumentando e em aproximadamente 100 horas atinge o seu pico em ambas as ligas.

Figura 3-3 - Variação da microdureza *Vickers* com temperatura e tempo de tratamento térmico para duas ligas: (a) Al-0,20%p.Zr e (b) Al-0,32%p.Zr.



Fonte: SOUZA (2017).

### 3.3 LIGAS DE ALUMÍNIO-MAGNÉSIO

As ligas de alumínio que possuem o magnésio como elemento de liga são classificadas nas séries 2XXX, 6XXX, 7XXX e 5XXX. Nas três primeiras, essas adições formam precipitados como o  $Al_5Cu_6Mg_2$ ,  $Mg_2Si$  e  $MgZn_2$  (CHEN *et al.*, 2013).

As ligas da série 2XXX requerem tratamento térmico de solubilização para melhorar suas propriedades. Quando essas ligas estão na condição solubilizada apresentam propriedades mecânicas próximas às do aço baixo carbono. Algumas vezes, o tratamento térmico de precipitação é empregado para melhorar algumas propriedades mecânicas. Este tratamento térmico aumenta o limite de escoamento, com redução do alongamento. Os efeitos sobre o limite de resistência à tração, LRT, não são significativos (AMERICAN SOCIETY FOR METALS – ASM, 1990).

Nas ligas de Al da série 7XXX, as adições de Zn, Cu e Mg provocam a precipitação coerente e semi-coerente das fases  $\theta'$  ( $Al_2Cu$ ) e  $\eta'$  ( $ZnMg$ ) que são responsáveis pela alta

resistência mecânica nessas ligas. Entretanto, as ligas Al-Zn-Mg são caracterizadas pela baixa resistência à corrosão sob tensão (MORETO, 2012).

Segundo Moreto (2012), modificações na composição química e no processamento termomecânico promovem uma otimização entre a resistência mecânica e a tenacidade. Adições de Cu e Mg promovem aumento na resistência mecânica pois ocorre o endurecimento por solução sólida e há a formação de precipitados coerentes e semi-coerentes.

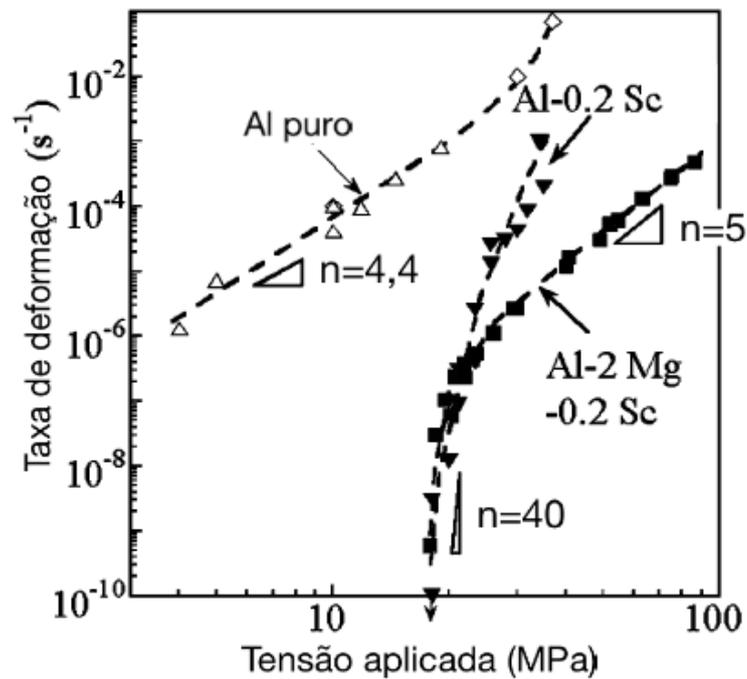
Conforme Moreto (2012), as adições de elementos de liga como Mn, Cr e Zr permitem o controle do tamanho de grão durante o processamento termomecânico. Assim, a utilização de zircônio resulta na precipitação de dispersóides de morfologia cúbica  $Al_3Zr$  que estabilizam a estrutura de sub-grãos, retardam a recristalização e contribuem para a elevação da resistência e tenacidade.

Os elementos Cu, Mg e Zn aumentam a cinética de precipitação do  $Al_3Zr$ . A alta concentração inicial destes elementos de liga nas extremidades das dendritas provocará a formação de precipitados nestes sítios, ocasionando uma redução nas larguras das zonas livres de precipitados (ROBSON E PRANGNELL, 2003).

No trabalho realizado por Marquis *et al.* (2003), foi estudada uma liga de Al-2%p.Mg-0,2%p.Sc e constatou que o elemento estrôncio promoveu a precipitação de compostos do tipo  $Al_3Sc$  com estrutura  $L1_2$ , a mesma estrutura típica do precipitado  $Al_3Zr$ . Nesse estudo, foi observado que o endurecimento do material é regido pela superposição de endurecimento por solução sólida e endurecimento por precipitação.

Marquis *et al.* (2003) ainda constataram que quando as ligas Al-Sc e Al-Mg-Sc são submetidas a ensaios de fluência a 300 °C (573 K) é possível observar que a liga Al-2%p.Sc apresenta maior resistência a fluência quando comparada a liga Al-0,2%at.Sc. Os autores dizem que o mecanismo de escalagem das discordâncias governa as interações entre discordâncias e precipitados. O mecanismo de escalagem das discordâncias é um movimento não conservativo de discordâncias em que a discordância se move para fora do plano de deslizamento, normal ao vetor de Burgers. Ela é fortemente dependente da ativação térmica e/ou da deformação mecânica mais elevada e, ocorre assistido pela geração ou absorção de defeitos pontuais. A Figura 3-4 apresenta o comportamento em fluência das ligas Al-0,2%p.Sc-2%p.Mg, Al-0,2%p.Sc e do Al puro.

Figura 3-4 - Comportamento em fluência das ligas Al-0,2%p.Sc-2%p.Mg, Al-0,2%p.Sc e do Al puro, a variável n representa os expoentes de tensão para fluência de cada liga.



Fonte: Adaptada de MARQUIS *et al.* (2003).

### 3.4 SOLIDIFICAÇÃO PERITÉTICA

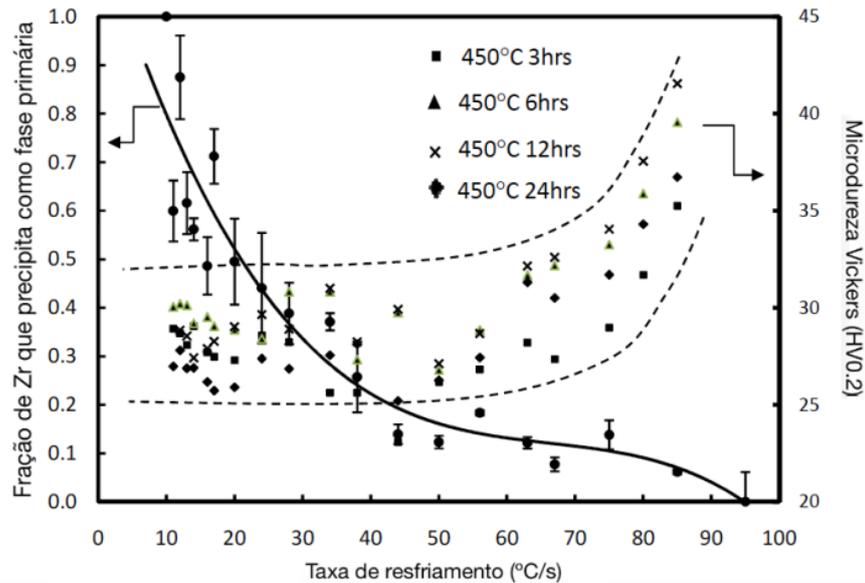
Durante o resfriamento de uma liga peritética o líquido reage com uma fase sólida produzindo durante a solidificação uma outra fase sólida, ou seja,  $L + \alpha \rightarrow \beta$ . Alguns sistemas peritéticos que podem ser citados são Fe-C, Fe-Ni, Sn-Cu, Zn-Cu, Al-Ni, Al-Ti, entre outros (BRITO *et al.*, 2012).

Segundo Kerr *et al.* (1974), os três possíveis meios para formação da solidificação peritética são: (a) reação peritética de equilíbrio; (b) supressão da transformação peritética e (c) reações peritéticas fora do equilíbrio. As reações se alternam com o aumento da taxa de resfriamento, sendo que baixas taxas favorecem o meio de formação (a), taxas intermediárias (c) e taxas elevadas o (b).

De acordo com Fan (2012), em taxas mais elevadas de resfriamento os materiais podem apresentar maiores valores de microdureza após o tratamento térmico de envelhecimento. Esse comportamento é apresentado na Figura 3-5 e pode-se observar que durante a solidificação, taxas de 90 °C/s em ligas Al-0,6%p.Zr eliminam a formação dos

precipitados  $\text{Al}_3\text{Zr}$  primários. Mesmo assim, durante o envelhecimento, o material que apresentará maior microdureza foi o que foi submetido as maiores taxas de resfriamento durante a solidificação (SOUZA, 2017).

Figura 3-5 - Fração de Zr precipitado como fase primária e variação da microdureza para uma liga Al-0,60%p.Zr em função da taxa de resfriamento utilizada na solidificação.

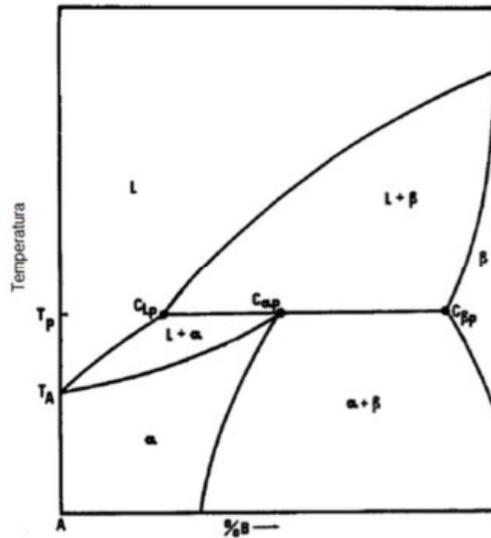


Fonte: Adaptada de FAN (2012).

### 3.4.1 Reação peritética

Observando um diagrama de fases hipotético, Figura 3-6, a reação peritética acontece na temperatura  $T_p$ . O produto da reação é uma fase peritética de composição  $C_{ap}$ , que é resultado da reação de um líquido  $C_{Lp}$  e um sólido de composição  $C_{\beta p}$ . Em ligas que possuem composição entre  $C_{Lp}$  e  $C_{ap}$ , haverá líquido suficiente na temperatura  $T_p$  para consumir todo o sólido  $\beta$  formado em altas temperaturas. E, quando a composição for entre  $C_{ap}$  e  $C_{\beta p}$ , não haverá líquido suficiente para reagir com todo o  $\beta$ , desta forma essa fase se encontrará no produto solidificado. Somente em condições de equilíbrio a reação peritética descrita acima poderá ocorrer. Tais condições têm como característica um patamar isotérmico em uma curva de resfriamento (St. JOHN, 1990).

Figura 3-6 - Diagrama binário peritético hipotético.

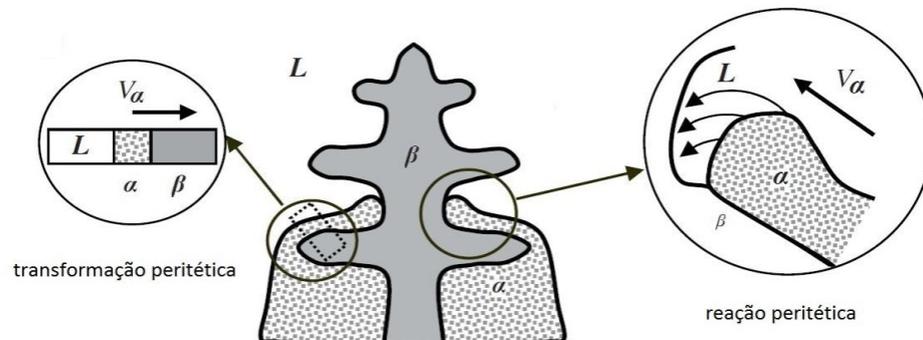


Fonte: Adaptada de St. JOHN (1990).

Segundo St. John (1990), devido ao patamar isotérmico observado em uma curva de resfriamento a reação peritética ocorre em condições de equilíbrio. No entanto, há indícios de que a reação peritética não ocorre, mas sim um processo chamado de transformação peritética. Isso é devido a formação de um envelope contínuo de  $\alpha$  ao redor das dendritas de  $\beta$ , durante solidificação, impedindo o contato das três fases.

Os dois processos descritos no parágrafo anterior estão exemplificados na Figura 3-7 a seguir. Pode-se observar no centro da figura que uma dendrita  $\beta$  está em contato com uma fase líquida resultando na reação peritética para crescimento de  $\alpha$  a uma velocidade  $V_\alpha$ . Assim que a interface  $\beta$  e a fase líquida é envolvida pela fase  $\alpha$  dá-se início a transformação peritética como observado na Figura 3-7.

Figura 3-7 - Mecanismos de solidificação : transformação peritética e reação peritética.

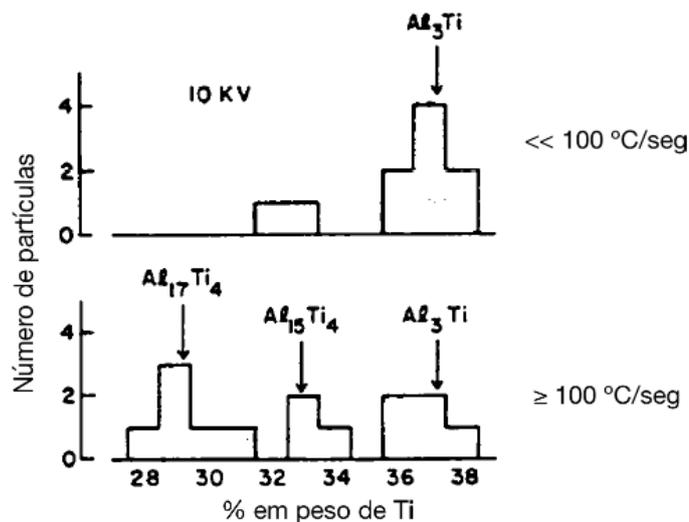


Fonte: Adaptada de STEFANESCU (2009).

### 3.4.2 Reações peritéticas fora do equilíbrio

Kerr *et al.* (1974) disseram que nas ligas Al-Ti; com taxas de resfriamento intermediárias - taxas mais elevadas que as da reação de equilíbrio e menores do que as de supressão peritética, para determinada composição química – levaram a formação de compostos intermetálicos do tipo  $Al_xTi_x$ . Uma análise realizada por meio de uma microsonda em uma liga Al-0,83%p.Ti, resfriada com duas taxas de resfriamento, mostrou que no resfriamento com taxa  $\geq 100$  °C/s houve favorecimento da formação de compostos de não equilíbrio (Figura 3-8).

Figura 3-8 - Gráfico de barras para os resultados de análise por meio de microsonda em uma liga Al-0,83%p.Ti com amostras resfriadas em duas taxas de resfriamento diferentes.



Fonte: Adaptada de KERR *et al.* (1974).

Esse efeito pode ser explicado por meio das suas energias livres. A nucleação da fase  $\beta$  é interrompida a elevadas taxas de resfriamento. No entanto, em taxas intermediárias, a força motriz para nucleação dessa fase a partir da fase líquida pode ser consideravelmente elevada, isso se houver bastante soluto. A nucleação do  $Al_xTi_x$  é favorecida sobre o  $Al_3Ti$  devido à barreira energética ser menor, mesmo que a força motriz seja menor (KERR *et al.*, 1974).

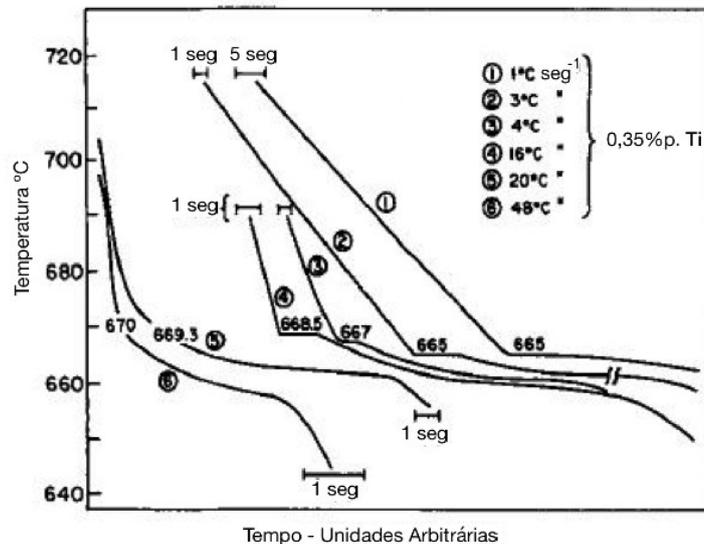
Para o sistema das ligas estudadas neste trabalho, são formados aluminetos em taxas de resfriamento intermediárias. E esses compostos podem apresentar mudanças na sua estequiometria. Foram estudados precipitados com estruturas distintas  $L1_2$  e  $D0_{23}$ , para as ligas

Al-Zr, contudo não foram encontrados compostos diferentes da estequiometria  $\text{Al}_3\text{Zr}$ , conforme apresenta Souza (2017).

### 3.4.3 Supressão da transformação peritética

Em seu estudo, Cissé *et al.* (1974) mostraram para ligas do sistema Al-Ti que a variação da taxa de resfriamento durante a solidificação pode alterar a fração das fases que constituem o material solidificado. Por exemplo, a Figura 3-9 mostra que ao solidificar uma liga de Al-0,35%p.Ti, com taxas de resfriamento de 1 e 3 K/s, foi observado um patamar de transformação a 665 °C. No entanto, ao elevar a taxa de resfriamento, foi possível observar que tal patamar ocorre a temperaturas maiores, indicando que quanto maior a taxa de resfriamento, maior será a temperatura a qual a reação peritética irá ocorrer, elevando o seu potencial de nucleação.

Figura 3-9 - Variação do patamar de transformação peritética em função da taxa de resfriamento.



Fonte: Adaptada de CISSÉ *et al.* (1974).

### 3.5 ENDURECIMENTO POR PRECIPITAÇÃO

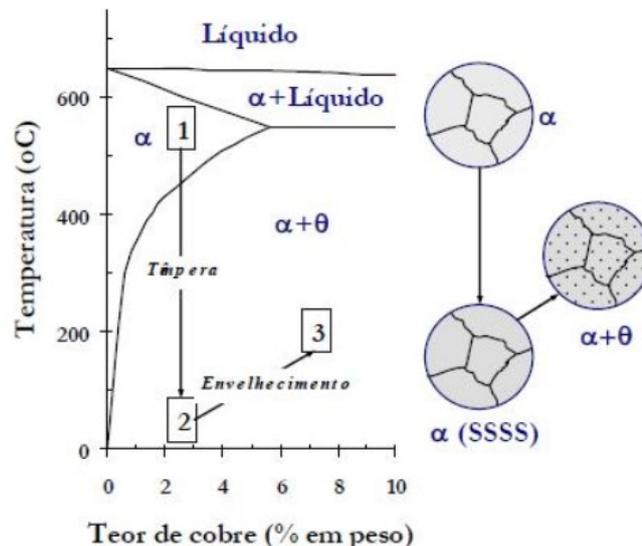
Sabe-se que a formação de precipitados finos e dispersos em uma matriz metálica pode levar ao endurecimento da liga. Uma liga muito utilizada para exemplificar esse mecanismo é a liga Al-4%p.Cu, que é também conhecida como duralumínio. Na Figura 3-10 pode ser

observada parte do diagrama de transformação de fases do sistema binário Al-Cu. No diagrama apresentado, observa-se que o cobre possui uma solubilidade decrescente na fase  $\alpha$  com a diminuição da temperatura formando uma fase secundária  $\theta$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ).

Resumidamente, para conseguir o efeito do endurecimento por precipitação é necessário realizar um tratamento térmico que pode ser dividido em três etapas: solubilização, têmpera e envelhecimento. Na etapa de solubilização, representado como (1) na Figura 3-10, o material é aquecido até a temperatura em que só tenha a fase ( $\alpha$ ) provocando a dissolução dos precipitados e restando somente  $\alpha$ . Após a etapa de solubilização, o material sofre um resfriamento rápido, chamado de têmpera (2), nesta etapa a matriz ( $\alpha$ ) fica supersaturada de soluto. A última etapa chamada de envelhecimento (3), o material é aquecido até a temperatura em que a fase  $\theta$  irá precipitar na matriz  $\alpha$  formando precipitados finos e homogeneamente dispersos, como mostrado na microestrutura esquemática da Figura 3-10 (MILAN *et al.*, 2004).

Knipling *et al.* (2011), afirmaram que as ligas do sistema Al-Zr que sofrem endurecimento por precipitação são submetidas a um ciclo térmico específico: na etapa de solidificação elas são resfriadas até a temperatura ambiente e após isso, elas são aquecidas até a temperatura de envelhecimento. Praticamente não se utiliza a etapa de solubilização em ligas do sistema Al-Zr quando o objetivo é o endurecimento deste material. Isso ocorre devido ao perfil de concentração de soluto, durante a solidificação.

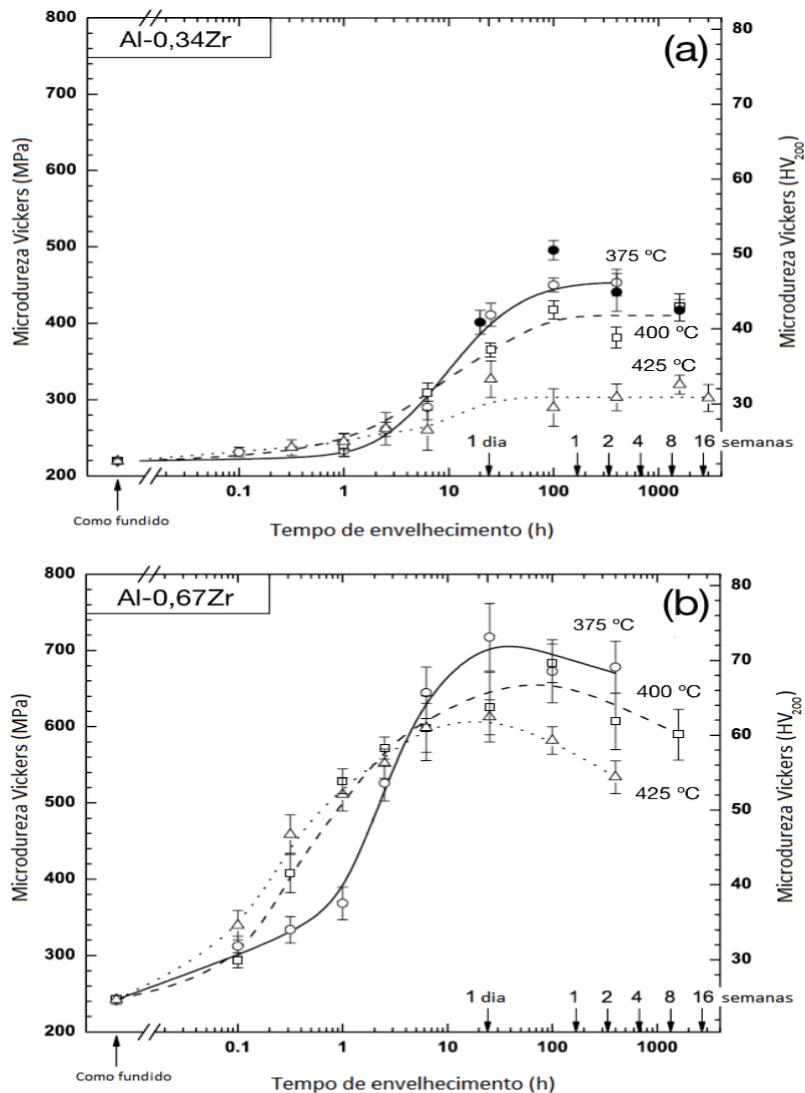
Figura 3-10 - Diagrama Al-Cu mostrando as etapas do tratamento térmico de endurecimento por precipitação e as microestruturas provenientes de cada etapa.



Fonte: Adaptada de MILAN *et al.*, 2004.

Observa-se que em uma temperatura e tempo de envelhecimento a liga que possui maior concentração de soluto terá a maior microdureza. Isso ocorre, devido a força motriz química  $\Delta G_v$  para nucleação de  $Al_3Zr$  ser maior para teores de soluto maiores. O efeito da temperatura de endurecimento por precipitação é mostrado na Figura 3-11. Como pode ser analisado, o endurecimento será maior nas ligas envelhecidas nas menores temperaturas de envelhecimento, devido ao aumento de  $\Delta G_v$  com a diminuição da temperatura (KNIPLING *et al.*, 2007).

