

AELCIO ZANGRANDI

UM ESTUDO SOBRE O ENDURECIMENTO, O PROCESSAMENTO E  
PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UMA LIGA DE ALUMÍNIO DA  
SÉRIE 3XXX TIPO AA 3104 COM ADIÇÕES DE ZINCO

Tese apresentada ao Departamento de  
Materiais e Tecnologia da Faculdade de  
Engenharia do Campus de Guaratinguetá,  
Universidade Estadual Paulista, como parte  
dos requisitos para a obtenção do título de  
Livre-Docente em Propriedades Mecânicas  
dos Materiais, do Curso de Pós-Graduação.

Guaratinguetá  
2006

Z29e	<p>Zangrandi, Aelcio Um estudo sobre o endurecimento, o processamento e propriedades mecânicas de uma liga de alumínio da série 3xxx do tipo AA 3104 com adições de zinco / Aelcio Zangrandi.- Guaratinguetá : [s.n.], 2006 140f.: il. Bibliografia: f. 134-140</p> <p>Tese (Livre-Docência) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, 2006</p> <p>1. Metalurgia de liga de alumínio I. Título</p>
------	--

CDU 669

UNESP  UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA  
Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá

**UM ESTUDO SOBRE O ENDURECIMENTO, O PROCESSAMENTO E  
PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UMA LIGA DE ALUMÍNIO DA SÉRIE  
3XXX DO TIPO AA 3104 COM ADIÇÕES DE ZINCO**

*AELCIO ZANGRANDI*

ESTA TESE FOI JULGADA ADEQUADA COMO PARTE DOS REQUISITOS PARA A

OBTENÇÃO DO TÍTULO DE

**“LIVRE-DOCENTE EM PROPRIEDADES MECÂNICAS DOS MATERIAIS”**

DEPARTAMENTO: MATERIAIS E TECNOLOGIA

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: PROJETOS E MATERIAIS

***BANCA EXAMINADORA:***

Prof. Dr. Dirceu Spinelli  
USP- São Carlos

Prof. Dr. Helio Goldenstein  
USP - São Paulo

Prof. Dr<sup>a</sup>. Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia  
UNICAMP - DEMa

Prof. Dr. Ruis Camargo Tokimatsu  
UNESP-FEIS

Prof. Dr. Luiz Rogério de Oliveira Hein  
UNESP- FEG

Dezembro de 2006

**DADOS CURRICULARES****AELCIO ZANGRANDI**

NASCIMENTO	16.04.1947 – GUARATINGUETÁ / SP
FILIAÇÃO	José Zangrandi Maria Molina Zangrandi
1969/1973	Curso de Graduação em Engenharia Mecânica, Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá – UNESP
1977/1983	Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, nível de Mestrado, no Instituto Tecnológico de Aeroanática – ITA (São José dos Campos, SP)
1984/1988	Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, nível de Doutorado na Faculdade de Engenharia de Campinas – UNICAMP (Campinas, SP)

Em especial a Deus, que me concedeu a vida com saúde, aos meus pais, pela formação pessoal, aos mestres pela formação profissional, aos amigos pelo incentivo nos momentos de incertezas.

## AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a Deus, fonte da vida, que me concedeu as forças e a luz necessárias para enfrentar e vencer desafios, e por ter permitido que encontrasse a colaboração de pessoas amigas em determinadas fases deste trabalho.

Ao meus pais José Zangrandi e Maria Molina Zangrandi (*in memoriam*), que apesar das dificuldades, sempre me incentivaram nos estudos, sem os quais seria praticamente impossível a realização deste trabalho.

À Novelis do Brasil Ltda. que disponibilizou o Laboratório de Espectometria de Emissão Ótica, para a realização das análises químicas das amostras, e o Centro de Tecnologia da Latas, para a execução dos ensaios de tração.

Ao engenheiro Wailton de Carvalho assim como aos técnicos do Laboratório de Espectometria de Emissão Ótica Gabriel e Ewerton, pela realização das análises químicas, e ao engenheiro Marcelo Moura Pires, pela execução dos ensaios de tração.

Ao Departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de Lorena, USP, que disponibilizou o laminador de alta precisão, possibilitando realizar os processos de laminação a quente e a frio da liga, além do Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura, para a realização das análises da microestruturais das amostras.

Em particular, ao professor Dr. Carlos Alberto Baldan, pela realização da laminação a quente e a frio da liga, e ao professor Dr. Durval Rodrigues Júnior, pela análise microestrutural das amostras com auxílio do MEV.

Ao Departamento de Materiais e Tecnologia da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, UNESP, pela realização dos tratamentos térmicos e confecção dos corpos de prova utilizados nos ensaios de tração.

Ao professor Dr. Rogerio de Oliveira Hein pelo tratamento estatístico e análise das imagens obtidas por MEV.

Particularmente, aos técnicos Odir Vieira da Silva, Eli de Almeida Fornitano e José Manoel Bernardes pela confecção dos corpos de prova de tração.

Finalmente, a todos que contribuíram de uma maneira direta ou indireta para o desenvolvimento deste trabalho.

Nenhuma mente que se abre  
para uma nova idéia voltará a  
ter o tamanho original.

Albert Einstein

ZANGRANDI, A. **Um estudo sobre o endurecimento, o processamento e propriedades mecânicas de uma liga de alumínio da série 3xxx do tipo AA 3104 com adições de zinco.** 2006. 140f. Tese (Livre-Docência em Propriedades Mecânicas dos Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2006.

## RESUMO

Modificações na composição química e no processamento termomecânico têm sido algumas das várias alternativas estudadas, para melhorar o desempenho de ligas de alumínio tradicionais. Neste trabalho foi modificada a composição de uma liga Al-Mn-Mg do tipo AA 3104, endurecível por deformação, adicionando-se diversos teores de zinco, transformando-a numa liga Al-Mn-Mg-(Zn), endurecível por precipitação. O objetivo foi estudar e quantificar os efeitos do zinco sobre o processamento termomecânico e as propriedades mecânicas da liga modificada. Ligas com teores de zinco entre 0,03 a 1,52% foram fundidas e processadas obtendo-se um encruamento semelhante a condição H-19 industrial, denominada rota R. Ligas com teores de zinco entre 1,14 a 2,17% foram fundidas e processadas segundo três diferentes rotas: na rota S, o recozimento da rota R foi substituído por solubilização antes da laminação a frio; nas rotas E3H e E6H, as tiras laminadas a frio foram envelhecidas em dois estágios: 121°C por três horas para as duas rotas, mais três horas para a rota E3H e seis para a rota E6H a 163 °C. A tensão de escoamento ( $\sigma_e$ ) e a resistência à tração ( $\sigma_t$ ) para a rota R aumentaram da ordem de 18% e 19%, respectivamente, com o aumento do teor de zinco, enquanto o alongamento ( $\epsilon$ ) permaneceu em torno de 4,5%. As propriedades mecânicas  $\sigma_e$ ,  $\sigma_t$  e  $\epsilon$  aumentaram em torno de 25%, 31% e 27%, respectivamente, para a rota S. Considerando concentrações aproximadamente iguais de zinco, não foram verificadas diferenças significativas para  $\sigma_e$  e  $\sigma_t$  entre as rotas R e S, no entanto, a rota S apresentou alongamento médio maior que a rota R da ordem 44%. Os menores valores de  $\sigma_e$  e  $\sigma_t$  e os maiores valores de  $\epsilon$  foram obtidos para a rota E6H.

**PALAVRAS-CHAVE:** zinco, liga AA 3104, processamento, propriedades mecânicas

ZANGRANDI, A. **A study on the hardening, processing and mechanical properties of a 3xxx series aluminum alloy of the type AA 3104 with zinc additions.** 2006. 140p. Thesis (Post-Doctorate in Mechanical Properties of the Materials) – Faculty of Engineering of the Guaratinguetá Campus, University of the São Paulo State, Guaratinguetá, 2006.

## **ABSTRACT**

Modifications in the chemical composition and on thermomechanical processing have been among various alternatives to improve the performance of the traditional alloys. In this work the composition of a Al-Mn-Mg non-heat treatable alloy of the type AA3104 has been modified by the addition of various zinc contents to transform it in a Al-Mn-Mg-(Zn) precipitation heat treating alloy. The aim of this work was to study and to value the effects of zinc additions on thermomechanical processing and mechanical properties of the modified alloy. In the R route, alloys containing zinc, varying from 0.03 to 1.52%, after cast were processed to achieve a cold rolled condition similar to industrial H19 temper. Alloys containing zinc, varying from 1.14 to 2.17%, after cast were processed according to three different routes: a) the S route substituted the annealing of the R route by solution heat treatment and quenching, before cold rolling; b) for E3H and E6H routes, the cold rolling strips were heat treated in two-step aging, which consisted of 3 h at 121°C for two routes, plus 3 h at 163 °C for E3H and 6 h for E6H. It was found that for R route the yield strength ( $\sigma_e$ ) and the ultimate tensile strength ( $\sigma_t$ ) increased on average for 18% and 19%, respectively, as the zinc content increased from 0.03 to 1.52%, whereas the elongation ( $\epsilon$ ) held almost constant on average for 4,5%. The mechanical properties  $\sigma_e$ ,  $\sigma_t$  and  $\epsilon$  for S route increased about 25%, 31% and 27%, respectively. Approximately equal amounts of zinc didn't cause significative differences for  $\sigma_e$  and  $\sigma_t$  among S and R routes, however, the average elongation of the S route was higher than R route about 44%. The lowest values for  $\sigma_e$  and  $\sigma_t$  and consequently the highest for  $\epsilon$  were obtained for E6H route.

**KEY-WORDS:** zinc, AA 3104 alloy, processing, mechanical properties

## SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS .....	XII
LISTA DE TABELAS .....	XVI
LISTA DE QUADROS .....	VXIII
LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS .....	XIX
<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>1</b>
1.1 OBTENÇÃO DO ALUMÍNIO - ASPECTOS HISTÓRICOS .....	1
1.2 EVOLUÇÃO DA INDÚSTRIA DO ALUMÍNIO NO BRASIL .....	2
1.3 PRODUÇÃO E CONSUMO DO ALUMÍNIO - TENDÊNCIA MUNDIAL .....	4
1.4 LIGAS DE ALUMÍNIO - CONSIDERAÇÕES GERAIS .....	5
1.5 JUSTIFICATIVA E OBJETIVOS DO TRABALHO .....	8
1.5.1 <b>Justificativa</b> .....	8
1.5.2 <b>Objetivos</b> .....	10
<b>2 LIGAS DE ALUMÍNIO.....</b>	<b>11</b>
2.1 ELEMENTOS FORMADORES DAS LIGAS DE ALUMÍNIO .....	11
2.2 SOLUBILIDADE DE DIVERSOS ELEMENTOS QUÍMICOS NO ALUMÍNIO .....	12
2.3 CLASSIFICAÇÃO DAS LIGAS DAS LIGAS D ALUMÍNIO .....	14
2.4 IDENTIFICAÇÃO DAS LIGAS DE ALUMÍNIO .....	15
2.4.1 <b>Introdução</b> .....	15
2.4.2 <b>Identificação das ligas de alumínio fundidas</b> .....	15
2.4.3 <b>Designação dos tratamentos térmicos das ligas de alumínio fundidas</b> .....	17
2.4.4 <b>Identificação das ligas de alumínio trabalhadas</b> .....	18
2.4.5 <b>Designação dos tratamentos térmicos das ligas trabalhadas</b> .....	19
2.4.5.1 Designação dos tratamentos térmicos das ligas endurecíveis por precipitação .....	20
2.4.5.2 Designação do endurecimento das ligas endurecíveis por deformação a frio .....	22
<b>3 METALURGIA DAS LIGAS DE ALUMÍNIO .....</b>	<b>25</b>
3.1 INTRODUÇÃO .....	25
3.2 FORMAÇÃO DE SEGUNDA FASE – CONSIDERAÇÕES GERAIS...	25
3.3 ENDURECIMENTO DAS LIGAS NÃO TRATÁVEIS TERMICAMENTE .....	27
3.3.1 <b>Introdução</b> .....	27
3.3.2 <b>Processos de endurecimento</b> .....	29
3.3.2.1 Endurecimento por solução sólida .....	29
3.3.2.2 Endurecimento por dispersão de partículas de segunda fase .....	31
3.3.2.3 Endurecimento por refino do tamanho de grão .....	32
3.3.2.4 Refinadores do tamanho de grão .....	33

3.3.2.5	Endurecimento por deformação plástica a frio ou encruamento .....	34
3.4	ENDURECIMENTO DAS LIGAS TRATÁVEIS TERMICAMENTE ..	36
3.4.1	<b>Introdução</b> .....	36
3.4.2	<b>Tratamento térmico de solubilização</b> .....	37
3.4.3	<b>Tratamentos térmicos de precipitação natural e artificial</b> .....	38
3.4.3.1	Precipitação ou envelhecimento natural .....	38
3.4.3.2	Precipitação ou envelhecimento artificial .....	38
3.4.4	<b>Mecanismos de precipitação</b> .....	40
3.4.4.1	Precipitação heterogênea .....	40
3.4.4.2	Precipitação heterogênea .....	43
3.4.5	<b>Mecanismos de endurecimento das ligas tratáveis termicamente</b> .....	45
3.4.5.1	Mecanismo de endurecimento por zonas de G-P .....	45
3.4.5.2	Mecanismo de endurecimento por precipitados coerentes .....	46
3.4.5.3	Mecanismo de endurecimento por precipitados incoerentes .....	47
3.5	TRATAMENTOS TERMOMECAÑICOS .....	48
3.5.1	<b>Introdução</b> .....	48
3.5.2	<b>Tratamento termomecânico final</b> .....	50
3.6	PROCESSAMENTO DAS CHAPAS DA LIGA DE ALUMÍNIO	
	AA3104 .....	52
3.6.1	<b>Introdução</b> .....	52
3.6.2	<b>Tratamento térmico de homogeneização</b> .....	53
3.6.2.1	Considerações iniciais .....	53
3.6.2.2	Tratamento de homogeneização da liga Al-Mn-Mg do tipo AA 3104 ...	54
3.6.2.3	Tratamento de homogeneização da liga Al-Zn-Mg-Cu .....	56
3.6.3	<b>Laminação a quente</b> .....	58
3.6.3.1	Considerações iniciais .....	58
3.6.3.2	Evolução da microestrutura e textura da liga Al-Mn-Mg laminada a quente .....	59
3.6.4	<b>Laminação a frio</b> .....	61
4	<b>MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	64
4.1	PREPARAÇÃO DA LIGA AA 3104 COM ADIÇÕES DE ZINCO .....	64
4.1.1	<b>Introdução</b> .....	64
4.1.2	<b>Matéria prima e fundição da liga</b> .....	64
4.1.3	<b>Vazamento do metal líquido e identificação dos lingotes</b> .....	65
4.1.4	<b>Preparação das amostras para análises químicas</b> .....	66
4.1.5	<b>Análises químicas</b> .....	67
4.1.6	<b>Usinagem dos lingotes brutos de fusão</b> .....	67
4.1.7	<b>Tratamento térmico de homogeneização</b> .....	69
4.2	AVALIAÇÃO DO EFEITO ENDURECEDOR DO ZINCO NA LIGA .....	69
4.2.1	<b>Considerações iniciais</b> .....	69
4.2.2	<b>Solubilização dos discos</b> .....	70
4.2.3	<b>Tratamento térmico de envelhecimento ou precipitação</b> .....	70
4.2.4	<b>Monitoramento dos tratamento térmicos</b> .....	73
4.3	LAMINAÇÃO A QUENTE DOS LINGOTES HOMOGENEIZADOS .....	73
4.3.1	<b>Identificação das placas após laminadas a quente</b> .....	74

4.4	PROCESSAMENTO A FRIO DAS PLACAS LAMINADAS A QUENTE .....	75
4.4.1	<b>Recozimento das placas do lote R</b> .....	76
4.4.2	<b>Solubilização das placas do lote S</b> .....	76
4.4.3	<b>Laminação a frio</b> .....	76
4.5	ENSAIOS MECÂNICOS .....	79
4.5.1	<b>Considerações iniciais</b> .....	79
4.5.2	<b>Ensaio de dureza Vickers</b> .....	79
5.5.3	<b>Ensaio de tração e corpos de prova</b> .....	80
4.6	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA E MICROANÁLISE .....	81
4.6.1	<b>Considerações iniciais</b> .....	81
4.6.2	<b>Preparação das amostras e análise por MEV</b> .....	81
5	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES</b> .....	83
5.1	RESULTADOS DAS ANÁLISES QUÍMICAS .....	83
5.2	RESULTADOS DOS ENSAIOS DE DUREZA DA LIGA HOMOGENEIZADA .....	85
5.3	RESULTADOS DOS ENSAIOS DE DUREZA DA LIGA SOLUBILIZADA .....	87
5.4	RESULTADOS DOS ENSAIOS DE DUREZA DA LIGA ENVELHECIDA .....	89
5.5	RESULTADOS DOS ENSAIOS MECÂNICOS APÓS OS PROCESSAMENTOS .....	94
5.5.1	<b>Considerações iniciais</b> .....	94
5.5.2	<b>Resultados dos ensaios de dureza da liga obtida segundo a rota R</b> ...	95
5.5.3	<b>Resultados dos ensaios de dureza da liga obtida pelas rotas S, E3H e E6H</b> .....	98
5.5.4	<b>Resultados dos ensaios de tração da liga obtida segundo a rota R</b> ....	101
5.5.5	<b>Resultados dos ensaios de tração da liga obtida pelas rotas S, E3H e E6H</b> .....	104
5.5.6	<b>Comparação entre as propriedades mecânicas para as quatro rotas estudadas</b> .....	111
5.5.6.1	Comparação da dureza .....	111
5.5.6.2	Comparação das propriedades mecânicas de tração .....	112
5.6	ANÁLISE DAS PARTÍCULAS DE SEGUNDA FASE POR MEV .....	118
5.6.1	<b>Análise de imagens</b> .....	118
5.6.2	<b>Parâmetros descritores do tamanho e morfologia das partículas</b> .....	121
5.6.3	<b>Constituição das partículas de segunda fase</b> .....	124
6	<b>CONCLUSÕES E PROPOSTAS PARA FUTUROS TRABALHOS</b> ...	129
6.1	CONCLUSÕES .....	129
6.2	PROPOSTAS PARA FUTROS TRABALHOS .....	132
	REFERÊNCIAS .....	134

## LISTA DE FIGURAS

FIGURA 2.1 – Ligas de alumínio (binárias, ternárias e quaternária) formadas com os principais elementos de liga. (DEAN, 1990, p.201) .....	11
FIGURA 3.1 – Variação das propriedades mecânicas de tração do alumínio puro em função do teor de manganês. a) Tensão de escoamento e resistência à tração. b) Alongamento. Adaptada. (DAVIS, 2002b, fig. 26, p.44) .....	29
FIGURA 3.2 – Efeito do magnésio sobre as propriedades mecânicas de ligas binárias Al-Mg, ligas ternárias Al-Mg-0,5%Mn e Al-Mg-0,9%Mn recozidas. Adaptada. (DAVIS, 2002b, fig. 4, p.34) .....	30
FIGURA 3.3 – Representação esquemática da seqüência do mecanismo de precipitação homogênea: (a) solução sólida supersaturada, (b) precipitado coerente, (c) precipitado de transição semicoerente e (d) precipitado incoerente de equilíbrio. (HIGGINS, 1982a, p.138) .....	45
FIGURA 3.4 – Representação esquemática do mecanismo de endurecimento por partículas coerentes. (HUMMEL, 1988, p,93) .....	47
FIGURA 3.5 – Representação esquemática do endurecimento por partículas incoerentes pelo mecanismo de Orowan. (HUMMEL, 1988, p.92) .....	47
FIGURA 4.1 – Recipiente para encapsulamento do zinco granulado .....	65
FIGURA 4.2 – Aspecto dos cinco primeiros lingotes no estado bruto de fusão após solidificados .....	66
FIGURA 4.3 – Discos retirados da face de maiores dimensões dos lingotes fundidos, após usinados e feitas as análises químicas .....	67
FIGURA 4.4 – Aspecto dos lingotes após usinados com as novas identificações .....	68
FIGURA 4.5 – Divisão dos discos em setores circulares numerados de 1 a 4 .....	70
FIGURA 4.6 – Lotes de dez setores circulares com diferentes teores de zinco ...	71

FIGURA 4.7 – Esquema ilustrativo, mostrando as temperaturas e tempos utilizados no envelhecimento em dois estágios .....	72
FIGURA 4.8 – Identificação e aspectos das placas laminadas a quente .....	74
FIGURA 4.9 – Aspecto das tiras laminadas a frio após os três primeiros passes .....	77
FIGURA 4.10 – Aspecto final de uma das metades das tiras dos lotes R e S laminadas a frio após o recozimento parcial .....	78
FIGURA 4.11 – Forma e dimensões (mm) dos corpos de prova utilizados para os ensaios de tração. ASTM E 8M (2000) .....	80
FIGURA 5.1 – Variação da dureza Vickers da liga na condição homogeneizada em função do teor de zinco .....	86
FIGURA 5.2 – Variação da dureza Vickers dos discos na condição solubilizada em função da porcentagem de zinco .....	88
FIGURA 5.3 – Variação da dureza Vickers após o envelhecimento, comparada com a condição solubilizada, em função do teor de zinco .....	91
FIGURA 5.4 – Gráfico ilustrativo, mostrando a variação da dureza em função do teor de zinco, para cada tempo de envelhecimento .....	91
FIGURA 5.5 – Variação da dureza da liga laminada a quente e ao final da rota R, em função dos teores de zinco na faixa de 0,03 a 1,52% .....	96
FIGURA 5.6 – Variação da dureza da liga laminada a quente e ao final das rotas S, E3H e E6H, para os teores de zinco na faixa de 1,14 a 2,17% .....	100
FIGURA 5.7 – Propriedades mecânicas da liga processada segundo a rota R, em função dos teores de zinco na faixa de 0,03 a 1,52% .....	102
FIGURA 5.8 – Variação do alongamento da liga processada segundo a rota R, em função dos teores de zinco na faixa de 0,03 a 1,52% .....	103
FIGURA 5.9 – Comportamento das propriedades mecânicas da liga obtida segundo a rota S, para os teores de zinco estudados na faixa de 1,14 a 2,17% .....	107
FIGURA 5.10 – Comportamento das propriedades mecânicas da liga obtida segundo a rota E3H, para os teores de zinco estudados na faixa de 1,34 a 2,17% .....	107

FIGURA 5.11 – Comportamento das propriedades mecânicas da liga obtida segundo a rota E6H, para os teores de zinco estudados na faixa de 1,14 a 2,17% .....	108
FIGURA 5.12 – Variação do alongamento para as rotas S, E3H e E6H, em função dos teores de zinco estudados na faixa de 1,14 a 2,17% ....	109
FIGURA 5.13 – Variação do alongamento para as rotas E3H e E6H, em função dos teores de zinco estudados na faixa de 1,14 a 2,17% .....	110
FIGURA 5.14 – Comparação entre os comportamentos da dureza Vickers da liga, para as quatro rotas de processamento estudadas, em função das respectivas faixas de teores de zinco .....	111
FIGURA 5.15 – Comparação entre os comportamentos da tensão de escoamento da liga, para as quatro rotas de processamento estudadas, em função das respectivas faixas de teores de zinco ....	113
FIGURA 5.16 – Comparação entre os comportamentos da resistência à tração da liga, para as quatro rotas de processamento estudadas, em função das respectivas faixas de teores de zinco .....	114
FIGURA 5.17 – Comparação entre os alongamentos obtidos para as rotas R e S, em função das respectivas faixas estudadas de teores de zinco .....	115
FIGURA 5.18 – Comparação entre os alongamentos obtidos para as quatro rotas de processamento da liga, em função das respectivas faixas estudadas de teores de zinco .....	117
FIGURA 5.19.a – Fotomicrografias das amostras com 0,03 e 0,59% de zinco, para 6 e 12 horas de envelhecimento no segundo estágio. MEV .....	119
FIGURA 5.19.b – Fotomicrografias das amostras com 1,14 e 2,17% de zinco, para 6 e 12 horas de envelhecimento no segundo estágio. MEV .....	120

FIGURA 5.20 – Comportamento do tamanho das partículas (área e diâmetro efetivo) em função do teor de zinco, para 6 e 12 horas de envelhecimento .....	121
FIGURA 5.21 – Comportamento do tamanho das partículas (área) em função do teor de zinco, para 6 e 12 horas de envelhecimento .....	123
FIGURA 5.22 – Variação do número de partículas (globais, alongadas e globulares) em função do teor de zinco, para 6 e 12 horas de envelhecimento .....	123
FIGURA 5.23 – Concentrações de Fe, Mn, Mg, Zn e Si nas partículas e de Zn, Mg e Mn na matriz obtidas por EDS, em função do teor de zinco da liga .....	125
FIGURA 5.24 – Exemplo de um espectro de energia dispersiva (EDS) obtido para uma partícula de segunda fase .....	126

**LISTA DE TABELAS**

TABELA 2.1 – Limite de solubilidade de vários elementos químicos no alumínio. (BROWN; WILLEY, 1990, p.26) .....	13
TABELA 3.1 – Temperaturas e tempos utilizados nos tratamentos térmicos de precipitação artificial (condição T6), para três ligas de alumínio comerciais tratáveis termicamente .....	39
TABELA 3.2 – Processos de homogeneização estudados por Kamat (1996) .....	54
TABELA 4.1 – Correspondência entre as identificações dos lingotes antes e após usinados, com os respectivos teores de zinco .....	69
TABELA 4.2 – Tempos e temperaturas utilizados no tratamento de precipitação em dois estágios dos setores circulares .....	73
TABELA 4.3 – Índices de redução da espessura dos lingotes por cada passe na laminação a quente .....	74
TABELA 4.4 – Nova identificação das placas laminadas a quente, após a usinagem das bordas, e as correlações com as identificações anteriores e respectivas dimensões finais .....	75
TABELA 4.5 – Índices de redução da espessura das placas dos lotes R e S para os três primeiros passes de laminação a frio .....	77
TABELA 4.6 – Índices de redução da espessura das tiras dos lotes R e S, para os três últimos passes, após o recozimento parcial .....	78
TABELA 5.1.a – Resultados das análises químicas em amostras da liga preparada para os estudos da rota R com os diversos teores de zinco .....	83
TABELA 5.1.b – Resultados das análises químicas em amostras da liga preparada para os estudos das rotas S, E3H e E6H com os diversos teores de zinco .....	84
TABELA 5.2 – Dureza Vickers dos lingotes após homogeneizados .....	85
TABELA 5.3 – Dureza Vickers dos discos (figura 4.3) na condição solubilizada .....	87

TABELA 5.4 – Correlação entre porcentagens de zinco estudadas com os respectivos discos, e a formação dos quatro lotes de setores circulares .....	89
TABELA 5.5 – Dureza Vickers dos setores circulares envelhecidos em dois estágios .....	90
TABELA 5.6 – Taxas médias de aumento da dureza relativas à figura 5.4, por intervalos de teores de zinco, para os tempos estudados de envelhecimento .....	92
TABELA 5.7 – Dureza das tiras laminadas a quente e ao final da rota R, para os teores de zinco estudados na faixa de 0,03 a 1,52% .....	96
TABELA 5.8 – Dureza das tiras laminadas a quente e ao final das rotas S, E3H e E6H, para os teores de zinco estudados na faixa de 1,14 a 2,17% .....	98
TABELA 5.9 – Propriedades mecânicas da liga processada segundo a rota R, para os teores de zinco estudados na faixa de 0,03 a 1,52% .....	101
TABELA 5.10 – Propriedades mecânicas da liga processada segundo as rotas S, E3H e E6H para os teores de zinco estudados na faixa de 1,14 a 2,17% .....	104
TABELA 5.11 – Amostras utilizadas nas análises das partículas de segunda fase .....	118
TABELA 5.12 – Parâmetros de tamanho e morfologia das partículas globais ....	121
TABELA 5.13 – Parâmetros descritores do tamanho e morfologia das partículas alongadas .....	122
TABELA 5.14 – Parâmetros descritores do tamanho e morfologia das partículas globulares .....	122
TABELA 5.15 – Concentrações de Fe, Mn, Mg, Zn e Si nas partículas e de Zn, Mg e Mn na matriz obtidas por EDS, em função do teor de zinco na liga .....	124

**LISTA DE QUADROS**

QUADRO 2.1 – Séries de ligas fundidas e seus principais elementos de liga .....	16
QUADRO 2.2 – Designação dos tratamentos térmicos básicos aplicados às ligas de alumínio fundidas .....	17
QUADRO 2.3 – Séries de ligas trabalhadas e seus principais elementos de liga ..	18
QUADRO 2.4 – Designação dos tratamentos térmicos básicos aplicados às ligas de alumínio trabalhadas .....	20
QUADRO 2.5 – Designação dos tratamentos térmicos básicos de endurecimento por precipitação aplicados às ligas de alumínio trabalhadas .....	21
QUADRO 2.6 – Designação das operações básicas de endurecimento aplicadas às ligas de alumínio trabalhadas, não endurecíveis por precipitação .....	22
QUADRO 2.7 – Significado do segundo dígito, indicativo do grau de encruamento nas designações básicas H1, H2 e H3. (DAVIS, 2002a, p.28) .....	23
QUADRO 2.8 – Exemplos de designações de endurecimento com três dígitos, de acordo com a NBR 6835 (2000) .....	24

**LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS**

ABAL	- Associação Brasileira do Alumínio
CBA	- Companhia Brasileira de Alumínio
CFC	- Cúbico de Faces Centradas
CVRD	- Companhia Vale do Rio Doce
E3H	- Envelhecimento de três horas no segundo estágio ao final da rota S
E6H	- Envelhecimento de seis horas no segundo estágio ao final da rota S
EDS	- <i>Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy</i> - Espectroscopia por dispersão de energia de raios-X
G-P	- Guinier-Preston
Ltda.	- Limitada
mesh	- Malha de peneira
MG	- Minas Gerais (estado)
mm	- Milímetro ( $10^{-3}$ m)
NBR	- Norma Brasileira Registrada
nm	- Nanometro ( $10^{-9}$ m)
PA	- Pará (estado)
RJ	- Rio de Janeiro (estado)
Rota R	- Processamento da liga com recozimento antes da laminação a frio
Rota S	- Processamento da liga com solubilização antes da laminação a frio
S. A.	- Sociedade Anônima
SP	- São Paulo (estado)
TMT	- Tratamento Mecânico Térmico
ton	- Tonelada ( $10^3$ kg)
TTM	- Tratamento termomecânico
WDS	- <i>Wavelength Dispersive X-Ray Spectroscopy</i> - Espectroscopia por dispersão de comprimento de onda de raios-X

# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 A OBTENÇÃO DO ALUMÍNIO - ASPECTOS HISTÓRICOS

Segundo Shreve e Brink Jr. (1980), cerca de 8,05% de toda crosta sólida terrestre é constituída de alumínio. Apesar da grande quantidade do metal existente na natureza, o alumínio só é encontrado em compostos, não existe na forma livre.

O alumínio metálico foi isolado pela primeira vez pelo físico e químico dinamarquês Hans Christian Oersted em 1825. O processo de Oersted foi melhorado, posteriormente, pelo químico alemão Fredrich Wöhler, entre 1827 e 1845, tornando-o mais eficiente. No processo de Oersted, um amálgama de potássio com cloreto de alumínio anidro era aquecido, e por destilação do mercúrio do amálgama de alumínio resultante, se obtinha o alumínio. No processo de Wöhler, o amálgama de potássio foi substituído por potássio metálico, e foi desenvolvido um método mais eficiente para desidratar o cloreto de alumínio. (M<sub>C</sub>GEER, 1977).

Em 1845, Wöhler conseguiu preparar pequena quantidade de alumínio, da ordem de 32 mg, suficiente para determinar a sua massa específica e verificar que se tratava de um metal dúctil. (M<sub>C</sub>GEER, 1977).

Em 1854, Henri Sainte-Claire Deville obteve o alumínio a partir do aquecimento do cloreto duplo de sódio e alumínio juntamente com sódio metálico, substituindo assim o cloreto simples de alumínio pelo cloreto duplo e o potássio pelo sódio, um agente redutor mais barato. (SHREVE; BRINK Jr., 1980).

A produção em escala industrial do alumínio por via química pelo processo Deville foi implementada no período de 1855 a 1859, com apoio do imperador Napoleão III, prevendo a possibilidade de uso do alumínio para fins militares. (M<sub>C</sub>GEER, 1977).

O processo de obtenção do alumínio por via química foi utilizado até 1886, durante aproximadamente 35 (trinta e cinco) anos, quando foi substituído com grandes vantagens pelo processo eletrolítico, que permitiu uma redução em mais de 90% no preço do alumínio no mercado. (SHREVE; BRINK Jr., 1980).

O processo eletrolítico atualmente utilizado para a produção industrial do alumínio, a partir da alumina dissolvida na criolita fundida, foi descoberto

simultaneamente em 1886 e de forma independente, na França por Paul Louis Toussaint Heroult e nos Estados Unidos por Charles Martin Hall. (McGEER, 1977).

O processo Hall-Heroult, como se tornou conhecido, permitiu o rápido crescimento da produção do alumínio com menor custo, o que incentivou a criação de novas indústrias secundárias do alumínio e motivou paralelamente as investigações sobre as propriedades do metal com perspectivas de novas aplicações, fatores estes que contribuíram para a expansão e criação de novos mercados consumidores.

## 1.2 A EVOLUÇÃO DA INDÚSTRIA DO ALUMÍNIO NO BRASIL

As primeiras iniciativas para a produção do alumínio no Brasil coincidem com a criação da Elquisa – Eletro Química Brasileira S. A. localizada em Ouro Preto (MG), e da CBA – Companhia Brasileira de Alumínio localizada na cidade Alumínio (SP), antiga Mairinque, próxima a Sorocaba (SP). (HISTÓRIA..., 2006).

A Elquisa – Eletro Química Brasileira S. A. criada em 1934, por dificuldades comerciais começou a produção do alumínio definitivamente em 1938, com apoio do governo Getúlio Vargas e, somente em 1944, durante a Segunda Guerra Mundial, atingiu uma produção em escala industrial. Em 1950, a Elquisa foi adquirida pela Alcan – Aluminum of Canada Limited, a primeira empresa multinacional a ingressar no mercado brasileiro de produção do alumínio primário. (HISTÓRIA..., 2006).

A CBA – Companhia Brasileira de Alumínio fundada em 1941, detentora de reservas de bauxita em Poços de Caldas (MG), foi outra empresa pioneira na produção do alumínio no país e continua em atividades até os dias atuais. Outras empresas, além destas, participaram do crescimento do setor de produção do alumínio no Brasil.

A Alcoa – Aluminum Company of America estabeleceu representação no Brasil em 1915, porém, iniciou suas operações comerciais somente em 1940 e interessou-se pelo mercado brasileiro no início da década de 60, quando adquiriu a Companhia Geral de Minas, detentora de reservas de bauxita em Poços de Caldas. No período de 1967 a 1970 produziu alumínio apenas para o mercado interno. (HISTÓRIA..., 2006).

Em 1967 com a descoberta das grandes reservas de bauxita na Amazônia, a Alcan Alumínio do Brasil Ltda. criou a MRN - Mineração Rio do Norte S. A., localizada no município de Oriximiná (PA).

A MRN, que opera nas áreas de exploração e comercialização da bauxita, posteriormente, foi transformada num consórcio de empresas nacionais e estrangeiras em 1974. As empresas associadas e suas respectivas participações são: a CVRD - Companhia Vale do Rio Doce S. A. (41%), Alcan (19%), CBA (10%) e mais seis empresas internacionais, entre elas a Reynolds e a Billiton, com 5% de participação cada uma delas. (HISTÓRIA..., 2006).

A Valesul Alumínio S. A., quarta empresa produtora de alumínio primário no Brasil, localizada em Santa Cruz no Rio de Janeiro (RJ), criada por iniciativa da CVRD e da Billiton Metais S. A. (hoje BHP Billiton Metais S. A.), iniciou suas operações em 1982, encerrando o período de importações de alumínio.

Em 1984, a Alumar - Consórcio de Alumínio do Maranhão, formado pelas empresas Billiton Metais S. A., Alcoa Alumínio S. A. e Alcan Alumínio do Brasil Ltda. (hoje Novelis do Brasil Ltda.), localizada no Distrito Industrial de São Luís (MA), iniciou a produção de alumina e de alumínio primário para exportação.

Em 1985, a Albras - Alumínio Brasileiro S. A., um consórcio entre a NAAC - Nipon Amazon Aluminium Co. Ltd. e a Aluvale (Vale do Rio Doce Alumínio), localizada no município de Barcarena (PA) iniciou suas operações de produção de alumínio primário em lingotes para exportação. (HISTÓRIA..., 2006).

A CBA, Alcan, Alcoa, Valesul, Alumar e Albras são as principais empresas que constituem o setor de produção do alumínio primário no Brasil, incluindo a extração e processamento químico da bauxita para obtenção da alumina.

O Brasil a partir de 1983 deixou de ser um grande importador de alumínio para tornar-se o sexto maior produtor mundial de alumínio primário. Atualmente, é um dos principais exportadores de alumínio e seus produtos para os Estados Unidos, Japão, Holanda e Bélgica, além de bauxita para os Estados Unidos, Canadá e Irlanda e de alumina para a Noruega, Canadá e Argentina. (ANUÁRIO..., 2005).

Essa participação brasileira de destaque nos setores de produção e exportação de alumínio e seus produtos ocorreu devido a três fatores principais: 1) a existência de

grandes reservas de bauxita no Brasil de excelente qualidade, estimadas em cerca de 3,52 bilhões de ton, 2) os grandes investimentos em expansão e melhorias técnicas nos processos produtivos realizados pelos consórcios de empresas, operando no país e 3) o baixo consumo per capita nacional de alumínio (média de 4,4 kg/hab/ano contra 32,4 kg/hab/ano na Alemanha e Japão e 29,4 kg/hab/ano nos Estados Unidos), média esta que tem garantido o excedente disponível para exportação. (ANUÁRIO..., 2005).

### 1.3 PRODUÇÃO E CONSUMO DO ALUMÍNIO - TENDÊNCIA MUNDIAL

Segundo Subodh et al. (2004), estudos recentes realizados nos Estados Unidos concluíram que a tendência mundial com relação ao consumo de alumínio é continuar crescendo durante os próximos 20 ou 30 anos, para atender a crescente demanda, principalmente, da indústria automobilística e em menor escala do setor de embalagens, da construção civil e de outros setores industriais em desenvolvimento.

A tendência mundial com relação a indústria primária do alumínio, de acordo com os estudos de Subodh et al. (2004), tem sido a incorporação de pequenas empresas por grandes multinacionais, que estão se instalando nos países detentores de reservas de bauxita e com capacidade de geração de energia a um menor custo.

Essa tendência está sendo confirmada no caso do Brasil, com a instalação dos grandes consórcios de empresas multinacionais no país, detentor de enormes reservas de bauxita e grande potencial de geração de energia hidroelétrica.

Por outro lado, nos Estados Unidos, a produção de alumínio primário em dez anos (1992 a 2002) diminuiu da ordem de 33%, enquanto a produção mundial nesse mesmo período cresceu a uma taxa média da ordem de 3,1% ao ano, com os maiores crescimentos ocorrendo no Canadá, Rússia e China. (SUBODH et al., 2004).

Nos países onde a produção do alumínio primário foi reduzida, paralelamente houve um aumento da reciclagem e da importação. Esta tendência foi observada nos Estados Unidos. Com o decréscimo da produção em 2002, por exemplo, a importação de alumínio primário foi da ordem de 40,8% da demanda, a reciclagem somou 30,7% e a produção de alumínio primário completou o restante dos 28,5%.

No período de 40 anos (1960 a 2000), o crescimento da produção de alumínio reciclado nos Estados Unidos cresceu cerca de 760%, um crescimento médio em torno de 19,0% ao ano, passando de  $4,01 \times 10^5$  ton para  $3,45 \times 10^6$  ton. A tendência até 2020 é a oferta de alumínio naquele país ser constituída por 100% de alumínio secundário, oriundo de sucata velha (ou alumínio pós consumo) e sucata nova gerada nos processos de fabricação e refusão de lingotes primários importados.

No Brasil em 2004, a quantidade de alumínio reciclado de vários tipos (sucata recuperada) representou cerca de 38% do consumo interno em produtos transformados de alumínio, enquanto a média mundial foi de 29% no mesmo período. (ANUÁRIO..., 2005).

#### 1.4 LIGAS DE ALUMÍNIO - CONSIDERAÇÕES GERAIS

Elementos de liga são geralmente adicionados ao alumínio para aumentar a sua resistência mecânica. Segundo Dean (1990), existe um grande número de elementos químicos, mais de cem, que em princípio, podem ser adicionados ao alumínio em diversas combinações, para formarem um grande número de ligas (da ordem de milhões), no entanto, são poucos os elementos formadores de ligas de alumínio com algum interesse comercial.

O cobre, o magnésio, o silício, o zinco e o manganês, são os principais elementos, que formam as ligas de alumínio comerciais mais importantes. Além destes, outros elementos, também, são formadores de ligas de alumínio, porém, de uso mais restrito como, por exemplo, o estanho e o lítio. (DEAN, 1990).

Além dos elementos de liga, outros elementos podem ser adicionados às ligas de alumínio com alguma função específica como, por exemplo, o zircônio, que aumenta a temperatura de recristalização e controla o tamanho de grão das ligas Al-Zn-Mg, a prata, que aumenta consideravelmente a resistência mecânica das ligas Al-Cu-Mg solubilizadas e envelhecidas, entre tantos outros exemplos. (DEAN, 1990).

As ligas de alumínio foram classificadas em dois grandes grupos: o grupo das ligas comerciais fundidas ou para fundição e o grupo das ligas comerciais trabalhadas. (SICHA, 1990; DAVIS, 2002d; NOCK, 1990).

As ligas fundidas ou para fundição foram divididas em dois subgrupos:

a) Ligas fundidas não endurecíveis por solubilização. Constituídas pelo alumínio comercialmente puro (99,0% mín. de Al) e pelas ligas básicas binárias das séries (ou famílias) Al-Si e Al-Mg.

b) Ligas fundidas endurecíveis por solubilização e precipitação. Constituídas pelas ligas básicas binárias das séries (ou famílias) Al-Cu, Al-Zn e Al-Sn, mais as ligas ternárias das séries Al-Si-Mg e Al-Si-Cu e as ligas quaternárias da série Al-Si-Cu-Mg.

Algumas ligas das séries Al-Si-Mg e Al-Si-Cu não são tratáveis termicamente por solubilização e precipitação e pertencem ao primeiro subgrupo (SICHA, 1990; DAVIS, 2002d).

As ligas trabalhadas também foram divididas em dois subgrupos:

c) Ligas trabalhadas não endurecíveis por solubilização e precipitação. Constituídas pelo alumínio comercialmente puro (99,0% mín. de Al) e pelas ligas básicas binárias das séries (ou famílias) Al-Mn, Al-Si e Al-Mg.

d) Ligas trabalhadas endurecíveis por solubilização e precipitação. Constituídas pelas ligas básicas binárias das séries (ou famílias) Al-Cu e Al-Zn, mais as ligas ternárias da série Al-Mg-Si. (SICHA, 1990).

O aumento da resistência mecânica das ligas de alumínio trabalhadas, que apresentam uma certa ductilidade, em geral, é conseguido por meio de processos e procedimentos térmicos ou mecânicos, ou combinações envolvendo processos térmicos e mecânicos, capazes de criar barreiras que interferem e restringem o movimento de discordâncias. (HIRTH, 1996).

Os métodos mencionados a seguir, ou combinações entre eles, são os mais comuns utilizados para aumentar a resistência mecânica das ligas de alumínio. (DEAN, 1990; CHENG; ZHAO, 2005).

a) Endurecimento por solução sólida. Em que a simples presença do elemento de liga, dentro dos seus limites de solubilidade na estrutura cristalina do alumínio, interfere no movimento das discordâncias. No entanto, o grau de endurecimento da liga depende do tipo de soluto e da quantidade existente em solução sólida;

b) Endurecimento por dispersão de segunda fase. Ocorre quando a solubilidade do elemento de liga na estrutura cristalina do alumínio é excedido, formando uma

segunda fase incoerente, durante a solidificação, geralmente, um composto intermetálico duro e frágil, dentro da fase contínua da matriz alumínio. Neste caso, a interface incoerente precipitado-matriz restringe o movimento das discordâncias;

c) Endurecimento por precipitação. Elementos de liga dissolvidos numa solução sólida supersaturada são precipitados na forma de partículas submicroscópicas coerentes dentro da matriz.

d) Endurecimento por refino de grão. A equação experimental de Hall-Petch correlaciona o aumento das propriedades mecânicas dureza e tensão de escoamento com o refino de grão. Conrad e Christ (1963) verificaram um aumento da densidade de discordâncias com a redução do tamanho de grão, em amostras de ferro policristalino de alta pureza, para uma mesma porcentagem de deformação.

e) Endurecimento por deformação (ou encruamento). As operações de deformação plástica a frio aumentam a concentração de defeitos na estrutura cristalina da liga, multiplica-se a quantidade de discordâncias, e esse aumento da densidade de discordâncias interfere e restringe o movimento das próprias discordâncias.

Segundo Di Russo et al. (1973) todo processo metalúrgico, que envolve uma combinação de deformação plástica e tratamento térmico, sem a ocorrência de variações alotrópicas, é denominado tratamento mecânico térmico (TMT). No caso das ligas de alumínio, os processos envolvendo uma combinação de deformações plásticas e precipitação são considerados tratamentos termomecânicos (TTM).

