



**MINISTÉRIO DA DEFESA  
EXÉRCITO BRASILEIRO  
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA  
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA  
CURSO DE MESTRADO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS**

**ANDREY DE MORAES BARCELOS CASANOVA**

**RECRISTALIZAÇÃO EM CHAPA DE LIGA DE ALUMÍNIO 7475  
DEFORMADA SEVERAMENTE VIA LAMINAÇÃO ASSIMÉTRICA E  
ACUMULATIVA**

**Rio de Janeiro  
2016**

**INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA**

**ANDREY MORAES BARCELOS CASANOVA**

**RECRISTALIZAÇÃO EM CHAPA DE LIGA DE ALUMÍNIO 7475  
DEFORMADA SEVERAMENTE VIA LAMINAÇÃO ASSIMÉTRICA E  
ACUMULATIVA**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais.

Orientador: Profa. Dra Andersan dos Santos Paula

Rio de Janeiro  
2016

c2016

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA  
Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha  
Rio de Janeiro – RJ CEP: 22.290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmар ou adotar qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações, desde que sem finalidade comercial e que seja feita a referência bibliográfica completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do(s) autor(es) e do(s) orientador(es).

**INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA**

**ANDREY DE MORAES BARCELOS CASANOVA**

**RECRISTALIZAÇÃO EM CHAPA DE LIGA DE ALUMÍNIO 7475  
DEFORMADA SEVERAMENTE VIA LAMINAÇÃO ASSIMÉTRICA E  
ACUMULATIVA**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências em Ciência dos Materiais.

Orientador: Prof.<sup>o</sup> Anderson dos Santos Paula - D.Sc.

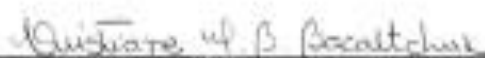
Aprovada em 16 de setembro de 2016 pela seguinte Banca Examinadora:



Prof.<sup>o</sup> Anderson dos Santos Paula - D.C. do IME - Presidente



Prof. Luiz Paulo Mendonça Brandão - D.C. do IME



Prof.<sup>o</sup> Cristiane Maria Basto Bacaltchuk - PhD do CEFET

*Dedico este trabalho aos meu pais, Rosangela Casanova e Jodimar Casanova,  
por todo apoio e amor.*

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente à Deus, por guiar e abençoar o meu caminho ao longo desta jornada.

Aos meus pais, Jodimar e Rosangela, por serem a minha base, me apoiarem desde o início desta empreitada, me aconselhando, incentivando e me dando força. Por todo amor, paciência e compreensão.

À minha orientadora Dr<sup>a</sup> Andersan dos Santos Paula, por sua excelente orientação, a qual foi fundamental para que todo o trabalho transcorresse da melhor forma. Obrigado por cada ensinamento, conselho, motivação e pelas incontáveis horas em que esteve aplicada ao trabalho, abdicando da sua vida pessoal para me auxiliar. Serei sempre grato.

Ao professor Dr Ladário da Silva, que possibilitou o uso do Laboratório Multiusuário de Caracterização de Materiais do Instituto de Ciências Exatas (ICEx) da Universidade Federal Fluminense para medições utilizando o ultramicrodurômetro instrumentado.

Aos amigos do curso de Ciência dos Materiais, em especial: Karollyne, Emilia, Glauca, Fátima, Alcideia, Renato e Bruna, que sempre estiveram prontos em auxiliar no que fosse necessário. Sem vocês a trajetória seria muito mais árdua. Também com apreço, agradeço Alberto, Leticia e Austin. Obrigado a todos pela parceria e momentos de descontração.

À minha namorada Carolline, a qual tive o prazer de conhecer durante esta empreitada. Obrigado por cada conselho, cada palavra de sabedoria, pelas horas de companhia durante a parte experimental deste trabalho. Obrigado pela compreensão, por ouvir minhas reclamações e ainda assim, sempre me reanimar enquanto tudo parecia dar errado.

