

UNESP
Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá

Guaratinguetá
2016

PIETRO CARELLI REIS DE OLIVEIRA CALTABIANO

CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA E MICROESTRUTURAL DA
LIGA AA7075 POR MICROSCOPIA CORRELATIVA E
PROCESSAMENTO DIGITAL DE IMAGENS.

Tese apresentada à Faculdade de Engenharia
do Campus de Guaratinguetá, Universidade
Estadual Paulista, para a obtenção do título
de Doutor em Engenharia Mecânica na área
de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Luis Rogerio de O. Hein
Co-orientador: Peterson Luiz Ferrandini

Guaratinguetá
2016

C166c Caltabiano, Pietro Carelli Reis de Oliveira
Caracterização morfológica e microestrutural da liga AA7075 por
microscopia correlativa e processamento digital de imagens / Pietro Carelli
Reis de Oliveira Caltabiano– Guaratinguetá, 2016
115 f. : il.
Bibliografia: f. 103

Tese (doutorado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de
Engenharia de Guaratinguetá, 2016.
Orientador: Prof. Dr. Luis Rogerio de Oliveira Hein
Coorientador: Prof. Dr. Peterson Luiz Ferrandini

1. Ligas de alumínio 2. Microscopia eletrônica 3. Processamento de
imagens - Técnicas digitais I. Título

CDU 669.715 (043)

PIETRO CARELLI REIS DE OLIVEIRA CALTABIANO

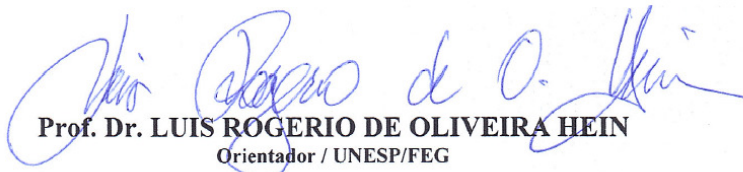
ESTA TESE FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
“DOUTOR EM ENGENHARIA MECÂNICA”

PROGRAMA: ENGENHARIA MECÂNICA
ÁREA: MATERIAIS

APROVADO EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO

Prof. Dr. José Antonio Perrella Balestieri
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:


Prof. Dr. LUIS ROGERIO DE OLIVEIRA HEIN
Orientador / UNESP/FEG


Prof. Dr. MARCELO DOS SANTOS PEREIRA
UNESP/FEG


Profª. Drª. HELOISA ANDRÉA ACCIARI
UNESP/FEG


Profª. Drª. MIRIAN DE LOURDES NORONHA MOTA MELO
UNIFEI


Prof. Dr. ROSINEI BATISTA RIBEIRO
FATEA/Lorena

Novembro de 2016

DADOS CURRICULARES

PIETRO CARELLI REIS DE OLIVEIRA CALTABIANO

NASCIMENTO	13.11.1985 – Cruzeiro / SP
FILIAÇÃO	Geraldo Caltabiano Filho Deise Aparecida Carelli Reis de Oliveira
2004/2008	Curso de Graduação Engenharia de Materiais - Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá da Universidade Estadual Paulista
2009/2011	Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, nível de Mestrado, na Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá da Universidade Estadual Paulista

AGRADECIMENTOS

Venho neste espaço agradecer a todos que direta ou indiretamente contribuíram para eu chegar aqui. Em especial agradeço:

ao meu orientador, *Prof. Dr Luis Rogerio de Oliveira Hein* por toda confiança, incentivo, oportunidades e ensinamentos, que foram imprescindíveis para a execução deste projeto, e principalmente a amizade ao longo destes anos;

aos meus pais *Deise e Geraldo e irmãs Amanda e Bianca*, que sempre apoiaram minhas decisões e me deram suporte para seguir em frente com meus estudos;

aos meus *familiares*, por todo afeto e apoio ao longo desses anos;

aos meus amigos *Kamila Amato, André Amarante e Patrick Guimarães*, por todos os momentos de descontrações e de trocas de informações, o que tornou esse caminho muito agradável e produtivo;

à minha amiga *Anahi Pereira da Costa* cuja amizade e ajuda me foram muito importantes;

aos *técnicos* do Departamento de Materiais e Tecnologia por todo o suporte;

às *funcionárias da Biblioteca* do Campus de Guaratinguetá;

aos funcionários da secretaria da Pós-Graduação *Regina, Cristina, Renata e Thiago*;

à FAPESP, pela bolsa concedida para elaboração deste projeto.

e, à todos os *amigos, professores e funcionários* que não tiveram seus nomes citados, mas que contribuíram para o desenvolvimento deste trabalho.

Este trabalho contou com apoio:

- FAPESP – processo nº 2011/00403-2

RESUMO

Ferramentas de processamento e análise digital de imagens foram desenvolvidas com a finalidade de avaliar a evolução da textura morfológica e cristalográfica da microestrutura da liga de alumínio 7075 sob diferentes níveis de deformação plástica por compressão uniaxial. Amostras da liga de alumínio 7075-T6 passaram por um processo de recozimento pleno seguido de um estágio de compressão uniaxial, obtendo níveis de deformações entre 25 e 65%. As microestruturas das amostras foram avaliadas em função dos parâmetros morfológicos dos precipitados, da reorientação dos planos cristalográficos dos grãos e da orientação das subestruturas formadas durante o processo de deformação. Para a caracterização foram utilizadas técnicas de difração de raios-X, microscopia eletrônica, microscopia óptica utilizando técnicas de polarização linear e circular, microscopia correlativa e processamento digital de imagens. Os resultados de difração de raios-X indicaram uma reorientação do plano cristalográfico (200) para o (220) após a deformação, e as técnicas de microscopia eletrônica identificaram precipitados de Mg_2Si , Al_7Cu_2Fe e $Al_6(FeCu)$ na liga. A análise morfológica dos precipitados indicou uma maior fragmentação dos precipitados devido à maior ativação do plano (331) a partir de 39% de deformação. Por meio do processamento de imagens foi encontrada uma tendência de correlação entre os planos cristalográficos e a fração de área das fases, enquanto que os parâmetros morfológicos das subestruturas formadas durante o processo de deformação permitiram avaliar apenas qualitativamente o nível de encruamento das amostras.

PALAVRAS-CHAVES: Microscopia correlativa, processamento digital de imagens.

ABSTRACT

Digital image processing and analysis tools were developed to perform the AA 7075 crystallographic and morphologic texture evaluation under different level of plastic deformation by uniaxial compression. Samples of AA 7075-T6 were submitted to full annealing process followed by uniaxial compression, thus obtaining deformations between 25 and 65% of thickness. The samples microstructure evaluation was performed considering: precipitates morphological parameters, crystallographic lattices reorientation and deformation substructure orientation. The characterization technics were: X-ray diffraction, electron microscopy, optical microscopy with polarization light, correlative microscopy and digital images processing. X-ray diffraction results showed that the crystallographic plane (200) was reoriented to (220) after compression. The EDS analysis identified precipitates of Mg_2Si , Al_7Cu_2Fe e $Al_6(FeCu)$. The precipitates morphological analysis showed an increase in fragmentation due to plane (331) at 39% of deformation. The digital image process of the samples etched with Barker reagents indicated a correlation between area fraction and the diffraction peaks, and the deformation substructures analysis made viable a qualitative characterization of the hardening process.

KEYWORDS: Correlative microscopy; digital images processing.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Difração de raios-x em uma estrutura cristalina	29
Figura 2 – Simulação com o programa PowderCell de um experimento de difratometria de raios-X para o Al puro, sob radiação Cu-K α	29
Figura 3 – Padrões de difração das estruturas cúbicas: CS, CCC, CFC e CD.	30
Figura 4 – Largura dos picos de difração por raios-X: (a) ideal; (b) efeito do instrumento; (c) superposição dos efeitos instrumentais e dos tamanhos dos grãos; (d) superposição dos efeitos instrumentais, dos tamanho dos grãos e deformações dos retículos cristalinos. (Curvas fora de escala).....	31
Figura 5 – a) Deposição de filme de interferência; (b) Deposição de filme anisotrópico; (c) Ataque corrosivo; (d) “Line etching” ..	38
Figura 6 – Curva tensão x deformação para três cristais de alumínio com diferentes orientações cristalográficas e um alumínio policristalino (P).....	41
Figura 7 – Microscópio eletrônico de varredura	46
Figura 8 – Microscópio Motorizado.....	47
Figura 9 – Dispositivo Shuttle&Find	49
Figura 10 – Processamento de imagem para caracterização dos precipitados de magnésio e silício: (a) Imagem original; (b) Imagem final; (c) Processamento de imagem.	50
Figura 11 – Processamento de imagem para caracterização dos precipitados de ferro: (a) Imagem original; (b) Imagem final; (c) Processamento de imagem	51
Figura 12 – Processamento de imagem para análise de fração volumétrica: (a) Imagem original; (b) Fase azul; (c) Fase azul claro; (d) Fase roxa; (e) Fase vermelha; (f) Fase amarela; (g) Processamento de imagem.....	52
Figura 13 – Exemplo de uso da rotina de processamento digital: (a) Imagem original; (b) Segmentação dos grãos; (c) superposição de a e b.	54
Figura 14 – Parâmetros morfológicos: <i>Solidity</i>	55
Figura 15 – Parâmetros morfológicos: Circularidade	56
Figura 16 – Parâmetros morfológicos: <i>Roundness</i>	56
Figura 17 – Parâmetros morfológicos: Diâmetro de Feret	57
Figura 18 – Difratogramas: (a) Alumínio puro, retirado da literatura; (b) Amostra #0, material como recebido; (c) Amostra #1, recozida e sem deformação; (d)	

Amostra #2, 26%; (e) Amostra #3, 39%; (f) Amostra #4, 43%; (g) Amostra #5, 50%; (h) Amostra #6, 57%; (i) Amostra #7, 59%; (j) Amostra #8, 64%.....	59
Figura 19 – Comparação entre os picos de difração do alumínio sob diferentes condições de tratamento e deformação	61
Figura 20 – Difratoograma simulado de algumas das principais fases, possíveis de serem encontradas, em ligas de alumínio da série 7XXX: (a) Al ₇ Cu ₂ Fe; (b) Al ₆ Fe ou Al ₆ (FeCu); (c) Mg ₂ Si; (d) Si; (e) Al ₂ Cu; (f) MgZn ₂ ; (g) Al ₂ CuMg; (h) Al ₆ Cu ₂ Mg ₆ Si.	63
Figura 21 – Imagens adquiridas em MEV, exemplificando as características dos três tipos de precipitados encontrados nas amostras analisada: (a) imagem em elétrons secundários; (b) imagem em elétrons retroespalhados.....	58
Figura 22 – Espectros de energia dispersiva, da matriz e precipitados: (a) cinza escuro, Mg ₂ Si; (b) cinza médio, Al ₆ (FeCu); (c) cinza claro, Al ₇ Cu ₂ Fe; (d) matriz.	67
Figura 23 – Aspecto geral da distribuição dos precipitados: (a) 100x; (b) 500x; e (c) 4000x.	69
Figura 24 – Precipitados de alumínio, cobre e ferro: (a) com nucleação adjacente; (b) com estrutura combinada.	70
Figura 25 – Precipitados de magnésio e silício.....	70
Figura 26 – Aspecto geral da distribuição dos precipitados, posição um, imagens adquiridas em: (a) MEV por elétrons secundários; (b) MEV por elétrons retroespalhados; (c) MO em campo claro e sem filtro.	71
Figura 27 – Precipitados rico em ferro com estrutura combinada, imagens adquiridas em: (a) MEV por elétrons retroespalhados; (b) MO em campo claro e sem filtro.....	72
Figura 28 – Precipitados rico em ferro com estrutura combinada, em detalhe, imagens adquiridas em: (a) MEV por elétrons retroespalhados; (b) MO em campo claro e sem filtro.....	73
Figura 29 – Histogramas com distribuição acumulada da área dos precipitados: (a) #0, como recebida; (b) #1, recozida; (c) #2, 26%; (d) #3, 39%; (e) #4, 43%; (f) #5, 50%; (g) #6,57%; (h) #7, 59%; (i) #8, 64%.	75
Figura 30 – Valores médios de circularidade dos precipitados ricos em ferro	78
Figura 31 – Histogramas dos valores de circularidade dos precipitados: (a) #0, como recebida; (b) #1, recozida; (c) #2, 26%; (d) #3, 39%; (e) #4, 43%; (f) #5, 50%; (g) #6,57%; (h) #7, 59%; (i) #8, 64%. Os gráficos em vermelho representam a	

população de precipitados com área menor que $5\mu\text{m}^2$, e os gráficos em preto a população com área acima de $5\mu\text{m}^2$.	78
Figura 32 – Valores médios de <i>roundness</i> dos precipitados ricos em ferro	81
Figura 33 – Valores médios de diâmetro de Feret dos precipitados ricos em ferro	82
Figura 34 – Histogramas dos valores diâmetro de Feret dos precipitados: (a) #0, como recebida; (b) #1, recozida; (c) #2, 26%; (d) #3, 39%; (e) #4, 43%; (f) #5, 50%; (g) #6, 57%; (h) #7, 59%; (i) #8, 64%. Os gráficos em vermelho representam a população de precipitados com área menor que $5\mu\text{m}^2$, e os gráficos em preto a população com área acima de $5\mu\text{m}^2$.	82
Figura 35 – Precipitados em processo de arrancamento	86
Figura 36 – Valores médios de circularidade dos precipitados escuros	87
Figura 37 – Valores médios de <i>roundness</i> dos precipitados escuros	87
Figura 38 – Valores médios de diâmetro de Feret dos precipitados escuros	87
Figura 39 – Macrografia das amostras atacada com reagente Keller: (a) Material como recebido (#0); (b) Amostra recozida (#1); (c) Detalhe central da macrografia do material como recebido; (d) Detalhe central da macrografia da amostra recozida.	89
Figura 40 – Macroscopia das amostras atacadas com reagente Keller: (a) #1 (0%); (b) #2 (26%); (c) #3 (39%); (d) #4 (43%); (e) #5 (50%); (f) #6 (57%); (g) #7 (59%); (h) #8 (64%)	90
Figura 41 – Detalhe central da macroscopia das amostras atacada com reagente Keller: (a) #1 (0%); (b) #2 (26%); (c) #3 (39%); (d) #4 (43%); (e) #5 (50%); (f) #6 (57%); (g) #7 (59%); (h) #8 (64%)	91
Figura 42 – Figura 35 – Imagens adquiridas em duas condições de polarização: (a) Filtro de polarização circular; (b) Filtro de polarização linear com compensador lambda, ajustado para 170°	94
Figura 43 – Microscopia correlativa: polarização linear e elétrons retroespalhados. (a) MO por polarização linear; (b) MO por polarização circular; (c) MEV, elétrons retroespalhados.	95
Figura 44 – Figura 37 – Amostra 31 (a) #0 (0%); (b) #2 (26%); (c) #3 (39%); (d) #4 (43%); (e) #5 (50%); (f) #6 (57%); (g) #7 (59%); (h) #8 (64%). Filtro de polarização linear lambda, ajustado para 170°	97
Figura 45 – Detalhe da amostra #2: Bandas de deformação	100
Figura 46 – Detalhe da amostra #4: Sub estruturas	100

Figura 47 – Detalhe da amostra #5: Banda de cisalhamento	101
Figura 48 – Detalhe da amostra #8: Bandas de cisalhamento.....	101
Figura 49 – Fração de área das amostras atacadas com Barker	103
Figura 50 – Distribuição relativa da orientação das subestruturas nas amostras de AA7075 deformadas: (a) Comparativo entre a amostra sem deformação e deformadas a 26 e 64%; (b) comparativo entre as amostras sem deformação e deformadas a 26, 39, 43, 50, 57, 59 e 64%.....	105

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Fases presentes em ligas de alumínio	22
Tabela 2 – Composição química da liga de alumínio 7075.....	23
Tabela 3 – Ataques químicos para análise microscópica de ligas de alumínio.....	35
Tabela 4 – Características da partículas de segunda fase das liga de alumínio sob diferentes ataques químicos.....	36
Tabela 5 – Resultado da análise química da liga de alumínio 7075.....	58
Tabela 6 – Nível de Deformação das amostras	59
Tabela 7 – Comparação entre os picos de difração do alumínio sob diferentes condições de tratamento e deformação.....	61
Tabela 8 – Resultado da análise por EDS nos precipitados da liga de alumínio 7075.....	66
Tabela 9 – Resultado da análise por EDS nos precipitados ricos em ferro com traços de níquel em sua composição	68
Tabela 10 – Comparação entre os picos de difração do alumínio sob diferentes condições de tratamento e deformação.....	103
Tabela 11 – Comparação entre os picos de difração do alumínio sob diferentes condições de tratamento e deformação.....	104
Tabela 12 – Razão média entre diâmetro de Feret e diâmetro equivalente.....	106
Tabela 13 – Razão média entre perímetro e diâmetro equivalente.....	106

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura ou Microscopia Eletrônica de Varredura
MET	Microscópio Eletrônico de Transmissão
MO	Microscópio Óptico ou Microscopia Óptica
EDS	Espectroscopia de Energia Dispersiva
EBDS	Espectroscopia de Difração de Elétrons Retroespalhados

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	15
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	17
2.1	ALUMÍNIO E SUAS LIGAS	17
2.1.1	Elementos de liga	18
2.1.2	Microestrutura de ligas de alumínio	20
2.1.3	Alumínio 7075	22
2.1.3.1	Precipitados nas ligas da série 7XXX	24
2.2	CRISTALOGRAFIA.....	26
2.2.1	Início dos estudos na ciência dos cristais	26
2.2.2	Textura cristalográfica	26
2.2.3	Caracterização da textura cristalográfica	27
2.2.3.1	Difratometria	28
2.2.3.2	Lei de Bragg	28
2.2.3.3	Padrões de difração	29
2.2.3.4	Difração de elétrons retroespalhados (EBSD).....	31
2.3	MORFOLOGIA	32
2.4	METALOGRAFIA EM ALUMÍNIO	34
2.5	DEFORMAÇÃO PLÁSTICA	39
2.5.1	Deformação plástica em materiais policristalinos	40
2.5.2	Textura de deformação	42
3	MATERIAIS E METODOS	44
3.1	MATERIAIS	44
3.2	ANÁLISE QUÍMICA	44
3.3	TRATAMENTO TÉRMICO: RECOZIMENTO.....	44
3.4	COMPRESSÃO A FRIO	44
3.5	DIFRATOMETRIA DE RAIOS-X.....	45
3.6	METALOGRAFIA	45
3.7	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS)	46
3.8	MICROSCOPIA ÓPTICA	47
3.9	MICROSCOPIA CORRELATIVA	48
3.10	PROCESSAMENTO DIGITAL DE IMAGENS.....	49

3.11	ANÁLISE DOS PARAMETROS MORFOLÓGICOS.....	55
4	RESULTADOS	58
4.1	ANÁLISE QUÍMICA.....	58
4.2	COMPRESSÃO A FRIO.....	58
4.3	DRIFRAÇÃO DE RAIOS-X.....	59
4.4	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL POR MEIO DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA	64
4.4.1	Identificação dos precipitados por Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)	64
4.4.2	Análise morfológica dos precipitados	69
4.4.3	Análise correlativa	71
4.5	ANÁLISE MORFOLOGICA DOS PRECIPITADOS POR MEIO DE MICROSCOPIA ÓPTICA.....	73
4.5.1	Análise morfológica dos precipitados ricos em ferro	74
4.5.2	Análise morfológica dos precipitados magnésio e silício.....	85
4.6	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DAS AMOSTRAS ATACADAS COM REAGENTE KELLER POR MEIO DE MICROSCOPIA ÓPTICA.....	88
4.7	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DAS AMOSTRAS ATACADAS COM REAGENTE BARKER POR MEIO DE MICROSCOPIA ÓPTICA E PROCESSAMENTO DIGITAL DE IMAGEM.....	93
4.7.1	Comparação entre as técnicas de contraste por polarização.....	93
4.7.2	Comparação entre as técnicas de MO e MEV	95
4.7.3	Análise morfológica dos grãos sob diferentes níveis de deformação.....	96
4.7.4	Análise comparativa entre frações de área e espectros de difração.....	102
4.7.5	Análise quantitativa da textura de deformação por polarização circular... 	104
	CONCLUSÃO	107
	CONSIDERAÇÕES FINAIS	109
	REFERÊNCIAS.....	110
	APÊNDICE A - MACROS.....	117

1 INTRODUÇÃO

As propriedades dos materiais definem seu comportamento quando submetidos a esforços mecânicos, temperatura, cargas elétricas, etc. De forma geral o controle sobre as propriedades dos materiais está ligado ao seu processamento: fundição, tratamentos térmicos e mecânicos; adição de elementos de ligas; etc. E a caracterização das propriedades dos materiais é obtida por meio de ensaios específicos para avaliar as propriedades desejadas.

Muitas das propriedades dos metais e suas ligas podem ser avaliadas por meio de suas características microestruturais como: a presença de partículas de segunda fase (precipitados, dispersóides), tamanho de grãos, precipitados e textura. Atualmente as ferramentas mais comuns utilizadas para caracterização quantitativa de precipitados são: Microscópio Eletrônico de Transmissão (TEM); Difractometria de Raios-X (DR-X); Microanálise por Espectrometria de Energia Dispersiva (EDS); e Espectroscopia por Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD). Há também técnicas que avaliam indiretamente a microestrutura do material, estas são: resistividade elétrica, dilatométrica, microdureza, análises térmicas, e outras.

Este trabalho busca desenvolver e avaliar um conjunto das técnicas, de baixo custo, de microscopia óptica e processamento digital de imagens para análise qualitativa e quantitativa das alterações microestruturais da liga de alumínio 7075, quando submetida ao processo de deformação plástica severa.

As técnicas desenvolvidas tem como intuito qualificar e quantificar: os tipos de precipitados (partículas constituintes) e sua distribuição por meio de parâmetros morfológicos; a evolução da orientação dos grãos, processando-se imagens coloridas por polarização linear de amostras atacadas pelo método Barker; e as subestruturas de deformação a partir de amostras atacadas por Barker e observadas sob luz com polarização circular.

Para o desenvolvimento das rotinas de caracterização os resultados, obtidos por microscopia óptica (MO) e processamento digital e análise de imagens, foram aferidos por meio de ensaios de difratometria de raios-X e microanálise por espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS). Além de experimentos de microscopia correlativa entre o microscópio eletrônico de varredura e o microscópio óptico. Por conta das limitações impostas pela resolução lateral da microscopia óptica, a técnica desenvolvida está restrita a microestruturas com dimensões suficientes para observação em microscópios ópticos, mas com capacidade para

determinação da natureza, tamanho e morfologia, dentro do contexto de sua formação na microestrutura.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 ALUMÍNIO E SUAS LIGAS

O alumínio é o terceiro elemento mais abundante na crosta da terra. É um elemento químico do terceiro grupo da tabela periódica, possui número atômico 13 e peso atômico 26,9815 um. Apresenta um aspecto branco prateado e, na natureza, não é encontrado na forma pura devido à sua alta reatividade com oxigênio (CAYLESS, ALCAN, 1992).

O alumínio é o metal não ferroso mais consumido no mundo, o que se deve a sua ampla variedade de aplicações: setor automotivo, embalagens de alimentos e bebidas, construção civil, transmissão de energia, produtos bélicos, equipamentos aeroespaciais, entre outras. (CAYLESS, ALCAN, 1992; MILLER et al, 2000; TOTTEN, MACKENZIE, 2003). Essa diversidade de produtos está relacionada à sua excelente combinação de propriedades físico-químicas, tais como: baixo peso específico, resistência à corrosão, alta refletividade, alta condutividade elétrica e térmica e sua reciclabilidade. (HEINZ et al., 2000; TOTTEN, MACKENZIE, 2003). Entretanto sua aplicabilidade é restrita em temperaturas elevadas, devido ao superenvelhecimento, que implica na perda da resistência mecânica.

Atualmente as indústrias de alumínio têm investido assiduamente na busca por inovações que proporcionem ao cliente materiais com melhores tecnologias, custos e propriedades mecânicas. O alumínio como um metal puro apresenta baixa resistência e dificilmente é aplicado em projetos cuja resistência à deformação e fratura são essenciais. Todavia, ao adicionar elementos de liga em sua composição, é possível aprimorar substancialmente suas propriedades. No entanto este aprimoramento depende da complexa interação entre os elementos de liga e a matriz de alumínio juntamente com as características microestruturais desenvolvidas durante a solidificação, tratamentos térmicos e processos de deformação. (TOTTEN, MACKENZIE, 2003; DURSUN, SOUTIS, 2014)

Ao se tratar de valores típicos de resistência à tração do alumínio, este pode variar de 45 MPa de uma chapa 1199-O para 700 MPa para uma chapa extrudada do 7075-T77. Já com relação à resistência à corrosão, esta tende a diminuir com o aumento da complexidade da composição das ligas, pois diminui a formação do filme protetor de óxido de alumínio sobre a superfície do material. Desta forma, têmperas têm sido desenvolvidas para melhorar a resistência à corrosão das ligas de alumínio. (TOTTEN, MACKENZIE, 2003; DURSUN, SOUTIS, 2014)

2.1.1 Elementos de liga

Dentre os elementos de ligas mais utilizados pela indústria para modificar as propriedades físicas e mecânicas do alumínio, podemos citar o Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Si, Ti, Zn, além de outros (CAYLESS, ALCAN, 1992).

Cromo: elemento comumente adicionado em ligas de alumínio com concentração inferior a 0,35%. Apresenta baixa taxa de difusão e forma uma fase fina e dispersa que inibe a nucleação e o crescimento de grãos. Sendo muito aplicado para controlar a estrutura dos grãos durante trabalhos a quente e tratamentos térmicos.

Cobre: a adição de cobre no alumínio permite tratá-lo termicamente com a finalidade de melhorar a resistência mecânica e a dureza da liga, contudo o nível de influência sobre as propriedades da liga varia com a adição de outros elementos.

Ferro: é a impureza mais comum nas ligas de alumínio, costuma aparecer como uma segunda fase intermetálica combinada com o alumínio ou outro elemento de liga. Em condutores elétricos é aplicado para aumentar a resistência e a fluência em temperaturas moderadamente elevadas, já em produtos forjados é adicionado para reduzir o tamanho de grão.

Magnésio: aumenta a resistência do alumínio sem prejudicar a ductilidade e proporciona boa resistência à corrosão e a soldagem.

Manganês: é um aditivo comum nas ligas de alumínio, aumenta a resistência em soluções sólidas ou como precipitados finamente dispersos, sem afetar a resistência à corrosão. Permite controlar a estrutura dos grãos, aumenta a temperatura de recristalização e promove a formação de uma estrutura fibrosa em uma liga trabalhada a quente. Também é aplicado para corrigir a estrutura acicular e a fragilização gerada pelo ferro.

Silício: depois do ferro é a impureza mais comum no alumínio, melhora fluidez, usinabilidade, resistência à corrosão e aumenta resistência ao desgaste (MA, et al, 2010; CHANDRASHEKHARAI AH, KORI, 2009).

Titânio: adicionado para refinar os grãos das ligas de alumínio é aplicado para evitar aparecimentos de trincas na estrutura.

Zinco: somente o zinco adicionado ao alumínio traz pouco benefício à liga, apenas aumenta o seu potencial de solução, contudo quando aplicado juntamente com outros elementos de liga melhora os efeitos de tratamentos térmicos das ligas.

Todavia os elementos de liga não são adicionados isoladamente ao alumínio, estima-se que ao todo se somam 3000 composições, porém poucas obtiveram importância prática. Segundo a Totten e Mackenzie (2003), as principais ligas de alumínio trabalhadas podem ser classificadas em oito séries:

1XXX – Liga com pureza superior a 99% de alumínio, comumente aplicada em produtos que exigem alta conformabilidade, condutores elétricos, utensílios domésticos, defletores de calor e que não necessitem de elevada resistência mecânica. Os principais solutos são Fe e Si.

2XXX – Ligas de alumínio-cobre, são tratáveis termicamente e endurecidas por precipitação, com ampla aplicação na indústria aeronáutica devido sua boa resistência mecânica e térmica, e boa usinabilidade.

3XXX – Ligas de alumínio com elemento principal o manganês, apresenta resistência mecânica mediana e boa ductilidade. Aplicada na construção civil como revestimento, telhas e calhas, e também na fabricação de latas.

4XXX – Ligas de alumínio com elemento principal o silício, apresentam propriedades semelhantes às da série 3XXX e são aplicadas em utensílios domésticos e trocadores de calor.

5XXX – Ligas de alumínio com elemento principal o magnésio, são aplicadas na indústria de transporte, pois possuem excelentes propriedades mecânicas, soldabilidade e alta resistência à corrosão.

6XXX – Ligas de alumínio com elementos principais o magnésio e o silício, são ligas trabalhadas a quente com boa soldabilidade, resistência mecânica e tratáveis termicamente.

7XXX – Ligas de alumínio com zinco, magnésio e cobre como elementos de liga principais; dentre as ligas de alumínio, são as que apresentam as maiores propriedades mecânicas, são tratáveis termicamente e envelhecidas por precipitação. São aplicadas na indústria aeronáutica e em componentes onde são requeridos altos desempenhos.

8XXX – Ligas de alumínio com elementos que variam entre o lítio, ferro, estanho e outros elementos que não se encaixam nas classificações anteriores.

Visto que neste trabalho foi utilizada a liga de alumínio AA 7075 da série 7XXX, os tópicos a seguir serão direcionados às características desta liga.

2.1.2 Microestrutura de ligas de alumínio

As propriedades dos metais e suas ligas são avaliadas por meio de suas características microestruturais, que por sua vez são influenciadas pela composição química da liga e tratamentos termomecânicos (ABDALA, 2008; ZHEN, 2009).

Por meio de uma análise microestrutural é possível avaliar o histórico dos processamentos térmicos e mecânicos de ligas metálicas, servindo como uma importante ferramenta em uma análise de falhas e na validação/caracterização de um processo produtivo. Hoje os resultados das análises microestruturais por meio da metalografia são fortemente dependentes do grau de experiência do analista, pois existem poucos processos automatizados (HATCH, 1984).

Algumas das características microestruturais que influem diretamente no comportamento do material são: tamanho e morfologia dos grãos, textura, porosidade, inclusões, partículas constituintes (fases insolúveis, na ordem de micrometros, formadas durante a solidificação), dispersóides (são precipitados finos, na ordem de nanometros, que são formados em operações térmicas em temperaturas elevadas); e precipitados finos de endurecimento (também na ordem de nanometros, que são formados a baixa temperatura, decorrentes de uma solução supersaturada) (HATCH, 1984; SINGH et al, 2016).

Ligas comerciais de alumínio têm como características a presença de fases secundárias e precipitados na microestrutura. Algumas fases secundárias são resultantes de impurezas como ferro e silício ou da ligação dos elementos de liga presentes. A presença de ferro e silício pode gerar ao menos uma de três possíveis fases (FeAl_3 , $\text{Fe}_3\text{SiAl}_{12}$ e $\text{Fe}_2\text{Si}_2\text{Al}_9$) devido à baixa solubilidade do ferro no alumínio.

Desta forma pode-se considerar que o alumínio comercialmente puro é uma liga ternária, e que a adição de mais elementos de liga aumentará substancialmente a complexidade na relação entre as fases.

Atualmente não há uma metodologia normatizada para classificar ou medir tamanho de grãos em ligas de alumínio. Pois, em geral, os processos de fabricação como a laminação, extrusão, forjamento, etc, e os tratamentos térmicos induzem uma textura morfológica e ou cristalográfica no material, de forma que raramente a microestrutura apresenta grãos equiaxiais.

O processo de identificação de fase nas ligas de alumínio é de grande importância para avaliar o histórico metalúrgico da liga. As fases que podemos identificar no alumínio podem ser formadas com seus elementos de liga (Si, Pb, Bi) ou compostos que podem ou não apresentar alumínio em sua composição (SPERRY; BANKARD, 1988).

Por meio da microscopia óptica (MO) é possível identificar partículas de até 1 μm , avaliar distribuição e morfologia de grãos e fases secundárias. O processo de identificação das fases é etapa importante no processo de caracterização microestrutural, pois as fases são consequência das reações de equilíbrio e não-equilíbrio durante o processo de fundição e dos tratamentos térmicos e mecânicos. A MO também possibilita avaliar características como espessura da camada de “clad”, anodização e “coatings”, assim como profundidade de ataques corrosivos. (HATCH, 1984)

As principais características que diferenciam uma fase da outra são a estrutura cristalina e o arranjo atômico. Contudo, podem existir variações na composição das fases. A estrutura cristalina de cada fase pode influenciar sua morfologia. Por exemplo, fases com simetria não cúbica tendem a apresentar aspectos mais alongados. (SPERRY; BANKARD, 1988)

Partículas constituintes, porosidade e inclusões são geralmente grandes o suficiente para serem observadas em um MO. Suas características como tamanho e distribuição têm efeito sobre o comportamento mecânico e sua forma de falhar. Propriedades como tenacidade à fratura, fadiga, alongamento e resistência à corrosão são influenciadas. (HATCH, 1984)

O processo de identificação de partículas constituintes e precipitados por meio da MO é realizado com base na suas colorações quando não atacados; principalmente no caso das fases Mg_2Si , Mg_2Al_3 , CuAl_2 e Si. Na Tabela 1 são apresentadas as principais fases encontradas nas ligas de alumínio. (SPERRY; BANKARD, 1988)

Para uma análise mais profunda em alguns casos é preciso associar o uso de técnicas como microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva (EDS) para diferenciar quimicamente a constituição dos precipitados. (HATCH, 1984)

Contudo as técnicas de MO não permitem avaliar dispersóides nem as partículas de precipitados que são responsáveis pelo “endurecimento por precipitação”, para essa caracterização é necessário fazer uso de técnicas de microscopia eletrônica de transmissão (MET), MEV/EDS, técnicas de difração de raios-X e outras. (YANG, 2014; SHA, CERESO, 2004; HATCH, 1984)

Tabela 1 – Fases presentes em ligas de alumínio

Liga	Fabricação	Fase
Al-Fe-Si	Barra	FeAl ₃ , FeAl ₆ , FeSiAl ₁₂ , Fe ₂ Si ₂ Al ₉ , Si
	Forjado	FeAl ₃ , Fe ₃ SiAl ₁₂
Al-Fe-Mn-Si	Barra	(Fe,Mn)Al ₆ , α(Al-Fe,Mn-Si), Si
	Forjado	(Fe,Mn)Al ₆ , α(Al-Fe,Mn-Si)
Al-Fe-Mg-Si (Mg:Si ~1.7:1)	Barra	FeAl ₃ , FeAl ₆ , Fe ₃ SiAl ₁₂ , Mg ₂ Si
	Forjado	FeAl ₃ , Fe ₃ SiAl ₁₂ , Mg ₂ Si
Al-Fe-Mg-Si (Alto Si)	Fundido	Fe ₂ Si ₂ Al ₉ , Mg ₂ Si, Si
Al-Fe-Mg-Si (Alto Mg)	Fundido	FeAl ₃ , FeSiAl ₁₂ , Mg ₂ Si, Mg ₂ Al ₃
Al-Cu-Fe-Si	Fundido	FeAl ₃ , Fe ₃ SiAl ₁₂ , CuAl ₂ , Cu ₂ FeAl ₇
Al-Fe-Mg-Si-Cr	Barra	(Fe,Cr) ₃ SiAl ₁₂ , Fe ₂ Si ₂ Al ₉ , FeMg ₃ Si ₆ Al ₈ , Mg ₂ Si, Si
	Forjado	(Fe,Cr) ₃ SiAl ₁₂ , Mg ₂ Si
Al-Cu-Fe-Si-Mg-Mn	Barra	(Fe,Mn) ₃ SiAl ₁₂ , CuAl ₂ , Cu ₂ Mg ₈ Si ₆ Al ₃ , Si
	Forjado	(Fe,Mn) ₃ SiAl ₁₂ , CuAl ₂ , Cu ₂ Mg ₈ Si ₆ Al ₃
	Barra	(Fe,Mn)Al ₆ , (Fe,Mn)Al ₃ , (Fe,Mn) ₃ SiAl ₁₂ , Mg ₂ Si, CuAl ₂ , CuMgAl ₂ , Cu ₂ FeAl ₇
	Forjado	(Fe,Mn) ₃ SiAl ₁₂ , Mg ₂ Si, CuMgAl ₂ , Cu ₂ FeAl ₇ , Cu ₂ Mn ₃ Al ₂₀
	Barra e Forjado	A presença de Níquel pode causar NiAl ₃ , Ni ₂ Al ₃ , Cu ₃ NiAl ₆ ou FeNiAl ₉
Al-Fe-Mg-Si-Mn-Cr	Barra	(Fe,Mn,Cr)Al ₆ , (Fe,Mn,Cr) ₃ SiAl ₁₂ , Mg ₂ Al ₃ , (Cr,Mn,Fe)Al ₇
	Forjado	(Fe,Mn,Cr) ₃ SiAl ₁₂ , Mg ₂ Si, Mg ₂ Al ₃ , Cr ₂ Mg ₃ Al ₁₈
Al-Cu-Mg-Zn-Fe-Si-Cr	Barra	(Fe,Cr)Al ₃ , (Fe,Cr) ₃ SiAl ₁₂ , Mg ₂ Si, Mg(Zn ₂ ,AlCu), CrAl ₇
	Forjado	(Fe,Cr) ₃ SiAl ₁₂ , Cu ₂ FeAl ₇ , Mg ₂ Si, CuMgAl ₂ , Mg(Zn ₂ ,AlCu), Cr ₂ Mg ₃ Al ₁₈

Fonte: (SPERRY; BANKARD, 1988)

2.1.3 Alumínio 7075

As ligas Al-Zn-Mg-Cu são ligas tratáveis termicamente e endurecidas por precipitação, devido à interação dos elementos de liga Zn, Mg, Cu na matriz de alumínio. O ganho de resistência destas ligas é predominantemente determinado pelo tipo e tamanho de precipitados (WENCHAO, 2015). Inicialmente essas ligas foram desenvolvidas por Sander e Meissner em 1923, na forma de uma liga ternária de Al-Zn-Mg. Essa liga apresentava excelente resposta ao envelhecimento por precipitação comparada a outras ligas investigadas na época, passando a ser reconhecida rapidamente pelo seu grande potencial de aplicação em aeronaves. Contudo, teve pouca aceitação por apresentar baixa resistência à corrosão sob tensão. Foi na segunda Guerra Mundial que os países que compunham o lado dos aliados tomaram conhecimento de uma liga de alumínio desenvolvida pelos japoneses, ao analisar destroços de aeronaves, e a partir de então se passou a adotar o uso de cobre na liga Al-Zn-Mg, o que provocou a melhora

na resistência à corrosão sob tensão nessas ligas. Desde essa época essas ligas são de amplo interesse do setor aeroespacial. (POLMEAR, 2004)

As ligas da série 7XXX possuem elevada resistência específica, dureza, tenacidade à fratura e boa resistência à corrosão, além de apresentar menor densidade que as ligas da série 2XXX (Al-Cu). Dentre as ligas da série 7XXX, a 7075 tem sido amplamente aplicada na indústria aeronáutica devido às suas excelentes propriedades como: peso, resistência mecânica e resistência à corrosão sob tensão para a época que foi desenvolvida (DURSUN, SOUTIS, 2014). Na Tabela 2 é apresentada a composição da liga conforme norma AMS-QQ-A-250-12

Tabela 2 – Composição química da liga de alumínio 7075

Elemento	(%)
Zinco	5,1 – 6,1
Magnésio	2,1 – 2,9
Cobre	1,2 – 2,0
Cromo	0,18 – 0,28
Manganês	Máx. 0,30
Ferro	Máx. 0,50
Silício	Máx. 0,40
Titânio	Máx. 0,20
Outros, individual	Máx. 0,05
Outros, total	Máx. 0,15
Alumínio	Remanescente

Fonte: (AMS-QQ-A-250-12)

Para garantir uma boa combinação entre as propriedades mecânicas e a resistência à corrosão da liga é fundamental o controle dos tipos, tamanho e distribuição dos precipitados nos grãos primários e nos contornos de grãos (SUN, 2013). A resistência à corrosão e a tenacidade à fratura são afetadas por partículas grandes de precipitados. (YANG et al., 2013)

Este controle é realizado por meio dos tratamentos termomecânicos, que influenciam diretamente na formação e distribuição dos precipitados. A resistência à corrosão intergranular e corrosão por exfoliação podem ser aumentadas melhorando-se a distribuição dos precipitados nos contornos de grãos, contudo isso diminui a resistência do material. (YANG et al., 2013)

O tratamento T6 proporciona ao material um aumento na resistência mecânica, porém diminui a resistência à corrosão. Já os tratamentos T73, T74 e T76 foram desenvolvidos como

alternativa ao T6 melhorando a relação entre a resistência mecânica e a resistência à corrosão (BUCHA, 2008; CHEN, et al, 2012; WENCHAO, 2015).