Os métodos de endurecimento por deformação plástica e precipitação são muitas vezes empregados conjuntamente como, por exemplo, ocorre com algumas ligas da série Al-Cu, que são deformadas a frio na condição solubilizada, com a finalidade de melhorar a resposta ao processo posterior de endurecimento por precipitação. (HUNSIKER, 1990).

Os conhecimentos adquiridos ao longo dos anos até os dias atuais contribuíram para um melhor entendimento dos mecanismos envolvidos nos processos de endurecimento do alumínio e suas ligas, bem como das correlações que existem entre microestruturas e propriedades mecânicas, permitindo desta forma, a realização das grandes melhorias tecnológicas em praticamente todos os processos produtivos. (HUNSICKER, 1990).

## 1.5 JUSTIFICATIVA E OBJETIVOS DO TRABALHO

### 1.5.1 Justificativa

Segundo Sanders Jr. et al. (2004), durante os últimos 25 anos houve um crescente aumento da quantidade de embalagens de alumínio no mercado e de novos produtos, para a indústria automobilística, assim como também para outros setores industriais.

O maior crescimento no consumo das ligas de alumínio não tratáveis termicamente tem sido no setor de transportes, cujo volume de chapas e folhas praticamente duplicou durante os últimos dez anos. (SANDERS Jr. et al. 2004).

O desenvolvimento de novas ligas não tratáveis termicamente ou a modificação de ligas já existentes tem sido uma preocupação constante dos fabricantes de chapas, para atender a crescente necessidade de aumento da resistência mecânica e da alta produtividade dos processos de fabricação, além de outras características às vezes igualmente importantes como, por exemplo, a aparência do produto final.

Para Sanders Jr. et al. (2004), os parâmetros mais importantes para a seleção de uma liga já existente ou para orientar o desenvolvimento de uma nova liga não tratável termicamente são a resistência mecânica, a conformabilidade (ou ductilidade) e as características superficiais da chapa. A conformabilidade determina a complexidade e a produtividade de uma linha de produção, enquanto as características superficiais da chapa determinam a aparência e a qualidade do acabamento do produto final. Essas propriedades dependem da aplicação específica da liga, e aplicações que exigem alta resistência, em geral, não requerem alta conformabilidade ou qualidade da superfície.

Na construção civil, por exemplo, as chapas devem ter um bom acabamento superficial, para receber pintura posterior, além de razoável conformabilidade e resistência à corrosão. A liga AA 3105 geralmente utilizada, preenche esses requisitos e pode ser produzida pelo processo de reciclagem a partir de sucata.

Na fabricação do corpo das latas de alumínio para bebidas, a chapa deve apresentar baixos índices de anisotropia planar, alta resistência mecânica e boa ductilidade. A liga que apresenta tais características com resistência comparável às das ligas de composições tratáveis termicamente é a liga AA 3104-H19.

Modificações na composição química de ligas tradicionais têm sido objeto de estudos constantes. A liga utilizada na fabricação da tampa das latas de alumínio para bebidas é a liga AA 5182-H19 desenvolvida e registrada pela Aluminum Association em 1967, contendo aproximadamente 4,5% de magnésio e 0,3% de manganês.

Esses elementos foram sendo aumentados gradualmente com o tempo, e quando o magnésio excedeu o limite de 5,0% especificado para a liga original, a Aluminum Association (em 1999) registrou a nova liga AA 5019A, com concentração de magnésio variando de 4,4 a 5,4%. Pequenos aumentos na concentração do cobre, por exemplo, também ocorreu com o objetivo de aumentar a resistência da liga.

Nem sempre modificações na composição química resultam somente em benefícios. Nas ligas Al-Mg da série 5xxx com altos teores de magnésio (acima de 3,5%), por exemplo, o benefício conseguido com o aumento da resistência mecânica são contrabalanceados pela tendência a suscetibilidade a corrosão, se a liga não for corretamente preparada.

Pesquisas recentes mostraram menor resistência á corrosão localizada da liga Al-Mg-Mn-(Zn), à medida que foi aumentado o teor de zinco na faixa de 0,4 a 1,5%.

Pires (2002) estudou os efeitos de adições de zinco (variando na faixa de 0,04 a 0,80%) sobre a resistência mecânica da liga AA 3104, na condição H19. Estudos preliminares realizados pelo autor sobre a resistência à corrosão, para as condições H19 e T8 (laminada a quente, solubilizada a 513 °C por uma hora, laminada a frio com 85% de redução, seguida de envelhecimento em dois estágios), mostraram um aumento da susceptibilidade à corrosão localizada da liga em ambos os casos, com o aumento do teor de zinco.

No presente trabalho procurou-se modificar a composição química da liga AA3104 produzida pela Novellis do Brasil Ltda., na unidade de reciclagem de latas de Pindamonhangaba (SP), adicionando-se zinco à composição da liga original.

O zinco sendo um dos principais elementos endurecedores das ligas da série 7xxx, sua presença na composição da liga AA3104 transforma essa liga não tratável termicamente numa liga endurecível por solubilização e precipitação.

Essa modificação melhorou as propriedades mecânicas da liga, conforme foi constatado por Pires (2002), abrindo novas perspectivas de estudos, visando a redução

da espessura do corpo das latas, o que implica em latas mais leves, menor consumo de matéria prima por lata e, conseqüentemente, uma redução do custo da embalagem. Por outro lado, essa modificação, também, pode contribuir para ampliar o uso dessa liga para novas futuras aplicações estruturais.

A liga AA 3104 escolhida para os estudos desenvolvidos neste trabalho foi a liga universalmente utilizada na fabricação do corpo das latas de alumínio para bebidas, de grande interesse comercial, produzida no país pela Novelis do Brasil Ltda., na unidade reciclagem de Pindamonhangaba (SP), utilizando como matéria prima sucata de latas de alumínio.

### **1.5.2 Objetivos**

Este trabalho teve como objetivos modificar a composição química de uma liga do tipo AA 3104, adicionando-se várias concentrações zinco na faixa de 0,03 a 2,17% (% em peso), e estudar os efeitos do zinco sobre o endurecimento e sobre as propriedades mecânicas da liga, para quatro diferentes rotas de processamento termomecânico.

Para se atingir os objetivos propostos foram necessários:

Inicialmente, desenvolver uma metodologia de trabalho incluindo a preparação da liga, a definição dos parâmetros dos processos térmicos e mecânicos, os procedimentos experimentais adotados para a preparação das amostras e dos corpos de prova, a realização das análises microestruturais e dos ensaios mecânicos.

Em seguida preparar a liga modificada que consistiu em adicionar diversas concentrações de zinco (acima do limite permitido) à composição da liga AA 3104 comercial ternária da série Al-Mn-Mg endurecível por deformação, transformando-a numa liga quaternária Al-Mn-Mg-(Zn) endurecível por deformação e precipitação ou envelhecimento.

Finalmente, realizar os ensaios, analisar, discutir e comparar os resultados, explicando os comportamentos das propriedades mecânicas com base nos fundamentos teóricos.

## 2 LIGAS DE ALUMÍNIO

### 2.1 ELEMENTOS FORMADORES DAS LIGAS DE ALUMÍNIO

Segundo Dean (1990) existem mais de cem elementos químicos na tabela periódica, que podem formar algum tipo de liga de alumínio, no entanto, como muitos desses elementos são considerados raros, outros tóxicos ou nocivos, ou ainda sem interesse comercial, esse total ficou reduzido a poucos elementos.

Os elementos formadores das principais ligas de alumínio comerciais são: o zinco, o magnésio, o cobre, o manganês e o silício. O esquema apresentado na figura 2.1 mostra várias combinações do alumínio com esses elementos e a formação de algumas das principais ligas de alumínio (binárias, ternárias e quaternária). (DEAN, 1990).

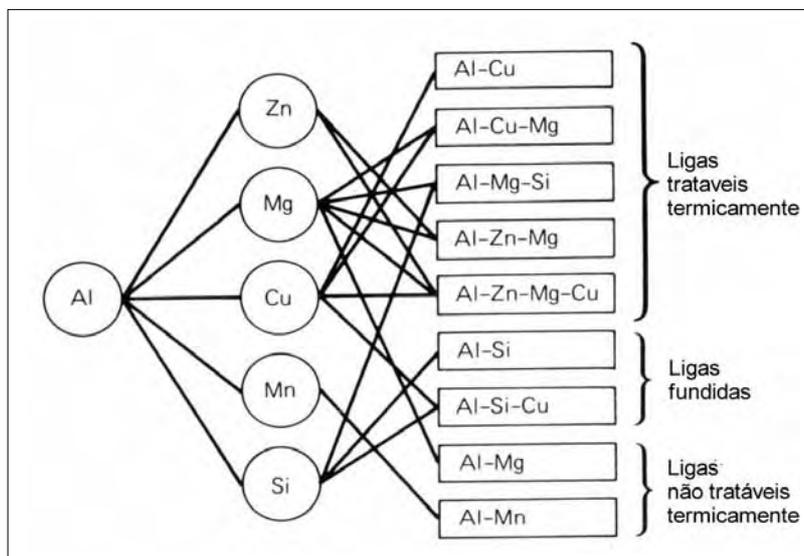


Figura 2.1 Ligas de alumínio (binárias, ternárias e quaternária) formadas com os principais elementos de liga. (DEAN, 1990, p.201).

Elementos como níquel, cobalto, cromo, titânio e zircônio, em geral, são adicionados às ligas de alumínio com finalidades específicas, e as impurezas como, por exemplo, o ferro e o chumbo são considerados elementos indesejáveis. (DEAN, 1990).

De acordo com Mazzolani (1995), de uma maneira geral, esses elementos de liga apresentam as seguintes características:

O zinco aumenta de forma acentuada a resistência mecânica do alumínio e propicia o endurecimento por precipitação natural e artificial da liga. O cobre também aumenta a resistência mecânica e propicia o endurecimento por precipitação natural, porém, diminui a resistência à corrosão, a ductilidade e a soldabilidade da liga.

O magnésio reduz a temperatura de fusão da liga, aumenta a capacidade de endurecimento por deformação e a resistência à corrosão em água salgada. O silício também diminui a temperatura de fusão da liga, aumenta a resistência mecânica e a ductilidade. O silício quando adicionado juntamente com o magnésio propicia o endurecimento por precipitação da liga.

O manganês aumenta a resistência mecânica do alumínio comercialmente puro, com pequena redução da ductilidade, e melhora a resistência à corrosão (RIOS; PADILHA, 2003).

O níquel aumenta a resistência da liga em altas temperaturas; o titânio diminui o tamanho de grão; o zircônio é um elemento considerado estabilizador, que influencia os mecanismos de precipitação; o cromo aumenta a resistência à corrosão sob tensão e o ferro aumenta a resistência do alumínio puro, quando usado em baixas porcentagens.

O chumbo é insolúvel no alumínio, formando uma fase eutética abaixo de 658 °C. Como os processos de trabalho a quente das ligas de alumínio são realizados sempre acima da temperatura de fusão do chumbo, dependendo da quantidade, ele pode provocar a fragilidade a quente. (CARVALHO, 2000).

## 2.2 SOLUBILIDADE DE DIVERSOS ELEMENTOS QUÍMICOS NO ALUMÍNIO

A tabela 2.1 apresenta a solubilidade de vários elementos químicos no alumínio, no estado sólido e no estado líquido (porcentagens em peso e atômica), em ordem decrescente da solubilidade no estado sólido.

Tabela 2.1 Limite de solubilidade de vários elementos químicos no alumínio.  
Adaptada. (BROWN; WILLEY, 1990, p.26).

Elemento	Temperatura (° C)	Solubilidade no sólido		Solubilidade no líquido	
		(% em peso)	(% at.)	(% em peso)	(% at.)
Zn	380	82,8	66,4	95,0	88,7
Ag	570	55,6	23,8	72,0	60,9
Ga	30	20,0	8,82	98,9	97,2
Mg	450	14,9	16,26	35,0	37,34
Ge	425	6,0	2,30	53,0	29,5
Cu	550	5,67	2,48	33,15	17,39
Li	600	4,0	13,9	9,9	30,0
Mn	660	1,82	0,90	1,95	0,97
Si	580	1,65	1,59	12,6	12,16
Ti	665 (b)	1,00	0,57	0,15	0,084
Cr	660 (b)	0,77	0,40	0,41	0,21
Cd	650 (a)	0,47	0,11	6,7	1,69
Au	640	0,36	0,049	5,0	0,7
Zr	660 (b)	0,28	0,085	0,11	0,033
Mo	660 (a)	0,25	0,056	0,1	0,03
Pb	660	0,15	0,02	1,52	0,20
Ca	620	< 0,1	< 0,05	7,6	5,25
Sb	660	< 0,1	< 0,02	1,1	0,25
Be	645	0,063	0,188	0,87	2,56
Fe	655	0,052	0,025	1,87	0,91
Ni	640	0,05	0,023	6,12	2,91
Sn	230	<0,01	< 0,002	99,5	97,83
Na	660 (a)	< 0,003	< 0,003	0,18	0,21

a) Reações monotéticas. b) Reações peritéticas. Não indicados: reações eutéticas

Não há nenhum elemento químico conhecido com solubilidade total no alumínio no estado sólido. De todos os elementos o zinco tem a maior solubilidade (82,8% em peso). Além do zinco, a prata, o gálio e o magnésio têm solubilidade no alumínio sólido maior do que 10%. O germânio, cobre, lítio, manganês e silício têm solubilidade entre 1 e 10% (em peso). Com exceção do titânio que tem solubilidade igual a 1%, todos os demais elementos mostrados na tabela 2.1 apresentam solubilidade menor do que 1%.

A máxima solubilidade dos elementos no alumínio ocorre na temperatura eutética, monotética ou peritética, e decresce à medida que diminui a temperatura, o

que constitui a base dos tratamentos de endurecimento por solubilização precipitação. (BROWN; WILLEY, 1990).

Os elementos gasosos mais comuns como, por exemplo, o nitrogênio e oxigênio, assim como os halogênios (flúor, cloro, etc.), exceto o hidrogênio, são praticamente insolúveis no alumínio, porém, facilmente podem formar compostos.

A solubilidade do hidrogênio no alumínio sólido a 20 °C e 860 mm de Hg diminui de forma acentuada com diminuição da temperatura, passando de  $2,5 \times 10^{-2}$  cm<sup>3</sup>/100g de alumínio a 600 °C para  $4,0 \times 10^{-4}$  cm<sup>3</sup>/100g de alumínio a 400°C, uma redução da ordem de seis vezes. As concentrações de hidrogênio nas ligas de alumínio devem permanecer abaixo do seu limite de solubilidade, para não afetarem as propriedades das ligas. (BRANDT, 1990, p.18).

### 2.3 CLASSIFICAÇÃO DAS LIGAS DE ALUMÍNIO

As ligas de alumínio, em geral, são classificadas de acordo com o processo de fabricação. Usualmente, denominadas ligas leves, foram desenvolvidas para aumentar a resistência mecânica do metal puro alumínio, que apesar da elevada ductilidade e boa resistência à corrosão apresenta baixas propriedades mecânicas. (MAZZOLANI, 1995).

Assim, as ligas de alumínio por conveniência foram classificadas em dois grandes grupos, dependendo do processo de fabricação, ou seja, as ligas trabalhadas e as ligas fundidas ou para fundição (na forma de lingotes ou de produtos). As ligas trabalhadas são aquelas deformadas plasticamente (a quente ou a frio), cuja composição e microestrutura diferem das ligas fundidas ou para fundição, refletindo as diferentes características de cada processo de fabricação.

O grupo das ligas trabalhadas foi dividido em dois subgrupos, ou seja, o subgrupo das ligas trabalhadas tratáveis termicamente e o subgrupo das ligas trabalhadas não tratáveis termicamente, o mesmo ocorrendo para as ligas fundidas ou para fundição.

## 2.4 IDENTIFICAÇÃO DAS LIGAS DE ALUMÍNIO

### 2.4.1 Introdução

Vários países da Europa (Itália, Alemanha, França, etc.) utilizam um sistema alfa numérico para identificação das liga de alumínio, estabelecido pela International Organization for Standardization (ISO). (MAZZOLANI, 1995).

Os Estados Unidos e outros países (Inglaterra e Brasil, por exemplo) utilizam um sistema numérico de identificação das ligas de alumínio, estabelecido pela American National Standards Institute (ANSI) e adotado também pela Aluminum Association (AA). (DAVIS, 2002a).

No Brasil, a Associação Brasileira de Normas Técnicas (2000) adotou um sistema de identificação numérico semelhante e compatível com o sistema da Aluminium Association, segundo a norma NBR 6834.

Neste trabalho será adotado o sistema de classificação e identificação da AA.

### 2.4.2 Identificação das ligas de alumínio fundidas

As ligas de alumínio fundidas foram agrupadas em famílias ou séries, e cada liga dentro de uma mesma série é identificada por um sistema de quatro dígitos, com o último dígito separado dos três primeiros por um ponto decimal.

Para a série 1xx.x, o primeiro dígito designa alumínio não ligado, comercialmente puro, com composição controlada. Os dois segundos dígitos indicam aproximadamente a porcentagem mínima de alumínio acima de 99%. O quarto dígito colocado após o ponto decimal indica a forma do produto, ou seja, 1xx.0 (produto fundido) e 1xx.1 (lingote). (DAVIS, 2002a). Assim, por exemplo, os lingotes de alumínio puro fundidos AA 100.1 e AA 170.1 têm, respectivamente, 99,0% e 99,7% mínimo de alumínio.

No quadro 2.1 estão indicadas as séries de ligas de alumínio fundidas com seus respectivos principais elementos de liga.

Quadro 2.1 Séries de ligas fundidas e seus principais elementos de liga

Série	Principais elementos de liga
1xx.x	Alumínio puro, composição controlada (%Al $\geq$ 99,0)
2xx.x (a)	Al-Cu:
3xx.x (b)	Al-Si-Mg, Al-Si-Cu, Al-Si-Cu-Mg
4xx.x	Al-Si
5xx.x	Al-Mg
6xx.x	Série não usada
7xx.x (a)	Al-Zn
8xx.x (a)	Al-Sn
(a) Ligas endurecíveis por precipitação. b) Algumas ligas Al-Si-Mg e Al-Si-Cu não são endurecíveis por precipitação. Não indicadas: Ligas não endurecíveis por precipitação	

Para as ligas das séries 2xx.x a 8xx.x, o primeiro dígito designa a série à qual pertence a liga e o seu principal elemento de liga, ou seja, aquele com a maior porcentagem média, exceto naqueles casos em que a composição de uma liga atual representa uma modificação de uma liga previamente registrada. Se a maior porcentagem média for comum a mais de um elemento, quem determina a qual série pertence a liga é o primeiro elemento na seqüência. (DAVIS, 2002a).

Os dois segundos dígitos do número de identificação das ligas não têm nenhum significado especial e servem apenas para identificar diferentes ligas de uma mesma série (DAVIS, 2002a). O quarto dígito colocado após o ponto decimal indica a forma do produto, ou seja, 1xx.0 (produto fundido) e 1xx.1 ou 1xx.2 (lingote). (SICHA, 1990).

Modificações da composição original de uma liga ou dos limites de impurezas do alumínio fundido são indicadas por letras maiúsculas, escritas em ordem alfabética, exceto as letras I, O, Q e X, precedendo o número de identificação da liga ou do alumínio não ligado. (DAVIS, 2002a).

Geralmente, essas modificações da liga original referem-se as alterações apenas nas porcentagens das impurezas ou dos elementos de liga secundários. Assim, por exemplo, a liga AA 319.0 contém 6,0%Si, 3,5%Cu; <1,0%Fe; <0,1%Mg e <0,1%Zn),

e a liga AA A319.0 contém 6,0%Si, 3,5%Cu; <1,2%Fe; 0,3%Mg e <0,1%Zn), diferindo portanto apenas nas porcentagens de ferro e magnésio. (SICHA, 1990).

### 2.4.3 Designação dos tratamentos térmicos das ligas de alumínio fundidas

A *Aluminum Association* utilizou um sistema comum de designação para os tratamentos térmicos das ligas de alumínio fundidas e trabalhadas, exceto para os lingotes fundidos, que geralmente não recebem tratamentos térmicos. O quadro 2.2 apresenta as designações dos tratamentos térmicos mais comuns aplicáveis às ligas fundidas.

Quadro 2.2 Designação dos tratamentos térmicos básicos aplicados às ligas de alumínio fundidas.

Designação	Significado
F	<i>Conforme fabricado.</i> Indica que não houve nenhum controle especial sobre os parâmetros térmicos do processo.
O	<i>Recozido.</i> Indica que o produto fundido foi tratado termicamente para melhorar a ductilidade e a estabilidade dimensional.
T4	<i>Envelhecimento natural.</i> Indica que as propriedades mecânicas do produto (após a solubilização) foram estabilizadas por precipitação à temperatura ambiente.
T5	<i>Envelhecimento artificial.</i> Indica que as propriedades do produto fundido (após a conformação a quente) foram melhoradas por precipitação artificial em temperaturas acima da ambiente.
T6	<i>Envelhecimento artificial.</i> Indica que as propriedades mecânicas do produto (após a solubilização) foram estabilizadas por precipitação em temperaturas acima da ambiente.
T7	<i>Superenvelhecido ou estabilizado.</i> Indica que o produto foi artificialmente envelhecido (após a solubilização) para proporcionar estabilidade da resistência mecânica e dimensional.

A designação do tratamento térmico segue o número de identificação da liga, sendo separada deste por um traço como, por exemplo, AA 201.0–T6 e, geralmente,

indica uma seqüência de tratamentos térmicos ou mecânicos, ou térmicos e mecânicos, para produzir diferentes condições de endurecimento.

As ligas fundidas não endurecíveis por tratamento térmico de precipitação, em geral, são comercializadas na condição como fabricada e identificadas pela letra "F", ou simplesmente omitindo qualquer sufixo. Uma exceção ocorre com a liga AA 444-T4 (da série Al-Si), que não sendo endurecível por precipitação é tratada na condição T4, para esferoidizar o silício do eutético e melhorar a ductilidade. (SICHA, 1990).

#### 2.4.4 Identificação das ligas de alumínio trabalhadas

Ao contrário das ligas fundidas, as ligas trabalhadas são dúcteis, o que permite um posterior trabalho de conformação mecânica a quente ou a frio, após solidificadas. O quadro 2.3 apresenta as séries de ligas trabalhadas, com os respectivos principais elementos de liga e a identificação daquelas que são tratáveis termicamente.

Quadro 2.3 Séries de ligas trabalhadas e seus principais elementos de liga

Série	Principais elementos de liga
1xxx (c)	Alumínio puro, composição controlada (%Al $\geq$ 99,0)
2xxx (a)	Al-Cu:
3xxx (c)	Al-Mn
4xxx (c)	Al-Si
5xxx (c)	Al-Mg
6xxx (a)	Al-Mg-Si
7xxx (a)	Al-Zn
8xxx (b)	Al-Li, Al-Sn, Al-Fe, etc.
9xxx	Série não utilizada

(a) Ligas endurecíveis por precipitação. b) Várias ligas dessa série são endurecíveis por precipitação. c) Ligas endurecíveis por deformação a frio.

As ligas de alumínio trabalhadas também foram agrupadas em famílias ou séries, de maneira análoga às ligas fundidas, e cada liga dentro de uma mesma série foi identificada por um sistema de quatro dígitos, sem o ponto decimal.

Para a série 1xxx, o primeiro dígito designa alumínio não ligado, comercialmente puro, com composição controlada. Os dois últimos dígitos indicam aproximadamente a porcentagem mínima de alumínio, que excede 99,0%. Assim, por exemplo, o alumínio comercial AA 1060 tem no mínimo 99,60% de alumínio. (NOCK Jr., 1990). O segundo dígito diferente de zero (inteiros de 1 a 9) indica modificações de uma ou mais impurezas.

O primeiro dígito (2xxx a 8xxx) designa a série à qual pertence liga, de acordo com o seu principal elemento, ou seja, aquele presente com a maior porcentagem média, exceto nos casos em que a composição atual da liga expressa uma modificação da liga registrada previamente. Se a maior porcentagem média for a mesma para mais de um elemento, a série será definida pela seqüência dos elementos obedecendo a ordem: cobre, manganês, silício, magnésio,  $MgSi_2$ , zinco e outros. (DAVIS, 2002a).

O segundo dígito indica uma modificação da liga. Se for igual a zero, indica uma liga original. Se for diferente de zero (inteiros de 1 a 9) indica modificações da composição original da liga. Os dois últimos dígitos não têm nenhum significado especial e servem apenas para identificar diferentes ligas de uma mesma série. (DAVIS, 2002a).

#### **2.4.5 Designação dos tratamentos térmicos das ligas das ligas trabalhadas**

O sistema de designação dos tratamentos térmicos das ligas de alumínio trabalhadas estabelecido pela *Aluminum Association* é análogo ao utilizado para as ligas fundidas e, também neste caso, cada designação básica indica uma seqüência de tratamentos térmicos ou mecânicos, ou térmicos e mecânicos, para produzir diferentes condições de endurecimento e combinações de propriedades à liga.

O quadro 2.4 apresenta as designações dos tratamentos térmicos básicos aplicados às ligas de alumínio trabalhadas. A designação de um tratamento térmico segue o número de identificação da liga, como, por exemplo, AA 2024–O. (DAVIS, 2002a).

Quadro 2.4 Designação dos tratamentos térmicos básicos aplicados às ligas de alumínio trabalhadas.

Tratamento	Significado
F	<i>Conforme fabricado.</i> Indica que não houve nenhum controle especial sobre os parâmetros térmicos do processo a quente, a frio ou sobre as condições de endurecimento.
O	<i>Recozido.</i> Indica que o produto foi tratado termicamente para se obter os menores valores de resistência mecânica.
W	<i>Solubilizado.</i> Indica uma condição instável, após o resfriamento rápido da liga. Aplica-se somente para as ligas que endurecem por envelhecimento natural (na temperatura ambiente) e deve ser indicado o tempo de envelhecimento (por exemplo, W 1/2h).
T	<i>Tratado termicamente.</i> Indica uma condição estável após a solubilização, diferente daquelas obtidas por meio dos tratamentos "F" ou "O". A letra T é sempre seguida por um dígito (inteiro de 1 a 10), para indicar a seqüência dos tratamentos básicos, conforme indicados no quadro 2.5.

Os tratamentos térmicos "F" e "O" podem ser aplicados tanto para as ligas endurecíveis por precipitação como para as ligas endurecíveis por deformação, enquanto que "W" e "T" são aplicados somente para as ligas endurecíveis por precipitação.

As ligas endurecíveis por envelhecimento natural apresentam variações de propriedades após a solubilização mesmo à temperatura ambiente. O envelhecimento natural pode se iniciar de imediato após a solubilização ou após decorrido um certo período de incubação, que varia de uma liga para outra. (HUNSICKER, 1990). Por esta razão indica-se o tempo em que a liga se encontra na condição "W".

#### 2.4.5.1 Designação dos tratamentos térmicos das ligas endurecíveis por precipitação

O quadro 2.5 apresenta as designações dos tratamentos térmicos básicos de endurecimento por precipitação aplicados às ligas de alumínio trabalhadas, das séries 2xxx, 6xxx e 7xxx e algumas ligas da série 8xxx, com os respectivos significados.

Quadro 2.5 Designação dos tratamentos térmicos básicos de endurecimento por precipitação aplicados às ligas de alumínio trabalhadas.

Tratamento	Significado
T1	<i>Processamento a quente, seguido envelhecimento natural.</i> Indica que as propriedades mecânicas da liga conformada a quente foram estabilizadas por precipitação espontânea na temperatura ambiente.
T2	<i>Processamento a quente, trabalho a frio seguido de envelhecimento natural.</i> Indica que as propriedades mecânicas da liga (conformada a quente, seguida de trabalho a frio) foram estabilizadas por precipitação espontânea na temperatura ambiente.
T3	<i>Solubilização, trabalho a frio seguido de envelhecimento natural.</i> Indica que as propriedades mecânicas da liga (solubilizada, seguida de deformada a frio) foram estabilizadas por precipitação espontânea na temperatura ambiente.
T4	<i>Solubilização seguido de envelhecimento natural.</i> Indica que as propriedades mecânicas da liga solubilizada foram estabilizadas por precipitação à temperatura ambiente.
T5	<i>Processamento a quente, seguido envelhecimento artificial.</i> Indica que as propriedades da liga conformada a quente foram melhoradas por precipitação artificial em temperaturas acima da ambiente.
T6	<i>Solubilização seguido de envelhecimento artificial.</i> Indica que as propriedades mecânicas da liga solubilizada foram estabilizadas por precipitação artificial em temperaturas acima da ambiente.
T7	<i>Solubilização seguida Superenvelhecimento ou estabilização.</i> Indica que a liga solubilizada foi superenvelhecida artificialmente, para proporcionar a máxima resistência mecânica e melhorar a resistência à corrosão.
T8	<i>Solubilização, trabalho a frio seguido de envelhecimento artificial.</i> Indica que as propriedades mecânicas da liga (solubilizada, seguida de deformada a frio) foram estabilizadas por precipitação em temperaturas acima da ambiente.
T9	<i>Solubilização, envelhecimento artificial seguido deformação a frio.</i> Indica que a liga foi solubilizada, endurecida por precipitação artificial, seguida de endurecimento por deformação a frio.
T10	<i>Processamento a quente, trabalho a frio seguido de envelhecimento artificial.</i> Indica que as propriedades mecânicas da liga (conformada a quente, seguida de trabalho a frio) foram melhoradas por precipitação artificial em temperaturas acima da ambiente.

Variações nos tratamentos térmicos básicos de endurecimento são identificadas por dígitos adicionais nas designações apresentadas no quadro 2.5. (DAVIS, 2002a).

Assim, por exemplo, segundo Mazzolani (1995), a designação adicional Tx51 indica que foi aplicado ao produto após a solubilização um alívio de tensões por

tração, e a designação Tx52, analogamente, indica um alívio de tensões por compressão. Em ambos os casos, as deformações são preestabelecidas e dependem do tipo de produto, que segundo Davis (2002a) podem variar por exemplo de 1,5 a 3% para placas e de 1 a 3% para barras, perfis e tubos extrudados. A designação T53 indica que foi aplicado um alívio de tensões ao produto por tratamento térmico. (MAZZOLANI, 1995).

#### 2.4.5.2 Designação do endurecimento das ligas endurecíveis por deformação a frio

Segundo Davis (2002a), o sistema de identificação do estado de encruamento das ligas de alumínio não endurecíveis por precipitação é constituído da letra "H" (iniciais de *hardened*), seguida por dois ou mais dígitos. O primeiro dígito indica a sequência de operações, o segundo o grau de endurecimento, de acordo com os quadros 2.6 e 2.7.

Quadro 2.6 Designação das operações básicas de endurecimento aplicadas às ligas de alumínio trabalhadas, não endurecíveis por precipitação.

Operação	Significado
H1	<i>Endurecida por deformação.</i> Indica que a liga foi endurecida por deformação a frio para obter resistência desejada, sem tratamento térmico posterior. Um segundo dígito indica o grau de endurecimento.
H2	<i>Endurecida por deformação e parcialmente recozida.</i> Indica que a liga foi endurecida por deformação a frio, além do grau de endurecimento desejado e, a resistência foi reduzida ao nível pretendido por meio de um recozimento parcial. Um segundo dígito indica o grau de endurecimento remanescente após o recozimento.
H3	<i>Endurecida por deformação e estabilizada.</i> Indica que a liga foi endurecida por deformação a frio, e suas propriedades mecânicas foram estabilizadas por meio de um tratamento térmico em baixas temperaturas ou pelo calor gerado durante o processo de fabricação. Aplicada-se somente para aquelas ligas com tendência ao amolecimento na temperatura ambiente, se não forem estabilizadas. Um segundo dígito indica o grau de endurecimento remanescente após o tratamento de estabilização.

O quadro 2.6 apresenta as designações das operações básicas de endurecimento aplicáveis ao alumínio de pureza comercial da série 1xxx, às ligas de alumínio das

séries 3xxx, 4xxx e 5xxx e algumas ligas da série 8xxx, com os respectivos significados.

O segundo dígito (de 1 a 9), que segue as designações H1, H2 e H3 mostradas no quadro 2.6, cujo significado está descrito no quadro 2.7, indica o grau de endurecimento da liga e está relacionado com a resistência mecânica. (DAVIS, 2002a).

Quadro 2.7 Significado do segundo dígito, indicativo do grau de encruamento nas designações básicas H1, H2 e H3. (DAVIS, 2002a, p.28).

Grau de Encruamento	Significado do dígito
9	O número 9 (nove) designa um grau de endurecimento, cuja resistência à tração da liga excede aquela da condição “8” em no mínimo 10 MPa (Extra dura).
8	Designa um grau de encruamento da liga, cuja resistência à tração é equivalente àquele valor atingido por uma redução a frio em torno de 75%, realizada após um recozimento pleno, em que a temperatura máxima atingida durante o processo de redução não ultrapassa 50° C (100 % ou totalmente endurecida).
6	Designa um grau de endurecimento, cuja resistência à tração da liga é aproximadamente igual a média entre a resistência à tração da condição “4” e da condição “8” (3/4 endurecida).
4	Designa um grau de endurecimento da liga, cuja resistência à tração é aproximadamente igual a média entre a resistência à tração da condição “O” (recozida) e da condição “8” (1/2 endurecida).
2	Designa um grau de endurecimento, cuja resistência à tração da liga é aproximadamente igual a média entre a resistência à tração da condição “O” (recozida) e da condição “4” (1/4 endurecida).
1	Designa um grau de endurecimento, cuja resistência à tração da liga é aproximadamente igual a média entre a resistência à tração da condição “O” (recozida) e da condição “2” (1/8 endurecida).

Para aquelas ligas, quando não for possível aplicar uma redução a frio e estabelecer a resistência à tração para o grau de encruamento “8” (75% de redução a frio após recozimento pleno), a resistência à tração correspondente aos graus de encruamentos “6” e “4” poderão ser estabelecida, para uma redução a frio de aproximadamente 55% e 35%, respectivamente, após o recozimento pleno da liga.

Geralmente, um terceiro dígito (de 1 a 9) poderá ser usado, quando necessário, para identificar alguma variação nos graus de endurecimento das designações básicas

com dois dígitos, ou quando alguma outra característica for afetada de forma significativa. (HUNSICKER, 1990).

O quadro 2.8 apresenta algumas exemplos de designações de endurecimento com três dígitos estabelecidas pela NBR 6835 (2000).

Quadro 2.8 Exemplos de designações de endurecimento com três dígitos, de acordo com a NBR 6835 (2000).

Designação	Significado
H111	Indica que a liga foi endurecida por deformação a frio em grau menor do que o necessário para obter as propriedades do grau de endurecimento H11.
H112	Indica que a liga foi endurecida por deformação durante algum processo de conformação a quente sem controle especial do grau de encruamento ou do tratamento térmico, porém, há limites para as propriedades mecânicas.
H311 (a)	Indica que a liga foi endurecida por deformação a frio em grau menor do que o necessário para obter as propriedades do grau de endurecimento H31.
H321 (a)	Indica que a liga foi endurecida por deformação a frio em grau menor do que o necessário para obter as propriedades do grau de endurecimento H32.
(a) Designação utilizada para ligas de alumínio com teores nominais de magnésio acima de 4%.	

### 3 METALURGIA DAS LIGAS DE ALUMÍNIO

#### 3.1 INTRODUÇÃO

A metalurgia das ligas de alumínio tem como foco principal de estudo o desenvolvimento de ligas mais resistentes. Para conseguir esse objetivo tem sido estudadas novas composições químicas das ligas, modificações dos parâmetros dos tratamentos térmicos, dos processamentos mecânicos-térmicos e termomecânicos, e conseqüentemente, avaliados os efeitos resultantes dessas modificações sobre as propriedades mecânicas, físicas, entre outras.

Os métodos mais comuns empregados para aumentar a resistência mecânica das ligas de alumínio são basicamente:

a) Para as ligas não tratáveis termicamente, por meio de constituintes de segunda fase ou elementos de liga em solução sólida, juntamente com trabalho mecânico de deformação a frio,

b) Para as ligas tratáveis termicamente, por meio da dissolução dos elementos de liga em uma solução sólida supersaturada, para precipitá-los como partículas coerentes submicroscópicas.

#### 3.2 FORMAÇÃO DE SEGUNDA FASE - CONSIDERAÇÕES GERAIS

Quando a concentração de um determinado elemento exceder o respectivo limite de solubilidade no alumínio sólido haverá a formação de uma segunda fase (ou um constituinte microestrutural), durante o resfriamento a partir do estado líquido.

Esse constituinte microestrutural de segunda fase poderá ser o elemento puro ou um composto intermetálico, também denominado composto intermediário ou fase intermediária. (BROWN; WILLEY, 1990; DAVIS, 2002c).

Uma característica das ligas de alumínio é a possibilidade de formação de grande variedade de fases intermetálicas, que se formam em virtude do alumínio ser um metal altamente eletronegativo e trivalente. (BROWN; WILLEY, 1990).

Um composto intermetálico é formado por dois ou mais elementos metálicos, cujas ligações interatômicas são tipicamente uma combinação de ligações iônicas e metálicas, quando há grande diferença de eletronegatividade entre os elementos ou, tipicamente metálica, quando as eletronegatividades forem próximas ou iguais. (ASKELAND, 1998).

Segundo Arzamasov (1989), a formação dos compostos intermetálicos ocorre para uma determinada composição fixa dos elementos, ou uma faixa muito estreita de composição intermediária, e sua estrutura cristalina é diferente daquelas dos elementos que os constituem e estão presentes na liga.

A constituição e as características de uma fase intermetálica dependem dos elementos e das impurezas presentes na composição da liga. Em geral, apresentam-se dispersos na matriz, são duros e frágeis, porém, proporcionam excelente endurecimento à liga. Podem também estar presentes nos contornos de grão e, neste caso, provocam redução da ductilidade.

Dentre as fases intermetálicas binárias formadas pela reação do alumínio com os vários elementos metálicos, poucas são aquelas que ocorrem sem variações de composição (transformações congruentes).

A maioria das fases intermetálicas encontradas nas ligas de alumínio se formam durante a solidificação do metal líquido, como resultado de reações peritéticas. Nestas reações duas fases de uma mistura heterogênea (alumínio líquido e uma fase sólida contendo, em geral, os elementos titânio, vanádio, cromo, zircônio e molibidênio) reagem produzindo uma nova fase sólida. (BROWN; WILLEY, 1990).

Segundo Higgins (1982b), na reação peritética uma ou ambas as fases originais desaparecem, surgindo uma terceira fase sólida, a qual forma um invólucro e reveste a fase sólida original, isolando-a de uma reação posterior, com exceção das reações de difusão, que são muito lentas.

O manganês e o cromo, por exemplo, fazem parte do grupo dos elementos, que formam predominantemente compostos de segunda fase com o alumínio, porque nas ligas comerciais eles têm baixo limite de solubilidade. No caso do manganês, as fases intermetálicas são bem definidas, apresentando estequiometria complexa do tipo, por exemplo,  $MnAl_6$ ,  $MnAl_4$  e  $MnAl_3$ . (BROWN; WILLEY, 1990).

As fases intermetálicas formadas pelos metais de transição com o alumínio, geralmente, são metaestáveis. Uma fase metaestável poderá ser formada durante a solidificação e transformar-se numa fase estável durante o aquecimento no estado sólido como, por exemplo,  $\text{FeAl}_6 \rightarrow \text{FeAl}_3$ , ou poderá precipitar-se da solução supersaturada como, por exemplo, o  $\text{MnAl}_{12}$ .

Em sistemas de ligas mais complexos, contendo ferro e silício como, por exemplo, no caso da liga Al-Fe-Mn-Si, a fase estável  $\text{Al}_{15}(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}_2$  (CCC) pode variar de  $\text{Al}_{15}\text{Mn}_3\text{Si}_2$  ( $a = 1,265$  nm) para uma fase de composição aproximadamente  $\text{Al}_{15}(\text{Mn}_{0,1}\text{Fe}_{0,9})_3\text{Si}_2$  ( $a = 1,255$  nm). A caracterização destas fases requer estudos mais aprofundados, que fogem dos objetivos deste trabalho.

### 3.3 ENDURECIMENTO DAS LIGAS NÃO TRATÁVEIS TERMICAMENTE

#### 3.3.1 Introdução

O endurecimento das ligas de alumínio não tratáveis termicamente pode ocorrer por formação de solução sólida, constituintes microestruturais de segunda fase, precipitação de dispersóides, refino do tamanho de grão, encruamento ou por uma combinação desses processos.

As ligas trabalhadas que respondem a esses processos de endurecimento são as ligas da série 3xxx (Al-Mn), 5xxx (Al-Mg) e algumas ligas da série 4xxx (contendo apenas silício), além do alumínio puro da série 1xxx (em razão das impurezas ferro e silício e da baixa solubilidade do ferro no alumínio). (BROWN; WILLEY, 1990).

As ligas Al-Mn, segundo Sjolstad et al. (2004), estão entre as ligas de alumínio mais antigas, que durante várias décadas vêm sendo utilizadas na indústria de trocadores de calor em virtude da excelente combinação de resistência mecânica, resistência à corrosão, conformabilidade e soldabilidade. O manganês não afeta a resistência à corrosão do alumínio. (DAVIS, 2002b, p.44).

A liga comercial Al-Mn, por outro lado, é também um exemplo clássico de liga que apresenta uma microestrutura constituída de duas fases, ou seja, partículas intermetálicas grosseiras formadas durante a solidificação e a homogeneização

distribuídas numa solução sólida (matriz). Partículas menores com diâmetros médios em torno de 0,1  $\mu\text{m}$  são formadas durante o processo de laminação a quente e recozimento. Essa microestrutura característica propicia o endurecimento da liga durante o processo de laminação a frio. (KOVÁCS-CSETÉNYI et al., 1990).

A popular liga AA 3003 da série Al-Mn é basicamente o alumínio comercialmente puro AA 1100 com adição de manganês (WILCOX, 1990). É uma liga que apresenta resistência mecânica compreendida no intervalo entre o alumínio comercialmente puro e as ligas de alumínio de alta resistência endurecidas por precipitação. (RIOS; PADILHA, 2003).

Algumas ligas da série 3xxx contêm magnésio. Um exemplo é a liga AA 3004, contendo aproximadamente 1% de manganês e 1,2% de magnésio, além de pequenas quantidades de ferro, silício e cobre. Nas ligas contendo magnésio em solução sólida, o endurecimento durante o processo de laminação a frio é mais intenso do que na liga binária, contendo apenas manganês. (SHOJI; FUKIJURA, 1990).

A liga AA 3004 é universalmente utilizada na fabricação do corpo das latas para bebidas, em razão da sua boa conformabilidade e baixa rugosidade superficial, propriedades estas, fundamentais para o processo de estampagem profunda. (HUTCHINSON et al., 1989).

O manganês promove a precipitação dos dispersóides em maiores quantidades, para temperaturas mais altas (na faixa de 450 a 550  $^{\circ}\text{C}$ ). O magnésio, além de contribuir para aumentar o endurecimento da liga durante o processo de laminação a frio, acelera a cinética de precipitação da fase  $\beta\text{-Al}_6(\text{Fe},\text{Mn})$  em temperaturas mais baixas (menores que 350  $^{\circ}\text{C}$ ), promovendo um abaixamento da energia de ativação necessária para precipitar essa fase  $\beta$  primária rica em manganês. (AGREDA, 2005).

Na ligas comerciais, além dos elementos manganês e magnésio, estão presentes outros elementos em menores quantidades como, por exemplo, ferro, silício e cobre. A presença desses elementos contribui para a formação das fases  $\beta\text{-Al}_6(\text{Fe},\text{Mn})$  e  $\text{Al}_{13}(\text{Fe},\text{Mn})_4$ , além de outras fases primárias, tais como  $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}$  e  $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}_2$ , contendo silício, e de várias partículas de segunda fase como, por exemplo,  $\text{Mg}_2\text{Si}$ ,  $\text{MgSiCu}$  e  $\text{CuAl}_2$ . (HUTCHINSON, 1989; SUN et al., 2000). Todos os constituintes de segunda contribuem para o endurecimento das ligas Al-Mn-Mg.

O zinco é um elemento considerado impureza nas ligas Al-Mn-Mg comerciais, cuja concentração deve ser mantida abaixo de 0,15% (limite máximo tolerável). Em solução sólida tem pouco efeito sobre o endurecimento por deformação das ligas de alumínio. (DAVIS, 2002c).

### 3.3.2 Processos de endurecimento

#### 3.3.2.1 Endurecimento por solução sólida

O grau de endurecimento de uma liga obtido por meio de solução sólida aumenta à medida que existirem maiores diferenças entre os raios atômicos do soluto (elementos de liga) e do solvente (alumínio). Os efeitos de vários solutos em solução sólida nem sempre são crescentes, particularmente, quando alguns elementos têm raios atômicos maiores e outros menores que o raio atômico do alumínio. (DAVIS, 2002b).

O manganês em solução sólida tem um efeito significativo no endurecimento do alumínio, conforme mostrado na figura 3.1. A figura 3.1 mostra a forte influência do manganês sobre as propriedades mecânicas de tração do alumínio puro (99,95% de Al), solubilizado a 565 °C, seguido de resfriamento em água fria..

