



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
INSTITUTO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA INDUSTRIAL**

NATÁLIA LUIZA ABUCATER BRUM

INFLUÊNCIA DO Zr NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA Al-6% Mg

**Belém - PA
2019**

NATÁLIA LUIZA ABUCATER BRUM

INFLUÊNCIA DO Zr NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA Al-6% Mg

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Industrial do Instituto de Tecnologia, Universidade Federal do Pará, para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Industrial.

Área de concentração: Materiais e Metalurgia.

Orientador: Prof. Dr. José Maria do Vale Quaresma.

NATÁLIA LUIZA ABUCATER BRUM

INFLUÊNCIA DO Zr NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA Al-6% Mg

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Industrial do Instituto de Tecnologia, Universidade Federal do Pará, para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Industrial.

Área de concentração: Materiais e Metalurgia.

Data de aprovação: 21 de junho de 2019.

Banca Examinadora:

_____ - Orientador
Prof. Dr. José Maria do Vale Quaresma PPGEI/ITEC/UFPA

_____ - Membro Interno
Prof.^a Dr.^a Carmen Gilda Barroso Tavares Dias PPGEI/ITEC/UFPA

_____ - Membro Externo
Prof. Dr. Cláudio José Cavalcante Blanco PRODERNA/UFPA

Mãe e Pai: Amor sem medidas. Dedico este trabalho a vocês.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente à Deus, por ter me dado forças para chegar até ao final. Somente ele, sabe como o caminho foi árduo.

Aos meus queridos e tão amados pais, Sebastião Martins Brum e Nadir Otília Abucater Brum, pela compreensão, carinho, amor, amizade. Por cada palavra de conforto, cada gesto e cada olhar. Vocês são fundamentais para o meu crescimento pessoal e profissional.

À minha irmã, Nádia Luiza Abucater Brum, minha metade, minha maior cúmplice durante esses meus 24 anos.

Ao Professor Tit. José Maria do Vale Quaresma, por ser professor, pai, avô e amigo, em uma mesma pessoa.

Aos amigos que foram essenciais à mim nesta jornada: Aécio Santos, Arlene Baiôco e Laís Mota, agradeço de coração por todas às palavras de amizade trocadas e conhecimento repartido.

À segunda família que eu ganhei – GPEMAT: Andrey Coelho, Beatriz Seabra, Brenda Daniel, Carlos Vinícius Paes, Clóvis Santana, Emerson Rodrigues, Greg Miranda, Gustavo Neves, Mateus José, Marcus Wanderley, Mauro Quaresma, Milena Melo, Patrick Alves, Victor Melo, Vinícius Reis, agradeço de coração pelo conhecimento compartilhado e momentos de sorrisos sinceros. Especialmente ao Emerson Rodrigues e Mauro Quaresma, pelo aprendizado tranquilo e por nossa amizade.

“Não fui eu que ordenei a você? Seja forte e corajoso! Não se apavore nem desanime, pois o Senhor, o seu Deus, estará com você por onde você andar”.

(Josué 1:9)

RESUMO

As ligas da série 5XXX destacam-se entre as ligas não tratáveis termicamente por apresentarem o magnésio como elemento principal, melhorando a resistência mecânica da liga e mantendo um elevado nível de ductilidade. As propriedades mecânicas das ligas são decisivas para sua aplicação na engenharia, especificamente no mercado automobilístico e aeronáutico. Portanto, tendo em vista a importância do estudo de ligas Al-Mg, o presente trabalho objetiva analisar a influência da adição dos teores de [0,15; 0,29] % do elemento Zircônio em uma liga Al-6%Mg. Para tanto, foram vazados lingotes para cada liga em moldes que representam secção da Roda de Lingotamento Contínuo Rotativo Properzi. Em seguida, os lingotes foram cortados transversalmente, obtendo assim amostras com o intuito de se obter as macroestruturas das ligas. A segunda etapa do trabalho, consistiu no alongamento de fios deformados por trabalho mecânico a frio e nos testes de tração. Para isso, os lingotes obtidos foram cortados longitudinalmente, obtendo-se corpos de prova que foram usinados no formato de cilindros de 9,5 mm de diâmetro e 128 ± 2 mm de comprimento, que por sua vez foram laminados até o diâmetro de 3,0 mm e comprimento de 937 ± 72 mm. O elemento Zr possui grande influência como potencializador de refino de grão, visto que a macroestrutura com o teor de 0,29% é a mais refinada, em comparação com as outras amostras. Os testes de tração que serão realizados visarão apresentar o efeito de Portevin-Le Chatelier.

Palavras Chave: Liga Al-Mg. Zircônio. Portevin Le-Chatelier.

ABSTRACT

The alloys of the 5XXX series stand out among the thermally non-thermally alloyed alloys because they present magnesium as the main element, improving the mechanical strength of the alloy and maintaining a high level of ductility. The mechanical properties of the alloys are decisive for their application in engineering, specifically in the automotive and aeronautical market. Therefore, considering the importance of the study of Al-Mg alloys, the present work aims to analyze the influence of the addition of the contents of [0,15, 0,30]% of the zirconium element in an Al-6% Mg alloy. For that, two ingots for each alloy were cast in molds that represent section of the Properzi Rotating Continuous Casting Wheel. The ingots were then cut transversely, thus obtaining samples in order to obtain the macrostructures of the alloys. The second stage of the work consisted in the elongation of deformed wires by cold mechanical work and in the tensile tests. For this, the obtained ingots were cut longitudinally, obtaining specimens that were machined in the format of cylinders 9.5 mm in diameter and 128 ± 2 mm in length, which in turn were rolled to the diameter of 3, 0 mm in diameter and 937 ± 72 mm in length. The Zr element has great influence as a potentiator of grain refining, since the macrostructure with the content of 0.29% is the most refined in comparison to the other samples. The tensile tests that will be performed on all the alloy compositions, will aim to present the Portevin-Le Chatelier effect.

Keywords: Al-Mg alloy; Zirconium; Portevin-Le Chatelier.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Fluxograma de Obtenção do Alumínio	20
Figura 2 - Principais elementos de liga e classificação das ligas de alumínio	24
Figura 3 – Diagrama de Equilíbrio de Fases Al-Mg	26
Figura 4 – Resposta ao trabalho à frio do alumínio de alta pureza e do alumínio contendo diferentes teores de Mg. Deformação Verdadeira = $1,15 \ln$ (espessura inicial / espessura final)	27
Figura 5 – Diagrama de fase Al-Zr com destaque para a transformação peritética e a composição de 0,25%Zr	29
Figura 6 - Efeito da taxa de resfriamento nas fases resultantes em ligas de Al-Zr, em função do teor de soluto	30
Figura 7 – Imagens de análise de distribuição de elétrons retroespalhados da liga Al-7.11Zn-2.5Mg-0.22Cu-0.22Sc-0.40Zr. (a) e (b): ligas como fundidas; (c) e (d): homogeneizadas a 470°C por 12 h.....	32
Figura 8 – Imagens de análise SEM na liga Al-6%Mg-2%Sc-1%Zr.....	33
Figura 9 - Análise do mecanismo de refino de grãos de ligas Al-5Mg-2Sc-1Zr homogeneizadas à 470°C por 13 h (a) partículas dentro de alguns grãos, MO; (b) partícula quadrada na Fig. 2a, SEM (c) Análise da composição do partícipio quadrado da Fig. 2b, EDS.....	33
Figura 10 - Sequência esquemática dos eventos que caracterizam o processo de solidificação	35
Figura 11 - Modelo Esquemático do Sistema de Lingotamento Contínuo Rotativo Properzi .	36
Figura 12 – Identificação das zonas macroestruturais em lingote solidificado.....	37
Figura 13 - Sequência de um tratamento térmico de endurecimento em ligas de Al.....	39
Figura 14 – Comparação da estrutura da liga antes e após ao tratamento térmico de homogeneização	40
Figura 15 – Diagrama temperatura x tempo x transformação	41
Figura 16 – Etapas do processo térmico de Envelhecimento	42
Figura 17 – Coeficiente de difusão para vários elementos no alumínio.....	43
Figura 18 – Influência do tempo de envelhecimento sobre a dureza	44
Figura 19 – Precipitado sendo cortado durante o deslocamento das discordâncias – Efeito Friedel.....	44

Figura 20 – Precipitado impedindo a movimentação da discordância – Mecanismo de Orowan	44
Figura 21 - Representação da distribuição homogênea de discordâncias em metais de baixa EDE	47
Figura 22 - Representação dos metais CFC que apresentam uma distribuição de discordâncias com uma associação grande	47
Figura 23 - Comportamento das propriedades físicas do material com relação ao processo envolvido	48
Figura 24 – Estágio do mecanismo de recuperação	49
Figura 25 – Imagens de elétrons secundários SEM de Al-0.2Zr como solidificado. Painel (a) exibe o topo do lingote. Painel (b) exibe o fundo do lingote. Vários precipitados primários de Al ₃ Zr semelhantes a pétalas (contraste de luz) são observados	51
Figura 26 – Imagens de elétrons secundários SEM de Al-0.2Zr-0.2Ti solidificado. Numerosos precipitados primários Al ₃ (Zr _{1-x} Ti _x) são observados. Painel (a) exibe o topo do lingote. Painel (b) exibe o fundo do lingote. Menos precipitados primários são observados	51
Figura 27 - Microscopia ótica de amostras solidificadas (a) sem e (b) com vazamento em molde magnético AC mostrando uma associação entre Al ₃ Fe e α -AlFeSi (c) e (d) um aumento na ampliação das micrografias das áreas tracejadas das figuras (a) e (b) respectivamente	52
Figura 28 - Micrografia de MEV de precipitados de Al ₃ Zr (D023) na liga Al-0,10Zr envelhecidas a 500°C por 100h (a) flechas indicando linhas de precipitados nucleados heterogeneamente (b) zona livre de precipitados (c) morfologia da fase D023	53
Figura 29 - Exemplos de dispersóides estruturados em partículas de Al ₃ Sc	54
Figura 30 - Elementos de liga para o Al que formam compostos intermetálicos, trialuminetos (Al ₃ M) estáveis termodinamicamente, com estrutura em equilíbrio indicada.....	54
Figura 31 - Estruturas (a) L12, (b) D022 e (c) D023.....	55
Figura 32 – (a) Dendritas ricas em precipitados, (b) Aproximação de uma dendrita rica em precipitados, (c) Matriz de coalescência de espessamento de precipitados próximo a um contorno dendrítico, (d) Precipitados dendríticos L12	57
Figura 33 – (a) Dendritas ricas em precipitados – D023 estruturados heterogeneamente em uma discordância, (b) Ampliação da região do em evidência em (a), (c) Matriz de coalescência de espessamento de precipitados, (d) Precipitados dendríticos L12	58
Figura 34 – Micrografia da liga envelhecida 500 °C por 100 h	58
Figura 35 - Evolução da condutividade elétrica com envelhecimento – (3 horas).....	60

Figura 36 – (a) Variação da microdureza (HV) (b) Variação da resistência à tração final, com tempos de envelhecimento a uma temperatura de envelhecimento constante (400 ° C) para a liga Al-0,25 Zr	61
Figura 37 – Comportamento plástico: a) Real b) Idealizado.....	62
Figura 38 - Representação esquemática do ponto de escoamento.....	63
Figura 39 – Faixa de fluxo serrilhado da liga de alumínio AA 5083 no plano de taxa de tensão	Erro! Indicador não definido.
Figura 40 - Curvas tensão x deformação a diferentes taxas de deformação aplicadas na liga Al – 2,5% Mg à temperatura ambiente – (a) 10-2 s-1, (b) 10-3 s-1, (c) 10-4 s-1, (d) 10-5s-1.....	66
Figura 41 – Representação do Efeito de Portevin Le – Chatelier em testes de salto da taxa de deformação	68
Figura 42 – Tipos de Fratura (a) Fratura dúctil (b) Fratura Frágil	71
Figura 43 – Aspecto topográfico de uma fratura frágil, com seta indicando a origem da trinca	71
Figura 44 - (a) Al- 0,5% Si; 0,05 %Cu; 0,32 %Fe laminado frio, diâmetro 4,0 mm. Fratura e corte transversal. (b) Al- 0,5% Si; 0,05 %Cu; 0,32 %Fe laminado frio, diâmetro 4,0 mm. Fratura e corte transversal	73
Figura 45 – Fluxograma esquemático da metodologia aplicada no referente trabalho	74
Figura 46 – Equipamentos utilizados para preparação das ligas: (a) serra fita, (b) balança digital	75
Figura 47 – Preparação e vazamento da liga de alumínio (a) material fundido; (b) injeção de argônio; (c) obtenção da amostra para análise química.....	76
Figura 48 – Solidificação da Roda Properzi: (a) Molde; (b) Medição; (c) Imersão em água; (d) Metal líquido depositado no molde; (e) Processo de resfriamento; (d) Lingote Formado	76
Figura 49 – Amostra testemunho (a); corpo de prova (b); Espectrômetro de óptico (c); amostra após a análise química (d)	77
Figura 50 – Processo de Corte dos lingotes: modelo (a), amostras cortadas (b) e amostras usinadas(c).....	78
Figura 51 - (a) Amostra embutida a frio para preparação metalográfica e (b) Politriz com controle de rotação utilizada para lixamento e polimentos das amostras (c) Imagem do estereoscópio LEICA modelo EZ4 utilizado na obtenção das macrografias	79
Figura 52 - Microscópio eletrônico de varredura com EDS acoplado	80

Figura 53 – Laminador elétrico duo reversível: (a) Laminador “corpo” inteiro; (b) detalhe do canal de laminação.....	80
Figura 54 – Máquina de ensaio de tração KRATOS	81
Figura 55 – Modelo esquemático da análise de microcavidades	82
Figura 56 - Análise dos pontos de oscilações, causado pelo efeito de Portevin-Le Chatelier, das ligas sem (a) e com (b) tratamento térmico	83
Figura 57 - Análise de forma ampliada das oscilações, causadas pelo efeito de Portevin-Le Chatelier, das ligas sem (a) e com (b) tratamento térmico	83
Figura 58 – Parte do Diagrama de equilíbrio de fases para liga diluída Al-6%Mg	85
Figura 59 – Parte do Diagrama de equilíbrio de fases para as ligas Al-6,0%Mg-0,15% e Al-6%Mg-0,29% de Zr	86
Figura 60 – Macrografias de ligas de alumínio solidificadas em molde de cobre – (a) Al puro; (b) L1: Al-6%Mg; (c) L2: Al-6%Mg-0.15%Zr; (c) L3: Al-6%Mg-0.29%Zr	88
Figura 61 - Parte do diagrama Al-Mg, associado a microestrutura da liga L1 (Al-6%Mg) como fundida e sem deformação plástica.....	89
Figura 62 – Parte do diagrama Al-Zr associado a microestrutura da liga L2 (Al-6%Mg-0,15%Zr) como fundida e sem deformação plástica	90
Figura 63 – Parte do Diagrama Al-Zr associado a microestrutura da liga L3 [Al-6%Mg-0,29%Zr] como fundida e sem deformação plástica	91
Figura 64 – (a)- Microestrutura da liga L3 – (Al-6%Mg-0,29%Zr) que apresenta a presença dos clusters na matriz de Al e (b)- Microestrutura que mostra de forma ampliada o formato dos clusters	92
Figura 65 – Microestrutura da liga L1 Al-6%Mg como fundida, pós deformação plástica – (a) Transversal e (b) Longitudinal	93
Figura 66 – Microestrutura da liga L2 [Al-6%Mg-0,15%Zr] como fundida pós deformação plástica – (a) Transversal e (b) Longitudinal.....	94
Figura 67 – Microestrutura da liga L3 [Al-6%Mg-0,29%Zr] como fundida pós deformação plástica – [a] Transversal e [b] Longitudinal.....	94
Figura 68 – Microestruturas das liga obtidas de forma transversal, sem deformação plástica e pós deformação plástica, respectivamente, das amostras: Al-6%Mg (A-B), Al-6%Mg-0,15%Zr (C-D); Al-6%Mg-0,29%Zr (E-F)	96
Figura 69 – Gráfico de Tensão x Deformação das ligas L1 [Al-6%Mg] e L2 – [Al-6%Mg-0,15%Zr], sem tratamento térmico	98

Figura 70 – Efeito de PLC nas curvas de Tensão x Deformação das ligas L1 e L2 - (amplitudes médias e maiores amplitudes de cada oscilação) e imagens das topografias das fraturas com as razões (L/W) de microcavidades e micrografias da seção longitudinal	100
Figura 71 - Gráfico de Tensão x Deformação em relação com as fraturas das ligas L1 [Al-6%Mg] e L3 – [Al-6%Mg-0,29%Zr], sem tratamento térmico.....	102
Figura 72 – Efeito de PLC nas curvas de Tensão x Deformação das ligas L1 e L3 – (amplitudes médias e maiores amplitudes de cada oscilação) e imagens das topografias das fraturas com razões (L/W) de microcavidades e micrografias da seção longitudinal	103
Figura 73 – Gráfico de Tensão x Deformação das ligas L2 [Al-6%Mg-0,15%Zr] e L3 – [Al-6%Mg-0,29%Zr], sem tratamento térmico.....	105
Figura 74 – Efeito de PLC nas curvas de Tensão x Deformação das ligas L2 e L3 - (amplitudes médias e maiores amplitudes de cada oscilação) e imagens das topografias das fraturas com as razões (L/W) de microcavidades e micrografias das seção longitudinal.....	106
Figura 75 – Avaliação microestrutural da liga Al-6%Mg (a) sem tratamento térmico; (b) pós tratada termicamente.....	108
Figura 76 – Parte do diagrama Al-Mg demarcado pela temperatura de tratamento térmico aplicado, associado a microestrutura da liga L1 [Al-6%Mg].....	109
Figura 77 – Avaliação microestrutural da liga Al-6%Mg-0,15%Zr (a) sem tratamento térmico; (b) pós tratada termicamente	110
Figura 78 – Parte do diagrama Al-Zr demarcado pela temperatura de tratamento térmico aplicado, associado a microestrutura da liga L2 [Al-6%Mg-0,15%Zr]	111
Figura 79 – Avaliação microestrutural da liga Al-6%Mg-0,29%Zr (a) sem tratamento térmico; (b) pós tratada termicamente	112
Figura 80 – Parte do diagrama Al-Zr demarcado pela temperatura de tratamento térmico aplicado, associado a microestrutura da liga L3 [Al-6%Mg-0,29%Zr]	113
Figura 81 - Microestrutura da liga L1 Al-6%Mg sem tratamento térmico, obtidas no sentido transversal (a) e longitudinal (b) da amostra, e tratada termicamente, obtidas no sentido transversal (c) e longitudinal (d).....	114
Figura 82 – Microestrutura da liga L2 Al-6%Mg-0,15%Zr, sem tratamento térmico e tratada termicamente obtidas no sentido transversal (a) e longitudinal (b); respectivamente.....	116
Figura 83 – Microestrutura da liga L3 Al-6%Mg-0,29%Zr, sem tratamento térmico e tratada termicamente obtidas no sentido transversal (a) e longitudinal (b); respectivamente.....	117
Figura 84 – Análise em EDS do cluster formado na microestrutura de Al-6%Mg-0,29%Zr	118

Figura 85 – Análise em EDS do cluster formado na microestrutura de Al-6%Mg-0,29%Zr	118
Figura 86 - Gráfico de Tensão x Deformação da liga L1 – (Al-6%Mg) sem e pós tratamento térmico, associado com o diagrama de fases Al-Mg com trajeto térmico de 400°C.....	120
Figura 87 - Efeito de PLC nas curvas de Tensão x Deformação da liga L1 sem e pós tratamento térmico - (amplitudes médias e maiores amplitudes de cada oscilação) e topografias das fraturas com razões (L/W) de microcavidades e micrografias das seção longitudinal.....	121
Figura 88 - Gráfico de Tensão x Deformação da liga L2 – (Al-6%-0,15%ZrMg) sem e pós tratamento térmico, associado com o diagrama de fases Al-Zr com trajeto térmico de 400°C	123
Figura 89 - Efeito de PLC nas curvas de Tensão x Deformação da liga L2 sem e pós tratamento térmico - (amplitudes médias e maiores amplitudes de cada oscilação) e topografias das fraturas com razões (L/W) de microcavidades e micrografias da seção longitudinal	125
Figura 90 - Gráfico de Tensão x Deformação da liga L3 – (Al-6%-0,29%ZrMg) sem e pós tratamento térmico, associado com o diagrama de fases Al-Zr com trajeto térmico de 400°C	127
Figura 91 - Efeito de PLC nas curvas de Tensão x Deformação da liga L1 sem e pós tratamento térmico - (amplitudes médias e maiores amplitudes de cada oscilação) e topografias das fraturas com razões (L/W) de microcavidades e micrografias da seção longitudinal	129

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedades Físicas Típicas do Alumínio.	222
Tabela 2 – Classificação das ligas de alumínio	255
Tabela 3 – Composição da liga base Al-6%Mg modificadas com 0,15 e 0,29% em peso de Zr.....	84
Tabela 4 – Limite de Resistência a tração [LRT], Alongamento (%) e Razão das Microcavidades da liga base Al-6%Mg modificadas com 0,15 e 0,29% em peso de Zr	97
Tabela 5 – Limite de Resistência a tração [LRT], Alongamento (%) e Razão das Microcavidades da liga base Al-6%Mg modificadas com 0,15 e 0,29% em peso de Zr, sem e pós tratada termicamente.....	119

LISTA DE ABREVIACÕES E SIGLAS

ABAL – Associação Brasileira do Alumínio

ABNT NBR – Associação Brasileira de Normas Técnicas

AL EC – Alumínio Eletro Condutor

ASM – Sociedade Americana de Metais

DNPM – Departamento Nacional de Produção Mineral

EDE – Energia de Defeito de Empilhamento

EDS – Espectroscopia por Energia Dispersiva

PIB – Produto Interno Bruto

PLC – Portevin – Le Chatelier

REDE CFC – Rede Cúbica de Face Centrada

ZONA DE GP – Zona de Guinier-Preston

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	17
1.1 Considerações iniciais	17
1.2 Objetivos	18
1.2.1 Gerais.....	18
1.2.2 Objetivos específicos.....	18
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	20
2.1 O Alumínio	20
2.1.1 Propriedades Estruturais e Mecânicas	21
2.1.2 Ligas de Alumínio	23
2.2 Sistema Alumínio - Magnésio	25
2.2.1 Sistema Alumínio – Magnésio – Zircônio.....	28
2.3 Processo de Solidificação dos Metais	34
2.3.1 Lingotamento Contínuo Rotativo Properzi	35
2.4 Estruturas características da Solidificação	36
2.4.1 Zona Coquilhada	37
2.4.2 Zona Colunar	37
2.4.3 Zona Equiaxial.....	37
2.5 Tratamentos Térmicos	38
2.5.1 Homogeneização	39
2.5.2 Recozimento	40
2.5.3 Solubilização	40
2.5.4 Envelhecimento	41
2.6 Parâmetros Estruturais do Metal	45
2.6.1 Conformação Plástica	45
2.6.2 Encruamento	46
2.6.3 Deformação Heterogênea na Microestrutura.....	47
2.6.4 Recuperação e Recristalização	48
2.6.5 Recuperação.....	49
2.6.6 Recristalização.....	49
2.7 Partículas de Segunda Fase	50
2.7.1 Partículas Primárias	50

2.7.2 Constituintes	51
2.7.3 Precipitados	52
2.7.4 Dispersóides	53
2.8 Trialuminetos	54
2.8.1 Transformação para a Estrutura do Equilíbrio DO_{23}	57
2.8.2 Influência dos Trialuminetos nas Ligas de Al-Zr	59
2.9 Teoria da Plasticidade	61
2.9.1 Efeito de Portevin – Le Chatelier	63
2.9.2 Efeito de Portevin – Le Chatelier em Ligas de Al – Mg	66
2.10 Fratura.....	70
2.10.1 Fratura Dúctil.....	70
2.10.2 Fratura Frágil	71
3 MATERIAIS E MÉTODOS	74
3.1 Preparação dos Materiais para Fundição	74
3.2 Fundição e Solidificação.....	75
3.3 Composição Química.....	77
3.4 Cortes e Usinagem	77
3.5 Tratamento Térmico	78
3.6 Caracterização Estrutural	78
3.6.1 Caracterização da Macroestrutura da Amostra.....	78
3.6.2 Caracterização da Microestrutura da Amostra	79
3.7 Laminação	80
3.8 Ensaio de Tração	81
3.9 Medição dos Dimples.....	81
3.10 Análise do Efeito de Portevin-Le Chatelier.....	82
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	84
4.1 Análise Química.....	84
4.2 Análise do Sistema de Solidificação	84
4.3 Caracterização Macroestrutural.....	87
4.4 Caracterização das Ligas – Etapa A	88
4.4.1 Caracterização Microestrutural – Etapa 1.A.....	88
4.4.2 Caracterização Microestrutural – Etapa 2.A.....	92
4.4.3 Correlação entre as Etapas (1.A – 2.A)	95

4.4.4 Caracterização Mecânica – (ETAPA A)	97
4.5 Caracterização das Ligas – Etapa B	107
4.5.1 Caracterização Microestrutural – Etapa 1.B.....	107
4.5.2 Caracterização Microestrutural – Etapa 2.B.....	113
4.5.3 Caracterização Mecânica – (ETAPA B).....	119
5 CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	131
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	133
REFERÊNCIAS	134

1 INTRODUÇÃO

1.1 Considerações iniciais

Ao longo da nossa história, com o aumento da ocupação territorial e o conhecimento geológico, novas descobertas de depósitos minerais metálicos foram realizadas. Tais descobertas foram fundamentais para favorecer o processo de industrialização brasileiro, do qual atualmente obtém impacto relevante na economia (DNPM, 2016). Entre as principais substâncias metálicas descobertas aos tempos da Colônia, destaca-se o alumínio.

O alumínio está presente em quase tudo, quando relacionado a tecnologia, e em grande quantidade de aplicações, o que prova a importância do estudo para a vida moderna, e a expectativa de uso sob melhor perspectiva ambiental, para a vida futura. Sabe-se que o alumínio na sua forma pura não possui boas propriedades mecânicas, sendo utilizado na forma de ligas quando essas propriedades são requisitos essenciais (TOTTEN; MACKENZIE, 2003). As ligas de alumínio vêm sendo muito utilizadas nas indústrias devido as suas propriedades peculiares como: alta resistência mecânica, reciclabilidade, dentre outras propriedades específicas (FERRARI, 2008).

No que diz respeito às ligas com crescentes aplicações na indústria automobilística e aeronáutica, destaca-se as ligas da série 5XXX, que contém o magnésio como principal elemento de liga. O Mg é um dos poucos elementos com alta solubilidade sólida no alumínio, sendo sua máxima solubilidade em torno de 15% a 450°C, embora esta solubilidade se aproxime de zero a 20°C. O efeito primário resultante das adições de Mg em Al é o endurecimento por solução sólida (KAUFMAN; ROOY, 2004). A combinação deste elemento em solução e trabalho a frio, é extremamente eficaz na obtenção de maior resistência (TOTTEN; MACKENZIE, 2003).

As ligas de Al-Mg, com baixas taxas de deformação e testadas à tração em temperatura ambiente, apresentam aspecto serrilhado na curva tensão versus deformação, característica possivelmente explicada pelo efeito de Portevin – Le Chatelier. Conforme menciona Cottrell (1953), este fenômeno é relacionado com o fato de que em determinada faixa de temperatura, o tempo requerido para difusão dos átomos de soluto pelas discordâncias é menor do que o tempo esperado em um teste de tração.

Outro elemento bastante utilizado em ligas de alumínio é o zircônio, seu uso tem como objetivo aumentar a temperatura de recristalização e controlar a estrutura dos grãos trabalhados.

Segundo a ASM INTERNATIONAL (1998) adições de 0,1% a 0,3% de Zr em ligas de alumínio geram, mediante o tratamento térmico, precipitados refinados de partículas intermetálicas, que aumenta a temperatura de recuperação e recristalização do material.

Buscando o desenvolvimento de ligas metálicas mais eficientes, atualmente muitos pesquisadores têm desenvolvido estudos com ligas ternárias. Dentre essas ligas, as ligas Al-Mg-Zr são estudadas em condições em que ocorrem altos níveis de alongamento nas ligas contendo Mg. Em trabalhos como os de Turba (2007); Nobuhiro (1999); Maeng (2001); Lee (2002), Silva (2017) e Lima (2017) mostram aumento na deformação plástica especialmente naqueles que apresentaram grãos refinados e a presença de trialuminetos (Al_3Zr).

Portanto, com base nos estudos dos efeitos de Zr nas propriedades mecânicas da liga base: Al-6%Mg, este trabalho teve como objetivo analisar o Limite de Resistência à Tração (LRT) e o Alongamento das ligas – (Al-6%Mg-0,15%Zr; Al-6%Mg-0,29%Zr) com e sem envelhecimento artificial. Além disso, através dos gráficos de tensão x deformação, será analisado o Efeito de Portevin – Le Chatelier que vier a ocorrer.

1.2 Objetivos

1.2.1 Gerais

Este trabalho tem como objetivo analisar as propriedades mecânicas da liga base: Al – 6%Mg, com adições de 0,15% e 0,29% de Zr, com e sem tratamento térmico, e após ao trabalho mecânico a frio.

1.2.2 Objetivos específicos

1 – Avaliar e comparar a macroestrutura em cada liga, proveniente das adições do elemento Zircônio na liga base Al – 6%Mg;

2 – Avaliar e comparar a microestrutura em cada liga, após as adições do elemento Zircônio na liga base Al – 6%Mg; e após ao trabalho mecânico a frio;

3 – Avaliar e comparar a microestrutura em cada liga, após as adições do elemento Zircônio na liga base Al – 6%Mg; antes e após ao tratamento térmico de envelhecimento artificial; e após ao trabalho mecânico a frio;

4 – Avaliar o grau de influência do elemento Zircônio nas propriedades mecânicas e estruturais nos materiais, sem e com aplicação de tratamento térmico;

5 – Avaliar o comportamento do Efeito de Portevin – Le Chatelier antes, e após ao tratamento térmico.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 O Alumínio

Apesar de ser o terceiro elemento mais abundante na crosta terrestre, constituindo cerca de 7,3% da sua massa, o alumínio é considerado o metal mais recente em escala industrial (ABAL, 2018). Devido às características apresentadas pelo mesmo, a utilização sob sua forma bruta e em ligas, têm crescido constantemente nos diversos setores da indústria ao redor do mundo todo. Desta forma, a beleza do material, leveza e o baixo peso específico, aliado à alta resistência mecânica e reciclabilidade, fazem com o alumínio seja escolhido em termos de material para atender às determinadas exigências das inúmeras aplicações atuais.

Inovações, tecnologia e serviços têm garantido a crescente expansão do consumo do alumínio nos últimos dois anos, do qual é reflexo do aumento do faturamento brasileiro em bilhões, que de acordo com dados da ABAL (2018), totalizaram 4,8% do PIB Industrial Brasileiro.

O processo de obtenção do alumínio é baseado no processo chamado Hall-Heroult. Neste processo, o alumínio é produzido a partir do óxido de alumínio, também conhecido como alumina (Al_2O_3), através de um processo de eletrólise acionado por corrente elétrica. A alumina refinada da bauxita é dissolvida em um banho de criólitos e sais de fluoretos, de modo que o alumínio deposita - se no cátodo, de onde é periodicamente removido para a etapa posterior de processamento e fabricação de lingotes (ALUMINUM PRODUCTION, 2009).

Na Figura 1, é representada a produção de obtenção do alumínio, através do fluxograma.

Figura 1 – Fluxograma de Obtenção do Alumínio



Fonte: Associação Brasileira do Alumínio (ABAL, 2015).

A produção do alumínio divide - se na obtenção do alumínio primário e secundário. O alumínio primário, é aquele obtido através do processo Hall-Heroult, ou seja, pelo processo de redução da alumina, obtendo a função de controlar a resistividade do banho, temperatura, densidade e a solubilidade da alumina. O alumínio secundário, é obtido através do reaproveitamento da sucata, constituindo uma importante fonte de produção do metal. A produção do alumínio secundário vem sendo mais valorizado, devido ao aumento de preocupações das questões ambientais e ao baixo custo de processamento (INFOMET, 2018). De acordo com a ABAL (2015), apenas 5% da energia elétrica do qual é utilizada na obtenção do alumínio primário é necessária na reciclagem, o que faz do processamento extremamente econômico e eficaz.

2.1.1 Propriedades Estruturais e Mecânicas

As propriedades do alumínio dependem sob certa medida da pureza. De acordo com Russel; Lee (2005) o alumínio ultra-puro, com uma pureza de 99,9999% apresenta um limite de resistência à tração da ordem de 12 MPa, enquanto que à índices de pureza da ordem de 90,0% este valor cresce para 40 MPa. Quando algumas ligas de alumínio são submetidas ao endurecimento por precipitação, podem alcançar valores de resistência tão altos quanto 625 MPa.

O Alumínio puro, segundo informações de Askerland e Phulé (2008), é considerado um material que apresenta excelente ductilidade, com valores estimados de 35 a 50% de alongamento em temperatura ambiente. Quando submetidos ao trabalho à frio, elevam substancialmente seu limite de resistência à tração, e como a maioria dos metais CFC, não apresenta transição dúctil – frágil.

O alumínio é bem conhecido por sua baixa densidade de $2,7 \text{ g/cm}^3$ e alta condutividade elétrica e térmica, do qual a condutividade elétrica do mesmo depende fortemente de uma quantidade de impurezas presentes. As impurezas com influência cada vez mais negativa na condutividade elétrica, são organizadas pela seguinte ordem: Cr, V, Mn, Mg, Ag, Cu, Zn, Si, Fe e Ni (HANDBOOK OF ALUMINUM, 2003).

Propriedades mecânicas, como resistência à deformação plástica (resistência à tração, resistência à deformação), resistência à penetração, bem como impacto, são mais sensíveis à temperatura, portanto dependem da temperatura do teste (HANDBOOK OF ALUMINUM, 2003).

Segundo Rollason (1973), o alumínio obtém de diversas características que permitem a sua aplicação na engenharia, dentre as quais se destacam:

- **Leveza:** Por esta razão, o metal é utilizado na forma de ligas para partes aeroespaciais e automotivas, em estruturas de diversas formas. A extrema leveza das ligas permite que a mesma seja aplicada a um volume muito maior para um determinado peso, resultando no aumento considerado de rigidez.
- **Condutividade Elétrica:** É cerca de 60% da do cobre, porém quando analisado peso por peso, é um melhor condutor que o cobre, e é utilizado para cabos em geral.
- **Condutividade Térmica:** Possui em quantidade elevada, sendo utilizado em componentes de trocadores de calor.
- **Resistência a Corrosão:** Útil em fábricas de produtos químicos dos quais utilizam ácido nítrico concentrado para o tratamento; e em indústrias de alimentos para painéis e utensílios.

O alumínio é um metal não tóxico, sendo rotineiramente utilizado em embalagens para alimentos e bebidas; não ferromagnético, do qual esta propriedade é importante para indústrias elétricas e eletrônicas; e não inflamável, o que é importante em aplicações que envolvam manipulação de materiais explosivos ou inflamáveis (METALS HANBOOK, 1992).

Na Tabela 1, são ilustrados algumas propriedades importantes do alumínio.

Tabela 1 – Propriedades Físicas Típicas do Alumínio

Propriedades Físicas Típicas	Alumínio
Densidade (g/cm³)	2,70
Temperatura de Fusão (°C)	660
Módulo de Elasticidade (MPa)	70000
Coefficiente de Dilatação Térmica (L/C°)	23.10 ⁻⁶
Condutividade Térm. a 25° (Cal/cm/C°)	0,53
Condutividade Elétrica (%IACS)	61

Fonte: Associação Brasileira do Alumínio (ABAL, 2018).

2.1.2 Ligas de Alumínio

Segundo Metals Handbook (1992), o alumínio na fase fundida dissolve outros metais e substâncias metalóides¹. Quando o alumínio se resfria e se solidifica, a estrutura atômica do metal se torna mais rígida, devido à presença de alguns dos constituintes de liga, que puderam ser retidos em solução sólida. Os átomos são arranjados em uma rede cristalina regular, formando moléculas de tamanhos diferentes daqueles formados do elemento de liga principal. Logo, novas ligas têm sido desenvolvidas combinando as propriedades adequadas a cada aplicação específica.

As ligas de alumínio representam um grupo de materiais de grande alcance em aplicações industriais, em consequência do seu elevado valor tecnológico, e a elevada resistência a esforços mecânicos. Assim, as mesmas deixaram de ser utilizadas somente para fins de fabricação de simples utensílios domésticos, e começaram a ser aplicadas em diversos campos da indústria, sejam para fins automotivo, ferroviário, aeronáutico ou aeroespacial (CASANOVA, 2016).

Segundo a ABAL (2018), a função de cada liga se altera com os elementos de liga e a quantidade adicionada na matriz metálica. Em geral os elementos são divididos entre:

- Elementos que conferem às ligas a elevada resistência - (mecânica; corrosiva), e conferem a fluidez no preenchimento de molde, etc.
- Elementos que têm a função acessória, como o controle de impurezas ou traços que prejudicam a fabricação ou aplicação do produto, os quais devem ser controlados no que se referem ao seu teor máximo.

Os principais elementos de liga das ligas de alumínio incluem combinações dos seguintes elementos: Cobre (Cu); Magnésio (Mg); Silício (Si); Manganês (Mn) e Zinco (Zn).

Diversas normas para classificação do alumínio e suas ligas são encontradas no âmbito de institutos de normatização para aplicações de cunho científico e industrial. Em relação ao Brasil, a norma técnica seguida é NBR 6834 da ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas). Fixando um sistema de designação que facilite a identificação das ligas de alumínio segundo as Normas da ABNT, estas são divididas em dois grupos: composições para fundição

¹ Elemento químico com propriedades intermediárias entre os metais e os não-metais, estes também chamados ametais. Em geral, o metalóide, ou semimetal, é sólido, quebradiço e brilhante. Funciona como isolante elétrico à temperatura ambiente, mas torna-se igual aos metais como condutor elétrico, se aquecido, ou quando se inserem certos elementos nos interstícios de sua estrutura cristalina.

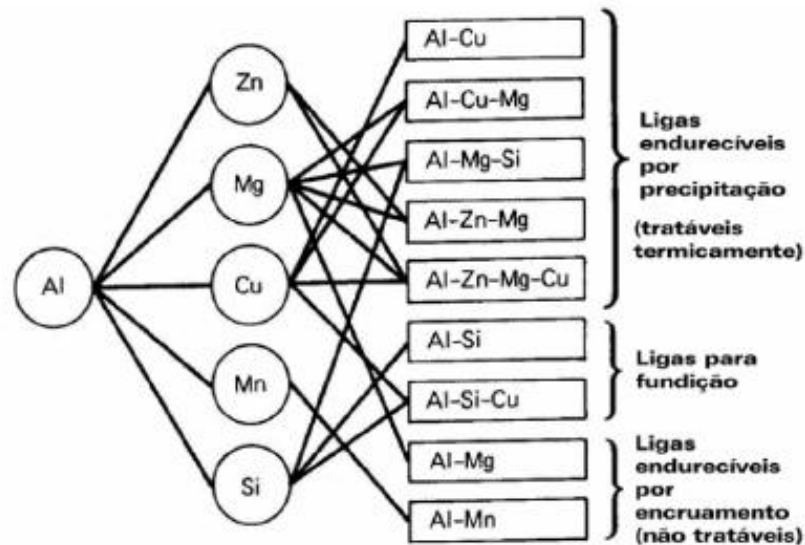
e composições para ligas trabalháveis (processo mecânico) (SPECIALTY HANDBOOK, 1993).

- Ligas Fundidas - (*cast alloys*) - ligas destinadas à fabricação de componentes fundidos.
- Ligas Trabalháveis - (*wrought alloys*) - ligas destinadas à fabricação de produtos semi-acabados, como laminados planos, laminados não planos, componentes forjados e perfis extrudados.

De acordo com a Figura 2, estes dois grupos se subdividem em:

- Ligas Não Tratáveis - Não são endurecíveis por meio de tratamento térmico;
- Ligas Tratáveis Termicamente - São endurecíveis por meio de tratamento térmico.

Figura 2 - Principais elementos de liga e classificação das ligas de alumínio



Principais elementos de liga e classificação das ligas de alumínio

Fonte: ASM Specialty Handbook – Aluminum and aluminum alloys, 1993.

A classificação das ligas são designadas conforme a The Aluminum Association Inc. como mostra a Tabela 2:

Tabela 2 – Classificação das ligas de alumínio

Série	Elementos de Liga Principais
1XXX	Alumínio Puro
2XXX	Cu
3XXX	Mn
4XXX	Si
5XXX	Mg
6XXX	Mg, Si
7XXX	Zn
8XXX	Sn, Li, Fe, Cu, Mg
9XXX	Reservado para uso futuro.

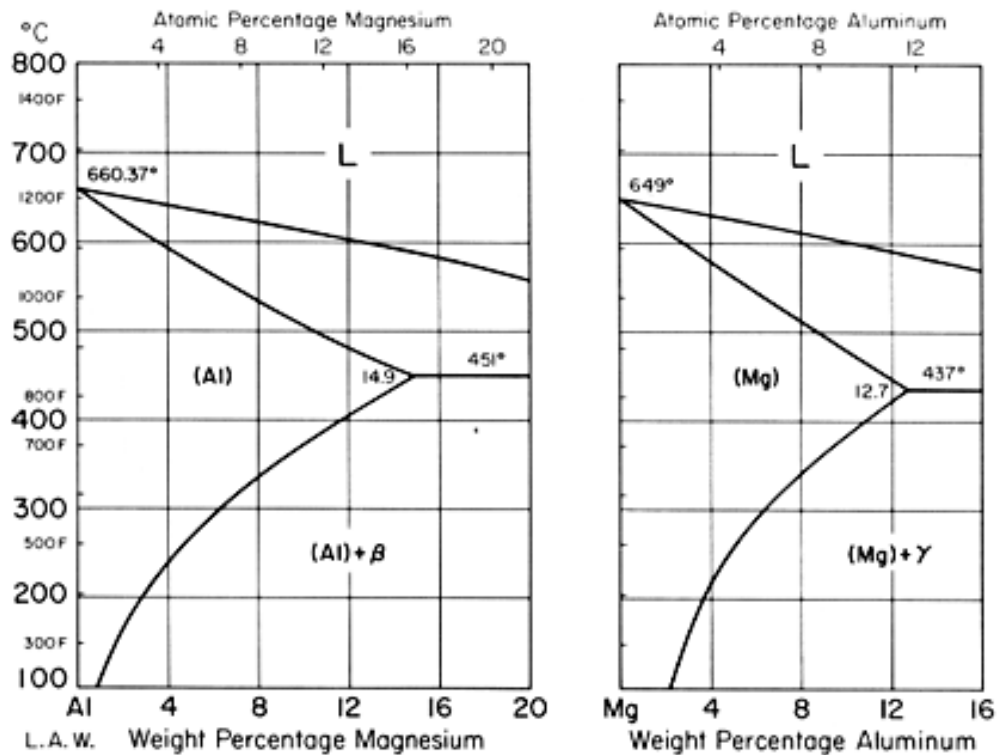
Fonte: Elaborado pela autora (2018).

2.2 Sistema Alumínio - Magnésio

O Magnésio do qual apresenta pureza superior a 99,8% está prontamente disponível, mas raramente é usado para aplicações de engenharia sem ser ligado a outros metais. As características que mais se destacam em relação a metalurgia física das ligas contendo Mg são a estrutura reticulada hexagonal, e o fato do diâmetro atômico (0,320 nm) da mesma ser tal que desfruta de fatores de tamanho favoráveis com uma gama diversificada de solutos. Alumínio, Zircônio, Zinco, Cério, Prata, Tório e Ítrio são exemplos de elementos com características amplamente diferentes que estão presentes em ligas comerciais (POLMEAR, 2006).

Tratando - se especificamente do sistema 5XXX (Al-Mg), o Mg é um dos poucos elementos que apresentam alta solubilidade sólida no Al, sendo seu equilíbrio em torno de 15% a 450°, embora esta solubilidade aproxima - se de zero a 20°C. Consequentemente o efeito primário resultante das adições de Mg no Al será o endurecimento metaestável por solução sólida. O equilíbrio de fases do binário Al-Mg, mostrado na Figura 3, aparenta oferecer bom potencial para o endurecimento por precipitação conforme foi analisado por Kaufman; Roy (2004).

Figura 3 – Diagrama de Equilíbrio de Fases Al-Mg



Fonte: INFOMET, 2018.

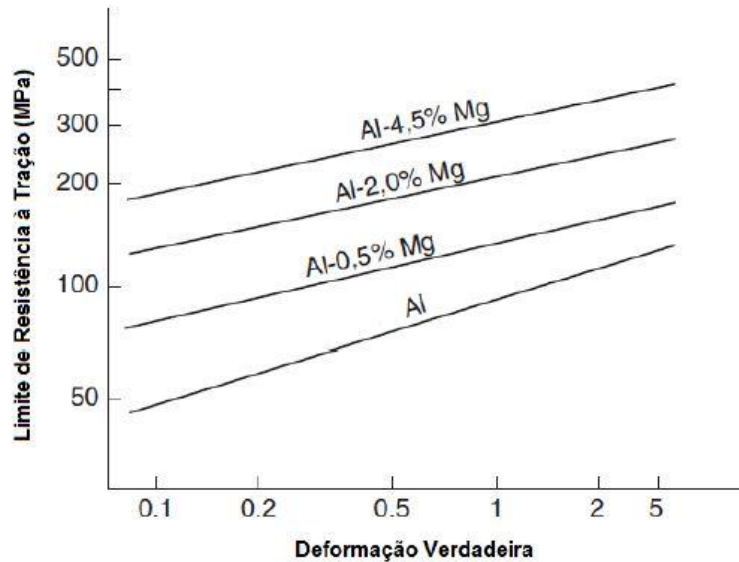
De acordo com Kolobnev (1973), estas ligas não são tratáveis termicamente, no entanto, em altas concentrações de Mg (mais de 6%) devido ao fortalecimento da solução sólida no estado temperado, elas podem atingir tensão máxima de 300MPa.

A presença de Magnésio em solução sólida tem também papel fundamental na microestrutura do material deformado a frio, uma vez que reduzem a energia de falha de empilhamento no Alumínio, e conseqüentemente causam distorções na rede CFC do mesmo. O Mg tende a migrar e segregar ao redor das discordâncias, de modo a reduzir a deformação global a redor destas. Como consequência, há restrição da mobilidade das discordâncias, favorecendo o encruamento (PADILHA; SICILIANO, 2005).

Dado um mesmo estado de deformação, um material com partículas de segunda fase possuirá maior densidade de discordâncias do que um material puro, portanto, a presença de partículas de segunda fase nas ligas de alumínio também influenciam na deformação a frio do material (PADILHA; SICILIANO, 2005). A presença de Mg e em particulados de segunda fase influenciam diretamente na densidade e distribuição de discordâncias na deformação a frio, aumentando a energia interna do sistema, que serve de motriz para os processos de tratamento térmico subsequentes de recuperação e recristalização (OGATA, 2017).

A Figura 4 ilustra o efeito do trabalho à frio sobre diferentes ligas Al-Mg e sobre o alumínio de alta pureza (RUSSEL; LEE, 2005).

Figura 4 – Resposta ao trabalho à frio do alumínio de alta pureza e do alumínio contendo diferentes teores de Mg. Deformação Verdadeira = $1,15 \ln$ (espessura inicial / espessura final)



Fonte: Adaptado de Hatch (1984), *apud* Russel e Lee (2005).

O Mg em concentrações de até 5-6% pode formar durante a solidificação uma pequena quantidade de fase eutética Al_8Mg_5 . À medida que a concentração de Magnésio cresce, a fundição da liga deve melhorar as propriedades mecânicas da mesma, enquanto a resistência à corrosão pelo contrário, diminuirá. Durante o aquecimento antes da têmpera, a fase Al_8Mg_5 será completamente dissolvida em Al, o que resulta em maior resistência e plasticidade ao mesmo tempo (ZOLOTOREVSKY, 2007).