Apesar de muitas das aplicações desta liga já terem sido substituídas por novas ligas de alumínio, seu comportamento mecânico já foi alvo de muitos estudos o que estimula utilizá-la para avaliar e validar novas técnicas de caracterização.

2.1.3.1 Precipitados nas ligas da série 7XXX

As propriedades das ligas ternárias de alumínio-zinco-magnésio são influenciadas por uma alta solubilidade sólida dos elementos. As fases em equilíbrio com a matriz de alumínio em ligas comerciais são: $MgZn_2$ (fase-M), $Mg_3Zn_3Al_2$ (fase-T), e Mg_5Al_3 (fase- β). A fase-M pode variar em composição de $MgZn_2$ à Mg_4Zn_7Al . A fase-T apresenta uma maior faixa de variação, o teor zinco e magnésio pode variar de 74% e 16% à 20% e 31% respectivamente. A fase- β apenas aparece quando o teor de magnésio é superior ao de zinco. (HATCH, 1984)

Em ligas quaternárias de alumínio-zinco-magnésio-cobre a presença do cobre influenciará algumas alterações nas fases. A composição da fase-M varia de $MgZn_2$ à $CuMgAl$, e pode ser descrita como $Mg(Al,Cu,Zn)_2$. A fase-T apresenta a mesma variação desta fase na liga ternária e se prolonga até a forma $CuMg_4Al_6$, e pode ser descrita como $Mg_3(Al,Cu,Zn)_5$. Na liga Al-Zn-Mg-Cu tem-se a terceira fase, fase-S, de $CuMgAl_2$, com pequena variação de composição. A fase- θ ($CuAl_2$) apenas se desenvolve em ligas que o teor de cobre supera em excesso o teor de magnésio. (HATCH, 1984; BUHA, LUMLEY, CROSKY, 2008; WENCHAO, 2015)

As temperaturas de solubilização associadas às fases M, T e S são: 475-478°C, 482°C e 490-501°C, respectivamente. Por isso para evitar um superaquecimento é adotado um intervalo de temperatura de solubilização entre 470 e 480°C. (XU, ROMETSCH, BIRBILIS, 2012)

O endurecimento por precipitação em ligas de alta resistência se dá por uma sequência liderada pela fase-M ($MgZn_2$) quando a proporção de zinco e magnésio é entre 1:2 e 1:3, a fase-M apresenta uma estrutura cristalina hexagonal e precipitam a uma temperatura de envelhecimento abaixo de 200°C, com dimensões da ordem de 10nm (BINESH, 2015; YANG, 2014). Adição de ferro, manganês e silício interagem entre eles e com o cobre e o magnésio. A presença do cromo irá reagir com alumínio e com o magnésio formando dispersóides. (HATCH, 1984)

Na liga de alumínio fundido 7075 encontra-se uma ou mais variações de $(Fe,Cr)_3SiAl_{12}$, Mg_2Si , e uma fase eutética pseudobinária de alumínio e $MgZn_2$. A fase-M ($Mg(Zn,Cu,Al)_2$)

também é encontrada nessa liga e, conforme o tratamento térmico, as fases ricas em ferro transformam-se em $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ e $\text{Al}_6(\text{Cu},\text{Fe})$ (HATCH, 1984).

A fase $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ (36,9% Cu e 16,2% Fe) também denominada como $\beta(\text{Fe},\text{Cu})$ ou fase-N apresenta uma composição atômica que varia entre 29 à 39% de cobre e 12 à 20% de ferro. A estrutura desta fase é do tipo tetragonal (grupo espacial $P4/mnc$ e 40 átomos por unidade de célula).

A fase $\text{Al}_6(\text{Fe},\text{Cu})$ (7% Cu e 24,6% Fe) também é conhecida como $\text{Al}_{23}\text{Fe}_4\text{Cu}$ ou $\alpha(\text{Fe},\text{Cu})$. É uma variação metaestável da fase Al_6Fe , que se torna estável com um teor de Cu entre 7 e 8 % e um teor de ferro entre 22 e 25%. Esta fase tem uma estrutura ortorrômbica do tipo Al_6Mn (grupo espacial $Ccm2_1$ e 28 átomos por unidade de célula).

A fase Mg_2Si (63,2% Mg e 36,8% Si) é praticamente insolúvel e tende a se apresentar com morfologia esferoidal. Em um sistema quaternário Al-Cu-Mg-Si os constituintes primários de Mg_2Si podem apresentar composições variante entre 14 e 17% de cobre, 28 e 30% de magnésio e 27 a 28% de silício. Essas composições químicas correspondem aos compostos $\text{CuMg}_4\text{Si}_4\text{Al}_4$ e $\text{CuMg}_5\text{Si}_4\text{Al}_4$. Compostos que tenham 20,3% de cobre, 31,1% de magnésio e 27% de silício, pode ser descrito pela fórmula $\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6\text{Al}_5$. Em sistemas quaternários Al-Fe-Mg-Si a fase- π ($\text{Al}_8\text{FeMg}_3\text{Si}_6$) pode estar presente. (ZOLOTOROVSKY et al, 2007)

Os precipitados ricos em ferro e cobre, e precipitados ricos em silício são estáveis e insolúveis a temperaturas maiores que 778 K, como Mg_2Si , $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ e $\text{Al}_6(\text{Cu},\text{Fe})$ (XU, ROMETSCH, BIRBILIS, 2012; BINESH, 2015). Estes precipitados são formados durante o processo de fabricação, na etapa de fusão (PAYNE et al, 2010; XUE et al, 2007)

Singh et al. (2014) citam que a identificação das inclusões de ferro ($\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ e $\text{Al}_6(\text{Cu},\text{Fe})$) foram dificultadas, pois em algumas posições as inclusões estavam combinadas em uma mesma partícula.

Conforme citado no trabalho de Payne et al. (2010), o módulo elástico, medido por nanoindentação, de um precipitado de $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ é em torno de 135 GPa e o de um precipitado de Mg_2Si é da ordem de 50 GPa, enquanto que o módulo da matriz de alumínio da liga 7075 é aproximadamente 72 GPa. Singh et al. (2014) comentam que os valores podem variar entre 130 a 169 GPa para os precipitados ricos em ferro, e 44 a 97 GPa para os precipitados de silício.

Os precipitados de $\text{Mg}(\text{Zn},\text{Cu},\text{Al})_2$ tendem a se dissolver com facilidade enquanto os precipitados de Al_2CuMg precipitam. O cromo é precipitado a partir de uma solução supersaturada na forma de dispersóides com composição $\text{Cr}_2\text{Mg}_3\text{Al}_{18}$, concentrando-se na região dentrítica do fundido (HATCH, 1984).

Uma liga forjada contém apenas $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, $(\text{Fe,Cr})_3\text{SiAl}_{12}$ e Mg_2Si , juntamente com os dispersóides. (HATCH, 1984)

2.2 CRISTALOGRAFIA

2.2.1 Início dos estudos na ciência dos cristais

Os primeiros estudos na área da cristalografia datam a partir de 1912, quando Max Von Laue, professor de física na universidade de Munich, sugeriu a um pesquisador assistente, Walter Friedrich, e um candidato a doutorado, Paul Knipping, a passarem um feixe de raios-X através de um cristal de sulfato de cobre. Como resultado eles obtiveram um padrão de pontos em uma fotografia (BURKE, 1996).

Posteriormente estudos de Von Laue demonstraram que os padrões obtidos eram devidos à difração de ondas curtas por um arranjo de átomos de um cristal.

Com base nesses estudos Willian H. Bragg e seu filho, Willian Laurence Bragg utilizaram do método de difração para determinar os arranjos atômicos de materiais cristalinos simples: sais, pirita, fluorita, calcita, entre outros.

A partir desta época os estudos envolvendo análises cristalográficas ganharam adeptos e hoje é possível determinar com maior precisão o posicionamento de átomos e íons numa ampla gama de cristais inorgânicos, moléculas complexas e substâncias orgânicas (BURKE, 1996).

Por meio do conhecimento da estrutura cristalina é possível compreender o processo de deformação plástica, a formação das ligas e as transformações de fase nos materiais (SURYANARAYANA, NORTON, 1998).

2.2.2 Textura cristalográfica

Na metalurgia cunha-se o termo textura para descrever a orientação cristalográfica preferencial da estrutura cristalina dos grãos de um material policristalino.

A orientação cristalográfica refere-se à distribuição dos planos atômicos em um cristal. Esta característica é aplicada a sólidos com estrutura cristalina (por exemplo: metais, minerais, cerâmicos, supercondutores). (RANDLE, ENGLER, 2000)

Cada grão em sua singularidade apresenta propriedades anisotrópicas, no caso de materiais policristalinos ao se controlar as orientações de cada grão, ou seja, controlar a textura do material, permite-se interferir diretamente nas suas propriedades mecânicas e físicas.

A textura de um material metálico é fortemente influenciada pelo seu processo produtivo e tratamentos termomecânicos. Quando deformada plasticamente a estrutura cristalina do material gira em direção a uma ou mais orientações preferenciais estáveis, gerando uma textura de deformação. A rotação da estrutura ocorre por deslizamento de planos. No entanto, a textura final de deformação vai depender principalmente da orientação inicial dos grãos.

Há dois tipos principais de textura que são baseados na simetria da estrutura cristalina: a textura em fibra e textura em chapa. (CHIN, 1988)

Textura de fibra: apresenta simetria rotacional em torno do eixo. Neste caso há uma única direção cristalográfica e os grãos estão alinhados entre si paralelamente.

Textura em chapa: apresenta três planos de simetria espelhados e perpendiculares entre si.

Atualmente há várias técnicas disponíveis para análise de texturas. Métodos de difração de raios-X ou de nêutrons, são técnicas de análise de macrotextura, pois avaliam a textura de uma fração de volume de um material, não informando como os grãos estão distribuídos. As técnicas que analisam a textura em função da distribuição estatística da população dos grãos individualmente, são denominadas de técnicas de microtextura, tais como EBSD. (RANDLE, ENGLER, 2000)

2.2.3 Caracterização da textura cristalográfica

A caracterização da textura de um material é realizada por meio de técnicas de difração de raios-X e difração de elétrons retroespalhados. A difração de raios-X é a mais usual, pois a área avaliada de um material engloba um maior número de grãos. As principais técnicas de difração de raios-X usadas para caracterização cristalográfica: fotografia Laue; fotografia Pinhole; difratometria, figuras de polo (CHIN, 1988).

Fotografia Laue: usada para determinar a orientação individual dos grãos em um material policristalino. Esta técnica é limitada a grãos maiores que 1 mm.

Fotografia *pinhole*: técnica semelhante à fotografia Laue, contudo, ao invés de incidir radiação em um único grão, a fotografia *pinhole* abrange uma área maior de análise. Os planos de difração cristalográficos formam anéis concêntricos sobre um filme.

Técnica de difratometria: utiliza-se de um difratômetro de raios-X para analisar a textura dos materiais. O resultado é um espectro de difração onde a intensidade dos picos tem relação com os planos cristalográficos. A intensidade das linhas de difração obtidas de um mesmo material com diferentes texturas podem ser comparadas entre si.

Figura de Polo: projeção estereográfica que mostra a distribuição de polos e planos normais de um plano cristalino específica. O eixo de projeção pode ser alinhado como eixo da amostra.

A técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD – “Electron Back-Scattering Diffraction”) está associada ao uso de um microscópio eletrônico de varredura (MEV). Nesta técnica é possível avaliar a orientação cristalográfica apenas em uma pequena área superficial. (HUMPHREYS, 2001)

2.2.3.1 Difractometria

Existem vários efeitos produzidos pela interação da radiação (raios-X) com a matéria. Entre esses efeitos o espalhamento (difração) dos raios-X é o que possibilita o estudo das estruturas cristalinas. (MARÍN, DIÉGUEZ, 1990)

O fenômeno de difração é uma característica intrínseca de uma onda. Este fenômeno consiste na modificação do comportamento de propagação da onda após a sua interação com um objeto. A difração de um feixe de raios-X é influenciada pela estrutura cristalina do material, conforme descrito pela lei de Bragg. (SURYANARAYANA, NORTON, 1998)

2.2.3.2 Lei de Bragg

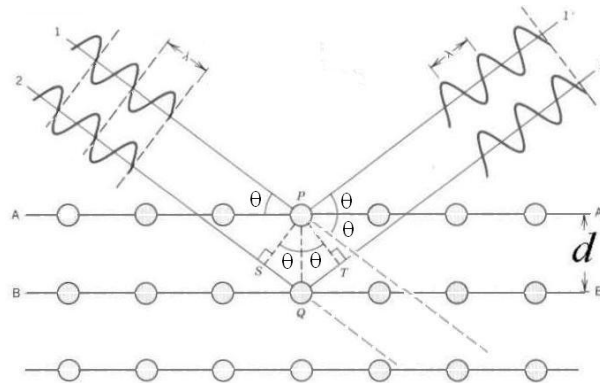
Quando um feixe de raios-X incide sobre a superfície de uma amostra com um reticulado cristalino regularmente espaçado, o feixe poderá sofrer interferências construtiva e destrutiva em função do ângulo de contato entre o feixe e a amostra; em outras palavras o feixe sofre um espalhamento que irá variar em função da sua interação com os planos cristalinos do material, Figura 1.

A intensidade e o espalhamento dos picos variam em função do ângulo de incidência entre o feixe e a amostra (θ), da distância entre os planos atômicos das camadas dos retículos cristalinos (d) e do comprimento de onda do feixe de raios-X incidente (λ). (PADILHA, 1997)

Desta forma a lei de Bragg pode ser representada pela equação abaixo:

$$n \cdot \lambda = 2d \sin \theta$$

Figura 1 - Difração de raios-x em uma estrutura cristalina

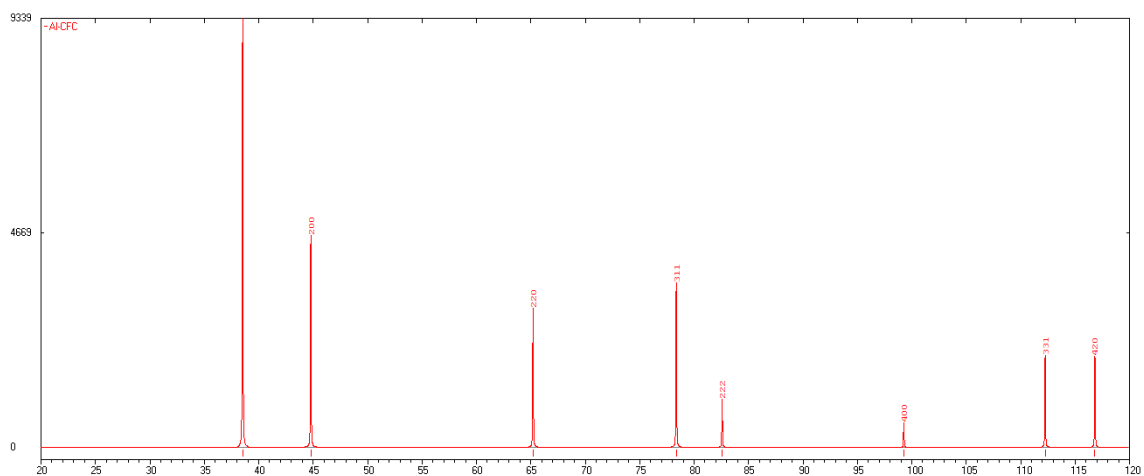


Fonte: Adaptado de Padilha (1997).

2.2.3.3 Padrões de difração

Na Figura 2 é apresentado um padrão de raios-X obtido por simulação para o alumínio puro. O eixo da ordenada (y) indica a intensidade do pico e o eixo da abscissa o ângulo de difração (2θ). Cada pico obtido corresponde a difração resultante entre o feixe de raios-X com um plano cristalino específico de cada material. A forma e o tamanho da célula unitária determinarão o posicionamento angular dos picos e o arranjo dos átomos dentro da célula unitária definirá a intensidade relativa dos picos. (SURYANARAYANA, NORTON, 1998)

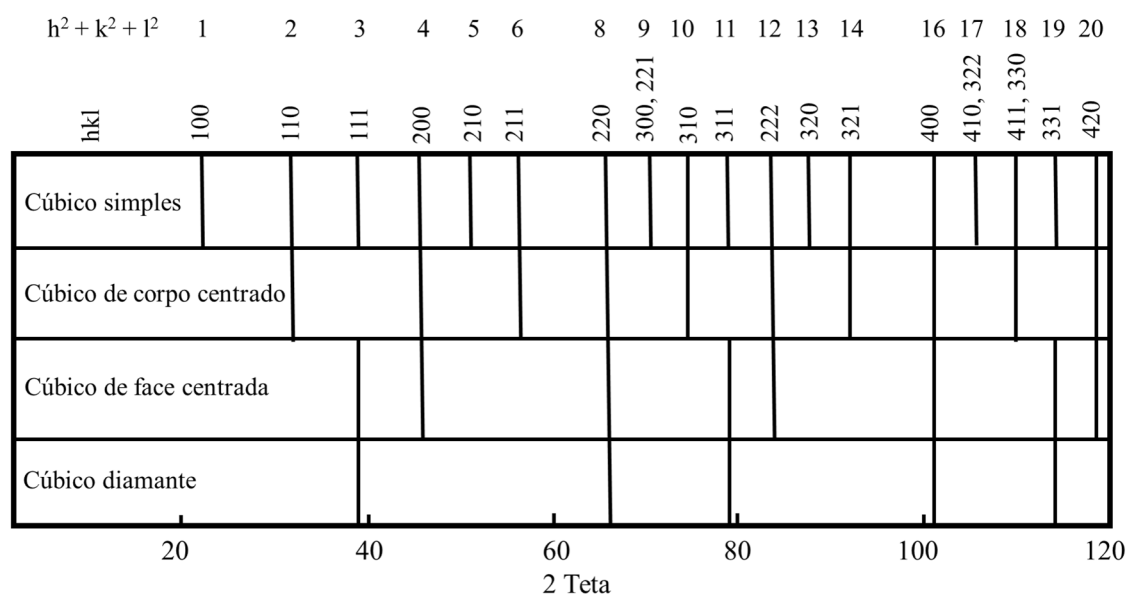
Figura 2 – Simulação com o programa PowderCell de um experimento de difratometria de raios-X para o Al puro, sob radiação Cu- K_{α} .



Fonte: Produção do próprio autor

Cada material apresenta um padrão de difração específico que depende principalmente da estrutura cristalina, e que também influi na posição dos picos o comprimento de onda de raios-X. Na Figura 3 é apresentado um diagrama de comparação entre os padrões de difração das estruturas cúbicas: cúbica simples; cúbica de corpo centrado; cúbica de face centrada; e cúbica de diamante. (SURYANARAYANA, NORTON, 1998)

Figura 3 – Padrões de difração das estruturas cúbicas: CS, CCC, CFC e CD.



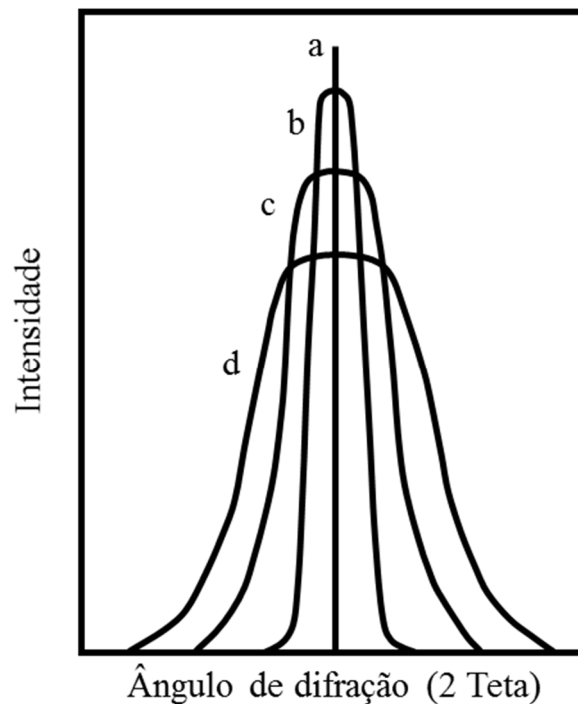
Fonte: Suryanarayana e Norton (1998)

Outro fator que afeta o posicionamento dos picos em um material é a alteração da composição química. Ao adicionar ou remover elementos de liga em um material monofásico pode-se alterar os parâmetros do retículo cristalino, que por sua vez influenciará nos padrões de difração da fase em análise. Se um sistema cúbico apresentar um aumento do retículo cristalino, o pico de difração será deslocado para um valor de 2θ menor. No caso de um material bifásico a alteração dos elementos de liga pode proporcionar mudanças na quantidade relativa entre as duas fases sem alterar a composição de cada uma; nesta situação não haverá mudanças nos retículos cristalinos e nem na posição dos picos, e sim na intensidade dos picos. (SURYANARAYANA, NORTON, 1998)

Ao analisar um padrão de difração, o analista também deve se ater à dimensão horizontal do pico que é definida como a largura completa da metade do pico (FWHM), que pode ser usada para se estimar tamanhos de grãos ou cristalitos e distorções no retículo cristalino (Figura

4). Os picos de difração em materiais com grãos finos são mais largos que nos materiais com grãos grosseiros. (KORCHEF, CHAMPION, NJAH, 2007; ORTIZ, SHAW, 2004)

Figura 4 – Largura dos picos de difração por raios-X: (a) ideal; (b) efeito do instrumento; (c) superimposição dos efeitos instrumentais e dos tamanhos dos grãos; (d) superimposição dos efeitos instrumentais, dos tamanhos dos grãos e deformações dos retículos cristalinos. (Curvas fora de escala).



Fonte: Suryanarayana e Norton (1998)

A largura dos picos é influenciada por três fatores: do tamanho de cristalito, distorções da rede interna e os efeitos instrumentais. Uma forma de medir o tamanho de grão e a deformação equivalente é aplicando o método de Williamson-Hall e Halder-Wagner. (KORCHEF, CHAMPION, NJAH, 2007)

2.2.3.4 Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD)

No caso, o método de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) é baseado na aquisição de padrões de difração em um microscópio eletrônico de varredura, cuja análise, conjugada ao controle da varredura pelo feixe do microscópio em linhas ou áreas da amostra, é integrada em um computador gerando mapas de orientação cristalográfica. A resolução desses mapas

depende, assim, das condições de controle do feixe eletrônico, e para microscópios eletrônicos de varredura com filamento de tungstênio a resolução espacial para EBSD, extremamente dependente da corrente do feixe, para avaliação de subgrãos é, em termos práticos, da ordem de 500 a 1000 nm para o alumínio, sendo que a eficiência de indexação aumenta rapidamente com o tamanho dos subgrãos, sendo superior a 80% para grãos maiores que 1,0 μm (HUMPHREYS, 2001). Outra limitação reside em sua resolução angular, da ordem de 0,2° para sistemas mais recentes (YUAN et al, 2011), sendo que boa parte dos autores considera que resultados corretos são obtidos apenas para diferenças maiores que 1,0° entre contornos (GODFREY, HANSEN, JENSEN, 2007; ORLOV et al, 2011). A evolução dos ângulos entre contornos de subgrãos e planos de deslizamento adjacentes permite avaliar a energia armazenada por deformação da microestrutura trabalhada mecanicamente (GODFREY, HANSEN, JENSEN, 2007), e essa energia norteará a formação (ou mesmo a dissolução) de precipitados durante o processo de envelhecimento (PANIGRAHI, JAYAGANTHAN, 2011).

Além dos problemas já citados, a técnica encontra diversos outros limitantes para sua aplicação: é onerosa, visto demandar tempo excessivo em horas num MEV, mesmo para mapas de pequenas dimensões; requer uma preparação extremamente delicada das amostras, de forma que o polimento não deixe deformações plásticas residuais; não apresenta bons resultados para materiais descontínuos, porosos ou com trincas e bandas de deformação intensas; requer acesso prévio a uma biblioteca completa de dados cristalográficos de todas as estruturas previstas para a amostra, o que também é muito custoso.

2.3 MORFOLOGIA

Outra forma de avaliar a textura de uma microestrutura é por meio das características morfológicas dos grãos (tamanho de grão, forma e distribuição), que não podem ser mensuradas por meio das técnicas de análise da macrotextura, sendo utilizada as técnicas de análise de microestrutura (microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e processamento de imagens) aliadas a técnicas de análise de microtextura. (EBSD e microscopia eletrônica de transmissão (TEM)). (RANDLE, ENGLER, 2000)

Morfologia pode ser definida como uma teoria para análise de estrutura espacial, onde se avalia a forma associada às dimensões de objetos. A análise morfológica de um objeto leva em consideração conceitos matemáticos como geometria e álgebra linear na caracterização dos objetos. Em geral, para a condução de um estudo morfológico em microestruturas, os objetos de estudos são mapeados por meio de imagens e os parâmetros morfológicos são processados

com o auxílio de programas especialmente escritos para este tipo de análise, com o reconhecimento das bordas dos objetos para a delimitação de seu perímetro.

A textura morfológica corresponde à orientação preferencial de partículas ou grãos com forma anisotrópica. Esse tipo de textura pode ser avaliado por meio de conceitos de estereologia ou análise quantitativa de imagens. Sua representatividade se deve ao fato da anisotropia morfológica ser uma consequência da textura cristalográfica, visto que as formas dos grãos e das partículas são intimamente relacionadas com a estrutura cristalina, principalmente quando processados por forjamento ou laminação, onde a formação de células de discordâncias, o deslizamento intergranular e a formação de bandas de cisalhamento são os mecanismos de desenvolvimento da textura (XING, HUANG, HANSEN, 2006).

Uma vez que a anisotropia na forma dos grãos se correlaciona com a anisotropia da estrutura cristalina (XING, HUANG, HANSEN, 2006; COURTNEY, 1990) determinada pelos mecanismos de recuperação, é possível determinar, em uma abordagem qualitativa, a presença de uma orientação ou textura cristalográfica preferencial. Isso em uma amostra com base nas informações sobre a orientação e os aspectos morfológicos dos grãos a partir da superfície das amostras (ORLOV et al, 2011; DING et al, 2006; SHEIKH, 2011), sempre cortadas em um plano paralelo à textura esperada, indicando qualitativamente uma relação entre ambas as texturas. Contudo, não há associação quantitativa evidente (OHSEER e MÜCHLICH, 2000), uma vez que existem diferenças intrínsecas entre as abordagens adotadas, tais como os conceitos de medição e do objetivo da análise (superfície versus textura volumétrica).

Uma relação quantitativa também é restrita pela combinação dos mecanismos de deslizamento para o desenvolvimento da textura, uma vez que a presença de solutos e partículas de segunda fase pode obstruir um plano de deslizamento, e a textura é desenvolvida usando a cristalografia anisotrópica.

Finalmente a textura cristalográfica é útil em descrever fenômenos como propriedades de transporte e encruamento, enquanto a abordagem da análise morfológica seria um método prático e interativo para controlar a evolução do processo de texturização (GODFREY, HANSEN, JENSEN, 2007; DING et al, 2006).

A textura morfológica implica em uma anisotropia microestrutural. Essa característica da microestrutura em 3-D pode ser visualizada se uma imagem da superfície delimitando a partícula é dividida em um grande número de pequenas áreas iguais. A direção associada a qualquer sentido é descrita por um vetor normal à superfície. Se os vetores não estão distribuídos uniformemente, as superfícies dos grãos tendem a aglomerar em determinadas direções e exibir características anisotrópicas (RUSS, DEHOFF, 2000). Nestes casos, é

fundamental estabelecer uma metodologia de amostragem correta para a caracterização microestrutural.

2.4 CARACTERIZAÇÃO METALOGRÁFICA EM ALUMÍNIO

Para avaliar as características microestruturais das ligas de alumínio é possível utilizar-se de técnicas metalográficas que avaliem os aspectos morfológicos dos grãos, evidências de outras fases, distribuição de precipitados, defeitos microestruturais, etc. Podendo assim, indicar possíveis discrepâncias no processamento e nas propriedades dos materiais.

Na condição polida, as ligas de alumínio, revelam a presença de precipitados intermetálicos, inclusões e outras características superficiais como: poros, trincas e corrosões.

Visando evidenciar os precipitados e ou revelar outras características microestruturais como os contornos de grãos, pode utilizar-se de técnicas que ataquem a superfície do material gerando contraste entre as fases à serem analisadas. O ataque pode ser provocado por tratamentos térmicos e ou reagentes químicos. (PETZOW, 1999)

Na Tabela 3 são apresentados os principais ataques químicos para análise metalográfica em ligas de alumínio (SPERRY; BANKARD, 1988), e na Tabela 4 é apresentada a relação de fases e suas características visuais sob diferentes ataques químicos. (VANDER VOORT, 1991)

Tabela 3 - Ataques químicos para análise microscópica de ligas de alumínio

	Ataque	Composição	Procedimento
1	Ácido Hidrofluorico	HF (48%); 200 mL de água.	Esfregar com algodão por 15 segundos, ou imersão por 30 a 45 segundos.
2		1g NaOH; 100 mL de água	Esfregar com algodão por 5 a 10 segundos
3	Reagente Keller	2ml HF (48%); 3 mL HCl (conc); 5 mL HNO ₂ (conc); 190 mL água	Imersão por 8 a 15 segundos, lavar em água corrente e secar.
4	Reagente Keller Modificado	2ml HF (48%); 3 mL HCl (conc); 20 mL HNO ₂ (conc); 175 mL água	Imersão por 10 a 60 segundos, lavar em água corrente e secar.
5	Reagente Barker	5 mL HBF (48%); 200 mL de Água	Ataque eletrolítico. Anodização por 40 a 80 segundos a 20Vdc.
6	-	25 mL HNO ₃ (conc); 75 mL de água	Imersão por 45 a 60 segundos com solução à temperatura de 70°C
7	-	20 mL H ₂ SO ₄ (conc); 80 mL de água	Imersão por 30 segundos com solução à temperatura de 70°C
8	-	10 mL H ₃ PO ₄ (conc); 90 mL de água	Imersão por 60 segundos com solução à temperatura de 50°C, ou imersão por 3 a 5 minutos.
9	-	5 mL HF (48%); 10 mL H ₂ SO ₄ ; 85 mL de água	Imersão por 30 segundos
10	-	4g KMnO ₄ ; 2g Na ₂ CO ₃ ; 94 mL de água	A superfície da amostra deve estar bem polida e ser previamente limpa com solução de 20% de H ₃ PO ₄ a 95°C. Após a limpeza limpar com água e atacar em seguida.
11	-	2g NaOH; 5g NaF; 93 mL de água	Imersão por 2 a 3 minutos
12	-	8 mL HNO ₂ (conc); 2 mL HCl (conc); 45 mL de água; 45 mL de metanol	Imersão por 10 segundos
13	-	5 mL ácido acético (glacial); 1 mL HNO ₃ (conc); 94 mL de água	Imersão de 20 a 30 minutos

Fonte: Sperry e Bankard (1988)

Tabela 4 – Características da partícula de segunda fase das liga de alumínio sob diferentes ataques químicos.

Constituinte	Não Atacado	25% Fe(NO ₃) ₃ 30s, por atrito	20% H ₂ SO ₄ ; 160°F, 30s, por imersão	25% HNO ₃ 160°F, 40s, por imersão	0,5% HF 15s por atrato	10% NaOH 160°F, 5s, por imersão	Keller
Bi	Cinza a Preto	Preto	Preto	Preto	Preto	Preto	Preto
Pb	Cinza a Preto	Preto	Preto	Preto	Preto	Preto	Preto
Si	Cinza claro	Não revela	Não revela	Não revela	Claro	Não revela	Não revela
Co ₂ Al ₉	Violeta claro	Não revela	Não revela	Não revela	Marrom claro	Marrom claro	Marrom claro
CrAl ₇	Cinza	Não revela	Não revela	Não revela	Não revela	Marrom claro Azulado	Não revela
CuAl	Rosa claro	Marrom escuro a Preto	Claro	Preto	Não revela	Marrom claro a escuro	Não revela
FeAl ₃ e Fe ₂ Al ₇	Cinza Arrocheado	Não revela	Preto	Não revela	Marrom claro a escuro	Marrom escuro Claro a Marrom Escuro	Cinza escuro
Mg ₅ Al ₈	Marfim	Não revela	Preto	Não revela	Não revela	Marrom a Azul	Preto
MnAl ₆	Azul claro	Não revela	Não revela	Não revela	Cinza escuro	Marrom escuro a Azul	Não revela
NiAl ₃	Cinza Amarelado	Não revela	Não revela	Não revela	Marrom a Azul	Marrom escuro a Azul	Marrom a Preto
TiAl ₃	Cinza	Não revela	Não revela	Não revela	Cinza escuro	Marrom claro	Cinza escuro
Mg ₂ Si	De azula acinzentado a azul ou preto	Preto	Preto	Preto	Marrom escuro, arrancado	Marrom	Preto
MgZn ₂ e MgZn ₅	Cinza Claro	Preto ou arrancado	Preto ou arrancado	Preto ou arrancado	Marrom	Não revela	Preto ou arrancado
AlCoFe	Violeta claro	Não revela	Não revela	Não revela	Marrom escuro a Preto	Marrom escuro a Preto	Marrom escuro a Preto
Al ₇ (CrFe)	Cinza	Não revela	Não revela	Não revela	Marrom claro	Marrom escuro a Preto	Marrom claro
AlCrMg	Cinza Amarelado claro	Não revela	Não revela	Não revela	Marrom claro	Marrom claro	Marrom claro
α(AlCrSi)	Cinza	Não revela	Não revela	Não revela	Marrom claro	Marrom claro	Marrom claro
β(AlCrSi)	Cinza claro	Não revela	Não revela	Não revela	Não revela	Não revela	Não revela
Al ₃ (CuFe)	Cinza Amarelado claro	Não revela	Não revela	Não revela	Marrom	Marrom escuro a Azul	Preto
Al ₇ Cu ₂ Fe	Cinza claro	Não revela	Não revela	Não revela	Não revela	Marrom claro	Marrom claro
ω(AlCuFe)	Cinza	Não revela	Marrom claro	Não revela	Marrom claro	Não revela	Marrom
Al ₅ Cu ₂ Mg ₂	Marrom claro a escuro	Preto	Preto	Preto	Preto	Preto	Preto
Al ₆ Mg ₄ Cu	Marrom claro a escuro	Preto	Preto	Preto	Preto	Preto	Preto
AlCuMn	Marrom acinzentado	Não revela	Não revela	Não revela	Marrom a Azul	Marrom claro	Preto
Al ₃ (CuNi) ₂	Cinza	Não revela	Não revela	Marrom	Marrom claro	Marrom claro	Marrom a Preto
AlCuNi	Cinza	Não revela	Não revela	Preto	Não revela	Não revela	Não revela
Al ₆ (FeMn)	Cinza	Não revela	Não revela	Não revela	Marrom a Azul	Marrom a Azul	Cinza escuro
Al ₉ FeNi	Cinza	Não revela	Não revela	Não revela	Marrom escuro a Azul	Marrom claro	Marrom escuro a Azul
α(AlFeSi)	Cinza-Violeta	Não revela	Preto	Não revela	Marrom claro	Marrom Escuro a Preto	Marrom
Al ₅ FeSi	Cinza claro	Não revela	Não revela	Não revela	Não revela	Marrom claro	Marrom escuro
δ(AlFeSi)	Cinza claro	Não revela	Não revela	Não revela	Marrom claro	Não revela	Marrom claro

Fonte: Vander Voort (1991)

Para revelar contornos de grãos em forjados de ligas de alumínio da série 2XXX e 7XXX, e fundidos de alumínio-cobre e alumínio-zinco, é geralmente utilizado o reagente Keller. O reagente Keller age por meio de um ataque corrosivo preferencial nos contornos de grãos e precipitados. Em ligas trabalhadas a frio e ligas recristalizadas o reagente Keller auxilia a determinar a orientação preferencial dos grãos e diferenciar os tratamentos térmicos (VANDER VOORT, 1991).

Existe uma ampla variedade de ataques coloridos desenvolvidos para ligas monofásicas e multifásicas. Na Figura 5 são ilustrados quatro processos de ataques que geram contraste por cor devido a anisotropia óptica (MALTAIS et al, 2005).

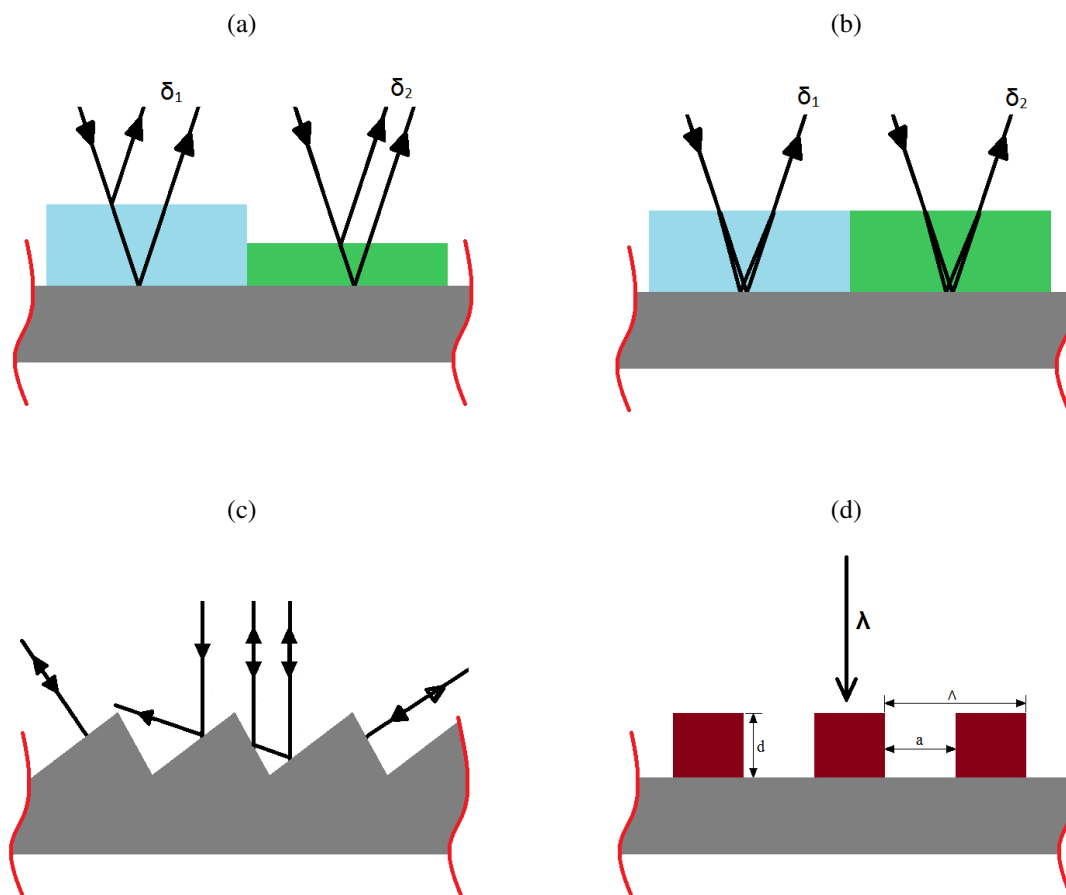
Deposição de filme de interferência: contraste é obtido devido à variação da espessura do filme depositado sobre a amostra, que causa uma interferência quando a luz incide sobre a amostra. O processo de deposição do filme é sensível à variação das fases. Neste tipo de ataque não é necessário o uso de luz polarizada para obter o contraste por cor, contudo, o contraste pode ser intensificado se usado (Figura 5(a)).

Deposição de filme anisotrópico: neste tipo de ataque é depositado um filme de espessura uniforme com características microestruturais anisotrópicas, que causa a birrefringência da luz quando incididas sobre a amostra, gerando contraste entre grãos adjacentes. Neste tipo de ataque é necessário o uso de luz polarizada para se obter o contraste por cor. A anisotropia do filme é sensível à orientação cristalográfica dos grãos (Figura 5(b)).

Ataque corrosivo: reagentes específicos podem realizar uma decapagem em planos cristalográficos preferenciais, formando superfícies paralelas em grãos com orientações cristalográficas iguais. Neste caso a orientação cristalográfica é determinada pela reflexão de feixes de luz polarizada incididas em diferentes ângulos. Para estruturas cúbicas de face centrada os planos cristalinos preferencialmente atacados são: (100), (110) e (111) (Figura 5(c)).