Ao Saulo, que me ajudou durante toda parte experimental. Pelas inúmeras horas de testes de laminação, sempre me motivando e me fazendo acreditar que tudo daria certo. Muito obrigado.

À Talita, que sempre muito gentil e solícita, me ajudou a realizar todos os ensaios de DRX e me ensinou com muita paciência, a calcular os valores da densidade de discordância.

Ao Capitão Édio por toda ajuda durante as análises de DSC.

Aos excelentes professores em que tive a oportunidade de aprender com seus ensinamentos.

Ao IME pela oportunidade concedida de alcançar mais um objetivo em minha vida acadêmica.

À todos que mesmo não citados, contribuíram para que tudo fosse possível, fazendo minha caminhada muito mais agradável e prazerosa.

À CAPES pelo apoio financeiro.

## SUMÁRIO

RESUMO.....	13
ABSTRACT.....	14
1 INTRODUÇÃO.....	15
1.1 O ALUMÍNIO.....	15
1.2 JUSTIFICATIVA.....	17
1.3 OBJETIVO.....	17
1.3.1 Objetivos Específicos.....	17
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	19
2.1 ALUMÍNIO E SUAS LIGAS.....	19
2.1.1 Visão geral.....	19
2.1.2 Ligas de alumínio e suas classificações.....	21
2.2 PROCESSAMENTOS TERMOMECAÑICOS E TÉRMICOS.....	24
2.2.1 Encruamento.....	25
2.2.2 Processos de Restauração Dinâmica.....	29
2.2.3 Deformação plástica severa.....	31
2.2.3.1 Laminação Assimétrica.....	31
2.2.3.2 Laminação acumulativa.....	33
2.2.4 Tratamento Térmico de Recozimento.....	35
2.2.4.1 Recuperação.....	35
2.2.4.2 Recristalização.....	37
2.2.4.3 Crescimento de Grão.....	39
2.2.5 Evolução Estrutural em Ligas de Alumínio submetidas a Processos DPS.....	39
3 MATERIAL E MÉTODOS.....	44
3.1 MATERIAL.....	44
3.2 MÉTODOS.....	45
3.2.1 Nomenclatura das amostras.....	46
3.2.2 Processamento – Laminações.....	48
3.2.2.1 Recozimento para Recristalização.....	53
3.2.3 Caracterização.....	54
3.2.4 Análise Térmica – DSC.....	54
3.2.5 Propriedades Mecânicas.....	56
3.2.6 Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV.....	64
3.2.7 Difração de Raios-X.....	66
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	67
4.1 CONDIÇÃO COMO RECEBIDA (CR).....	67
4.2 PROCESSAMENTO - LAMINAÇÃO CONVENCIONAL VERSUS DPS.....	74
4.3 TRATAMENTO DE RECOZIMENTO PARA RECRISTALIZAÇÃO APÓS LAMINAÇÃO CONVENCIONAL E DPS.....	92
4.3.1 Evidencias dos Processos de Restauração da Estrutura via DSC.....	92
4.3.2 Influencia da Temperatura de Recozimento na Laminação Convencional.....	94



5 CONCLUSÕES .....	129
6 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS .....	131
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	132