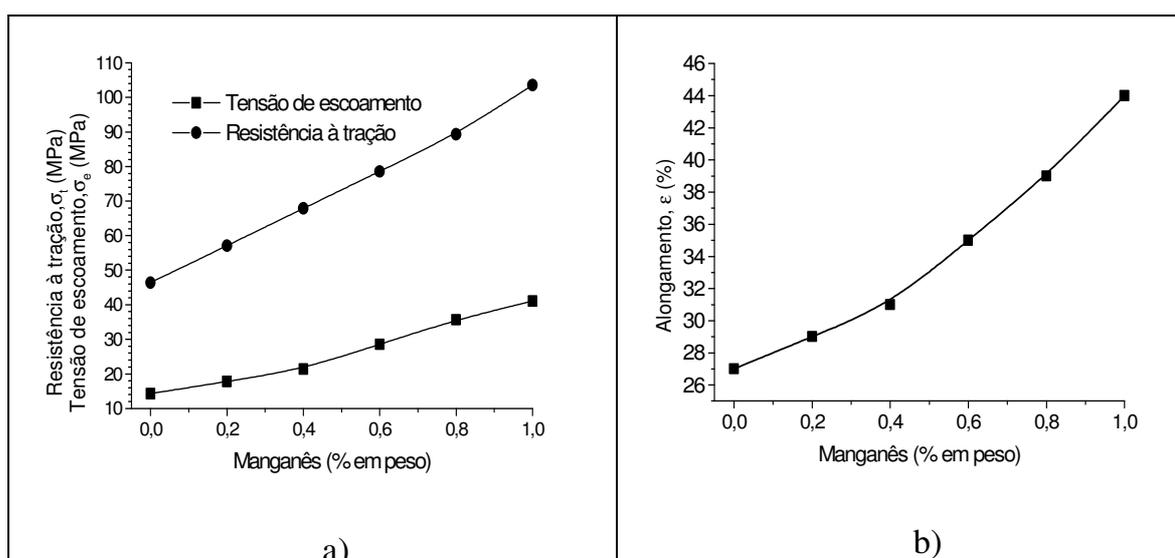


Figura 3.1 Variação das propriedades mecânicas de tração do alumínio puro em função do teor de manganês. a) Tensão de escoamento e resistência à tração. b) Alongamento. Adaptada. (DAVIS, 2002b, fig. 26, p.44).

O manganês apresenta solubilidade limitada nas ligas de alumínio comerciais, reduzindo efetivamente os efeitos benéficos proporcionados pelo endurecimento por solução nas ligas binárias Al-Mn. Além da baixa solubilidade, uma grande quantidade de manganês também é precipitada durante o processo de laminação a quente industrial, reduzindo a sua concentração em solução sólida. (DAVIS, 2002b).

As ligas de alumínio da série 5xxx contêm Mg (variando na faixa de 0,5 a 6,0%), pequenas adições de Cr e Mn e com menos frequência Zr (elemento controlador do tamanho de grão e da estrutura de subgrão), além das impurezas Fe e Si, geralmente, presentes na forma de partículas intermetálicas.

A figura 3.2 mostra o efeito endurecedor do magnésio sobre a resistência à tração e tensão de escoamento de ligas binárias Al-Mg (0,0% de Mn) recozidas, com teores de magnésio variando entre 2 e 6% (% em peso). A mesma figura mostra também o efeito endurecedor do magnésio sobre a resistência à tração e tensão de escoamento de ligas ternárias Al-Mg-0,5%Mn e Al-Mg-0,9%Mn, com teores de magnésio variando entre 3 a 6% (% em peso).

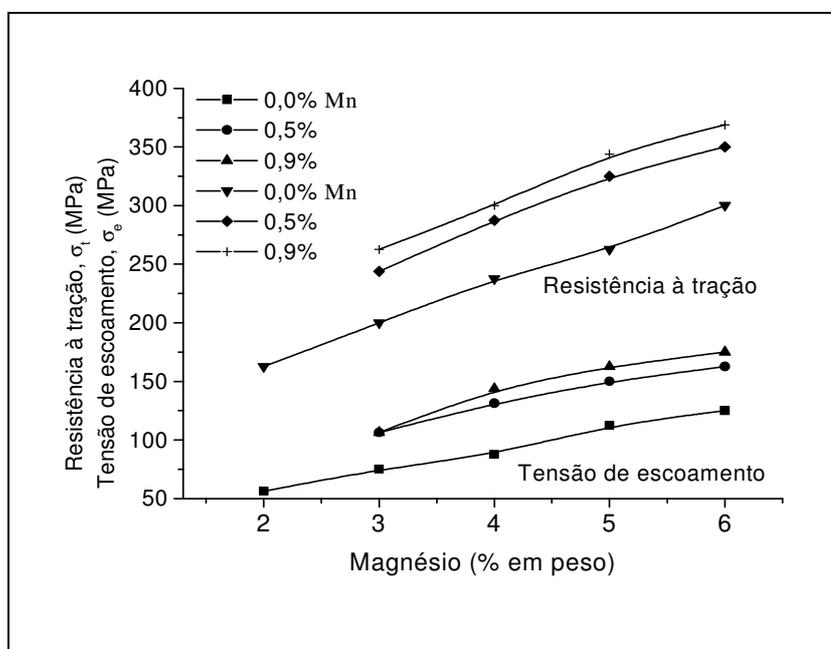


Figura 3.2 Efeito do magnésio sobre as propriedades mecânicas de ligas binárias Al-Mg, ligas ternárias Al-Mg-0,5%Mn e Al-Mg-0,9%Mn recozidas. Adaptada. (DAVIS, 2002b, fig. 4, p.34).

Segundo Padilha (1997, p.256), os átomos de soluto (elementos de liga) em solução sólida produzem distorções na estrutura cristalina do solvente e os campos de tensões ao seu redor interagem com o campos de tensões das discordâncias, dificultando a sua movimentação. Além disso, esses átomos contribuem para diminuir a energia de defeito de empilhamento, tornando a liga mais susceptível ao endurecimento por deformação.

### 3.3.2.2 Endurecimento por dispersão de partículas de segunda fase

As partículas de segunda fase mais relevantes, que podem afetar o comportamento mecânico das ligas de alumínio não endurecíveis por tratamentos térmicos de solubilização, seguido de envelhecimento, são basicamente as partículas de segunda fase insolúveis primárias, formadas durante a solidificação (ou partículas constituintes) como, por exemplo,  $Al_6(FeMn)$  ou  $FeAl_3$ , e os dispersóides, que são partículas finas precipitadas no estado sólido, durante as operações térmicas em altas temperaturas como, por exemplo,  $Al_{12}(Fe,Mn)_3Si$  e  $Al_{12}Mg_2Cr$ . (WILCOX, 1990).

Os elementos formadores de partículas constituintes de segunda fase primárias são aqueles que apresentam relativamente baixa solubilidade no estado sólido, entre os quais estão incluídos, em ordem decrescente, o manganês, o cromo, o titânio, o ferro e o níquel.

Essas partículas de segunda fase primárias, formadas durante a solidificação, são mais grosseiras, com tamanho variando na faixa de 1 a 10  $\mu m$ , que normalmente se quebram durante o processo de laminação a quente. (HUTCHINSON et al., 1989). Segundo Wilcox (1990) as partículas constituintes exercem forte efeito sobre as propriedades mecânicas da liga, particularmente, sobre a tenacidade à fratura, alongamento e resistência à fadiga.

As partículas de segunda fase secundárias formadas por precipitação no estado sólido (dispersóides), são partículas menores que as partículas constituintes primárias, com tamanho variando na faixa de 0,1 a 0,4  $\mu m$ . Durante a laminação a quente, essas partículas se distribuem na matriz de forma homogênea. (HUTCHINSON et al., 1989).

De acordo com Wilcox (1990), os dispersóides também afetam o processo de recristalização das ligas de alumínio, e direta ou indiretamente afetam as propriedades mecânicas.

As propriedades mecânicas da liga aumentam com o aumento da fração volumétrica das partículas de segunda fase (formadas durante a solidificação e por precipitação no estado sólido), porém, o endurecimento é geralmente menor, quando comparado com o endurecimento obtido por solução sólida, para uma mesma porcentagem em peso dos elementos adicionados. (DAVIS, 2002c).

Segundo (Padilha, 1997, p.257) essas partículas incoerentes formadas durante a solidificação e por precipitação no estado sólido constituem obstáculos ao movimento das discordâncias, que aumentam a resistência mecânica da liga.

De acordo com Davis (2002c, p.34) a combinação desses componentes microestruturais (solução sólida, partículas constituintes primárias e dispersóides), de uma maneira geral, resulta num efeito aproximadamente aditivo com relação ao aumento da resistência mecânica das ligas de alumínio.

### 3.3.2.3 Endurecimento por refino do tamanho de grão

Um dos princípios básicos da ciência dos materiais é que as propriedades mecânicas dependem da microestrutura e podem ser deduzidas a partir do conhecimento de alguns parâmetros, entre os quais o tamanho de grão.

No início da década 50, Hall (1951) e Petch (1953), publicaram independentemente seus trabalhos clássicos, mostrando que a tensão de escoamento varia inversamente com o quadrado do tamanho médio de grão, conclusão esta que possivelmente motivou o crescente interesse pelos métodos de refinamento de grãos das ligas metálicas.

O refinamento de grão apesar de ser um método antigo utilizado há várias décadas, para a obtenção de microestruturas, que apresentassem melhores propriedades mecânicas em produtos de alumínio fundidos, seus mecanismos ainda não foram bem esclarecidos. (BABAZADEH, 1999).

Esse método consiste basicamente em adicionar partículas sólidas no metal líquido, com a finalidade de favorecer a nucleação heterogênea, criando assim mais núcleos ativos de solidificação na massa líquida, o que resulta num produto com maior quantidade de grãos com tamanhos menores.

Na indústria do alumínio o processo de refinamento de grão tem sido muito usado com vários objetivos, entre os quais assegurar a uniformidade das propriedades mecânicas, reduzir a formação de trincas no lingote e melhorar a distribuição de segunda fase e microporosidades. (BABAZADEH, 1999).

Estudos desenvolvidos por Kashyap e Chandrashekar (2001), além de vários outros trabalhos citados pelos autores, têm mostrado a grande importância do refinamento de grãos em ligas de alumínio fundidas e trabalhadas. O objetivo tem sido aumentar as baixas propriedades mecânicas dessas ligas, que apresentam tamanhos de grãos não uniformes, principalmente, visando aplicações estruturais e para prevenir uma variedade de defeitos superficiais, que surgem nas ligas submetidas aos processos de laminação e extrusão.

#### 3.3.2.4 Refinadores do tamanho de grão

O refinamento de grão é conseguido por meio da adição de uma liga-mãe do tipo Al-Ti ou Al-5%Ti-B ou de ambas conjuntamente, em proporções suficientes para obter concentrações em torno de 0,005% e 0,001% (% em peso) de Ti e B, respectivamente. (KASHYAP; CHANDRASHEKAR, 2001).

O refinador de grão tradicional mais utilizado na indústria, para ligas de alumínio fundidas é o  $TiAl_3$ , obtido por meio da adição da liga-mãe Al-6%Ti. Uma outra liga-mãe bastante usada industrialmente é a liga de Al-Ti-B. BABAZADEH (1999).

Segundo Kashyap e Chandrashekar (2001), as ligas-mãe Al-10%Ti e Al-5%Ti-1%B são as mais utilizadas como refinadores de grão, tanto para as ligas fundidas como para as ligas trabalhadas comerciais. O  $TiAl_3$  é obtido da liga-mãe Al-10%Ti (ou Al-6%Ti) e os boretos  $AlB_2$  e  $TiB_2$  são obtidos da liga-mãe Al-5%Ti-1%B.

Kashyap e Chandrashekar (2001) verificaram que os boretos se localizam nas interfaces entre a matriz alumínio e as partículas de  $TiAl_3$ . Outros pesquisadores,

citados pelos autores, constataram a migração dos boretos para os contornos de grão, sem produzir nenhum efeito de refinamento na ausência do titânio, sendo considerados inoculantes menos eficientes que o  $TiAl_3$ .

Babazadeh (1999) verificou que pequenos cristais resultantes de altas taxas de solidificação comportam-se como núcleos de solidificação heterogênea mais estáveis do que as partículas de  $TiAl_3$  adicionadas ao metal e, portanto, são mais eficientes no refinamento de grãos.

Krajewski (2001) utilizou uma liga-mãe (Zn,Al)-4%Ti como refinador de grão para o alumínio puro (99,6% de Al) e obteve significativo refinamento de grão, em consequência da nucleação induzida pelas partículas de  $TiZn_3$ , atuando como substrato da nucleação heterogênea.

Segundo Davis (2002b), a presença do manganês ou cromo ou ambos, na composição das ligas trabalhadas contribuem para a formação de precipitados complexos, que não apenas retardam o crescimento de grão durante o tratamento térmico do lingote, como também contribuem para o refino de grão durante o processo de laminação.

Neste caso, o manganês e (ou) cromo devem ser mantidos em solução sólida além dos seus limites de solubilidade, por meio de um resfriamento rápido do lingote, para que durante o aquecimento do lingote antes das operações de processamento mecânico, as fases complexas possam precipitar-se de uma solução sólida supersaturada e metaestável.

Essa precipitação não produz apreciável endurecimento da liga, pois não é esse o seu objetivo, mas sim produzir partículas finamente dispersas que retardem a recristalização ou inibam o crescimento de grão durante as posteriores operações a quente da liga.

### 3.3.2.5 Endurecimento por deformação plástica a frio ou encruamento

O endurecimento por trabalho a frio ou encruamento é um fenômeno que ocorre naturalmente durante os processos de deformação plástica, elevando a resistência

mecânica, dos metais e suas ligas, para valores além daqueles atingidos pelo endurecimento por solução sólida ou dispersão. (ANDERSON, 1990).

Nas ligas de alumínio endurecíveis por precipitação, a deformação plástica não apenas eleva a resistência mecânica, para valores acima daqueles atingidos pelo processo de endurecimento por precipitação, como também aumenta a taxa de precipitação. Nas ligas Al-Cu tem sido uma prática comum, em alguns casos, aplicar pequenos graus controlados de deformação plástica, após a solubilização, para aumentar a eficiência do processo de precipitação artificial. (ANDERSON; HUNSICKER, 1990).

Nos primeiros estágios do processo de endurecimento por deformação plástica, as discordâncias movimentam-se com certa facilidade nos planos primários de escorregamento, interagem entre si e formam arranjos coplanares. Essa maior mobilidade das discordâncias caracteriza o baixo grau de endurecimento, que reflete na menor resistência mecânica liga.

Com o aumento da deformação, as discordâncias se multiplicam em quantidade, formam regiões com alta concentração, que vão se espalhando e adquirindo a forma de uma estrutura celular, cujas paredes são constituídas por um emaranhado de alta densidade de discordâncias. Novos sistemas de deslizamento e outros mecanismos de mobilidade das discordâncias são ativados, tais com escalagem e deslizamento cruzado (DIETER, 1984a). Essa série de eventos que retarda progressivamente ou obstrui a mobilidade das discordâncias caracteriza o elevado grau de endurecimento, que reflete na maior resistência mecânica liga.

Embora o mecanismo responsável pela formação das paredes de discordâncias, ainda não esteja bem esclarecido, investigações realizadas com auxílio de microscopia eletrônica de transmissão confirmaram que para os metais CFC (Cu, Ni, Al), o tamanho das células decresce até atingir um valor limite, com o aumento da deformação plástica. (LONGO; REED-HILL, 1974).

O fato das células atingirem um tamanho constante, após uma certa deformação, Longo e Reed-Hill (1974) sugeriram que a partir desse instante, aumentando-se a deformação, as discordâncias cruzam as células e se juntam às paredes já existentes.

Segundo Dieter (1984a), as estruturas celulares de discordâncias tornam-se bem definidas para deformações da ordem de 10%.

O encruamento em ligas policristalinas ocorre basicamente porque nesses materiais a livre movimentação de discordâncias vai se tornando reduzida com o aumento da deformação, como resultado de interações diretas das discordâncias entre si ou com grupos de discordâncias, o que exigirá maiores tensões para a continuação do processo de deformação plástica.

Foram propostas várias teorias, com base nos modelos de discordâncias, para tentar explicar os mecanismos por intermédio dos quais a deformação plástica a frio produz um aumento da resistência mecânica dos metais. Longo e Reed-Hill (1973) apresentaram uma revisão de forma sucinta, porém, bastante didática dessas teorias.

Segundo Padilha (1997), nenhuma das teorias propostas consegue explicar totalmente o encruamento dos metais, porém, os mecanismos são válidos dentro de alguma extensão, que varia para cada caso.

### 3.4 ENDURECIMENTO DAS LIGAS TRATÁVEIS TERMICAMENTE

#### 3.4.1 Introdução

Segundo Ardell (1985), a primeira constatação de que o endurecimento por precipitação ocorre somente nas ligas cuja solubilidade no estado sólido decresce com o resfriamento, e que o efeito endurecedor está associado com a formação de aglomerados de átomos de soluto na temperatura do envelhecimento, gerando interferência com o processo de deslizamento foi feita por Merica et al. (1920).

As ligas de alumínio endurecíveis por precipitação (das séries 2xxx, 6xxx e 7xxx) contêm os elementos Cu, Mg, Si, Zn e combinações entre eles, cuja solubilidade no alumínio decresce com a diminuição da temperatura, porém, apenas essa condição não é suficiente para que uma liga seja endurecível por precipitação. É necessário também que o soluto, após um resfriamento rápido da temperatura de solubilização até a ambiente, permaneça em solução sólida, excedendo seus limites de solubilidade até temperaturas moderadamente maiores do que a ambiente. (DAVIS, 2002b).

A adição de magnésio às ligas Al-Zn aumenta a sua resistência mecânica, especialmente, para as ligas contendo zinco na faixa de 3,0 a 7,5%. O magnésio melhora a resposta ao tratamento térmico de precipitação, contribuindo para a formação dos precipitados  $MgZn_2$ . Para se conseguir boa resistência à corrosão, a liga Al-Zn-Mg deve apresentar uma relação Zn/Mg próxima de 3/1. (DAVIS, 2002b).

A adição de cobre às ligas Al-Zn-Mg tem a finalidade de aumentar a taxa de envelhecimento, aumentando-se o grau de supersaturação da liga solubilizada e, também, possivelmente por meio da nucleação da fase  $CuMgAl_2$ . Em geral, o cobre diminui a resistência à corrosão das liga Al-Zn-Mg. (DAVIS, 2002b).

As ligas Al-Zn contendo os elementos magnésio e cobre, além de pequenas adições de cromo e manganês ou zircônio, mais os elementos ferro e silício sempre presentes, formam importantes ligas comerciais utilizadas na indústria aeronáutica. O limite de solubilidade dos elementos zinco, magnésio e cobre diminui de forma acentuada com o decréscimo da temperatura, característica esta, que confere a essas ligas uma boa capacidade de endurecimento por solubilização e subsequente precipitação. (WILCOX, 1990).

### **3.4.2 Tratamento térmico de solubilização**

O tratamento térmico de solubilização precede o tratamento de envelhecimento. A solubilização tem como objetivos maximizar a solubilidade e a taxa de difusão dos elementos de liga no alumínio em altas temperaturas (próximas da temperatura do eutético ou da linha sólidos), para em seguida obter uma solução sólida supersaturada com os esses elementos, após um resfriamento rápido até a temperatura ambiente.

O resfriamento rápido, por outro lado, eleva a concentração de lacunas acima do valor normal de equilíbrio, proporcionando desta forma a precipitação posterior dos elementos da solução sólida supersaturada. (HUNSICKER, 1990).

As temperaturas de solubilização são definidas próximas da temperatura do eutético ou da linha sólidos, dependem do tipo de liga, da composição química e devem ser evitadas temperaturas que possam promover a fusão de algumas fases eutéticas de baixo ponto de fusão ou um possível crescimento de grão.

### 3.4.3 Tratamentos térmicos de precipitação natural e artificial

#### 3.4.3.1 Precipitação ou envelhecimento natural

O tratamento térmico de precipitação ou envelhecimento pode ser natural ou artificial, e tem por objetivo produzir uma fina dispersão de precipitados endurecedores submicroscópicos na matriz, a partir da solução sólida supersaturada, por mecanismos de difusão auxiliados pela alta concentração de lacunas resultantes do tratamento de solubilização. (HUNSICKER, 1990).

A precipitação pode ocorrer na temperatura ambiente, em alguns casos, (precipitação artificial), ou como é mais comum na maioria dos casos, durante o aquecimento acima da temperatura ambiente (precipitação artificial).

As ligas de alumínio comerciais endurecíveis por precipitação natural como, por exemplo, as ligas AA 2024 (4,4%Cu-1,5%Mg-0,6%Mn), AA 6061 (0,6%Si-1,0%Mg-0,28%Mn) e AA 7075 (5,6%Zn-2,5%Mg-1,6%Cu), apresentam taxas de endurecimento diferentes e atingem diferentes valores máximos de resistência mecânica, típicos de cada sistema de liga.

O envelhecimento natural não é um tratamento geralmente usado, pois a difusão em baixas temperaturas sendo muito lenta exige tempos de tratamento muito longos e, por outro lado, na maioria dos casos, as ligas nunca atingem uma condição de completa estabilidade, o que inviabiliza suas aplicações nestas condições.

Segundo Hunsicker (1990), as propriedades mecânicas da liga AA 2024 se estabilizam após quatro dias de envelhecimento natural, enquanto que a liga AA 7075 e outras ligas da série 7xxx, continuam envelhecendo indefinidamente na temperatura ambiente, razão pela qual não são utilizadas nessa condição.

#### 3.4.3.2 Precipitação ou envelhecimento artificial

O envelhecimento artificial é realizado em temperaturas acima da temperatura ambiente (para a qual a difusão é mais rápida) e se caracteriza pela formação de precipitados de equilíbrio incoerentes com a matriz, ao final de um processo, que teve

o seu início na solução supersaturada obtida por meio da solubilização. Esses precipitados são produtos de um processo de nucleação (homogênea ou heterogênea), crescimento e coalescimento. (ARDELL, 1985).

Segundo Hunsicker (1990), as temperaturas em que os tratamentos térmicos de precipitação artificial são realizados variam na faixa de 95 a 205 °C, os tempos são relativamente longos. Os dois parâmetros (temperatura e tempo) dependem do tipo de liga, conforme ilustrados na tabela 3.1.

Tabela 3.1 Temperaturas e tempos utilizados nos tratamentos térmicos de precipitação artificial (condição T6), para três ligas de alumínio comerciais tratáveis termicamente.

Liga	Temperatura (°C)		Tempo (h)
	Intervalo	Recomendada	
AA 6061	170 a 190	175	6 a 10
AA 2014		170	8 a 12
AA 7075	115 a 130	120	12 a 24

Para as ligas da série 7xxx, o intervalo de tempo de permanência na temperatura ambiente, antes do início do tratamento de precipitação, é um outro parâmetro importante, que varia de acordo com a composição da liga e deve ser considerado, pois esses períodos específicos de atraso, se não forem observados refletem numa redução brusca da tensão de escoamento e da resistência à tração da liga, após o tratamento de precipitação artificial. (HUNSICKER, 1990). Assim, por exemplo, o tempo de permanência na temperatura ambiente para uma liga AA 7075 solubilizada, não poderá ultrapassar 4 horas, enquanto que para outras ligas, esse tempo deverá ser reduzido ao mínimo possível.

As razões desse fenômeno não foram perfeitamente esclarecidas, mas há evidências de que está relacionado com o grau de supersaturação obtido pela solubilização e a subsequente reversão das zonas de G-P durante o envelhecimento artificial. Segundo Hunsicker (1990), esse fenômeno pode ser eliminado utilizando-se tratamentos de precipitação em dois estágios. O primeiro estágio do envelhecimento

desenvolve uma melhor distribuição das zonas de G-P, que se mantém estável durante o segundo estágio do envelhecimento.

Por exemplo, os efeitos indesejáveis desse tempo de envelhecimento natural sobre as propriedades mecânicas de uma liga AA 7075-T6 pode ser eliminado realizando-se um envelhecimento em dois estágios, sendo o primeiro estágio realizado a 100 °C durante 4 horas e o segundo estágio a 160 °C durante 8 horas, que resulta nas mesmas propriedades mecânicas da condição T6, realizada a 120 °C durante 24 horas.

A precipitação artificial tem efeitos acentuados, não apenas no aumento da taxa de difusão, quando comparada com a precipitação natural, mas sobre as propriedades mecânicas da liga, em razão das variações microestruturais diferentes que ocorrem em temperaturas mais altas. (HUNSICKER, 1990).

Geralmente, verifica-se um aumento maior das propriedades resistência à tração e tensão de escoamento e menor ductilidade no envelhecimento artificial, quando comparadas com aquelas obtidas pelo envelhecimento natural. Assim, por exemplo, uma liga envelhecida na condição T6 apresenta maior resistência mecânica (resistência à tração e tensão de escoamento) e menor ductilidade do que na condição T4.

O superenvelhecimento reduz tanto a resistência à tração, quanto a tensão de escoamento, porém, a ductilidade não diminui na mesma proporção da redução da resistência mecânica.

Em determinadas aplicações, o tratamento de precipitação deve ser conduzido até uma condição preestabelecida de superenvelhecimento. Essas aplicações envolvem, por exemplo, boa resistência à corrosão, estabilidade dimensional da liga em temperaturas de uso mais altas do que a temperatura ambiente e maior resistência à propagação de trincas por fadiga em meios corrosivos. (HUNSICKER, 1990).

### **3.4.4 Mecanismos de precipitação**

#### **3.4.4.1 Precipitação homogênea**

Segundo Hunsicker (1990), o estágio inicial do processo de precipitação homogênea envolve uma série de eventos, ou seja, uma redistribuição de átomos de

soluto por difusão na solução sólida supersaturada, a segregação desses átomos em vários pontos da matriz, a formação de pequenos aglomerados (*cluster*), cuja concentração é maior do que a concentração média da solução sólida, o crescimento dos aglomerados dando origem às zonas de Guinier-Preston (zonas de G-P).

As zonas de G-P podem assumir formas geométricas diferentes. Quando os diâmetros atômicos do soluto e do solvente são aproximadamente iguais, as zonas de G-P têm a forma aproximadamente esférica e quando são diferentes podem ter uma forma plana ou cilíndrica. (KELLY; NICHOLSON, 1966).

As zonas de G-P formam interfaces coerentes, aumentando a deformação da estrutura cristalina da matriz, numa vizinhança que se estende por várias distâncias interatômicas ao seu redor. O endurecimento nessa fase do processo de precipitação é atribuído portanto à presença das zonas de G-P, que interferem e dificultam o movimento das discordâncias. (HAHN; ROSENFELD, 1975).

Conforme o processo de envelhecimento isotérmico vai evoluindo com o tempo, as zonas de G-P vão sofrendo um rearranjo atômico até que se transformam numa nova fase metaestável de transição e semicoerente com a matriz, cuja estrutura cristalina, em geral, difere da estrutura da solução sólida e da fase final de equilíbrio. (KELLY; NICHOLSON, 1966).

Com o crescimento das partículas de transição, as deformações na matriz aumentam até que a resistência das ligações interfaciais entre partículas e matriz seja excedida, quando então ocorre a ruptura destas ligações, resultando na perda total da coerência entre precipitado e matriz. (HUNSICKER, 1990).

As características dos precipitados endurecedores dependem do tratamento térmico de precipitação e principalmente do tipo de liga.

Nas ligas Al-Cu envelhecidas na temperatura ambiente, o início do processo de precipitação é caracterizado pela migração dos átomos de cobre para formar agregados ou plaquetas, com altas concentrações de cobre, na forma de discos finos orientados paralelamente aos planos da família {100}, com diâmetros estimados em torno de 3 a 5 nm. (COUTINHO, 1980, p.84; HUNSICKER, 1990, p.143).

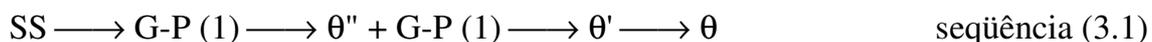
Nesse estágio inicial do processo tem-se a formação das denominadas zonas de G-P (1), que não se alteram com o tempo, mas se multiplicam em número até a

condição final de envelhecimento, quando a distância média entre as zonas de G-P (1) assume valores da ordem de 100 nm. (HUNSICKER, 1990).

Temperaturas de envelhecimento da ordem de 100 °C e maiores (envelhecimento artificial) aumentam a taxa de difusão e causam o desaparecimento das zonas de G-P (1), que são substituídas por uma estrutura denominada zona de G-P (2) ou  $\theta''$  mais espessa, considerada um arranjo atômico ordenado tridimensional, com espessura em torno de 0,8 nm e diâmetro de aproximadamente 15 nm. (COUTINHO, 1980; HUNSICKER, 1990).

Num estágio mais avançado do processo de precipitação forma-se uma nova fase de transição  $\theta'$ , ainda parcialmente coerente com a matriz, tendo a mesma composição da fase estável e coexistindo com  $\theta''$  para uma certa faixa de tempo e temperatura, proporcionando a máxima resistência da liga. (COUTINHO, 1980).

No estágio final do processo de precipitação (superenvelhecimento), a fase de transição  $\theta'$  se transforma na fase estável de equilíbrio  $\theta$  ( $\text{CuAl}_2$ ) incoerente, reduzindo a resistência mecânica da liga. O processo de precipitação pode ser representado pela seqüência 3.1, sendo que "SS" significa solução supersaturada.



Para as ligas Al-Zn-Mg envelhecidas na temperatura ambiente ou ligeiramente maiores (envelhecimento natural), o processo de precipitação é caracterizado pela formação de zonas de G-P com a forma aproximadamente esférica, que crescem com o tempo em tamanho, muito lentamente, aumentando a resistência da liga. Segundo Hunsicker (1990), uma liga AA 7075-W com tensão de escoamento de 150 MPa, após 25 anos de envelhecimento na temperatura ambiente, apresentaram zonas de G-P com diâmetro médio de 1,2 nm e densidade média de  $4 \times 10^8$  zonas / $\text{cm}^3$ , que elevaram a tensão de escoamento para 465 MPa.

Aumentando-se a temperatura do envelhecimento artificial, aumenta-se a taxa de difusão do soluto, e as zonas de G-P para ligas com relação %Zn/%Mg relativamente alta se transformam nos precipitados de transição  $M'$  ou  $\eta'$ , parcialmente coerentes com a matriz, precursores da fase estável de equilíbrio  $M$  ou  $\eta$  ( $\text{MgZn}_2$ ) incoerentes.

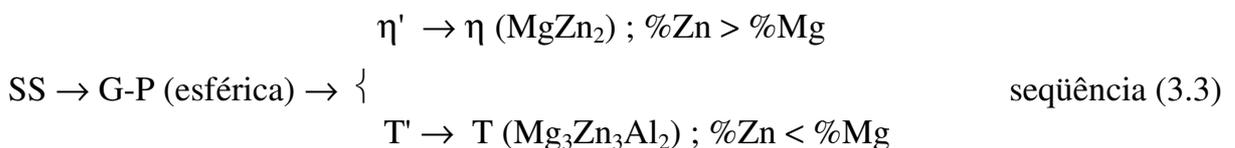
De acordo com Deschamps et al. (1999), o processo de precipitação homogênea para as ligas Al-Zn-Mg, passando por duas fases metaestáveis, pode ser representado pela seqüência 3.2, em que "SS" significa solução supersaturada.



Numa condição de máxima resistência (característica da condição T6) o diâmetro médio das zonas de G-P é da ordem de 2 a 3,5 nm e coexistem na mesma quantidade com a fase  $\eta'$ . (HUNSICKER, 1990).

A natureza das zonas de G-P, apesar de ainda não estar bem esclarecida, sabe-se que contêm altas concentrações de zinco e magnésio e a sua estrutura depende das quantidades relativas dos dois elementos presentes na liga.

Segundo Brown e Willey (1990), a seqüência do processo de precipitação para as ligas Al-Zn-Mg depende da relação entre os teores de zinco e magnésio e pode ser representada pela seqüência 3.3, com as zonas de G-P sendo nucleadas homogeneamente da solução supersaturada (SS).



Segundo Kovács et al. (2004), nas ligas Al-Zn-Mg-Cu, geralmente, formam-se dois tipos de zonas de G-P. A zona G-P (I) esférica é formada em baixas temperaturas e a zona G-P (II) com uma forma elipsoidal alongada é formada em temperaturas acima de 70 °C. A zona de G-P (I) se dissolve em torno de 140 °C e a zona de G-P (II) é mais estável, podendo se transformar continuamente no precipitado semicoerente  $\eta'$ .

#### 3.4.4.2 Precipitação heterogênea

Segundo Hunsicker (1990), a presença de contornos de grão, contornos de subgrão e discordâncias contribuem para a ocorrência de significativa quantidade de

nucleação heterogênea, durante o resfriamento na solubilização ou durante o envelhecimento, para temperaturas acima de um certo valor, conhecida como temperatura *solvus* da zona de G-P.

Acima dessa temperatura *solvus*, precipitados de transição semicoerentes nucleiam e crescem diretamente nos contornos de subgrão e discordâncias, enquanto precipitados de equilíbrio incoerentes nucleiam e crescem diretamente nos contornos de grão. (HUNSICKER, 1990).

A precipitação heterogênea não contribui para o aumento da resistência mecânica da liga, reduzindo ainda o valor da resistência máxima atingível, como consequência da menor quantidade de soluto livre disponível na solução sólida para a nucleação homogênea.

Para minimizar os efeitos da precipitação heterogênea, uma alternativa é aumentar a taxa de resfriamento na solubilização, e com isso aumenta-se a concentração de lacunas, favorecendo a predominância da nucleação homogênea durante o envelhecimento (SANDERS Jr.; STALEY, 1985). Uma outra alternativa, para os casos em que a taxa de resfriamento na solubilização for mais lenta é a realização do envelhecimento em baixas temperaturas, o que também minimiza a nucleação heterogênea. (HUNSICKER, 1990).

A terceira alternativa que tem sido a solução usualmente adotada é realizar o envelhecimento em dois estágios. O primeiro estágio realizado a uma temperatura de envelhecimento mais baixa, maximiza a nucleação homogênea das zonas de G-P. O segundo estágio realizado a uma temperatura mais alta, permite que uma certa quantidade das zonas de G-P nucleadas homoganeamente cresçam, atingindo um tamanho suficiente, para se transformarem nos precipitados de transição. As zonas de G-P que não atingem esse tamanho crítico, não se transformam em precipitados de transição e se dissolvem novamente. (HUNSICKER, 1990).

Quando se elimina o primeiro estágio do envelhecimento, não se tem uma quantidade suficiente de núcleos de precipitação homogênea, para formar uma distribuição fina de precipitados de equilíbrio, resultando numa liga com menor resistência. Segundo Hunsicker (1990), a nucleação heterogênea resulta numa

distribuição de precipitados extremamente grosseira, e como consequência a liga apresenta baixas propriedades mecânicas.

Práticas comerciais de tratamentos térmicos de envelhecimento em dois estágios de ligas de alumínio AA 7475 (de alta resistência) utilizam geralmente, para o primeiro estágio de envelhecimento, temperaturas na faixa de 100 a 120 °C com tempo de 3 horas, e para o segundo estágio, temperaturas entre 160 a 175 °C com tempo que pode variar de 1 a 24 horas. (MEHR, 1982).

### 3.4.5 Mecanismos de endurecimento das ligas tratáveis termicamente

#### 3.4.5.1 Mecanismo de endurecimento por zonas de G-P

Nas ligas endurecíveis por precipitação, o processo de endurecimento que se inicia após a solubilização, prossegue à medida que o tempo evolui, com o surgimento das zonas de G-P, os precipitados coerentes, semicoerentes e incoerentes.

A figura 3.3 ilustra esquematicamente a seqüência do mecanismo de transformação de uma solução supersaturada em zona de G-P e nos precipitados semicoerente e incoerente.

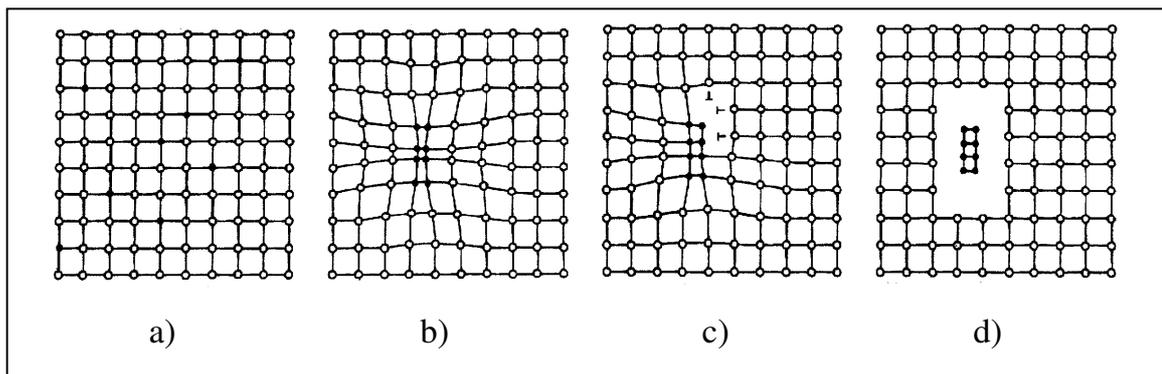


Figura 3.3 Representação esquemática do mecanismo de precipitação homogênea: (a) solução sólida supersaturada, (b) precipitado coerente, (c) precipitado de transição semicoerente e (d) precipitado incoerente de equilíbrio. (HIGGINS, 1982a, p.138).

De acordo com Hirt (1996), as zonas de G-P, sendo aglomerações com altas concentrações de soluto, que mantêm coerência com a matriz, constituem obstáculos à passagem de discordâncias mais resistentes do que átomos de soluto individuais numa solução sólida dispersa, mesmo quando a energia de interação com discordâncias associada aos átomos na solução sólida for elevada como, por exemplo, nos casos em há diferenças significativas entre os diâmetros atômicos do solvente e do soluto.

Segundo (Hirt, 1996), há comprovações experimentais, mostrando que a tensão necessária para movimentar uma discordância sob a ação de tensões de cisalhamento numa solução sólida diluída é proporcional a raiz quadrada da concentração de soluto ( $\tau \propto c^{1/2}$ ), enquanto que numa solução sólida com aglomerados de soluto ou *clusters* é proporcional a raiz quadrada da concentração de soluto elevada ao cubo ( $\tau \propto c^{3/2}$ ).

As interações entre as discordâncias com as zonas de G-P resultam numa redução da energia armazenada nessas regiões de grandes desarranjos atômicos, estabilizando as discordâncias, que permanecem ancoradas ou retidas nas zonas de G-P. Essa estabilidade das discordâncias ancoradas nas zonas de G-P explica o aumento da resistência da liga nesse estágio do processo de envelhecimento. (HAHN; ROSENFELD, 1975).

#### 3.4.5.2 Mecanismo de endurecimento por precipitados coerentes

Num estágio mais avançado do processo de precipitação, as zonas de G-P se transformam nos precipitados coerentes, que apesar de existir uma continuidade entre os seus planos atômicos e os da matriz, os parâmetros das estruturas cristalinas são diferentes (figura 3.3.b), gerando campos de deformações elásticas na matriz em torno dos precipitados, que interagem com campos de deformações de discordâncias em movimento. (HUMMEL, 1998).

O bloqueio ao movimento das discordâncias torna-se mais efetivo, quando as partículas são pequenas, coerentes com a matriz, estão presentes em grandes quantidades e encontram-se distribuídas homogeneamente.

Se as partículas são coerentes, as discordâncias em movimento podem cortá-las, aumentando as respectivas áreas nos planos de escorregamento, o que exige tensões

maiores para movimentar novas discordâncias nesses planos, conforme ilustrado na figura 3.4. Esse mecanismo é conhecido como endurecimento por partículas coerentes.

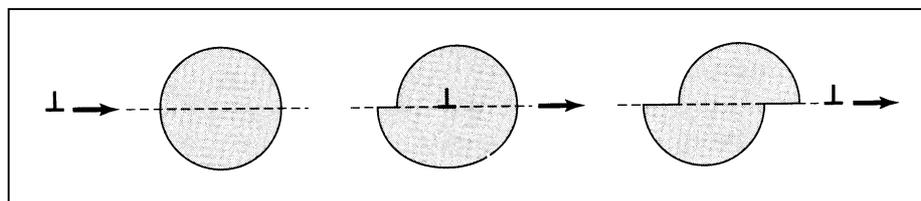


Figura 3.4 Representação esquemática do mecanismo de endurecimento por partículas coerentes. (HUMMEL, 1998, p.93).

Quando os precipitados coerentes se transformam nos precipitados de transição semicoerentes (figura 3.3.c), ocorre nesta fase do processo uma perda parcial da coerência entre precipitados e matriz, porém, um conjunto de direções e planos cristalográficos são mantidos coincidentes. Discordâncias necessárias (figura 3.3.c) acomodam e ajustam esses planos incoerentes precipitados-matriz. (STRUDEL, 1996).

### 3.4.5.3 Mecanismo de endurecimento por precipitados incoerentes

Na fase final do processo de precipitação, os precipitados semicoerentes (figura 3.3.c) transformam-se em precipitados de equilíbrio, incoerentes com a matriz (figura 3.3.d). O endurecimento, neste caso, ocorre conforme ilustrado na figura 3.5, pelo mecanismo de Orowan (1948).

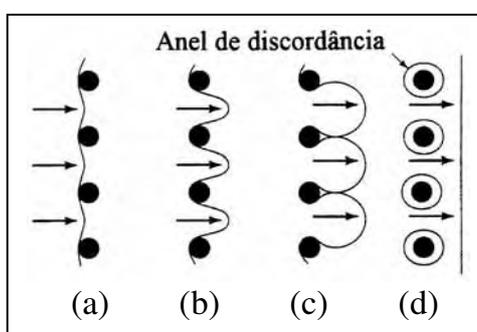


Figura 3.5 Representação esquemática do endurecimento por partículas incoerentes pelo mecanismo de Orowan. (HUMMEL, 1998, p.92).

Discordâncias em movimento são ancoradas nos precipitados incoerentes (figura 3.5.a). Com o aumento da tensão de cisalhamento, essas discordâncias são forçadas a passar entre os precipitados e se curvam (figura 3.5.b), chegando a contornar os precipitados (figura 3.5.c). Neste momento, as curvaturas das linhas das discordâncias se aproximam e como os segmentos têm sinais contrários são atraídos e se anulam mutuamente, deixando os anéis de discordâncias em torno dos precipitados (figura 3.5.d). Assim, as discordâncias conseguem passar e continuam seu movimento até encontrarem novos obstáculos. Novas discordâncias ao passarem entre os precipitados, adicionam novos anéis. (HUMMEL, 1998).

Os anéis de discordâncias criados em torno dos precipitados aumentam os seus diâmetros ao mesmo tempo em que diminuem a distância entre eles. Nestas condições, para as próximas discordâncias repetirem esse trajeto serão necessárias tensões de cisalhamento maiores. A equação 3.1 permite calcular o valor da tensão de cisalhamento resultante do endurecimento por precipitados incoerentes.

$$\tau = \tau_0 + \alpha.G(b/d) \quad \text{equação 3.1}$$

em que:

$\tau_0$  = tensão de cisalhamento necessária para mover uma discordância na ausência de anéis de discordâncias;

$\alpha$  = constante;

G = módulo de cisalhamento;

b = vetor de Burgers;

d = distância entre precipitados.

## 3.5 TRATAMENTOS TERMOMECÂNICOS

### 3.5.1 Introdução

Segundo Di Russo et al. (1973), os tratamentos termomecânicos (TTM), na acepção original do termo, referiam-se aos tratamentos das ligas à base de ferro, que

envolviam deformações plásticas antes ou durante os processos de transformação de fases. Posteriormente, todo processo metalúrgico envolvendo uma combinação de deformação plástica e tratamento térmico, sem a ocorrência de variações alotrópicas, foi denominado tratamento mecânico térmico (TMT).

No caso das ligas de alumínio adotou-se também o termo TTM, apesar de não se enquadrar rigorosamente na definição original, e sim na definição de TMT, por não haver a ocorrência de polimorfismo. Porém, foi adotado o primeiro termo e não o segundo, considerando-se que as transformações microestruturais verificadas nesses tratamentos aplicados às ligas de alumínio, envolvendo deformações plásticas e precipitação, envolvem complexas interações entre a decomposição da solução sólida supersaturada e imperfeições cristalinas como, por exemplo, lacunas, discordâncias e contornos de grão. (DI RUSSO et al., 1973).

Para diferenciar os tratamentos termomecânicos, que envolvem a precipitação em altas temperaturas, durante o processamento da liga após solidificada, dos tratamentos termomecânicos realizados em baixas temperaturas, durante o processo de endurecimento por precipitação, foram propostos, respectivamente, os termos TTMI (tratamento termomecânico intermediário) e TTMF (tratamento termomecânico final). (DI RUSSO et al., 1973).

As deformações plásticas realizadas nos processos de TTMI das ligas de alumínio são feitas numa faixa de temperaturas próxima, porém, acima da temperatura de recristalização da liga, garantindo desta forma uma estrutura trabalhada a quente estável durante o processo envelhecimento posterior.

De uma maneira geral, os principais objetivos dos TTMI são:

a) preservar a subestrutura gerada durante o processamento a quente, para aumentar a resistência mecânica das ligas não tratáveis termicamente;

b) estabilizar estruturas de subgrão por meio de partículas de segunda fase, para influenciar a evolução da subestrutura de discordâncias durante o trabalho a frio e recozimento;

c) obter por meio de um controle da homogeneização do lingote, uma microestrutura de grãos equiaxiais e partículas constituintes homogeneamente

distribuídas, para garantir as melhores propriedades ao longo da espessura das placas, após os processos de laminação e recozimento.

### **3.5.2 Tratamento termomecânico final**

Os processos de TTMF, realizados em baixas temperaturas, são os mais freqüentemente utilizados para as ligas de alumínio endurecíveis por precipitação.

Segundo Hunsicker (1990), as deformações a frio aplicadas após a solubilização podem ser feitas antes, durante ou após o envelhecimento.

Os processos mais simples de TTMF utilizados em ligas de alumínio são os processos de endurecimento T3, T8 e T9.

