

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE – FURG
ESCOLA DE ENGENHARIA – EE
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA - PPMEC

HELIO HUMBERTO HOLTHAUSEN JUNIOR

AVALIAÇÃO DOS TRATAMENTOS CRIOGÊNICOS *DEEP CRYOGENIC TREATMENT* E *UPHILL QUENCHING* NA MICROESTRUTURA, CONFORMAÇÃO E MICRODUREZA DAS LIGAS DE ALUMÍNIO AA7075 E AA6063

Rio Grande

2018

HELIO HUMBERTO HOLTHAUSEN JUNIOR

AVALIAÇÃO DOS TRATAMENTOS CRIOGÊNICOS *DEEP CRYOGENIC TREATMENT* E *UPHILL QUENCHING* NA MICROESTRUTURA, CONFORMAÇÃO E MICRODUREZA DAS LIGAS DE ALUMÍNIO AA7075 E AA6063

Dissertação apresentada no Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande, como requisito parcial para obtenção do Título de Mestre em Engenharia de Mecânica.

Orientador: Prof. Dr. Jorge Luis Braz Medeiros

Rio Grande

2018



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE - FURG
ESCOLA DE ENGENHARIA
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica
PPMec



Ata nº **07/2018** da Defesa de Dissertação de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande - FURG. Aos 05 dias do mês de março de dois mil e dezoito, foi instalada a Banca de Defesa de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, às quinze horas no Mini auditório do prédio da Fabricação Mecânica no Campus Carreiros desta Universidade, a que se submeteu o mestrando **Helio Humberto Holthausen Junior**, nacionalidade brasileira, dissertação ligada a Linha de Pesquisa Engenharia de Soldagem e Materiais do PPMec, com o seguinte título: **AVALIAÇÃO DOS TRATAMENTOS CRIOGÊNICOS DEEP CRYOGENIC TREATMENT E UPHILL QUENCHING NA MICROESTRUTURA, CONFORMAÇÃO E MICRODUREZA DAS LIGAS DE ALUMÍNIO AA7075 E AA6063**. Referendada pela Câmara Assessora do Curso, os seguintes Professores Doutores Adão Felipe Oliveira Skonieski e Luciano Volcanoglo Biehl, sob a presidência do Professor Jorge Luis Braz Medeiros. Analisando o trabalho, os Professores da Banca Examinadora o consideraram:

1. Adão Felipe Oliveira Skonieski: APROVADO
2. Luciano Volcanoglo Biehl: APROVADO
3. Jorge Luis Braz Medeiros: APROVADO

Foi concedido um prazo de 30 dias, para o candidato efetuar as correções sugeridas pela Comissão Examinadora (anexo) e apresentar o trabalho em sua redação definitiva, sob pena de não expedição do Diploma. A ata foi lavrada e vai assinada pelos membros da Comissão.

Assinaturas:

1. [Assinatura]
CPF: 817.086.700-25
 2. [Assinatura]
CPF: 575.195.100-00
 3. [Assinatura]
CPF: 588.871.210-87
- Helio Humberto Holthausen Junior: [Assinatura]

Dedico este trabalho aos meus pais, Nair de Freitas e Helio Holthausen, por todo o suporte que me foi dado durante toda a trajetória acadêmica, sempre com muita atenção e dedicação.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente ao Programa de pós-graduação em engenharia mecânica - PPMec e à FURG pelo a oportunidade e ao incentivo para a elaboração desse trabalho.

Ao professor e orientador Dr. Jorge Braz pela a confiança, orientação e conhecimentos passados e ao professor e coordenador do programa Dr. Luciano Biehl pelo o apoio e incentivo para a realização das atividades.

À Caroline da Ros Montes D'Oca e ao Jean Lucas de Oliveira Arias do centro de análises integrada - CIA da FURG, pela a disponibilidade para a realização dos tratamentos criogênicos.

Aos técnicos do laboratório de mecânica Bruno Soares Laner e Cristiano de Azevedo Celente pela disponibilidade no uso dos equipamentos nas etapas do trabalho.

Ao Rudmar Krumreick, à Caroline Pires Ruas e ao Thairo do CEME-SUL.

Aos colegas do programa, em especial ao Alex, Eduardo e Rui, por todas as discussões teóricas e pela a parceria diária indispensável durante o programa.

À minha namorada, por toda a paciência e apoio durante esse período.

*“Se, a princípio, a ideia não é absurda,
então não há esperança para ela”
Albert Einstein.*

RESUMO

Com o avanço da tecnologia, é natural a busca por materiais com alta performance, como o caso das ligas de alta resistência de alumínio que combinam as propriedades de alta resistência mecânica junto ao seu baixo peso específico. A aplicação desse tipo de material é comum na indústria aeronáutica, onde se observa temperaturas criogênicas – Subzero. O comportamento deste tipo de material quando submetido a temperaturas negativas não é algo conhecido e difundido no estado da arte, assim como a aplicação de tratamentos criogênicos como alternativa para tratamentos térmicos nestes materiais. Este trabalho teve como objetivo o estudo do comportamento da liga AA-7075 e da liga AA-6063, ligas tratáveis termicamente, quando aplicado os tratamentos criogênicos conhecidos como *Deep Cryogenic Treatment* e *Uphill Quenching*, utilizado para alívio de tensões residuais, além de estudar o seu efeito em processo de conformação, por compressão uniaxial. As amostras fabricadas foram submetidas aos tratamentos e caracterizadas com o uso da microscopia óptica e eletrônica de varredura, microdureza Vickers e difração de raios X. Os resultados indicam que ocorre uma alta taxa de difusão dos elementos de liga intersticiais quando aplicados os tratamentos criogênicos, especialmente o tratamento *Uphill Quenching* que altera a morfologia dos intermetálicos, para uma forma alongada. Os valores de microdureza encontrados para os tratamentos criogênicos são típicos dos materiais no estado de envelhecimento artificial – T6, o que foi confirmado a partir da análise dos espectros de difração de raios X. Com a utilização do tratamento *Uphill Quenching* houve uma maior redução de seção quando comparado com as amostras conformadas somente solubilizadas. Esta maior redução de seção está relacionada ao nível de tensões residuais do material, onde, a partir do método de Williamson-Hall de análise do espectro de DRX, foi possível uma análise qualitativa de deformação do cristalito, indicando um menor grau de tensões tratativas no material quando aplicado o tratamento *Uphill Quenching*.

Palavras-Chave: Tratamento Criogênico; Tratamento *Uphill Quenching*; Ligas de alumínio; AA-7075; AA-6063; Conformação.

ABSTRACT

With the advancement of technology, it's natural to look for materials with high performance, such as high-strength aluminum alloys, that combine the properties of high mechanical strength with low weight. The application of this type of material is common in the aeronautical industry, where it is common to get cryogenic - Sub-zero temperatures. The behavior of this type of material when subjected to negative temperatures isn't something known and widespread in the state of the art, as well as the application of cryogenic treatments as an alternative for thermal treatments in these materials. The objective of this work was to study the behavior of the AA-7075 and AA-6063 alloys, thermal treatable alloys, when applied to the cryogenic treatments known as Deep Cryogenic Treatment and Uphill Quenching, used to residual stress relief. The effects in the mechanical deformation processes was also investigated, using uniaxial compression on samples. The samples were submitted to the treatments and characterized by the use of optical and scanning electron microscopy, Vickers hardness and X-ray diffraction. The results indicate that a high diffusion rate of the interstitial elements occurs when the cryogenic treatments were applied, especially the Uphill Quenching treatment that changes the intermetallic morphology to an elongated shape. The hardness values found for the cryogenic treatments are typical of aged hardening materials in artificial aging - T6 which was confirmed by XDR analysis. When Uphill Quenching treatment was applied there was a slightly higher section reduction, in uniaxial compression test, 3,8%, when compared to the solubilized samples. This reduction of section is related to the level of residual stresses of the material. Using the Williamson-Hall method of XRD spectrum analysis, a qualitative analysis of crystallite deformation was possible, indicating a lower level of residual stress in the material when Uphill Quenching was applied.

Keywords: Cryogenic Treatment; Uphill Quenching treatment; aluminum alloys; AA7075; AA6063; Mechanic deformation process;

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Defeito de vazio na liga da família 7xxx	20
Figura 2 - Diminuição da dureza em processos FSW	21
Figura 3 - Formação de estrutura dendrítica em Alumínio Fundido	24
Figura 4 - Perfil de tensão residual.....	28
Figura 5 - Esquema da deformação superficial pelo processo Shot Peening	29
Figura 6 - Perfil de tensão residual da liga	29
Figura 7 - Esquematização da Zona de G-P: Em (a) solução sólida supersaturada; (b) precipitado coerente com a matriz; (c) precipitação de transição semicoerente; (d) precipitado incoerente de equilíbrio.....	30
Figura 8 - Precipitados encontrados na liga AA-6063	31
Figura 9 - Relação Dureza x Temperatura x Tempo	34
Figura 10 - Distribuição de tensão residual em chapa conformada a frio.....	35
Figura 11 - Distribuição de tensão residual após alívio de tensões.....	36
Figura 12 - Influência do tempo de encharque na liga AA-7075.....	41
Figura 13 - Influência do tempo de encharque na liga AA-6063.....	41
Figura 14 – Gráfico Temperatura x Tempo – Processo <i>Uphill Quenching</i> para a liga AA-6063	45
Figura 15 - Material para fabricação dos corpos de prova – a) Perfil trefilado AA-7075 – b) Barra laminada AA-6063.....	47
Figura 16 - Fluxograma experimental.....	48
Figura 17 - Dimensões das amostras fabricadas	49
Figura 18 - Máquinas utilizadas para a fabricação das amostras – a) Cortadeira metalográfica – b) Fresa de topo – c) Plaina.....	49
Figura 19- Espectrômetro <i>Foundry Master</i>	50
Figura 20 – a) Tratamento Criogênico – Reaquecimento ao ar b) Tratamento <i>Uphill</i> – Reaquecimento em água	52
Figura 21 - Matriz em aço inoxidável Martensítico	52
Figura 22 - Composição Química Obtida por Espectrometria Óptica.....	55
Figura 23 – Orientação dos grãos a) Seção longitudinal b) Seção transversal.....	55
Figura 24 – Microestrutura das amostras iniciais liga AA-7075: a) Direção do comprimento b) Seção transversal.....	56
Figura 25 - Perfil de microdureza 6063 – Amostra “0”	57

Figura 26 - Perfil de Microdureza 7075 – Amostra "0"	57
Figura 27 – Microestrutura – a) amostra "0" b) Amostra solubilizada c) Amostra Crio d) Seção amostra Crio e) Amostra <i>Uphill</i> f) Seção amostra <i>Uphill</i>	58
Figura 28 - Processamento de imagem a) Amostra Crio b) Amostra <i>Uphill</i>	59
Figura 29 – Microsonda EDS – Amostra <i>Uphill</i>	60
Figura 30 – Microsonda EDS – Verificação das fases.....	60
Figura 31 – Microestrutura da liga AA-7075 a) Estado "0" b) Amostra solubilizada c) Amostra Crio d) Seção amostra crio e) Amostra <i>Uphill</i> f) Seção amostra <i>Uphill</i>	61
Figura 32 - Processamento de imagem a) Amostra Crio b) Amostra <i>Uphill</i>	62
Figura 33 – Imagens em MEV da microestrutura da liga AA-7075 a) Amostra Crio x200 b) Amostra Crio x500 c) Amostra <i>Uphill</i> x200 d) Amostra <i>Uphill</i> x500	63
Figura 34 – Microsonda EDS – Amostra <i>Uphill</i>	64
Figura 35 – Microestruturas para a liga AA-6063 conformadas – a) Amostra solubilizada x200 b) seção amostra solubilizada x500 c) amostra Crio x200 d) Seção amostra Crio x500 e) Amostra <i>Uphill</i> x200 f) Seção amostra <i>Uphill</i> x500	65
Figura 36 –MEV – AA-6063 Conformada a) Amostra Crio b) Seção.....	66
Figura 37 – Microestrutura da liga AA-7075 Conformada x200: a) Amostra Solubilizada b) Seção amostra solub. c) Amostra Crio d) Seção amostra crio.....	67
Figura 38 – Microestrutura da liga AA-7075 em MEV a) amostra crio b) Seção amostra crio c) Amostra <i>Uphill</i> d) Seção amostra <i>Uphill</i>	68
Figura 39 – Microsonda EDS – Amostra AA-7075 <i>Uphill</i>	69
Figura 40 – Gráfico de deformação para a liga AA6063	70
Figura 41 – Deformação da liga AA7075	71
Figura 42 – Perfil de Microdureza para a liga AA-6063.....	72
Figura 43 – Perfil de microdureza para a liga AA-7075.....	73
Figura 44 – Perfil de microdureza para a liga 6063 conformada.....	75
Figura 45 – Perfil de microdureza para a liga AA-7075 conformada.....	76
Figura 46 – Espectros Obtidos por difração de raios X para a liga AA-6063	78
Figura 47 – Espectros obtidos por difração de raios X para a liga AA-7075	80
Figura 48 – Curvas do método de Williamson-Hall – Liga AA-6063.....	82
Figura 49 – Curvas do método de Williamson-Hall – Liga AA-7075.....	84

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Sistema de designação de ligas de alumínio por elementos principais....	18
Tabela 2 - Designação dos tratamentos térmicos em ligas de alumínio	19
Tabela 3 - Composição Típica da liga AA-7075	22
Tabela 4 - Composição típica da liga ASTM-6063	23
Tabela 5 - Comparativo de redução das tensões residuais de uma liga AA7075 utilizando diferentes meios de resfriamento e reaquecimento	45
Tabela 6 – Nomenclatura utilizada para os tratamentos térmicos.....	48
Tabela 7 - Microdureza no estado "0"	56
Tabela 8 – Microdureza média para as amostras AA-7075 conformadas.....	74
Tabela 9 – Microdurezas médias para amostras AA-7075 conformadas	76
Tabela 10 – Índices de Muller para as Amostras AA-6063	77
Tabela 11 – Índices de Muller para a amostra AA-7075	79
Tabela 12 – Valores de β para o método <i>Williamson-Hall</i> 6063.....	81
Tabela 13 – Resultado do método <i>Williamson-Hall</i> - 6063.....	83
Tabela 14 - Valores de β para o método <i>Williamson-Hall</i> - 7075	83
Tabela 15 – Resultado do método <i>Williamson-Hall</i> - 7075.....	85

LISTA DE SIGLAS E SÍMBOLOS

°	Graus
° C	Graus Celsius
Å	Ångström
AA	Associação do alumínio
AISI	Instituto Americano do Ferro e do Aço
α	Fase do sistema Al-Fe-Si
β	Fase do sistema Al-Mg-Si
EDS	Microsonda de Energia dispersiva
ϵ	Fase Mg ₂ Si da liga AA-6063
g	Grama
HV	Microdureza Vickers
HV0,05	Microdureza Vickers com carga de 50 gramas
HV0,1	Microdureza Vickers com carga de 100 gramas
K	Graus Kelvin
LN ₂	Nitrogênio Líquido
mA	Miliampere
μ m	Micrometro
ml	Mililitros
mm	Milímetros
MPa	Mega Pascal
nm	Nanômetros
Φ	Fase do MgZn ₂ da liga AA-7075
T	Tonelada
T6	Tratamento de solubilização seguida de envelhecimento artificial
θ	Ângulo em graus
UFG	Estrutura de Ultrafina de grãos
W	Potência Watts
GP	Zona de Guinier Preston

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
2	OBJETIVOS	15
2.1	Objetivos Gerais	15
2.2	Objetivos Específicos	15
3	REVISÃO DA LITERATURA	16
3.1A	importância do alumínio e suas ligas para o desenvolvimento tecnológico	16
3.1.1	Ligas de alumínios e suas aplicações	19
3.1.2	Características da liga de alumínio AA-7075	22
3.1.3	Características da liga de alumínio AA-6063	23
3.2	Influência das tensões residuais nos materiais	24
3.2.1	Análise de tensões residuais em ligas de alumínio	27
3.3	Avaliação de tratamentos térmicos aplicáveis as ligas de Alumínio	29
3.3.1	Análise sobre o efeito de tratamentos térmicos e mecânicos no alívio de tensões	34
3.4	Tratamentos criogênicos em materiais metálicos	36
3.4.1	Efeito dos tratamentos criogênicos em materiais não ferrosos	39
3.5	Tratamento criogênico <i>Uphill Quenching</i>	42
3.5.1	Influência das tensões residuais na conformação de ligas de alumínio	46
4	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	47
5	MATERIAIS E MÉTODOS	49
5.1	Fabricação e caracterização das amostras	49
5.2	Preparação para análise metalográfica	50
5.3	Aplicação de tratamentos térmicos	51
5.4	Conformação por compressão uniaxial	52
5.5	Testes de microdureza	53
5.6	Análise em microscopia eletrônica de varredura e difração de raios X	53

5.6.1	Uso do método de Williamson-Hall para determinação da deformação do reticulado cristalino.....	54
6	DISCUSSÃO DOS RESULTADOS OBTIDOS.....	55
6.1	Caracterização dos materiais.....	55
6.2	Efeito dos tratamentos térmicos na microestrutura.....	58
6.2.1	Avaliação da microestrutura após conformação mecânica.....	64
6.3	Análise da deformação obtida pela compressão uniaxial	69
6.4	Análise de microdureza Vickers.....	71
6.4.1	Análise de microdurezas após conformação mecânica.....	74
6.5	Análise dos espectros obtidos por Difração de raios X	77
6.5.1	Estudo a partir do Método de <i>Williamson-Hall</i>	81
7	CONCLUSÕES.....	86
8	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	87
	REFERÊNCIAS.....	88
	APÊNDICE 1 – RESULTADO DA ESPECTROMETRIA DE EMISSÃO ÓPTICA.....	95

1 INTRODUÇÃO

Com o avanço da tecnologia, é natural a busca por materiais com alta performance, como o caso das ligas de alta resistência de alumínio que combinam as propriedades de alta resistência mecânica junto ao seu baixo peso específico. A aplicação desse tipo de material é comum na indústria aeronáutica, onde se observa temperaturas criogênicas – Subzero.

O comportamento deste tipo de material quando submetido a temperaturas negativas não é algo conhecido e difundido no estado da arte, assim como a aplicação de tratamentos criogênicos como alternativa para tratamentos térmicos nestes materiais. Pouco se pesquisava devido ao fato de que para a utilização de alguns destes tratamentos é necessário um controle de temperatura muito eficaz, principalmente na aplicação em aços.

Uma das utilizações de tratamentos criogênicos é o de alívio de tensões residuais, onde foi desenvolvido o tratamento *Uphill Quenching*, muitíssimo pouco explorado. Tensões residuais, induzidas mecânica ou termicamente gera deformações transitórias ou permanentes nos materiais.

Na indústria, tratamentos térmicos de alívio de tensões geralmente ocorre em etapas intermediárias ou finais do processo, minimizando-se seus efeitos relativos a deformações, variações de volume e dimensionais.

Ainda assim, o atual estado da arte está muito deficiente no que diz respeito a tratamentos térmicos de alívios de tensões com o uso de tratamentos criogênicos. Esta técnica é pesquisada basicamente em aços, para a transformação de austenita retida martensita, principalmente em aços ferramentas, contudo, para outros materiais não é algo comum. Tensões compressivas, em aços de uma forma geral, são tratadas como benéficas, contribuindo também para o aumento da vida em fadiga, porém, existe uma lacuna de pesquisas associadas as tensões residuais nas ligas não ferrosas, como as ligas de alumínio com alta resistência

Neste trabalho objetiva-se proporcionar uma abordagem teórico-prática dos efeitos de tratamentos criogênicos e de alívio de tensões residuais (Tratamento *Uphill Quenching*), pesquisando-se a sua influência em processos posteriores de conformação mecânica em ligas de alumínio tratáveis termicamente.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivos Gerais

O presente trabalho, tem como objetivo estudar o efeito dos tratamentos criogênicos, *Deep Cryogenic treatment* e *Uphill Quenching*, nas ligas AA6063 e AA7075, estudando o efeito destes tratamentos na microestrutura e microdureza. Estabelecer uma relação entre o tratamento criogênico e o tratamento para redução de tensões residuais na conformação destas ligas, comparando o efeito destes tratamentos por compressão uniaxial.

2.2 Objetivos Específicos

Os objetivos específicos do presente trabalho podem ser descritos como:

- Investigar o efeito dos tratamentos criogênicos na microestrutura de ligas não ferrosas;
- Investigar a formação de precipitados através dos tratamentos;
- Realizar medição e análises de microdurezas;
- Realizar a análise das deformações no material e estudar a influência dos tratamentos térmicos;
- Obter e analisar o espectro de difração de raios X;
- Estudar o espectro de raios X com a aplicação do método de Williamson-Hall.

3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 A importância do alumínio e suas ligas para o desenvolvimento tecnológico

Devido ao desenvolvimento de novas técnicas de redução, como a eletrólise ígnea de larga escala desenvolvida por Hall e Héroult em 1886, o alumínio foi, gradualmente, sendo empregado em diversas áreas da indústria como transportes, automobilística, elétrica, máquinas e equipamentos, construções civis, aeronáutica, entre outras, podendo ser comparável em questões de desenvolvimento aos ferros e aços. Antes desse ponto, o alumínio chegou a ser mais valorizado que o ouro, embora hoje seja um dos metais mais abundantes na natureza (1) (2) (3).

O alumínio em seu estado puro (Pureza de 99,99% Al) não é apropriado para a sua aplicação onde haja altos carregamentos devido a sua baixa tensão de escoamento que está situada em aproximadamente 20 MPa sendo utilizado basicamente em semicondutores, na fabricação de folhas finas para capacitores eletrolíticos e na fabricação de luminárias (4).

Sua temperatura de recristalização está situada entre -60 °C e -40 °C, impossibilitando o aumento de suas propriedades mecânicas pelos os processos de conformação a frio (5). Embora o uso de alumínio puro não seja adequado para a aplicação de estruturas mecânicas, o desenvolvimento de ligas de alumínio com a adição de elementos como ferro, silício e titânio, mesmo que em pequenas proporções (0,1%), fez com que esta temperatura de recristalização fosse alterada para acima de 200 °C possibilitando que estas ligas fossem trabalhadas a frio, aumentando as suas propriedades (6).

O desenvolvimento de novas ligas de alta resistência foi impulsionado pela a sua aplicação na indústria aeronáutica, onde a combinação de suas propriedades mecânicas com a seu baixo peso específico o torna ideal para tal aplicação. Com a adição de metais como o magnésio, cobre, zinco e silício foi percebido que tais ligas sofriam influência de temperaturas nas quais estes materiais foram expostos, desta forma foi descoberto o mecanismo de endurecimento por precipitação onde diversos tratamentos térmicos controlados de aquecimento e resfriamento foram desenvolvidos para realizar as alterações nas propriedades mecânicas (7).

Os principais elementos constituintes das ligas de alumínio são o cobre, o manganês, o silício, o magnésio e o zinco. Na indústria aeroespacial as ligas de Al-Li vêm sendo investigada para o seu uso em face as ligas do sistema Al-Zn-Cu (8).

Os elementos desempenham funções específicas em cada liga sempre com a finalidade de alterar as propriedades do material. O Zinco contribui acentuadamente com o envelhecimento por precipitação natural e artificial, mas não contribui no endurecimento por deformação, quando presente em solução sólida (6).

O Cobre aumenta a resistência mecânica e proporciona endurecimento por precipitação natural, porém, diminui a resistência a corrosão, a ductilidade e a solubilidade da liga. O Manganês aumenta a resistência mecânica do alumínio comercialmente puro (99,50% a 99,79% de pureza) com redução pequena da ductilidade e melhora a resistência à corrosão (6).

O Magnésio reduz a temperatura de fusão, aumenta a capacidade de endurecimento por deformação e a resistência a corrosão em água salgada. O Silício também diminui a temperatura de fusão e aumenta a fluidez da liga, aumenta a resistência mecânica e melhora a ductilidade. Se adicionado junto com o magnésio proporciona o endurecimento por precipitação da liga (6).

Esses elementos de liga podem ser associados de forma a obter ligas específicas, que podem ser binárias, ternárias e quaternárias, de acordo com os elementos mais abundantes em cada liga (4).

As ligas de alumínio podem ser divididas entre dois grupos que são as ligas fundidas, que se apresentam na forma de lingotes que são utilizadas principalmente no processo de fundição ou as ligas trabalhadas que podem ser encontradas em qualquer forma de conformação (Chapas, perfis, barras, tubos e etc) podendo ainda ser trabalhada posteriormente tanto a quente como a frio (9) (10).

A *Aluminum Association* utiliza um código de quatro dígitos para classificar os tipos de ligas de alumínio quanto à composição dos elementos constituintes e tolerância de suas impurezas. Este código divide as principais ligas em oito grandes grupos chamados também de séries ou famílias, conforme indicado na Tabela 1.

Tabela 1 - Sistema de designação de ligas de alumínio por elementos principais

Ligas de alumínio agrupadas por principais elementos de liga	
Alumínio $\geq 99,00\%$	1xxx
Cobre	2xxx
Manganês	3xxx
Silício	4xxx
Magnésio	5xxx
Magnésio e silício	6xxx
Zinco	7xxx
Outros elementos	8xxx
Série não utilizada	9xxx

Fonte: *Aluminum Association*

As ligas trabalhadas em sua nomenclatura ainda podem apresentar uma vírgula decimal posicionada entre os dois últimos dígitos que sinaliza que a liga é do tipo fundida. Em geral, um hífen separa este código de quatro dígitos de outra designação que nos indica basicamente os tratamentos térmicos que foram impostos nesse material. Este código é composto por uma letra e até três números conforme abaixo (3) (6) (9):

- F (conforme fabricada): Indica que não houve nenhum controle especial nos parâmetros térmicos do processo a quente, a frio ou sobre os parâmetros de envelhecimento.
- O (Recozida): indica que o produto foi tratado termicamente no sentido de se obter um material com menores níveis de resistência mecânica.
- W (Solubilizada): indica uma condição instável após o resfriamento rápido da liga. É utilizada somente em materiais que envelhecem na temperatura ambiente. O tempo de envelhecimento deve ser indica, como por exemplo, W 1h.
- T (Tratado termicamente): indica uma condição estável após a solubilização, diferentes do que se obtém com os tratamentos “O” ou “F”. A letra T é seguida de um número que indica uma sequência de tratamentos conforme a Tabela 2.

Tabela 2 - Designação dos tratamentos térmicos em ligas de alumínio

Tratamento	Significado
T1	Processada a quente seguida de envelhecimento natural.
T2	Processada a quente, trabalhada a frio e seguida de envelhecimento natural.
T3	Solubilização, trabalho a frio seguido de envelhecimento natural.
T4	Solubilização seguida de envelhecimento natural.
T5	Processamento a quente seguido de envelhecimento artificial.
T6	Solubilização seguida de envelhecimento artificial.
T7	Solubilização seguida de superenvelhecimento ou estabilização.
T8	Solubilização, trabalho a frio seguida de envelhecimento artificial.
T9	Solubilização, envelhecimento artificial seguido de deformação a frio.
T10	Processamento a quente, trabalho a frio seguido de envelhecimento artificial.

Fonte: *Aluminum Association*

As ligas trabalhadas que não são tratadas termicamente podem ser endurecidas por outros processos como formação de solução sólida, por segunda fase, refinamento de grão e encruamento. Ainda nestas ligas, podemos ter uma combinação dos processos citados para uma melhor combinação de propriedades (6) (9).

3.1.1 Ligas de alumínio e suas aplicações

Foi em aproximadamente em 1920 que se teve o início dos estudos sobre a resistência mecânica das ligas de alumínio da família 7xxx, pertencentes ao sistema Al-Zn-Mg, porém, devido à baixa resistência a corrosão que foi observada, essas ligas acabaram demorando 20 anos para serem introduzidas na indústria. Após ajustes em sua composição química, que posteriormente foi denominada como sendo a liga AA-7075 T6, foi despertado o interesse neste material que possuía ótimas propriedades e possibilidades de processamento através dos processos de conformação (11).

Novos estudos sob o comportamento das propriedades dessas ligas com a adição de Cu e Zr resultaram o desenvolvimento das ligas AA-7050 e AA-7010, possibilitando o aumento da resistência mecânica e a resistência a corrosão sob tensão, especialmente, a liga AA-7050 que possui Zn no lugar do Cr, ocasionando o aumento da dureza e resistência a fratura (12).

Foi observado que as ligas desta família não são apropriadas para os processos de fabricação que incluem o procedimento de soldagem. As ligas que apresentam melhor soldabilidade, são aquelas pertencentes às séries 1XXX, 3XXX, 5XXX e 6XXX. Em seguida, vêm as séries 4XXX e 2XXX que podem ser soldadas, porém requerem técnicas especiais. As ligas de alta resistência mecânica da série 7XXX podem ser classificadas como não recomendadas para soldagem devido a sua suscetibilidade de trincas de solidificação, fratura frágil e a formação de óxido de zinco durante a solda, que afeta a tensão superficial da poça de fusão e aumenta o risco de defeitos de fusão como vazios conforme mostrado na Figura 1 (13).