“Line etching”: técnica usada para distinguir grãos adjacentes. Um filme é formado sobre a superfície polida da amostra após a secagem de um reagente. Durante o processo de secagem o filme apresenta padrões de trincas que variam com as mudanças de plano cristalino e composição químicas do substrato (Figura 5(d)).

FIGURA 5 - (a) Deposição de filme de interferência; (b) Deposição de filme anisotrópico; (c) Ataque corrosivo; (d) “Line etching”.



Fonte: Adaptado de Maltais et al (2005)

Outro reagente amplamente utilizado para revelar grãos em liga de alumínio é o Barker, um reagente para ataque eletrolítico que promove a anodização da liga. O filme de óxido, que é formado na superfície polida da amostra, apresenta uma relação de dependência com as orientações cristalográficas dos grãos, gerando um efeito de anisotropia óptica. Quando observado com um auxílio de um microscópio óptico de reflexão, com luz polarizada, gera-se um contraste por cor entre as fases do material. (DONATUS, 2015; PETZOW, 1999)

No ataque eletrolítico, a formação do filme de óxido é sensível à orientação do cristal, podendo indicar se os grãos apresentam textura ou não. O processo de anodização também sofre influência da variação de composição e tensões residuais. (VANDER VOORT, 1999)

O efeito dos parâmetros de anodização (densidade de corrente, tensão, tipo de eletrodo e temperatura) e fatores intrínsecos do material (tipos e distribuição de partículas de segunda fase,

elementos de liga e orientação de grãos) influenciam diretamente no comportamento de anodização e morfologia do filme anódico formado. (DONATUS, 2015)

Diversos trabalhos foram desenvolvidos visando entender melhor o processo de formação do filme e o processo de interferência quando observado sob luz polarizada. Kato e Ueda (1978), avaliaram a influência da orientação cristalográfica sobre o filme anódico e a refletância óptica, em que foi observado que a refletância para o plano (111) é menor que para os planos (100) e (110); lembrando que na difratometria de raios-X a difração será observada para os planos (222), (200) e (220), que equivalem aos planos (111), (100) e (110). Estudos na mesma linha também foram conduzidos por Saetre et al. (1986), Takahashi e Murakami (1975), e outros. Donatus (2015) cita em seu trabalho a relação da anisotropia óptica com as variações no tamanho e ordenamento dos poros, presentes no filme anódico, visto que sua formação varia em função da orientação cristalográfica dos grãos do alumínio.

2.5 DEFORMAÇÃO PLÁSTICA

O processo de deformação plástica nas ligas de alumínio endurecidas por precipitação aumenta tanto a resistência mecânica das ligas, por meio do encruamento, como também favorece o aumento da taxa de precipitação. Ao promover pequenos níveis de deformação plástica, após o processo de solubilização, pode-se aumentar a taxa de precipitação nas ligas de Al-Cu. Enquanto que, em processos de deformação plástica severo (DPS) é obtido um refinamento de grão, proporcionando um aumento na resistência e na tenacidade do material. (HATCH, 1990; YUJING; 2012; SHAERI et al, 2014)

Como resultado do processo de deformação há um aumento nas propriedades mecânicas, acompanhado de alterações nas propriedades elétricas e na resistência à corrosão de algumas ligas (EDALATI, HORITA, 2011; MOGHADDAM et al, 2016). A homogeneidade microestrutural e o aparecimento de textura também podem ocorrer (KIM, KIM, 2004).

Estudos sobre o processo de deformação de materiais metálicos com estruturas CFC, tais como alumínio, cobre e níquel, têm sido feitos por vários pesquisadores (BAY et al, 1992; HURLEY, HUMPHREYS, 2003; HUANG, WINTHER, 2007; ZHAO, HOLMEDAL, 2014) assim como sobre a influência de precipitados e dispersóides no processo. (HUMPHREY, HATHERLY, 2004; OROZCO-CABALLERO et al, 2016)

Dentre os métodos de deformação plástica severa (DPS) mais estudados atualmente podemos citar: “*High pressure torsion*” (HPT) (BAZARNIK et al, 2016); “*Equal channel angular pressing*” (ECAP) (NATORI, UTSUNOMIYA, TANAKA, 2017); “*Constrained*

groove pressing” (CGP) (GUPTA, TEJVEER, SINGH, 2016); e “*Friction stir processing*” (FSP) (MA, 2008).

2.5.1 Deformação plástica em materiais policristalinos

A deformação plástica de materiais policristalinos difere da deformação em um monocristal em duas formas:

Primeiro: Nos materiais policristalinos os contornos de grãos agem como obstáculo ao movimento de deslocamento, ou seja, o deslizamento de planos observado nas estruturas metálicas monocristalinas (CFC e CCC) é barrado pelos contornos de grãos e discordâncias. Desta forma o caminho livre médio do movimento dos planos não pode ultrapassar o tamanho do grão. (HAASEN, 1996)

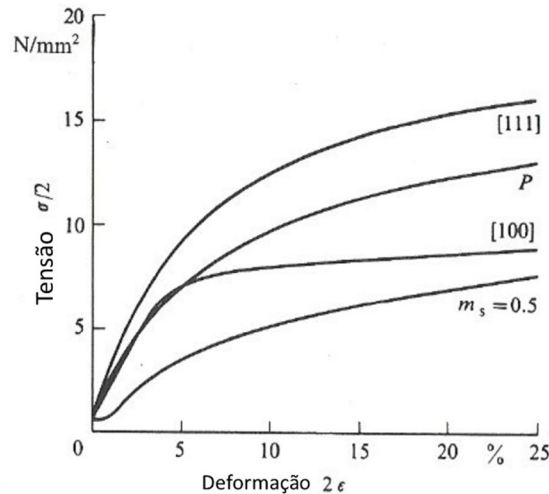
Segundo: Em um monocristal o mecanismo de deformação plástica é fortemente dependente da orientação dos planos de deslizamento em relação à orientação do carregamento aplicado. No caso de materiais policristalinos, os grãos da estrutura, mesmo quando texturizados, possuem diferentes orientações cristalográficas. Desta forma, resposta dos grãos ao processo de deformação irão diferenciar-se em função da orientação cristalográfica. (HAASEN, 1996)

Na Figura 6 é apresentada uma curva de tensão versus deformação comparando as curvas de um material policristalino com um material monocristalino solicitado no plano [111] e outro no plano [100]. Observa-se que a curva tensão versus deformação é fortemente dependente da orientação cristalográfica.

Durante o processo de deformação plástica o material policristalino só irá conseguir preservar a coesão dos grãos da estrutura se cada um dos grãos for capaz de deformar plasticamente, acompanhando o processo de deformação a nível macroscópico. (HAASEN, 1996)

Materiais metálicos com estrutura CCC apresentam planos de deslizamento limitados, o que dificulta o seu processo de deformação plástica. Metais com estrutura HCP apresentam 3 planos de deslizamento, e apresentam baixos níveis de deformação plástica a baixas temperaturas. Materiais metálicos com estrutura CFC (alumínio, zinco e cádmio) possuem 12 sistemas de deslizamento $\{111\} \langle 110 \rangle$, sendo que somente duas das três direções de deslizamento que são independentes em cada plano. O deslizamento simultâneo de vários planos de deslizamento leva a uma forte relação entre o deslocamento e o encruamento. (HAASEN, 1996; HUMPHREY, HATHERLY, 2004)

Figura 6 – Curva tensão x deformação para três cristais de alumínio com diferentes orientações cristalográficas e um alumínio policristalino (P).



Fonte: Haasen (1996)

Quando um material policristalino é tensionado, os grãos com orientação favorável aos deslizamentos de planos começam a se deformar e a exercer tensão sobre os grãos vizinhos, com orientação cristalográfica menos favorável ao deslizamento de planos, e então o campo de tensão gerado irá ativar os planos de deslizamentos nestes grãos. (HAASEN, 1996)

No entanto, ao estudar o processo de deformação em ligas metálicas, é preciso levar em conta, além da estrutura cristalina e dos planos de deslizamentos, a influência da textura, dos elementos de ligas, das partículas de segunda fase (dispersóides, precipitados, fases intermetálicas) e dos tratamentos termomecânicos.

No processo de deformação a microestrutura sofre alterações. A morfologia dos grãos é alterada e há um aumento das discordâncias na estrutura cristalina. Durante a deformação as discordâncias interagem entre si gerando novas subestruturas. (HUMPHREY, HATHERLY, 2004)

Os grãos grosseiros quando deformados apresentam subdivisões, devido ao deslizamento dos planos de cisalhamento e da rotação cristalográfica, alterando a orientação cristalográfica original da microestrutura. Na rotação cristalográfica áreas de um mesmo grão movimentam-se em sentidos diferentes gerando uma subdivisão do grão e, conseqüentemente, uma nova orientação. (HUMPHREYS, 1979)

Em casos de deformação severa também são observadas bandas de cisalhamento que consistem em planos de deslizamento formando ângulos entre 30° e 60° em relação à direção de carregamento. As bandas de cisalhamento atravessam os grãos e são independentes da orientação cristalográfica. (OLIVEIRA, 2009)

De maneira geral as partículas de segunda fase, dispersas, podem favorecer ou retardar a recristalização. A recristalização pode ser acelerada por partículas grandes e largamente espaçadas, e retardada por partículas finas e próximas.

De forma geral os precipitados favorecem a formação de discordâncias, mas conforme a distribuição das partículas, o movimento das discordâncias podem ser bloqueados.

Quando o material é deformado plasticamente as partículas grandes exercem um efeito de compressão nos retículos cristalinos vizinhos, favorecendo o aumento da densidade de discordâncias nessas áreas e conseqüentemente o aumento do potencial termodinâmico para a recristalização, enquanto que as partículas finas aumentam a homogeneidade da distribuição das discordâncias, levando a uma redução no tamanho da célula, o que impede o processo de recristalização (HATCH, 1984; MAO, 2003; PADILHA E SICILIANO, 2005). As partículas finas (dispersóides) também afetam a subdivisão dos grãos durante a deformação (APPS, BERTA, PRANGNELL, 2005).

O efeito do espaçamento das partículas interfere na mobilidade das discordâncias, quanto mais próximas as partículas, menor é a mobilidade, impedindo o rearranjo das discordâncias para formar contornos de alto ângulo e conseqüentemente a recristalização. (ZANGRANDI, 2006; HUMMEL, 1998)

2.5.2 Textura de deformação

Quando um cristal CFC é submetido a tensões de tração, numa orientação favorável, os sistemas de deslizamento de planos conduzem a uma orientação final $\langle 211 \rangle$. Para deformações por esforços compressivos o eixo gira em direção ao plano de deslizamento normal, levando a um duplo deslizamento na estrutura induzindo uma orientação entre $\langle 111 \rangle$ e $\langle 110 \rangle$.

No processo de laminação o material sofre a ação de esforços trativos, na direção de laminação, e compressivos, perpendicular à placa. A textura esperada para uma estrutura CFC corresponde a (011) e [211] para as direções normal à placa e na direção de laminação, respectivamente. (HAASEN, 1996)

O desenvolvimento da microestrutura e da textura cristalográfica durante a laminação do alumínio e suas ligas tem sido tema de um grande número de pesquisas. (ENGLER, 2005; HUANG et al, 2016; GUO, ZHAO, CHEN, 2016; ZHAO et al, 2017)

A evolução da microestrutura e textura durante a laminação a quente é largamente controlada pelo processo de recristalização, o qual, depende da temperatura de deformação, quantidade de redução, quantidade de recuperação e recristalização. (ENGLER, 2007)

Quando novos grãos são formados pela recristalização, eles frequentemente desenvolvem orientações que se distinguem da componente principal da textura de deformação (MAO, 2003)

3 MATERIAIS E METODOS

3.1 MATERIAIS

O material escolhido para ser avaliado neste trabalho foi a liga de alumínio AA 7075 T651, por ser uma liga tratável termicamente, com precipitados insolúveis. Este foi adquirido na forma de chapa com 6,35 mm de espessura, segunda norma AMS-QQ-A-250/12.

As amostras foram cortadas nas dimensões de 10 x 10 x 6.35 mm.

3.2 ANÁLISE QUÍMICA

A análise química foi realizada na amostra na condição como recebida (T651). Utilizou-se um Espectrômetro de Emissão Óptica (EOS), marca Spectro Analytical, modelo MAXx. A amostra foi preparada com um lixamento utilizando uma lixa de carbeto de silício grana 600.

3.3 TRATAMENTO TÉRMICO: RECOZIMENTO

A liga de alumínio 7075 T651 passou por um processo de recozimento pleno, com a finalidade de eliminar o encruamento e tensões residuais proveniente da laminação e tratamento térmico (T651), uniformizar a microestrutura e aumentar a ductilidade do material para o processo de deformação plástica.

O tratamento térmico foi realizado no Laboratório de Tratamentos Térmicos do Departamento de Materiais e Tecnologia, da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, UNESP, utilizando um forno mufla, série 7000, da EDG Equipamentos.

A rota de tratamento foi estabelecida conforme especificado na norma AMS2770J “*Heat Treatment of Wrought Aluminum Alloy Parts*”. Temperatura máxima $415^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ por 2,5 horas seguido de um resfriamento em forno ao ar até temperatura ambiente.

3.4 COMPRESSÃO A FRIO

O processo de compressão foi realizado a temperatura ambiente, logo após o tratamento térmico respeitando um intervalo de 2 a 3 horas. Sete amostras foram deformadas plasticamente entre aproximadamente 25% e 65% da espessura.

O processo de compressão foi realizado no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Departamento de Materiais e Tecnologia, da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, UNESP, utilizando uma máquina universal de ensaios mecânicos Wolpert de 400 kN.

3.5 DIFRATOMETRIA DE RAIOS-X

As análises de difração de raios-X foram realizadas nas amostras deformadas por compressão a frio e na amostra como recozida, todas as amostras passaram por um lixamento superficial, com lixas de grana 400, 600, 1200 e 2000 seguido de um polimento com suspensão de diamante de 6 μm , 1 μm e $\frac{1}{4}$ μm , seguido de um polimento com sílica coloidal de 0.05 μm .

Os ensaios de difração de raios-X foram realizados no Laboratório de Difração e Fluorescência de Raios-X do Departamento de Materiais e Tecnologia, da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, UNESP, utilizando um equipamento Bruker D8 Advance ECO.

As condições de varredura foram: ângulo entre 20° a 120°, com passo de 0,01°, tempo de 0,35 s/passos, radiação Cu-K α , tensão de 40 kV, corrente de 25 mA, fenda de 0,6 mm e filtro de níquel de 0,01 mm.

3.6 METALOGRAFIA

Para a análise metalográfica as superfícies das amostras, recozida e as deformadas por compressão a frio, foram lixadas, com lixas de grana 400, 600, 1200 e 2000, e polidas com suspensão de diamante de 6 μm , 1 μm e $\frac{1}{4}$ μm , seguido de um polimento com sílica coloidal de 0,05 μm . Os procedimentos de lixamento e polimento foram realizados numa politriz automática Allied MetPrep 3, com dosador AD-5 e cabeçote PH-3.

Após a etapa de polimento as superfícies das amostras foram analisadas em três condições: polidas; atacadas com reagente Keller e atacadas com reagente Barker.

A análise na condição polida teve como objetivo avaliar a morfologia e os tipos de precipitados, suas dimensões e distribuição.

O reagente Keller foi utilizado para revelar grãos e bandas de deformação. O reagente foi preparado com: 2 mL de HF (48%), 3 mL de HCl concentrado, 5 mL de HNO₂ e 190 mL de água deionizada. O ataque das amostras foi realizado por imersão por um tempo de 15 a 60 segundos.

O ataque eletrolítico com o reagente Barker foi realizado para avaliação da orientação cristalográfica e morfológica dos grãos. O reagente foi preparado com 1 litro de água deionizada e 25 mL de ácido tetrafluorobórico (HBF_4) 48%. O ataque foi realizado em um sistema de ataque e polimento eletrolítico Buehler Eletromet 4, ajustado com uma tensão de 35 V, conforme norma ASTM E 1558.

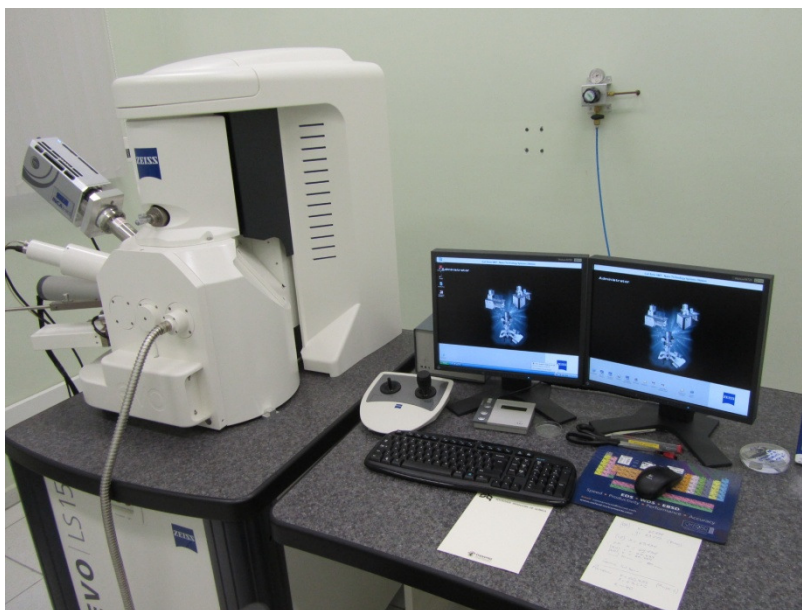
3.7 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS)

Para as análises por MEV foram utilizadas técnicas de elétrons secundários, elétrons retroespalhados, microscopia correlativa e análise por EDS. As análises foram realizadas em dois laboratórios:

Laboratório de Imagens de Materiais (LAIMat) do Departamento de Materiais e Tecnologia, da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, UNESP. Equipado com um microscópio da marca Zeiss EVO LS-15 e EDS da marca OXFORD, com detector INCA x-act e software INCA energy 2, Figura 7.

As análises por EDS foram realizadas para identificar as possíveis composições químicas dos precipitados presentes na liga. A análise foi realizada a uma distância de trabalho de 10 mm e tensão de aceleração de 20 kV.

Figura 7 – Microscópio eletrônico de varredura.



Fonte: Próprio autor.

3.8 MICROSCOPIA ÓPTICA

A análise por microscopia óptica foi realizada com a finalidade de caracterizar a microestrutura dos grãos e precipitados.

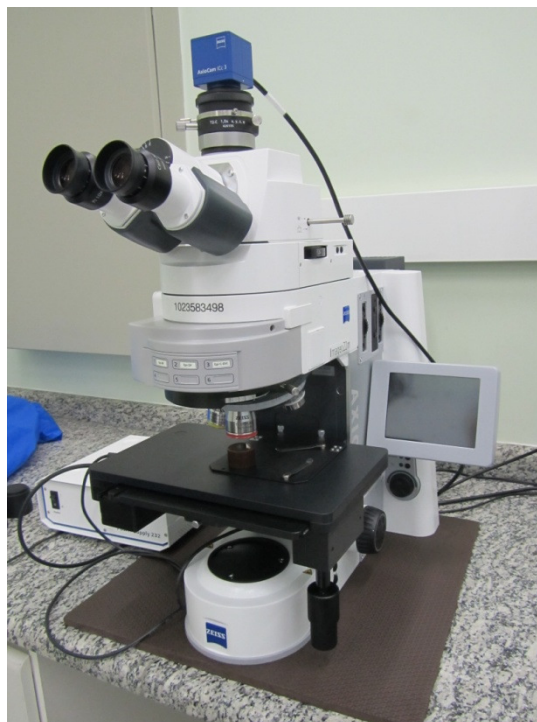
As imagens foram adquiridas com ampliações de 50x, 100x e 500x, por meio de um microscópio óptico Zeiss AxioImager Z2m, Figura 8, equipado com lâmpada incandescente de halogênio-tungstênio e câmera digital AxioCam ICc3 da marca Zeiss.

A aquisição de imagens das amostras analisadas na condição polida e após ataque pelo reagente Keller, foi realizada com iluminação direta em campo claro, com filtro de absorção azul.

Para a análise das amostras submetidas ao ataque eletrolítico com o reagente Barker, a aquisição das imagens foi realizada com contrastes de polarização linear com compensador lambda e de polarização circular.

As análises de microscopia óptica foram realizadas no Laboratório de Imagens de Materiais (LAIMat) do Departamento de Materiais e Tecnologia, da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, UNESP.

Figura 8 – Microscópio Motorizado



Fonte: Próprio autor.

3.9 MICROSCOPIA CORRELATIVA

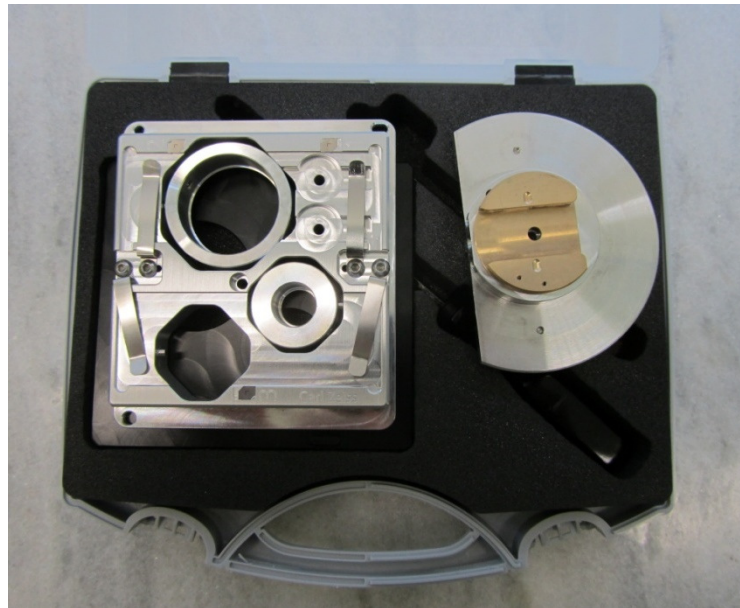
Nos últimos anos a microscopia correlativa tem ganhado espaço nas pesquisas científicas para a caracterização de materiais, combinando as vantagens de diferentes técnicas de microscopia e também análises químicas. Entre as possíveis combinações de técnicas, a da microscopia óptica (MO) aliada à microscopia eletrônica de varredura (MEV), vem ganhando espaço nos laboratórios de pesquisa.

A microscopia eletrônica varredura (MEV) se destaca pela alta resolução espacial e possibilidade de aliar técnicas semi-quantitativas de análise química (EDS), contudo, apresenta o campo de visão restrito, um custo de operação elevado e em casos de materiais orgânicos requer cuidados especiais e dispendiosos na preparação das amostras. A microscopia óptica (MO) tem a vantagem de ter um campo de visão maior que facilita a identificação e localização dos objetos de interesse (fases, precipitados, poros, trincas, etc), baixo custo e baixo tempo de operação, contudo, é limitado pela baixa resolução lateral em altas ampliações, acima de 1000x. A combinação destas duas técnicas de microscopia aliam o que há de melhor nas duas.

A microscopia correlativa, neste trabalho, consistiu na comparação de imagens obtidas para uma mesma posição por MEV e MO, e teve como objetivo identificar os tipos de precipitados presentes na liga de alumínio 7075, por meio do sistema de análise química (EDS) acoplado ao MEV, e traçar um comparativo entre os aspectos visuais e morfológicos dos precipitados em cada uma das técnicas de microscopia, permitindo a identificação e analisar morfologicamente os precipitados por meio de MO.

Para sua realização da análise correlativa foi utilizado a plataforma “Shuttle&Find”, desenvolvida pela empresa Carl Zeiss, que consiste em um porta-amostras de precisão, Figura 9.

Figura 9 – Dispositivo Shuttle&Find.



Fonte: Próprio autor.

3.10 PROCESSAMENTO DIGITAL DE IMAGENS

O processamento digital de imagens foi realizado por meio do software NIH ImageJ (RASBAND, 2008), que é um pacote escrito em Java e desenvolvido em código aberto, em trabalho coordenado pelo Dr. Wayne Rasband do National Institute of Health em Bethesda, EUA. Este é um programa gratuito e o desenvolvimento de rotinas também pressupõe sua disponibilidade gratuita, o que é uma garantia para o acesso dos pesquisadores a uma metodologia que se pretende popularizar, como é o caso deste projeto.

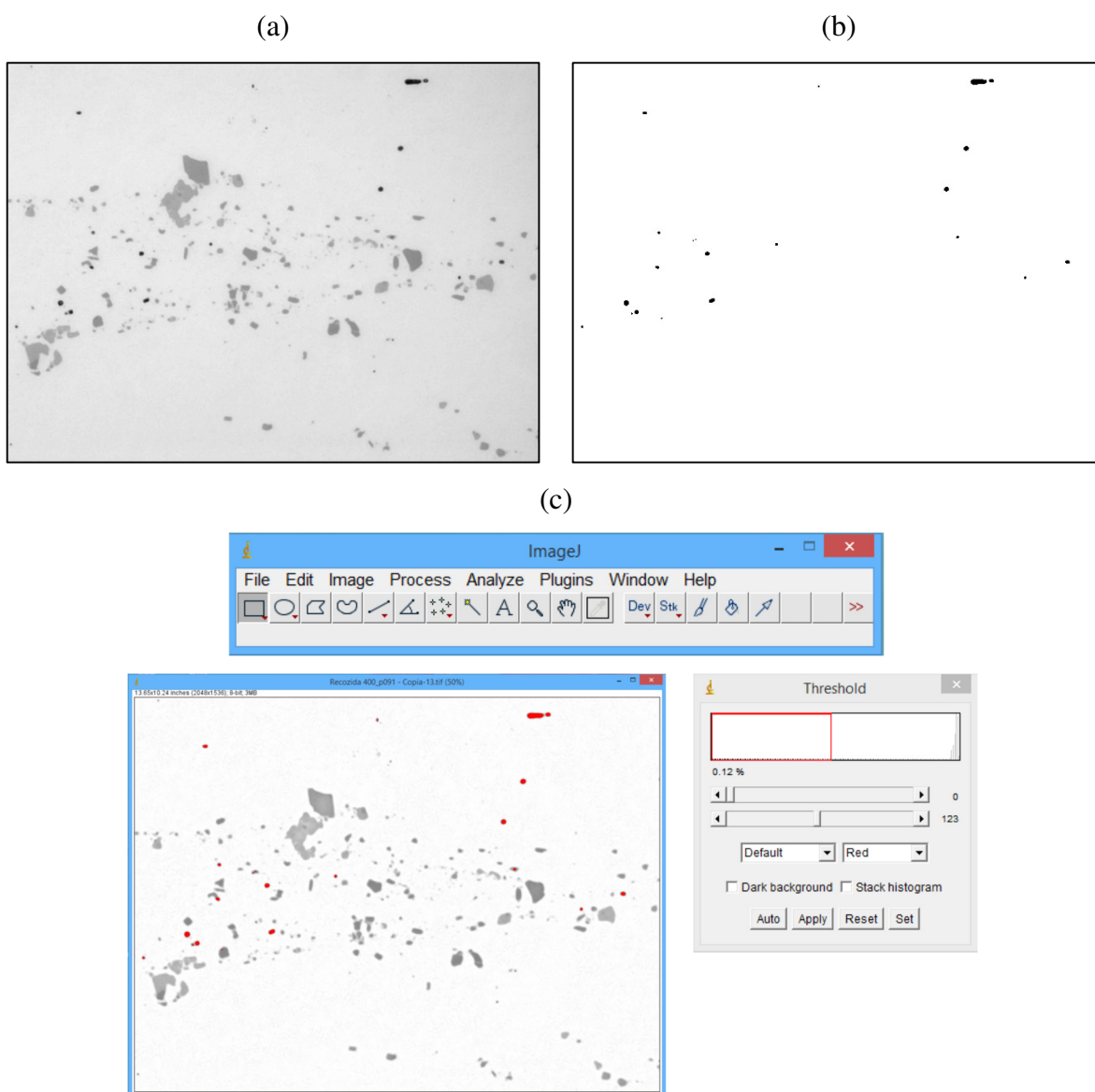
Para o desenvolvimento deste trabalho, foram criados quatro programas (ou rotinas) escritos na linguagem de macros do próprio ImageJ. Essas rotinas são sequências de comandos do próprio programa, o que permite automatizar o processo de análise para lotes de imagens. São também denominadas como “macros” no linguajar dos programadores, sendo este um termo usual da computação, mas que pode causar alguma confusão no âmbito de um trabalho em metalurgia, como este.

Foram desenvolvidas quatro rotinas visando a à análise morfológica e do tamanho de precipitados, análise das texturas de deformação e análise dos grãos.

- **Análise de Tamanho e Morfologia de Precipitados de Magnésio e Silício**

A rotina para análise dos precipitados escuros foi desenvolvida utilizando um filtro da mediana para eliminação dos ruídos gerados pela câmera, seguido de um processo de limiarização dos precipitados escuros, preenchimento de falhas no interior das partículas, calibração de tamanho e análise dimensional e morfológica dos objetos, Figura 10.

Figura 10 – Processamento de imagem para caracterização dos precipitados de magnésio e silício: (a) Imagem original; (b) Imagem final; (c) Processamento de imagem.

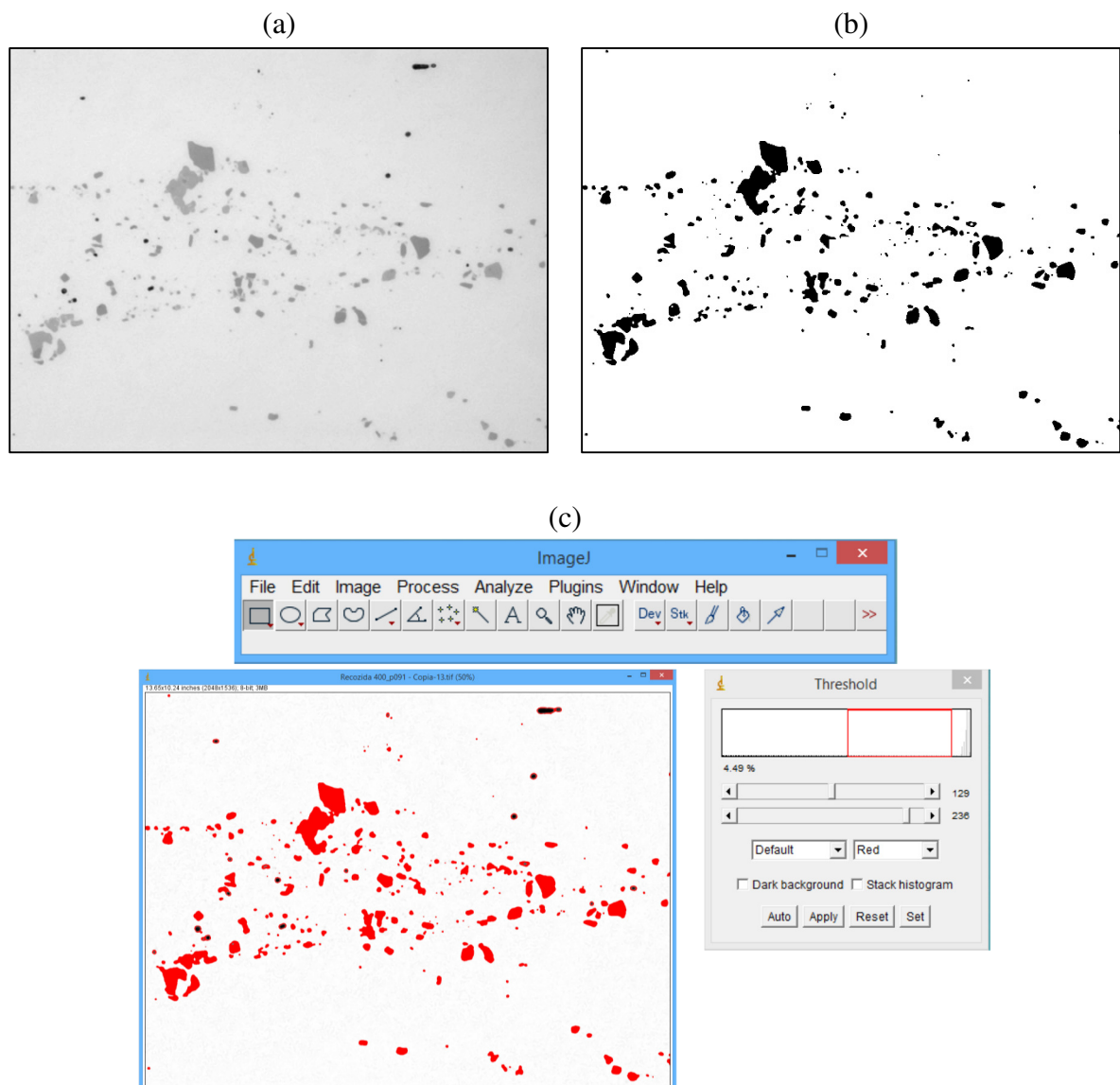


Fonte: Próprio autor.

- **Análise de Tamanho e Morfologia de Precipitados Ricos em Ferro**

A rotina para análise dos precipitados claros foi desenvolvida utilizando: filtro de mediana para eliminação dos ruídos gerados pela câmera; filtro de variância para eliminação dos efeitos de sombreamento gerado por eventual desalinhamento entre amostra e microscópio; foi realizado um processo sucessivo de limiarização e comparação de imagens para separar os precipitados escuros dos precipitados claros; a partir das imagens binárias dos precipitados claros foi aplicado um operador morfológico de erosão (cruz 3x3) para correção do perímetro dilatado pela aplicação do filtro da variância, Figura 11.

Figura 11 – Processamento de imagem para caracterização dos precipitados de ferro: (a) Imagem original; (b) Imagem final; (c) Processamento de imagem.



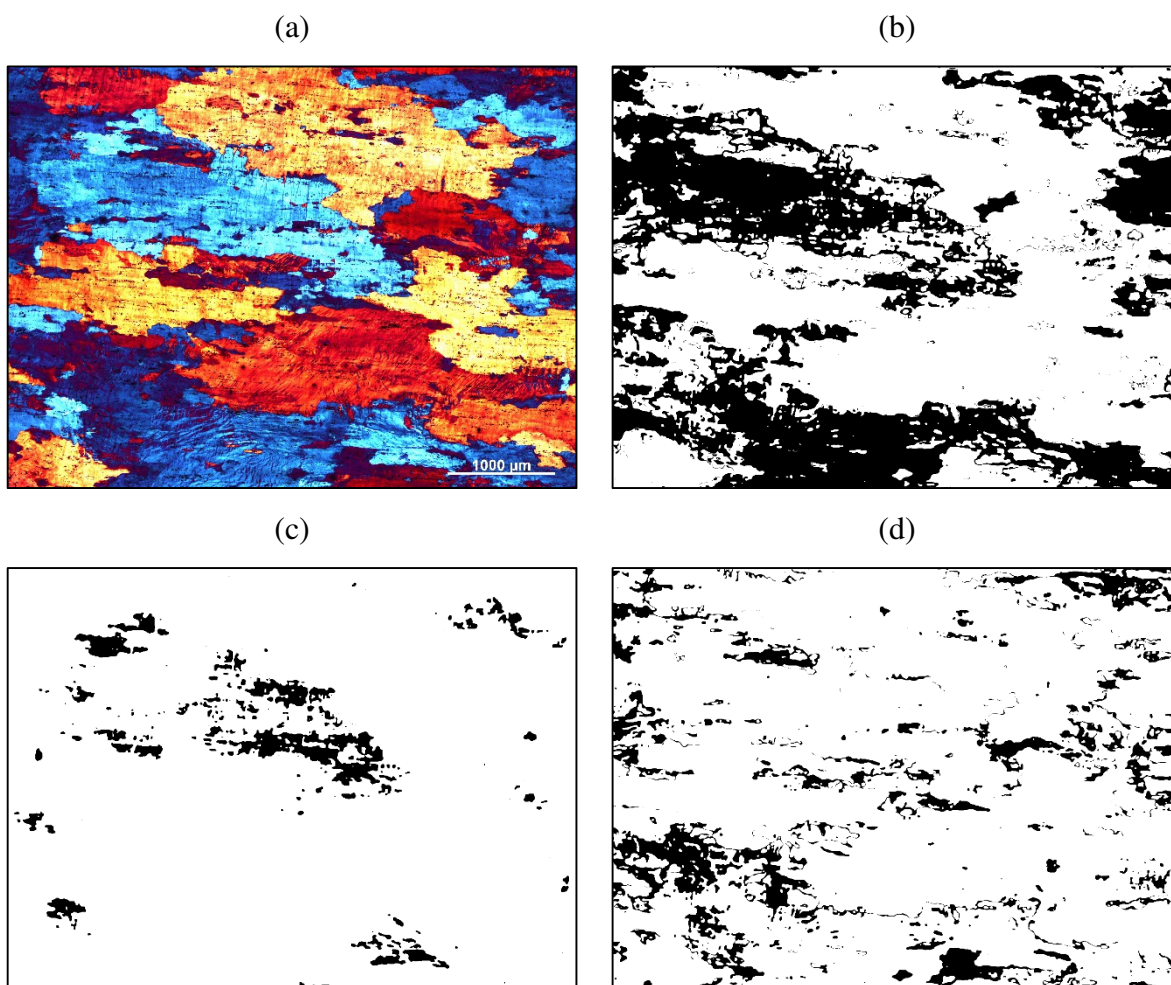
Fonte: Próprio autor.

- **Evolução das Orientações de Fases por Análise das Frações Volumétricas**

A rotina para identificação das fases dos grãos se baseou na aplicação de uma rotina de limiarização das cores de cada fase por meio de uma análise qualitativa dos histogramas de matiz, brilho e saturação. Dada a complexidade de se manter um padrão uniforme de contraste entre as cores, os ajustes de limiarização foram definidos para cada amostra. Desta forma não foi possível estabelecer uma rotina com valores fixo que se aplicasse a todas as amostras. Após a limiarização, as fases foram contadas por uma rotina de análise de fração de área, Figura 12.

Figura 12 – Processamento de imagem para análise de fração volumétrica: (a) Imagem original; (b) Fase azul; (c) Fase azul claro; (d) Fase roxa; (e) Fase vermelha; (f) Fase amarela; (g) Processamento de imagem.

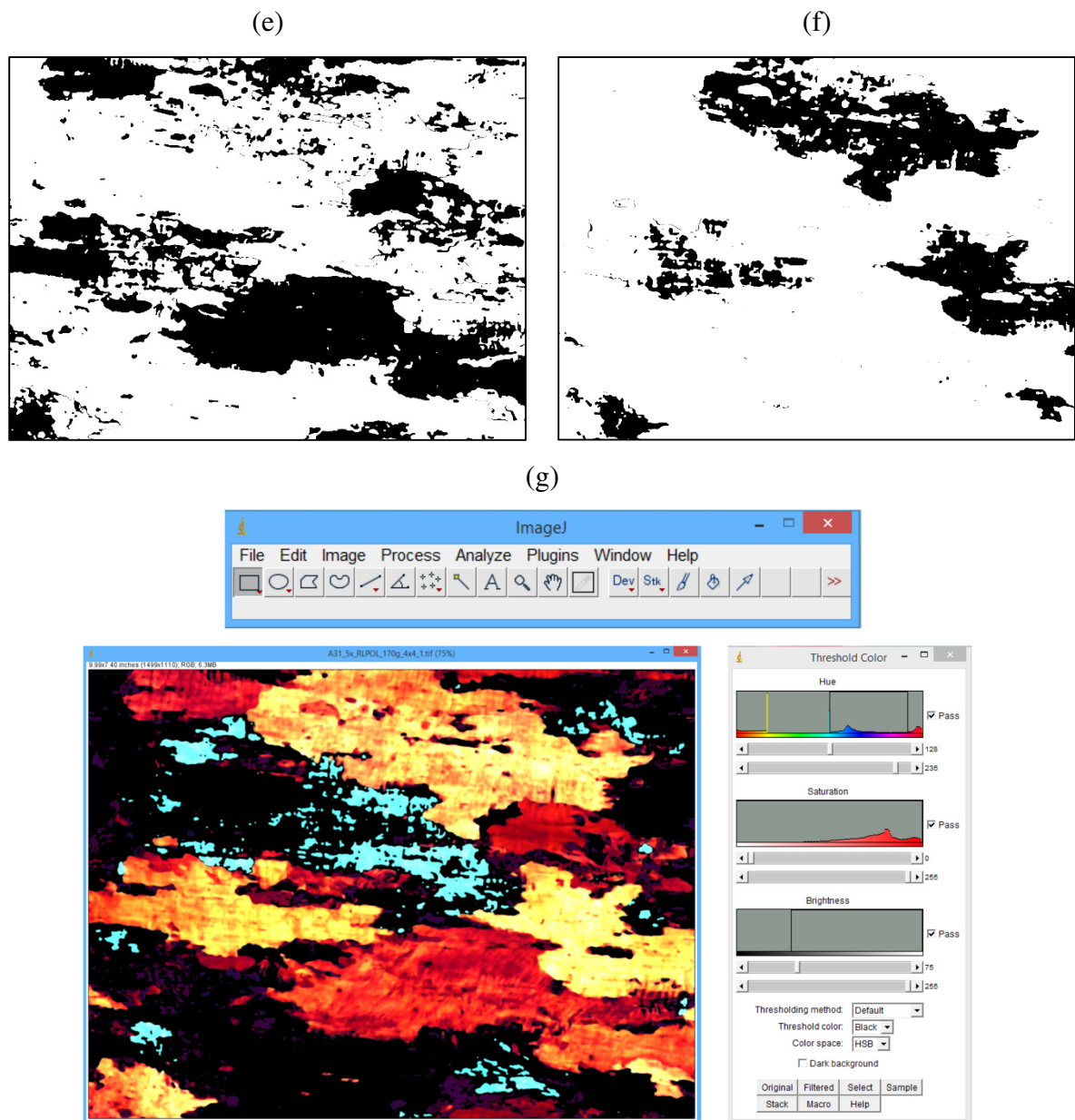
(continua)



Fonte: Próprio autor.