Figura 3-11 - Variação da microdureza de ligas (a) Al-0,34%p.Zr e (b) Al-0,67%p.Zr em função do tempo e temperatura de envelhecimento.



Fonte: Adaptada de KNIPLING *et al.* (2007).

Este comportamento também foi observado por Souza (2017). Em seu trabalho ele utilizou duas temperaturas de envelhecimento: 650 K e 700 K e como apresentado na Figura 3-3 tanto para a liga Al-0,20%p.Zr e Al-0,32%p.Zr em temperaturas menores, ou seja, de 650K, o material obteve maiores valores de dureza quando comparado com o material envelhecido em 700 K.

De acordo com Meyers e Chawla (2009), a resistência mecânica obtida pelas ligas que foram endurecidas por precipitação é regida pelas interações entre discordâncias e precipitados formadas no tratamento térmico de envelhecimento.

Se a discordância encontrar um precipitado que seja coerente com a matriz, a discordância irá cisalhá-lo e prosseguir com seu movimento. De outra forma, se a discordância interagir com um precipitado incoerente com a matriz, ela irá transpô-lo, ocorrendo o denominado mecanismo de Orowan. Esse assunto será aprofundado no item seguinte.

### 3.6 MECANISMOS DE ENDURECIMENTO POR PRECIPITAÇÃO

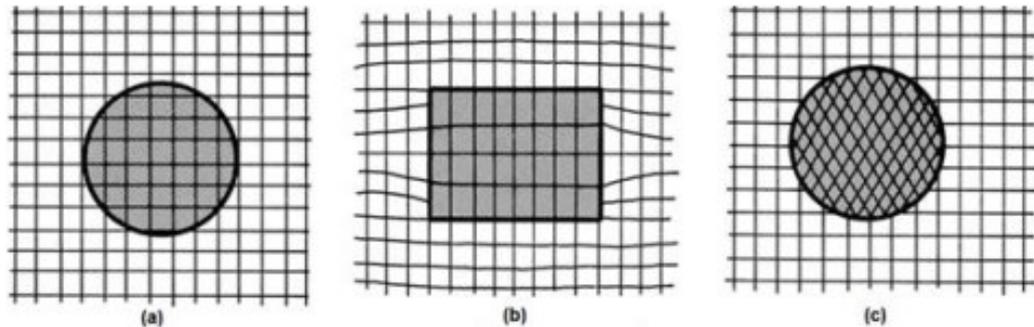
Segundo Onder (2015), um dos vários mecanismos de endurecimento consistem em adicionar ou gerar partículas de segunda fase no interior de uma matriz. Essa segunda fase, também conhecida como precipitados, ancora as discordâncias provocando aumento na resistência mecânica do material.

Conforme Russel e Lee (2005), as interações entre discordâncias e precipitados dependem do tamanho das partículas, espaçamento entre elas, relação de orientação cristalográfica entre matriz e precipitados, dos parâmetros de envelhecimento e da composição da liga.

Como os precipitados são barreiras para o movimento das discordâncias deve-se considerar as relações de coerência entre o precipitado e a matriz. Os precipitados podem ser incoerentes, semi-coerentes e coerentes. No caso do precipitado ser incoerente, significa que não há continuidade entre os planos cristalinos da matriz e os planos do precipitado; desta forma as discordâncias em movimento terão que se curvar entre os precipitados (Mecanismo de Orowan). Se os precipitados são coerentes existe uma continuidade entre os planos cristalinos da matriz e precipitado; assim a discordância em movimento poderá cisalhá-lo. Por fim, os precipitados semi-coerentes são aqueles que possuem uma certa continuidade entre os planos cristalinos da matriz e do precipitado, provocando uma leve distorção na rede cristalina

(PADILHA, 2000). A Figura 3-12 apresenta um desenho esquemático sobre os três tipos de interface dos precipitados e a matriz.

Figura 3-12 - Representação esquemática das interfaces entre o reticulado da matriz e do precipitado. Sendo (a) coerente; (b) semi-coerente e (c) incoerente.



Fonte: MEYERS e CHAWLA (2009).

Souza (2017) mostrou que os mecanismos de endurecimento por precipitação que comumente aparecem nas ligas Al-Zr são: mecanismo de Orowan, endurecimento por módulo, endurecimento por coerência e endurecimento por ordem, sendo esses três últimos mecanismos de cisalhamento. Em seu trabalho, Souza (2017) calculou as contribuições individuais de cada mecanismo de endurecimento por precipitação, utilizando as equações características de cada mecanismo. Elas serão apresentadas nos subitens a seguir.

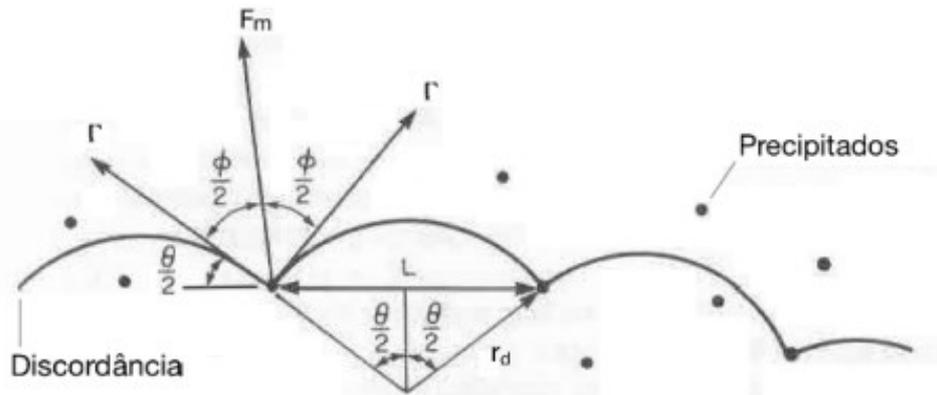
### 3.6.1 Mecanismo de Orowan

No momento em que uma discordância é movimentada por uma tensão aplicada nos planos de deslizamento da matriz, ela se encontra com partículas de segunda fase, ou seja, precipitados e acaba interagindo com tais partículas. Diferentes interações podem ocorrer, dependendo da natureza e relação cristalográfica do precipitado com a matriz. As discordâncias podem cisalhar alguns precipitados e outros não. No caso daqueles que as discordâncias não podem cisalhá-los, elas são forçadas, pela tensão aplicada, a se curvar ao redor da partícula e contorná-la, formando os denominados anéis de Orowan (RUSSEL e LEE, 2005).

Segundo Dieter (1961), Orowan diz que o limite de escoamento de uma liga contendo partículas finas dispersas é determinado pela tensão de cisalhamento necessária para forçar uma discordância entre duas dessas partículas, que são separadas por uma distância  $L$ , como é

mostrado na Figura 3-13. Se o espaçamento entre as partículas aumenta, o raio de curvatura da discordância ( $r_d$ ) também aumenta provocando uma diminuição da tensão necessária para a discordância curvar.

Figura 3-13 - Componentes na interação entre discordância e precipitados.  $L$  é o espaçamento efetivo entre precipitados e  $r_d$  é o raio de curvatura da discordância.



Fonte: Adaptada de EMBURY *et al.* (1989).

De acordo com Embury *et al.* (1989), o mecanismo de Orowan contribui para o endurecimento da liga e ele também pode ser mensurado através do incremento que o mesmo promove no limite de escoamento do material já que os anéis de Orowan formados ao redor dos precipitados provocam aumento na tensão de cisalhamento necessária para que outras discordâncias passem pelas partículas.

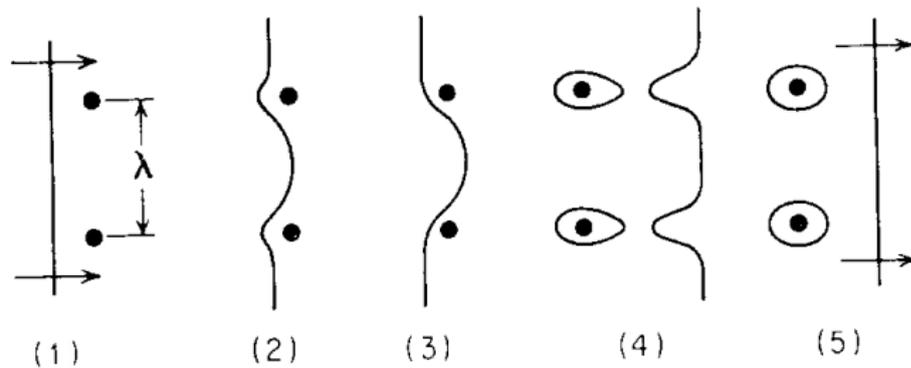
$$\Delta\sigma_{ow} = M \frac{0,8G_Alb}{2\pi(1-\nu)^{1/2}L} \ln\left(\frac{2\langle\bar{r}\rangle}{b}\right)$$

Equação 3.1 representa o incremento no limite de escoamento de uma liga pelo mecanismo de Orowan, sendo  $M$  o fator de Taylor para a matriz,  $b$  o vetor de Burgers,  $G_{Al}$  o módulo de cisalhamento da matriz,  $\langle\bar{r}\rangle$  o raio de médio dos precipitados e  $\nu$  o módulo de Poisson (EMBURY *et al.*, 1989).

$$\Delta\sigma_{ow} = M \frac{0,8G_{Al}b}{2\pi(1-\nu)^{1/2}L} \ln\left(\frac{2\langle\bar{r}\rangle}{b}\right) \quad \text{Equação 3.1}$$

Figura 3-14A Figura 3-14 a seguir exemplifica o mecanismo de endurecimento de Orowan. A etapa (1) da figura mostra uma discordância linear se aproximando de duas partículas separadas por uma distância  $\lambda$ , sendo  $\lambda > R$ . Na etapa (2), a discordância começa a se curvar e na etapa (3) ela atinge a curvatura crítica. Após a discordância passar pelas partículas, etapa (4), ela deixa anéis de discordância em volta dos precipitados. E, finalmente, na etapa (5), a discordância volta a sua forma linear.

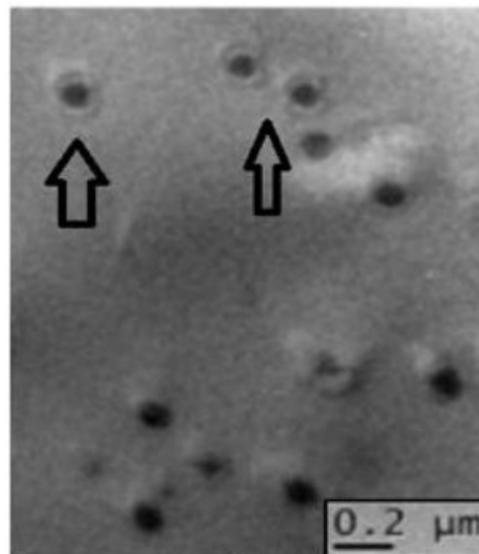
Figura 3-14 - Desenho esquemático das etapas da movimentação de uma discordância entre dois obstáculos, baseado no mecanismo de endurecimento por precipitação de Orowan.



Fonte: DIETER, (1961).

A Figura 3-15 mostra os anéis de Orowan formados em volta dos precipitados. Na imagem, as setas mostram os anéis de Orowan em volta dos precipitados  $\text{Al}_3\text{Zr}$  formados a partir do tratamento térmico de envelhecimento à temperatura de  $577\text{ }^\circ\text{C}$ , por 24 horas, de uma liga  $\text{Al-0,2\%p.Zr}$ .

Figura 3-15 - Campo claro obtido no MET da liga  $\text{Al-0,2\%p.Zr}$  envelhecida artificialmente a  $577\text{ }^\circ\text{C}$  por 24 horas.

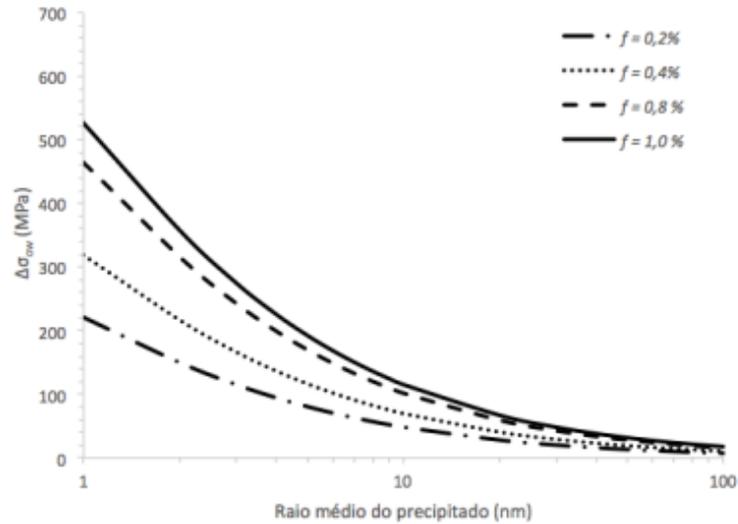


Fonte: DALMAGRO (2018).

Souza (2017) ao calcular a contribuição do mecanismo de Orowan admitiu que o valor de  $M = 3,06$  para cristais CFC,  $G_{\text{Al}} = 25,4\text{ GPa}$ ,  $b = 0,286\text{ nm}$ ,  $\nu = 0,345$ , adotou-se os valores

dos raios médios dos precipitados no intervalo de 1 a 100 nm e as frações volumétricas de 0,2%, 0,4%, 0,8% e 1,0%. Os cálculos resultaram no gráfico apresentado na Figura 3-16.

Figura 3-16 - Variação do limite de escoamento do material pelo mecanismo de Orowan.



Fonte: SOUZA (2017).

### 3.6.2 Endurecimento por módulo

Segundo Ardell (1985), o mecanismo de endurecimento por módulo acontece quando uma discordância se encontra com um precipitado e o cisalha. O aumento do limite de escoamento do material é proporcional a diferença entre os módulos de cisalhamento da matriz e do precipitado  $\Delta G = |G_p - G_M|$ . A Equação 3.2 apresenta a equação do endurecimento por módulo.

$$\Delta\sigma_{mod} = 0,0055Mb\Delta G^{\frac{3}{2}}\left(\frac{f}{r}\right)^{\frac{1}{2}}\left(\frac{\langle\bar{r}\rangle}{b}\right)^{0,275} \quad \text{Equação 3.2}$$

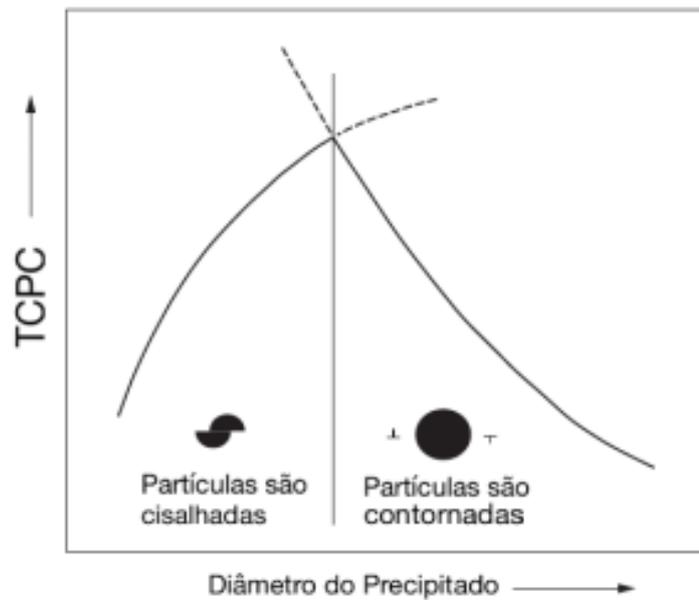
De acordo com Russel e Lee (2005), existe um valor crítico do diâmetro do precipitado e da tensão de cisalhamento projetada crítica (TCPC) em que é alterado o mecanismo de cisalhamento para o mecanismo de Orowan. A

Figura 3-17 mostra que até um certo diâmetro de precipitado, quanto maior o diâmetro maior a TCPC necessária para cisalhar a partícula. Em contrapartida, após o valor de diâmetro crítico o mecanismo de Orowan é o atuante e, nesse caso, quanto menor o diâmetro do precipitado maior a TCPC.

Para exemplificar o mecanismo de cisalhamento, a

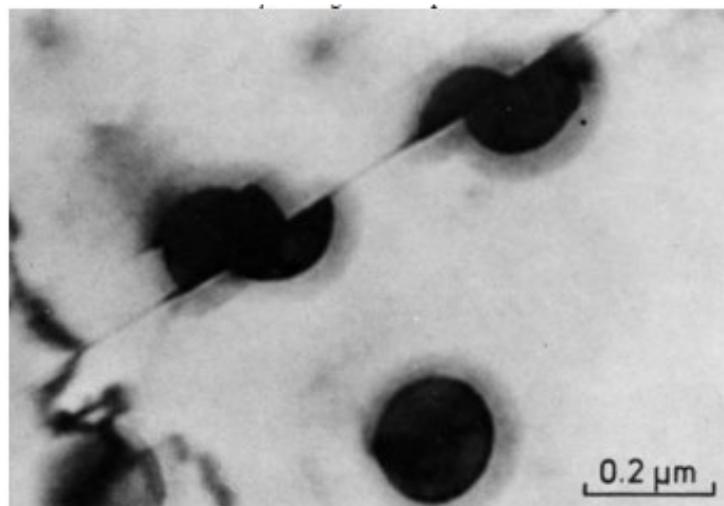
Figura 3-18 é uma imagem obtida por microscopia eletrônica de transmissão de uma liga  $\text{Ni}_{19}\text{Cr}_{69}\text{Al}$  envelhecida a  $750^\circ\text{C}$  por 540 horas e 2% de deformação. Na imagem é possível visualizar os precipitados  $\text{Ni}_3\text{Al}$  cisalhados pelas discordâncias.

Figura 3-17 - Variação da TCPC para os mecanismos de cisalhamento e de Orowan em uma liga de Al.



Fonte: Adaptada de RUSSEL e LEE (2005).

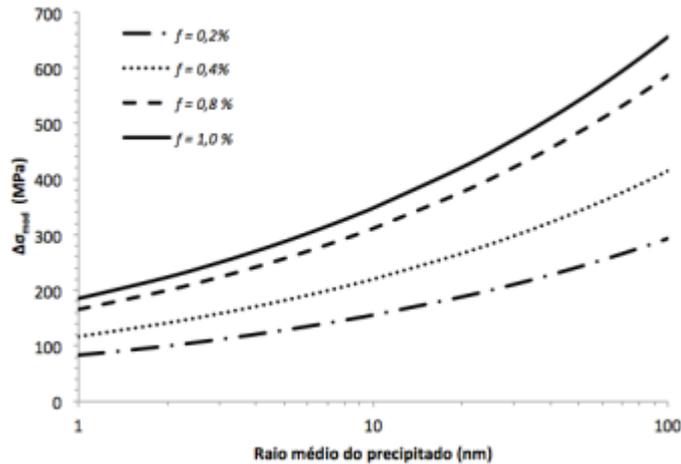
Figura 3-18 - Imagem obtida por MET da liga  $\text{Ni}_{19}\text{Cr}_{69}\text{Al}$  envelhecida artificialmente a  $750^\circ\text{C}$  por 540 horas.



Fonte: MEYERS e CHAWLA (2009).

Para o cálculo da contribuição do mecanismo de endurecimento por módulo, Souza (2017) adotou os valores de  $G_p = 68$  GPa para o precipitado  $Al_3Zr$  L1<sub>2</sub>,  $G_{Al} = 25,4$  GPa, as mesmas frações volumétricas do mecanismo anterior e os raios dos precipitados no intervalo de 1 a 100 nm. A Figura 3-19 apresenta os valores estimados teoricamente para  $\Delta\sigma_{mod}$ .

Figura 3-19 - Variação do limite de escoamento pelo mecanismo de endurecimento por módulo.



Fonte: SOUZA (2017).

### 3.6.3 Endurecimento por coerência

O endurecimento por coerência ocorre porque o campo de tensões ao redor de um precipitado interage com o campo de tensões de uma discordância, impedindo o movimento desta e provocando por sua vez o endurecimento do material. Normalmente, os precipitados coerentes favorecem um maior aumento na resistência mecânica do material em relação aos precipitados semi-coerentes e incoerentes, devido a formação do campo de tensão na interface com a matriz (SOUZA, 2017).

Segundo Embury *et al.* (1989) e Ardell (1985), a contribuição desse mecanismo para o endurecimento do material é mostrado na

$$\Delta\sigma_{coe} = M\chi \left( \left( |\delta| \left[ 1 + \frac{2G_{Al}(1-2\nu_p)}{G_p(1+\nu_p)} \right] \right) G_{Al} \right)^{3/2} \left( \frac{\langle \bar{r} \rangle f b}{\Gamma} \right)^{1/2} \quad \text{Equação 3.3.}$$

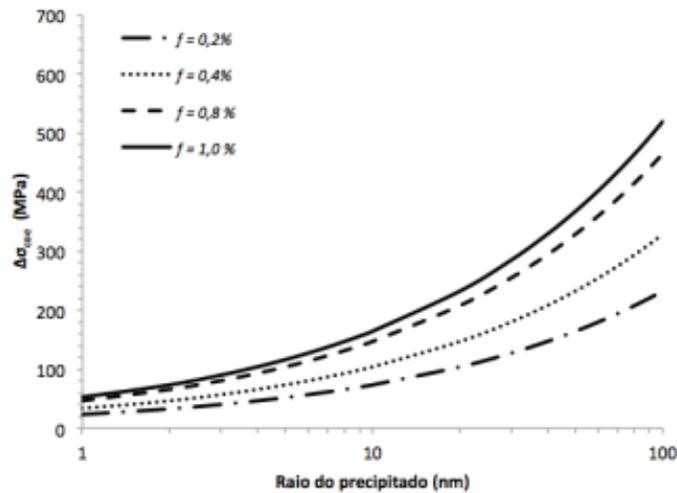
Nesta equação  $M$  é o fator de Taylor para a matriz;  $\chi$  é uma constante com valor de 2,6;  $G_{Al}$  é o módulo de cisalhamento da matriz de alumínio;  $G_p$  é o módulo de cisalhamento do precipitado;  $\delta$  é o grau de desajuste do precipitado com a matriz;  $\langle \bar{r} \rangle$  é o raio médio;  $f$  é a fração

volumétrica dos precipitados;  $\nu_p$  é o módulo de Poisson do precipitado;  $b$  é o vetor de Burgers e  $\Gamma$  é a energia de deformação de uma discordância.

$$\Delta\sigma_{coe} = M\chi \left( \left( |\delta| \left[ 1 + \frac{2G_{Al}(1-2\nu_p)}{G_p(1+\nu_p)} \right] \right) G_{Al} \right)^{3/2} \left( \frac{\langle r \rangle fb}{\Gamma} \right)^{1/2} \quad \text{Equação 3.3}$$

Adotando os valores das constantes, frações volumétricas e raios médios dos precipitados conforme os mecanismos já discutidos anteriormente, Souza (2017) calculou a contribuição do mecanismo por coerência e obteve os resultados apresentados na Figura 3-20. Para esse mecanismo foi utilizado os valores de  $\delta = 0,75\%$  e  $\nu_p = 0,240$ .

Figura 3-20 - Variação do limite de escoamento pelo mecanismo de endurecimento por coerência.



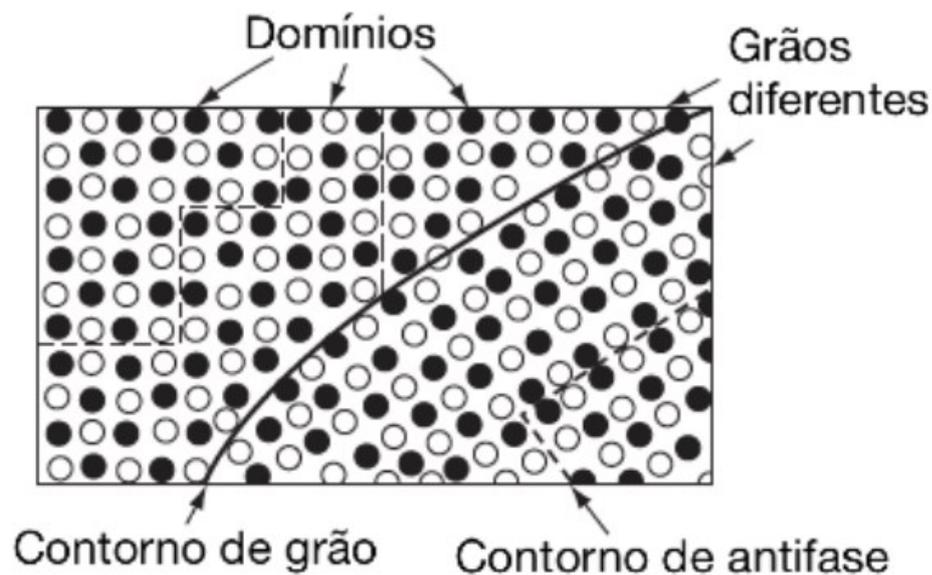
Fonte: SOUZA (2017).