Ainda conforme Zolotorevsky (2007), as ligas Al-6%Mg com quantidades mínimas de impurezas e adições auxiliares de Zr, Ti e Be possuem as melhores propriedades mecânicas e de corrosão. O Zr e o Ti são utilizados como refinadores de grão de (Al), enquanto que o Be evita a oxidação durante a fundição. Suas composições de fase poderiam ser adequadamente entendidas usando um simples diagrama de fase binária Al-Mg.

As ligas com base no sistema Al-Mg são usadas na construção naval e em outras áreas onde devem ser aplicados em atmosfera úmida (por exemplo, secções de casco interno, hélices). As ligas também são utilizadas para fabricar partes responsáveis de aparelhos de gás (em vez de ligas de cobre mais caras) e também detalhes para os quais o alto nível de resistência à corrosão e plasticidade é necessário (por exemplo: na indústria de processamento de alimentos – misturadores, tubos, diferentes peneiras, etc), (ZOLOTOREVSKY, 2007). As ligas Al-Mg

também se destacam por uma ampla faixa de resistência e capacidade de apresentar excelente qualidade de acabamento superficial, como brilho intenso e baixa rugosidade. Essa combinação favorável amplia significativamente o uso dessas ligas, que com baixos teores de ferro e tratamentos adequados podem ser usadas na fabricação de acessórios para automóveis, componentes arquitetônicos e outras aplicações decorativas (INFOMET, 2018).

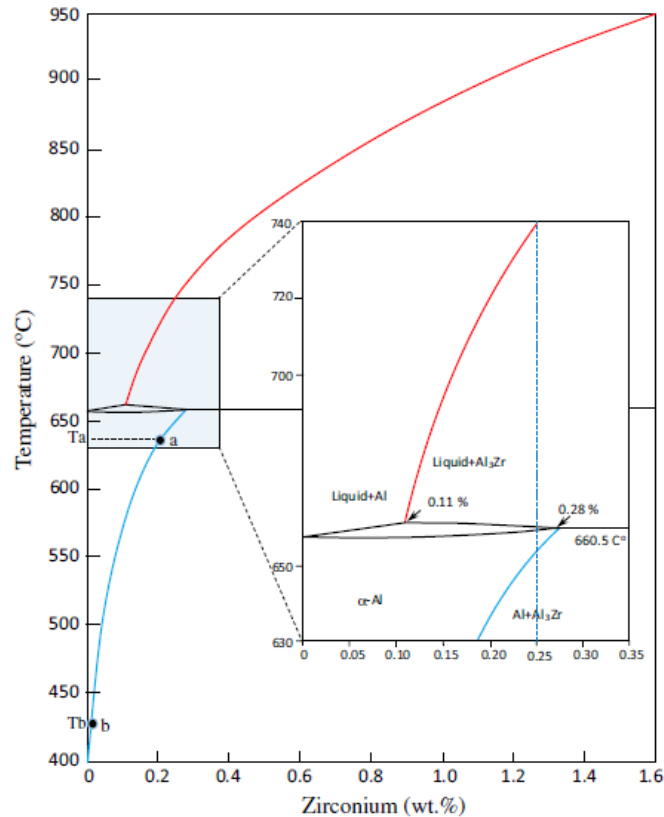
2.2.1 Sistema Alumínio – Magnésio – Zircônio

A utilização do Zircônio como elemento de liga é um tema frequentemente estudado pela literatura em geral, tendo em visto a necessidade do aumento da resistência mecânica das ligas fundidas aplicadas na indústria aeronáutica, automobilística e aeroespacial. No entanto, pouco é investigado a respeito da adição de Zr em amostras do Sistema 5XXX e conformadas a frio.

Portanto, tendo em visto a necessidade atual das indústrias em substituir elementos mais caros e conseqüentemente obtendo redução de custos, será de grande contribuição os estudos da literatura clássica e atual a respeito da adição deste metal de transição às ligas de alumínio.

Segundo Robson (2011), após ultrapassar a linha *liquidus*, a fase primária Al_3Zr precipita do líquido, sendo resultado de uma transformação peritética, permanecendo até a temperatura de $660,5^\circ C$ (Figura 5) estando sujeito a se decompor na solução $\alpha-Al$. A partir dessa solução na linha *solvus*, a fase secundária Al_3Zr precipita. Nas ligas binárias Al-Zr, esta fase pode formar-se como uma fase semi-coerente de equilíbrio tetragonal ($D0_{23}$) ou como uma forma cúbica coerente (L_{12}), esta última especialmente mais baixa. Estas partículas são muito estáveis sobre aquecimento devido baixa solubilidade e difusividade do Zr em uma matriz de Al e devido à baixa energia de ligação entre as partículas Al_3Zr e o metal base. Segundo Knipling (2006), partindo-se do estado de solução sólida supersaturada, a decomposição do Al_3Zr durante o envelhecimento inicia-se pela formação da estrutura metaestável L_{12} , e mantendo a altas temperaturas por longos períodos se formará a estrutura tetragonal $D0_{23}$ em equilíbrio.

Figura 5 – Diagrama de fase Al-Zr com destaque para a transformação peritética e a composição de 0,25% Zr



Fonte: Adaptado de Emin Çadirli, 2015.

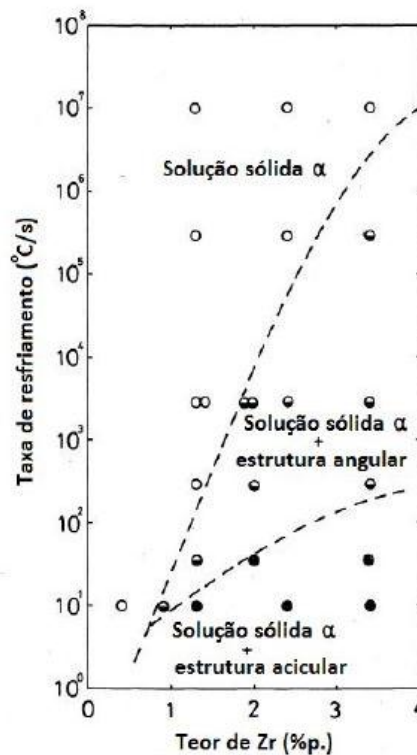
Totten e Mackenzie (2003) explicam que o alumínio combina rapidamente com metais de transição como cromo, manganês e zircônio para formar fases intermetálicas com pequena ou nenhuma solubilidade na matriz de alumínio. Adições destes elementos formam precipitados extremamente pequenos, menores que um micrômetro de tamanho. Estes autores ainda ressaltam, que a efetividade particular de um dispersóide (precipitado) em controlar a estrutura do grão depende do espaçamento, coerência e tamanho. Portanto, dispersóides coerentes como Al_3Zr , são mais efetivos do que dispersóides incoerentes como $\text{Al}_{12}\text{Mg}_2\text{Cr}$ e $\text{Al}_{20}\text{Mn}_3\text{Cu}_2$.

A eficácia dos dispersóides para controlar a recristalização depende do seu tamanho, espaçamento e distribuição entre partículas, sendo estes parâmetros fortemente influenciados pelo processo de homogeneização (ROBSON, 2004). Normalmente, as ligas com Zr requerem um tratamento de baixa temperatura para fornecer coerência entre a matriz de alumínio e a fase Al_3Zr . O efeito máximo do tratamento térmico de envelhecimento ocorre na faixa de temperatura de 300°C a 460°C (MIKHAYLOVSKAYA et al., 2018).

De acordo com Yuan e Liang (2011), o sistema Al-Zr exibe potencial promessa para o desenvolvimento de ligas de alumínio fortemente estabilizadas e precipitadas, e a natureza dos dispersóides Al_3Zr têm sido estudadas por muito tempo. Devido à baixa difusividade durante a fundição, o Zr forma facilmente um solução sólida supersaturada à base de alumínio, promovendo o refino do grão das ligas (MIKHAYLOVSKAYA et al., 2018). Além do efeito refinador de grãos do Zr, Poková (2015) explica que sob condições adequadas, a sua adição em ligas de alumínio, formam precipitados metaestáveis cúbicos de Al_3Zr , os quais mudam a temperatura de recristalização para patamares superiores e promovem o ancoramento dos contornos de grão.

A nucleação de partículas primárias de Al_3Zr realiza - se em ligas de Al-Zr quando a taxa de resfriamento de solidificação está abaixo de um valor crítico. Se a taxa de resfriamento for alta o suficiente, ocorre a supressão peritética, que culmina com a formação de uma solução sólida supersaturada metaestável Hori et al. (1981), conforme indicado pela Figura 6. Uma vez que a taxa crítica de resfriamento para supressão peritética reduza com menor teor de soluto, é possivelmente a razão pela qual não foram encontradas partículas ricas em Zr em ligas de Al-0,22Zr (SOUZA et al., 2017).

Figura 6 - Efeito da taxa de resfriamento nas fases resultantes em ligas de Al-Zr, em função do teor de soluto



Fonte: (Adaptada de HORI et al., 1981).

Robson e Pragnell (2001) preveem que as adições de Mg obtém maior influência na minimização das regiões interdendríticas livres de precipitados. Além da maior fração volumétrica de dendritos ricos em precipitados, criada pela diminuição da solubilidade sólida de Zr, as adições de Mg também conferem fortalecimento de solução sólida, melhorando ainda mais o desempenho de fluência.

Poucos estudos concentraram-se no efeito sinérgico de adições de soluções sólidas e endurecimento por precipitação em ligas de Al-Mg-Zr.

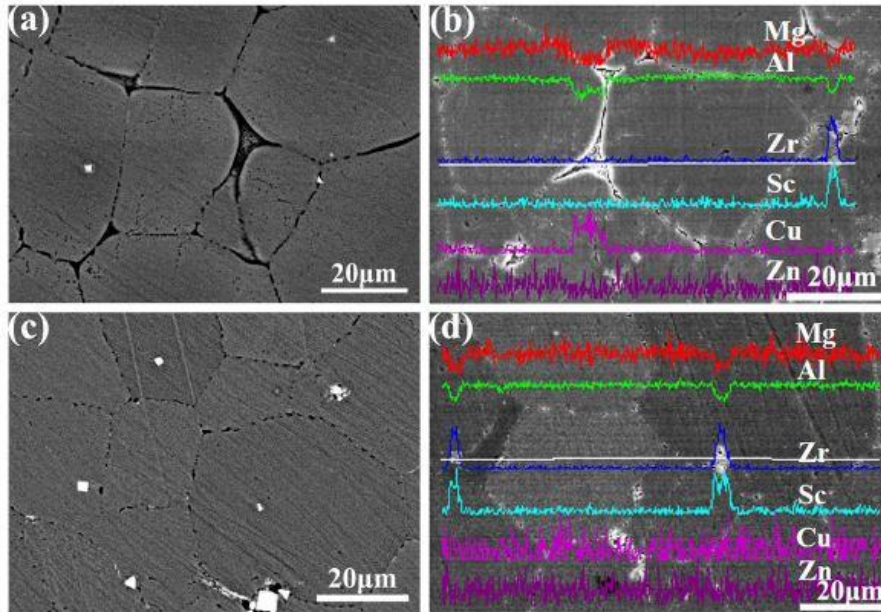
De acordo com Croteau et al. (2018), nas ligas de Al-Mg-Zr atualmente estudadas, altas concentrações de Zr cumprem várias finalidades importantes. Primeiro, o Zr se comporta como um agente de refino de grãos, formando partículas primárias de Al_3Zr no fundido, para composições hiperperitéticas. Após a rápida solidificação, esses precipitados servem como núcleos para os grãos de α -Al e atingem um forte efeito de refino de grãos, gerenciando efetivamente as tensões térmicas e assim, melhorando a processabilidade do material. Segundo, este mecanismo de nucleação de grãos via precipitados primários de Al_3Zr são evidentes na borda do banho de fusão, onde a liga experimenta velocidades frontais de solidificação suficientemente baixas para permitir a precipitação primária de Al_3Zr .

Ainda de acordo com os autores, na medida que o restante do fundido se solidifica, agora sem a adição de Zr e sem formação de partículas de Al_3Zr , os grãos grossos são nucleados pelos grãos finos subjacentes e solidificam direccionalmente ao longo do gradiente térmico - (em direção ao topo do centro da fusão). Esta região de grão grosso é livre de precipitados primários de Al_3Zr , porque a velocidade da frente de solidificação aumenta à medida que se aproxima do topo do banho de fusão e mais efetivamente aprisiona os solutos.

Os efeitos das adições de Sc e Zr são amplamente estudados em ligas de Al-Mg (LI et al., 2014); (KENDIG; MIRACLE, 2002); (YIN et al., 2000). Ainda de acordo com o mesmos autores, as fases Al_3Sc ou Al_3Zr são formadas em ligas de Al-Mg-Sc ou Al-Mg-Sc-Zr e melhora as propriedades mecânicas e superplásticas das ligas.

Segundo Li et al. (2014) a formação de precipitados extremamente finos e coerentes Al_3 (Sc,Zr), consistindo de um núcleo contendo Al e Sc rodeados por uma casca rica em Zr, podem inibir significativamente o movimento de discordâncias e resultam em um adicional efeito de fortalecimento, conforme mostra a Figura 7.

Figura 7 – Imagens de análise de distribuição de elétrons retroespalhados da liga Al-7.11Zn-2.5Mg-0.22Cu-0.22Sc-0.40Zr. (a) e (b): ligas como fundidas; (c) e (d): homogeneizadas a 470°C por 12 h

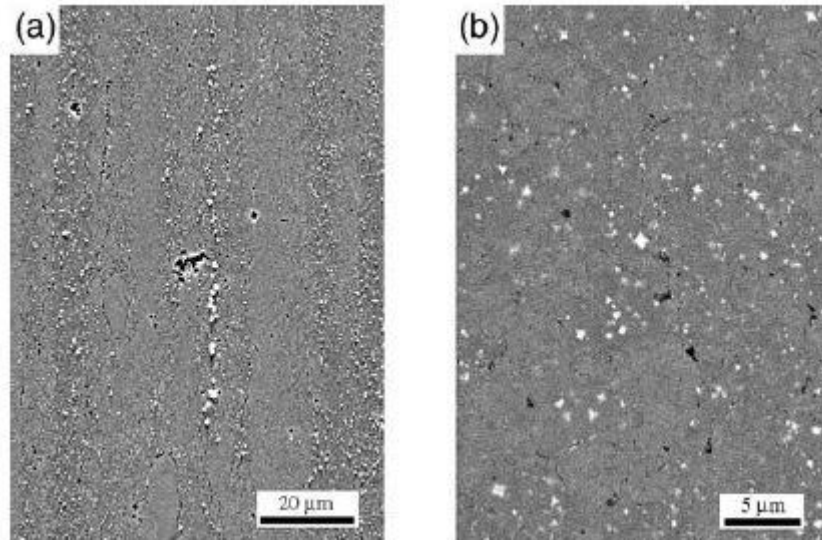


Fonte: Adaptado de Li et al. (2014).

De acordo com os autores, a Figura 7 (a) apresenta as imagens de partículas distribuídas na liga como fundida. De acordo com os resultados da análise de distribuição, 3 (b) estão os precipitados em equilíbrio no limite de grão, dos quais são ricos em Cu. Outros elementos de liga principais como Zn e Mg, são distribuídos de maneira relativamente uniforme. Os elementos Sc e Zr são distribuídos nos precipitados de quadrado branco, que são precipitados primários da matriz de alumínio. Uma vez que as fases de equilíbrio são prejudiciais a processabilidade subsequente, é necessário o tratamento de homogeneização para eliminar esses precipitados. Nas imagens 7 (c) e (d) da liga subsequente, mostram que os precipitados sem equilíbrio, ricos em Cu desapareceram após ao tratamento de homogeneização. Além disso, os precipitados no limite do grão se transformaram dos grosseiros contínuos no estado fundido para os finos descontínuos devido ao tratamento térmico de homogeneização. Portanto, o referente tratamento obtém um efeito positivo na microestrutura das ligas.

As mesmas partículas primárias de Al_3 (Sc,Zr), conforme a Figura 8, são analisados por Kending; Miracle (2002). Na Figura (a) mostram as partículas paralelas à direção de extrusão e na Figura (b) normal à direção de extrusão.

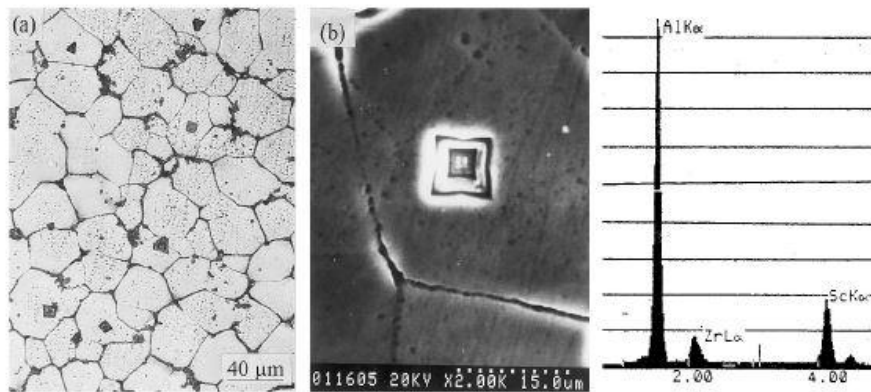
Figura 8 – Imagens de análise SEM na liga Al-6%Mg-2%Sc-1%Zr



Fonte: Adaptado de Kending; Miracle (2002).

Na condição da liga Al-5%Mg-0.2%Sc-0.1%Zr, o mecanismo de refino de grãos pode ser analisado pela microestrutura, de acordo com Yin et al. (2000). A Figura 9 (a) apresenta partículas retangulares e trigonais dentro de alguns grãos da liga. A Figura 9 (b) mostra que esse tipo de partícula é na verdade uma partícula composta.

Figura 9 - Análise do mecanismo de refino de grãos de ligas Al-5Mg-2Sc-1Zr homogeneizadas à 470°C por 13 h (a) partículas dentro de alguns grãos, MO; (b) partícula quadrada na Fig. 2a, SEM (c) Análise da composição do partícipto quadrado da Fig. 2b, EDS



Fonte: Adaptado de Yin et al., (2000).

Ainda de acordo com os mesmos autores, a análise EDS indicou que o Zr é rico no centro da partícula e que o Sc é rico na casca exterior. É esse tipo de partícula composta que diminui o teor necessário de Sc para obter tamanho crítico de Al_3Sc como núcleos de cristalização. Portanto, a adição de 0,2% de Sc e 0,1% de Zr pode, obviamente, refinar o tamanho de grão da liga.

A distribuição de precipitados de Al_3Zr afeta as propriedades, a microdureza, a resistência à tração e os mecanismos de fratura das ligas, os quais terão resultados maiores quanto menores e mais dispersos forem os precipitados. Por outro lado, quando os precipitados forem grandes e não tão dispersos, tais resultados serão menores, sendo assim, para obter ganhos nesses valores, o material deve ser termicamente tratado para obter precipitados refinados (EMIN et al., 2015). A temperatura e o tempo do qual é submetido o tratamento térmico, são correlacionados entre si para que as propriedades mecânicas e elétricas estejam sob ótimas condições.

2.3 Processo de Solidificação dos Metais

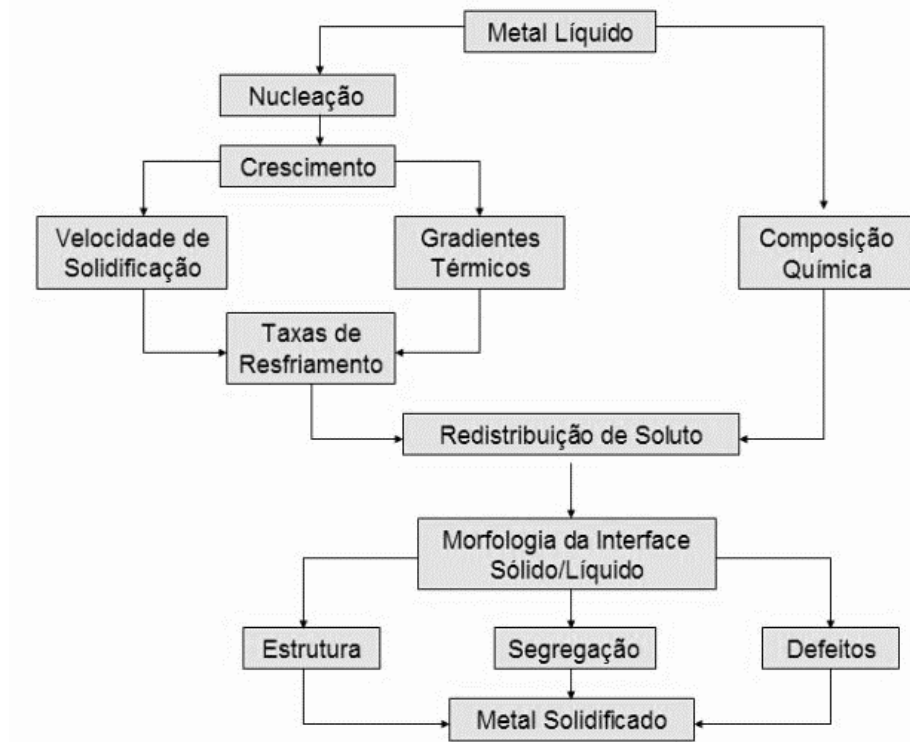
Fundamentalmente conforme Campos Junior (2017), a solidificação de metais e ligas consiste em um processo de extração de calor acompanhado de transformação de fase líquido/sólido, que se viabiliza pelo vazamento do metal líquido em moldes das mais diferentes geometrias com a finalidade de produzir formas sólidas de aplicação em engenharia.

É na fundição dos metais que a solidificação encontra seu mais vasto campo de aplicação. O objetivo fundamental é o de dar forma adequada ao metal, vertendo - o em estado líquido dentro da cavidade de um molde com a forma desejada. O próprio molde retira calor do metal líquido provocando sua solidificação e fixando sua forma inicial. Entretanto, apesar da extrema simplicidade do processo, durante a solidificação do metal no molde ocorrem diversos eventos que, se não forem devidamente controlados, podem comprometer o desempenho do produto final. Tais eventos podem dar origem a diversos tipos de heterogeneidades que interferem drasticamente na qualidade metalúrgica do produto final. Além das heterogeneidades físicas, geralmente decorrentes da variação do volume específico do metal (rechupe, trincas de contração, porosidades e outros tipos de defeitos), podem surgir heterogeneidades químicas (segregação de impurezas ou de elementos de liga em escala microscópica ou macroscópica) e heterogeneidades estruturais (tipo, distribuição, tamanho e orientação dos grãos cristalinos) (CAMPOS FILHO; GRAEME, 1978).

Atualmente, já se conhecem a natureza das heterogeneidades, suas causas e seus efeitos, os parâmetros de controle que podem ser manipulados de forma a otimizar os processos de fundição e maximizar a qualidade e o desempenho do produto final. A Figura 10 apresenta de modo esquemático a sequência de correlações existente entre as variáveis do processo de solidificação (velocidade de solidificação, gradientes térmicos e composição química do metal)

e os fatores de qualidade do metal solidificado (estrutura, segregação e defeitos), correlações essas que se verificam através dos eventos característicos do processo de solidificação, tais como: nucleação e crescimento da fase sólida, redistribuição do soluto durante o processo e variações da morfologia da interface sólido/líquido (CAMPOS FILHO; GRAEME, 1978).

Figura 10 - Sequência esquemática dos eventos que caracterizam o processo de solidificação



Fonte: Adaptado de Garcia (2007).

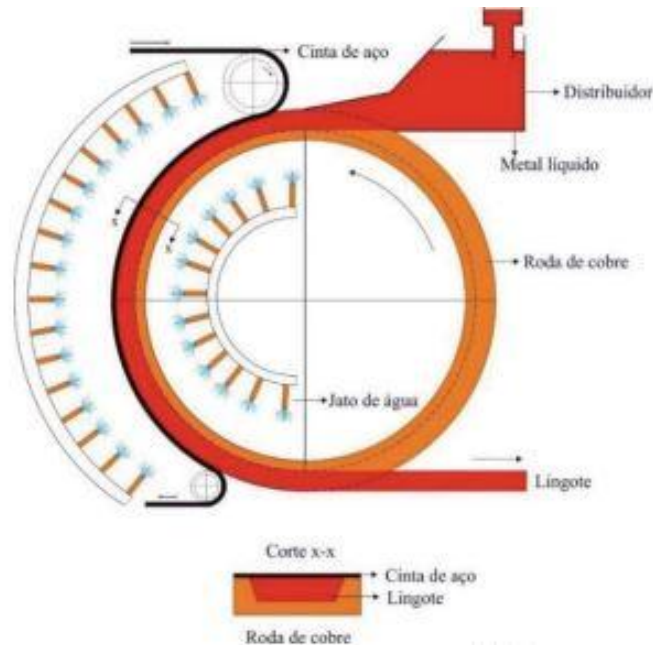
2.3.1 Lingotamento Contínuo Rotativo Properzi

Nas últimas décadas, um substancial crescimento da tecnologia de lingotamento contínuo foi realizado para a produção de metais ferrosos e não-ferrosos. As principais vantagens da fundição contínua são uma melhoria substancial no rendimento, economia de energia e maior produtividade (PEHLKE, 1988).

Um exemplo típico de lingotamento contínuo é o de fundição de barras para produção de bobinas de vergalhão. No processo “Continuus-Properti”, muito utilizado no setor industrial, o alumínio líquido é transferido através de calhas cerâmicas refratárias dos fornos de preparação do banho até a roda de fundir - (molde de cobre). Quando o metal líquido entra em contato com o molde de cobre, o qual é refrigerado por água, solidifica na forma de barra, com secção transversal trapezoidal. A formação da barra é contínua e após passar pelas etapas de laminação,

tem-se como produto final um vergalhão de formato cilíndrico, o qual é bobinado no final do processo (CONTINUUS-PROPERZI). A Figura 11 exibe um esquema do Lingotamento Contínuo Rotativo Properzi.

Figura 11 - Modelo Esquemático do Sistema de Lingotamento Contínuo Rotativo Properzi

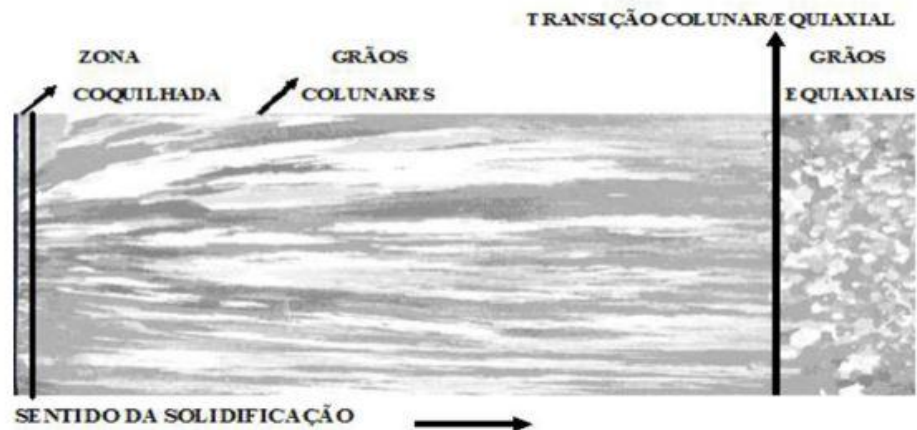


Fonte: GERBER; SOUSA (1995).

2.4 Estruturas características da Solidificação

Segundo Garcia (2007), na solidificação, após a formação de núcleos sólidos a partir do metal líquido, ocorre o crescimento destes, acarretando em estruturas as quais, prontamente solidificadas, denomina-se de grãos cristalinos, os quais definirão a macroestrutura da peça. Pode-se caracterizar a macroestrutura de um metal solidificado pelas dimensões, distribuição, forma e orientação destes grãos, existindo, basicamente três regiões distintas: coquilhada, colunar e equiaxial, conforme indica a Figura 12.

Figura 12 – Identificação das zonas macroestruturais em lingote solidificado



Fonte: Goulart (2010).

2.4.1 Zona Coquilhada

Denomina-se de grãos coquilhados os que ocorrem em uma camada formada junto às paredes do molde, sendo resultado de um primeiro contato do metal líquido com o molde ainda frio durante o vazamento. Altas taxas de resfriamento provocarão uma rápida diminuição local da temperatura, favorecendo uma nucleação intensa de grãos. Tal redução de temperatura ocasionará um superesfriamento térmico, resultando em grãos cristalinos de forma e tamanho pequeno, quase sempre uniformes, cujas orientações são aleatórias, formando uma fina camada junto às paredes do molde (GARCIA, 2007).

2.4.2 Zona Colunar

Constitui-se como zona colunar, a ocorrência de grãos cristalinos alongados (em forma de coluna) e paralelos à direção do fluxo de calor. A formação da zona colunar tem início no crescimento de grãos formados a partir de núcleos originados do intenso resfriamento do metal líquido nos primeiros instantes da solidificação, os quais apresentam direção cristalográfica favorável ao crescimento na direção da extração de calor e tendem a crescer para o centro do lingote (GARCIA, 2007).

2.4.3 Zona Equiaxial

Formada por grãos equiaxiais de orientação cristalográfica aleatória, é a zona mais complexa da macroestrutura de fundição. De acordo com Garcia (2007), estes grãos podem ser formados a partir de três mecanismos: (i) Núcleos da zona coquilhada que tenham sido

transportados para o centro do lingote pela movimentação de correntes convectivas no metal líquido, podendo subsistir se o superaquecimento do metal líquido não for elevado; (ii) Por partículas as quais são arrancadas dos ramos dendríticos localizados na zona colunar, sendo empurrados para a região central pela ação de correntes de convecção; (iii) Pela formação de núcleos na superfície livre do metal líquido quando em contato com o meio ambiente, sendo estes transportados para o interior do lingote.

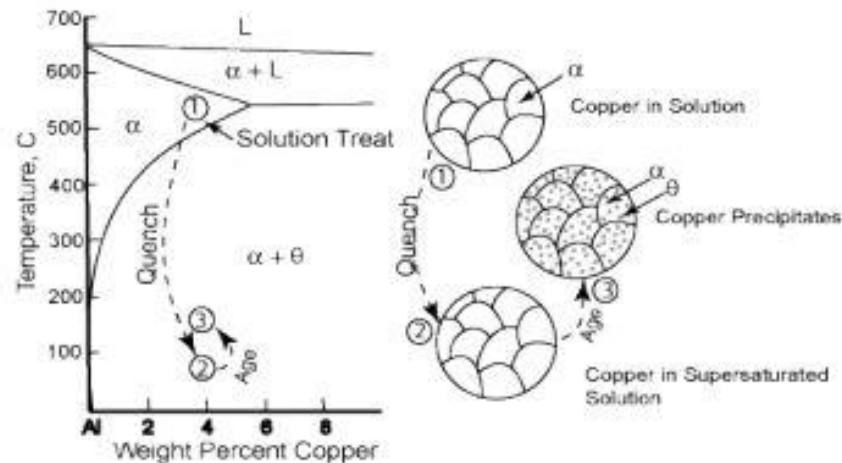
2.5 Tratamentos Térmicos

Os tratamentos térmicos são operações que visam de acordo com Moreira (2006), promover o aquecimento, resfriamento e encharque térmico controlados sob as estruturas dos materiais, dos quais alteram muitas vezes as características estruturais das ligas, visando otimizar portanto, suas propriedades. Na maior parte das estruturas metalográficas dos materiais, possuem estruturas brutas de solidificação, instáveis e com tensões residuais que consequentemente, são os resultados dos processos de fundição. Tais tensões ocorrem normalmente porque as taxas de solidificação são elevadas, e os compostos que se formam não se distribuem de forma homogênea na estrutura durante a solidificação, devido ao tempo, que não é o suficiente. Contudo, a realização de tratamentos térmicos melhoram significativamente, as propriedades mecânicas dos materiais, evitando até a quebra de peça quando estão sob aplicações, tendo em vista a precipitação e/ou solubilização de compostos microestruturais.

Segundo ASM INTERNATIONAL (1990), quando os tratamentos térmicos são aplicados às ligas de alumínio, obtém - se como objetivo, aumentar a resistência mecânica e dureza através da precipitação de ligas fundidas e trabalhadas. Nestes casos, as ligas podem ser denominadas como “ligas tratáveis” e “ligas não - tratáveis”. O primeiro termo, tratáveis, refere-se para distingui-las de ligas que não alcançam aumento de resistência considerável através do tratamento térmico. O segundo termo, não - tratáveis, dependem dos trabalhos a frio para o aumento de resistência mecânica.

Ligas de alumínio solidificadas podem passar por diferentes tipos de tratamento térmico (homogeneização para remover tensões residuais e formar partículas; recozimento para eliminar, parcial ou totalmente, os efeitos do trabalho a frio; solubilização para dissolver as partículas de segunda fase em uma única fase e envelhecimento artificial para endurecer por precipitação). A Figura 13 representa este referente processo.

Figura 13 - Sequência de um tratamento térmico de endurecimento em ligas de Al



Fonte: Adaptado de Center, Thermal Treatments (2017).

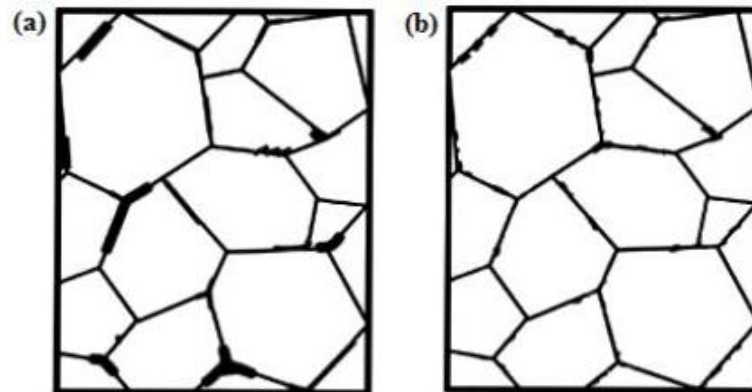
2.5.1 Homogeneização

De acordo com Philipson (2002), este tratamento térmico é realizado em temperaturas em torno de 500°C dependendo da composição de cada liga, tendo como objetivo diminuir segregações, controlar algumas características mecânicas e estruturais advindas da indústria metalúrgica, como as propriedades mecânicas, tamanho de grão, estampabilidade dimensional, e por fim, proporcionando o aumento da ductilidade do material.

Durante o resfriamento lento procedente ao tratamento térmico de homogeneização, ocorre a reprecipitação de partículas de segunda fase não localizada, ou seja, mais dispersa, e não muito significativa no interior das dendritas. Além disso, uma das maiores vantagens deste tratamento térmico, é a formação da esferoidização de partículas que contém ferro quase que insolúveis, do qual quanto maior for a solubilidade e a difusibilidade dos elementos contidos nas partículas, maior será a esferoidização formada no material (HATCH, 1990).

Ainda conforme Hatch (1990), no que se refere à presença de segregação e partículas de segunda fase, elementos como manganês, cromo e zircônio possuem um efeito diferente do ferro e do silício, pois possuem na região central da dendrita - (que é a primeira a se solidificar) maior teor desses elementos do que a região dos contornos, que é a última a se solidificar, separados por uma reação peritética, que durante a solidificação ocorre de maneira inversa das partículas que não contêm esses elementos. Assim, a solução sólida formada pelos os mesmos estão supersaturadas, o que resultam da difusibilidade relativamente baixa destes elementos no estado sólido. A Figura 14 representa de forma esquemática, a comparação da estrutura da liga antes e após ao tratamento térmico de homogeneização.

Figura 14 – Comparação da estrutura da liga antes e após ao tratamento térmico de homogeneização



Fonte: ABAL (2011, p. 62).

2.5.2 Recozimento

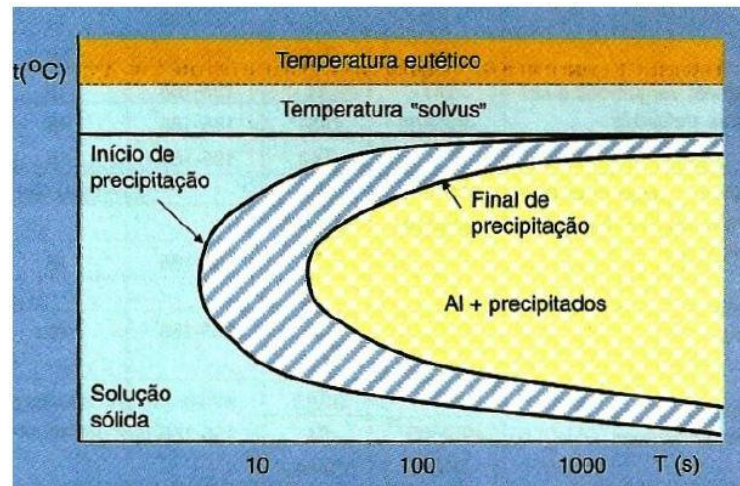
O tratamento térmico de recozimento, de acordo com Askeland e Phulé (2008), é usado para eliminar os efeitos indesejáveis que as vezes são formados, do trabalho mecânico a frio. Em baixas temperaturas, pode ser usado para eliminar as tensões residuais adquiridas durante o trabalho a frio, sem afetar as propriedades mecânicas da peça quando finalizada. Após ao recozimento, mais trabalho a frio pode ser realizado em função da deformação plástica, uma vez que a ductilidade do material está restaurada.

Em muitos materiais metálicos, necessita - se de uma combinação entre resistência e tenacidade ao material. Para isso, o trabalho mecânico a frio é posto em prática, e conseqüentemente o tratamento térmico de recozimento para manter a tenacidade em níveis adequados (ASKELAND e PHULÉ, 2008).

2.5.3 Solubilização

O tratamento térmico de solubilização baseia - se na dissolução dos precipitados endurecedores a uma liga com aquecimento, sob temperatura suficientemente alta. Portanto, na prática deve - se estabelecer uma temperatura máxima para que o aquecimento ocorrido no material não cause fusão de constituintes, tal qual dependendo da quantidade e da distribuição dos mesmos, comprometeria o acabamento e/ou integridade estrutural da peça (PHILIPSON, 2002). A Figura 15 representa a relação Temperatura x Tempo x Transformação, do referente tratamento térmico.

Figura 15 – Diagrama temperatura x tempo x transformação



Fonte: ABAL (2011, p. 97).

Segundo Mager (2008), os principais objetivos deste tipo de tratamento são: aumentar a ductilidade, aliviar tensões, produzir microestruturas desejadas, e em caso de ligas que são endurecíveis por precipitação, condicionar o material para o tratamento térmico de envelhecimento através da dissolução de precipitados e reduzir a dureza.

Quanto mais alta a temperatura, e mais longo o tempo de tratamento, a tendência para o crescimento de grãos recristalizados será maior, o que resultará no prejuízo do acabamento superficial e nas propriedades mecânicas do produto finalizado. As práticas de solubilização nos materiais são estabelecidas de acordo com as leis de transferência de calor, cinética das reações de dissolução dos precipitados, temperaturas limites e características dos fornos para a determinação dos tempos de tratamento (ABAL, 2011).

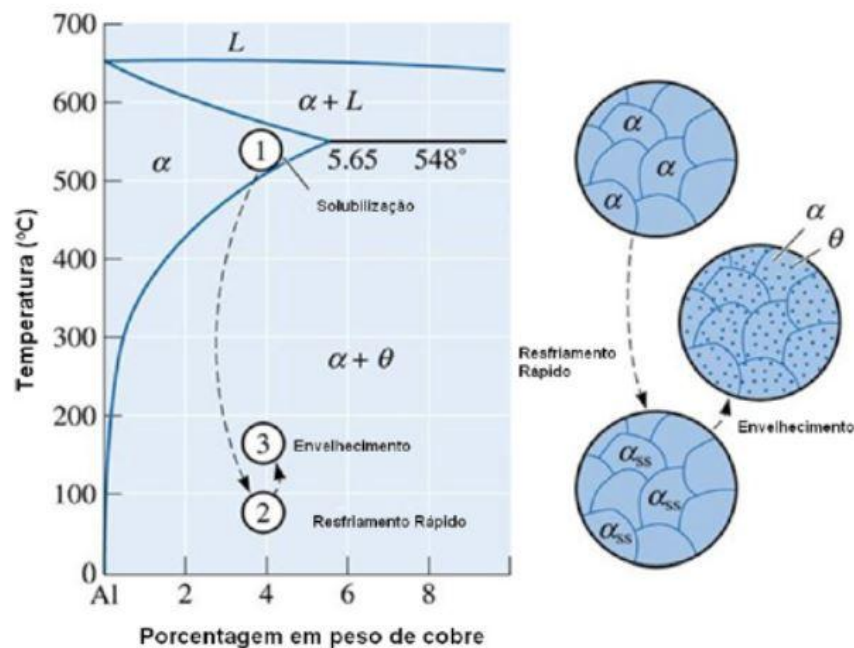
Para cada tipo de liga, é aplicada uma determinada temperatura, do qual após isso é feita a etapa de resfriamento rápido em água, prevenindo temporariamente a precipitação dos elementos na liga (PHILIPSON, 2002). O propósito de resfriamento é evitar a obtenção da maior quantidade possível destes elementos em solução sólida e evitar a formação da fase de equilíbrio. Para a obtenção de alta resistência, depende - se da aplicação de altas taxas de extração de calor. Contudo, a taxa de resfriamento não deve ser muito elevada, evitando a ocorrência de tensões residuais e distorções nos componentes tratados (FREITAS, 2014).

2.5.4 Envelhecimento

O tratamento térmico de envelhecimento possui três etapas principais: solubilização, resfriamento rápido e envelhecimento. A primeira etapa tem como objetivo principal produzir

uma solução sólida homogênea, através do aquecimento da liga acima da temperatura *solvus* (ponto 1 da Figura 16) e manter sob temperatura constante, na qual reduz a segregação química da liga original através das dissoluções de quaisquer precipitados. Após esta etapa, o resfriamento rápido (ponto 2 na Figura 16), forma uma solução sólida supersaturada, da qual não ocorre a formação de outra fase devido a este regime de resfriamento, logo os átomos não obtiveram tempo para difundir - se. Na última etapa nomeada de envelhecimento (ponto 3 na Figura 16), ocorre um aquecimento abaixo da linha *solvus*. Por este motivo, ocorre a difusão dos átomos em distâncias muito curtas, para locais de nucleação, onde a ocorrência de precipitados muito pequenos, distribuídos de forma dispersa no material, contribuirá para o endurecimento de forma efetiva do mesmo (ASKERLAND; PHULÉ, 2008).

Figura 16 – Etapas do processo térmico de Envelhecimento



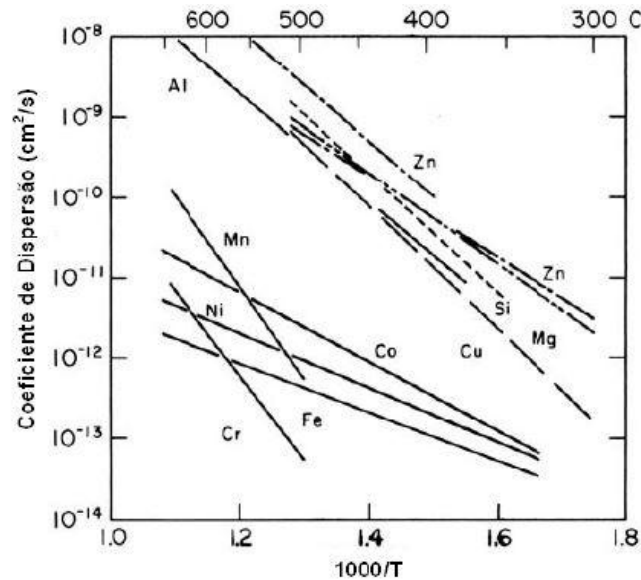
Fonte: Askerland e Phulé (2008).

Existem dois tipos de envelhecimento, o natural e o artificial. O natural ocorre quando a liga após a têmpera, é deixada à temperatura ambiente. Na artificial, têm - se como objetivo o aquecimento das ligas, para que ocorra a aceleração do processo de precipitação. Obtém como finalidade à obtenção densa e uniforme de precipitados, que uma vez presentes, dificultam o movimento das discordâncias durante a deformação plástica, os forçando a passarem através dos precipitados ou nos contornos deles (KAVALCO, 2011).

Conforme ainda Kavalco (2011), dependendo dos elementos de liga adicionados ao material, estipula - se a temperatura necessária para envelhecer uma amostra, do qual a taxa de

difusão de cada elemento de liga adicionado, possui uma relação direta ao tempo do tratamento térmico de envelhecimento. A Figura 17 contribui para a determinação de quais elementos obterão uma melhor dispersão ao material aplicado, em uma determinada temperatura.

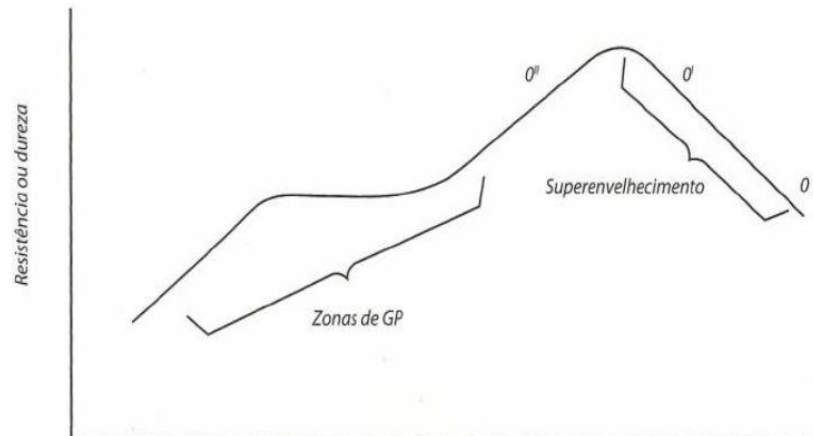
Figura 17 – Coeficiente de difusão para vários elementos no alumínio



Fonte: Hatch, 1984.

Segundo Rossi (2004), o primeiro precipitado a ser nucleado no processo de envelhecimento é nomeado de Zona de Guinier e Preston (GP), que por possuir baixa energia de interface, é coerente com a matriz. Quando ocorrem a formação das zonas de GP, a dureza aumenta em virtude das tensões necessárias para movimentar as discordâncias através de zonas coerentes que geram tensão e deformação no novo arranjo cristalino. Devido ao contínuo deslocamento das discordâncias através de uma matriz altamente deformada pelos precipitados coerentes, a dureza continua a aumentar com a formação dos precipitados θ'' . Porém, com a formação do precipitado θ' , as discordâncias são capazes de contorná-los e a dureza começa a diminuir, devido ao maior espaçamento entre eles. A máxima dureza é adquirida com a combinação dos precipitados θ'' e θ' . Quanto maior é o tempo de duração do envelhecimento, maior é a distância entre os precipitados, facilitando o deslocamento dos mesmos e conseqüentemente, diminuindo a dureza. A Figura 18 mostra esse mecanismo.

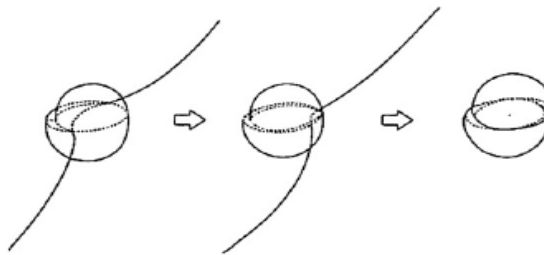
Figura 18 – Influência do tempo de envelhecimento sobre a dureza



Fonte: Freitas, 2014.

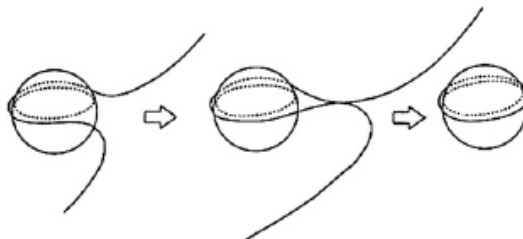
A formação de precipitados menores, coerentes e com menor resistência durante a deformação plástica da liga, podem ser cortados pelas discordâncias e nomear o processo a Efeito Friedel. Contudo, quando ocorrem a formação de precipitados maiores, não coerentes e mais resistentes, as discordâncias se “curvam” para atravessá-los, aumentando sua resistência mecânica. Tal fenômeno é conhecido como Mecanismo de Orowan (MARTIN, 1968; POLMEAR, 2006; SJÖLANDER E SEIFEDDINE, 2010). Uma representação do Efeito Friedel e do Mecanismo de Orowan podem ser visualizados nas Figuras 19 e 20.