## LISTA DE TABELAS

Tab 1 - Reserva E Produção Mundial De Bauxita (Dnpm, 2013).....	19
Tab 2: Classificação Das Séries Do Grupo De Ligas De Alumínio Trabalháveis (Gonçalves <i>Et Al.</i> , 2005; Asm Handbook, 1990). ....	22
Tab 3: Classificação Das Séries Do Grupo De Ligas De Alumínio Para Fundição (Gonçalves <i>Et Al.</i> , 2005; Asm Handbook, 1990).....	23
Tab 4: Resumo De Condições Para Ocorrência Dos Mecanismos Para Início Da Recristalização (Padilha, 2005).....	38
Tab5: Parâmetros Utilizados Nas Chapas Em Estudo Por Tanaka E Minoda (2014) Para Processamento De Duas Ligas De Alumínio Baseada Na 7475 (Uma Convencional E Outra Com Adição De Zr Ao Invés De Cr). ....	40
Tab 6: Composição Química Da Liga De Alumínio 7475 T7351 Em Estudo, % Em Peso (Diniz, 2015). ....	44
Tab 7: Nomenclatura Das Amostras Da Liga Em Estudo.....	47
Tab 8: Plano De Rota De Passes Para Laminação Convencional A Temperatura Ambiente..	51
Tab 9: Plano De Rota De Passes Para Laminação Assimétrica Em Temperatura Ambiente E Resfriada Em Nitrogênio. ....	52
Tab 10 Soluções E Parâmetros Para Remoção De Camada Deformada.....	55
Tab. 11 – Propriedades Mecânicas Extraídas Das Medidas De Ultramicr dureza Instrumentada Ao Longo Da Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Da Amostra Como Recebida (Cr). ....	73
Tab. 12 – Propriedades Mecânicas Extraídas Das Medidas De Ultramicr dureza Instrumentada Ao Longo Da Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Da Amostra Submetida A Laminação Convencional (Cr-Lc). ....	76

Tab 13 – Propriedades Mecânicas Extraídas Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada Ao Longo Da Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Da Amostra Submetida A Laminação Assimétrica A Temperatura Ambiente (Cr-La)..	77
Tab. 14 – Propriedades Mecânicas Extraídas Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada Ao Longo Da Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Da Amostra Submetida A Laminação Assimétrica Com Pré-Resfriamento Em Nitrogênio Líquido (Cr-Lar).....	78
Tab. 15 – Propriedades Mecânicas Extraídas Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada Ao Longo Da Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Da Amostra Submetida A Laminação Acumulativa (Cr-Lm).....	81
Tab. 16 – Propriedades Mecânicas Extraídas Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada Ao Longo Da Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Da Amostra Submetida A Laminação Convencional E Posteriormente Recozida A 200°C Por 30 Minutos (Cr-Lc-200-30).....	96
Tab. 17 – Propriedades Mecânicas Extraídas Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada Ao Longo Da Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Da Amostra Submetida A Laminação Convencional E Posteriormente Recozida A 300°C Por 30 Minutos (Cr-Lc-300-30).....	97
Tab. 18 – Propriedades Mecânicas Extraídas Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada Ao Longo Da Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Da Amostra Submetida A Laminação Convencional E Posteriormente Recozida A 400°C Por 30 Minutos (Cr-Lc-400-30).....	98
Tab. 19 – Propriedades Mecânicas Extraídas Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada Ao Longo Da Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Da Amostra Submetida A Laminação Convencional (Cr-Lc) E Posteriormente Recozida A 400°C Por 30, 60 E 90 Minutos. ....	106
Tab. 20 – Propriedades Mecânicas Extraídas Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada Ao Longo Da Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De	

Laminação Da Amostra Submetida A Laminação Assimétrica A Temperatura Ambiente (Cr-La) E Posteriormente Recozida A 400°C Por 30, 60 E 90 Minutos.. 108

Tab. 21 – Propriedades Mecânicas Extraídas Das Medidas De Ultramicr dureza Instrumentada Ao Longo Da Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Da Amostra Submetida A Laminação Assimétrica Com Pré-Resfriamento Em Nitrogênio Líquido (Cr-Lar) E Posteriormente Recozida A 400°C Por 30, 60 E 90 Minutos. .... 110

Tab. 22 – Propriedades Mecânicas Extraídas Das Medidas De Ultramicr dureza Instrumentada Ao Longo Da Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Da Amostra Submetida A Laminação Acumulativa (Cr-Lm) E Posteriormente Recozida A 400°C Por 30, 60 E 90 Minutos. .... 112