### 3.6.4 Endurecimento por ordem

No mecanismo de endurecimento por ordem, os contornos de antifase são de suma importância. Mourisco (1999) indicou que eles podem ser classificados em dois tipos: aquele formado por cisalhamento puro, onde não há mudança de estequiometria no contorno, que é denominado conservativo e que envolve dissociação de discordâncias por escorregamento e aquele formado por combinação de um cisalhamento puro e remoção de uma camada de material, sendo denominado não conservativo.

A Figura 3-21 representa esquematicamente os contornos de antifase e os domínios formados em grão distintos. Em um grão, uma região ordenada é chamada de domínio e seu tamanho máximo é determinado pelo tamanho do cristal em que se forma. As linhas tracejadas na Figura 3-21, limitam a extensão de cada domínio. Essas linhas são os contornos de antifase, que são regiões onde a ordem estabelecida dentro de um domínio é revertida (ABBASCHIAN *et al.*, 2009).

Figura 3-21 - Representação de domínios e contornos de antifase formados nos grãos de uma liga ordenada.



Fonte: Adaptada de ABBASCHIAN (2009).

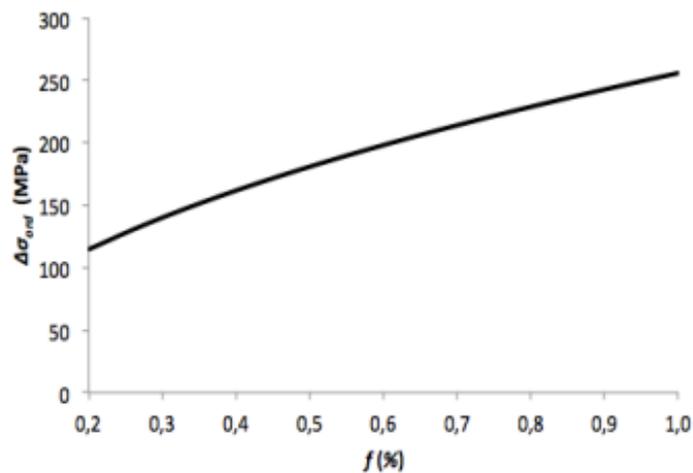
Ainda segundo Mourisco (1999), em ligas ordenadas há duas formas diferentes pela qual um contorno de antifase pode ser formado: transformação ordem-desordem ou dissociação de discordâncias.

Conforme Ardell (1985), os contornos de antifase dificultam o deslizamento das discordâncias contribuindo para o aumento da resistência mecânica do material. A contribuição desse mecanismo no endurecimento do material é mostrada pela Equação 3.4. Onde  $M$  é o fator de Taylor para a matriz,  $f$  é a fração volumétrica dos precipitados,  $b$  é o vetor de Burgers e  $\gamma_{caf}$  é a energia por unidade de área do plano de deslizamento envolvido na formação do contorno de antifase.

$$\Delta\sigma_{ord} = M \frac{\gamma_{caf}}{2b} \left( \frac{3\pi f}{8} \right)^{1/2} \quad \text{Equação 3.4}$$

A Figura 3-22 representa a contribuição do mecanismo de endurecimento por ordem química. Para calculá-la foi adotado os valores das constantes, frações volumétricas e raios médios dos precipitados conforme os mecanismos citados nos subitens anteriores e admitiu-se o valor da energia de formação de um contorno de antifase em um precipitado  $Al_3Zr L1_2$  como sendo  $\gamma_{caf} = 0,445 \text{ J/m}^2$  (SOUZA, 2017).

Figura 3-22 - Variação do limite de escoamento pelo mecanismo de endurecimento por ordem em função das frações volumétricas.



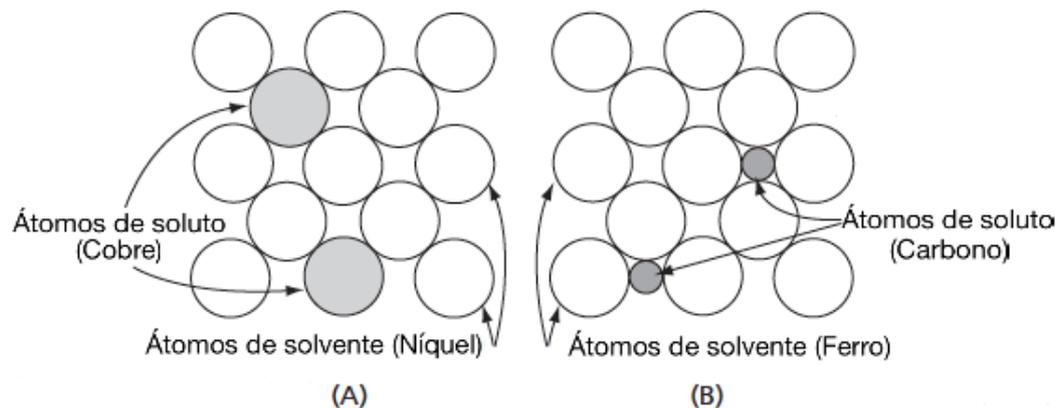
Fonte: SOUZA (2017).

### 3.7 ENDURECIMENTO POR SOLUÇÃO SÓLIDA

Segundo Dieter (1961), quando átomos de soluto em solução sólida são introduzidos em uma rede de átomos de solventes é produzido uma liga mais resistente que o metal puro. Há dois tipos de solução sólida. Se os átomos de soluto ocuparem parte da rede cristalina do átomo de solvente é chamada de solução sólida substitucional. Por outro lado, se os átomos de soluto forem muito menores que os átomos do solvente, eles irão ocupar posições intersticiais na rede cristalina do solvente, formando uma solução sólida intersticial. Carbono, nitrogênio, oxigênio, hidrogênio e boro são os elementos que formam as soluções sólidas intersticiais.

A Figura 3-23 exemplifica esquematicamente as soluções sólidas substitucionais (A) e intersticiais (B). No exemplo da Figura 3-23, é possível observar que em (A) os átomos de soluto (cobre) ocupam porções da rede cristalina dos átomos de solvente (níquel). E em (B), átomos do soluto (carbono) ocupando os interstícios da rede cristalina dos átomos de solvente (ferro). Se for observado na tabela periódica cobre e níquel estão próximos, formando assim solução sólida substitucional, enquanto que carbono e ferro estão distantes e possuem tamanho de átomos bem diferentes o que causa a formação da solução sólida intersticial.

Figura 3-23 - Esquemas de soluções sólidas (A) substitucional e (B) intersticial.

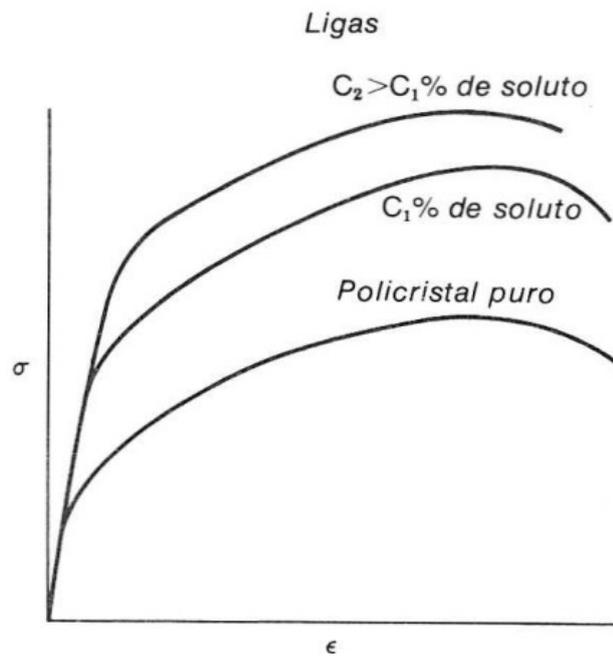


Fonte: Adaptada de ABBASCHIAN *et al.* (2009).

Conforme Dieter (1961), o resultado mais comum da adição de solutos é o aumento da tensão de escoamento. Sabe-se que os átomos de soluto têm maior influência na resistência ao atrito para movimento das discordâncias, do que no bloqueio estático das discordâncias. A Figura 3-24 mostra o efeito da adição de átomos de soluto na curva tensão-deformação de um material. É possível observar que tal adição aumenta os limites de escoamento e de resistência a tração para o mesmo valor de deformação ( $\epsilon$ ), por exemplo.

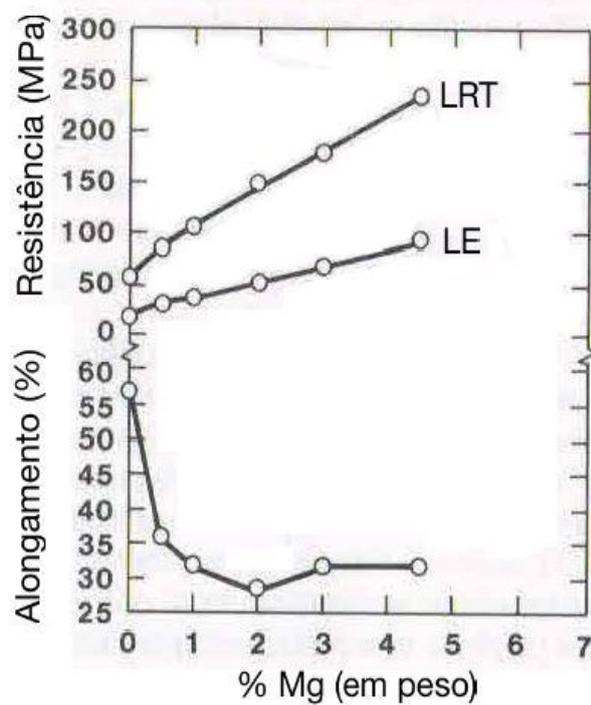
Hatch (1984) mostrou que o magnésio em solução sólida no alumínio forma uma solução sólida substitucional à temperatura ambiente, pois para o sistema eutético Al-Mg, a solubilidade no sólido à temperatura eutética (450 °C) é de  $C_s$  (%p.) = 14,9. De acordo Sanders *et al.* (1989) a Figura 3-25 mostra o limite de resistência mecânica do material e o alongamento e que esse tem uma grande redução mesmo com a presença de baixas concentrações de soluto.

Figura 3-24 - Efeito de adições de soluto na curva tensão-deformação.



Fonte: Adaptada de DIETER (1961).

Figura 3-25 - Propriedades mecânicas de ligas Al-Mg obtidas por ensaio de tração.



Fonte: Adaptada de SANDERS *et al.* (1989).

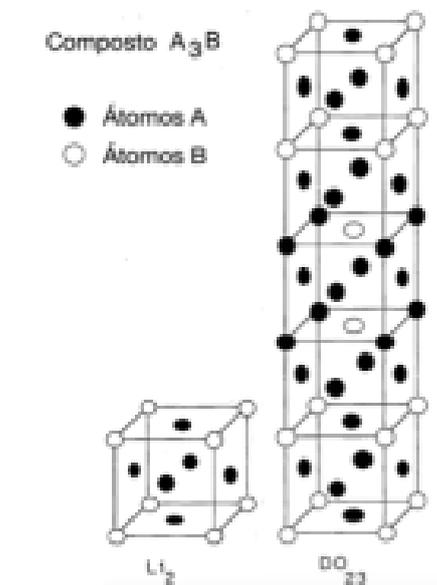
### 3.8 CARACTERÍSTICAS DO PRECIPITADO $\text{Al}_3\text{Zr}$

Os precipitados podem nuclear de forma homogênea, ou seja, uniforme e sem sítios preferenciais, ou heterogeneamente, em sítios específicos como contorno de grãos, discordâncias e vacâncias (JACUMASSO, 2014).

Segundo Souza (2017), os precipitados podem ter diferentes morfologias, dentre elas estão: agulhas, esferas, bastões, pétalas, células e discos. As do tipo pétalas são características da precipitação durante a solidificação e as outras com precipitados formados durante o envelhecimento.

Essas partículas de  $\text{Al}_3\text{Zr}$  nas ligas Al-Zr podem ter estruturas cristalinas cúbicas e tetragonais. Quando elas têm estrutura tetragonal ( $\text{D0}_{23}$ ) significa que estão em sua forma estável, incoerente com a matriz e com maior taxa de coalescimento. Já aquelas com estrutura cúbica ( $\text{L1}_2$ ) são metaestáveis, coerente com a matriz e com taxa de coalescimento menor. (ROBSON *et al.*, 2001). A Figura 3-26 exemplifica as possíveis estruturas cristalinas do composto  $\text{Al}_3\text{Zr}$ .

Figura 3-26 - Estruturas cristalinas  $\text{L1}_2$  e  $\text{D0}_{23}$  dos precipitados  $\text{Al}_3\text{Zr}$ .

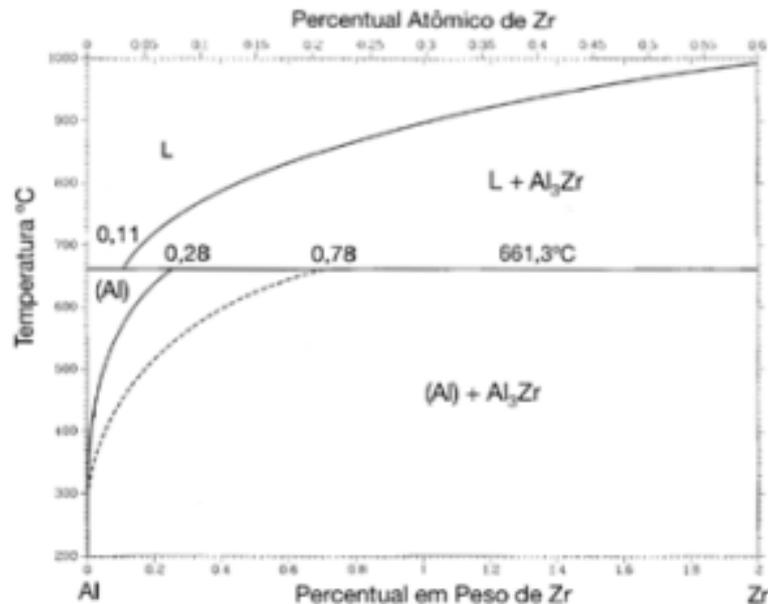


Fonte: Adaptada de KUMAR (1990).

Esses precipitados aparecem em ligas do sistema Al-Zr. O diagrama de fases binário Al-Zr é apresentado na Figura 3-27. Nele pode-se observar uma linha tracejada que representa a linha *solvus* do precipitado  $\text{Al}_3\text{Zr}$  metaestável. Verifica-se pelo diagrama que em temperaturas

de envelhecimento abaixo da linha tracejada a precipitação do intermetálico de estrutura  $L1_2$  é favorecida, enquanto que as temperaturas acima da linha *solvus* metaestável favorecem a precipitação do composto  $Al_3Zr$  de estrutura cristalina  $DO_{23}$  (SOUZA, 2017).

Figura 3-27 - Diagrama de fases do sistema Al-Zr com a linha *solvus* do precipitado  $Al_3Zr$   $L1_2$ .



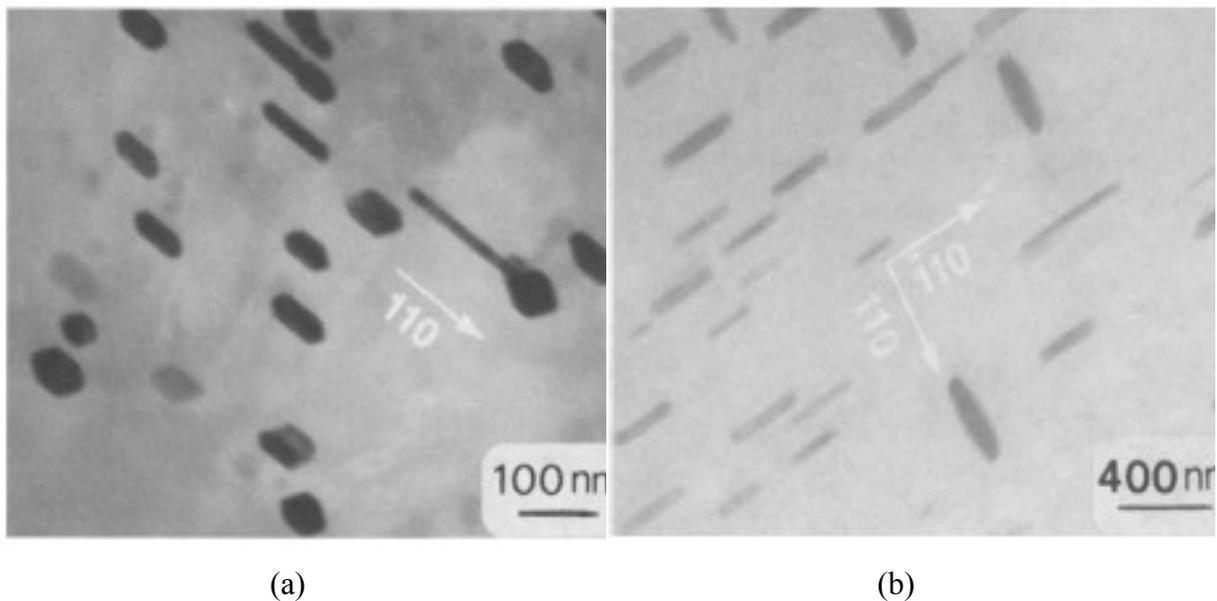
Fonte: Adaptada de MURRAY *et al.* (1992).

No trabalho realizado por Zedalis e Fine (1986) foi verificada a transformação do precipitado  $Al_3Zr$  de estrutura cúbica  $L1_2$  para a estrutura tetragonal  $DO_{23}$ . Eles verificaram que ao envelhecer a liga Al-0,75%p.Zr na temperatura de 375 °C formam somente precipitados  $Al_3Zr$   $L1_2$ . Ao aumentarem a temperatura para 450 °C e deformarem a frio a liga estudada, após 15 horas de tratamento térmico inicia-se a formação de  $Al_3Zr$  tetragonal ( $DO_{23}$ ). A Figura 3-28 exibe os precipitados  $Al_3Zr$  com estrutura tetragonal sendo em (a) Al-0,4%p.Zr com 95% de deformação e envelhecida a 450 °C e em (b) a mesma liga envelhecida por 25 horas à 600 °C.

Ness (1972) estudou o comportamento da precipitação do Zr em uma liga Al-0,18%p.Zr. Por meio de microscopia eletrônica de transmissão foi investigada a cinética de precipitação, nucleação, crescimento e distribuição dos precipitados e a morfologia deles. Foram encontrados precipitados  $Al_3Zr$  com diversas morfologias, mas o mais comum foram os precipitados esféricos como mostrado na Figura 3-29(a). Aqueles com formato de bastões precipitaram em colônias orientadas nas direções  $\langle 100 \rangle$ , como representado na Figura 3-29(b).

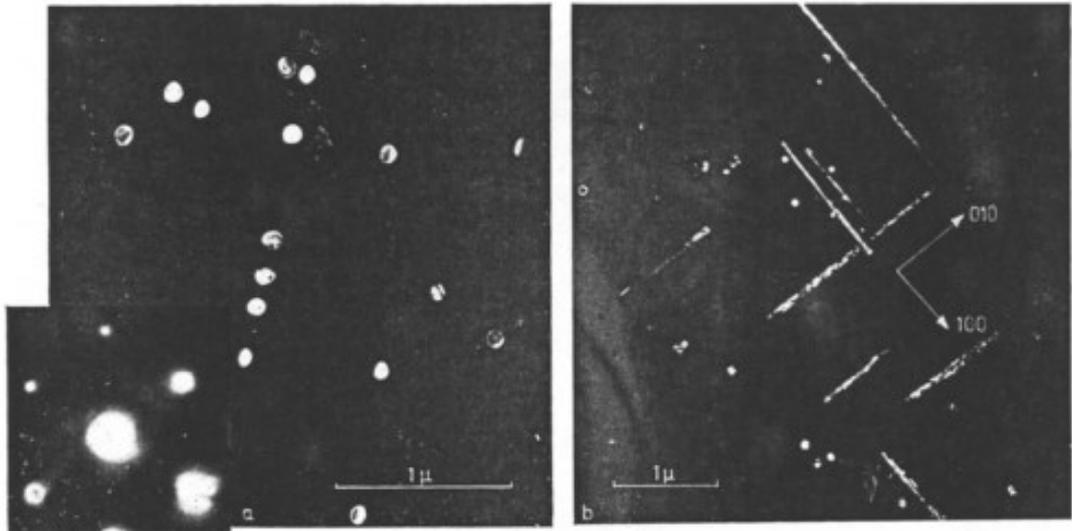
Wang *et al.*, (2017) mostraram em seu estudo a precipitação de  $\text{Al}_3\text{Zr}$  com estrutura  $\text{D}_{023}$  nos contornos das dendritas formados durante a solidificação das ligas com mais de 0,15% em peso de zircônio em sua composição e com taxas de resfriamento menores que 5K/s. As imagens da Figura 3-30 revelam a presença desses precipitados em uma liga Al-0,4%p.Zr. Em (a) tem-se uma visão geral da liga Al-0,4%p.Zr resfriada com taxa de resfriamento de 5 K/s, pode-se observar somente a presença dos intermetálicos nos contornos de grão, enquanto que em (b) a taxa de resfriamento utilizada foi de 1 K/s e além da presença nos contornos observou-se também fases primárias. Em (c), com a ampliação maior, pode-se observar a presença de precipitados em forma de botões e em (d) vê-se que eles estão aglomerados formando colônias.

Figura 3-28 - Imagens de MET de precipitados de  $\text{Al}_3\text{Zr}$  de estrutura tetragonal da liga Al-0,4%p.Zr deformada a frio. (a) envelhecida por 20 horas à 450 °C e (b) envelhecida por 25 horas à 600 °C.



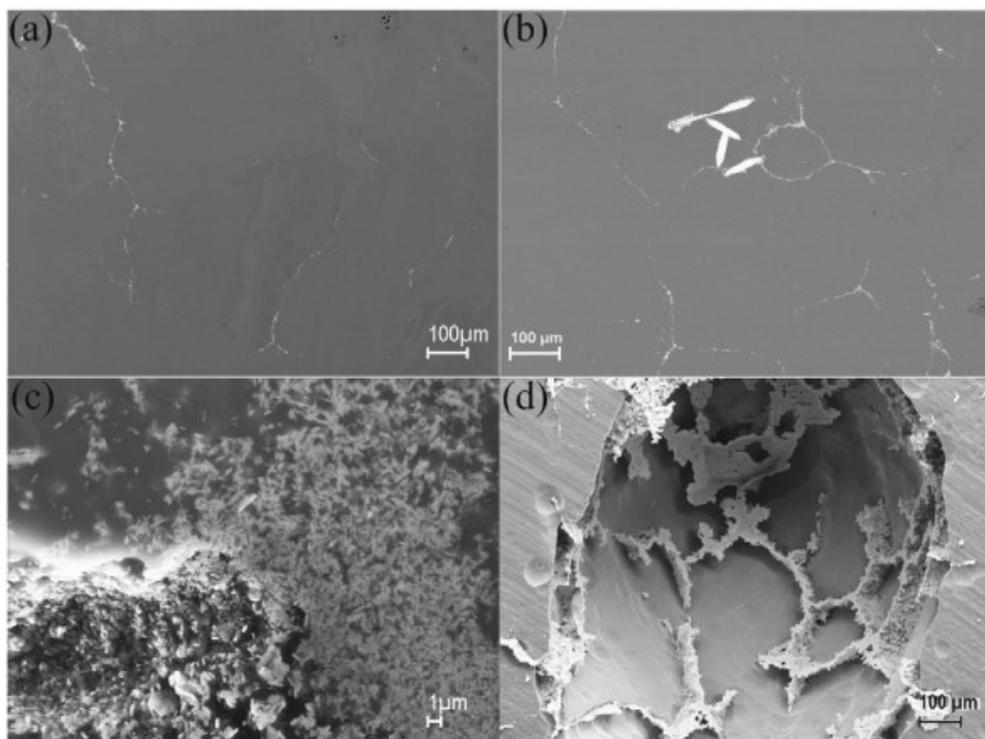
Fonte: Adaptada de ZEDALIS e FINE (1986).