Figura 19 – Precipitado sendo cortado durante o deslocamento das discordâncias – Efeito Friedel



Fonte: Gerold, 1979 apud Polmear, 2006.

Figura 20 – Precipitado impedindo a movimentação da discordância – Mecanismo de Orowan



Fonte: Gerold, 1979 apud Polmear, 2006.

Relacionando as propriedades mecânicas das ligas submetidas ao tratamento térmico, as mesmas são extremamente afetadas pelas características dos precipitados. Fatores como: forma, distribuição, tamanho, fração volumétrica e grau de coerência com a matriz atuam diretamente na capacidade de restrição ao deslocamento das discordâncias, logo a temperatura na qual é submetida o envelhecimento, é de extrema importância para que se obtenham propriedades estruturais e mecânicas ideais ao material estudado (ASM, 1990; Moy et al., 2012).

2.6 Parâmetros Estruturais do Metal

2.6.1 Conformação Plástica

De outras formas diversas das quais ocorrem em indústrias metalúrgicas, os processos de conformação ou deformação plástica no estado sólido, ocorrem alterações da geometria dos componentes dos quais são atingidos através de equipamentos e/ou ferramentas que permitem o escoamento do material em regime plástico. A exemplo, cita - se os processos de fundição, onde os materiais são adquiridos através do vazamento do material no estado líquido em moldes e posterior resfriamento, para o setor de maquinagem. Portanto, quanto ao aproveitamento do material, as características do processo de conformação plástica tornam - se muito eficientes (RODRIGUES, 2006).

Segundo Filho et al. (2011), é importante o estudo dos parâmetros de conformação plástica dos metais, porque quase todos os produtos metálicos atualmente produzidos são submetidos a tais processos. Os objetivos desses processos de uma forma resumida, são as concepções de produtos finais com a especificação de:

- a) Dimensão e forma;
- b) Propriedades Mecânicas;
- c) Condições superficiais e estruturais e;
- d) Relação qualidade x velocidades de produção x baixos custos de fabricação.

De acordo com o mesmo autor, os processos de conformação plástica dos metais podem ser classificados de acordo os referentes critérios:

- a) Temperatura de trabalho;
- b) Esforço predominante;
- c) Geometria do material trabalhado
- d) Tamanho da região deformada;

- e) Tipo de fluxo do material – (estacionário ou intermitente) e;
- f) Tipo de produto obtido – (acabado ou semi - acabado).

Ao especificar estes processos termomecânicos, ou seja, a junção de processos mecânicos e tratamentos térmicos, o metal passa por uma série de modificações estruturais, e o estudo e entendimento da conformação mecânica a frio, também chamada de encruamento, assim como, os mecanismos de recuperação e recristalização, serão indispensáveis durante os estudos dos materiais, uma vez que durante o processamento, ocorrem tais mecanismos.

2.6.2 Encruamento

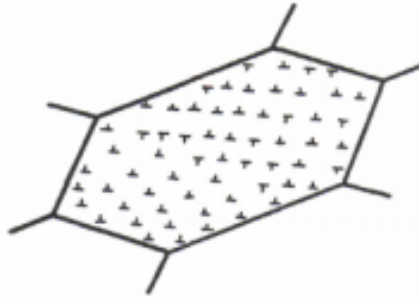
O encruamento por meio da deformação plástica a frio, consiste no aumento da resistência mecânica, obtendo como consequência, a diminuição de sua ductilidade. Este processo também é conhecido por trabalho a frio, ou endurecimento a frio. Este tipo de processamento é muito vantajoso em materiais utilizados na construção civil, automobilística, entre outros (FERRARI, 2008).

Segundo Arzamasov (1989), devido as diferentes estruturas cristalinas de um material para o outro, eles não se comportam da mesma forma. Um dos fatores em que determinam o comportamento de deformação da microestrutura de um material metálico, é a energia de defeito de empilhamento (EDE).

A EDE é um defeito bastante comum nos materiais cúbicos de face centrada (CFC), e pode ser identificado em pequenas regiões do material, quando há uma falha na sequência de empilhamento de planos compactados. Os defeitos são limitados por discordâncias parciais, das quais se repelem. Quanto maior for a energia por unidade de área do defeito de empilhamento, mais próximas estarão as discordâncias parciais, de modo a minimizar a área defeituosa (PADILHA, 2000).

Metais com baixa EDE, de acordo com Ferrari (2008), tendem a formar uma distribuição mais homogênea das discordâncias – (identificado na Figura 21), porém, com menor mobilidade. Logo, as discordâncias obterão maiores dificuldades de se aniquilarem, devido a maior distância entre si. O resultado será a dificuldade de ocorrer fenômenos do tipo escorregamento cruzado (*cross – slip*) e escalagem de discordâncias (*climb*).

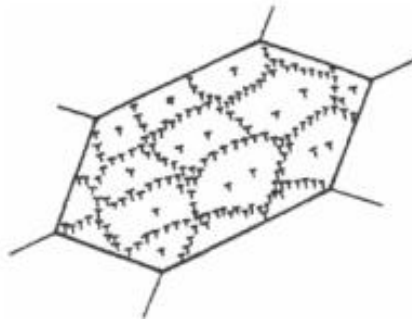
Figura 21 - Representação da distribuição homogênea de discordâncias em metais de baixa EDE



Fonte: FERRARI, 2008.

Conforme ainda o mesmo autor, materiais com alta EDE, tal como o alumínio, apresentam distribuição de discordâncias com associação maiores. Essa associação contribui para a maior mobilidade das discordâncias, facilitando a aniquilação das que obtêm sinais opostos, justificando o fato de que metais com elevada EDE, apresentam menor densidade de discordâncias, do que os metais de baixa EDE, quando é considerado o mesmo grau de deformação. A Figura 22, representa tal comportamento.

Figura 22 - Representação dos metais CFC que apresentam uma distribuição de discordâncias com uma associação grande



Fonte: FERRARI, 2008.

Um dos parâmetros cruciais para a caracterização microestrutural do material, mesmo em pequenas alterações, é a temperatura. A conformação mecânica em temperaturas mais baixas, tendem a diminuir a mobilidade das discordâncias, além de diminuir a EDE. Conseqüentemente, significa também, diminuir a ductilidade do material (PETERZOW, 1978).

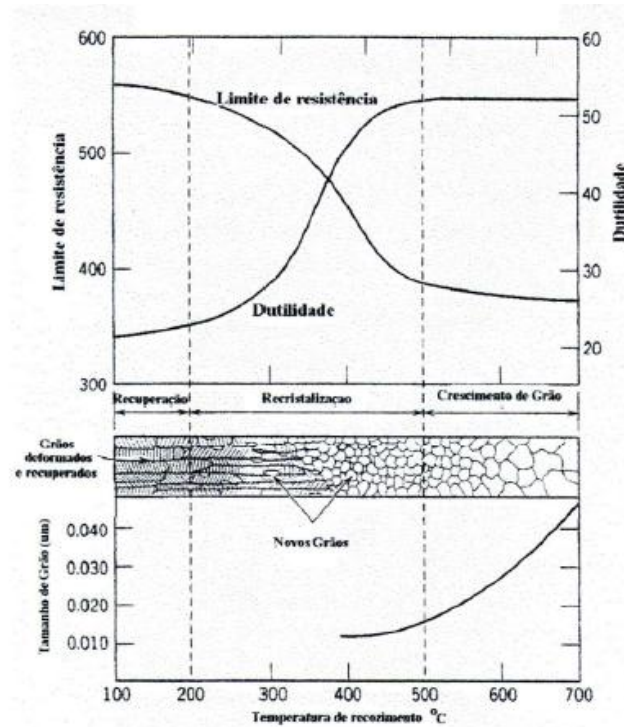
2.6.3 Deformação Heterogênea na Microestrutura

Devido à diversas ocorrências de deslizamentos de diversas origens, os materiais em geral, apresentam uma estrutura heterogênea (PADILHA, 1995). Segundo Arzamasov (1989), as regiões que obtêm maiores defeitos cristalinos, são as que mais apresentam heterogeneidade durante a sua formação. A partir dessas regiões, é que são constituídos os chamados sítios de

nucleação, que são núcleos formados durante a deformação plástica. Uma vez que os metais possuem características diferentes, naqueles em que ocorrem formação de bandas de transição, cisalhamento e maclas mecânicas, a nucleação inicia - se nas intersecções das heterogeneidades, ou próxima a elas.

A Figura 23 exemplifica uma esquematização do comportamento das propriedades mecânicas e estruturais, no que condiz a resistência mecânica e ductilidade do material, submetidas ao trabalho de conformação mecânica a frio, procedido de processos térmicos.

Figura 23 - Comportamento das propriedades físicas do material com relação ao processo envolvido



Fonte: BUSO, 2004.

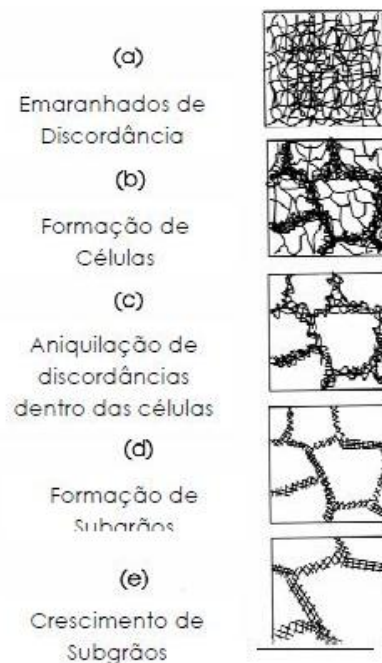
2.6.4 Recuperação e Recristalização

Os fenômenos de recuperação e recristalização, conforme Humphreys (1996), são determinados pela quantidade de energia armazenada durante os processos de deformação plástica. A microestrutura do material deformado, desta forma, é afetada em função da pureza do material, temperatura, orientação e grau de deformação. E especificamente pautando no crescimento e na orientação dos núcleos, que originarão os grãos após aos processos de recuperação e recristalização.

2.6.5 Recuperação

Em virtude da recuperação, a microestrutura original trabalhada a frio é composta por grãos deformados, que obtém uma grande quantidade de discordâncias emaranhadas. Apesar do aquecimento em baixa temperatura, do qual remove as tensões residuais causadas pelo tratamento a frio, a densidade de discordâncias são quase inalteradas. Este fato é justificado, devido a quantidade total de discordâncias que não são diminuídas durante a recuperação. Além disso, a mesma restaura a condutividade elétrica do material, permitindo a fabricação de fios de cobre ou alumínio para a transmissão de energia elétrica (ASKELAND; PHULÉ, 2008). A Figura 24 exemplifica os estágios da recuperação.

Figura 24 – Estágio do mecanismo de recuperação



Fonte: Humphreys, 1996.

2.6.6 Recristalização

Mesmo após o processo de recuperação estar completo, os grãos ainda se apresentam em um estado de EDE relativamente elevado. A recristalização, segundo Callister (2001), é o processo de formação de um novo conjunto de grãos livres de deformação equiaxiais, possuindo baixas densidades de discordâncias e são naturalmente característicos das condições que existem antes do processo de trabalho a frio. Os novos grãos na forma de núcleos muito

pequenos, crescem até substituírem completamente o seu material de origem, consistindo em processos que envolvam difusão.

De acordo com Askeland e Phulé (2008), a temperatura de recristalização algumas vezes, especifica o comportamento da recristalização de uma liga metálica, do qual depende diretamente da porcentagem de trabalho a frio aplicado ao material.

2.7 Partículas de Segunda Fase

A adição de elementos de liga aos materiais, é relacionado com o aumento de resistência mecânica e endurecimento em materiais metálicos, que sofrem diretamente influência com a presença de partículas de segunda fase, que agregadas na matriz cristalina, formam características específicas para cada material. Ressalta - se que as mesmas são definidas segundo o seu modo de deformação plástica e na sua habilidade em dissolver - se na matriz, sendo assim, divididas em quatro classes:

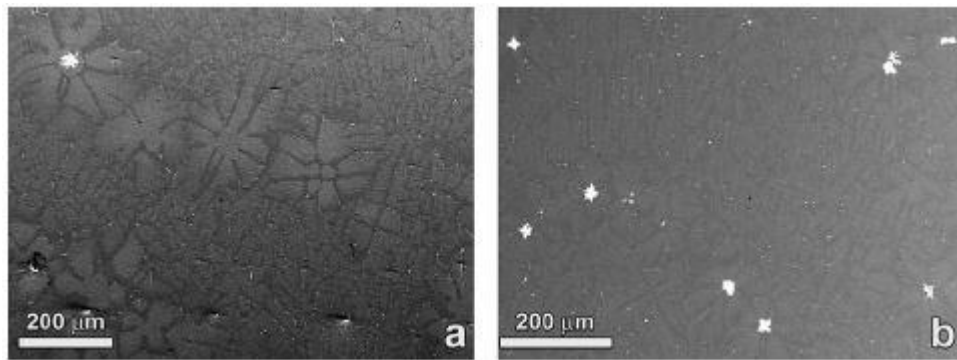
- Partículas Primárias;
- Constituintes;
- Precipitados;
- Dispersóides.

2.7.1 Partículas Primárias

Partículas primárias são as primeiras partículas sólidas formadas durante o processo de solidificação de ligas metálicas, por exemplo, as partículas primárias propperitéticas de Al_3Ti , formada na solidificação da liga Al - 0,22% Ti hipoperitética (KNIPLING et al., 2007).

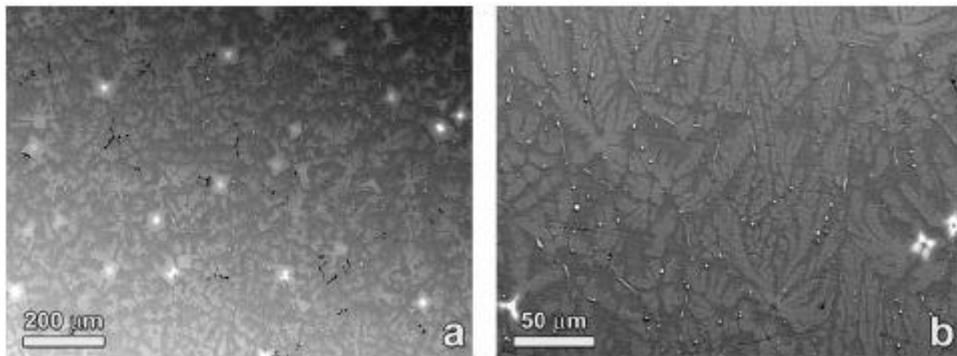
Estas partículas apresentam um grande potencial de refinar o grão do metal a ser solidificado, pois atuam como substratos (nucleantes) (KNIPLING, 2006).

Figura 25 – Imagens de elétrons secundários SEM de Al-0.2Zr como solidificado. Painel (a) exibe o topo do lingote. Painel (b) exibe o fundo do lingote. Vários precipitados primários de Al_3Zr semelhantes a pétalas (contraste de luz) são observados



Fonte: Knipling, 2006.

Figura 26 – Imagens de elétrons secundários SEM de Al-0.2Zr-0.2Ti solidificado. Numerosos precipitados primários Al_3 ($Zr_{1-x}Ti_x$) são observados. Painel (a) exibe o topo do lingote. Painel (b) exibe o fundo do lingote. Menos precipitados primários são observados

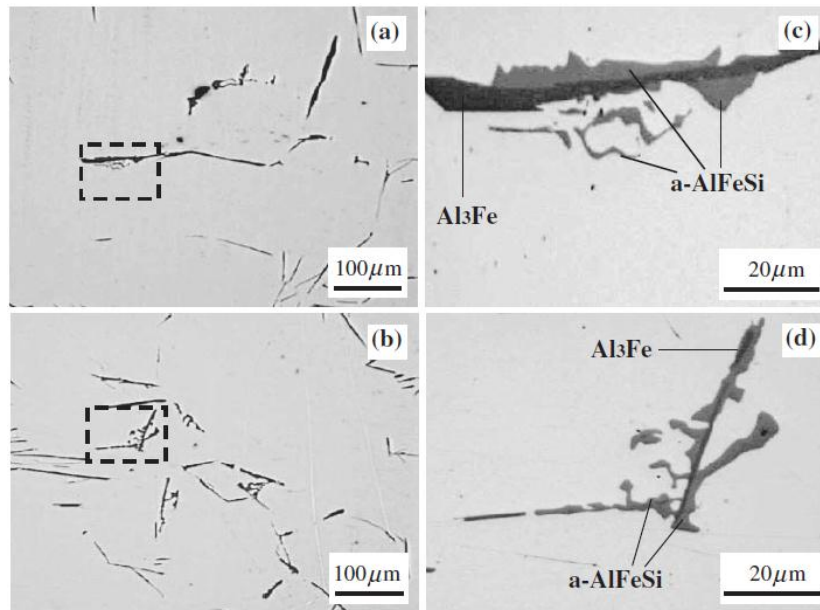


Fonte: Knipling, 2006.

2.7.2 Constituintes

Os constituintes são compostos intermetálicos formados por reações invariantes, como eutética e a eutetóide, que durante a solidificação, segregam para os limites dos grãos. Dependendo de sua composição na matriz, muitos desses constituintes são solúveis e dissolvem-se durante o pré aquecimento dos lingotes antes dos processos de deformação, ou durante o tratamento térmico de solubilização de perfis fundidos ou produtos trabalhados. Na medida em que ocorrem variações das taxas de solidificações, o tamanho e a forma dos constituintes sofrem alterações. A Figura 27 por exemplo, mostra o constituinte eutético do Sistema Al-Fe (Al_3Fe) envolvido por um composto $\alpha-AlFeSi$ possível de se formar em ligas de Al-Fe-Si.

Figura 27 - Microscopia ótica de amostras solidificadas (a) sem e (b) com vazamento em molde magnético AC mostrando uma associação entre Al_3Fe e $\alpha-AlFeSi$ (c) e (d) um aumento na ampliação das micrografias das áreas tracejadas das figuras (a) e (b) respectivamente



Fonte: HAN *et al*, 2006.

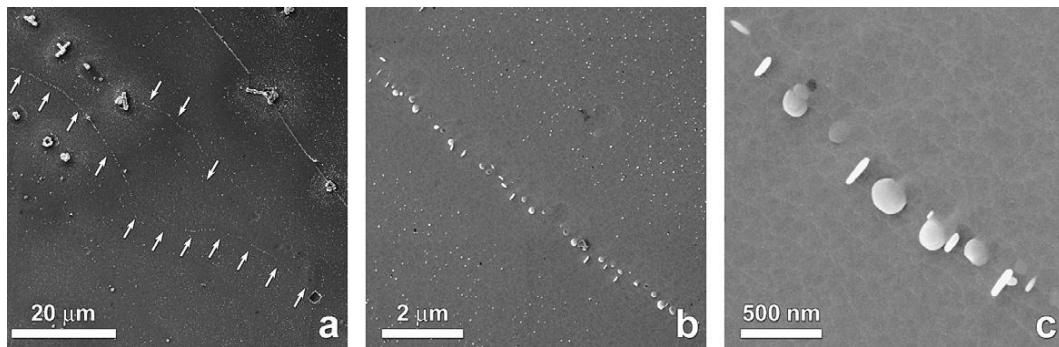
As partículas constituintes proporcionam um aumento na resistência mecânica das ligas, devido a interface não coerente com a matriz, do qual desta forma, interfere na mobilidade das discordâncias e dos contornos de grão (ASM INTERNATIONAL, 2004).

2.7.3 Precipitados

As precipitações das partículas podem se formar durante algum mecanismo termal abaixo da linha *solvus*. No tratamento térmico de solubilização aplicado ao material, todos os precipitados se dissolvem e os mesmos podem formar - se durante o resfriamento do tratamento térmico de solubilização, nos grãos e contornos de subgrãos.

Segundo Knipling (2006), o sistema Al-Zr apresenta uma promessa particular para o desenvolvimento de ligas de Al fortalecidas por precipitação e termicamente estáveis. Com o tratamento térmico de envelhecimento, a decomposição de soluções sólidas supersaturadas de Al-Zr ocorre pela nucleação de precipitados Al_3Zr com uma estrutura L_{12} cúbica metaestável até a temperatura de $500^{\circ}C$, do qual é o resultado do mecanismo de difusão muito lento do Zr em Al. A Figura 28 exemplifica precipitados de Al_3Zr de estrutura D_{023} obtidas após ao tratamento térmico de envelhecimento de $500^{\circ}C$ por 100h.

Figura 28 - Micrografia de MEV de precipitados de Al_3Zr (D023) na liga Al-0,10Zr envelhecidas a $500^\circ C$ por 100h (a) flechas indicando linhas de precipitados nucleados heterogeneamente (b) zona livre de precipitados (c) morfologia da fase D023



Fonte: Knipling, 2006.

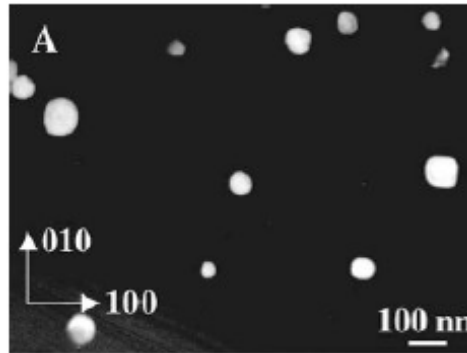
2.7.4 Dispersóides

Os dispersóides podem formar – se, durante o estado sólido de precipitação, durante a fase de pré – aquecimento de lingotes ou durante o tratamento térmico de perfis fundidos de elementos supersaturados de baixa difusão.

Os elementos Mn, Cr, Ti e especificamente Zr, são típicos elementos formadores de dispersóides, do qual diferentemente do mecanismo de precipitação que oferece ao material o endurecimento, os dispersóides são virtualmente impossíveis de dissolverem - se completamente. Os dispersóides não são tratáveis termicamente e também estabilizam a subestrutura de deformação durante a elevadas temperaturas (ASM INTERNATIONAL, 2004).

Conforme Mikhaylovskaya et al., (2018), a eficácia dos dispersóides para controlar a recristalização depende do seu tamanho, espaçamento e distribuição entre partículas, sendo estes parâmetros fortemente influenciados pelo processo de homogeneização. A exemplo de dispersóides tem-se a Figura 29, do qual mostra - se a imagem de dispersóides estruturados em partículas de Al_3Sc .

Figura 29 - Exemplos de dispersóides estruturados em partículas de Al₃Sc

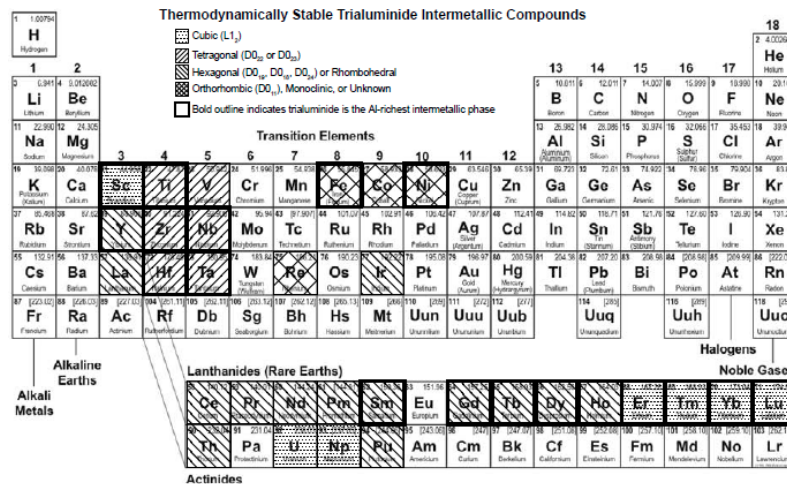


Fonte: TOLLEY et. al., 2004.

2.8 Trialuminetos

Como sugerido por Fine (1975), os compostos intermetálicos formados com a matriz metálica de Al são os candidatos mais promissores para o fortalecimento de partículas de segunda fase, dos quais apresentam características atrativas que incluem: alta ductilidade, boa estabilidade térmica, alta resistência específica e excelente resistência à oxidação. Enquanto vários compostos intermetálicos podem ser usados para fortalecer o Al, compostos de trialuminetos do tipo Al₃X, sendo X um elemento dos metais de transição, lantanídeos, ou de uma série dos actinídeos, têm despertado considerável interesse devido ao seu potencial uso como um material estrutural de alta resistência aplicado para altas temperaturas (KNIPLING, 2006). A Figura 30 apresenta um tabela periódica com elementos capazes de formar tais compostos.

Figura 30 - Elementos de liga para o Al que formam compostos intermetálicos, trialuminetos (Al₃M) estáveis termodinamicamente, com estrutura em equilíbrio indicada

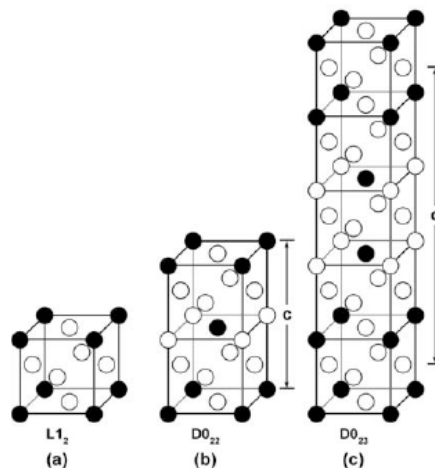


Fonte: KNIPLING, 2006.

Ainda segundo Knipling (2006), os elementos do Grupo 4 (Ti, Zr, Hf) e Grupo 5 (V, Nb, Ta), que cristalizam com as estruturas tetragonais de corpo centrado $D0_{22}$ (ou $D0_{23}$ para o Al_3Zr), na sua forma monolítica, têm recebido atenção considerável como material potencial de alta resistência, mais notavelmente Al_3Ti uma vez que é o menos denso desta classe ($3,36 \text{ g/cm}^3$).

Contudo, Knipling (2006) ressalta que a estrutura tetragonal de baixa simetria desses materiais, tornam essas fases intrinsecamente frágeis. As estruturas $D0_{22}$ e $D0_{23}$ estão, intimamente relacionadas com a estrutura L_{12} cúbica – (Figura 31) e muito esforço concentrou – se na liga destes intermetálicos binários para transformá-los na estrutura de maior simetria L_{12} , na esperança de que o aumento do número de sistemas de deslizamentos independentes irá melhorar a resistência mecânica.

Figura 31 - Estruturas (a) L_{12} , (b) $D0_{22}$ e (c) $D0_{23}$



Fonte: Adaptado de YAMAGUCHI e INUI, 1994.

Por exemplo, o Al_3Ti ($D0_{22}$) pode ser transformado na estrutura L_{12} cúbica por meio da formação de ligas com elementos de transição no final do quarto período como: Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu ou Zn (KUMAR, 1990). Da mesma forma, os elementos: Li, Cr, Mn, Fe, Ni e Cu foram adicionados ao Al_3Zr para aumentar a estabilidade da estrutura L_{12} cúbica em ligas de Al-Zr (DESCH et al., 1991; MOON et al., 2002).

Carlsson e Mischter (1989), Xu e Freeman (1989;1991) apontaram através de cálculos iniciais que a estabilidade da estrutura $D0_{22}/D0_{23}$ em relação a estrutura L_{12} aumenta rapidamente, na medida que a contagem de elétron no metal de transição aumenta. Concluindo portanto, que a probabilidade de transformar a estrutura tetragonal estável em uma fase L_{12} cúbica metaestável é maior para os elementos do Grupo 4, do que para o Grupo 5. Enquanto houve a estabilização de fato dos compostos Al_3Ti e Al_3Zr na estrutura L_{12} pela adição de

elementos de transição no final do quarto período, esforços similares para produzirem trialuminetos cúbicos L_{12} do Grupo 5, como Al_3Nb e Al_3Ta , mostraram - se mal sucedidos.

Ainda, segundo Knipling (2006), uma vez que a diferença de energia livre entre o equilíbrio e estruturas metaestáveis é pequena, pode-se esperar que os trialuminetos de estrutura L_{12} , do Grupo 4 (Al_3Ti , Al_3Zr , Al_3Hf), sejam prontamente alcançáveis quando precipitado a partir da solução sólida. Onde tem sido relatado que a sequência de decomposição, durante o envelhecimento de ligas no estado de soluções sólidas supersaturada Al-Ti (OHASHI e ICHIKAWA, 1977; NIE e MUDDLE, 1996), de Al-Zr (IZUMI e OELSCHL, 1969; ZEDALIS e FINE, 1986), e Al-Hf (RYUM, 1975; PANDEY e SURYANARAYANA, 1989) ocorrem, em primeiro lugar, pela formação de uma fase cúbica L_{12} metastável, e somente com a prolongada exposição (centenas de horas) a altas temperaturas ($> 450^\circ C$) se transforma em estrutura tetragonal Al_3M ($D0_{22}$ ou $D0_{23}$ para o Zr) em equilíbrio.

Os trialuminetos de estrutura L_{12} cúbicos metaestáveis, pertencentes ao grupo 4, prontamente precipitam a partir de soluções sólidas supersaturadas e são cineticamente estáveis a temperaturas bem superiores a $400^\circ C$. Estes elementos de transição são também elementos difusores extremamente lentos, do qual é um requisito essencial para a retenção de força em qualquer liga submetida em altas temperaturas, devido à fração de volume intrinsecamente baixo das fases dispersas, e a necessidade da presença de precipitados morfologicamente finos (KNIPLING, 2006).

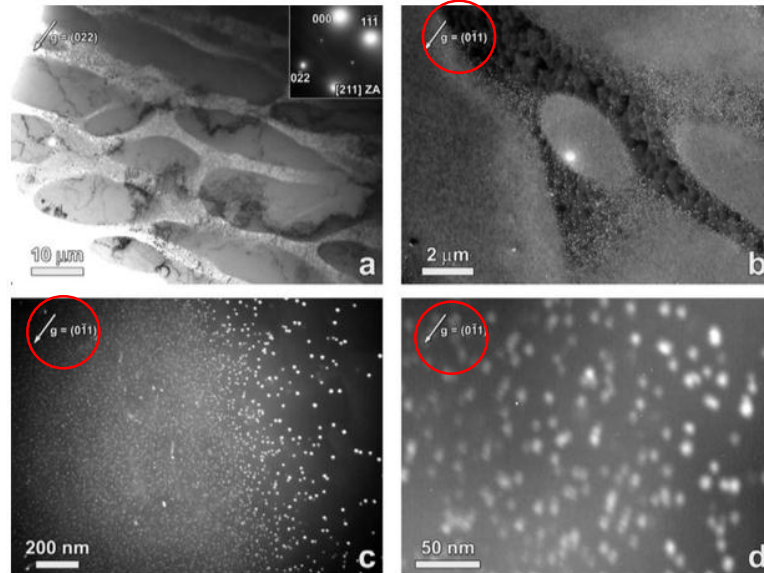
Neste referente trabalho, o elemento Fe também pode atuar como um facilitador para a estabilidade do trialumineto de Zircônio na forma estrutural cúbica L_{12} . Apesar dos efeitos de teores de Fe sobre a precipitação de trialuminetos serem dificilmente documentados, Knipling (2006) comenta que a presença de compostos do sistema Al-Fe-Si pode modificar significativamente a cinética de precipitação do Al_3Zr . Os trabalhos de Ohashi e Ishikawa (1970) comprovaram que de fato, isto ocorre em ligas de Al-Zr rapidamente solidificadas, porém é mais pronunciado com teores de Fe da ordem de 0,3%. O único estudo que analisa a modificação de precipitados de Al_3Zr por adições de Fe foi o trabalho de Desch et al., (1991), que utilizaram ligas da composição de: $Al_{-12,5}Fe_{-25}Zr$ obtidas pelo o processo de metalurgia do pó. Foram devidamente estudados e portanto identificados, precipitados $Al_{15}Fe_8Zr_6$, os quais são cúbicos, mas de uma estrutura ainda indeterminada.

2.8.1 Transformação para a Estrutura do Equilíbrio $D0_{23}$

De acordo com Knipling (2006), o sistema Al-Zr mostra uma premissa especial para o desenvolvimento de ligas de Al termicamente estáveis e fortalecidas por precipitação. A exemplo disso, obtém - se os trialuminetos, que quando ordenados precipitam durante o tratamento térmico de envelhecimento, a partir da solução sólida supersaturada, iniciando pela formação da estrutura metaestável L_{12} , e mantendo a altas temperaturas por muitas horas, assim, resultando em uma estrutura tetragonal $D0_{23}$ em equilíbrio.

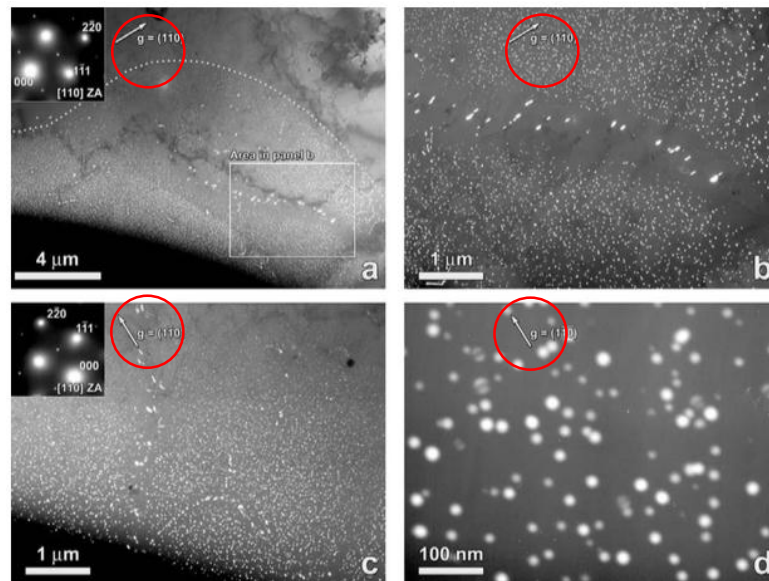
Nos estudos realizados por Knipling (2006), a transformação estrutural L_{12} para a $D0_{23}$, parece ocorrer aproximadamente sob temperatura a 500°C , porém nunca foram observados durante os tempos de envelhecimento prolongados - (acima de 1.600 h), a 425°C . Nas referentes ligas com idade isocronais, ou seja, a longos períodos, os precipitados $D0_{23}$ não são observados a 450°C - (Figura 32), porém são observados em uma extensão limitada a 525°C - (Figura 33). Após longos períodos de envelhecimento, acima de 100 h sob a 500°C - (Figura 34), a transformação é considerada extensa ao longo das discordância, embora a maioria dos precipitados ainda estejam estruturados em L_{12} .

Figura 32 – (a) Dendritas ricas em precipitados, (b) Aproximação de uma dendrita rica em precipitados, (c) Matriz de coalescência de espessamento de precipitados próximo a um contorno dendrítico, (d) Precipitados dendríticos L_{12}



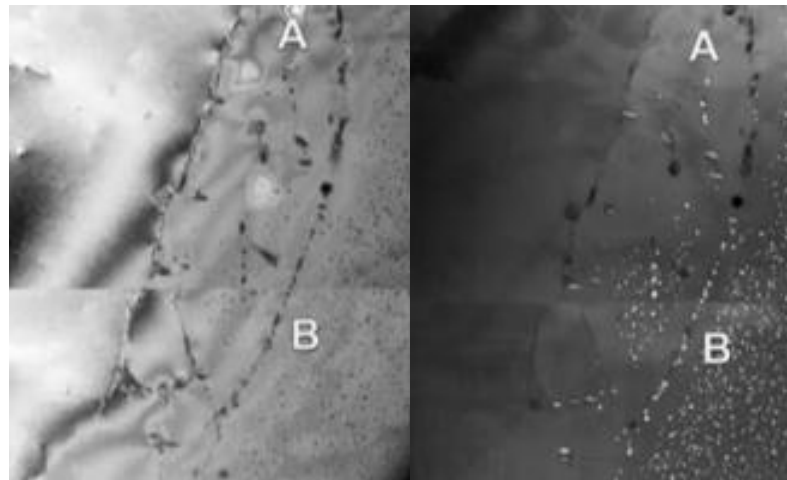
Fonte: KNIPLING, 2006.

Figura 33 – (a) Dendritas ricas em precipitados – D0₂₃ estruturados heterogeneamente em uma discordância, (b) Ampliação da região do em evidência em (a), (c) Matriz de coalescência de espessamento de precipitados, (d) Precipitados dendríticos L1₂



Fonte: KNIPLING, 2006.

Figura 34 – Micrografia da liga envelhecida 500 °C por 100 h



Fonte: Adaptado de KNIPLING, 2006.

A referente conclusão, concorda com os resultados de vários estudos na literatura científica. Zedalis e Fine (1986) observaram transformações na estrutura de equilíbrio D0₂₃ na liga Al-0,24Zr, sob tratamento térmico de envelhecimento, a 450°C. Suas amostras foram inicialmente laminadas a frio. Portanto, a alta densidade de deslocamentos explica porque esses pesquisadores observaram precipitados D0₂₃ a uma temperatura relativamente baixa.

Os autores Izumi e Oelschlägel (1969) relataram uma "fina dispersão de pequenas partículas redondas (estrutura cristalina L₁₂), que são distribuídas no interior das células dendríticas da estrutura fundida" em uma liga Al - 0,33% Zr envelhecida a 450°C. Mesmo após

longos períodos de envelhecimento (218h), estes pesquisadores relataram que os precipitados de Al_3Zr não haviam sofrido transformação à estrutura D0_{23} estável e os precipitados L_{12} eram resistentes ao coalescimento.

Ryum (1969) estudou a precipitação de Al_3Zr , estruturado em L_{12} em uma liga Al-0,15Zr envelhecida a 500°C , do qual nesta mesma temperatura, a estrutura do equilíbrio D0_{23} foi observada somente após longos períodos de envelhecimento, principalmente nos contornos de grão.

Rystad e Ryum (1977) estudaram a recristalização em uma liga Al-0,15Zr recozida na faixa de 400 a 600°C , do qual os mesmos observaram precipitados de Al_3Zr estruturados em L_{12} sob todas temperaturas, exceto a 600°C , quando houve a formação de precipitados Al_3Zr estruturados em D0_{23} , após o período de 8 horas.

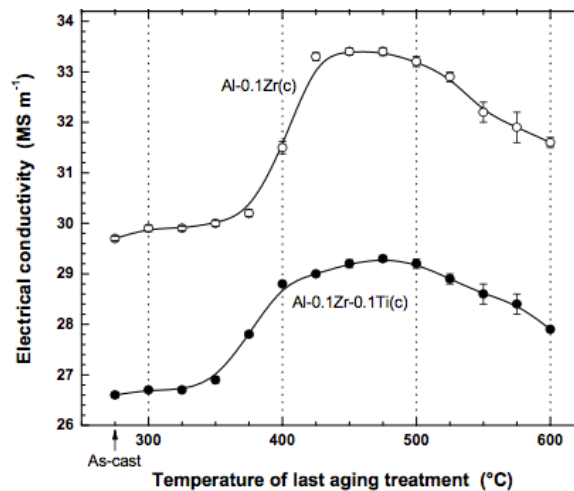
2.8.2 Influência dos Trialumínetos nas Ligas de Al-Zr

O sistema Al-Zr exibe potencial premissa para o desenvolvimento de ligas de alumínio fortemente estabilizadas, dos quais os precipitados Al_3Zr , têm sido estudados há muito tempo. Yuan, Liang (2011) analisaram que os precipitados Al_3Zr podem retardar o movimento do limite de grão durante o tratamento térmico e aumentar a temperatura de recristalização. Os mesmos ainda ressaltam, que as propriedades mecânicas das ligas dependem fortemente das mudanças microestruturais, portanto, a adição de Zr pode resultar em refinamento de grãos na liga, devido à presença de partículas finas de Al_3Zr , que atuam como núcleos de cristalização.

Estudos de Zhu et al., (2018) apontam que a adição de 0,20 em peso de Zr , refinou o tamanho de grão da liga como fundida, e a solução sólida foi responsável por formar uma fase de Al_3Zr secundária, do qual aumentou a resistência mecânica da liga. Os mesmos ainda ressaltam que devido ao Zr obter menor coeficiente de difusão entre os metais de transição, as ligas bases de alumínio resultam na formação de uma fase de Al_3Zr .

Segundo Knipling (2006) apud Nordheim (1931), a condutividade elétrica de uma liga é um meio sensível de monitoramento da decomposição de uma solução sólida supersaturada durante o envelhecimento. Em seu trabalho, Knipling usa a condutividade como uma das maneiras de avaliar a decomposição da solução sólida supersaturada em precipitados Al_3Zr após três horas de tratamento térmico, variando as temperaturas que foram aplicadas. Seus resultados mostram um aumento de condutividade elétrica até próximo de 500°C (Figura 35), que corresponde também ao início do super-envelhecimento.

Figura 35 - Evolução da condutividade elétrica com envelhecimento – (3 horas)

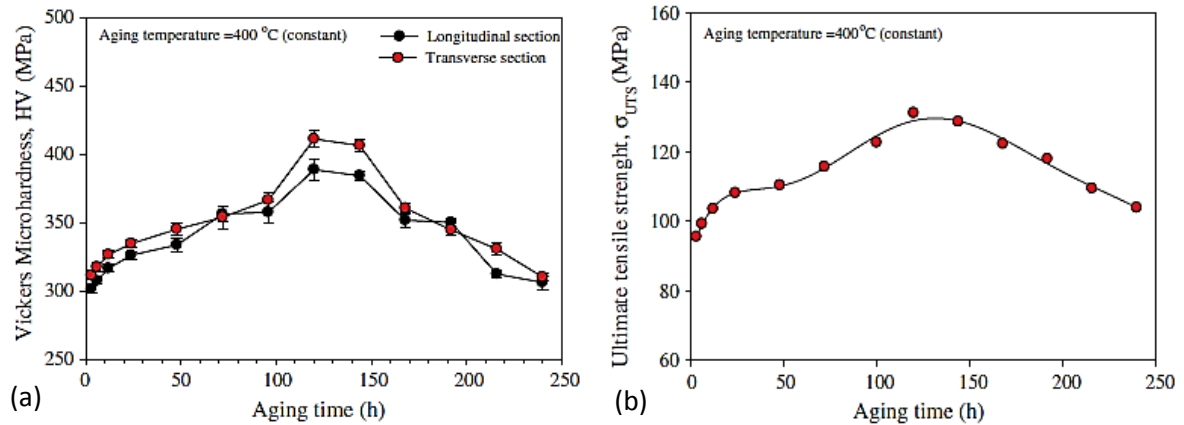


Fonte: KNIPLING, 2010.

A formação e distribuição de precipitados, afeta as propriedades, a resistência a tração e a microdureza das ligas, os quais terão resultados melhores o quanto menores e mais dispersos forem os precipitados, logo, para obter melhores ganhos nesses valores, o material deve ser devidamente tratado termicamente com a finalidade de obter - se precipitados refinados (EMIN et al., 2015).

Emin et al., (2015), realizou trabalhos com a liga de Al-0,25%Zr avaliando as propriedades mecânicas de microdureza e limite de resistência a tração, após tratamentos isotérmicos. Foi constatado que a microdureza aumenta na medida em que eleva - se o tempo de envelhecimento - (até 120 horas, conforme mostrado na Figura 36). No entanto, a microdureza diminui como resultado do superenvelhecimento. Os valores de resistência à tração também aumentam com o aumento do tempo de envelhecimento até atingir valores máximos às 120 h, e decaem como tempos maiores, indicando também o efeito do superenvelhecimento.

Figura 36 – (a) Variação da microdureza (HV) (b) Variação da resistência à tração final, com tempos de envelhecimento a uma temperatura de envelhecimento constante (400 ° C) para a liga Al-0,25 Zr



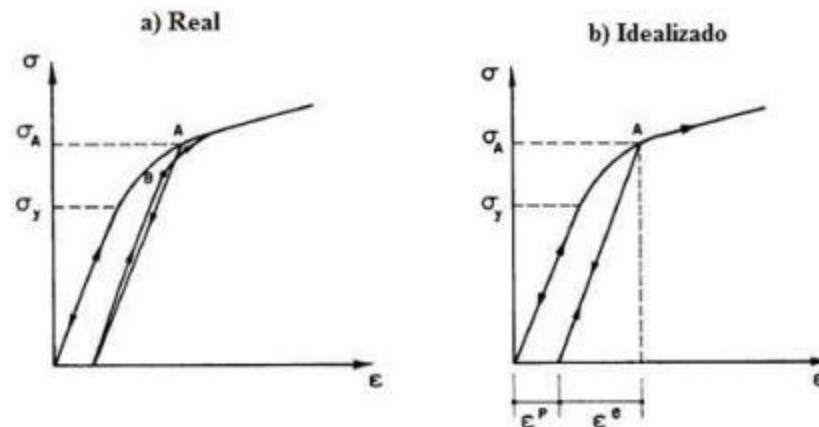
Fonte: Emin et.al., 2015.

2.9 Teoria da Plasticidade

Segundo Andrade (2017), a plasticidade é a propriedade exibida por muitos materiais sólidos, de sustentar a deformação permanente ou plástica, depois de ser submetida a certos carregamentos. A Teoria da Plasticidade fornece um quadro geral para descrição constitutiva do contínuo para o comportamento de uma das mais importantes classes dos materiais, do qual preocupa – se com o comportamento mecânico dos mesmos após terem sido submetidos a um programa de carregamento, sofrendo após isto, deformações plásticas, quando completamente descarregados. Em resumo, contribuições como a de Borges (2015), afirmam que o objetivo da Teoria é formular modelos constitutivos eficazes para descrever o comportamento fenomenológico de materiais em regime plástico.

Conforme observações de Souza Neto et al., (2008), a Teoria da Plasticidade é restrita para materiais que contém condições de não dependerem da taxa de aplicações de cargas, e é muitas vezes referida como taxa independente de plasticidade. Materiais que podem ser adequadamente descritos pela teoria são comumente chamados de materiais plásticos, e na engenharia, materiais tais como: metais, concreto, argilas, solos, rochas, entre outros, podem ser modelados sob regime plástico, com condições de interesse em aplicações. Na Figura 37 são ilustrados na curva tensão x deformação, os aspectos principais do comportamento plástico, real e idealizado, de um material metálico.

Figura 37 – Comportamento plástico: a) Real b) Idealizado



Fonte: Adaptado de PROENÇA, 1988.

Nos gráficos, Proença (1988) destaca algumas regiões:

- Da origem até ao ponto da tensão de escoamento, na primeira região (σ_y), ocorre o regime elástico. Nessa região, o carregamento e o descarregamento percorrerão o mesmo caminho, sem o aparecimento de deformações residuais. A deformação resultante chama – se deformação elástica, que desaparece no momento do descarregamento, do qual a tensão torna – se nula.
- A segunda região, compreendida entre o ponto que atinge a tensão de escoamento (σ_y), até ao ponto A, ocorre o regime plástico do material. O descarregamento a partir desse ponto percorrerá um caminho diferente e paralelo ao caminho do regime plástico. Ao atingir o valor nulo, a tensão após sofrer o descarregamento, resulta na deformação residual. Tal deformação, é conhecida como deformação plástica, sendo essa deformação permanente.

Um material, ao ser deformado plasticamente, tanto o Módulo de Elasticidade quanto o limite de escoamento, tende a aumentar, o tornando mais rígido. Essa evolução do limite de escoamento do material, acompanhado da rigidez da deformação é nomeada como endurecimento, que é caracterizado pela dependência do limite de escoamento do material, em relação ao histórico de carregamento e na deformação plástica a qual foi submetido (NEVES, 2015).