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

fig 1: Discordâncias Organizadas De Maneira Homogênea Em Um Grão Encruado (Padilha, 2005). .....	27
Fig 2: Discordâncias Organizadas De Maneira Heterogênea Em Um Grão Encruado (Padilha, 2005). .....	28
Fig 3: Representação Esquemática Do Processo De Laminação Assimétrica (Autor). .....	32
Fig 4: Representação Esquemática Do Processo De Laminação Acumulativa (Tsuji, <i>Et Al.</i> , 1999). .....	34
Fig 5: Estágios Da Recuperação De Um Material Deformado Plasticamente (Humphreys, 2004). .....	36
Fig 6: Nucleação Da Recristalização Observada Por Microscopia Eletrônica De Varredura Com Imagem De Elétrons Retroespalhados (Padilha E Siciliano, 2005). .....	37
Fig 7: Fluxograma Com As Etapas/Análises Que Foram Cumpridas.....	45
Fig 8: Exemplificação Da Utilização Da Nomenclatura Das Amostras .....	47
Fig 9: Laminador Fenn Do Laboratório De Processamento Mecânico.....	49
Fig 10: Ilustração Do Corpo De Prova.....	49
Fig:11 Máquina De Corte De Precisão De Amostras Com Pequenas Dimensões, Minitom Do Fabricante Struers (Catálogo De Produtos Struers.Com) .....	55
Fig 12: Dsc 404 F1 - Pegasus Do Fabricante Netzsch .....	56
Fig 13: Durômetro Superficial (Fabrincante Wilson, Modelo 3js).....	58
Fig 14 Figura Esquemática Da Análise De Ultramicrodureza Durante Ensaio. Áreas De Contato ( $A_s$ ), Projeção Da Área De Contato ( $A_p$ ), Para Uma Profundidade De Contato ( $H_c$ ) E Determinada Força Máxima ( $F_{máx}$ ), Correspondendo, Portanto, Em Uma Profundidade Máxima ( $H_{máx}$ ) (Adaptado De Taylor; Francis, 2010 Apud Gurgel, 2016). .....	60

Fig: 15 Figura Esquemática Do Gráfico Força Aplicada (F) Versus Deslocamento Do Indentador (H) - Considerando Módulo De Elasticidade Do Indentador De 0,72 Até 1 - (Berkovich Ou Vickers) (Adaptado De Taylor; Francis, 2010 Apud Gurgel, 2016). .....	60
Fig 16: Microscópio Eletrônico De Varredura Modelo Jeol Quanta 250 Feg Fabricante Fei.	65
Fig 17. – Amostra Como Recebida: Aspecto Microestrutural Observado No Mev A ½ Espessura Da Seção Longitudinal (B Refere-Se Ao Detalhamento Da Região Destacada Em A, E C A Região Destacada Em B) E (D) Difratograma De Raio-X Relativo Ao Plano Da Chapa Vinculado A Radiação De Co K $\alpha$ . As Setas Presentes Em A E C Referem-Se A Presença De Precipitados (Seta Vermelha) Ou Cavidades Que Continham Os Mesmos (Seta Azul). .....	69
Fig18: Diagrama De Fases Alumínio - Zinco - Asm Metal Handbook (1992). .....	70
Fig19: Diagrama De Fases Alumínio - Magnésio - Asm Metal Handbook (1992). .....	71
Fig 20: Diagrama De Fases Alumínio - Cobre - Asm Metal Handbook (1992). .....	71
Fig. 21: Evolução Da Dureza Rockwell Superficial (Hr-45t) Extraída Das Medidas Em Um Macrodurômetro No Plano Da Chapa Das Amostras Laminadas (Cr-Lc, Cr-La, Cr-Lar Comparadas A Condição Como Recebida (Cr). .....	75
Fig. 22: (A) Imagem Da Região Central Da Chapa Proveniente Da Laminação Acumulativa (Cr-Lm) E Espectros De Eds (B) Matriz Metálica E (C) Região Escurecida Na Linha De Meia Espessura. .....	80
Fig. 23: Evolução Da Dureza Hv Extraída Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada A ½ Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Das Amostras Laminadas (Cr-Lc, Cr-La, Cr-Lar E Cr-Lm) Comparadas A Condição Como Recebida (Cr). .....	82
Fig. 24: Evolução Das Durezas Dinâmicas Dhv-1 E Dhv-2 Extraídas Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada A ½ Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Das Amostras Laminadas (Cr-Lc, Cr-La, Cr-Lar E Cr-Lm) Comparadas A Condição Como Recebida (Cr). .....	85