Figura 1 - Defeito de vazio na liga da família 7xxx

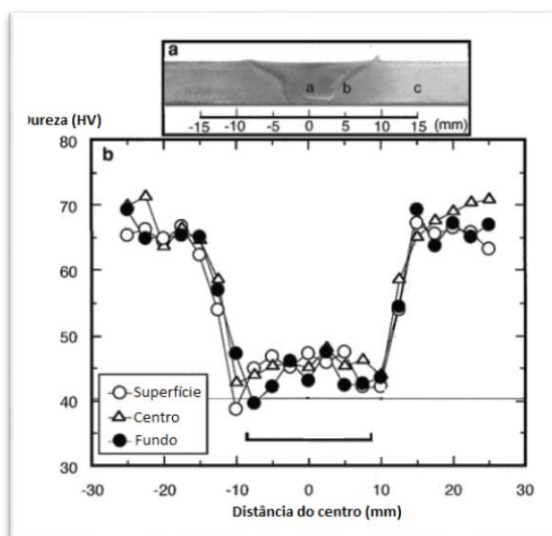


Fonte: Adaptado de CAPELARI 2009 (13)

Como estas ligas apresentam restrições quanto aos procedimentos convencionais de soldagem, é necessário um procedimento especial como a soldagem por Pino Fricção – “*FSW Friction Stir Welding*”, apresentando resultados satisfatórios quanto a união de juntas desse material, devido ao baixo aporte de calor gerado, mantendo as características quanto ao superenvelhecimento desta liga (13) (14).

O mesmo procedimento pode ser utilizado em ligas da família 6xxx, como a liga AA-6063. Um estudo nos mostra que há uma diminuição da dureza na região soldada como nos mostra a Figura 2 (15).

Figura 2 - Diminuição da dureza em processos FSW



Fonte: Adaptado de SATO (15)

O perfil de micro dureza nos indica que no processo *FWS* aplicado na liga AA-6063 não existe diferença significativa na dureza quando comparado a posição segundo o eixo vertical da imagem (profundidade). Há uma perda de dureza na zona soldada (40-45 HV) quando comparada com o material de base (65-70 HV) devido ao aporte térmico causado pela a fricção da ferramenta dissolvendo os precipitados do material envelhecido (15) (16).

É possível observar, que devido as dificuldades em procedimentos de soldagem, um dos principais meios de fabricação de componentes das ligas de alumínio é a conformação mecânica.

A principal aplicação das ligas de alumínio de alta resistência mecânica é na indústria aeronáutica, onde pode-se observar a fabricação de longarinas das asas por forjamento, utilizando a liga 7085-T76, revestimento da fuselagem com as ligas 7075-T6 , 7050-T7 e 7475-T6 e na fabricação de nervuras nos revestimentos das asas utiliza-se as ligas 7050-T6 e 7475-T73 (12).

3.1.2 Características da liga de alumínio AA-7075

A liga de alumínio AA-7075 foi descoberta em 1940 e foi a primeira liga endurecida por precipitação a ser utilizada em um avião na segunda guerra mundial (17). É uma liga do sistema Al-Zn-Mg-Cu pertencente à família 7XXX, cujo principal elemento de liga é o zinco, que permite que as ligas sejam tratadas termicamente por solubilização e envelhecimento. As ligas dessa família, chamadas por vezes de duralumínio, são utilizadas amplamente na indústria aeronáutica, na forma de revestimento de fuselagem e asas, cavernas usinadas e conformadas, longarinas, nervuras, diversos perfis estruturais e reforçadores, entre outros (10) (17). A Tabela 3 indica a sua composição típica.

Tabela 3 - Composição Típica da liga AA-7075

Composição nominal da liga AA 7075		
Elemento	% mínima (em peso)	% máxima (em peso)
Cobre	1,2	2,0
Magnésio	2,1	2,9
Manganês	-	0,3
Ferro	-	0,7
Silício	-	0,5
Zinco	5,1	6,1
Cromo	0,18	0,4
Titânio	-	0,2
Outras impurezas		
Cada uma	-	0,05
Total	-	0,15
Alumínio	Restante	

Fonte: Adaptado de SANTOS 2011 (17)

Esta liga possui alta resistência mecânica, especialmente em aplicações estáticas estruturais, alta ductilidade, dureza e resistência a fadiga sendo utilizada em aplicações de engenharia que necessitam de boa combinação entre estas propriedades (18) (19) (20).

Sua dureza, no estado recozido, é de 60 Brinell. No estado T6, este material pode chegar a uma dureza por volta de 160 Brinell (9). Com relação a sua resistência mecânica esta liga pode apresentar uma resistência a tração de 200 MPa, quando utilizada em processos de fundição em molde de areia, porém, se tratada termicamente, pode se alcançar uma resistência ao escoamento de até 560 MPa (21).

Como citado anteriormente, os principais elementos na composição desta liga é o Zinco, Magnésio e Cobre, podendo ser chamados de elementos de liga primários. Já os demais elementos constituintes desta composição são chamados de elementos secundários que são o Ferro, Silício, Cromo, Titânio, Zircônio e Manganês. Muitos desses elementos podem ser acrescentados intencionalmente ou podem ser considerados como impurezas no processo de obtenção da liga (22).

Nota-se que existe uma grande quantidade de elementos presentes na composição da liga AA-7075. Um estudo mais detalhado nos mostra uma grande formação de precipitados intermetálicos como $MgZn_2$, Mg_2Si , $Al_{20}Cu_2Mn_3$, $Al_{12}Mn_3Si$, Al_7Cu_2Fe , Al_2Cu , Al_2CuMg , Al_3Fe , $Al_{12}Mg_2Cr$, $Al_{20}Cu_2Mn_3$, Al_6Mn , Al_3Ti , Al_6Zr , Mg_2Al_3 , $Al_{32}Zn_{49}$, e $Mg(AlCu)$ (23). As fases precipitadas típicas para ligas da família 7xxx incluem, principalmente, a fase $MgZn_2$, que geralmente se encontram distribuída homogeneamente na matriz.

3.1.3 Características da liga de alumínio AA-6063

É comum o uso de elementos de ligas no alumínio para que suas propriedades sejam modificadas quando comparadas ao alumínio puro. Para os procedimentos que envolvem a fundição e conformação de peças em alumínio é comum o uso da liga AA-6063, pertencente família 6xxx, bastante conhecida como sendo a liga utilizadas em aplicações arquitetônicas e decorativas (3).

A liga, AA-6063, pertencente ao sistema Al-Mg-Si, assim como a liga duralumínio AA-7075, pode ser tratada termicamente pelo tratamento de solubilização e envelhecimento artificial, sendo o Magnésio o elemento principal na formação dos precipitados (3). A Tabela 4 nos mostra a sua composição típica. Este material é bastante utilizado em processos de fundição, pois os elementos de liga Magnésio e Silício formam componentes intermetálicos tal como Mg_2Si que aumenta a fluidez da liga, facilitando o escoamento do metal pelo molde (24).

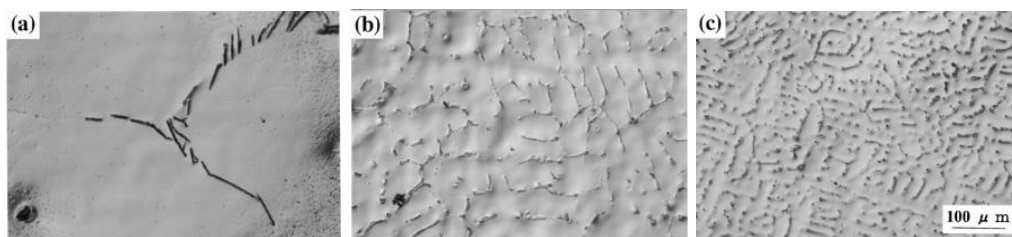
Tabela 4 - Composição típica da liga ASTM-6063

Composição típica da liga ASTM-6063						
Elementos	Alumínio	Silício	Magnésio	Manganês	Ferro	Cobre
% em peso	Balanço	0,513%	0,521%	0,067%	0,087%	0,081%

Fonte: Adaptado de SIDIQQUI (3)

Um dos fatores mais importantes nos processos de fundição é a velocidade de resfriamento do material, podendo haver formações de diferentes fases e formações de diferentes estruturas dendríticas, como podemos observar na Figura 3 a) velocidade de resfriamento baixa b) velocidade de resfriamento média c) velocidade de resfriamento alta (25).

Figura 3 - Formação de estrutura dendrítica em Alumínio Fundido



Fonte: Adaptado de TANIHATA (25)

A velocidade de resfriamento também influencia na formação preferencial das fases das ligas da família 6xxx. Com uma taxa de resfriamento maior, para as ligas do sistema Al-Si-Fe, a fase α é preferencialmente formada, enquanto para as ligas do sistema Al-Mg-Si, a tendência é a formação da fase β . Mesmo com a taxa de resfriamento baixa, a fase β ainda é formada nas ligas do sistema Al-Mg-Si, pois os elementos de liga considerados como impurezas realizam um fenômeno de subresfriamento do metal na fase líquida, acelerando o processo de resfriamento, formando a fase β (25).

Contudo, um estudo mostra que uma pequena adição de manganês ajuda na homogeneização da fase β -Al-Fe-Si, transformando o seu formato chato e alongado em uma fase α -Al-Fe-Si, com um formato mais redonda, o que aumenta significativamente a sua ductilidade em processos de conformação (26).

3.2 Influência das tensões residuais nos materiais

Tensões residuais são dificilmente previstas de maneira exata, pois dependem do histórico de fabricação e montagem do material. A maneira mais utilizada para a determinação do nível de tensões residuais existentes num material é a utilização de métodos experimentais, com a inspeção direta na peça (27).

As tensões residuais podem ser prejudiciais ou não, isso dependerá da natureza, da intensidade, da distribuição e dos tipos de solicitações aplicadas. As

tensões residuais são normalmente perigosas e indesejáveis por sua superposição com as tensões de serviço ou cargas aplicadas (28).

As tensões residuais compressivas, situadas na superfície do material, geralmente possuem um efeito benéfico na vida de fadiga, propagação de trincas ou corrosão sob tensão. Enquanto que tensões residuais trativas, geralmente, reduzem a vida do material em serviço. Outro efeito encontrado com frequência é a distorção de peças após processos de fabricação mecânica. As distorções dependem do nível e da distribuição das tensões residuais (28).

Ao longo das últimas décadas, vários métodos qualitativos e quantitativos de análise de tensões residuais têm sido desenvolvidos. Entretanto, a tensão não pode ser medida diretamente. Medem-se os seus efeitos sobre o material e, com eles, são calculadas as tensões. Para que isso seja possível, faz-se necessária a medição das deformações plásticas e elásticas causadas pelas tensões residuais, seja através de um método físico, ou da mudança de deformação elástica resultante do alívio de uma parte da tensão residual existente por meio de um método mecânico (29).

A tensão residual tem origem em deformações plásticas distribuídas de forma irregular, geradas de forma mecânica, térmica ou metalúrgica. As tensões residuais originadas termicamente são consequência de um gradiente térmico no material, criando diferenças de contração e/ou dilatação no componente. As tensões originadas mecanicamente são produzidas por deformações plásticas não uniformes, levando a uma distribuição da deformação plástica de uma maneira irregular. Já as tensões residuais originadas em transformação de fases e microestruturas heterogêneas estão associadas às reações físicas e químicas que podem provocar alteração na microestrutura ou precipitação de algum componente no material, alterando sua distribuição interna de tensões (27).

As tensões residuais podem ser classificadas em três tipos principais: (I) tensões residuais macroscópicas; (II) tensões residuais microscópicas e; (III) tensões residuais sub microscópicas. Tal classificação é feita de acordo com a distância em que as tensões podem ser observadas. A superposição destes tipos de tensões residuais determina o estado de tensões residuais resultante em determinada porção de material (30).

O principal tipo de tensões residuais são as tensões residuais macroscópicas. São naturalmente de longo alcance, se estendendo por vários grãos do material. As tensões residuais macroscópicas assumem um estado de equilíbrio e qualquer alteração, como a retirada do material ou surgimento de uma nova superfície, exige que as tensões se rearranjem para que uma nova configuração de equilíbrio seja atingida (27).

As tensões residuais microscópicas ou micro tensões estruturais cobrem uma distância de um grão ou uma parte de grão, assim, a região de influência no equilíbrio destas tensões se estende a um pequeno número de grãos. Ocorrem pelo simples processo de orientação dos grãos. As tensões residuais sub microscópicas alcançam apenas algumas distâncias atômicas interiores ao grão. São resultantes de imperfeições da rede cristalina, ocorrendo principalmente em regiões próximas às discordâncias. Estes dois tipos de tensões residuais podem variar de um ponto para outro da rede cristalina (27).

Inicialmente as medições eram feitas por técnicas exclusivamente destrutivas e muitas vezes com a introdução de novas tensões durante o ensaio. Porém, as técnicas de medição vêm sendo aperfeiçoadas e o conceito de incerteza da medição está cada vez mais presente. Existem várias técnicas para medição de tensões residuais que podem ser classificadas em métodos destrutivos, semi destrutivos e não destrutivos (27).

Métodos destrutivos são fundamentalmente procedimentos de alívio de tensão geralmente decorrentes de modificações geométricas. Isto quer dizer que a informação é obtida por alívio de tensões residuais em um elemento de volume finito e medindo a mudança de deformação resultante. Já as técnicas consideradas semi destrutivas são aquelas que requerem pequenos furos ou anéis a serem feitos no componente; ou indentações a serem feitas na superfície, estes são procedimentos que têm pouco ou desprezível efeito nos componentes onde são medidas as tensões residuais, ou métodos dos quais o componente pode ser reparado após a medição. Os métodos semi destrutivos e destrutivos se baseiam na alteração do estado de equilíbrio das tensões residuais, nestes dois métodos somente são analisadas as tensões residuais macroscópicas (30).

Por outro lado, os procedimentos não destrutivos medem a dimensão da rede cristalina do metal ou algum parâmetro físico afetado pela dimensão da rede cristalina. Uma vez aplicada uma força mecânica, resultando em tensão inferior ao limite de escoamento, em um componente de metal, este se deforma elasto-plasticamente. Esta deformação resulta em uma mudança na dimensão da rede atômica e esta dimensão, ou sua mudança, é que é medida por procedimento de medição não destrutivo. Estes métodos determinam de forma combinada todas as tensões residuais existentes no material, sejam elas microscópicas, sub-microscópicas ou macroscópicas, porém, sem a possibilidade de distinção entre elas (27).

O atual estado da arte, no que tange às técnicas de medição de tensões residuais, dispõem de diversas técnicas baseadas em princípios diferentes, podendo ser agrupadas em três grandes grupos, conforme segue: (I) técnicas baseadas no relaxamento de tensões – furo passante, furo cego incremental, fotoelasticidade, holografia, curvatura, *Rosenthal & Norton*, *Gunnert e Ueda*; (II) técnicas de difração – raios-X, *synchrotron*, nêutrons e elétrons; e (III) técnicas baseadas na sensibilidade de algumas propriedades do material à tensão – magnéticas, ultrassom, Raman e termo-elástica (31).

3.2.1 Análise de tensões residuais em ligas de alumínio

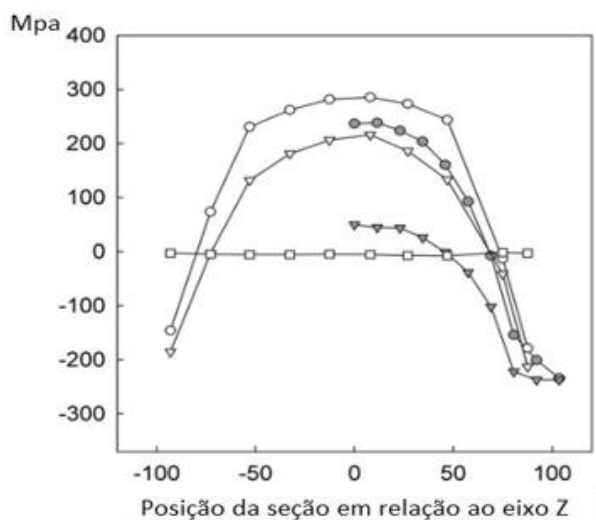
Diversas são as técnicas para a análise de tensões residuais nos materiais. Um método simples, rápido e barato para a determinação de tensões superficiais é o corte longitudinal por serra. Este método foi aplicado para mostrar a viabilidade de um técnica alternativa em face a outros métodos mais complexos como a difração de raios-X (32). Apesar de ser uma técnica simples de ser utilizada, é considerada como um método destrutivo do material, uma vez que há a remoção de material, para a medição da distorção que as tensões causam (32).

Em componentes que foram forjados o efeito da têmpera realizada no tratamento de solubilização mostra o que é conhecido no estado da arte. Com o resfriamento brusco da tempera é gerado um estado de tensões residuais no material. Devido a diferença da taxa de resfriamento existente entre a superfície e o núcleo, ocorre a geração de tensões onde no núcleo do material se apresenta um estado tri axial de tensões, podendo também ser observado tensões trativas, dependendo do

grau de trabalho a frio que foi realizado, e na superfície do material é encontrado um estado compressivo de tensões (33).

Pode-se observar na Figura 4, o perfil de tensões gerados em relação à posição da seção transversal do corpo de prova utilizado. Foi utilizado a técnica de difração de raios X e difração de neutros para a realização das medições (33).

Figura 4 - Perfil de tensão residual



Fonte: Adaptado de ROBINSON (33)

A Figura acima mostra o estado de tensões residuais do material após a amostra ser solubilizada da temperatura de 475 °C em água, a tensão residual compressiva gerada na superfície alcança a faixa entre 170-200 MPa. No estado da arte, este valor pode ser considerado como o valor mais alto de tensões residuais que podem ser encontrados na superfície do material (33).

Estas tensões residuais compressivas na superfície estão em concordância com o que contempla o estado da arte. As tensões geradas na superfície podem ser significativamente diminuídas quando realizada o resfriamento da solubilização em água aquecida (32). Tais tensões somente são geradas quando há uma diferença de temperatura elevada. Temperaturas de tratamento superior a 200 °C são capazes de gerar tais tensões (32).

Observa-se também, que as tensões residuais compressivas se estendem de um valor máximo na superfície até aproximadamente 25 mm, onde estas tensões passam a ser trativas até um valor máximo de aproximadamente 290 MPa. Como dito anteriormente, trações compressivas na superfície trazem diversos benefícios para

um componente mecânico. Atualmente é comum o uso de técnicas como o *Shot Peening* para o aumento da resistência a fadiga do material. Esta técnica produz uma modificação da camada superficial do material resultando em aumento de dureza e a indução a estado compressivo de tensão que diminui a propagação de trinca (34). A Figura 5 esquematiza a formação da zona compressiva pelo o processo *shot peening*.

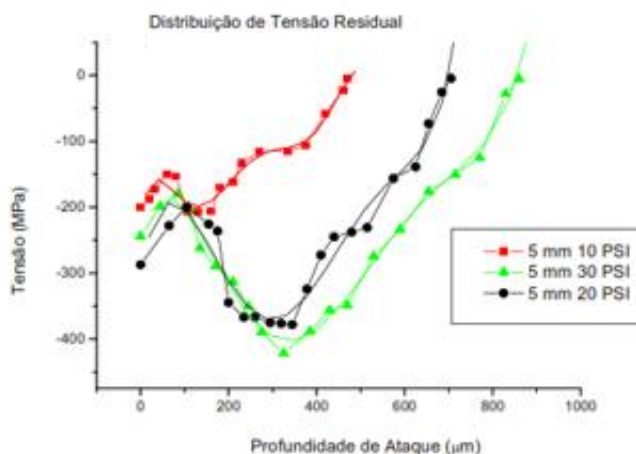
Figura 5 - Esquema da deformação superficial pelo processo Shot Peening



Fonte: Adaptado de OLIVEIRA (11)

No processo conhecido como *Peen Forming* um processo derivado do *shot peening*, foi estudado que a profundidade de formação da zona de tensões compressivas depende da pressão utilizada no processo. Quanto maior for a pressão utilizada e tamanho das granalhas utilizadas, maior é a profundidade da zona de tensão residual compressiva formada. A Figura 6 nos mostra o perfil de tensão residual formado na liga AA-7075 conformado pelo o processo *Peen Forming* (11).

Figura 6 - Perfil de tensão residual da liga



Fonte: Adaptado de Oliveira (11).

3.3 Avaliação de tratamentos térmicos aplicáveis as ligas de Alumínio

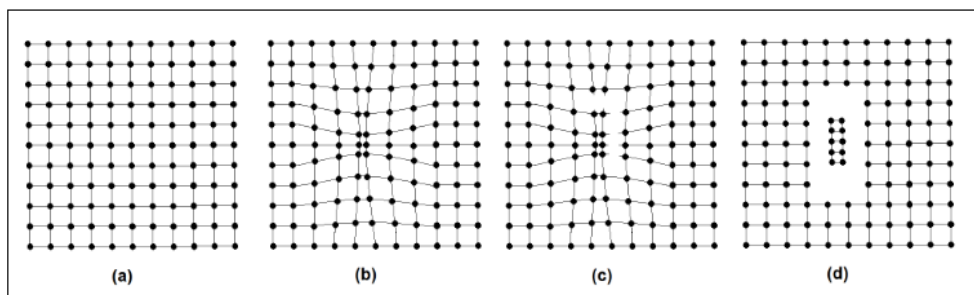
Como é sabido, os tratamentos térmicos são processos fundamentais na indústria para a realização da manutenção de diversas propriedades dos materiais,

desta forma diversos estudos são direcionados aos parâmetros de tais tratamentos para maximizar a eficiência dos mesmos.

Quando se fala em tratamentos térmicos das ligas de alumínio, tratáveis termicamente, a primeira etapa a ser realizada é a solubilização do material. Um estudo sobre a taxa de aquecimento na solubilização revela que a liga AA-7075 não apresenta riscos de fusão em não-equilíbrio, devido ao fato que seus elementos de liga permitem a solubilização a uma temperatura 52 °C mais baixa que àquela que possa formar uma fase líquida na liga (35).

Para a realização do aumento de resistência de uma liga tratada termicamente, é necessário a etapa de envelhecimento artificial, onde o material que se encontra solubilizado em uma solução sólida supersaturada é aquecido a uma temperatura que permite a difusão dos elementos de liga presentes, formando precipitados que, quando finamente dispersos, caracterizam a zona chamada de Zona de Guinier-Preston conforme a Figura 7 (9).

Figura 7 - Esquematização da Zona de G-P: Em (a) solução sólida supersaturada; (b) precipitado coerente com a matriz; (c) precipitação de transição semicoerente; (d) precipitado incoerente de equilíbrio



Fonte: Adaptado de ZANGRANDI (9).

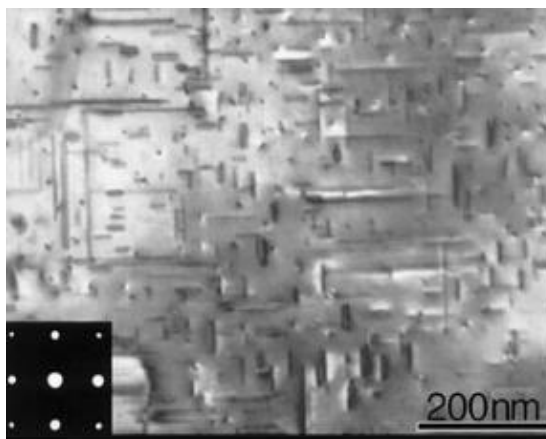
As zonas de G-P criam interfaces coerentes com a matriz, gerando deformação elástica da estrutura cristalina. Nessa fase de precipitação, o aumento de resistência e dureza está associado ao ancoramento de discordâncias, que permanecem retidas nestas zonas (4) (9) (36).

Em ligas de alumínio AA-7075, foi observado os picos de difração de Raios X referentes a zona de G-P, fase Φ e Φ' segundo as cinéticas de precipitação estudadas (37), como sendo, principalmente, os picos de difração encontrados em torno de 20 ° do ângulo de varredura 2θ (38) (39).

Realiza-se o tratamento de recozimento do material quando há a necessidade de diminuição da dureza, aumento de ductilidade e aumento de resistência ao impacto. Neste tratamento térmico, foi evidenciado precipitados entre 0,5 e 1 μm localizados no contorno de grão da liga AA-7075 e que tais precipitados não são capazes de realizar o ancoramento de discordâncias, caracterizando o superenvelhecimento da liga (35). Desta forma, a perda de resistência mecânica induzida pelo o superenvelhecimento se justifica pelo o fato de ocorrer o coalescimento dos precipitados em partículas maiores, passando a ser incoerentes com a matriz, além de que a exposição excessiva ao calor pode ocasionar também um crescimento de grão (3).

Como é conhecido no estado da arte, os precipitados responsáveis pelo o aumento de propriedades mecânica das ligas tratáveis termicamente são aqueles que se encontram coerentes com a matriz metálica, e, possuem formato de agulhas com comprimento entre 20 e 50 nm conforme. A Figura 8, feita por microscopia eletrônica de transmissão, captou esses precipitados encontrados na liga AA-6063 (15).

Figura 8 - Precipitados encontrados na liga AA-6063



Fonte: Adaptado de SATO (15)

A sequência de decomposição da fase de solução sólida supersaturada para a liga AA-6063, Al-Mg-Si é dada por Solução Sólida α $\rightarrow$ Aglomerados de Mg e Si $\rightarrow \epsilon''$ $\rightarrow \epsilon'$ $\rightarrow \epsilon$, onde ϵ'' é a formação de precipitados finos em forma de agulha, mostrados na Figura 8, ϵ' é a formação destes precipitados em uma forma mais alongada, com estrutura Hexagonal e ϵ é a formação na estrutura fluorita (40).

Da mesma forma, a sequência de decomposição da solução sólida supersaturada para a liga AA-7075 é dada por Solução Sólida $\rightarrow$ Zonas de G-P $\rightarrow \Phi'$

-> Φ , onde a zona de G-P é formada pelos precipitados coerentes com a matriz, enquanto a fases Φ' é semi coerente com a matriz com forma monoclinica e Φ é o precipitado estável $MgZn_2$ com estrutura hexagonal (37).

Por outro lado, o superenvelhecimento da liga pode influenciar no refinamento do grão quando a precipitação é muito severa. Um processo de refinamento de grão consiste em um tratamento termomecânico constituído por 3 passos: o superenvelhecimento da liga; a deformação a frio; e enfim a recristalização (41). Quando há uma grande densidade de precipitados incoerentes, maiores que $0,75\ \mu m$, há a formação de uma zona de deformação localizada da matriz. Esta zona age como um ponto preferencial de nucleação de novos grãos quando aquecido acima da temperatura de recristalização da liga (41).

Nos problemas relacionados a estrutura cristalina, foi estudado novas técnicas para a eliminação da estrutura dendritica provenientes de processos de fundição. O processo conhecido como *Rheo-Forging* consiste em realizar um aquecimento até o estado líquido do material. Após esta etapa, o material é resfriado até um estado semissólido onde é fundido e forjado. Este processo permite a formação de uma estrutura globular a partir da quebra da estrutura dendritica proveniente de materiais fundidos (42). O tratamento térmico de têmpera T6 para estes materiais *Rheo forged* possui o mesmo efeito da têmpera em materiais obtidos por outros métodos de fabricação, onde após as 24 horas de envelhecimento os efeitos de superenvelhecimento são evidenciados (42).

Como sabemos, para a liga de alumínio 7075, o tratamento mais convencional é o tratamento de têmpera T6. Este tratamento (Solubilização seguido de envelhecimento a $120\ ^\circ C$ por 24 horas), em relação ao aumento de resistência mecânica, é o que proporciona o melhor resultado, com a tensão de ruptura em torno de 580 MPa (43). O desenvolvimento de uma nova liga e tratamento foi estudado recentemente, podendo ser classificada como uma superliga de alta resistência, onde é possível alcançar tensões de ruptura em torno de 980 MPa (43).

Contudo, a série 7xxx são sensíveis à corrosão localizada, bem como a corrosão intergranular (44). Os precipitados que envolvem os elementos Zn e Mg geralmente se encontram dispersos, porém, quando se encontram localizados, e

concentrados, no contorno de grão podem afetar significativamente a sua resistência a corrosão (45).

Para manter a alta resistência da liga da série 7xxx e aumentar a sua resistência a corrosão simultaneamente, foi desenvolvido um tratamento térmico chamado de “*High temperature pre-precipitation - HTPP*”. Este tratamento consiste em solubilizar a amostra a uma temperatura de 470 °C por uma hora e então diminuir a temperatura para 445 °C, mantendo por cerca de 30 minutos para a etapa de Pré-precipitação. Após esta etapa a amostra é resfriada em água e envelhecida a uma temperatura de 120 °C por 24 horas (45) (46).