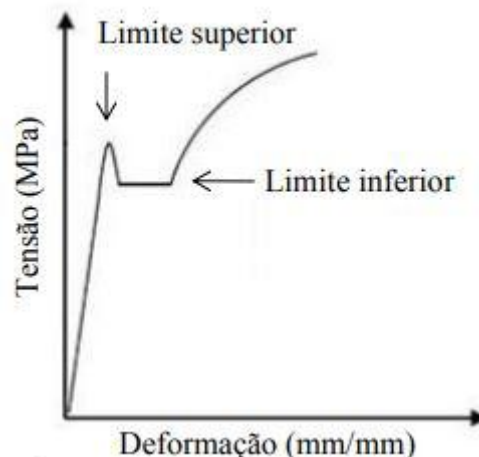
Na engenharia, conforme Neves (2015), a maioria dos componentes estruturais são projetados para trabalhar dentro do regime, dos quais as falhas de materiais significam a presença de deformações plástica na estrutura do material. Porém, em determinadas aplicações industriais, a presença de deformações plásticas é bem vista, como a exemplo disso, processos

de produção de estampagem ou forjamento, onde é necessário a formação de deformações permanentes no material para confecção de peças, reforçando a importância da Teoria da Plasticidade.

2.9.1 Efeito de Portevin – Le Chatelier

O ponto de escoamento, estudado por Cottrell (1953), aponta que os átomos de soluto provocam “imobilização”, através da formação de “atmosfera” em torno das discordâncias. Logo, para que ocorra o processo de deformação plástica dos materiais, é necessário que ocorra uma tensão superior para movimentar as discordâncias devido a tensão destinada ao destravamento das mesmas. Essa referente tensão, corresponde ao limite superior de escoamento - Figura 38. O limite inferior, exemplifica a tensão necessária para movimentar as discordâncias já destravadas (ALMEIDA, 2017).

Figura 38 - Representação esquemática do ponto de escoamento



Fonte: Adaptada de Almeida (2017).

Na região de encruamento do material, também ocorrem efeitos semelhantes ao fenômeno de ponto de escoamento. De acordo com observações de Andrade (1978), o mesmo resulta em curvas de tensão x deformação com oscilações”. Tal fenômeno, é conhecido como Escoamento Serrilhado, Envelhecimento Dinâmico ou **Efeito de Portevin – Le Chatelier**.

O efeito PLC ocorre tanto em ligas substitucionais como intersticiais, como ligas de alumínio, cobre, zircônio e aços austeníticos. O fluxo instável das ligas foi estudado pela primeira vez por Le Chatelier em aços de carbono leve. Após diversos estudos posteriores de Portevin e Le-Chatelier sobre ligas substitucionais suscetíveis tornam o efeito conhecido como Efeito de Portevin - Le Chatelier (YILMAZ, 2011).

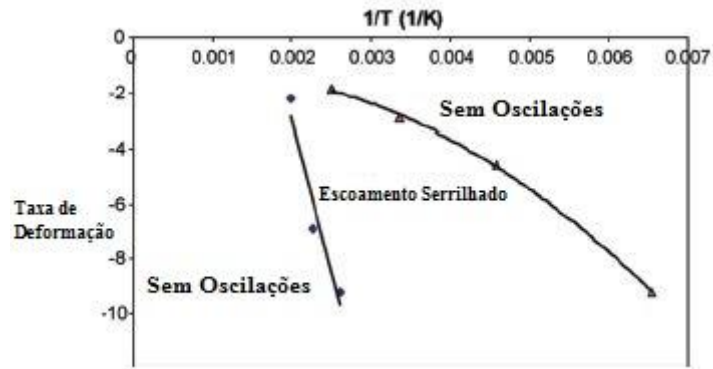
O efeito PLC foi pesquisado extensivamente desde da sua descoberta em 1909, dos quais começaram com testes convencionais de tensão e tração e evoluíram significativamente através da adição de novos dispositivos e procedimentos (YILMAZ, 2011). Portanto, os estudos empíricos foram essenciais para fornecer as informações necessárias para a identificação do efeito em ligas metálicas, assim como as mudanças decorrentes do efeito nas propriedades mecânicas dos materiais.

O consenso geral entre estudos explicam a origem do efeito PLC como uma interação dinâmica dos deslocamentos das discordâncias e processo de difusão dos átomos de solutos, que é denotado pela teoria do Envelhecimento Dinâmico da Tensão - (DSA). No momento em que a discordâncias móveis são temporariamente interrompidas em obstáculos como o emaranhado de discordâncias ou a presença de precipitados, os átomos de soluto segregados nesses obstáculos, se difundem e formam atmosferas em torno destas discordâncias, para as mesmas destravarem - se. Quanto a força aplicada é aumentada para um nível suficiente, as discordâncias móveis se desprendem das atmosferas e se movem livremente em direção a outros obstáculos. Repetição desses processos colabora para a produção serrilhada em ligas de Al-Mg (BARAT, SARKAR; BARAT, N.D.). O DSA reduz a sensibilidade da taxa de deformação da tensão de fluxo, que pode se tornar negativa em uma faixa limitada de temperatura e taxa de deformação. Dentro dessa faixa, a instabilidade do fluxo ocorre e a tensão se localiza em faixas estreitas na curva de tensão x deformação, um regime conhecido como “produção descontínua ou fluxo serrilhado” (AIT-AMOKHTAR; FRESSENGEAS, 2010).

Segundo Yilmaz (2011), o fluxo plástico em metais e ligas, pode ser explicado em termos de nucleação e movimento de discordâncias. As discordâncias são consideradas com agentes responsáveis por um fluxo constante; isso, no entanto, não descreve a sua contribuição geral para a deformação plástica. À medida que a extensão da deformação plástica aumenta, é ainda mais difícil deformar um material sem os deslocamentos das discordâncias. O efeito do endurecimento a trabalho a frio em metais exemplifica isso claramente. O mecanismo principal por trás deste efeito, é conhecido como o impedimento do movimento de deslocamentos das discordâncias. Quando as discordâncias se acumulam, elas podem bloquear um fluxo instável em andamento até que uma tensão seja suficiente construída para “destravá-las”. A temperatura afeta a mobilidade de solutos e vagas presentes em uma amostra metálica, porque o calor fornece a energia para o movimento de defeitos pontuais. A temperatura e a taxa de deformação são os fatores mais significativos que afetam as interações entre defeitos e a estabilidade do

fluxo de plástico. Uma faixa típica de taxa de tensão relacionada com a temperatura para um fluxo serrilhado do efeito para uma liga de alumínio comercial é mostrado na Figura 39.

Figura 39 – Faixa de fluxo serrilhado da liga de alumínio AA 5083 no plano de taxa de tensão



Fonte: Adaptado por Serajzadeh e Sheikh, 2008.

Trabalhos como Kang et al. (2012) e Yilmaz (2011) apontam que a estabilidade do fluxo plástico depende fortemente de parâmetros como a rigidez e a geometria da máquina de tração e a qualidade superficial das amostras. Assim como propriedades inerentes, a exemplo de: composição das ligas, estruturas cristalinas, tipos e quantidades de solutos, densidades de deslocamento móvel, tipos de obstáculos e tamanho dos grãos, afetam a instabilidade da deformação plástica das ligas.

As investigações dos mecanismos de bandas de deformação e fluência serrilhada tem grande importância prática: a maioria dos metais e ligas estruturais operam sob condições de uma determinada força aplicada - (força de gravidade, força de tração, etc). Os materiais sensíveis a esse fenômeno são principalmente as ligas com aplicações aeronáuticas, automobilísticas e por fim, navais. A deformação ocorrida associada ao afeito PLC causa problemas estruturais e mecânicos. Corpos de carros, fuselagem de aeronaves e a maioria dos tipos de revestimentos feitos de alumínio e aços podem desenvolver fraturas em suas superfícies durante os processos de modelagem (SHIBKOV et al., 2014).

É importante ressaltar que além das fraturas aparentes em que ocorrem nos materiais, o efeito de Portevin - Le Chatelier afeta a maioria das propriedades do material. Aumenta a tensão de fluxo, a resistência à tração e a taxa de endurecimento do trabalho. Porém, diminui a ductilidade dos metais com a redução gradativa no alongamento, a área transversal da bitola, o coeficiente de sensibilidade da taxa de deformação, e a tenacidade à fratura. Devido ao aumento da fragilização e a redução da tenacidade à fratura resultante sob o efeito, ligas sob carga tornam - se suscetíveis a falha de serviço sem precedentes (YILMAZ, 2011).

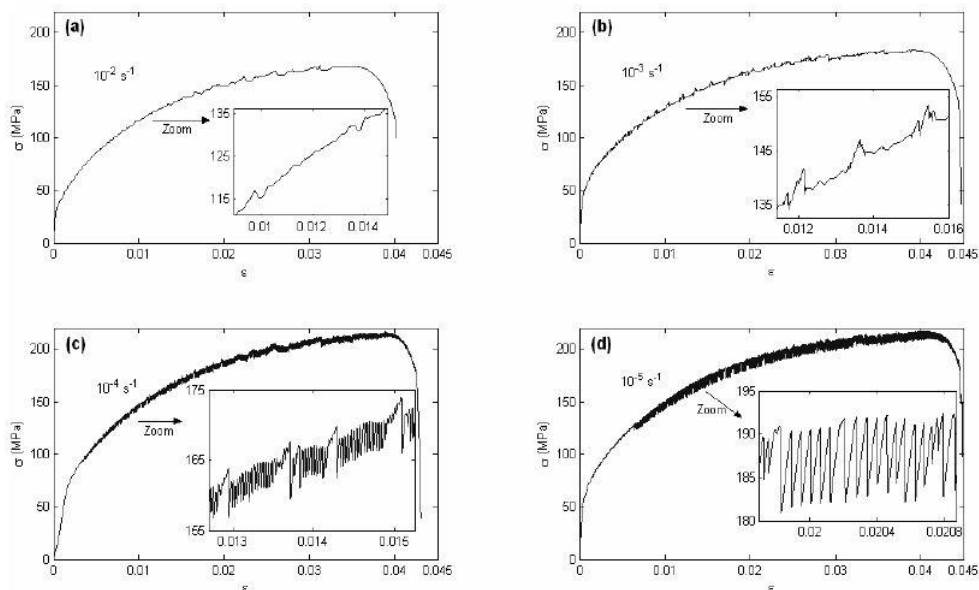
Ainda de acordo com Yilmaz (2011), de acordo com as necessidades ocorridas para visualizar o efeito de PLC nos materiais, com o intuito de evitar as fragilizações dos mesmos, técnicas ópticas, acústicas, termográficas, magnéticas, eletromagnéticas e eletroquímicas foram desenvolvidas para correlacionar as características espaço - temporais do efeito PLC com as oscilações associadas observadas em ensaios de tração convencionais.

Diversas literaturas estudadas, mostram que o efeito de Portevin - Le Chatelier é ainda mais comum em ligas de Al-Mg, devido à forte influência sobre a interação deslocamento - soluto que o magnésio apresenta. Tal processo, será devidamente explanado, assim como trabalhos realizados com as referentes ligas, e a influência do efeito nos resultados das mesmas, no capítulo posterior.

2.9.2 Efeito de Portevin – Le Chatelier em Ligas de Al – Mg

O efeito PLC, que mostra a característica da faixa de deformação não homogênea e repetidas deformações, têm sido comumente observadas no estado de solução sólida em ligas de Al-Mg (Ma et al., 2015). Segundo estudos de (Kang et al., 2012) pesquisas na literatura a respeito do efeito de PLC nas composições químicas de Mg têm sido focadas nas diferentes taxas de deformação crítica, quedas de tensão e contorno de grãos. A Figura 40, por exemplo, mostra as curvas de tensão x deformação da liga Al-2,5% Mg sob temperatura ambiente.

Figura 40 - Curvas tensão x deformação a diferentes taxas de deformação aplicadas na liga Al – 2,5% Mg à temperatura ambiente – (a) 10^{-2} s⁻¹, (b) 10^{-3} s⁻¹, (c) 10^{-4} s⁻¹, (d) 10^{-5} s⁻¹



Fonte: Adaptado de Chibane, (2013).

Tratando – se das aplicações das ligas de Al-Mg, as mesmas são amplamente aplicadas como materiais para embalagens descartáveis de alimentos - (latas, tubos, etc); e são materiais promissores para o uso na indústria automotiva - (carrocerias e revestimentos internos e externos), onde as superfícies ásperas e desniveladas fabricadas são inaceitáveis. Portanto, o problema de identificar os limites dos modos de deformação que separam os fluxos de região plástica estáveis e instáveis, é de suma importância. Esses limites são normalmente encontrados nas amostras sob várias temperaturas e em diferentes taxas de deformação (GOLOVIN et al., 2004).

Pesquisas de (Shibkov et al., 2014) por exemplo, através de estudos da estrutura serrilhada durante a deformação plástica das ligas de Al-6%Mg, revelam que a escolha da composição química do material foi causada pelas seguintes circunstâncias: As ligas de Al-6%Mg exibem um pronunciado fluxo serrilhado durante o carregamento ativo sob temperatura ambiente, e a mesma é amplamente utilizada para a produção de equipamentos automobilísticos e aeronáuticos. Logo, justificando a importância de ensaios de tração nesta composição de liga.

Vários pesquisadores, particularmente Ait-Amokhtar (2015) e Kang (2012), concentraram sua atenção e deram uma grande contribuição para o efeito do teor de Mg no efeito de PLC. Ait – Amokhtar et.,al (2015) investigaram os aspectos espaço - temporais e a tensão crítica do fluxo serrilhado em relação ao teor de Mg. Eles descobriram que as características de instabilidade foram influenciadas pelo Mg, e a taxa de deformação crítica (correspondente ao mínimo da deformação crítica x curva de deformação aplicada) do qual muda para valores ainda maiores quando obtém - se maiores teores de Mg. De acordo com Ait-Amokhtar (2015) a alta concentração de átomos de soluto de Mg aumentam as interações das discordâncias entre si, o que pode ser considerado efeito direto de PLC no material. Por outro lado, o conteúdo de Mg pode afetar o tempo de espera no processo de Envelhecimento Dinâmico, tendo efeito indireto sobre o comportamento de difusão do soluto.

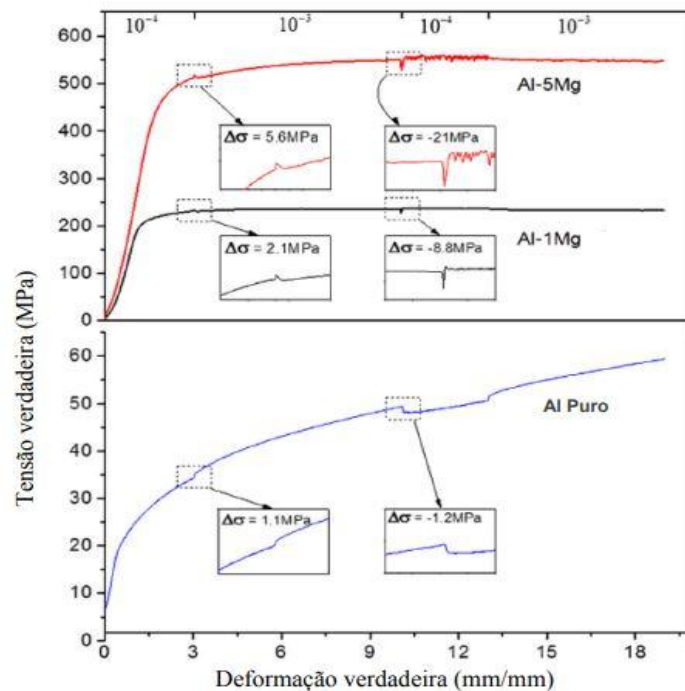
Ma et al., (2015) também investigaram os efeitos dos elementos de liga e parâmetros de processamento nas propriedades mecânicas, através do efeito de PLC nas ligas de Al-Mg. Equitativamente descobriram que a adição de Mg aumenta a taxa de endurecimento do trabalho, o que leva a um aumento na resistência mecânica e ductilidade do material.

Conforme ainda (Ma et al., 2015) a adição de Mg geralmente reduz a energia de falha de empilhamento de Al, restringindo a mobilidade das discordâncias e assim, tornando ainda mais difícil o rearranjo e a anulação do deslocamento das discordâncias, que estão associados aos processos de recuperação. Como outra consequência de uma recuperação mais baixa, a

adição de Mg aumenta fortemente a densidade das discordâncias. Além disso, segundo os mesmos autores, uma grande influência das taxas de deformação ao efeito de PLC é relacionado. Ou seja, as oscilações são mais aparentes em baixas taxas de deformação, do que em altas taxas. E tratando - se sobre os ensaios dos materiais, os autores observam que as amostras deformadas a frio, exibem oscilações mais intensivas, porque inicialmente contém um grande número discordâncias e contorno de grãos.

Almeida (2017), explica em seu trabalho que em materiais que possuem envelhecimento, podem ser quantificados a partir dos picos de tensão durante a transição de deformação. A Figura 41 apresenta curvas de tensão x deformação da compressão de alumínio comercialmente puro com os teores de: Al-1%Mg e Al-5%Mg dos ensaios realizados por Zhao et.,al (2014). As ligas de Al-Mg apresentam picos durante as transições de taxa de deformação, o que sugere o envelhecimento. Podem serem observados as oscilações em partes da curva, que visivelmente são característicos do efeito de PLC.

Figura 41 – Representação do Efeito de Portevin Le – Chatelier em testes de salto da taxa de deformação



Fonte: Zhao, 2014.

Diversos autores que analisaram os comportamentos das ligas de Al - Mg sob diversos aspectos - (tamanho de grão, precipitações, etc) exibem em seus trabalhos a grande influência dos mesmos no aparecimento do efeito de Portevin Le – Chatelier.

Charnock (1968), por exemplo, estudou a influência do tamanho de grão no efeito de PLC, e exibiu que a deformação necessária para o início do escoamento serrilhado, mantendo - se sob uma taxa de deformação constante, depende do tamanho de grão do material. Desta relação, conclui - se que materiais com tamanho de grãos menores, a densidade de discordâncias em uma certa taxa de deformação e temperatura, é mais elevada do que em grãos maiores, resultando no surgimento de oscilações em maiores amplitudes médias, ou quedas de tensão. Este fato é explicado devido a velocidade média das discordâncias, que podem assim interagir mais facilmente com os átomos de soluto (ANDRADE, 1978).

Ma et al. (2015) também evidenciaram que grãos menores possuem um maior número de limites de grão ao longo das discordâncias. Logo, eles são forte o suficientemente para realizar deslocamentos móveis por tempo suficiente para formar atmosferas de soluto em torno deles. Além disso, é importante salientar que tais acontecimentos são devidos a forte influência dos átomos de soluto de Mg, que tendem a se distribuir mais uniformemente nos grãos sem outros defeitos para auxiliar sua difusão.

Em relação as precipitações ocorridas nos materiais, muitas pesquisas (Estrin; Lebyodkin, 2004), (Fazeli; Poole; Sinclair, 2008), (Hu; Zhang; Fu; Cao; Gong, 2011), (Zhemchuzhnikova; Lebyodkin; Lebedkina; Kaibyshev, 2015) indicam que as precipitações desempenham um papel importante no efeito PLC e obtém um efeito sobre sua aparência e evolução. Especialmente em ligas com conteúdo de soluto superior à solubilidade limitante, um grande número de precipitações levam à deformação da rede, aumentando o impedimento ao movimento das discordâncias. Quanto maiores precipitações levarem a mais impedimentos ao movimento das discordâncias, maior o fortalecimento da dispersão durante a deformação plástica do material. Da mesma forma, os deslocamentos das discordâncias móveis precisam de mais energia a ser acumulada, o que leva a maiores amplitudes de queda de tensão. Resumindo portanto, a forte influência das precipitações ao efeito de PLC.

Segundo (Hu et al., 2011) para a liga 5456 – (Al-5%Mg-0.1%Cu-0.5%Mn-0.4%Fe-0.25%Si-0.25%Zn- 0.1%Cr) com mais precipitações, o movimento das discordâncias se torna gradualmente mais lento com a diminuição da taxa de deformação. Um grande número de precipitações levam a mais impedimentos aos movimentos das discordâncias, pois as mesmas precisam de mais tempo para acumular energia para conquistar os impedimentos, resultando à característica “anormal” do material. Concluindo - se portanto, que as precipitações participam do processo de envelhecimento dinâmico e tornam a difusão entre o átomo de soluto, mais complexo.

2.10 Fratura

Segundo Bresciani. et.al, (1991), de forma simples, a fratura de um corpo sólido consiste na separação desse corpo em duas ou mais partes sob a ação de esforços mecânicos.

Para Cetlin (1997), o problema da fratura corresponde às tensões e deformações aplicadas sobre o material quando as mesmas excedem a capacidade de carga que o elemento suporta. Posto isso, a ocorrência da fratura pode ser considerado como uma sequência dada por:

- Nucleação de microtrincas;
- Propagação da microtrinca até o contorno do grão;
- Ultrapassagem do contorno de grão pela trinca, produzindo fratura generalizada.

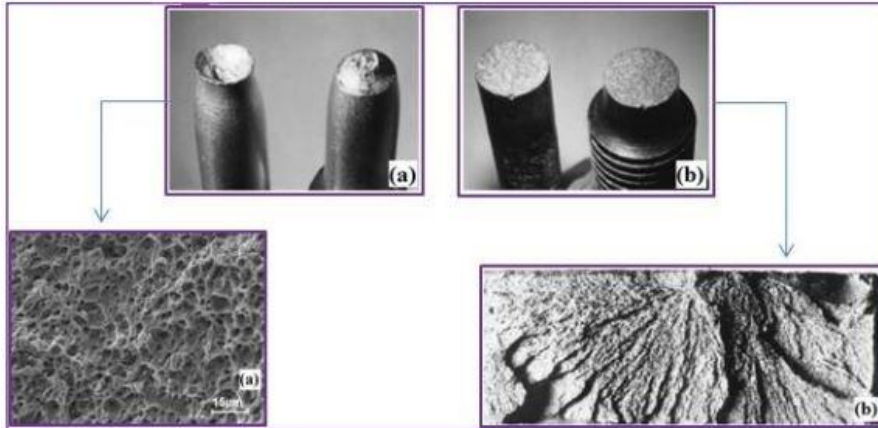
Através da separação de um corpo de um material em duas ou mais partes, quando são submetidos a esforços mecânicos através das tensões e deformações em que os materiais de engenharia podem suportar, a fratura pode ser dividida em duas modalidades: dúcteis e frágeis.

2.10.1 Fratura Dúctil

De acordo com Callister (2007), neste tipo de fratura a seção resistente se reduz, por deformação plástica, a um ponto ou linha na forma de um gume de faca. Não se trata, portanto, de um caso de fratura propriamente dita, mas de deformação plástica contínua até a fratura do material.

O tipo de fratura dúctil mais comum em ensaios de tração é aquele em que a fratura é precedida por uma quantidade moderada de empescoamento do material, seguida de nucleação, crescimento e coalescência de microcavidades dentro da amostra (Figura 42 (a)). Tais estruturas formam-se quando uma tensão elevada causa uma fratura localizada nos contornos de grão ou nas interfaces entre o metal e pequenas inclusões. Quanto mais a tensão local aumenta, mais as microcavidades crescem e coalescem formando cavidades maiores. Então quando a seção resistente é reduzida demais para suportar a carga presente, a fratura ocorre. (ASKERLAND, PHULÉ, 2008).

Figura 42 – Tipos de Fratura (a) Fratura dúctil (b) Fratura Frágil



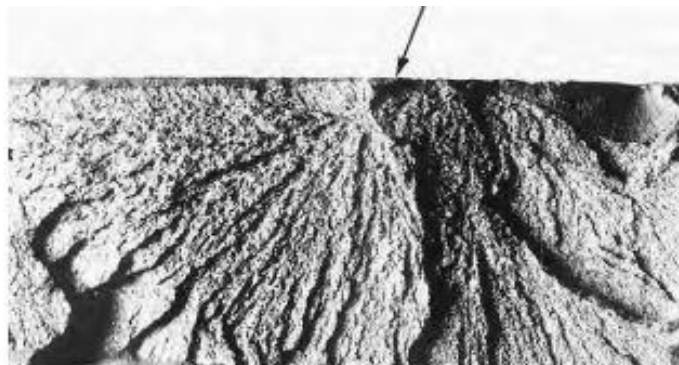
Fonte: Adaptado de CALLISTER, 2001 e SANTOS, 2010.

O formato das cavidades são dependentes do tipo de carregamento aplicado. No ensaio de tração, que consiste na aplicação de cargas uniaxiais, as microcavidades geradas são essencialmente equiaxiais, delimitadas por bordas. Dependendo da ductilidade do material, as microcavidades equiaxiais podem ser cônicas, com maior profundidade, ou rasas (ASM Handbook Fractography, 1987).

2.10.2 Fratura Frágil

Na fratura frágil a trinca se propaga estavelmente, isto é, sob cargas constante ou decrescente, a uma velocidade que se aproxima da velocidade da propagação do som no material, por toda a seção resistente (CETLIN, 1997). Observa - se que a fratura frágil é caracterizada sem a deformação plástica macroscópica, o que corrobora com o aspecto macroscópico plano. A Figura 43 mostra uma imagem de uma fratura frágil, onde é identificada a origem da ruptura.

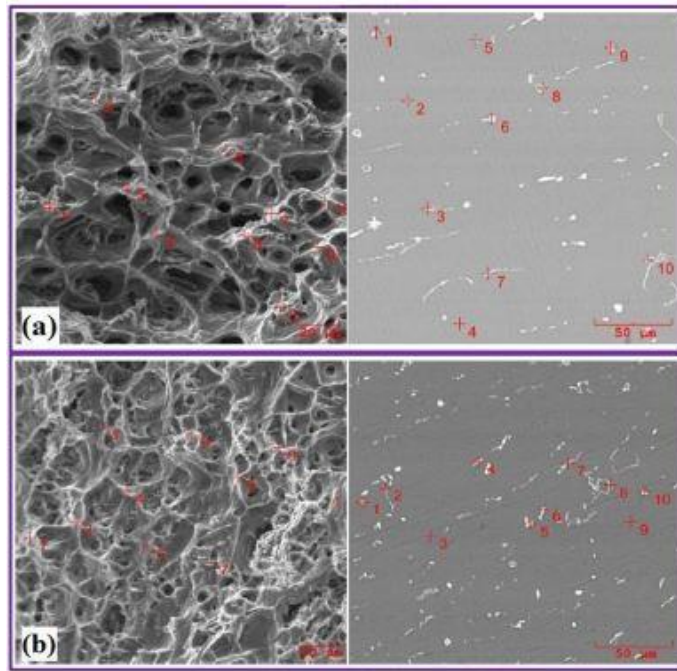
Figura 43 – Aspecto topográfico de uma fratura frágil, com seta indicando a origem da trinca



Fonte: CALLISTER, 2007.

As microcavidades são geradas através de inclusões metálicas, ou constituintes existentes na matriz do material, e nucleiam de regiões com tensões descontínuas que estão associados com partículas de segunda fase, inclusões, contornos de grão e acúmulos de discordâncias (HANDBOOK 12). O tamanho das microcavidades coalescidas ou *dimples* – (em inglês), é regido pelo número e distribuição de microcavidades que são nucleadas. Poucos locais de nucleação e partículas muito espaçadas geram grandes *dimples* (Figura 44 (a)). No entanto, *dimples* pequenos são formados quando inúmeros locais de nucleação se ativam e as microcavidades adjacentes coalescem antes que eles tenham uma oportunidade de crescer (Figura 44 (b)).

Figura 44 - (a) Al- 0,5% Si; 0,05 %Cu; 0,32 %Fe laminado frio, diâmetro 4,0 mm. Fratura e corte transversal.
(b) Al- 0,5% Si; 0,05 %Cu; 0,32 %Fe laminado frio, diâmetro 4,0 mm. Fratura e corte transversal

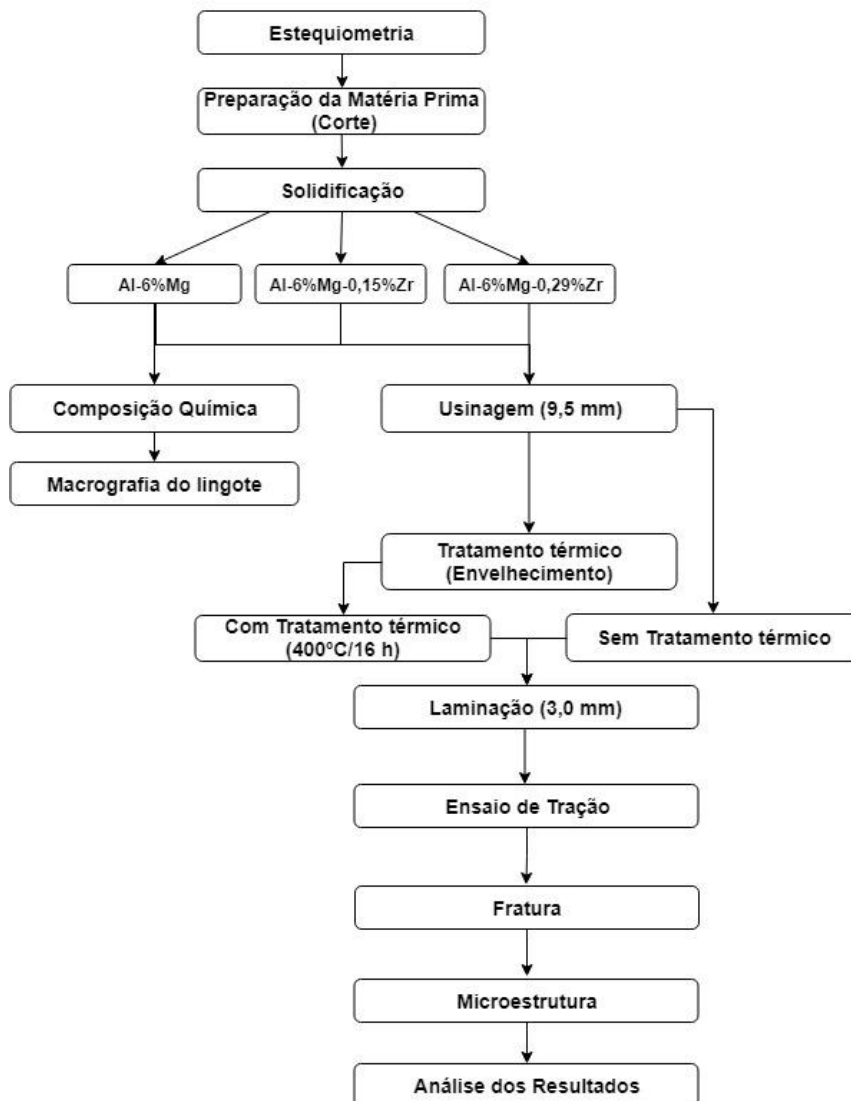


Fonte: Adaptado de Lobo, 2007.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Todas as ligas neste estudo foram obtidas experimentalmente no laboratório de Metalografia e Tratamento Térmico, na Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Pará. As etapas dos procedimentos experimentais são representadas no fluxograma da Figura 45 abaixo, e serão descritos a seguir.

Figura 45 – Fluxograma esquemático da metodologia aplicada no referente trabalho



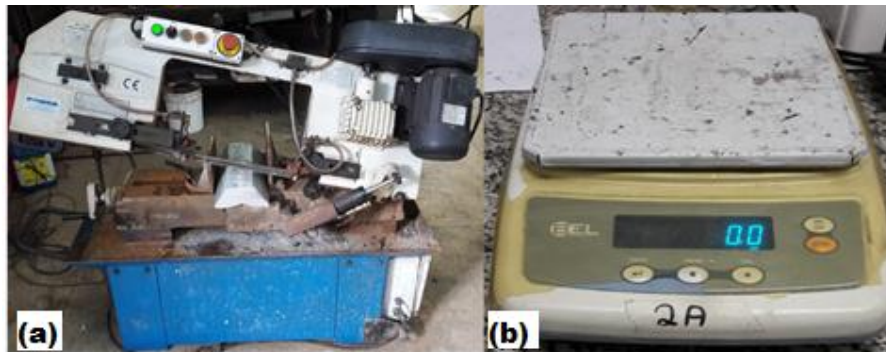
Fonte: Autoria Própria.

3.1 Preparação dos Materiais para Fundição

Para fundição, utiliza-se uma “Liga Mãe” de Alumínio Eletrocondutor - AL-EC. O elemento Magnésio foi utilizado na sua forma pura, e o elemento Zircônio, a partir de uma liga

Al-10%Zr. As massas de cada elemento foram determinadas por cálculos estequiométricos, para que a quantidade de elementos que deveriam ser adicionados, atingissem a composição química. Utilizou - se uma máquina de serra de fita horizontal (Figura 46 a) para o corte do material, e posteriormente todos os elementos foram devidamente pesados na balança digital (Figura 46 b).

Figura 46 – Equipamentos utilizados para preparação das ligas: (a) serra fita, (b) balança digital

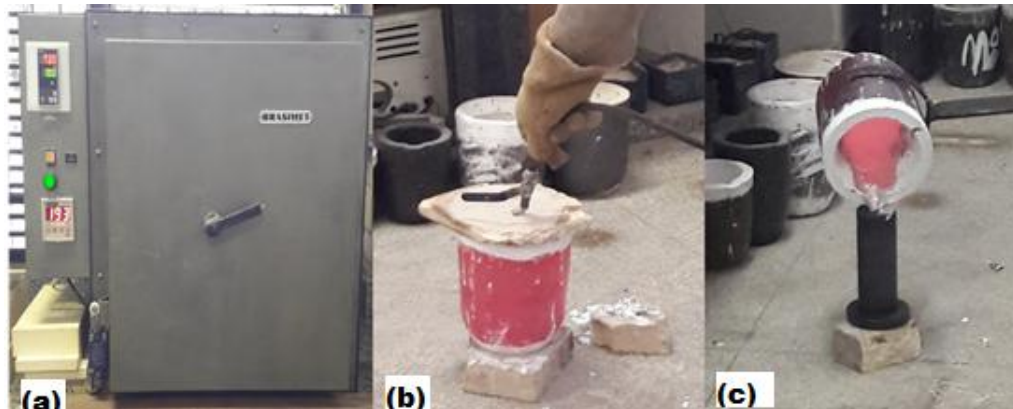


Fonte: Arquivo Pessoal.

3.2 Fundição e Solidificação

No processo de fundição das ligas, os elementos (Al, Mg e Zr), foram adicionados em Cadinhos de Carbetto de Silício (SiC), dos quais são fundamentais para o processo de fusão de ligas metálicas não ferrosas. Após esta etapa, os referentes segmentos foram levados a um forno tipo Mufla, da marca BRASIMET - (Figura 47 a), a temperatura de 900°C por 4 horas, resultando na fusão completa de todos os elementos. Para que houvesse homogeneização do metal líquido por agitação manual, utilizou - se uma espátula de aço, do qual foi anteriormente lixada e revestida com uma solução de caulim. Após a homogeneização, realizou - se a injeção de argônio no metal líquido - (Figura 47 b), através de um tubo feito de aço inoxidável, ligado a um cilindro de 10m³. A injeção do gás de argônio tem como objetivo, remover gases e impurezas de baixa densidade, que são formados através de uma camada de escória sobre a superfície do banho, do qual foi removida com a espátula de aço. O processo de solidificação do material, ou comumente conhecida como vazamento, será iniciado com a finalidade da obtenção da amostra para análise química, nomeada como amostra testemunho - (Figura 47 c).

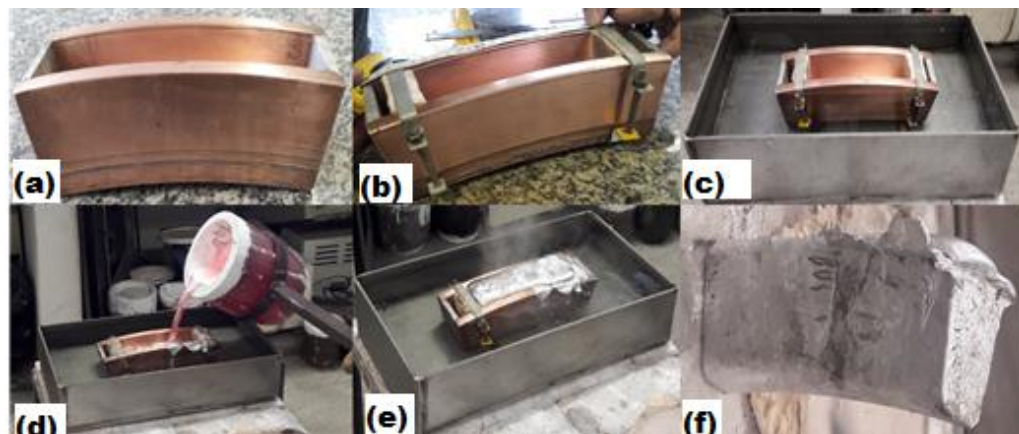
Figura 47 – Preparação e vazamento da liga de alumínio (a) material fundido; (b) injeção de argônio; (c) obtenção da amostra para análise química



Fonte: Arquivo Pessoal.

O sistema operacional adotado para a solidificação das ligas foi um molde de cobre, que corresponde ao Segmento da Roda Properzi, utilizado para lingotamento contínuo rotativo - (Figura 48 a) cedido pela empresa ALUBAR. O molde foi devidamente vedado - (Figura 48 b), e imerso em água (Figura 48 c). O arranjo foi elaborado com a finalidade de que o processo obtenha uma alta taxa de resfriamento, similarmente ao tratamento térmico de têmpera. A Figura 48 d mostra o instante em que o metal líquido é depositado no molde de cobre. Em resumo, foram obtidos três lingotes, sendo um para cada composição de liga, nos quais apresentam comprimento aproximado de 160 mm - (Figura 48 f).

Figura 48 – Solidificação da Roda Properzi: (a) Molde; (b) Medição; (c) Imersão em água; (d) Metal líquido depositado no molde; (e) Processo de resfriamento; (f) Lingote Formado

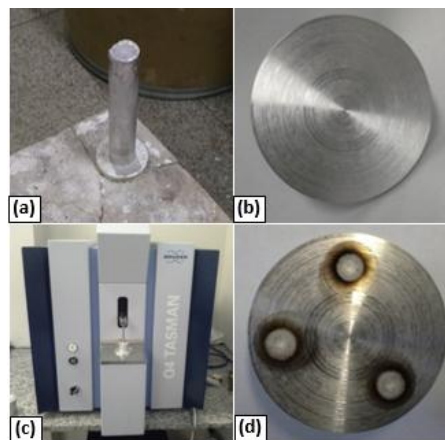


Fonte: Acervo Pessoal.

3.3 Composição Química

Essa etapa consiste em verificar se as composições químicas estão de acordo com o esperado pelos cálculos estequiométricos iniciais. Utiliza-se o corpo de prova proveniente da amostra testemunho, que foi obtida no momento da fundição. A amostra foi faceada na base para que a análise química seja realizada através do espectrômetro de massa óptico modelo “Q4 TASMAN” - (Figura 49), onde os resultados foram obtidos a partir da média de no mínimo três leituras da composição química para cada amostra.

Figura 49 – Amostra testemunho (a); corpo de prova (b); Espectrômetro de óptico (c); amostra após a análise química (d)



Fonte: GPEMAT.

3.4 Cortes e Usinagem

Nesta referente etapa, cada lingote foi cortado em seis secções - (Figura 50 b), conforme o modelo da (Figura 50 a). Em seguida, foram usinados para o diâmetro de 9,5 mm para serem posteriormente laminados, com e sem a aplicação de tratamento térmico na amostra trabalhada. Após a esta etapa, a outra parte foi usinada como corpos de prova - (Figura 50 c), conforme a norma da NBR 7549, para a caracterização mecânica através do ensaio de tração.

Ressalta - se que a usinagem neste trabalho, se fez necessária para melhorar o acabamento superficial das amostras, prevenindo assim o surgimento de defeitos estruturais na etapa de laminação.

Figura 50 – Processo de Corte dos lingotes: modelo (a), amostras cortadas (b) e amostras usinadas(c)



Fonte: GPEMAT.

3.5 Tratamento Térmico

A utilização do tratamento térmico neste trabalho, objetiva avaliar o comportamento mecânico e microestrutural das ligas com a adição de Zr, e investigar a possibilidade de precipitação das fases resultantes da solidificação e a formação de partículas de segunda fase do elemento Zr. Portanto, para avaliar o comportamento de precipitação do referente elemento, foram realizados o tratamento térmico de envelhecimento na temperatura de 400°C durante 16 horas. Ressalta - se, que os tratamentos térmicos aplicados, foram realizados no forno tipo Mufla, exibido anteriormente na Figura 47 a.

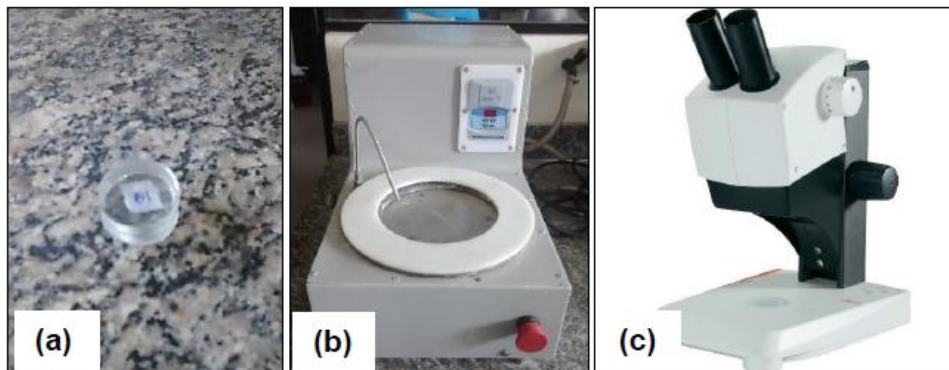
3.6 Caracterização Estrutural

3.6.1 Caracterização da Macroestrutura da Amostra

A caracterização macroestrutural, foi realizada nas amostras como fundidas. Inicialmente, as amostras foram embutidas pelo o processo de embutimento a frio conforme a Figura 51 a. O procedimento seguinte obteve o lixamento com lixa d'água com as seguintes granas: [80; 120; 220; 320; 400; 600; 1200] seguidas de polimento utilizando alumina em suspensão com a granulometria de 1,0 μ m. O ataque químico para revelar a macroestrutura foi feito com o reagente Keller (2ml HF+3ml HCl+5ml HNO₃+190ml H₂O) por imersão pelo tempo de 10s. Após o ataque químico, as superfícies dos corpos de prova são devidamente lavadas em água corrente abundante, enxaguada com álcool etílico e secada com um secador de ar quente. A Figura 51 (b) mostra a politriz, equipamento do qual foi utilizado para realização do procedimento.

As imagens das macrografias foram obtidas por escaneamento e utilizando um estereoscópio da marca LEICA modelo EZ4 como mostrado na Figura 51 (c).

Figura 51 - (a) Amostra embutida a frio para preparação metalográfica e (b) Politriz com controle de rotação utilizada para lixamento e polimentos das amostras (c) Imagem do estereoscópio LEICA modelo EZ4 utilizado na obtenção das macrografias



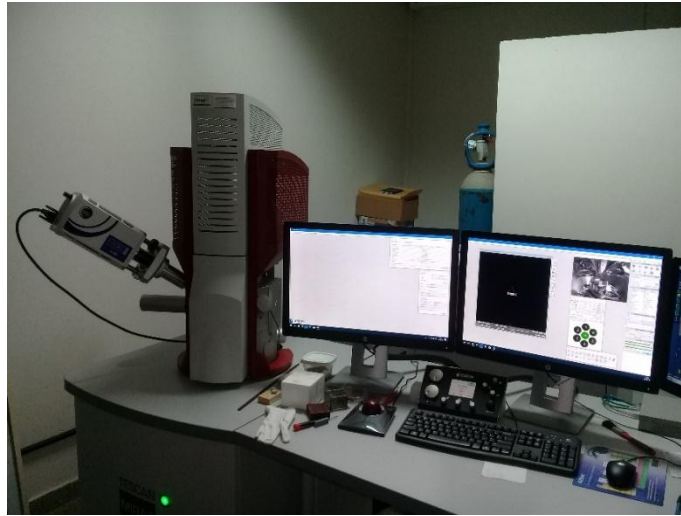
Fonte: GPEMAT.

3.6.2 Caracterização da Microestrutura da Amostra

A caracterização microestrutural foi realizada nas amostras como fundidas, e envelhecidas, sem e pós conformação mecânica a frio. As microestruturas das ligas foram obtidas obedecendo o mesmo procedimento realizado para obter a macroestrutura, o que se diferencia é que o polimento terá a alumina em suspensão em três granulometrias diferentes sendo: [1,0 μ m, 0,5 μ m e 0,3 μ m], respectivamente. Após o polimento as amostras foram retiradas do embutimento, realizando - se o ataque químico do qual utilizou - se a Solução de Hidróxido de Sódio (1g NaOH+100ml H₂O) pelo tempo de 10s, por cada passada. Após o ataque químico, as superfícies dos corpos de prova foram devidamente lavadas em água corrente abundante, enxaguadas com álcool etílico e secadas com um secador de ar quente.

As imagens das micrografias foram por microscopia eletrônica de varredura com microscópio da marca TESCAN modelo Mira3, com canhão de elétrons tipo FEG. As análises foram obtidas por EDS fabricado pela Oxford, modelo PentaFet X-Act, conforme mostra a Figura 52.

Figura 52 - Microscópio eletrônico de varredura com EDS acoplado

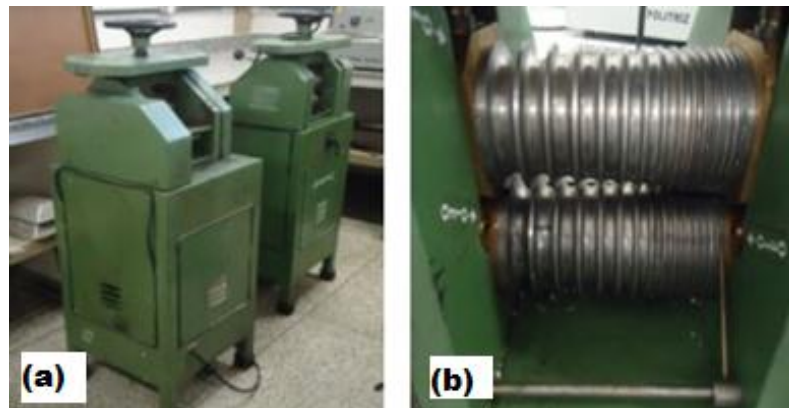


Fonte: Acervo Pessoal.

3.7 Laminação

Após o tratamento térmico, as amostras passaram pelo o processo de conformação mecânica a frio - (laminação), para que ocorra o aumento dos seus comprimentos e diminuição de suas secções de área. Para isso, utilizou - se dois Laminadores Duo Elétricos da marca MENAC - Figura 53 (a), obtendo como finalidade a diminuição do diâmetro de 9,5 mm até o diâmetro de 3,0 mm. A Figura 53 (b) mostras os canais de laminação.

Figura 53 – Laminador elétrico duo reversível: (a) Laminador “corpo” inteiro; (b) detalhe do canal de laminação



Fonte: GPEMAT.

3.8 Ensaio de Tração

Os corpos de prova submetidos ao ensaio mecânico, foram realizados em uma máquina de ensaio de tração da marca KRATOS modelo IKCL1 - USB, mostrada na Figura 54, acoplada a um computador com sistema de aquisição de dados, que facilita a coleta de informações. Os testes de tração foram realizados segundo as normas NBR 6810 e ISO 6892, respeitando as distâncias entre as garras. Os ensaios foram executados em 4 amostras para cada ligas, com corpos de prova medindo 3 mm de diâmetro e 200 mm de comprimento, sendo 150 mm de comprimento útil, obtidos após a etapa de laminação.

Figura 54 – Máquina de ensaio de tração KRATOS



Fonte: Arquivo Pessoal.