Fig. 25: Evolução Do Módulo Da Indentação $E_{it}$ Extraído Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada A $\frac{1}{2}$ Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Das Amostras Laminadas (Cr-Lc, Cr-La, Cr-Lar E Cr-Lm) Comparadas A Condição Como Recebida (Cr). .....	86
Fig. 26: Evolução Da Dureza Da Indentação $H_{it}$ Extraída Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada A $\frac{1}{2}$ Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Das Amostras Laminadas (Cr-Lc, Cr-La, Cr-Lar E Cr-Lm) Comparadas A Condição Como Recebida (Cr). .....	87
Fig. 27: Evolução Da Fluência Da Indentação $C_{it}$ Extraída Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada A $\frac{1}{2}$ Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Das Amostras Laminadas (Cr-Lc, Cr-La, Cr-Lar E Cr-Lm) Comparadas A Condição Como Recebida (Cr). .....	88
Fig. 28: Evolução Da Razão Elástica $\eta_{It}$ Extraída Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada A $\frac{1}{2}$ Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Das Amostras Laminadas (Cr-Lc, Cr-La, Cr-Lar E Cr-Lm) Comparadas A Condição Como Recebida (Cr). .....	89
Fig 30: Análises De Dsc Das Amostras Cr (A), Cr-Lc (B), Cr-La (C) E Cr-Lar (D), Ciclos Térmicos Realizados Com Temperatura Até 500°C. (E) Cr-Lm Com Ciclo Térmico Até 400°C. ....	94
Fig. 31: Evolução Da Dureza $H_v$ Extraída Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada A $\frac{1}{2}$ Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Das Amostras Laminadas Convencionalmente (Cr-Lc) E Recozidas Por 30 Minutos A 200°C (Cr-Lc-200-30), A 300°C (Cr-Lc-300-30), E A 400°C (Cr-Lc-400-30). ....	99
Fig. 32: Evolução Das Durezas Dinâmicas $D_{hv-1}$ E $D_{hv-2}$ Extraídas Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada A $\frac{1}{2}$ Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Das Amostras Laminadas Convencionalmente (Cr-Lc) E Recozidas Por 30 Minutos A 200°C (Cr-Lc-200-30), A 300°C (Cr-Lc-300-30), E A 400°C (Cr-Lc-400-30). ....	100