Outros tratamentos térmicos como o reenvelhecimento, ou envelhecimento secundário, foram investigados como alternativa para o tratamento térmico. Este tratamento consiste em interromper o tratamento conhecido como “T6”, mantendo o material a uma temperatura inferior àquela de envelhecimento e então realizar uma segunda etapa de envelhecimento na temperatura indicada na literatura (47).

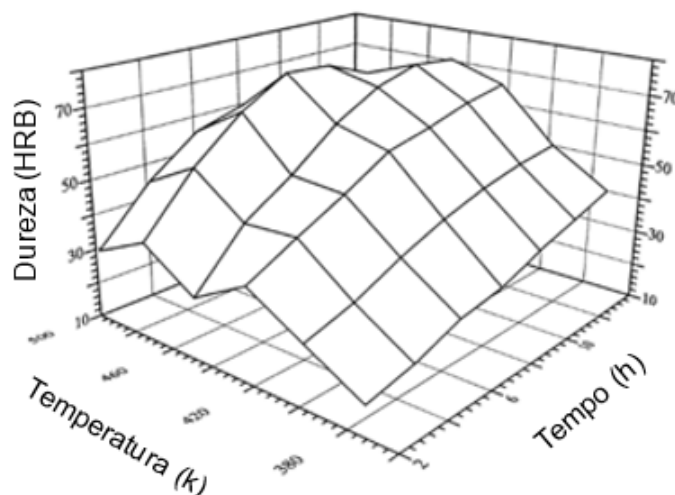
O tempo de permanência do material à temperatura ambiente deve ser observado após a solubilização para ligas da série 7XXX, pois o envelhecimento natural anterior ao envelhecimento artificial pode causar reduções de propriedades no material após ser envelhecido artificialmente. A razão para essa redução brusca de propriedades ainda não foi perfeitamente esclarecida, porém há evidências de que esse efeito está relacionado com o grau de supersaturação obtido pela solubilização e a consequente reversão das zonas de G-P durante o envelhecimento artificial (45).

Contudo, é possível eliminar esse efeito indesejável proveniente do envelhecimento natural realizando um envelhecimento em dois estágios, no qual o primeiro garante uma melhor distribuição das zonas de G-P, que se mantém estáveis durante o segundo estágio de envelhecimento (9) (45).

Como o sistema de difusão e formação de precipitados com o ancoramento de discordâncias é muito complexo, os fatores mais importantes a serem observados é a temperatura e o tempo de tratamento, pois diferentes combinações geram aumentos de diferentes propriedades.

Para a ligas AA-6063 foi evidenciado que a melhor combinação de propriedades mecânicas que pode ser alcançado é quando a liga é envelhecida entre 8 e 10 horas na temperatura de 175 °C como podemos observar na Figura 9 (3).

Figura 9 - Relação Dureza x Temperatura x Tempo



Fonte: Adaptado de SIDIQQUI (3)

3.3.1 Análise sobre o efeito de tratamentos térmicos e mecânicos no alívio de tensões

Atualmente, diversos tratamentos térmicos são aplicados na indústria, porém, na maioria dos casos, tais tratamentos são utilizados para o aumento de alguma propriedade do material, geralmente resistência mecânica ou dureza. Em muitos casos, o tratamento utilizado acaba realizando um alívio de tensões. Alguns estudos, apontam a diminuição de tensões residuais, a partir de tratamentos térmicos utilizados para o aumento de resistência a corrosão de ligas tratáveis termicamente (33).

O tratamento térmico mais comum utilizado em componentes mecânicos para a remoção de tratamentos térmicos e mecânicos que foram utilizados em etapas de fabricação é o tratamento de recozimento. Existem diversos tipos de tratamentos de recozimento, como o Pleno, total, isotérmico e subcrítico.

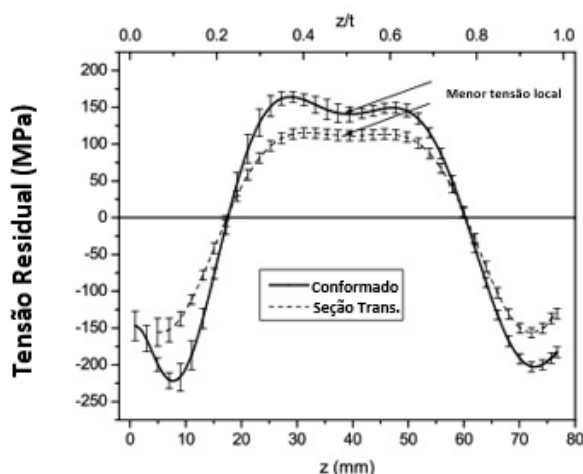
No tratamento de recozimento subcrítico, realiza-se um aquecimento abaixo da temperatura de recristalização do material onde ocorre a recuperação dinâmica do material e, como consequência, ocorre o alívio de tensões residuais. Este procedimento pode ser utilizado quando se necessita aumentar a ductilidade de componentes que foram conformados a frio.

O tratamento térmico conhecido como “T74”, aplicado a ligas de alumínio de alta resistência, consiste em realizar um envelhecimento da liga a uma temperatura de 110 °C por 8 horas, seguido de um posterior envelhecimento a 175 °C por mais 16 horas. Este tratamento resultou em uma diminuição de tensão residual de 25% quando comparado ao processo convencional de envelhecimento (32).

Outro tratamento aplicado em ligas de alumínio é o “*RRA – Retrogression and reaging*”, que consiste em balancear a resistência mecânica com a resistência a corrosão sob tensão. Este tratamento consiste na realização do envelhecimento “T6”, 24 horas a uma temperatura de 120 °C, seguido de um tratamento de regressão a uma temperatura entre 180-240 °C por períodos de tempo pequenos, tipicamente entre 1 e 60 minutos, seguido de outra etapa de envelhecimento “T6”. Tal procedimento resultou em uma diminuição de tensão residuais de aproximadamente 30% (33).

Uma técnica utilizada no alívio de tensões é o do furo incremental, como descrito antes, é também uma técnica, semi-destrutiva, utilizada para a medição de tensões residuais. Contudo, a técnica traz resultados satisfatórios em relação ao alívio de tensões presentes em chapas de alumínio AA-7050 conformadas a frio. A Figura 10 mostra valores de tensão residual encontrados em uma chapa de alumínio AA-7050 conformada a frio, pelo o método de furo incremental (48).

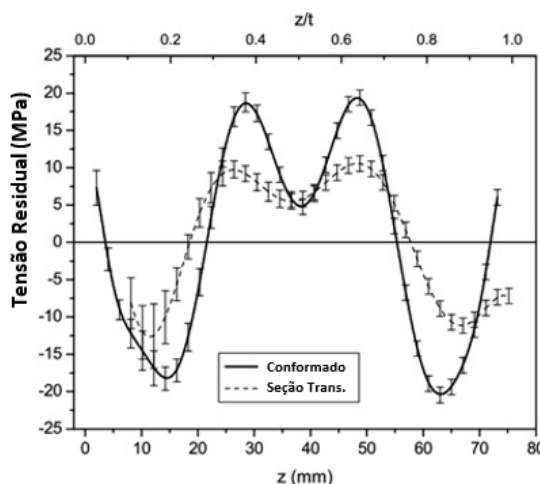
Figura 10 - Distribuição de tensão residual em chapa conformada a frio



Fonte: Adaptado de PRIME (48)

A Figura 11 mostra a distribuição da tensão residual na chapa conformada após a realização do tratamento mecânico de alívio de tensões.

Figura 11 - Distribuição de tensão residual após alívio de tensões



Fonte: Adaptado de PRIME (48)

Como pode ser observado nas Figura 10 e Figura 11, a técnica produz um resultado satisfatório no alívio de tensões, reduzindo as tensões trativas no interior do material em até 85%. Pode-se notar que as tensões compressivas também são reduzidas com a aplicação do método.

Pode-se notar também que as tensões encontradas dependem da direção da laminação, onde as tensões podem alcançar valores até 40% maiores na direção da conformação quando comparados às tensões encontradas na seção transversal (48).

Técnicas como os tratamentos criogênicos e o tratamento conhecido como *Uphill Quenching* estão sendo cada vez mais pesquisados como uma alternativa para o alívio de tensões em materiais mecânicos no atual estado da arte.

3.4 Tratamentos criogênicos em materiais metálicos

Atualmente, os tratamentos criogênicos vêm sendo apresentado como uma alternativa para tratamento materiais onde apresentam um aumento significativo em algumas propriedades. Tal tratamento foi esquecido durante um tempo devido as dificuldades de controle de temperatura, tanto de resfriamento quando de aquecimento. Desta forma, a partir dos avanços tecnológicos, foi possível ampliar as investigações a despeito dos tratamentos a temperaturas criogênicas.

Porém, pouco tem sido relatado a respeito de ligas metálicas não ferrosas, onde o foco é, basicamente, em aços ferramentas. Nestes materiais, pode-se dizer

que há um aumento, à resistência ao desgaste, tenacidade e aumento da vida em fadiga nos componentes mecânicos (49).

Como tal tratamento térmico em materiais metálicos é um processo relativamente recente no campo da engenharia, o atual estado da arte possui uma série de estudos evidenciando principalmente o aumento a resistência ao desgaste, porém, não há uma explicativa clara a respeito dos mecanismos de aumento de propriedades devido ao resfriamento a temperaturas criogênicas e posterior aquecimento a temperatura ambiente ou até mesmo a temperatura de revenimento dos aços ferramentas (50).

O tratamento térmico a temperaturas abaixo de zero pode ser considerado um tratamento suplementar ao processo de tratamento convencional em aços. O tratamento consiste em resfriar o material até uma temperatura entre -196°C e -80°C , afetando todo o volume de material. Nos aços, essa diminuição de temperatura induz a transformação da fase austenítica, retida na matriz, para a fase martensítica (50). Dessa forma, é comum o uso desta técnica antes da etapa de revenimento do material, pois, a martensita secundária, oriunda do tratamento subzero, necessita ser revenida.

O tratamento criogênico, pode ser realizado basicamente de duas formas, direta ou indiretamente. A forma direta consiste em imersão do material em nitrogênio líquido, podendo o seu tempo de permanência ser superior a 48 horas. De forma indireta, o material é exposto a uma atmosfera gasosa de nitrogênio, onde o resfriamento acontece de uma forma mais lenta. Normalmente os materiais, retornam a temperatura ambiente. Dentre os tratamentos conhecidos na literatura cita-se 3 tipos de tratamentos criogênicos, sendo eles o tratamento subzero, tratamento criogênico e o tratamento criogênico profundo. O Tratamento subzero é realizado no período de minutos a horas. Expondo o material e gelo seco de CO_2 , na temperatura de -80°C . O Tratamento Criogênico: Realizado pela imersão do material em nitrogênio líquido, na temperatura de -196°C . Este tratamento pode ser realizado em um curto período ou até mesmo a horas e por fim o tratamento criogênico profundo: Obtido pelo o resfriamento lento e controlado do material até a temperatura de -196°C . Material é exposto ao vapor de N_2 . Tempo de permanência elevado, levando dezenas de horas para o término do tratamento. Necessita um controle de temperatura elevado, controlando também a temperatura de reaquecimento até a temperatura ambiente.

Dentre tais tratamentos, o mais comum é o tratamento subzero. Conhecido por ser utilizado quando se necessita promover uma maior estabilidade dimensional e remover tensões residuais provenientes dos processos de conformação, além das tensões térmicas de tratamentos térmicos realizados, como a têmpera (51).

O tratamento *Deep Cryogenic Treatment*, tratamento criogênico profundo, consiste em o resfriamento do material a temperatura próxima a $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$. Isso pode ser alcançado pela a imersão do material em nitrogênio líquido, porém, é importante atentar a velocidade de resfriamento do material, pois pode apresentar trincas e tensões internas (49) (51).

Importante distinguir o tratamento subzero (temperatura de $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$) com o tratamento criogênico profundo (temperatura $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$), principalmente quando o tratamento for aplicado em aços. As temperaturas a ser induzidas nos materiais podem não ser suficientes para alcançar a linha de transformação da martensita. Esta transformação pode ocorrer em temperaturas na ordem de $-110\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ (50) (52).

Um estudo realizado, mostra que ocorre outros fenômenos além da transformação em martensita da austenita retida em corpos de prova fabricados em aços ferramenta. A aplicação do *Deep Cryogenic Treatment* evidenciou que há a transformação da morfologia da martensita de tetragonal para octaedral além de que há formação de micro e nano precipitados, que devido a decomposição da austenita retida, se distribuem mais uniformemente na matriz martensítica (52) (53).

Quando se fala em aços rápidos, é conhecido no estado da arte que os tratamentos criogênicos eliminam a austenita retida. Em aços rápidos M2, foi evidenciado a redução da fase austenita para próximo de zero. Porém, quando submetida aos testes de abrasão, não houve diferença significativa entre as amostras quando comparado a amostras não tratadas. Estima-se que a fase austenítica das amostras não tratadas se transforma em martensita induzidas por deformação quando realizado o teste abrasivo (54).

Deste modo, um outro fator importante a ser avaliado é a temperatura de austenitização utilizada em tratamentos anteriores ao tratamento criogênicos. Um estudo mostra que com a utilização de temperaturas elevadas de austenitização em aços ferramentas AISI D2, não há resultados significativos na utilização do *deep cryogenic treatment* no aumento de resistência ao desgaste abrasivo, quando

comparado com aços austenitizados a faixas de temperatura mais baixas cujo a vida teve um aumento em até 44% (55). Tal aumento de vida, a temperaturas mais baixas, se dá devido à grande formação de precipitados encontrados finamente dispersos na matriz martensítica (53) (55).

Diversos estudos relacionam em qual etapa do tratamento térmico o tratamento criogênico apresenta maior resultado. Foi estudado a aplicação do tratamento subzero e criogênico (temperaturas variando entre -80 °C e -196 °C) junto com a previa etapa de alívio de tensões. A partir da análise, foi evidenciado que os carbonetos secundários formados na etapa de revenido se encontram mais uniformemente disperso na matriz quando aplicado somente o tratamento criogênico, sem alívio de tensões (49).

3.4.1 Efeito dos tratamentos criogênicos em materiais não ferrosos

Como dito anteriormente, os tratamentos criogênicos foi um assunto a muito tempo abandonado. Atualmente, se encontra muito pouco a respeito deste tratamento na literatura, e, o foco é basicamente a respeito de tratamentos para a remoção de austenita retida em aços ferramenta. Porém, alguns estudos foram realizados em outros materiais como ligas de NiTi e ligas de alumínio.

Em ligas $\text{Ni}_{55}\text{Ti}_{45}$ foi estudado a influência do tratamento criogênico nas propriedades termomecânicas a partir calorimetria diferencial de varredura. Foi evidenciado que o *deep cryogenic treatment*, não altera o módulo de elasticidade do material. O trabalho evidenciou que o tratamento pode alterar as temperaturas de formação das fases austeníticas e martensíticas do material (56). Foi evidenciado também que com o tratamento criogênico, houve um aumento no fator de amortecimento desta liga NiTi. A partir da técnica de excitação por impulso, foi possível medir a alteração de 799 (E-6) para 920 (E-6) (56). Em trabalho semelhante, foi estudado a influência do tempo de encharque para esta mesma liga com memória de forma ($\text{Ni}_{55}\text{Ti}_{45}$). Foi evidenciado que mesmo com um tempo mais elevados de encharque (24 Horas), o módulo de elasticidade é pouco afetado, uma vez que esta propriedade está inter-relacionada com a força de ligação atômica, estrutura cristalina e fases presentes (57).

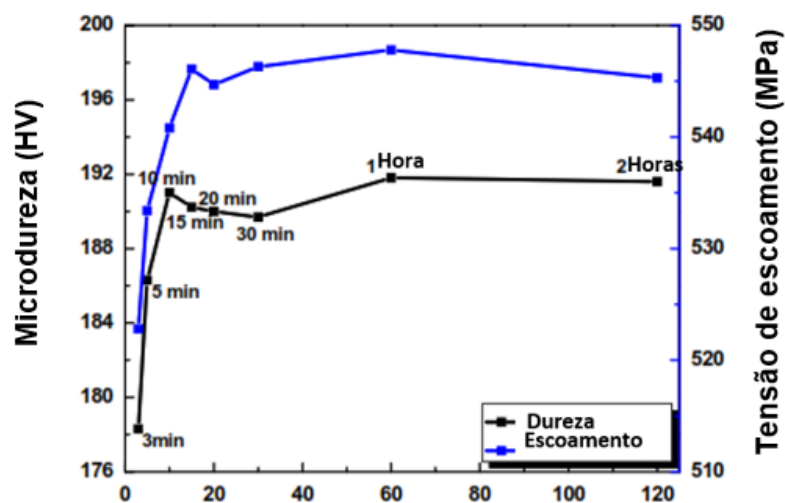
Em ligas de alumínio, foi evidenciado que o tratamento criogênico profundo pode aumentar a resistência a fadiga sob condições por *fretting*. O estudo mostra que corpos de prova fabricados da liga AA-7050 T571, quando ensaiados para longos ciclos (maiores que $2 \cdot 10^6$) possuem um aumento de durabilidade de até 227% em relação aos corpos de prova que não foram tratados termicamente. Por outro lado, o *deep cryogenic treatment* influencia negativamente quando falamos em ciclos menores que $2 \cdot 10^6$. O coeficiente de atrito encontrado em amostras tratadas foi ligeiramente menor que nas amostras não tratadas (51).

Foi evidenciado em trabalho sobre a laminação em temperaturas criogênicas, que a formação de precipitados finos em ligas de alumínio AA-6063 acontece com maior intensidade do que em materiais laminados em temperatura ambiente, este fenômeno pode ser justificado devido ao fato de que utilizando temperaturas criogênicas possui uma energia de deformação maior devido a tensão gerada na laminação. Esta alta densidade de deformação pode atuar como uma caminho para a difusão de elementos da matriz metálica, nucleando novos precipitados (58).

Em ligas de alumínio, uma das técnicas para a obtenção de materiais conhecido como *Ultrafine grained (UFG)*, materiais com grão Ultrafino, é utilizado um processo de conformação a temperaturas criogênicas. Neste experimento, foi utilizado lingotes da liga AA-7075 obtidos por processo de extrusão, onde foi utilizado a imersão em nitrogênio líquido antes de cada passe de laminação.

Neste experimento em questão, foi obtido um aumento em 218% da tensão de escoamento do material com uma deformação real de 0,7 (59). Pode-se observar a influência do tempo de permanência em nitrogênio líquido no material. A Figura 12 nos mostra a influência do tempo de encharque do material na dureza e na tensão de escoamento para a liga AA-7075.

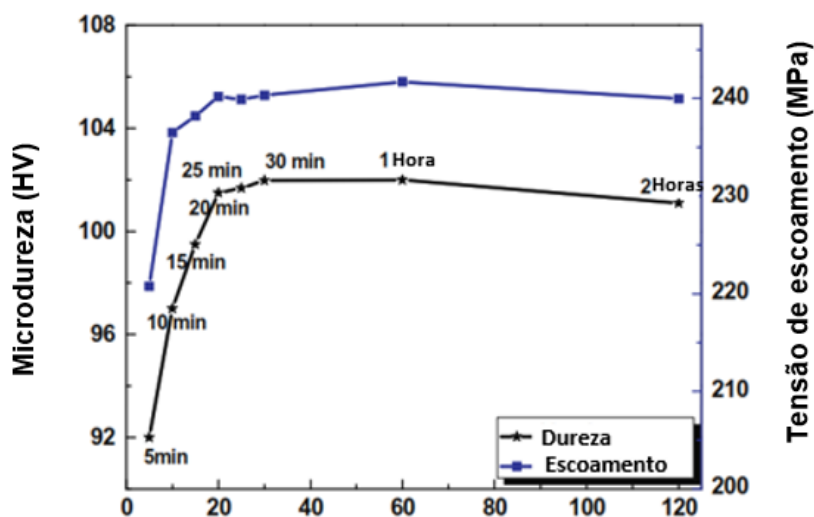
Figura 12 - Influência do tempo de encharque na liga AA-7075



Fonte: Adaptado de PANIGRAHI (59)

Em estudo similar do mesmo autor, foi realizado o mesmo procedimento para a obtenção da *UFG*, mas agora utilizando a liga AA-6063. A Figura 13 nos apresenta a influência do tempo de encharque no nitrogênio líquido nas propriedades mecânicas.

Figura 13 - Influência do tempo de encharque na liga AA-6063



Fonte: Adaptado de PANIGRAHI (60)

No experimento, foi observado por meio da difração de raios X, que nas amostras que foram solubilizadas, havia precipitados que não foram dissolvidos, ricos em Cobre (AlCuMgSi) e Ferro (AlFeSi). O precipitado Mg_2Si não foi identificado no teste. Com a deformação real acima de 0.4, a fase rica em Cobre foi completamente dissolvida na matriz de alumínio. Na amostra que foi laminada em temperatura

ambiente, foi identificado o precipitado Mg_2Si em deformações reais acima de 1.2 (60).

Em outro estudo sobre *Cryorolling*, realizado em chapas de alumínio AA-2219, liga do sistema Al-Cu, foi utilizado um tempo de encharque de 15 minutos em nitrogênio líquido. A partir da técnica de *DSC*, *Differential Scanning Calorimeter*, foi observado que a temperatura de recristalização desta liga se dá na faixa de 150-300 °C. Neste experimento, foi utilizada uma etapa de recozimento curto no material, onde após todos os passes de laminação, o material é aquecido até a temperatura de 175 °C por 3 minutos. Nestas amostras, foi evidenciado que há a formação de grãos sem tensões extremamente finos (500 nm – 1 µm) e ainda, precipitados de cobre de tamanhos relativamente grandes, que são comuns neste tipo de liga, foram completamente dissolvidos no processo (61).

Nos processos de *Cryorolling*, é observado um aumento na faixa 10% na tensão de escoamento e ruptura dos alumínios quando comparados com materiais laminados a temperatura ambiente. Este fenômeno está relacionado com o mergulho em nitrogênio líquido antes dos passes de laminação que suprime a etapa de recuperação dinâmica em temperaturas criogênicas. A etapa de recozimento, após a laminação, produz uma estrutura de grãos estreitos e compridos com grãos equiaxiais recristalizados, mesclando propriedades como alta tensão de escoamento e ruptura com uma boa ductilidade (62).

Contudo, no estado da arte há um tratamento utilizado para a redução dos níveis de tensões residuais, chamado *Uphill Quenching*. Tal tratamento é utilizado em materiais não ferrosos, como ligas de alumínio, apresentando resultados satisfatórios quando a redução de tensões residuais induzidas térmica ou mecanicamente nos processos de fabricação em componentes.

3.5 Tratamento criogênico *Uphill Quenching*

Quando se solubiliza uma liga de alumínio, geralmente na temperatura entre 400-540 °C, muitos dos elementos de liga se dissolvem para produzir uma solução rica em soluto. O objetivo desta solubilização é maximizar a concentração dos elementos de liga endurecedores como o Zinco, Cobre, Magnésio e Silício. A

concentração e taxa de dissolução desses elementos aumentam com o aumento da temperatura, que usualmente, está situada perto da temperatura da linha *Liquidus* desta liga (63).

Como é conhecido, nas ligas tratadas termicamente, quando se resfria uma liga a partir da temperatura de solubilização os elementos de liga não conseguem se difundir e formam a solução sólida. Desta forma, para atingir o máximo de resistência mecânica destas ligas, ocorre o posterior envelhecimento da liga (63) (64).

Para a melhor eficiência do tratamento, é necessário uma grande velocidade de resfriamento para a realização da têmpera a partir da temperatura de solubilização, formando um grande gradiente térmico que pode ocasionar a distorção do material (63).

Por outro lado, a velocidade de cinética dos mecanismos de difusão e precipitação podem variar de acordo com o tipo de liga, permitindo para alguns materiais tenham uma taxa de resfriamento menor do que outros, porém, se esta velocidade de resfriamento for muito baixa, pode ocorrer a formação de precipitados no contorno de grão, diminuindo a sua resistência a corrosão intergranular (64).

As ligas tratadas termicamente geralmente são temperadas em água (10-32 °C) (44), porém, este procedimento pode causar uma distorção inaceitável devido aos grandes gradientes de temperatura envolvidos. Uma alternativa para a realização da têmpera em água é a realização da têmpera em água quente (60-71 °C), reduzindo significativamente as distorções no material (65).

Em alguns casos, pode haver distorções que, devido à alta precisão de um componente, não são aceitáveis. Nestes casos, a utilização de polímeros aquosos como o Alquilen Glicol revelou resultados onde há distorções menores que com a utilização de água quente, bem como a diminuição das tensões residuais nestes materiais (66).

Os gradientes térmicos gerados pela a têmpera não uniforme produz deformação plástica no material que implica em tensões residuais que são compressivas na superfície e trativas no interior. Isto ocorre devido ao fato que a superfície é resfriada mais rapidamente que o substrato, gerando um gradiente

térmico que é produzido devido às diferentes velocidades de resfriamento que causam diferentes velocidades de contração (67).

O processo *Uphill Quenching* é um tratamento a temperaturas sub zero. Este tratamento é aplicado depois da realização da têmpera (resfriamento após a solubilização) e antes do envelhecimento artificial da liga. Este tratamento consiste em realizar um resfriamento a temperaturas negativas, mergulhando o material em gelo seco ou nitrogênio líquido, seguido por um aquecimento por imersão em água fervendo ou por vapor de alta pressão (64).

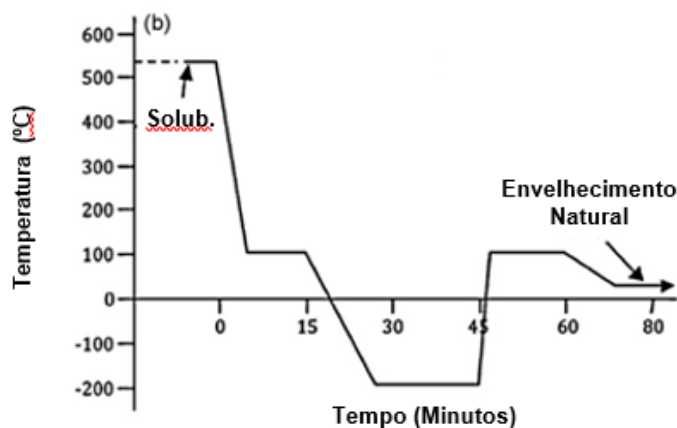
Para o processo *Uphill Quenching* ter a sua maior eficiência, é necessário a realização em 4 passos (63) (64):

- I. Resfriamento do material a temperaturas sub zero, geralmente utilizando nitrogênio líquido;
- II. Permanência do metal em temperaturas negativas até que atinja o equilíbrio térmico;
- III. Após o equilíbrio, necessária a transferência imediata para o banho em alta temperatura.
- IV. Realização do envelhecimento da liga.

O objetivo deste tratamento é a diminuição das tensões residuais, porém, para o procedimento ser efetivo, é necessário que o gradiente de temperatura formado pelo resfriamento abaixo de 0 °C e posterior aquecimento seja maior que aquele formado pela a temperatura de resfriamento do material (64).

Um fator a ser observado neste método, é que a velocidade de resfriamento deve ser tal que as tensões geradas sejam minimizadas, desta forma, ao realizar o procedimento de resfriamento subzero, deve-se observar a temperatura em que se foi realizado a têmpera, para que não seja gerado um novo gradiente de temperatura que implicaria novas tensões residuais térmicas (68). A Figura 14 nos mostra as etapas e tempo de permanência em um processo *Uphill Quenching* para a liga AA-6063.

Figura 14 – Gráfico Temperatura x Tempo – Processo *Uphill Quenching* para a liga AA-6063



Fonte: Adaptado de LADOS (68)

Quanto maior a diferença entre a temperatura de resfriamento e posterior aquecimento maior é a redução das tensões residuais. O uso de fluidos a base de Fluorocarbono (*perfluoromethyldecalin*) em fase de vapor mostra uma diminuição de mais de 90% destas tensões. Este composto combina uma série de propriedades que são indicadas para a utilização do processo, como ponto de ebulição constante, alta taxas de transferência de calor e boa estabilidade térmica que resulta em um aquecimento uniforme do material (48). A Tabela 5 mostra a diferença de redução das tensões residuais utilizando diferentes meios de resfriamento e reaquecimento das amostras (63) (64) (69).