Figura 12 – Processamento de imagem para análise de fração volumétrica: (a) Imagem original; (b) Fase azul; (c) Fase azul claro; (d) Fase roxa; (e) Fase vermelha; (f) Fase amarela; (g) Processamento de imagem.

(conclui)

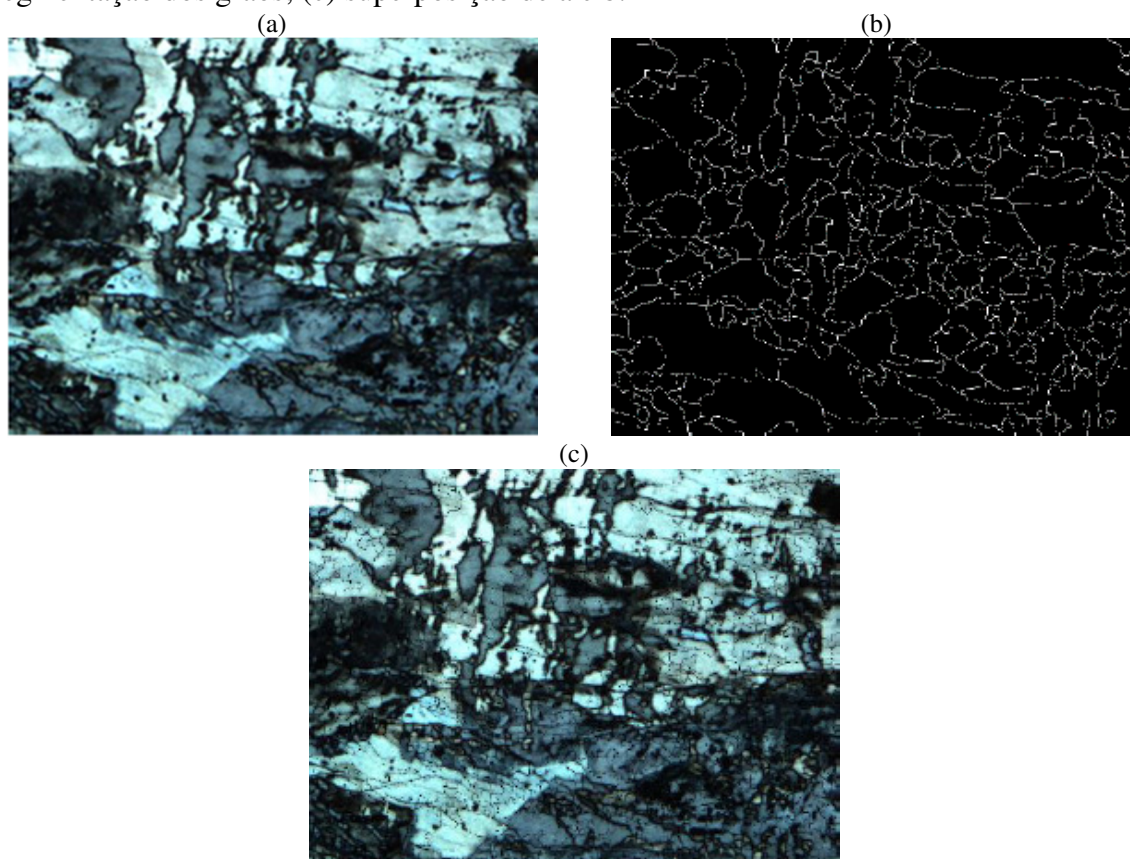


Fonte: Próprio autor.

- **Análise Quantitativa da Textura de Deformação por Polarização Circular**

A rotina de processamento utilizada permite processar toda a pilha de imagens, aplicando-se filtros de espaciais de convolução por classificação (máximo e mediana) para homogeneizar as sombras por região. Para separar os grãos, e medir seu tamanho (área e diâmetros), morfologia e orientação, foi utilizada uma sucessão de filtros de convolução de classificação de mediana e máximo com a finalidade de delimitar os contornos das subestruturas formadas pela deformação. Um exemplo do resultado do processamento é apresentado na Figura 13.

Figura 13 – Exemplo de uso da rotina de processamento digital: (a) Imagem original; (b) Segmentação dos grãos; (c) superposição de a e b.



Fonte: Próprio autor.

3.11 ANÁLISE DOS PARAMETROS MORFOLÓGICOS

As rotinas para análise dos precipitados incluíram uma sub-rotina para análise de parâmetros morfológicos de tamanho e forma, os parâmetros analisados foram:

- *Solidity*: é a medição da concavidade de uma partícula. É definida como a área côncava (área do objeto, azul) dividida pela área convexa (área azul mais a área vermelha), Figura 14. Assim, à medida que o objeto se torna mais sólido, a área côncava e a área convexa se aproximam, resultando em um valor de solidez de 1. No entanto, à medida que a forma do objeto se afasta da de um círculo fechado, a área convexa do casco aumenta e a solidez diminui. A solidez é um valor adimensional.

- Figura 14 – Parâmetros morfológicos: *Solidity*



$$Solidity = \frac{A_{concava}}{A_{convexa}}$$

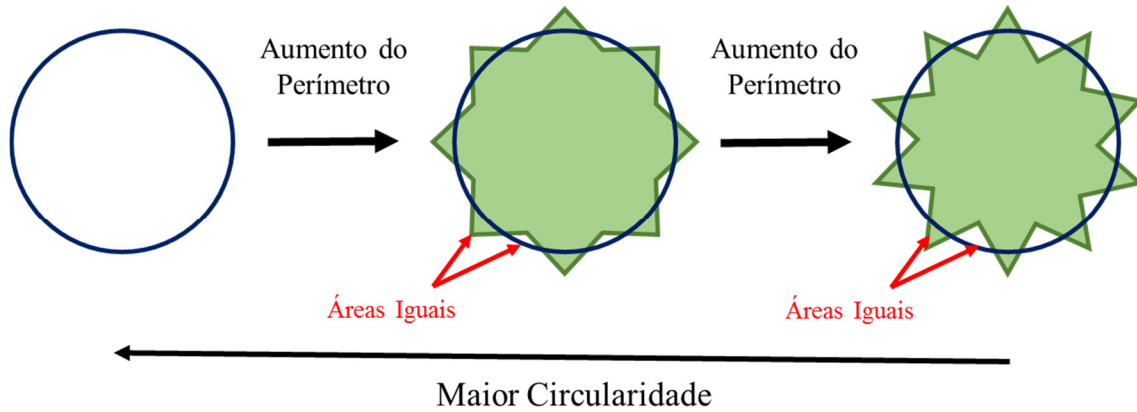
Fonte: Próprio autor.

- *Circularidade*: é definida como o grau em que um objeto se assemelha a um círculo, levando em consideração a suavidade do perímetro. Isto significa que a circularidade é uma medida tanto da forma da partícula quanto da rugosidade. Assim, quanto mais longe de um círculo perfeito e liso que uma partícula se torna, menor o valor de circularidade. Circularidade é um valor adimensional, Figura 15.

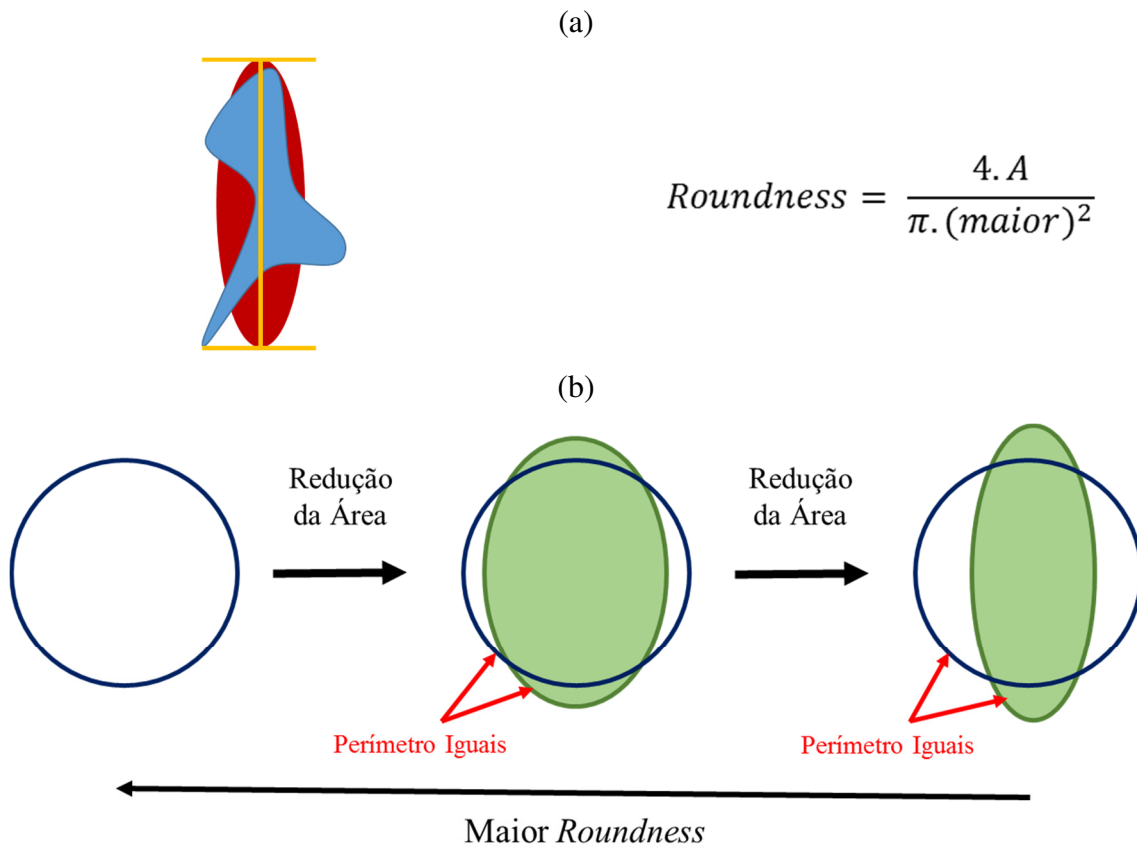
- *Roundness*: é uma medida de circularidade corrigida pela razão de aspecto, que avalia a circularidade em função da área do objeto em relação a área equivalente ao maior eixo do objeto Figura 16a. Objetos tendendo a forma circular terão valores de *roundness* tendendo a 1, Figura 16b.

Figura 15 – Parâmetros morfológicos: Circularidade

$$Circularidade = \frac{4 \cdot \pi \cdot A}{(perimetro)^2}$$



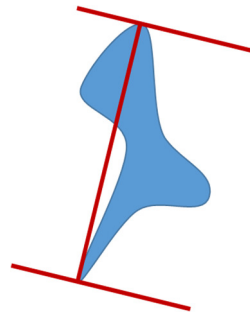
Fonte: Adaptado de Takashimizu e Iiyoshi (2016)

Figura 16 – Parâmetros morfológicos: *Roundness*

Fonte: Adaptado de Takashimizu e Iiyoshi (2016)

• Diâmetro máximo de Feret: também chamado de distância máxima, é definido como a maior distância de um objeto. Da mesma forma, o diâmetro mínimo de Feret é definido como a menor distância num objeto. As unidades para os diâmetros de Feret são mais frequentemente expressas em μm , Figura 17.

- Figura 17 – Parâmetros morfológicos: Diâmetro de Feret.



Fonte: Próprio autor.

As rotinas (macro) empregadas para o processamento digital das imagens estão descritas no APÊNDICE A.

4 RESULTADOS

4.1 ANÁLISE QUÍMICA

Conforme o resultado da análise química, apresentado na Tabela 5, verificou-se que a composição do material está conforme a especificada na norma AMS-QQ-A-250/12.

Tabela 5 – Resultado da análise química da liga de alumínio 7075

Elemento	Especificado (%)	Encontrado (%)
Zinco	5,1 – 6,1	5,65
Magnésio	2,1 – 2,9	2,27
Cobre	1,2 – 2,0	1,25
Cromo	0,18 – 0,28	0,21
Manganês	Máx. 0,30	0,03
Ferro	Máx. 0,50	0,19
Silício	Máx. 0,40	0,05
Titânio	Máx. 0,20	-
Outros, individual	Máx. 0,05	-
Outros, total	Máx. 0,15	-
Alumínio	Remanescente	Remanescente

Fonte: (AMS-QQ-A-250-12)

4.2 COMPRESSÃO A FRIO

Na Tabela 6 são apresentados os níveis de deformação obtidos pelo processo de compressão a frio. Obtiveram-se sete amostras variando entre 25 e 65% de compressão. Uma amostra não foi deformada para utilizar como referência.

Tabela 6 – Nível de Deformação das amostras

Amostra	Deformação (%)
#0 – Como recebido	zero
#1 - Recozida	zero
#2	26
#3	39
#4	43
#5	50
#6	57
#7	59
#8	64

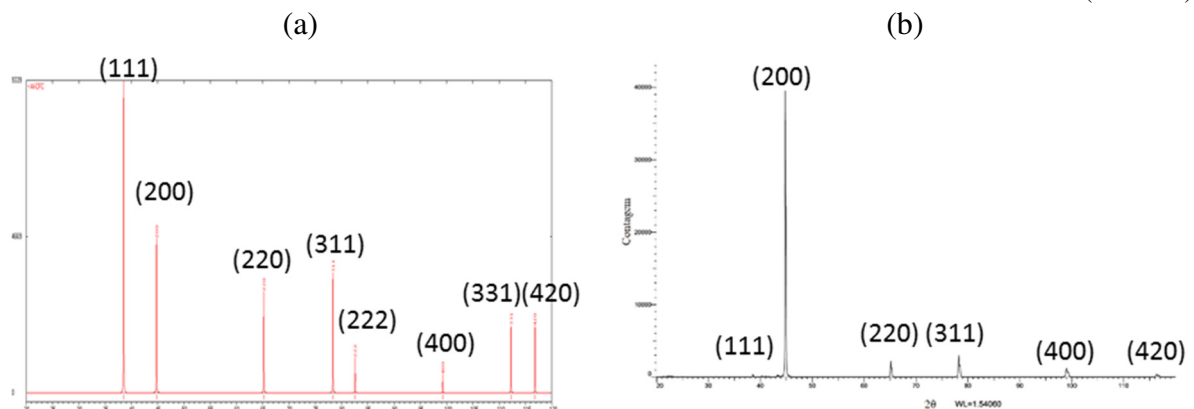
Fonte: Dados obtidos pelo autor

4.3 DRIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Na Figura 18 são apresentados os difratogramas das amostras sob diferentes níveis de deformação plástica, de zero a 64%; de uma amostra do material como recebido, na condição T651; e um difratograma simulado para o alumínio puro. Na Figura 19 e Tabela 7 é traçado um comparativo entre as intensidades relativas dos picos encontrados nas amostras ensaiadas com os dos picos obtidos na simulação.

Figura 18 – Difratogramas: (a) Alumínio puro, retirado da literatura; (b) Amostra #0, material como recebido; (c) Amostra #1, recozida e sem deformação; (d) Amostra #2, 26%; (e) Amostra #3, 39%; (f) Amostra #4, 43%; (g) Amostra #5, 50%; (h) Amostra #6, 57%; (i) Amostra #7, 59%; (j) Amostra #8, 64%.

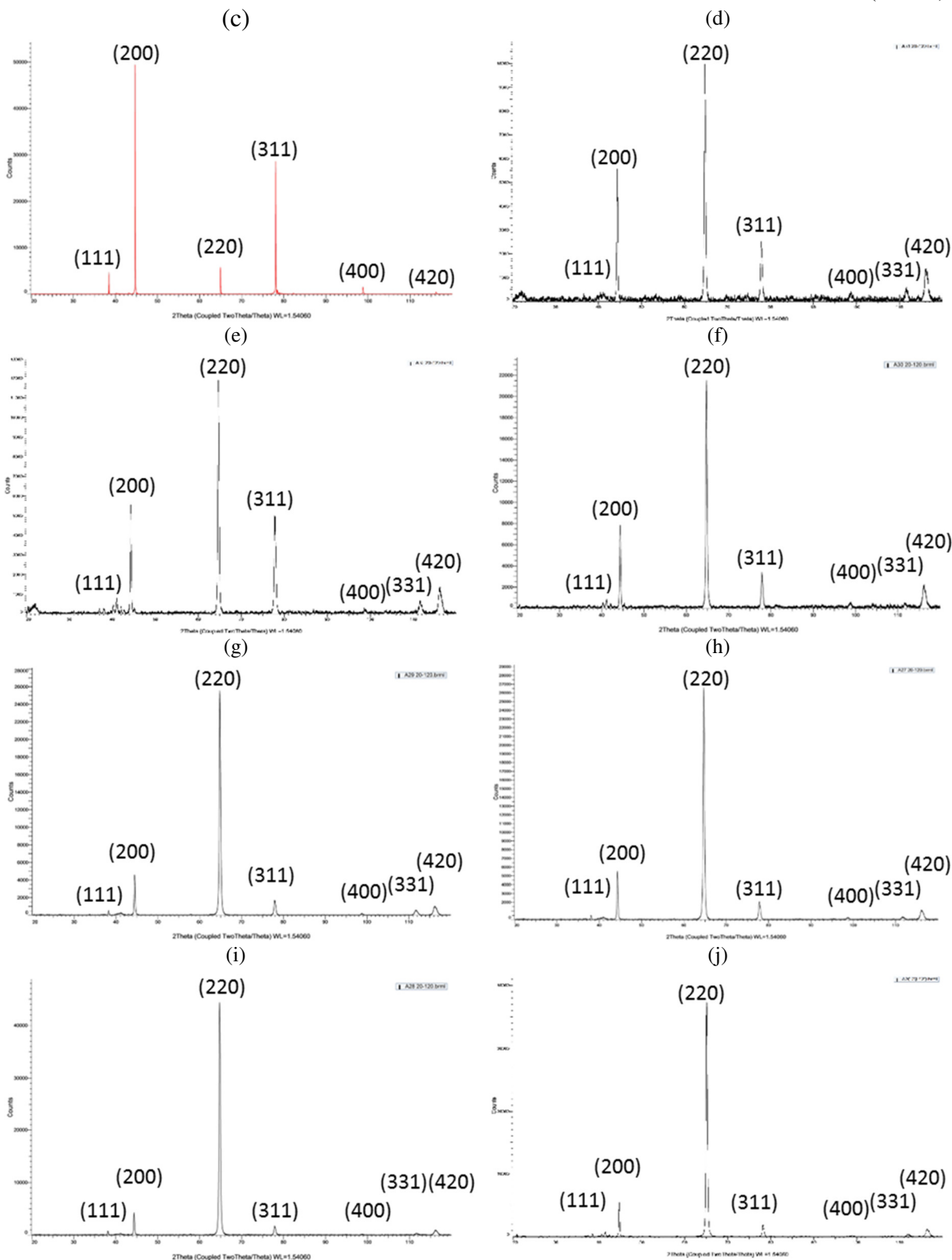
(continua)



Fonte: Dados obtidos pelo autor e Suryanarayana e Norton (1998)

Figura 18 – Difratomogramas: (a) Alumínio puro, retirado da literatura; (b) Amostra #0, material como recebido; (c) Amostra #1, recozida e sem deformação; (d) Amostra #2, 26%; (e) Amostra #3, 39%; (f) Amostra #4, 43%; (g) Amostra #5, 50%; (h) Amostra #6, 57%; (i) Amostra #7, 59%; (j) Amostra #8, 64%.

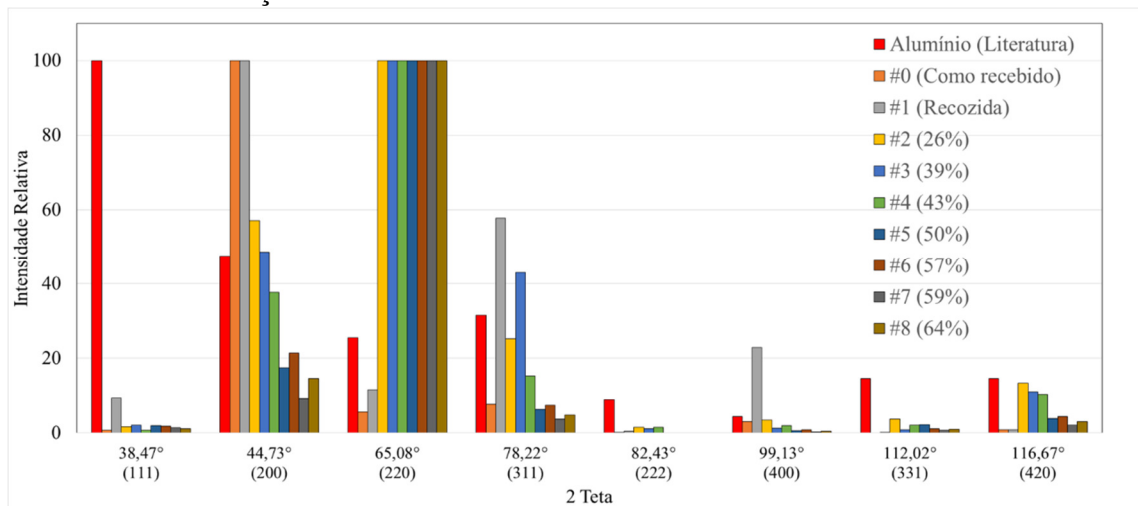
(conclui)



Fonte: Dados obtidos pelo autor e Suryanarayana e Norton (1998)

Na simulação do espectro de difração de raios-X do alumínio puro, Figura 18 (a), observa-se que o pico de maior intensidade relativa corresponde ao plano (111) seguido do (200). Quando comparado com os espectros de difração da amostra como recebida (#0) e nas tratadas termicamente e com diferentes níveis de deformação plástica (amostras #1 a #8), observa-se que o pico correspondente ao plano (111) não se destaca, indicando baixa ocorrência de grãos com essa orientação no material em estudo, diferente do observado por Binesh e Aghaie-Khafri (2015) e por Andrzejewski, Jakubowicz e Borowski (2016), para peças extrudadas.

Figura 19 – Comparação entre os picos de difração do alumínio sob diferentes condições de tratamento e deformação.



Fonte: Dados obtidos pelo autor e Suryanarayana e Norton (1998)

Tabela 7 – Comparação entre os picos de difração do alumínio sob diferentes condições de tratamento e deformação.

Amostras	2 Teta							
	38,47°	44,73°	65,08°	78,22°	82,43°	99,13°	112,02°	116,67°
Alumínio (Literatura)	100	47,5	25,5	31,5	9	4,5	14,5	14,5
#0 (Como recebido)	0,8	100	5,6	7,7	0,1	3	0	0,9
#1 (Recozida)	9,4	100	11,6	57,8	0,4	22,9	0,1	0,9
#2 (26%)	1,7	57,1	100	25,3	1,5	3,5	3,7	13,3
#3 (39%)	2,1	48,6	100	43	1,2	1,3	0,9	11
#4 (43%)	0,7	37,7	100	15,3	1,6	2	2,1	10,3
#5 (50%)	1,9	17,5	100	6,4	0	0,6	2,2	3,9
#6 (57%)	1,8	21,4	100	7,5	0	0,9	1,1	4,4
#7 (59%)	1,4	9,2	100	3,7	0	0,3	0,7	2,1
#8 (64%)	1,2	14,5	100	4,9	0	0,5	1	3,1
hkl	111	200	220	311	222	400	331	420

Fonte: Dados obtidos pelo autor e Suryanarayana e Norton (1998)

No difratograma da amostra na condição como recebida (#0) são observados picos bem definidos e uma orientação preferencial do plano (200). Após o recozimento, observou-se um aumento na contagem do sinal de difração e também um aumento nos valores de intensidade relativa dos picos correspondentes aos planos (331), (400), (111) e (220), sendo o plano (331) com o maior aumento de sinal. O aumento na intensidade dos picos na amostra recozida (#1) indica uma alteração na orientação preferencial dos planos cristalográficos.

Nas amostras deformadas plasticamente por compressão uniaxial (amostras #1 a #8) observou-se uma alteração significativa na orientação dos planos cristalográficos, com o plano (220) passando a ter o maior valor de intensidade dentre os picos de difração. Quanto maior o nível de deformação plástica da amostra, maior é a redução na intensidade do pico correspondente ao plano (200) e maior é a diferença entre os valores de intensidade dos picos relativos aos planos (200) e (220).

Binesh e Aghaie-Khafri (2015) também observaram o aumento na intensidade do pico correspondente ao plano (220) quando submeteram uma liga de alumínio 7075-T6 a diferentes níveis de deformação plástica por compressão uniaxial (20 e 55%).

Os picos correspondentes aos planos (331) e (400) apresentaram um aumento após a etapa de recozimento e uma consequente redução quando submetidos à deformação plástica. O pico atribuído ao plano (420) apresentou uma tendência em aumentar a baixos níveis de deformação plástica.

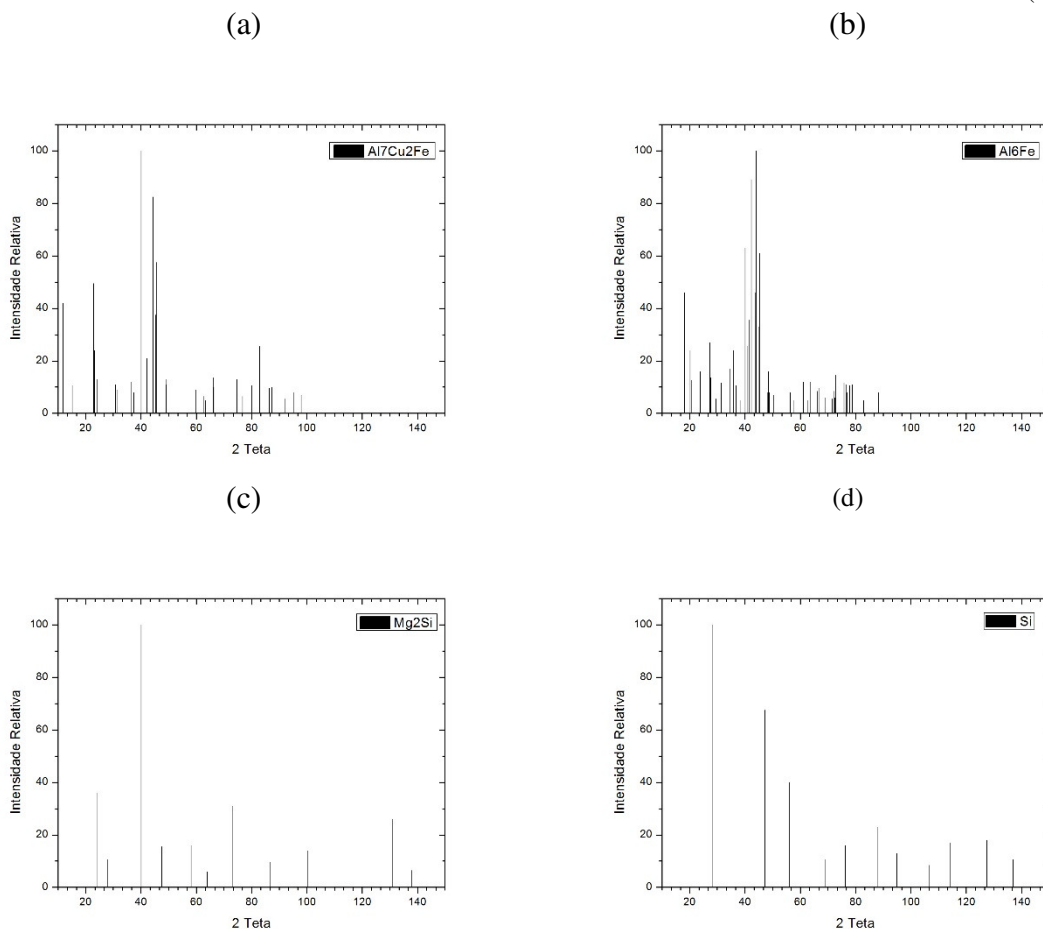
Nas amostras com nível de deformação entre 26% e 43% houve uma redução significativa no sinal de contagem e uma oscilação maior no ruído de fundo do espectro, quando comparada com as amostras como recebida e recozida (#0 e #1). A redução dos valores de contagem e o aumento do ruído pode ser atribuído ao encruamento do material e aumento dos campos de tensões internos. Outro fator que influencia na contagem e no ruído é o tamanho da área analisada, pois quanto menor a área, menor será o sinal de resposta. Contudo, nestes casos essa hipótese foi descartada, pois todas as amostras foram confeccionadas com tamanho suficiente para cobrir toda a área iluminada pelo feixe de raios-X durante os ensaios de difratometria e, após o processo de compressão, a área superficial aumentou proporcionalmente ao nível de deformação sofrido.

Nas amostras com nível de deformação entre 50% e 64%, o espectro de difração apresentou um aumento no sinal de contagem proporcional ao nível de deformação plástica. A maior definição dos picos no espectro de difração também pode ser atribuída à reorganização cristalográfica da amostra.

Na Figura 20 são apresentados os espectros de difração simulados das principais fases encontradas nas ligas de alumínio da série 7XXX. Observa-se que os principais precipitados encontrados na liga de alumínio 7075, $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, $\text{Al}_6(\text{FeCu})$ e Mg_2Si , apresentam picos de máxima intensidade entre 40° e 45° ; enquanto que para os dispersóides, Al_2CuMg , MgZn_2 e Al_2Cu , os picos de maior intensidade ocorrem em torno de 20° e entre 35° e 47° (MACKENZIE, TOTTEN, 2006; ANDRZEJEWSKI, JAKUBOWICZ, BOROWSKI, 2016). Nos difratogramas da Figura 18 é possível observar pequenos picos de difração em torno dessa faixa nas amostras deformadas, contudo, devido à proximidade dos picos e à baixa intensidade deles, esta técnica não se mostrou a mais eficiente para identificar os precipitados presentes na liga. Para a identificação dos precipitados foi utilizada a técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) com EDS acoplado.

Figura 20 – Difratograma simulado de algumas das principais fases, possíveis de serem encontradas, em ligas de alumínio da série 7XXX: (a) $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$; (b) Al_6Fe ou $\text{Al}_6(\text{FeCu})$; (c) Mg_2Si ; (d) Si; (e) Al_2Cu ; (f) MgZn_2 ; (g) Al_2CuMg ; (h) $\text{Al}_6\text{Cu}_2\text{Mg}_6\text{Si}$.

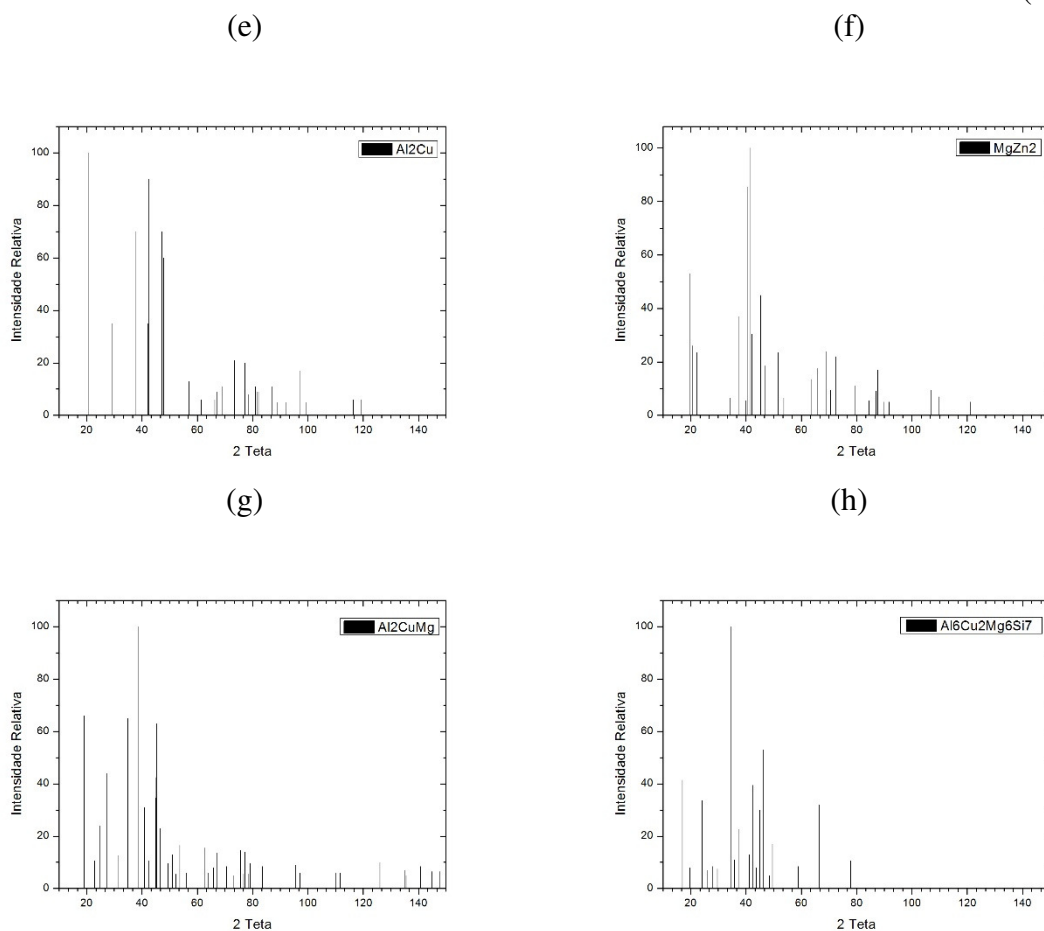
(continua)



Fonte: Adaptado de Mackenzie e Totten (2006)

Figura 20 – Difratoograma simulado de algumas das principais fases, possíveis de serem encontradas, em ligas de alumínio da série 7XXX: (a) $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$; (b) Al_6Fe ou $\text{Al}_6(\text{FeCu})$; (c) Mg_2Si ; (d) Si ; (e) Al_2Cu ; (f) MgZn_2 ; (g) Al_2CuMg ; (h) $\text{Al}_6\text{Cu}_2\text{Mg}_6\text{Si}_7$.

(conclui)



Fonte: Adaptado de Mackenzie e Totten (2006)

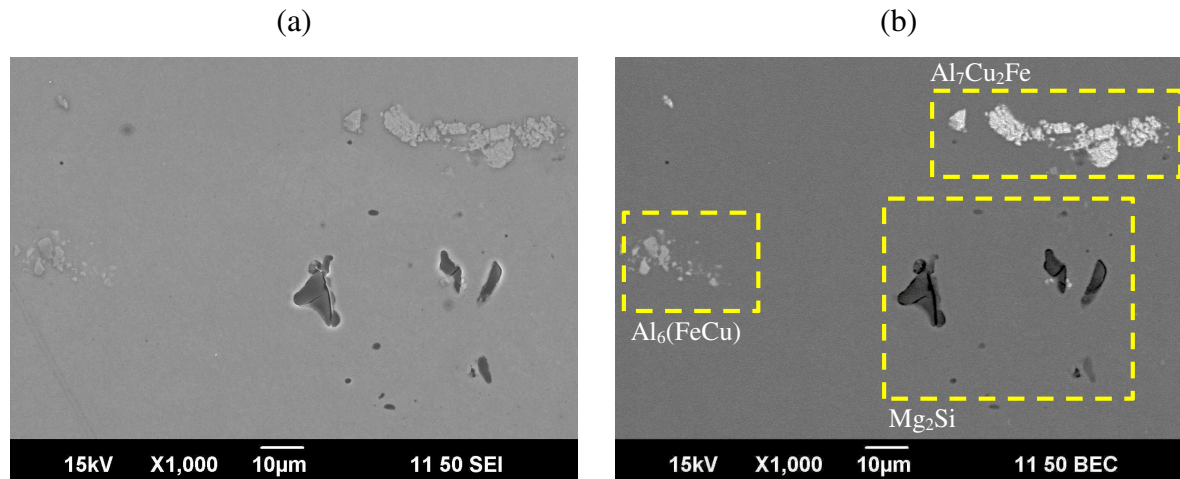
4.4 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL POR MEIO DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA

4.4.1 Identificação dos precipitados por Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

Na Figura 21 são apresentadas imagens em elétrons secundários e elétrons retroespalhados dos precipitados presentes na liga de alumínio 7075. Três tipos de precipitados foram encontrados. Nas imagens por elétrons retroespalhados, obteve-se um melhor contraste entre os precipitados, sendo possível diferenciar os precipitados pelos tons de cinza: cinza claro, médio e escuro. Os precipitados com diferentes valores médios de peso atômico são melhor

diferenciados nas imagens adquiridas por elétrons retroespalhados, pois as fases com maior peso atômico tendem a aparecer mais claras que as fases com menor peso atômico.

Figura 21 – Imagens adquiridas em MEV, exemplificando as características dos três tipos de precipitados encontrados nas amostras analisada: (a) imagem em elétrons secundários; (b) imagem em elétrons retroespalhados.



Fonte: Produção do próprio autor

As análises por EDS foram realizadas em duas amostras, uma na condição recozida e a outra deformada a 26%, totalizando 180 medições para avaliar as possíveis composições químicas dos precipitados observados.

O resultado da análise composicional obtido por EDS indicou a presença de três tipos de precipitados: dois contendo ferro e cobre como elementos químicos principais e um contendo magnésio e silício. Os precipitados contendo ferro e cobre diferenciaram entre si pela proporção destes elementos na fase; em um foi observado um alto teor de ferro em relação ao cobre, enquanto no outro o teor de cobre se sobressaiu ao do ferro. O resultado da análise por EDS é apresentado na Tabela 8, e os espectros de energia dispersiva correspondentes a cada tipo de fase identificada são apresentados na Figura 22.

Tabela 8 – Resultado da análise por EDS nos precipitados da liga de alumínio 7075.