- Fig. 33: Evolução Da Dureza Da Indentação Hit Extraída Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada A  $\frac{1}{2}$  Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Das Amostras Laminadas Convencionalmente (Cr-Lc) E Recozidas Por 30 Minutos A 200°C (Cr-Lc-200-30), A 300°C (Cr-Lc-300-30), E A 400°C (Cr-Lc-400-30)..... 101
- Fig. 34: Evolução Do Módulo Da Indentação Eit Extraído Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada A  $\frac{1}{2}$  Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Das Amostras Laminadas Convencionalmente (Cr-Lc) E Recozidas Por 30 Minutos A 200°C (Cr-Lc-200-30), A 300°C (Cr-Lc-300-30), E A 400°C (Cr-Lc-400-30)..... 102
- Fig. 35: Evolução Da Fluência Da Indentação Cit Extraída Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada A  $\frac{1}{2}$  Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Das Amostras Laminadas Convencionalmente (Cr-Lc) E Recozidas Por 30 Minutos A 200°C (Cr-Lc-200-30), A 300°C (Cr-Lc-300-30), E A 400°C (Cr-Lc-400-30)..... 103
- Fig. 36: Evolução Da Razão Elástica  $\eta_{It}$  Extraída Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada A  $\frac{1}{2}$  Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Das Amostras Laminadas Convencionalmente (Cr-Lc) E Recozidas Por 30 Minutos A 200°C (Cr-Lc-200-30), A 300°C (Cr-Lc-300-30), E A 400°C (Cr-Lc-400-30)..... 104
- Fig. 37: Evolução Da Dureza Hv Extraída Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada A  $\frac{1}{2}$  Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Das Amostras Laminadas ((A) Cr-Lc, (B) Cr-La, (C) Cr-Lar E (D) Cr-Lm) E Recozidas A 400°C Por 30 Minutos, 60 Minutos, E 90 Minutos..... 115
- Fig. 38: Evolução Da Dureza Dhv-1 Extraída Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada A  $\frac{1}{2}$  Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Das Amostras Laminadas ((A) Cr-Lc, (B) Cr-La, (C) Cr-Lar E (D) Cr-Lm) E Recozidas A 400°C Por 30 Minutos, 60 Minutos, E 90 Minutos..... 117
- Fig. 39: Evolução Da Dureza Dhv-2 Extraída Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada A  $\frac{1}{2}$  Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Das Amostras Laminadas ((A) Cr-Lc, (B) Cr-La, (C) Cr-Lar E (D) Cr-Lm)) E Recozidas A 400°C Por 30 Minutos, 60 Minutos, E 90 Minutos..... 119



- Fig. 40: Evolução Do Módulo Da Indentação  $E_{it}$  Extraído Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada A  $\frac{1}{2}$  Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Das Amostras Laminadas ((A) Cr-Lc, (B) Cr-La, (C) Cr-Lar E (D) Cr-Lm)) E Recozidas A 400°C Por 30 Minutos, 60 Minutos, E 90 Minutos..... 121
- Fig. 41: Evolução Da Dureza Da Indentação  $H_{it}$  Extraída Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada A  $\frac{1}{2}$  Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Das Amostras Laminadas ((A) Cr-Lc, (B) Cr-La, (C) Cr-Lar E (D) Cr-Lm)) E Recozidas A 400°C Por 30 Minutos, 60 Minutos, E 90 Minutos..... 123
- Fig. 42: Evolução Da Fluência Da Indentação  $C_{it}$  Extraída Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada A  $\frac{1}{2}$  Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Das Amostras Laminadas ((A) Cr-Lc, (B) Cr-La, (C) Cr-Lar E (D) Cr-Lm)) E Recozidas A 400°C Por 30 Minutos, 60 Minutos, E 90 Minutos..... 125
- Fig. 43: Evolução Da Razão Elástica  $\eta_{it}$  Extraída Das Medidas De Ultramicrodureza Instrumentada A  $\frac{1}{2}$  Espessura Da Seção Longitudinal A Direção De Laminação Das Amostras Laminadas ((A) Cr-Lc, (B) Cr-La, (C) Cr-Lar E (D) Cr-Lm)) E Recozidas A 400°C Por 30 Minutos, 60 Minutos, E 90 Minutos..... 127

## LISTAS DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

ABAL	-	Associação Brasileira do Alumínio
Al	-	Alumínio
ARB	-	<i>Accumulative Roll Bonding</i> (Laminação Acumulativa)
CR	-	Amostra na Condição de Como Recebida
DL	-	Direção de Laminação
DPS	-	Deformação Plástica Severa
DRX	-	Difração de Raios X
DSC	-	<i>Differential Scanning Calorimeter</i> (Calorimetria Diferencial de Varredura)
EDS	-	<i>Energy-Dispersive X-Ray Spectroscopy</i> (Espectroscopia Por Energia Dispersiva de Raios X)
EFE	-	Energia de Falha de Empilhamento
EUA	-	Estados Unidos da América
ICEx	-	Instituto de Ciências Exatas
IME	-	Instituto Militar de Engenharia
Kgf	-	Quilograma Força
LA	-	Laminação Assimétrica
LC	-	Laminação Convencional
LM	-	Laminação Acumulativa ( <i>Accumulative Roll Bonding</i> )
MEV	-	Microscopia Eletrônica de Varredura
SE	-	Elétrons Secundários
TG	-	Tamanho de Grão
TR	-	Tratamento de Recozimento para Recristalização
UFF	-	Universidade Federal Fluminense