Tabela 5 - Comparativo de redução das tensões residuais de uma liga AA7075 utilizando diferentes meios de resfriamento e reaquecimento

Método Uphil Quenching			
Meio de resfriamento	Meio de reaquecimento	Diferença de temperatura (°C)	Redução das tensões residuais (%)
Nitrogênio Líquido	PerfluoroMethyldecalin	271	> 90
Nitrogênio Líquido	PerfluoroMethyldecalin	238	> 90
Nitrogênio Líquido	PerfluoroMethyldecalin	262	> 90
Nitrogênio Líquido	Vapor de alta velocidade	206	82
Gelo Seco	Vapor de alta velocidade	122	48
Nitrogênio Líquido	Vapor de baixa velocidade	136	44
Nitrogênio Líquido	Água fervendo	61	19
Gelo Seco	Água fervendo	61	19

Fonte: Adaptado de SIMENCIO (63)

Em estudo similar, outro fluido foi testado, conhecido como QWC-01. A utilização do método *Uphil Quenching* com este fluido se mostrou eficaz para a

diminuição das tensões residuais em liga de alumínio AA-7050 reduzindo o nível de tensões residuais em até 71%. Tal estudo nos confirma que o fator mais relevante para a aplicação do método é a diferença entre a temperatura de resfriamento subzero e o reaquecimento (Têmpera reversa), uma vez que diversos ciclos de resfriamento foram utilizados (70).

3.5.1 Influência das tensões residuais na conformação de ligas de alumínio

Como é conhecido, as tensões residuais muitas vezes são indesejáveis nos materiais mecânicos, e como dito anteriormente, tais tensões podem ocasionar distorções que alteram as geometrias do componente. Tais tensões são podem ser reduzidas a partir de diversos métodos que geralmente são realizados depois dos procedimentos de fabricação.

Sabe-se a importância de se conhecer o estado de tensões presente durante os procedimentos de fabricação de qualquer componente na indústria, pois, dependendo dos níveis, podem acarretar a perda dos materiais a partir de trincas, empenamentos, diminuição da vida em fadiga.

O Atual estado da arte, não contempla nenhum estudo relacionando o nível de tensões residuais com as suas propriedades de fabricação, especificamente, em processos de conformação. Espera-se, com o presente trabalho, estabelecer uma relação entre as propriedades de conformação e grau de tensões residuais.

Com isto dito, diversos trabalhos utilizando técnicas de alívio de tensões nos mostram a melhor combinação de parâmetros para o alívio das tensões residuais. A máxima diminuição de tensões pode vir a ser um bom parâmetro a ser investigado.

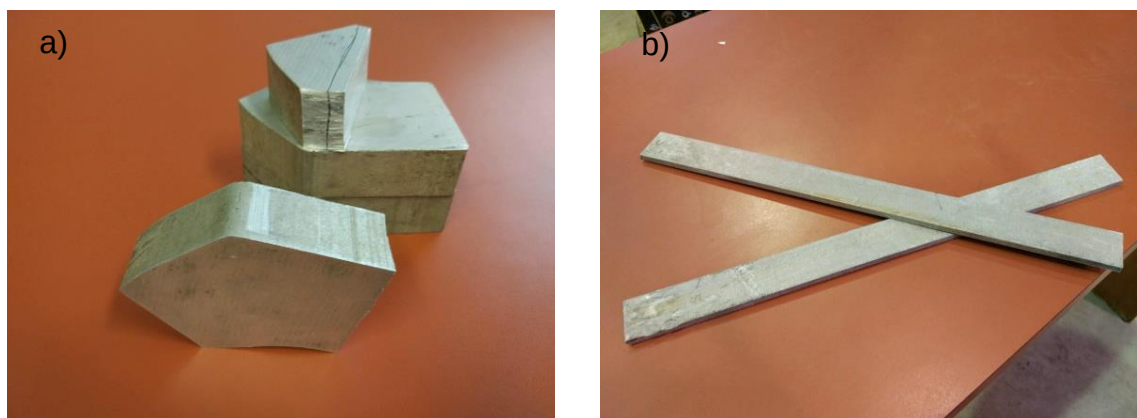
Outro ponto importante, é que a combinação de parâmetros que apresenta a maior taxa de alívio de tensão não é aquela que apresenta um maior nível de alongamento antes da ruptura (63), desta forma, tal parâmetro pode aquele que apresenta a melhor combinação de propriedades que influenciem na conformabilidade das ligas.

4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O presente trabalho consiste em analisar o efeito de tratamento criogênico e o tratamento para alívio de tensões residuais *Uphill Quenching* nas ligas de alumínio AA-6063 e AA-7075, testando os seus efeitos relacionados a conformação.

O experimento teve início na separação dos materiais, sendo a liga AA-7075 um perfil trefilado, Figura 15 a), enquanto a liga AA-6063 são barras laminadas, Figura 15 b), medindo aproximadamente 70x25x8 mm. Neste material inicial, foi realizada a espectrometria ótica além da caracterização com o uso de microscopia óptica e eletrônica de varredura e a realização de perfil de microdureza Vickers.

Figura 15 - Material para fabricação dos corpos de prova – a) Perfil trefilado AA-7075
– b) Barra laminada AA-6063



Fonte: Próprio Autor

A partir dos materiais que foram separados, foram fabricadas as amostras, onde a plaina foi a o maquinário mais utilizado devido à baixa espessura das chapas do alumínio AA-6063. Esta espessura foi a dimensão onde todas as amostras foram baseadas para a fabricação.

Após a fabricação e caracterização das amostras iniciais, foi realizado a solubilização do restante das amostras. Parte das amostras foram mantidas solubilizadas para referência. Após a solubilização, foram aplicados os tratamentos criogênicos, sendo estes o tratamento convencional e o tratamento *Uphill Quenching*. Para facilitar a nomenclatura, as mostras foram designadas conforme a Tabela 6, de acordo com o tratamento térmico aplicado.

Tabela 6 – Nomenclatura utilizada para os tratamentos térmicos

Tratamento	Amostras
Estado como recebido	"0"
Tratamento de solubilização	"S" - Solubilizada
Tratamento Criogênico	Crio
Tratamento <i>Uphill Quenching</i>	<i>Uphill</i>

Fonte: Próprio Autor

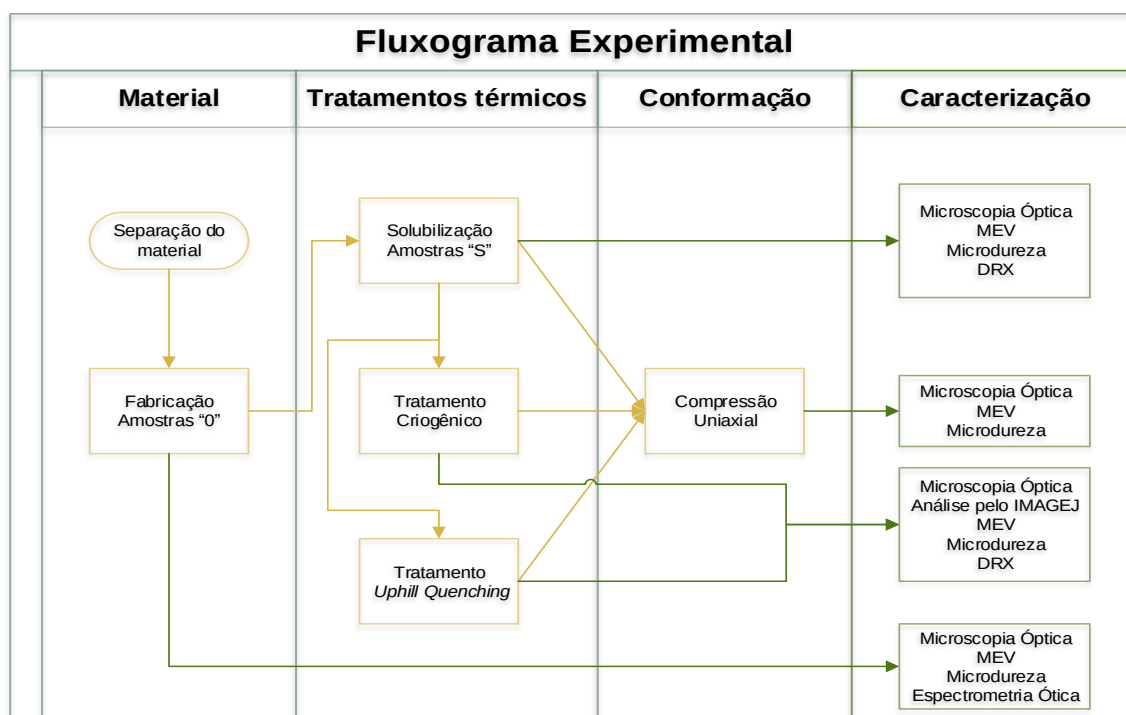
Após executado os tratamentos térmicos, foi realizado a caracterização das amostras, a partir da análise microestrutural em microscopia ótica e eletrônica de varredura utilizando a microsonda EDS, realização de perfil de microdureza Vickers e difração de raios-X, com a utilização também do método de Williamson-Hall.

As amostras que foram tratadas termicamente foram submetidas a uma etapa de conformação por compressão uniaxial. Após esta etapa do processo foi medido a redução de seção de cada amostra. Estas amostras foram caracterizadas a partir da microscopia ótica e eletrônica de varredura e microdureza Vickers.

Para melhor entendimento do procedimento experimental, o fluxograma da

Figura 16, ilustra as etapas do estudo, definindo a ordem dos processos que foram executados no presente trabalho.

Figura 16 - Fluxograma experimental



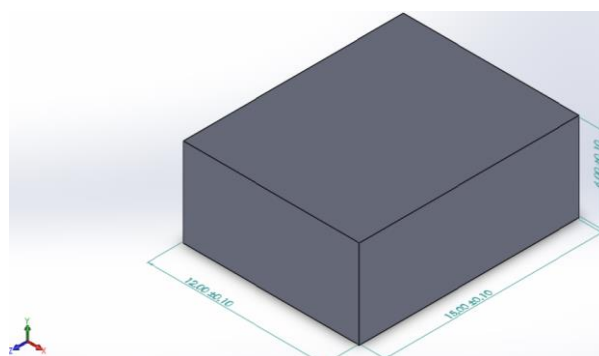
Fonte: Próprio autor

5 MATERIAIS E MÉTODOS

5.1 Fabricação e caracterização das amostras

Devido dimensão desta barra laminada da liga AA-6063, foram fabricadas 34 amostras nas dimensões de 15x12x6mm, sendo 17 de cada material. A Figura 17 esboça as dimensões das amostras fabricadas.

Figura 17 - Dimensões das amostras fabricadas



Fonte: Próprio autor

Para a fabricação das amostras foi utilizado a cortadeira metalográfica BUHLER Delta Abrasimet, Plaina ZOCCA e a fresa MSZ MS400-02, conforme a Figura 18.

Figura 18 - Máquinas utilizadas para a fabricação das amostras – a) Cortadeira metalográfica – b) Fresa de topo – c) Plaina



Fonte: Próprio autor

Com a utilização do Espectrômetro *FOUNDRY-MASTER PRO*, Figura 19, foi realizado o teste de espectrometria óptica onde foi conferido a composição química das amostras.

Figura 19- Espectrômetro *Foundry Master*



Fonte: Próprio autor

Além da espectrometria é necessário a caracterização metalográfica das amostras, pois como mencionado, consiste de materiais com deformações prévias, desta forma, foi realizado a análise de microestrutura a partir de microscopia óptica e eletrônica de varredura.

5.2 Preparação para análise metalográfica e microscopia óptica

A preparação para a análise metalográfica consiste na preparação padrão em preparação metalográfica. Foi feito o lixamento das amostras em lixas de granulometria 150, 300, 400, 600, 1000, 2000, sempre mudando o sentido de lixamento em 90 ° entre as lixas. As amostras foram a frio e a quente em baquelite, para facilitar o processo de preparação. O polimento foi feito com o uso da politriz PRAZIS, realizado com pasta de diamante de 1 µm com lubrificante vermelho.

O ataque químico aplicado varia com o tipo de liga. Para a AA-7075, foi utilizado o reagente de keller, composto de 2 ml HF (48%), 3 ml HCl (conc), 5 ml HNO₃ (conc) em 190 ml água. O ataque foi feito por imersão por um período entre 8 a 15 segundos.

Para a liga AA-6063, foi utilizado o reagente Ferro Cianeto de potássio em soda caustica (K₄Fe(CN)₆·NaOH), composto de 5 gramas de K₄Fe(CN)₆, 10 gramas de

NaOH em 100 ml de água. O ataque será feito por imersão em intervalos de 30 a 60 segundos, ou menores, até que esteja visível o ataque químico.

Foi utilizado o microscópio óptico OLYMPUS GX 51S, para a obtenção de imagens a partir da microscopia óptica. As imagens de microscopia ótica foram analisadas com o *software IMAGEJ* para a quantificação das fases nas amostras tratadas criogenicamente.

5.3 Aplicação de tratamentos térmicos

Após as etapas de fabricação e caracterização, foram realizados os tratamentos térmicos nas amostras. O primeiro tratamento aplicado foi a solubilização das ligas, onde foi utilizado o forno tipo mufla EDG-3000, para a realização do tratamento. Para a liga AA-7075 foi utilizado a temperatura de 470 °C por 40 minutos, já para a liga AA-6063, foi submetida a temperatura de 530 °C por 40 minutos. Foram solubilizadas 30 amostras, sendo 15 de cada material.

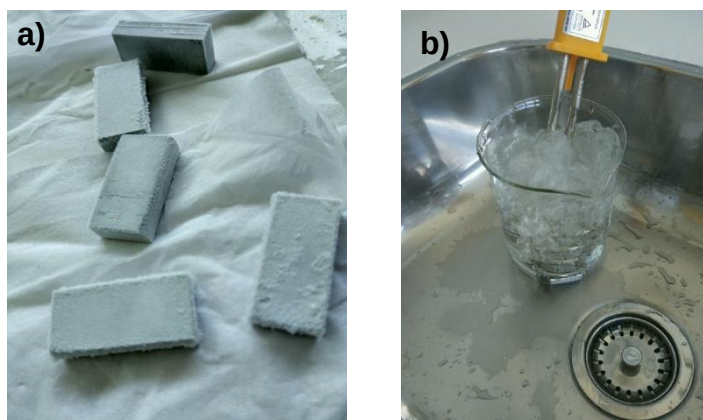
Após a etapa de solubilização das amostras e sua respectiva caracterização, as mesmas foram submetidas aos tratamentos criogênicos, que foram realizados por imersão em nitrogênio líquido no recipiente MVE MILLENIUM 2000 XC 20, na temperatura de -196 °C. O nitrogênio foi disponibilizado pela a CIA, Centro integrado de análises da FURG.

Um dos tratamentos criogênicos aplicado será o *DCT, Deep cryogenic treatment*, por imersão em LN₂ por aproximadamente 30 minutos. Foi realizado o tratamento em 10 amostras, sendo 5 amostras de cada material.

Outro tratamento ser utilizado foi o *Uphill Quenching*. Este tratamento será feito a partir da imersão em LN₂ por aproximadamente 30 minutos e reaquecimento imediato a partir da temperatura criogênica em água fervendo. A realização do reaquecimento para este tratamento foi realizada com a utilização de um *Becker* de 500 ml com uma resistência elétrica, de 1200 W de potência, utilizada para aquecer a água até a temperatura de ebulição conforme indicado na Figura 20 b). O tratamento será realizado também em 10 amostras, sendo 5 amostras de cada liga.

Assim, foi obtido 5 amostras de cada material com cada tratamento térmico, (solubilização, criogênia e *Uphill Quenching*) para a realização das outras etapas do procedimento experimental.

Figura 20 – a) Tratamento Criogênico – Reaquecimento ao ar b) Tratamento Uphill – Reaquecimento em água



Fonte: Próprio Autor

5.4 Conformação por compressão uniaxial

Após os tratamentos criogênicos, foi realizado uma etapa de conformação por compressão uniaxial, utilizando a prensa hidráulica. Foram conformadas as amostras tratadas pelos os tratamentos criogênicos e também amostras somente solubilizadas, para se ter um padrão para comparação. Foram conformadas 30 amostras, sendo 15 de cada material e 5 de cada tratamento térmico.

Devido a grande diferença entre propriedades mecânicas, as cargas a serem aplicadas foram diferentes. Para a liga AA-7075, foi aplicada uma carga de 30 T, e para as amostras fabricadas em alumínio AA-6063 a carga foi de 15 T.

Devido as dimensões do material a ser conformado, foi necessário a fabricação de uma “matriz” para facilitar o processo de conformação. Para a matriz, foi utilizado uma barra de aço inoxidável martensítico. Esta matriz foi fabricada a partir da cortadeira metalográfica e faceada no torno, com um bom acabamento das faces, conforme a Figura 21.

Figura 21 - Matriz em aço inoxidável Martensítico



Fonte: Próprio Autor

5.5 Testes de microdureza

Com a utilização do microdurometro SHIMADZU HMV-2, foi realizado as medições de microdureza em todas as etapas do experimento. Será gerado um perfil de microdureza nas seções das amostras, com medições em intervalos de 0,5 mm, com 12 medições por seção. As cargas utilizadas nas medições foram de 100 g para a liga AA-7075 e 50 g para a liga AA-6063. O tempo de dentação de 10 segundos.

Devido as dimensões finais das amostras conformadas, os testes de microdureza Vickers foram realizados com intervalos diferentes daqueles utilizados nos resultados anteriores. Para alcançar o núcleo das seções investigadas, foi realizado medições de 0,1 mm para a amostra do alumínio AA-6063, totalizando 18 medições de microdureza por seção. O intervalo de medição para a outra liga foi de 0,2 mm, totalizando 15 medições por seção investigada, até a profundidade de 3 mm.

Com essas medições realizadas, foi calculado a média de microdureza e o desvio padrão para cada amostra.

5.6 Análise em microscopia eletrônica de varredura e difração de raios X

A análise por microscopia eletrônica de varredura e a difração de raios X foi executada no CEME-SUL, Centro de Microscopia eletrônica do Sul na FURG.

Foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura Jeol, JSM - 6610LV para a obtenção das imagens. Será utilizado uma voltagem de 15KV e 20KV, com a aquisição de imagens a partir de elétrons secundários e retro espalhados. Será utilizado a microsonda EDS, para determinação de composição de fases e precipitados, além da realização do mapeamento.

Foi utilizado o difratômetro de raio-X *D8 ADVANCE BRUKER*, para a obtenção do espectro de difração de raios X nas amostras tratadas termicamente. Foi utilizado este equipamento para definição de fases e precipitados presentes no material. Foi utilizado tubo de cobre com comprimento de onda de 1,5418 Å, voltagem de 40 KV e uma corrente de 40 mA.

5.6.1 Uso do método de Williamson-Hall para determinação da deformação do reticulado cristalino

A partir do método de Williamson-Hall foi analisado a deformação do reticulado cristalino a partir do espectro de difração de raios X. O método nos diz que o reticulado que causou o pico de difração é composto por 2 parcelas: o tamanho aparente do reticulado cristalino somado com a deformação do reticulado, como mostrado na equação 1.

$$\beta_{hkl} = \beta_s + \beta_D \quad (1)$$

A componente β_s pode ser escrita a partir da fórmula de Debye-Scherrer dada pela equação 2.

$$\beta_s = \frac{k\lambda}{D \cos \theta} \quad (2)$$

Onde, K é o fator da curva, D é o tamanho do cristal e λ é o tamanho de onda.

A deformação induzida pela deformação do reticulado pode ser escrita como a equação 3.

$$\varepsilon = \frac{\beta_D}{4 \tan \theta} \quad (3)$$

Assim, reescrevendo a equação número 1 com as equações 2 e 3, e rearranjando os termos temos a seguinte equação:

$$\beta_{hkl} \cos \theta = \frac{k\lambda}{D} + 4\varepsilon \sin \theta \quad (4)$$

A utilização do método se baseia a partir da equação 4, onde é traçado um gráfico de $\beta \cos \theta$ x $4 \sin \theta$, onde o tamanho do reticulado pode ser obtido através do coeficiente linear da equação da curva ajustada e a deformação do reticulado através do coeficiente angular.

O valor de β , é o valor correspondente a largura da curva do Espectro na meia altura, o fator é conhecido como FWHM, *Full Width at Half Maximum*. Foi utilizado o *Software Origin* para o ajuste da curva do espectro utilizando uma curva de aproximação Lorentziana.

6 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS OBTIDOS

6.1 Caracterização dos materiais

As dimensões finais das amostras são de 15x12x6 mm, onde, a partir das medições com paquímetro, pode-se observar, em algumas amostras, um desvio de aproximadamente 0,1 mm na maior dimensão, ou seja, um desvio menor que 1%.

Na Figura 22, a partir da espectrometria, pode-se observar a composição química dos materiais. Como esperado, a liga AA-7075 apresenta a composição típica para este tipo de material. A espectrometria obtida para a liga AA-6063 apresenta um percentual de ferro um pouco acima do esperado para este tipo de material (3). O resultado completo da espectrometria está contemplado no apêndice 1.

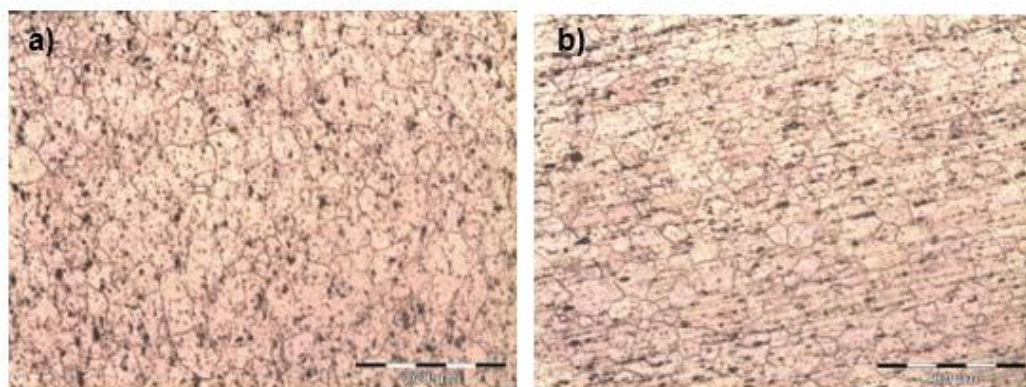
Figura 22 - Composição Química Obtida por Espectrometria Óptica

6063		7075	
Elemento	%	Elemento	%
Al	97,60%	Al	89,40%
Si	0,35%	Si	0,09%
Fe	0,85%	Fe	0,36%
Cu	0,12%	Cu	1,47%
Mn	0,06%	Mn	0,02%
Mg	0,38%	Mg	2,29%
Zn	0,57%	Zn	6,03%
Outros	0,07%	Outros	0,35%

Fonte: Próprio Autor

Como o material bruto é oriundo de processos de conformação, foi analisado um corte na seção de cada amostra para a caracterização da microestrutura. A Figura 23 nos mostra a orientação dos grãos para a liga AA-6063.

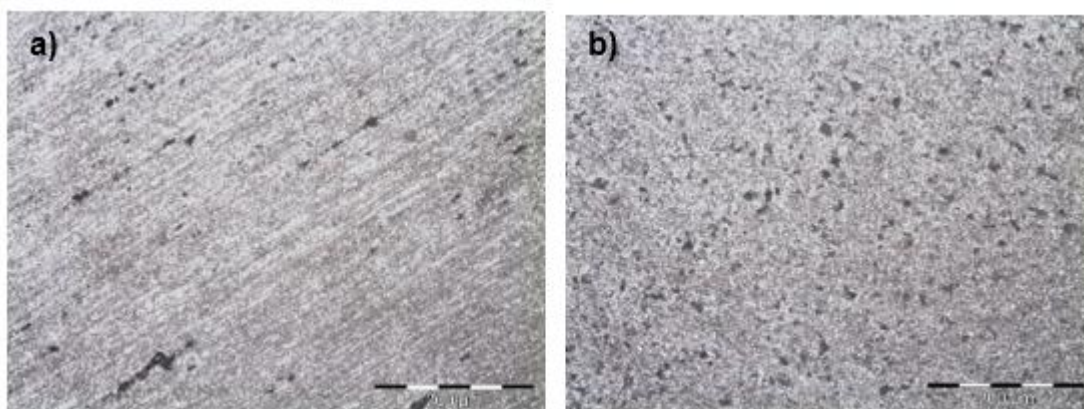
Figura 23 – Orientação dos grãos a) Seção longitudinal b) Seção transversal



Fonte: Próprio Autor

Pode-se observar que este material, liga AA-6063, não apresenta deformação dos grãos inicial. É possível observar um pequeno bandejamento conforme ilustrado na Figura 23 b), indicando a direção da laminação desta barra.

Figura 24 – Microestrutura das amostras iniciais liga AA-7075: a) Direção do comprimento b) Seção transversal



Fonte: Próprio Autor

Para a liga AA-7075, pode-se observar que a microestrutura é composta por 2 fases finamente dispersas. O bandejamento devido a conformação é muito maior daquela encontrada nas amostras da liga AA-6063. Conforme ilustrado na Figura 24 a), é possível observar a orientação formada pelas as fases presentes.

Como caracterização, foi efetuado a medição de microdureza Vickers, onde foi utilizado a carga de 100 g para a liga AA-7075 e 50 g para a liga AA-6063. A Tabela 7 nos mostra os resultados obtidos. Foram realizadas 12 medições em cada amostra, totalizando 48 medições para a análise inicial.

Tabela 7 - Microdureza no estado "0"

	Dureza Média	Desvio Padrão
AA-6063	89,16	4,94
AA-6063 - Seção	88,06	6,66
AA-7075	107,47	11,26
AA-7075- Seção	103,15	5,27

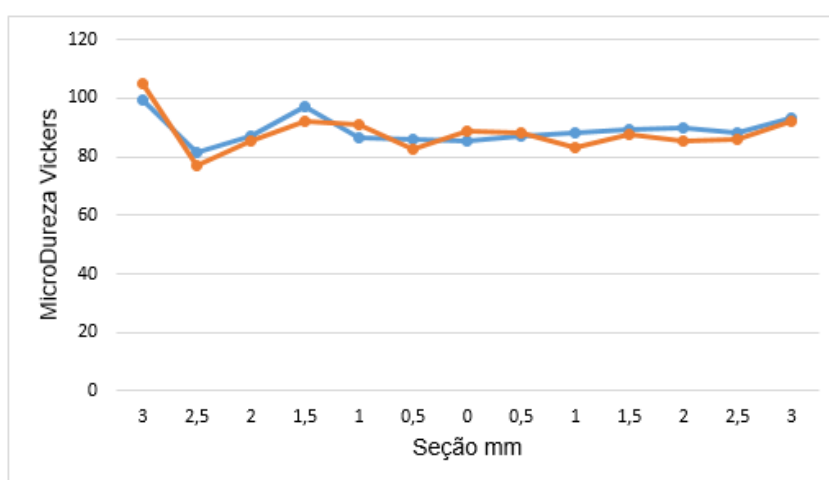
Fonte: Próprio Autor

Pelos os valores médios de dureza encontrados podemos dizer que o estado que cada liga se encontra. A liga AA-7075 se encontra no estado envelhecimento

natural, pois sua dureza se encontra entre os valores da liga recozida e o estado T6 (9). A liga AA-6063 se encontra no estado envelhecido naturalmente, pois estes valores de dureza encontrados são típicos deste material envelhecido (3).

A partir do corte para a caracterização também foi gerado o perfil de microdurezas, conforme a Figura 25, para a liga AA-6063, nota-se uma tendência nas microdurezas a ficarem próximas do valor médio de 89 Vickers, onde poucos valores ficaram acima destes valores.

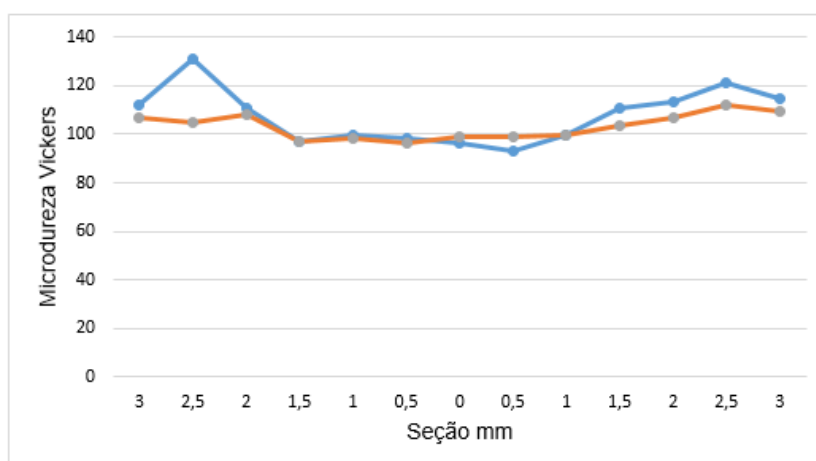
Figura 25 - Perfil de microdureza 6063 – Amostra "0"



Fonte: Próprio Autor

A Figura 26, nos mostra o perfil obtido para a liga AA-7075. Pode-se observar medições de microdureza de até 130 Vickers localizado mais pertos da superfície. Para distâncias mais localizadas perto do centro das amostras, foi obtido microdurezas com valores mais baixos, de 100 Vickers.