Precipitados Cinza Claro		Precipitados Cinza Médio		Precipitados Cinza Escuro		Matriz	
Elemento	at%	Elemento	at%	Elemento	at%	Elemento	at%
Al	81,4	Al	84,6	Al	28,1	Al	94,0
Fe	4,6	Fe	9,0	Mg	46,4	Cu	0,6
Cu	10,6	Cu	3,1	Si	25	Zn	2,5
Zn	1,9	Zn	1,8	Zn	0,5	Mg	2,7
Mg	1,4	Mg	1,1			Cr	0,1
Cr	0,1	Mn	0,1				
		Cr	0,3				

Fonte: Produção do próprio autor

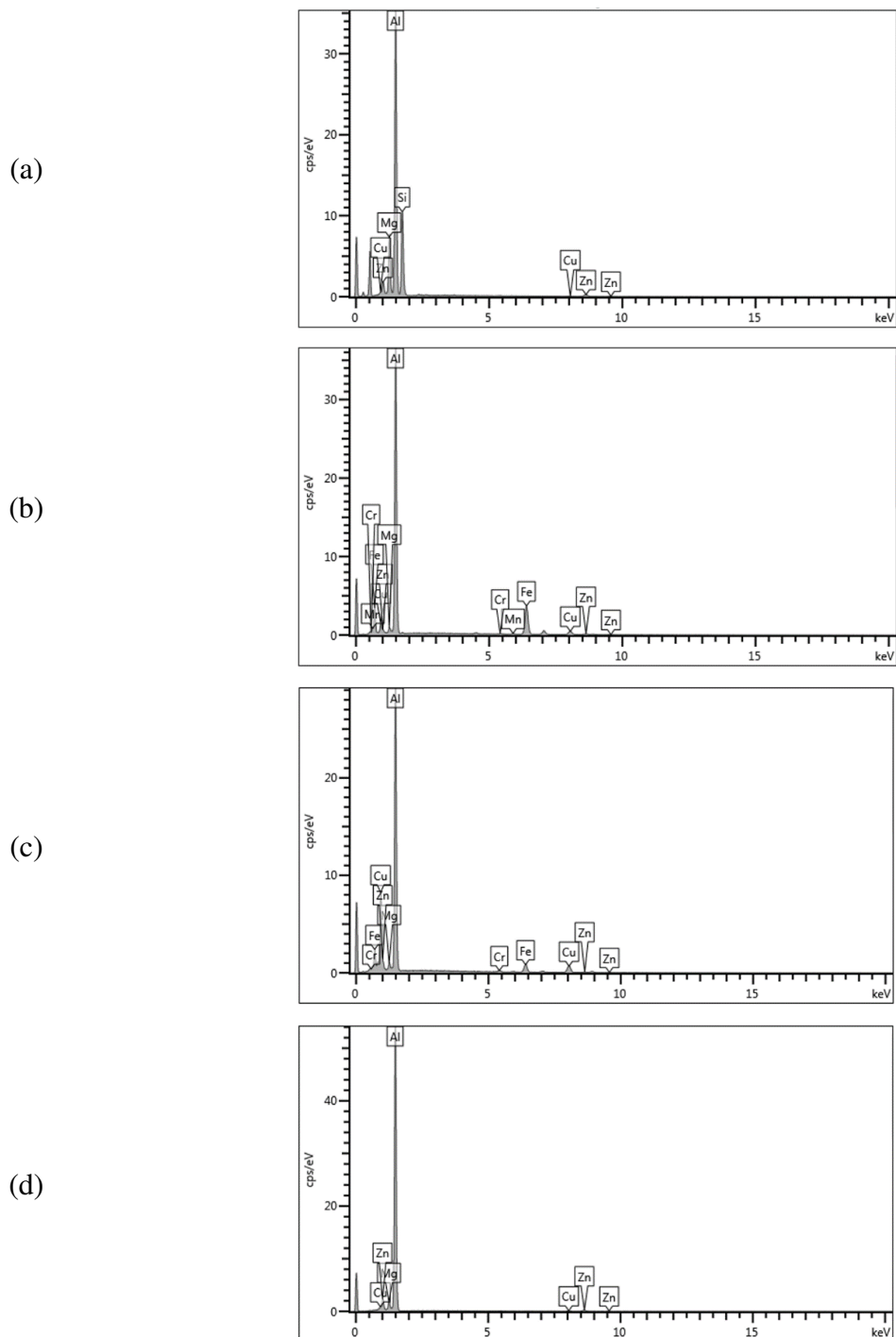
Cada um dos três tipos de precipitados observados apresentou variações nos valores de sua composição. É esperado encontrar um alto valor de desvio padrão nos valores de composição das inclusões, pois estas são formadas a partir de impurezas no processo de fundição e a composição pode variar de uma área para a outra.

A dispersão dos valores também pode ser influenciada pelo volume de interação entre o feixe de elétrons e a amostra (GOLDSTEIN et al., 2003). Em análise de precipitados pequenos o volume de interação do feixe de elétrons pode abranger a vizinhança (precipitados conjugados e/ou matriz). Nestes casos, os elementos detectados corresponderão a uma média dos elementos presentes do volume de interação entre o feixe de elétrons e a amostra.

Os precipitados de coloração cinza claro apresentaram alumínio, cobre e ferro como elementos principais, tendo o teor de cobre superior ao de ferro a uma razão aproximada entre os pesos atômicos (at%) de 2:1, respectivamente. A razão mensurada confere com a razão dos precipitados de Al_7Cu_2Fe . O alto teor de alumínio e a presença de outros elementos químicos nas medidas de EDS podem ser atribuídos à matriz envolta dos precipitados.

Os precipitados em tons de cinza médio apresentaram alumínio, ferro e cobre como elementos principais e uma razão entre os pesos atômicos (at%) do ferro e do cobre de aproximadamente 3:1, o que se aproxima da razão dos precipitados de $Al_{23}Fe_4Cu$, também conhecido como $Al_6(FeCu)$. Quando analisada a razão entre os pesos atômicos do alumínio em relação ao ferro e cobre observou-se uma razão de aproximadamente 5:1, respectivamente. Para essa avaliação foram desconsiderados os precipitados pequenos, devido à influência da matriz nos valores médios dos elementos químicos.

Figura 22 – Espectros de energia dispersiva, da matriz e precipitados: (a) cinza escuro, Mg_2Si ; (b) cinza médio, $Al_6(FeCu)$; (c) cinza claro, Al_7Cu_2Fe ; (d) matriz.



Fonte: Produção do próprio autor

Parte dos precipitados de alumínio, ferro e cobre apresentaram traços de níquel. Aproximadamente 15% dos precipitados ricos em ferro apresentaram traços de níquel, de até 0,3 at%, os resultados das análises por EDS nestes precipitados está apresentado na Tabela 9. Segundo Zolotarevsky et al. (2007) o Ni pode substituir até 6,5 – 6,8% do Fe na fase Al_7Cu_2Fe

e apresenta uma solubilidade apreciável na fase $Al_6(FeCu)$. Já a solubilidade do Fe na fase Al_2Cu_2Ni não ultrapassa 1% e a solubilidade do Cu na fase Al_2FeNi não ultrapassa 2,5%.

Tabela 9 – Resultado da análise por EDS nos precipitados ricos em ferro com traços de níquel em sua composição.

Precipitados Cinza Claro		Precipitados Cinza Médio	
Elemento	at%	Elemento	at%
Al	78,4	Al	79,9
Fe	6,3	Fe	12,4
Cu	13,6	Cu	3,3
Zn	1,1	Zn	1,4
Mg	0,3	Mg	2,1
Cr	0,1	Mn	0,2
Ni	0,3	Cr	0,5
		Ni	0,2

Fonte: Produção do próprio autor

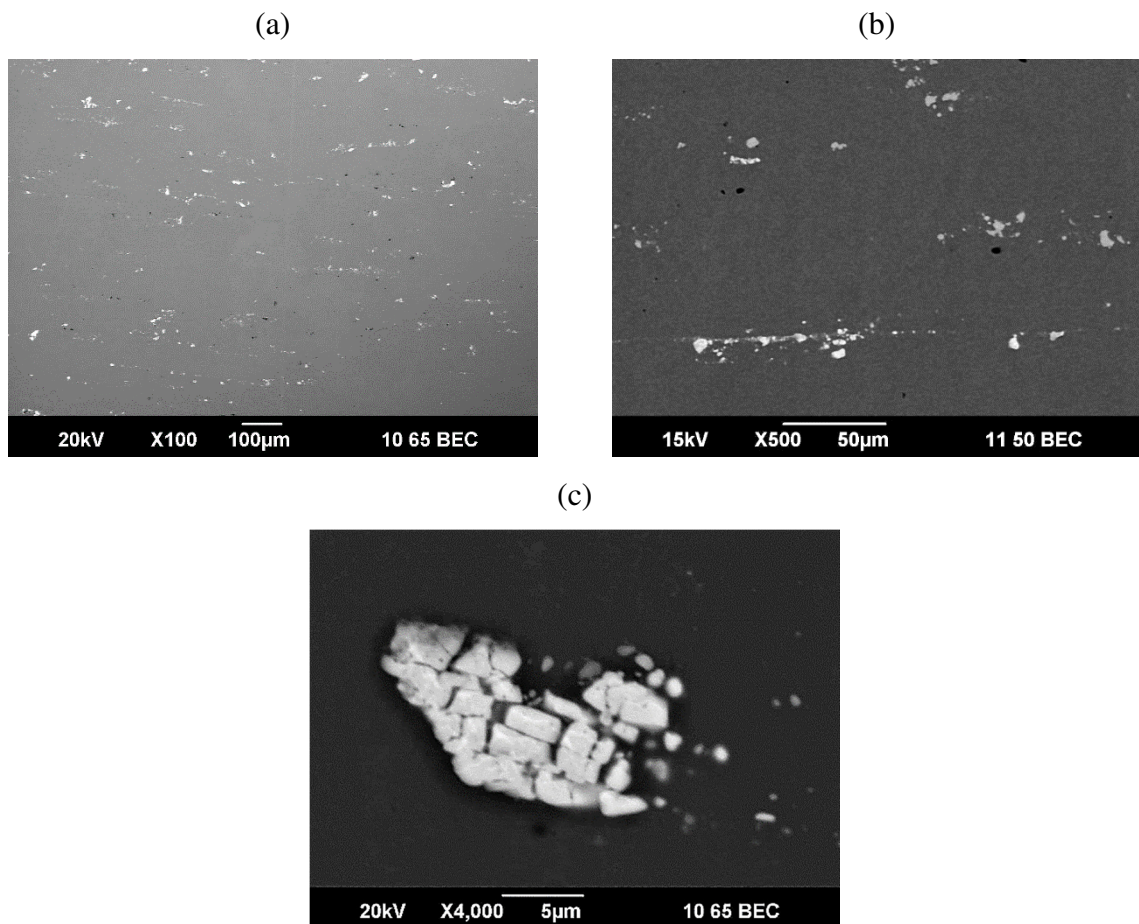
Os precipitados mais escuros indicaram magnésio e silício como elementos químicos principais. Foram encontrados precipitados com razão média entre os pesos atômicos de 2:1 de magnésio e silício, respectivamente, o que corresponde ao composto Mg_2Si ; e também foram encontrados precipitados com uma razão média entre os pesos atômicos (at%) de 1:3 de magnésio e silício, respectivamente. Binesh e Aghaie-Khafri (2015) também encontrou teores de silício acima do teores de magnésio, e associou essas fases com uma fase eutética de alumínio silício. Segundo Binesh e Aghaie-Khafri (2015) a segregação do Si nos contornos de grãos altera a composição química dos contornos deixando-a próxima da composição eutética do Al-Si. Uma terceira hipótese seria uma fase de Mg_2Si associada a impurezas de silício. Entretanto, não foi concluído se a fase 1:3 de magnésio e silício é um composto de Mg_2Si com impureza ou uma fase eutética de alumínio silício.

4.4.2 Análise morfológica dos precipitados

Para facilitar a tratativa dos tipos de precipitados encontrados nesta liga, os precipitados de $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ e de $\text{Al}_{23}\text{Fe}_4\text{Cu}$ serão referenciados como “precipitados ricos em ferro”.

Os precipitados ricos em ferro predominaram nas imagens feitas em MEV e apresentaram morfologia facetada e irregular. De forma geral, os precipitados se mostraram fragmentados e orientados conforme o sentido de laminação da chapa, Figura 23. Conforme reportado por Payne et al. (2010) e Singh et al. (2014) estes precipitados apresentam um módulo de elasticidade superior ao da matriz. O maior módulo de elasticidade, implica numa maior fragilidade, favorecendo a fragmentação dos precipitados durante os processos de deformação plástica.

Figura 23 – Aspecto geral da distribuição dos precipitados: (a) 100x; (b) 500x; e (c) 4000x.

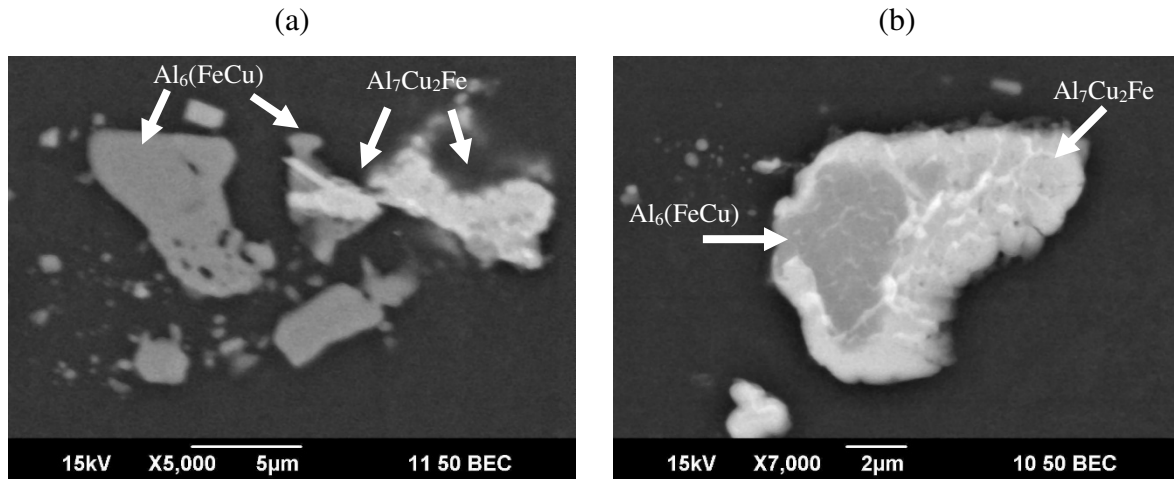


Fonte: Produção do próprio autor

Nas amostras visualizadas em MEV, utilizando detector de elétrons retroespalhados, observou-se que os precipitados ricos em ferro apresentaram algumas ocorrências com

nucleações adjacentes e também de estruturas combinadas em uma mesma partícula, Figura 24(a) e (b) respectivamente.

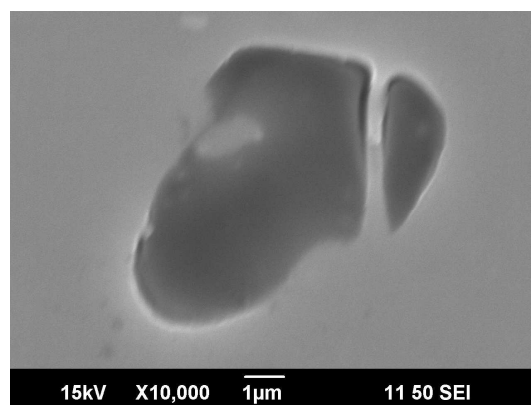
Figura 24 – Precipitados de alumínio, cobre e ferro: (a) com nucleação adjacente; (b) com estrutura combinada.



Fonte: Produção do próprio autor

Os precipitados de magnésio e silício apresentaram morfologia esferoidal com maior espaçamento entre si e menor frequência de ocorrência quando comparados com os precipitados ricos em ferro, Figura 25.

Figura 25 – Precipitados de magnésio e silício.

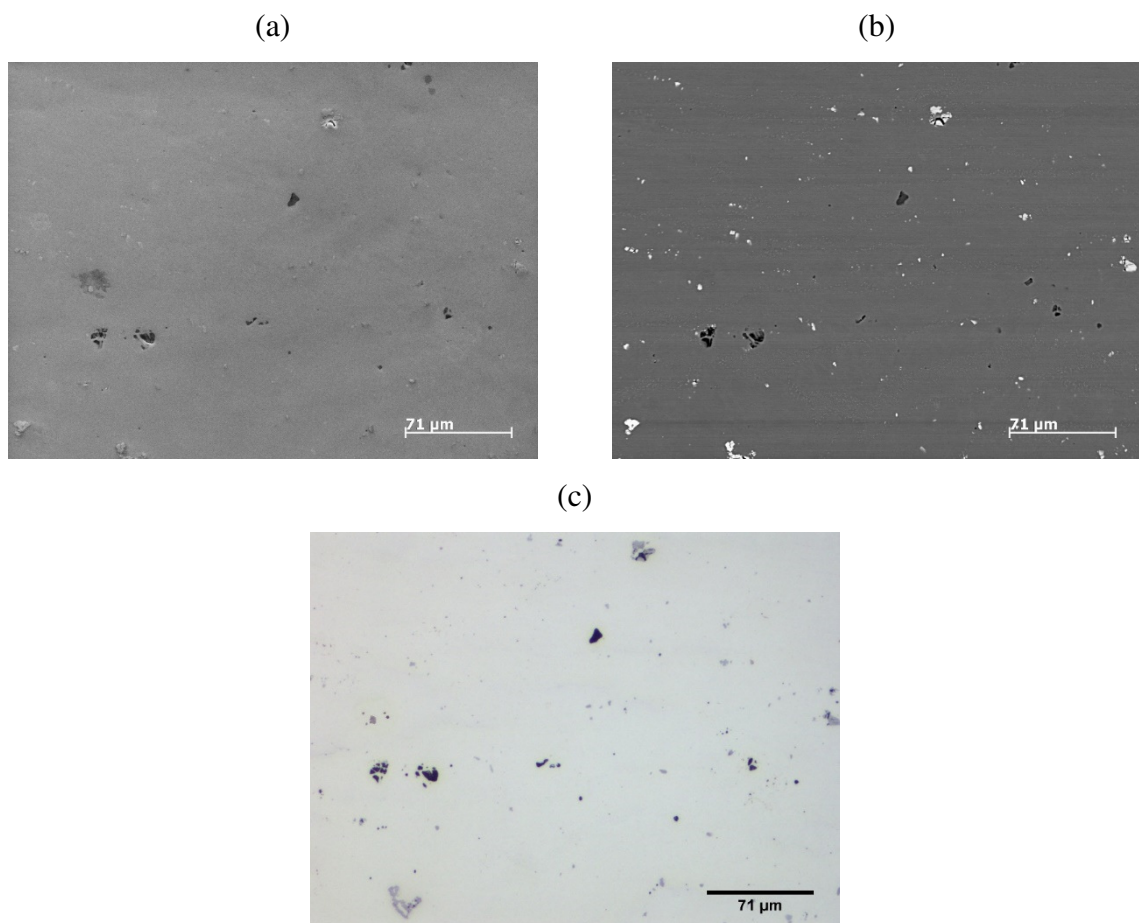


Fonte: Produção do próprio autor

4.4.3 Análise correlativa

Nas Figuras 26 a 28 são apresentadas as imagens obtidas para a análise correlativa entre as técnicas de MEV e MO. Na Figura 19, são comparadas as imagens obtidas por MEV, por elétrons secundários e elétrons retroespalhados, e em MO, por iluminação em campo claro.

Figura 26 – Aspecto geral da distribuição dos precipitados, imagens adquiridas em: (a) MEV por elétrons secundários; (b) MEV por elétrons retroespalhados; (c) MO em campo claro e sem filtro.



Fonte: Produção do próprio autor

As imagens adquiridas em MEV por elétrons secundários apresentaram um bom contraste entre a fase de magnésio e silício com as fases ricas em ferro, contudo o contraste entre as fases ricas em ferro, $\text{Al}_6(\text{FeCu})$ e $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, não foi perceptível, pois ambas apresentaram tons de cinza próximo ao tom da matriz.

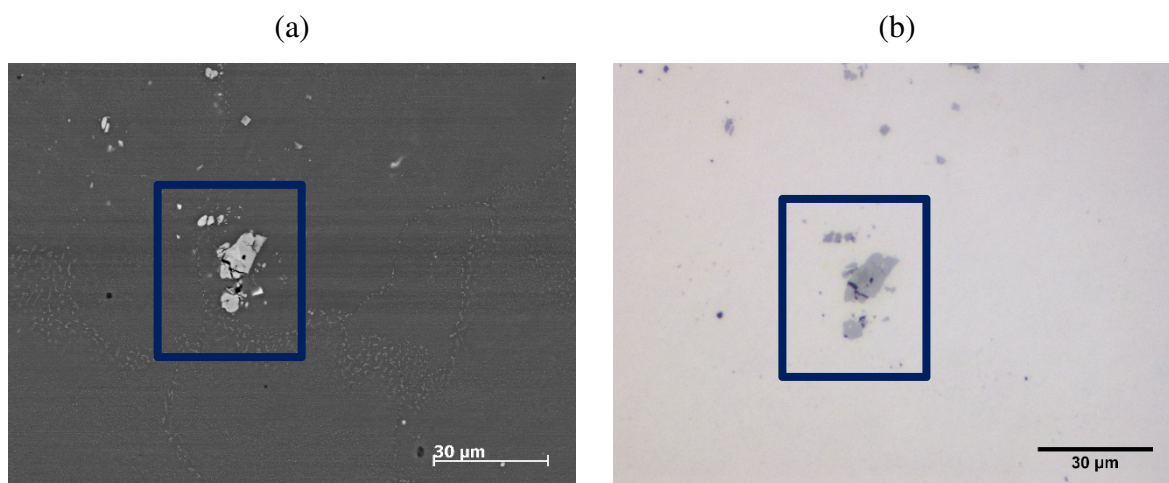
Por meio da técnica de elétrons retroespalhados, obteve-se o melhor contraste entre os três tipos de precipitados ($\text{Al}_6(\text{FeCu})$, $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ e Mg_2Si). Conforme já abordado no Tópico

4.4.1, a imagem formada por elétrons retroespalhados é influenciada pelo peso atômico e densidade da fase (GOLDSTEIN et al., 2003). A fase de magnésio e silício apresentou um tom de cinza mais escuro que a matriz de alumínio, e as fases ricas em ferro apresentaram tons de cinza mais claros que a matriz. Entre as fases ricas em ferro, a Al_7Cu_2Fe apresentou o tom de cinza mais claro que a fase $Al_6(FeCu)$. Nas Figuras 27 e 28 é apresentada em detalhe a correlação entre os aspectos visuais dos precipitados ricos em ferro, entre as imagens em retroespalhados e por MO.

A técnica de MO proporcionou um bom contraste entre as fases precipitadas, com coloração compatível com a descrita na Tabela 4 (VANDER VOORT, 1991) para os precipitados encontrados nessa liga. Observou-se um tipo de precipitado escuro, tendendo ao preto, e dois tipos de precipitados acinzentados: cinza claro e cinza médio.

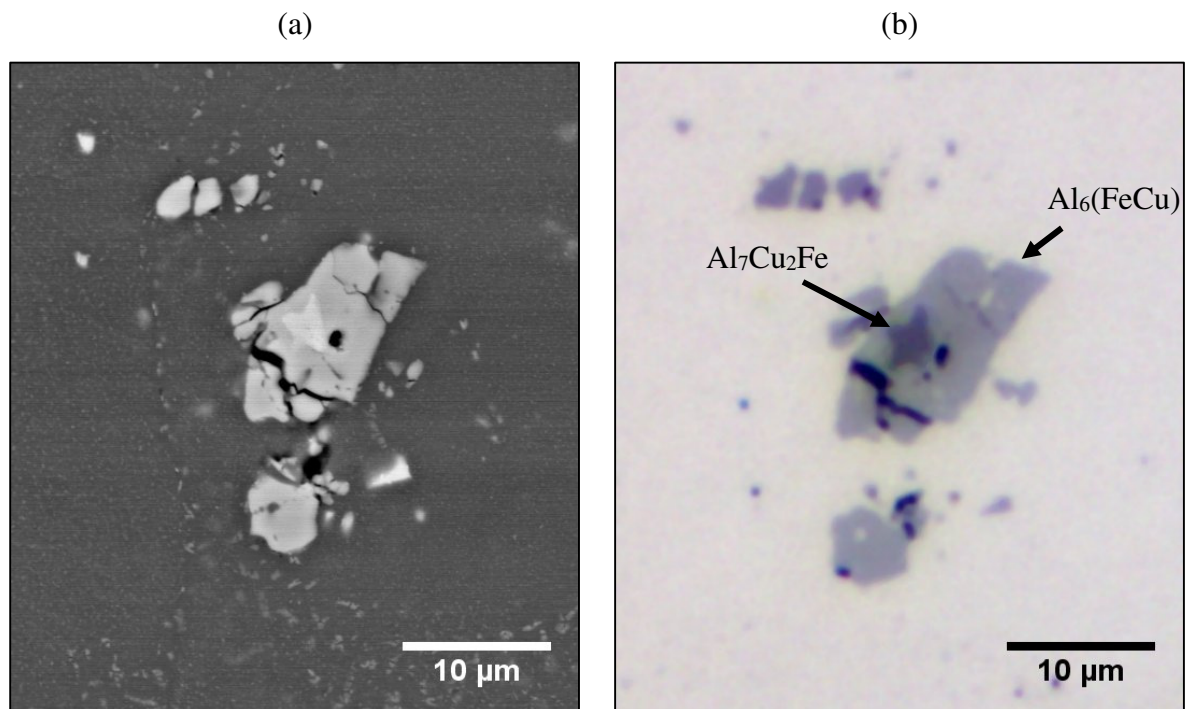
Com base nos resultados obtidos por EDS (Tópico 4.4.1) e a correlação entre as imagens em MEV por elétrons retroespalhados com as imagens em MO em campo claro, observou-se que os precipitados pretos são de magnésio e silício, e os precipitados acinzentados são os precipitados ricos em ferro, os cinzas claros correspondem aos precipitados $Al_6(FeCu)$ e os cinza médio aos precipitados Al_7Cu_2Fe . Contudo, a diferença entre os tons de cinza dos dois tipos de precipitados rico em ferro é sutil ao ponto de inviabilizar sua segregação por processamento digital de imagens.

Figura 27 – Precipitados rico em ferro com estrutura combinada, imagens adquiridas em: (a) MEV por elétrons retroespalhados; (b) MO em campo claro e sem filtro.



Fonte: Produção do próprio autor

Figura 28 – Precipitados rico em ferro com estrutura combinada, em detalhe, imagens adquiridas em: (a) MEV por elétrons retroespalhados; (b) MO em campo claro e sem filtro.



Fonte: Produção do próprio autor

4.5 ANÁLISE MORFOLÓGICA DOS PRECIPITADOS POR MEIO DE MICROSCOPIA ÓPTICA

Com base nos resultados obtidos por meio das técnicas de microscopia eletrônica, MEV e EDS, foi possível identificar e caracterizar os tipos e as morfologias dos precipitados existentes na liga de alumínio 7075; estes resultados aliados aos resultados da análise de microscopia correlativa, onde foi estabelecido um padrão de correlação entre os tipos de precipitados e os seus aspectos visuais quando observados por MO, permitiram desenvolver uma rotina de processamento digital de imagens para avaliar os parâmetros morfológicos de cada tipo de precipitado em função do grau de deformação plástica.

Visto que a diferença de tonalidade entre os dois tipos de precipitados ricos em ferro é muito sutil, o desenvolvimento da rotina limitou-se em separar os precipitados ricos em ferro dos precipitados de magnésio e silício para a medição dos parâmetros morfológicos.

4.5.1 Análise morfológica dos precipitados ricos em ferro

Após o processamento de limiarização dos precipitados, por processamento digital de imagens, foi realizada uma análise qualitativa entre os precipitados, nas imagens originais, e os objetos identificados após a limiarização. Observou-se que alguns objetos identificados como precipitados eram provenientes de ruídos. Ao comparar os parâmetros morfológicos (*roundness* e *solidity*) da população de objetos provenientes de ruídos com os parâmetros dos precipitados, identificou-se que os objetos provenientes de ruídos ou apresentavam valores de *roundness* inferior a 0,2, ou valores de *solidity* inferior a 0,4; ou valores combinados de *roundness* e *solidity*, *roundness* inferior a 0,5 e *solidity* inferior a 0,6. Com base nos valores de *roundness* e *solidity* os objetos provenientes de ruídos foram filtrados da análise.

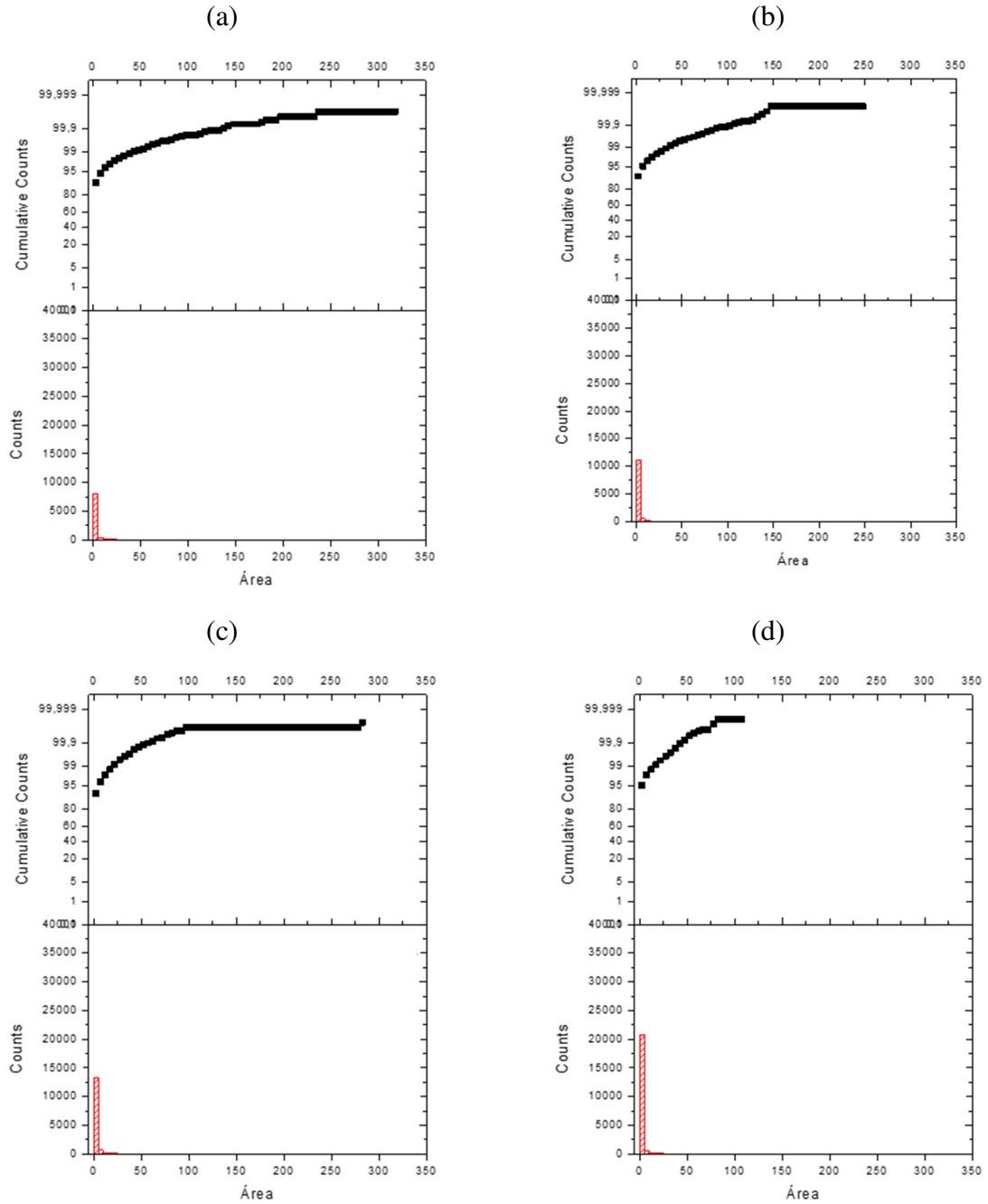
Na Figura 29 são apresentados os histogramas da população dos precipitados ricos em ferro em função da área e a sua distribuição acumulada. Independente do grau de deformação sofrido pelas amostras, a população de precipitados ricos em ferro com área de até $0,5 \mu\text{m}^2$ varia entre 40 e 60%, para precipitados com área de até $2 \mu\text{m}^2$ a população varia entre 80 e 85%, e para precipitados com área de até $5 \mu\text{m}^2$ a população varia entre 85 e 95%.

Na amostra recozida e na amostra deformada a 26% os maiores precipitados encontrados apresentam área entre 250 e $300 \mu\text{m}^2$, esse tamanho reduz para valores entre 120 e $160 \mu\text{m}^2$ nas amostras com deformação entre 39 e 57%, e diminui para valores abaixo de $100 \mu\text{m}^2$ quando deformadas a 59 e 64%. O aumento no número de precipitados e a redução do seu tamanho médio se deve à quebra dos precipitados durante o processo de deformação plástica.

Em uma análise qualitativa, observou-se que os precipitados com tamanho em área superior a $5 \mu\text{m}^2$ apresentavam aspectos mais facetados que os com áreas inferiores a $5 \mu\text{m}^2$. Desta forma, para melhor caracterização dos precipitados os seus parâmetros morfológicos foram analisados separadamente para as populações com tamanho entre 0 e $5 \mu\text{m}^2$, e acima de $5 \mu\text{m}^2$.

Figura 29 – Histogramas com distribuição acumulada da área (μm^2) dos precipitados: (a) #0, como recebida; (b) #1, recozida; (c) #2, 26%; (d) #3, 39%; (e) #4, 43%; (f) #5, 50%; (g) #6, 57%; (h) #7, 59%; (i) #8, 64%.

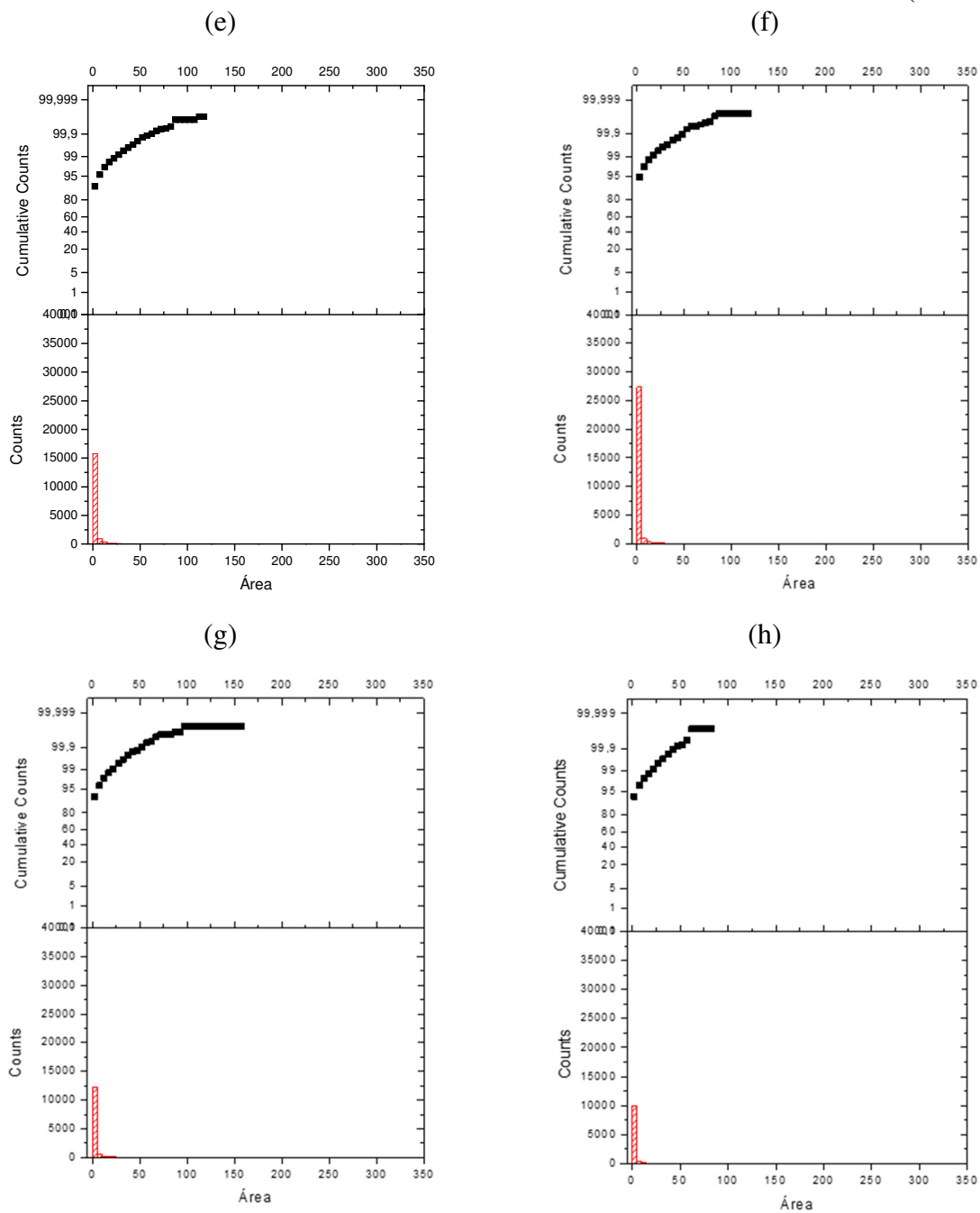
(continua)



Fonte: Produção do próprio autor

Figura 29 – Histogramas com distribuição acumulada da área (μm^2) dos precipitados: (a) #0, como recebida; (b) #1, recozida; (c) #2, 26%; (d) #3, 39%; (e) #4, 43%; (f) #5, 50%; (g) #6, 57%; (h) #7, 59%; (i) #8, 64%.

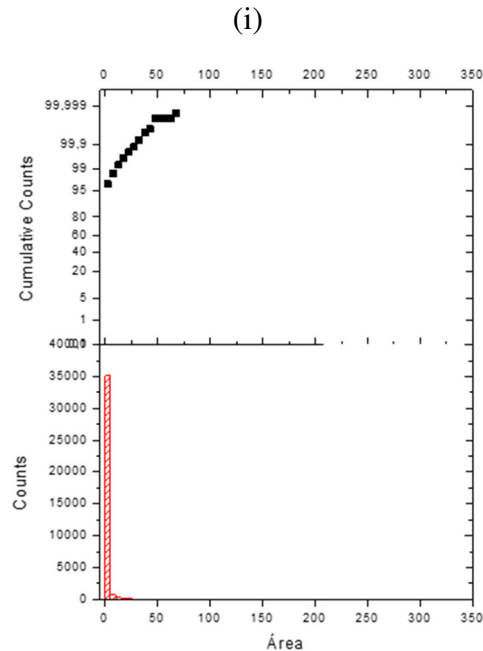
(continua)



Fonte: Produção do próprio autor

Figura 29 – Histogramas com distribuição acumulada da área (μm^2) dos precipitados: (a) #0, como recebida; (b) #1, recozida; (c) #2, 26%; (d) #3, 39%; (e) #4, 43%; (f) #5, 50%; (g) #6, 57%; (h) #7, 59%; (i) #8, 64%.

(conclui)



Fonte: Produção do próprio autor

Nas Figuras 30 e 31 são apresentados os valores médios de circularidade dos precipitados encontrados em cada amostra e os seus histogramas.

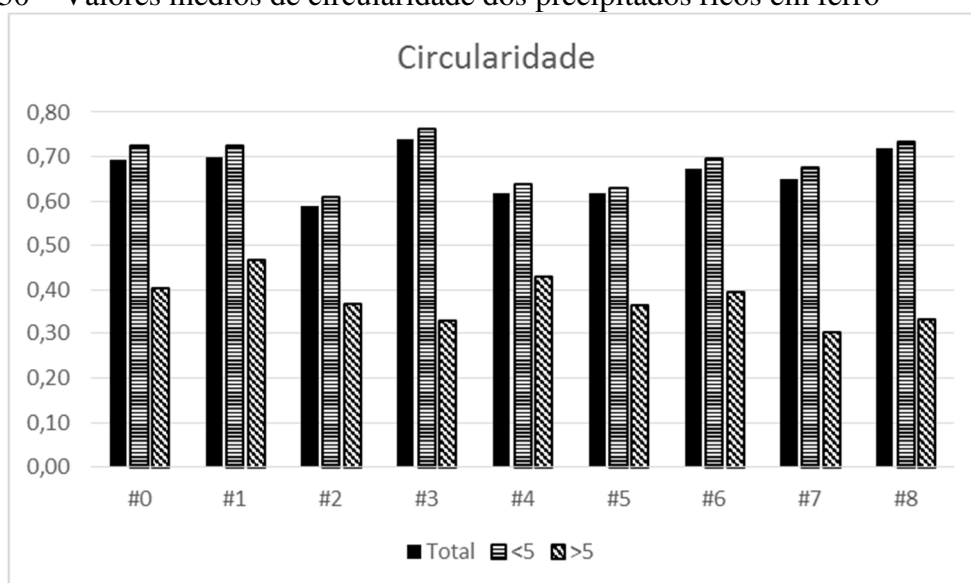
Na amostra com 26% de deformação plástica foi observada uma redução no valor médio da circularidade nas duas populações de precipitados, com área menor que $5 \mu\text{m}^2$ ou com área maior que $5 \mu\text{m}^2$, em relação às amostras sem deformação. Nos níveis seguintes de deformação, as amostras apresentaram uma tendência em aumentar o valor de circularidade para a população com área menor que $5 \mu\text{m}^2$, e em diminuir o valor de circularidade para a população com área maior que $5 \mu\text{m}^2$. Contudo, a tendência não apresenta uma linearidade, e os valores medidos na amostra deformada a 39% apresentaram uma variação maior em relação à amostra deformada a 26%, do que as amostras com deformações acima de 43%.