3.9 Medição dos Dimples

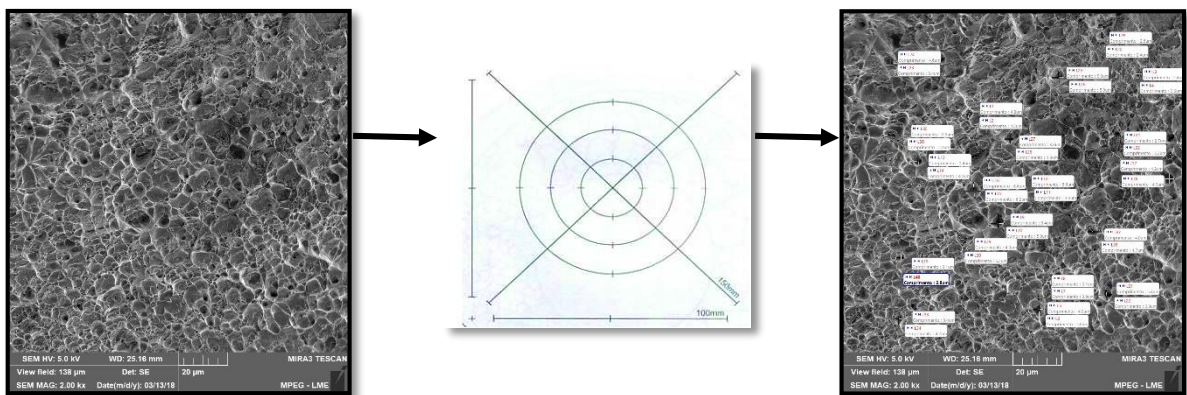
O dimensionamento das microcavidades obedeceu ao método proposto para a obtenção da Razão [9] entre as leituras das dimensões das microcavidades, utilizada na literatura especializada. É uma adaptação da norma ASTM E112-13, que descreve métodos de medição de tamanho de grãos, importando-se o raciocínio para as microcavidades, onde se traçam duas linhas perpendiculares entre si que tocam as bordas das microcavidades (NARAYANASAMY et al.; 2006; 2008; PARTHASARATHI et al.; 2009; RAVINDRAN et al.; 2009; NAGA KRISHNA et al.; 2010).

Neste método, traçam-se duas linhas (L = comprimento e W = largura) perpendiculares entre si que tocam as bordas das microcavidades. Este método possibilita a determinação da razão $[L/W]$ das dimensões das microcavidades, através da Eq.1, com a qual se avalia a forma das microcavidades – Esféricas, Alongadas ou Achatadas.

$$\vartheta = \frac{L}{W} \quad (1)$$

Para a medição do tamanho das microcavidades, foi utilizado o software MOTIC IMAGES PLUS 2.0, que proporciona alta precisão e possui interface bastante simplificada para o usuário durante o procedimento de medição, pois permite a calibração através do ajuste da escala de ampliação da própria imagem. A Figura 55 exibe o modelo utilizado para as medições de microcavidades.

Figura 55 – Modelo esquemático da análise de microcavidades

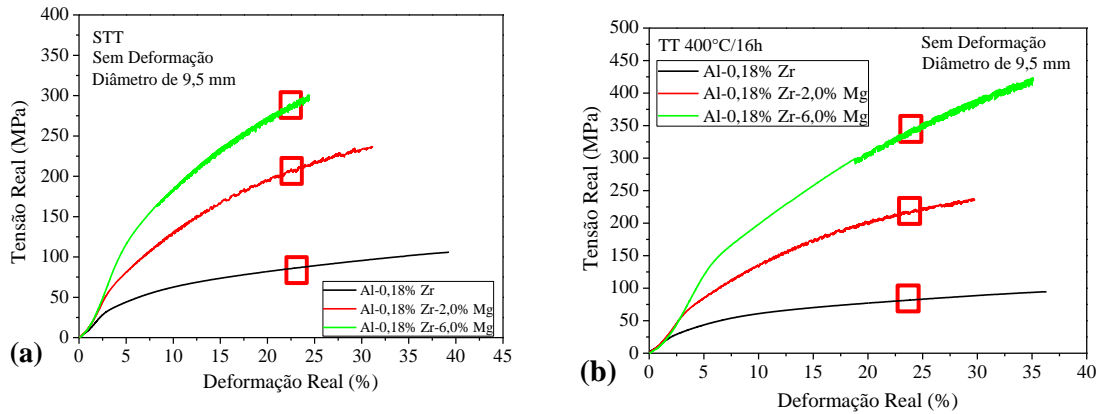


Fonte: Elaborado pela autora, 2019.

3.10 Análise do Efeito de Portevin-Le Chatelier

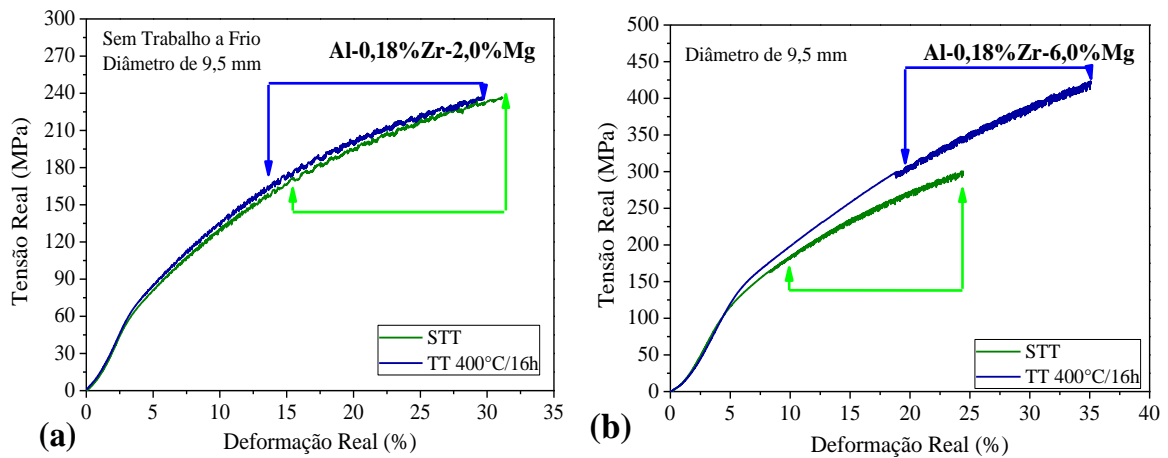
Para análise dos serrilhados nas curvas de tensão x deformação que caracterizam o Efeito de Portevin-Le Chatelier, foi desenvolvido um método prático através do software ORIGINPRO 8.0, no qual consiste em ampliar as oscilações do ponto máximo - nomeado de crista, que obtém maior intensidade de oscilação, e ponto mínimo - nomeado de vale, que obtém menor intensidade de oscilação, referente à cada curva. Os Gráficos das Figuras 56 e 57, exibem um exemplo de como foi aplicado o método.

Figura 56 - Análise dos pontos de oscilações, causado pelo efeito de Portevin-Le Chatelier, das ligas sem (a) e com (b) tratamento térmico



Fonte: Silva (2017).

Figura 57 - Análise dos pontos das oscilações, causadas pelo efeito de Portevin-Le Chatelier, das ligas sem (a) e com (b) tratamento térmico



Fonte: Silva (2017).

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo, primeiramente, será apresentado a análise do sistema de solidificação utilizado neste trabalho e posteriormente, serão denotados os resultados obtidos assim como as discussões realizadas. De forma análoga à seção 3, a apresentação dos resultados está dividida em duas etapas: Etapa A – (ligas sem aplicação de tratamento térmico) e Etapa B – (ligas tratadas termicamente através do tratamento térmico de envelhecimento artificial).

4.1 Análise Química

A Tabela 3 indica - nos que todos os procedimentos de cálculos estequiométricos efetuaram - se de forma correta, e as composições químicas obtidas estão de acordo com a finalidade deste trabalho.

Para facilitar a compreensão deste referente trabalho, a liga Al-6%Mg identifica - se como L1, a liga Al-6%Mg-0,15%Zr como L2 e a liga Al-6%Mg-0,29%Zr como L3.

Tabela 3 – Composição da liga base Al-6%Mg modificadas com 0,15 e 0,29% em peso de Zr

Ligas (%p)	Elementos de liga		
	Ferro	Magnésio	Zircônio
Al-6.0% Mg	0.134	5.853	0.0020
Al-6.0% Mg-0.15% Zr	0.150	5.894	0.146
Al-6.0% Mg-0.29% Zr	0.150	5.852	0.293

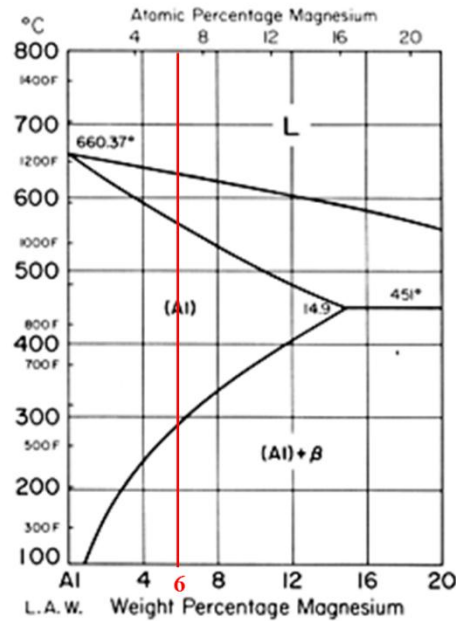
Fonte: Elaborado pela autora, 2019.

4.2 Análise do Sistema de Solidificação

O sistema de solidificação foi adotado com a finalidade de obter - se alta taxa de resfriamento, com a finalidade de inibir a precipitação de Al_3Zr primário durante o processo de solidificação após ultrapassar a linha *liquidus* do sistema Al-Zr e resultando na formação de uma solução sólida α -Al. Logo, ressalta - se que tais condições de taxa de solidificação, podem influir diretamente nas propriedades físicas dos materiais.

As Figuras 58 e 59 apresentam os diagramas binários com linhas verticais demarcando a composição química utilizada nos trabalhos: (a) Al-6%Mg - (Liga diluída) e (b) Al-6%Mg com adições de 0,15% - (hipoperitética) e 0,29% - (hiperperitética) de Zr.

Figura 58 – Parte do Diagrama de equilíbrio de fases para liga diluída Al-6%Mg

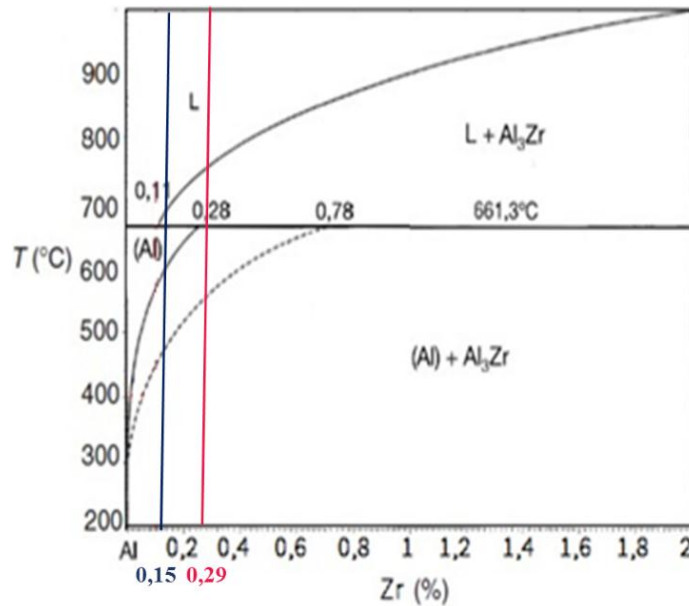


Fonte: Adaptado de INFOMET, 2019.

Observando o trajeto térmico no diagrama de equilíbrio de fases da liga base L1: Al-6% Mg na Figura 58, infere - se que as referentes ligas não são naturalmente usadas endurecidas por tratamento térmico de solubilização e envelhecimento, mas sim por solução sólida e encruamento, tendo em vista que durante o processo de solidificação, o material passa pelo o que se convencionou nomear: “têmpera de fusão”, do qual a fase líquida será transformada em solução sólida α - Al, sem passar por qualquer invariância. Ressalta - se que a taxa de resfriamento adotada neste trabalho, pode influenciar diretamente na propriedade física do material, visto que facilita a supressão da ocorrência de formação de qualquer outra fase.

O diagrama de equilíbrio de fases binário Al-Zr mostra - se eficaz para o estudo das propriedades mecânicas das ligas estudadas. Portanto, para análise dos trajetos térmicos das ligas L2 - (Al-6,0%Mg-0,15%Zr hipoperitética) e L3 - (Al-6,0%Mg-0,29%Zr hiperperitética), permite observar que existem dois trajetos de resfriamento, conforme indica a Figura 59.

Figura 59 – Parte do Diagrama de equilíbrio de fases para as ligas Al-6,0%Mg-0,15% e Al-6%Mg-0,29% de Zr



Fonte: Adaptado de Hatch, 1984.

O trajeto referente à liga L2 (Al-6%Mg-0,15%Zr hipoperitética) apresenta na temperatura peritética excesso de líquido, e ao passar pela região da transformação peritética durante o processo de solidificação com elevada taxa de resfriamento; sofre a transformação peritética e passa a constituir - se da fase líquida remanescente com adição da fase α -Al [$L+(\alpha$ -Al)_p]entretanto, logo após esta transformação o líquido remanescente segue resfriando e formando mais a solução sólida [α -Al] que se soma a solução sólida [$(\alpha$ -Al)_p] da transformação peritética. Sendo o arranjo estrutural, a temperatura ambiente, para a liga L2, a soma de duas soluções sólidas saturadas [$(\alpha$ -Al) + (α -Al)_p],e nestas circunstâncias, podendo ser caracterizado como a têmpera de fusão, conforme também visto por Murray (1992).

O diagrama de fases, indica que as ligas hipoperitéticas estão sujeitas a aplicação de tratamentos térmicos, pós solidificação, por estarem submetidas diretamente da linha *solvus*, do qual o mesmo refere - se a uma zona de precipitação, ou a formação de (trialuminetos) - Al₃Zr, como partículas de segunda fase. Entretanto, a formação dos mesmos não foi possível, devido provavelmente ao sistema de solificação empregado neste trabalho, em que nele, o resfriamento foi predominantemente elevado, ocorrendo a supressão da fase de Al₃Zr. A ocorrência da supressão peritética da formação de outra qualquer fase, e a influência dos sistemas de solidificação com maiores teores de soluto aplicado, foram discutidos nos trabalhos de Souza (2017) e Ness; Billdal (1977).

O trajeto referente a liga L3 (Al-6%Mg-0,29%Zr hiperperitética), por sua vez, apresenta na temperatura peritética excesso de sólido na forma do trialumneto de Zr [β = Al₃Zr; Fase

Primária], ao passar pela região da transformação peritética, durante o processo de solidificação. Com elevada taxa de resfriamento; sofre a transformação peritética e passa a constituir - se da fase primária [β =Al₃Zr] remanescente mais a fase α -Al [Al₃Zr+(α -Al)_p]; entretanto, logo após esta transformação os sólidos remanescentes seguem resfriando, mas não sofrem modificação. Sendo o arranjo estrutural, a temperatura ambiente, para a liga L3, a soma de uma solução sólida saturada [(α -Al)_p] com uma partícula primária (β), [(β)+ (α -Al)_p]. Este segundo trajeto também está sujeito as características da têmpera de fusão.

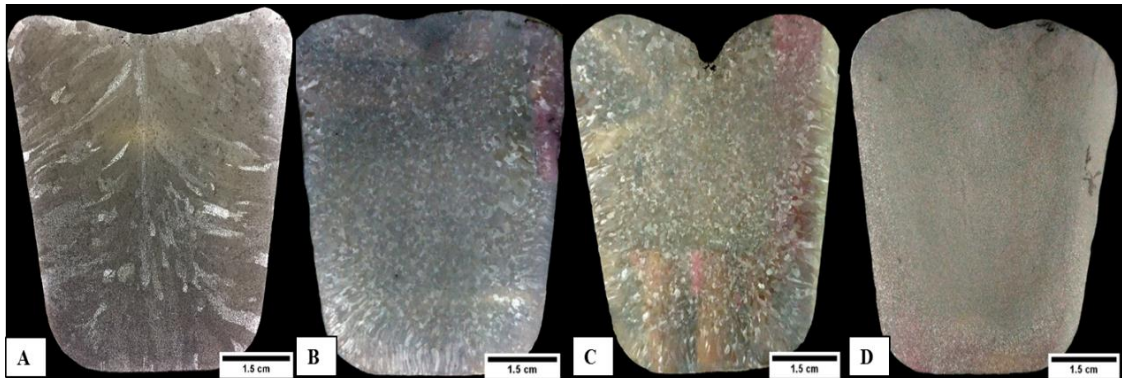
4.3 Caracterização Macroestrutural

A caracterização macroestrutural das ligas foram obtidas através de escaneamento e realizadas nas amostras que continham estruturas brutas de fusão, ou seja, sem aplicação de tratamento térmico, sendo identificadas na Figura 60.

A morfologia das estruturas dos grãos das ligas como fundidas, está representada na Figura 60 (a), (b), (c) e (d), ou seja, macroestruturas do Al puro e das ligas L1: Al-6%Mg, L2: Al-6%Mg-0,15%Zr e L3: Al-6%Mg-0,29%Zr, respectivamente.

Através das análises das referentes macrografias, concluiu - se que o Al puro, apresenta a presença de grãos colunares grosseiros, no sentido do fluxo de calor do sistema, e que com a adição somente do elemento Mg na liga L1, a estrutura bruta de fusão apresenta - se levemente colunar. Com a adição do Zr nas ligas L2 e L3, é possível observar que o sentido do fluxo da extração de calor não é mais evidenciado, tornando a estrutura bruta de fusão totalmente coquilhada. Mas isto não significa que a intensidade do fluxo de extração de calor deixou de existir. Entretanto, a evidência das estruturas cada vez mais refinada/coquilhada com a elevação do teor de Zr, pode ser indicativo de que esta combinação estrutural [Mg/Zr] crescente torna o metal líquido mais fluido, intensificando assim, a condição de convecção do mesmo e possibilitando com que as dendritas sejam mais facilmente quebradas, desta forma, promovendo os grãos na forma como se apresentam. O comportamento de refino de grãos encontrado no referente trabalho, provavelmente devido à consequência da combinação de Mg com Zr na matriz de Al comentada acima, são similares das encontradas nos trabalhos de Lobato et al. (2017), Silva et al. (2017) e Hosseiny et al. (2015).

Figura 60 – Macrografias de ligas de alumínio solidificadas em molde de cobre – (a) Al puro; (b) L1: Al-6%Mg; (c) L2: Al-6%Mg-0.15%Zr; (c) L3: Al-6%Mg-0.29%Zr



Fonte: Elaborado pela autora, 2019.

4.4 Caracterização das Ligas – Etapa A

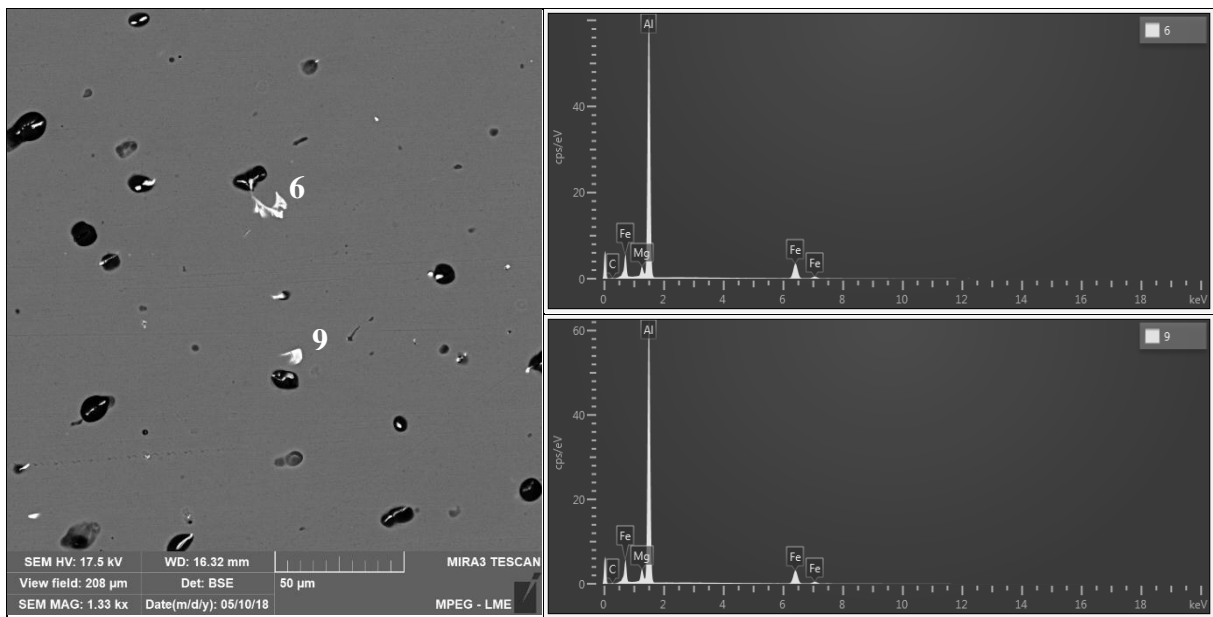
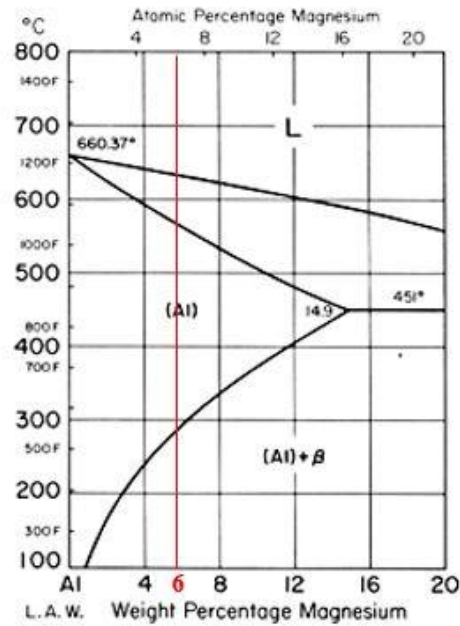
Nesta etapa, serão realizados as análises microestruturais das ligas sem deformação plástica e como solidificadas, nomeadas como Etapa 1.A, e pós deformação plástica, nomeadas como Etapa 2.A, e posteriormente a correlação entre as etapas (1.A – 2.A).

4.4.1 Caracterização Microestrutural – Etapa 1.A

Nesta etapa, empregou - se a técnica de microscopia eletrônica de varredura nas amostras obtidas transversalmente ao fluxo de calor do sistema de solidificação, das ligas: L1 – (Al-6%Mg); L2 – (Al-6%Mg-0,15%Zr) e L3 – (Al-6%Mg-0,29%Zr), sem deformação (9,5 mm de diâmetro), e sem tratamento térmico - (modo de solubilização e resfriamento rápido na temperatura de 900°C por 4 horas). O objetivo de aplicar esta técnica foi de identificar possíveis alterações nas microestruturas geradas pelas adições de Zr, através do sinal de Elétrons Retro - Espalhados (ERE), e conseqüentemente através de uma análise pontual, identificar a variação de concentração de soluto com o sinal de Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) - *Energy Dispersive Spectroscopy*, nas referentes microestruturas.

As Figuras abaixo (com magnificação de 1.33 kx), apresentam micrografias obtidas antes do processo de conformação mecânica a frio. A Figura 61 apresenta a micrografia obtida para a liga base L1 [Al-6%Mg], associado a parte do diagrama Al-Mg.

Figura 61 - Parte do diagrama Al-Mg, associado a microestrutura da liga L1 (Al-6%Mg) como fundida e sem deformação plástica

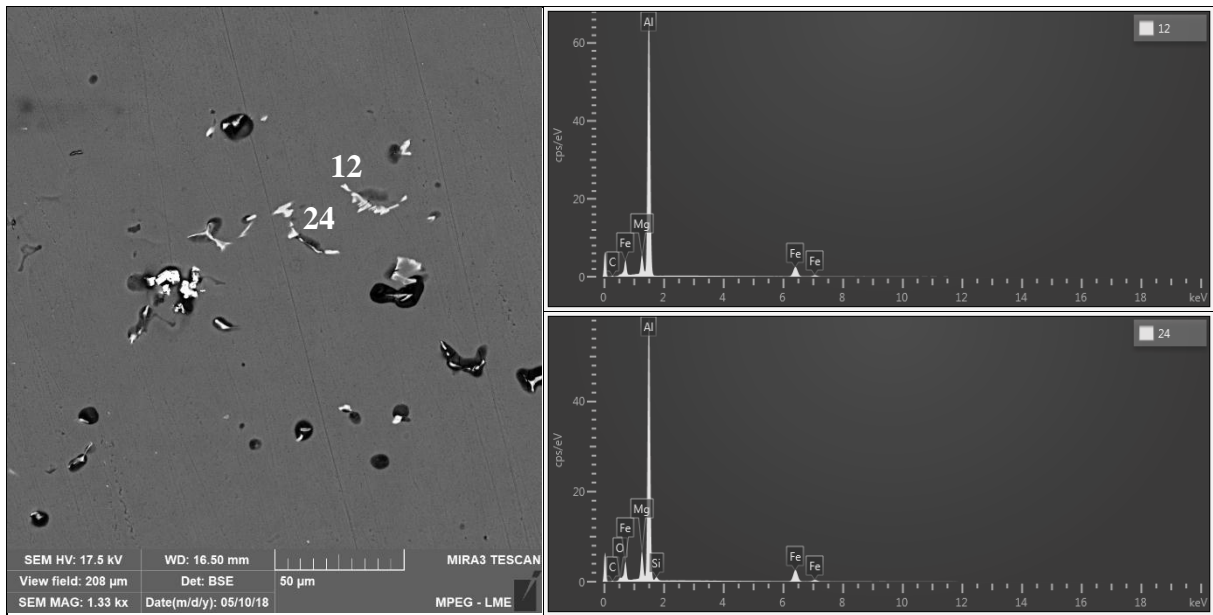
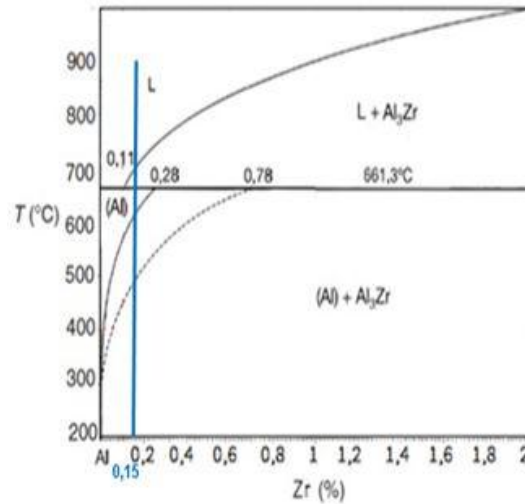


Fonte: Elaborado pela autora, 2019.

A Figura 61 apresenta a micrografia da liga L1, dos quais foram observados a presença de estruturas ou partículas oriundas do processo de solidificação - (em tonalidade branca), das quais os elementos identificados na matriz por via EDS, foram identificados como constituídos pelo os elementos Mg e Fe. A presença de Mg, devido ao sistema base da liga ser Al-Mg, e portanto apresentar maior influência estrutural, e a presença de Fe sendo proveniente possivelmente, do lingote de Alumínio-Eletrôcondutor (Al-EC) utilizado durante o processo de fundição.

A Figura 62 exibe a micrografia obtida para a liga L2 [Al-6%Mg-0,15%Zr], associada a parte do diagrama Al-Zr.

Figura 62 – Parte do diagrama Al-Zr associado a microestrutura da liga L2 (Al-6%Mg-0,15%Zr) como fundida e sem deformação plástica



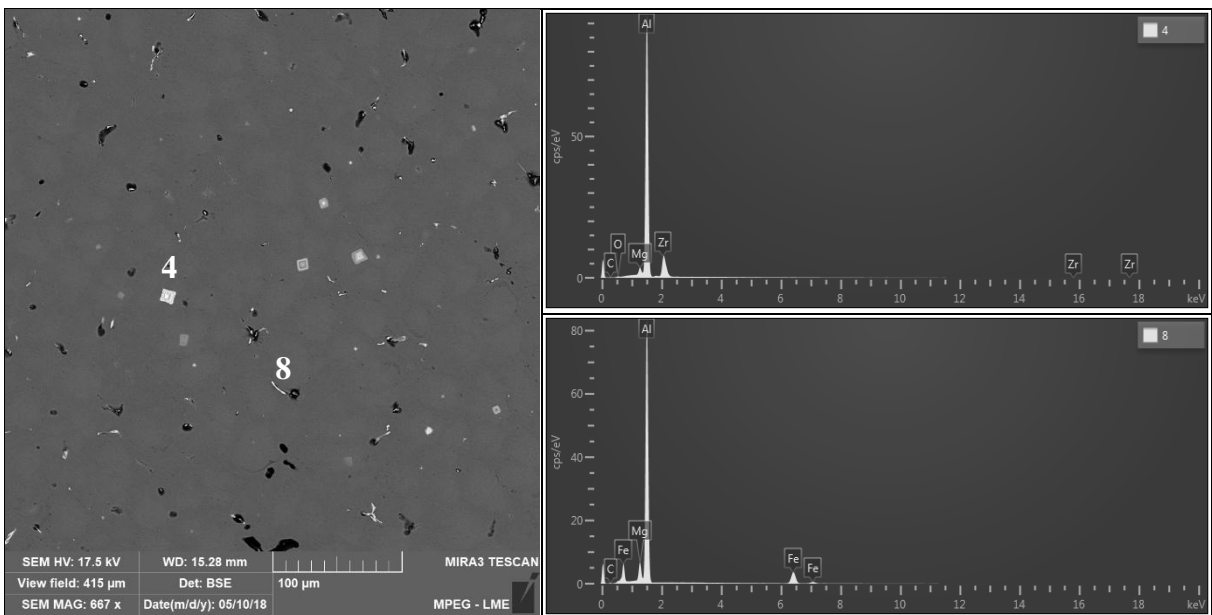
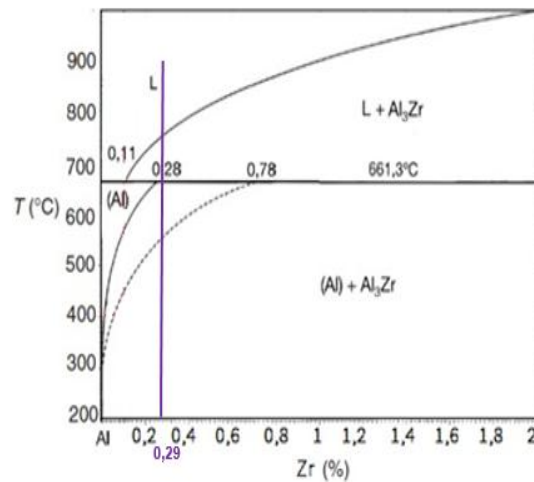
Fonte: Elaborado pela autora, 2019.

A microestrutura da Figura 62 apresenta características microestruturais similares às encontradas na liga de Al-6%Mg, oriundas do processo de solidificação, porém nota - se a maior presença das partículas de tonalidade branca, e sob maior distribuição. A exemplo disso, na liga L2 nota - se as mesmas estruturas que obtém a presença de ferro apresentadas na liga L1, que foram comprovadas com análise de EDS, porém com aspecto mais alongadas, possivelmente pela maior presença da estrutura nessa região analisada. Ressalta - se nesta referente liga, que através da análise em EDS, não foi possível a identificação destacada do elemento Zr nas

estruturas. Se for levado em conta que sob temperatura ambiente a estrutura é constituída de soluções solidadas e, que esta possibilidade está associada a elevada taxa de resfriamento, ausência de contornos de grão pela forte ação refinadora da união Mg/Zr e a condição da “têmpera de fusão” observada pela diagrama de fases Al-Zr, esta ausência seja justificada.

E por fim, a Figura 63 denota a micrografia obtida para a liga L3 [Al-6%Mg-0,29%Zr] associada a parte do diagrama Al-Zr.

Figura 63 – Parte do Diagrama Al-Zr associado a microestrutura da liga L3 [Al-6%Mg-0,29%Zr] como fundida e sem deformação plástica

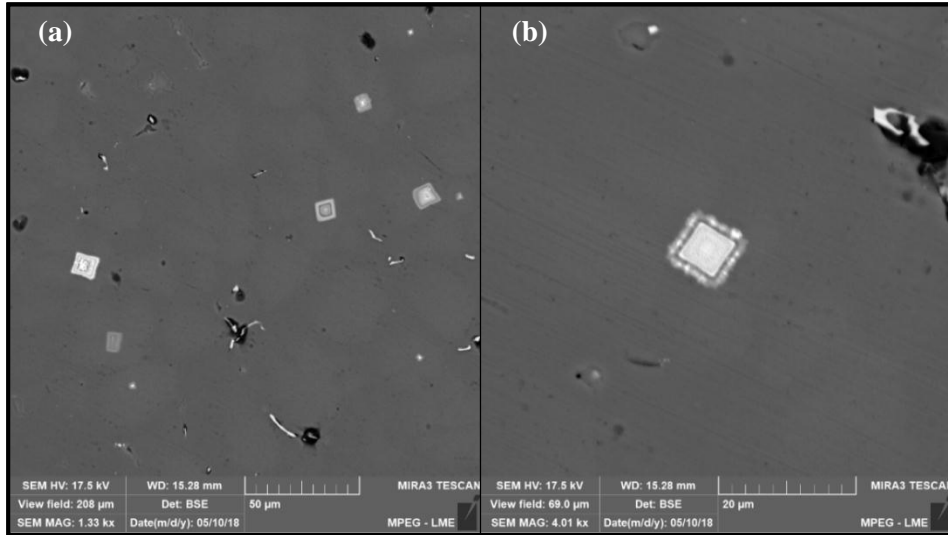


Fonte: Elaborado pela autora, 2019.

Na micrografia da liga L3, observada na Figura 63, observa - se a presença de estruturas peculiares formadas, dos quais foram identificados pela análise em EDS, no ponto 4, como sendo *clusters* formados pelo constituinte de Al-Zr com uma pequena presença de teores de Mg identificados no centro da imagem, provavelmente formados devido a alta finidade com a

matriz de alumínio. A Figura 64 (a) enfatiza os referentes clusters situados de forma dispersa na matriz de Al da liga L3 – (Al-6%Mg-0,29%Zr), e a Figura 64 (b), em maior ampliação, apresenta o formato hexagonal zonado dos *clusters*.

Figura 64 – (a)- Microestrutura da liga L3 – (Al-6%Mg-0,29%Zr) que apresenta a presença dos clusters na matriz de Al e (b)- Microestrutura que mostra de forma ampliada o formato dos clusters



Fonte: Elaborado pela autora, 2019.

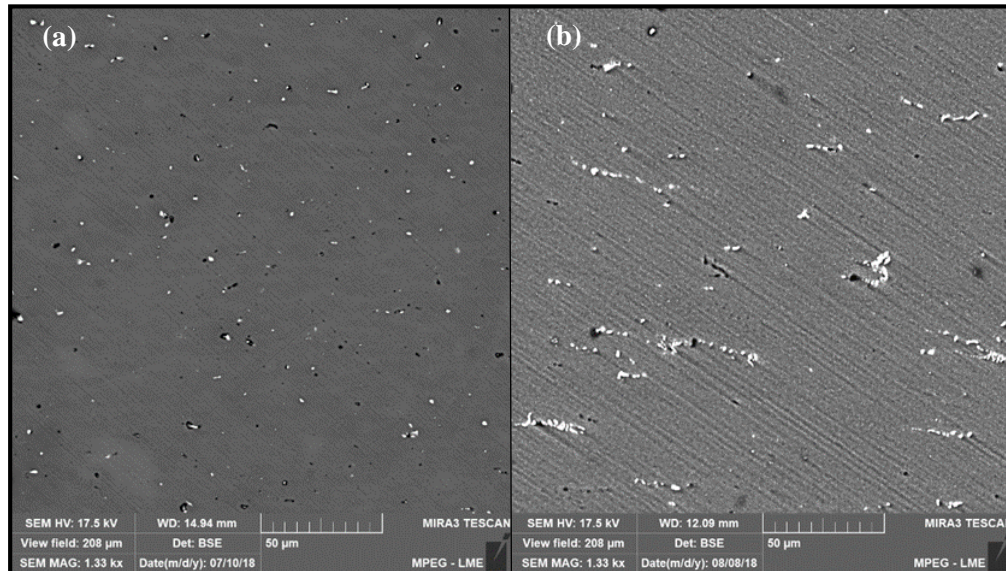
Esta ocorrência era esperada pela condição de solidificação descrita anteriormente. Portanto, ressalta-se que sob temperatura ambiente, a estrutura desta liga é constituída de soluções solidadas associadas a partículas primárias de Al_3Zr e, que esta possibilidade está associada, a elevada taxa de resfriamento, ausência de contornos de grão pela forte ação refinadora da união estrutural Mg/Zr e a condição da “têmpera de fusão”, observada pelo diagrama de fases Al-Zr.

4.4.2 Caracterização Microestrutural – Etapa 2.A

Nesta etapa, empregou-se a técnica de microscopia eletrônica de varredura nas amostras obtidas transversalmente ao fluxo de calor do sistema de solidificação adotado, e longitudinalmente ao sentido do processo de conformação mecânica a frio das ligas: L1 – (Al-6%Mg); L2 – (Al-6%Mg-0,15%Zr) e L3 – (Al-6%Mg-0,29%Zr), pós deformação plástica (3,00 mm de diâmetro), e sem tratamento térmico – (modo de solubilização e resfriamento rápido na temperatura de 900°C por 4 horas). O objetivo de aplicar esta técnica foi de identificar possíveis alterações nas microestruturas geradas pela deformação plástica, através do sinal de Elétrons Retro – Espalhados (ERE).

As Figuras abaixo (com magnificação de 1.33 kx), apresentam micrografias após o processo de conformação mecânica a frio. A Figura 65 apresenta a micrografia obtida para a liga base L1 [Al-6%Mg].

Figura 65 – Microestrutura da liga L1 Al-6%Mg como fundida, pós deformação plástica – (a) Transversal e (b) Longitudinal

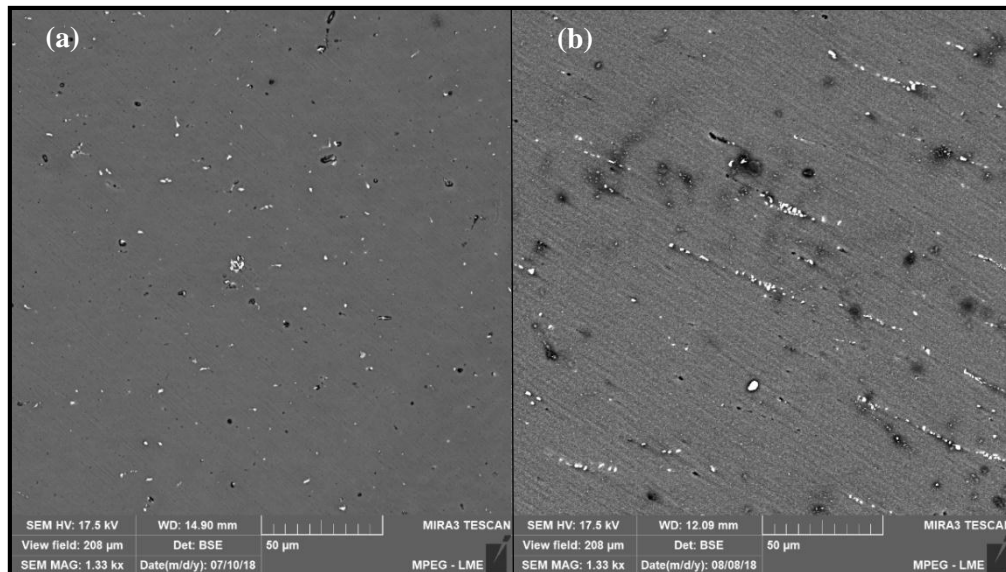


Fonte: Elaborado pela autora, 2019.

Na micrografia transversal e longitudinal da Liga L1, observa - se a presença de partículas de tonalidade branca constituídas por Fe situados de forma dispersa na matriz de Al. Como comentado anteriormente, o teor de Fe encontrado nas ligas estudadas é proveniente do lingote de Al-EC utilizado durante a preparação da liga. Na micrografia longitudinal, é observado as mesmas partículas de Fe, porém de forma alongadas, devido à direção em que as ligas foram laminadas.

A Figura 66 exhibe a micrografia obtida de forma transversal e longitudinal para a liga L2 [Al-6%Mg-0,15%Zr].

Figura 66 – Microestrutura da liga L2 [Al-6%Mg-0,15%Zr] como fundida pós deformação plástica – (a) Transversal e (b) Longitudinal

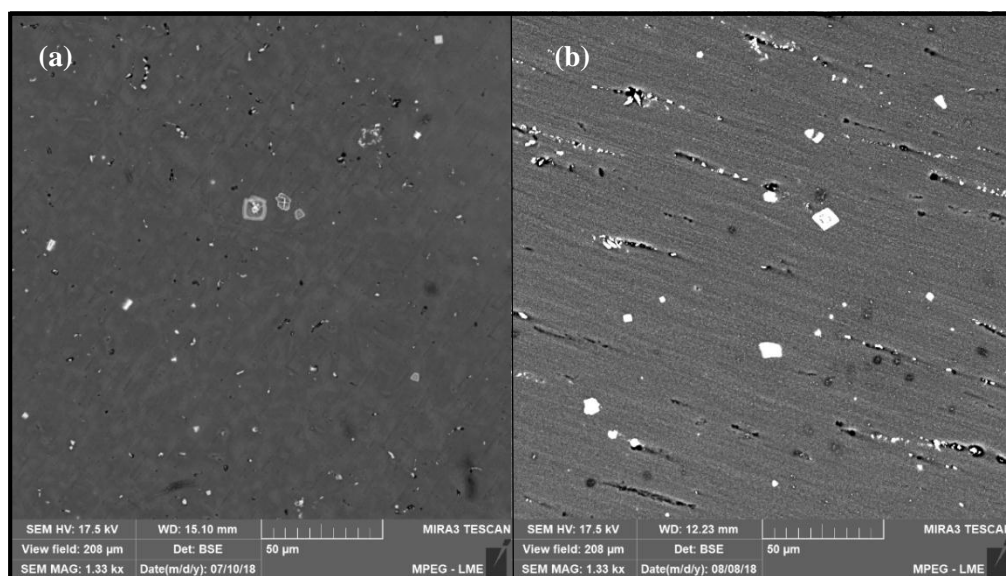


Fonte: Elaborado pela autora, 2019.

Observa-se que a mesma apresenta características microestruturais que obtém a presença de Fe, são similares às encontradas na liga L1 [Al-6%Mg], tanto transversalmente, quanto longitudinalmente, porém nota - se a presença de maiores profundidades na matriz do material.

E por fim, a Figura 67 denota a micrografia obtida para a liga L3 [Al-6%Mg-0,29%Zr], obtida tanto transversalmente, quanto longitudinalmente.

Figura 67 – Microestrutura da liga L3 [Al-6%Mg-0,29%Zr] como fundida pós deformação plástica – [a] Transversal e [b] Longitudinal



Fonte: Elaborado pela autora, 2019.

Na Figura 67, observa-se a presença de estruturas poligonais zonadas, tanto na forma transversal, quanto na forma longitudinal, das quais foram similares das microestruturas analisadas que não foram submetidas ao processo de conformação mecânica a frio - (Etapa 1.A).

Referente a microestrutura transversal da Liga L3, nota - se a presença de partículas de Fe dispersas na matriz de Al, e destacam - se a presença de *clusters* com presença de Zr, provenientes pelo teor trabalhado na liga, do qual encontra - se acima do nível de solubilidade pelo diagrama Al-Zr, conforme discutido anteriormente na análise do sistema de solidificação. Na micrografia longitudinal, é observado a presença dos *clusters* em melhor definição, na direção em que as amostras passaram pelo o processo de laminação.

4.4.3 Correlação entre as Etapas (1.A – 2.A)

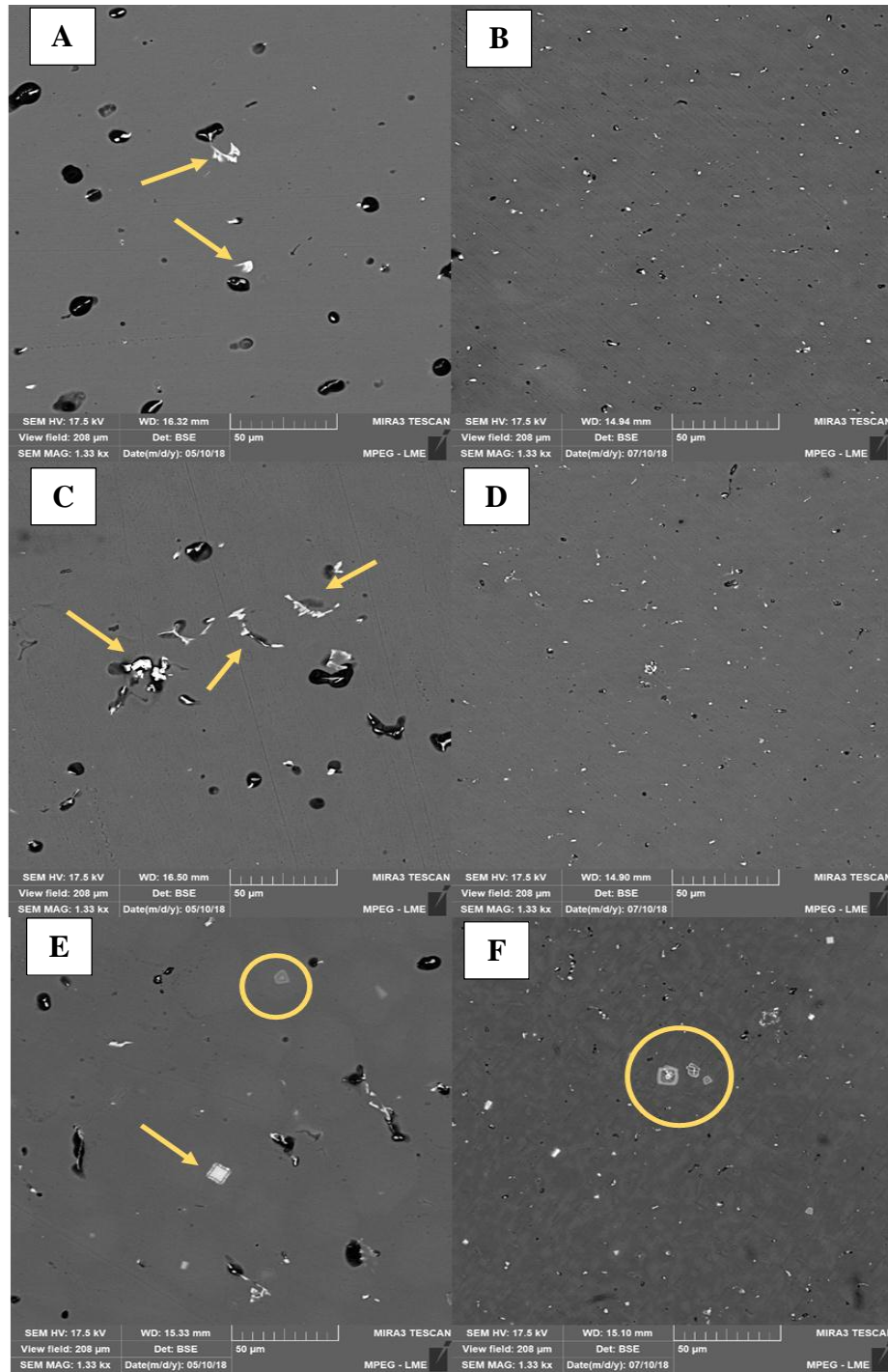
As micrografias sem deformação plástica, e pós deformação plástica, obtidas de forma transversal, apresentaram algumas diferenças que puderam ser visualizadas através do sinal de Elétrons Retro – Espalhados (ERE).

Primeiramente, a microestrutura da Liga L1 – (Figura 68 A), sem deformação plástica, apresenta estruturas com a presença de Fe localizados de forma mais concentrada na matriz de Al – (sinalizado com setas amarelas), do qual após o processo de conformação mecânica a frio, as respectivas estruturas com a presença de Fe, localizam - se de forma mais dispersas na matriz de Al – (Figura 68 B).