T3 - solubilização, seguido de trabalho a frio e envelhecimento natural.

T8 - solubilização, seguido de trabalho a frio e envelhecimento artificial.

T9 - solubilização, seguido de envelhecimento artificial e trabalho a frio.

As ligas de alumínio do tipo Al-Zn-Mg e Al-Zn-Mg-Cu da série 7xxx, quando submetidas ao TTMF constituído de uma seqüência de operações envolvendo solubilização, preenvelhecimento inicial, deformação a frio e envelhecimento final, geralmente, apresentam melhor tenacidade, resistência à fadiga e resistência à corrosão sob tensão. (KEY TO METALS, 2006).

A principal finalidade do preenvelhecimento é proporcionar uma distribuição mais uniforme de núcleos de precipitação homogênea, permitindo desta forma, que durante o processo de envelhecimento final ocorra uma maior competição entre os mecanismos de nucleação homogênea e heterogênea sobre discordâncias, resultando também numa maior uniformidade das deformações. (KEY TO METALS, 2006).

Neste caso, o preenvelhecimento é realizado a uma temperatura e tempo inferiores, respectivamente, a temperatura e tempo do envelhecimento final.

As deformações a frio, em geral, variam na faixa de 10 a 50% e têm como finalidade produzir uma subestrutura de discordâncias uniforme ou ligeiramente celular. Deformações em torno de 20% realizadas em temperaturas um pouco acima da temperatura de envelhecimento representam um parâmetro ótimo do processo de tratamento termomecânico. (KEY TO METALS, 2006).

Segundo Gleiter (1968), para envelhecimentos em baixas temperaturas, quando praticamente não ocorre o processo difusional por ativação térmica, o campo de tensão das discordâncias facilita o processo de difusão nas suas proximidades.

Uma liga solubilizada, preenvelhecida e deformada a frio, sem o envelhecimento final, apresenta resistência mecânica superior a da liga apenas solubilizada e envelhecida, com os mesmos valores de ductilidade e tenacidade.

O segundo estágio do processo de precipitação das ligas Al-Zn-Mg e Al-Zn-Mg-Cu, em geral, representa um superenvelhecimento, que reduz a resistência mecânica, porém, melhora a resistência à corrosão sob tensão. (KEY TO METALS, 2006).

Poole et al. (2000) verificaram que deformações plásticas aplicadas na faixa de zero a 1,2% após o preenvelhecimento, em ligas de alumínio do tipo AA 7030 e AA 7108 solubilizadas, aumentaram a cinética de precipitação durante o envelhecimento em dois estágios, porém, o pico de máxima resistência atingido sofreu reduções com o aumento do grau de deformação. Segundo os autores, a cinética do processo de precipitação foi acelerada pelo aumento da taxa de precipitação em discordâncias e os menores valores dos picos de resistência foram atribuídos a maior heterogeneidade do tamanho e distribuição dos precipitados com o aumento da deformação.

Rack (1977) verificou que deformações a frio realizadas na temperatura ambiente em ligas de alumínio AA 6061 solubilizadas, não alteraram a cinética do processo de precipitação da liga em baixas temperaturas, mas exerceram influência sobre a taxa de nucleação e sobre os estágios iniciais de crescimento dos precipitados semicoerentes, nos processos de envelhecimento em temperaturas mais elevadas, entre 125 e 175 °C.

Singh e Goel (2005) estudando os efeitos de vários TTMF sobre as propriedades de fadiga de uma liga de alumínio 2024, concluíram que a presença de partículas intermetálicas (dispersóides) e partículas precipitadas grandes contribuem para a formação de bandas de deslizamento persistentes, representando uma estrutura de deformação altamente heterogênea, que diminuem a resistência à fadiga.

Um tratamento termomecânico para melhorar as propriedades de fadiga deve então reduzir a concentração de dispersóides, gerar uma subestrutura de discordâncias relativamente homogênea e produzir uma fina distribuição de precipitados semicoerentes.

Nos processos industriais de fabricação das ligas de alumínio endurecíveis por precipitação, em que os tratamentos térmicos não são isotérmicos e os tratamentos termomecânicos são complexos, os TTMF consistem na solubilização da liga, resfriamento rápido seguido de deformação plástica para alívio de tensões (geralmente da ordem de 2%) e vários estágios de envelhecimento. O aumento da densidade de discordâncias, geralmente, altera a seqüência natural do processo de envelhecimento, promove a precipitação heterogênea em discordâncias e modifica a cinética de precipitação. (DESCHAMPS et al., 1998).

Soluções sólidas supersaturadas de ligas de alumínio endurecíveis por precipitação apresentam altas taxas de encruamento, em consequência da precipitação dinâmica, que ocorre durante o processo de deformação. A presença de precipitados reduz a capacidade de encruamento, cuja intensidade da redução depende do tipo de mecanismo de interação com as discordâncias.

Segundo Deschamps et al. (1998), os precipitados coerentes não afetam significativamente o processo de endurecimento da liga, efeito este atribuído ao fato de que o mecanismo de encruamento, neste caso, é controlado mais pelo teor de soluto.

Precipitados incoerentes elevam a taxa de encruamento inicial, que diminui com o aumento do grau de deformação. Essa redução da taxa de encruamento inicial é causada pela forte recuperação dinâmica, que ocorre na matriz empobrecida de soluto, após a formação e crescimento dos precipitados. (DESCHAMPS et al., 1998).

Para Deschamps et al. (1998), a influência da solução sólida e dos precipitados sobre o endurecimento por deformação das ligas metálicas ainda não está perfeitamente esclarecida, pois as teorias existentes não conseguem explicar corretamente o comportamento de muitos dos resultados experimentais.

## 3.6 PROCESSAMENTO DAS CHAPAS DA LIGA DE ALUMÍNIO AA 3104

### 3.6.1 Introdução

O processo de produção das chapas de ligas de alumínio como, por exemplo, da liga AA 3104-H19 utilizada industrialmente na fabricação do corpo das latas para

bebidas, envolve várias etapas, iniciando-se com a solidificação do lingote, seguido do tratamento térmico de homogeneização, laminação a quente, recozimento e finalmente a laminação a frio. (KAMAT, 1996).

O processamento a quente da liga solidificada, em particular o tratamento térmico de homogeneização e o processo de laminação a quente, constituem duas etapas fundamentais do processo industrial de fabricação das chapas.

O recozimento e a laminação a frio constituem as duas últimas etapas do processo convencional de produção da liga utilizada na fabricação do corpo das latas de alumínio para bebidas. O recozimento realizado antes da laminação a frio tem por finalidade produzir uma textura recristalizada ideal como preparação para o processo posterior de laminação a frio.

A laminação a frio é considerada a operação mais importante, durante a qual a liga adquire resistência por meio dos mecanismos de encruamento. (DING; MORRIS, 1997). O processo de laminação a frio é realizado em temperaturas menores que a temperatura de recristalização da liga.

### **3.6.2 Tratamento térmico de homogeneização**

#### **3.6.2.1 Considerações iniciais**

Quando uma liga de composição uniforme no estado líquido se solidifica ocorre uma redistribuição não homogênea ou segregação dos elementos de liga na estrutura solidificada, que pode ser de dois tipos: a microsegregação e a macrosegregação (CAMPOS FILHO; DAVIES, 1978).

Segundo Campos Filho e Davies (1978), a microsegregação caracteriza-se por uma redistribuição não homogênea de soluto de curto alcance, cujas variações de composição química se estendem por distâncias da ordem de alguns microns como, por exemplo, a segregação interdendrítica e em contornos de grão. Nos casos extremos, o acúmulo de soluto entre as ramificações dendríticas em crescimento pode propiciar a formação de segundas fases nessas regiões.

A macrossegregação caracteriza-se por uma redistribuição não homogênea de soluto de longo alcance, cujas variações de composição química se estendem por distâncias maiores que alguns diâmetros de grãos como, por exemplo, as segregações que geralmente ocorrem entre a região interna e externa do lingote à medida que a taxa de solidificação diminui da superfície para o centro.

### 3.6.2.2 Tratamento de homogeneização da liga Al-Mn-Mg do tipo AA3104

Segundo Kamat (1996), o tratamento térmico de homogeneização da liga AA 3104 tem como principais objetivos:

- 1) Remover microsegregações de soluto;
- 2) Reduzir a porcentagem de manganês em solução sólida;
- 3) Promover o coalescimento dos dispersóides de tamanhos submicroscópicos;
- 4) Transformar partículas  $Al_6(Fe,Mn)$  na fase  $\alpha-Al_{12}(Fe,Mn)_3Si$  mais desejável e,
- 5) Preparar o lingote para o processo posterior de laminação.

A homogeneização visa otimizar a microestrutura bruta solidificada com relação aos gradientes de concentração de soluto, morfologia e distribuição dos precipitados. As microsegregações podem ser diminuídas ou até eliminadas durante os tratamentos térmicos de homogeneização. (DEHMAS et al., 2005).

Kamat (1996) estudou vários processos de homogeneização, conforme mostrados na tabela 3.2, para uma liga AA 3104.

Tabela 3.2 Processos de homogeneização estudados por Kamat (1996)

Processo	Temperatura (°C)	Tempo (h)
1. Baixa temperatura	482	14
2. Temperatura intermediária	577	1
3. Temperatura intermediária	577	14
4. Temperatura intermediária	577	26
5. Alta temperatura	599	17
6. Dois estágios:	1°	577
	2°	454

Kamat (1996) constatou por exemplo, que a concentração dos elementos de liga segregados decrescem na ordem  $\%Si > \%Cu > \%Fe > \%Mg > \%Mn$  e se concentram preferencialmente no centro do lingote.

O manganês retido em solução sólida no lingote solidificado não é desejável, pois retarda a cinética de precipitação durante o recozimento realizado após o processo de laminação a quente. Por outro lado, a precipitação de dispersóides e a transformação da fase  $Al_6(Fe,Mn)$  em  $\alpha-Al_{12}(Fe,Mn)_3Si$  contribuem para a redução da porcentagem de manganês em solução sólida. (KAMAT, 1996).

De acordo com os estudos de Kamat (1986) os tratamentos térmicos de homogeneização realizados em temperatura mais baixa (482 °C), ou em dois estágios, mostraram ser mais eficientes para reduzir a porcentagem de manganês em solução sólida, devido a precipitação de maior quantidade de dispersóides, quando comparados com os tratamentos realizados em temperatura intermediária (577 °C) e alta temperatura (599 °C, por longos tempos).

A formação da fase  $\alpha$  durante a solidificação da liga, como resultado de reações eutéticas ou peritéticas, segundo (Kamat, 1996), pode ser representada pelas reações:

a) Reação eutética: alumínio líquido  $\rightarrow Al + \alpha-Al_{12}(Fe,Mn)_3Si$

b) Reação peritética: alumínio líquido +  $Al_6(Fe,Mn) \rightarrow Al + \alpha-Al_{12}(Fe,Mn)_3Si$

Durante a homogeneização a fase primária  $Al_6(Fe,Mn)$  se transforma na fase  $\alpha-Al_{12}(Fe,Mn)_3Si$  por meio da difusão do silício. Em geral, essa transformação ocorre se houver altas concentrações de silício, elevadas temperaturas e maiores tempos de homogeneização.

A fase primária  $Al_6(Fe,Mn)$  tem estrutura cristalina ortorrômbica e a fase secundária  $\alpha-Al_{12}(Fe,Mn)_3Si$  tem estrutura cúbica, segundo Hutchinson et al. (1989).

A dureza da fase  $\alpha-Al_{12}(Fe,Mn)_3Si$  varia na faixa de 900 a 950 HV, sendo mais dura que a fase  $Al_6(Fe,Mn)$ , cuja dureza varia na faixa de 700 a 750 HV. Portanto, uma certa porcentagem de constituintes da fase  $\alpha$  é desejável na microestrutura da liga (Kamat, 1996).

Hutchinson et al., (1989) verificaram que as proporções entre as fases  $\alpha$  e  $Al_6(Fe,Mn)$  variam de acordo com os teores de Fe e Si e com a temperatura de

homogeneização. A porcentagem da fase  $\alpha$  predomina com a redução do teor de ferro ou um aumento da temperatura de homogeneização, e com o aumento do teor de silício aparece somente a fase  $\alpha$ .

Os precipitados da fase  $\alpha$ - $\text{Al}_{12}(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}$  (dispersóides) formados durante a homogeneização exercem uma força retardadora sobre a migração de contornos de baixo e de alto ângulo, que podem afetar a cinética de recuperação, recristalização e crescimento de grão da liga.

Hutchinson et al. (1989) verificaram também que as partículas primárias grandes de  $\text{Al}_6(\text{Fe},\text{Mn})$ , com tamanho variando na faixa de 1 a 10  $\mu\text{m}$ , são quebradas durante a laminação a quente, e os precipitados menores da fase secundária  $\alpha$ - $\text{Al}_{12}(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}$  com tamanho variando na faixa de 0,1 a 0,4  $\mu\text{m}$  aparecem homogeneamente distribuídos na matriz após a laminação a quente.

Hutchinson et al. (1989) encontraram ainda partículas do tipo  $\text{Al}_{13}(\text{Fe},\text{Mn})_4$  na microestrutura da liga AA 3004, após homogeneizada a 560 °C com tempo de 6 horas. Essas partículas não foram encontradas para homogeneização a 600 °C durante 10 horas. Observaram também sempre a presença de precipitados do tipo  $\text{CuAl}_2$ , juntamente com as fases primárias e secundárias.

Segundo Kamat (1996), os tratamentos de homogeneização devem proporcionar uma distribuição dispersa de dispersóides de tamanho submicroscópico, para minimizar posteriormente a formação de orelhas (*earing*) durante o processo de conformação do corpo das latas. A homogeneização em dois estágios tem mostrado melhores resultados com relação a esse aspecto. No entanto, a homogeneização em único estágio com temperatura e tempo menores como, por exemplo, 560 °C por 6 horas, conforme sugerido por Hutchinson et al. (1989) apresenta vantagens em termos econômicos.

### 3.6.2.3 Tratamento de homogeneização da liga Al-Zn-Mg-Cu

De acordo com Senatorova et al. (2004), a homogeneização dos lingotes das ligas de alta resistência do tipo Al-Zn-Mg-Cu tem como principais objetivos:

- 1) Maximizar a dissolução da excessiva quantidade de partículas intermetálicas grosseiras solúveis, que se distribuem ao longo de contornos dendríticos;
- 2) Eliminar microsegregações dendríticas;
- 3) Proporcionar um aumento da ductilidade durante a deformação plástica e,
- 4) Propiciar a formação de dispersóides, contendo elementos de transição, com morfologias específicas, para controlar o processo de recristalização.

De acordo com Senatora et al. (2004), as ligas de alumínio de alta resistência do tipo Al-Zn-Mg-Cu apresentam composição química complexa e microestrutura multifase. Por outro lado, as composições químicas dessas ligas comerciais podem estar próximas das regiões do diagrama de fases quaternário, que em condições de equilíbrio, podem apresentar uma matriz de alumínio  $\alpha_{Al}$  + S(Al<sub>2</sub>CuMg) + M[Mg(ZnCuAl)<sub>2</sub>],  $\alpha_{Al}$  + M[Mg(ZnCuAl)<sub>2</sub>] ou  $\alpha_{Al}$  + S(Al<sub>2</sub>CuMg).

Segundo Fan (2006), as fases mais comuns presentes em maiores quantidades na microestrutura das ligas Al-Zn-Mg-Cu comerciais são  $\eta$ (MgZn<sub>2</sub>), T(Al<sub>2</sub>Mg<sub>3</sub>Zn<sub>3</sub>) e S(Al<sub>2</sub>CuMg), e em menores quantidades as fases ricas em ferro do tipo Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe e Al<sub>13</sub>Fe<sub>4</sub>), além das fases  $\theta$ (Al<sub>2</sub>Cu) e Mg<sub>2</sub>Si, que também podem estar presentes.

Partículas grosseiras (diâmetro médio > 1  $\mu$ m) ricas em ferro e cobre são prejudiciais para a tenacidade à fratura e resistência à fadiga, cuja fração volumétrica, morfologia e características intrínsecas dependem da composição química e dos processos de solidificação e homogeneização da liga. O tipo e as características das partículas grosseiras diferem de uma liga para outra, ou em uma mesma liga, para diferentes condições de solidificação e homogeneização. (FAN, 2006).

Em ligas Al-Zn-Mg-Cu com 0,3% de Mn e 0,18% de Fe foi observada a presença de partículas insolúveis Al<sub>6</sub>(Fe,Mn) na microestrutura do lingote no estado bruto solidificado. (SENATOROVA et al., 2004).

Para uma liga comercial do tipo AA 7449, segundo Senatora et al., (2004), uma homogeneização parcial realizada a 400 °C durante 6 horas em lingotes de grandes dimensões foi suficiente para reduzir o excesso de partículas grosseiras das fases solúveis S(Al<sub>2</sub>CuMg) e M[Mg(ZnCuAl)<sub>2</sub>], porém, partículas Al<sub>3</sub>CuFe<sub>2</sub> insolúveis permaneceram ao longo de contornos dendríticos. A fase S pode ser totalmente

dissolvida à temperatura de 460 °C, porém, nas ligas com teor de cobre maior que 2%, essa fase não se dissolve completamente, permanecendo retida na solução sólida.

Durante a homogeneização as fases solúveis desaparecem e surgem novas fases mais estáveis, enquanto as fases insolúveis permanecem inalteradas.

Fan (2006) estudando uma liga AA 7055 mostrou que durante a homogeneização em baixa temperatura realizada a 460 °C, a tendência é o desaparecimento da fase  $\eta(\text{MgZn}_2)$  da estrutura lamelar eutética e o aparecimento de uma nova fase estável  $\text{Al}_2\text{CuMg}$ , para longos tempos (24 horas) de tratamento.

Análises feitas com auxílio de EDS mostraram que as concentrações de cobre e alumínio na fase solúvel  $\text{MgZn}_2$  foram maiores que a composição média da liga, caracterizando uma solução sólida identificada como  $\text{Mg}(\text{Zn,Cu,Al})_2$ . Essa fase solúvel durante a homogeneização se dissolve gradualmente na matriz, enquanto vai sendo formada a fase estável  $\text{Al}_2\text{CuMg}$ , cuja nucleação ocorre na interface entre  $\text{MgZn}_2$  e a matriz. Uma homogeneização a 460 °C durante longo tempo resultou na transformação da fase  $\text{Mg}(\text{Zn,Cu,Al})_2$  para  $\text{S}(\text{Al}_2\text{CuMg})$  e praticamente, não afetou o tamanho e a morfologia das partículas  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  ricas em ferro.

Temperaturas de homogeneização acima de 470 °C podem provocar a fusão localizada de fases eutéticas não de equilíbrio, cujas reações de fusão ocorrem na faixa de temperaturas compreendida entre 471 a 490 °C.

### **3.6.3 Laminação a quente**

#### **3.6.3.1 Considerações iniciais**

Durante as operações de trabalho a quente a liga permanece dúctil, o que permite realizar sucessivamente grandes deformações plásticas (CALLISTER Jr., 2002). O objetivo primário da laminação a quente está mais relacionado em conformar a geometria do material do que com suas propriedades mecânicas.

Os processos convencionais de laminação a quente ou a frio reduzem a espessura do material, resultando em grandes aumentos no comprimento e, geralmente, pequenos aumentos da largura. (DIETER, 1984b).

O processo de laminação é considerado a quente, para uma dada velocidade de laminação, se as operações forem realizadas em temperaturas acima da temperatura de recristalização do metal ou liga, a qual varia, em geral, na faixa de aproximadamente 0,65 a 0,75 da temperatura absoluta de fusão, e para as quais se estabelece um equilíbrio entre as taxas de encruamento e de amolecimento do metal, durante a deformação. (HELMAN; CETLIN, 1983).

As variações microestruturais, que ocorrem durante as operações de laminação a quente são dinâmicas e muito sensíveis aos parâmetros do processo.

### 3.6.3.2 Evolução da microestrutura e textura da liga Al-Mn-Mg laminada a quente

A evolução da microestrutura e textura durante o trabalho a quente das ligas de alumínio não tratáveis termicamente é complexa, pois envolve uma série de parâmetros tais como, por exemplo, a microestrutura da liga (estrutura de grãos e segunda fase), taxa de deformação, as variações de temperatura e a porcentagem de deformação em cada passe do processo. (SELLARS, 1992).

Segundo Sellars (1992), as variações microestruturais dinâmicas (endurecimento e amolecimento da liga), que ocorrem durante a laminação a quente, são muito sensíveis aos parâmetros temperatura e taxa de deformação, que controlam a energia armazenada ao final do processo, a qual influencia, posteriormente, a cinética dos processos termicamente ativados ou as variações microestruturais estáticas (recuperação, recristalização e crescimento de grãos).

Sellars (1992) enfatiza a necessidade de se correlacionar a microestrutura resultante das variações contínuas da temperatura e taxa de deformação, que ocorrem ao longo da espessura dos lingotes, entre os diversos passes, num processo de laminação a quente industrial, com base em princípios físicos e não apenas em dados experimentais, conforme ocorre normalmente.

Segundo Sellars (1992), nos processos industriais de laminação a quente, em que a temperatura e a taxa de deformação podem variar continuamente ao longo da espessura do lingote em cada passe, e sendo a recuperação dinâmica sensível a esses parâmetros poderá resultar num gradiente de energia armazenada no final do processo.

Esse aumento diferenciado de energia irá influenciar, posteriormente, a cinética dos processos termicamente ativados de recuperação e recristalização, gerando microestruturas diferentes nas regiões mais da próximas da superfície e no interior do lingote. Assim, por exemplo, poderá ocorrer um crescimento de grãos no interior e recristalização nas regiões mais próximas da superfície do lingote.

Saimoto e Kamat (1992) concluíram que a variação da energia de ativação para desenvolver o processo de recristalização é consequência das diferentes concentrações de manganês, que permanecem em solução sólida ao longo da espessura do lingote. Como no centro do lingote, a concentração de manganês é maior do que na superfície, a recristalização no centro torna-se mais lenta.

Conforme foi verificado nos estudos de Saimoto e Kamat (1992), embora a cinética da recristalização seja controlada pela presença do manganês em solução sólida, a precipitação heterogênea e o crescimento dos precipitados incoerentes  $Mg_2Si$ , durante recozimentos realizados na faixa de 327 a 337 °C, também podem contribuir para o retardamento do processo de recristalização.

O perfil de deformações ao longo da espessura da placa torna-se mais complexo, quando o processo de laminação a quente envolve uma seqüência de passes (reversíveis ou contínuos). Estudos realizados por Higginson et al. (2003), para uma liga Al-1%Mn, mostraram que a textura desenvolvida na superfície da placa, durante a deformação e subsequente recozimento, depende do processo de laminação.

A não homogeneidade das deformações produzidas pelo processo de laminação a quente, ao longo da espessura das placas da liga AA 3004, contribui para a formação de textura cúbica. Essa textura é quem promove a formação de orelhas (ondulações) a 0 e 90° e compensa a formação da textura desenvolvida durante a laminação a frio, responsável pela formação de orelhas a 45°. O resultado dessa compensação é desejável nos processos industriais, para garantir a formação de orelhas (earring) com índices menores do que 3%, durante a conformação do corpo das latas. (SAIMOTO; KAMAT, 1992).

Kashyap e George (2006) definiram textura cúbica como sendo uma componente da textura de recristalização com a forma de agulha, descrita por uma orientação ideal (100)  $\langle$ 100 $\rangle$  em metais CFC deformados, como alumínio, cobre, etc.

Segundo Kashyap e George (2006), o mecanismo de nucleação dos grãos cúbicos num metal CFC deformado, pode ser explicado com base em comprovações experimentais, pelo modelo da energia armazenada diferencial.

Foi constatado experimentalmente que os subgrãos de orientação cúbica são maiores e contêm menos discordâncias livres do que os subgrãos da vizinhança com outras orientações. Portanto, possuem menos energia armazenada o que lhes permite uma recuperação mais rápida e um crescimento em tamanho muito maior que os vizinhos.

Segundo Daaland e Nes (1996), uma das maiores preocupações com relação ao processamento da liga Al-Mn-Mg tem sido a forte anisotropia das propriedades mecânicas. Essa anisotropia desenvolvida durante o processamento termomecânico afeta a conformabilidade da liga nas operações de estampagem profunda, que envolvem severas deformações plásticas da chapa, durante o processo de fabricação de embalagens rígidas. O efeito da anisotropia se manifesta através da formação de orelhas nas bordas das latas para bebidas, ou de outros recipientes rígidos para embalagens de alimentos,.

O controle da textura cúbica desenvolvida durante o processo de laminação quente da liga é de extrema importância, para se obter uma boa qualidade do produto final da chapa. O controle da microestrutura também é importante para garantir uma boa conformabilidade da chapa e um produto com as desejadas propriedades mecânicas. (DAALAND; NES, 1996).

#### **3.6.4 Laminação a frio**

O recozimento e a laminação a frio são as duas últimas etapas do processo convencional de produção da liga Al-Mn-Mg, utilizada na fabricação do corpo das latas de alumínio. O recozimento realizado antes da laminação a frio tem por finalidade produzir uma textura recristalizada ideal como preparação para o processo posterior de laminação a frio. A laminação a frio é considerada a operação mais importante, durante a qual a liga adquire resistência mecânica por meio dos mecanismos de encruamento. (DING; MORRIS, 1997).

O processo de laminação a frio é realizado em temperaturas menores que a temperatura de recristalização da liga.

Segundo Ding e Morris (1997), os objetivos do processo de laminação a frio da liga Al-Mn-Mg utilizada na fabricação de latas para bebidas são basicamente dois:

a) Primeiramente, aumentar a resistência da liga e ao mesmo tempo manter as boas propriedades de conformabilidade da chapa. A boa conformabilidade é uma característica necessária para que o material possa suportar as severas condições de conformação plástica e altas taxas de deformação, que caracterizam os processos de alta produção das latas. A tendência atual é reduzir a espessura da parede das latas a fim de torná-las mais leves, sem perda da resistência.

b) O segundo objetivo é produzir chapas com textura balanceada para minimizar os efeitos da anisotropia, que se manifestam através da formação de ondulações ou orelhas na extremidade das latas, durante o processo de fabricação.

Segundo Ding e Morris (1997), a ductilidade da liga (na forma de chapas) medida pelo alongamento no ensaio de tração deve ser no mínimo igual a 3%, para garantir uma boa conformação das latas, enquanto o índice de orelhas associado com as características da textura cristalográfica da chapa deve ser menor que 2%.

Liu et al. (2006) estudaram os efeitos do recozimento feito antes e após a laminação a frio, em amostras de uma liga Al-Mn-Mg na forma de chapa produzida por solidificação contínua, laminação a quente e laminação a frio. Verificaram que as amostras recozidas antes da laminação a frio apresentaram uma estrutura de grãos equiaxiais e textura cristalográfica cúbica na forma de agulhas com orientação  $\{001\}\langle 100\rangle$ , enquanto que as amostras recozidas após a laminação a frio apresentaram uma estrutura de grãos alongados e completamente recristalizados, com textura cristalográfica não cúbica.

É um fato já conhecido na literatura, que as ondulações surgidas na extremidade do corpo das latas, durante o processo de conformação plástica, resulta da anisotropia planar da chapa utilizada na produção das latas, a qual está associada à textura desenvolvida durante o seu processamento termomecânico.

Portanto, segundo Liu et al. (2006), durante a laminação a quente deve ser formada uma textura do tipo cúbica com orientação  $\{001\}\langle 100\rangle$  ou outros tipos de

texturas, responsáveis pela formação de ondulações a 0 e 90° em relação a direção de laminação, e durante a laminação a frio, devem ser formadas texturas responsáveis pela formação de ondulações a 45° em relação a direção de laminação.

O comportamento das ondulações determinado pela textura cristalográfica, pode ser monitorado quantitativamente durante o processo de laminação a frio. Uma textura fortemente recristalizada produz altos índices de ondulações a 90°, contribuindo para reduzir, posteriormente, a formação de ondulações a 45° na chapa final. (CHENG X, 2001).

A condição de endurecimento H19, fortemente encruada, desenvolvida durante o processo de laminação a frio das chapas utilizadas na fabricação do corpo das latas de alumínio, propicia a formação de uma textura de laminação capaz de equilibrar a textura cúbica formada durante a laminação a quente, conferindo à chapa menores índices de anisotropia e de ondulações, durante o processo de estampagem do corpo das latas. (LIU et al. 2006).

Deve-se ressaltar que a extremidade do copo, na fase final do processo de conformação da lata não é totalmente plana, apresentando ondulações. Essas ondulações ou orelhas (earing) não é desejável e devem ser eliminadas, pois significa maior perda de material, além da necessidade de operações adicionais no processamento das latas, representando maior custo do processo. (LIU et al., 2006).

De acordo com a ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO (1994), os produtos obtidos com o processo de laminação a frio são as chapas e as folhas. As chapas são laminados planos com espessura maior que 0,15 mm e menor que 6,35 mm e as folhas são laminados planos com espessura menor que 0,15 mm, podendo chegar até 0,005 mm.

## **4 MATERIAL E MÉTODOS**

### **4.1 PREPARAÇÃO DA LIGA AA 3104 COM ADIÇÕES DE ZINCO**

#### **4.1.1 Introdução**

A preparação da liga AA 3104 para fins dos estudos desenvolvidos neste trabalho foi feita a partir de uma liga de composição comercial, mostrada na tabela 5.1, tendo sido preparada com diversas concentrações de zinco na forma de lingotes, pelo processo convencional de fusão e solidificação em lingoteira metálica, conforme os procedimentos descritos nos itens a seguir.

#### **4.1.2 Matéria prima e fundição da liga**

A liga de alumínio AA 3104 comercial (Al-0,9%Mn-1,2%Mg) foi fornecida pela Novelis do Brasil Ltda. (antiga ALCAN do Brasil Ltda.), unidade de Pindamonhangaba, SP, na forma de chapas com dimensões aproximadas de 400x400 mm com 3,0 mm de espessura.

O zinco metálico utilizado como elemento de adição à liga foi produzido pela LABSYNTH Produtos para Laboratórios Ltda. e adquirido no comércio na forma granulada (20 mesh), com grau de pureza mínimo de 99,8% e teores máximos de 0,01% (% em peso) de cada impureza, respectivamente, ferro e chumbo.

A fusão da liga foi feita num forno com aquecimento por meio de resistências elétricas, em cadinhos de carbetto de silício, com volume de  $4,0 \times 10^5 \text{ mm}^3$  (0,4 litros).

O procedimento adotado consistiu inicialmente no corte das chapas da liga AA 3104, em pedaços com dimensões aproximadas de 10x20 mm, a separação dos pedaços em dez lotes de 0,700 kg (em média), os quais foram fundidos, um de cada vez, a uma temperatura da ordem de 850°C, quando então se adicionava o zinco nas quantidades preestabelecidas, ao mesmo tempo em que se agitava o metal líquido, para garantir uma melhor distribuição do elemento adicionado à liga, efetuando-se em seguida o vazamento numa lingoteira metálica.

Como o zinco é um metal com baixa temperatura de fusão ( $419,5^{\circ}\text{C}$ ) e temperatura de ebulição igual a  $906^{\circ}\text{C}$ , o procedimento de adição do zinco granulado diretamente ao metal líquido provocava a queima instantânea, assim que as partículas entravam em contato com o metal líquido. Esse procedimento em razão das dificuldades práticas foi o que resultou nos lingotes com os menores teores de zinco.

Uma segunda alternativa de adição do zinco foi encapsular o granulado em pequenos recipientes feitos com a própria liga A A3104 comercial, conforme mostrado na figura 4.1, para evitar o contato direto e imediato do granulado com o metal líquido.

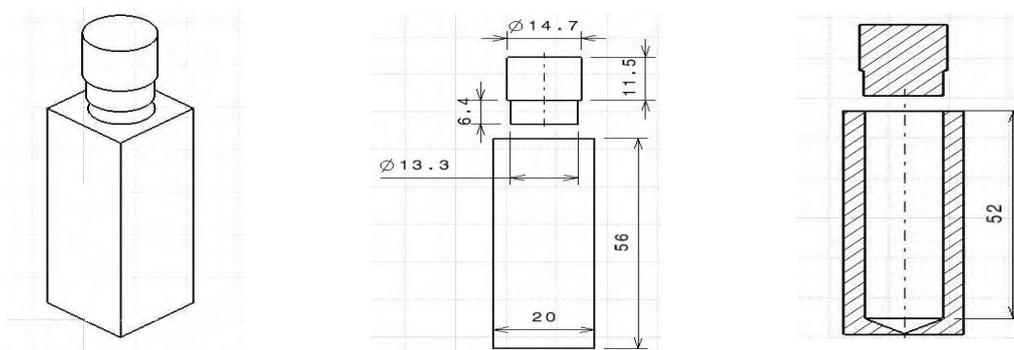


Figura 4.1 Recipiente para encapsulamento do zinco granulado.

A terceira técnica utilizada para adição do zinco à liga no estado fundido foi fundir previamente o zinco granulado, obtendo-se um lingote de aproximadamente 0,300 kg, a partir do qual foram retiradas as quantidades necessárias em peso para serem adicionadas ao metal líquido. Em seguida foram adicionadas as porcentagens desejadas de zinco, ao mesmo tempo em que se agitava o banho líquido. As duas últimas técnicas apresentaram os melhores resultados para incorporação do zinco à composição da liga AA 3104.

#### 4.1.3 Vazamento do metal líquido e identificação dos lingotes

Após fundida a liga AA 3104 comercial, feita a adição do zinco nas porcentagens preestabelecidas, agitado o banho manualmente utilizando-se um bastão de quartzo, durante alguns minutos, o metal líquido foi vazado numa lingoteira metálica de aço 1020, de seção retangular, com dimensões internas aproximadas de  $40 \times 80 \times 145$  mm e

volume em torno de  $4,64 \times 10^5 \text{ mm}^3$  (0,464 litros), volume este maior que o volume do cadinho de carbetto de silício (0,4 litros).

Foram preparados dez lingotes, com teores de zinco variando na faixa de 0,59 a 2,17% (% em peso), mais um lingote de referência sem adição de zinco, totalizando onze lingotes, de aproximadamente 40x80x85 mm, conforme ilustrados na figura 4.2.



Figura 4.2 Aspecto dos cinco primeiros lingotes no estado bruto de fusão após solidificados.

As análises químicas mostraram resultados dos teores de zinco diferentes em relação aos indicados nos lingotes estabelecidos por cálculos.

Os lingotes no estado bruto de fusão foram identificados por letras e números, de tal modo que, os quatro primeiros lingotes AM 1, AM 2, AM 3 e AM 4 foram obtidos utilizando-se o primeiro procedimento de adição do zinco (granulado), os seguintes AM 5, AM 7 e AM 8 utilizando-se o segundo procedimento (cápsula) e os três últimos AM 9, AM 10 e AM 11 utilizando-se o terceiro procedimento de incorporação do zinco (pedaços). O lingote AM 6 não existiu e para o lingote com a composição comercial não houve adição de zinco, sendo identificado como Ref.

#### 4.1.4 Preparação das amostras para análises químicas

Foram cortadas amostras de aproximadamente 80x85 mm e 7 mm de espessura, de uma das duas maiores faces de cada um dos onze lingotes brutos de fusão.

As amostras retiradas dos lingotes foram usinadas e transformadas em discos, conforme mostrados na figura 4.3, com aproximadamente 62 mm de diâmetro por 6 mm de espessura, num total de 11 discos, correspondentes a cada um dos lingotes. Os pontos escuros simétricos na superfície dos discos são marcas da análise química.

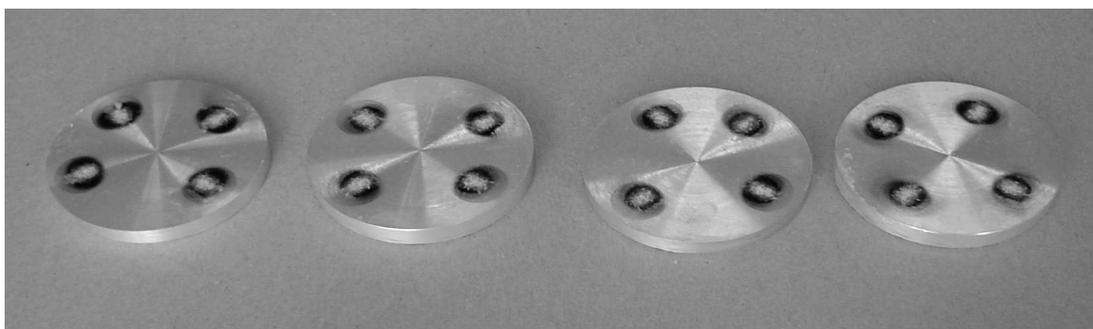


Figura 4.3 Discos retirados de uma das faces de maiores dimensões dos lingotes fundidos, após usinados e feitas as análises químicas.

Os discos mostrados na figura 4.3 após usinados na superfície para retirada das marcas da análise química, posteriormente, foram homogeneizados juntamente com os respectivos lingotes, e em seguida, submetidos aos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento.

#### **4.1.5 Análises químicas**

As análises químicas foram realizadas nas onze amostras em forma de discos, conforme ilustradas na figura 4.3, utilizando-se um Espectômetro de Emissão Ótica ARL 4460 do Laboratório de Análise Química da Novelis do Brasil Ltda., unidade de Pindamonhangaba, SP. Os resultados estão mostrados na tabela 5.1.

#### **4.1.6 Usinagem dos lingotes brutos de fusão**

Os lingotes no estado bruto de fusão foram usinados no Laboratório de Usinagem do Departamento de Materiais e Tecnologia da Faculdade de Engenharia do Campus

de Guaratinguetá, UNESP, com a finalidade de eliminar as irregularidades das superfícies brutas de fusão, obter faces planas e paralelas e padronizar as dimensões.

Os cantos vivos ao longo do comprimento dos lingotes foram arredondados para minimizar a concentração de tensões e reduzir a tendência de nucleação de trincas durante o processo de laminação.

Os lingotes após usinados receberam uma nova identificação, com acréscimo de uma letra adicional à identificação anterior, conforme mostrado na figura 4.4, para diferenciá-los da condição recém saída da lingoteira.



Figura 4.4 Aspecto dos lingotes após usinados com as novas identificações.

As dimensões médias finais dos lingotes mostrados na figura 4.4 foram: 61,0 mm de largura, 78,5 mm de comprimento e 26,9 mm de espessura.

Com essa nova identificação, os lingotes usinados AM 1-Z, AM 2-Z, AM 3-Z e AM 4-Z correspondem aos quatro primeiros lingotes brutos de fusão obtidos utilizando-se o primeiro procedimento de adição do zinco (granulado), os seguintes AM 5-Z, AM 7-Z e AM 8-Z correspondem ao segundo procedimento de adição do zinco (cápsula) e três últimos AM 9-Zs, AM 10-Zs e AM 11-Zs correspondem ao terceiro procedimento de incorporação do zinco (pedaços de zinco sólido). O lingote AM 6 não existiu e para o lingote com a composição comercial foi mantida a identificação REF.

A tabela 4.1 mostra a correspondência entre as identificações utilizadas para os lingotes no estado bruto de fusão e após usinados, com os respectivos teores de zinco.

Tabela 4.1 Correspondência entre as identificações dos lingotes antes e após usinados, com os respectivos teores de zinco.

Lingote bruto de fusão	Lingote após usinado	Teor de zinco (%)	Lingote bruto de fusão	Lingote após usinado	Teor de zinco (%)
Ref.	REF.	0,03	AM 7	AM 7 - Z	1,27
AM 1	AM 1 - Z	1,34	AM 8	AM 8 - Z	2,17
AM 2	AM 2 - Z	1,47	AM 9	AM 9 - Zs	0,59
AM 3	AM 3 - Z	1,52	AM 10	AM 10 - Zs	1,14
AM 4	AM 4 - Z	1,72	AM 11	AM 11 - Zs	1,50
AM 5	AM 5 - Z	1,56	-	-	-

#### 4.1.7 Tratamento térmico de homogeneização

A homogeneização dos onze lingotes mostrados na figura 4.4 e dos dez discos retirados dos respectivos lingotes ilustrados na figura 4.3 (exceto o disco do lingote AM 2, não utilizado) consistiu no aquecimento a  $(590 \pm 2) ^\circ\text{C}$ , por 5 horas, seguido de resfriamento ao ar até a temperatura ambiente. Os parâmetros, temperatura e tempo estabelecidos neste trabalho, foram os mesmos adotados no processamento térmico industrial da liga destinada à fabricação de latas de alumínio para bebidas.

O tratamento térmico de homogeneização foi realizado no Laboratório de Tratamentos Térmicos do Departamento de Materiais e Tecnologia, da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, UNESP, utilizando-se um forno tipo Mufla, série 7000, da EDG Equipamentos, modelo EDGCON 3P, com temperatura máxima de operação  $1200 ^\circ\text{C}$ .

## 4.2 AVALIAÇÃO DO EFEITO ENDURECEDOR DO ZINCO NA LIGA

### 4.2.1 Considerações iniciais

Preparada a liga com os diferentes teores de zinco, a partir da liga AA3104 de composição comercial, e realizados os tratamentos térmicos de homogeneização nos discos e nos lingotes, havia necessidade de se avaliar o efeito endurecedor do zinco na

liga modificada, antes de dar continuidade ao trabalho, ou seja, antes de prosseguir com o processamento termomecânico da liga.

Para se fazer essa avaliação foram realizados os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento em dois estágios, nos discos com os diferentes teores de zinco, conforme os procedimentos descritos nos itens 4.4.2 e 4.4.3 a seguir.

#### 4.2.2 Solubilização dos discos

Após o tratamento térmico de homogeneização, dez discos foram solubilizados, menos o disco correspondente ao lingote AM 6 (inexistente) e o disco retirado do lingote AM 2, que não foi utilizado nesta fase do trabalho.

Antes de serem colocados no forno, os discos foram dispostos paralelamente um ao lado dos outros e separados entre si por espaçadores, para facilitar a circulação da água durante o resfriamento rápido a partir da temperatura do tratamento, e amarrados formando um feixe cilíndrico compacto.

O tratamento térmico de solubilização foi realizado a  $(513 \pm 2) ^\circ\text{C}$ , durante uma hora, no forno tipo mufla descrito no item 4.1.7 utilizado para homogeneização, seguido do resfriamento em água fria à temperatura em torno de  $14 ^\circ\text{C}$ . Todos os discos após a solubilização foram mantidos num *freezer* a uma temperatura em torno de  $0^\circ\text{C}$ , aproximadamente, até ser realizado o processo de envelhecimento.

#### 4.2.3 Tratamento térmico de envelhecimento ou precipitação

Após o tratamento de solubilização, os discos foram recortados em quatro partes, ou setores circulares, e numerados de 1 a 4, conforme ilustrado na figura 4.5.

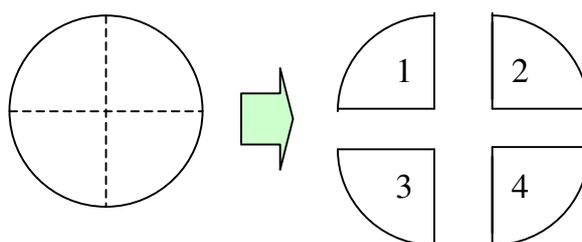


Figura 4.5 Divisão dos discos em setores circulares numerados de 1 a 4.

Os dez discos com teores de zinco diferentes entre eles, variando de 0,03 a 2,17% conforme indicados na tabela 4.1, após o corte em setores circulares resultaram em quarenta amostras, as quais foram agrupadas em quatro lotes de dez, sendo que em cada lote, os dez setores circulares foram separados entre si e fixados paralelamente com arame recozido num suporte metálico, antes de serem levados ao forno.

Em cada lote de setor circular (1, 2, 3, 4), conforme mostrado na figura 4.6, cada amostra foi identificada por um número de ordem colocado antes do número do lote, separado deste por um traço. Esses números colocados antes do traço identificam as porcentagens de zinco dos diferentes discos, conforme indicadas na tabela 4.1. Foram excluídos o número 2 (disco não utilizado) e o número 6 (disco inexistente).

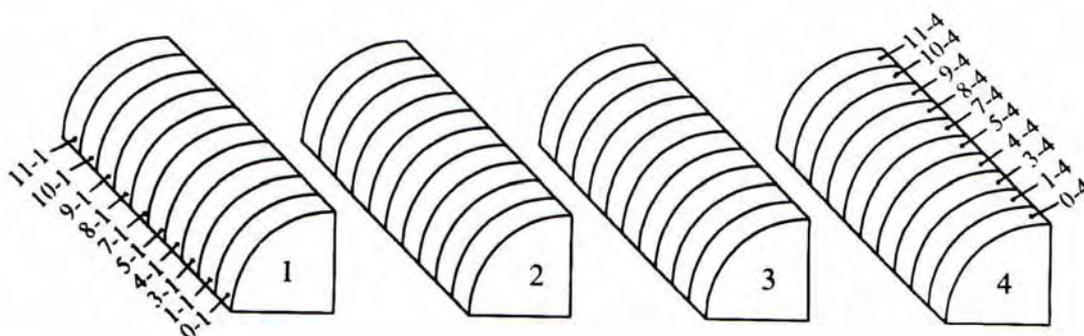


Figura 4. 6 Lotes de dez setores circulares com diferentes teores de zinco.

Por exemplo, na figura 4.6, o setor 0-1 do lote 1 corresponde ao teor de zinco igual a 0,03% (% em peso) da liga comercial, e o setor 11-1 do mesmo lote 1 corresponde ao teor de zinco igual a 1,50% (% em peso), conforme teores indicados na tabela 4.1, respectivamente. O setor 0-4 do lote 4 corresponde ao teor de zinco igual a 0,03% (% em peso) da liga original, e o setor 11-7 do mesmo lote 4 corresponde ao teor de zinco igual a 1,27%, conforme teores indicados na tabela 4.1, respectivamente.