## RESUMO

O alumínio é amplamente utilizado para a produção de inúmeros constituintes aeronáuticos, visto que ligas produzidas com este elemento são capazes de inferir propriedades exigidas, como baixa densidade, alto nível de resistência mecânica, fadiga e corrosão. Este setor industrial, por vezes, necessita realizar a conformação de peças com geometrias complexas. Para isso, há a necessidade do uso do processo de conformação superplásticos. Para que uma liga seja capaz de desenvolver comportamento superplástico, é necessária uma microestrutura com grãos ultrafinos (submicrométricos ou nanométricos). Neste estudo, foram utilizadas técnicas de deformação plástica severa, como laminação assimétrica e acumulativa, com objetivo de se avaliar o potencial da recristalização associado ao refinamento da microestrutura de uma liga de alumínio 7475 T7351 quando comparadas a laminação convencional. Os resultados obtidos indicaram falta de correlação entre os valores de densidade de discordância quantificados a partir dos difratogramas, resultantes da análise de difração de Raio-X, em relação as propriedades medidas por ultramicrodureza instrumentada. Evidências indicam que o processo de laminação acumulativa não se mostrou ideal para atingir os objetivos microestruturais necessários para que fosse possível realizar uma conformação superplástica, devido a alta temperatura de deformação adotada (170°C) que resultou no amolecimento após o processo de laminação e espessura final alcançada pelas chapas muito inferior a objetivada (3 mm).

## ABSTRACT

Aluminum is generally used for the production of numerous aeronautical components, as produced with this alloy element are able to infer required properties such as low density, high level of mechanical strength, fatigue and corrosion. This industry sometimes needs to perform the configuration of parts with complex geometries. For this there is the need to use the superplastic forming process. For an alloy capable of superplastic behavior develop a microstructure with small grains it is necessary. In this study, severe plastic deformation techniques were used, such as asymmetric and accumulative rolling bonding, in order to evaluate the potential of recrystallization associated with the refinement of the microstructure of a 7475-T7351 aluminum alloy when compared to conventional rolling. The results showed no correlation between the dislocation density values quantified from the XRD patterns in relation to the properties measured by Instrumented Ultramicrodurometer. Evidence indicates that the cumulative rolling process was not ideal to achieve the microstructural goals required for it to be possible to perform a superplastic forming because high temperature adopted deformation (170 ° C) which resulted in softening after the rolling process and the final thickness is reached by much less than objectified plates (3 mm).

# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 O ALUMÍNIO

O alumínio é o terceiro elemento mais abundante na crosta terrestre. Este é mais comumente encontrado na forma de óxido de alumínio, ou seja, a alumina presente em minérios como bauxita, boemita e gibsitita (VALENTIM, 2011). Por este motivo é necessário a realização de processos de extração do metal a partir de composto na forma de óxido, sendo a bauxita o principal minério de interesse comercial. Em 1886, trabalhando paralelamente e de forma independentemente, dois cientistas, Charles Martin Hall nos Estados Unidos da América e Paul Louis Héroult na França, conseguiram descobrir em um mesmo período, um processo industrial economicamente viável, por meio de eletrólise, capaz de produzir o alumínio puro, em que mais tarde foi intitulado como processo Hall-Héroult (ABAL, 2004). Atualmente, este ainda é o processo pelo qual é produzido o metal alumínio a partir da alumina, que por sua vez, é refinado pelo processo Bayer.