Analogamente às características microestruturais da Liga L1, a micrografia da Liga L2 – (Figura 68 C), sem conformação mecânica, apresenta estruturas com a presença de Fe, de forma mais concentrada e homogênea na matriz – (sinalizado com setas amarelas). Possivelmente, através da visualização da microestrutura, nota - se que a deformação plástica no material, causou maiores dispersões das referentes partículas de Fe na matriz de Al – (Figura 68 D).

Analisando as micrografias da Liga L3, nota - se a presença da formação de *clusters* de Zr em forma zonada – (Figura 68 E), destacando a configuração desta partícula do qual está situada de forma mais profunda na matriz de Al - (destacado pelo círculo amarelo), e outra partícula que está localizada na superfície da matriz - (destacado pela seta amarela). Contudo, ressalta-se que mesmo após ao processo de deformação plástica no material, os referentes *clusters* estão presentes na matriz de Al - (Figura 68 F).

Figura 68 – Microestruturas das liga obtidas de forma transversal, sem deformação plástica e pós deformação plástica, respectivamente, das amostras: Al-6%Mg (A-B), Al-6%Mg-0,15%Zr (C-D); Al-6%Mg-0,29%Zr (E-F)



Fonte: Elaborado pela autora, 2019.

4.4.4 Caracterização Mecânica – (ETAPA A)

Os ensaios de tração foram realizados para as ligas de Al-6%Mg, modificadas com os teores de 0,15% e 0,29% de Zr, como solidificadas e pós conformação mecânica a frio, no diâmetro de 3,00 mm. A Tabela 4 apresenta respectivamente os valores médios de LRT e alongamentos obtidos, assim como os valores das razões $[L/W]$ entre o comprimento $[L]$ e a largura $[W]$ das cavidades medidas na região das fraturas.

Tabela 4 – Limite de Resistência a tração [LRT], Alongamento (%) e Razão das Microcavidades da liga base Al-6%Mg modificadas com 0,15 e 0,29% em peso de Zr

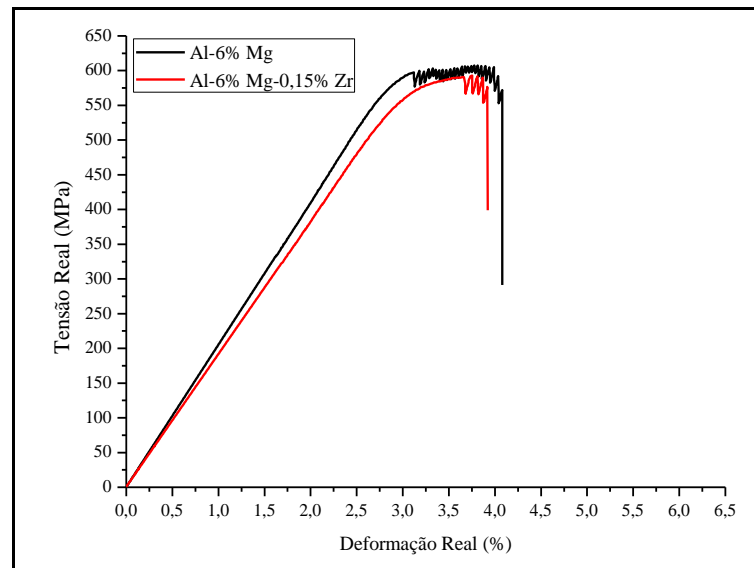
Ligas Sem Tratamento Térmico (%P)	Limite de Resistência à Tração [LRT] MPa	Alongamento $[\delta]$ (%)	Razão das Microcavidades $[\theta]$
AL-6% MG	570,73	3,78	1,31
AL-6% MG-0,15% ZR	559,81	3,76	1,28
AL-6% MG-0,29% ZR	574,38	3,48	1,24

Fonte: Elaborado pela autora (2019).

Sobre os resultados dos ensaios, primeiramente observa-se, que considerando os valores médios do limite de resistência a tração das amostras ensaiadas, a liga com 0,29% de Zr obteve um leve ganho de LRT, em comparação com a liga base – (Al-6%Mg), enquanto que a liga com 0,15% de Zr, apresenta uma leve perda de LRT. Quanto ao alongamento, observa-se que os valores apresentam características coerentes, visto que enquanto há um decréscimo para o LRT, para o alongamento há um acréscimo, e vice versa. Em relação aos valores calculados da razão de microcavidades, infere-se que possuem também comportamentos coerentes quanto ao valor do alongamento do material, pois perfis crescentes para os valores de alongamento, estão associados às perfis crescentes para a razão de microcavidades.

Na Figura 69, observa-se o Gráfico de Tensão x Deformação das ligas: L1 – [Al-6%Mg] e L2 – [Al-6%Mg-0,15%Zr], sem aplicação do tratamento térmico.

Figura 69 – Gráfico de Tensão x Deformação das ligas L1 [Al-6%Mg] e L2 – [Al-6%Mg-0,15%Zr], sem tratamento térmico



Fonte: Elaborado pela autora (2019).

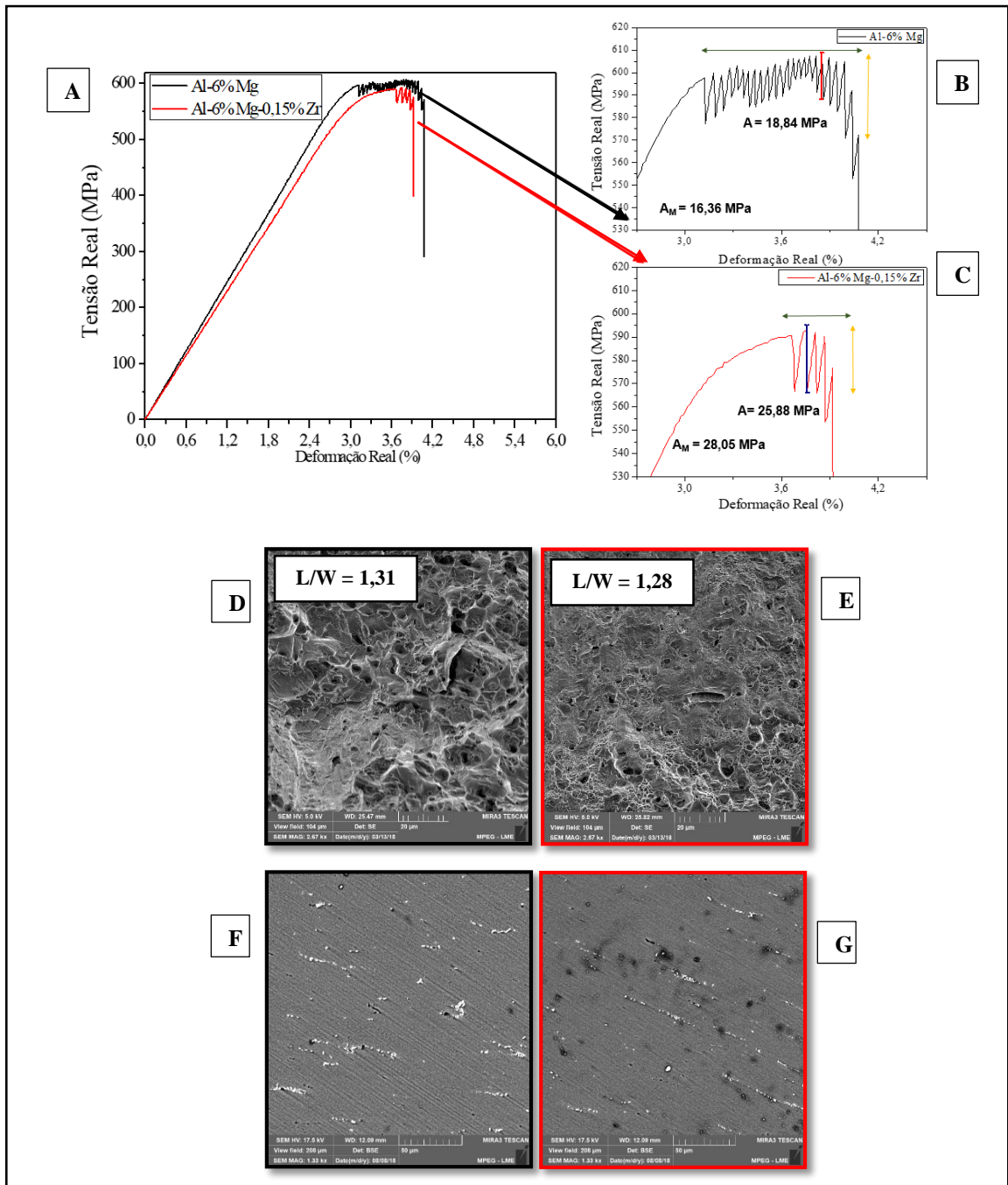
Analisando a zona elástica das curvas, concluiu-se que as ligas obtêm diferentes comportamentos de desempenho mecânico, fato esse justificado devido a adição do Zr na liga base Al-Mg. A liga L2 – [Al-6%Mg-0,15%Zr], por sua vez, apresenta uma inclinação levemente menor da zona elástica, e ampliação suscintamente maior da zona plástica. Analogamente, a liga base L1 – [Al-6%Mg] apresenta uma maior transição elástica - plástica, caracterizando uma liga com maior alongamento.

Os comportamentos mecânicos, possuem influência com as condições de solidificação, vistos no capítulo 4.2. Em suma, a liga L1 não é endurecível por tratamento térmico, portanto, não ocorre a precipitação de compostos intermetálicos, obtendo influência na perda de LRT e ganho do alongamento. A liga L2, por sua vez, apresenta comportamentos mecânicos relacionados ao processo de têmpera de fusão, região analisada pela transformação peritética.

Nas curvas de Tensão x Deformação das ligas sem aplicação de tratamento térmico, também são visualizados “serrilhados” ou “oscilações” na zona plástica do material, conhecidos como Escoamento Serrilhado ou Efeito de Portevin – Le Chatelier – (PLC). De acordo com a teoria do Envelhecimento Dinâmico de Tensão – (DAS), o Efeito é atribuído sob influência, quando o sistema base é formado pelos elementos Al-Mg, devido a interação dinâmica das discordâncias e dos teores de soluto. O consenso geral entre os estudos de (Ma et.al, 2015); (Kang et.al, 2012); (Ait – Amokhtar; Fressengeas, 2010); explicam que os átomos de Mg causam a produção serrilhada nas ligas de Al, porque são altamente móveis e podem facilmente formar “atmosfera” de soluto em torno das discordâncias.

No Gráfico de Tensão x Deformação da Figura 70, observa - se os comportamentos do Fenômeno de Portevin - Le Chatelier nas ligas, dos quais foram analisadas as extensões e as amplitudes das oscilações características do Efeito, assim como foram calculadas as amplitudes médias – (A_M), e medidos as maiores amplitudes – (A) de cada oscilação. Na respectiva Figura, também contém as imagens comparativas das topografias das fraturas com as razões (L/W) de microcavidades, assim como as micrografias das ligas L1 – (Al-6%Mg) e L2 – (Al-6%Mg-0,15%Zr).

Figura 70 – Efeito de PLC nas curvas de Tensão x Deformação das ligas L1 e L2 - (amplitudes médias e maiores amplitudes de cada oscilação) e imagens das topografias das fraturas com as razões (L/W) de microcavidades e micrografias da seção longitudinal



Fonte: Elaborado pela autora (2019).

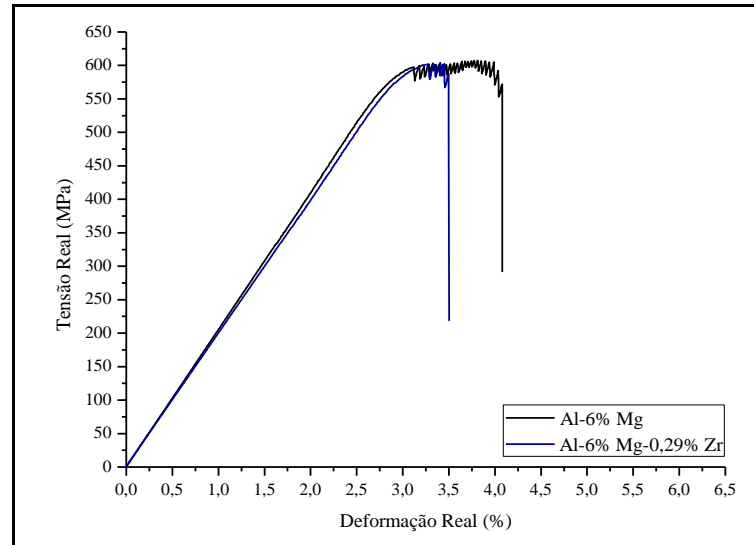
A liga base Al-6%Mg – (L1), identificada na Figura 70 a, apresenta na curva de Tensão x Deformação maior valor de LRT, e maior alongamento analisado na região plástica do material. Ressalta - se entretanto, que tais valores modificam - se devido à adição do teor de 0,15% de Zr na liga base – (L2), do qual a curva da respectiva liga apresenta menor valor de LRT, porém valores aproximados de alongamento.

Partindo deste tópico, as imagens das topografias das fraturas corroboram com os valores de alongamento observados pelo gráfico, do qual ao adicionar 0,15% de Zr, a fratura apresenta o aspecto mais plano, com ausência de microcavidades, bordas mais finas e configuração frágil – (Figura 70 e). Fato este diferentemente observado na topografia da fratura da liga base, do qual a mesma apresenta fratura com microcavidades mais profundas, com maior variação de altura e aspecto mais dúctil – (Figura 70 d). A razão de microcavidades (L/W) calculadas nas topografias das fraturas, justificam os valores aproximados de alongamento das ligas, fato este sendo exemplificado pelo o valor da razão calculada da liga L1 (L/W = 1,31), do qual apresenta relação proporcional ao alongamento, e vice versa para o valor da razão de microcavidades da liga L2 (L/W = 1,28). Ou seja, colaborando através dos cálculos da razão de microcavidades, para a verificação da liga que apresenta a melhor ductilidade. Partindo deste princípio, outro fato que comprova o alongamento aproximado das ligas L1 e L2, são as microestruturas do corte longitudinal das amostras, do qual apresentam aspectos similares de dispersão das partículas de segunda fase – (Figuras 71 f e g).

Como anteriormente observado no tópico 2.9.2, as ligas de Al-Mg apresentam frequentemente o comportamento de oscilações na região plástica do material, conhecidos como Efeito de Portevin - Le Chatelier. Contudo, neste caso especialmente, é analisado a variação das oscilações características do Efeito com as modificações dos teores de Zr. A Figura 70 b da liga base L1, apresenta a maior extensão de serrilhados, e a amplitude média equivalente à $A_M=16,36$ MPa. Analogamente, a Figura 70 c da liga L2, apresenta a menor extensão de serrilhados, e a amplitude média equivalente à $A_M= 28,05$. Como pode ter sido observado, a liga L2, apresenta maior amplitude média em relação a liga base, fato este, podendo ser justificado devido às maiores tensões internas do material causadas pelo acréscimo do teor de Zr, que apresenta influência com o acoplamento das discordâncias, dos quais se difundem entre os átomos de soluto, para movimentarem - se livremente. Logo, para que ocorra o processo de deformação plástica no material, é necessário que ocorra uma tensão superior para movimentar as discordâncias, devido à tensão destinada ao “destravamento” das mesmas, o que justifica a maior diferença de amplitude média da liga adicionada com 0,15 % de Zr.

Na Figura 71, observa - se o Gráfico de Tensão x Deformação das ligas: L1 – [Al-6%Mg] e L3 – [Al-6%Mg-0,29%Zr], sem aplicação do tratamento térmico.

Figura 71 - Gráfico de Tensão x Deformação das ligas L1 [Al-6%Mg] e L3 – [Al-6%Mg-0,29%Zr], sem tratamento térmico

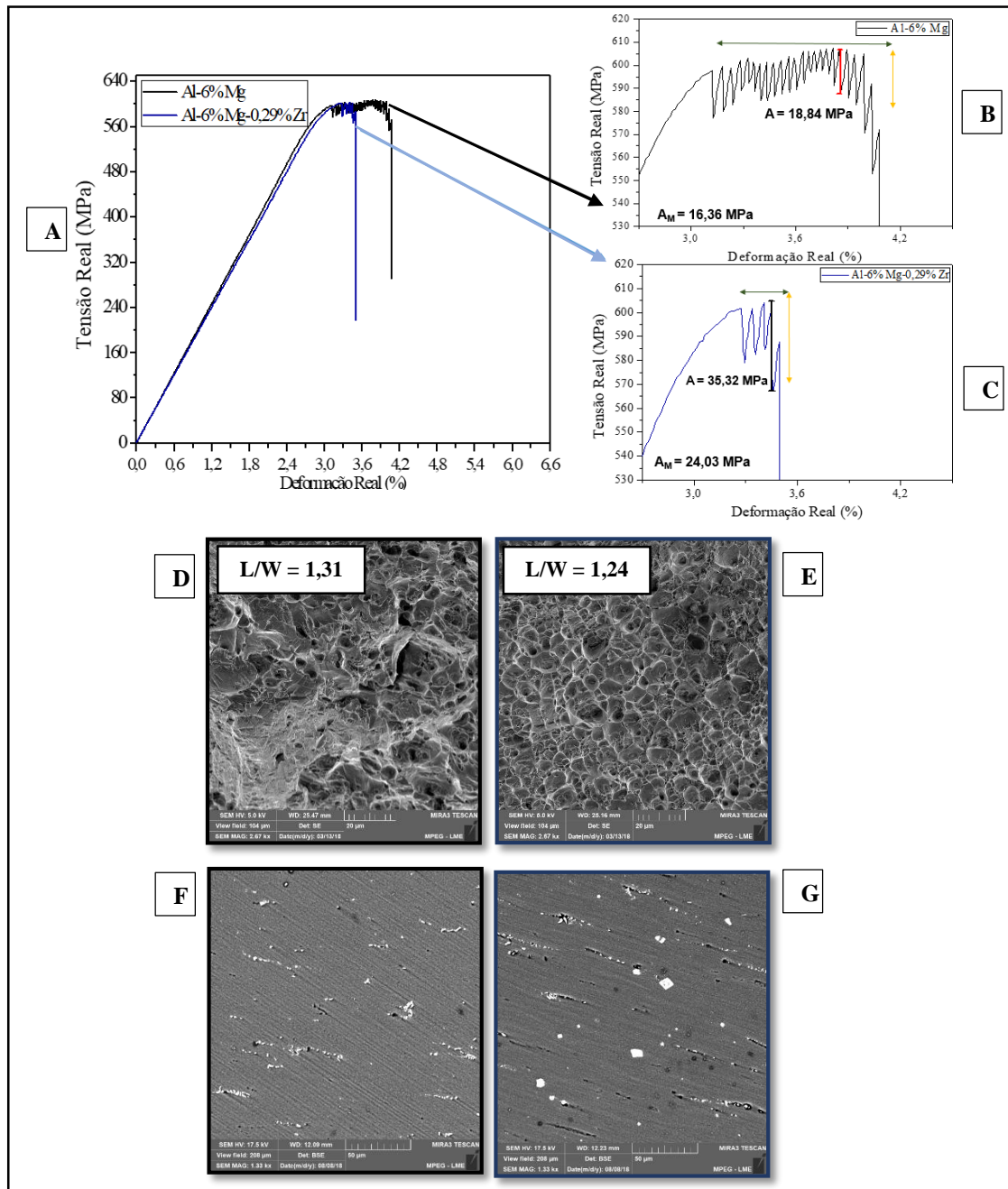


Fonte: Elaborado pela autora (2019).

Analisando as curvas no gráfico de Tensão x Deformação da liga L3 – [Al-6%Mg-0,29%Zr], observa-se que a mesma obtém uma transição elástica-plástica mal definida, caracterizando uma liga altamente endurecida. O respectivo comportamento mecânico apresenta influência com as condições de solidificação, visto que na condição sem tratamento térmico, o maior LRT e menor alongamento da liga L3 pode ser associado ao maior teor de soluto – (0,29% Zr) e a presença do Al_3Zr como fase primária que, possivelmente, aloja-se nos contornos de grão da solução sólida (α_p) podendo servir como ancoradouro ao movimento das discordâncias e impedindo o movimento das mesmas, causando maior endurecimento do material por trabalho a frio e, conseqüentemente, resultando em menor alongamento. E em comparação com a liga base L1, como visto anteriormente, apresenta menor deformação plástica no material.

No Gráfico de Tensão x Deformação da Figura 72, observa-se os comportamentos do Fenômeno de Portevin - Le Chatelier nas ligas, dos quais foram analisadas as extensões e as amplitudes das oscilações características do Efeito, assim como foram calculadas as amplitudes médias – (A_M), e medidos as maiores amplitudes – (A) de cada oscilação. Na respectiva Figura, também contém as imagens comparativas das topografias das fraturas com as razões (L/W) de microcavidades, assim como as micrografias das ligas L1 – (Al-6%Mg) e L3 – (Al-6%Mg-0,29%Zr).

Figura 72 – Efeito de PLC nas curvas de Tensão x Deformação das ligas L1 e L3 – (amplitudes médias e maiores amplitudes de cada oscilação) e imagens das topografias das fraturas com razões (L/W) de microcavidades e micrografias da seção longitudinal



Fonte: Elaborado pela autora (2019).

Nas curvas de Tensão x Deformação da Figura 72 (a), observa - se que a liga com maior teor de soluto - Al-6%Mg-0,29%Zr – (L3), em comparação com a liga base - Al-6%Mg – (L1), apresenta valor levemente maior de limite de resistência à tração, e menor alongamento. A topografia das fraturas corroboram com os valores de alongamento observados na liga, da qual, a fratura da liga L3, apresenta topografia da fratura mais plana, com bordas mais finas e

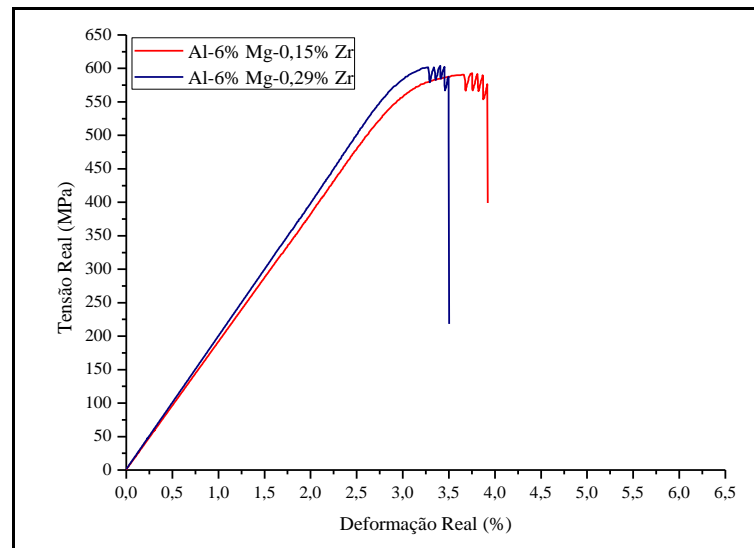
pequenas diferenças de altura, obtendo aspecto de fratura mais frágil – (Figura 72 e), fato este diferentemente observado na liga L1, do qual como foi observado, apresenta fratura com aspecto mais dúctil – (Figura 72 d). Desta forma, a razão de microcavidades (L/W) calculadas, colaboram para a verificação da ductilidade do material, na qual, a liga que apresenta menor razão, sendo identificada como a liga com maior teor de soluto - (L/W=1,24), apresenta comportamento proporcional ao menor valor de alongamento, e vice versa para a razão da liga base - (L/W=1,31), na qual apresenta maior valor de alongamento.

Desta forma, outro aspecto que justifica a relevante diferença entre os valores de alongamento das ligas, são as microestruturas do corte transversal das amostras, na qual a liga L3 apresenta *clusters* com a presença de Zr situados de forma mais concentrada na matriz de Al, que pode influenciar para o acúmulo de tensões internas geradas na liga, e conseqüentemente diminuição da ductilidade. Este fato pode ter sido justificado, devido ao maior teor de soluto adicionado na liga base, que causa possivelmente o maior acoplamento das discordâncias, que para se “destravarem” ao movimentar - se livremente entre os átomos de soluto, é necessário atingirem maiores tensões internas, corroborando para que ocorra a propagação de falhas no material.

O Efeito de PLC, que também foi verificado na liga com maior teor de soluto, demonstra este fato pela diferença observada entre extensão de oscilação e cálculo de amplitude média, entre as ligas L1 e L3. A amplitude média da liga L3 foi equivalente à $A_M=24,03$ MPa, e analogamente, a liga base conforme foi visto anteriormente, apresenta menor amplitude média, sendo equivalente à $A_M=16,36$ MPa. Ou seja, a adição do maior teor de Zr na liga base, influenciou com que ocorra maiores diferenças das tensões mínimas e máximas impostas pelo acoplamento das discordâncias, resultando portanto, conforme visualizado, em maiores amplitudes médias das oscilações.

Na Figura 73, observa-se o gráfico de Tensão x Deformação das ligas: L2 – [Al-6%Mg-0,15%Zr] e L3 – [Al-6%Mg-0,29%Zr], sem aplicação do tratamento térmico.

Figura 73 – Gráfico de Tensão x Deformação das ligas L2 [Al-6%Mg-0,15%Zr] e L3 – [Al-6%Mg-0,29%Zr], sem tratamento térmico

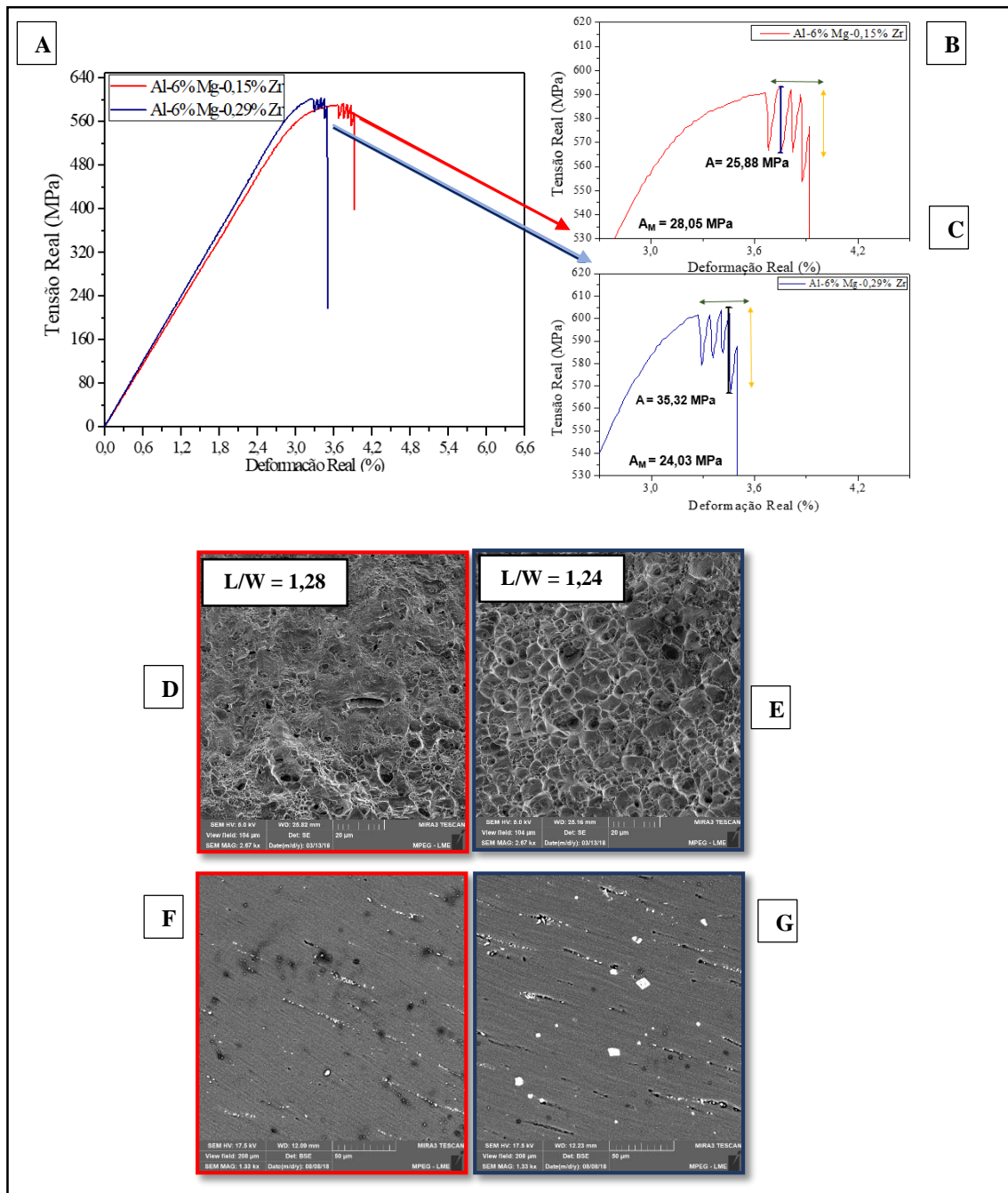


Fonte: Elaborado pela autora (2019).

Analisando as curvas do Gráfico de Tensão x Deformação das ligas adicionadas com teores modificados de Zr, como visto anteriormente, infere - se que a liga L2 – (Al-6%Mg-0,15%Zr) em comparação com a liga L3 – (Al-6%Mg-0,29%Zr), apresenta comportamento coerente, visto que apresenta menor valor de limite de resistência à tração, e maior valor de alongamento.

No Gráfico de Tensão x Deformação da Figura 74, observa - se os comportamentos do Fenômeno de Portevin – Le Chatelier nas ligas, dos quais foram analisadas as extensões e as amplitudes das oscilações características do Efeito, assim como foram calculadas as amplitudes médias – (A_M), e medidos as maiores amplitudes – (A) de cada oscilação. Na respectiva Figura, também contém as imagens comparativas das topografias das fraturas com as razões (L/W) de microcavidades, assim como as micrografias das ligas L2 – (Al-6%Mg-0,15%Zr) e L3 – (Al-6%Mg-0,29%Zr).

Figura 74 – Efeito de PLC nas curvas de Tensão x Deformação das ligas L2 e L3 - (amplitudes médias e maiores amplitudes de cada oscilação) e imagens das topografias das fraturas com as razões (L/W) de microcavidades e micrografias das seção longitudinal



Fonte: Elaborado pela autora (2019).

Nas curvas de Tensão x Deformação da Figura 74 a, apresentam o comportamento mecânico das ligas adicionadas com Zr: liga L2 – (Al-6%Mg-0,15%Zr), e liga L3 – (Al-6%Mg-0,29%Zr), do qual conforme observado, a liga que apresenta maior valor de LRT: sendo a liga com 0,29% de Zr, apresenta menor valor de alongamento, e vice versa para a liga com 0,15% de Zr, do qual apresenta maior valor de alongamento. Como discutido anteriormente, sabe-se

que o alongamento das ligas influenciam no aspecto das topografias das fraturas, bem como refletem nos cálculos de razão de microcavidades (L/W). Como a exemplo disso, obtém-se a razão da liga L3 – ($L/W=1,24$), que apresenta comportamento coerente com o menor valor de alongamento. E conforme observado, fato diferentemente ocorrido com a liga L2 – ($L/W=1,28$), que apresenta maior valor de alongamento. Além disso, as micrografias das seções transversais das ligas, colaboram com os valores de alongamento visualizados, dos quais, a liga L2, apresenta maior dispersão da presença de partículas de Fe – (Figura 74 f), e a liga L3, apresenta *clusters* com a presença de Zr situados de forma mais concentrada na matriz de Al – (Figura 74 g), colaborando para que ocorra o maior acúmulo de tensões internas, e conseqüentemente, menor ductilidade no material.

Em relação ao Efeito de PLC sob as curvas de tensão x deformação das ligas que possuem os diferentes teores de Zr, é possível inferir que as mesmas apresentam a presença sucinta da extensão de oscilação, e valores aproximados de amplitude média: liga L2 – ($A_M=28,05$) e liga L3 – ($A_M=24,03$), Figura 75 b e c, respectivamente. Fato este ocorrido possivelmente, pela adição do teor de Zr na liga, que como anteriormente mencionado, apresenta relação com a maior tensão interna imposta no material, devido ao acoplamento das discordâncias, dos quais os átomos de soluto se difundem ao campo de tensão gerado devido ao emaranhado das discordâncias, resultando em maiores amplitudes médias, conforme visualizados no Gráfico de Tensão x Deformação.

4.5 Caracterização das Ligas – Etapa B

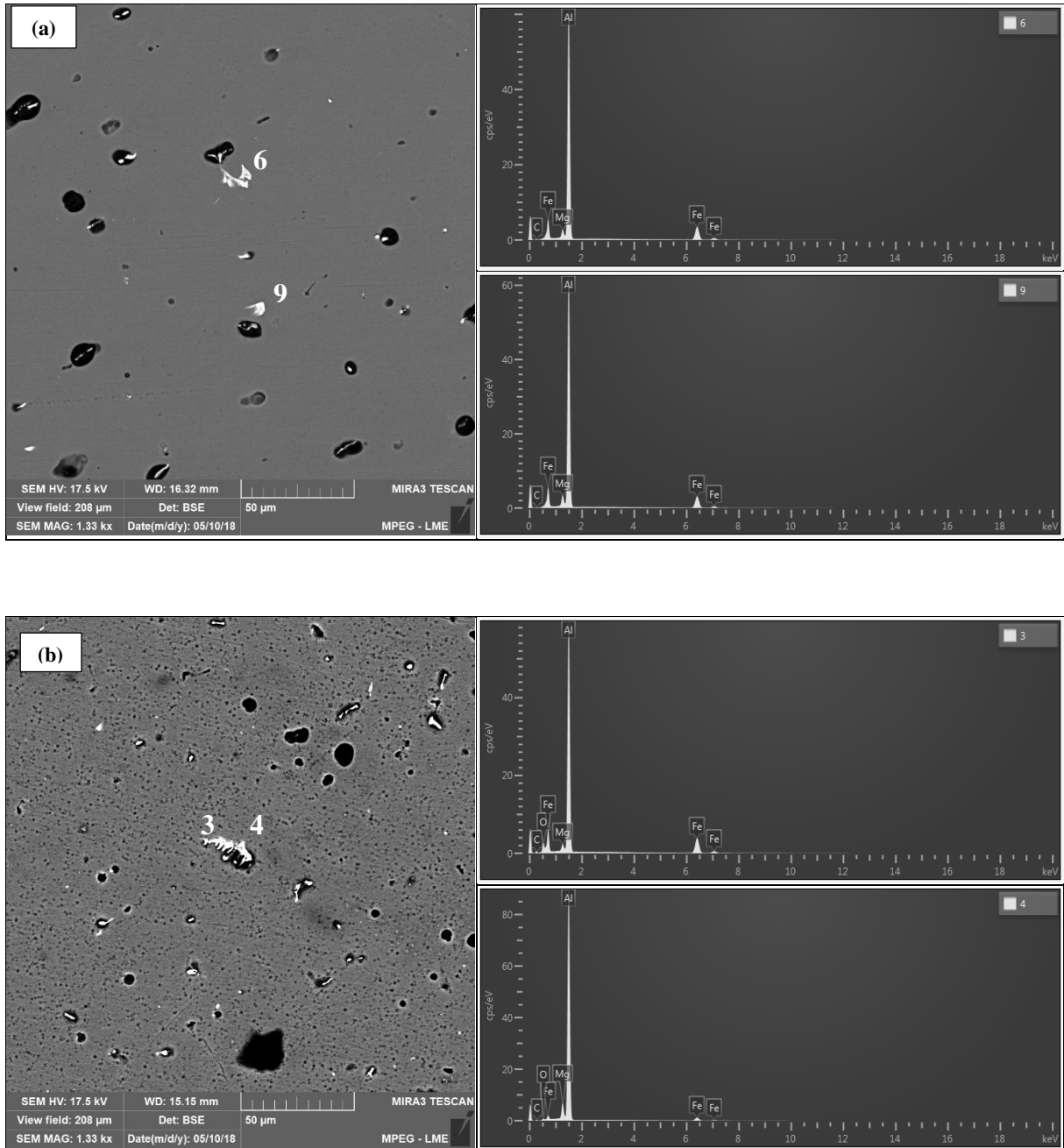
Nesta etapa, serão realizados as análises microestruturais comparativas das ligas solidificadas e pós tratamento térmico, sem deformação plástica, nomeadas como Etapa 1.B, e pós deformação plástica, nomeadas como Etapa 2.B.

4.5.1 Caracterização Microestrutural – Etapa 1.B

As Figuras abaixo (com magnificação de 1.33 kx), apresentam micrografias comparativas obtidas antes do processo de conformação mecânica a frio, como solidificadas e pós tratadas termicamente, através do tratamento térmico de envelhecimento artificial aplicados na temperatura de 400°C durante 16 horas. Logo, as micrografias a seguir, serão analisadas através do sinal de Elétrons Retro - Espalhados (ERE), a fim de identificar possíveis alterações geradas pelo tratamento térmico de envelhecimento artificial aplicado, e através do EDS, identificar possíveis alterações nas concentrações de soluto nas referentes microestruturas, devido a influência do tratamento térmico.

A Figura 75 (a) e (b), apresenta as micrografias da liga base Al-6%Mg – (L1) sem e pós tratamento térmico, respectivamente, associado com o diagrama de fases Al-Mg – (Figura 76) apresentando o trajeto térmico da temperatura aplicada.

Figura 75 – Avaliação microestrutural da liga Al-6%Mg (a) sem tratamento térmico; (b) pós tratada termicamente



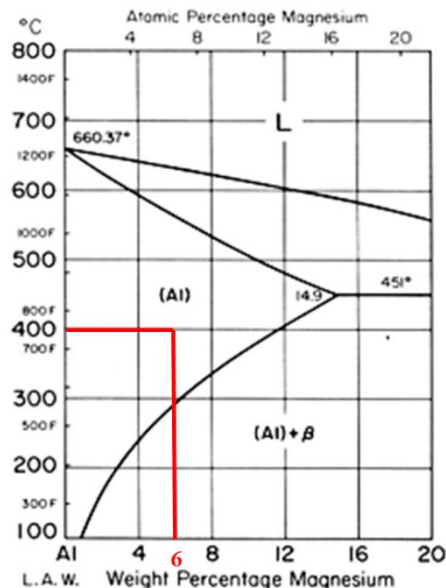
Fonte: Elaborado pela autora (2019).

Analisando as microestruturas da liga Al-6%Mg após ao tratamento térmico, concluiu-se que na liga L1, não houveram diferenças no aspecto das microestruturas, que permaneceram homogêneas. A análise do EDS demonstra que mesmo após ao tratamento térmico aplicado, as

concentrações de soluto não modificaram - se, exibindo uma microestrutura que contém presença dos elementos Al e Mg, devido à forte interação do sistema base utilizado neste trabalho, e a presença de Fe como impureza, provavelmente devido ao mesmo lingote de Al-EC utilizado nos procedimentos de fundição das ligas.

Na temperatura de solidificação, conforme anteriormente observado, é formado a fase eutética (α Al) + β , caracterizada como “têmpera de fusão”. Contudo, ao ser aquecido na temperatura de 400°C, de acordo com o diagrama de fases da Figura 76 como trata - se de uma região monofásica que apenas contém α -Al, a fase β encontra - se solubilizada na matriz de α -Al, resultando em uma solução sólida supersaturada. Logo, justificando ainda o aspecto homogêneo da micrografia.

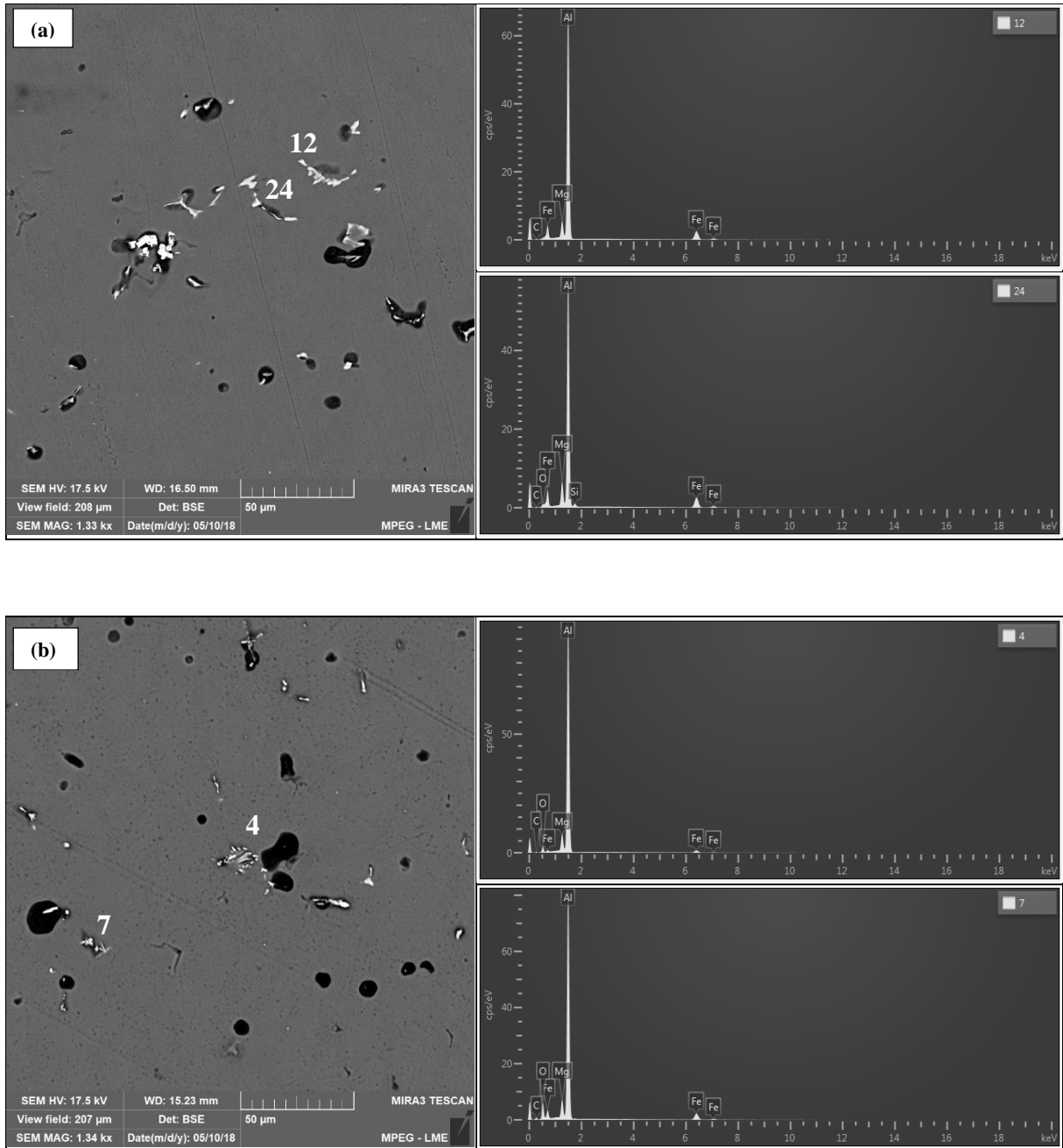
Figura 76 – Parte do diagrama Al-Mg demarcado pela temperatura de tratamento térmico aplicado, associado a microestrutura da liga L1 [Al-6%Mg]



Fonte: Adaptado de INFOMET, 2019.

A Figura 77 (a) e (b), apresenta as micrografias da liga Al-6%Mg-0,15%Zr – (L2) sem e pós tratamento térmico, respectivamente, associado com o diagrama de fases Al-Zr – (Figura 78) apresentando o trajeto térmico da temperatura aplicada.

Figura 77 – Avaliação microestrutural da liga Al-6%Mg-0,15%Zr (a) sem tratamento térmico; (b) pós tratada termicamente



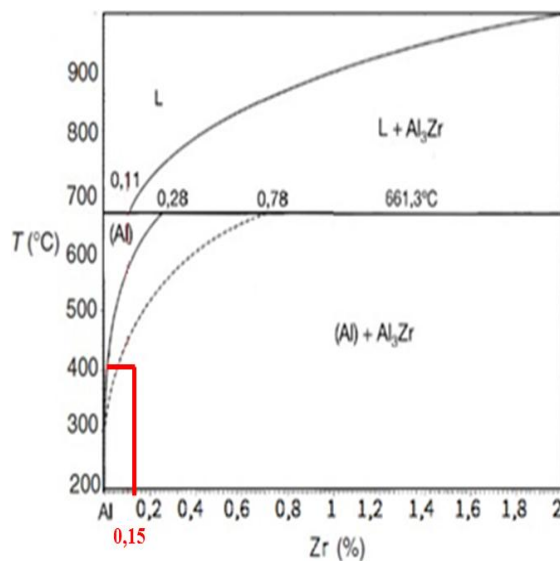
Fonte: Elaborado pela autora, 2019.

Na liga L2, denota-se que mesmo após ao tratamento térmico aplicado, as estruturas ainda apresentam - se com aspecto homogêneo. Todavia, as estruturas de ferro que anteriormente permaneciam concentradas na liga no estado como fundida, após ao tratamento térmico, ficaram dispersas na matriz, fato este, possivelmente sendo comprovado pela análise de concentração de Fe via EDS, na qual observa - se que o mesmo, encontra - se em menor solubilidade na matriz. Outro aspecto observado, foi a impossibilidade de visualização de

concentrações do elemento Zr, fato este também ocorrido na mesma liga como fundida, sendo justificado devido ao baixo teor trabalhado de Zr.

Através do diagrama de fases da Figura 78, que apresenta o trajeto térmico demarcado em 400°C, observa - se que devido a referente liga hipoperitética – (Al-0,15%Zr), localizar - se em uma região de precipitação, ou seja, abaixo da linha *solvus*, tendência - se a formação do composto intermetálico de Al₃Zr. Contudo, conforme foi observado nas microestruturas da Figura 78 (b), não foi possível a visualização da presença do referente composto intermetálico Al₃Zr, logo, duas possibilidades podem ser consideradas. Primeiro, que os precipitados formados podem ser um aglomerado de precipitados que não podem ser visualizados devido à baixa resolução e ampliação para visualizar estruturas nanométricas, do qual o Al₃Zr é inserido. E segundo, devido aos intervalos de tempo submetidos ao tratamento térmico de envelhecimento artificial, do qual o tempo, provavelmente, não foi suficiente para ocorrer a precipitação do Al₃Zr, conforme exibido no diagrama de fases da Figura . A exemplo disso, nos trabalhos de Knipling (2006, 2008) e Souza (2017) foram verificados as presenças de precipitados metaestáveis de Al₃Zr, devido aos maiores intervalos de tempos utilizados do tratamento térmico de envelhecimento que foram submetidos entre a faixa de 100, 400 até 1600 horas, concluindo a importância do tempo de tratamento térmico aplicado que provavelmente, pode influenciar na formação de partículas de segunda fase e conseqüentemente, no aspecto microestrutural da amostra.