Por meio dos histogramas dos valores de circularidade de cada amostra é possível observar que, independentemente do nível de deformação, os precipitados com área inferior a $5 \mu\text{m}^2$ apresentam uma distribuição bimodal, um pequeno grupo de precipitados apresentam valores médios de circularidade entre 0,3 e 0,4, e um grupo com maior população apresentaram valores de circularidade entre 0,85 e 0,95; enquanto que os precipitados com área superior a

$5\mu\text{m}^2$ apresentam maior concentração de precipitados com valores de circularidade entre 0,1 e 0,4.

Por meio da análise dos valores de circularidade é possível observar que quanto maior o nível de fragmentação, maior é o número de facetas e menor a circularidade. Contudo, quando os fragmentos atingem um tamanho crítico, o excesso de facetas tende a aumentar a circularidade dos fragmentos.

Figura 30 – Valores médios de circularidade dos precipitados ricos em ferro

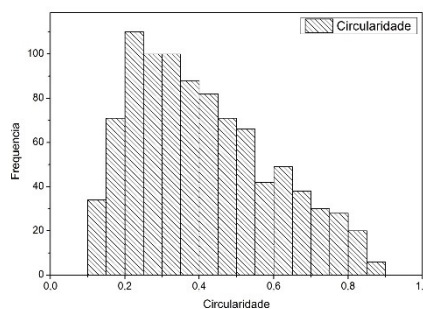
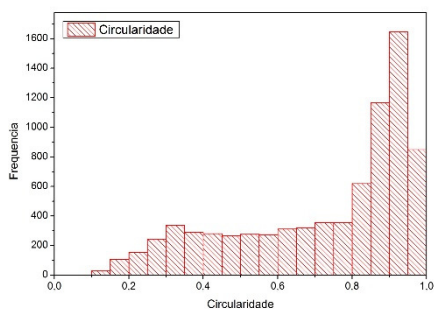


Fonte: Produção do próprio autor

Figura 31 – Histogramas dos valores de circularidade dos precipitados: (a) #0, como recebida; (b) #1, recozida; (c) #2, 26%; (d) #3, 39%; (e) #4, 43%; (f) #5, 50%; (g) #6, 57%; (h) #7, 59%; (i) #8, 64%. Os gráficos em vermelho representa a população de precipitados com área menor que $5\mu\text{m}^2$, e os gráficos em preto a população com área acima de $5\mu\text{m}^2$.

(continua)

(a)

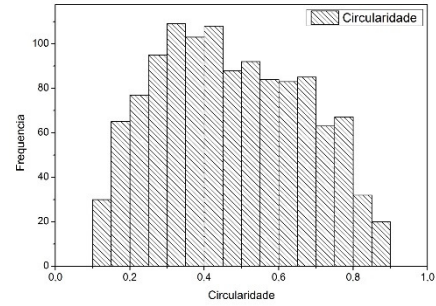
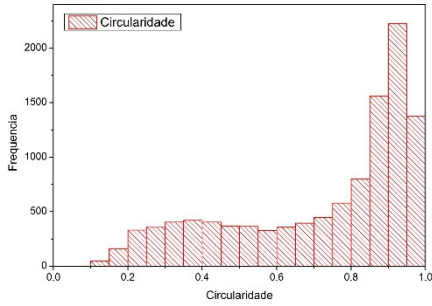


Fonte: Produção do próprio autor

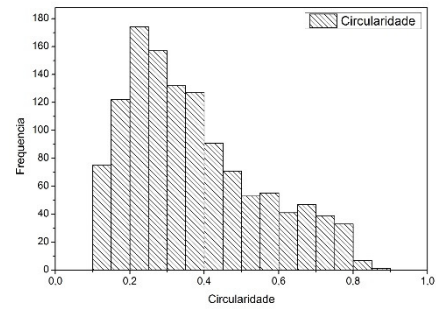
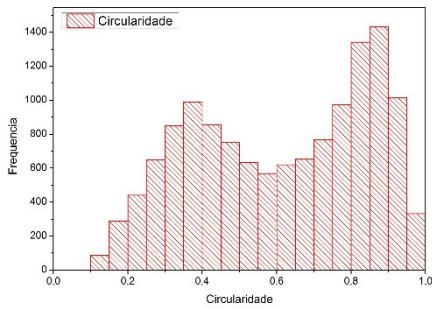
Figura 31 – Histogramas dos valores de circularidade dos precipitados: (a) #0, como recebida; (b) #1, recozida; (c) #2, 26%; (d) #3, 39%; (e) #4, 43%; (f) #5, 50%; (g) #6, 57%; (h) #7, 59%; (i) #8, 64%. Os gráficos em vermelho representa a população de precipitados com área menor que $5 \mu\text{m}^2$, e os gráficos em preto a população com área acima de $5 \mu\text{m}^2$.

(continua)

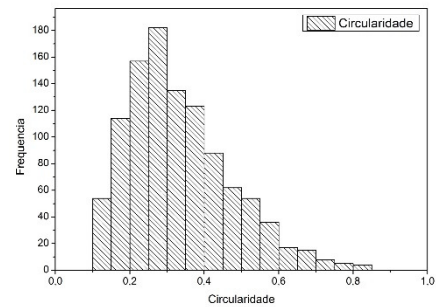
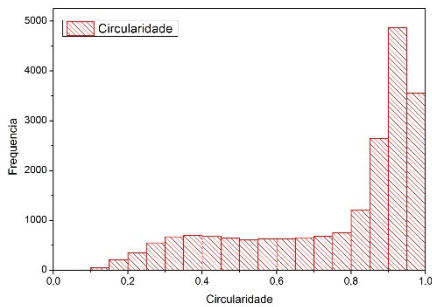
(b)



(c)



(d)



(e)

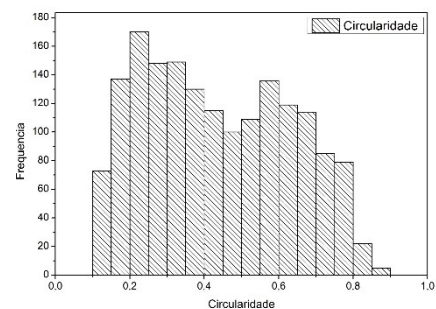
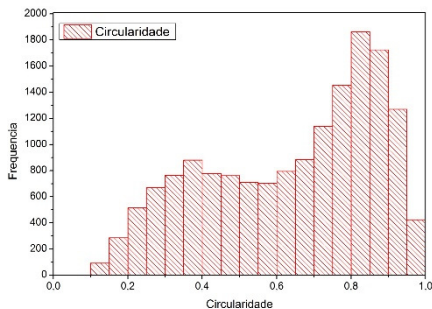
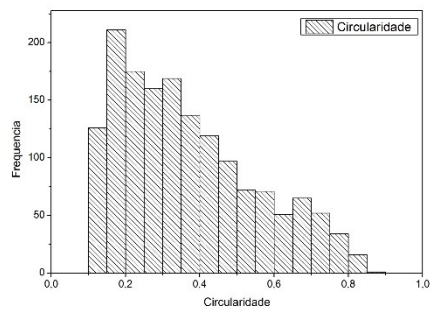
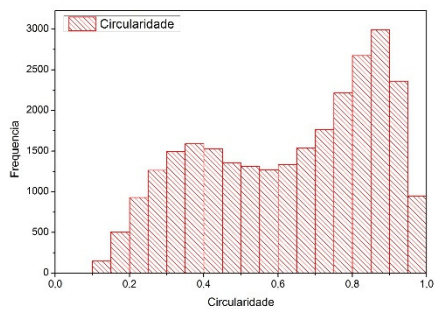


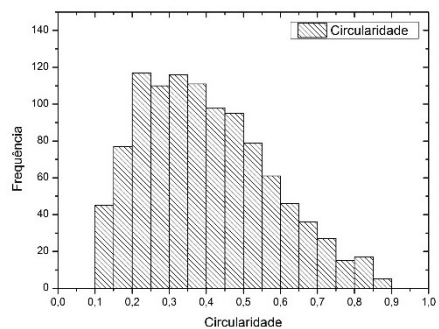
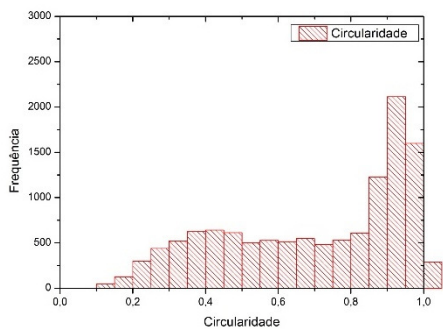
Figura 31 – Histogramas dos valores de circularidade dos precipitados: (a) #0, como recebida; (b) #1, recozida; (c) #2, 26%; (d) #3, 39%; (e) #4, 43%; (f) #5, 50%; (g) #6, 57%; (h) #7, 59%; (i) #8, 64%. Os gráficos em vermelho representa a população de precipitados com área menor que $5 \mu\text{m}^2$, e os gráficos em preto a população com área acima de $5 \mu\text{m}^2$.

(conclui)

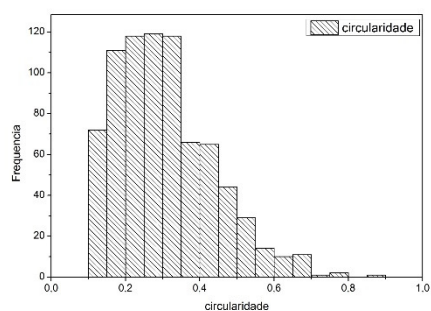
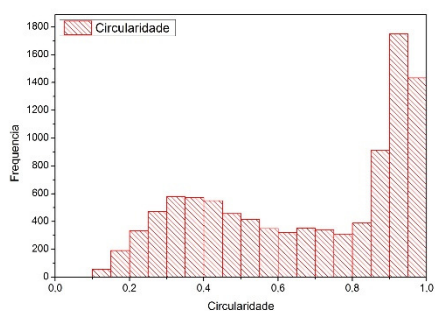
(f)



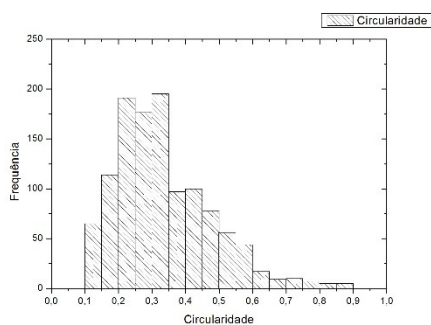
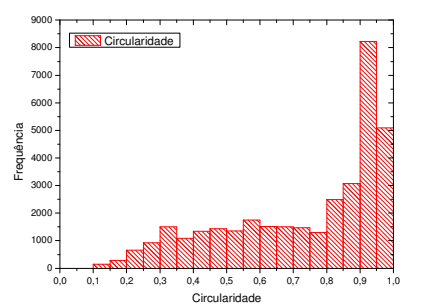
(g)



(h)



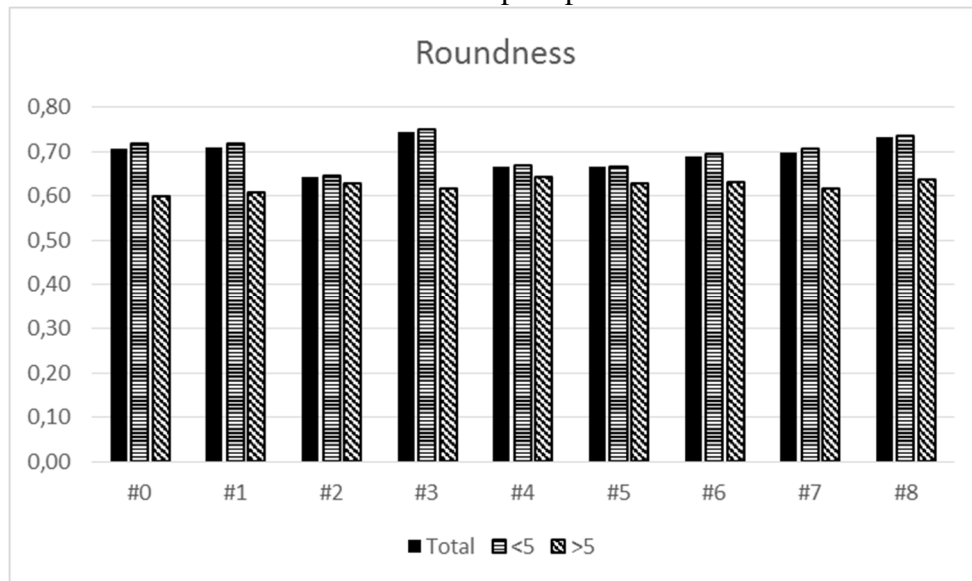
(i)



Fonte: Produção do próprio autor

Analisando os valores médios do parâmetro morfológico *roundness*, Figura 32, observou-se comportamento semelhante ao da circularidade, diferenciando-se apenas pela menor flutuação dos valores para a população com área maior que $5\mu\text{m}^2$, o que é esperado em função das semelhanças entre os conceitos matemáticos aplicado para calcular esses dois parâmetros.

Figura 32 – Valores médios de *roundness* dos precipitados ricos em ferro



Fonte: Produção do próprio autor

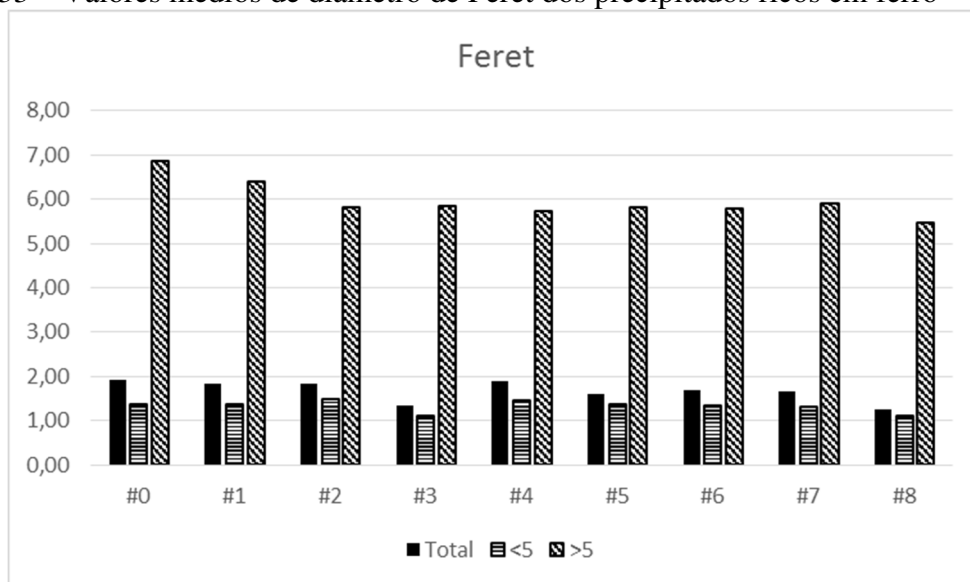
A análise do diâmetro de Feret dos precipitados com área acima de $5\mu\text{m}^2$ apresenta uma leve tendência de redução do valor de Feret entre as amostras não deformadas com as amostras deformadas. Contudo, entre as amostras deformadas, o valor médio do diâmetro de Feret apresenta uma flutuação, não apresentando uma tendência bem definida. Para os precipitados com área menor que $5\mu\text{m}^2$, o valor médio do diâmetro de Feret nas amostras deformadas diminui em relação as amostras sem deformação, mas não mostra relação com o nível de deformação sofrido pela amostra, Figura 33.

A análise dos histogramas mostra que para a população com área inferior a $5\mu\text{m}^2$ os valores de Feret se concentram entre 0,6 e $1,4\mu\text{m}$, enquanto que para a população com área superior a $5\mu\text{m}^2$ os valores de Feret se concentram entre 3 e $8\mu\text{m}$, Figura 34.

Analisando a evolução dos parâmetros morfológicos em função dos níveis de deformação observa-se que na amostra #3, deformada a 39%, os parâmetros de circularidade e *roundness* apresentam uma alteração significativa em relação à tendência observada; quando se compara a evolução dos parâmetros morfológicos com os difratogramas, observa-se que para esta amostra há uma alteração significativa na intensidade do pico do plano (311), levantando-se a

hipótese de que a possível ativação deste plano possa ter influenciado nos mecanismos de cisalhamento e consequentemente na quebra dos precipitados.

Figura 33 – Valores médios de diâmetro de Feret dos precipitados ricos em ferro

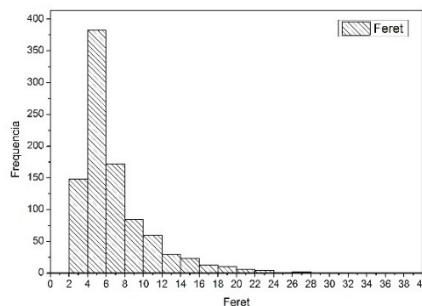
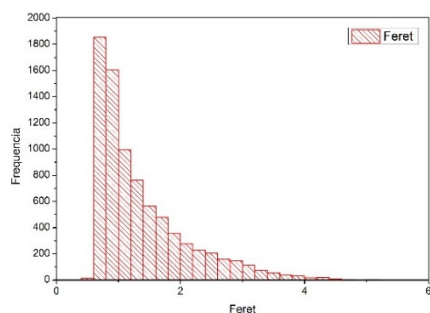


Fonte: Produção do próprio autor

Figura 34 – Histogramas dos valores diâmetro de Feret dos precipitados: (a) #0, como recebida; (b) #1, recozida; (c) #2, 26%; (d) #3, 39%; (e) #4, 43%; (f) #5, 50%; (g) #6, 57%; (h) #7, 59%; (i) #8, 64%. Os gráficos em vermelho representam a população de precipitados com área menor que $5 \mu\text{m}^2$, e os gráficos em preto a população com área acima de $5 \mu\text{m}^2$.

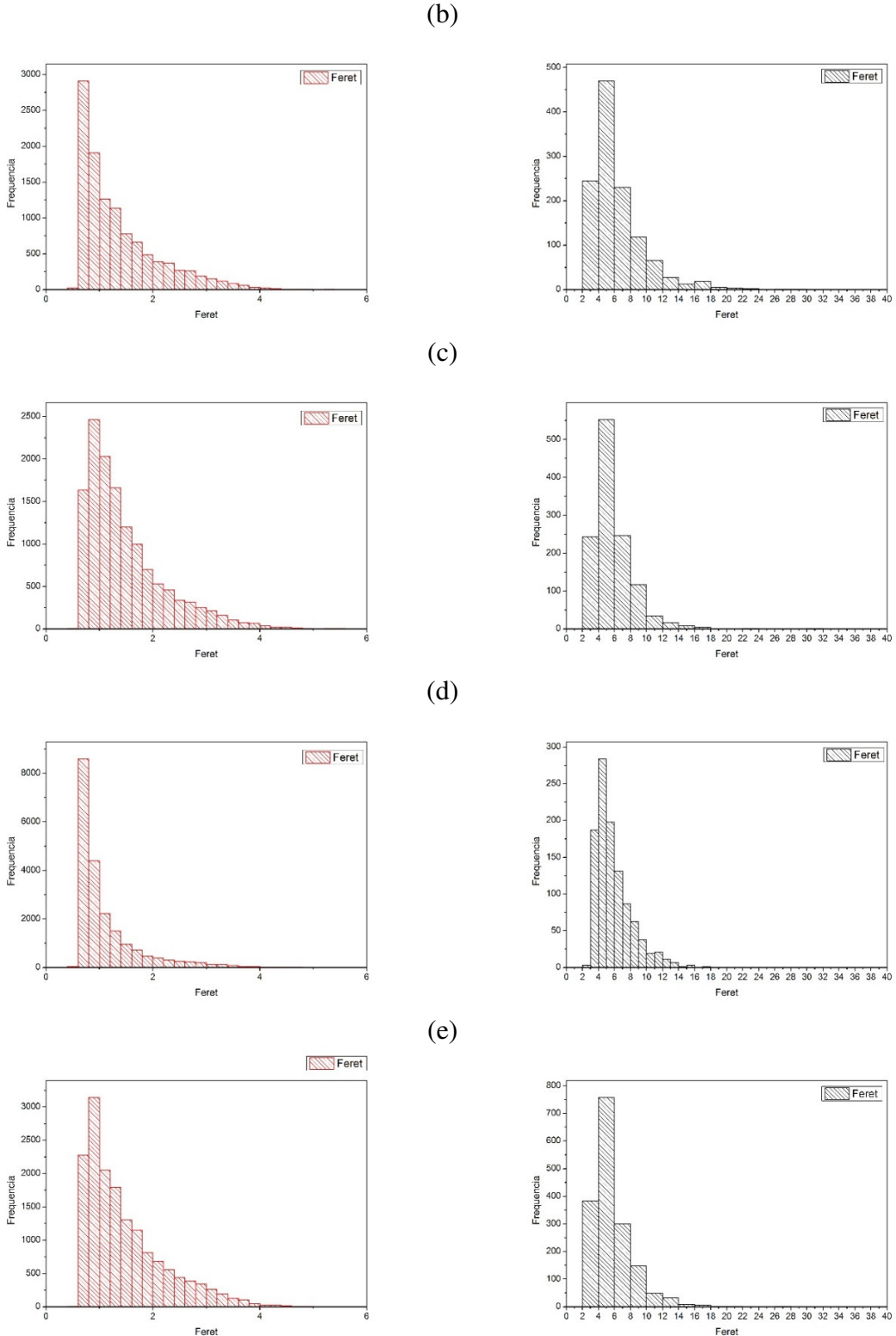
(continua)

(a)



Fonte: Produção do próprio autor

Figura 34 – Histogramas dos valores diâmetro de Feret dos precipitados: (a) #0, como recebida; (b) #1, recozida; (c) #2, 26%; (d) #3, 39%; (e) #4, 43%; (f) #5, 50%; (g) #6, 57%; (h) #7, 59%; (i) #8, 64%. Os gráficos em vermelho representam a população de precipitados com área menor que $5 \mu\text{m}^2$, e os gráficos em preto a população com área acima de $5 \mu\text{m}^2$. (continua)

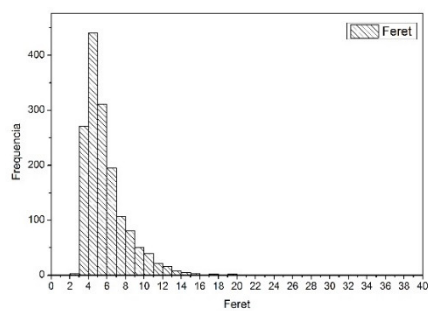
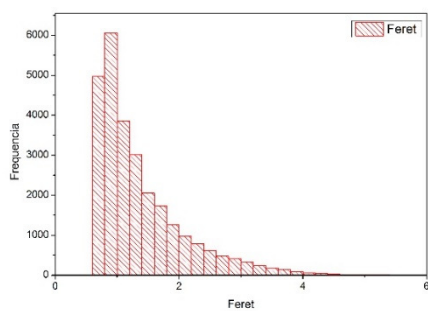


Fonte: Produção do próprio autor

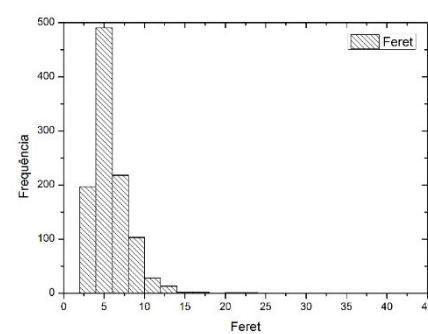
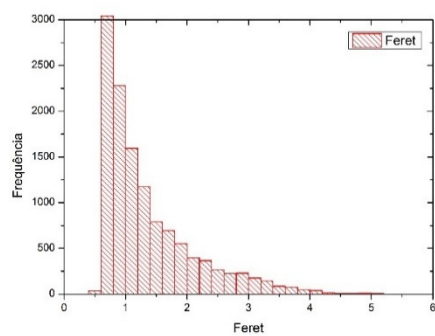
Figura 34 – Histogramas dos valores diâmetro de Feret dos precipitados: (a) #0, como recebida; (b) #1, recozida; (c) #2, 26%; (d) #3, 39%; (e) #4, 43%; (f) #5, 50%; (g) #6, 57%; (h) #7, 59%; (i) #8, 64%. Os gráficos em vermelho representam a população de precipitados com área menor que $5 \mu\text{m}^2$, e os gráficos em preto a população com área acima de $5 \mu\text{m}^2$.

(continua)

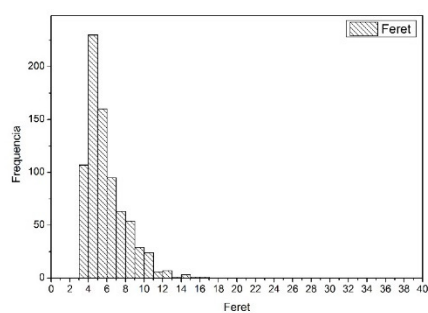
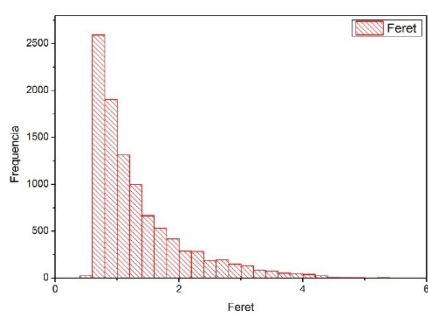
(f)



(g)



(h)

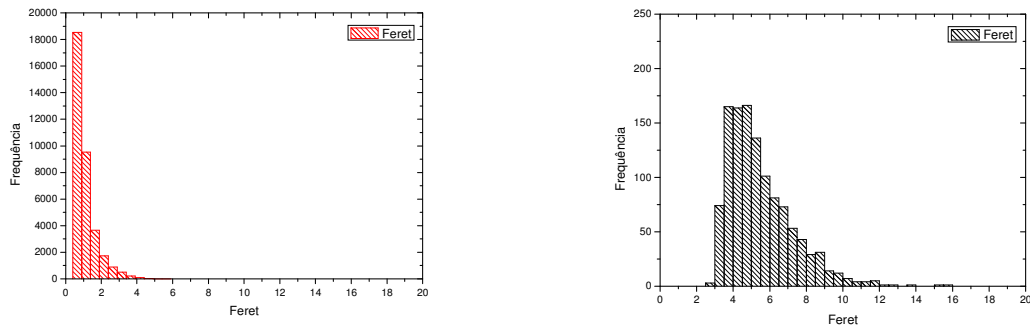


Fonte: Produção do próprio autor

Figura 34 – Histogramas dos valores diâmetro de Feret dos precipitados: (a) #0, como recebida; (b) #1, recozida; (c) #2, 26%; (d) #3, 39%; (e) #4, 43%; (f) #5, 50%; (g) #6, 57%; (h) #7, 59%; (i) #8, 64%. Os gráficos em vermelho representam a população de precipitados com área menor que $5 \mu\text{m}^2$, e os gráficos em preto a população com área acima de $5 \mu\text{m}^2$.

(conclui)

(i)



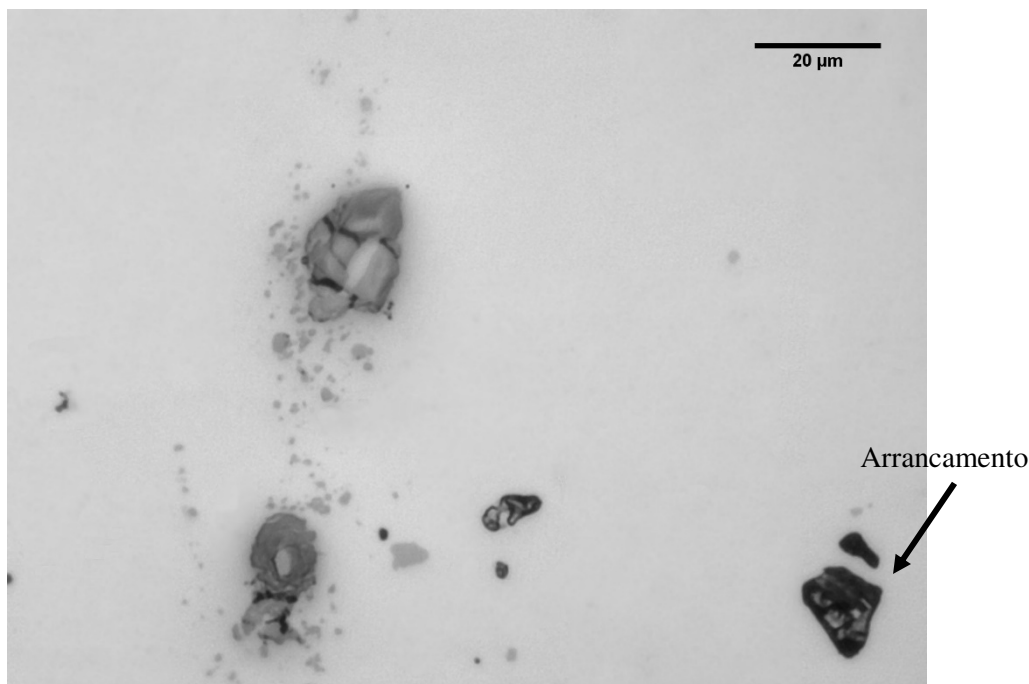
Fonte: Produção do próprio autor

4.5.2 Análise morfológica dos precipitados magnésio e silício

O processo de limiarização dos precipitados de magnésio e silício foi realizado por meio de uma rotina de processamento digital de imagens semelhante à de limiarização dos precipitados ricos em ferro. Para eliminar os objetos provenientes de ruídos nas imagens utilizou-se a mesma metodologia que foi aplicada para os precipitados ricos em ferro: *roundness* inferior a 0,2, ou valores de *solidity* inferior a 0,4; ou valores combinados de *roundness* e *solidity*, *roundness* inferior a 0,5 e *solidity* inferior a 0,6.

Após a limiarização, seguiu-se com uma análise qualitativa dos precipitados, onde se identificou que muitas das áreas delimitadas como precipitados de magnésio e silício eram cavidades geradas pelo arrancamento de precipitados. Na Figura 35 são apresentados precipitados de ferro em processo de arrancamento e cavidades já formadas. Por meio de uma análise visual nas oito amostras, identificou-se que a maioria das cavidades estavam próximas ou adjacentes a precipitados ricos em ferro e eram mais frequentes nas amostras que passaram pelo processo de deformação plástica; desta forma, é provável que a maioria das cavidades tenham sido geradas pela remoção dos precipitados ricos em ferro, por apresentarem menor coerência com a matriz.

Figura 35 – Precipitados em processo de arrancamento.



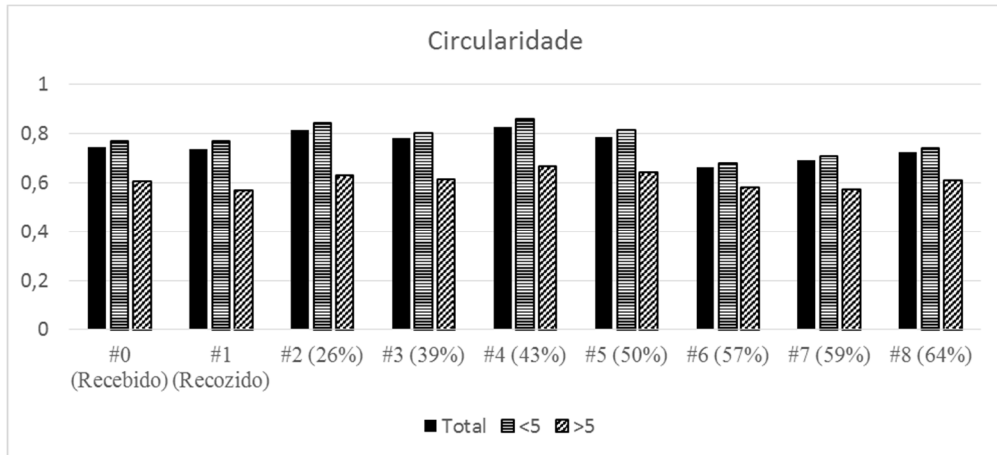
Fonte: Produção do próprio autor

Uma análise dos parâmetros morfológicos foi realizada com a intenção de achar um valor ou combinação de valores que pudessem segregar as cavidades dos precipitados de magnésio e silício. Contudo, foi observado que as cavidades apresentavam contornos mais arredondados, assim como era esperado para os precipitados de magnésio e silício, conforme observado anteriormente por meio de MEV.

Nas Figuras 36, 37 e 38 são apresentados os valores médios de circularidade, *roundness* e diâmetro de Feret dos precipitados encontrados em cada amostra. Seguindo o mesmo conceito aplicado na análise dos precipitados ricos em ferro, os parâmetros morfológicos dos precipitados de magnésio e silício foram analisados separadamente para as populações com tamanho entre 0 e 5 µm², e acima de 5 µm².

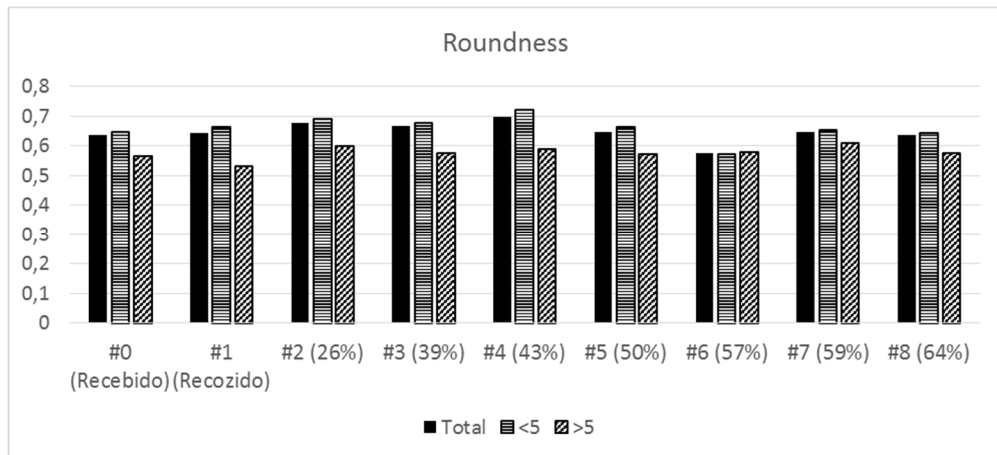
Observa-se que os valores médios de circularidade e *roundness* se mostraram acima de 0,5 para ambas as populações e flutuaram sem apresentar relação com o nível de deformação da amostra. Ao analisar os valores médios do diâmetro de Feret, também não foi identificada correlação entre o diâmetro médio e o nível de deformação.

Figura 36 – Valores médios de circularidade dos precipitados escuros.



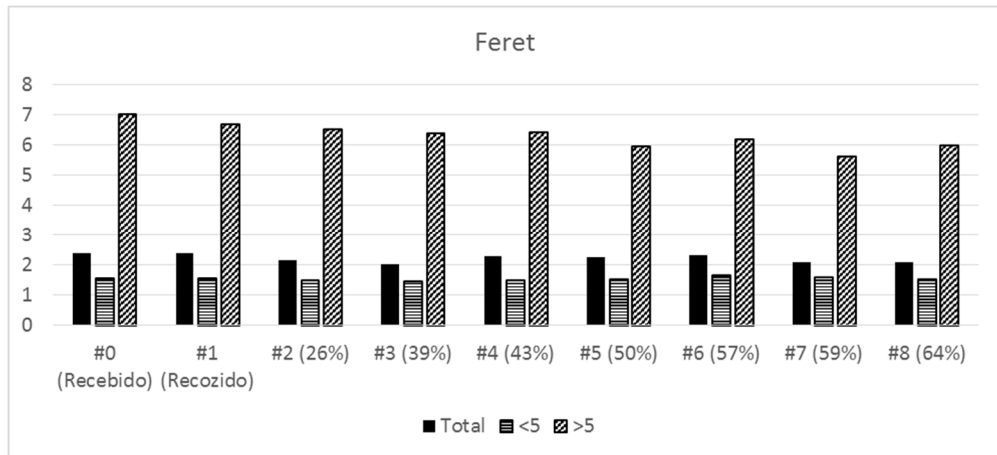
Fonte: Produção do próprio autor

Figura 37 – Valores médios de roundness dos precipitados escuros.



Fonte: Produção do próprio autor

Figura 38 – Valores médios de diâmetro de Feret dos precipitados escuros



Fonte: Produção do próprio autor

4.6 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DAS AMOSTRAS ATACADAS COM REAGENTE KELLER POR MEIO DE MICROSCOPIA ÓPTICA

Nas Figuras 39 até 41 são apresentadas as macrografias das amostras, sem e com deformação a frio, após ataque com reagente Keller. O reagente Keller foi escolhido por ser um reagente amplamente utilizado na indústria e na pesquisa científica por evidenciar os contornos de grãos, a presença de tratamentos térmicos e mecânicos e a orientação preferencial dos grãos.

Durante o processo de ataque químico com o reagente Keller, observou-se uma alta dispersão nos tempos de ataque, de 15 a 90 segundos. Conforme Vander Voort (1991) e Petzow (1999) o processo de ataque químico sofre influência das condições de tratamento térmicos e mecânicos do material. O processo de ataque por reagente Keller revela as características microestruturais por meio de um ataque corrosivo preferencial a contornos de grãos e precipitados, porém o seu tempo de resposta sofre influência das tensões residuais das amostras.

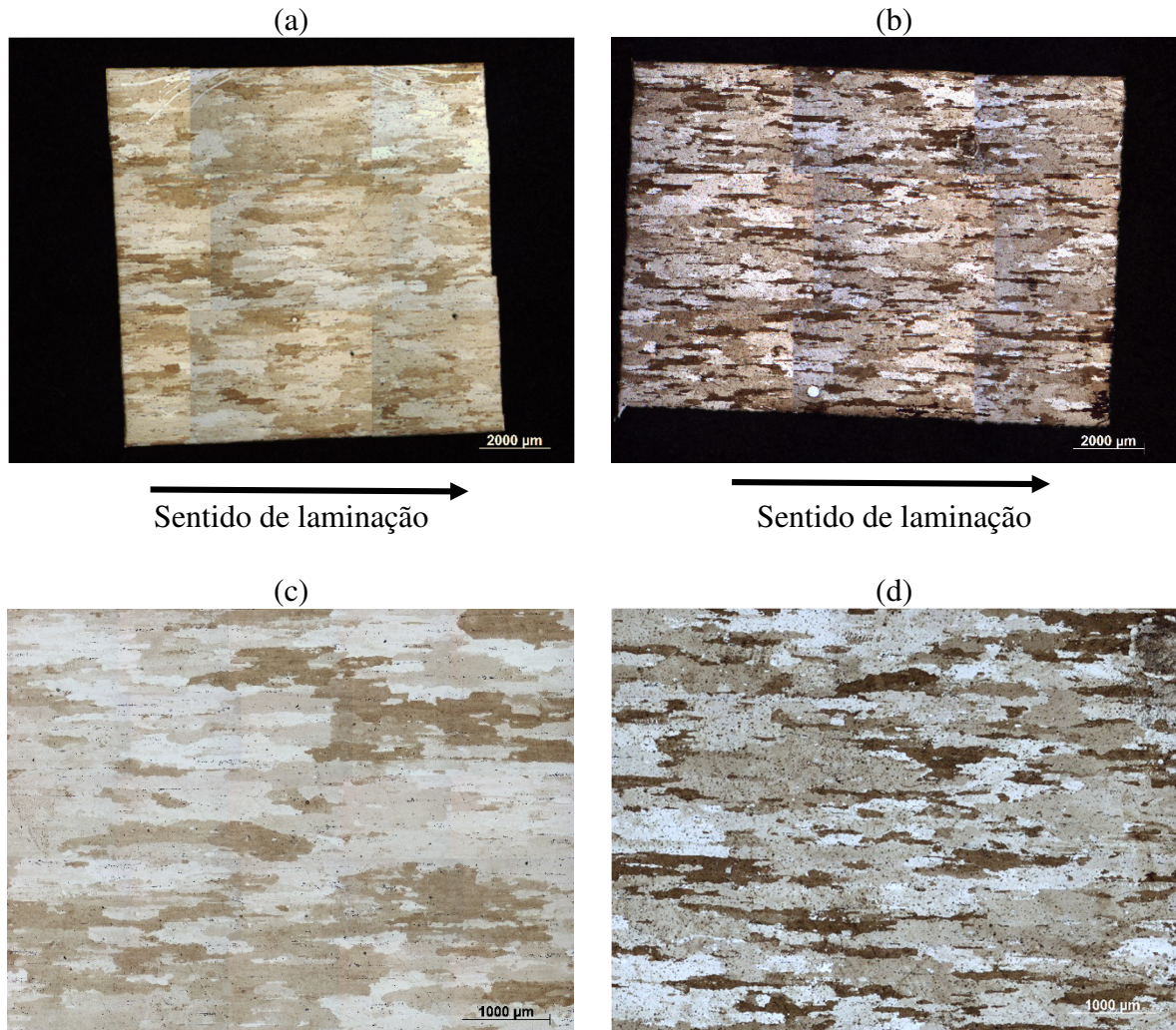
Na Figura 39 são apresentadas as macrografias das amostras nas condições: como recebido (chapa AA 7075-T651); e recozida (415°C por 2,5h). Essas macrografias são matrizes de imagens obtidas em campo claro com lente objetiva de 1,25X, com abertura numérica de 0,03, cobrindo-se toda a extensão de cada amostra. Observou-se que o processo de recozimento da amostra, chapa AA 7075-T651, não resultou em nenhuma alteração microestrutural perceptível ao nível de resolução obtido por microscopia óptica. Em ambas condições foi possível visualizar o sentido de laminação e os contornos de grãos bem definido, sem alteração no tamanho dos grãos.