Figura 26 - Perfil de Microdureza 7075 – Amostra "0"

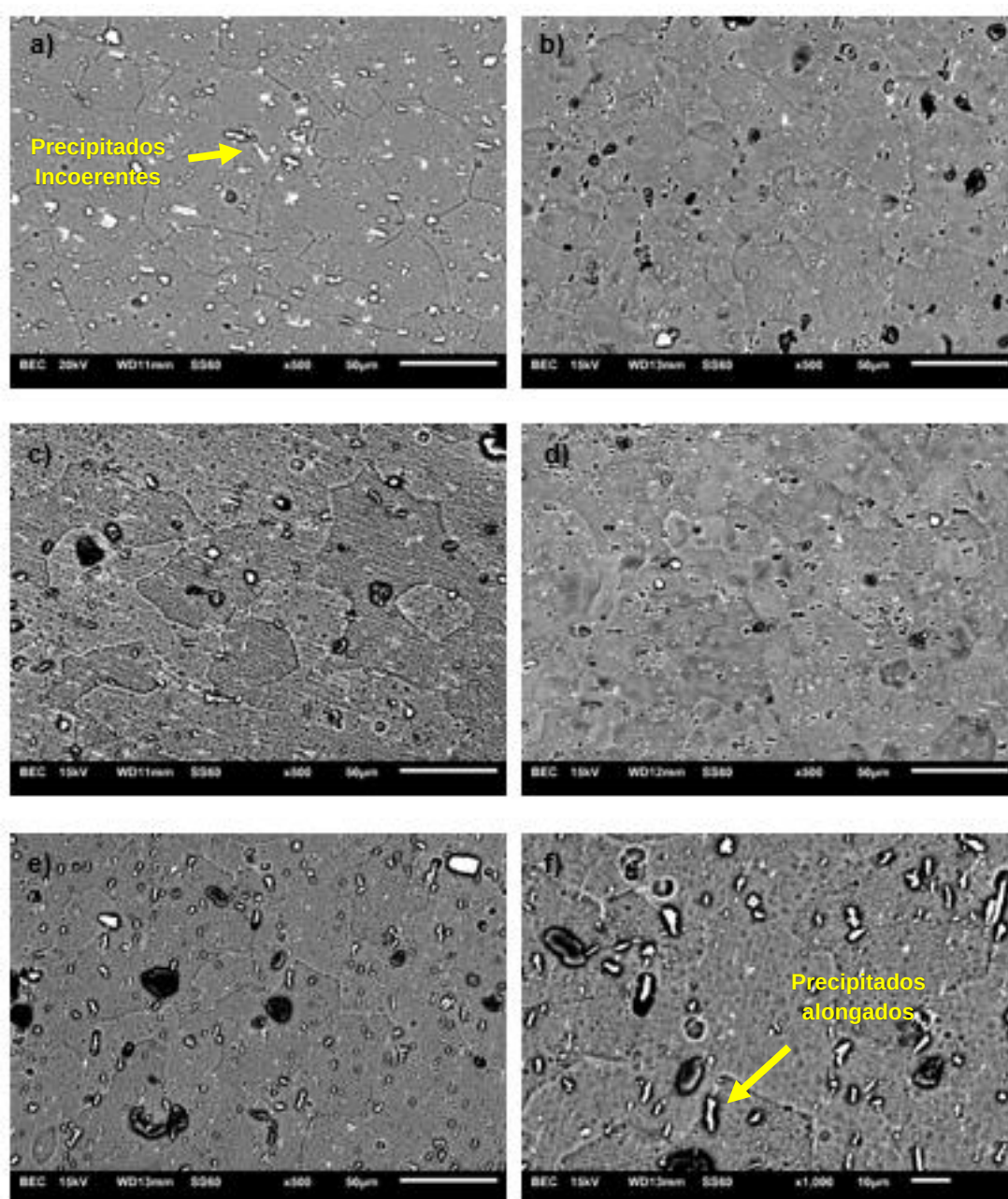


Fonte: Próprio Autor

6.2 Efeito dos tratamentos térmicos na microestrutura

A Figura 27 apresenta o efeito dos tratamentos térmico de solubilização, Criogenia e *Uphill Quenching* na microestrutura desta liga. A partir das imagens capturadas, é evidenciado a formação da fase Al-Fe-Si em ilhas na matriz de alumínio. Essa fase se apresenta de uma forma mais grosseira, com ilhas maiores nas amostras tratadas com LN₂, quando comparado com as amostras somente solubilizadas.

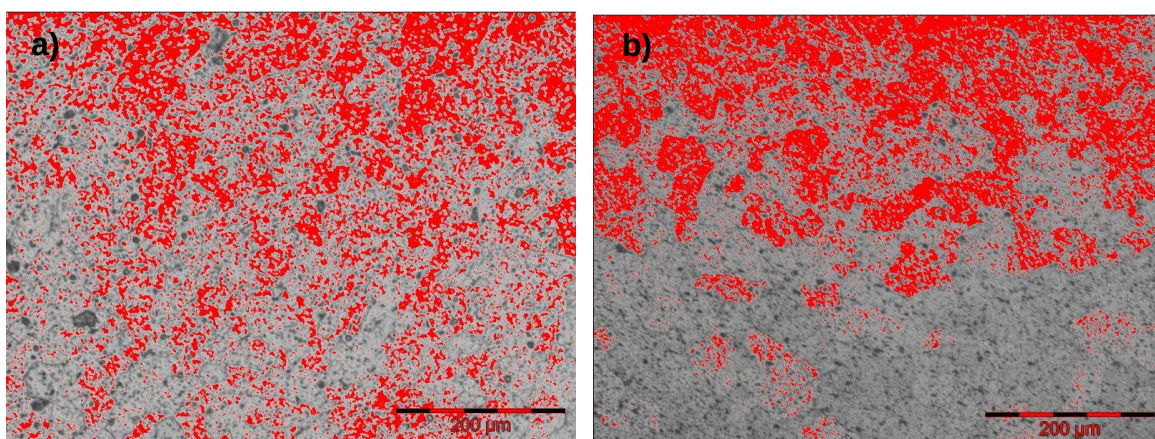
Figura 27 – Microestrutura – a) amostra “0” b) Amostra solubilizada c) Amostra Crio d) Seção amostra Crio e) Amostra *Uphill* f) Seção amostra *Uphill*



É notável também que a Figura 27 a) apresenta uma grande quantidade de precipitados incoerentes, o que não se observa de uma forma tão acentuada logo após o tratamento de solubilização. Uma pequena parcela destes precipitados grandes, composto basicamente de Al-Fe-Si, são comuns para este tipo de liga (15).

Foi evidenciado, que ocorre a formação de ilhas maiores nas amostras tratadas pelo o tratamento *Uphill Quenching*, quando comparado com o tratamento criogênico convencional. A partir das imagens de microscopia óptica junto com processamento de imagem a partir de software foi possível a realização deste comparativo, conforme a Figura 28.

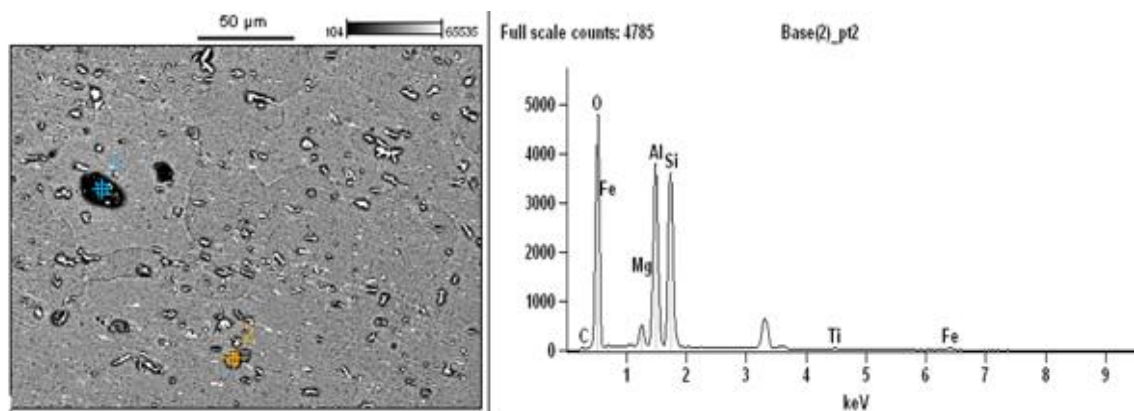
Figura 28 - Processamento de imagem a) Amostra Crio b) Amostra *Uphill*



Fonte: Próprio Autor

Pela a Figura 28, é bastante visível a diferença entre as microestruturas proporcionadas pelos os tratamentos a) criogênico e b) *Uphill Quenching*. A partir da análise pelo o software, os percentuais de formação da fase α -Al-Fe-Si foi de aproximadamente 42% para a amostra com o tratamento criogênico e de aproximadamente 63% para a amostra com o tratamento *Uphill Quenching*.

Com a utilização da microsonda de energia dispersiva, Figura 29, foi possível analisar os precipitados que estão presentes no material. Foi identificado que os precipitados que grandes se tratam de compostos intermetálicos Al-Fe-Si. Tal precipitado não influencia de maneira relevante as propriedades mecânicas, como os precipitados Mg_2Si (40) .

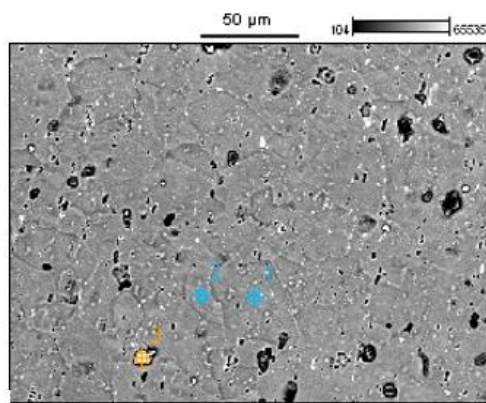
Figura 29 – Microsonda EDS – Amostra *Uphill*

Fonte: Próprio Autor

Outro fator a ser observado é a forma destes precipitados. Na Figura 27 b) os precipitados apresentam uma forma mais arredondada, o que se manteve após o tratamento criogênico. Quando analisa-se as imagens do tratamento *Uphill Quenching*, é notável a forma mais alongada destes compostos, conforme indicado pela a Figura 27 f), que possuem dimensões na faixa entre 2-5 µm.. Porém é sabido que a formação de precipitados que influenciam as propriedades mecânicas são aqueles em formato de agulhas entre 20-40 nm (15).

Propõe-se que a formação destes precipitados acontece devido as cinéticas difusionais do tratamento. A utilização de baixas temperaturas na imersão em N₂ gera uma solução sólida supersaturada, rica em soluto, que, após o reaquecimento, gera um efeito difusional de elementos de liga, formando estes precipitados mais alongados.

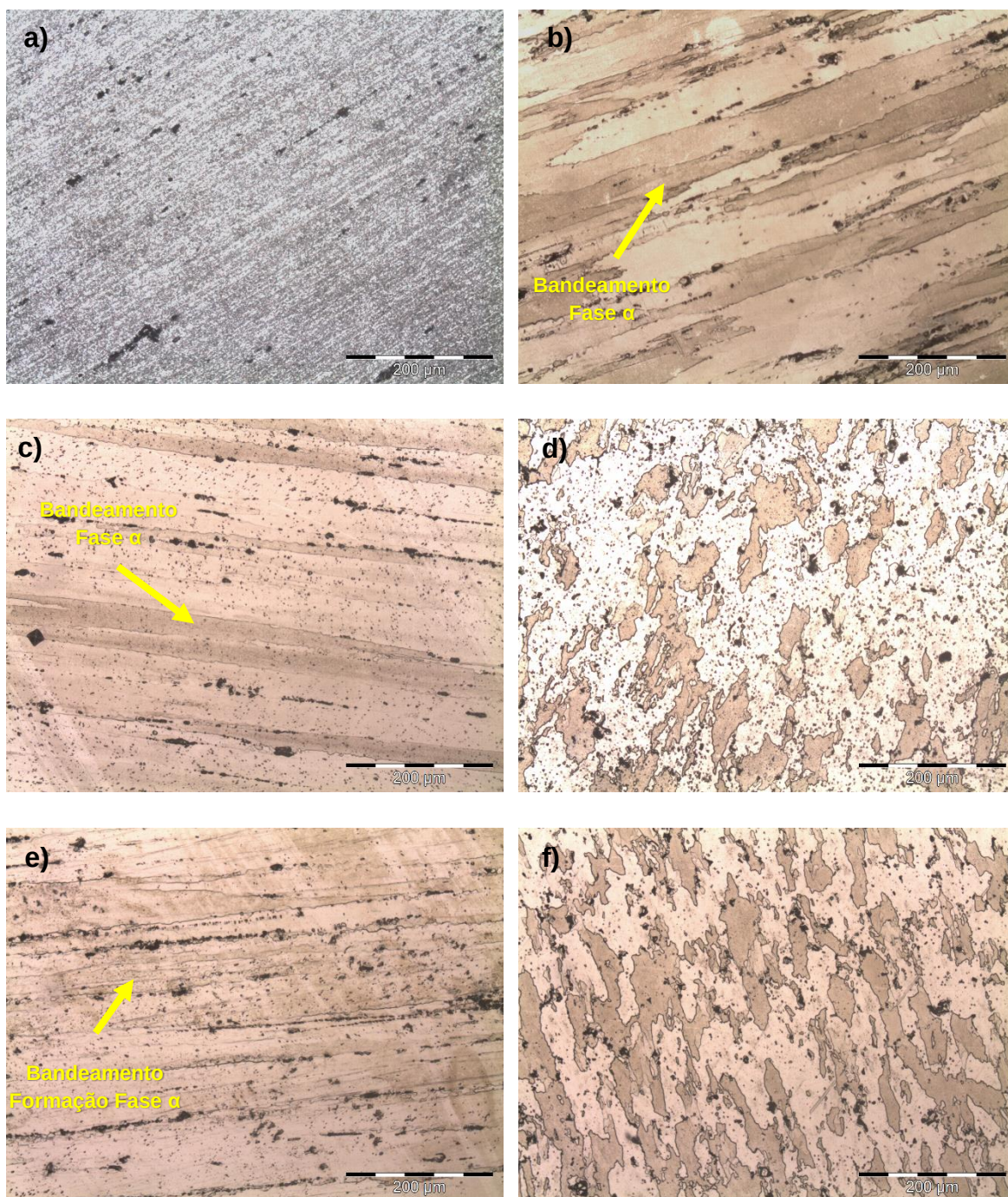
Figura 30 – Microsonda EDS – Verificação das fases



Fonte: Próprio Autor

Como a microsonda é uma análise semi-quantitativa, não é possível precisar a quantidade exata de elementos constituintes das fases presentes na liga, porém, é possível realizarmos a análise de que uma das fases possui um maior percentual de alumínio, quanto a outra possui um maior teor de Silício, conforme indicado nos pontos da Figura 30.

Figura 31 – Microestrutura da liga AA-7075 a) Estado “0” b) Amostra solubilizada c) Amostra Crio d) Seção amostra crio e) Amostra *Uphill* f) Seção amostra *Uphill*

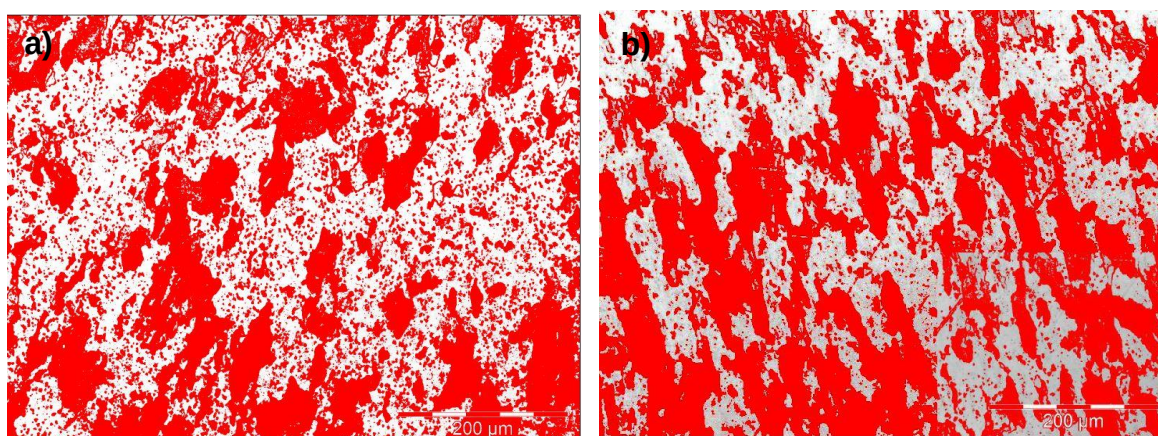


Como dito anteriormente, é evidente na Figura 31 que o bandeamento relacionado à conformação nestas amostras da liga AA-7075 é muito maior do que a encontrada na liga AA-6063. A partir destas imagens de microscopia óptica pode-se ver a diferença microestrutural das amostras. Vale lembrar, que as amostras foram atacadas com o reagente *Keller*. A amostra no estado “0” apresenta 2 fases finamente dispersas. Enquanto a amostra já solubilizada apresenta a formação de 2 fases bem definidas. Também é notável o bandeamento dessas fases, que se formam como lamelas finas e compridas, indicando a direção da conformação mecânica.

Já para as amostras tratadas criogenicamente, também é notável a formação das fases bem definidas assim como o tratamento de solubilização, porém a formação se dá de uma forma um pouco diferente. As lamelas da fase formada se apresentam um pouco mais esparsas daquelas formadas pela a solubilização, como indicado na Figura 31 c). A partir da análise da seção do material podemos observar melhor a microestruturas em ilhas do material.

As amostras *Uphill* são aquelas que apresentaram a maior formação da fase rica em Zinco, onde, apresenta o maior número de ilhas e lamelas de uma forma mais estabilizada, conforme indicado na Figura 31 e). Diferentemente da liga AA-6063, a formação desta fase não foi de forma aglomerada. As fases se encontram dispersas homogeneamente.

Figura 32 - Processamento de imagem a) Amostra Crio b) Amostra *Uphill*

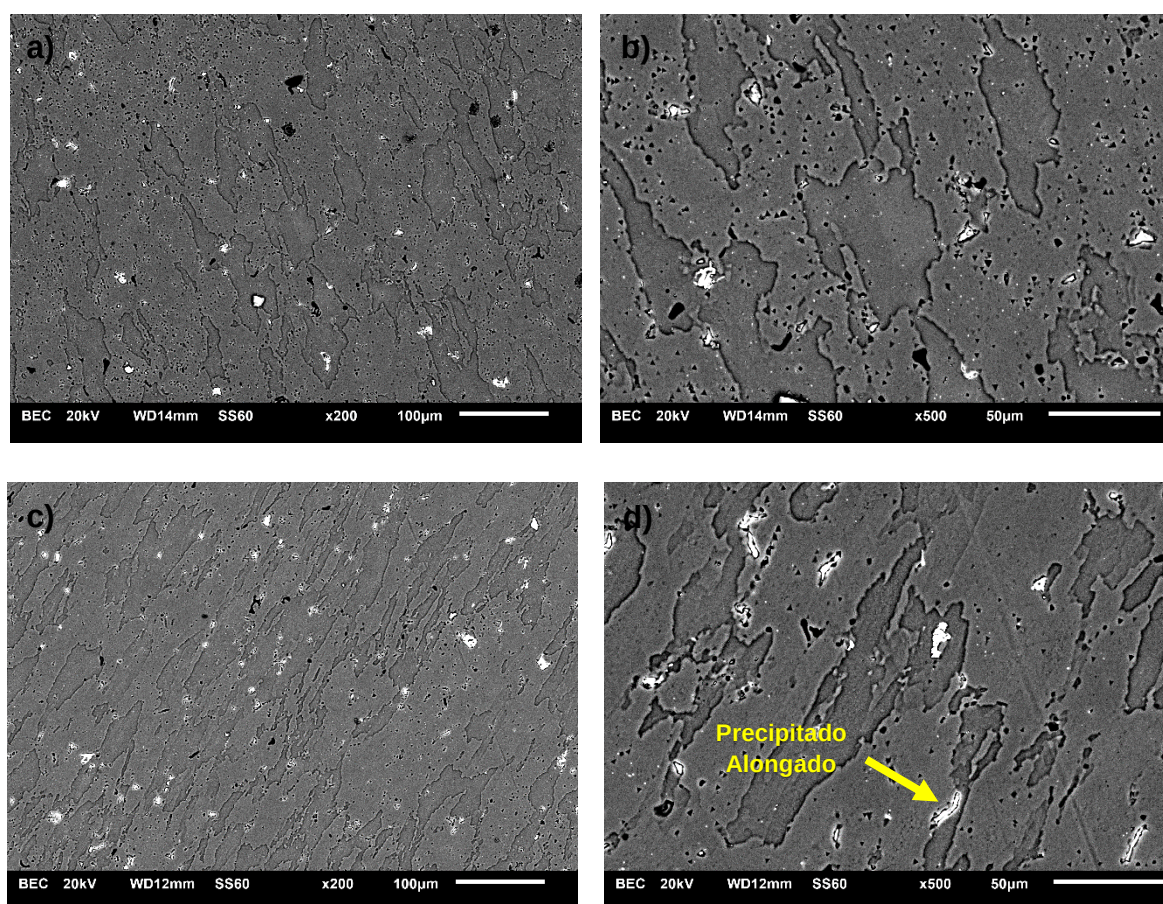


Fonte: Próprio autor

A Figura 32 apresenta o processamento de imagem por software. O resultado obtido foi de 53% de formação da fase Al-Fe-Si para a amostra tratada criogenicamente e de 67% para a amostra tratada com o *Uphill Quenching*.

Da mesma forma como ocorre com a liga AA-6063, a morfologia dos compostos intermetálicos é alterada pelo o tratamento *Uphill Quenching*. A Figura 33 repete a mesma situação observada anteriormente. Nas amostras tratadas em LN₂, os precipitados são formados em uma forma mais arredondada, enquanto nas outras amostras, tais intermetálicos se formam de uma maneira mais alongada, conforme indicado na Figura 33 d).

Figura 33 – Imagens em MEV da microestrutura da liga AA-7075 a) Amostra Crio x200 b) Amostra Crio x500 c) Amostra Uphill x200 d) Amostra Uphill x500



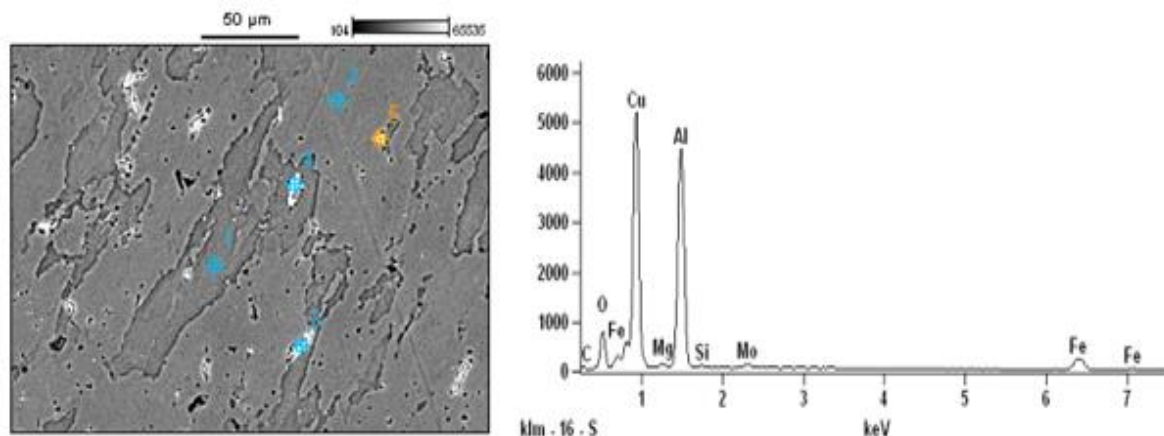
Fonte: Próprio autor

Outro ponto importante de salientar é a quantidade destes precipitados. Na Figura 33 c) e d), a quantidade destes precipitados grandes é relativamente maior quando comparada com as Figura 33 a) e b).

A realização de pontos de microsonda de energia dispersiva, é possível analisar a composição destes compostos intermetálicos conforme a Figura 34 . Estes precipitados grandes fazem parte do sistema de precipitação Al-Cu-Mg. Precipitados

intermetálicos Al_2CuMg , $\text{Mg}(\text{AlCu})$ e $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ não dissolvidos na matriz são frequentemente relatados no estado da arte (41) (59).

Figura 34 – Microsonda EDS – Amostra *Uphill*



Fonte: Próprio Autor

A partir destas análises da microestrutura destas liga, é possível afirmar que efeito do tratamento térmico *Uphill Quenching* nestes materiais é notável, uma vez que estabiliza as fases presentes e aumentam a formação de precipitados coerentes com a matriz metálica além de alterar a sua morfologia .

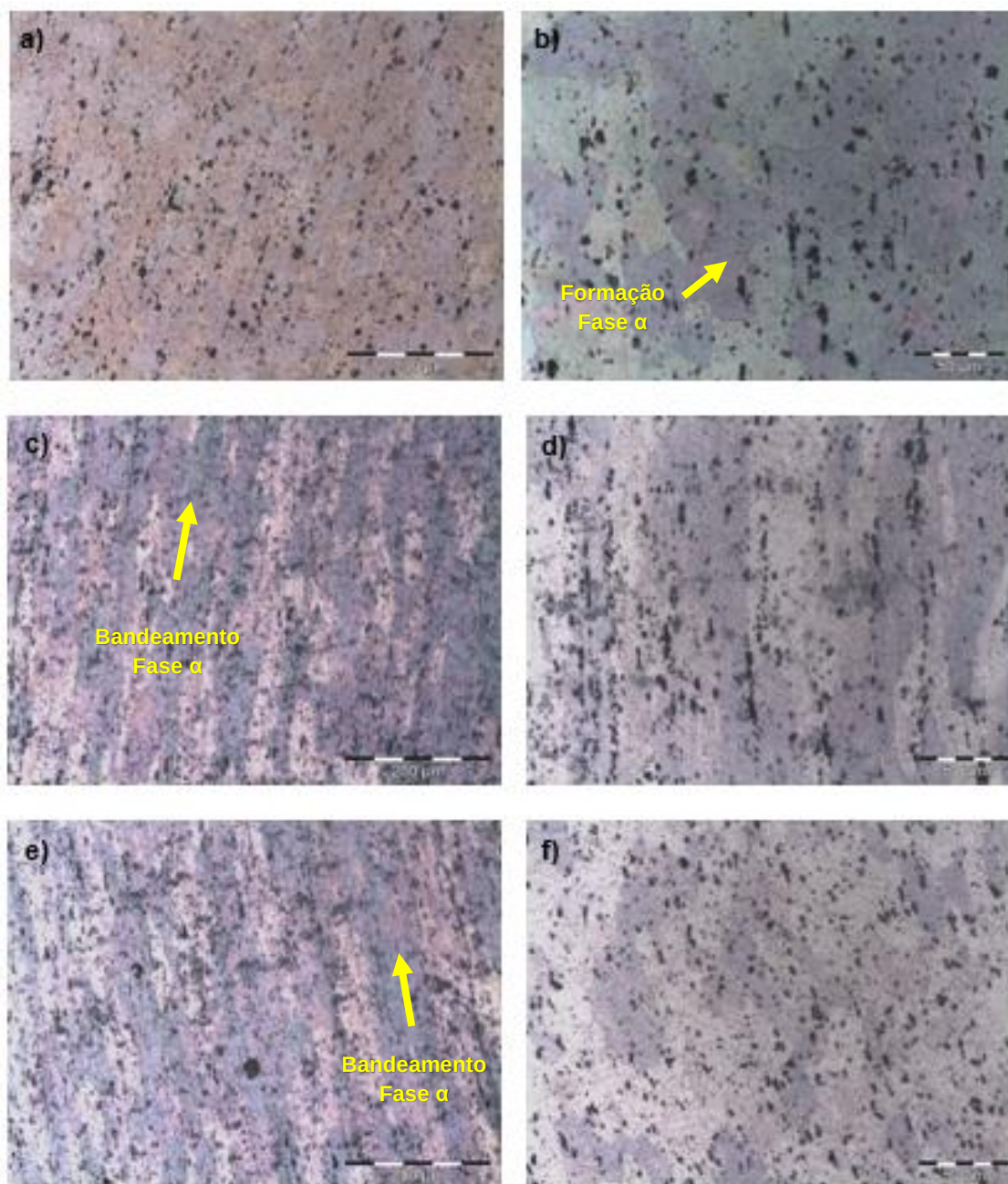
Os efeitos de difusão que ocorrem a partir deste tratamento ainda não estão bem esclarecidos, porém, é importante salientar que tais efeitos difusionais ocorrem preferencialmente nos elementos de liga intersticiais.