Figura 3-29 - (a) Imagem de campo escuro e padrão de difração próximo dos precipitados esféricos no plano (110). (b) Precipitados em forma de bastões orientados nas direções  $\langle 100 \rangle$



Fonte: NESS (1972).

Figura 3-30 - Imagens de partículas formadas nos contornos de grãos durante a solidificação de uma liga Al-0,4%p.Zr, com taxa de resfriamento de 5 K/s em (a) e 1 K/s em (b) e (d): (a) e (b) uma visão geral da microestrutura; (c) imagem com alta ampliação dos precipitados presentes nos contornos de grão e (d) imagem em profundidade da matriz.



Fonte: WANG *et al.* (2017).

### 3.9 DEFORMAÇÃO PLÁSTICA

Deformação plástica em temperaturas homólogas (razão entre temperatura de deformação e temperatura de fusão) abaixo de 0,3 é considerada como deformação a frio e acima de 0,5 considera-se trabalho a quente. Tanto o trabalho a frio como o trabalho a quente proporcionam alterações nas propriedades mecânicas dos materiais. Tais alterações são consequências das mudanças microestruturais do material devido a deformação plástica (PADILHA E SICILIANO, 1996; HUMPHREYS E HATHERLY, 1995).

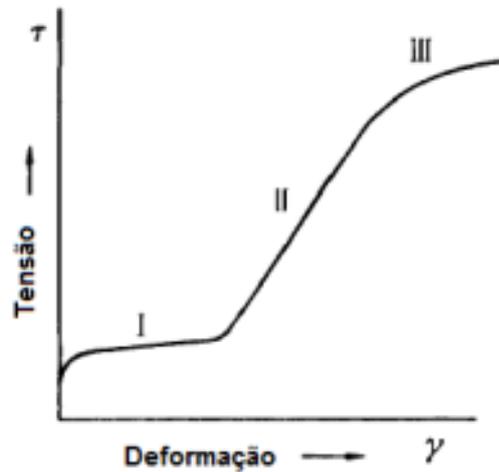
De acordo com Padilha (2000), ao deformar um material a frio, ele se torna mais resistente a deformação, isso se dá, porque as barreiras ao movimento das discordâncias são as outras discordâncias geradas. Durante a deformação plástica, as discordâncias multiplicam-se, movimentam-se e interagem umas com as outras adquirindo degraus e formando emaranhados, de modo que a sua movimentação requer tensões maiores.

Em relação aos aspectos microestruturais algumas mudanças ocorrem durante o processo de deformação. A forma dos grãos e aumento da área superficial total podem ser alterados. Pode haver a criação de novos contornos de grãos devido a incorporação de discordâncias geradas no processo (MEYERS E CHAWLA, 2009). Essas discordâncias empilham-se nos contornos, os quais atuam como barreiras ao deslizamento, conseqüentemente provoca a formação de degraus e aumento da área superficial total. E ainda, os contornos podem gerar discordâncias (CAHN E HAANSEN, 1996).

De acordo com Meyers e Chawla (2009) e Padilha (2000) um importante aspecto do encruamento é a ativação de fontes de discordâncias. Essas fontes podem estar presentes em contornos de grãos, superfícies, partículas de segunda fase, discordâncias imobilizadas e outros.

Ao se estudar o encruamento de um material pode-se fazer uma divisão das etapas que estão ilustradas na Figura 3-31. O estágio I inicia-se logo após o limite de escoamento e tem como característica a taxa de encruamento baixa, tendo uma área em que o deslizamento é facilitado, sendo válido apenas para monocristais. No estágio II, a taxa de encruamento aumenta rapidamente, essa etapa é denominada de região linear de endurecimento. O estágio III é conhecido como região parabólica de encruamento, é nessa etapa que aparecem bandas de deslizamento e a taxa de encruamento diminui devido a presença de recuperação dinâmica (SMALLMAN E BISHOP, 1999).

Figura 3-31 - Gráfico tensão x deformação evidenciando os três estágios do encruamento para um monocristal de estrutura CFC.



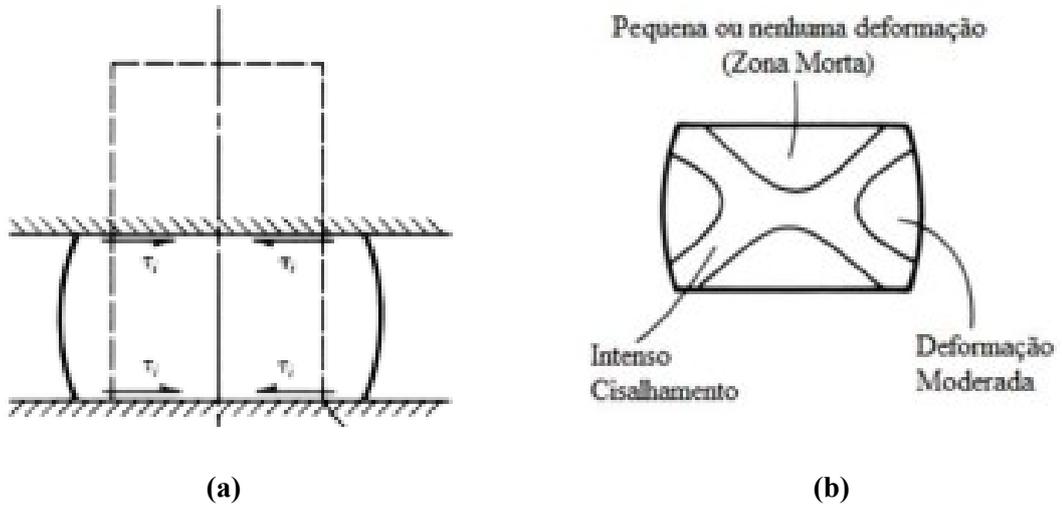
Fonte: Adaptada de SMALLMAN e BISHOP (1999).

### 3.9.1 Forjamento a frio

Segundo Boas (1999), um exemplo do processo de conformação plástica é o forjamento a frio. Ele ocorre no campo plástico das ligas metálicas e não há remoção do material. O forjamento do material é feito sem seu pré-aquecimento ou até mesmo das ferramentas, porém tanto material e ferramenta podem-se aquecer durante o trabalho. Nesse processamento não ocorre a recristalização do material. A medida que o material é deformado, sua resistência aumenta e a ductilidade diminui – encruamento. A Figura 3-32(a), exibe um exemplo de forjamento em matriz aberta, em que um material é comprimido provocando sua redução de altura (deformação plástica)

De acordo com Dieter *et al.* (2003) o atrito gerado durante o processo na interface entre ferramenta e peça (material) provoca o aparecimento de três regiões com deformações distintas. Elas são denominadas de zona de alta deformação (intenso cisalhamento), zona de média deformação (deformação moderada) e zona morta (deformação muito pequena ou nula). Essas zonas estão exemplificadas na Figura 3-32(b).

Figura 3-32 - Desenho esquemático representando (a) forjamento de matriz aberta e (b) zonas de deformação características do processo de forjamento.



Fonte: Adaptada de DIETER *et al.* (2003).

## 4 MATERIAIS E METÓDOS

### 4.1 MATERIAIS

Os materiais utilizados neste trabalho foram as seguintes ligas de alumínio: Al-0,20%p.Zr e Al-0,2%p.Zr-0,90%p.Mg. As amostras foram recebidas em forma de pequenos lingotes. A composição química de ambas as ligas foram analisadas na Universidade Federal do Pará (UFPA) utilizando um espectrômetro óptico da marca BRUKER e modelo Q4 TASMAN. As composições químicas obtidas estão apresentadas na Tabela 4-1 abaixo.

Tabela 4-1 - Composição química das ligas estudadas em porcentagem em peso.

| Liga           | Mg     | Zr   | Fe   | Si   | Outros | Al    |
|----------------|--------|------|------|------|--------|-------|
| Al-0,2Zr       | < 0,01 | 0,20 | 0,11 | 0,06 | 0,05   | 99,60 |
| Al-0,2Zr-0,9Mg | 0,90   | 0,19 | 0,11 | 0,05 | 0,05   | 98,72 |

Fonte: do autor.

As ligas estudadas, assim como a temperatura e os tempos de tratamento térmico analisados apresentam-se na Tabela 4-2, de forma resumida. A temperatura de tratamento térmico de envelhecimento (650 K) representa, aproximadamente, 70% da temperatura de transformação peritética do sistema Al-Zr. Tal temperatura foi escolhida baseada no estudo realizado por Souza *et al.* (2016) que mostrou que nesta temperatura ocorrem os maiores picos de dureza para a liga Al-0,2%p.Zr. Os tempos de envelhecimento também se basearam na mesma literatura. Para a liga Al-0,2Zr foi estudada somente na deformação de 70%, pois Fernandes (2019) estudou essa mesma liga com 50% de deformação.

Tabela 4-2 - Condições de temperatura, tempo e deformações aplicadas às ligas estudadas.

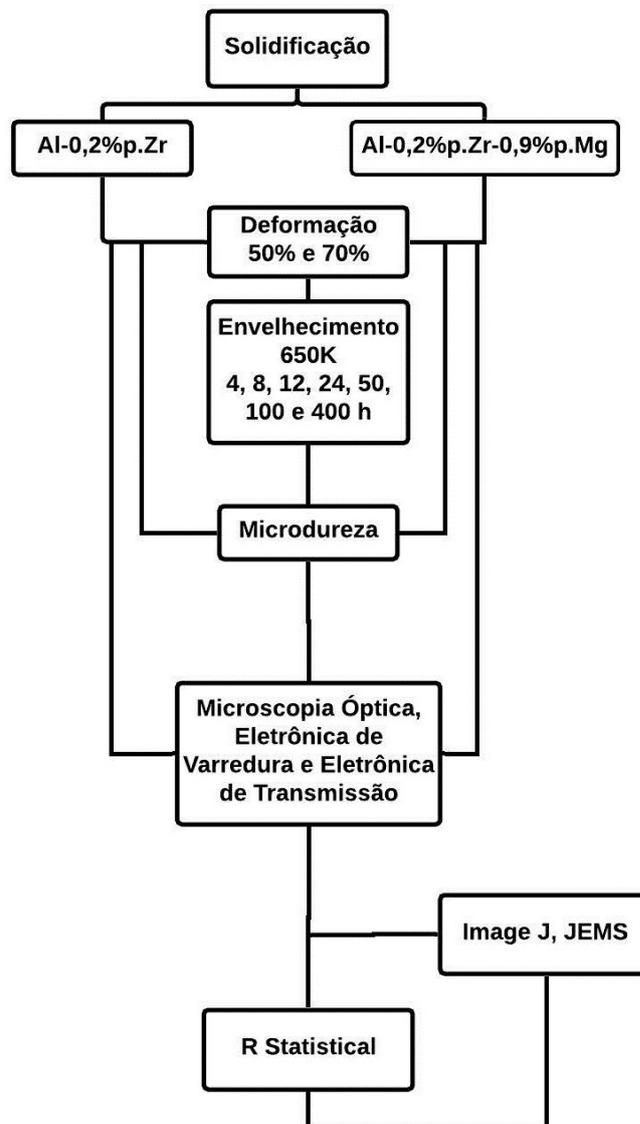
| Ligas<br>(em % em peso) | Temperatura de<br>Envelhecimento<br>(K) | Tempos de<br>Envelhecimento<br>(h) | Deformação<br>(%) |
|-------------------------|---|------------------------------------|-------------------|
| Al-0,20Zr               | 650                                     | 0, 4, 8, 12, 24, 50,<br>100 e 400  | 70                |
| Al-0,20Zr-0,90Mg        |   |                                    | 50 e 70           |

Fonte: do autor.

## 4.2 MÉTODOS

A Figura 4-1 apresenta o fluxo das atividades experimentais desenvolvidas para a realização deste estudo. Como as ligas foram recebidas em forma de pequenos lingotes, o primeiro passo foi cortá-las para depois realizar a etapa de deformação a frio (redução de altura) e, posteriormente, os ensaios de microdureza e análises microestruturais (Microscopia óptica, eletrônica de varredura e eletrônica de transmissão).

Figura 4-1 - Fluxograma de atividades realizadas no presente trabalho.



Fonte: do autor.

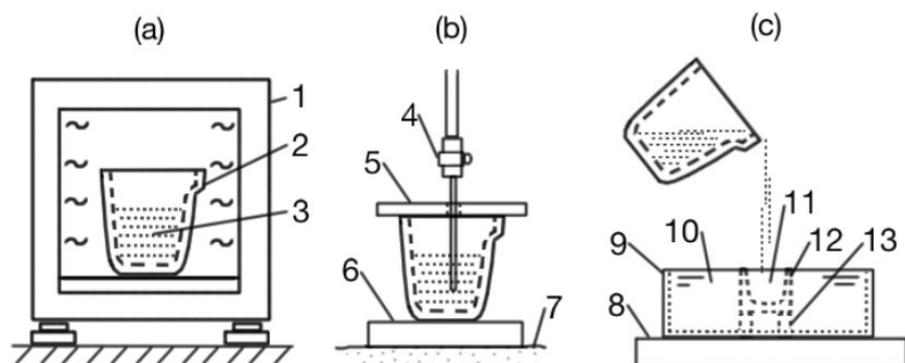
Os resultados obtidos após a realização dos experimentos foram analisados nos softwares: ImageJ para análise das imagens e também para determinação do tamanho de grão das amostras nas diversas condições de envelhecimento; R Statistical para realização da análise estatística dos resultados e o JEMS, para análise de padrões de difração de elétrons. Esse último, é um software que foi utilizado sob a licença do LCME/UFSC.

#### 4.2.1 Fundição das ligas

Segundo Souza (2017), as ligas utilizadas foram produzidas a partir de lingotes de Al de alta pureza (Al > 99,8%). Para as adições de zircônio e magnésio foram utilizados *waffles* de Al-0,10%p.Zr e lingotes de Mg (99,8%).

O processo de fundição das ligas de Al-Zr está exemplificado na Figura 4-2. Resumidamente, o Al e os elementos de liga foram adicionados a um cadinho de carbeto de silício, que foi inserido em um forno mufla e ao atingir 847 °C foi mantido nesta temperatura por 40 minutos. Após ser retirado de dentro do forno, a liga em estado líquido foi homogeneizada e desgaseificada com injeção do gás inerte argônio. O vazamento foi realizado na temperatura de 779 °C em um molde de cobre resfriado com água, nas laterais e no fundo (SOUZA, 2017).

Figura 4-2 - Etapas do processo de produção dos lingotes: (a) fundição, (b) desgaseificação e (c) vazamento. As indicações numéricas são: 1: forno mufla; 2: cadinho de SiC; 3: metal líquido; 4: lança injetora de gás inerte; 5: placa refratária; 6: tijolo refratário; 7: caixa de areia; 8: mesa de refratário; 9: contêiner de aço SAE 1010; 10: água em temperatura ambiente; 11: câmara de vazamento; 12: molde de Cu; 13: suporte de Al.



Fonte: SOUZA (2017).

#### 4.2.2 Corte das amostras

As ligas de alumínio foram recebidas na forma de lingotes como o da Figura 4-3. Eles foram cortados, com auxílio da serra fita da marca ERGOP, para reduzir suas dimensões. Primeiro foram realizados cortes na seção transversal do lingote, depois retirado paralelepípedos retangulares de aproximadamente 40 mm x 10 mm x 10 mm e, finalmente foram cortados em pequenos cubos com arestas de 10 mm.

Figura 4-3 - Lingote de Al-0,2%p.Zr.



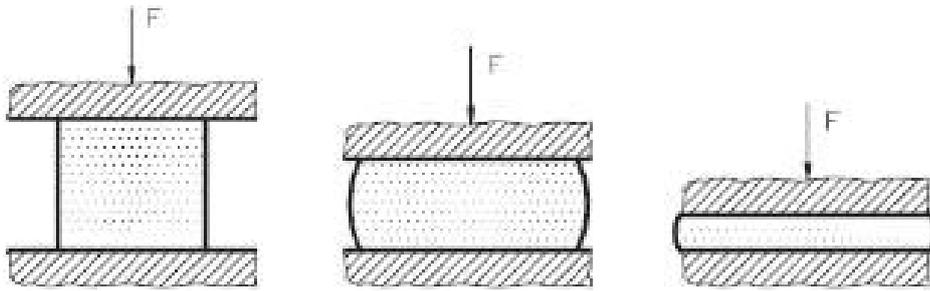
Fonte: do autor.

#### 4.2.3 Deformação a frio

As amostras cúbicas com arestas de dimensão de 10 mm, das ligas Al-0,2%p.Zr e Al-0,2%p.Zr-0,90%p.Mg foram deformados a frio por compressão em uma prensa de fricção de matriz aberta da marca GUTMANN (com capacidade de 150 toneladas e potência de 7,5 HP – *horse power*). A Figura 4-4 esquematiza o processo de deformação empregado.

As deformações aplicadas foram de 50% e 70% em redução de altura, sendo que para a liga Al-0,2%p.Zr foi utilizada a deformação de 70% e para a liga Al-0,2%p.Zr-0,90%p.Mg obteve-se corpos de prova com reduções de 50% e 70%. Foram utilizadas duas diferentes deformações com o intuito de estudar a influência da deformação a frio no envelhecimento das ligas.

Figura 4-4 - Esquema de deformação por compressão.



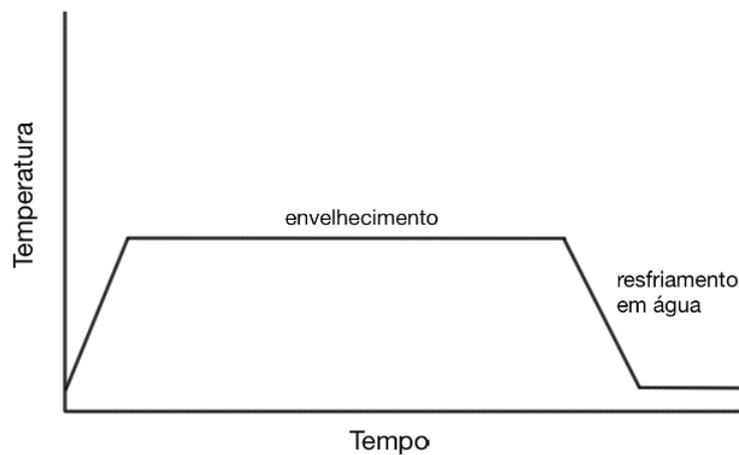
Fonte: DIETER (2003).

#### 4.2.4 Tratamentos térmicos

Após o forjamento, os corpos de prova foram submetidos à tratamentos térmicos de envelhecimento. Para tal processo utilizou-se um forno mufla JUNG, modelo 3012, com variação de  $\pm 1$  °C. A temperatura de tratamento térmico foi de 377 °C (650 K) e os tempos empregados foram 4, 8, 12, 24, 50, 100 e 400 horas. Ao final de cada tempo, as amostras foram, imediatamente, resfriadas em água até atingir temperatura ambiente, para que não houvesse transformações microestruturais e, conseqüentemente, mudanças das propriedades mecânicas do material.

O esquema representado na Figura 4-5, exemplifica como foi realizado o ciclo dos tratamentos térmicos para envelhecimento das ligas.

Figura 4-5 - Ciclo do tratamento térmico de envelhecimento.



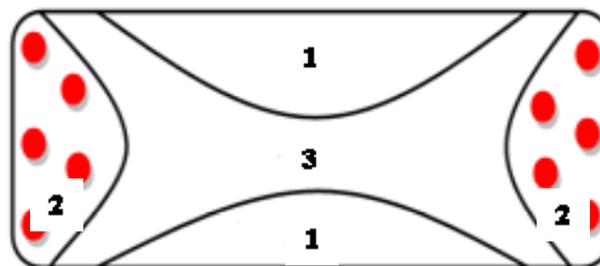
Fonte: do autor.

#### 4.2.5 Microdureza

Para os ensaios de microdureza *Vickers* utilizou-se um microdurômetro da marca SHIMADZU, modelo HMV-2, utilizando uma carga de 4,90 N (500 gf), com tempo de endentação de 10 s. Os parâmetros foram definidos de acordo com o que é normalmente utilizado para ligas de alumínio e estão de acordo com a norma ASTM E384 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS).

O perfil de deformação por compressão não é homogêneo, apresentando três regiões distintas: zona morta, região de média deformação e região de alta deformação (Figura 4-6). Desta forma, neste trabalho, escolheu-se fazer as medições de microdureza na região de média deformação. Como existe uma simetria no perfil de deformação foram realizadas 5 medições de microdureza em cada lado da amostra, conforme é mostrado nos pontos vermelhos da Figura 4-6.

Figura 4-6 - Perfil de deformação por compressão, sendo as regiões: 1- zona morta; 2 - região de média deformação; 3 - região de alta deformação.



Fonte: Adaptada de FERNANDES (2019).

#### 4.2.6 Microscopia óptica

O objetivo de realizar a microscopia óptica nas amostras foi para analisar a microestrutura da amostra deformada a frio e das envelhecidas nos diferentes tempos; verificar também a possível presença de Fe e Si e, finalmente, medir o tamanho de grão nas diversas condições analisadas. Utilizou-se um microscópio óptico do marca e modelo Olympus BX60M, com uma câmera LEICA EC3 acoplada.

Para obtenção das imagens no microscópio óptico as amostras foram lixadas, polidas com solução de 1  $\mu\text{m}$  de alumina e atacadas quimicamente para revelação da microestrutura. O reagente químico utilizado nos corpos de prova no estado deformado e envelhecido foi uma

solução de 2% HF (ácido fluorídrico diluído em 98% de água destilada), por imersão durante 3 minutos.

Com o auxílio do software ImageJ, foi determinado o tamanho de grão, na região de média deformação, das amostras no estado deformado e envelhecido, artificialmente. A metodologia utilizada para determinação do tamanho de grão foi o método dos interceptos lineares seguindo a norma ASTM E112-13 – Standard Test Methods for Determining Average Grain Size.

#### **4.2.7 Microscopia eletrônica de varredura**

As amostras seguiram a mesma preparação metalográfica realizada para a microscopia óptica: lixamento, polimento e ataque químico com HF 2% por 3 minutos. O microscópio eletrônico de varredura utilizado foi o MEV HITACHI TM 3030, alocado nas dependências do CERMAT, na Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC).

Para as análises microestruturais foi utilizada a técnica de Elétrons Retro-Espelhados (ERE), para a geração de imagens e também foi empregada a técnica de Espectroscopia de Energia Dispersiva – EDS para identificar qualitativamente as composições das fases nas ligas Al-0,20%p.Zr e Al-0,20%p.Zr-0,90%p.Mg. Foram analisadas no MEV as amostras sem deformação e envelhecidas nos tempos de 8, 50 e 400 horas para as três condições apresentadas na Tabela 4-2.

#### **4.2.8 Microscopia eletrônica de transmissão**

Para análise no MET, as amostras foram lixadas até uma espessura de 100  $\mu\text{m}$  com o *Disk Grinder*, após essa etapa elas foram puncionadas (*Disk Punch*) para produção de discos de 3 mm de diâmetro. Eles, por sua vez, foram submetidos a um ataque eletrolítico no equipamento de jateamento duplo STRUERS TENUPO-5, utilizando eletrólito composto de 2/3 de metanol e 1/3 de ácido nítrico, na temperatura de  $3 \pm 3$  °C a 8 V. O ajuste da bomba utilizado foi 11 e método de detecção automática do furo. O polimento eletrolítico de cada disco levou em média 2 minutos e, ao final as amostras eram imersas em metanol e depois em álcool etílico para retirada de quaisquer impurezas.

As amostras foram analisadas em um MET JEOL JEM 1011 de 100 kV, em que se utilizou as técnicas de campo claro, campo escuro e difração de elétrons com o objetivo de estudar a morfologia e distribuição dos precipitados  $Al_3Zr$  e também a microestrutura das condições analisadas. Foram verificadas no MET as amostras: sem envelhecimento e com 8 horas de envelhecimento para a liga Al-0,20%p.Zr-0,90%p.Mg e as que representam o maior valor de microdureza envelhecidas por 50 horas a 377 °C, nas três condições apresentadas na Tabela 4-2.

## 5 ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

### 5.1 CARACTERIZAÇÃO DAS LIGAS SEM ENVELHECIMENTO

#### 5.1.1 Microdureza e tamanho de grão

A caracterização das ligas Al-0,2%p.Zr e Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg no estado sem envelhecimento ocorreu para que fosse possível realizar uma comparação com o estado fundido destas ligas e também comparar os resultados nas duas deformações empregadas (50% e 70%). E, também, para avaliar se houve aumento de microdureza e mudanças nas microestruturas entre as duas condições.