Na Figura 40 é apresentada a evolução da microestrutura, a nível macroscópico de toda a superfície das amostras, sob diferentes níveis de deformação a frio: 0% (amostra recozida #1); 26% (amostra #2); 39% (amostra #3); 43% (amostra #4); 50% (amostra #5); 57% (amostra #6); 59% (amostra #7); e 64% (amostra #8). Na Figura 34 é detalhada a evolução da microestrutura no centro de cada amostra.

Na amostra com menor nível de deformação (26%) é evidente que o processo de escoamento do material inicia-se nas bordas da amostra, sendo mais acentuado nos cantos vivos devido ao encontro dos fluxos de deformação das laterais. À medida que o nível de deformação aumenta, é observado um maior escoamento do material no centro da amostra e a quebra dos grãos. Nas amostras com 39% de deformação, ou mais, a microestrutura na borda da amostra apresenta um escoamento elevado e a microestrutura no centro das amostras passam a apresentar fluxos de deformação e redução do tamanho dos grãos, com perda de definição dos contornos de grãos. Quanto maior o nível de deformação, maior é a desorientação nas linhas de

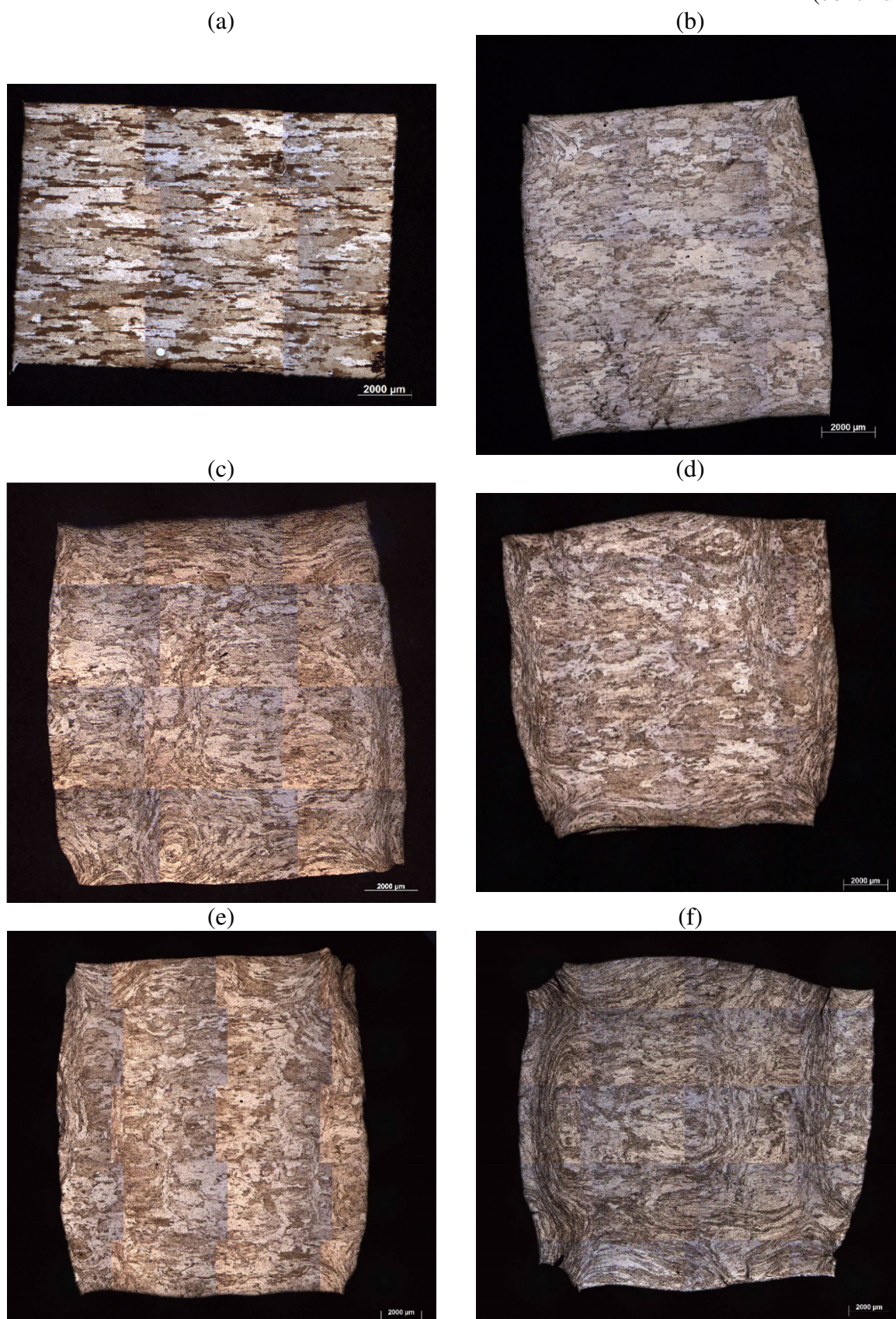
fluxo e menor a definição dos contornos de grãos, impossibilitando a medição dos tamanhos de grãos por processamento digital de imagens ou mesmo por estereologia.

Figura 39 – Macrografia das amostras atacada com reagente Keller: (a) Material como recebido (#0); (b) Amostra recozida (#1); (c) Detalhe central da macrografia do material como recebido; (d) Detalhe central da macrografia da amostra recozida.



Fonte: Produção do próprio autor

Figura 40 – Macroscopia das amostras atacadas com reagente Keller: (a) #1 (0%); (b) #2 (26%); (c) #3 (39%); (d) #4 (43%); (e) #5 (50%); (f) #6 (57%); (g) #7 (59%); (h) #8 (64%).
(continua)



Fonte: Produção do próprio autor

Figura 40 – Macroscopia das amostras atacadas com reagente Keller: (a) #1 (0%); (b) #2 (26%); (c) #3 (39%); (d) #4 (43%); (e) #5 (50%); (f) #6 (57%); (g) #7 (59%); (h) #8 (64%).
(conclui)



Fonte: Produção do próprio autor

Figura 41 – Detalhe central da macroscopia das amostras atacada com reagente Keller: (a) #1 (0%); (b) #2 (26%); (c) #3 (39%); (d) #4 (43%); (e) #5 (50%); (f) #6 (57%); (g) #7 (59%); (h) #8 (64%).

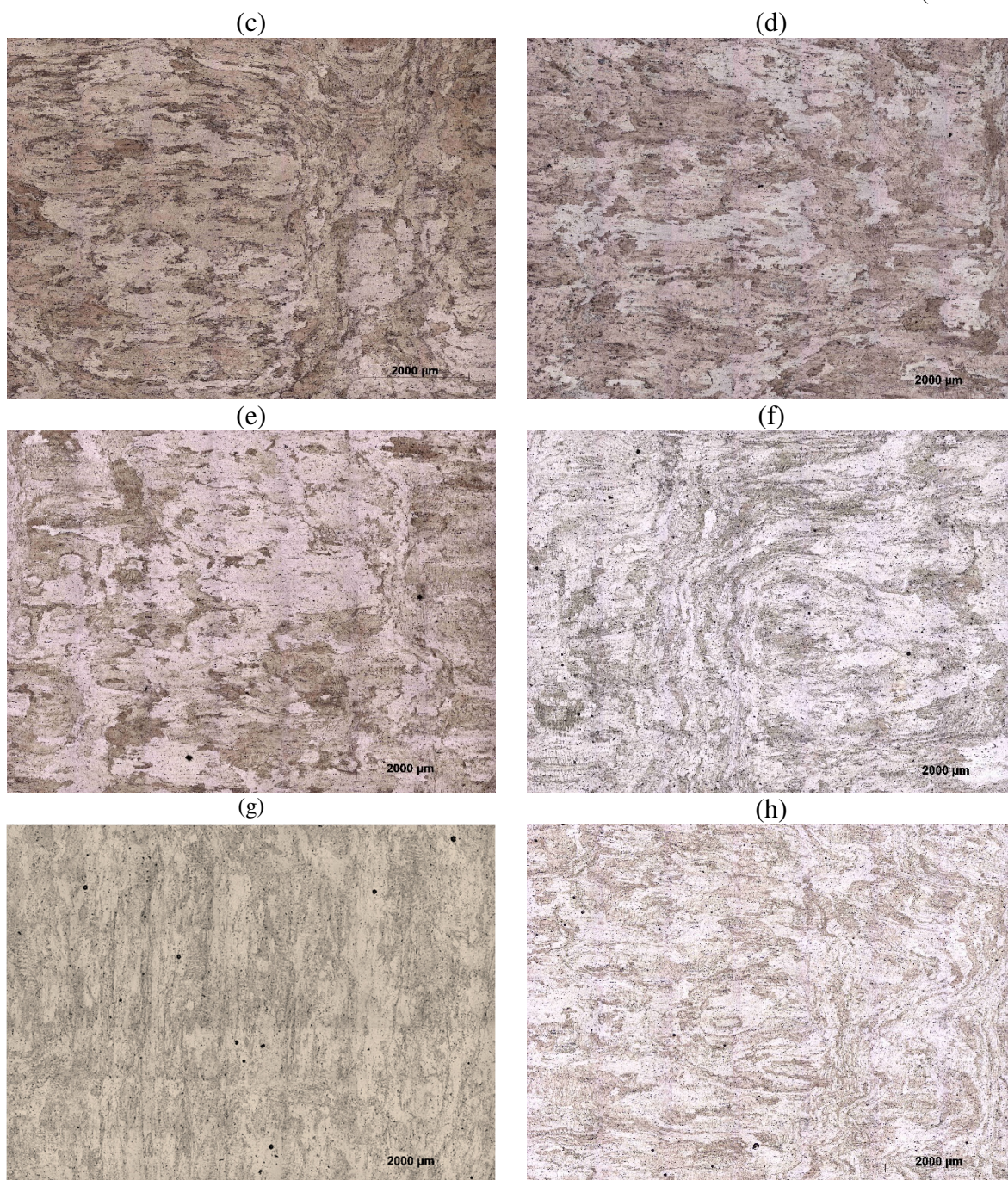
(continua)



Fonte: Produção do próprio autor

Figura 41 – Detalhe central da macroscopia das amostras atacada com reagente Keller: (a) #1 (0%); (b) #2 (26%); (c) #3 (39%); (d) #4 (43%); (e) #5 (50%); (f) #6 (57%); (g) #7 (59%); (h) #8 (64%).

(conclui)



Fonte: Produção do próprio autor

4.7 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DAS AMOSTRAS ATACADAS COM REAGENTE BARKER POR MEIO DE MICROSCOPIA ÓPTICA E PROCESSAMENTO DIGITAL DE IMAGEM

As análises por microscopia óptica utilizando-se técnicas de contraste por polarização foram realizadas nas amostras preparadas com o método de ataque eletrolítico utilizando o reagente Barker. As análises tiveram como objetivo avaliar a orientação cristalográfica e morfológica dos grãos, para isso primeiramente foi definido qual a técnica de polarização e de microscopia proporciona o melhor contraste entre os grãos, em seguida foi realizada uma avaliação morfológica da microestrutura e da textura cristalográfica.

4.7.1 Comparação entre as técnicas de contraste por polarização

Na Figura 42 é apresentado um comparativo entre as imagens obtidas pela técnica de contraste por polarização utilizando filtros de polarização circular e de polarização linear com compensador lambda variável.

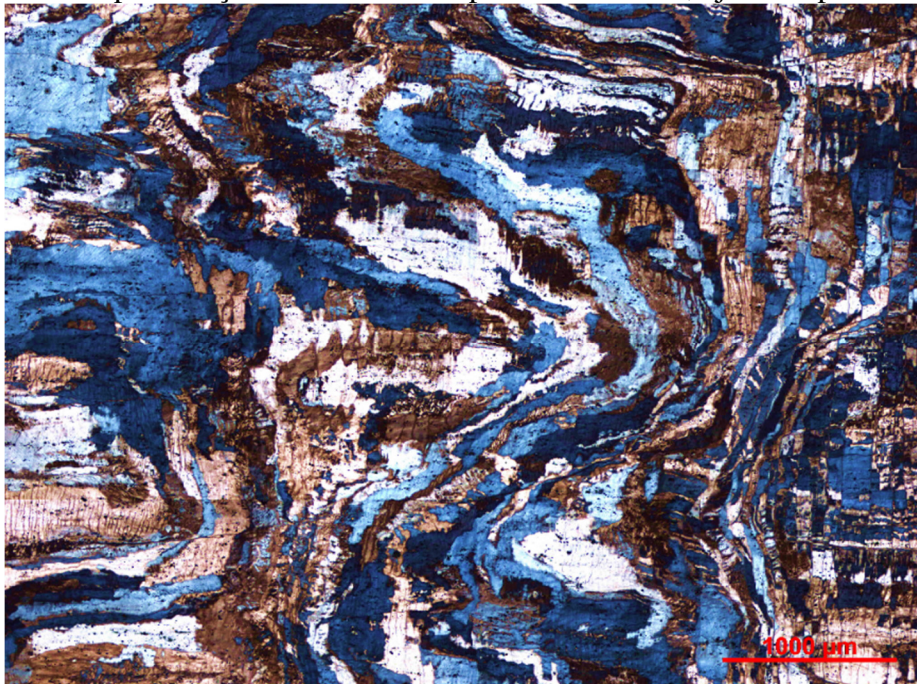
Para a aquisição das imagens utilizando filtro de polarização linear, foram testadas diferentes posições para o compensador lambda, entre 0° e 179° . As imagens que apresentaram o melhor contraste por cor e distinção entre os grãos, foram as adquiridas com o compensador lambda posicionado a 170° . As imagens adquiridas com o filtro de polarização circular apresentaram bom contraste e distinção entre os grãos.

Com base na relação de dependência entre a orientação cristalográfica dos grãos, a formação do filme anódico e a refletância óptica (DONATUS, 2015; KATO, UEDA, 1979), foram realizados testes com as imagens adquiridas, para avaliar qual das técnicas de contraste apresentava as melhores condições para o processamento digital de imagem. Os testes visaram a segregação dos grãos com base na sua refletância óptica, ou seja, na separação dos grãos em função das suas cores.

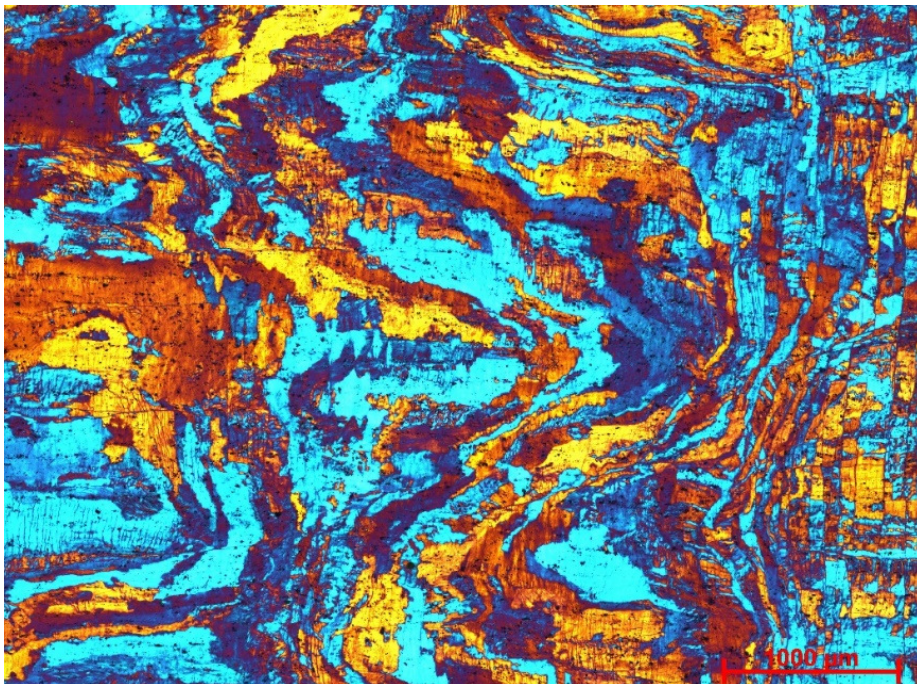
A imagem adquirida com polarização linear usando o compensador lambda ajustado a 170° apresentou o melhor contraste para a segregação das cores. Desta forma, todas as etapas de avaliação microestrutural com base na morfologia e nas orientações cristalográficas foram realizadas nas imagens adquiridas nesta condição de polarização.

Figura 42 – Imagens adquiridas em duas condições de polarização: (a) Filtro de polarização circular; (b) Filtro de polarização linear com compensador lambda, ajustado para 170°

(a)



(b)



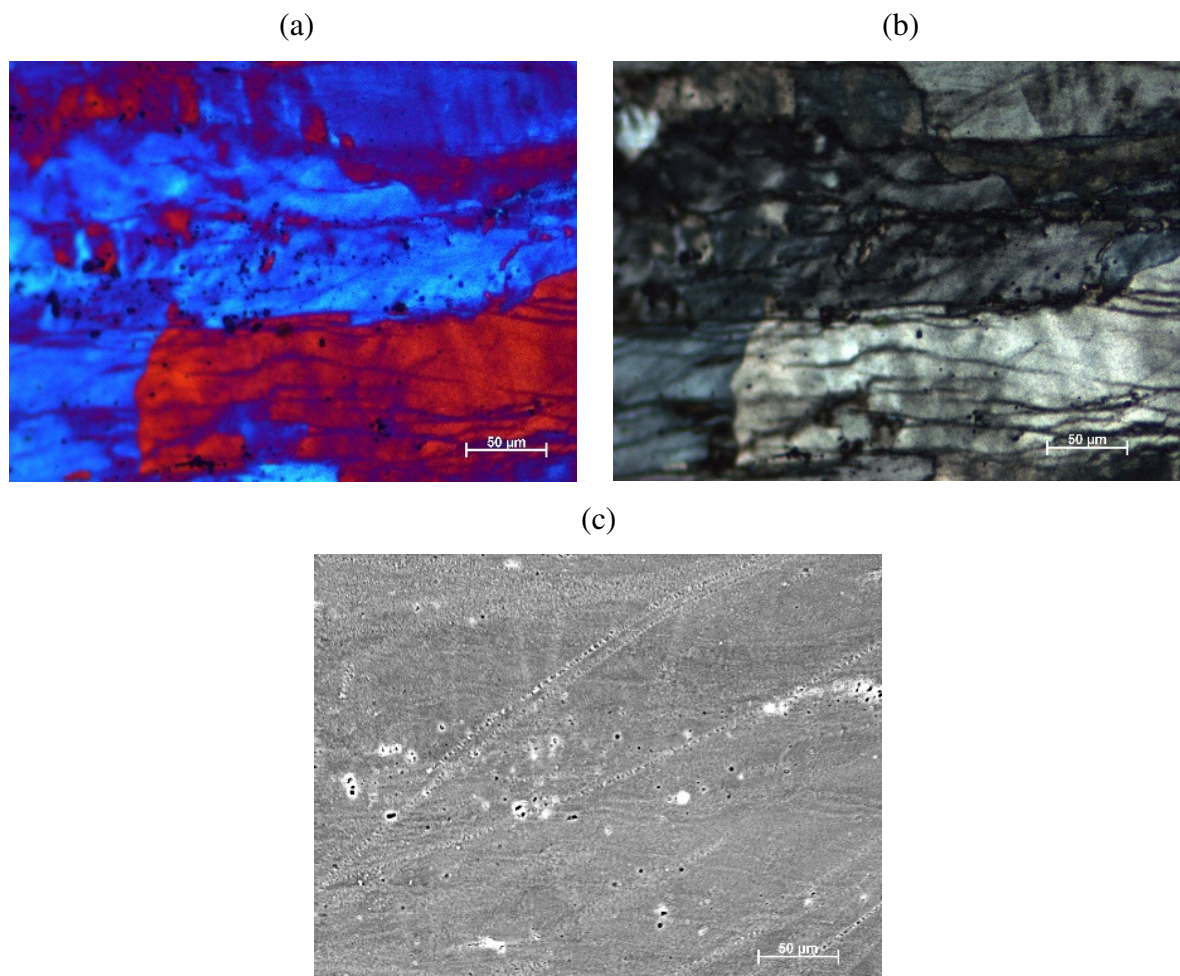
Fonte: Produção do próprio autor

4.7.2 Comparação entre as técnicas de MO e MEV

A Figura 43 ilustra as imagens obtidas para a análise correlativa entre a técnica de MEV utilizando elétrons retroespalhados, e as técnicas de MO com luz polarizada utilizando filtro de polarização circular e filtro de polarização linear com compensador lambda.

A técnica de microscopia correlativa para a liga AA7075 mostrou que, neste caso, a microscopia óptica é mais efetiva para a discriminação das orientações dos grãos que a microscopia eletrônica de varredura, mesmo quando buscamos o contraste cristalográfico pela interação dos elétrons do feixe com os planos cristalinos, proporcionando ganhos diferenciados de elétrons retroespalhados de acordo com a orientação, ou melhor, com a densidade exposta dos planos cristalográficos relativamente ao feixe eletrônico incidente.

Figura 43 – Microscopia correlativa: polarização linear e elétrons retroespalhados. (a) MO por polarização linear; (b) MO por polarização circular; (c) MEV, elétrons retroespalhados.



Fonte: Imagens adquiridas pelo autor.

4.7.3 Análise morfológica dos grãos sob diferentes níveis de deformação.

Na Figura 44 é apresentado um comparativo entre os aspectos morfológicos da microestrutura, no centro de cada amostra, sob diferentes níveis de deformação a frio: 0% (amostra como fornecida #0); 26% (amostra #2); 39% (amostra #3); 43% (amostra #4); 50% (amostra #5); 57% (amostra #6); 59% (amostra #7); e 64% (amostra #8).

Na amostra sem deformação são observados contornos de grãos bem definidos e alinhados conforme o sentido de laminação. Na amostra deformada a 26% observou-se um aumento na área da superfície dos grãos, deixando-os com uma razão de aspecto maior, e também é observada a presença de bandas de deformação, Figura 44(a). Segundo Hansen (1985) as bandas de deformação são formadas em materiais com alta Energia de Defeito de Empilhamento (EDE) e grãos grandes, quando deformados plasticamente. O processo de formação das bandas ocorre quando há a ativação dos sistemas de deslizamento de plano da estrutura cristalina, ocasionando a rotação de áreas vizinhas dentro de um mesmo grão, ou quando o grão apresenta níveis de deformação distintos em seu interior. Esses dois processos de formação de bandas de deformação geram novas subestruturas no interior dos grãos, que são separadas por linhas formadas por células de discordâncias alongadas (HUMPHREYS, HATHERLY, 1995). Na Figura 45 é evidenciada as bandas de deformação encontradas na amostra #2.

Nas amostras deformadas a 39%, 43% e 50% (Figura 44 (c), (d) e (e)) observou-se a intensificação das bandas de deformação e de linhas de discordâncias. Também se observou a presença de um fluxo de escoamento plástico, ocasionando a redução dos grãos por meio do seu escoamento dentro de um regime elasto-plástico. Na amostra deformada a 43% é evidente a presença de subestruturas formadas no interior dos grãos com diferentes planos cristalinos, devido à rotação cristalográfica destas áreas, Figura 46(a). Com 50% de deformação foi identificado o início do processo de quebra dos grãos por cisalhamento, Figura 39(b).

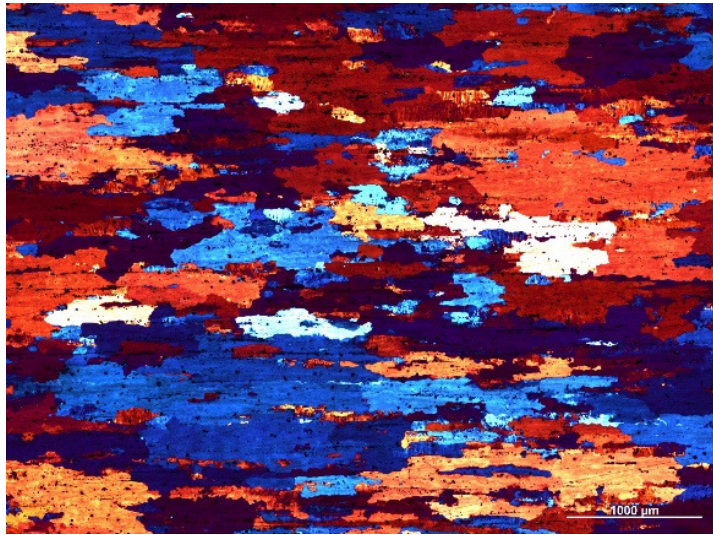
Nas amostras deformadas a 57%, 59% e 64%, as bandas de deformação permanecem visíveis e intensas. A intensidade do fluxo de escoamento se mostra mais severa e o tamanho dos grãos menor, como esperado para esses níveis de deformação. Contudo, devido ao alto nível de deformação imposta num regime de trabalho a frio houve a intensificação do mecanismo de cisalhamento, formando bandas de cisalhamento, Figura 47. As bandas de cisalhamento são regiões com escorregamento acentuado que não apresentam relação com os planos cristalográficos mas, sim, com a direção de carregamento. Ao contrário das bandas de

deformação, as bandas de cisalhamento podem atravessar vários grãos da estrutura (OLIVEIRA, 2009).

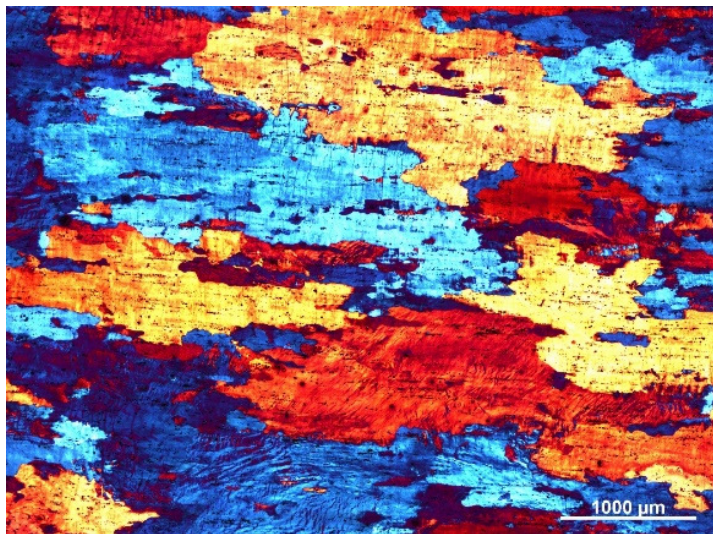
Figura 44 – Amostra 31 (a) #0 (0%); (b) #2 (26%); (c) #3 (39%); (d) #4 (43%); (e) #5 (50%); (f) #6 (57%); (g) #7 (59%); (h) #8 (64%). Filtro de polarização linear lambda, ajustado para 170°

(continua)

(a)



(b)

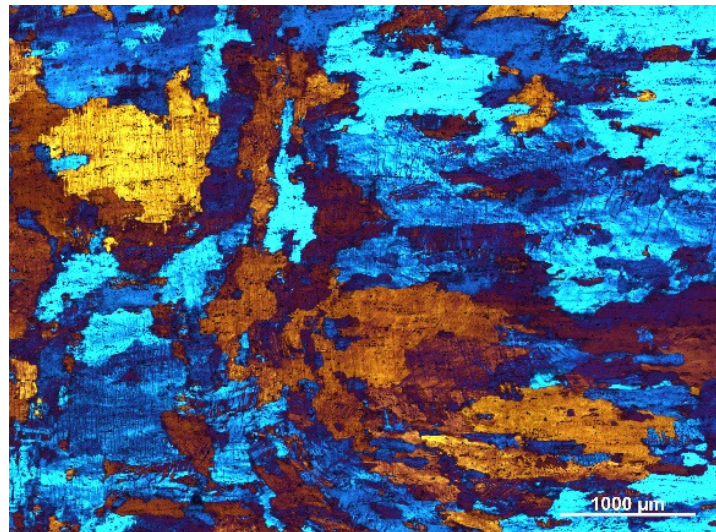


Fonte: Produção do próprio autor

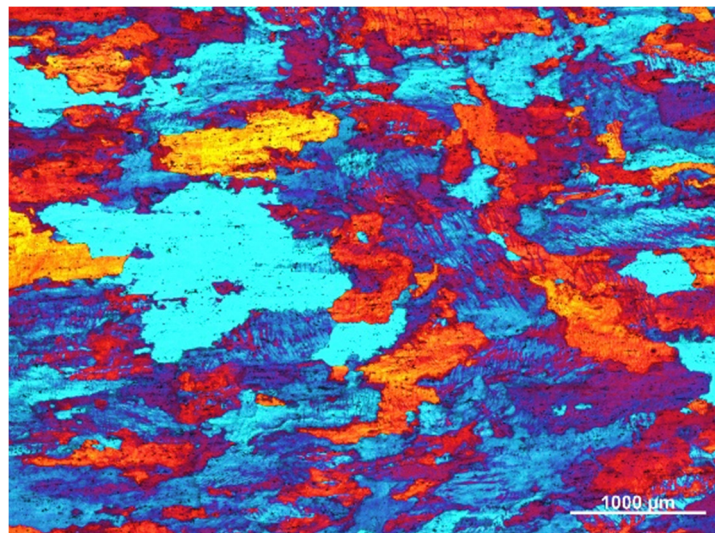
Figura 44 – Amostra 31 (a) #0 (0%); (b) #2 (26%); (c) #3 (39%); (d) #4 (43%); (e) #5 (50%); (f) #6 (57%); (g) #7 (59%); (h) #8 (64%). Filtro de polarização linear lambda, ajustado para 170°

(continua)

(c)



(d)



(e)

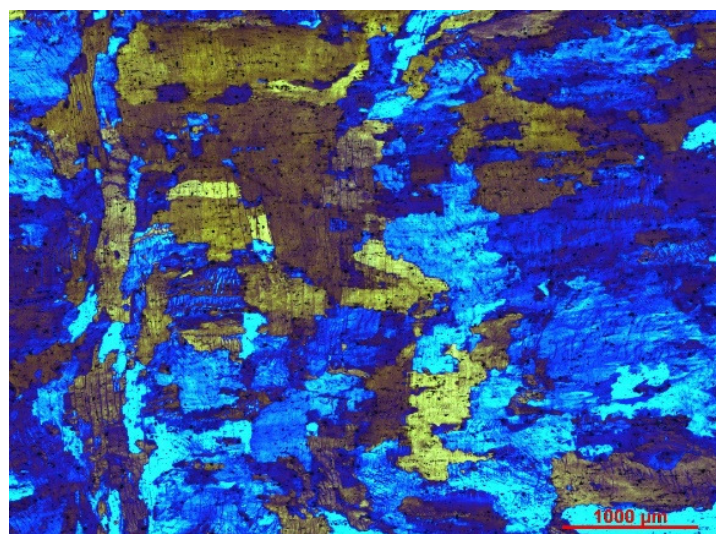
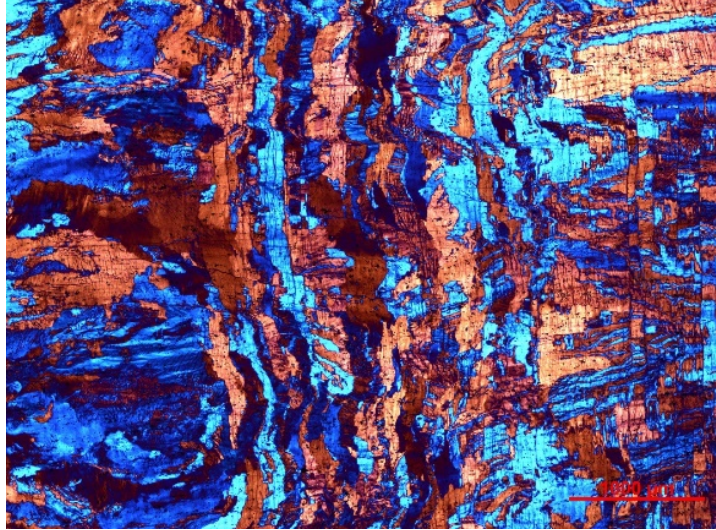


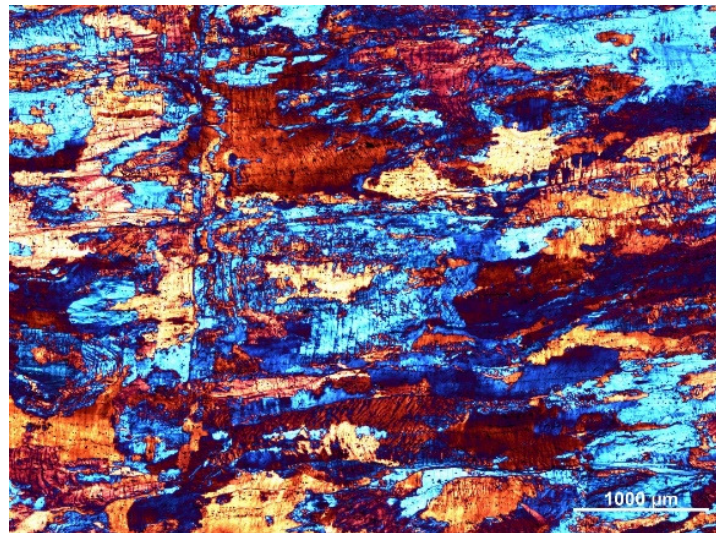
Figura 44 – Amostra 31 (a) #0 (0%); (b) #2 (26%); (c) #3 (39%); (d) #4 (43%); (e) #5 (50%); (f) #6 (57%); (g) #7 (59%); (h) #8 (64%). Filtro de polarização linear lambda, ajustado para 170°

(conclui)

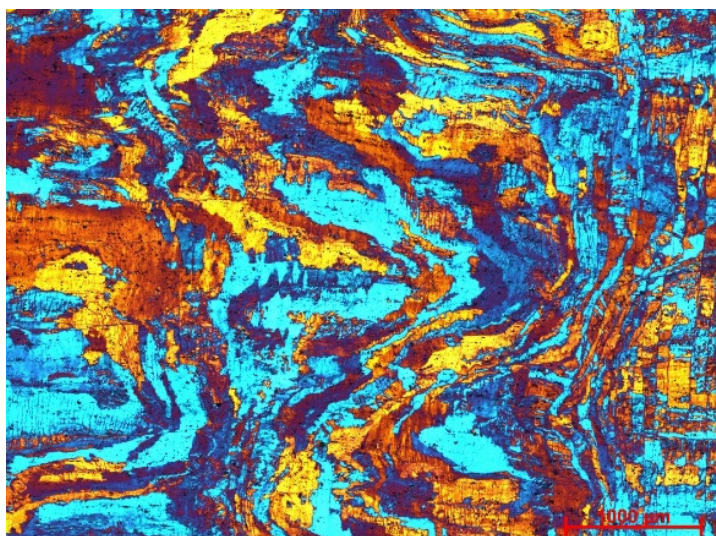
(f)



(g)

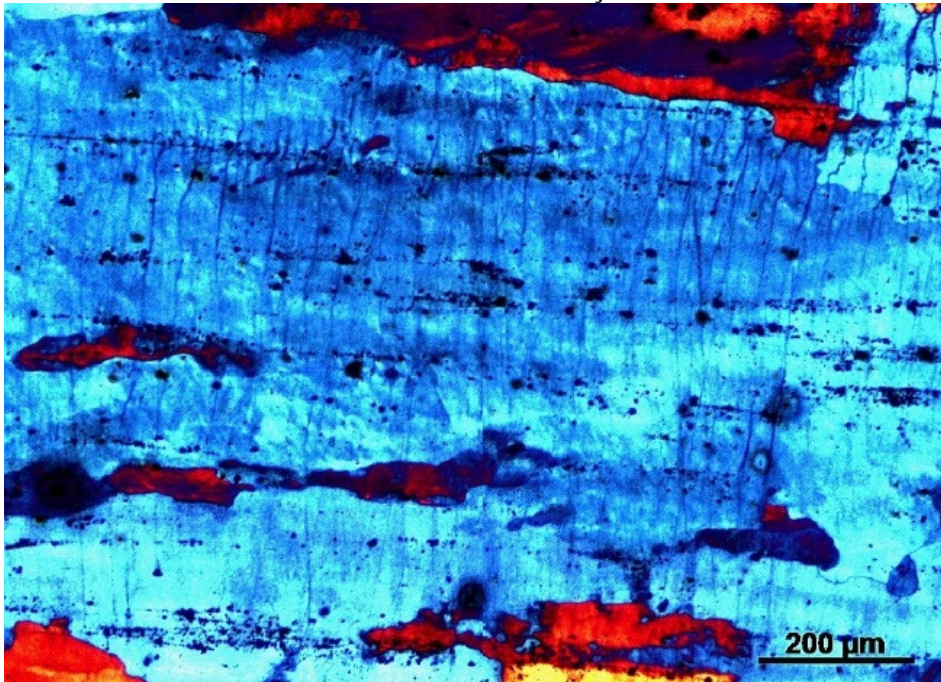


(h)



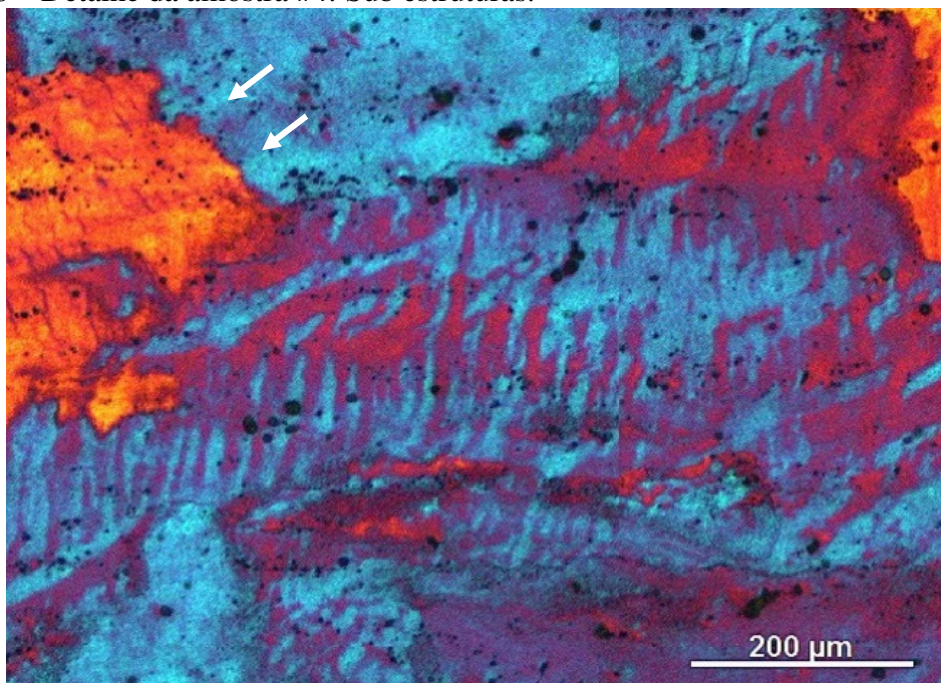
Fonte: Produção do próprio autor

Figura 45 – Detalhe da amostra #2: Bandas de deformação.