6.2.1 Avaliação da microestrutura após conformação mecânica

Da mesma forma, a avaliação da microestrutura se torna essencial para a análise do efeito dos tratamentos térmicos após a conformação mecânica. É possível analisar na Figura 35 a microestrutura das amostras da liga AA-6063 conformadas. Estas imagens foram obtidas utilizando o reagente Ferro Cianeto de Potássio ($\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot \text{NaOH}$). Observa-se que não ocorrem mudanças microestruturais quando é imposta uma deformação nestes materiais. Em todas as imagens geradas, as microestruturas possuem a mesma forma, de ilhas da fase $\alpha\text{-Al-Fe-Si}$ na matriz metálica. Nas amostras tratadas com tratamentos criogênicos, Figura 35 c) e d), pode-se notar um bandejamento de fases conforme indicado na figura, mostrando a direção

de conformação. Outro ponto a se analisar, é a morfologia das ilhas da fase α que, na amostra solubilizada se encontra de maneira mais grosseira quando comparada com as outras amostras.

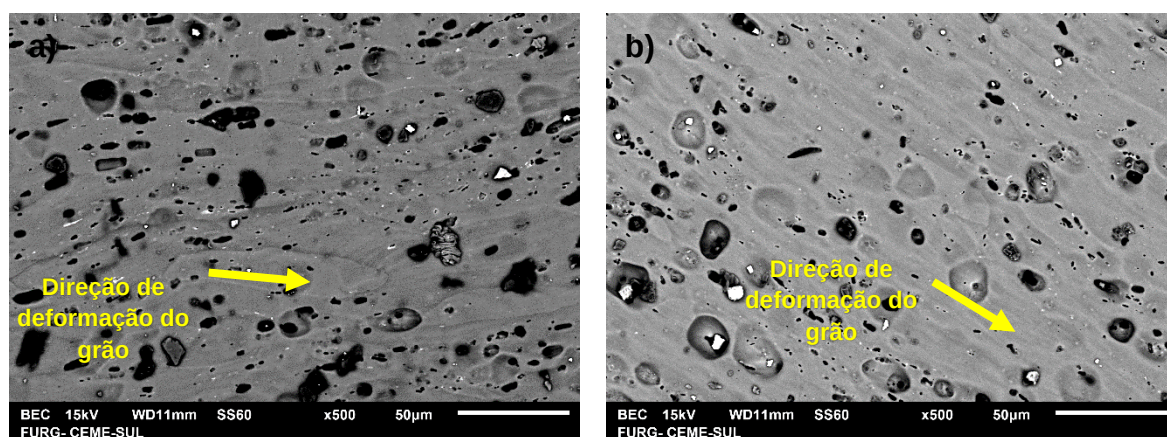
Figura 35 – Microestruturas para a liga AA-6063 conformadas – a) Amostra solubilizada x200 b) seção amostra solubilizada x500 c) amostra Crio x200 d) Seção amostra Crio x500 e) Amostra Uphill x200 f) Seção amostra Uphill x500



Fonte: Próprio Autor

A Figura 36 foi obtida no MEV utilizando o reagente Keller. Com este ataque para esta liga, é possível visualizar a orientação preferencial de deformação dos grãos. Devido ao severo ataque, estas imagens não foram possíveis de capturar em microscopia óptica devido à baixa profundidade de campo do equipamento óptico.

Figura 36 –MEV – AA-6063 Conformada a) Amostra Crio b) Seção



Fonte: Próprio Autor

As imagens obtidas por MEV também revelam que a grande maioria dos precipitados grandes encontrados nas amostras foram dissolvidos na matriz metálica. Foi evidenciado que com a conformação após a imersão em LN₂ ocorre a dissolução desses precipitados (55).

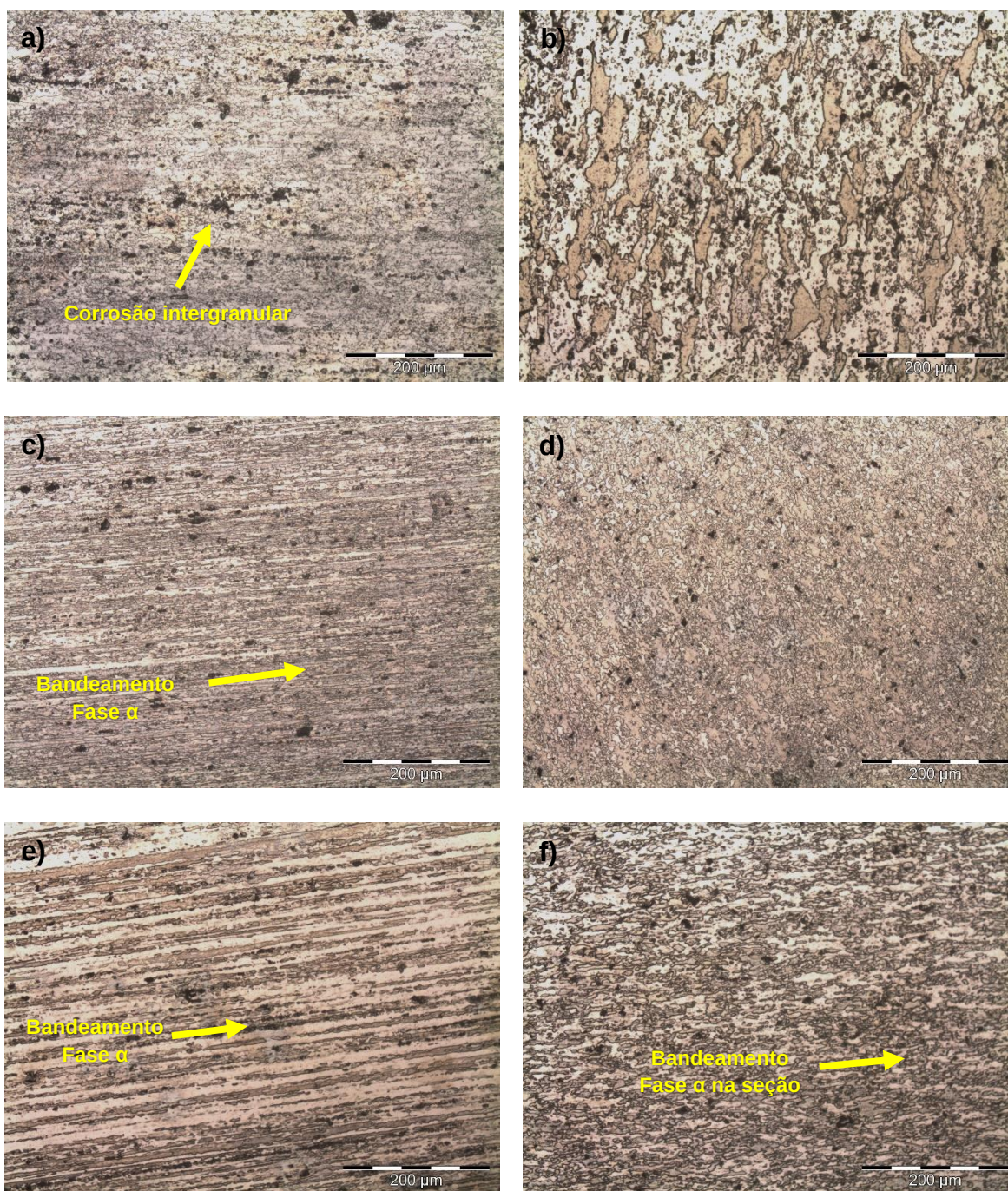
A Figura 37 foi elaborada com imagens a partir da microscopia óptica para observar a microestrutura da liga AA-7075. Estas imagens foram obtidas com a utilização do reagente *Keller*. Na Figura 37 a), pode-se observar a grande quantidade de corrosão localizada deste material (44) (45).

Em todas as amostras conformadas analisadas da liga AA-7075 ocorre a presença de corrosão intergranular no material conforme frequentemente relatado na literatura (45). Esta corrosão ocorre devido à alta tensão imposta pela a conformação aliada à grande quantidade de precipitados que, quando localizados no contorno de grão, diminuem significativamente a resistência a corrosão do material (44) (45).

Nas amostras tratadas com tratamentos criogênicos houve um refinamento nas microestruturas do material. Este refinamento ocorre de uma maneira muito maior nas amostras tratadas apenas pela a imersão em LN₂ do que nas amostras tratadas com

o tratamento *Uphill Quenching*, oposto do que ocorreu na análise feita nas amostras não conformadas.

Figura 37 – Microestrutura da liga AA-7075 Conformada x200: a) Amostra Solubilizada b) Seção amostra solub. c) Amostra Crio d) Seção amostra crio e) Amostra *Uphill* f) Seção Amostra *Uphill*

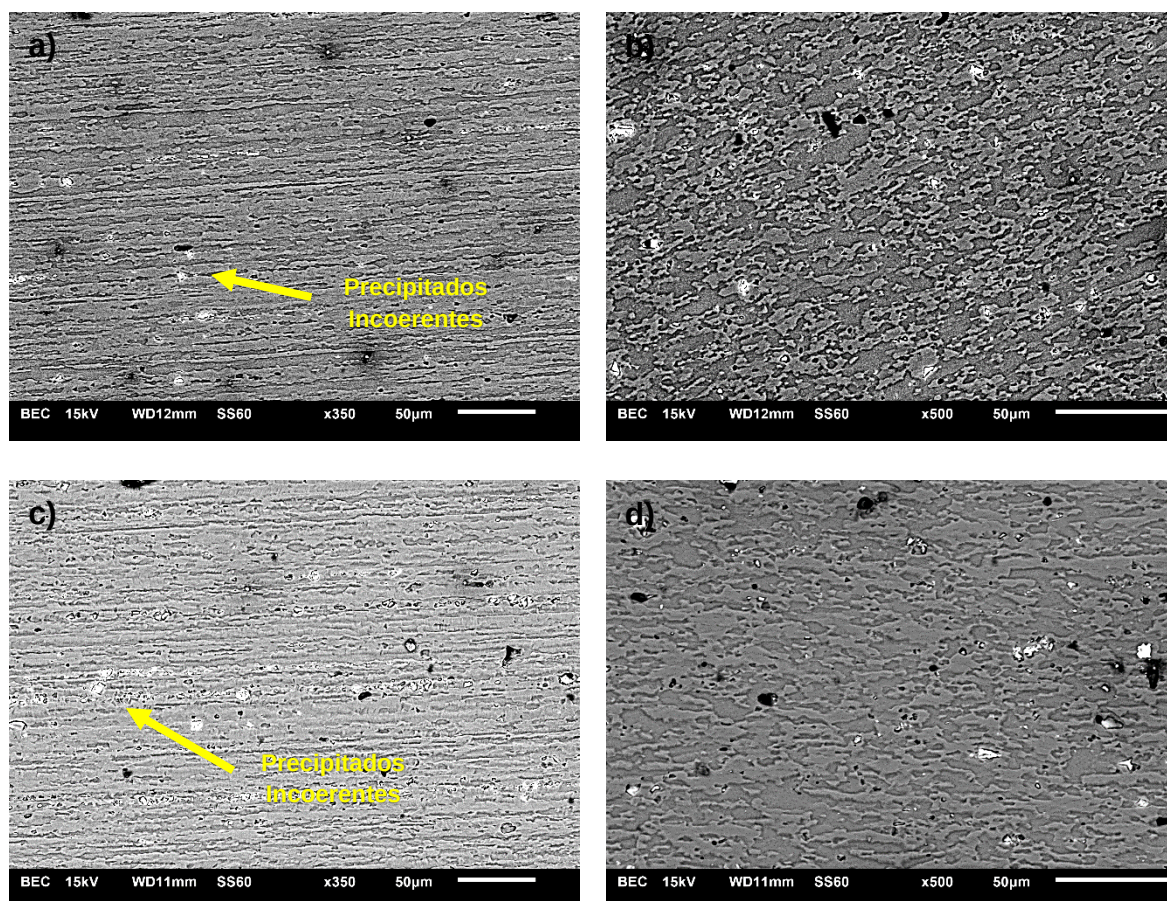


Fonte: Próprio autor

Pode-se observar também que a amostra *Uphill*, Figura 37 e) e f), apresentam um bandejamento nas duas direções analisadas conforme indicado nas figuras, diferentemente do ocorrido da amostra crio, Figura 37 c) e d). A amostra crio, apresenta uma direção preferencial de conformação muito maior na direção das lamelas formadas pelas as fases, refinando-se, formando lamelas ainda menores das fases presentes (41).

Na Figura 38, obtida por MEV, fica mais evidente que as amostras *Uphill* apresentam um grau maior de deformação nas duas direções analisadas. É possível observar que há uma quantidade grande de precipitados não dissolvidos nestas amostras, e, estão localizados alinhados junto ao bandejamento das fases.

Figura 38 – Microestrutura da liga AA-7075 em MEV a) amostra crio b) Seção amostra crio c) Amostra *Uphill* d) Seção amostra *Uphill*



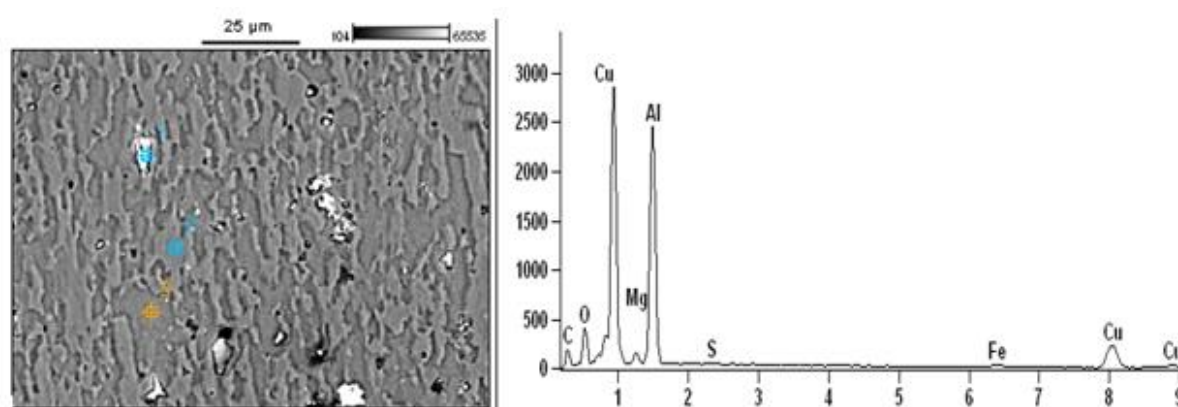
Fonte: Próprio autor

De acordo com o mostrado na Figura 38 a) e c), é possível dizer que a quantidade de precipitados não dissolvidos encontrados nas ligas é maior nas

amostras tratadas com *Uphill Quenching*, porém, este tratamento é aquele que proporciona um maior grau de formação destes precipitados.

Utilizando a microsonda de energia dispersiva, podemos concluir que não há alteração na composição dos precipitados encontrados. Na literatura pode ocorrer a formação de alguns precipitados devido à conformação mecânica como o Cu(AlCuMgSi) (59). Como exposto na Figura 39, a composição dos precipitados é coerente com o encontrado nas amostras não conformadas (67).

Figura 39 – Microsonda EDS – Amostra AA-7075 *Uphill*



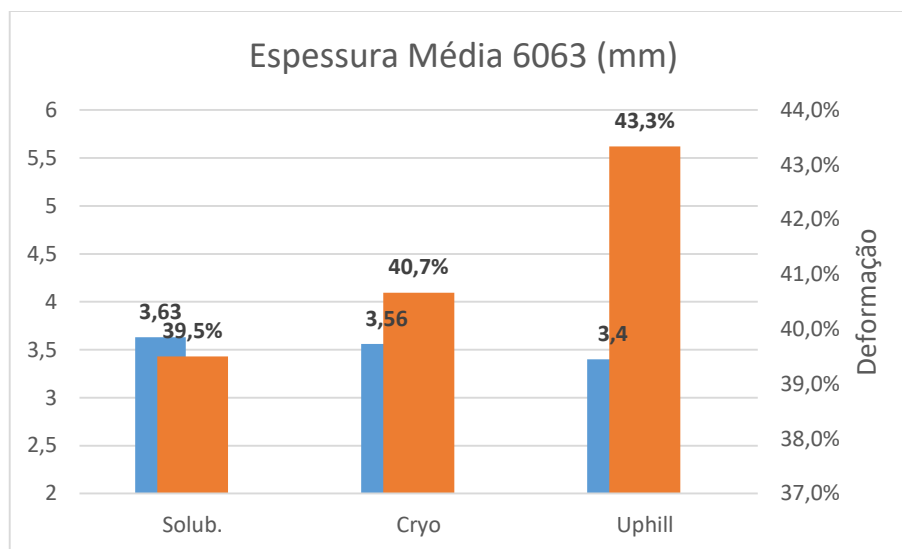
Fonte: Próprio autor

6.3 Análise da deformação obtida pela compressão uniaxial

Para estudar o efeito dos tratamentos térmicos de criogenia e *Uphill Quenching* em processos de conformação das ligas estudadas, foi realizado uma etapa de deformação por compressão uniaxial. Ao total foram testadas 15 amostras sendo 5 amostras de cada tratamento térmico: solubilização, criogênico e *Uphill Quenching*. A partir dos testes foi obtido as médias de deformações ilustrada nos gráficos.

Na Figura 40 observa-se que, para uma carga aplicada de 15 toneladas, a deformação máxima obtida é de 43,3% nas amostras *Uphill* resultando em uma espessura final de 3,4 mm. A Deformação obtida na amostra somente solubilizada é de 39,5%. Comparando a deformação das 2 amostras, houve um aumento de 3,8% de redução de espessura.

Figura 40 – Gráfico de deformação para a liga AA6063



Fonte: Próprio Autor

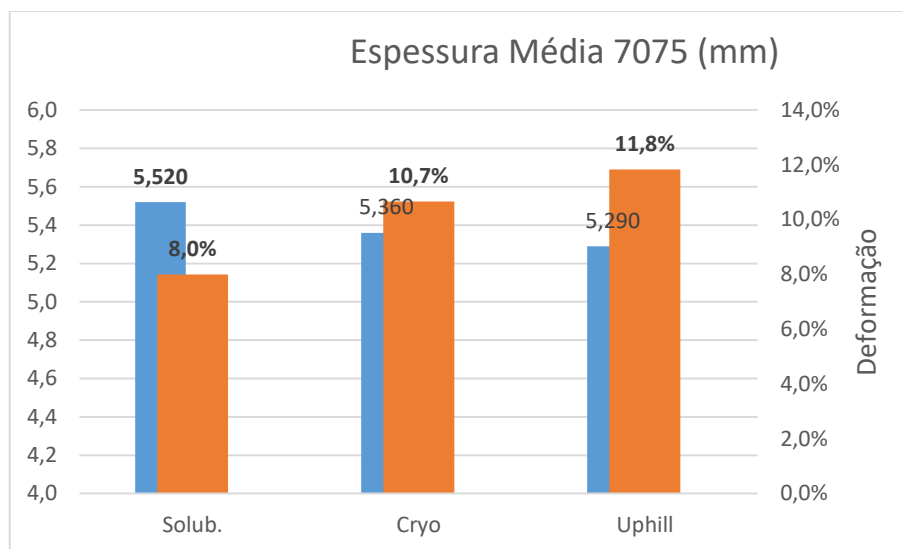
A amostra com o tratamento criogênico gerou uma deformação de 40,7% onde a espessura final resultou em 3,56 mm, resultado intermediário entre os outros tratamentos.

Pode-se atribuir este aumento de deformação da liga AA-6063 à formação de fase de uma maneira mais robusta, como ocorre com o tratamento *Uphill*. Ainda há a formação de precipitados grandes, incoerentes com a matriz, que podem ocasionar um aumento da ductilidade do material, quando comparado com a amostra somente solubilizada.

O mesmo fenômeno ocorre com a liga AA-7075, porém, como visto na análise microestrutural, as amostras destes materiais possuem uma grande deformação prévia, o que resultou em uma deformação relativamente menor do que a obtida nas amostras do alumínio 6063.

O comportamento da liga aeronáutica é similar ao que ocorre na liga 6063. Houve um aumento de ductilidade nas amostras tratadas com *Uphill Quenching*. A Figura 41 resume as médias de deformações obtidas das amostras conformadas AA-7075.

Figura 41 – Deformação da liga AA7075



Fonte: Próprio Autor

Pode-se notar que a deformação obtida pela compressão uniaxial, foi menor que aquela obtida nas amostras anteriormente expostas, pois além de que a amostra possui uma deformação inicial elevada, conforme constatado na análise metalográfica, esta liga possui uma resistência maior que a liga AA-6063 (3) (21).

A espessura final, para a liga tratada com solubilização, foi de 5,52 mm resultando em uma deformação de 8%. A maior deformação, mais uma vez, foi com a utilização do tratamento *Uphill*. Este tratamento resultou em uma espessura final de 5,29 e uma redução total de espessura de 11,8%.

Mesmo para a deformação inicial que este material possui, a diferença entre o tratamento Uphill Quenching e o tratamento de solubilização foi o mesmo do que para as amostras da liga AA-6063, 3,8%.

Este fator não pode ser atribuído a microestrutura, pois, como visto na análise microestrutural, a diferença entre microestrutura dos 2 materiais é bem grande. Sua similaridade se encontra na morfologia dos precipitados incoerentes, o que não justifica este aumento de deformação obtido pelo o tratamento *Uphill Quenching*.

6.4 Análise de microdureza Vickers

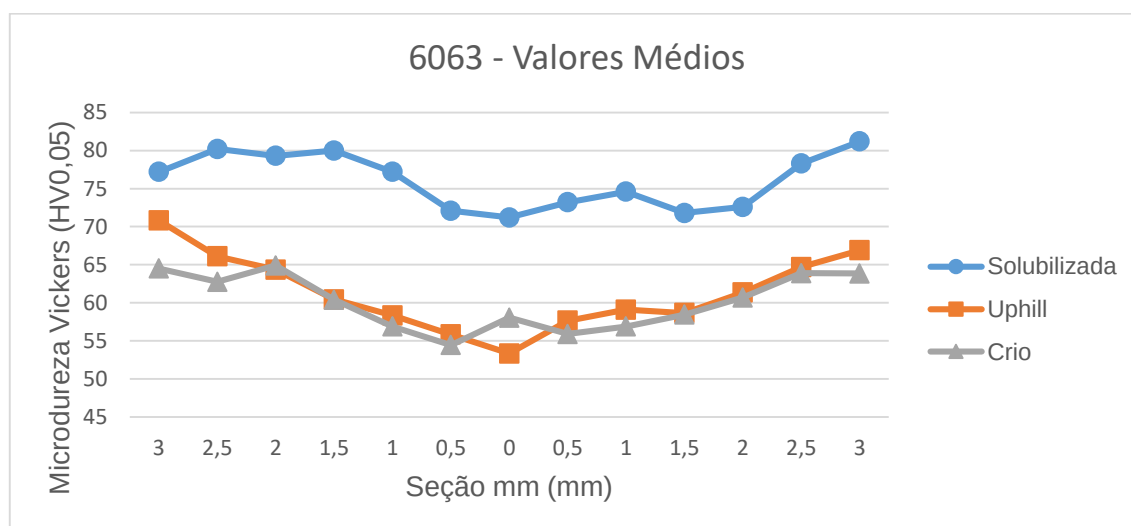
Foi realizado os testes de microdureza Vickers para avaliação o efeito dos tratamentos térmicos nos materiais estudados. Foi realizado também os perfis de

microdureza médias em todas as etapas do experimento, onde pode-se rastrear o comportamento mecânico das ligas.

Após tratamento térmico de solubilização, a liga AA-6063 apresentou uma dureza média de 76,07 Vickers (HV0,05), apresentando um desvio padrão de 3,61 Vickers. Essa dureza é um valor bastante elevado para este tipo de liga solubilizada (3).

Com a aplicação de tratamentos criogênicos, os valores de dureza médios para esta liga caíram para 60,13 Vickers, desvio padrão de 3,6, e 61,35 para as amostras tratadas com o *Uphill Quenching*. Este comportamento foi diferente do esperado, uma vez que a imersão em nitrogênio líquido tende a aumentar a dureza do material para valores na faixa de 100 HV para o tempo de tratamento aplicado (60).

Figura 42 – Perfil de Microdureza para a liga AA-6063



Fonte: Próprio autor

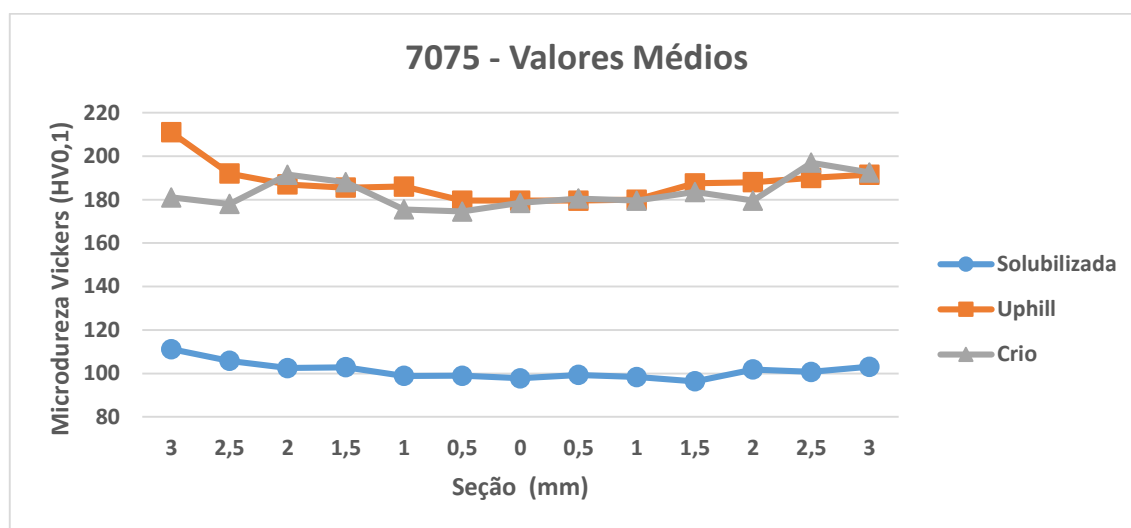
É possível observar na Figura 42 que com a aplicação dos tratamentos criogênicos, é gerado um perfil de durezas no material. Na amostra solubilizada, os valores de microdureza medidos se encontram em torno do valor médio de 76 HV.

Para os tratamentos criogênicos, é possível observar que não há uma diferença muito grande entre os valores médios de microdureza, porém os maiores valores de microdureza ocorrem mais próximo da superfície do material. É notável que os valores de durezas obtidos com a aplicação do tratamento *Uphill Quenching* vão de valores máximos de aproximadamente 70,8 HV na superfície até um valor mínimo de 53,35 HV no centro da seção analisada.

Tais valores de microdureza sugerem que a liga, após o tratamento criogênico, está no estado superenvelhecido. Um dos fatores possíveis é que houve uma solubilização parcial ou incompleta da liga, uma vez que a dureza média de 76 HV é um valor alto para este material no estado solubilizado (15).

Já para a liga AA-7075, a média dos valores obtidos para a amostra solubilizada é de 101,35 HV_{0,1}, com um desvio padrão de 7,91 Vickers. Este valor é muito próximo ao valor encontrado para a amostra no estado “0”, de 107 HV_{0,1}. Podemos notar na Figura 43, que da mesma forma que os perfis traçados anteriormente, a liga quando solubilizada, apresenta valores de microdureza muito próximos do valor da média.

Figura 43 – Perfil de microdureza para a liga AA-7075



Fonte: Próprio autor

Assim, da mesma forma que a outro material, esta liga após os tratamentos criogênicos, esboça um perfil de microdurezas considerável, como mostra a Figura 43. O tratamento *Uphill Quenching* mais uma vez atinge valores de durezas máximos na superfície do material, de 211 HV_{0,1}, e valores mínimos de 179 HV_{0,1} quando próximas ao centro da seção analisada.

Pode-se observar também que o comportamento deste material em relação aos tratamentos criogênicos foi diferente em relação ao comportamento da liga AA-6063. Este aumento de dureza após a imersão em LN₂, atingindo 185 HV, é compatível com o relatado em outros trabalhos no estado da arte (59).

O valor médio de microdureza Vickers medidos neste material quando aplicado o tratamento criogênico é de 183 HV_{0,1}, com um desvio padrão de 7 Vickers. Para a

amostra *Uphill Quenching*, a média das microdurezas foi de 187,46 HV0,1, com um desvio padrão de 8,41 Vickers. Estes valores de durezas medidos apontam para valores relatados na literatura de tratamento “T6” de envelhecimento artificial desta liga (9) (43).