As microdurezas obtidas para o estado deformado, no tempo de 0h de envelhecimento, das ligas Al-Zr e Al-Zr-Mg estudadas estão apresentadas na Tabela 5-1 a seguir. Verifica-se que a liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg possui valores maiores quando comparadas com a liga Al-0,2%p.Zr. Essa característica também foi observada por Souza (2017) em seu trabalho.

Tabela 5-1 - Valores de microdureza *Vickers* no estado deformado para as ligas estudadas.

| Liga                 | Deformação | Microdureza  | Fonte            |
|----------------------|------------|--------------|------------------|
| Al-0,2%p.Zr          | 50%        | 36,69 ± 1,18 | Fernandes (2019) |
|                      | 70%        | 36,90 ± 1,88 | do autor         |
| Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg | 50%        | 53,91 ± 3,53 | do autor         |
|                      | 70%        | 58,71 ± 2,92 | do autor         |

Fonte: do autor.

Conforme mostrado na Tabela 5-1, a presença de 0,9% em peso de Mg faz com que haja um significativo aumento da microdureza do material devido ao mecanismo de endurecimento por solução sólida. Observa-se que nas ligas que contêm Mg a microdureza aumenta cerca de 22 pontos para a deformação de 70% e 17 pontos para 50% de deformação. Marquis (2002), também observou esse comportamento de endurecimento por solução sólida em seu trabalho. Ela verificou que no estado temperado, a liga binária Al-0,2%p.Sc apresentava 220 MPa de dureza, enquanto que a liga Al-0,2%p.Sc-2%p.Mg atingia valores de aproximadamente 439 MPa.

No estado sem envelhecimento, observa-se que para a liga Al-0,2%p.Zr não há variação de microdureza. Enquanto que para a liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg há uma pequena variação na microdureza *Vickers* nas duas diferentes deformações para essa liga. Ao mensurar o tamanho de grão para as ligas na condição sem envelhecimento, ver Tabela 5-2, verifica-se que os valores são bastante próximos. Como as ligas ainda não passaram por tratamento térmico de envelhecimento, isso pode explicar o fato de sua microdureza variar pouco, visto que os contornos de grãos são barreiras para a movimentação das discordâncias, conseqüentemente, causam o endurecimento do material. Outra observação a ser feita é que na liga Al-Zr-Mg o tamanho de grão médio é menor quando comparado ao da liga Al-Zr, o que contribui para esta liga ter maiores valores de microdureza.

Tabela 5-2 - Valores do tamanho de grão para as ligas estudadas no estado sem envelhecimento.

| Liga                 | Deformação | Tamanho de grão*  | Fonte            |
|----------------------|------------|-------------------|------------------|
| Al-0,2%p.Zr          | 50%        | 150 $\mu\text{m}$ | Fernandes (2019) |
|                      | 70%        | 145 $\mu\text{m}$ | do autor         |
| Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg | 50%        | 72 $\mu\text{m}$  | do autor         |
|                      | 70%        | 73 $\mu\text{m}$  | do autor         |

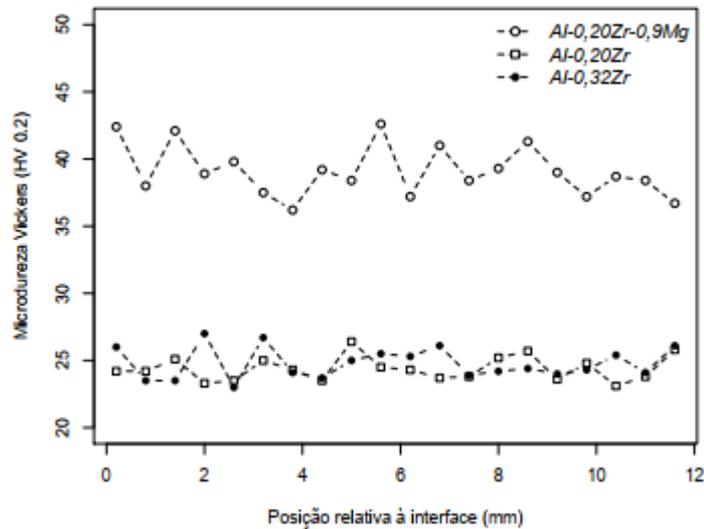
\*média das medições do tamanho de grão.

Fonte: do autor.

A Figura 5-1 de Souza (2017) apresenta a variação da microdureza *Vickers* ao longo da seção transversal dos lingotes solidificados. Pode-se observar que não houve variações consideráveis para a mesma liga no estado fundida. Observa-se que para a liga Al-0,2%p.Zr a microdureza é da ordem de 25 HV enquanto que para a liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg essa propriedade atinge em média 40 HV.

Comparando os valores de microdureza, encontrados por Souza (2017), das ligas Al-Zr e Al-Zr-Mg como fundidas e os valores encontrados neste trabalho, no estado sem envelhecimento, pode-se dizer que a deformação a frio nestas ligas causou um significativo aumento no endurecimento. Esse mecanismo de endurecimento por deformação também foi observado no trabalho de Fernandes (2019) para uma liga Al-0,32%p.Zr onde a microdureza *Vickers* após deformação foi da ordem de 43 HV, enquanto que no estado fundida Souza (2017) obteve valores próximos a 25 HV.

Figura 5-1 - Variação da microdureza Vickers ao longo da sessão transversal dos lingotes como fundidos.



Fonte: SOUZA (2017).

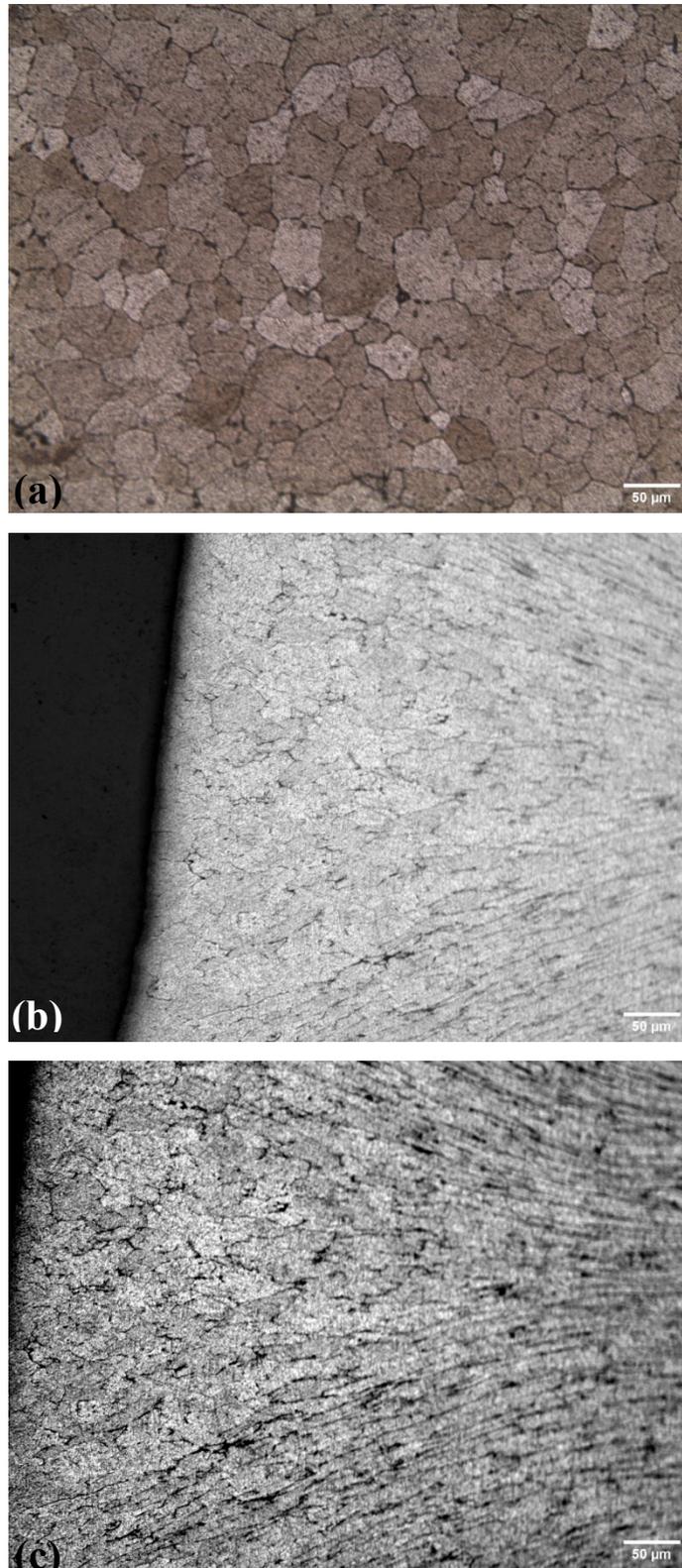
### 5.1.2 Caracterização microestrutural

Conforme discutido no item 3.9.1 da revisão bibliográfica, ao forjar um material a frio têm-se uma deformação heterogênea, resultando no aparecimento de três zonas de deformação no material – zona morta, zona de alta deformação e zona de deformação moderada. Ao analisar amostras da liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg, por meio da microscopia óptica, observa-se na Figura 5-2(a), estado sem deformação, que os grãos presentes na microestrutura são equiaxiais. No entanto, pode-se observar, na Figura 5-2(b) e Figura 5-2(c), mesma liga com 50% e 70% de deformação, respectivamente, o alongamento dos grãos em algumas regiões da microestrutura.

Na zona de deformação moderada, região da extremidade esquerda, da Figura 5-2(b) e Figura 5-2(c) os grãos são próximos de equiaxiais e com leve alongamento. Enquanto que para as mesmas imagens, na zona de alta deformação – extremidade superior e inferior direita - o alongamento dos grãos é bastante perceptível.

Não é possível afirmar se a liga Al-Zr-Mg, com 70% de deformação, possui grãos mais alongados do que a mesma liga com 50% de deformação. Esse alongamento nos grãos na região de alta deformação também foi verificado para a liga Al-0,2%p.Zr com 70% de deformação.

Figura 5-2 - Microscopia óptica da liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg sem envelhecimento (a) sem deformação (b) com 50% de deformação e (c) com 70% de deformação.



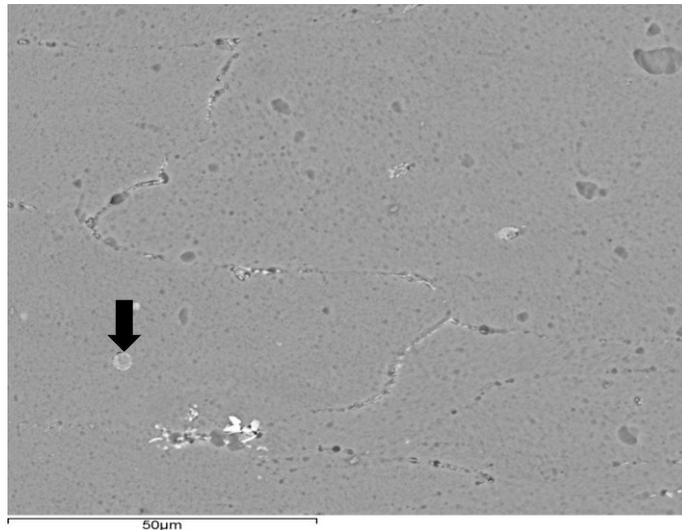
Fonte: do autor.

O alongamento dos grãos também foi observado na liga Al-0,2%p.Zr. Fernandes (2019), em seu trabalho, apresenta microestruturas das três zonas de deformação dessa liga com 50% de redução de altura e foi constatado que assim como para a liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg na zona de alta deformação os grãos assumem formas alongadas.

Além da microscopia óptica, foram obtidas imagens por meio de um microscópio eletrônico de varredura das duas ligas estudadas, na condição sem envelhecimento. A Figura 5-3 é uma micrografia da liga Al-0,2%p.Zr com 70% de redução de altura. Observa-se a presença de alguns contornos de grãos e precipitados do sistema Al-Fe-Si. A Figura 5-4 é uma análise EDS realizada no ponto indicado pela seta na

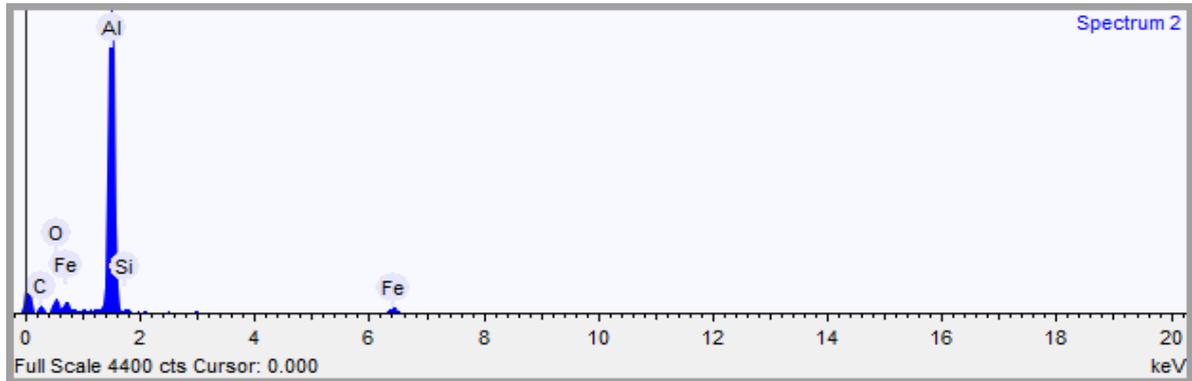
Figura 5-3. A análise indica que os precipitados são do sistema mencionando anteriormente, visto que a análise química qualitativa apresenta picos dos elementos Al, Fe e Si. Em seu estudo, Fernandes (2019) verificou o aparecimento de precipitados do sistema Al-Fe-Si para essa mesma liga, por EDS.

Figura 5-3 - Microestrutura da liga Al-0,2%p.Zr com 70% de deformação e sem envelhecimento.



Fonte: do autor

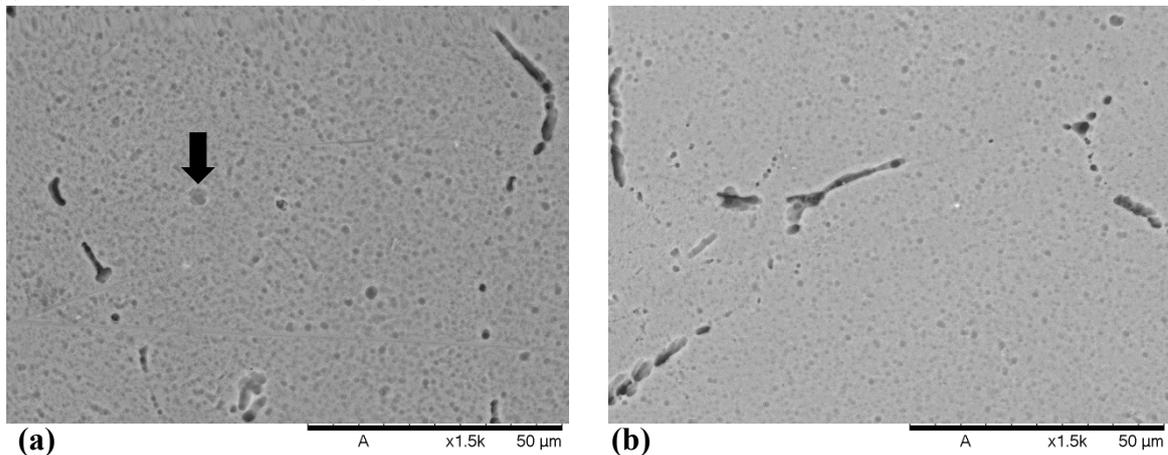
Figura 5-4 - Análise de EDS da liga Al-0,2%p.Zr com 70% de deformação e sem envelhecimento.



Fonte: do autor

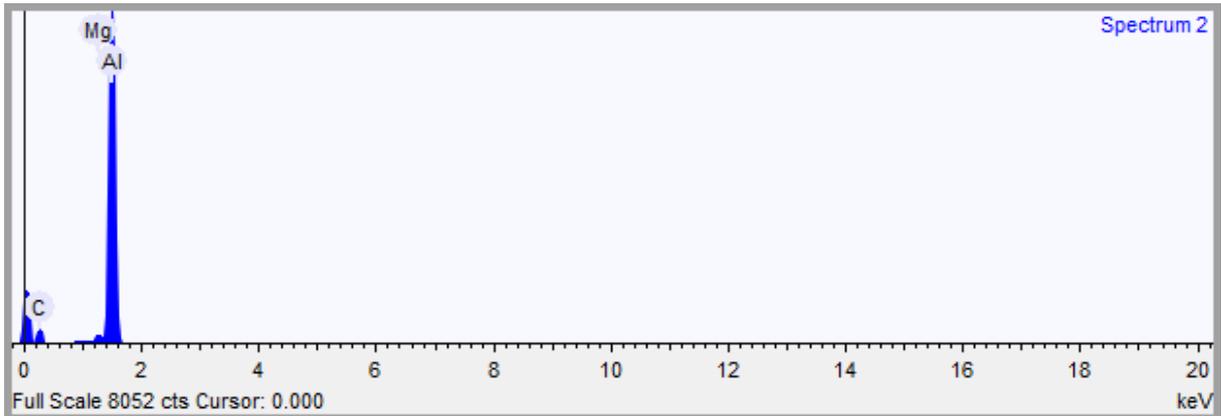
As micrografias da Figura 5-5 são correspondentes à liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg com 50% e 70% de deformação. Nas imagens é possível observar alguns contornos de grãos. A seta na Figura 5-5(a) representa o ponto onde foi realizado a análise de EDS, mostrada na Figura 5-6. Por essa análise, verifica-se qualitativamente a presença dos elementos Al e Mg. No entanto, o elemento Zr não aparece. Possivelmente, devido ao fato de que as concentrações de Al e Mg serem maiores e o ponto de escolha para a análise de EDS não ter favorecido o aparecimento do Zr. Souza (2017) também não verificou fases com o elemento Zr.

Figura 5-5 - Micrografias de MEV das amostras sem envelhecimento da liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg: (a) com 50% de deformação e (b) com 70% de deformação.



Fonte: do autor.

Figura 5-6 - Análise de EDS da liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg, com 50% de deformação e sem envelhecimento

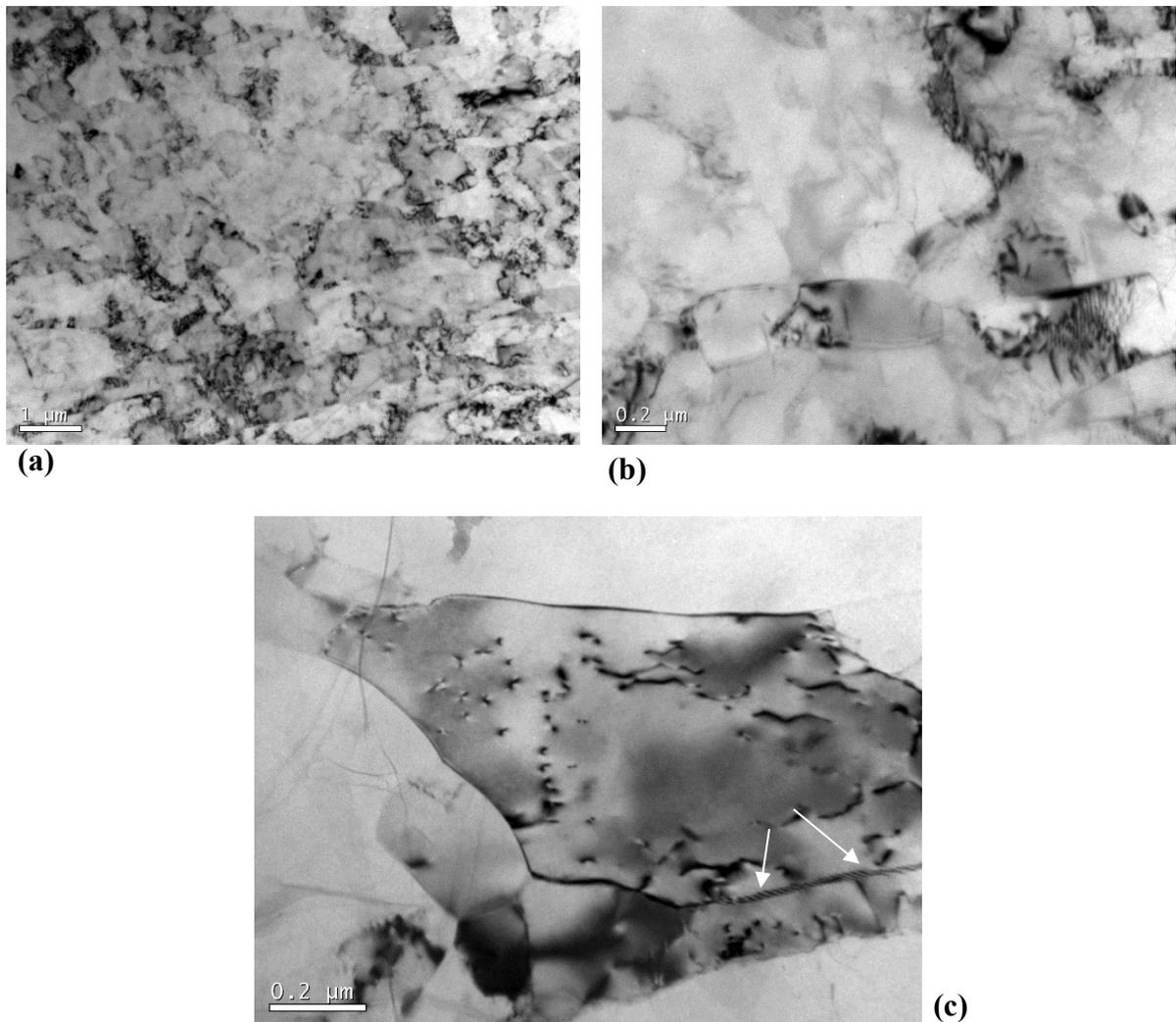


Fonte: do autor.

Pelas micrografias apresentadas até então, não se percebe diferenças nas microestruturas das duas ligas apresentadas. As fases observadas em outros estudos, como partículas primárias em forma de pétalas (OHASHI e ISHIKAWA, 1972), em forma de agulhas (BRODOVA et al., 2001) ou em formato angular (BRODOVA et al., 2001) não foram encontradas nas imagens realizadas via MEV. Tais fases podem ser suprimidas por uma alta taxa de resfriamento durante a solidificação (SOUZA, 2017).

A liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg com 70% de redução de altura e sem envelhecimento foi caracterizada por microscopia eletrônica de transmissão. Observa-se, na Figura 5-7, uma grande densidade de discordâncias situadas, preferencialmente, nas regiões dos contornos de grãos. Na Figura 5-7(c), indicado pela seta, é possível observar algumas discordâncias enfileiradas no contorno de grão e precipitados dispersos no interior do grão.

Figura 5-7 - Micrografias do campo claro da liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg com 70% de deformação e sem envelhecimento.



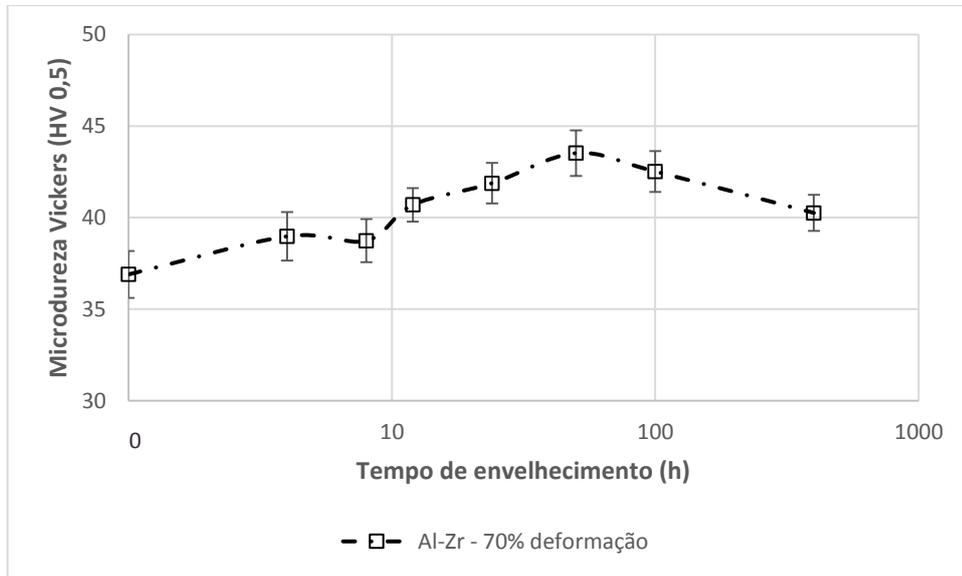
Fonte: do autor.