Os números que identificam os lotes (1, 2, 3 e 4) estão relacionados aos tempos de envelhecimento, conforme indicados no esquema mostrado na figura 4.7 e, desta forma amostras de diferentes concentrações de zinco foram envelhecidas em condições idênticas.

Após este procedimento descrito de identificação das amostras foi realizado o envelhecimento em dois estágios, dos quatro lotes, sendo que o primeiro estágio do

envelhecimento foi igual para todos os lotes e o segundo estágio foi diferente para cada lote, conforme mostrado na figura 4.7.

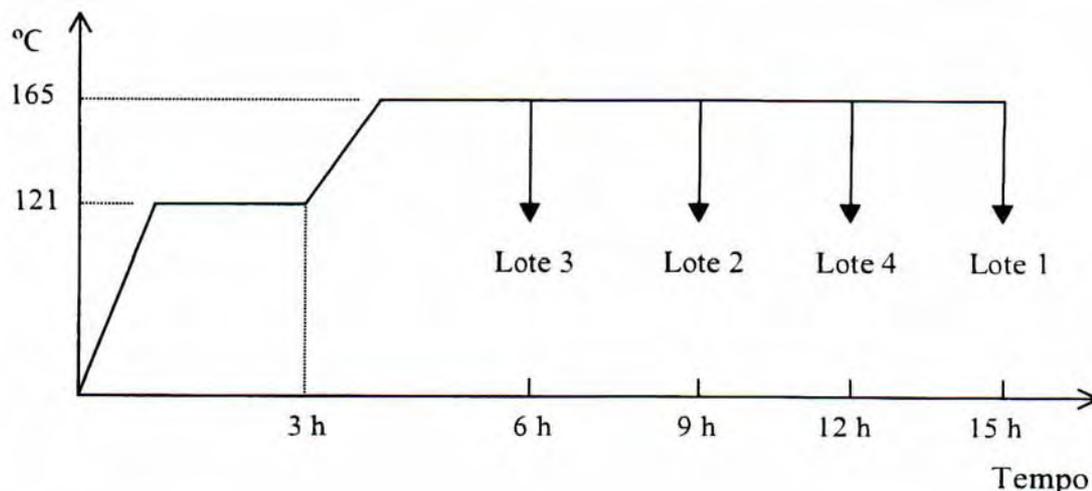


Figura 4.7 Esquema ilustrativo, mostrando as temperaturas e tempos utilizados no envelhecimento em dois estágios.

O primeiro estágio consistiu no aquecimento dos quatro lotes até a temperatura de  $(121 \pm 2)^\circ\text{C}$  com patamar de três horas, seguido do segundo estágio, que consistiu na elevação da temperatura até atingir  $(165 \pm 2)^\circ\text{C}$ , permanecendo cada lote nesse patamar por tempos diferentes, conforme indicados na figura 4.7.

Decorrido o tempo de três horas a  $(165 \pm 2)^\circ\text{C}$  no segundo patamar de temperatura, foi retirado o lote 3 do forno e resfriado ao ar até a temperatura ambiente e, assim, sucessivamente, após cada três horas foram retirados o lote 2, o lote 4 e finalmente o lote 1, nesta ordem, conforme indicado na figura 4.7, resultando em quatro tempos totais diferentes de envelhecimento, ou seja: 6 horas, 9 horas, 12 horas e 15 horas.

Como cada lote continha dez amostras com teores de zinco diferentes, foi possível avaliar o efeito de diferentes teores de zinco da liga sobre o envelhecimento em dois estágios, para um mesmo tempo de envelhecimento, assim como, o efeito de diferentes teores de zinco e diferentes tempos de envelhecimento em dois estágios para a liga em estudo. Os tempos e temperaturas estão indicados na tabela 4.2.

O tratamento térmico de envelhecimento em dois estágios foi realizado no forno tipo Mufla, descrito no item 4.1.7 utilizado para homogeneização.

Tabela 4.2 Tempos e temperaturas utilizados no tratamento de precipitação em dois estágios dos setores circulares.

Identificação do lote	Envelhecimento (primeiro estágio)	Envelhecimento (segundo estágio)
Lote 3		$(165 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C} \times 3 \text{ horas}$
Lote 2	$(121 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C} \times 3 \text{ horas}$	$(165 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C} \times 6 \text{ horas}$
Lote 4		$(165 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C} \times 9 \text{ horas}$
Lote 1		$(165 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C} \times 12 \text{ horas}$

#### 4.2.4 Monitoramento dos tratamentos térmicos

O monitoramento dos tratamentos térmicos foi feito por meio de medidas de dureza Vickers, utilizando-se uma carga de 5,0 kg e tempo de 15 segundos, antes e após todos os tratamentos térmicos realizados, ou seja, antes da homogeneização (no estado bruto de fusão) e após a homogeneização dos discos e dos lingotes, antes e após, respectivamente, a solubilização e o envelhecimento.

### 4.3 LAMINAÇÃO A QUENTE DOS LINGOTES HOMOGENEIZADOS

A laminação a quente dos lingotes mostrados na figura 4.4, após submetidos ao tratamento de homogeneização, foi realizada no Departamento de Engenharia de Materiais (DEMAR) da Escola de Engenharia de Lorena, USP, utilizando-se um laminador de alta precisão FENN 4-105 – 3 ½" x 12" x 15".

Os lingotes foram aquecidos, antes de serem laminados, a uma temperatura na faixa de 490 a 500 °C, durante cerca de uma hora, num forno elétrico com temperatura máxima de operação 1200 °C, dotado de um sistema controlador de temperatura.

A temperatura média de entrada dos lingotes no laminador foi em torno 480 °C e a temperatura mínima de saída foi em torno de 370 °C, acima da temperatura de recristalização da liga (340 °C). Após cada passe as tiras foram reaquecidas até a temperatura de 490 a 500 °C. O processo de laminação a quente consistiu de quatro passes a seco (sem lubrificação), cujos índices de redução por passe estão indicados na tabela 4.3.

Tabela 4.3 Índices de redução da espessura dos lingotes por cada passe na laminação a quente

Passe	Espessura média inicial do lingote (mm)	Abertura dos cilindros (mm)	Espessura final média (mm)	Redução média (%)
1º	26,9	20,0	19,8	26,4
2º	19,8	14,0	14,9	24,7
3º	14,9	10,0	9,9	33,6
4º	9,9	7,0	6,9	30,3

#### 4.3.1 Identificação das placas após laminadas a quente

Os lingotes foram transformados em placas, após a laminação a quente. As placas mostradas na figura 4.8.a foram numeradas seguindo a mesma ordem de numeração dos lingotes mostrada na figura 4.4 e tabela 4.1. Após a usinagem das bordas laterais, as placas receberam novas identificações, mostradas na figura 4.8.b, e foram separadas em dois lotes (R e S), antes de se prosseguir com o processamento termomecânico.



a) Placas antes da usinagem das bordas      b) Placas após a usinagem das bordas

Figura 4.8 Identificação e aspectos das placas laminadas a quente.

As correlações entre as identificações das placas (figuras 4.8.a e 4.8.b), com os respectivos lingotes e dimensões finais encontram-se na tabela 4.4.

Tabela 4.4 Nova identificação das placas laminadas a quente, após a usinagem das bordas, e as correlações com as identificações anteriores e respectivas dimensões finais.

Nova Identificação	Zinco (%)	Identificação Lingote / Placa	Comprimento (mm)	Largura (mm)	Espessura (mm)
R1	0,03	Ref. /R	210	57,0	6,97
R2	0,59	AM 9-Zs / 9	210	61,0	6,95
R3	1,27	AM 7-Z / 7	207	51,0	6,95
R4	1,47	AM 2-Z / 2	207	61,0	6,95
R5	1,52	AM 3-Z / 3	210	57,0	6,93
S1	1,14	AM 10-Zs / 10	209	51,0	6,94
S2	1,34	AM 1-Z / 1	202	60,0	6,98
S3	1,50	AM 11-Zs / 11	203	61,0	6,91
S4	1,56	AM 5-Z / 5	211	57,0	6,97
S5	1,72	AM 4-Z / 4	211	57,0	6,96
S6	2,17	AM 8-Z / 8	204	57,0	6,92

As amostras do lote identificado com a letra R seguiram uma rota de processamento termomecânico diferente das amostras do lote identificado com a letra S, conforme serão descritos no item 4.4.

Na coluna três da tabela 4.4, o número que segue a identificação do lingote, colocado após a barra oblíqua, representa o número da placa laminada a quente, antes da usinagem das bordas laterais, conforme a figura 4.8.a.

Por exemplo, na primeira coluna da tabela 4.4, a placa laminada a quente R4, corresponde a placa 2 (figura 4.8.a) laminada a quente antes da usinagem das bordas laterais, que por sua vez foi obtida do lingote AM 2-Z, identificado inicialmente como lingote AM 2 bruto de fusão, com 1,47% de zinco.

#### 4.4 PROCESSAMENTO A FRIO DAS PLACAS LAMINADAS A QUENTE

As placas laminadas a quente foram identificadas e divididas em dois lotes, conforme estabelecido no item 4.3.1. As placas do lote R foram recozidas e as placas do lote S foram solubilizadas, antes de serem laminadas a frio.

#### 4.4.1 Recozimento das placas do lote R

O recozimento das placas do lote R, após laminadas a quente, foi realizado no forno tipo mufla descrito no item 4.1.7 utilizado para homogeneização dos lingotes, a uma temperatura de  $(370 \pm 2)$  °C, durante o tempo de uma hora, seguido de resfriamento ao ar até a temperatura ambiente. Após o recozimento foram realizadas as medidas de dureza das placas, conforme descrito no item 4.2.4.

#### 4.4.2 Solubilização das placas do lote S

O tratamento térmico de solubilização das placas do lote S foi realizado no mesmo forno tipo mufla descrito no item 4.1.7, a uma temperatura de  $(513 \pm 2)$  °C, durante o tempo de uma hora, seguido de resfriamento em água fria à temperatura em torno de 14°C. Após a solubilização foram realizadas as medidas de dureza, conforme descrito no item 4.2.4.

Todas as placas após o tratamento de solubilização e feitas as medidas de dureza foram armazenadas num *freezer* e mantidas a uma temperatura em torno de aproximadamente 0°C até o momento de serem laminadas a frio, para se evitar um possível envelhecimento natural da liga.

#### 4.4.3 Laminação a frio

As placas dos lotes R e S, com as composições químicas médias mostradas na tabela 4.4, após o recozimento e solubilização, respectivamente, foram laminadas a frio no Departamento de Engenharia de Materiais (DEMAR) da Escola de Engenharia de Lorena, USP, utilizando-se o mesmo laminador de alta precisão FENN 4-105 – 3 ½" x 12" x 15", utilizado na laminação a quente.

O processo de laminação a frio consistiu num total de seis passes, todos a seco (sem lubrificação), com recozimento parcial após o terceiro passe. As porcentagens de

redução por passe para os três primeiros passes aplicados aos lotes de placas R (recozido) e S (solubilizado) estão mostradas na tabela 4.5.

Tabela 4.5 Índices de redução da espessura das placas dos lotes R e S para os três primeiros passes de laminação a frio.

Passe	Espessura inicial média (mm)	Abertura dos cilindros (mm)	Espessura final média (mm)	Redução média (%)
1º	6,9	4,5	4,7	31,9
2º	4,7	3,0	3,2	31,9
3º	3,2	2,4	2,5	21,9

Após realizados os três primeiros passes de laminação a frio, as placas foram transformadas em tiras com dimensões médias da ordem de 507 mm de comprimento, 59,0 mm de largura e 2,5 mm de espessura, cujo aspecto está mostrado na figura 4.9.



Figura 4.9 Aspecto das tiras laminadas a frio após os três primeiros passes

As tiras dos lotes R e S mostradas na figura 4.9 foram cortadas ao meio. As duas partes de cada tira foram parcialmente recozidas a  $(150 \pm 2)$  °C, por uma hora, seguido de resfriamento no forno até 124 °C a uma taxa de 2,6 °C/min, e ao ar até a temperatura ambiente de 19 °C, antes de serem submetidas aos três últimos passes.

As porcentagens de redução da espessura por passe, para os três últimos passes da laminação a frio das tiras estão indicadas na tabela 4.6. A figura 4.10 mostra o aspecto final de uma das metades das tiras laminadas a frio após o recozimento.

Tabela 4.6 Índices de redução da espessura das tiras dos lotes R e S, para os três últimos passes, após o recozimento parcial.

Passe	Espessura inicial média (mm)	Abertura dos cilindros (mm)	Espessura final média (mm)	Redução média (%)
4°	2,5	1,5	1,6	36,0
5°	1,6	1,1	1,1	31,3
6°	1,1	0,9	0,97	11,8

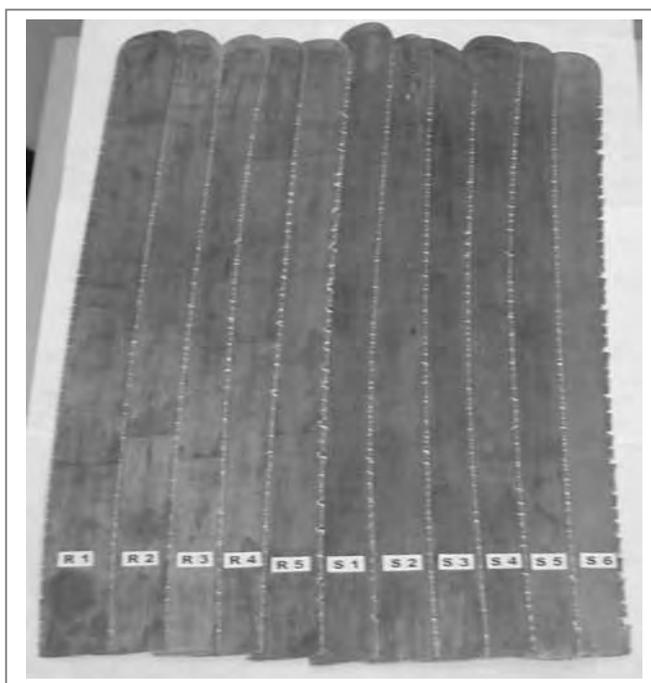


Figura 4.10 Aspecto final de uma das partes das tiras dos lotes R e S laminadas a frio após o recozimento parcial.

As tiras no final do processo de laminação a frio apresentaram as seguintes dimensões médias aproximadas: comprimento total de 1,40 m, largura de 59,0 mm e espessura de 0,97 mm.

## 4.5 ENSAIOS MECÂNICOS

### 4.5.1 Considerações iniciais

Foram realizados neste trabalho ensaios mecânicos de dureza e tração.

Os ensaios de dureza tiveram como objetivo monitorar os tratamentos térmicos, conforme mencionado no item 4.2.4, assim como, avaliar os efeitos do zinco sobre o endurecimento da liga e sobre o processamento termomecânico.

Os ensaios de tração convencionais são ensaios utilizados universalmente, e constituem um procedimento obrigatório para avaliação das propriedades mecânicas de maior interesse da liga, ou seja, tensão de escoamento, resistência à tração e ductilidade, medida pelo alongamento. Ao lado dos ensaios de dureza tiveram como objetivo quantificar os efeitos causados pela adição de zinco sobre as propriedades da liga, ao final das rotas estudadas de processamentos termomecânicos.

Os ensaios mecânicos convencionais de dureza e tração foram realizados de acordo com os procedimentos estabelecidos pela AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM), respectivamente, ASTM E 92 (1997) e ASTM E 8M (2000).

### 4.5.2 Ensaios de dureza Vickers

Os ensaios de dureza Vickers foram realizados no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Departamento de Materiais e Tecnologia, da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, UNESP, numa máquina universal para medidas de dureza WOLPERT, com capacidade para aplicação de cargas variando de 1 a 250 kgf.

Todos os ensaios de dureza foram feitos com carga de 5,0 kgf e tempo de aplicação da carga de 15 segundos, para facilitar as análises e a comparação dos resultados nas diferentes condições de estudo.

As medidas de dureza da liga para os diferentes teores de zinco foram feitas antes e após a realização de cada tratamento térmico, ou seja, da homogeneização, recozimento, solubilização e envelhecimento, assim como, antes e após os processos de laminação a quente e a frio.

### 4.5.3 Ensaio de tração e corpos de prova

Os ensaios de tração foram realizados no Laboratório de Ensaio de Latas da Novelis do Brasil Ltda., unidade de Pindamonhangaba, SP, utilizando-se uma máquina INSTRON 5565, com capacidade máxima para 5 kN. Os ensaios foram realizados a uma velocidade de 2,54 mm/min e as tensões de escoamento foram determinadas para 0,2% de deformação, utilizando-se um extensômetro com abertura inicial de 15 mm.

Os corpos de prova, com dimensões de acordo a ASTM E 8M, foram usinados no Laboratório de Usinagem do Departamento de Materiais e Tecnologia da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, UNESP, utilizando-se uma fresadora CNC da ROMI, modelo EZ-TRAK DX II.

A forma e as dimensões dos corpos de prova utilizados nos ensaios de tração, estão mostradas na figura 4.11.

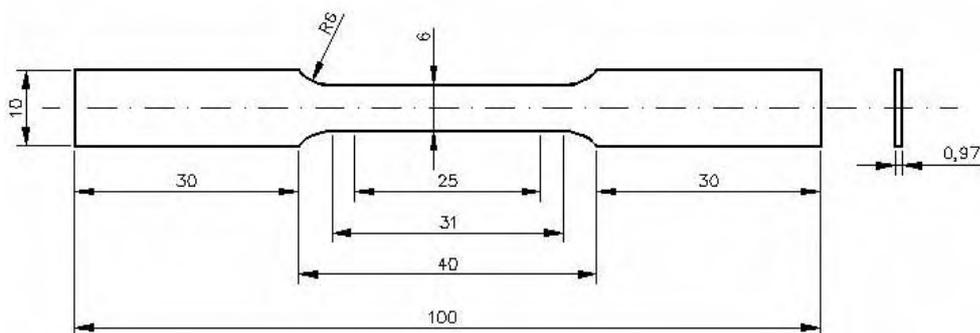


Figura 4.11 Forma e dimensões (mm) dos corpos de prova utilizados para os ensaios de tração. ASTM E 8M (2000).

Foram usinados 35 corpos de prova para ensaios de tração retirados das tiras do lote R, conforme mostradas na figura 4.10, ou seja, sete corpos de prova de cada tira  $R_i$  ( $i = 1, 2, 3, 4$  e  $5$ ), cujos teores de zinco estão indicados na tabela 4.4.

As tiras  $S_i$  ( $i = 1, 2, 3, 4, 5, 6$ ) do lote S foram divididas ao meio, resultando em dois lotes de tiras ( $S_iA$  e  $S_iB$ , com  $i = 1, 2, 3, 4, 5, 6$ ), cujo teor de zinco mostrado na tabela 4.4 é igual para cada parte  $S_iA$  e seu complemento  $S_iB$  de mesmos índices.

Do primeiro lote  $S_iA$ , com seis meias tiras, conforme mostradas na figura 4.10, foram retirados e usinados 36 corpos de prova, sendo seis de cada tira. Analogamente,

do segundo lote S<sub>1</sub>B, com seis meias tiras, foram retirados e usinados 36 corpos de prova, sendo seis de cada tira, totalizando 72 corpos de prova de tração do lote S.

Foram preparados, portanto, um total de 107 corpos de prova, sendo 35 do lote R e 72 do lote S. Como alguns dos corpos de prova desse total foram utilizados para efetuar os ajustes necessários da máquina e outros apresentaram problemas durante os ensaios, foram realizados no total 97 ensaios de tração.

## 4.6 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA E MICROANÁLISE

### 4.6.1 Considerações iniciais

Os sinais de maior interesse para a formação de imagens na microscopia eletrônica de varredura (MEV) são os elétrons secundários e os retroespalhados. Os secundários fornecem imagens de alta resolução da topografia da superfície da amostra, e os retroespalhados fornecem imagens características das variações ou contraste de composição.

Para se obter informações qualitativas e quantitativas da composição química em regiões submicrométricas de incidência do feixe de elétrons na amostra, o MEV deve ser equipado com detectores de raios-X. A detecção dos raios-X emitidos pela amostra, como resultado da interação com o feixe eletrônico, pode ser realizada tanto pela medida de sua energia (EDS) como do seu comprimento de onda (WDS). Trata-se de uma técnica não destrutiva, que permite determinar a composição de regiões com até 1  $\mu\text{m}$  de diâmetro.

Este procedimento facilita a identificação de precipitados e mesmo de variações de composição química dentro de um grão, por exemplo. Atualmente quase todos os MEV são equipados com detectores de raios-X, e por razões de confiabilidade e, principalmente, pela facilidade de operação, a grande maioria utiliza o espectrômetro de energia dispersiva (EDS). (MELISKA, 2006).

### 4.6.2 Preparação das amostras e análise por MEV

Foram analisadas por elétrons retroespalhados oito amostras da liga envelhecida.

Foram preparadas quatro das amostras envelhecidas identificadas como 0-1, 9-1, 10-1 e 8-1, com teores de zinco iguais, respectivamente, a 0,03%; 0,59%; 1,14% e 2,17% e, outras quatro identificadas como 0-2, 9-2, 10-2 e 8-2, também com teores de zinco iguais, respectivamente, a 0,03%; 0,59%; 1,14% e 2,17%.

Os dois grupos de quatro amostras foram solubilizados conforme os procedimentos descritos no item 4.2.2 e envelhecidos em dois estágios, conforme procedimentos descritos no item 4.2.3.

Lembrando que o primeiro estágio consistiu no aquecimento das amostras dos dois grupos a uma temperatura de  $(121 \pm 2)$  °C durante três horas, e o segundo estágio consistiu no aquecimento a uma temperatura de  $(165 \pm 2)$  °C, durante 6 horas para o grupo de amostras 0-2, 9-2, 10-2 e 8-2 e durante 9 horas para o grupo de amostras 0-1, 9-1, 10-1 e 8-1, seguido de resfriamento ao ar em ambos os casos.

As amostras para as análises por MEV foram embutidas em baquelite, lixadas na seqüência de lixas 220, 320, 400, 600, 1000 e 1500 e polidas com pasta de diamante de 1µm. Em seguida foram lavadas com água destilada, desengorduradas em ultra-som com acetona e, posteriormente, mantidas numa estufa por aproximadamente 10 (dez) horas a 40 °C, para eliminar a umidade.

As amostras foram analisadas sem ataque, na condição polida, com auxílio de microscópio eletrônico de varredura, com o objetivo de identificar a presença, a constituição e distribuição de partículas primárias de segunda fase, assim como a localização do zinco nessas partículas ou em solução na matriz na liga.

A análise por MEV das partículas de segunda fase foi realizada no Departamento de Engenharia de Materiais (DEMAR) da Escola de Engenharia de Lorena, USP, utilizando-se um microscópio LEO 1450 VP, equipado com sistemas de microanálise por EDS e WDS (Oxford). Os resultados das análises estão mostrados no item 5.6 do capítulo 5.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo será analisada a influência do zinco como novo elemento endurecedor da liga comercial AA 3104, ao lado dos elementos originais manganês e magnésio. Serão discutidos os seus efeitos sobre o processamento e as propriedades mecânicas da liga, após os diferentes processos termomecânicos estudados neste trabalho, com base nos estudos teóricos e nos resultados obtidos experimentalmente.

### 5.1 RESULTADOS DAS ANÁLISES QUÍMICAS

As tabelas 5.1.a e 5.1.b apresentam os resultados das análises químicas feitas em amostras dos lingotes preparados conforme procedimentos descritos nos itens 4.1.3 e 4.1.4 do capítulo 4.

Tabela 5.1.a Resultados das análises químicas em amostras da liga preparada para os estudos segundo a rota R com os diversos teores de zinco.

Tira	Lingotes		Composição química (% em peso)				
	Usinados	Fundidos	Zn	Mn	Mg	Fe	Si
Limite (máx.)			0,14	1,03	1,32	0,47	0,23
R1	REF.	Ref.	0,034 ± 0,005	0,863 ± 0,002	1,172 ± 0,009	0,419 ± 0,013	0,205 ± 0,014
R2	AM 9 - Zs	AM 9	0,586 ± 0,025	0,852 ± 0,005	1,218 ± 0,045	0,435 ± 0,053	0,207 ± 0,069
R3	AM 7 - Z	AM 7	1,269 ± 0,010	0,835 ± 0,003	1,231 ± 0,010	0,458 ± 0,013	0,225 ± 0,013
R4	AM 2 - Z	AM 2	1,471 ± 0,025	0,824 ± 0,004	1,220 ± 0,019	0,472 ± 0,017	0,214 ± 0,029
R5	AM 3 - Z	AM 3	1,519 ± 0,024	0,824 ± 0,008	1,231 ± 0,007	0,480 ± 0,013	0,218 ± 0,014
Limite (máx.)			Cu	Ni	Ti	Cr	Pb
			0,25	0,034	0,031	0,015	0,009
R1	REF.	Ref.	0,174 ± 0,012	0,005	0,018	0,015 ± 0,009	0,005
R2	AM 9 - Zs	AM 9	0,177 ± 0,051	0,005	0,018	0,015 ± 0,012	0,006
R3	AM 7 - Z	AM 7	0,182 ± 0,009	0,005	0,018	0,016 ± 0,008	0,006
R4	AM 2 - Z	AM 2	0,181 ± 0,026	0,008	0,018	0,021 ± 0,012	0,006
R5	AM 3 - Z	AM 3	0,182 ± 0,008	0,010	0,018	0,024 ± 0,004	0,006

Analisando a tabela 5.1.a verifica-se que a composição química dos lingotes permaneceu abaixo dos limites máximos estabelecidos para a liga AA3104 comercial, no caso dos elementos de liga Mn e Mg, assim como para o Si (considerando-se a

média), Cu, Ni, Ti e Pb, todos considerados impurezas, exceto para as impurezas Fe e Cr, cujos valores médios estão acima do máximo permitido para alguns lingotes.

Tabela 5.1.b Resultados das análises químicas em amostras da liga preparada para os estudos segundo as rotas S, E3H e E6H com diversos teores de zinco.

Tira	Lingotes		Composição química (% em peso)				
	Usinados	Fundidos	Zn	Mn	Mg	Fe	Si
Limite (máx.)			0,14	1,03	1,32	0,47	0,23
S1	AM 10 -Zs	AM 10	1,144 ± 0,026	0,833 ± 0,003	1,228 ± 0,023	0,454 ± 0,026	0,210 ± 0,025
S2	AM 1 - Z	AM 1	1,342 ± 0,016	0,831 ± 0,003	1,231 ± 0,013	0,489 ± 0,018	0,218 ± 0,015
S3	AM 11 -Zs	AM 11	1,499 ± 0,034	0,826 ± 0,003	1,244 ± 0,013	0,482 ± 0,026	0,212 ± 0,024
S4	AM 5 - Z	AM 5	1,565 ± 0,011	0,826 ± 0,004	1,250 ± 0,010	0,466 ± 0,016	0,222 ± 0,013
S5	AM 4- Z	AM 4	1,719 ± 0,005	0,817 ± 0,005	1,249 ± 0,013	0,512 ± 0,015	0,217 ± 0,017
S6	AM 8 - Z	AM 8	2,172 ± 0,039	0,799 ± 0,003	1,304 ± 0,021	0,504 ± 0,029	0,233 ± 0,024
Limite (máx.)			Cu	Ni	Ti	Cr	Pb
			0,25	0,034	0,031	0,015	0,009
S1	AM 10 -Zs	AM 10	0,180 ± 0,021	0,006	0,018 ± 0,016	0,018 ± 0,010	0,006
S2	AM 1 - Z	AM 1	0,183 ± 0,014	0,010	0,018 ± 0,008	0,025 ± 0,007	0,006
S3	AM 11 -Zs	AM 11	0,182 ± 0,023	0,009	0,018	0,022 ± 0,008	0,006
S4	AM 5 - Z	AM 5	0,183 ± 0,014	0,005	0,017	0,016 ± 0,011	0,006
S5	AM 4- Z	AM 4	0,184 ± 0,012	0,013	0,018 ± 0,012	0,030 ± 0,008	0,006
S6	AM 8 - Z	AM 8	0,191 ± 0,023	0,006	0,017	0,017 ± 0,008	0,007

Aplicam-se para a tabela 5.1.b as mesmas considerações feitas para a tabela 5.1.a, com relação aos elementos de liga Mn e Mg e as impurezas Si, Cu, Ni, Ti e Pb, assim como para o Fe e o Cr.

A concentração média de ferro nas tiras R5, S2, S3, S5 e S6 foi ligeiramente maior que o valor máximo estabelecido para a liga comercial. Já a concentração média do cromo apresentou-se acima do valor máximo estabelecido para a liga, em praticamente todas as tiras, exceto para as tiras R1 e R2. O teor de cromo igual a 0,30% para a tira S5 foi o maior valor encontrado, e corresponde a duas vezes o valor máximo estabelecido para a liga comercial.

Os elementos Fe e Cr podem ter migrado do agitador de aço inoxidável utilizado para misturar o zinco adicionado ao metal líquido na fase de preparação da liga.

Conforme indicado na tabela 5.1.a, o zinco adicionado à liga destinada aos estudos segundo a rota R variou na faixa de 0,59% a 1,52% e corresponde a um mínimo de aproximadamente 4 vezes e um máximo de 11 vezes o teor máximo estabelecido para a liga AA 3104.

Os teores de zinco indicados na tabela 5.1.b variaram na faixa de 1,14 a 2,17% e correspondem aproximadamente a um mínimo de oito vezes e um máximo de dezesseis vezes o teor máximo estabelecido para liga AA 3104 comercial.

## 5.2 RESULTADOS DOS ENSAIOS DE DUREZA DA LIGA HOMOGENEIZADA

Após o tratamento térmico de homogeneização realizado conforme descrito no item 4.1.7, nos discos da figura 4.3 e nos lingotes da figura 4.4, mediu-se a dureza dos lingotes, cujos resultados estão apresentados na tabela 5.2.

Tabela 5.2 Dureza Vickers dos lingotes após homogeneizados

Zn (%)	Lingote (usinado)	Dureza (HV 5)	Zn (%)	Lingote (usinado)	Dureza (HV 5)
0,03	REF.	58,0 ± 0,0	1,50	AM 11 - Zs	63,6 ± 1,5
0,59	AM 9 - Zs	60,1 ± 2,8	1,52	AM 3 - Z	61,6 ± 1,4
1,14	AM 10 - Zs	61,3 ± 2,1	1,56	AM 5 - Z	62,1 ± 4,2
1,27	AM 7 - Z	63,6 ± 1,9	1,72	AM 4 - Z	64,3 ± 3,5
1,34	AM 1 - Z	57,2 ± 3,4	2,17	AM 8 - Z	76,6 ± 2,5
1,47	AM 2 - Z	62,7 ± 3,3	-	-	-

Os valores de dureza mostrados na tabela 5.2 representam a média de pelo menos cinco medidas para cada lingote. O gráfico mostrado na figura 5.1 representa a variação da dureza média da liga na condição homogeneizada para os 11 lingotes em função do teor de zinco.

A liga na condição homogeneizada apresentou um aumento de dureza da ordem de 32%, à medida que o teor de zinco aumentou na faixa de 0,03 a 2,17%, passando de 58,0 Vickers (liga com 0,03% de zinco) para 76,6 Vickers (liga com 2,17% de zinco), conforme pode ser verificado analisando a tabela 5.2 e a figura 5.1.

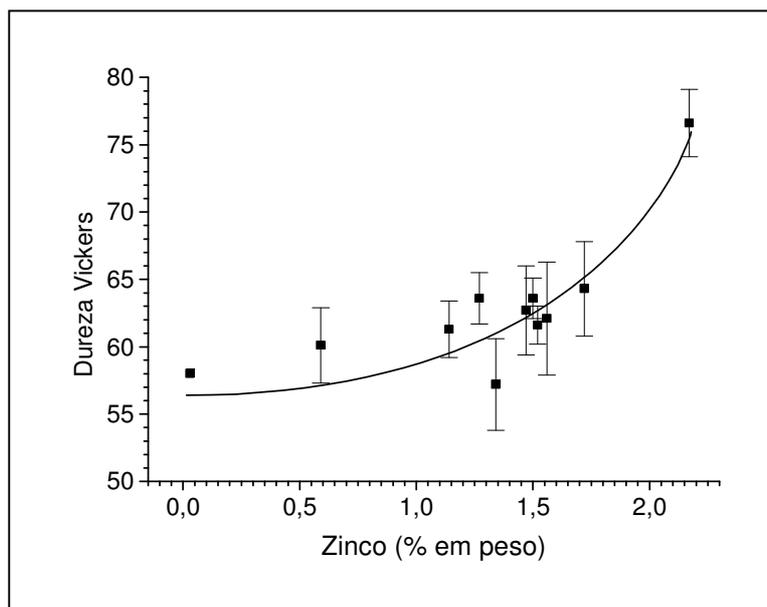


Figura 5.1 Variação da dureza Vickers da liga na condição homogeneizada em função do teor de zinco.

A homogeneização é um tratamento térmico prévio aplicado aos lingotes antes do processo de laminação a quente, e tem entre outras finalidades melhorar a ductilidade da liga. A microestrutura das ligas no estado bruto de fusão em geral é muito heterogênea, sendo formada por microsegregações interdendríticas e por partículas de segunda fase eutéticas e (ou) peritéticas. A presença dessas partículas de segunda fase de características frágeis confere baixa ductilidade à liga com microestrutura bruta de fusão.

Segundo estudos desenvolvidos por Hutchinson et al. (1989) em uma liga AA 3004, foram encontrados dois tipos de partículas primárias, ou seja, uma fase  $\alpha$  contendo silício do tipo  $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}_2$  e partículas intermetálicas do tipo  $\text{Al}_6(\text{Fe},\text{Mn})$  ou do tipo  $\text{Al}_{13}(\text{Fe}, \text{Mn})_4$ .

De acordo com os autores, juntamente com essas partículas mencionadas acima, foram encontradas outras partículas do tipo  $\text{CuAl}_2$ , além de precipitados secundários menores ricos em manganês, diferentes dessas fases, em que o cobre poderia estar presente nessas partículas, mas não foi analisado.

Com base nessas constatações de Hutchinson et al. (1989), assim como foram encontradas partículas do tipo  $\text{CuAl}_2$  juntamente com partículas primárias e

possivelmente a presença de Cu em precipitados secundários menores ricos em Mn, é razoável supor no caso da liga em estudo, a existência de partículas do tipo  $MgZn_2$  juntamente com as partículas primárias e partículas do tipo  $CuAl_2$ , assim como a presença do Zn, possivelmente, em outros tipos de precipitados ricos em Mn.

O aumento do teor de zinco pode ter contribuído para aumentar a quantidade dessas partículas ricas em zinco, resultando no aumento da dureza conforme mostrado na figura 5.1, o que explicaria esse comportamento e o crescente efeito endurecedor observado à medida que aumentou a concentração de zinco na liga.

### 5.3 RESULTADOS DOS ENSAIOS DE DUREZA DA LIGA SOLUBILIZADA

O efeito endurecedor do Zn na liga AA 3104 solubilizada foi avaliado utilizando-se os discos mostrados na figura 4.3, os quais após usinados para a retirada das marcas da análise química foram submetidos ao tratamento de homogeneização (590 °C por 5 horas), conforme descrito no item 4.1.7, e em seguida solubilizados a (513 °C por 1 hora, seguido de resfriamento em água fria), conforme descrito no item 4.2.2.

Foram realizadas medidas de dureza Vickers, de acordo com o item 4.2.4, nos discos após o tratamento térmico de solubilização. A tabela 5.3 apresenta os resultados dos ensaios de dureza obtidos para os discos solubilizados e a figura 5.2 mostra graficamente a variação da dureza média em função do teor de zinco.

Tabela 5.3 Dureza Vickers dos discos (figura 4.3) na condição solubilizada

Zn (%)	Disco (do lingote)	Dureza Vickers	Zn (%)	Disco (do lingote)	Dureza Vickers
0,03	Ref.	58,6 ± 1,7	1,50	AM 11	59,3 ± 3,2
0,59	AM 9	59,5 ± 1,5	1,52	AM 3	64,0 ± 2,2
1,14	AM 10	61,3 ± 2,1	1,56	AM 5	63,3 ± 2,2
1,27	AM 7	61,0 ± 2,5	1,72	AM 4	60,5 ± 3,1
1,34	AM 1	58,8 ± 5,4	2,17	AM 8	60,3 ± 5,2

Os valores de dureza Vickers mostrados na tabela 5.3 representam a média de pelo menos cinco medidas para cada disco.

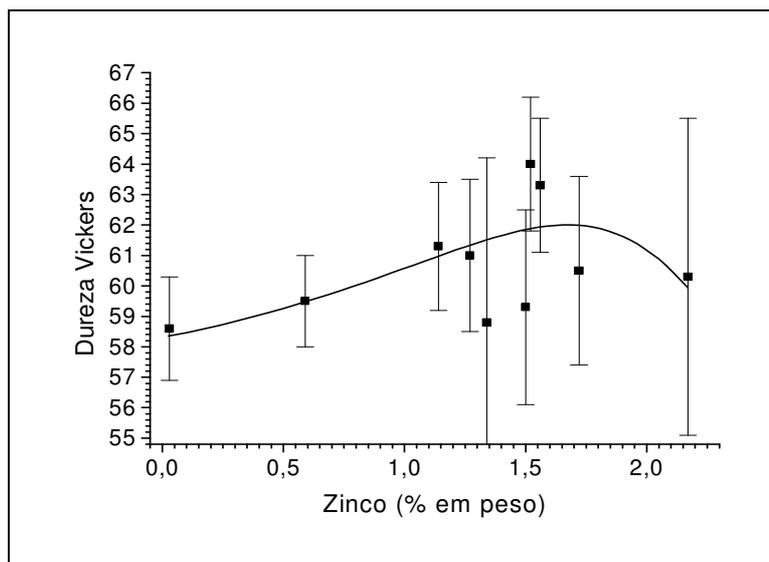


Figura 5.2 Variação da dureza Vickers dos discos na condição solubilizada em função da porcentagem de zinco

Analisando a figura 5.2, verifica-se que a dureza Vickers média da liga na condição solubilizada cresceu na faixa de 0,03 a 1,56% de zinco e diminuiu a partir desse teor até 2,17%. Observa-se no entanto, duas oscilações no comportamento da dureza no intervalo de 1,27 a 2,17% de zinco, um valor mínimo para 1,34% e um valor máximo para 1,52%.

Os menores valores de dureza (58,6 e 58,8 Vickers) corresponderam a 0,03 e 1,34% de zinco, respectivamente, e o maior valor de dureza (64,0 Vickers) correspondeu a 1,52% de zinco. Para o maior teor de zinco 2,17% obteve-se um valor da dureza compreendido entre os valores correspondentes a 1,50 e 1,72% de zinco.

Considerando-se a faixa de dureza média, cujo menor valor é igual 58,6 Vickers e o maior valor é igual a 64,0 Vickers, tem-se uma variação máxima de apenas 5,4 Vickers, ou seja, aproximadamente 9,0%. Em se tratando de uma propriedade mecânica medida localmente, que varia de ponto para ponto e, em geral, apresenta grandes dispersões, os valores experimentais obtidos podem ser considerados dentro de uma faixa de variação normal.

Por outro lado, considerando-se a média entre o menor e o maior valor de dureza (58,6 e 64,0 Vickers, respectivamente) pode-se assumir que a dureza da liga na condição solubilizada foi de 61,3 Vickers, independente do teor de zinco.

#### 5.4 RESULTADOS DOS ENSAIOS DE DUREZA DA LIGA ENVELHECIDA

Os discos após solubilizados foram cortados em setores circulares, identificados e submetidos ao tratamento térmico de envelhecimento em dois estágios, conforme os procedimentos descritos no item 4.2.3 do capítulo 4.

As temperaturas e os tempos utilizados no envelhecimento em dois estágios estão indicados na tabela 4.2.

A tabela 5.4 mostra as identificações dos lingotes com os respectivos teores de zinco estudados neste trabalho, as identificações dos discos extraídos dos respectivos lingotes utilizados no tratamento de solubilização, e também as identificações dos quatro setores circulares obtidos de cada disco após solubilizado.

Assim, por exemplo, do lingote “Ref.” foi cortado o disco identificado por “0”, o qual após solubilizado foi recortado nos quatro setores circulares 0-1, 0-2, 0-3 e 0-4, envelhecidos em dois estágios, respectivamente, num total de 6, 9, 12 e 15 h.

Tabela 5.4 Correlação entre porcentagens de zinco estudadas com os respectivos lingotes e discos, e a formação dos quatro lotes de setores circulares.

Zn (%)	Lingotes	Discos	Lote 1	Lote 2	Lote 3	Lote 4
0,03	Ref.	0	0 - 1	0 - 2	0 - 3	0 - 4
0,59	AM 9	9	9 - 1	9 - 2	9 - 3	9 - 4
1,14	AM 10	10	10 - 1	10 - 2	10 - 3	10 - 4
1,27	AM 7	7	7 - 1	7 - 2	7 - 3	7 - 4
1,34	AM 1	1	1 - 1	1 - 2	1 - 3	1 - 4
1,50	AM 11	11	11 - 1	11 - 2	11 - 3	11 - 4
1,52	AM 3	3	3 - 1	3 - 2	3 - 3	3 - 4
1,56	AM 5	5	5 - 1	5 - 2	5 - 3	5 - 4
1,72	AM 4	4	4 - 1	4 - 2	4 - 3	4 - 4
2,17	AM 8	8	8 - 1	8 - 2	8 - 3	8 - 4

As quatro colunas da tabela 5.4 designadas por lote 1, lote 2, lote 3 e lote 4 representam os quatro lotes de amostras envelhecidos em dois estágios, sendo cada lote constituído de dez setores circulares com diferentes teores de zinco.

A tabela 5.5 apresenta os resultados das medidas de dureza Vickers para cada setor circular dos quatro lotes de setores indicados na tabela 5.4, após o envelhecimento. Cada valor de dureza Vickers mostrado na tabela 5.5 representa a média de quatro medidas de dureza realizadas em cada amostra.

Tabela 5.5 Dureza Vickers dos setores circulares envelhecidos em dois estágios.

Zn (%)	Lote 3 (6 h)	Dureza Vickers	Lote 2 (9 h)	Dureza Vickers	Lote 4 (12 h)	Dureza Vickers	Lote 1 (15 h)	Dureza Vickers
0,03	0 - 3	65,5 ± 1,7	0 - 2	63,5 ± 1,7	0 - 4	69,1 ± 0,9	0 - 1	68,3 ± 2,4
0,59	9 - 3	68,7 ± 2,4	9 - 2	66,9 ± 3,5	9 - 4	68,0 ± 1,9	9 - 1	63,6 ± 1,8
1,14	10 - 3	67,9 ± 3,5	10 - 2	67,5 ± 1,5	10 - 4	70,6 ± 3,4	10 - 1	71,1 ± 0,0
1,27	7 - 3	76,8 ± 2,3	7 - 2	73,6 ± 2,6	7 - 4	74,3 ± 8,8	7 - 1	75,2 ± 2,2
1,34	1 - 3	75,9 ± 4,6	1 - 2	74,2 ± 1,8	1 - 4	80,2 ± 2,5	1 - 1	77,9 ± 3,9
1,50	11 - 3	81,5 ± 3,1	11 - 2	74,7 ± 1,7	11 - 4	76,8 ± 4,1	11 - 1	79,1 ± 1,0
1,52	3 - 3	82,1 ± 3,0	3 - 2	83,9 ± 7,0	3 - 4	82,7 ± 9,7	3 - 1	85,2 ± 2,3
1,56	5 - 3	81,4 ± 2,4	5 - 2	75,7 ± 2,3	5 - 4	75,8 ± 5,2	5 - 1	75,8 ± 4,9
1,72	4 - 3	85,9 ± 2,5	4 - 2	87,2 ± 4,0	4 - 4	78,5 ± 2,5	4 - 1	77,7 ± 1,9
2,17	8 - 3	98,4 ± 7,2	8 - 2	117,0 ± 3,0	8 - 4	111,0 ± 1,0	8 - 1	112,0 ± 3,0

Os tempos de envelhecimentos indicados na tabela 5.5 (6, 9, 12 e 15 h) representam os tempos totais de envelhecimento em dois estágios, ou seja, três horas de permanência no primeiro patamar mais 3, 6, 9 e 12 horas, respectivamente, de permanência no segundo patamar, considerando o tempo de aproximadamente 5 minutos decorridos para a elevação da temperatura do primeiro até o segundo patamar a uma taxa de aquecimento de 10 °C/min.

A figura 5.3 mostra graficamente a variação da dureza Vickers das amostras na condição solubilizada e compara com essa variação com os resultados obtidos após o envelhecimento em dois estágios, para os tempos de 6, 9, 12 e 15 horas, em função da porcentagem de zinco.

Analisando a figura 5.3 pode-se observar que os menores valores de dureza foram obtidos na condição solubilizada, em relação as condições envelhecidas, conforme era esperado. A dureza na condição solubilizada manteve-se praticamente constante, independente dos teores de zinco, com uma pequena oscilação na faixa de 1,34 a 1,56% de zinco. Esse aspecto já foi discutido no item 5.3.