Como visto na análise microestrutural, é evidente que ocorre um fenômeno difusivo muito grande quando empregado os tratamentos criogênicos. Valores de dureza comparáveis a tratamentos de envelhecimento artificial podem indicar a alta taxa de precipitação destes tratamentos. Isto justifica a formação de precipitados grandes na microestrutura dos materiais e também a diminuição de microdureza evidenciado para a liga AA-6063 indicando o estado de superenvelhecimento do material, conforme conhecido no estado da arte (41).

6.4.1 Análise de microdurezas após conformação mecânica

A fim de se investigar o efeito na conformação, foi realizado medições de microdureza após a conformação das ligas.

Os valores obtidos para as amostras conformadas da liga AA-6063 foi de 62,55 HV0,05 para a amostra solubilizada, 63,82 HV0,05 para a amostra com tratamento criogênico e 61,16 HV0,05 para as amostras *Uphill*. A Tabela 8 indica os valores de desvio padrão para as amostras da liga AA-6063.

Tabela 8 – Microdureza média para as amostras AA-7075 conformadas

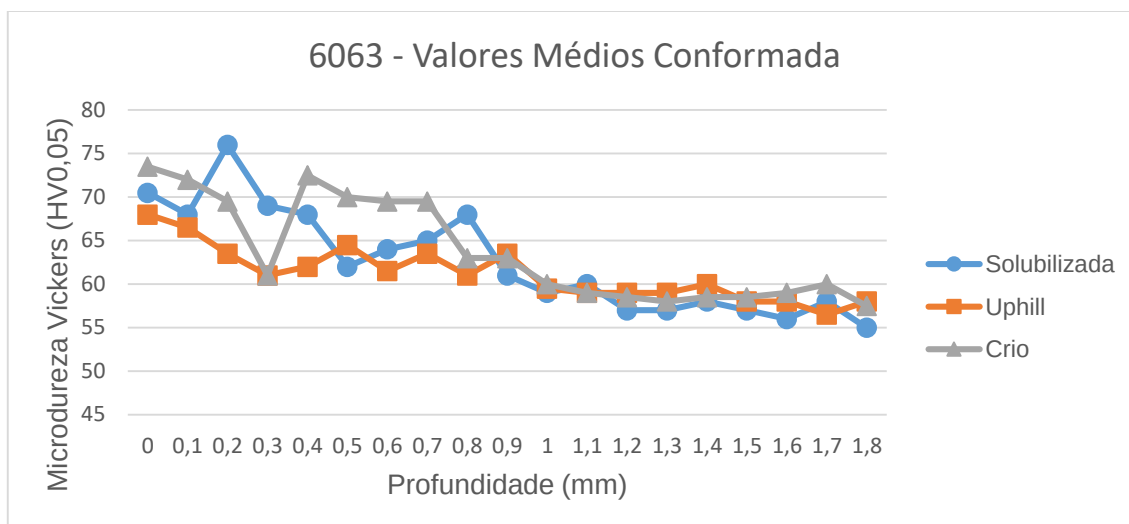
	Dureza Média (HV0,05)	Desvio Padrão
AA-6063 Solub.	62,55	5,96
AA-6063 Crio	63,82	5,84
AA-6063 <i>Uphill</i>	61,16	3,10

Fonte: Próprio autor

Conforme esperado, os valores de médios de dureza se estabeleceram em uma faixa muito próxima em todas os diferentes tratamentos aplicados. Pode-se observar que a amostra que resultou o menor desvio padrão foi a amostra *Uphill*.

O perfil de microdureza, Figura 44, mostra o comportamento do material conformado, analisando a seção transversal.

Figura 44 – Perfil de microdureza para a liga 6063 conformada



Fonte: Próprio autor

Diferente das amostras não conformadas, a dureza de todas as amostras diminui conforme se aproximam do núcleo da seção. Os valores atingem um valor de dureza mais elevado, em torno de 75 HV, perto da superfície, e conforme se aproximam na profundidade de 1mm, as durezas se estabilizam em uma faixa de 60 HV. Este perfil é típico para amostras conformadas, uma vez que a na superfície acontece maiores taxas de deformação e encruamento do que no núcleo do material (54).

Ao comparar os valores de microdurezas antes e depois de conformadas, pode-se observar que a amostra *Uphill Quenching* é a amostra que basicamente manteve os valores de microdureza indicados na Figura 42 mesmo quando conformada. Outro ponto notável é uma pequena perda de dureza na amostra solubilizada, este fenômeno pode ter ocorrido devido ao fato do tratamento térmico parcial de solubilização. Após a conformação mecânica, é comum a dissolução de precipitados Mg_2Si responsáveis pelo o aumento de dureza e resistência mecânica (59).

Nas amostras conformadas da liga AA-7075 as médias durezas obtidas foram de 154,75 HV0,1, para as amostras solubilizadas, 186,66 HV0,1 para as amostras crio e 187,66 para as amostras *Uphill*. Os valores de microdureza e seus desvios padrão estão resumidos na Tabela 9.

Tabela 9 – Microdurezas médias para amostras AA-7075 conformadas

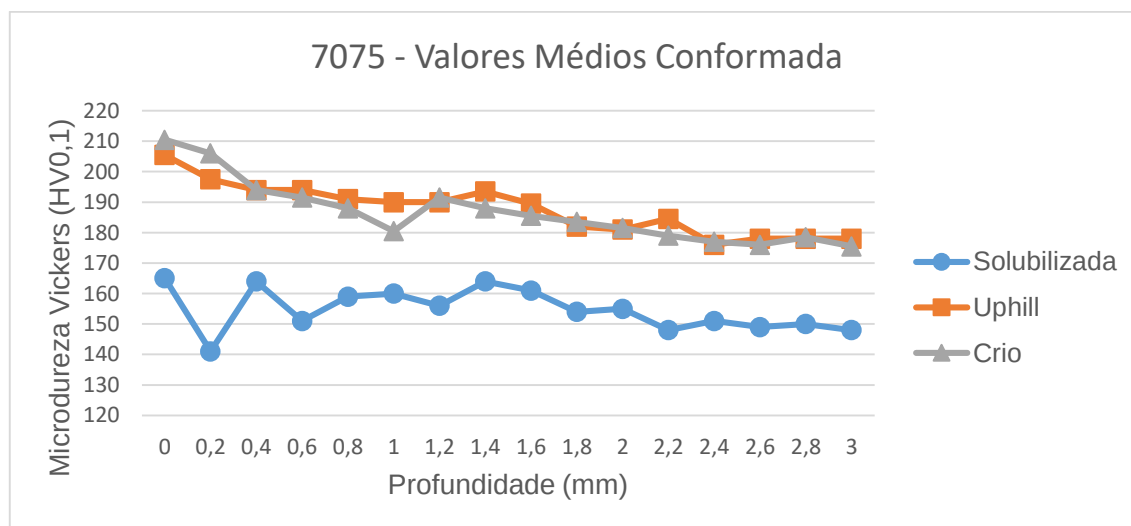
	Dureza Média (HV0,1)	Desvio Padrão
AA-7075 Solub.	154,75	6,96
AA-7075 Crio	186,66	10,26
AA-7075 Uphill	187,66	8,40

Fonte: Próprio autor

Diferentemente do ocorrido com a liga AA-6063, somente os valores das amostras tratadas com tratamentos criogênicos se mantiveram na mesma faixa de valores médios encontrados para as amostras tratadas com tratamentos criogênicos, ilustrados na Figura 43. Houve um aumento considerável de microdureza na amostra solubilizada, de aproximadamente 50 Vickers.

Os valores de microdureza do perfil da Figura 45, estão de acordo com o observado na Figura 43. Assim como o ocorrido com as amostras da liga AA-6063, os valores de microdureza encontrados ficaram na mesma faixa de dureza dos materiais não conformados.

Figura 45 – Perfil de microdureza para a liga AA-7075 conformada



Fonte: Próprio autor

Este fenômeno pode ser justificado pelo processo de dissolução de precipitados que ocorrem em ligas tratáveis termicamente, já evidenciado na literatura (60). Este fenômeno também justifica o aumento de dureza da amostra solubilizada,

uma vez que esta amostra, teoricamente, não deveria possuir precipitados para a dissolução, o que evidência o efeito do encruamento.

Da mesma forma como evidenciado nas amostras AA-6063, Figura 44, a dureza de todas as amostras diminui conforme se aproximam do núcleo da seção, porém, as amostras tratadas em LN₂ atingem um valor de dureza máximo, em torno de 210 HV, perto da superfície, e ao chegar na profundidade de 2,4 mm, as durezas estabilizam em uma faixa de 180 HV, o que não acontece com a amostras solubilizadas que atinge um valor máximo de dureza de 168 Vickers perto da superfície.

6.5 Análise dos espectros obtidos por Difração de raios X

Para a análise de precipitados e formação de fases destes materiais, foi realizado uma varredura por Difração de raios X nas amostras não conformadas, no centro de microscopia eletrônica da FURG, CEME-SUL.

Foi obtido os espectros onde foram encontrados 5 picos referentes à matriz metálica indicados na Figura 46. As amostras foram indexadas a partir do método dos senos quadrados, como indicado na Tabela 10.

Tabela 10 – Índices de Muller para as Amostras AA-6063

Peak 2 θ	θ Rad	Sin θ	Sin ² θ	Ratio	Ratio3	Módulo	(hkl)
38,596	0,3368	0,33	0,109218	1,0025071	3,0075212	3	(1 1 1)
44,8671	0,3915	0,38	0,1456275	1,3367082	4,0101246	4	(2 0 0)
65,1853	0,5688	0,54	0,2901575	2,663343	7,990029	8	(2 2 0)
78,3294	0,6836	0,63	0,3988576	3,6610963	10,983289	11	(3 1 1)
82,4934	0,7199	0,66	0,4346798	3,9899067	11,96972	12	(2 2 2)

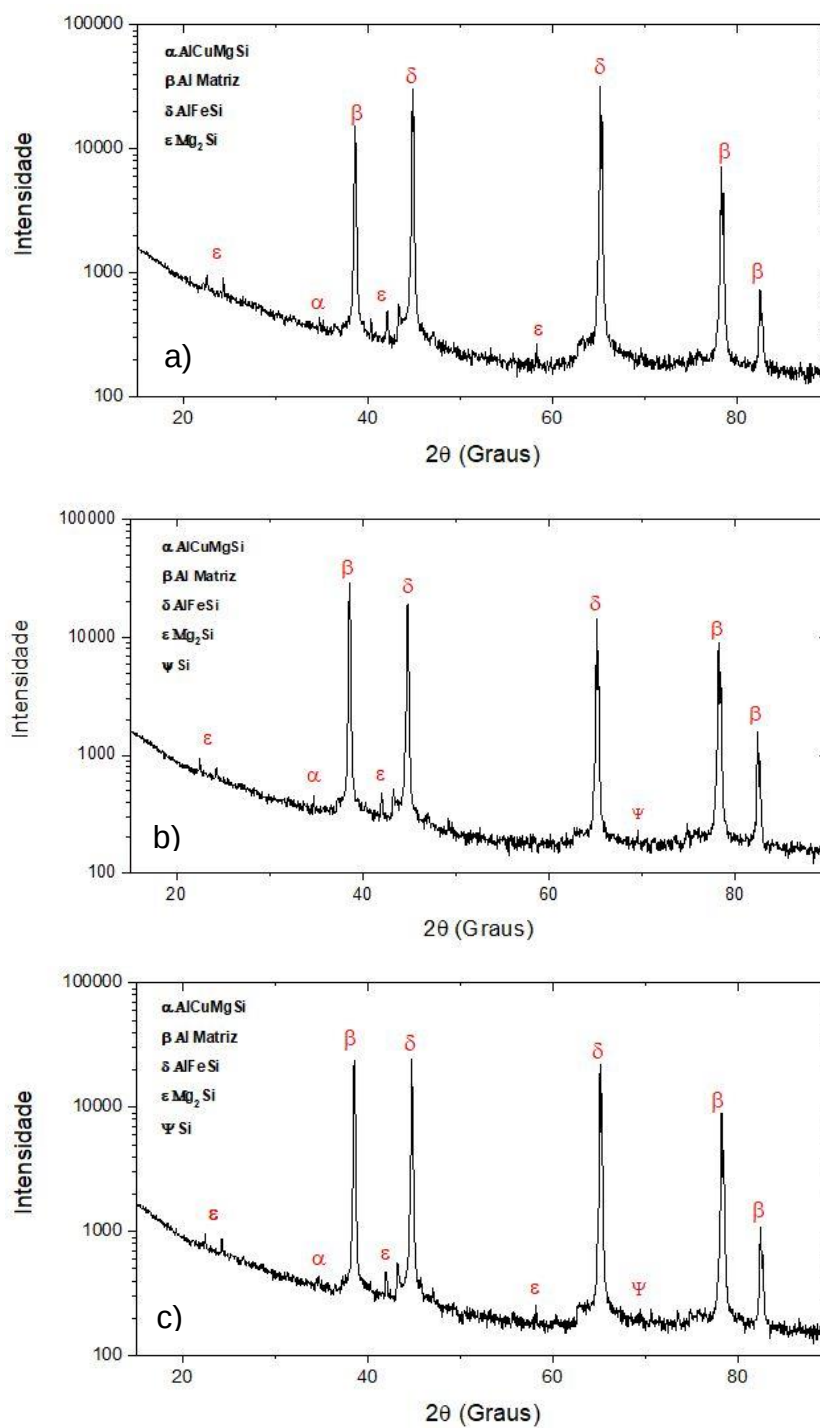
Fonte: Próprio autor

Como mencionado anteriormente, os valores de dureza encontrados para a liga AA6063 foram muito inferiores aos valores relatados na literatura (60), o que indica o estado de superenvelhecimento do material. Conforme a Figura 46 a), pode-se notar os picos referentes aos precipitados finos da fase ϵ -Mg₂Si, em torno dos valores de $2\theta = 20^\circ$, caracterizando a zona de G-P (39). A presença destes picos no espectro da amostra solubilizada indica que a solubilização aconteceu de forma irregular, parcial

pois não deveria mostrar estes picos de uma forma tão acentuada, confirmando o estado de envelhecimento na amostra solubilizada.

Figura 46 – Espectros Obtidos por difração de raios X para a liga AA-6063

a) Amostra Solubilizada b) Amostra Crio c) Amostra *Uphill*



Fonte: Próprio autor

Na Figura 46 b) e c) foi obtido os espectros referentes aos tratamentos criogênicos. Da mesma forma como encontrado na amostra solubilizada, também há os picos de difração da fase ϵ -Mg₂Si. Pode-se observar que na amostra com tratamento criogênico, Figura 46 b), alguns picos referentes à difração da fase ϵ -Mg₂Si não são observados, o que indica que a difração a precipitados finos não acontece (58). Isto ocorre devido a formação dos precipitados de uma forma diferente deixando de ter o formato de agulha (*Needle shaped*) dos precipitados coerentes, indicando o superenvelhecimento da amostra (40).

Observa-se a presença da fase AlFeSi indicado em todas os espectros da amostra. Como analisado na avaliação microestrutural, a contagem de difração dos planos característicos da fase AlFeSi é maior nas amostras tratadas com o *Uphill Quenching*. Foi observado também uma pequena porção da fase AlCuMgSi não dissolvida na matriz metálica.

Na Figura 46 c), pode-se observar a grande difração de picos referentes a diferentes precipitados. Isso ocorre devido à diferentes formas destes precipitados conforme relatado na literatura (40).

Em relação a liga AA-7075, também foram encontrados 5 picos de difração referentes à matriz metálica, conforme ilustrado nos espectros obtidos na Figura 47. Estes picos foram indexados a partir do método dos senos quadrados e, conforme a Tabela 11 (36).

Tabela 11 – Índices de Muller para a amostra AA-7075

Peak 2 θ	θ	Sin θ	Sin ² θ	Ratio	Ratio3	Módulo	(h k l)
38,6462	0,3373	0,3309	0,1095	1	3	3	(1 1 1)
44,8671	0,3915	0,3816	0,1456	1,33	3,99011	4	(2 0 0)
65,1351	0,5684	0,5383	0,2898	2,6464	7,93925	8	(2 2 0)
78,2291	0,6827	0,6309	0,398	3,635	10,905	11	(3 1 1)
82,393	0,719	0,6586	0,4338	3,9621	11,8862	12	(2 2 2)

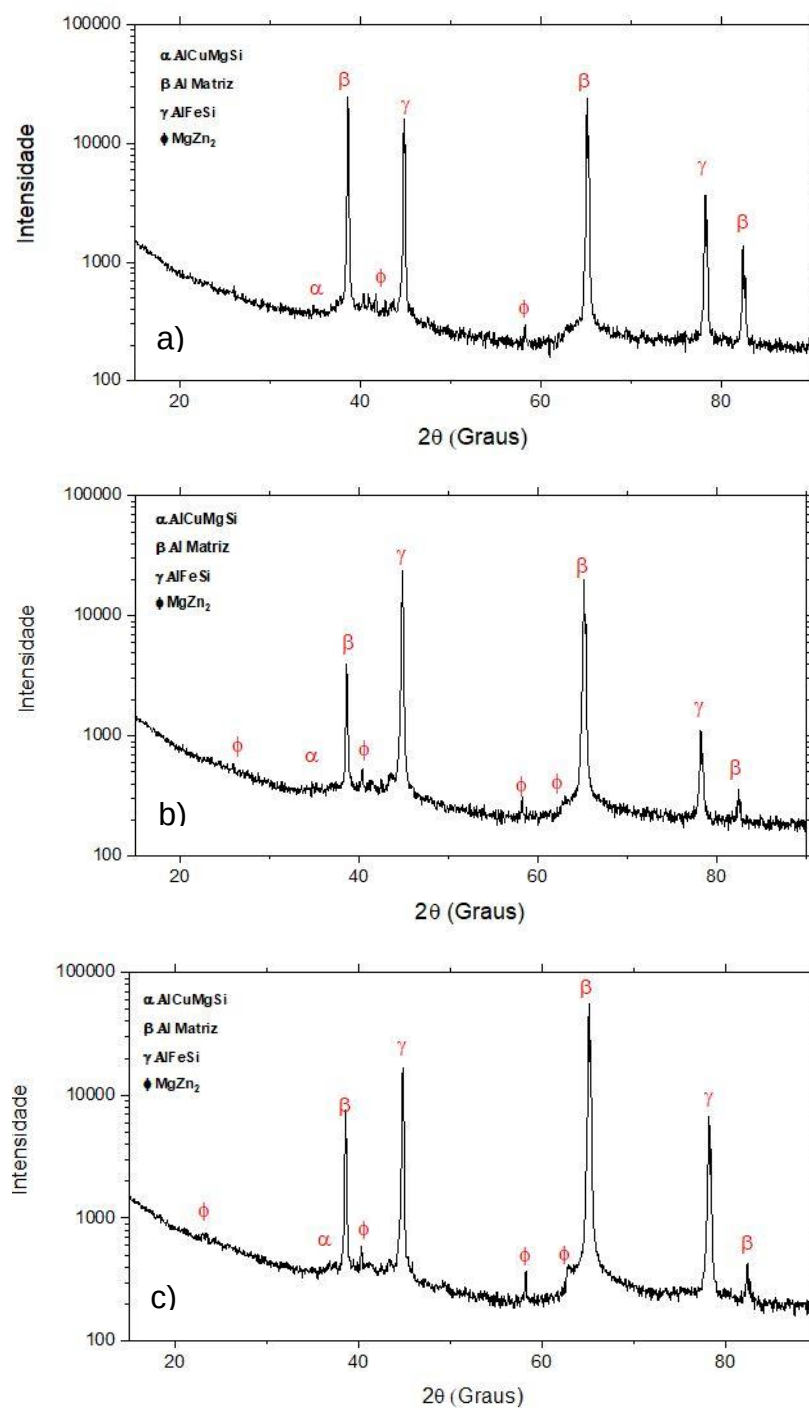
Fonte: Próprio autor

Da mesma forma como evidenciado no material analisado anteriormente, os picos de difração referentes as fases finas precipitadas também foram observadas no espectro. Conforme a Figura 47 a), pode-se notar os picos referentes aos precipitados finos da fase Φ -MgZn₂, em torno dos valores de $2\theta = 20^\circ$, caracterizando a zona de

G-P (38). Diferentemente da amostra AA6063, estes picos não são observados na amostra solubilizada, o que indica que a amostra foi solubilizada completamente.

Figura 47 – Espectros obtidos por difração de raios X para a liga AA-7075

a) Amostra Solubilizada b) Amostra crio c) Amostra *Uphill*



Fonte: Próprio autor

Na Figura 47 a), pode-se notar a presença da fase Φ' , entre os picos observados nos ângulos 2θ de 38° e 44° . Esta fase é uma fase metaestável dos precipitados MgZn_2 (38), e a maior parcela dessa fase se encontra na amostra solubilizada. Analisando a Figura 47 b), nota-se a formação de picos em torno do ângulo 2θ de 58° e 62° , estes picos são referentes aos precipitados coerentes $\Phi - \text{MgZn}_2$ indicando o estado envelhecido da liga, porém os precipitados se encontram de uma forma mais grosseira e estável (38).

A Figura 47 c), refere-se a liga tratada com *Uphill Quenching*. O pico de difração em torno de 25° pode ser observado. Este pico se apresenta de uma forma sutil, porém ele é referente a formação da zona de G-P (37) (38). A amostra tratada com *Uphill* foi aquela que mostrou a maior contagem de picos relacionados a precipitados, indicado pelos picos da fase $\Phi - \text{MgZn}_2$, o que justifica a alta taxa de difusão implicada pelo o tratamento. A alta cinética de difusão gerada pelo o grande diferencial de temperatura, aumenta a formação da última fase de precipitação da fase $\Phi - \text{MgZn}_2$ evidenciada pelos os picos formados em torno do ângulo $2\theta = 60^\circ$.

6.5.1 Estudo a partir do Método de *Williamson-Hall*

Com a utilização do programa *Origin*, foi analisado os espectros de DRX a fim de obter os valores de largura da curva, conhecido como *FWHM - Full Width at Half Maximum*, representado pela a letra β . Foi utilizada a curva lorenziana de aproximação através do software. Os valores encontrados se encontram na Tabela 12.

Tabela 12 – Valores de β para o método *Williamson-Hall* 6063

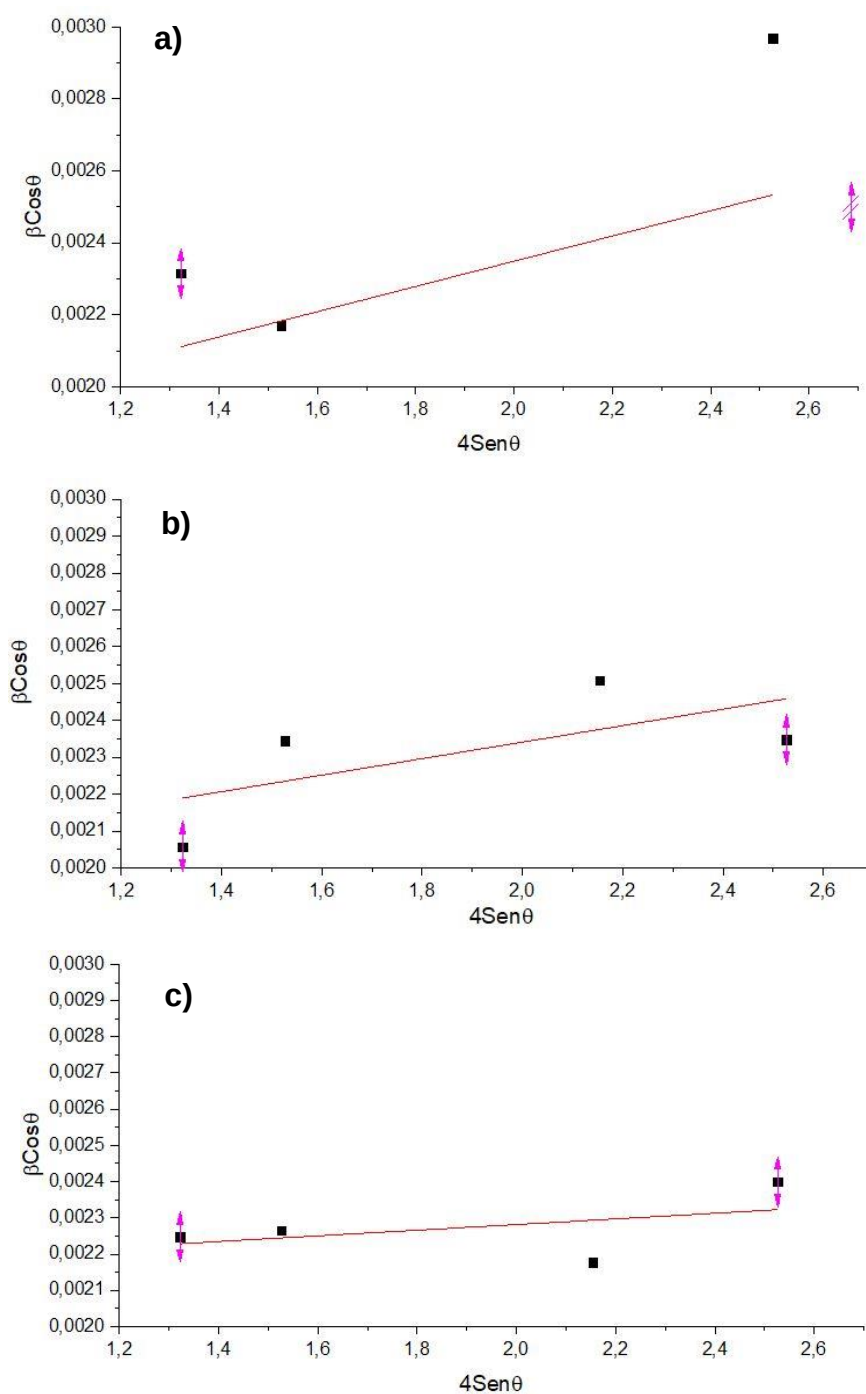
6063					Solubilizada			
2θ	θ	θ Rad	$\cos\theta$		β	β (Rad)	$\beta\cos\theta$	$4\text{Sen}\theta$
38,596	19,298	0,336813639	0,94381		0,14055	0,00245306	0,002315229	1,32193
44,8671	22,43355	0,39153931	0,92432		0,13173	0,002299122	0,00216994	1,52645
65,1853	32,59265	0,568849054	0,84252		0,10786	0,001882512	0,001776738	2,15465
78,3294	39,1647	0,683552966	0,77533		0,18022	0,003145432	0,002968698	2,52621
Crio					Uphill			
2θ	β	β (Rad)	$\beta\cos\theta$	$4\text{Sen}\theta$	β	β (Rad)	$\beta\cos\theta$	$4\text{Sen}\theta$
38,596	0,1249	0,002179916	0,00206	1,32193	0,13644	0,002381327	0,002247526	1,32193
44,8671	0,14231	0,002483778	0,00234	1,52645	0,13749	0,002399653	0,002264823	1,52645
65,1853	0,15232	0,002658486	0,00251	2,15465	0,13215	0,002306453	0,002176859	2,15465
78,3294	0,14255	0,002487967	0,00235	2,52621	0,14568	0,002542596	0,002399734	2,52621

Fonte: Próprio autor

Com os valores apresentados na Tabela 12, foi plotado o gráfico de $\beta\cos\theta$ por $4\text{Sen}\theta$, conforme ilustrado na Figura 48. Analisando as curvas, podemos concluir que a amostra *Uphill*, Figura 48 c), é a curva que apresenta menor inclinação das curvas plotadas. De acordo com o método, a inclinação equivale a deformação do reticulado cristalino, portanto, a deformação do reticulado, ε , possui menor valor.

Figura 48 – Curvas do método de Williamson-Hall – Liga AA-6063

a) Amostra solubilizada b) Amostra Crio c) Amostra *Uphill*



Fonte: Próprio autor

Os resultados indicados na Tabela 13 foram extraídos com a ajuda do software *Origin*. Pode-se observar que, conforme dito anteriormente, os valores de deformação para a amostra *Uphill* foram os menores encontrados de $\epsilon = 7,81\text{E-}05$.

Tabela 13 – Resultado do método Williamson-Hall - 6063

	Amostra S	Amostra C	Amostra U
Tamanho do Cristalito	87,8 nm	76,68 nm	68,04 nm
Deformação ϵ	3,51E-04	2,24E-04	7,81E-05

Fonte: Próprio autor

Os valores de deformação encontrado para a amostra tratada com o tratamento criogênico foi de 2,24E-04 e de 3,51E-04 para a amostra somente solubilizada. Observa-se que os valores de deformação do cristalito para a amostra tratada com o tratamento *Uphill* é menor em relação as amostras testadas com outros tratamentos.