## 5.2 CARACTERIZAÇÃO DA LIGA Al-0,2%p.Zr ENVELHECIDA

### 5.2.1 Variação da microdureza

A Figura 5-8 mostra a variação da microdureza em função do tempo de envelhecimento para a temperatura de 650 K da liga do sistema Al-Zr, com o intervalo de confiança de 95% para cada medida.

Figura 5-8 - Variação da microdureza da liga Al-0,2%p.Zr com 70% de deformação durante envelhecimento a 650 K.



Fonte: do autor

Pela Figura 5-8 percebe-se o efeito do tempo de tratamento térmico de envelhecimento no endurecimento da liga. Nota-se que entre 0 h e 50 h de envelhecimento há um acréscimo na microdureza da liga, isso ocorre devido à precipitação de compostos intermetálicos na matriz desta liga, precipitação que é característica das ligas do sistema Al-Zr, conforme é observado por Souza (2017) e Fernandes (2019).

Em 50 h o material atinge o pico de microdureza, ponto máximo, como pode ser observado na Figura 5-8. Para essa mesma liga, no trabalho de Souza (2017) o pico de microdureza foi atingido em 100 h, no entanto a liga não havia sido deformada a frio antes da etapa de envelhecimento. Atribui-se o pico de endurecimento em um tempo menor ao trabalho a frio realizado nessa liga antes de seu envelhecimento. Du (2006), em seu trabalho, estudou o envelhecimento de uma liga Al-0,1%p.Zr deformada a frio e verificou que o pico de dureza para essa liga ocorria próximo à 50 h (Figura 5-9(a)).

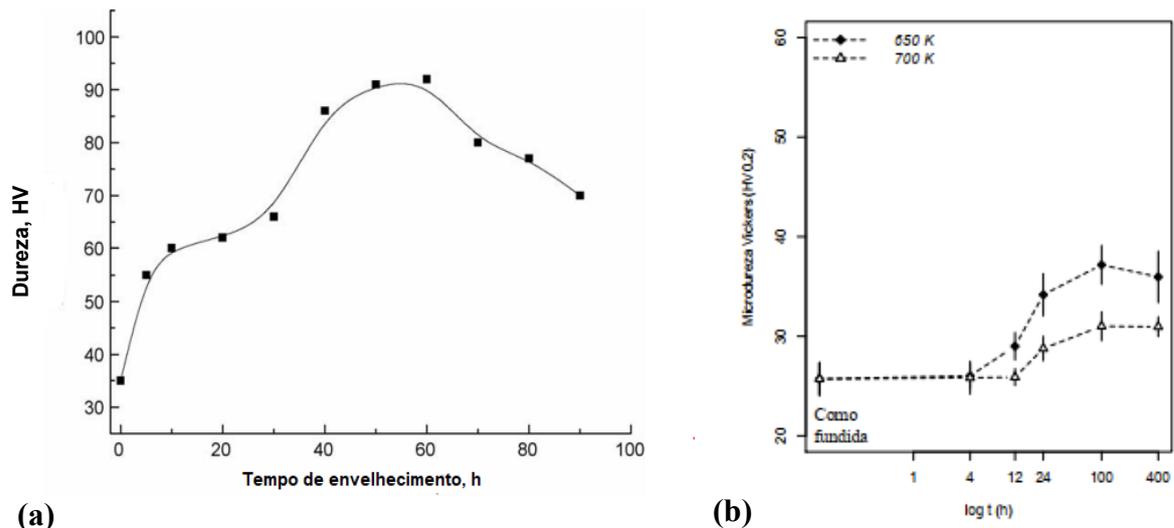
No entanto, no trabalho de Fernandes (2019), Figura 5-10, que também estudou a variação da microdureza dessa mesma liga, mas com a deformação de 50%, o pico de microdureza ocorreu em 100 h. Possivelmente, o fato da liga deste trabalho ter sofrido uma deformação maior (70%) tenha levado ao endurecimento máximo em um tempo menor. Visto que, uma maior densidade de discordâncias acelera a difusão atômica e aumenta o número de sítios para a precipitação, acelerando a cinética de endurecimento (DIETER, 2003).

Após o pico de microdureza a 50 h (Figura 5-8), inicia-se uma redução nos seus valores. Esse decréscimo é devido ao superenvelhecimento da liga Al-Zr, pois ocorre o coalescimento dos precipitados. O superenvelhecimento também foi observado por Du (2006), Souza (2017) e Fernandes (2019).

A liga do presente trabalho apresentou uma maior microdureza nos tempos estudados quando comparados ao resultado de Souza (2017), mostrada na Figura 5-9(b) para os mesmos tempos na temperatura de 650 K. Isso indica que a deformação contribuiu para a precipitação nessa liga o que provocou no aumento do endurecimento.

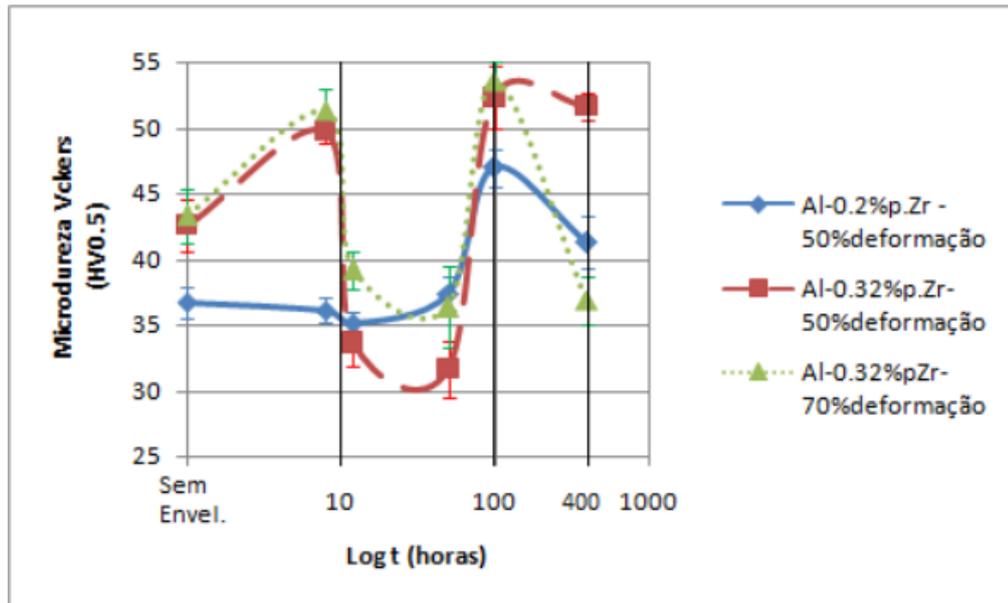
Ao comparar os resultados da liga Al-Zr com 70% de deformação com os resultados de Fernandes (2019), que empregou 50% de deformação (Figura 5-10), não é possível observar variações significativas na microdureza para os tempos de envelhecimento estudados.

Figura 5-9 - Variação da microdureza para a liga (a) Al-0,1%p.Zr com deformação e (b) Al-0,2%p.Zr e sem deformação.



Fonte: Adaptada de (a) DU (2006) e (b) SOUZA (2017).

Figura 5-10 - Variação da microdureza para as condições sem envelhecimento e envelhecimento a 377°C por 8, 12, 50, 100 e 400 horas para as ligas Al-0,2%p.Zr e Al-0,32%p.Zr

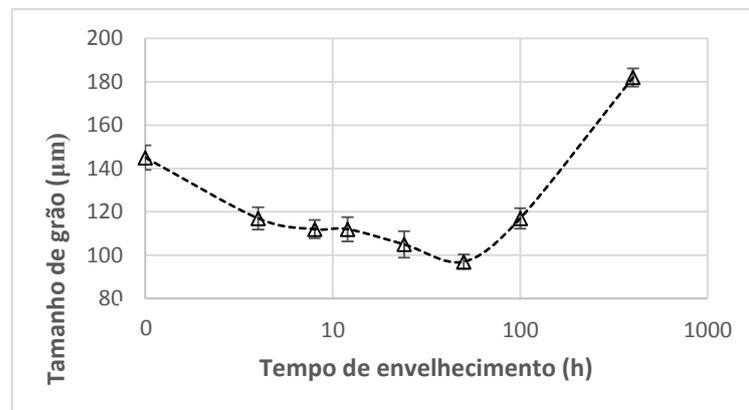


Fonte: FERNANDES (2019)

### 5.2.2 Variação do tamanho do grão

A Figura 5-11 mostra a variação do tamanho de grão com o tempo de envelhecimento da liga Al-0,2%p.Zr, com 70% de deformação. Observa-se que até 50 horas de envelhecimento o tamanho de grão está diminuindo, isso ocorre devido a recristalização dos grãos. Após 50 h, os grãos começam a coalescer. No trabalho de Fernandes (2019) para essa mesma liga com deformação de 50% não foi possível observar a recristalização dos grãos.

Figura 5-11 - Variação do tamanho de grão com o tempo de envelhecimento da liga Al-Zr, com 70% de deformação.

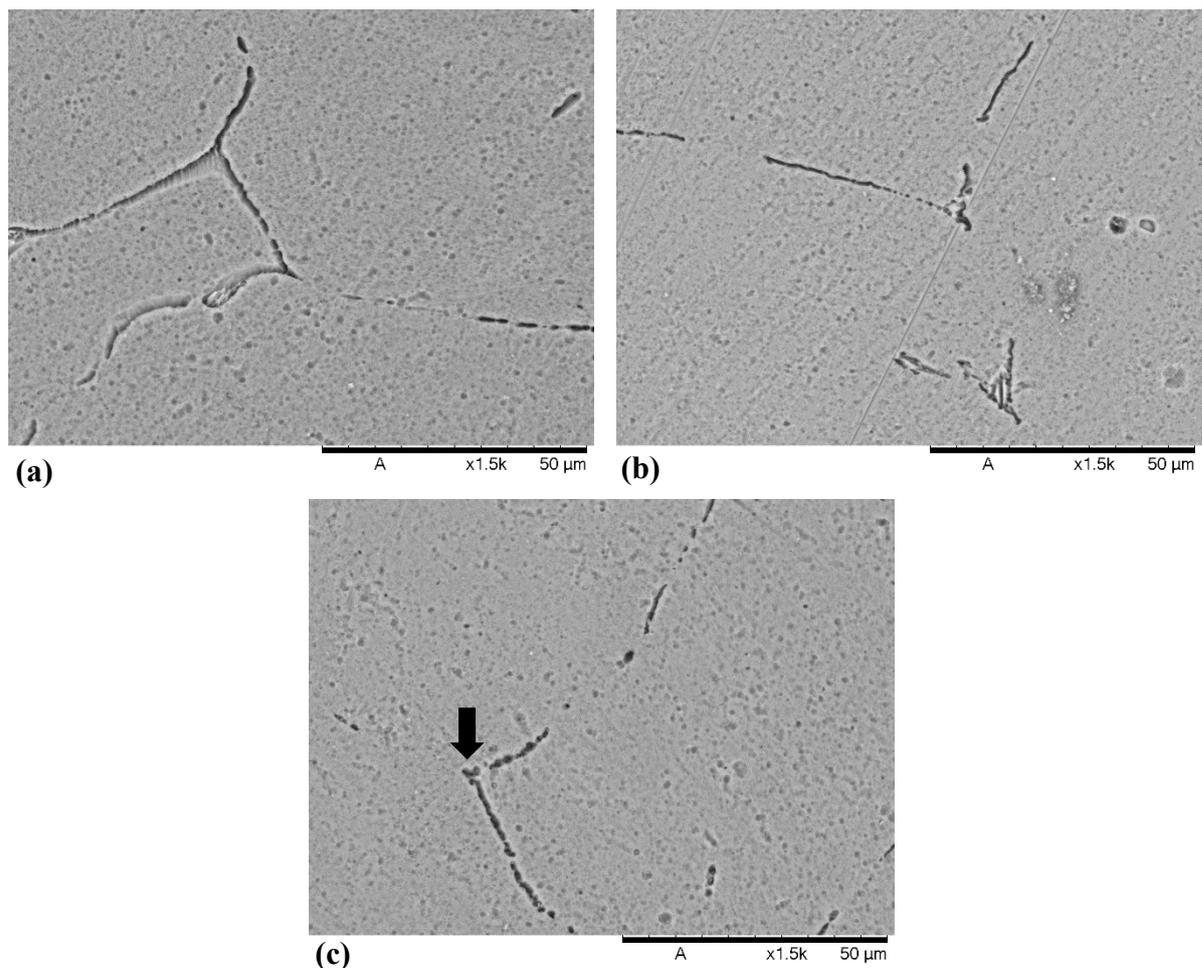


Fonte: do autor.

### 5.2.3 Caracterização microestrutural

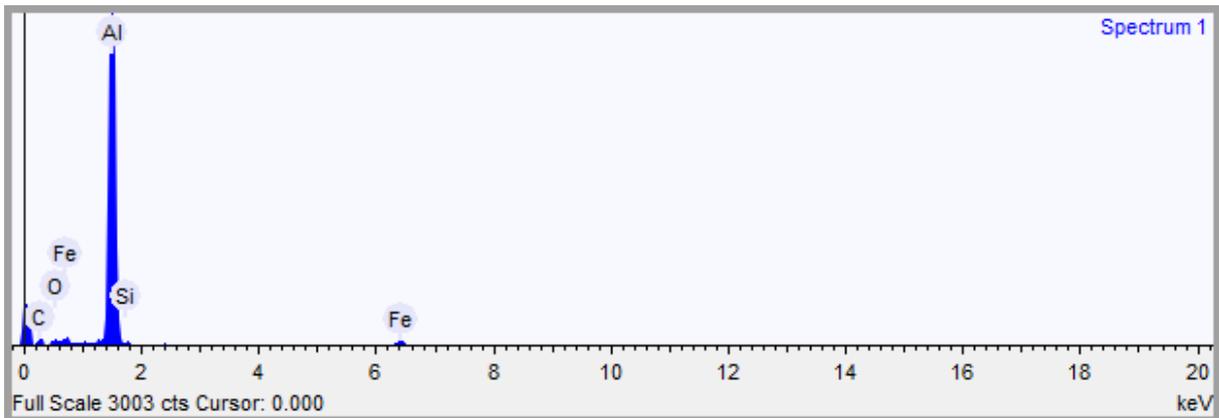
Foram realizadas análises microestruturais, no MEV, da liga Al-Zr nos tempos 8h, 50h (pico de microdureza) e 400h. As micrografias estão apresentadas na Figura 5-12. Não é possível notar diferenças microestruturais de um tempo para o outro com esse aumento. Só é possível observar alguns contornos de grãos e alguns precipitados, que estão nos contornos de grãos e na matriz. Pela análise de EDS, no ponto indicado pela seta na Figura 5-12(c), nota-se a presença dos elementos Al, Fe e Si (Figura 5-13), indicando que os precipitados são do sistema Al-Fe-Si. Esses mesmos precipitados também foram observados por Fernandes (2019) em seu estudo. A presença de precipitados deste sistema ocorre devido a liga ter em sua composição os elementos Fe e Si, como visto na Tabela 4-1

Figura 5-12 - Micrografias por MEV da liga Al-0,2%p.Zr com 70% de deformação e envelhecida por (a) 8h (b) 50h e (c) 400h.



Fonte: do autor.

Figura 5-13 - Análise de EDS da liga Al-0,2%p.Zr, com 70% de deformação e 400 h de envelhecimento.

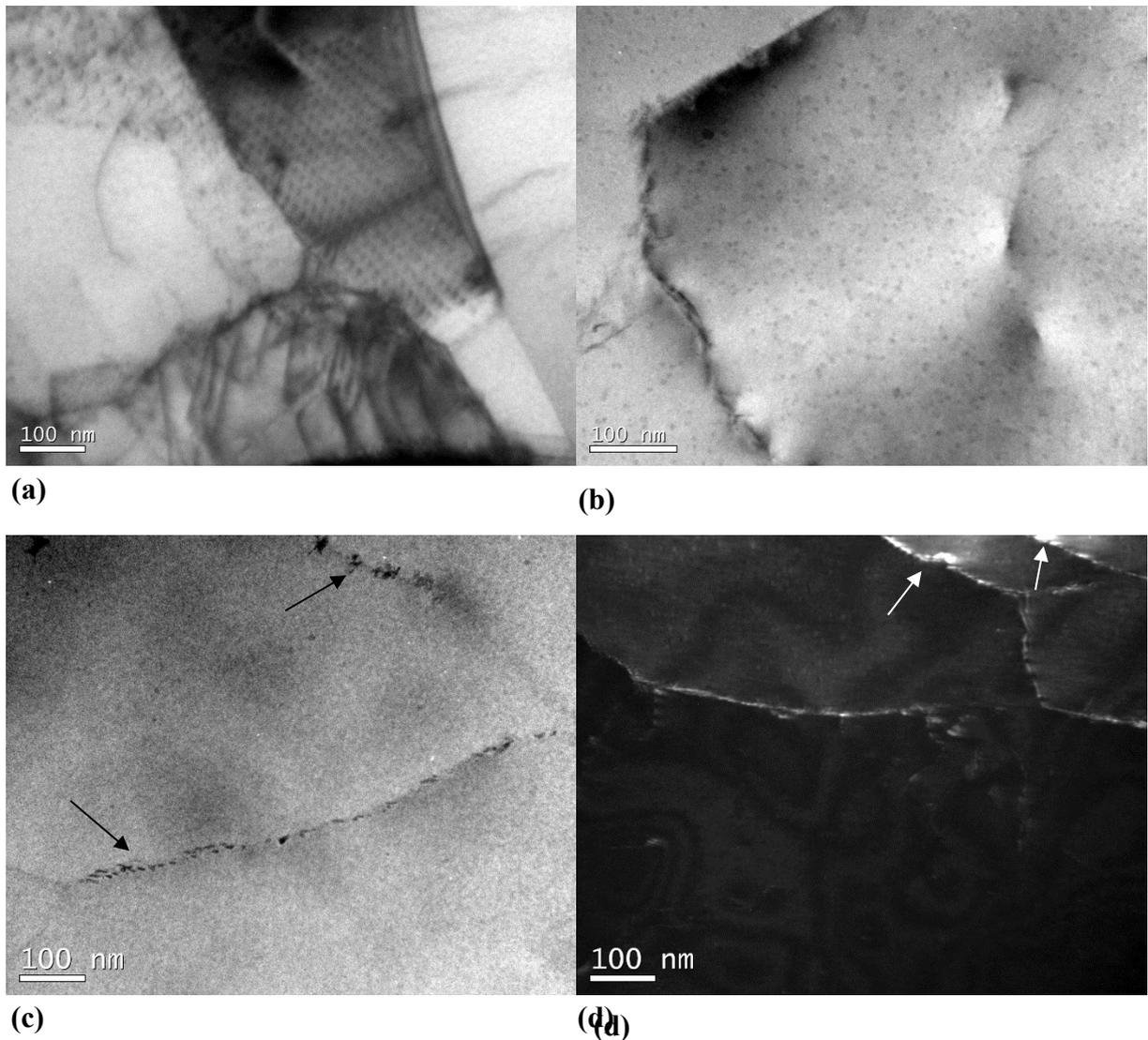


Fonte: do autor.

Sabe-se que nas ligas do sistema Al-Zr há precipitação de compostos intermetálicos  $\text{Al}_3\text{Zr}$  cúbicos (SOUZA, 2017; FERNANDES, 2019). Com o intuito de caracterizar esses precipitados, foram realizadas análises por microscopia eletrônica de transmissão da liga Al-0,2%p.Zr, com 70% de deformação e no tempo de 50 horas de envelhecimento a 650 K, Figura 5-14.

Na Figura 5-14(a), imagem obtida por campo claro, vê-se discordâncias no interior dos grãos e também em regiões de contornos, pode-se observar também a presença de precipitados. Enquanto que na Figura 5-14(b), campo claro, observa-se vários precipitados finos e dispersos no interior dos grãos, precipitados que são característicos da liga Al-Zr envelhecida artificialmente. Esses precipitados também foram observados no trabalho de Du (2006), Souza (2017) e Fernandes (2019). Esses mesmos autores também observaram que há precipitação em regiões de contornos de grãos. Nas Figura 5-14(c) e Figura 5-14(d), campo claro e campo escuro, respectivamente, verifica-se a precipitação de compostos intermetálicos próximos aos contornos de grãos, indicados pelas setas finas.

Figura 5-14 – Micrografias do MET, da liga Al-0,2%p.Zr com 70% de deformação e 50 horas de envelhecimento a 650 K.



Fonte: do autor.

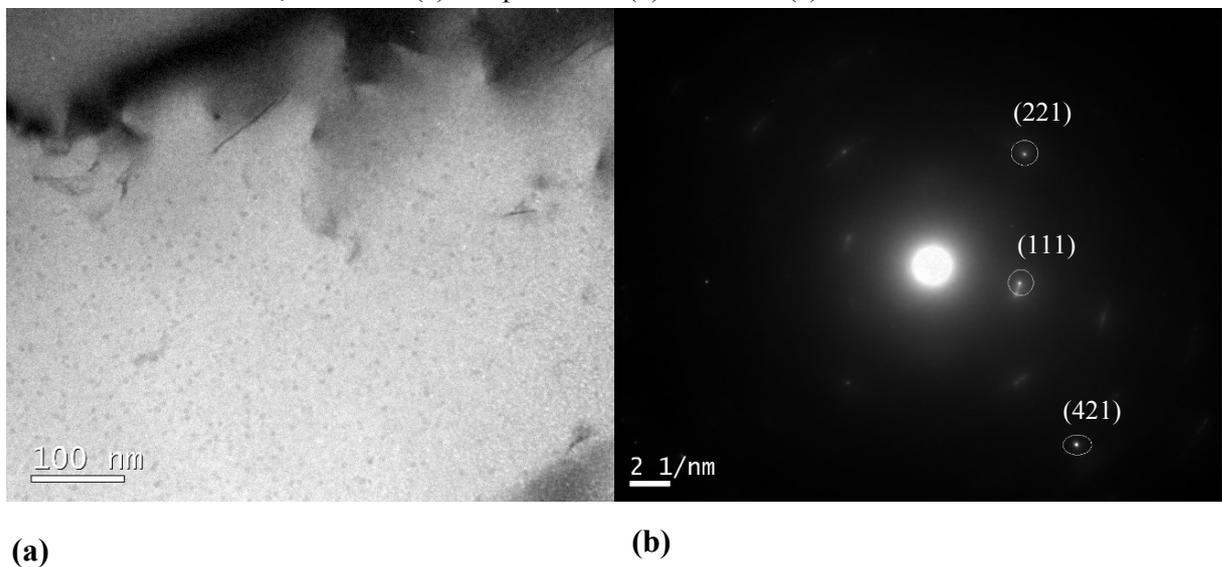
Os precipitados  $\text{Al}_3\text{Zr}$ , responsáveis pelo endurecimento da liga Al-Zr, pelo mecanismo de endurecimento por precipitação, após o tratamento térmico de envelhecimento. Desta forma, tais precipitados característicos da liga Al-0,2%p.Zr foram caracterizados na amostra de 50 horas de envelhecimento a 650 K. Foi escolhido 50 h, por ser o tempo de envelhecimento que apresentou o endurecimento máximo (pico de microdureza) para essa liga.

A Figura 5-15(a) apresenta a microestrutura, em campo claro, da liga Al-0,2%p.Zr com 70% de deformação e 50 h de envelhecimento à 650 K, no qual pode ser observado partículas na matriz dessa liga. Dessa microestrutura obteve-se um padrão de difração de área selecionada (PDAS), conforme é indicado na Figura 5-15(b). Nesse padrão são indicadas as

reflexões (221); (111) e (421). A reflexão (111) é comum a matriz de alumínio e ao precipitado  $\text{Al}_3\text{Zr}$ , porém o valor experimental de distância interplanar encontrado, 0,2319 nm, é mais próximo a distância interplanar da matriz de alumínio que é 0,2338 nm. Já as reflexões (211) e (421) são características do precipitado  $\text{Al}_3\text{Zr}$  (SOUZA, 2017); (CULLITY, 1978); (OHASHI E ICHIKAWA, 1972); (FERNANDES, 2019).

A Tabela 5-3 apresenta os valores obtidos experimentalmente e os valores teóricos para distância interplanar dos planos indexados (CULLITY, 1979); (OHASHI E ICHIKAWA, 1972). Observa-se que os valores experimentais são próximos dos teóricos.

Figura 5-15 - Micrografias do MET da liga Al-0,2%p.Zr com 70% de deformação e 50 h de envelhecimento à 650 K, sendo em (a) campo claro e (b) PDAS de (a) com as reflexões encontradas.



Fonte: do autor.