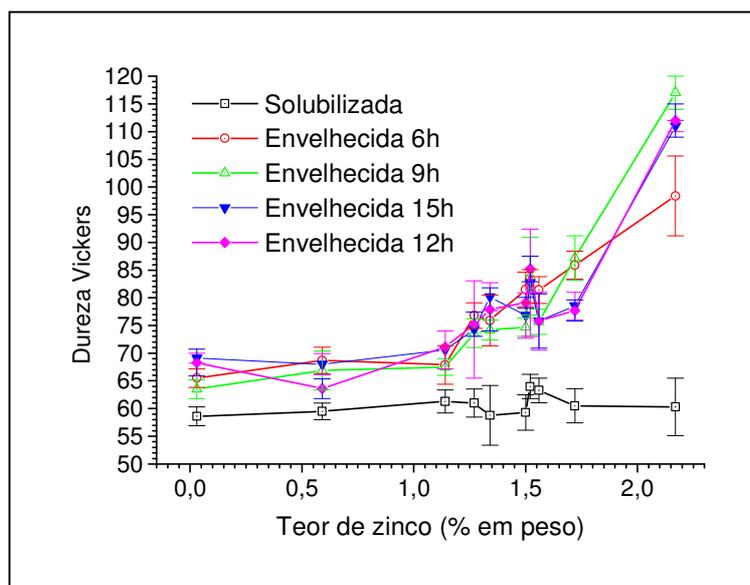


Figura 5.3 Variação da dureza Vickers após o envelhecimento, comparada com a condição solubilizada, em função do teor de zinco.

A figura 5.4 ilustra melhor o comportamento da variação da dureza Vickers, comparando os resultados da condição solubilizada com as quatro condições envelhecidas, em função do teor de zinco. Mostra claramente, para as quatro situações de envelhecimento, que os menores valores de dureza correspondem a liga com 0,03% de zinco (liga original) e os maiores valores de dureza correspondem a liga com 2,17% de zinco, considerando um mesmo tempo de envelhecimento.

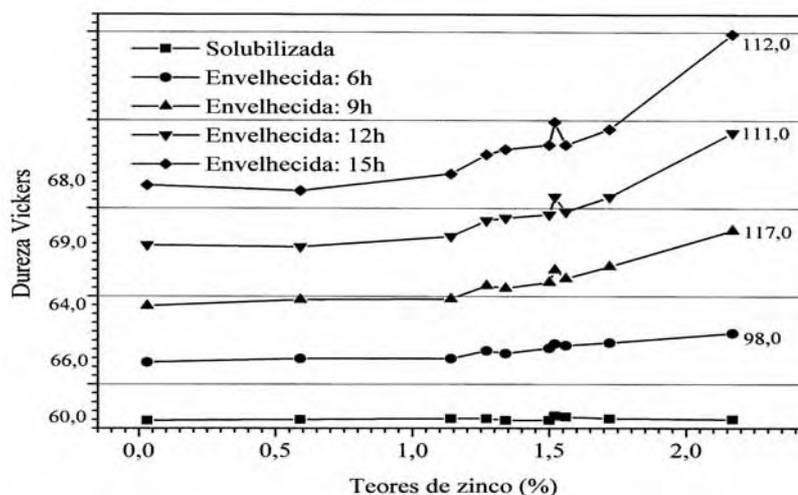


Figura 5.4 Gráfico ilustrativo, mostrando a variação da dureza em função do teor de zinco, para cada tempo de envelhecimento.

Analisando a figura 5.4 pode-se observar que para a faixa de 0,03% a 1,14% de zinco, a dureza Vickers se manteve praticamente constante, para os tempos de envelhecimento de 6h, 9h, 12h e 15h, porém, os valores das constantes foram ligeiramente diferentes em função do tempo de envelhecimento. Assim, para 6 horas a dureza manteve-se em torno de 66,0 Vickers, para 9 horas em torno de 64,0 Vickers, para 12 horas em torno de 69,0 Vickers e para 15 horas em torno de 68,0 Vickers.

A partir de 1,14% até 2,17% de zinco, a dureza Vickers aumentou com o aumento do teor de zinco com taxas diferenciadas, dependendo do tempo de envelhecimento.

A tabela 5.6 auxilia na análise do comportamento da variação da dureza mostrado na figura 5.4 e informa as três taxas de aumento da dureza em função do teor de zinco, nos intervalos de 0,03 a 1,14% e de 1,14 a 2,17%, para as quatro tempos estudados de envelhecimento.

Tabela 5.6 Taxas médias de aumento da dureza relativas à figura 5.4, por intervalos de teores de zinco, para os tempos estudados de envelhecimento.

Intervalos de teores de zinco (%)	Taxa média de aumento da dureza (Dureza Vickers / % de zinco)				Variação média da dureza ( $\Delta$ %)			
	6	9	12	15	6	9	12	15
	horas	horas	horas	horas	horas	horas	horas	horas
0,03 a 1,14	2,2	3,6	1,4	2,5	3,7	6,3	2,2	4,1
1,14 a 2,17	29,6	48,1	39,2	39,7	44,9	73,3	57,2	57,5

As taxas médias de aumento da dureza apresentadas na tabela 5.6 foram calculadas dividindo-se a variação da dureza correspondente a faixa considerada de porcentagens de zinco, pela variação dos teores de zinco da respectiva faixa, para cada um dos tempos de envelhecimento (6, 9, 12 e 15 horas).

Considerando-se as duas faixas de teores de zinco estabelecidas na tabela 5.6 e comparando as inclinações das retas mostradas na figura 5.4, para os quatro tempos de envelhecimento, verifica-se que as menores taxas médias de aumento da dureza e as

menores variações médias de dureza ocorreram na faixa de 0,03 a 1,14%. Quanto maior for o número que representa a taxa média de aumento da dureza, maior será a inclinação da reta média no intervalo considerado de teores de zinco.

A maior taxa de aumento da dureza no intervalo de 0,03 a 1,14% de zinco foi igual 3,6 para 9 horas de envelhecimento. A menor taxa de aumento de dureza nesse intervalo de teores de zinco foi igual 1,4 e ocorreu para 12 horas de envelhecimento.

Analisando-se a figura 5.4 e os dados da tabela 5.6 pode-se concluir que não houve um aumento significativo da dureza, quando se aumentou o teor de zinco da liga na faixa de 0,03 a 1,14% para um mesmo tempo de envelhecimento, assim como também não houve um aumento da dureza para um mesmo teor de zinco, quando se aumentou o tempo de envelhecimento de 6 para 15 horas.

Para a segunda faixa de teores de zinco (1,14 a 2,17%) indicadas na tabela 5.6, houve um aumento acentuado das taxas médias de aumento da dureza e das variações médias de dureza, o que representa um aumento da inclinação da reta média da figura 5.4, nesse intervalo de teores de zinco, em relação aos patamares praticamente constantes do intervalo anterior.

As taxas médias de aumento da dureza para essa segunda faixa de teores de zinco indicam claramente que as retas médias mostradas na figura 5.4 apresentaram inclinações muito maiores, quando comparadas com as respectivas inclinações do intervalo anterior de porcentagens de zinco. A maior taxa de aumento da dureza para o intervalo de 1,14 a 2,17% de zinco foi igual 48,1 e ocorreu para 9 horas de envelhecimento. A menor taxa de aumento de dureza nesse intervalo de teores de zinco foi igual 29,6 e ocorreu para 6 horas de envelhecimento. Para 12 e 15 horas de envelhecimento, as taxas de aumento da dureza foram aproximadamente iguais a 39,0.

Pode-se afirmar com base nos dados da tabela 5.6 e no comportamento mostrado na figura 5.4, que houve um aumento significativo da dureza com o tempo de envelhecimento, quando se aumentou o teor de zinco da liga na faixa de 1,14 a 2,17%. Esse aumento da dureza foi mais lento para 6 horas e mais rápido para 9 horas de envelhecimento. Para 12 e 15 horas de envelhecimento os aumentos da dureza foram praticamente iguais e mais lentos em relação a 9 horas, o que sugere ter havido um possível superenvelhecimento da liga.

## 5.5 RESULTADOS DOS ENSAIOS MECÂNICOS APÓS OS PROCESSAMENTOS

### 5.5.1 Considerações iniciais

Os efeitos do zinco sobre as propriedades mecânicas da liga AA3104 modificada foram avaliados após os processamentos finais obtidos de acordo com as rotas estudadas neste trabalho e descritas no capítulo 4, itens 4.3 e 4.4 e seus subitens.

As propriedades mecânicas dureza e tração da liga, com diferentes teores de zinco, foram obtidas conforme os procedimentos descritos no capítulo 4, item 4.5 e seus subitens, a partir das tiras laminadas a frio segundo as rotas estudadas de processamento termomecânico da liga.

Uma das rotas produziu as tiras do lote R (R1, R2, R3, R4 e R5) com diferentes teores de zinco, conforme indicadas na tabela 4.4. Essa rota simulou as condições industriais de fabricação da liga que, em síntese, consistiu das seguintes operações:

Rota R: preparação dos lingotes com diferentes teores de zinco, homogeneização e laminação a quente dos lingotes, recozimento das tiras laminadas a quente, laminação a frio com recozimento parcial intermediário após o terceiro passe e obtenção das tiras laminadas a frio, a partir das quais foram preparados os corpos de prova para os ensaios de tração.

Uma segunda rota produziu as tiras do lote S (S1, S2, S3, S4, S5 e S6) com diferentes teores de zinco, conforme indicadas na tabela 4.4. Essa rota foi diferente da anterior porque substituiu o tratamento térmico de recozimento das tiras laminadas a quente pela solubilização, antes de serem submetidas ao processo de laminação a frio. Neste caso, procurou-se estudar os efeitos do endurecimento por deformação, partindo-se da liga numa condição solubilizada. A rota S consistiu das seguintes operações:

Rota S: preparação dos lingotes com diferentes teores de zinco, homogeneização e laminação a quente dos lingotes, solubilização das tiras laminadas a quente, laminação a frio com recozimento parcial intermediário após o terceiro passe e obtenção das tiras laminadas a frio, a partir das quais foram preparados os corpos de prova de tração. O recozimento parcial intermediário realizado a  $(150 \pm 2) ^\circ\text{C}$  por uma

hora pode ser considerado um envelhecimento por curto período de tempo durante o processamento a frio da liga.

Os corpos de prova para ensaios de tração preparados a partir das tiras do lote S foram divididos em três grupos. Um primeiro grupo de corpos de prova de tração permaneceu na condição laminada a frio. Os outros dois grupos foram submetidos a um tratamento térmico final de envelhecimento, em dois estágios, cuja única diferença entre os tratamentos térmicos de envelhecimento aplicados aos dois grupos foi o tempo de permanência no segundo estágio.

No primeiro estágio do envelhecimento os dois grupos de corpos de prova de tração foram aquecidos e mantidos por três horas a  $(121 \pm 2) ^\circ\text{C}$ . Após decorrido esse tempo a temperatura foi elevada ao patamar de  $(163 \pm 2) ^\circ\text{C}$ . O grupo de corpos de prova denominado E3H permaneceu três horas na temperatura de  $(163 \pm 2) ^\circ\text{C}$ , sendo em seguida resfriado ao ar até a temperatura ambiente, o outro grupo denominado E6H permaneceu seis horas, sendo em seguida também resfriado em idênticas condições.

Nestas duas últimas rotas procurou-se avaliar, comparar e analisar os efeitos do endurecimento por precipitação em dois estágios, para tempos diferentes, partindo-se da liga previamente endurecida por deformação.

### **5.5.2 Resultados dos ensaios de dureza da liga obtida segundo a rota de R**

Os resultados dos ensaios de dureza da liga processada segundo a rota R estão mostrados na tabela 5.7. Os valores indicados na terceira coluna da tabela 5.7 foram obtidos das tiras laminadas a quente mostradas na figura 4.8.b, e os valores mostrados na quarta coluna foram medidos nas garras dos corpos de prova de tração mostrados na figura 4.11. A escolha dessa região dos corpos de prova para serem feitas as medidas de dureza teve como preocupação não gerar concentradores de tensões na base de medidas dos corpos de prova, que poderiam influenciar as propriedades de tração.

Os valores de dureza da liga foram obtidos para os diferentes teores de zinco estudados, numa fase intermediária e ao final do processamento termomecânico. Cada valor de dureza indicado na terceira coluna da tabela 5.7 representa a média de 5 (cinco) medidas para cada tira, e cada valor de dureza indicado na quarta coluna da

tabela representa a média de 20 (vinte) medidas, ou seja, quatro para cada um dos cinco corpos de prova com o mesmo teor de zinco.

Tabela 5.7 Dureza das tiras laminadas a quente e ao final da rota de R, para os teores de zinco estudados na faixa de 0,03 a 1,52%.

Tiras Rota "R"	Zn (%)	Tiras laminadas a quente ( dureza HV 5)	Corpos de prova de tração, Rota R (dureza HV 5)
R1	0,03	87,0 ± 2,3	149,0 ± 5,0
R2	0,59	90,8 ± 3,5	161,0 ± 6,0
R3	1,27	95,6 ± 4,0	174,0 ± 4,0
R4	1,47	103,0 ± 0,0	171,0 ± 6,0
R5	1,52	106,0 ± 2,0	180,0 ± 8,0

A figura 5.5 compara a variação de dureza das tiras após laminadas a quente e ao final da rota R, em função dos teores de zinco estudados na faixa de 0,03 a 1,52%. A dureza média das tiras na condição recozida após laminadas a quente, cujo valor foi igual (61,0 ± 2,8) HV 5, praticamente independeu do teor de zinco.

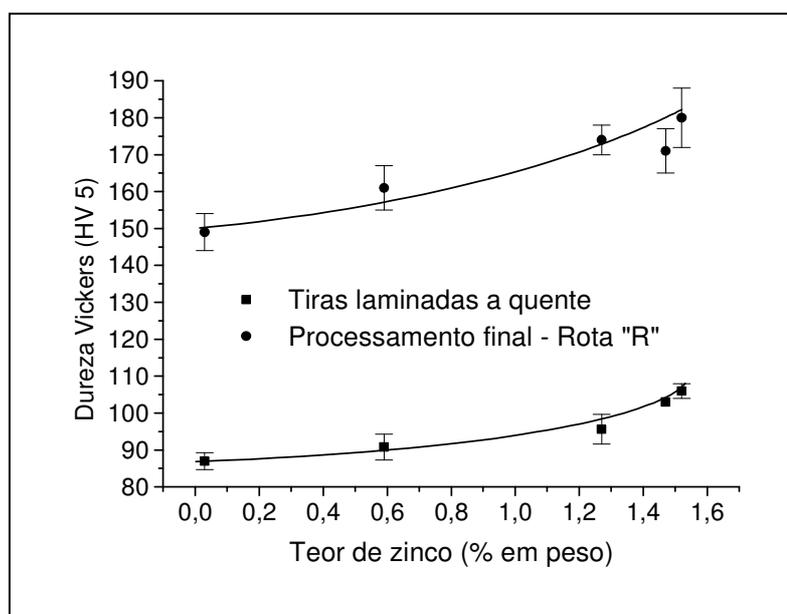


Figura 5.5 Variação da dureza da liga laminada a quente e ao final da rota R, em função dos teores de zinco na faixa de 0,03 a 1,52%.

De acordo com a tabela 5.7 e a figura 5.5, a dureza média das tiras laminadas a quente cresceu de 87,0 para 106 Vickers, quando o teor de zinco da liga aumentou de 0,03% (liga original) para 1,52%. Este aumento da dureza da ordem de 22% representou um endurecimento maior da liga com 1,52% de zinco em relação a liga original com 0,03% de zinco. Portanto, o zinco mostrou um efeito endurecedor significativo sobre o processo de laminação a quente da liga.

Analisando ainda a tabela 5.7 e a figura 5.5, verifica-se que a dureza média da liga ao final do processamento segundo a rota R cresceu de 149,0 para 180,0 Vickers, quando o teor de zinco aumentou de 0,03% (liga original) para 1,52%. Este aumento da dureza da ordem de 21,0% representou um endurecimento maior da liga com 1,52% de zinco em relação a liga original com 0,03% de zinco, durante a laminação a frio, de uma maneira análoga ao que ocorreu durante a laminação a quente.

Por outro lado, a figura 5.5 está mostrando um comportamento da variação da dureza da liga bem semelhante para os dois casos, pois as duas curvas mantiveram-se praticamente paralelas, em toda a faixa de teores de zinco estudada de 0,03 a 1,52%. No entanto, o processamento segundo a rota R resultou num endurecimento bem maior em relação a liga laminada a quente, conforme era esperado, se considerarmos que durante a laminação a frio houve uma superposição do encruamento ao efeito endurecedor do zinco.

Segundo Sellars (1992), as variações microestruturais dinâmicas (endurecimento e amolecimento), que ocorrem durante a laminação a quente, são muito sensíveis aos parâmetros temperatura e taxa de deformação, e controlam a energia armazenada ao final do processo, influenciando, posteriormente, as variações microestruturais e a cinética dos processos termicamente ativados (recuperação, recristalização e crescimento de grão).

O controle dos parâmetros do processo de laminação quente e da microestrutura desenvolvida durante essa fase de preparação da liga (como, por exemplo, a textura cúbica) torna-se de extrema importância para se obter uma boa conformabilidade da chapa e um produto com as desejadas propriedades mecânicas finais, de acordo com Daaland e Nes (1996). Desta forma, portanto, os objetivos da laminação a quente vão

além de apenas conformar a geometria do material, que deve permanecer dúctil para permitir realizar sucessivamente grandes deformações plásticas.

### 5.5.3 Resultados dos ensaios de dureza da liga obtida pelas rotas S, E3H e E6H

Os resultados dos ensaios de dureza da liga processada segundo as rotas S, E3H e E6H estão mostrados na tabela 5.8. Os valores da dureza apresentados na terceira coluna da referida tabela foram obtidos das tiras laminadas a quente mostradas na figura 4.8.b, e os valores mostrados nas colunas seguintes (quarta, quinta e sexta) foram obtidos na região das garras dos corpos de prova de tração (figura 4.11), respectivamente, para os corpos de prova obtidos segundo as rotas S, E3H e E6H.

Tabela 5.8 Dureza das tiras laminadas a quente e ao final das rotas S, E3H e E6H, para os teores de zinco estudados na faixa de 1,14 a 2,17%.

Tiras Rota "S"	Zn (%)	Tiras Laminadas a quente (Dureza HV 5)	Corpos de prova de tração (Dureza HV 5)		
			Rota S	Rota E3H	Rota E6H
S1	1,14	91,4 ± 3,9	172,0 ± 6,0	138,0 ± 14,0	156,0 ± 6,0
S2	1,34	93,7 ± 3,8	187,0 ± 8,0	148,0 ± 7,0	163,0 ± 5,0
S3	1,50	107,0 ± 3,0	184,0 ± 9,0	173,0 ± 5,0	172,0 ± 7,0
S4	1,56	100,0 ± 3,2	192,0 ± 6,0	173,0 ± 5,0	172,0 ± 6,0
S5	1,72	112,0 ± 4,8	210,0 ± 0,0	178,0 ± 10,0	182,0 ± 6,0
S6	2,17	125,0 ± 2,2	257,0 ± 0,0	195,0 ± 7,0	193,0 ± 10,0

Mediu-se a dureza da liga com os vários teores de zinco estudados na faixa de 1,14 a 2,17% em duas fases distintas dos processamentos termomecânicos em estudo, ou seja, numa fase intermediária (condição laminada a quente) e ao final do processo de laminação a frio para a rota S e após o envelhecimento para as rotas E3H e E6H.

Os valores da dureza indicados na terceira coluna da tabela 5.8 representam a média de 5 (cinco) medidas para cada tira, e cada valor de dureza indicado nas colunas seguintes (quarta, quinta e sexta) referentes as rotas S, E3H e E6H, respectivamente,

representa a média de 16 medidas de dureza, ou seja, quatro medidas para cada um dos quatro corpos de prova de tração, com mesmo teor de zinco.

A dureza média da liga após a laminação a quente, na condição solubilizada, foi de  $(54,8 \pm 2,6)$  HV e praticamente independeu do teor de zinco, de maneira análoga ao que ocorreu na condição recozida após a laminação a quente, cujo valor médio foi de  $(61,0 \pm 2,8)$  HV. Nota-se que a liga solubilizada apresentou dureza média menor, ou um amolecimento maior, do que a liga recozida, apesar dos maiores teores de zinco.

O fato da liga solubilizada ter menor dureza que a liga recozida pode melhorar a sua capacidade de deformação plástica durante o processo de laminação a frio, e influenciar de modo diferente o alongamento, o encruamento e a resistência mecânica.

De acordo com a tabela 5.8, a dureza média da liga na condição laminada a quente cresceu de 91,4 para 125,0 Vickers, quando o teor de zinco aumentou de 1,14 para 2,17%. Esse crescimento da dureza da liga com o aumento do teor de zinco de 1,14 para 2,17% foi da ordem de 37,0% e mostrou claramente um maior endurecimento da liga com maior teor de zinco, comprovando o significativo efeito endurecedor do zinco sobre o processo de laminação a quente.

Considerando o total dos resultados da dureza obtidos para as tiras laminadas a quente, incluindo os dados da terceira coluna das tabelas 5.7 e 5.8, uma vez que a laminação a quente foi realizada nas mesmas condições, verifica-se um crescimento da dureza da ordem de 44%, quando a concentração de zinco aumentou de 0,03 a 2,17%.

Para a liga processada segundo a rota S, de acordo com a tabela 5.8 (quarta coluna), à medida que o teor de zinco passou de 1,14 para 2,17%, verifica-se um aumento da dureza média de 172,0 para 257,0 Vickers, enquanto que para a liga processada segundo a rota E3H (quinta coluna) a dureza média aumentou de 138,0 para 195,0 Vickers, e para a liga processada segundo a rota E6H (sexta coluna) o aumento foi de 156,0 para 193,0 Vickers. Esses aumentos da dureza significam um endurecimento decrescente da liga com o aumento do teor de zinco nesta ordem: em torno de 49,0% para a rota S; 41,0% para a rota E3H e 24% para a rota E6H.

A figura 5.6 compara a variação da dureza da liga na condição laminada a quente, com a dureza da liga nas condições finais das rotas de processamento S, E3H e E6H, para os teores estudados na faixa de 1,14 a 2,17%.

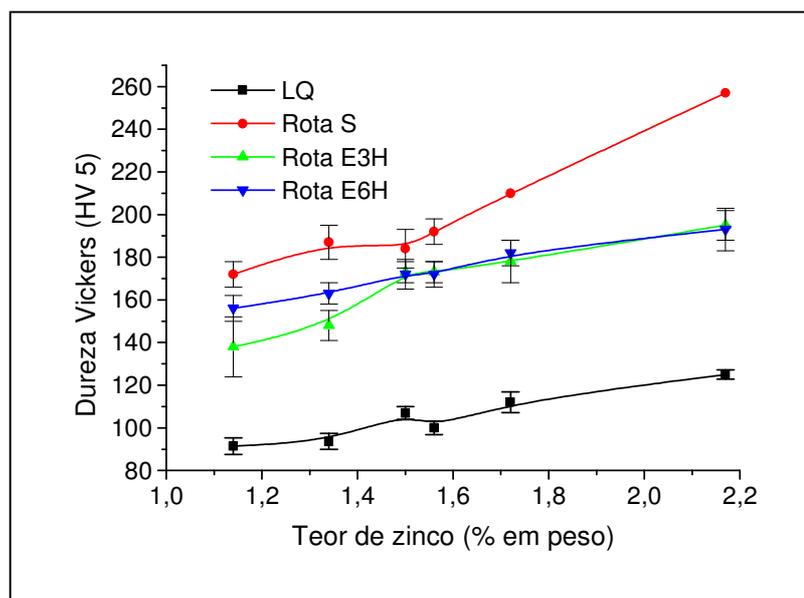


Figura 5.6 Variação da dureza da liga laminada a quente e ao final das rotas S, E3H e E6H, para os teores de zinco na faixa de 1,14 a 2,17%.

A figura 5.6 está mostrando para as três rotas de processamentos termomecânicos, ou seja, rota S, E3H e E6H, um comportamento da dureza sempre crescente com o aumento do teor de zinco na faixa de 1,14 a 2,17%. Porém, os maiores valores de dureza foram obtidos para a rota S, que mostrou um crescimento acentuado a partir de 1,50% de zinco.

A curva referente a condição laminada a quente (figura 5.6), indica um comportamento crescente da dureza com o aumento do teor de zinco, no entanto os valores da dureza foram sempre menores em relação as condições S, E3H e E6H.

Por outro lado, observa-se que as curvas de variações da dureza para as rotas E3H e E6H mantiveram-se coincidentes a partir de 1,50% de zinco, e apresentaram um crescimento praticamente paralelo à curva laminada a quente. Este fato mostrou que na faixa de 1,50 e 2,17% de zinco, o tempo de envelhecimento não teve influência sobre o processo de endurecimento por precipitação da liga, apenas o teor de zinco.

Os processamentos segundo as rotas S, E3H e E6H resultaram num endurecimento bem maior em relação a liga laminada a quente, conforme era esperado, se considerarmos que durante a laminação a frio houve uma superposição do encruamento ao efeito endurecedor do zinco.

Abaixo de 1,50% de zinco, a rota E3H apresentou valores de dureza menores do que a rota E6H, mas em ambos os casos, a dureza aumentou com o aumento do teor de zinco, porém, com taxas de crescimento diferentes. A taxa de crescimento da dureza entre 1,14 e 1,50% de zinco foi maior para a rota E3H em relação a rota E6H.

A explicação para esse fato pode estar relacionada com os menores teores de zinco presentes na liga, e neste caso, três horas de envelhecimento no segundo estágio não foram suficientes para completar o processo de precipitação, que restou tanto mais incompleto quanto menor foi o teor de zinco.

Diante desses fatos, pode-se concluir que para teores de zinco na faixa de 1,14 a 1,50%, tanto o tempo de envelhecimento quanto o teor de zinco tiveram efeitos sobre o processo de endurecimento da liga, enquanto que para a faixa de teores de zinco de 1,50 a 2,17% apenas o teor de zinco mostrou efeito sobre o endurecimento da liga..

#### 5.5.4 Resultados dos ensaios de tração da liga obtida segundo a rota R

Os resultados dos ensaios de tração da liga processada segundo a rota R estão mostrados na tabela 5.9, para os teores de zinco estudados na faixa de 0,03 a 1,52%.

Tabela 5.9 Propriedades mecânicas da liga processada segundo a rota R, para os teores de zinco estudados na faixa de 0,03 a 1,52%.

Rota "R"	Zn (%)	Propriedades mecânicas				
		$\sigma_e$ (MPa)	$\sigma_t$ (MPa)	E (GPa)	$\epsilon$ (%)	n
R1	0,03	293,7 ± 4,2	309,1 ± 4,8	69,4 ± 1,6	4,4 ± 1,0	0,033
R2	0,59	303,3 ± 3,0	318,0 ± 2,7	66,7 ± 4,9	4,5 ± 0,7	0,034
R3	1,27	314,0 ± 6,6	334,6 ± 7,3	66,1 ± 0,9	4,6 ± 1,0	0,046
R4	1,47	340,0 ± 6,2	361,4 ± 6,0	69,3 ± 4,2	4,5 ± 0,3	0,040
R5	1,52	346,6 ± 2,7	367,2 ± 2,5	69,4 ± 2,6	4,5 ± 0,7	0,043

Os valores da tensão de escoamento ( $\sigma_e$ ), resistência à tração ( $\sigma_t$ ), módulo de elasticidade (E) e alongamento porcentual ( $\epsilon$ ) representam a média de cinco resultados de ensaios de tração para cada teor de zinco, e os valores da tensão de escoamento

foram calculados para 0,2% de deformação. Os valores do coeficiente de encruamento (n) representam a média de pelo menos três ensaios de tração, porém, esses resultados não serão tratados neste trabalho, pois não foram obtidos segundo a norma específica.

Analisando a tabela 5.9, verifica-se que a tensão de escoamento média da liga processada segundo a rota R aumentou de 293,7 para 346,6 MPa (aumento da ordem de 18,0%) e a resistência à tração aumentou de 309,1 para 367,2 MPa (aumento da ordem de 19,0%) com o aumento do teor de zinco de 0,03% para 1,52%.

O alongamento e o módulo de elasticidade mantiveram-se praticamente constantes com o aumento do teor de zinco na faixa de 0,03 a 1,52%. O coeficiente de encruamento também manteve-se praticamente constante, análogo ao alongamento.

Os resultados do alongamento indicam que o zinco nessa faixa estudada de concentração entre 0,03 a 1,52% não afetou a capacidade de deformação plástica da liga processada segundo a rota R.

A figura 5.7 compara a variação das propriedades mecânicas (tensão de escoamento, resistência à tração e módulo de elasticidade) apresentadas na tabela 5.9, em função dos teores de zinco.

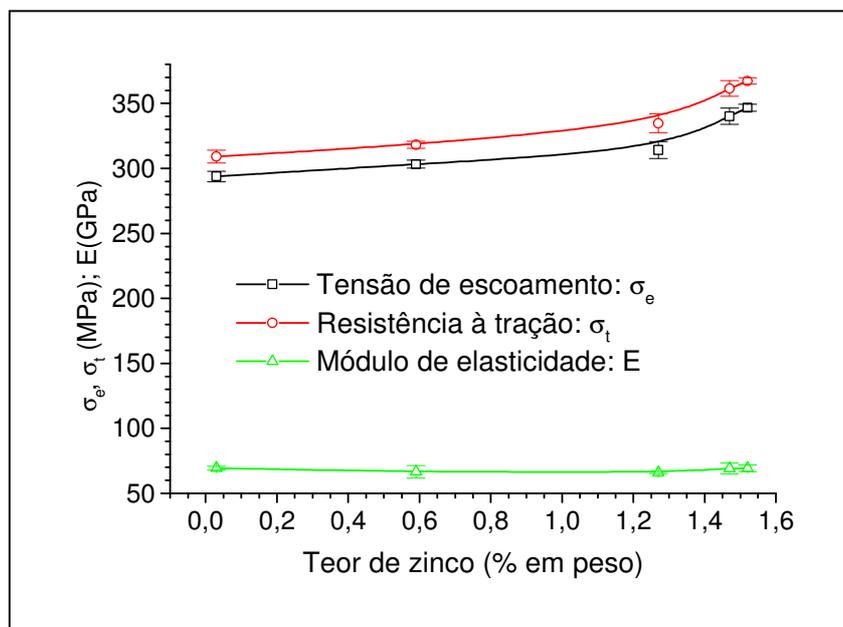


Figura 5.7 Propriedades mecânicas da liga processada segundo a rota R, em função dos teores de zinco na faixa de 0,03 a 1,52%.

Analisando a figura 5.7 pode-se observar que a tensão de escoamento e a resistência à tração apresentaram comportamentos semelhantes e análogos ao da dureza mostrado na figura 5.5, para os teores de zinco na faixa de 0,03 a 1,52%. Assim como a dureza, a tensão de escoamento e a resistência à tração também aumentaram à medida que se aumentou o teor de zinco nessa faixa.

O comportamento praticamente constante do módulo de elasticidade, cujo valor médio foi de  $(68,2 \pm 3,2)$  GPa, para a faixa de teores de zinco estudada de 0,03 a 1,52%, pode ser melhor visualizado na figura 5.7, evidenciando claramente que não houve variações significativas.

A variação do alongamento para a liga processada segundo a rota R está mostrada na figura 5.8, em função dos teores de zinco estudados na faixa de 0,03 a 1,52%. A figura 5.8 foi construída com os resultados do alongamento da tabela 5.9.

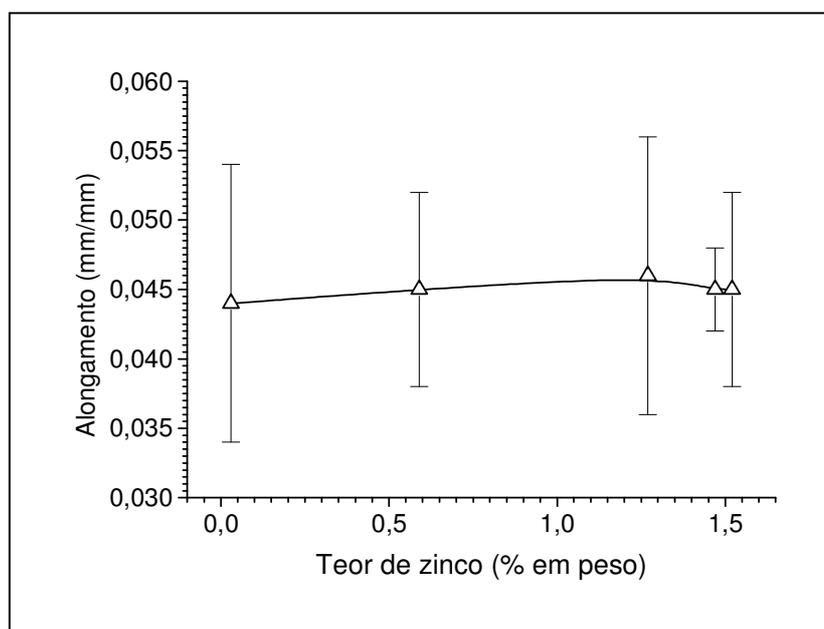


Figura 5.8 Variação do alongamento da liga processada segundo a rota R, em função dos teores de zinco na faixa de 0,03 a 1,52%.

Analisando a figura 5.8, observa-se que o alongamento aumentou ligeiramente com o aumento do teor de zinco de 0,03 a 1,27% e diminuiu em seguida para 1,47 % de zinco, mantendo-se praticamente o mesmo valor para 1,52%. É um resultado interessante porque a tensão de escoamento e a resistência à tração aumentaram 18,0%

e 19,0%, respectivamente, com o aumento do teor de zinco nessa faixa de 0,03 a 1,52%, indicando que o zinco aumentou significativamente a resistência mecânica da liga, sem afetar a sua capacidade de deformação plástica.

### 5.5.5 Resultados dos ensaios de tração da liga obtida pelas rotas S, E3H e E6H

A tabela 5.10 apresenta os resultados dos ensaios de tração da liga processada segundo as rotas S, E3H e E6H, para os teores de zinco na faixa de 1,14 a 2,17%.

Tabela 5.10 Propriedades mecânicas da liga processada segundo as rotas S, E3H e E6H, para os teores de zinco estudados na faixa de 1,14 a 2,17%.

Rota	Zn (%)	Propriedades mecânicas				
		$\sigma_e$ (MPa)	$\sigma_t$ (MPa)	E (GPa)	$\epsilon$ (%)	
S	S1	1,14	334,5 ± 0,7	353,1 ± 1,4	71,4 ± 2,2	4,8 ± 0,8
	S2	1,34	342,8 ± 2,8	363,0 ± 3,4	68,6 ± 3,3	4,6 ± 0,6
	S3	1,50	324,4 ± 13,1	346,9 ± 12,9	64,2 ± 4,1	7,4 ± 0,2
	S4	1,56	357,7 ± 4,5	381,2 ± 4,5	66,3 ± 6,4	7,4 ± 2,1
	S5	1,72	369,4 ± 2,7	397,2 ± 1,6	69,7 ± 4,9	9,1 ± 0,7
	S6	2,17	418,3 ± 22,7	461,2 ± 8,9	71,7 ± 5,1	6,1 ± 1,4
E3H	S1	1,14	-	-	-	-
	S2	1,34	310,8 ± 6,1	339,2 ± 6,4	70,2 ± 5,2	7,7 ± 1,2
	S3	1,50	295,4 ± 8,2	323,6 ± 7,3	67,9 ± 5,4	6,8 ± 1,6
	S4	1,56	317,3 ± 2,5	346,4 ± 3,4	69,6 ± 2,4	6,4 ± 0,5
	S5	1,72	328,6 ± 2,5	356,1 ± 2,3	69,2 ± 2,9	7,9 ± 1,2
	S6	2,17	345,2 ± 8,2	370,4 ± 8,8	66,3 ± 2,7	7,5 ± 0,6
E6H	S1	1,14	292,8 ± 1,1	321,7 ± 1,1	66,0 ± 1,1	8,1 ± 2,1
	S2	1,34	296,3 ± 3,1	326,4 ± 2,4	68,0 ± 3,4	7,6 ± 1,6
	S3	1,50	275,6 ± 7,5	304,4 ± 9,5	65,1 ± 2,2	8,3 ± 1,4
	S4	1,56	303,3 ± 3,8	333,9 ± 3,9	67,9 ± 8,1	9,2 ± 1,0
	S5	1,72	302,5 ± 0,8	334,9 ± 1,1	69,7 ± 5,4	10,7 ± 0,7
	S6	2,17	313,5 ± 20,4	345,4 ± 20,8	68,5 ± 8,8	9,0 ± 1,3

Os valores da tensão de escoamento ( $\sigma_e$ ), resistência à tração ( $\sigma_t$ ), módulo de elasticidade (E) e alongamento ( $\epsilon$ ) mostrados na tabela 5.10 representam a média de

quatro ensaios de tração para cada teor de zinco estudado na faixa de 1,14 a 2,17% e os valores da tensão de escoamento foram calculados para 0,2% de deformação.

De acordo com os resultados da tabela 5.10, a tensão de escoamento, resistência à tração e alongamento cresceram à medida que o teor de zinco da liga aumentou na faixa estudada de 1,14 a 2,17%.

Analisando a tabela 5.10 observa-se que a tensão de escoamento da liga processada segundo a rota S aumentou de 334,5 para 418,3 MPa (aumento da ordem de 25,0%), à medida que o teor de zinco aumentou de 1,14% para 2,17%, enquanto a resistência à tração aumentou de 353,1 para 461,2 MPa (aumento da ordem de 31,0%). Esse comportamento está representado graficamente na figura 5.9.

Analogamente, de acordo com a tabela 5.10, a tensão de escoamento da liga processada segundo a rota E3H aumentou de 310,8 para 345,2 MPa (aumento da ordem de 11,0%), à medida que o teor de zinco aumentou de 1,34% para 2,17%, enquanto a resistência à tração aumentou de 339,2 para 370,4 MPa (aumento da ordem de 9,0%). Esse comportamento está representado graficamente na figura 5.10.

Ainda de acordo com a tabela 5.10, a tensão de escoamento da liga processada segundo a rota E6H aumentou de 292,8 para 313,5 MPa (aumento da ordem de 7,0%), à medida que o teor de zinco aumentou de 1,34% para 2,17%, enquanto a resistência à tração aumentou de 321,7 para 345,4 MPa (aumento também em torno de 7,0%), Esse comportamento está mostrado graficamente na figura 5.11.

Assim como para as três rotas estudadas de processamento da liga, conforme dados da tabela 5.8, a dureza aumentou em função do teor de zinco na faixa de 1,14 a 2,17% e o maior aumento foi verificado para a rota S (em torno de 49,0%), seguido pelas rotas E3H (em torno de 41%) e E6H (em torno 24%), nesta ordem, pode-se constatar com base nos dados da tabela 5.10, um comportamento análogo para a tensão de escoamento, cujo maior aumento foi verificado também para a rota S (em torno de 25%), seguido pelas rotas E3H (em torno de 11%) e E6H (em torno de 7%).

Como existe uma certa relação direta de proporcionalidade entre as propriedades dureza e tensão de escoamento, este fato ficou evidente ao exibirem o mesmo comportamento. Independente do teor de zinco a liga perdeu resistência mecânica, quando foi envelhecida após a laminação a frio e tornou-se menos resistente à medida

que o tempo de envelhecimento aumentou de três para seis horas. A redução da resistência mecânica da liga, em princípio, não é desejável para aplicações estruturais e nem interessante para a fabricação do corpo das latas de bebidas, uma vez que o objetivo tem sido desenvolver ligas mais resistentes.

Por exemplo, a perda de resistência mecânica em termos de tensão de escoamento, considerando o caso da liga com 2,17% de zinco, foi da ordem de 18,0% (da rota S para rota E3H), da ordem de 9,0% (da rota E3H para rota E6H) ou da ordem de 33% (da rota S para a rota E6H). Comportamentos análogos foram observados para os demais teores de zinco estudados na faixa de 1,14 a 2,17%.

A resistência à tração e a tensão de escoamento exibiram um comportamento semelhante, conforme mostrado anteriormente, apresentando um aumento à medida que aumentou teor de zinco na faixa de 1,14 a 2,17%. O maior aumento da resistência à tração foi verificado para a rota S (em torno de 31,0%), seguido pelas rotas E3H (em torno de 9%) e E6H (em torno 7%). Independente do teor de zinco, a liga experimentou uma perda de resistência à tração, quando foi envelhecida após laminada a frio, tornando-se menos resistente à medida que o tempo de envelhecimento aumentou de três para seis horas.

Por exemplo, a perda da resistência à tração, para a liga com 2,17% de zinco, foi da ordem de 25,0% (da rota S para rota E3H), da ordem de 7,0% (da rota E3H para rota E6H) ou da ordem de 34% (da rota S para a rota E6H). Comportamentos análogos foram observados para os demais teores de zinco estudados na faixa de 1,14 a 2,17%.

Para melhor visualização do comportamento das propriedades mecânicas ( $\sigma_e$ ,  $\sigma_t$ , E) apresentadas na tabela 5.10, para as três rotas de processamento da liga, e facilitar a análise dos resultados foram construídas as figuras 5.9; 5.10 e 5.11.

A figura 5.9 compara as propriedades mecânicas ( $\sigma_e$ ,  $\sigma_t$ , E) indicadas na tabela 5.10, para a rota de processamento S. A figura 5.10 compara essas mesmas propriedades mecânicas para a rota E3H e a figura 5.11 para a rota E6H.

Analisando as figuras 5.9, 5.10 e 5.11 pode-se observar que a tensão de escoamento, a resistência à tração e o módulo de elasticidade da liga processada segundo as rotas S, E3H e E6H, respectivamente, apresentaram comportamentos muito semelhantes entre si para os teores de zinco estudados na faixa de 0,14% até 2,17%.

Para as três rotas de processamento estudadas, rota S (figura 5.9), E3H (figura 5.10) e E6H (figura 6.11), houve uma ligeira redução nos valores da tensão de escoamento e da resistência à tração, para 1,50% de zinco. A partir desse teor, as duas propriedades continuaram crescendo com o aumento da concentração de zinco.

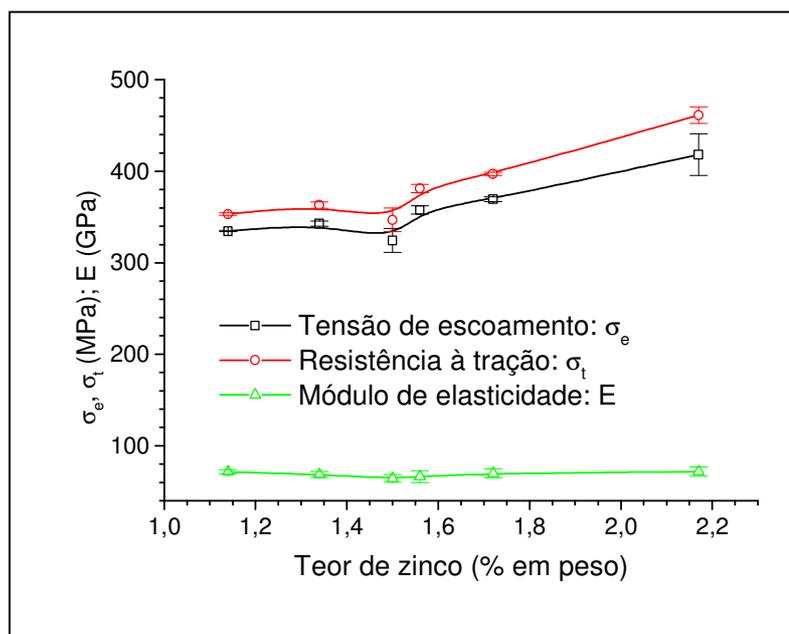


Figura 5.9 Comportamento das propriedades mecânicas da liga obtida segundo a rota S, para os teores de zinco estudados na faixa de 1,14 a 2,17%.

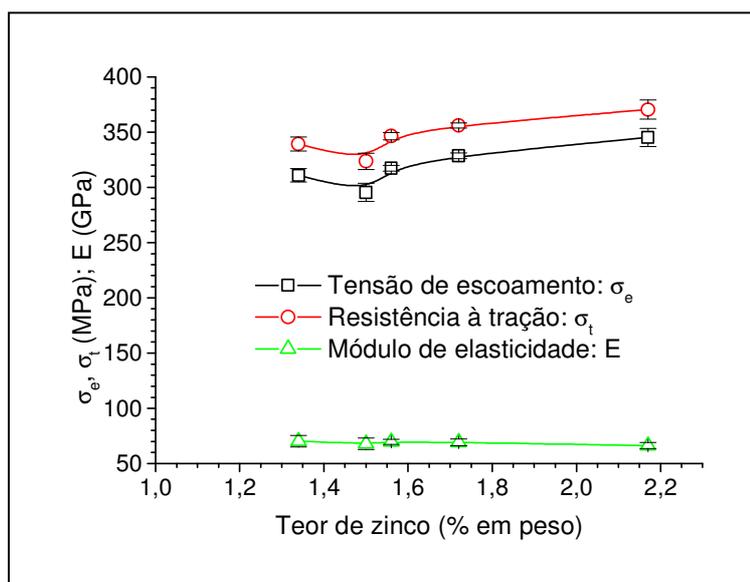


Figura 5.10 Comportamento das propriedades mecânicas da liga obtida segundo a rota E3H, para os teores de zinco estudados de 1,34 a 2,17%.