Estes valores apresentados na Tabela 13 estão de acordo com o que o método propõe, o que valida o software. As inclinações das curvas plotadas na Figura 48 estão de acordo com os valores encontrados através do software, onde a amostra tratada com *Uphill Quenching* é aquela que possui a menor inclinação, seguido por a amostra tratada com o tratamento criogênico e então a amostra solubilizada.

Da mesma forma como feito com a amostra AA-6063, a Tabela 14 - Valores de β para o método *Williamson-Hall* - 7075 possui os valores encontrados através do refinamento da curva do espectro para a amostra 7075. Estes dados foram utilizados para plotar as curvas da Figura 49.

Tabela 14 - Valores de β para o método *Williamson-Hall* - 7075

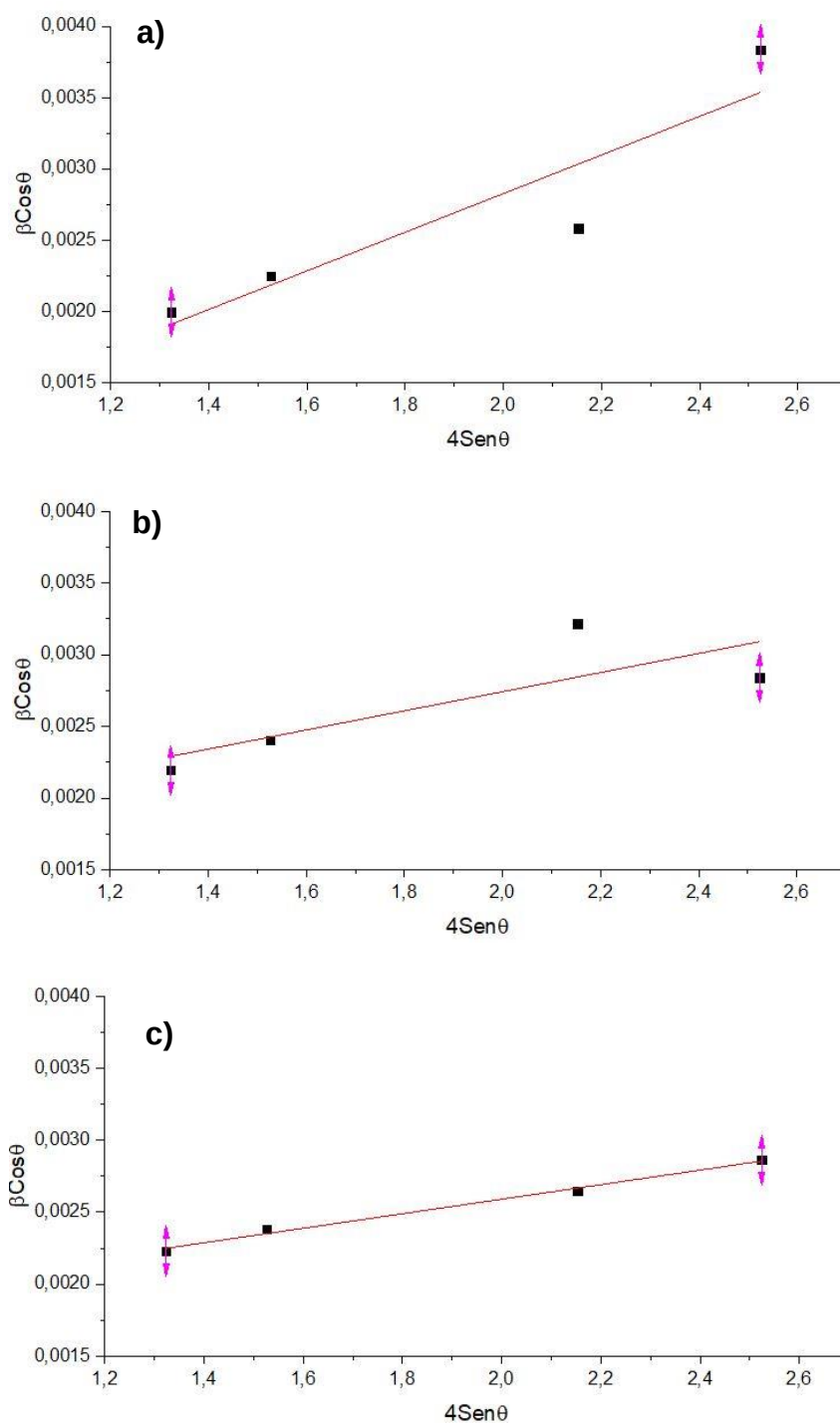
7075					Solubilizada			
2 θ	θ	θ Rad	Cos θ		β	β (Rad)	β Cos θ	4Sen θ
38,6462	19,3231	0,337251717	0,943667621		0,12108	0,002113245	0,001994201	1,32358
44,8671	22,43355	0,39153931	0,924322736		0,13658	0,002383771	0,002249487	1,52645
65,1351	32,56755	0,568410977	0,8427574		0,15689	0,002738247	0,002583995	2,15317
78,2291	39,11455	0,682677683	0,775886225	0,23295	0,004065744	0,003836711	2,52349	
	Crio				Uphill			
2 θ	β	β (Rad)	β Cos θ	4Sen θ	β	β (Rad)	β Cos θ	4Sen θ
38,6462	0,13331	0,002326698	0,00219563	1,32358	0,13544	0,002363874	0,002230711	1,32358
44,8671	0,14588	0,002546086	0,002402659	1,52645	0,14453	0,002522524	0,002380425	1,52645
65,1351	0,19523	0,003407406	0,003215459	2,15317	0,16085	0,002807362	0,002649217	2,15317
78,2291	0,17233	0,003007726	0,002838294	2,52349	0,17381	0,003033557	0,002862669	2,52349

Fonte: Próprio autor

Da mesma forma como encontrado na análise da outra liga, a amostra cuja o coeficiente angular da curva é menor foi a amostra tratada com o *Uphill Quenching*. Conforme ilustrado na Figura 49 a), b) e c).

Figura 49 – Curvas do método de Williamson-Hall – Liga AA-7075

a) Amostra solubilizada b) Amostra Crio c) Amostra *Uphill*



Fonte: Próprio autor

Os resultados indicados na Tabela 15 foram extraídos com a ajuda do software *Origin*. Pode-se observar que, assim como os valores encontrados para a liga AA-6063, os valores de deformação para a amostra *Uphill* foram os menores encontrados de $\epsilon = 5,05\text{E-}04$.

Tabela 15 – Resultado do método Williamson-Hall - 7075

	Amostra S	Amostra C	Amostra U
Tamanho do Cristalito	127 nm	103 nm	91,7 nm
Deformação ϵ	1,36E-03	6,67E-04	5,05E-04

Fonte: Próprio autor

Pode-se observar que os valores encontrados para a amostra Crio e a amostra *Uphill* possuem valores bem próximos de deformação ϵ . Porém analisando a Figura 49 b) e c), fica evidente que os pontos encontrados para o tratamento *Uphill* estão muito mais próximos da curva traçada. Este comportamento é típico para as amostras cujo os valores de deformações são menores.

Os valores encontrados pelo o método para os 2 materiais nos indicam que os tratamentos criogênicos diminuem as deformações do cristalito. Esta deformação pode estar associada a tensões residuais nos materiais, portanto, as tensões residuais são menores quando aplicado os tratamentos criogênicos, o que está de acordo com estudos relacionados com tratamentos para redução de tensões residuais (63) (68) (70).

As análises realizadas possuem um sentido mais qualitativo do que quantitativo, de qualquer forma, é possível afirmar que a deformação do cristalito nas amostras tratadas com *Uphill Quenching* é menor do que nas amostras com outros tratamentos térmicos. Esta diminuição de deformação do cristalito justifica o aumento de ductilidade observado na conformação mecânica, onde, foi possível uma maior redução de espessura utilizando os mesmos parâmetros do que em outros tratamentos.

7 CONCLUSÕES

Este trabalho investigou o comportamento das ligas de alumínio AA-6063 e AA-7075 quando submetida a tratamento térmicos de criogenia, com a utilização do tratamento criogênico e o tratamento *Uphill Quenching*, utilizado para alívio de tensões, e com os experimentos e análises realizadas é possível concluir que:

- Os tratamentos criogênicos alteram a microestrutura das ligas, estabilizando a fase α -Al-Fe-Si nos materiais, além de aumentar o número de ilhas dessa fase na matriz metálica das ligas;
- O tratamento *Uphill Quenching* altera a morfologia dos precipitados intermetálicos das ligas, deixando a sua forma mais alongada do que os outros tratamentos. Também ocorre aumento no número destes precipitados alongados com a utilização deste tratamento, quando comparado com os demais;
- As microdurezas encontradas com as aplicações dos tratamentos criogênicos são típicas de materiais no estado T6, de envelhecimento artificial, para a liga AA-7075. Houve solubilização inadequada para a liga AA-6063, onde foi comprovada que a liga se encontra no estado superenvelhecido. Após a conformação não houve alteração significativa nos valores máximos de microdurezas;
- As amostras tratadas com *Uphill Quenching* foram as amostras que obtiveram a maior redução de seção, com um aumento, coincidentemente, de 3,8% para os 2 materiais, quando comparado aos materiais solubilizados. O tratamento criogênico também obteve maior redução de seção do que as amostras solubilizadas;
- Na difração de raios X foi possível confirmar o estado de superenvelhecimento da liga AA-6063, observando os picos de difração referentes à Zona de G-P na amostra solubilizada. As amostras tratadas com *Uphill Quenching* foram as amostras que apresentaram maior número de picos referentes a sequência de formação dos precipitados coerentes nos materiais;
- Utilizando o método de *Williamson-Hall* foi comprovado a menor deformação do cristalito para as amostras tratadas criogenicamente. As amostras

tratadas com *Uphill Quenching* foram as que apresentaram menor deformação do cristalito.

8 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Como sugestões para trabalhos futuros, é possível destacar os seguintes pontos:

- Utilização de outros parâmetros para o tratamento *Uphill Quenching*, com utilização de fluidos que permitem maior troca térmica e maior alívio de tensões residuais;
- Aplicação de outro método (destrutivo ou não destrutivo) para medições de tensões residuais;
- Fabricação corpos de provas compatíveis para a realização de ensaio de tração;
- Realização de ensaios de fadiga;
- Realização de ensaios de desgaste abrasivo;
- Utilizar outros processos ou parâmetros de conformação;
- Obtenção do espectro de DRX após conformação mecânica, para verificação da presença dos picos dos precipitados.

REFERÊNCIAS

- 1 ASHIUCHI, E. S. **Efeitos do tratamento criogênico profundo e do revestimento de CrN por PVD no na microabrasão da liga de alumínio AA 6101-T4**. Universidade de Brasília. Brasília. 2016.
- 2 CORAINI, R.; KOBAYASH, Y. **Soldagem GMAW-P robotizada de alumínio: influência do tipo de chanfro, tecimento e sentido de laminação na distorção angular**. Universidade Estadual Paulista. Bauru. 2011.
- 3 SIDDIQUI, R. A.; ABDULLAH, H. A.; AL-BELUSHI, K. R. Influence of aging parameters on the mechanical properties of 6063 aluminium alloy. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 102, n. 1, 2000. p. 234-240.
- 4 SOARES, M. R. **Efeitos dos ciclos de envelhecimento no comportamento de ligas de alumínio**. Universidade de Aveiro. Aveiro. 2009.
- 5 LUGSCHEIDER, E. et al. PVD coatings on aluminium substrates. **Surface and Coatings Technology**, p. 497–502, 1995.
- 6 CALLISTER, W. D. J. **Fundamentos da Ciência e Engenharia de Materiais**. 2a. ed. [S.I.]: LTC Editora, 2002.
- 7 MARTINS, M. M. M. **Estudo do comportamento das ligas de alumínio 6061 e 6082**. Universidade de Aveiro. Aveiro. 2008.
- 8 CHONG, G. A. O. E. A. Effect of thermo-mechanical treatment process on microstructure and mechanical properties of 2A97 Al-Li alloy. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 24, n. 7, p. 2196-2202, 2014.
- 9 ZANGRANDI, A. Alumínio e suas ligas: fundamentos metalúrgicos e tecnológicos. **Lorena: Instituto Santa Teresa**, p. 16-17, 2008.
- 10 MOREIRA, L. T. S. **A influência da aplicação de fluído de corte no torneamento da liga de alumínio AA 7075**. Universidade de São Paulo. São Paulo. 2012.
- 11 OLIVEIRA, R. R. D. **Avaliação da tensão residual em Alumínio 7050 conformado pelo processo peen forming**. 2011. Universidade de São Paulo. São Paulo. 2011.

- 12 5J, M.-H. **Mettalic materials and elements for aerospace vehicle structures**. [S.l.]: Department of Defense of United States of America, 2003.
- 13 CAPELARI, T. V.; MAZZAFERRO, J. A. E. Avaliação da geometria de ferramenta e parâmetros do processo FSW na soldagem da liga de alumínio AA 5052. **Revista Soldagem e Inspeção**, São Paulo, v. 14, n. 3, p. 215-227, 2009.
- 14 KHODIR, S. A.; HIBAYANAGI, T. Friction stir welding of dissimilar AA2024 and AA7075 aluminum alloys. **Materials Science and Engineering**, v. 148, n. 1, p. 82-87, 2008.
- 15 SATO, Y. S. E. A. Microstructural evolution of 6063 aluminum during friction-stir welding. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 30, n. 9, p. 2429-2437, 1999.
- 16 ESPÓSITO, I. M. **Caracterização e cinética de recristalização da liga de alumínio 6063 após tratamentos termomecânicos**. Universidade de São Paulo. São Paulo. 2006.
- 17 SANTOS, R. G. D. **Estudo da influência da aplicação do fluido de corte no torneamento da liga de alumínio AA7075**. Universidade Estadual Paulista. Guaratinguetá. 2011.
- 18 RENDIGS, K. H. Aluminium structures used in aerospace-status and prospects. **Materials Science Forum. Trans Tech Publications**, v. 242, p. 11-24, 1997.
- 19 HEINZ, A. E. A. Recent development in aluminium alloys for aerospace applications. **Materials Science and Engineering: A**, v. 280, n. 1, p. 102-107, 2000.
- 20 WILLIAMS, J. C.; STARKE, , E. A. Progress in structural materials for aerospace systems. **Acta Materialia**, v. 51, n. 19, p. 5775-5799, 2003.
- 21 TRIVEÑO, C.; DE LIMA, R. L. **Avaliação da liga 7075-T651 fundida em molde de areia**. Universidade Federal de Mato Grosso. Rondonópolis. 2010.
- 22 POLMEAR, I. E. A. **Light alloys: metallurgy of the light metals**. 15. ed. Cambridge: Butterworth-Heinemann, 2017.

- 23 MENG, Q.; FRANKEL, G. S. Effect of Cu content on corrosion behavior of 7xxx series aluminum alloys. **Journal of The Electrochemical Society**, v. 151, n. 5, p. B271-B283, 2004.
- 24 HELBY, M. Aluminium extrusions: a flexible approach to construction. **Materials World**, v. 1, n. 2, p. 101-102, 1993.
- 25 TANIHATA, H. E. A. Effect of casting and homogenizing treatment conditions on the formation of Al-Fe-Si intermetallic compounds in 6063 Al-Mg-Si alloys. **Journal of Materials Science**, v. 34, n. 6, p. 1205-1210, 1999.
- 26 ZAJAC, S. E. A. Microstructure control and extrudability of Al-Mg-Si alloys microalloyed with manganese. Materials science and technology. **Materials science and technology**, v. 10, n. 4, p. 323-333, 1994.
- 27 SUTERIO, R. E. A. **Medição de Tensões Residuais por Identação associada à Holografia Eletrônica**. Universidade Federal de Santa Catarina. [S.l.]. 2005.
- 28 SOUZA, D. A. **Determinação de Tensões Residuais em Materiais Metálicos por meio de Ensaio de Dureza**. Universidade Federal de São João Del-Rei. São João Del-Rei. 2012.
- 29 REIS, F. A. R. D. C. E. A. **Medição de tensões residuais com indentador instrumentado e interferômetro radial**. Universidade Federal de Santa Catarina. [S.l.]. 2012.
- 30 CALLE GONZALES, M. A. **Análise numérico-experimental das tensões residuais induzidas por jateamento com granalha em molas automotivas**. Universidade de São Paulo. São Paulo. 2008.
- 31 MELADO, M. C. **Estudo das Tensões Residuais e Caracterização das Propriedades Mecânicas e Microestruturais de Juntas Soldadas de Liga de Alumínio AA5086**. Universidade Federal Fluminense. Niterói. 2014.
- 32 ROBINSON, J. S.; TANNER, D. A. Residual stress development and relief in high strength aluminium alloys using standard and retrogression thermal treatments. **Materials science and technology**, v. 19, n. 4, p. 512-518, 2003.

- 33 ROBINSON, J. S. E. A. The influence of quench sensitivity on residual stresses in the aluminium alloys 7010 and 7075. **Materials characterization**, v. 65, p. 73-85, 2012.
- 34 CURTIS, S. A. E. A. Predicting the interfaces between fatigue crack growth regimes in 7150-T651 aluminium alloy using the fatigue damage map. **Materials Science and Engineering: A**, v. 344, n. 1, p. 79-85, 2003.
- 35 BARBOSA, L. D. M. **Influência da taxa de aquecimento no tratamento térmico de Solubilização da liga Al 7075**. Universidade Federal de Itajubá. Itajubá. 2014.
- 36 GUBICZA, J. E. A. The effect of severe plastic deformation on precipitation in supersaturated Al–Zn–Mg alloys. **Materials Science and Engineering: A**, v. 460, p. 77-85, 2007.
- 37 JAYAGANTHAN, R.; PANIGRAHI, S. K. Effect of cryorolling strain on precipitation kinetics of Al 7075 alloy. **Materials Science Forum**, p. 911-916, 2008.
- 38 ZHAO, Y. H. E. A. Microstructures and mechanical properties of ultrafine grained 7075 Al alloy processed by ECAP and their evolutions during annealing. **Acta Materialia**, v. 52, n. 15, p. 4589-4599, 2004.
- 39 ZHAO, Y. E. A. **Structure and property evolutions of ECAPed 7075 Al alloy during annealing**. Los Alamos National Laboratory. [S.l.]: [s.n.]. 2004.
- 40 YASSAR, R. S.; FIELD, D. P.; WEILAND, H. The effect of cold deformation on the kinetics of the β "precipitates in an Al-Mg-Si alloy. **Metallurgical and materials transactions A**, v. 36, n. 8, p. 2059-2065, 2005.
- 41 WERT, J. A. E. A. Grain refinement in 7075 aluminum by thermomechanical processing. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 12, n. 7, p. 1267-1276, 1981.
- 42 KIM, H. H.; KANG, C. G. Evaluation of precipitation hardening characteristics of rheology-forged Al 7075 aluminum alloy using nano-or microindentation and atomic force microscopy. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 41, n. 3, p. 696-705, 2010.

43 IBRAHIM, M. F. E. A. Optimizing the Heat Treatment of High-Strength 7075-Type Wrought Alloys: A Metallographic Study. **International Journal of Metalcasting**, v. 10, n. 3, p. 264-275, 2016.

44 LI, J.-F. E. A. Mechanical properties, corrosion behaviors and microstructures of 7075 aluminium alloy with various aging treatments. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 18, n. 4, p. 755-762, 2009.

45 CHEN, K.-H.; HUANG, L.-P. Effect of high-temperature pre-precipitation on microstructure and properties of 7055 aluminum alloy. **Trans Nonferrous Met Soc China**, v. 13, n. 4, p. 750-754, 2003.

46 HUANG, L. P. E. A. Influence of high-temperature pre-precipitation on local corrosion behaviors of Al–Zn–Mg alloy. **Scripta Materialia**, v. 56, n. 4, p. 305-308, 2007.

47 LUMLEY, R. N.; POLMEAR, I. J.; MORTON, A. J. Development of properties during secondary ageing of aluminium alloys. **Materials Science Forum**, p. 303-308, 2003.

48 PRIME, M. B.; HILL, M. R. Residual stress, stress relief, and inhomogeneity in aluminum plate. **Scripta Materialia**, v. 46, n. 1, p. 77-82, 2002.

49 FARINA, P. F. D. S. **Efeito das adições de tratamentos criogênicos e de alívio de tensões no ciclo térmico do aço ferramenta AISI D2**. Universidade de São Paulo. São Paulo. 2011.

50 SILVA, S. E. T. P. **Análise das Propriedades Mecânicas e Estruturais do Aço SAE 4140 submetido a tratamento criogênico**. Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro. 2010.

51 ASHIUCHI, E. S. **Influência do tratamento criogênico na fadiga sob condições de fretting no AL 7050-T7451**. Universidade de Brasília. Brasília. 2012.

52 CANALE, L. D. C. F.; TOTTEN, G. E.; MESQUITA, R. A. **Failure analysis of heat treated steel components**. [S.l.]: ASM international, 2008.

53 EBONI, G. A. E. A. **Efeito do processamento criogênico na microestrutura e propriedades mecânicas do aço SAE M2 temperado e revenido**. Universidade Federal de Santa Catarina. [S.l.]. 2010.

- 54 DA SILVA, F. J. E. A. **Influência do Tratamento Criogênico no Desempenho de Ferramentas de Aço Rápido**. Universidade Federal de Uberlândia. [S.l.]. 1999.
- 55 GOBBI, S. J. **Influência do tratamento criogênico na resistência ao desgaste do aço para Trabalho a frio AISI D2**. Universidade de Brasília. Brasília. 2010.
- 56 ALMEIDA, R. R. D. **Influência do tempo de encharque do tratamento do tratamento criogênico no módulo elástico e no amortecimento de uma liga NiTi em função da temperatura**. Universidade de Brasília. Brasília. 2016.
- 57 LBANO, F. B. L. **Influência de tratamento criogênico nas propriedades termomecânicas de ligas NiTi**. Universidade de Brasília. Brasília. 2013.
- 58 PANIGRAHI, S. K.; JAYAGANTHAN, R. Effect of rolling temperature on microstructure and mechanical properties of 6063 Al alloy. **Materials Science and Engineering: A**, v. 492, n. 1-2, p. 300-305, 2008.
- 59 PANIGRAHI, S. K.; JAYAGANTHAN, R. Development of ultrafine grained high strength age hardenable Al 7075 alloy by cryorolling. **Materials & Design**, v. 32, n. 6, p. 3150-3160, 2011.
- 60 PANIGRAHI, S. K.; JAYAGANTHAN, R. Development of ultrafine-grained Al 6063 alloy by cryorolling with the optimized initial heat treatment conditions. **Materials & Design**, v. 32, n. 4, p. 2172-2180, 2011.
- 61 SHANMUGASUNDARAM, T.; MURTY, B. S.; SARMA, V. S. Development of ultrafine grained high strength Al–Cu alloy by cryorolling. **Scripta Materialia**, v. 54, n. 12, p. 2013-2017, 2006.
- 62 LEE, Y. B. E. A. Effect of annealing temperature on microstructures and mechanical properties of a 5083 Al alloy deformed at cryogenic temperature. **Scripta materialia**, v. 51, n. 4, p. 355-359, 2004.
- 63 SIMENCIO, E. C. A.; CANALE, L. C. F; TOTTEN, G. E. Uphill quenching of aluminium: a process overview. **International Heat Treatment and Surface Engineering**, v. 5, n. 1, p. 26-30, 2011.
- 64 CROUCHER, T. Minimizing machining distortion in aluminum alloys through successful application of uphill quenching—a process overview. **Quenching and Cooling, Residual Stress and Distortion Control**. ASTM International, 2010.

- 65 TOTTEN, G. E.; MACKENZIE, D. S. **Handbook of Aluminum:** Vol. 1: Physical Metallurgy and Processes. [S.l.]: CRC Press, v. 1, 2003.
- 66 BLACKWOOD, R. R. E. A. Reducing aluminum distortion with Type I quenchants. **Metal Heat Treating**, p. 28-31, 1996.
- 67 TANNER, D. A.; ROBINSON, J. S. Modelling stress reduction techniques of cold compression and stretching in wrought aluminium alloy products. **Finite elements in analysis and design**, v. 39, n. 5-6, p. 369-386, 2003.
- 68 LADOS, D. A.; APELIAN, D.; WANG, L. Minimization of residual stress in heat-treated Al–Si–Mg cast alloys using uphill quenching: Mechanisms and effects on static and dynamic properties. **Materials Science and Engineering: A**, v. 527, n. 13, p. 3159-3165, 2010.
- 69 PELLMAN, M. A. E. A. **Vapor phase uphill quenching of metal alloys using fluorochemicals**. U.S. Patent n. 4,968,358, 6 Novembre 1990.
- 70 WANG, Q.-C.; WANG, L. T.; PENG, W. Thermal stress relief in 7050 aluminum forgings by uphill quenching. **Materials Science Forum**, p. 97-101, 2005.

APÊNDICE 1 – RESULTADO DA ESPECTROMETRIA DE EMISSÃO ÓPTICA

Alloy	: Al_100		Mode	: PA 15/8/2017 11:35:25			
	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn
1	97,5	0,368	0,865	0,124	0,0578	0,381	0,567
2	97,6	0,347	0,838	0,123	0,0583	0,380	0,564
3	97,6	0,345	0,835	0,124	0,0575	0,385	0,574
Average	97,6	0,353	0,846	0,124	0,0579	0,382	0,568
	Cr	Ni	Ti	Be	Ca	Li	Pb
1	0,0258	0,0094	0,0193	< 0,0001	0,0039	< 0,0001	0,0063
2	0,0260	0,0098	0,0199	< 0,0001	0,0031	< 0,0001	0,0059
3	0,0252	0,0093	0,0190	< 0,0001	0,0022	< 0,0001	0,0066
Average	0,0257	0,0095	0,0194	< 0,0001	0,0031	< 0,0001	0,0063
	Sn	Sr	V	Na	Bi	Zr	B
1	0,0036	< 0,0001	0,0056	0,0001	< 0,0015	0,0025	0,0037
2	0,0039	< 0,0001	0,0057	0,0001	< 0,0015	0,0041	0,0021
3	0,0041	< 0,0001	0,0057	0,0020	< 0,0015	0,0039	0,0016
Average	0,0038	< 0,0001	0,0057	0,0007	< 0,0015	0,0035	0,0025
	Ga	Cd	Co	Ag	Hg	In	Sb
1	0,0112	0,0005	< 0,0010	0,0009	< 0,0010	< 0,0100	< 0,0050
2	0,0113	0,0005	< 0,0010	0,0009	< 0,0010	< 0,0100	< 0,0050
3	0,0119	0,0004	< 0,0010	0,0010	< 0,0010	< 0,0100	< 0,0050
Average	0,0115	0,0005	< 0,0010	0,0010	< 0,0010	< 0,0100	< 0,0050
	P	Ce	La				
1	0,0047	< 0,0006	0,0025				
2	0,0041	< 0,0006	0,0026				
3	0,0037	< 0,0006	0,0027				
Average	0,0042	< 0,0006	0,0026				

Alloy	: AL_500		Mode	: PA 15/8/2017 11:25:58			
	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn
1	89,4	0,0839	0,354	1,48	0,0180	2,27	6,04
2	89,4	0,0932	0,355	1,53	0,0171	2,26	6,01
3	89,4	0,0838	0,364	1,39	0,0182	2,35	6,04
Average	89,4	0,0870	0,358	1,47	0,0178	2,29	6,03
	Cr	Ni	Ti	Be	Ca	Li	Pb
1	0,204	0,0033	0,0675	< 0,0001	0,0058	< 0,0001	0,0028
2	0,199	0,0032	0,0683	< 0,0001	0,0046	< 0,0001	0,0026
3	0,196	0,0030	0,0675	< 0,0001	0,0016	< 0,0001	0,0020
Average	0,200	0,0031	0,0678	< 0,0001	0,0040	< 0,0001	0,0025
	Sn	Sr	V	Na	Bi	Zr	B
1	0,0013	< 0,0001	0,0123	0,0092	< 0,0015	0,0016	0,0015
2	0,0013	< 0,0001	0,0121	0,0052	< 0,0015	0,0015	0,0033
3	0,0009	< 0,0001	0,0117	0,0036	< 0,0015	0,0012	0,0017
Average	0,0012	< 0,0001	0,0120	0,0060	< 0,0015	0,0015	0,0021
	Ga	Cd	Co	Ag	Hg	In	Sb
1	0,0133	< 0,0003	0,0016	0,0026	0,0025	< 0,0100	< 0,0050
2	0,0135	0,0003	0,0017	0,0028	0,0027	< 0,0100	< 0,0050
3	0,0135	< 0,0003	0,0015	0,0026	0,0028	< 0,0100	< 0,0050
Average	0,0134	< 0,0003	0,0016	0,0027	0,0027	< 0,0100	< 0,0050
	P	Ce	La				
1	0,0040	< 0,0006	0,0034				
2	0,0034	< 0,0006	0,0035				
3	0,0036	< 0,0006	0,0036				
Average	0,0037	< 0,0006	0,0035				