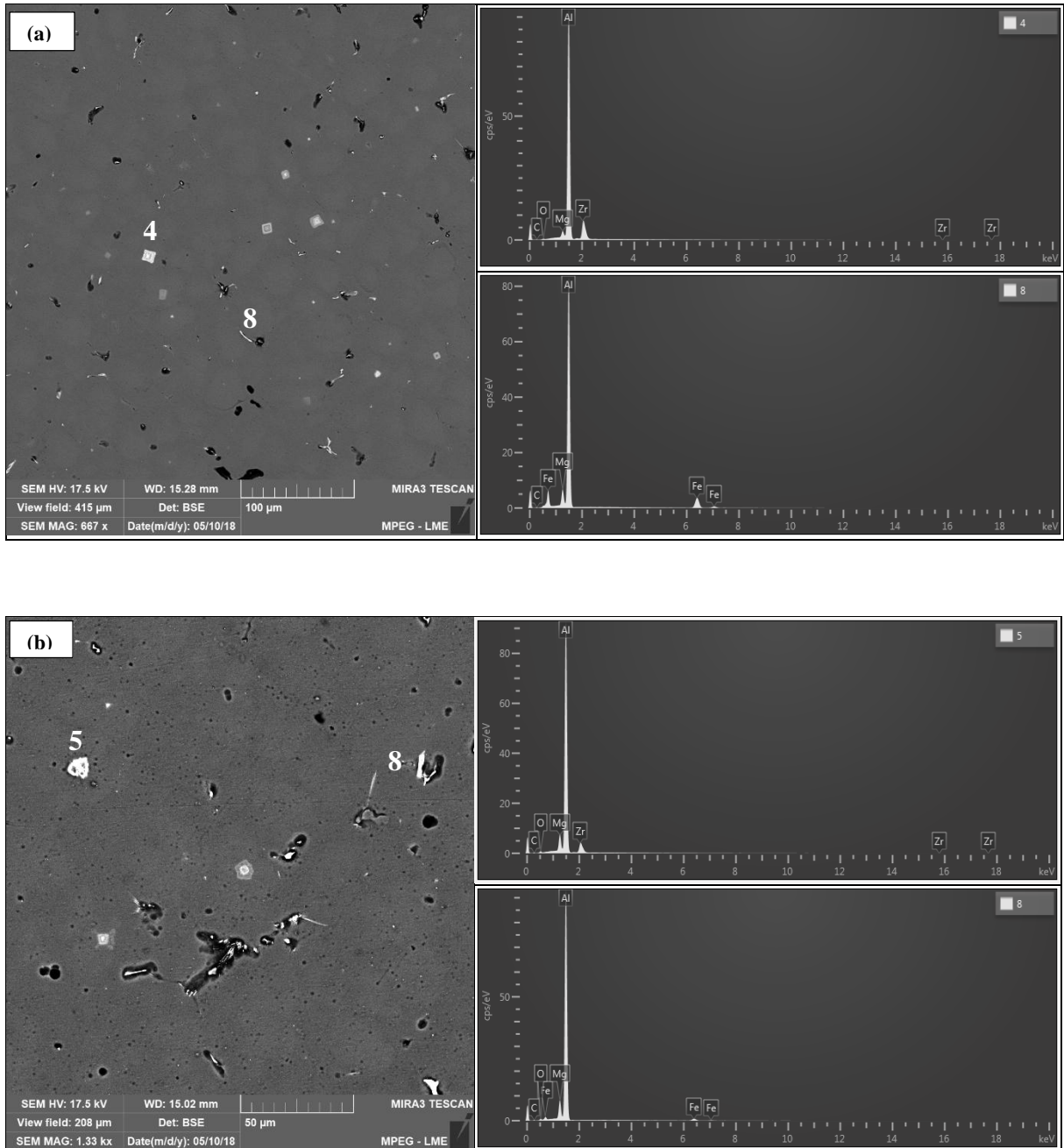
Figura 78 – Parte do diagrama Al-Zr demarcado pela temperatura de tratamento térmico aplicado, associado a microestrutura da liga L2 [Al-6%Mg-0,15%Zr]



Fonte: Adaptado de Hatch, 1984.

E por fim, a Figura 79 (a) e (b), apresenta as micrografias da liga Al-6%Mg-0,29%Zr – (L3) sem e pós tratamento térmico, respectivamente, associado com o diagrama de fases Al-Zr – (Figura 80) apresentando o trajeto térmico da temperatura aplicada.

Figura 79 – Avaliação microestrutural da liga Al-6%Mg-0,29%Zr (a) sem tratamento térmico; (b) pós tratada termicamente



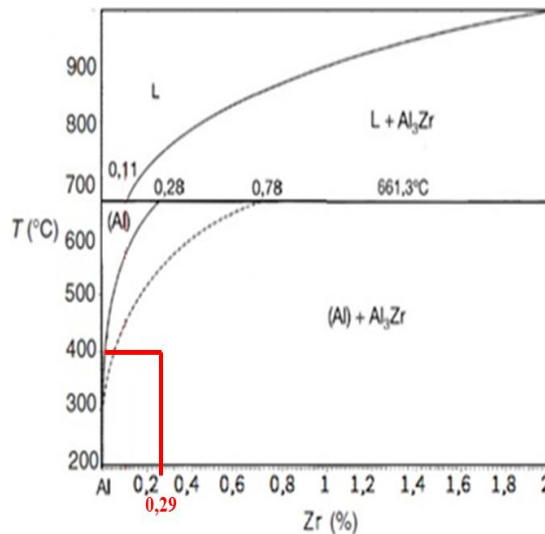
Fonte: Elaborado pela autora, 2019.

Na liga, que obtém o maior teor de soluto – (Al-6%Mg-0,29%Zr), é possível visualizar que mesmo após ao tratamento térmico aplicado, as características da micrografia permaneceram similares da micrografia em estado como fundido, destacando - se

principalmente a presença dos *clusters* com o aspecto poligonal zonado com a presença do elemento Zr, formados na matriz de alumínio.

Sobre as mesmas estruturas estarem sendo visualizadas na matriz de Al, o diagrama de fases Al-Zr da Figura 80 corrobora com a possível compreensão do aspecto observado dos *clusters*. De acordo com o trajeto térmico demarcado pelo diagrama de fases, observa-se que a respectiva composição trabalhada na liga, apresenta excesso de sólido na forma do Al_3Zr primário na temperatura peritética, no qual logo após sofrer o tratamento térmico, o sólido remanescente segue resfriando, mas não sofre modificação, resultando na formação do composto intermetálico [α - $\text{Al}+\text{Al}_3\text{Zr}$], como visto no diagrama de fases. Ou seja, fato este também observado na transformação peritética da respectiva liga como solidificada, o que justifica a presença similar dos aspectos dos *clusters* com o elemento Zr nas micrografias das ligas.

Figura 80 – Parte do diagrama Al-Zr demarcado pela temperatura de tratamento térmico aplicado, associado a microestrutura da liga L3 [Al-6%Mg-0,29%Zr]



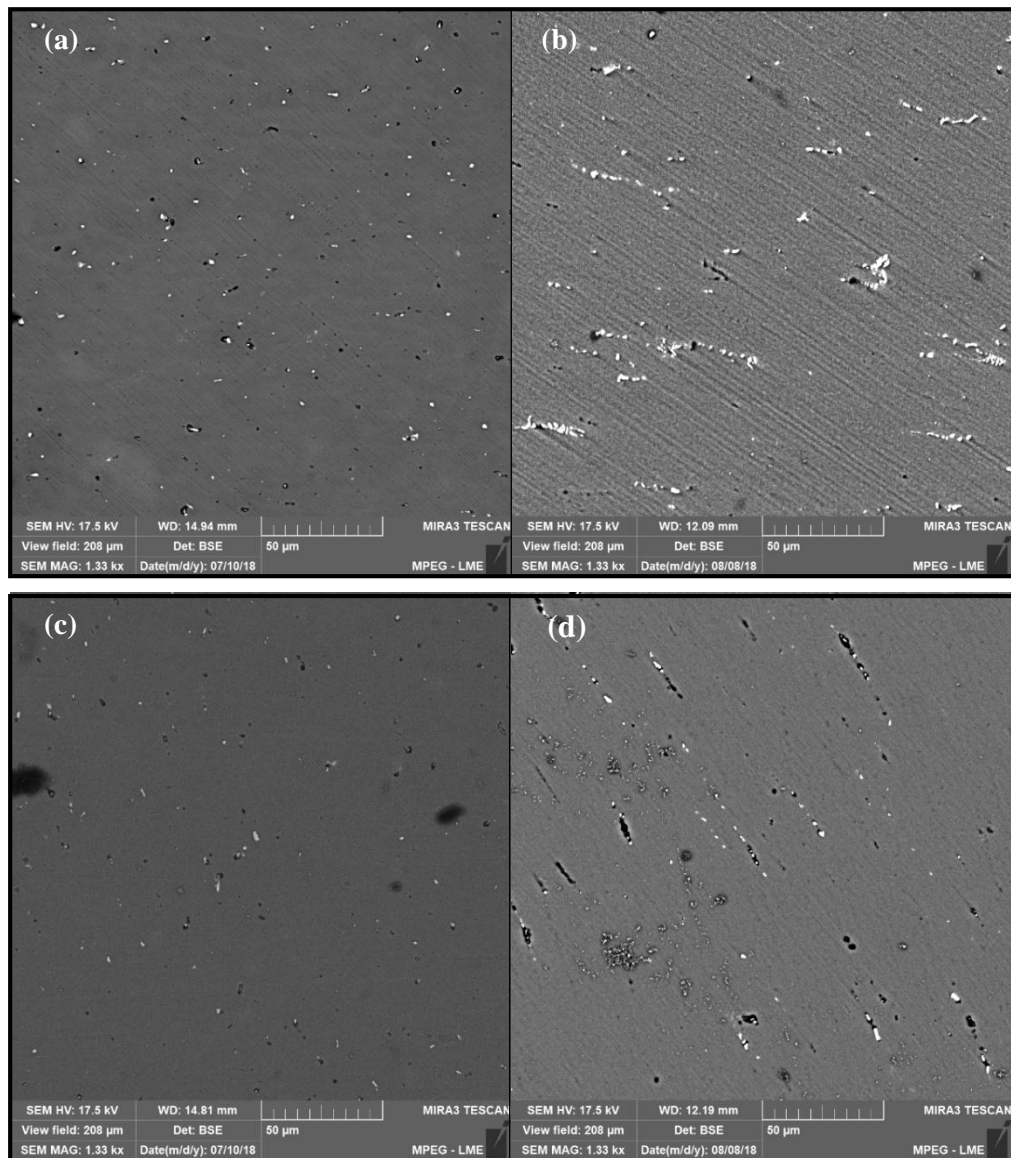
Fonte: Adaptado de Hatch, 1984.

4.5.2 Caracterização Microestrutural – Etapa 2.B

Nesta etapa, empregou-se a técnica de microscopia eletrônica de varredura nas amostras obtidas transversalmente ao sentido do fluxo de extração de calor, e longitudinalmente ao sentido do processo de conformação mecânica a frio, das ligas: L1 – (Al-6%Mg); L2 – (Al-6%Mg-0,15%Zr) e L3 – (Al-6%Mg-0,29%Zr, pós deformação plástica (3,00 mm de diâmetro), e tratamento térmico de envelhecimento artificial – (temperatura de 400°C por 16 horas). O objetivo de aplicar esta técnica foi de identificar possíveis alterações nas microestruturas

combinados pelo tratamento térmico e o processo de conformação mecânica a frio aplicados no material, através da comparação realizada entre as amostras como solidificadas, e consequentemente através do sinal de Elétrons Retro – Espalhados (ERE) avaliar se houveram algumas mudanças em relação à concentração de soluto nas ligas. Iniciando pela Figura 81, na qual apresenta a micrografia obtida sem tratamento térmico, e tratada termicamente para a liga base Al-6%Mg.

Figura 81 - Microestrutura da liga L1 Al-6%Mg sem tratamento térmico, obtidas no sentido transversal (a) e longitudinal (b) da amostra, e tratada termicamente, obtidas no sentido transversal (c) e longitudinal (d)



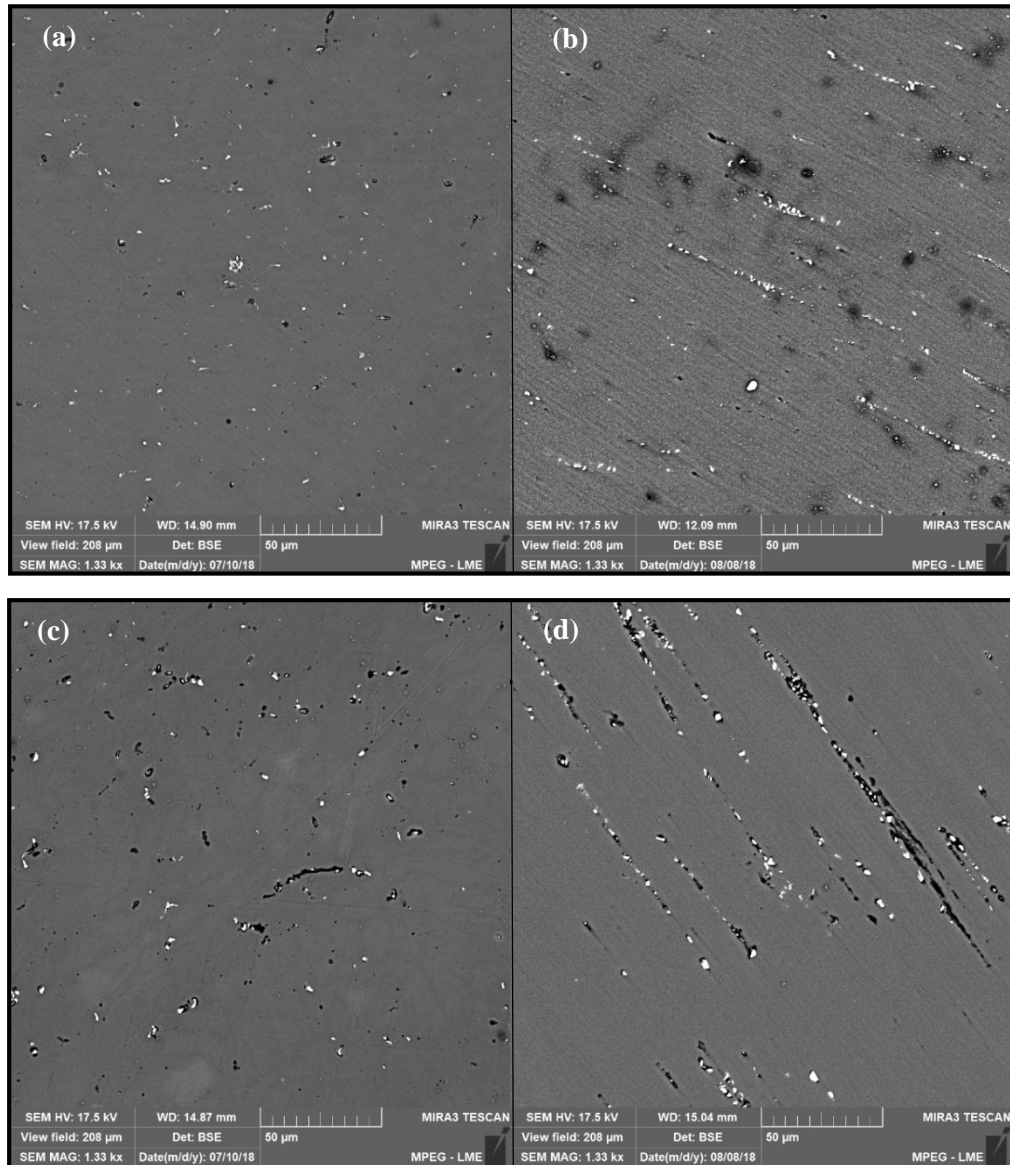
Fonte: Elaborado pela autora, 2019.

Na micrografia da liga base L1 – (Al-6%Mg), foram verificados através das seções das amostras obtidas transversalmente e longitudinalmente, pós tratadas termicamente – Figura 81 (c) e (d) respectivamente, que ainda contém as presenças de partículas de tonalidade branca,

nas quais foram comprovados em análise via EDS nas amostras sem deformação plástica, que são partículas de Fe, provenientes possivelmente do Al-EC utilizado durante a solidificação das ligas. Contudo, observa - se que tanto transversalmente, quanto longitudinalmente, que as partículas das amostras tratadas termicamente apresentam menor observância, fato este podendo ser comparado com a micrografia da liga sem tratamento térmico – Figura 81 (a) e (b).

A Figura 82 apresenta a micrografia obtida para a liga Al-6%Mg-0,15%Zr sem tratamento térmico, obtidas no sentido transversal do fluxo de extração de calor e longitudinal à laminação – Figura 82 (a) e (b), e envelhecidas, obtidas no sentido transversal e longitudinal – Figura 82 (c) e (d), após ao processo de conformação mecânica a frio.

Figura 82 – Microestrutura da liga L2 Al-6%Mg-0,15%Zr, sem tratamento térmico e tratada termicamente obtidas no sentido transversal (a) e longitudinal (b); respectivamente

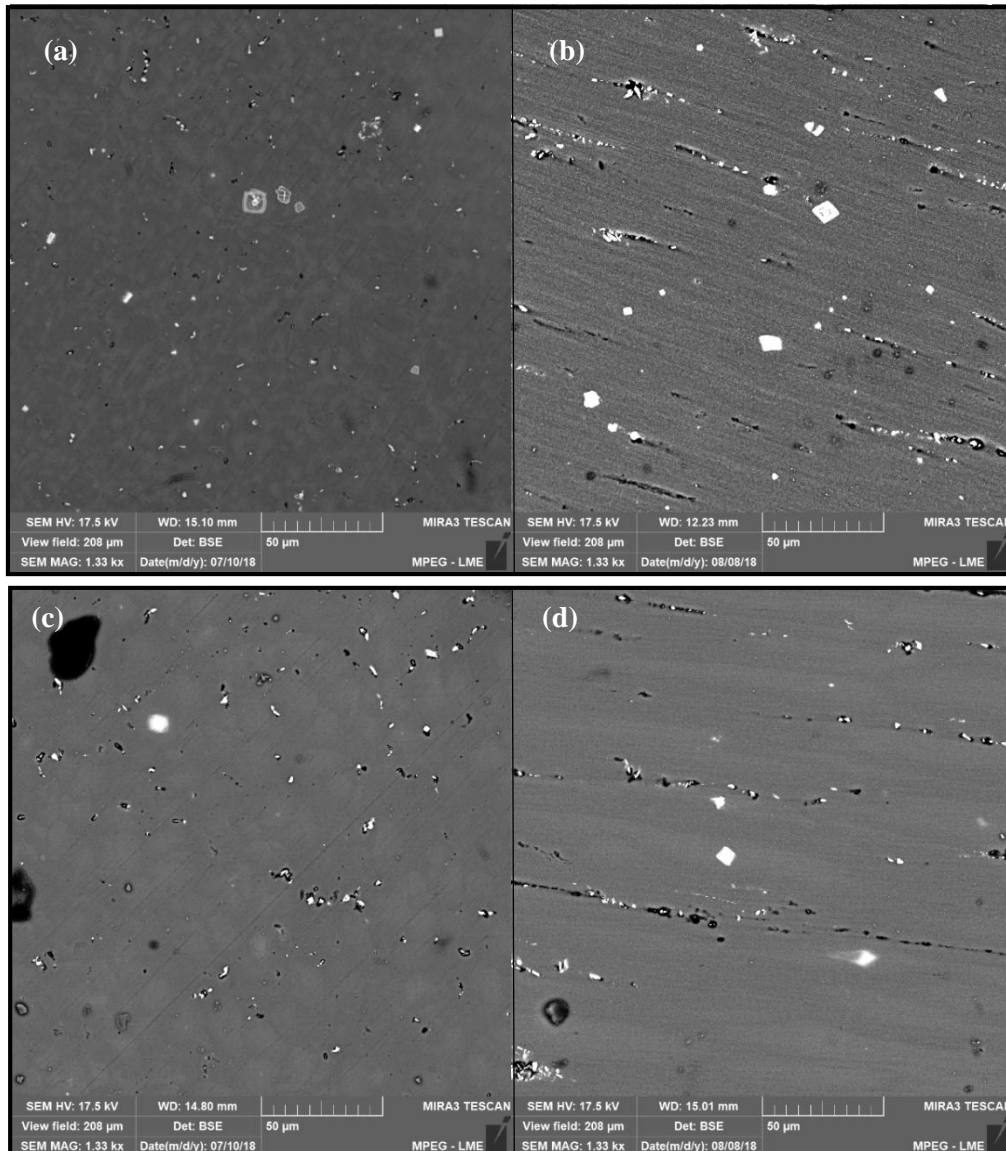


Fonte: Elaborado pela autora, 2019.

Nas amostras tratadas termicamente da liga L2 – (Al-6%Mg-0,15%Zr), tanto na seção transversal, quanto na longitudinal, é observado partículas com maiores observâncias ao fluxo da matriz de Al, como podem ser visualizados na Figura 82 (c) e (d). Fato este diferentemente observado na microestrutura sem tratamento térmico, nas quais ainda são visíveis as partículas de tonalidade branca, contudo em menor dispersão – Figura 82 (a) e (b).

A Figura 83 apresenta a micrografia obtida para a liga Al-6%Mg-0,29Zr sem tratamento térmico, obtidas no sentido transversal do fluxo de extração de calor e longitudinal à laminação – Figura 83 (a) e (b), e envelhecidas obtidas no sentido transversal e longitudinal – Figura 83 (c) e (d), após ao processo de conformação mecânica a frio.

Figura 83 – Microestrutura da liga L3 Al-6%Mg-0,29%Zr, sem tratamento térmico e tratada termicamente obtidas no sentido transversal (a) e longitudinal (b); respectivamente

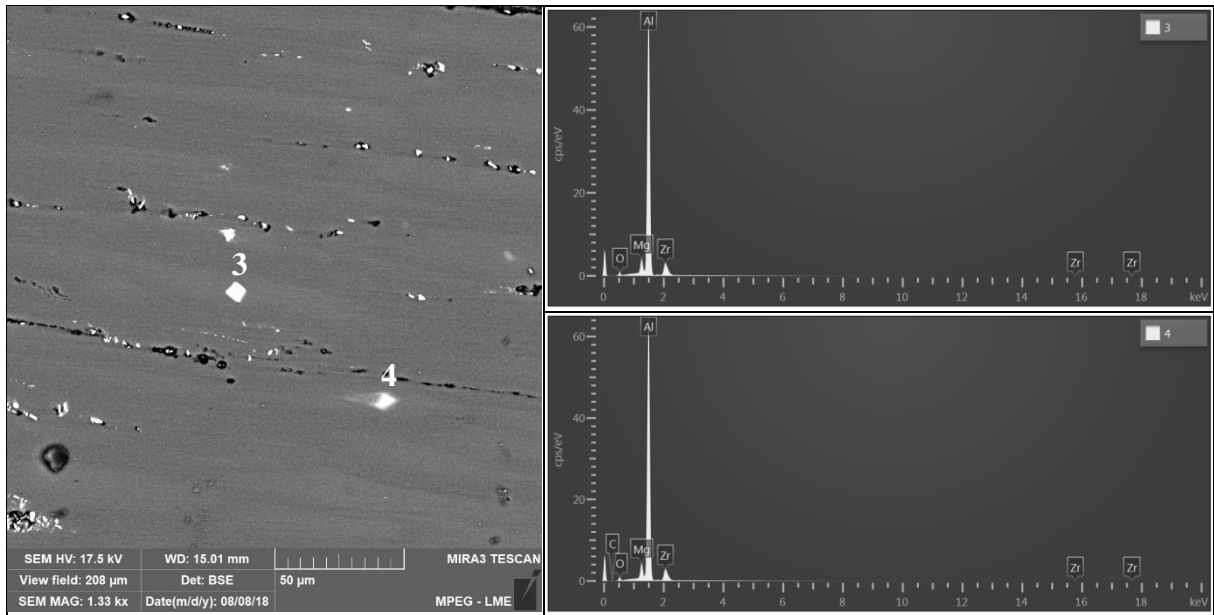


Fonte: Elaborado pela autora, 2019.

Na micrografia da liga L3 – (Al-6%Mg-0,29%Zr) tratada termicamente, foram observados as mesmas estruturas poligonais zonadas, nomeadas como *clusters* – Figura 83 (c) e (d), similares da micrografia da mesma liga solidificada – Figura 83 (a) e (b).

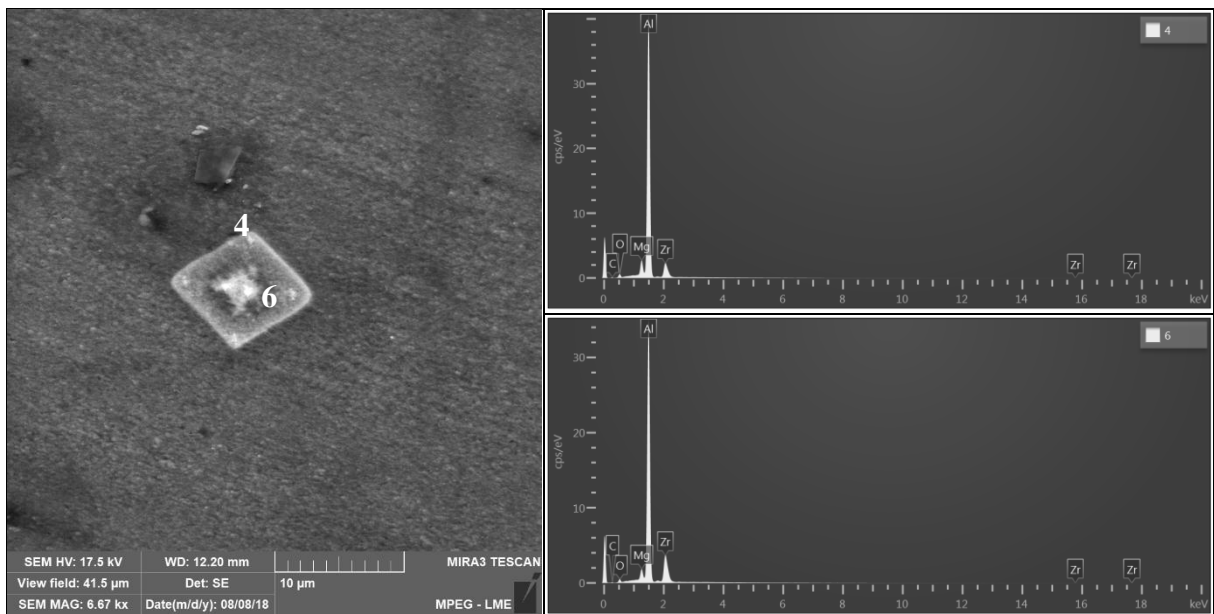
Para verificar se ocorreram mudanças nas concentrações de soluto nas respectivas partículas primárias, mesmo após ao tratamento térmico aplicados combinados com a deformação plástica, foram realizadas as análises em EDS, do qual podem ser observados nas Figuras 84 e 85.

Figura 84 – Análise em EDS do cluster formado na microestrutura de Al-6%Mg-0,29%Zr



Fonte: Elaborado pela autora, 2019.

Figura 85 – Análise em EDS do cluster formado na microestrutura de Al-6%Mg-0,29%Zr



Fonte: Elaborado pela autora, 2019.

Através das análises da Figura 84, pode - se inferir que as partículas zonadas possuem a presença dos elementos Al, Mg - (devido ao sistema base solidificado na liga), e Zr, devido à forte afinidade microestrutural entre os elementos Mg e Zr. Fato este também podendo ser observado na ampliação do *cluster* da Figura 85, do qual além de observar o formato poligonal destas respectivas partículas intermetálicas, é possível analisar a concentração de Al, Mg e Zr de forma pontual nestas partículas.

4.5.3 Caracterização Mecânica – (ETAPA B)

Os ensaios de tração foram realizados para as ligas de Al-6%Mg, modificadas com os teores de 0,15% e 0,29% de Zr, submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento artificial - (400°C durante 16 horas) e pós conformação mecânica a frio, no diâmetro de 3,00 mm. A Tabela 5 apresenta respectivamente os valores médios de LRT e alongamentos obtidos, assim como os valores das razões [L/W] entre o comprimento [L] e a largura [W] das cavidades medidas na região das fraturas.

Tabela 5 – Limite de Resistência a tração [LRT], Alongamento (%) e Razão das Microcavidades da liga base Al-6%Mg modificadas com 0,15 e 0,29% em peso de Zr, sem e pós tratada termicamente

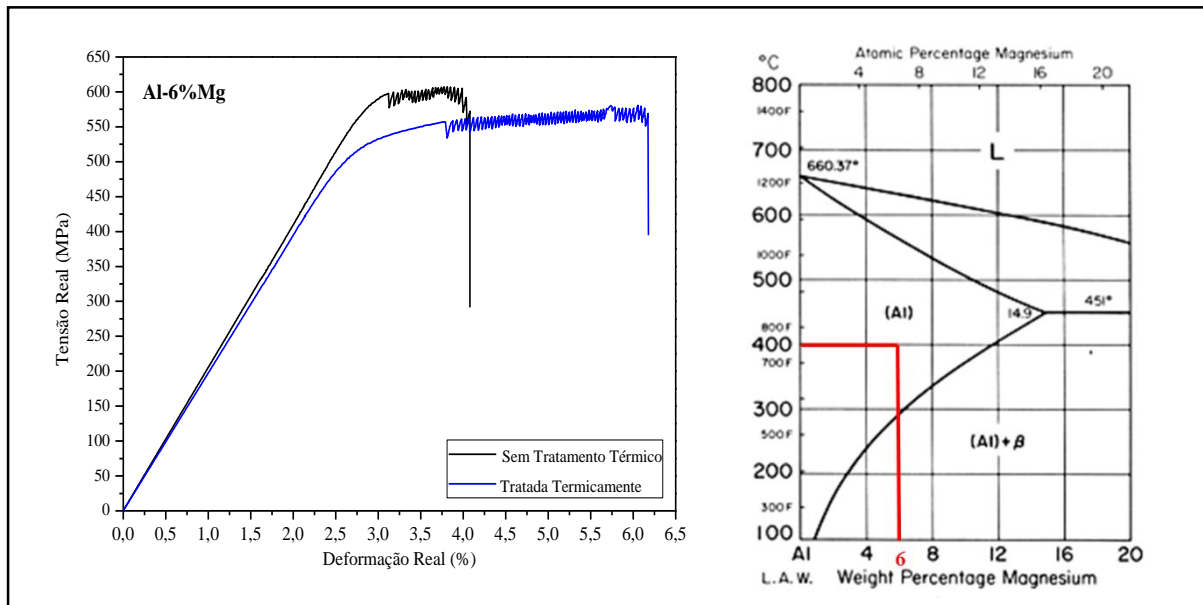
Ligas (%P)	Limite de Resistência à Tração [LRT] (MPa)		Alongamento [δ] (%)		Razão de Microcavidades	
	STT	Envelhecida	STT	Envelhecida	STT	Envelhecida
Al-6% Mg	570,73	550,55	3,78	6,41	1,31	1,50
Al-6,0 Mg-0,15% Zr	559,81	584,57	3,76	4,37	1,28	1,35
Al-6,0 Mg-0,29% Zr	574,38	539,62	3,48	3,21	1,24	1,19

Fonte: Elaborado pela autora (2019).

Sobre os resultados dos ensaios, primeiramente observa - se que a liga Al-6%Mg-0,29%Zr na condição solidificada na qual obteve maior valor de LRT, ao ser aplicado o tratamento térmico, a respectiva liga obteve uma significativa perda no valor de LRT. Por sua vez, a liga modificada com 0,15% de Zr, na condição como solidificada obteve menor valor de LRT, contudo, ao ser tratamento termicamente, obteve um significativo aumento no valor. E a liga base, ao ser tratada termicamente, conforme observado, também apresentou diminuição do valor de LRT. Quanto ao alongamento, observa - se características coerentes nas liga base e na liga modificada com 0,15 % de Zr, visto que enquanto há um decréscimo para o LRT, para o alongamento há um acréscimo, e vice versa. Porém para a liga modificada com 0,29% de Zr, observa - se um comportamento peculiar na qual a respectiva liga obteve menor valor de LRT e menor valor de alongamento. Em relação à razão de microcavidades calculadas nas topografias das fraturas dos materiais, infere - se que as mesmas apresentam comportamentos coerentes quanto ao valor do alongamento, na qual perfis crescentes para os valores de alongamento, estão associados à perfis crescentes para a razão de microcavidades.

Na Figura 86, apresenta o Gráfico de Tensão x Deformação da liga base L1 - Al-6%Mg, a fim de analisar o comportamento mecânico do material após aplicação do tratamento térmico. Logo, o diagrama de equilíbrio de fases Al-Mg tornar – se eficiente para a devido análise.

Figura 86 - Gráfico de Tensão x Deformação da liga L1 – (Al-6%Mg) sem e pós tratamento térmico, associado com o diagrama de fases Al-Mg com trajeto térmico de 400°C



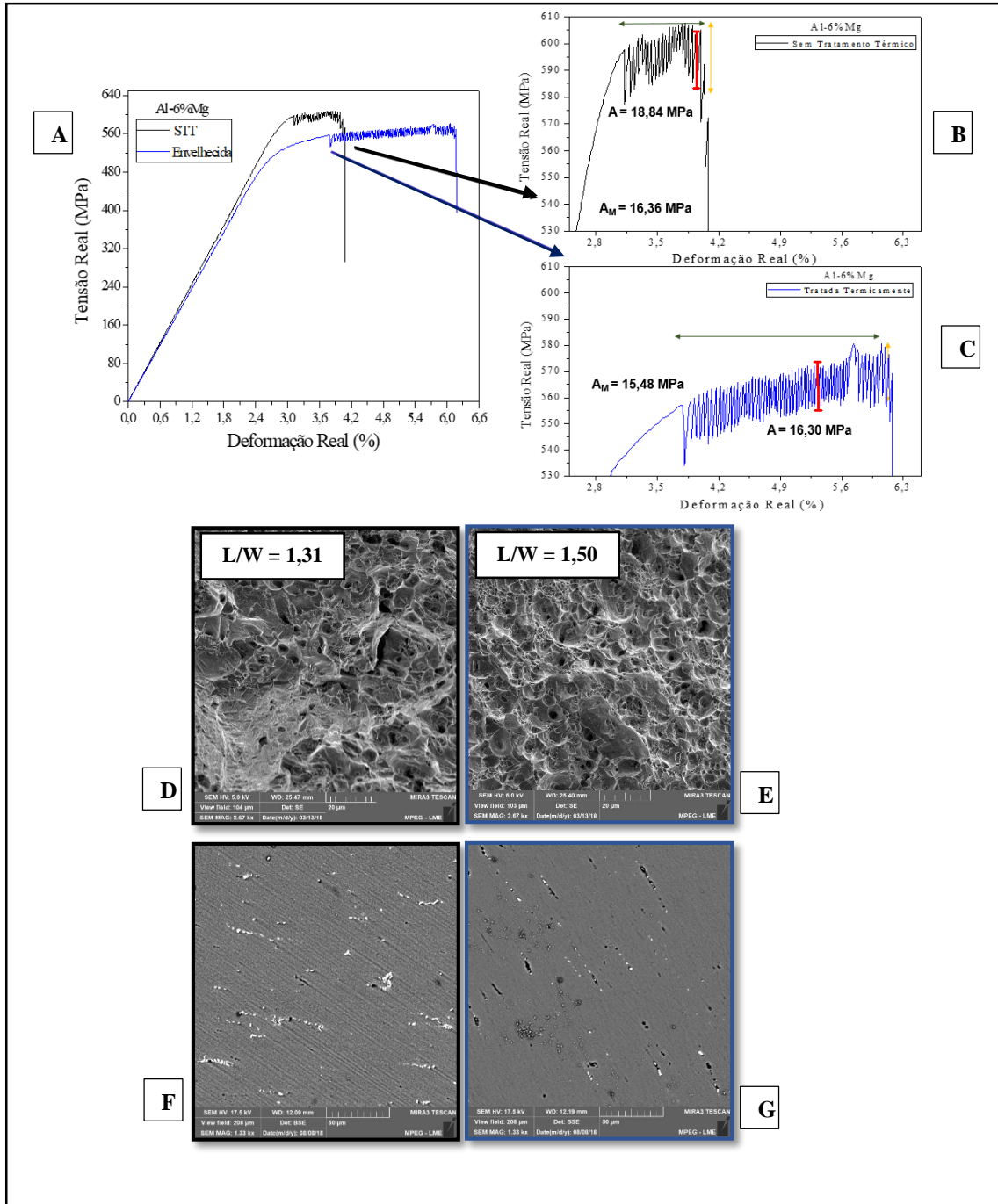
Fonte: Elaborado pela autora 2019.

Analisando o Gráfico de Tensão x Deformação da liga base Al-6%Mg pós tratamento térmico, infere - se que a mesma apresenta curva com ampliação menor da zona elástica, e ampliação significativamente maior da zona plástica, em comparação com a mesma liga no estado como solidificada, caracterizando uma liga com maior alongamento. O diagrama de fases Al-Mg, corrobora com o referente comportamento mecânico da liga tratada termicamente, tal qual, conforme pode ser analisado através do trajeto térmico demarcado, que a fase remanescente do processo de solidificação caracterizada como “têmpera de fusão” - (α -Al + β) da transformação eutética, ao ser aquecida na temperatura de 400°C, obterá como fase resultante apenas uma solução sólida supersaturada - (α -Al). Logo, o aquecimento térmico na liga nas condições como solubilizada, consequentemente influenciará no rearranjo das discordâncias, diminuindo as tensões internas do material, fazendo com que a mesma tenha perda de dureza, porém ganho de ductilidade, resultando em maior deformação.

No Gráfico de Tensão x Deformação da Figura 87, mesmo após ao tratamento térmico, observa - se os mesmos comportamentos do Fenômeno de Portevin Le-Chatelier na liga L1. Portanto, também foram analisadas as extensões e as amplitudes das oscilações características do Efeito, assim como foram calculadas as amplitudes médias - (ΔM), e medidos as maiores

amplitudes – (A) de cada oscilação. Na respectiva Figura, também contém as imagens comparativas das topografias das fraturas com as razões (L/W) de microcavidades, assim como as imagens das seções longitudinais das micrografias da liga base L1, sem e pós tratamento térmico.

Figura 87 - Efeito de PLC nas curvas de Tensão x Deformação da liga L1 sem e pós tratamento térmico - (amplitudes médias e maiores amplitudes de cada oscilação) e topografias das fraturas com razões (L/W) de microcavidades e micrografias das seção longitudinal



Fonte: Elaborado pela autora, 2019.

No Gráfico de Tensão x Deformação que apresenta a comparação entre as ligas sem e pós tratamento térmico – (Figura 87 a), infere-se a diminuição do valor de LRT e maior deformação da liga base tratada termicamente, dos quais as imagens das topografias das fraturas corroboram com a ductilidade do material. Fato este sendo comprovado, através da análise da topografia da fratura tratada termicamente – (Figura 87 e), que em comparação com a topografia da fratura sem tratamento térmico – (Figura 87 d), observa - se a presença de microcavidades mais profundas, e com bordas mais grossas, logo, caracterizando - a com o aspecto mais dúctil. Diferentemente observado da liga base sem tratamento térmico, que apresenta em alguns locais das topografias das fraturas, a ausência de microcavidades, sendo provavelmente justificado devido à menor deformação da liga. A razão de microcavidades (L/W) calculadas nas topografias das fraturas, colaboram também com a maior deformação da liga base tratada termicamente, fato este sendo justificado pelo o valor da razão calculada da liga no estado como solubilizada - ($L/W = 1,50$), no qual foi o oposto da razão calculada da mesma liga, sem tratamento térmico – ($L/W = 1,31$).

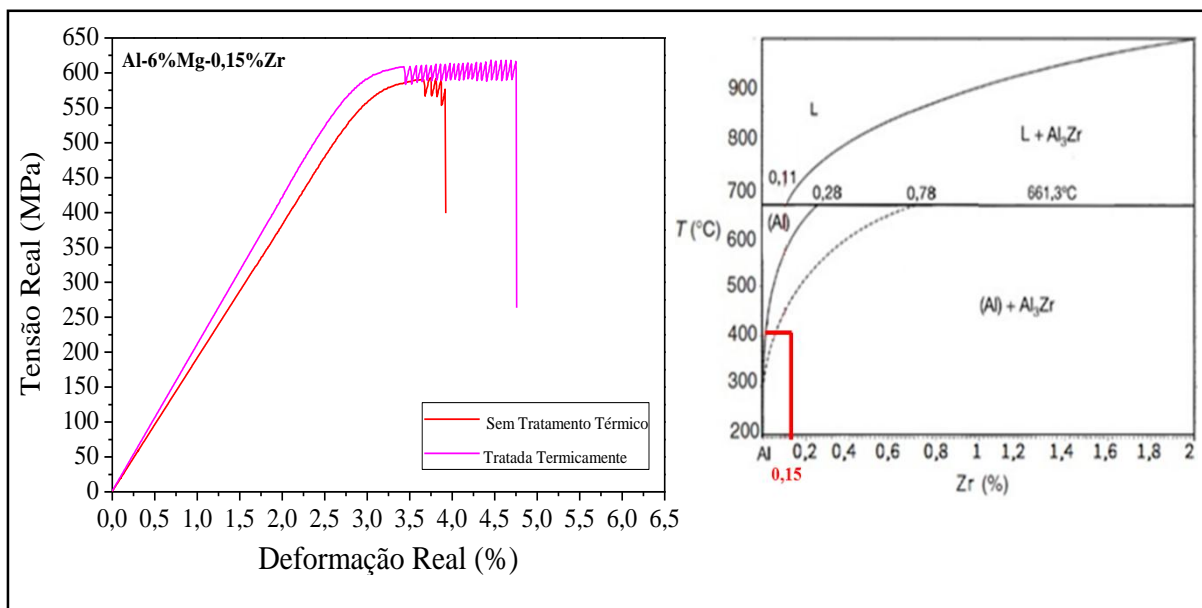
Partindo deste tópico, outros aspectos que justificam o comportamento mecânico da liga base tratada termicamente, são as micrografias da seção longitudinal das amostras. Primeiramente, observa – se que a liga base no estado como solidificada, apresenta maior valor de LRT e menor valor de alongamento. Correlacionando com a micrografia – (Figura 87 f) observa - se partículas de tonalidade branca situadas de forma mais concentrada na matriz de Alumínio. Logo, pode ser fundamentado devido à menor interação da movimentação das discordâncias, colaborando para que o material concentre tensões internas e consequente mantendo - se duro e mais frágil. Ao ser tratada termicamente, de acordo com a micrografia da liga (Figura 87 g), as partículas de tonalidade branca se localizam de forma mais dispersa na matriz de Alumínio, colaborando para que haja maiores interações entre as discordâncias e os átomos de soluto, justificando assim, a maior ductilidade da liga.

Ressalta - se que mesmo após ao tratamento térmico, observa - se o escoamento serrilhado característico do Efeito de Portevin – Le Chatelier. Entretanto, infere - se que a liga tratada termicamente, apresenta menor amplitude média ($A_M=15,48$ MPa), em comparação com a amplitude média calculada na liga no estado como solidificada ($A_M=16,36$ MPa). Pelo argumento do DSA - (Envelhecimento Dinâmico de Tensão), a instabilidade na zona plástica são justificadas devido às dificuldades de interações entre as discordâncias e os átomos de soluto, que promovem o Efeito de PLC. Porém, devido ao tratamento térmico aplicado, ocorreu o alívio das tensões internas no material, e possivelmente, o menor estresse na zona plástica,

ocasionando a menor velocidade média das discordâncias, que desta forma facilitou a interação com os átomos de soluto, e resultando no surgimento de deformação plástica com amplitudes menores de serrilhados.

Na Figura 88, apresenta o Gráfico de Tensão x Deformação da liga L2 - Al-6%Mg-0,15%Zr, com o objetivo de analisar o comportamento mecânico do material após aplicação do tratamento térmico de envelhecimento artificial. Logo, o diagrama de equilíbrio de fases Al-Zr tornar - se eficaz para a devido análise.

Figura 88 - Gráfico de Tensão x Deformação da liga L2 – (Al-6%-0,15%ZrMg) sem e pós tratamento térmico, associado com o diagrama de fases Al-Zr com trajeto térmico de 400°C



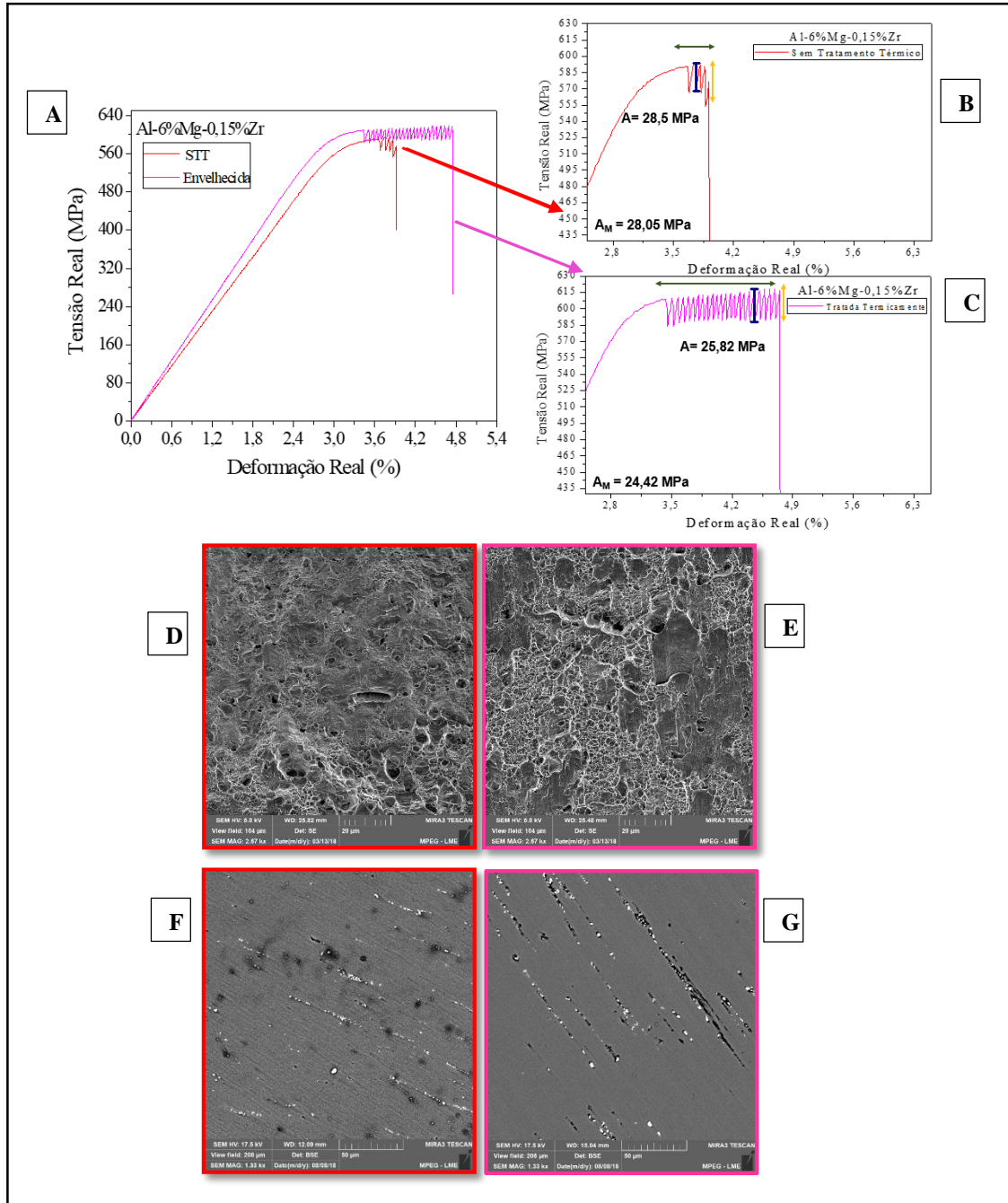
Fonte: Elaborado pela autora, 2019.

O Gráfico de Tensão x Deformação da Figura 88, apresenta a curva da liga Al-6%Mg-0,15%Zr sem e pós aplicação de tratamento térmico de envelhecimento, na qual é observado a maior ampliação da zona elástica e plástica, em comparação com a mesma liga sem aplicação de tratamento térmico, caracterizando a como uma liga altamente endurecida e com maior alongamento. O diagrama de equilíbrio de fases Al-Zr colabora com o comportamento mecânico do material, na qual pode - se inferir que a fase remanescente da transformação peritética na condição como solidificada - (α -Al + Al₃Zr), ao ser aquecido na temperatura de 400°C e por estar localizado abaixo da linha *solvus*, tendência - se à formação do Trialumineto de Zircônio – (Al₃Zr). Logo, podendo corroborar com o maior endurecimento da liga.