Tabela 5-3 - Valores experimentais e teóricos para distância interplanar dos planos indexados da liga Al-Zr, com 70% de deformação.

| Plano (hkl) | Experimental               | Teórico*                   |
|-------------|----------------------------|----------------------------|
|             | Distância Interplanar (nm) | Distância Interplanar (nm) |
| (221)       | 0,1390                     | 0,1360                     |
| (111)       | 0,2319                     | 0,2356                     |
| (421)       | 0,0884                     | 0,0890                     |

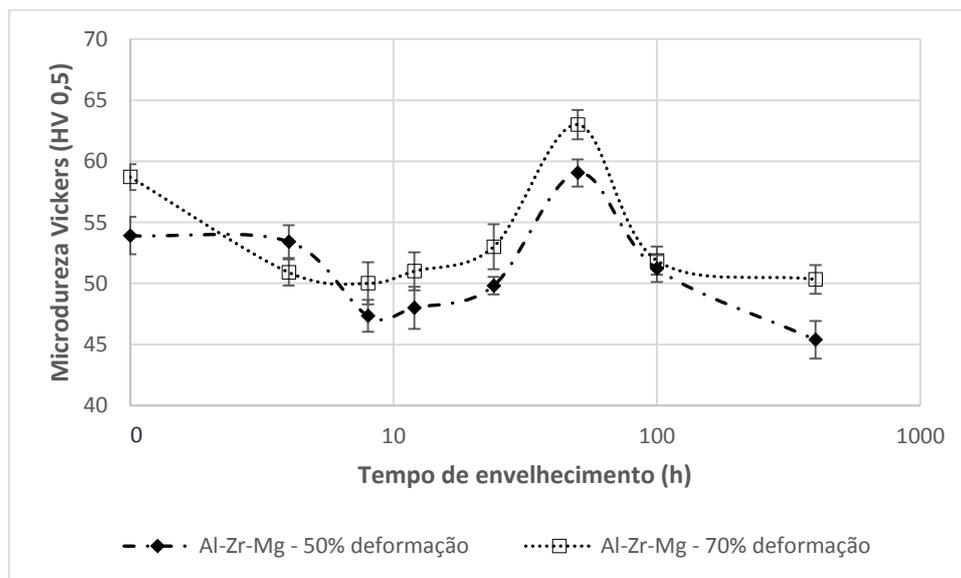
Fonte: do autor; \*(OHASHI E ICHIKAWA, 1972).

### 5.3 CARACTERIZAÇÃO DA LIGA Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg ENVELHECIDA

#### 5.3.1 Variação da microdureza

A Figura 5-16 apresenta a variação da microdureza para a liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg com 50% e 70% de deformação em função do tempo de envelhecimento. Para ambas as condições, observa-se que entre o tempo de 0h e 8h de envelhecimento há um declínio na microdureza dessa liga. Esse decréscimo na microdureza é atribuído a recristalização da microestrutura (CUNHA *et al.*, 2018); (FERRARI, 2008). Fernandes (2019) também observou essa diminuição na microdureza da liga Al-0,32%p.Zr com 50% e 70% de deformação para tempos de envelhecimento entre 8h e 50h.

Figura 5-16 - Variação da microdureza para a liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg com 50% e 70% de deformação.



Fonte: do autor.

Pela Figura 5-16, para as duas condições, os valores de microdureza começam a aumentar a partir do tempo de envelhecimento de 8h, indicando que os precipitados intermetálicos estão se formando. As curvas para as duas deformações são semelhantes e ambas apresentam o pico de microdureza em 50h, assim como na liga Al-0,2%p.Zr com 70% de deformação. Portanto, pode-se dizer que a deformação a frio fez com que o material alcançasse a microdureza máxima em um tempo menor se comparado com a mesma liga sem ser

deformada. Fato que foi observado por Souza (2017), que encontrou o pico de microdureza para a liga Al-Zr-Mg em 100 h, conforme a Figura 5-17.

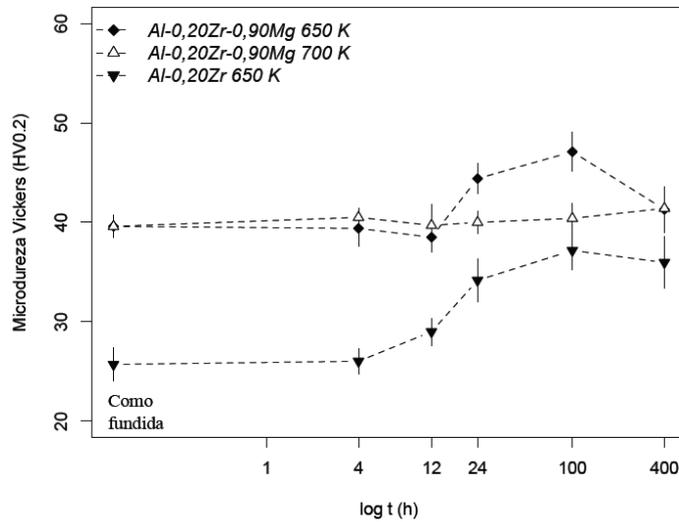
Ainda sobre a Figura 5-16, verifica-se que os valores de microdureza no pico de microdureza para a liga com maior deformação são maiores quando comparadas com a liga de deformação menor. Então, um grau de deformação maior provoca um endurecimento na liga mais expressivo. Isso ocorre, pois em deformações maiores a densidade de discordâncias é maior, conseqüentemente, há mais sítios para nucleação heterogênea.

Após o tempo de 50h, a microdureza começa a cair devido ao superenvelhecimento da liga, onde há o coalescimento dos precipitados. Essa característica também foi observada por Souza (2017), após 100h de envelhecimento.

Comparando os valores de microdureza nos mesmos tempos de envelhecimento para a liga deformada e a liga sem deformação (SOUZA, 2017), da Figura 5-17, nota-se que os valores obtidos neste trabalho são maiores que os obtidos por Souza (2017). Mostrando mais uma vez que a deformação causa um maior endurecimento na liga Al-Zr-Mg, envelhecida artificialmente.

Na Figura 5-16, após o pico de microdureza, a liga Al-Zr-Mg com 50% de deformação apresenta valores menores de microdureza quando comparado com os valores da mesma liga com 70% de deformação. Pode-se associar, essa divergência de valores, ao tamanho dos grãos de cada condição. Como visto na Figura 5-18, os grãos da liga Al-Zr-Mg com 50% de deformação são maiores, após o pico de microdureza. Desta forma, a microdureza é menor.

Figura 5-17 - Variação de microdureza Vickers das ligas Al-0,20Zr-0,9Mg envelhecidas a 650 ou 700 K e da liga Al-0,20Zr tratada a 650 K, sem deformação.

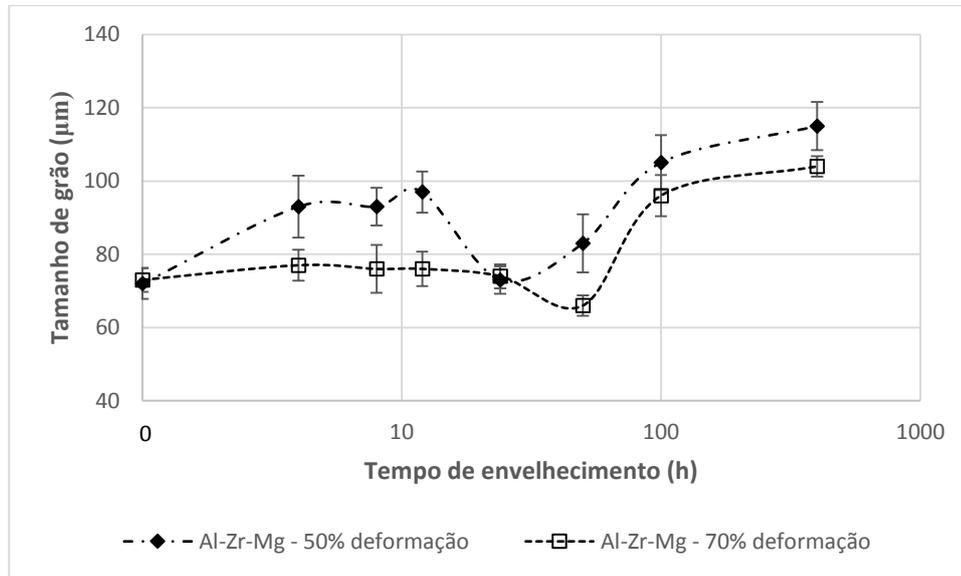


Fonte: SOUZA (2017).

### 5.3.2 Variação do tamanho de grão

A variação do tamanho de grão médio para a liga Al-Zr-Mg, nas deformações de 50% e 70% é mostrada na Figura 5-18. Verifica-se que para as duas deformações há crescimento dos grãos após o pico de microdureza das duas condições, após 50 h de envelhecimento. Nota-se também, que o valores de tamanho de grão médio para a liga com 70% de deformação são menores que os da liga com 50% de deformação. Isso está associado a presença de maior densidade de discordâncias na liga com maior grau de deformação. Essas discordâncias são pontos para a nucleação heterogênea do material, fazendo com que nucleiem maior quantidade de grãos na liga mais deformada, isso faz com que os grãos nucleados tenham menos tempo para crescer se comparados aos grãos nucleados da liga com menor deformação.

Figura 5-18 - Variação do tamanho de grão com o tempo de envelhecimento da liga Al-Zr-Mg, com 50% e 70% de deformação.



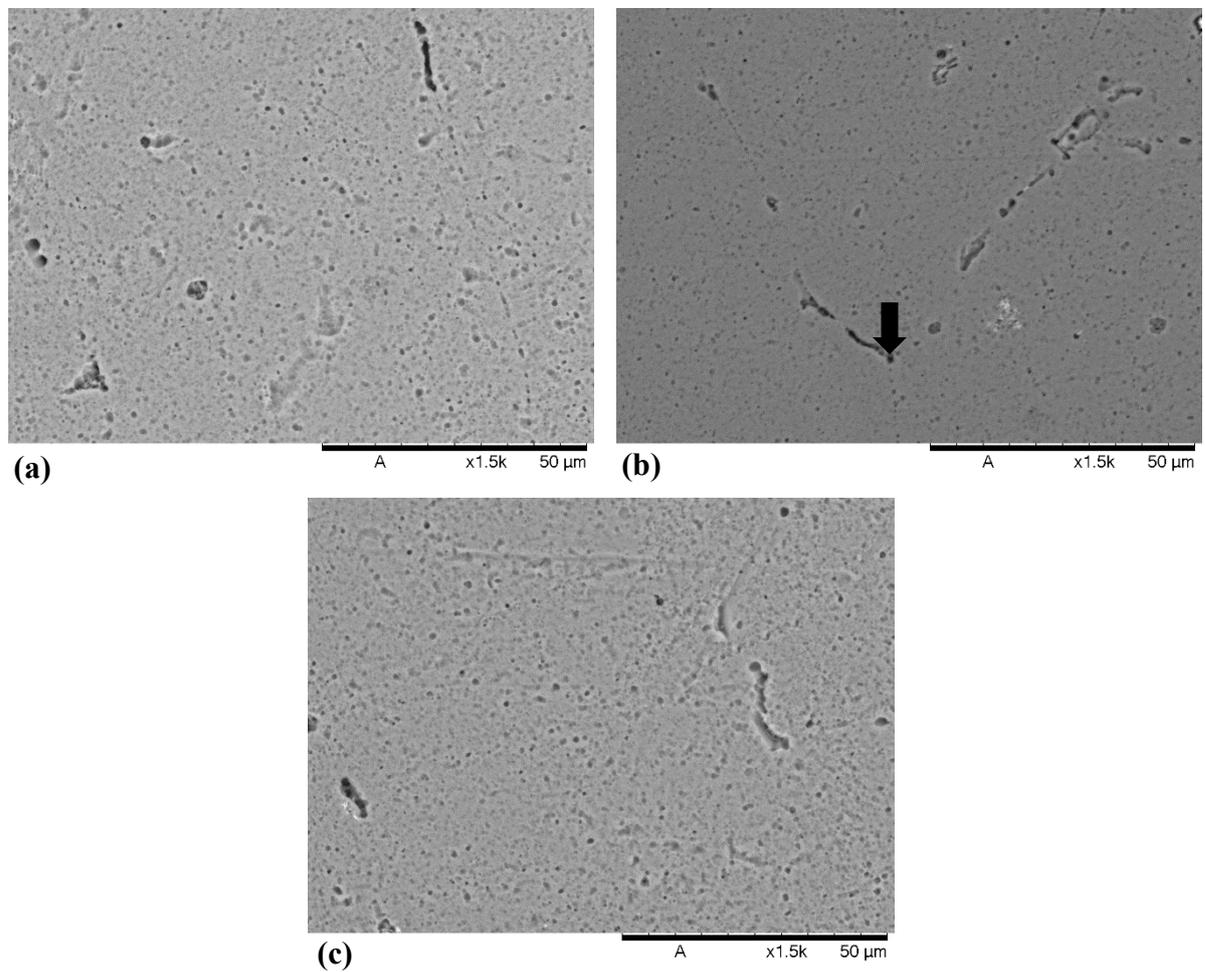
Fonte: do autor.

### 5.3.3 Caracterização microestrutural

Assim como na liga Al-Zr, foram realizadas análises das microestruturas, por microscopia eletrônica de varredura, da liga Al-Zr-Mg com 50% e 70% de deformação. Na Figura 5-19 têm-se as micrografias dessa liga com 50% de deformação para os tempos de envelhecimento de 8, 50 e 400 h. A análise de EDS, apresentada na Figura 5-20, obtida no ponto indicado pela seta na Figura 5-19(b) indica somente a presença dos elementos Al e Mg. Desse modo, não foi observado precipitados do sistema Al-Fe-Si, como os encontrados na liga Al-Zr. A Figura 5-21 apresenta as micrografias nos mesmos tempos de envelhecimento de 8, 50 e 400 h para a liga Al-Zr-Mg com 70% de deformação.

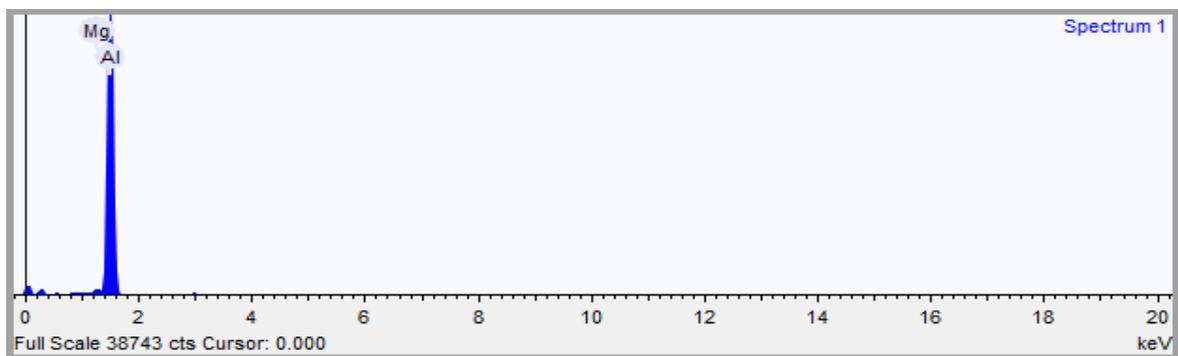
Não foi possível notar mudanças nas microestruturas para a mesma deformação e nem comparando as deformações de 50% e 70%. Com este aumento ainda não é possível visualizar os compostos intermetálicos formados. Com o intuito de caracterizar tais precipitados a liga Al-Zr-Mg, nas condições de 50% e 70% de deformação, foi analisada por meio de um microscópio eletrônico de transmissão.

Figura 5-19 - Micrografias por MEV da liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg com 50% de deformação e envelhecida por (a) 8h (b) 50h e (c) 400h.



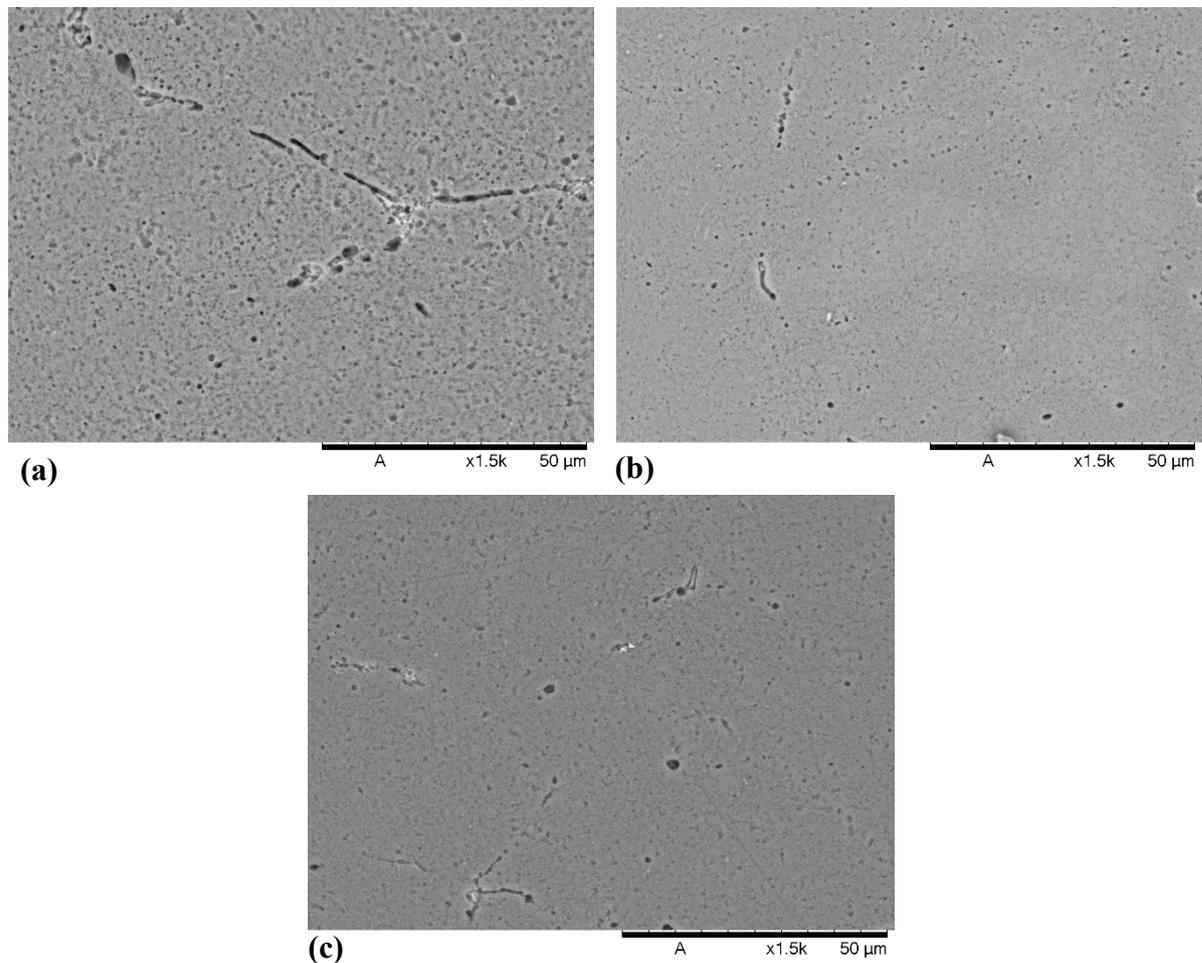
Fonte: do autor.

Figura 5-20 - Análise de EDS da liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg, com 50% de deformação e 50 h de envelhecimento



Fonte: do autor.

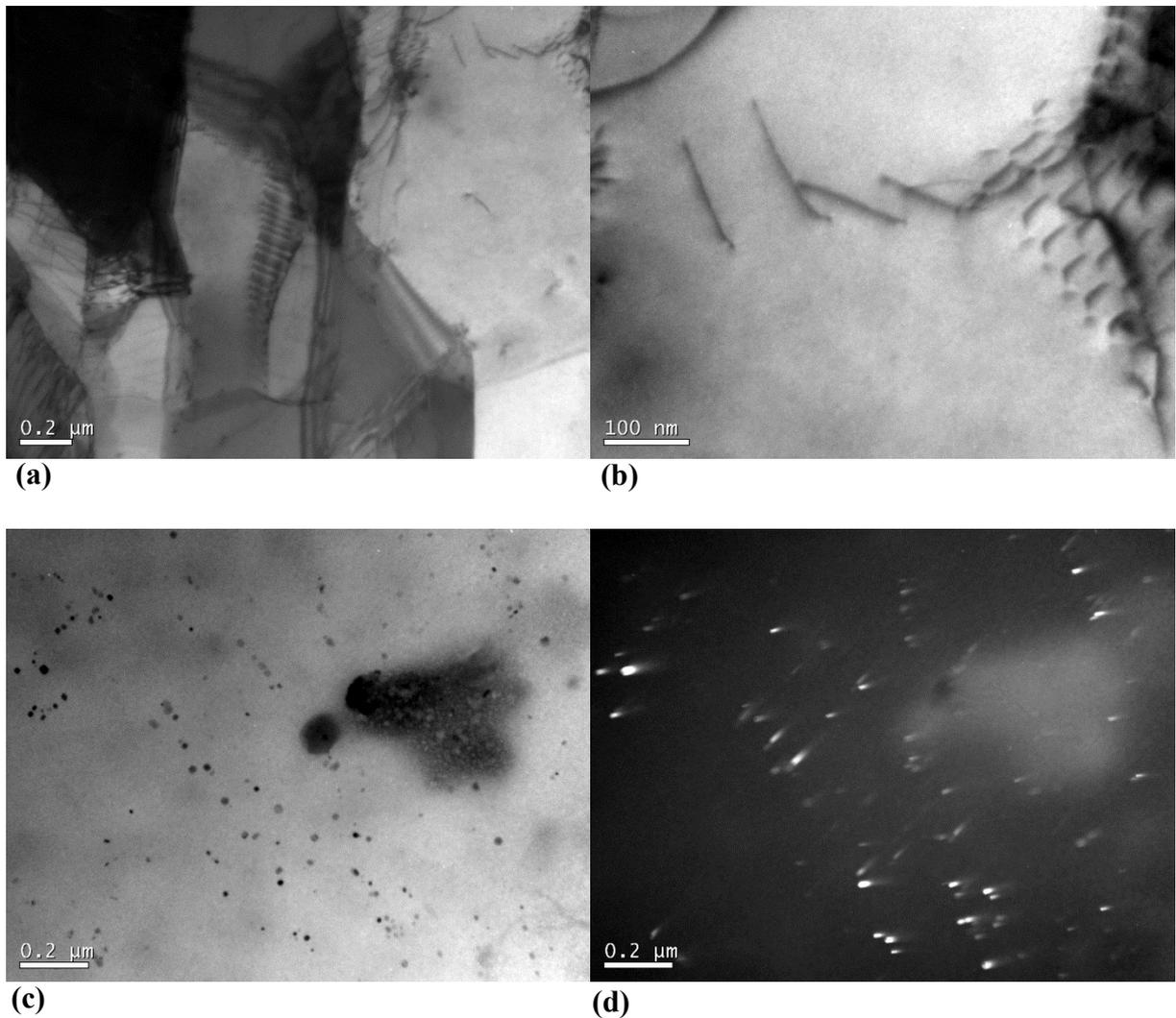
Figura 5-21 – Micrografias por MEV da liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg com 70% de deformação e envelhecida por (a) 8h (b) 50h e (c) 400h.



Fonte: do autor.

A Figura 5-22 apresenta as micrografias obtidas por MET para a liga Al-Zr-Mg, com 50% de deformação e 50 horas de envelhecimento à 650 K. Nas Figura 5-22(a) e Figura 5-22(b), ambas obtidas em campo claro, é possível verificar algumas discordâncias geradas. Na Figura 5-22(c) e Figura 5-22(d) que são micrografias em campo claro e campo escuro, respectivamente, nota-se o aparecimento de precipitados esféricos na microestrutura dessa liga. Verifica-se que o aparecimento dos compostos intermetálicos não se deu de forma homogênea como observado no trabalho de Souza (2017). A heterogeneidade na precipitação está relacionada a deformação sofrida por essa liga antes do tratamento térmico de envelhecimento, o que faz com que haja regiões mais favoráveis para a precipitação dos compostos intermetálicos característicos da liga Al-Zr-Mg.