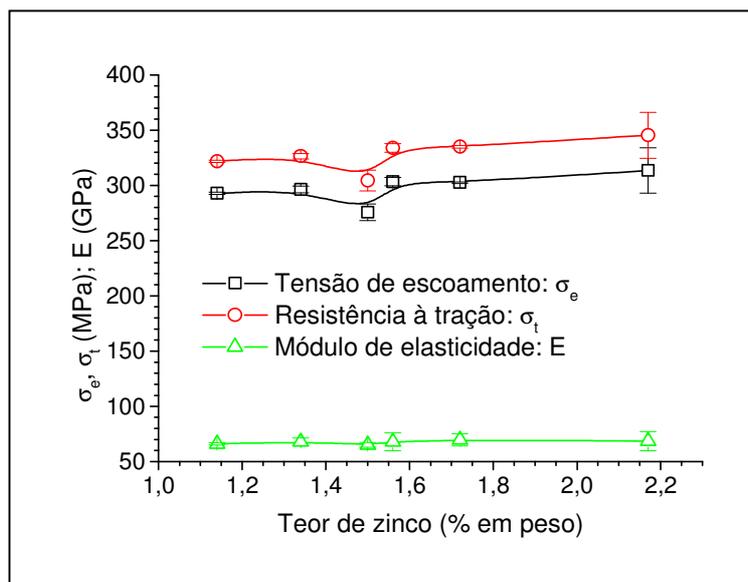


Figura 5.11 Comportamento das propriedades mecânicas da liga obtida segundo a rota E6H, para os teores de zinco estudados de 1,14 a 2,17%.

O módulo de elasticidade (E) praticamente independeu do teor de zinco e das rotas de processamento estudadas, conforme pode ser observado, analisando-se as figuras 5.9, 5.10 e 5.11. As médias calculadas para o módulo de elasticidade com os 24 resultados dos ensaios de tração para as rotas S e E6H e os 20 resultados para a rota E3H foram iguais, respectivamente, a  $(68,6 \pm 4,9)$  GPa para a rota S;  $(67,5 \pm 5,2)$  GPa para a rota E6H e  $(68,6 \pm 3,8)$  GPa para a E3H. A média geral calculada considerando-se os 68 resultados das três rotas foi de  $(68,3 \pm 4,7)$  GPa.

A figura 5.12 mostra e compara a variação dos resultados do alongamento ( $\epsilon$ ) mostrados na tabela 5.10, para as três rotas S, E3H e E6H de processamento da liga, em função dos teores de zinco estudados entre 1,14 a 2,17%.

Analisando a figura 5.12, observa-se comportamentos semelhantes para a variação do alongamento das rotas S e E6H, em função dos teores de zinco estudados na faixa de 1,14 a 2,17%. O alongamento para as duas rotas atingiu um valor mínimo para 1,34% e um máximo para 1,72% de zinco, diminuindo em seguida para 2,17%. O comportamento da curva que representa a variação do alongamento para a rota E3H seguiu mais ou menos a mesma tendência da tensão de escoamento e resistência à tração mostrada na figura 5.10.

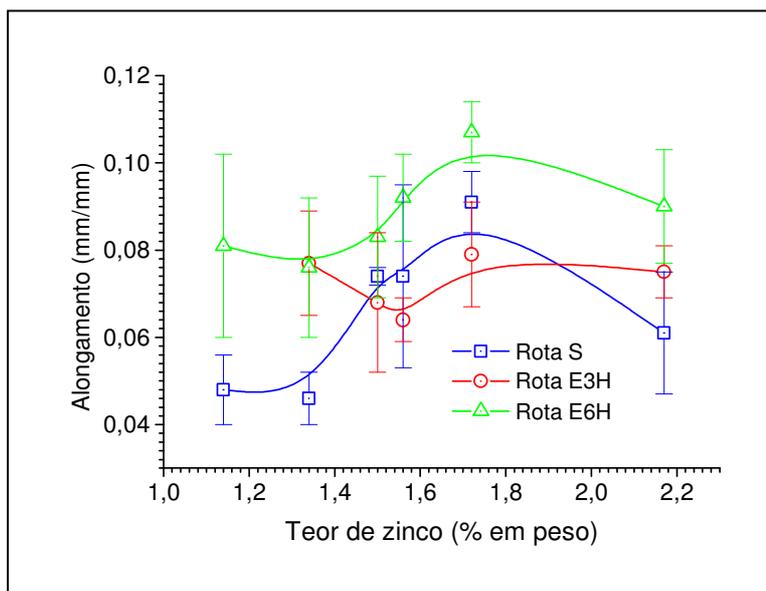


Figura 5.12 Variação do alongamento para as rotas S, E3H e E6H, em função dos teores de zinco estudados na faixa de 1,14 a 2,17%.

Observa-se também analisando a figura 5.12, que para toda a faixa de teores de zinco de 1,14 a 2,17% estudada, os maiores valores do alongamento foram obtidos para a rota E6H, em relação as rotas S e E3H. Os valores máximos dos alongamentos ocorreram para 1,72% de zinco e foram iguais, respectivamente, a 10,7% (para a rota E6H); 9,1% (para a rota S) e 7,9% (para a rota E3H).

Em se tratando de uma liga cuja aplicação requer uma maior capacidade de deformação plástica, como é o caso da liga AA3104 usada na fabricação do corpo de latas de bebidas, a rota E6H em princípio seria preferível, pois embora tenha apresentado uma menor resistência mecânica o alongamento foi maior. O aspecto negativo das rotas E6H e da rota S foi a grande variação do alongamento.

O maior alongamento para a rota E6H foi compatível com os menores valores da tensão de escoamento e resistência à tração indicados na tabela 5.11, uma vez que o alongamento e resistência mecânica são propriedades reconhecidamente opostas, o aumento de uma resulta na diminuição da outra. Esses resultados podem ser o indicativo de um superenvelhecimento da liga.

A rota S, apresentou variações muito grandes do alongamento em função do teor de zinco na faixa estudada de 1,14 a 2,17% (figura 5.12), apesar das maiores

propriedades mecânicas, conforme indicadas na tabela 5.10. A variação entre o maior e menor valor do alongamento para a rota S foi da ordem de 98,0%. Pode ser uma rota de processamento mais indicada para aplicações estruturais da liga.

A figura 5.13 compara as variações dos alongamentos em função do teor de zinco, para as rotas E6H e E3H. De acordo com a tabela 5.10, para a rota E6H, a variação entre o maior e o menor valor do alongamento foi da ordem de 41,0% e para a rota E3H foi da ordem de 23,0%.

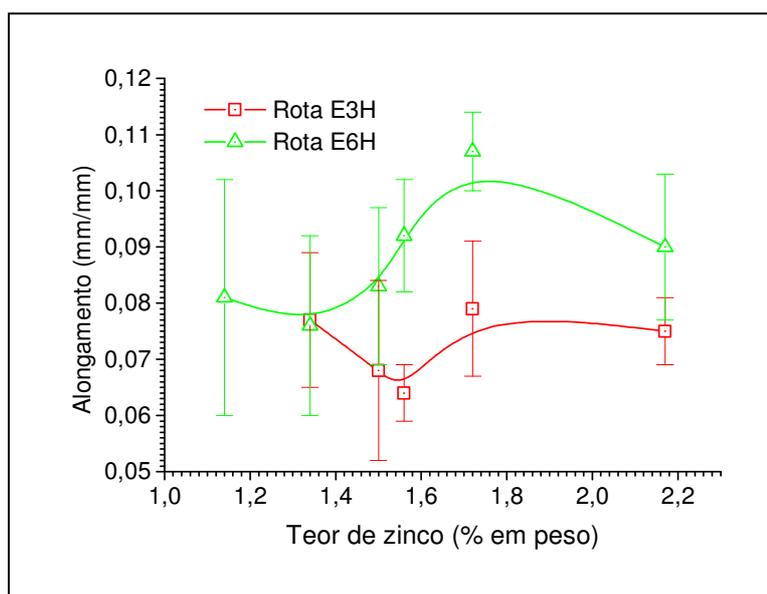


Figura 5.13 Variação do alongamento para as rotas E3H e E6H, em função dos teores de zinco estudados na faixa de 1,14 a 2,17%.

O alongamento é uma propriedade mecânica importante a ser considerada no estudo das ligas metálicas, uma vez que tem sido um dos parâmetros utilizados para expressar quantitativamente a ductilidade da liga, ao lado da redução de área.

O conhecimento da ductilidade permite estabelecer o grau de deformação plástica, que poderá ser imposto durante as operações de conformação nos processos de produção como, por exemplo, no processo de estampagem profunda utilizado na fabricação do corpo das latas de alumínio para bebidas.

## 5.5.6 Comparação entre as propriedades mecânicas das quatro rotas estudadas

### 5.5.6.1 Comparação da dureza

A figura 5.14 compara os resultados da dureza para as quatro rotas estudadas de processamento da liga, ou seja, a rota R (procedimento que simulou o processo industrial de fabricação da liga), a rota S (procedimento que substituiu o recozimento do processo industrial pela solubilização) e suas variações E3H e E6H (com envelhecimentos finais após a laminação a frio), em função dos teores de zinco estudados, respectivamente, de 0,03 a 1,52% (rota R), de 1,14 a 2,17% (rotas S e E6H) e de 1,34 a 2,17% (rota E3H).

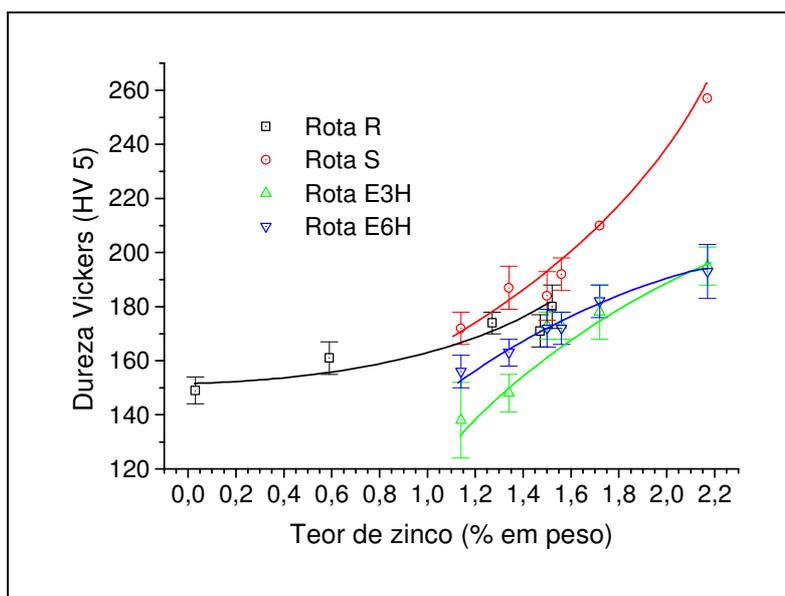


Figura 5.14 Comparação entre os comportamentos da dureza Vickers da liga, para as quatro rotas de processamento estudadas, em função das respectivas faixas de teores de zinco.

Analisando a figura 5.14 pode-se observar dois tipos de comportamentos distintos das curvas que representam as variações de dureza.

O comportamento das curvas referentes as rotas R e S foram semelhantes e mostraram uma mesma tendência, sempre crescente à medida que se aumentou o teor

de zinco, segundo funções do tipo exponenciais, com derivadas positivas crescentes em cada ponto, porém, com derivadas menores para a rota R.

Esse comportamento mostrado na figura 5.14 evidencia claramente o efeito endurecedor do zinco sobre os dois processos de processamento da liga. Talvez o efeito maior e mais acentuado exibido pela rota S em relação a rota R tenha sido causado pelos maiores teores de zinco da rota S.

Por outro lado, considerando-se a região central da figura 5.14, que corresponde aos teores de zinco iguais a 0,59%; 1,27% e 1,52% da rota R e 1,34%; 1,50% e 1,56% da rota S, praticamente os mesmos teores de zinco para as duas rotas, observa-se que a tendência menos acentuada do efeito endurecedor do zinco (derivadas menores) permaneceu para a rota R.

Portanto, pode-se deduzir que o tratamento de solubilização provavelmente foi melhor do que o recozimento para aumentar a ductilidade da liga.

O comportamento das curvas referentes as rotas E3H e E6H também apresentaram uma tendência semelhante de crescimento entre si, sempre crescente à medida que se aumentou o teor de zinco, segundo funções do tipo aproximadamente potenciais, com derivadas positivas decrescentes em cada ponto. Apesar de terem atingido praticamente o mesmo valor máximo de dureza para 2,17% de zinco, este ponto não representou, para as condições estudadas, de acordo com a figura 5.14, um patamar de derivada nula, significando que a dureza não atingiu o seu valor máximo absoluto, mas sim, para as condições estudadas atingiu o maior valor.

#### 5.5.6.2 Comparação das propriedades mecânicas de tração

A figura 5.15 compara as tensões de escoamento para as quatro rotas de processamento da liga, em função das respectivas faixas de teores de zinco estudadas, ou seja, de 0,03 a 1,52% (rota R), de 1,14 a 2,17% (rotas S e E6H) e 1,34 a 2,17% (rota E3H).

Analisando a figura 5.15 pode-se observar dois tipos de comportamentos mais ou menos distintos para a tensão de escoamento, em função dos teores de zinco estudados.

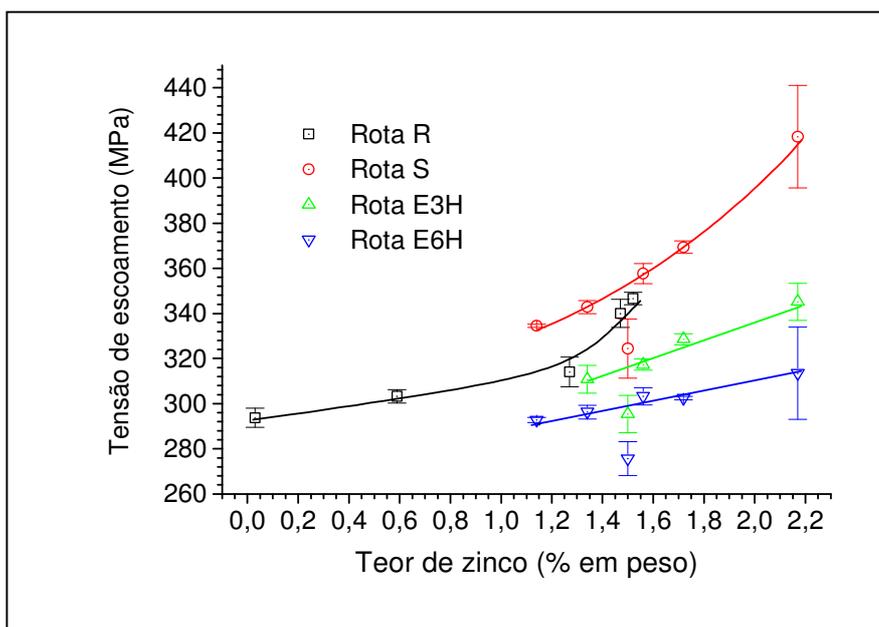


Figura 5.15 Comparação entre os comportamentos da tensão de escoamento da liga, para as quatro rotas de processamento estudadas, em função das respectivas faixas de teores de zinco.

As curvas referentes as rotas R e S mostraram uma mesma tendência, análoga ao comportamento apresentado pela dureza mostrado na figura 5.14, isto é, sempre crescente à medida que se aumentou o teor de zinco, segundo funções do tipo exponenciais, com derivadas positivas crescentes em cada ponto, porém, menores para a rota R.

No entanto, para as rotas E3H e E6H, as tensões de escoamento exibiram tendências semelhantes entre si, mas diferentes das rotas R e S, ou seja, segundo funções do tipo aproximadamente lineares e crescentes à medida que se aumentou o teor de zinco, porém, com inclinação menor para a rota E6H. É interessante ressaltar que esse comportamento apresentado pela tensão de escoamento mostrado na figura 5.15 para as rotas E3H e E6H é análogo ao comportamento apresentado pela dureza mostrado na figura 5.14, porém, as variações da dureza e da tensão de escoamento não seguiram uma mesma função. A dureza seguiu em princípio uma função do tipo potencial e a tensão de escoamento uma função do tipo linear.

Um fato curioso ocorreu com a tensão de escoamento para 1,50% de zinco, referente as rotas S, E3H e E6H, conforme pode ser observado na figura 5.15. Para as três rotas, nesse ponto, houve uma redução acentuada da tensão de escoamento, cujos valores estão localizados abaixo das respectivas curvas médias. A causa desse fato é desconhecida, mas possivelmente pode estar associada a algum defeito decorrente da preparação do lingote.

A figura 5.16, analogamente à figura 5.15, compara as resistências à tração para as quatro rotas de processamento da liga, em função das respectivas faixas de teores de zinco estudadas, ou seja, de 0,03 a 1,52% (rota R), de 1,14 a 2,17% (rotas S e E6H) e de 1,34 a 2,17% (rota E3H).

Analisando a figura 5.16 pode-se observar dois tipos de comportamentos mais ou distintos também para a resistência à tração, em função dos teores de zinco estudados.

Há uma perfeita semelhança entre as figura 5.15 e 5.16, portanto, a análise feita para a figura 5.15 e tudo aquilo que foi analisado com relação a tensão de escoamento também se aplica para a resistência à tração, inclusive a redução brusca da resistência à tração para 1,5% de zinco.

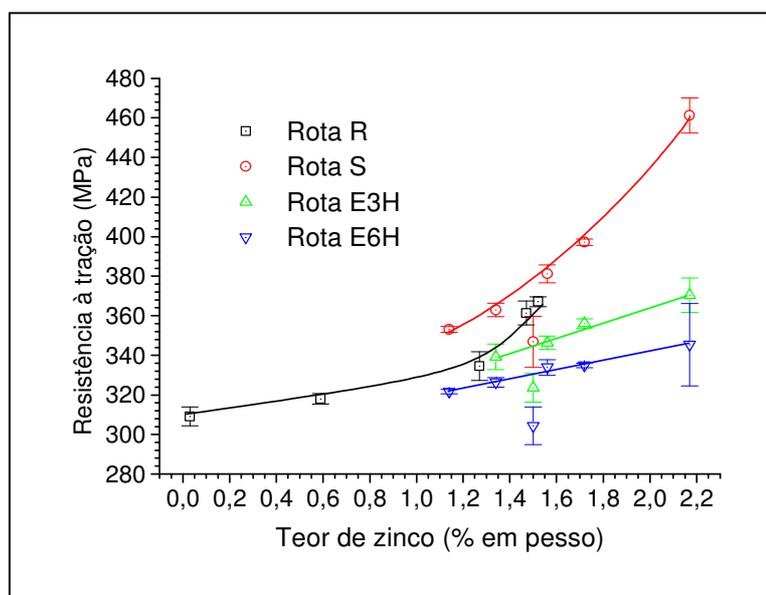


Figura 5.16 Comparação entre os comportamentos da resistência à tração da liga, para as quatro rotas de processamento estudadas, em função das respectivas faixas de teores de zinco.

A figura 5.17 compara os alongamentos médios para as rotas de processamento R e S, em função dos teores de zinco para as respectivas faixas estudadas, ou seja, de 0,03 a 1,52% (rota R), de 1,14 a 2,17% (rotas S e E6H) e de 1,34 a 2,7% (rota E3H).

Cada ponto da curva referente a rota R, mostrada na figura 5.17, corresponde a média dos resultados de cinco ensaios de tração, e cada ponto da curva referente a rota S corresponde a média dos resultados de quatro ensaios de tração.

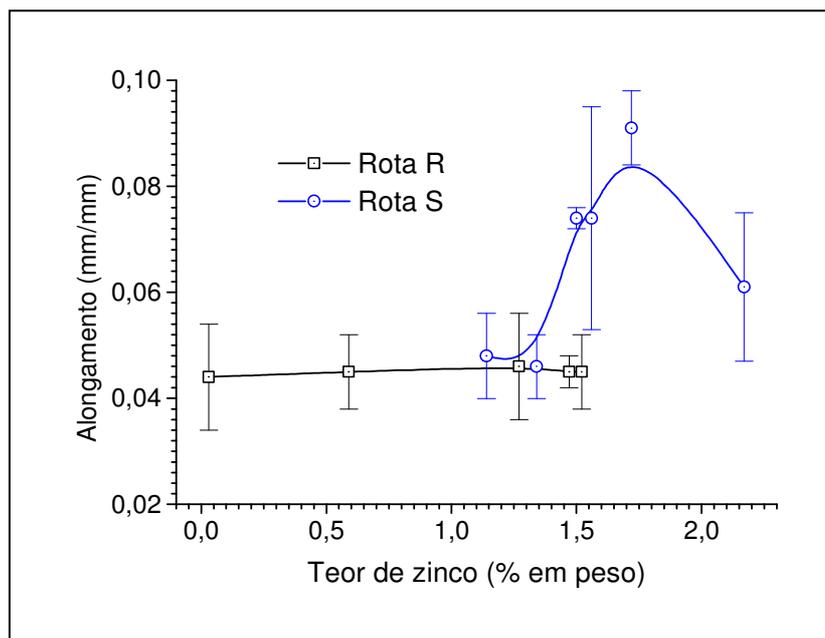


Figura 5.17 Comparação entre os alongamentos obtidos para as rotas R e S, em função das respectivas faixas estudadas de teores de zinco.

Analisando a figura 5.17 pode-se observar que o alongamento para a rota R permaneceu praticamente constante, para a faixa de teores de zinco estudada de 0,03 a 1,52%. De acordo com os resultados da tabela 5.9, houve um ligeiro acréscimo no alongamento da ordem de 4,5% passando de 4,4% (liga com 0,03% de zinco) para 4,6% (liga com 1,27% de zinco), diminuindo em seguida para 4,5% (liga com 1,47% e 1,52% de zinco). No entanto, variações dessa ordem podem ser desconsideradas, quando se trata de resultados experimentais.

No caso da rota S, a variação do alongamento mostrado na figura 5.17 foi significativa para a faixa de teores de zinco de 1,14 a 2,17%. Houve um aumento

acentuado do alongamento (da ordem de 90,0%), crescendo de 4,8% (1,14% de zinco) para 9,1% (1,72% de zinco), diminuindo em seguida para 6,1% (2,17% de zinco).

As propriedades mecânicas da liga AA3104 processada segundo a rota S experimentaram um aumento significativo, em relação a rota de processamento R, para as respectivas faixas de teores de zinco estudadas de 0,03 a 1,52% (rota R) e de 1,14 a 2,17% (rota S). Tanto a dureza (figura 5.14), quanto a resistência mecânica (figuras 5.15, tensão de escoamento e 5.16, resistência à tração) e o alongamento (figura 5.17) da liga processada segundo a rota S apresentaram um aumento significativo em relação a rota R, em função dos teores de zinco estudados dentro das respectivas faixas de 0,03 a 1,52% (rota R) e de 1,14 a 2,17% (rota S).

Por outro lado, deve ser ressaltado, que alongamentos maiores significam maior capacidade de deformação plástica da liga e, conseqüentemente, menor dureza e resistência mecânica, considerando-se que a dureza e a resistência mecânica são propriedades reconhecidamente opostas ao alongamento. Porém, o que ocorreu para a rota S foi um aumento simultâneo dessas propriedades mecânicas e do alongamento.

Esses resultados mostraram um efeito significativo do zinco e do tratamento de solubilização realizado antes da laminação a frio, no aumento da resistência mecânica concomitantemente com a capacidade de deformação plástica da liga AA3104.

Um outro aspecto que deve ser mencionado a respeito da variação do alongamento, mostrada na figura 5.17, foi a forma brusca com que o alongamento correspondente a rota S cresceu de 1,14 a 1,72% de zinco e decresceu em seguida para 2,17% de zinco. Essa variação brusca do alongamento não foi observada para a rota R, pois não houve praticamente variação do alongamento entre 0,03 a 1,52% de zinco.

Analisando a parte central da figura 5.17, pode-se constatar que o alongamento correspondente a rota S (para 1,14 e 1,34% de zinco) e o alongamento correspondente a rota R (para 1,27 de zinco), não apresentaram variações significativas. Quando se considera os alongamentos da rota R para 1,47 e 1,52% de zinco e da rota S para 1,50 e 1,56% de zinco, observa-se um salto de 4,5% para 7,4%, respectivamente, representando um aumento da ordem de 64,0%. Essa variação brusca e de certo modo oscilante do alongamento em função do teor de zinco para a rota S, conforme

mostrado na figura 5.17, não é desejável para a liga, e pode estar associada a algum mecanismo desconhecido.

Finalmente, deve-se mencionar com base nos resultados obtidos, que para os teores de zinco iguais a 1,14 e 1,34 % ou nesta faixa, em que o alongamento manteve-se praticamente inalterado para a rota S e para a rota R e as propriedades mecânicas de dureza e tração aumentaram, a solubilização pode ser uma alternativa para substituir o recozimento, antes do processamento a frio da liga, com vantagens pois elevou a resistência mecânica e não alterou a capacidade de deformação plástica da liga.

A figura 5.18 compara graficamente os alongamentos médios mostrados na tabela 5.10, obtidos para as quatro rotas de processamento da liga, em função dos teores de zinco, para as respectivas faixas estudadas. Os comportamentos já foram discutidos, quando se analisou as figuras 5.12 (rotas S, E3H e E6H), 5.13 (rotas E3H e E6H e 5.17 (rotas R e S).

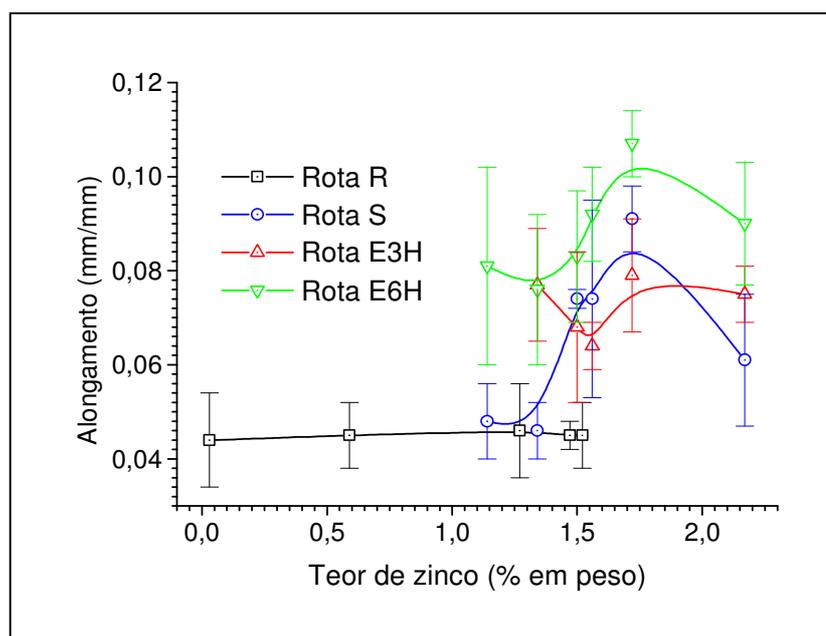


Figura 5.18 Comparação entre os alongamentos obtidos para as quatro rotas de processamento da liga, em função das respectivas faixas estudadas de teores de zinco.

## 5.6 ANÁLISE DAS PARTÍCULAS DE SEGUNDA FASE POR MEV

### 5.6.1 Análise de imagens

Utilizando-se técnicas de análise de imagens foi possível obter parâmetros numéricos relacionados ao tamanho e morfologia das partículas de segunda fase, que permitiram fazer uma análise quantitativa com embasamento estatístico dessas partículas, a partir de fotomicrografias obtidas por MEV.

Existem vários parâmetros relacionados com o tamanho das partículas como, por exemplo, a área, o perímetro, o diâmetro efetivo, o eixo maior e o eixo menor, assim como existem vários os parâmetros relacionados com a morfologia como, por exemplo, circularidade, fator de forma, razão de aspecto, solidez e concavidade. A descrição algébrica de alguns desses parâmetros segundo Russ (1999) é dada a seguir:

- a) diâmetro efetivo =  $2 \cdot (\text{área} / \pi)^{1/2}$
- b) compactação =  $[(4/\pi) \cdot \text{área}]^{1/2} / \text{eixo maior}$
- c) circularidade =  $4 \cdot \text{área} / [\pi \cdot (\text{eixo maior})^2]$
- d) fator de forma =  $(4\pi \cdot \text{área}) / (\text{perímetro})^2$
- e) razão de aspecto =  $(\text{eixo maior}) / (\text{eixo menor})$
- f) solidez =  $\text{área} / (\text{área convexa})$

A tabela 5.11 relaciona as amostras utilizadas para os estudos morfológicos e de microanálises das partículas de segunda fase da liga modificada. Os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento foram realizados conforme descritos nos itens 4.2.2 e 4.2.3, respectivamente.

Tabela 5.11 Amostras utilizadas nas análises das partículas de segunda fase.

Zn (%)	Primeiro estágio: (121 ± 2) °C		Segundo estágio: (165 ± 2) °C	
	3 h		6 h	12 h
0,03	0-2	0-1	0-2	0-1
0,59	9-2	9-1	9-2	9-1
1,14	10-2	10-1	10-2	10-1
2,17	8-2	8-1	8-2	8-1

A figura 5.19.a mostra as fotomicrografias das amostras com 0,03 e 0,59% de zinco (tabela 5.11), para seis e 12 horas de envelhecimento no segundo estágio.

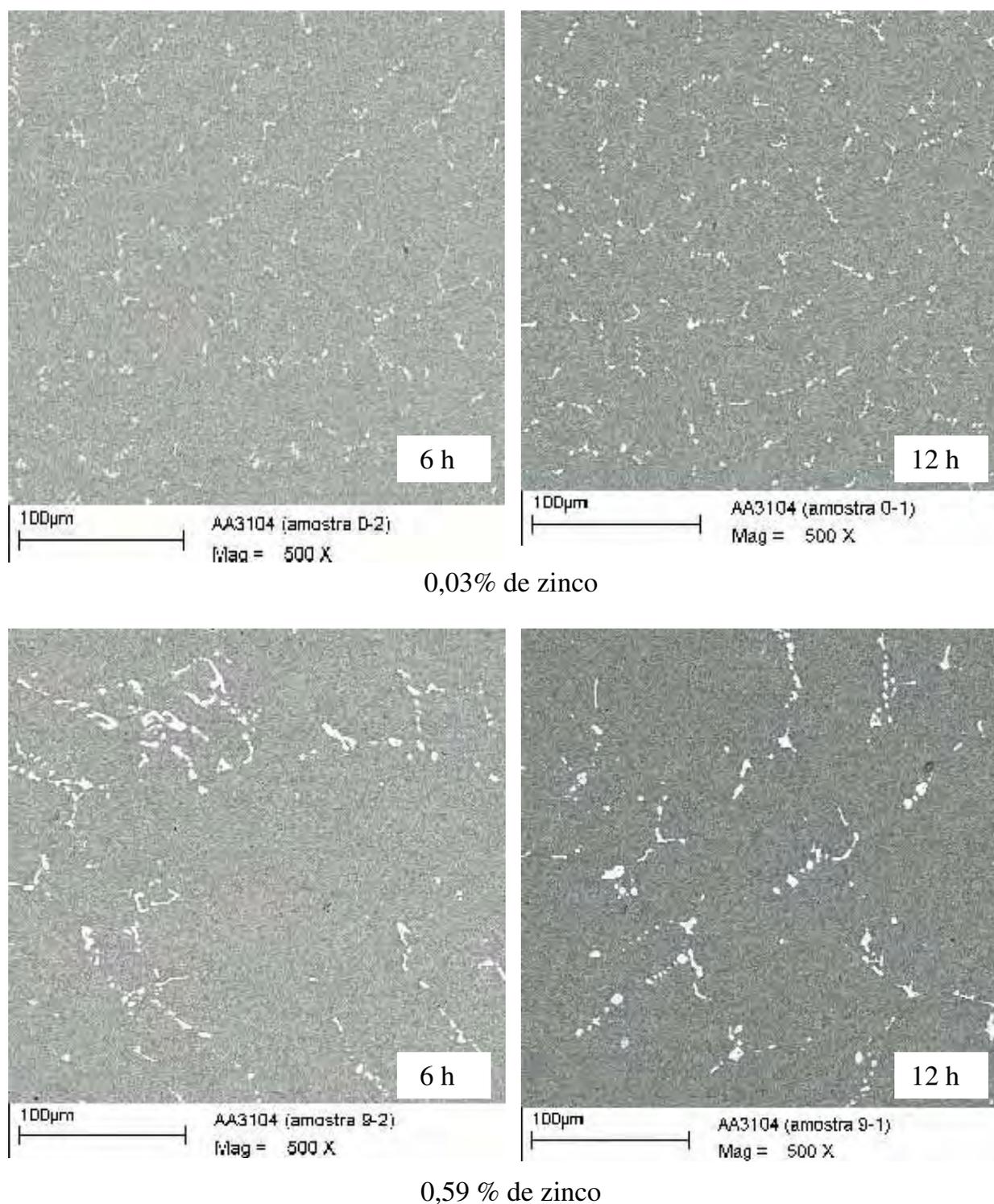
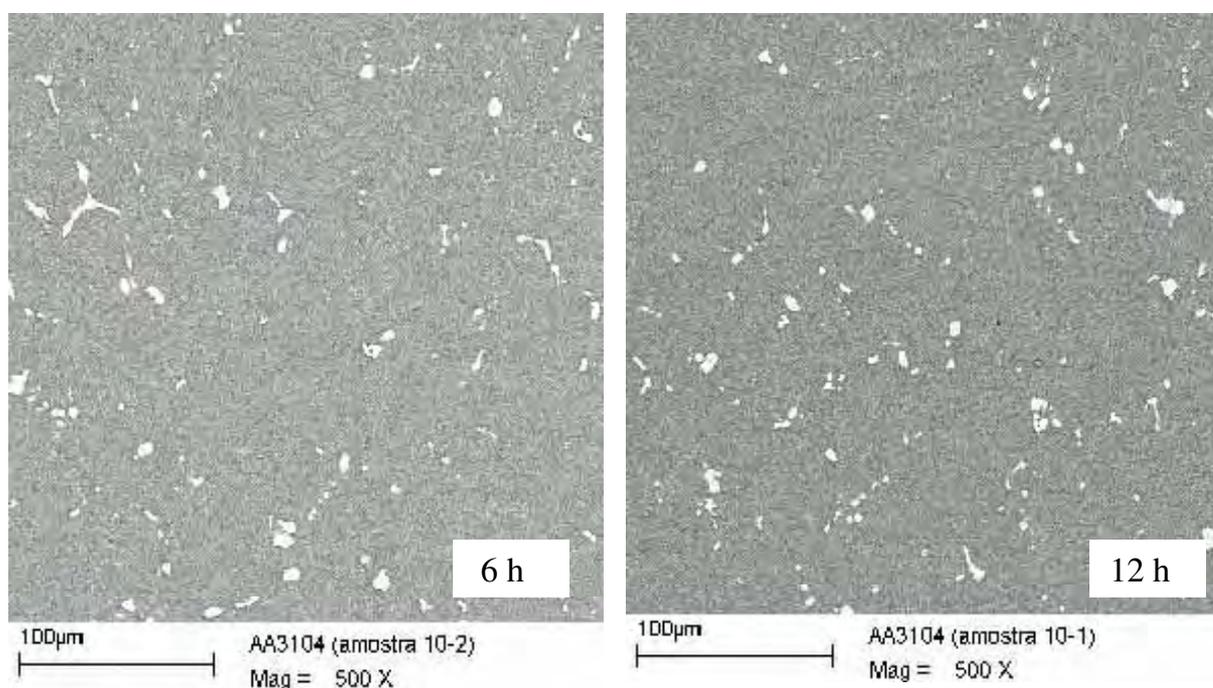
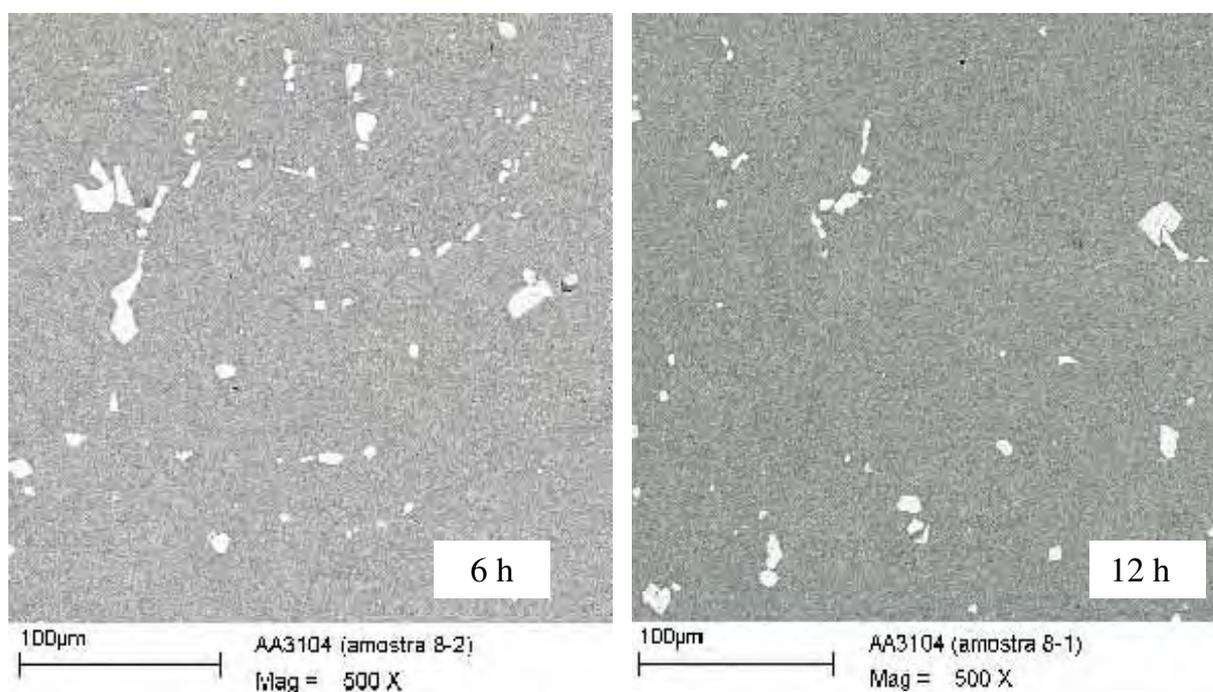


Figura 5.19.a Fotomicrografias das amostras com 0,03 e 0,59% de zinco, para 6 e 12 h de envelhecimento no segundo estágio. MEV.

A figura 5.19.b mostra as fotomicrografias das amostras com 1,14 e 2,17% de zinco (tabela 5.11), para seis e 12 horas de envelhecimento no segundo estágio.



1,14 % de zinco



2,17 % de zinco

Figura 5.19.b Fotomicrografias das amostras com 1,14 e 2,17% de zinco, para 6 e 12 h de envelhecimento no segundo estágio. MEV.

### 5.6.2 Parâmetros descritores do tamanho e morfologia das partículas

A tabela 5.12 apresenta os valores de alguns parâmetros relacionados ao tamanho e a morfologia das partículas de uma maneira global, e a figura 5.20 mostra graficamente o comportamento do tamanho dessas partículas (áreas e diâmetro efetivo) em função do teor de zinco, para 6 e 12 horas de envelhecimento. .

Tabela 5.12 Parâmetros de tamanho e morfologia das partículas globais

Zn (%)	Env. (h)	Part.	RA	Eixo maior	Eixo menor	Área	DiaEf	Perím.	FaF	Circ.	Compac.
0,03	6	516	2,18	4,43	2,15	7,99	3,01	11,85	0,75	0,55	0,73
	12	568	2,01	4,44	2,28	8,45	3,11	11,99	0,78	0,59	0,75
0,59	6	354	2,03	5,66	2,77	14,70	3,87	15,73	0,77	0,59	0,75
	12	303	2,11	6,33	3,07	17,92	4,27	17,32	0,77	0,59	0,75
1,14	6	336	1,87	5,22	2,87	14,15	3,78	14,16	0,82	0,63	0,78
	12	349	1,74	4,92	2,86	13,06	3,69	13,56	0,84	0,65	0,80
2,17	6	161	1,63	6,14	3,79	26,02	4,76	17,47	0,84	0,67	0,81
	12	155	1,66	6,42	3,96	26,84	4,97	18,10	0,84	0,66	0,80

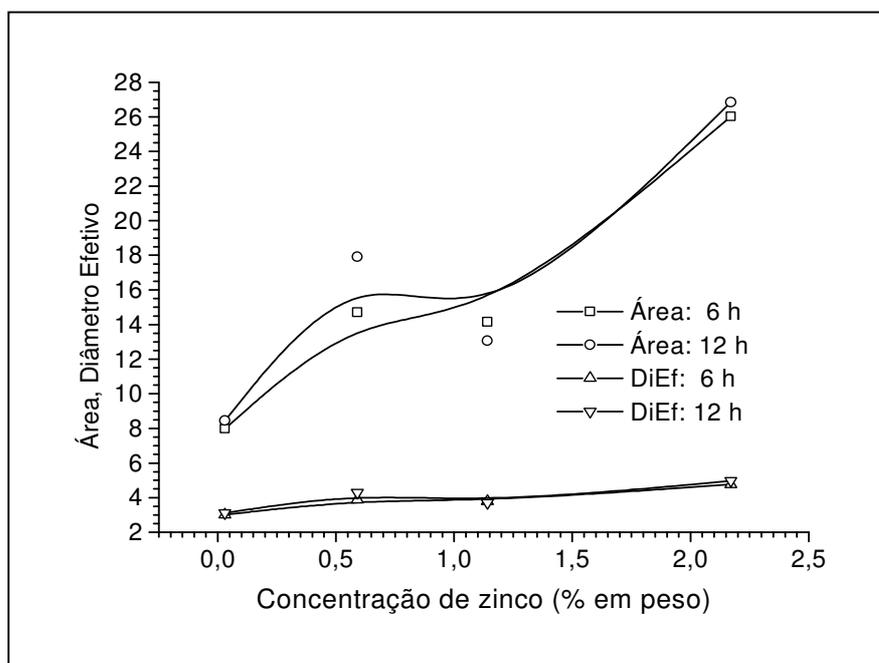


Figura 5.20 Comportamento do tamanho das partículas (área e diâmetro efetivo) em função do teor de zinco, para 6 e 12 horas de envelhecimento.

Com base na razão de aspecto (RA) foi possível distinguir dois grupos estatisticamente distintos de partículas primárias de segunda fase. Se RA for maior ou igual a dois admite-se que as partículas são alongadas, caso contrário são globulares.

As tabelas 5.13 e 5.14 apresentam os valores, respectivamente, de alguns parâmetros associados às partículas alongadas e globulares, que representam os descritores específicos do tamanho e morfologia para essas partículas. A figura 5.21 mostra a variação da área das partículas alongadas e globulares com o aumento do teor de zinco, e a figura 5.22 a quantidade de partículas (globais, globulares e alongadas).

Tabela 5.13 Parâmetros descritores do tamanho e morfologia das partículas alongadas

Zn (%)	Env. (h)	Part.	AR	Eixo maior	Eixo menor	Área	DiaEf	Perím.	FaF	Circ.	Compac.
0,03	6	211	3,21	5,93	1,93	9,57	3,34	14,82	0,56	0,34	0,58
	12	206	3,01	6,27	2,14	11,06	3,62	16,12	0,57	0,36	0,60
0,59	6	134	3,05	8,73	2,95	23,61	5,02	23,79	0,50	0,36	0,59
	12	103	3,44	10,53	3,34	39,19	5,82	27,91	0,65	0,34	0,57
1,14	6	99	2,99	7,92	2,73	19,96	4,60	20,36	0,59	0,37	0,60
	12	85	2,80	7,67	2,75	18,60	4,56	19,90	0,60	0,38	0,61
2,17	6	31	2,63	9,89	3,71	39,08	6,03	25,45	0,65	0,39	0,63
	12	34	2,55	9,25	3,58	33,27	5,72	23,48	0,66	0,41	0,64

Tabela 5.14 Parâmetros descritores do tamanho e morfologia das partículas globulares

Zn (%)	Env. (h)	Part.	AR	Eixo maior	Eixo menor	Área	DiaEf	Perím.	FaF	Circ.	Compac.
0,03	6	305	1,47	3,39	2,30	6,91	2,79	9,80	0,88	0,70	0,83
	12	360	1,44	3,39	2,36	6,96	2,82	9,63	0,89	0,71	0,84
0,59	6	220	1,40	3,79	2,67	9,27	3,17	10,82	0,91	0,73	0,85
	12	199	1,42	4,18	2,93	11,64	3,49	11,89	0,91	0,72	0,85
1,14	6	237	1,40	4,09	2,92	11,72	3,44	11,57	0,92	0,73	0,85
	12	264	1,39	4,04	2,90	11,27	3,41	11,52	0,92	0,74	0,86
2,17	6	129	1,38	5,25	3,83	23,03	4,47	15,61	0,88	0,74	0,86
	12	120	1,40	5,60	4,06	24,99	4,75	16,54	0,89	0,73	0,85

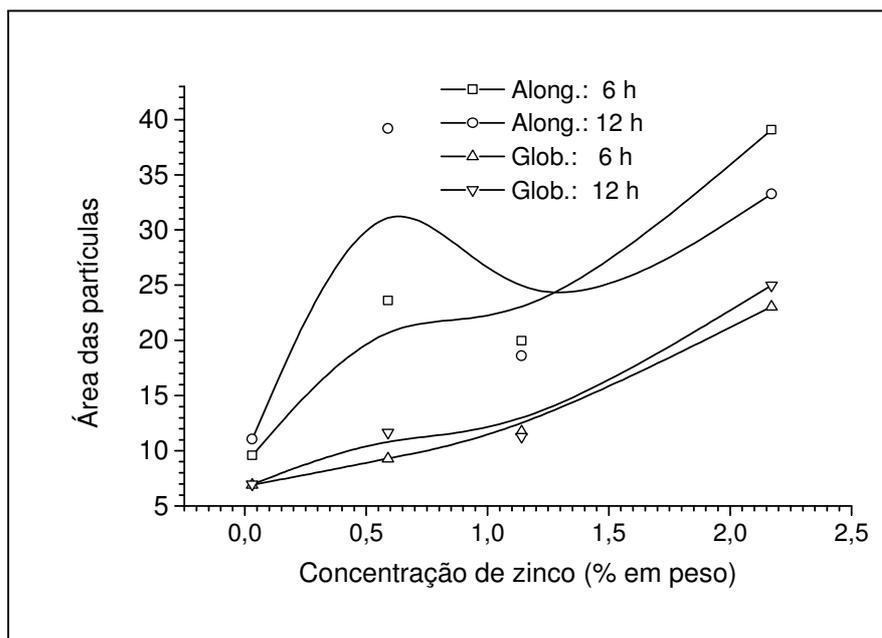


Figura 5.21 Comportamento do tamanho (área) das partículas alongadas e globulares em função do teor de zinco, para 6 e 12 horas de envelhecimento.