Os autores Qian et. al (2018), Çadirlı et. al (2015) e Yuan; Liang (2011), também observaram que a precipitação da fase Al₃Zr aumentou os valores do limite de resistência à tração dos seus respectivos materiais.

No Gráfico de Tensão x Deformação da Figura 89, mesmo após ao tratamento térmico, observa – se os mesmos comportamentos do Fenômeno de Portevin – Le Chatelier na liga L2. Portanto, também foram analisadas as extensões e as amplitudes das oscilações características do Efeito, assim como foram calculadas as amplitudes médias – (A_M), e medidos as maiores amplitudes – (A) de cada oscilação. Na respectiva Figura, também contém as imagens comparativas das topografias das fraturas com as razões (L/W) de microcavidades, assim como as imagens das seções longitudinais das micrografias da liga L2, sem e pós tratamento térmico de envelhecimento.

Figura 89 - Efeito de PLC nas curvas de Tensão x Deformação da liga L2 sem e pós tratamento térmico - (amplitudes médias e maiores amplitudes de cada oscilação) e topografias das fraturas com razões (L/W) de microcavidades e micrografias da seção longitudinal



Fonte: Elaborado pela autora, 2019.

O Gráfico de Tensão x Deformação da Figura 89, conforme foi explicado anteriormente, infere que a liga tratada termicamente apresenta características de um material endurecido e com elevada ductilidade – (Figura 89 a). As imagens das topografias das fraturas, podem corroborar com o fato observado, na qual as microcavidades da amostra envelhecida – (Figura 89 e), apresentam bordas mais finas e coalescidas, acompanhando a maior deformação da liga. Fato este, sendo o inverso do que foi visualizado na fratura da respectiva liga no estado como

solidificada – (Figura 89 d), na qual apresenta o aspecto mais plano e com a ausência de microcavidades, desta forma, correspondendo com a menor deformação da liga. A razão de microcavidades calculadas nas topografias das fraturas, corroboram com o aspecto mais dúctil da liga tratada termicamente, tal qual, a respectiva liga neste estado, apresenta maior razão de microcavidades – ($L/W=1,49$). Analogamente, a liga sem tratamento térmico, e com menor deformação, apresenta a menor razão de microcavidades – ($L/W=1,36$).

Partindo deste princípio, outro fato observado foi a microestrutura da seção transversal da amostra tratada termicamente – (Figura 89 g), que aparenta obter partículas de segunda fase, e possivelmente os precipitados de Al_3Zr , localizados de forma mais concentrada na matriz de Alumínio. O oposto foi visualizado na microestrutura da amostra sem aplicação de tratamento térmico – (Figura 89 f), que apresenta partículas de segunda fase situadas de forma mais dispersa na matriz de Al. Correspondendo com a maior ductilidade e maior valor de LRT do material envelhecido, as partículas de segunda fase mais concentradas na matriz, apresentam na estrutura interna do material, o emaranhado de discordâncias, que se locomovem de forma mais concentrada, e que conseqüentemente aplicam maior tensão no material, colaborando para o maior endurecimento e ductilidade do mesmo.

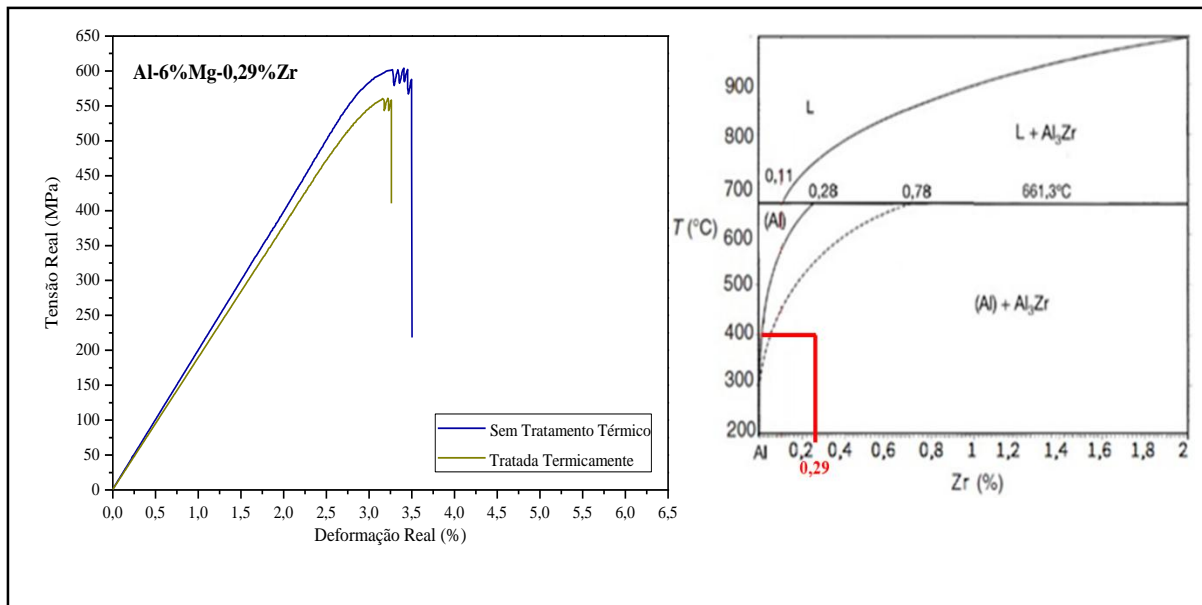
No material também foram observados serrilhados na zona plástica, característicos do Efeito de PLC. Logo, foram medidos as amplitudes médias de cada oscilação, na qual a liga tratada termicamente apresenta menor amplitude média – ($A_M=24,42$ MPa), em comparação com a amplitude média da mesma liga sem tratamento térmico – ($A_M=28,05$ MPa). Logo, algumas possibilidades podem ser consideradas devido à menor amplitude média da liga tratada. Primeiro, que de acordo com os autores Estrin; Lebyodkin (2004); Brecht; Estrin (1995) as dispersões de partículas de segunda fase afetam as condições críticas para a ocorrência do Efeito de PLC. Os mesmos ainda relataram que a densidade de discordâncias e o arranjo cristalino dos precipitados, podem influenciar ou inibir o Efeito de PLC.

Partindo do princípio, da possível presença dos precipitados de Al_3Zr , devido à súbita elevação do valor do LRT e do alongamento do material, pode - se inferir a maior concentração de discordâncias na estrutura interna do material e conseqüentemente, o maior acúmulo de tensões. A medida que a deformação da liga aumenta, maiores quantidades de discordâncias são geradas, e a interação com os átomos de soluto aumentam rapidamente. Porém, em materiais com elevada ductilidade, como no caso da liga tratada termicamente, as discordâncias podem ser fixadas pelos átomos de soluto, resultando na inibição do Efeito de PLC. Fato este, também sendo observado por Chen et.al (2009) e Thevenet et.al (1999). Inserindo o fato de que

a liga no estado como solidificada apresentou o maior Efeito de PLC com maior amplitude média, a possivelmente formação subsequente dos precipitados de Al_3Zr , podem ter reduzido o Efeito com a menor amplitude média calculada. Isto também foi observado em ligas de Al-Cu por Liang et.al (2007) e em ligas de Mg-Li-Al por Wanget et.al (2007).

Na Figura 90, apresenta o Gráfico de Tensão x Deformação da liga L3 - Al-6%Mg-0,29%Zr, com o objetivo de analisar o comportamento mecânico do material após aplicação do tratamento térmico de envelhecimento artificial. Logo, o diagrama de equilíbrio de fases Al-Zr tornar – se eficaz para a devido análise.

Figura 90 - Gráfico de Tensão x Deformação da liga L3 – (Al-6%-0,29%ZrMg) sem e pós tratamento térmico, associado com o diagrama de fases Al-Zr com trajeto térmico de 400°C



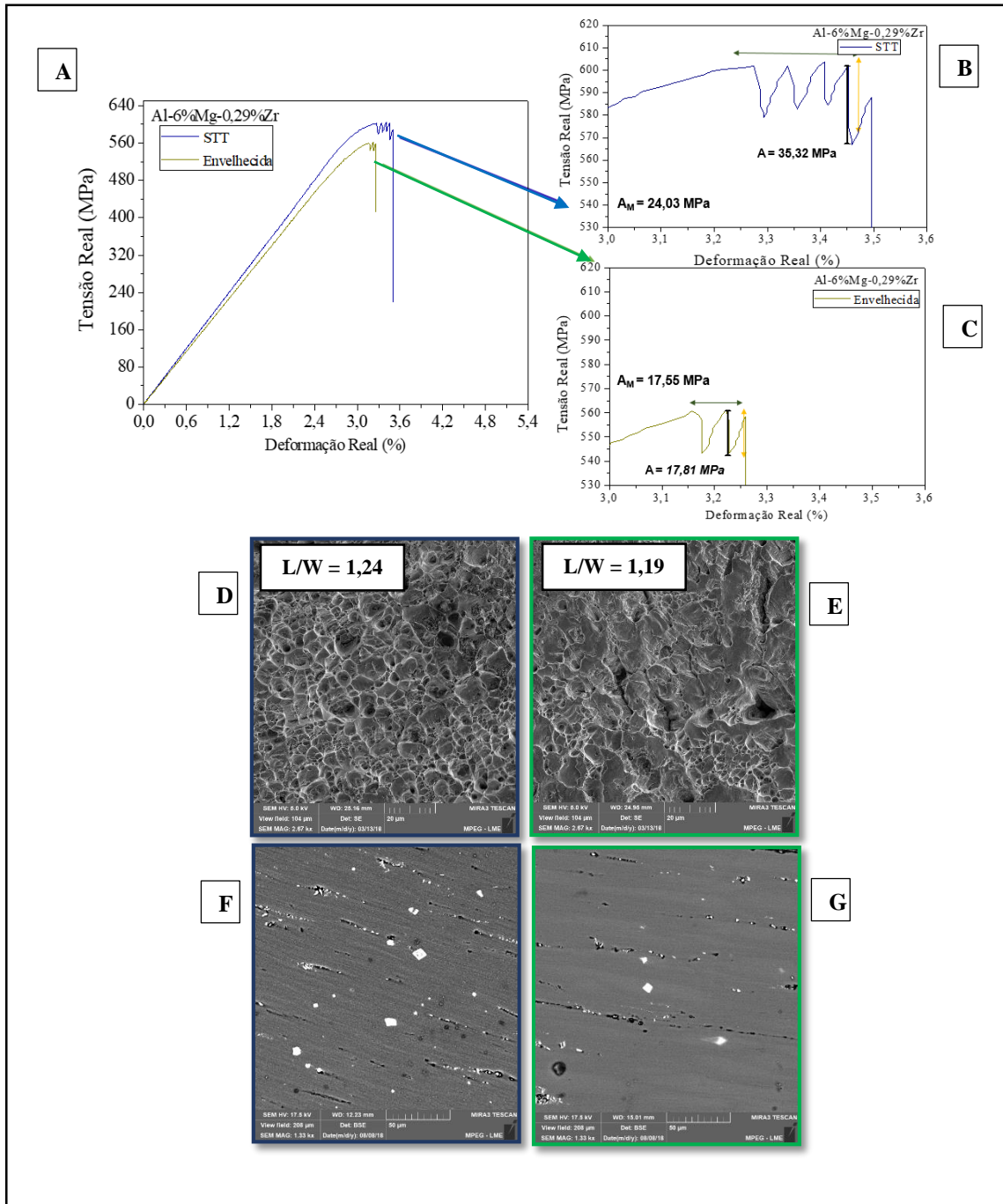
Fonte: Elaborado pela autora 2019.

O Gráfico de Tensão x Deformação da Figura 90, apresenta a curva da liga Al-6%Mg-0,29%Zr sem e pós aplicação de tratamento térmico de envelhecimento, na qual é observado a menor ampliação da zona elástica e plástica, em comparação com a mesma liga sem aplicação de tratamento térmico, caracterizando a como uma liga frágil e com menor alongamento. O diagrama de equilíbrio de fases Al-Zr no respectivo trajeto térmico, corrobora com o comportamento mecânico do material, onde observa - se que na condição como solidificada, a fase presente ($\alpha\text{-Al} + \text{Al}_3\text{Zr}$ primário) advinda da transformação peritética, ao ser resfriado em temperatura ambiente, ocorre a adição com o composto intermetálico ($\alpha\text{-Al} + \text{Al}_3\text{Zr}$ primário). Ao ser tratado termicamente, como utiliza - se no procedimento de envelhecimento artificial, posteriormente à etapa de aquecimento, uma elevada taxa de resfriamento, não ocorrem modificações de fase, logo excluindo a probabilidade de menor ductilidade do material em

relação à modificação de fase advinda do tratamento térmico. Entretanto, outros fatores estruturais podem ter sido preponderantes, como a temperatura de tratamento térmico aplicada, que possivelmente contribuiu para a diminuição dos grãos, havendo a ausência do contorno dos mesmos, sendo visualizados nas microestruturas do material.

No Gráfico de Tensão x Deformação da Figura 91, mesmo após ao tratamento térmico aplicado, observa - se os mesmos comportamentos do Fenômeno de Portevin Le-Chatelier na liga L3. Portanto, também foram analisadas as extensões e as amplitudes das oscilações características do Efeito, assim como foram calculadas as amplitudes médias – (A_M), e medidos as maiores amplitudes – (A) de cada oscilação. Na respectiva Figura, também contém as imagens comparativas das topografias das fraturas com as razões (L/W) de microcavidades, assim como as imagens das seções longitudinais das micrografias da liga L3, sem e pós tratamento térmico de envelhecimento.

Figura 91 - Efeito de PLC nas curvas de Tensão x Deformação da liga L1 sem e pós tratamento térmico - (amplitudes médias e maiores amplitudes de cada oscilação) e topografias das fraturas com razões (L/W) de microcavidades e micrografias da seção longitudinal



Fonte: Elaborado pela autora, 2019.

Conforme anteriormente explicado, o Gráfico de Tensão x Deformação da Figura 91 (a), apresenta o comportamento mecânico da liga L3 – (Al-6%Mg-0,29%Zr), do qual ao ser tratada termicamente, em comparação com a mesma liga no estado como solidificada, observa o menor valor de LRT e menor alongamento da liga tratada termicamente. Alguns fatores são preponderantes com a menor ductilidade da respectiva liga no estado envelhecido. O primeiro, é a topografia da fratura, na qual apresenta o aspecto mais frágil, com a presença de microcavidades com bordas mais finas – (Figura 91 e). Fato este, sendo o oposto do que foi observado na liga solidificada, na qual apesar de também apresentar o aspecto de fratura frágil, é observado a presença de algumas microcavidades refinadas na seção da amostra – (Figura 91 d). A razão de microcavidades (L/W) calculadas também correspondem com o menor alongamento do material envelhecido, na qual, a liga neste respectivo estado apresenta razão – ($L/W=1,19$), obtendo comportamento decrescente de alongamento e a liga solidificada, apresenta razão – ($L/W=1,24$), obtendo comportamento crescente de alongamento.

Como mencionado anteriormente, devido à etapa de resfriamento elevado utilizado no procedimento de envelhecimento, não houveram transformações de fase. As seções longitudinais das amostras colaboram com o observado, na qual tanto a amostra como solidificada – (Figura 91 f), quanto a amostra envelhecida – (Figura 91 g), apresentam os *clusters* com o formato poligonal zonado.

Na curva da amostra envelhecida exibida no Gráfico de Tensão x Deformação, também foi observado o escoamento serrilhado ou oscilações características do Efeito de PLC. Contudo, observa – se menor amplitude média ($A_M=17,55$ MPa) da liga envelhecida, em comparação com a liga sem tratamento térmico – ($A_M= 24,03$ MPa). Logo, algumas possibilidades podem ser consideradas. Primeiro, devido a aplicação do tratamento térmico, que possivelmente causou o alívio de tensões internas no material, logo, diminuindo a interação das discordâncias com os átomos de soluto. Segundo, devido ao processo de recuperação e recristalização dos grãos no material, do qual devido ao alívio de tensão causado pelo tratamento térmico, a densidade de discordâncias são quase inalteradas, resultando em menores amplitudes médias de quedas de tensão do Efeito de PLC.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Dos resultados deste trabalho para a liga Al-6%Mg modificada com os teores de [0,15;0,29] %Zr, podem ser extraídas as conclusões, que para melhor serem apresentadas nesta seção, uniu-se aos objetivos.

1. Avaliar e comparar a macroestrutura em cada liga, proveniente das adições do elemento Zr na liga base Al-6%Mg.

Verificou - se que a liga base L1 – (Al-6%Mg) apresenta a presença de grãos levemente colunares. Com a adição do Zr nas ligas L2 – (Al-6%Mg-0,15%Zr) e L3 – (Al-6%Mg-0,29%Zr), é possível observar a estrutura bruta de fusão totalmente coquilhada.

2. Avaliar e comparar a microestrutura em cada liga, após as adições do elemento Zr na liga base Al-6%Mg, e após ao trabalho mecânico a frio.

Observou - se que as microestruturas das ligas L1 e L2, apresentaram homogeneidade na matriz, sendo justificado devido ao processo de têmpera de fusão. Em relação à microestrutura da liga L3, verificou - se a presença de *clusters*, advindos do Al₃Zr primário, resultante da transformação peritética.

Após ao trabalho mecânico a frio, verificou - se que todas as amostras apresentaram no sentido longitudinal, maiores predominâncias de suas estruturas. Ressaltando ainda, a presença dos *clusters* na liga L3.

3. Avaliar e comparar a microestrutura em cada liga, após as adições do elemento Zr na liga base Al-6%Mg, antes e após ao tratamento térmico, e após ao trabalho mecânico a frio.

Após ao tratamento térmico aplicado, a micrografia da liga L1 ainda apresentou homogeneidade na matriz, e a liga L2, apresentou maiores observâncias das partículas. Quanto a micrografia da liga L3, observou - se ainda a presença dos *clusters*, em consequência do Al₃Zr primário.

Após ao trabalho mecânico a frio, observa – se em todas as ligas, que na seção longitudinal das amostras, houveram maiores predominâncias dos aspecto das partículas, ressaltando a presença dos *clusters* na liga L3.

4. Avaliar o grau de influência do elemento Zr nas propriedades mecânicas e estruturais nos materiais, sem e com aplicação de tratamento térmico.

- **Propriedades Mecânicas:**

Quanto às propriedades mecânicas dos materiais, entre as ligas modificadas com os dois teores de Zr, o melhor desempenho é apresentado pela liga Al-6%Mg-0,29%Zr. Quanto submetida ao tratamento térmico na temperatura de 400°C, a liga Al-6%Mg-0,15%Zr apresentou um significativo aumento no valor de LRT.

- **Propriedades Estruturais:**

Quanto às propriedades estruturais, constatou-se que nas ligas estudadas a evolução destes parâmetros apresentam o mesmo comportamento, pois perfis crescentes para os valores do Alongamento [δ] estão associados a perfis crescentes para as Razões [L/W] das Cavidades [9], evidência de boa ductilidade das ligas.

5. Avaliar o comportamento do Efeito de PLC antes, e após ao tratamento térmico.

O comportamento do Efeito de PLC avaliado nas ligas através dos cálculos de amplitude média das quedas de tensão do material, comprovou que as ligas modificadas com Zr apresentaram maiores valores de amplitude média, em comparação com as respectivas ligas tratadas termicamente.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Analisar as propriedades mecânicas e estruturais entre a liga base Al-Mg, e as ligas modificadas com teores de Zircônio, solidificadas em coquilha metálica em “U”;
- Analisar as propriedades mecânicas e estruturais entre a liga base Al-Mg, e as ligas modificadas com teores de Zircônio, solidificadas em molde unidirecional;
- Realizar o tratamento térmico de envelhecimento artificial em maiores intervalos de tempo, na respectiva composição química utilizada neste trabalho, a fim de avaliar a presença de precipitados de Al_3Zr ;
- Avaliar o efeito de aplicação de tratamento térmico sob maiores intervalos de tempo na microestrutura do material, a fim de analisar a presença de *clusters*;
- Aplicar a conformação mecânica à quente, na respectiva composição química utilizada neste trabalho, a fim de avaliar as propriedades mecânicas e estruturais;
- Avaliar no MET – Microscópio Eletrônico de transmissão, a orientação dos deslocamento das discordâncias no interior dos precipitados de Al_3Zr ;
- Avaliar, na respectiva composição química utilizada neste trabalho, o comportamento do Efeito de Portevin - Le Chatelier em menores taxas de deformação;
- Aplicar a conformação mecânica à quente, na respectiva composição química utilizada neste trabalho, a fim de analisar o comportamento do Efeito de Portevin - Le Chatelier.

REFERÊNCIAS

- ABAL. Associação Brasileira Do Alumínio. **Fundamentos e Aplicações do Alumínio**. Disponível em: <<http://abal.org.br/aplicacoes/outros-setores/>>. Acesso em: 05/07/2018.
- ABAL. Associação Brasileira do Alumínio. **Guia Técnico do Alumínio: Tratamento Térmico do Alumínio e suas Ligas**. vol. 6. 2ª Ed. São Paulo, 2011.
- ABAL. Associação Brasileira Do Alumínio. **Perfil da Indústria Brasileira do Alumínio**. Disponível em: <<http://abal.org.br/estatisticas/nacionais/perfil-da-industria/>>. Acesso em: 07/07/2018.
- ABAL. Associação Brasileira Do Alumínio. **Relatório de Sustentabilidade da Indústria do Alumínio**. Disponível em: <<http://abal.org.br/biblioteca/publicacoes/anuarios-e-relatorios/>>. Acesso em: 05/07/2018.
- AIT-AMOKHTAR, H.; FRESSENGEAS, C. Crossover From Continuous to Discontinuous Propagation in the Portevin – Le Chatelier Effect. **Acta Materialia**, 2010.
- AIT-AMOKHTAR, H.; FRESSENGEAS, Claude; BOUABDALLAH, K. On the effects of the Mg content on the critical strain for the jerky flow of Al–Mg alloys. **Materials Science and Engineering: A**, v. 631, p. 209-213, 2015.
- ALMEIDA, S.G. **Comportamento Mecânico da liga Al 6351 Submetida à Extrusão Angular em Canais Iguais e Compressão Multiaxial Cíclica**. Dissertação de Mestrado – (Mestrado em Engenharia Mecânica), Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte – MG, 2017.
- ANDRADE, P. H. **Comportamento da Deformação Plástica numa Liga de Cu-Zn Duplex no Intervalo de Temperatura 24-300°C**. Dissertação de Mestrado – (Mestrado em Ciência dos Materiais), Instituto de Energia Atômica, São Paulo – SP, 1978.
- ANDRADE, Q. V. **Estudo do Comportamento Mecânico de Microestruturas de Materiais Compósitos com Matriz Metálica**. Dissertação de Mestrado – (Mestrado em Engenharia Civil), Universidade Federal de Goiás – Goiânia, 2017.
- ARDELL, A. J. Precipitation Hardening, **Metallurgical Transactions A**, v.16A, pp. 2131-2165, 1985.
- ARZAMASOV, B. N. et al., **Material Science**, cap 12. Mir Publish Moscow, 1989.
- ASKERLAND, D. R.; PHULÉ, P. P.; **Ciência e Engenharia dos Materiais**. 1 ed., São Paulo, Cengage Learning, p. 594, 2008.
- ASM HANDBOOK OF ALUMINUM. **Metallography and Microstructures**, v.1. p. 36-76, 2003.
- ASM HANDBOOK OF ALUMINUM. **Physical Metallurgy and Processes**, v.1, p. 36-76, 2003.

ASM INTERNATIONAL. **Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**, v. 2, American Society for Metals - ASM Handbook, 1990.

ASM INTERNATIONAL. AMERICAN SOCIETY FOR METALS. **Aluminum and aluminum alloys**. v. 4., American Society for Metals - ASM Handbook, 1998.

ASM METALS HANDBOOK.; **Alloy Phase Diagrams**, Vol. 03x21, 10 ed., 1992.

ASM METALS HANDBOOK.; **Machining**, vol. 16x21, 10 ed., p. 929, 1992.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6834**. Alumínio e Suas ligas. Rio de Janeiro. p. 31, 2007.

BARAT, P.; SARKAR, A.; BARAT, A. **Portevin – Le Chatelier Effect: A Poisson Process**.

BORGES, C.D. **Estudo e Avaliação de uma Proposta de Modelagem do Comportamento Micromecânico do Concreto**. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Engenharia Civil), Universidade Federal de Goiás – Goiânia, 2015.

BRECHET, Y.; ESTRIN, Y. On the influence of precipitation on the Portevin-Le Chatelier effect. **Acta metallurgica et materialia**, v. 43, n. 3, p. 955-963, 1995.

CALLISTER JR, W. D. **Fundamental of Materials Science and Engineering**, 5 ed., Nova York, John Willey & Sons, p. 920, 2001.

CASANOVA, B. M. **Recristalização em Chapa de Liga de Alumínio 7475 Deformada Severamente Via Laminação Assimétrica e Acumulativa**. Dissertação de Mestrado – (Mestrado em Ciência dos Materiais), Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro – RJ, 2016.

CARLSSON, A. E.; MESCHTER, P. J. Relative Stability of L_{12} , $D0_{22}$, and $D0_{23}$ Structures in $MA13$ Compounds. **JMater Res**, 4(5), pp. 1060–1063, 1989.

CORRADI, C.A. **Modelos Matemáticos para a Relação entre Composição Química, Microestrutura e Propriedades Mecânicas de Ligas de Alumínio Fundidas Hipoeutéticas e Eutéticas**. Dissertação de Mestrado – (Mestrado em Modelagem Matemática e Computacional), Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte – MG, 2006.

CROTEAU, J.R.; GRIFFITHS, S.; ROSSELL, M.D.; LEINENBACH, C.; KENEL, C.; JANSEN, V. Microstructure and mechanical properties of Al-Mg-Zr alloys processed by selective laser melting. **Acta Materialia**, p. 35-44, 2018.

CHEN, J. Z.; LIANG, Z. H. E. N.; FAN, L. W.; YANG, S. J.; DAI, S. L.; SHAO, W. Z. Portevin-Le Chatelier effect in Al-Zn-Mg-Cu-Zr aluminum alloy. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, 19(5), 1071-1075, 2009.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE PRODUÇÃO MINERAL. **Principais Substâncias Metálicas**. Brasília: 2016. Disponível em: <<http://www.dnmp.gov.br/>> Acesso em: 10/03/2018.

DESCH, P. B.; SCHWARZ, R. B. Formation of metastable L12 phases in Al₃Zr and Al-12,5% X-25% Zr (X=Li, Cr, Fe, Ni, Cu). **Journal of the Less-Common Metals**, 168, pp. 69-80, 1991.

DESCH, P. B.; SCHWARZ, R. B.; NASH, P. Formation of Metastable L₁₂ Phases in Al₃Zr and Al-12.5% X-25% Zr (X = Li, Cr, Fe, Ni, Cu), **J Less-Common Metals**, 168(1), pp. 69–80, 1991.

EMIN, Ç.; HICRAN, T.; MEVLÜT, S.; ELIF, Y.; TALIP, K.; MEHMET, G. Effect of Heat Treatments on the Microhardness and Tensile Strength of Al–0.25 wt.% Zr Alloy, **Journal of Alloys and Compounds**, p. 229-237, 2015.

ESTRIN, Y.; LEBYODKIN, M. A. The Influence of Dispersion Particles on the Portevin – Le Chatelier Effect: From Average Particle Characteristics to Particle Arrangement, **Materials Science and Engineering: A**, p.195-198, 2004.

FAZELI, F.; POOLE, W. J.; SINCLAIR, C. W. Modeling the Effect of Al₃Sc Precipitates on the Yield Stress and Work Hardening of an Al-Mg-Sc Alloy, **Acta Materialia**, p.1909-1918, 2008.

FERRARI, B. R. **Caracterização de liga metálica a base de Alumínio – Magnésio obtida por método convencional após tratamentos termomecânicos visando estruturas cristalinas**. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Escola Politécnica de São Paulo, 2008.

FILHO, E. B.; ZAVAGLIA, C. A. C.; BUTTON, S.T.; GOMES, E.; NERRY, F. A. C. **Conformação Plástica dos Metais**, Ed da Unicamp, 2011.

FINE, M. E. Precipitation Hardening of Aluminum Alloys, **Metall Trans A**, 6(4), pp. 625–630, 1975.

FREITAS, P. S. **Tratamento térmico dos metais: da teoria à prática** – São Paulo: SENAI-SP Editora, 2014.

GOLOVIN, Y. I.; IVOLGIN, V. I.; LEBEDKIN, M. A.; SERGUNIN, D. A. **Regions of The Portevin – Le Chatelier Effect Existing Under the Conditions of Continuous Room – Temperature Indentation of an Al-2.7%Mg Alloy**, **Physics of the Solid State**, p.1671-1673, 2004.

HATCH, J. E. Aluminum Properties And Physical Metallurgy. **Asm, Metals Park**, 1990.

HORI, S.; SAJI.; TAKEHARA, A. Metastable Phase and Grain Refinement in Rapidly Solidified Al-Zr Alloys. **J Japan Institute of Light Metals**, p. 793-797, 1981.

HOSSEINY, H.; EMAMY, M.; ASHURI, G. Effect of Al-15Zr Master Alloy and Extrusion Process on Microstructure and Mechanical Properties of Al-6%Mg Alloy. **Procedia Materials Science**, School of Metallurgy and Materials, University of Tehran, Iran, 2015.

HU, Q.; ZHANG, Q.; FU, S.; CAO, P.; GONG, M. Influence of Precipitation on the Portevin – Le Chatelier Effect in Al-Mg Alloys, **Theoretical and Applied Mechanics Letters**, p. 1-4, 2011.

HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and Related Annealing Phenomena**. PERGAMON, 1996.

INFOMET. **Alumínio e as suas ligas**. Disponível em:

<<http://www.infomet.com.br/site/metais-e-ligas-conteudo-ler.php?codAssunto=108>>. Acesso em: 08/07/2018.

INFOMET. **Sistema Al-Mg**. Disponível em: <<https://www.infomet.com.br/site/metais-e-ligas-conteudo-ler.php?codAssunto=53>>. Acesso em: 25/07/2018.

IZUMI, O.; OELSCHLAGEL, D. On Decomposition of a Highly Supersaturated Al-Zr Solid Solution, **Scripta Metall**, 3(9), p. 619–621, 1969.

KANG, J.; MISHRA, R. K.; WILKINSON, D. S.; ODD, S. Effect of Mg Content on Portevin – Le Chatelier Band Strain in Al-Mg Sheet Alloys, **Philosophical Magazine Letters**, p.37-41, 2012.

KAUFMAN, J. G.; ROOY, E. L. **The Influence and Control of Porosity and Inclusions in Aluminum Castings**. In: Aluminum alloy castings: properties, processes and applications, Materials Park, ASM International, 2004. pp.: 47- 54.

KAVALCO, M. P. **Caracterização de um material composto de matriz metálica a partir de uma liga de alumínio aeronáutico reciclado**. Dissertação de Mestrado – (Mestrado em Engenharia Mecânica) – USP, São Carlos – SP, 2011.

KENDIG, K.L., MIRACLE, D.B. Strengthening mechanisms of an Al-Mg-Sc-Zr alloy, **Acta Materialia**, Vol.50, pp. 4165-4175, 2002.

KNIPLING, E. K.; DUNAND, C.; SEIDMAN, N. Criteria for developing castable, creep-resistant aluminum-based alloys – A review, **Zeitschrift fuer Metallkunde**, v. 97, n.3, pp. 246-265, 2006.

KNIPLING, E. K.; DUNAND, C.; SEIDMAN, N. Precipitation Evolution in Al-Zr and Al-Zr-Ti Alloys During Aging 375°C and 425°C. **Acta Materialia**, 2008.

KNIPLING, E. K.; DUNAND, C.; SEIDMAN, N. Precipitation Evolution in Al-Zr and Al-Zr-Ti Alloys During Aging 450°C and 600°C. **Acta Materialia**, 2008.

KNIPLING, K. E. **Development of a Nanoscale Precipitation-Strengthened Creep-Resistant Aluminum Alloy Containing Trialuminide Precipitate.**, Tese de doutorado. Universidade Northwestern, Evanston, IL, Estados Unidos, pp. 1-241, 2006.

KUMAR, K. S. Ternary Intermetallics in Aluminum Refractory-Metal X Systems (X = V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn), **IntMater Rev**, 35(6), pp. 293–327 1990.

LEE, S. et al. Influence of scandium and zirconium on grain stability and superplastic ductilities in ultrafine-grained Al–Mg alloys. **Acta Materialia**, 50 (2002) 553–564.

LEFEBVRE, W., MASQUELIER, N., HOUARD, J., PATTE, R., ZAPOLSKY, H. Tracking the Path of Dislocations Across Ordered Al₃Zr Nano-Precipitates in Three Dimensions. **Scripta Materialia**, v.70, pp. 43-46, 2014.

LI, C. Q. et al. Suppressing effect of heat treatment on the Portevin–Le Chatelier phenomenon of Mg–4% Li–6% Zn–1.2% Y alloy. **Journal of Materials Science & Technology**, v. 32, n. 12, p. 1232-1238, 2016.

LI, G. et al.. Effect of Sc/Zr ratio on the microstructure and mechanical properties of new type of Al-Zn-Mg-Sc-Zr alloys. **Materials Science and Engineering A**, p. 219 – 227, 2014.

LIMA, R. R. **Estudo do Efeito das Adições de Mg e do Tratamento Térmico nas propriedades mecânicas das Ligas Al-0,18% Zr**. Trabalho de Conclusão de Curso – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Pará, 2017.

LOBATO, Q. M.; SILVA, A. R.; LIMA, R. R.; OHANA, J. O.; SOUZA, P. H. L.; QUARESMA, J. M. V. Influence of Thermal Treatment on the Mechanical Properties of Al-Zr and Al-Zr-Mg Alloys, **SAE International**, 2017.

MA, P. et al. Effect of Alloying Elements and Processing Parameters on the Portevin – Le Chatelier Effect of Al-Mg Alloys. **International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials**, p.175-183, 2015.

MAENG, D. Y.; LEE, J. H.; HONG, S. I. et al. Microstructure and mechanical properties of rapidly solidified Al – 7wt.%Mg – X (X = Cr, Zr or Mn) alloys. **Materials Science and Engineering A3**, n. 11, 128–134, 2001.

MAGER, G. **Comportamento Microestrutural da Liga Eutetóide Zn-22%Al em Relação à Taxa de Solidificação e ao Envelhecimento**. Dissertação de Mestrado – (Mestrado em Engenharia e Tecnologia de Materiais) – PUCRS; Porto Alegre, 2008.

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**, v.51, pp.4751-4760, 2003.

MARTIN, J.W. **Precipitation Hardening**. Pergamon Press. 1 ed. 1968.

MIKHAYLOVSKAYA, A. V.; MOCHUGOVSKIY, A. G.; LEVCHENKO, V. S.; TABACHKOVA, N. Y.; MUFALO, W.; PORTNOY, V. K. Precipitation behavior of L₁₂ Al₃Zr phase in Al-Mg-Zr alloy. **Materials Characterization**, p. 30-37, 2017.

MIKHAYLOVSKAYA, A. V.; MOCHUGOVSKIY, A. G.; LEVCHENKO, N.; PORTNOY, V. K. Precipitation Behavior of L₁₂ Al₃Zr Phase in Al-Mg-Zr Alloy, **Mater. Char**, 2018.

- MOON, K. I.; KIM, S. C.; LEE, K. S. A Study on the Microstructure of $D0_{23}$ Al_3Zr and L_{12} $(Al+12.5 \text{ at.}\% \text{ Cu})_3Zr$ Intermetallic Compounds Synthesized by PBM and SPS, **Intermetallics**, 10(2), pp. 185–194, 2002.
- MOON, K. I.; LEE, K. S.; SEON, J. K. The Effect of Cu and Zn on the Phase Stability of L_{12} Al_3Hf Intermetallic Compound Synthesized by Mechanical Alloying, **Intermetallics**, 10(8), pp. 793–800, 2002.
- MOY, C. K. S.; WEISS, M.; XIA, J.; SHA, G.; RINGER, S. P.; RANZI, G. Influence of Heat Treatment on the Microstructure, Texture and Formability of 2024 Aluminium Alloy. **Materials Science and Engineering A**, v. 552, p.48-60, 2012.
- MURRAY, J.; PERUZZI, A.; ABRIATA, J.P. The Al-Zr (Aluminum – Zirconium) System. **Journal of Phase Equilibria**, v. 13, n. 3, p. 277–291, 1992.
- NAGA KRISHNA, N.; AKASH, A.; SIVAPRASAD, K.; NARAYANASAMY, R. Studies on void coalescence analysis of nanocrystalline cryorolled commercially pure aluminium formed under different stress conditions. **Materials and Design**, 2010.
- NARAYANASAMY, R.; PARTHASARATHI, N. L.; SATHIYA NARAYANAN, C. Effect of microstructure on void nucleation and coalescence during forming of three different HSLA steel sheets under different stress conditions. **Materials and Design**, 2008.
- NARAYANASAMY, R.; PARTHASARATHI, N. L.; RAVINDRAN, R.; SATHIYA NARAYANAN, C. Analysis of fracture limit curves and void coalescence in high strength interstitial free steel sheets formed under different stress conditions. **Springer Science+Business Media**, LLC, 2008.
- NES, E.; BILDAL, H. The mechanism of discontinuous precipitation of the metastable Al_3Zr phase from an Al-Zr solid solution. **Acta Metallurgica**, p. 1039–1046, 1977.
- NES, E.; BILDAL, H. The mechanism of discontinuous precipitation of the metastable Al_3Zr phase from an Al-Zr solid solution. **Acta Metallurgica**, p. 1039–1046, 1977.
- NES, E. Precipitation of the metastable cubic Al_3Zr -Phase in Subperitectic Al-Zr Alloys, **Acta Metallurgica**, v. 20, pp. 499-506, 1972.
- NIE, J. F.; MUDDLE, B. C. High Temperature Precipitation Hardening in a Rapidly Quenched Al- Ti-Ni Alloy: Part 1. Precipitation Hardening, **Mater Sci Eng A**, 221(1-2), p. 11–21, 1996.
- NOBUHIRO, T.; KATSUHIKO, S.; YOSHIHIRO, S. Superplasticity of ultra-fine grained Al-Mg alloy produced by accumulative roll-bonding. **Materials Transactions, JIM**, v. 40, n. 8, pp. 765-771, 1999.
- NORDHEIM, V. L. Zur Elektronentheorie der Metalle. II, **Ann d Physik**, 9(6), p. 641–678, 1931.
- OGATA, T. **Correlações entre Microestrutura, Parâmetros Térmicos e Propriedades Mecânicas de Ligas de Alumínio da Série 5XXX Solidificadas Unidirecionalmente.**

Dissertação de Mestrado – (Mestrado em Ciência dos Materiais), Universidade Federal de São Carlos, São Carlos – SP, 2017.

OHASHI, T.; ICHIKAWA, R. On Rapid Solidified and Annealed Structures of Al - 0.5-2.5% Ti Alloys, **J Japan Inst LightMetals**, 27(3), p. 105–112, 1977.

PADILHA, A. F. **Materiais de Engenharia**. Hemus Livraria, Distribuidora e Editora S.A. 2000.

PADILHA, A. F.; SICILIANO JR, F. Potenciais termodinâmicos e forças retardadoras. In: PADILHA, A. F.; SICILIANO JR, F. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de grão e textura**. São Paulo, ABM, 3.ed. p. 81 – 91, 2005.

PADILHA, A. F.; SICILIANO JR, F. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. São Paulo: ABM, p. 123, 1995.

PANDEY, S. K.; SURYANARAYANA, C. Structure and Transformation Behavior of a Rapidly Solidified Al - 6.4 wt. % Hf Alloy, **Mater Sci Eng A**, 111, p. 181–187, 1989.

PETERZOW, G. Metallographic Etching, **Ed American Society for Metals**, p. 41, 1978.

PHILIPSON, F. R.; OLIVEIRA, G. G. **2º Seminário Técnico de Tratamento Térmico do Alumínio e suas Ligas** – ABAL/SENAI, Osasco, 2002.

POKOVÁ, M.; ZIMINA, M.; CIESLAR, M. Microstructure Evolution of AA3003 Aluminum Alloys Enhanced by Zirconium Addition Studied by Electron Microscopy. **Light Metals**, 2015.

POLMEAR, I. **Light Alloys: From Traditional Alloys to Nanocrystals**. Melbourne, Australia. 4ed, 2006.

PORTER, D. A.; EASTERLING, K. E. **Phase Transformations in Metals and Alloys**. Londres, Chapman & Hall, 2 ed. 1992d, pp. 263-313.

PROENÇA, S. P. B. **Sobre Modelos Matemáticos do Comportamento Não-Linear do Concreto: Análise Crítica e Contribuições**. Tese de Doutorado – (Doutorado em Engenharia de Estruturas), Escola de Engenharia de São Carlos – SP, 1988.

QIAN, H.; ZHU, D.; HU, C.; JIANG, X. Effects of Zr Additive on the Microstructure, Mechanical Properties and Al-Si Alloy Fractography, **Metals**, 2018.

RANIERE, S. N. **Implementação e Validação de Modelos Constitutivos para Plasticidade Cíclica**. Dissertação de Mestrado – (Mestrado em Engenharia de Materiais), Universidade de Brasília – DF, 2015.

ROBSON, J. D.; PRANGNELL, P. B. Dispersoid Precipitation and Process Modeling in Zirconium Containing Commercial Aluminum Alloys. **Acta Materialia**, p. 599 – 613, 2001.

ROBSON, J. D. A New Model for Prediction of Dispersoid Precipitation in Aluminium Alloys Containing Zirconium and Scandium, **Acta Mater**, 2004.

RODRIGUES, J.; MARTINS, P. **Tecnologia Mecânica – Tecnologia da Deformação Plástica** – Vol. I. Fundamentos Teóricos, Editora Escolar, 2006.

ROLLASON, E. C. **Metallurgy for Engineers**, 4 ed., 1973.

ROSSI, V. L. **Influência da Composição Química e dos Parâmetros de Processo sobre a Resistência à Corrosão em Peças Fundidas Usando as Ligas de Alumínio 356 e A 356**. Dissertação de Mestrado – (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – UDESC, Joinville, 2004.

RUSSEL, A. M.; LEE, K. L.; AL, G. In: RUSSEL, A. M.; LEE, K. L. **Structure-Property Relations in Nonferrous Materials**. New Jersey, John Wiley & Sons, p. 519, 2005.

RYSTAD, S.; RYUM, N. A Metallographic Investigation of the Precipitation and Recrystallization Process in an Al-Zr Alloy, **Aluminium**, 53(3), p. 193–195, 1977.

RYUM, N. Precipitation and Recrystallization in an Al-0.5wt. %Zr Alloy, **Acta Metall**, 17(3), p. 269 – 278, 1969.

RYUM, N. Precipitation in an Al-1.78wt. %Hf Alloy after Rapid Solidification, **J Mater Sci**, 10(12), p. 2075–2081, 1975.

SHIBKOV, A. A.; ZOLOTOV, A. E.; ZHELTOV, M. A.; DENISOV, A. A.; GASANOV, M. F. Plastic Deformation Macrolocalization During Serrated Creep of na Aluminum – Magnesium Al-6Mg (wt%), **Technical Physics**, 2014.

SILVA, A. R. **Influência do Tratamento Térmico sobre a Propriedades Mecânicas das Ligas Al-Zr e Al-Zr-Mg**. Trabalho de Conclusão de Curso – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Pará, 2017.

SJÖLANDER, E.; SEIFEDDINE. The Heat Treatment of Al-Si-Cu-Mg Casting Alloys. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 210, n.10, p.1249-1259, jul. 2010. Society for Metals - ASM Handbook, 2004.

SOUZA, P. H. L. **Endurecimento por Precipitação em ligas de Al-Zr e Al-Zr-Mg Envelhecidas Artificialmente**. Tese de Doutorado – (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – UFSC; Santa Catarina, 2017.

SOUZA, P.H.L; OLIVEIRA, S.A.; QUARESMA, V. M. **Strengthening Mechanisms In Na Al-0.9Mg-0.2Zr (wt. %) Alloy After Isothermal Aging**, COBEF – Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação, Santa Catarina, 2017.

SOUZA, P. H. L.; QUARESMA, J. M. V. Precipitation Evolution and Modelling of Growth Kinetics of L12 – structured Al₃Zr Particles in Al-0.22Zr and Al-0.32Zr (wt%) Alloys Isothermally Aged. **Materials Research**, 2017.

SOUZA NETO, E. A.; PERIÉ, D.; OWEN, D. R. J. **Computational Methods for Plasticity: Theory and Applications**. Swensea: Wiley, 2008.

STADLER, F.; ANTREKOWITSCH, H.; FRAGNER, W.; KAUFMAN, H.; UGGOWITZER, P. J. The effect of Ni on the high-temperature strength of Al-Si cast alloys, **Materials Science Forum**, v. 690, p. 274-277, 2011.

SUN, Liang; ZHANG, Qing-Chuan; CAO, Peng-Tao. CONDENSED MATTER: STRUCTURE, THERMAL AND MECHANICAL PROPERTIES: Influence of solute cloud and precipitates on spatiotemporal characteristics of Portevin-Le Chatelier effect in A2024 aluminum alloys. **Chinese Physics B**, v. 18, p. 3500-3507, 2009.

THE ALUMINUM SMELTING PROCESS. **Process Basics**. Disponível em: <http://www.aluminum-production.com/process_basics.html>. Acesso em:08/07/2018.

TIRYAKIOGLU, M.; STALEY, J. T.; **Handbook of Aluminum: Physical Metallurgy and Processes**, v.1, p. 123, 2003.

TOTTEN, G. E.; MACKENZIE, S. **Handbook of Aluminum. V. 1: Physical Metallurgy and Processes**. 1st Editio ed. New York: CRC Press, 2003.

TURBA, K.; MALEK, P.; CIESLAR, M. Superplasticity in an Al–Mg–Zr–Sc alloy produced by equal-channel angular pressing. **Materials Science and Engineering A**, 462, 91–94, 2007.

VADIM, S.; ZOLOTOREVSKY.; NIKOLAI, A.; BELOV.; MICHAEL, V.; GLAZOFF. **Castng Aluminum Alloys**, 1.ed., Elsevier Science, United Kingdom, 2007.

YILMAZ, Ahmet. The Portevin–Le Chatelier effect: a review of experimental findings. **Science and technology of advanced materials**, v. 12, n. 6, p. 063001, 2011.

XU, J. H.; FREEMAN, A. J. Band Filling and Structural Stability of Cubic Trialuminides: YAl_3 , $ZrAl_3$, $NbAl_3$, **Phys Rev B**, 40(17), p. 11,927–11,930, 1989.

XU, J. H.; FREEMAN, A. J. Bandfilling and Structural Stability of Trialuminides: YAl_3 , $ZrAl_3$, and $NbAl_3$, **JMater Res**, 6(6), p. 1188–1199, 1991.

YIN, Z., PAN, Q.; ZHANG, Y.; JIANG, F. Effect of Minor Sc and Zr on the Microstructure and Mechanical Properties of Al-Mg Based Alloys. **Materials Science and Engineering**, 2000.

YUAN, W.; LIANG, Z. Effect of Zr addition on properties of Al-Mg-Si Aluminum Alloy used for all aluminum alloy conductor. **Materials and Design**, 2011.

ZEDALIS, M. S.; FINE, M. E. Precipitation and Ostwald Ripening in Dilute Al Base-Zr-V Alloys, **Metall Trans A**, 17(12), p. 2187–2198, 1986.

ZHAO, S.; MENG, C.; MAO, F.; HU, W. Influence os Severe Plastic Deformation On Dynamic Strain Aging of Ultrafine Grained Al-Mg Alloys. **Acta Materialia**, v. 76, p. 54-67, 2014.

ZHEMCHUZHNIKOVA, D. A.; LEBYODKIN, M. A.; LEBEDKINA, T. A.; KAIBYSHEV, R. O. Materials Science & Engineering A Unusual Behavior of the Portevin – Le Chatelier Effect in Al-Mg Alloy Containing Precipitates, **Materials Science & Engineering A**, 2015.