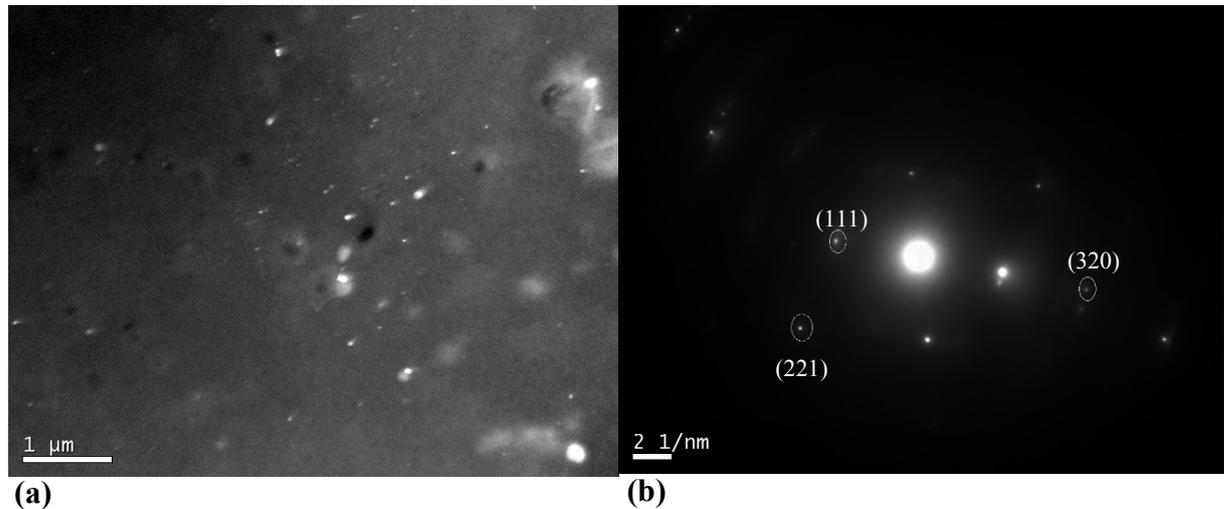
Figura 5-22 - Micrografias de MET da liga Al-Zr-Mg com 50% de deformação e 50 h de envelhecimento à 650 K.



Fonte: do autor.

A Figura 5-23(a) apresenta a microestrutura da liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg, com 50% de redução de altura e 50 horas de envelhecimento à 650 K. É possível identificar a presença de precipitados ao longo da microestrutura. O padrão de difração de área selecionada (PDAS) mostrado na Figura 5-23(b) foi obtido a partir da imagem em (a). Nesse PDAS estão indicadas as reflexões (111); (320) e (221). A primeira reflexão é comum a matriz de alumínio e ao precipitado  $\text{Al}_3\text{Zr}$ . No entanto, as reflexões (320) e (221) são características somente dos precipitados  $\text{Al}_3\text{Zr}$ . A Tabela 5-4 apresenta os valores obtidos experimentalmente e os valores teóricos para as distâncias interplanares (hkl) do PDAS mostrado na Figura 5-23 (CULLITY, 1978); (OHASHI E ICHIKAWA, 1972).

Figura 5-23 - Micrografias do MET da liga Al-Zr-Mg com 50% de deformação, envelhecida por 50 h à 650 K. (a) campo escuro e (b) PDAS da imagem (a).



Fonte: do autor.

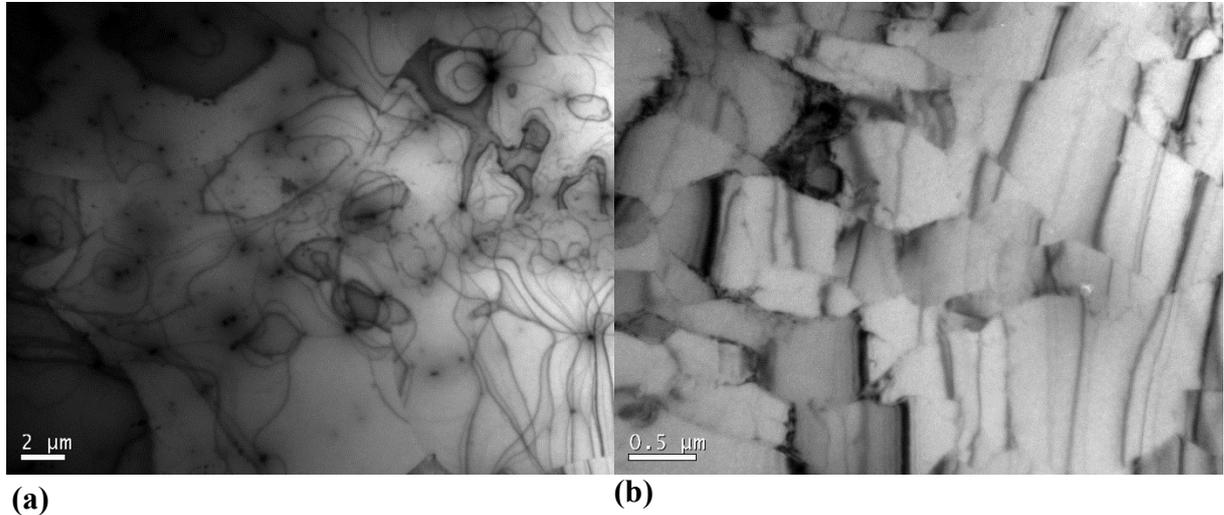
Tabela 5-4 - Valores experimentais e teóricos para distância interplanar dos planos indexados da liga Al-Zr-Mg com 50% de deformação.

| Plano (hkl) | Experimental               | Teórico*                   |
|-------------|----------------------------|----------------------------|
|             | Distância Interplanar (nm) | Distância Interplanar (nm) |
| (221)       | 0,1383                     | 0,1360                     |
| (320)       | 0,1124                     | 0,1132                     |
| (111)       | 0,2320                     | 0,2356                     |

Fonte: do autor; \*(OHASHI E ICHIKAWA, 1972).

Assim como para a condição de 50% de deformação, a liga Al-Zr-Mg com 70% de redução em altura envelhecida à 650 K, também foi analisada por microscopia eletrônica de transmissão. Na condição de 8 horas de envelhecimento à 650 K, Figura 5-24(a), observa-se a presença de uma grande quantidade de discordâncias e anéis de Orowan envolvendo algumas partículas. Na condição de 50 horas de envelhecimento para a liga Al-Zr-Mg com 70% de deformação é possível visualizar a presença de bandas de deformação (Figura 5-24(b)).

Figura 5-24 - Micrografias por MET da liga Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg com 70% de deformação e envelhecida à 650 K. Em (a) campo claro da liga com 8 h de envelhecimento; (b) campo claro da liga com 50 h de envelhecimento.



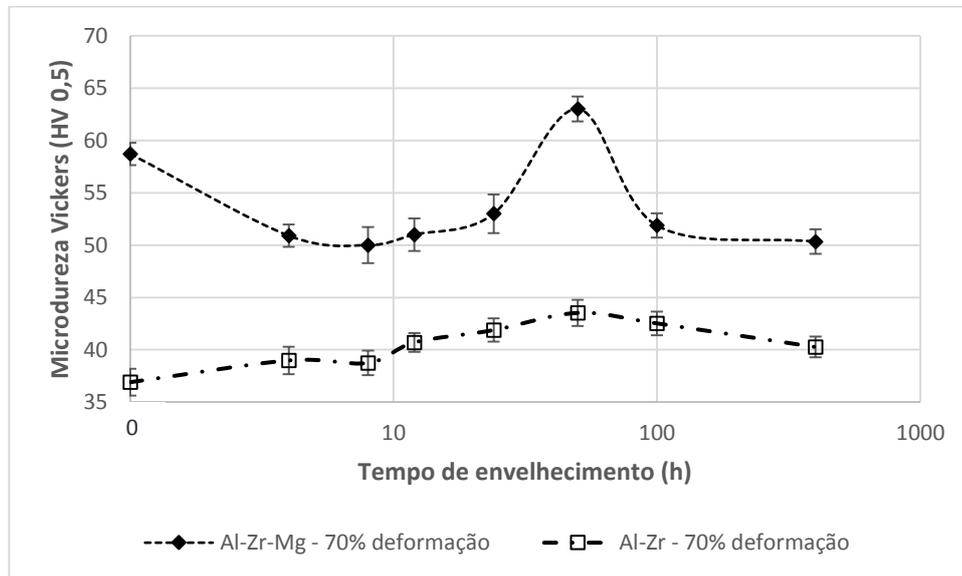
Fonte: do autor.

#### 5.4 COMPARAÇÃO DA MICRODUREZA DAS LIGAS Al-Zr E Al-Zr-Mg, COM 70% DE DEFORMAÇÃO.

Comparando a variação da microdureza das ligas Al-Zr e Al-Zr-Mg com 70% de deformação, analisadas neste estudo, tem-se o gráfico da 2Mg, como visto no trabalho de Souza (2017), o que também contribui para o endurecimento da liga.

Figura 5-25. A partir dele pode ser observado que a liga que contém o elemento Mg apresenta maiores valores de microdureza quando comparada a liga que não possui Mg em sua composição. A presença do Mg nestas ligas acarreta em um endurecimento maior, pois além da atuação do mecanismo de endurecimento por precipitação tem-se também o mecanismo de endurecimento por solução sólida. O Mg também atua como sítios nucleadores de novos grãos, provocando o refinamento do grão para a liga com Mg. E, após o envelhecimento há precipitação de compostos  $Al_2Mg$ , como visto no trabalho de Souza (2017), o que também contribui para o endurecimento da liga.

Figura 5-25 - Variação da microdureza das ligas Al-0,2%p.Zr e Al-0,2%p.Zr-0,9%p.Mg, ambas com 70% de deformação.



Fonte: do autor.

## 6 CONCLUSÕES

- Foi observada a precipitação de compostos do sistema Al-Fe-Si na liga Al-Zr, que se formaram durante a solidificação. Eles foram observados tanto nas regiões de contornos de grãos quanto no interior dos grãos;
- O tamanho de grão, para a condição sem envelhecimento, da liga Al-Zr-Mg assumiu valores menores do que da liga Al-Zr (sem envelhecimento), devido a presença do Mg;
- A deformação de 70% contribuiu para que o endurecimento máximo da liga Al-Zr ocorresse em 50 horas de envelhecimento, tempo inferior ao da mesma liga com 50% de deformação;
- A deformação maior, de 70%, gerou um maior endurecimento para a liga Al-Zr-Mg se comparada às amostras com 50% de deformação. Isso foi observado tanto nas amostras sem envelhecimento quanto no pico de microdureza nessas condições;
- A adição de 0,9% em peso de Mg à liga Al-Zr, formando a liga Al-Zr-Mg fez que ela atingisse valores maiores de microdureza. O Mg fez com atuasse nessa liga, além do mecanismo de endurecimento por precipitação, o endurecimento por solução sólida; e ele também provocou o refinamento dos grãos da liga Al-Zr-Mg;
- Nas ligas estudadas verificou-se a precipitação de compostos intermetálicos  $Al_3Zr$  cúbicos no interior dos grãos e nas regiões de contornos de grãos;
- A precipitação das ligas foi acelerada devido ao endurecimento a frio, provocando um ganho no tempo de tratamento térmico das ligas.

## 7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Estudar a relação entre quantidade e tamanho de compostos intermetálicos  $Al_3Zr$  com os tempos de envelhecimentos para as ligas Al-Zr e Al-Zr-Mg deformadas a frio;
- Estudar as propriedades das ligas Al-Zr e Al-Zr-Mg deformadas a frio por meio dos ensaios de tração, compressão, fluência e fadiga;
- Verificar o comportamento dessas ligas em temperaturas inferiores a 650 K, a fim estudar se há um maior endurecimento nas ligas Al-Zr e Al-Zr-Mg em temperaturas mais baixas de envelhecimento;
- Variar as concentrações de Mg na liga Al-Zr-Mg a fim de relacionar a quantidade do soluto com o endurecimento do material;
- Estudar a resistividade das ligas nas mesmas condições estudadas.

## REFERÊNCIAS

- ABBASCHIAN, R., ABBASCHIAN, L., REED-HILL, R. E. Apêndice D. In: ABBASCHIAN, R., ABBASCHIAN, L., REED-HILL, R. E. **Physical Metallurgy Principles**. 2.ed. Cengage Learning. 2009.
- ALUMINIUM STANDARD AND DATA, **The Aluminium Association**, Inc., 9<sup>a</sup> ed, Julho, 1988.
- AMERICAN SOCIETY FOR METALS, **Properties Needed for the Design of Static Structures**. In: AMERICAN SOCIETY FOR METALS, ASM HANDBOOK, Vol. 20 – MATERIALS SELECTION AND DESIGN. ASM International, pp.1826-1959. 1997.
- AMERICAN SOCIETY FOR METALS. **Aluminum and Aluminum alloys**. V.4. Estados Unidos: Davis & Associates, ASM International, 1998.
- AMERICAN SOCIETY FOR METALS. **Metals Handbook**. 9<sup>th</sup>ed. Ohio: ASM International, 1990.
- ARDELL, A. J. Precipitation Hardening. **Metallurgical Transactions A**, 16A. pp.2131-2165. 1985.
- BOAS, D. V. **Uma contribuição ao estudo do forjamento a frio de engrenagens helicoidais**. Tese de Doutorado. Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 2009.
- BRITO, C., SPINELLI, J. E., SIQUEIRA, C. A., GARCIA, A. **Influências da Microestrutura de Solidificação e da Segregação na Microdureza da Liga Zn-2,2%Cu**. 20<sup>o</sup> CBECIMAT – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 04 a 08 de Novembro de 2012, Joinville, SC, Brasil.
- BRODOVA, I. G., BASHLYKOV, D. V., MANUKHIN, A. B., et al. Formation of Nanostructure in Rapidly Solidified Al-Zr Alloy by Sepeve Plastic Deformation. **Scripta Materialia**. 44, pp.1761-1764, 2001.
- CAHN, R. W.; HAANSEN, P. **Physical Metallurgy**. v. 1, 4<sup>a</sup> ed. Amsterdam: North-Holland, 1996.
- CAVALCANTE, F. A. J.; PRAZERES, U. R.; NETO, J. T. M.; SENA, H. G. O.; QUARESMA, J. M. V. **Avaliação Mecânica e Elétrica de Ligas Al-Fe-Zr para Fins Elétricos após Envelhecimento Natural de 18 Meses**. Engevista, v.8, n.2, p. 69-76, Dezembro de 2006.
- CHEN, Z., ZHAO, K., FAN, L. Combinative hardening effects of precipitation in a comercial aged Al-Cu-Li-X alloy. **Materials Science & Engineering A**. 588, pp.59-64. 2013.

CISSÉ, J., KERR, H. W., BOLLING, G. F. The Nucleation and Solidification of Al-Ti Alloys. **Metallurgical Transactions**. 5, pp.633-641, 1974.

CULLITY, B. D. Elements of X-ray Diffraction, 2 edn. Reading, USA, Addison-Wesley, 1978.

CUNHA J. N. P., LOBATO M. Q., SANTANA C. I. O., COSTA V. S., QUARESMA J. M. V. **Influência do tratamento térmico nas propriedades elétrica e mecânica de uma liga Al-Fe-Zr**. *Tecnol. Metal. Mater. Miner.*, São Paulo, v. 15, n. 2, p. 151-158, abr./jun. 2018.

DALMAGRO, G. L. **Endurecimento por precipitação da liga Al-0,2Zr envelhecida artificialmente a 850 k**. Trabalho de Conclusão de Curso. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2018.

DIETER, G. E. Plastic Deformation of Polycrystalline Aggregates. In: DIETER, G. E., **Mechanical Metallurgy**. Nova York. McGraw-Hill, 1961. pp.118-157.

DIETER, G. E.; KUHN, H. A.; SEMIATIN, S. L. Handbook of Workability and Process Design. [s.l.] A S M International, 2003.

DU X. D. **Study on ageing and creep of Al-0.1Zr alloy**. *Materials Science and Engineering A*: 432 84-89, 2006.

EMBURY, J. D., LLOYD, D. J., RAMACHANDRAN, T. R. Strengthening Mechanisms in Aluminum Alloys. In: VASUDEVAN, A. K., DOHERTY, R. D. **Aluminum Alloys – Contemporary Research and Applications**. São Diego. Academic Press. 1989, pp.579-604.

FAN, Y. **Precipitation Strengthening of Aluminum by Transition Metal Aluminides**. 52f. Dissertação de mestrado, Worcester, MA. 2012.

FERNANDES, P. M. **Efeito do teor de zircônio e da deformação a frio no envelhecimento de ligas Al-Zr**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2019.

FERRARI, R. B. **Caracterização de Liga Metálica a Base de Alumínio-Magnésio Obtida por Método Convencional Após Tratamentos Termomecânicos Visando Estruturas Microcristalinas**. Dissertação de Mestrado. Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008.

GOMES FILHO, T. S., CARVALHO, R. G., SILVA, C. L. M. **Alumínio fundido e Ferro Fundido, o que Usar?** II Congresso de Pesquisa e Inovação da Rede Norte Nordeste de Educação Tecnológica, João Pessoa, 2007.

HANDEL, M. **New Types of Conductors for Overhead Lines with High Thermal Resistance, which Increase the Current Transmission Capacity and Limit the Thermal Expansion at High Current Intensity**. Bulk Power System Dynamics and Control VI, Cortina d'Ampezzo, Italy, August 2004 p.833-839.

- HATCH, J. E., Constitution of Alloys. In: HATCH, J. E., **Aluminum: Properties and Physical Metallurgy**. Metals Park, American Society for Metals, 1984, pp. 25-57.
- HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and Related Annealing Phenomena**. Oxford: Pergamon, 1995.
- JACUMASSO, S. C. **Caracterização microestrutural das partículas de segunda fase de uma liga de alumínio AA7050 nas condições T7451, T6 e T6I4-65**. Dissertação de Mestrado. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Ponta Grossa, 2014.
- KERR, H. W., CISSÉ, J., BOLLING, G. F. On Equilibrium and Non-equilibrium Peritectic Transformations. **Acta Metallurgica**. 22, pp.677-686. 1974.
- KNIPLING KE, DUNAND DC, SEIDMAN DN. **Criteria for Developing Castable, Creep-Resistant Aluminum-Based Alloys– a Review**. *Z Metall*97(3):246–65, 2006.
- KNIPLING, K. E. **Development of a Nanoscale Precipitation-Strengthened Creep-Resistant Aluminum Alloy Containing Trialuminide Precipitates**, 2006. 241f. Tese de doutorado, Evanston, IL. 2006.
- KNIPLING, K. E., DUNAND, D. C., SEIDMAN, D. N. Nucleation and Precipitation Strengthening in Dilute Al-Ti and Al-Zr Alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, 38A, pp.2522-2563. 2007.
- KNIPLING, K. E., SEIDMAN, D. N., DUNAND, D. C. Ambient – and high – temperature mechanical properties on isochronally aged Al-0.06Sc, Al-0.06Zr and Al-0.06Sc-0.06Zr (at %) alloys. **Acta Materialia**, 59, pp. 943-954, 2011.
- KOLOSOSKI, J., FILHO, F. A. **Curso de Metalografia do Alumínio e Suas Ligas**. São Bernardo do Campo, FEI, 1996.
- KUMAR, K. S. Ternary intermetallics in aluminium-refractory metal-X systems (X=V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn). **International Materials Reviews**, 35(6), pp.293-327. 1990.
- MARQUIS, E. A., SEIDMAN, D. N., DUNAND, D. C. Effect of Mg addition on the creep and yield behavior of na Al-Sc alloy. **Acta Materialia**, 51, pp. 4751-4760. 2003.
- MARQUIS, E. **Microstructural Evolution and Strengthening Mechanisms in Al-Sc and Al-Mg-Sc Alloys**, 2002. 223f. Tese de doutorado, Evanston, IL. 2002.
- MEYERS, M. A., CHAWLA, K. K. Creep and Superplasticity. In: **Mechanical Behavior of Materials**. Cambridge University Press, pp.653-712, 2009.
- MILAN, M. T.; MALUF, O.; SPINELLI, D.; BOSE FILHO, W. W. **Metais: uma visão objetiva**. Suprema. São Carlos, 2004..

MORETO, J. A. **Estudo da Corrosão e Corrosão-Fadiga em Ligas de Al e Al-Li de Alta Resistência para Aplicação Aeronáutica** – Tese de Doutorado – Programa de Pós-Graduação Interunidades em Ciências e Engenharia de Materiais, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2012.

MOURISCO, A. J. **Estudo de Mecanismos de Propagação de Discordâncias em Intermetálicos Ordenados Ni<sub>3</sub>Al pelo Método do Atrito Interno**. 143f. Tese de doutorado, São Paulo, SP. 2006.

MURRAY, J., PERUZZI, A., ABRIATA, J. P. The Al-Zr (Aluminum-Zirconium) System, Vol.13, No.3, pp.277-291, 1992.

NASCIMENTO, C. A. M.; GIUDICE, E. B.; MOURÃO, M. A.; BRITO, J. M. C.; ASSUNÇÃO, J. M.; FONSECA, B.Q.A.; FERREIRA, V. O. A. H. L.; BRACARENSE, A. Q.; UEDA, S. M. **Aumento da Capacidade de Transmissão de Linhas Aéreas, Utilizando Cabo CAA de Alumínio Termorresistente (TAL)**. XV SNPTEE, Foz do Iguaçu, PR, 17 a 22 de outubro de 1999.

NESS, E. Precipitation of the metastable cubic Al<sub>3</sub>Zr-phase in subperitectic Al-Zr alloys. **Acta Metallurgica**, 20, pp.499-506. 1972.

OHASHI, T., ICHIKAWA, R. A New Metastable Phase in Rapidly Solidified Al-Zr Alloys. **Metallurgical Transactions**. 3, pp.2300-2302. 1972.

ONDER, V. D., **Análise da liga de alumínio AA7050 na condição de tratamento térmico envelhecido interrompido**. Trabalho de Conclusão de Curso. Universidade Federal Tecnológica do Paraná. Ponta Grossa, 2015.

PADILHA, A. F. **Materiais de Engenharia: Microestrutura e Propriedades**. Curitiba: Editora Hemus, 2000.

PADILHA, A. F.; SICILIANO Jr., F. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de grão e Textura**. São Paulo: ABM, 1996.

ROBSON, J. D., PRANGNELL P. B. Dispersoid precipitation and process modelling in zirconium containing commercial aluminium alloys, **Acta Metall.**49 599–613, 2001.

ROBSON, J. D., PRANGNELL, P. B. Modelling Al<sub>3</sub>Zr dispersoid precipitation in multicomponent aluminium alloys. **Materials Science and Engineering A**, 352, pp. 240-250. 2003.

RUSSEL, A. M.; LEE, K. L. Strengthening Mechanisms. In: RUSSEL, A. M.; LEE, K. L. **Structure-Property Relations in Nonferrous Materials**. New Jersey, John Wiley & Sons, 2005.

SANDERS, R. E., BAUMANN, S. F., STUMPF, H.C. Wrought Non-HeatTreatable Aluminum Alloys. In: VASUDEVAN, A. K., DOHERTY, R. D. **Aluminum Alloys – Contemporary Research and Applications**. São Diego. Academic Press. 1989, pp.66-108.

SANTOS, W. L. R. **Efeitos de Teores de Zr Sobre as Propriedades Mecânicas e Elétricas de Ligas Al-EC-Si Aplicadas na Elaboração de Ligas para Tx e Dx de Energia Elétrica** - Dissertação de Mestrado – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Pará, Belém, 2010.

SMALLMAN, R. E.; BISHOP, R. J. **Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering**. 6ª ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 1999.

SOUZA P. H. L. **Endurecimento por precipitação em ligas de Al-Zr e Al-Zr-Mg envelhecidas artificialmente**. Tese de doutorado. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2017.

SOUZA, P. H. L.; QUARESMA, J. M. V.; OLIVEIRA, C. A. S. **Endurecimento por precipitação em uma liga Al-0,2%p.Zr durante o envelhecimento isotérmico**. 22º CBECiMat – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. Natal, RN, Brasil, 2016.

St. JOHN, D. H. The Peritectic Reaction. **Acta Metallurgica Materialia**. 38(4), pp.631-636. 1990.

STEFANESCU, D. M. Peritectic Solidification. In: STEFANESCU, D. M. **Science and Engineering of Casting Solidification**. Nova Yorke, Springer Science + Business Media, 2 ed. 2009, pp. 247-264.

WANG, F.; ESKIN, D. G.; KHVAN, A. V.; STARODUB, K. F.; LIM, J. J. H.; BURKE, M. G.; CONNOLLEY, T.; MI, J. On the occurrence of a eutectic-type structure in solidification of Al-Zr alloys. **Scripta Materialia**, 133, pp. 75-78. 2017.

ZEDALIS, M. S., FINE, M. E. Precipitation and Ostwald Rippening in Dilute Al Base-Zr-V Alloys. **Metallurgical Transactions A**, 17A, pp.2187-2198. 1986.