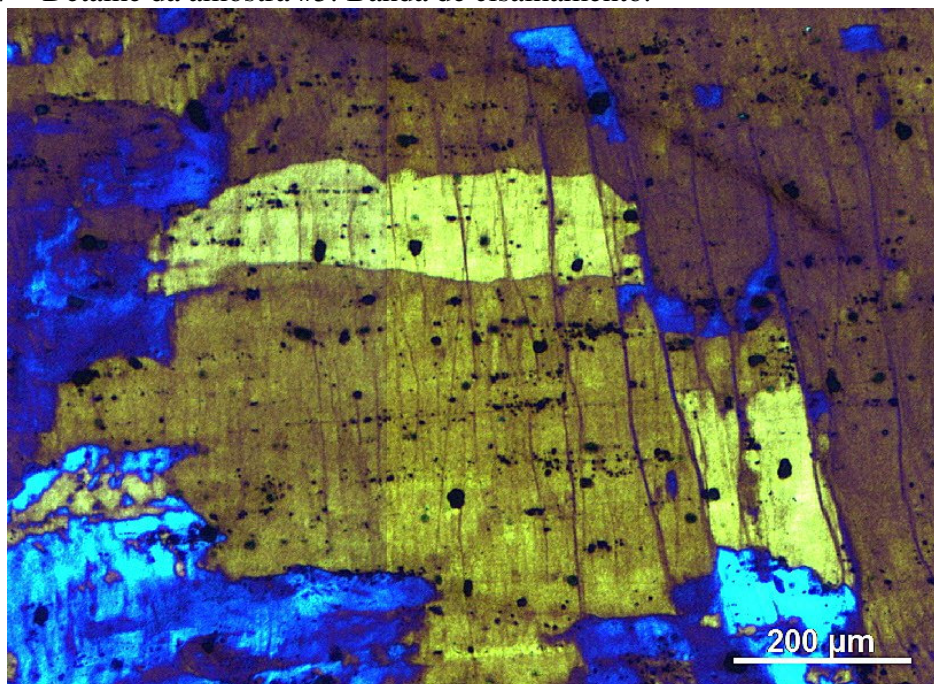
Fonte: Produção do próprio autor

Figura 46 – Detalhe da amostra #4: Sub estruturas.



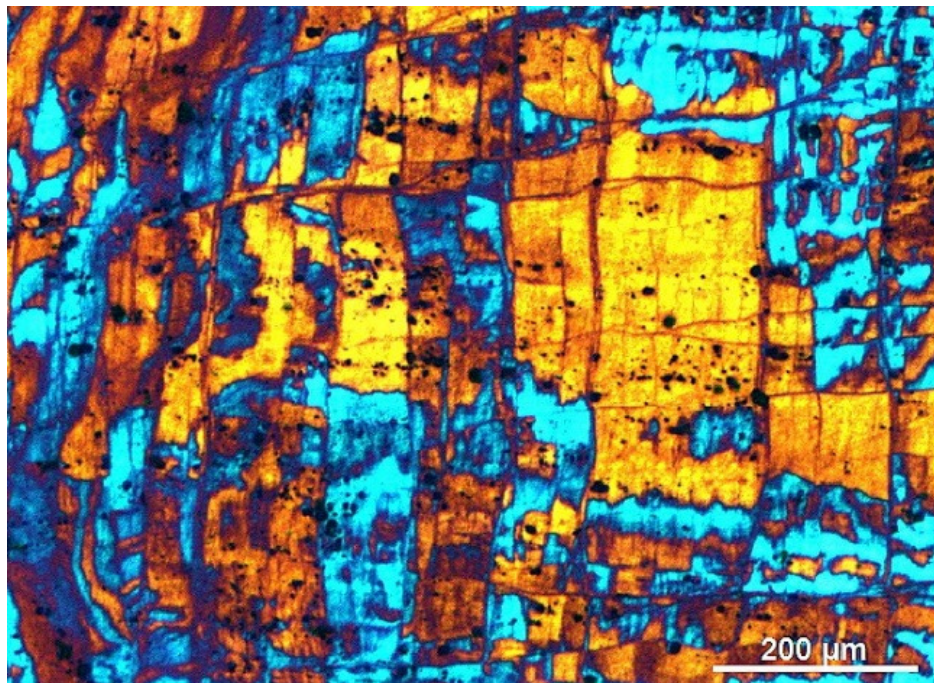
Fonte: Produção do próprio autor

Figura 47 – Detalhe da amostra #5: Banda de cisalhamento.



Fonte: Produção do próprio autor

Figura 48 – Detalhe da amostra #8: Bandas de cisalhamento



Fonte: Produção do próprio autor

4.7.4 Análise comparativa entre frações de área e espectros de difração

Com base na relação de dependência entre a formação do filme anódico e as orientações cristalográficas dos grãos (DONATUS, 2015; KATO, UEDA, 1978), sabe-se que as diferentes colorações dos grãos se devem à sua orientação cristalográfica. Desta forma foi realizado um processo de limiarização das cores, por processamento digital de imagem, e medidas as frações de áreas de cada cor/plano cristalino. No processo de limiarização das cores foram identificados 5 tons: azul claro, azul escuro, vermelho, roxo e amarelo. Na Tabela 10 e Figura 49 são apresentados os resultados de fração de área dos diferentes tons de cores identificados nas amostras #0 a #8.

Em uma análise comparativa entre os valores de fração de área e as intensidades dos picos de difração, Tabela 11, observou-se uma tendência de correlação entre as cores observadas e os planos cristalográficos correspondentes aos picos de difração.

Na amostra “como recebido” os grãos em tons avermelhados apresentaram a maior fração de área, seguido dos grãos em tons azul escuro e roxo. Nas amostras deformadas os grãos em azul passam a ter a maior fração de área que os grãos avermelhados, e a coloração roxa apresentou menor presença que a avermelhada. Comportamento semelhante é observado nos picos de difração correspondentes aos planos cristalinos (200), (220) e (311); na amostra “como recebido” o plano (200) apresentou picos de maior intensidade, seguido do plano (311), e as amostras deformadas apresentaram o plano (220) com picos de maior intensidade, seguido do plano (200).

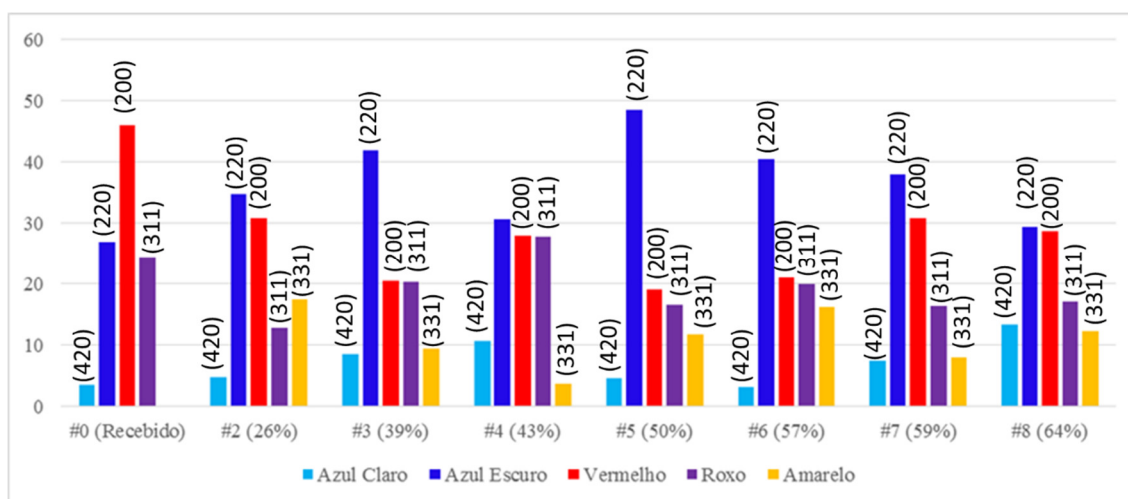
Para as cores azul claro e amarelo observou-se que todas as amostras apresentaram baixa fração de área da cor azul clara e que a cor amarela foi observada nas amostras deformadas. Este comportamento também foi observado nos difratogramas, o pico correspondente ao plano (420) apresentou baixa intensidade em todas as amostras, e o pico correspondente ao plano (331) só foi observado nas amostras deformadas.

Desta forma pode-se associar, para a configuração de polarização linear com compensador lambda posicionado a 170° , os planos: (200) a coloração avermelhada; (220) a cor azul escuro; (311) a cor roxa; (420) a cor azul clara; e (331) a cor amarela.

No processo de correlação entre as intensidades relativas dos picos de difração e das proporções relativas entre as frações de áreas, observou-se que não houve uma correlação linear direta, mas sim uma tendência. Isso pode ser atribuído ao volume de interação do feixe de raios-X, que abrange uma área iluminada das amostras de tamanho superior ao campo amostrado na microscopia óptica, ou ao processo de preparação das amostras para o ensaio de difração. As

análises de difração de raios-X foram realizadas após as análises com o reagente Barker, contudo as amostras passaram por um novo processo de preparação, que consistiu num lixamento, desta forma a superfície analisada por difração de raios-X não foi exatamente a mesma a ser observada por MO, seja pela extensão ou pela profundidade da secção amostrada.

Figura 49 – Fração de área das amostras atacadas com Barker.



Fonte: Produção do próprio autor

Tabela 10 – Fração de área das amostras atacadas com Barker.

	#0 Recebido	#2 (26%)	#3 (39%)	#4 (43%)	#5 (50%)	#6 (57%)	#7 (59%)	#8 (64%)
Azul Claro	3,53	4,77	8,52	10,6	4,51	3,13	7,36	13,26
Azul Escuro	26,91	34,74	41,81	30,6	48,46	40,35	37,89	29,29
Vermelho	45,9	30,82	20,37	27,95	19,02	20,96	30,84	28,64
Roxo	24,35	12,73	20,18	27,74	16,48	19,99	16,29	17,03
Amarelo	0	17,49	9,42	3,69	11,75	16,24	7,86	12,31

Fonte: Produção do próprio autor

Tabela 11 – Comparação entre os picos de difração do alumínio sob diferentes condições de tratamento e deformação.

2 Teta	hkl	#0 Recebido	#2 (26%)	#3 (39%)	#4 (43%)	#5 (50%)	#6 (57%)	#7 (59%)	#8 (64%)
38,47°	111	100	0,8	1,7	2,1	0,7	1,9	1,8	1,4
44,73°	200	47,5	100	57,1	48,6	37,7	17,5	21,4	9,2
65,08°	220	25,5	5,6	100	100	100	100	100	100
78,22°	311	31,5	7,7	25,3	43	15,3	6,4	7,5	3,7
82,43°	222	9	0,1	1,5	1,2	1,6	0	0	0
99,13°	400	4,5	3	3,5	1,3	2	0,6	0,9	0,3
112,02°	331	14,5	0	3,7	0,9	2,1	2,2	1,1	0,7
116,67°	420	14,5	0,9	13,3	11	10,3	3,9	4,4	2,1

Fonte: Produção do próprio autor

4.7.5 Análise quantitativa da textura de deformação por polarização circular

O processo de análise da textura de deformação foi baseado na orientação das subestruturas da microestrutura, a partir do ângulo formado entre a inclinação do eixo maior da elipse equivalente com a base da imagem. Para evitar erros devido ao posicionamento das amostras, bastante disformes após o processo de compressão, na mesa do microscópio óptico, valores relativos foram adotados para a análise.

Para tanto, foi medida a orientação média em cada caso, em graus, tomando-se por base a inclinação do eixo maior da elipse equivalente, e aplicada a seguinte fórmula:

$$\text{orientação relativa} = \frac{|\text{orientação do grão-orientação média}|}{\text{orientação média}}$$

Assim, ao considerarmos o módulo da diferença, foi inferida a simetria do processo de deformação, evitando-se também distorcer a análise pela aleatoriedade inerente à disposição de amostras de geometria irregular no microscópio, padronizando-se adequadamente as medições. Visto que o número de subestruturas varia entre as amostras, os valores da distribuição da orientação relativa foram normalizados, para facilitar a comparação dos resultados entre as amostras.

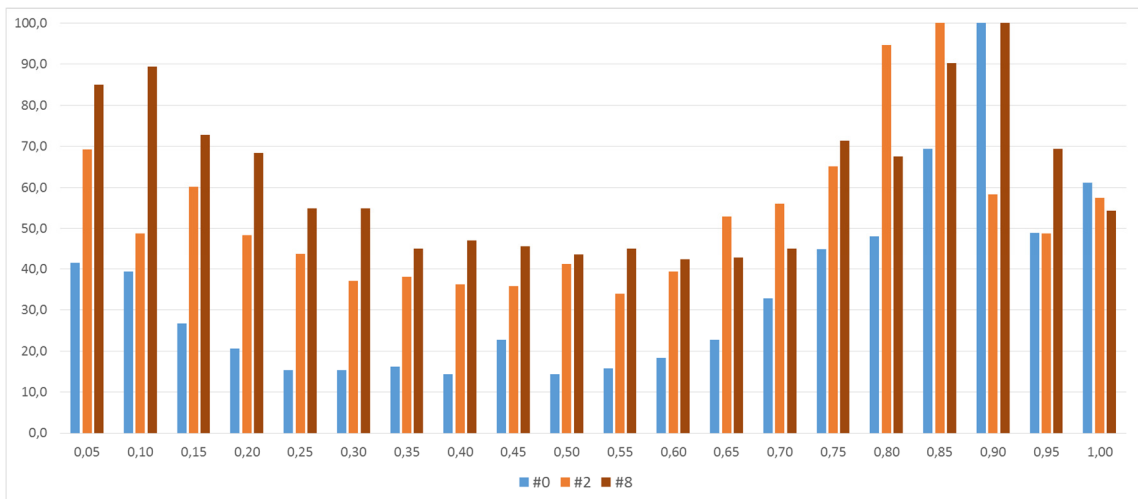
Na Figura 50, apresenta-se o gráfico da distribuição relativa, normalizada, da orientação das subestruturas para as amostras antes e depois de deformadas. Na Figura 5(a) é apresentada

a distribuição das amostras sem deformação e deformadas a 26 e 64%; na Figura 5(b) é feita a comparação entre todas as amostras analisadas, de 0 a 64% de deformação.

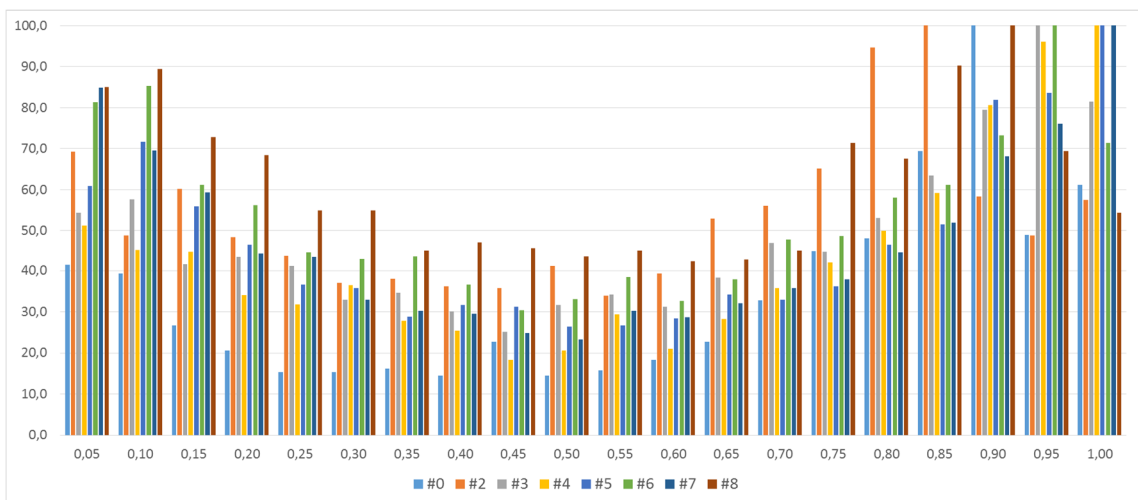
Nota-se que há uma maior concentração das subestruturas para a orientação relativa entre 0,9 e 1, independentemente do nível de deformação sofrido. Contudo, observa-se que após o processo de deformação plástica a frequência relativa das subestruturas com orientação relativa entre 0 e 0,9 aumentou.

Figura 50 – Distribuição relativa da orientação das subestruturas nas amostras de AA7075 deformadas: (a) Comparativo entre a amostra sem deformação e deformadas a 26 e 64%; (b) comparativo entre as amostras sem deformação e deformadas a 26, 39, 43, 50, 57, 59 e 64%.

(a)



(b)



Fonte: Imagens adquiridas pelo autor.

Outros parâmetros relevantes para a avaliação da texturização foram testados, como a razão entre o diâmetro de Feret máximo (ou a máxima corda entre as fronteiras de um objeto) e o diâmetro equivalente (que é o diâmetro que teria um círculo com a mesma área do objeto), que é uma medida do alongamento dos grãos. Na literatura¹, tem-se que esta razão varia entre 1,20 e 1,30 para metais policristalinos com grãos recristalizados. Em nosso caso, foram medidas subestruturas formadas no processo de deformação plástica, e as amostras apresentaram valores médios desta razão entre 1,42 e 1,46, indicando que as subestruturas apresentam um aspecto alongado, Tabela 12. Contudo, este parâmetro não se mostrou efetivamente sensível para correlacionar com os níveis de deformação plástica de cada amostra, já que a dispersão dos resultados também se apresentou similar em todos os casos, embora indique corretamente que as amostras estão com elevado grau de encruamento.

Tabela 12 – Razão média entre diâmetro de Feret e diâmetro equivalente.

#0 (Como recebido)	#2 (26%)	#3 (39%)	#4 (43%)	#5 (50%)	#6 (57%)	#7 (59%)	#8 (64%)
1,456	1,439	1,430	1,442	1,435	1,433	1,417	1,443

Fonte: Dados adquiridos pelo autor.

Outro parâmetro apontado na literatura é a razão entre o perímetro e o diâmetro equivalente, que visa avaliar a variação na curvatura do grão em função do grau de encruamento. Grãos recristalizados ou recuperados pelo recozimento apresentam valores médios entre 3,30 e 3,90 de acordo com a literatura. Em nosso caso, as médias obtidas variaram entre 3,87 e 3,97, Tabela 13. Aqui, este parâmetro também não se mostrou efetivamente sensível para o correlacionar com os níveis de deformação plástica de cada amostra.

Tabela 13 – Razão média entre perímetro e diâmetro equivalente.

#0 (Como recebido)	#2 (26%)	#3 (39%)	#4 (43%)	#5 (50%)	#6 (57%)	#7 (59%)	#8 (64%)
3,971	3,950	3,950	3,965	3,951	3,907	3,871	3,923

Fonte: Dados adquiridos pelo autor.

¹ Ver, por exemplo, o capítulo 6 de Kurzydłowski e Ralph, “The quantitative description of the microstructure of materials”, CRC Press, 1995

CONCLUSÃO

A análise por difratometria de raios-X se mostrou sensível para avaliar as alterações nas orientações cristalográficas em função da deformação plástica por esforços compressivos uniaxiais. Contudo, verificou-se que as alterações nas intensidades dos picos correspondentes aos planos cristalográficos não apresentaram uma correlação linear com o grau de deformação das amostras. Em torno de 43% de deformação, houve o favorecimento da reorientação dos planos cristalográficos para a configuração (311). No entanto, a análise não se mostrou eficiente para a identificação dos tipos de precipitados presentes na liga, devido à baixa intensidade e à proximidade dos picos de difração dos possíveis precipitados da liga de alumínio 7075.

A análise correlativa dos precipitados presentes na liga de alumínio 7075, possibilitou a identificação dos precipitados, por meio das técnicas de MEV e EDS, e se mostrou eficiente em correlacionar os tipos de precipitados com os seus aspectos morfológicos e visuais quando visualizados por meio de MO, reduzindo substancialmente o tempo e o custo de análise.

O processamento digital de imagens para a análise morfológica dos precipitados possibilitou separar os precipitados ricos em ferro e os precipitados ricos em magnésio e silício, embora a análise dos precipitados de magnésio e silício tenha sido comprometida pela interferência das cavidades formadas pela remoção dos precipitados ricos em ferro.

O comportamento dos parâmetros morfológicos em relação aos graus de deformação das amostras mostrou que a maior ativação do plano (311) provoca uma alteração na evolução dos parâmetros de tamanho e morfologia dos precipitados, sugerindo sua ação no cisalhamento dos precipitados e, com isso, reduzindo a proporção dos precipitados maiores que $5 \mu\text{m}^2$ nas populações investigadas. Isso também é demonstrado nos difratogramas já que, para as amostras bastante deformadas, a altura dos picos referentes aos precipitados é bastante reduzida, dado o aumento na largura dos picos pela deformação e a dispersão causada pela fragmentação (e remoção) de precipitados com a evolução da deformação.

A utilização do ataque eletrolítico com reagente Barker para gerar contraste colorido entre os planos cristalográficos das microestruturas permitiu prever a ativação dos planos de deslizamento pelo processamento das imagens coloridas e correlacionar as cores com os planos cristalográficos identificados nos ensaios de difração; por meio da polarização linear com compensador lambda posicionado a 170° , obteve-se correlação entre as cores vermelha, azul escuro, roxo, azul claro e amarelo com os planos (200), (220), (311), (420) e (331) respectivamente.

A análise da textura de deformação por polarização circular baseou-se nos parâmetros morfológicos e na orientação das subestruturas formadas durante o processo de deformação plástica. Os parâmetros baseados nas razões entre Feret e diâmetro equivalente, ou entre perímetro e diâmetro equivalente, não permitiram diferenciar os níveis de deformação plástica para a liga AA7075, embora apontem qualitativamente seu encruamento. Enquanto que a análise da orientação relativa mostrou que as amostras deformadas apresentaram maior espalhamento das orientações, expressa em termos de sua frequência relativa no histograma.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Métodos utilizando processamento por deformação plástica severa têm sido utilizados para obter estruturas refinadas com alta densidade de áreas favoráveis à nucleação de grãos finos durante o processo de recristalização. O conjunto das técnicas apresentadas neste trabalho atendeu ao objetivo de caracterizar qualitativa e quantitativamente as alterações microestruturais da liga de alumínio 7075, quando submetida ao processo de deformação plástica severa, e este trabalho deverá servir a futuras pesquisas que visem quantificar e qualificar o processo de recristalização de grãos em função das subestruturas, favoráveis à nucleação, formadas durante o processo de deformação plástica.

REFERENCIAS

ANDRZEJEWSKI, D.; JAKUBOWICZ, J.; BOROWSKI, J. Structure and properties of 7075 aluminum alloy products obtained with the KOBO method. **Archives of Civil and Mechanical Engineering**. v. 16, p. 217-223, mar. 2016

ABDALA, M.R.W.S. et al. Thermoelectrical power analysis of precipitation in 6013 aluminum alloy. **Materials Characterization**, v. 59, n. 3, p. 271-277, mar. 2008.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, ASTM E 1558, Standard Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens. Annual Book of ASTM Standards, West Conshohocken, PA, 2009;

APPS, P. J.; BERTA, M.; PRANGNELL, P. B. The effect of dispersoids on the grain refinement mechanisms during deformation of aluminum alloys to ultra-high strains. **Acta Materialia**, v. 53, n. 2, p. 499-511, jan. 2005.

BAZARNIK, P. et al. Effect of applied pressure on microstructure development and homogeneity in an aluminum alloy processed by high-pressure torsion. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 688, n. 15, p. 736-745, dec. 2016

BAY et al, Evolution of F.C.C. deformation structures in polyslip. **Acta Metall. Mater.** , v. 40, n.2, p. 205-219, 1992.

BINESH, B.; AGHAIE-KHAFRI, M. Microstructure and texture characterization of 7075 Al alloy during the SIMA process. **Materials Characterization**, v. 106, p. 390-403, aug. 2015.

BUHA, J.; LUMLEY, R. N.; CROSKY, A. G. Secondary ageing in an aluminium alloy 7050. **Materials Science and Engineering: A**, v. 492, n. 1-2, p. 1-10, sep. 2008.

BURKE, J.G., **Origins of the science of crystals**, University of California press Berkeley and Los Angeles, 1996.

CARDOSO, K. R. et al. High strength AA7050 Al alloy processed by ECAP: microstructure and mechanical properties. **Materials Science and Engineering A**. v. 528, n. 18, p. 5804-5811, jul. 2011.

CAYLESS, R.B.C; ALCAN ROLLED PRODUCTS COMPANY. **Alloy Temper Designation Systems for Aluminum and Aluminum Alloys, In: Properties and Selection Nonferrous Alloys and Special Purpose Materials. ASM Handbook**. 2.ed. EUA: ASM International, v.2, p. 39-117, 1992.

CHANDRASHEKHARAIHAH, T.M., KORI, S.A. Effect of grain refinement and modification on the dry sliding wear behavior of eutectic Al-Si alloys. **Tribology International**. 2009. V. 42. P. 59-65.

Chen, S. et al. Effect of heat treatment on strength, exfoliation corrosion and electrochemical behaviour of 7085 aluminium alloy. **Materials & Design**, v. 35, p. 93-98, mar. 2012.

CHIN, G.Y. "Metallography Principles: Textured Structures", **Metals Handbook**, vol 8, Metallography, Structures and Phase Diagrams, ASM International, p 229-232, 1988.

COURTNEY, T., H., **Mechanical Behavior of Materials**. 2nd ed. USA: Waveland Press, Inc, 2000. p. 752

DING, S.X., et al. Microstructural characterization of warm-worked commercially pure aluminum. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 37, n. 3, p. 1065-1073, mar. 2006.

DONATUS, U. et al. Features in aluminum alloy grains and their effects on anodizing and corrosion. **Surface & Coatings Technology**, v. 277, p. 91-98, sep. 2015.

DURSUN, T.; SOUTIS, C. Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys. **Materials & Design**, v. 56, p. 862-871, apr. 2014.

EDALATI, K.; HORITA, Z. Significance of homologous temperature in softening behavior and grain size of pure metals processed by high-pressure torsion. **Materials Science and Engineering A**, v.528, n. 25-26, p. 7514-7523, sep. 2011.

ENGLER, O.; CRUMBACH, M.; LI, S. Alloy-dependent rolling texture simulation of aluminium alloys with a grain-interaction model. **Acta Materialia**, v. 53, p. 2241–2257, mar. 2005

ENGLER, O.; LOCHTE, L.; HIRSCH, J. Through-process simulation of texture and properties during the thermomechanical processing of aluminium sheets. **Acta Materialia**, v. 55, p. 5449-5463, jul. 2007

GODFREY, A., HANSEN, N., JENSEN, D.J., Microstructural-based measurement of local stored energy variations in deformed metals. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 38A, n. 13, p. 2329-2339, sep. 2007.

GOLDSTEIN, J. et al. **Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis**. 3rd ed. Plenum Publishers: New York, 2003. p. 689.

GUO, Z.; ZHAO, G.; CHEN, X. G. Effects of homogenization treatment on recrystallization behavior of 7150 aluminum sheet during post-rolling annealing. **Materials Characterization**, v. 114, p. 79-87, abr. 2016.

GUPTA, A. K.; TEJVEER, S. M.; SINGH, S. K. Constrained groove pressing for sheet metal processing: A review. **Progress in Materials Science**, accepted manuscript, sep. 2016.

HAASEN, P. **Physical Metallurgy**. 3rd ed. Cambridge. 1996.

HATCH, J.E. **Aluminum: Properties and Physical Metallurgy**. **American Society for Metals**. 1984. p. 424.

HEINZ, A. et al. Recent development in aluminium alloys for aerospace applications. **Materials Science and Engineering: A**, v. 280, n. 1, p. 102-107, mar. 2000.

HUANG, Y. C. et al. Relevance between microstructure and texture during cold rolling of AA3104 aluminum alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 673, p. 383-389, jul. 2016.

HUANG, X.; WINTHER, G. Dislocation structures. Part I. Grain orientation dependence. **Philosophical Magazine**, v. 87, p. 5189-5214, 2007

HUMMEL, R. E. **Understanding Materials Science: History, properties, applications**. 2 ed. New York: Springer-Verlag, 1998. p 244.

HUMPHREYS, F. J. Local lattice rotations at second phase particles in deformed metals. **Acta Metallurgica**, v. 27, p. 1801-1814, jun. 1979.

HUMPHREYS, F.J., Review: Grain and subgrain characterization by electron backscatter diffraction. **Journal of Materials Science**, v. 36, n. 16, p. 3833-3854, aug. 2001.

HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and Related Annealing Phenomena**. 2nd ed. Oxford: Elsevier, 2004. p. 617.

KATO, K; UEDA, S. Influence of substrate orientation on anodic films of aluminum. **Surface Technology**, v.6, n. 6, p. 447-453, may 1978.

KIM, H.K.; KIM, W.J. Microstructural instability and strength of na AZ31 Mg alloy after severe plastic deformation. **Materials Science and engineering A**. v. 385, n. 1-2, p. 300-308, nov. 2004.

KORCHEF, A.; CHAMPION, Y.; NJAH, N. X-ray diffraction analysis of aluminium containing Al₈Fe₂Si processed by equal channel angular pressing. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 427, n. 1-2, p. 176-182, jan. 2007.

MA, Z. Y. Friction stir processing technology: A review. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 39, n. 3, p. 642-658, mar. 2008.

MA, Z.; SAMUEL, E.; MOHAMED, A.M.A; SAMUEL, A.M.; SAMUEL, F.H.; DOTY, H.W. Influence of aging treatments and alloying additives on the hardness of Al-11Si-2.5Cu-Mg alloys. **Materials and Design**. 2010. V. 31, p. 3791-3803.

MACKENZIE, D.S.; TOTTEN, G.E. **Analytical Characterization of Aluminum, Steel, and Superalloys**. CRC Press. New York. 2006. P.768

MAO, W. **Recrystallization and grain growth**. In: **Aluminum**, New York, Taylor & Francis, 2003, v. 1, p 183-218.

MARÍN, C; DIÉGUEZ, E. Orientation of Single Crystals by back-Reflection Laue Patterns Simulation. World Scientific, 1990

MALTAIS, A. et al. Optical anisotropy of a color-etched AZ91 magnesium alloy. **Materials Characterization**, v. 54, n. 4-5, p. 315-326, may 2005.

MILLER, W. S. et al. Recent development in aluminium alloys for the automotive industry. **Materials Science and Engineering: A**, v. 280, n. 1, p. 37-49, mar. 2000.

MOGHADDAM, M. et al. Characterization of the microstructure, texture and mechanical properties of 7075 aluminum alloy in early stage of severe plastic deformation. **Materials Characterization**, v. 119, p. 137-147, sep. 2016.

NATORI, K.; UTSUNOMIYA, H.; TANAKA, T. Improvement in formability of semi-solid cast hypoeutectic Al-Si alloys by equal-channel angular pressing. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 240, p. 240-248, feb. 2017.

OHSER, J., MÜCKLICH, F., **Statistical Analysis of Microstructures in Material Science**, John Wiley & Sons Ltd, 2000;

OLIVEIRA, J. C. P. T. Evolucao da microestrutura e da textura durante a laminacao a frio e a recristalizacao de aluminio com diferentes niveis de pureza. Doutorado. USP POLI. 2009

OROZCO-CABALLERO, A. et al. Strategy for severe friction stir processing to obtain acute grain refinement of an Al-Zn-Mg-Cu alloy in three initial precipitation states. **Materials Characterization**, v. 112, p. 197-205, feb. 2016.

ORLOV, D., et al. Formation of bimodal grain structures in high purity Al by reversal high pressure torsion. **Scripta Materialia**, v. 64, n. 6, p. 498-501, mar. 2011.

ORTIZ, A. L.; SHAW, L. X-ray diffraction analysis of a severely plastically deformed aluminum alloy. **Acta Materialia**, v. 52, n. 8, p. 2185-2197, may 2004.

PADILHA, A.F., **Materiais de Engenharia: Microestrutura e Propriedades**, Hemus, 1997;

PADILHA, A. F.; SICILIANO, Jr. F. **Encruamento, Recristalizacao, Crescimento de Grao e Textura**. 3ed. São Paulo, ABM, 2005. 232p.

PANIGRAHI, S.K., JAYAGANTHAN, R., Influence of solutes and second phase particles on work hardening behavior of Al 6063 alloy processed by cryorolling. **Materials Science and Engineering A**, v.528, n. 7-8, p. 3147-3160, mar.2011.

PAYNE, J. et al. Observations of fatigue crack initiation in 7075-T651. *International Journal of Fatigue*, v. 32, n.2, p. 247–255, feb. 2010.

PETZOW, G., **Metallographic Etching**, ASM International, Second Edition, 1999;

POLMEAR, I.J. Aluminium Alloys – A Century of Age Hardening. **Materials Forum** , v. 28, p. 1-14, 2004.

RANDLE, V., ENGLER, O. **Introduction to Texture Analysis: Macrotecture, Microtexture & Orientation Mapping**, CRC Press, New York, p.385. 2001

RASBAND, W.S; **J Image**, U.S. National Institutes of Health, Bethesda, Maryland, USA, Disponivel em: <http://rsb.info.nih.gov/ij/>, 1997-2008.

RUSS, J.C., DEHOFF, R.T. **Practical Stereology**, 2nd ed., Springer, 2000;

SAETRE, T.O.; SOLBERG, J.K.; RYUM, N. Variation in polarized light intensity with grain-orientation in anodized aluminum. **Metallography**, v. 19, n. 3, p. 345-357, aug. 1986.

SHA, G, CERESO, A. Early-stage precipitation in Al-Zn-Mg-Cu alloy (7050). *Acta Materialia*, v. 52, p. 4503-4516, jul. 2004.

SHAERI, M. H. et al. Microstructure and mechanical properties of Al-7075 alloy processed by equal channel angular pressing combined with aging treatment. **Materials and Design**, v. 57, p. 250-257, feb. 2014.

SHEIKH, H., Role of shear banding on the microtexture of an Al-Mg alloy processed by hot/high strain rate accumulative roll bonding. **Scripta Materialia**, v. 64, n. 6, p. 556-559, mar. 2011.

SINGH, S. S. et al. 3D microstructural characterization and mechanical properties of constituent particles in Al 7075 alloys using X-ray synchrotron tomography and nanoindentation. **Journal of Alloy and Compounds**, v. 602, p. 163-174, jul. 2014.

SINGH, S. S. et al. Three dimensional microstructural characterization of nanoscale precipitates in AA7075-T651 by focused ion beam (FIB) tomography. **Materials Characterization**, v.118, p. 102-111, aug 2016.

SPEERY, P.R.; BANKARD, M.H.. "Metallography Tecnique for Aluminum Alloy", **Metals Handbook**, vol 8, Metallography, Structures and Phase Diagrams, ASM International, 1988, p 120-129.

SUN, X.Y. et al. Correlations between stress corrosion cracking susceptibility and grain boundary microstructures for an Al-Zn-Mg alloy. **Corrosion Science**, v. 77, p. 103-112, may 2013

SURYANARAYANA, C., NORTON, M.G. **X-Ray Diffraction: A Pratical Approach**. Plenum Pres; New York, p.273. 1999.

TAKAHASHI, T.; MURAKAMI, T. Observation of the texture of aluminum by striations on anodic oxide films, 1975. (apud DONATUS)

TAKASHIMIZU, Y.; IYOSHI, M. New parameter of roundness R: circularity correted by aspect ratio. **Earth and Planetary Science**, v. 3, n. 2, jan 2016.

TOTTEN, G.E.; MACKENZIE, D.S. **Handbook of Aluminum**, volume 1: Physical Metallurgy and Processes. Ed. Marcel Dekker. New York. 2003. P. 1296.

VANDER VOORT, G. F., **Metallography – Principles and Practice**, New York: McGraw-Hill, 1999.

WENCHAO, Y. et al. Investigation of mechanical and corrosion properties of an Al-Zn-Mg-Cu alloy under various ageing conditions and interface analysis of η' precipitate. **Materials and Design**, v. 85, p 752-761, mar. 2015.

XING, G., HUANG, X., HANSEN, N., Recovery of heavily cold-rolled aluminum: effect of local texture. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 37A, n. 4, p. 1311-1322, apr. 2006.

XU, D.K., ROMETSCH, P.A., BIRBILIS, N. Improved solution treatment for an as-rolled Al-Zn-Mg-Cu alloy. Part I. Characterization of constituent particles and overheating. **Materials Science & Engineering A**, v.534, p. 234-243, 2012.

XUE, Y. et al, Micromechanisms of multistage fatigue crack growth in a high-strength aluminum alloy. *Acta Materialia*, v. 55, p. 1975–1984, jan. 2007.

YANG, Y. et al, The effects of grain size on the hot deformation and processing map for 7075 aluminum alloy. **Materials and Design**, v. 51, p. 592-597, jan. 2013

YANG, W. et al., Precipitation behaviour of Al–Zn–Mg–Cu alloy and diffraction analysis from η' precipitates in four variants. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 610, p. 623–629, mar. 2014

YANG, Q. et al. Effects of strain rate on flow stress behavior and dynamic recrystallization mechanism of Al-Zn-Mg-Cu aluminum alloy during hot deformation. **Materials Science & Engineering A**, v. 662, p. 204-213, sep. 2015.

YUAN, W. et al. Effect of texture on the mechanical behavior of ultrafine grained magnesium alloy. **Scripta Materialia**, v. 64, n. 6, p. 580-583, mar. 2011.

YUJING, L. Effect of strain-modified particles on the formation of fined grains and the properties of AA7050 alloy. **Materials & Design**, v. 39, p. 220-225, aug. 2012.

ZANGRANDI, A. Um estudo sobre o endurecimento, o processamento e propriedades mecânicas de uma liga de alumínio da serie 3XXX tipo AA3104 com adição de zinco. (Livre docente) 2006.

ZHAO, Y. H. et al. Microstructures and mechanical properties of ultrafine grained 7075 Al alloy processed by ECAP and their evolutions during annealing. **Acta Materialia**. v. 52, n. 15, p. 4589-4599, sep. 2004.

ZHAO, Q.; HOLMEDAL, B. Influence of dispersoids on grain subdivision and texture evolution in aluminum alloys during cold rolling. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 24, n. 7, p. 2072-2078, jul. 2014.

ZHAO, Q. et al. Evolution of the brass texture in an AL-Cu-Mg alloy during hot rolling. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 691, p. 786-799, jan. 2017.

ZHEN, L. et al, Distribution characterization of boundary misorientation angle of 7050 aluminum alloy after high-temperature compression. **Journal of materials processing technology**, v. 209, p. 754-761, may 2009.

ZOLOTOREVSKY, V. S.; BELOV, N. A.; GLAZOFF, M. V. Casting **Aluminum Alloys**. Amsterdam: Elsevier, 2007. p. 523.

APÊNDICE A

- **Rotina para análise morfológica dos precipitados ricos em ferro**

```

run("Image Sequence...", "open=[] sort use");
run("8-bit");
run("Set Scale...", "distance=1 known=0.07 pixel=1 unit=um global");
run("Median...", "radius=2 stack");
run("Variance...", "radius=2 stack");
run("Median...", "radius=2 stack");
run("Multiply...", "value=4 stack");
tudo = getTitle();
run("Duplicate...", "title=escuros duplicate");
run("Threshold...");
setThreshold(120, 255);
run("Convert to Mask", "method=Default background=Dark ");
run("Fill Holes", "stack");
selectWindow(tudo);
run("Threshold...");
setThreshold(19, 255);
run("Convert to Mask", "method=Default background=Dark");
run("Fill Holes", "stack");
run("Options...", "iterations=2 count=1");
run("Erode", "stack");
imageCalculator("Difference create stack", tudo, "escuros");
run("Set Measurements...", "area center perimeter bounding fit shape feret's stack
redirect=None decimal=2");
run("Analyze Particles...", "size=0.2-Infinity circularity=0.10-1.00 show=Outlines
display exclude include clear summarize stack");
run("Summarize");
saveAs("Results", "");

```

- **Rotina para análise morfológica dos precipitados de magnésio e silício**

```
run("Image Sequence...", "open=[] sort use");
run("8-bit");
run("Set Scale...", "distance=1 known=0.07 pixel=1 unit=um global");
run("Median...", "radius=2 stack");
run("Median...", "radius=2 stack");
run("Threshold...");
setThreshold(120, 255);
run("Convert to Mask", "method=Default background=Dark ");
run("Fill Holes", "stack");
run("Set Measurements...", "area center perimeter bounding fit shape feret's stack
redirect=None decimal=2");
run("Analyze Particles...", "size=0.2-Infinity circularity=0.10-1.00 show=Outlines
display exclude include clear summarize stack");
run("Summarize");
saveAs("Results", "");
```