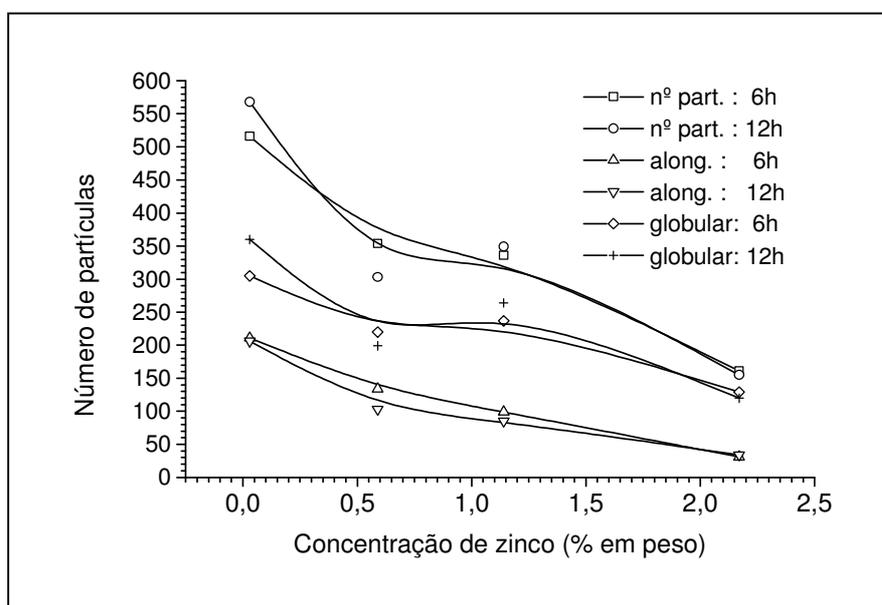


Figura 5.22 Variação do número de partículas (globais, alongadas e globulares) em função do teor de zinco, para 6 e 12 horas de envelhecimento.

Analisando-se a figura 5.20, observa-se que houve um ligeiro crescimento do diâmetro efetivo das partículas com o aumento do teor de zinco da liga, e que esse comportamento independeu do tempo de envelhecimento. Porém, com relação a área das partículas observa-se um crescimento bastante acentuado à medida que o teor de zinco da liga aumentou de 0,03 para 2,17%. No entanto esse comportamento também praticamente independeu do tempo de envelhecimento.

A figura 5.21 mostra também um crescimento acentuado das partículas alongadas e globulares com o aumento do teor de zinco da liga, refletindo o comportamento apresentado na figura 5.20 referente a todas as partículas analisadas em conjunto.

A figura 5.22 indica claramente um decréscimo da quantidade de partículas (globais, alongadas e globulares) com o aumento do teor de zinco da liga, cujo comportamento mostrou ser independente do tempo de envelhecimento.

Esses resultados apresentados nas figuras 5.20, 5.21 e 5.22, leva-nos a inferir que, independente do tempo de envelhecimento, o aumento do teor de zinco da liga contribuiu para provocar um maior coalescimento das partículas de segunda fase.

### 5.6.3 Constituição das partículas de segunda fase

Para determinar a constituição das partículas de segunda fase foram feitas microanálises por EDS, cujos resultados estão indicados na tabela 5.15 e figura 5.23.

Tabela 5.15 Concentrações de Fe, Mn, Mg, Zn e Si nas partículas e de Zn, Mg e Mn na matriz obtidas por EDS, em função do teor de zinco na liga.

Zn (%)	Env.	Zn (%)		Mg (%)		Mn (%)		Fe (%)	Si(%)
		Matriz	Partícula	Matriz	Partícula	Matriz	Partícula	Partícula	Partícula
0,03	6	0,15	0,05	1,79	1,50	0,60	5,49	10,56	2,88
	12	0,00	0,12	1,75	1,56	0,67	7,08	8,69	2,67
0,59	6	0,82	0,59	1,60	1,19	0,82	5,86	8,90	0,00
	12	0,87	0,33	1,66	1,03	0,57	12,03	15,4	4,62
1,14	6	2,21	0,76	1,72	0,95	0,44	10,86	12,28	4,89
	12	2,08	0,72	1,85	0,81	0,44	14,53	15,94	5,41
2,17	6	6,04	1,72	1,38	0,66	0,58	13,11	17,66	5,65
	12	6,44	1,90	1,65	0,81	0,51	11,44	18,75	5,84

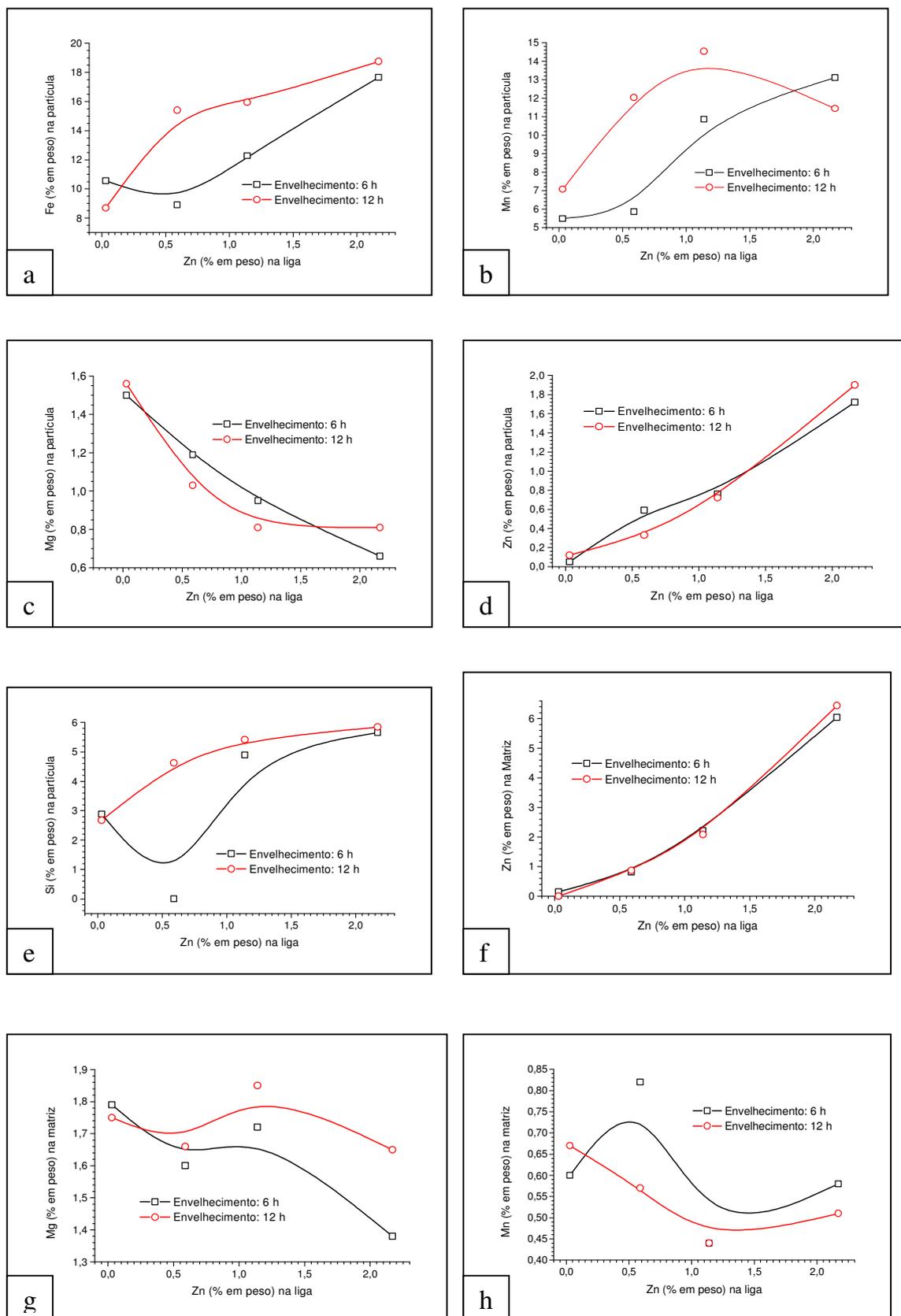


Figura 5.23 Concentrações de Fe, Mn, Mg, Zn e Si nas partículas e de Zn, Mg e Mn na matriz obtidas por EDS, em função do teor de zinco da liga.

A figura 5.24 mostra como exemplo o espectro de energia dispersiva obtida por MEV da partícula de segunda fase encontrada na microestrutura da liga com 2,17% de zinco, envelhecida com 12 horas.

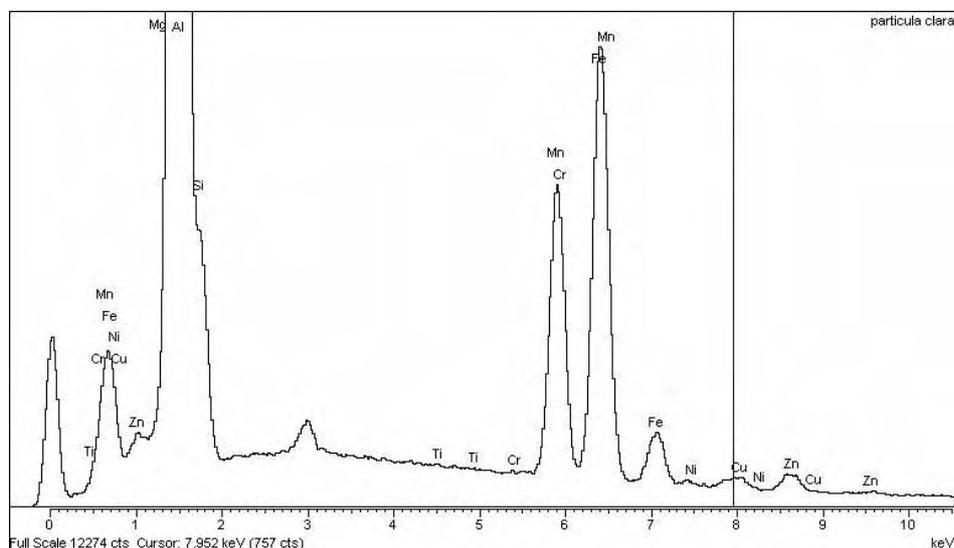


Figura 5.24 Exemplo de um espectro de energia dispersiva (EDS) obtido para uma partícula de segunda fase.

Nas ligas comerciais da série 3xxx, além dos elementos Mn e Mg, estão presentes outros elementos em menores quantidades como, por exemplo, Fe, Si e Cu.

O manganês promove a precipitação de dispersóides em maiores quantidades, para temperaturas mais altas (na faixa de 450 a 550 °C). O magnésio contribui para aumentar o endurecimento da liga durante o processo de laminação a frio, além de acelerar a cinética de precipitação da fase  $\beta$ -Al<sub>6</sub>(Fe,Mn) em temperaturas mais baixas (menores que 350 °C), promovendo um abaixamento da energia de ativação necessária para precipitar essa fase  $\beta$  primária rica em manganês. (AGREDA, 2005).

O endurecimento durante o processo de laminação a frio das ligas contendo Mg em solução sólida é mais intenso do que na liga contendo apenas Mn. (SHOJI; FUGIKURA, 1990).

Segundo Hutchinson (1989) e Sun et al., 2000), os elementos Fe, Mn e Si contribuem para a formação das fases  $\beta$ -Al<sub>6</sub>(Fe,Mn) e Al<sub>13</sub>(Fe,Mn)<sub>4</sub>, além de outras fases primárias contendo silício, tais como  $\alpha$ -Al<sub>12</sub>(Fe,Mn)<sub>3</sub>Si e  $\alpha$ -Al<sub>15</sub>(Fe, Mn)<sub>3</sub>Si<sub>2</sub>. Os

elementos Mg e Cu contribuem para a formação de várias outras partículas de segunda fase como, por exemplo,  $Mg_2Si$ ,  $MgSiCu$  e  $CuAl_2$ . Todos os constituintes de segunda contribuem para o endurecimento das ligas Al-Mn-Mg.

O zinco é um elemento considerado impureza nas ligas Al-Mn-Mg comerciais, cuja concentração deve ser mantida abaixo de 0,15% (limite máximo tolerável). Em solução sólida tem pouco efeito sobre o endurecimento por deformação das ligas de alumínio. (DAVIS, 2002c).

Com base nos resultados das microanálises mostrados na tabela 5.15 pode-se concluir que as partículas de segunda fase encontradas na liga são ricas em Fe, Mn, Mg, Zn e Si e, provavelmente são do tipo  $Al(Fe, Mn, Mg, Zn)Si$ .

Analisando-se a figura 5.23 observa-se que à medida que se aumentou o teor de zinco da liga houve um aumento das concentrações dos elementos Fe (fig. 23.a), Mn (fig. 23.b), Zn (fig. 23.d) e Si (fig.23.e) nas partículas e um decréscimo da concentração de Mg (fig. 23.c). Esse comportamento apresentou a mesma tendência para os tempos de 6 e 12 horas de envelhecimento.

Com relação aos os elementos de liga Mn, Mg e Zn, à medida que se aumentou o teor de zinco da liga, houve um aumento da concentração de Zn (fig. f) e um decréscimo das concentrações de Mg (fig. 23. g) e Mn (fig. 23. h) na matriz.

Os resultados da microanálise mostraram-se, em princípio, coerentes para o Zn, pois uma parte do total adicionado incorporou-se nas partículas de segunda fase, e a outra parte permaneceu em solução sólida na matriz ou pode ter formado precipitados endurecedores. Uma certa coerência também foi verificada com relação ao Mn, uma vez que o total desse elemento sendo fixo na liga, o aumento da concentração nas partículas (fig. 23. b) provocou o decréscimo na matriz (fig. 23. h).

Com relação ao Mg, os resultados da microanálise mostraram um comportamento diferente do comportamento obtido para o Zn e o Mn, pois houve ao mesmo tempo um decréscimo da concentração de Mg nas partículas de segunda fase e na matriz. Esse comportamento nos leva a inferir que o Mg, cuja concentração sendo fixa na liga, além de ter sido incorporado nas partículas de segunda, uma parte permaneceu em solução na matriz e outra parte pode ter formado partículas endurecedoras.

Da análise das figuras 5.20 e 5.21 ficou evidente o aumento da área das partículas globais e das partículas alongadas e globulares, respectivamente, com o aumento do teor de zinco da liga. A figura 5.22 mostra claramente o decréscimo da quantidade de partículas de segunda fase (globais, alongadas e globulares) com o aumento do teor de zinco da liga. Portanto, houve um coalescimento maior dessas partículas com o aumento do teor de zinco da liga, para os tempos de envelhecimento de 6 e 12 horas.

A análise feita com relação a figura 5.23 mostrou os seguintes aspectos:

Uma parte do total de Zn adicionado à liga incorporou-se nas partículas de segunda fase, a outra parte permaneceu em solução sólida e aumentou a concentração na matriz, podendo ainda provavelmente ter formado precipitados endurecedores.

O Mg com concentração fixa na liga, além de ter sido incorporado nas partículas de segunda, uma parte permaneceu em solução na matriz e outra parte pode ter provavelmente formado partículas endurecedoras, reduzindo sua quantidade na matriz.

O Mn, também com teor fixo na liga, incorporou e aumentou a concentração nas partículas de segunda fase, provocando o decréscimo da concentração na matriz. Lembrando que o Mn contribui para a formação de dispersóides.

Diante dessas constatações pode inferir que à medida que se aumentou o teor de zinco da liga, houve um coalescimento das partículas de segunda fase, aumentou as concentrações de zinco na matriz e diminuiu as concentrações de Mg e Mn, além de provavelmente, o Mg e o Zn presentes na matriz ter contribuído para a formação de precipitados endurecedores.

Segundo Wilcox (1990) todas as partículas constituintes de segunda fase contribuem para o endurecimento das ligas Al-Mn-Mg e exercem um forte efeito sobre as propriedades mecânicas da liga, particularmente sobre a tenacidade à fratura, alongamento e resistência à fadiga.

Para Davis (2002c) de uma maneira geral, a combinação de solução sólida, partículas de segunda fase e dispersóides em ligas de alumínio resulta num efeito aproximadamente aditivo com relação ao aumento das propriedades mecânicas.

Em síntese, essas características microestruturais da liga modificada podem explicar o comportamento das propriedades mecânicas mostradas, particularmente, nas figuras 5.15, 5.16 e 5.18

## 6 CONCLUSÕES E PROPOSTAS PARA FUTUROS TRABALHOS

### 6.1 CONCLUSÕES

Com base nos estudos expostos neste trabalho e nos resultados experimentais obtidos podem ser extraídas as seguintes conclusões:

1 A dureza dos lingotes homogeneizados aumentou da ordem de 32% à medida que a concentração de zinco da liga aumentou de 0,03 a 2,17% (tabela 5.2 e figura 5.1). Esse endurecimento pode ter sido causado pelo zinco presente em maiores quantidades nas partículas primárias ricas em ferro, manganês e silício ou presentes sob outras formas na microestrutura da liga.

2 Não foram verificadas variações significativas na dureza das amostras solubilizadas, para as concentrações de zinco estudadas na faixa de 0,03 a 2,17%, cujo menor valor obtido foi de 58,6 HV e o maior valor foi de 64,0 HV. Considerando-se a média entre o menor e o maior valor de dureza, pode-se assumir que a dureza da liga na condição solubilizada foi de 61,3 HV.

3 Para as amostras envelhecidas em dois estágios, o primeiro a  $(121 \pm 2)$  °C por três horas e o segundo a  $(163 \pm 2)$  °C com tempos totais de 6, 9, 12 e 15 horas, os valores da dureza (tabela 5.5 e figura 5.3), apresentaram variações diferenciadas de acordo com as faixas de concentrações de zinco. Não houve praticamente variação da dureza das amostras, com teores de zinco na faixa de 0,03 a 1,14%, para os quatro tempos de envelhecimento acima mencionados. Foi verificado um ligeiro aumento da dureza das amostras, com teores de zinco na faixa de 1,14 a 1,52%, para os referidos tempos de envelhecimento. Os maiores aumentos da dureza ocorreram para as amostras com teores de zinco na faixa de 1,52 a 2,17% com comportamentos semelhantes para os quatro tempos de envelhecimento, no entanto menos acentuado para o tempo de seis horas.

4 A dureza das tiras na condição laminada a quente aumentou com o aumento da concentração de zinco na liga. Para as tiras utilizadas no processamento da rota R, com teores de zinco na faixa de 0,03 a 1,52%, o aumento médio da dureza com o aumento do teor de zinco foi da ordem de 22% (tabela 5.7 e figura 5.5). Para as tiras

utilizadas no processamento da rota S, com teores de zinco na faixa de 1,14 a 2,17%, o aumento médio da dureza com o aumento do teor de zinco foi da ordem de 37% (tabela 5.8 e figura 5.6).

5 A dureza das tiras na condição solubilizada após a laminação a quente, praticamente independeu da concentração de zinco, o mesmo ocorrendo com as tiras recozidas após a laminação a quente. Para as tiras solubilizadas a dureza média foi de  $(54,8 \pm 2,6)$  HV e para as tiras recozidas a dureza média foi de  $(61,0 \pm 2,8)$  HV.

6 O efeito endurecedor do zinco, avaliado pela dureza, sobre o processo de laminação a frio da liga obtida segundo os procedimentos da rota R, foi significativo (tabela 5.7 e figura 5.5). A dureza das tiras laminadas a frio cresceu com o aumento o teor de zinco na faixa de 0,03 a 1,52% de 149,0 para 180,0 HV, respectivamente, o que representa um aumento da ordem de 21%.

7 O efeito endurecedor do zinco, avaliado pela dureza, sobre o processo de laminação a frio da liga obtida de acordo com os procedimentos da rota S, foi mais significativo em relação a rota R (tabela 5.8 e figura 5.6). A dureza das tiras laminadas a frio após a solubilização cresceu com o aumento o teor de zinco na faixa de 1,14 a 2,17% de 172,0 para 257,0 HV, respectivamente, o que representa um aumento da ordem de 49%.

8 O efeito endurecedor do zinco, medido pela dureza, sobre o processo de laminação a frio da liga obtida segundo as rotas E3H e E6H foi menor quando comparado ao processo da laminação a frio da liga obtida segundo a rota S (tabela 5.8 e figura 5.6). O encruamento associado ao processo de laminação a frio pode ter acelerado o processo de precipitação e produzido um superenvelhecimento da liga.

9 As rotas S, E3H e E6H apresentaram valores de dureza crescentes com o aumento do teor de zinco. As rotas E3H e E6H apresentaram praticamente os mesmos valores de dureza para os mesmos teores de zinco na faixa estudada de 1,14 a 2,17%, independente do tempo de envelhecimento (6 ou 9 horas), porém, sempre menores que a dureza da rota S.

10 As propriedades mecânicas tensão de escoamento e resistência à tração obtidas segundo a rota R aumentaram com o aumento do teor de zinco da liga na faixa de 0,03 a 1,52%. A tensão de escoamento média aumentou da ordem de 18% e a

resistência à tração aumentou da ordem de 19%. O módulo de elasticidade e o alongamento não foram afetados, e permaneceram praticamente constantes, para a referida faixa estudada de concentrações de zinco.

11 As propriedades mecânicas tensão de escoamento e resistência à tração da liga processada segundo a rota S também aumentaram com o aumento do teor de zinco na faixa de 1,14 a 2,17%, porém, apresentaram grandes espalhamentos dos resultados, medido pelo desvio padrão, para alguns teores de zinco. A tensão de escoamento média aumentou da ordem de 21% e a resistência à tração aumentou da ordem de 31%. O módulo de elasticidade manteve-se praticamente constante para a referida faixa estudada de concentrações de zinco. O alongamento oscilou entre o mínimo de 4,6% (para 1,34% de zinco) e o máximo de 9,1% (para 1,72% de zinco).

12 Considerando teores de zinco praticamente iguais para as duas rotas estudadas R e S, ou seja: 1,27; 1,47 e 1,52% para a rota R e 1,34; 1,50 e 1,56% para a rota S, de acordo com os resultados da tabela 5.9 e 5.10, a tensão de escoamento e a resistência à tração médias para os respectivos teores de zinco foram ligeiramente maiores para a rota S em relação a rota R, da ordem de 2,5%. O alongamento médio para a rota S foi da ordem de 44% maior que o alongamento da rota R. Esses resultados mostraram que ao substituir o recozimento pela solubilização no processamento da liga houve um aumento significativo da ductilidade e um ligeiro aumento da resistência mecânica.

13 As propriedades mecânicas tensão de escoamento, resistência à tração e alongamento, para as rotas S, E3H e E6H (tabela 5.10), aumentaram à medida que a concentração de zinco aumentou nas respectivas faixas estudadas de 1,14 a 2,17% (rotas S e E6H) e de 1,34 a 2,17% (rota E3H). A tensão de escoamento e a resistência à tração para a rota S apresentaram um crescimento da ordem de 25% e 31%, respectivamente. Para a rota E3H, a tensão de escoamento e a resistência à tração aumentaram da ordem de 11% e 9%, respectivamente, enquanto que para a rota E6H, o aumento da tensão de escoamento e da resistência à tração foram iguais, da ordem de 7%. O alongamento também aumentou dentro das respectivas faixas de concentrações de zinco, para as três rotas, porém, apresentou grande espalhamento. O valor médio do alongamento aumentou de 6,5% (rota S) para 7,3% (rota E3H) e para 8,8% (rota E6H).

14 Análises feitas com técnicas de processamento de imagens em amostras envelhecidas com 6 e 12 horas da liga contendo 0,03%; 0,59%; 1,14% e 2,17% de zinco permitiram distinguir partículas de segunda fase alongadas das globulares. Verificou-se por intermédio dessas análises um crescimento do tamanho das partículas (figuras 5.20 e 5.21) com a conseqüente redução da quantidade (figuras 5.22), à medida que aumentou do teor de zinco independente do tempo de envelhecimento.

15 Microanálises por EDS realizadas nas partículas de segunda fase encontradas nas amostras envelhecidas com 6 e 12 horas da liga contendo 0,03%; 0,59%; 1,14% e 2,17% de zinco permitiram constatar que se tratam de partículas ricas em Al, Fe, Mn, Mg, Zn e Si (tabela 5.15), provavelmente do tipo  $\text{Al(Fe,Mn,Mg,Zn)Si}$ . Constatou-se também um aumento das concentrações de Fe, Mn, Zn e Si e uma redução da concentração de Mg nas partículas de segunda fase, à medida que aumentou do teor de zinco, independente do tempo de envelhecimento (figura 5.23). O aumento dos teores de Fe, Mn, Zn e Si nas partículas foi acompanhado da redução dos teores na matriz, enquanto que a redução do teor de Mg ocorreu nas partículas e na matriz.

## 6.2 PROPOSTAS PARA FUTUROS TRABALHOS

O assunto abordado no presente trabalho é extremamente complexo e amplo, razões pelas quais não foi possível avançar com mais profundidade em diversos aspectos como, por exemplo, nos mecanismos envolvidos nos processos de endurecimento, caracterização da microestrutura, entre outros. Novos trabalhos podem ser desenvolvidos com base nos estudos feitos, completando, ampliando e aprofundando os aspectos abordados, além de outros. O autor sugere os seguintes temas para futuros trabalhos:

- 1 Estudar o efeito endurecedor e os mecanismos de endurecimento por deformação no estado recozido em ligas binárias Al-Mn, Al-Mg e Al-Zn, preparadas a partir dos elementos com alto grau de pureza, com concentrações crescentes dos respectivos elementos de liga até da ordem de 1,5% e no estado solubilizado para a liga Al-Zn.

2 Estudar o efeito endurecedor e os mecanismos de endurecimento por deformação em ligas Al-Mn-Mg recozidas, preparadas a partir dos elementos com alto grau de pureza e teores crescentes dos elementos de liga até da ordem de 1,5%.

3 Estudar o efeito endurecedor e os mecanismos de endurecimento por deformação em ligas quaternárias Al-Mn-Mg-Zn no estado recozido e na condição solubilizada, para ligas preparadas a partir dos elementos com alto grau de pureza, mantendo-se as concentrações de manganês e magnésio fixas em torno de 1,% e 1,2%, respectivamente, variando-se a concentração de zinco entre 1 a 1,5%.

4 Estudar a evolução da microestrutura durante os processos de endurecimento das ligas anteriores, caracterizar a microestutura, por meio de técnicas de MO e MEV e avaliar as propriedades mecânicas.

5 Estudar e caracterizar a microestrutura das ligas Al-0,9%Mn-1,2%Mg-X%Zn estudada no presente trabalho com X = 1,14%; 1,34%; 1,50% e 1,56% de zinco.

## REFERÊNCIAS

AGREDA, N. J. L. Isochronal study of Al-Mg, Al-Mn, and Al-Mn-Mg alloys using electrical resistivity and thermoelectric power. **Materials Research**, São Carlos, v.8, n.1, p.1-15, jan./mar. 2005.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E 8M**: Standard test methods for tension of metallic materials [metric]. West Conshohocken, Pennsylvania, 2000.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E 92**: Standard test method for Vickers hardness of metallic materials. West Conshohocken, Pennsylvania, 1997.

ANDERSON, W. A. Work hardening, recovery, recrystallization, and grain growth In: HATCH, J. E. (Ed.). **Aluminum: properties and physical metallurgy**. Metals Park, Ohio: ASM, 1990. ch. 4, p.105-33.

ANUÁRIO Estatístico 2005. **ABAL: Associação Brasileira do Alumínio**. São Paulo, 2005. 51p.

ARDELL, A. J. Precipitation strengthening: general considerations. In: BEVER, M. B (Ed.). **Encyclopedia of Materials Science and Engineering**. Oxford: Pergamon Press, 1985. v.5, p.3882-7.

ARZAMANOV, B. (Ed.). Parte one: laws of structure formation in materials. Structure and properties of materials. In:\_\_\_\_. **Materials science**. Moscow: Mir Publishers, 1989. ch. one, p.12-46.

ASKELAND, D. R. Atomic Structure. In:\_\_\_\_. **The science and engineering of materials**. 3rd ed. Cheltenham: Stanley Thornes, 1998. ch. 2, p.18-37.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6834**: Alumínio e suas ligas: classificação. Rio de Janeiro, 2000.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6835**: Alumínio e suas Ligas: classificação das têmperas. Rio de Janeiro, 2000.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO. **Guia técnico do alumínio: laminação**. 1.ed. São Paulo, v.2, 1994. 138p.

BABAZADEH, K. **An investigation of aluminum grain refinement process and study of the abilities of ultrasonic detection method in this process**. 1999. 88f. Dissertation (Master of Applied Science - Metallurgy and Materials Science) - University of Toronto, Toronto, 1999.

BRANDT, J. L. Properties of pure aluminum. In: HATCH, J. E. (Ed.). **Aluminum: properties and physical metallurgy**. Metals Park, Ohio: ASM, 1990. ch. 1, p.1-24.

BROWN, R. R.; WILLEY, L. A. Constitution of Alloys In: HATCH, J. E. (Ed.). **Aluminum: properties and physical metallurgy**. Metals Park, Ohio: ASM, 1990. ch. 2, p.25-57.

CALLISTER, W. D. Ligas Metálicas. In\_\_\_\_. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 4.ed. Rio de Janeiro: LTC, 2002. cap. 12, p.243-64.

CAMPOS FILHO, M. P.; DAVIES, G. J. Segregação e defeitos em peças fundidas. In:\_\_\_\_. **Solidificação e fundição de metais e suas Ligas**. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos; São Paulo: Editora da Universidade de São Paulo, 1978. cap.8, p.185-219.

CARVALHO, W. de. **Influência do teor de chumbo no processamento a quente da liga de alumínio AA3104**. 2000. 68f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica – Projetos e Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2000.

CHENG X, M. Earing behavior and crystallographic texture of aluminum alloys during cold rolling. **Journal of Materials Engineering and Performance**, Materials Park, Ohio, v.10, n.4, p.399-404, aug. 2001.

CHENG, J., ZHAO, J. C. The diffusion-multiple approach to designing alloys. **Annual reviews of materials research**. New York: Annual review, 2005. v.35, p.51-73. Disponível em: <<http://arjournals.annualreviews.org/loi/matsci>>. Acesso em: 27 jul. 2006.

CONRAD, H., CHRIST, B. Charges in internal energy associated with recovery and recrystallization (Discussion). In: HIMMEL, L. (Ed.). **Recovery and recrystallization in metals**. New York: Interscience, 1963. p.130-34.

COUTINHO, T. A. Alumínio e suas ligas. In:\_\_\_\_. **Metetalografia de não-ferrosos: análise e prática**. São Paulo: Edgard Blücher, 1980. cap. 4. p.80-101.

DAALAND, O.; NES, E. Origin of cube texture during hot rolling of commercial Al-Mn-Mg alloys. **Acta Materialia**, Oxford, v.44, n.4, p.1389-411, apr. 1996.

DAVIS, J. R. (Ed.). Alloy and temper designation systems. In:\_\_\_\_. **ASM specialty handbook: Aluminum and aluminum alloys**. Materials Park, Ohio: ASM International, 2002a. p.18-30.

DAVIS, J. R. (Ed.). Physical Metallurgy . In:\_\_\_\_. **ASM specialty handbook: Aluminum and aluminum alloys**. Materials Park, Ohio: ASM International, 2002b. p.31-46.

DAVIS, J. R. (Ed.). Forming. In:\_\_\_\_. **ASM specialty handbook: Aluminum and aluminum alloys**. Materials Park, Ohio: ASM International, 2002c. p.231-46.

DAVIS, J. R. (Ed.). Properties of cast aluminum alloys. In:\_\_\_\_. **ASM specialty handbook: Aluminum and aluminum alloys**. Materials Park, Ohio: ASM International, 2002d. p.706-31.

DEAN, W. A. Effects of alloying elements and impurities on properties. In: HATCH, J. E. (Ed.). **Aluminum: properties and physical metallurgy**. Metals Park, Ohio: ASM, 1990. ch.6, p.200-41.

DEHMAS, M. et al. Experimental study of phase transformations in 3003 aluminium alloys during heating by in situ high energy X-ray synchrotron radiation. *Journal of Alloys and Compounds*, Amsterdam, v.400, n.1-2, p.116-24, sept. 2005.

DESCHAMPS, A.; LIVET, F.; BRÉCHET, Y. Influence of predeformation on ageing in an Al-Zn-Mg alloy—I. Microstructure evolution and mechanical properties. **Acta Materialia**, Oxford, v.47, n.1, p.281-92, dec. 1998.

DI RUSSO, E. et al. Thermomechanical treatments on high strength Al-Zn-Mg-(Cu) alloys. **Metallurgical Transactions**, Warrendale, v.4, n.4, p.1133-44, abr. 1973.

DIETER, G. E. Strengthening Mechanisms. In: \_\_\_\_\_. **Mechanical Metallurgy**. 2nd ed. Singapore: McGraw-Hill, 1984a. ch.6, p.190-246.

DIETER, E. G. Rolling of Metals. In\_\_\_\_. **Mechanical Metallurgy**. 2nd ed. Singapore: McGraw-Hill, 1984b. ch.17, p.608-37.

DING, S.; MORRIS, J. G. Processing of AA3004 alloy can stock for optimum strength and formability. **Metallurgical and Materials Transactions A**, Warrendale; Materials Park, Ohio, v.28A, n.12, p.2715-21, dec. 1997.

FAN, X. et al. The microstructural evolution of Al-Zn-Mg-Cu alloy during homogenization. **Materials Letters**, Amsterdam, v.60, n.12, p.1475-9, june 2006.

GLEITER, H. Precipitation hardening by diffusion in the stress field of a dislocation. **Acta Metallurgica**, New York, v.16, n.6, p.857-62, june 1968.

GLEITER, H.; HORNBOKEN, E. Review paper: precipitation hardening by coherent particles. **Materials Science and Engineering A**, Amsterdam, v.2, p.285-302, 1967/68.

HAHN, G. T.; ROSENFELD, A. R. Metallurgical factors affecting fracture toughness of aluminum alloys. **Metallurgical Transactions A**, Warrendale; Materials Park, Ohio, v.6A, n.4, p.653-70, apr. 1975.

HALL, E. O. The deformation and ageing of mild steel: III Discussion of results. **Proceedings of the Physical Society, Section B**, London. v.64, n.9, sept.1951, p.747-53. Disponível em: <<http://www.iop.org/EJ/toc/0370-1301/64/9>>. Acesso: 07 ago. 2006.

HELMAN, H.; CETLIN, P. R. Laminação. In:\_\_\_\_. **Fundamentos da conformação mecânica dos metais**. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1983. cap.8, p.119-67.

HIGGINS, R. A. Ligas. In:\_\_\_\_. **Propriedades e estruturas dos materiais em engenharia**. São Paulo: DIFEL, 1982a. cap.7, p.125-43.

HIGGINS, R. A. Diagramas de Equilíbrio. In:\_\_\_\_. **Propriedades e estruturas dos materiais em engenharia**. São Paulo: DIFEL, 1982b. cap.8, p.144-81.

HIGGINSON, R. L. et al. Effect of roll pass schedule on through thickness texture development in Al-Mn alloy. **Materials Science and Technology**, London, v.19, n.4, p.477-82, apr. 2003.

HIRTH, J. P. Dislocations. In: CAHN, R. W.; HAASEN, P. (Ed.). **Physical metallurgy**. 4th ed. Amsterdam: Elsevier Science, 1996. v.3. ch.20, p.1831-75.

HISTÓRIA da indústria do alumínio no Brasil. **ABAL: Associação Brasileira do Alumínio**. Disponível em: <<http://www.abal.org.br/industria/nobrasil.asp>>. Acesso em: 24 jul. 2006.

HUMMEL, R. E. Part I: Mechanical properties of materials: alloys and compounds. In\_\_\_\_. **Understanding materials science: history, properties, applications**. New York: Springer-Verlag, 1998. cap.5, p.74-101.

HUNSICKER, H. Y. Metallurgy of heat treatment and general principles of precipitation hardening. In: HATCH, J. E. (Ed.). **Aluminum: properties and physical metallurgy**. Metals Park, Ohio: ASM, 1990. ch. 5, p.134-99.

HUTCHINSON, W. B.; OSCARSSON, A.; KARLSSON. Å. Control of microstructure and earing behaviour in aluminum alloy AA3004 hot bands. **Materials Science and Technology**, London, v.5, n.11, p.1118-27, nov. 1989.

KAMAT, R. G. AA3104 can-body stock ingot: characterization and homogenization. **Journal of Metals**, Warrendale, v.48, n.6, p.34-8, june 1996.

KASHYAP, K. T.; CHANDRASHEKAR, T. Effects and mechanisms of grain refinement in aluminium alloys. **Bulletin of Materials Science**, Bangalore (India), v.24, n.4, p.345-53, aug. 2001.

KASHYAP, K. T.; GEORGE, R. Mechanism of cube grain nucleation during recrystallization of deformed commercial purity aluminum. **Bulletin of Materials Science**, Bangalore, v.29, n.2, p.197-200, apr. 2006.

KELLY, A.; NICHOLSON, R. B. Precipitation hardening. In: CHALMERS, B. (Ed.). **Progress in Materials Science**. Oxford: Pergamon Press, 1966. v.10, n.3, p.151-391.

KEY TO METALS. **Thermomechanical treatments of aluminum alloys: metals database**. Disponível em: <<http://www.key-to-metals.com/PrintArticle.asp?ID=105>>. Acesso em: 09/06/2006.

KOVÁCS, ZS., et al. The effect of Cu on precipitation in Al-Zn-Mg alloys. **Annual Review Journal of Materials Australia**, Melbourne, v.28, p.1192-97, 2004.

KOVÁCS-CSETÉNYI, E.; GRIGER, A.; TURMEZEY, T. Grain size influencing factors in recrystallized AlMn(Mg) sheets. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON RECRYSTALLIZATION IN METALLIC MATERIALS, 1, 1990, Wollongong (Australia). **Proceedings...** Wollongong: The Minerals, Metals and Materials Society, 1990. p.819-26.

KRAJEWSKI, W. K. Grain refinement of the Al doped with Zn-Ti master alloy. In: Metal 2001, 15, 2001, Ostrava. **Anais...** Ostrava (Czech Republic), 2001. p.1-5.

LIU, J. et al. Effect of intermediate heat treatment on microstructure and texture evolution of continuous cast Al-Mn-Mg sheet. **Metallurgical and Materials Transactions A**, Warrendale; Materials Park, Ohio, v.37A, n.6, p.1887-98, June 2006.

LONGO, W. P.; REED-HILL, R. E. Alguns Aspectos do Encruamento dos Metais. **Revista do Círculo de Engenharia Militar**, Rio de Janeiro, n.70, p.s-22-30, 1973.

LONGO, W. P.; REED-HILL, R. E. Alguns Aspectos do Encruamento dos Metais. **Revista do Círculo de Engenharia Militar**, Rio de Janeiro, n.71, p.s-43-9, 1.º trim. 1974.

MALISKA, A. M. **Microscopia eletrônica de varredura e microanálise**: apostila. Santa Catarina, 2006. 97p. Disponível em: <[http://www.materiais.ufsc.br/lcm/web-MEV/MEV\\_Frame\\_2.htm](http://www.materiais.ufsc.br/lcm/web-MEV/MEV_Frame_2.htm)>. Acesso em: 18 ago. 2006.

MAZZOLANI, F. M. Aluminum and its alloys. In:\_\_\_\_. **Aluminum alloys structures**. 2nd. ed. London: FN Spon, 1995. ch.1, p.1-43.

M<sub>C</sub>GEER, J. P. Produção do alumínio. **Metalurgia-ABM**, São Paulo, v.33, n.232, p.137-150, mar. 1977.

MEHR, P. L. Thermal treatments for 7475 sheet and plates. In:\_\_\_\_. **Adendum to Alcoa Green Letter n. 216: Alcoa 7475 Sheet and Plates**. Pittsburgh: Alcoa Technical Center, 1982. p.1-8. Unpublished Research.

MERICA, P. D.; WALTENBERG R. G.; SCOTT, H. Heat treatment and constitution of duralumim. **Transactions of the Metallurgical Society of AIME**, New York, v.64, p.41-77, 1920.

NOCK, Jr., J. A. Properties of commercial wrought alloys. In: HATCH, J. E. (Ed.). **Aluminum: properties and physical metallurgy**. Metals Park, Ohio: ASM, 1990. ch. 9, p.351-78.

OROWAN, E. Discussion on Internal Stress. In: Symposium on Internal Stresses in Metals and Alloys, 1948, London. **Proceedings...** London: Institute of Metals, 1948. p.451-53.

PADILHA, A. F. Propriedades Mecânicas. In:\_\_\_\_. **Materiais de engenharia: microestrutura e propriedades**. São Paulo: Hemus, 1997. cap.15, p.251-69.

PETCH, N. J. The clivage strength of polycrystals. **The Journal of the Iron and Steel Institute**, London, vol. 174, p.25-8, may 1953.

PIRES, M. M. **Influência do teor de zinco e do processamento termomecânico nas propriedades mecânicas e na resistência a corrosão da liga de alumínio AA3104**. Guaratinguetá, 2002. 111f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica – Projetos e Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2002.

POOLE, W. J. et al. A Model for predicting the effect of deformation after solution treatment on the subsequent artificial aging behavior of AA7030 and AA7108 alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, Warrendale; Materials Park, Ohio, v.31A, n.9, p.2327-38, 2000.

RACK, H. J. The influence of prior strain upon precipitation in a high purity 6061 aluminum alloy. **Materials Science and Engineering A**, Lausanne, v.29, n.2, p.179-88, july 1977.

RIOS, P. R.; PADILHA, A. F. Microstructural path of recrystallization in a commercial Al-Mn-Fe-Si (AA 3003) alloy. **Materials Research**, São Carlos, v.6, n.4, p.605-13, oct./dec. 2003.

RUSS, J. C. Image measurements. In:\_\_\_\_. **The image processing handbook**. 3rd ed. New York: CRC Press; IEEE Press, 1999. ch.8, p.509-74.

SAIMOTO, S.; KAMAT, R. G. Microstructure and texture evolution in hot rolled AA 3004 aluminum alloy. **Materials Science and Technology**, London, v.8, n.10, p.869-74, oct. 1992.

SANDERS Jr., R. E.; HOLLINSHEAD, P. A.; SIMIELLI, E. A. Industrial development of non-Heat treatable aluminum alloys. **Annual Review Journal of Materials Australia**, Melbourne, v.28, p.53-64, 2004.

SANDERS Jr., T. H.; STALEY, J. T. **Review at fatigue and fracture research on high strength aluminum alloys**. Pittsburgh: Aluminum Company of America, 1985. p.1-35. Unpublished Research.

SELLARS, C. M. Hot deformation processing (Extended Abstract). **Materials Science and Technology**, London, v.8, n.2 p.134, feb. 1992.

SENATOROVA, O. G., et al. Structural parameters of partially homogenized ingots of high-strength Al-Zn-Mg-Cu system alloys. **Annual Review Journal of Materials Australia**, Melbourne, v.28, p.1128-34, 2004.

SHOJI, R.; FUKIJURA, C. Precipitation of Fe and Si in cold rolled Al-Fe-Si sheet during annealing. **Key engineering materials**, Zurich (Switzerland), v.44 - 45, p.163-80, 1990.

SHREVE, R. N.; BRINK Jr., J. A. Indústrias eletrolíticas. In:\_\_\_\_. Indústrias de processos químicos. 4.ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1980. cap.14, p.199-211.

SICHA, W. E. Properties of commercial casting alloys. In: HATCH, J. E. (Ed.). **Aluminum: properties and physical metallurgy**. Metals Park, Ohio: ASM, 1990. ch. 8, p.320-50.

SINGH, S.; GOEL, D. B. Influence of thermomechanical aging on fatigue behaviour of 2024 Al-alloy. **Bulletin of Materials Science**, Bangalore (India), v.28, n.2, p.91-6, apr. 2005.

SJOLSTAD, K. et al. The effect of concurrent precipitation on the recrystallisation texture of an AlMn-alloy. **Annual Review Journal of Materials Australia**, Melbourne, v.28, p.1186-91, 2004.

STRUDEL, J. L. Mechanical properties of multiphase alloys. In: CAHN, R. W.; HAASEN, P. (Ed.). **Physical metallurgy**. 4th ed. Amsterdam: Elsevier Science, 1996. v.3. ch.25, p.2105-206.

SUBODH, K. D. et al. Overview, aluminum recycling: energy implications of the changing world of aluminum metal supply. **Journal of Metals**, Warrendale, v.56, n.8, p.14-7, aug. 2004.

SUN, D. L.; KANG, S. B.; KOO, H. S. Characteristics of Morphology and Structure of  $\alpha$ -Phase in two Al-Mn-Mg Alloys. **Materials Chemistry and Physics**, Amsterdam, v.63, n.1, p.37-43, feb. 2000.

WILCOX, G. W. Constitution of alloys. In: HATCH, J. E. (Ed.). **Aluminum: properties and physical metallurgy**. Metals Park, Ohio: ASM, 1990. ch.3, p.58-104.