No que se refere ao seu emprego na forma metálica, o alumínio se encontra bem próximo de metais associados as ligas ferrosas, como é o caso dos aços, e pode ser considerado o metal não ferroso mais consumido anualmente (ABAL, 2004). Tal fato se deve as ótimas propriedades físicas e químicas, como baixa massa específica, boa resistência à corrosão, alta condutibilidade elétrica, característica paramagnética, além de ser infinitamente reciclável (ABAL, 2004). Sendo assim, o estudo e o desenvolvimento produtos deste metal e suas ligas para aplicação em engenharia estão sendo foco dos mais variados estudos associado ao seu potencial de uso crescente.

A história do alumínio metálico e de suas ligas está diretamente relacionada ao advento da necessidade de implementação de materiais com maior resistência e desempenho, agregado uma significativa tenacidade e possibilidade de redução de peso. Assim, ligas de alumínio deixaram de ser utilizadas somente para fins de fabricação de simples utensílios domésticos e alguns suntuosos objetos de arte e começaram a ser aplicadas por montadoras em veículos de transporte, sejam para fins automotivo, ferroviário, aeronáutico ou aeroespacial.

No ano de 1915, a indústria automotiva começou a realizar substituições de peças anteriormente produzidas por outros materiais metálicos, como exemplo o ferro fundido, por novas ligas de alumínio, visando incorporar partes em veículos, agora confeccionadas com materiais que possuem vantagens superiores, como menor densidade, quando comparado aos materiais utilizados anteriormente (ARAUJO, *et al.*, 1999; BARBOSA, 2014).

Na indústria aeronáutica a utilização do alumínio corresponde a 70% dos componentes estruturais, mostrando assim, a importância do estudo e conhecimento das propriedades e aplicações de ligas de alumínio (VIANA, *et al.*, 2005).

Ligas da família 2XXX e 7XXX são exemplos de ligas desenvolvidas com características que as tornam excelentes para aplicação em dispositivos e partes estruturais de aeronaves, devido a facilidade de conformação, baixa densidade e alta resistência mecânicas (BARBOSA, 2014).

A maioria das ligas de alumínio estão propensas a uma possível corrosão intergranular. As ligas da família 2XXX, onde o cobre é o principal elemento de liga, não são exceção à regra, e também podem sofrer com esse tipo de deterioração. Em contrapartida, após tratamento térmico (envelhecimento), estas, adquirem propriedades mecânicas capazes de superar as de aços com baixo teor de carbono (ASM HANDBOOK, 1990).

Com o contínuo estudo sobre este grupo de ligas, foi possível então adequar, na série 7XXX, por exemplo, uma gama de propriedades de interesse para indústria aeronáutica/aeroespaciais tais como: melhor resistência à corrosão, resistência mecânica e tenacidade à fratura (ASM HANDBOOK, 1990). Vale ressaltar, que tais propriedades são alcançadas devido à realização de tratamentos térmicos especiais, como o superenvelhecimento, que ocorre na liga 7475 a qual é submetida ao tratamento térmico de envelhecimento e superenvelhecimento.

O intento deste trabalho foi a realização de um estudo em uma liga de Alumínio - Zinco (7475 - série 7XXX), estabelecendo um comparativo entre técnicas de deformação plástica severa com uma técnica convencional de deformação mecânica, avaliando o potencial de recristalização, de modo que permita a formação de uma microestrutura refinada, com tamanho de grãos ultrafinos (preferencialmente na escala nanométrica) e estabilidade microestrutural em altas temperaturas. Possibilitando assim, futuros processos de conformação superplástica, a partir de uma liga 7475 na condição T7351 (superenvelhecida) para a produção de estruturas do setor aeronáutico, onde haja a necessidade de fabricação de peças com geometrias complexas.

## 1.2 JUSTIFICATIVA

O trabalho teve como meta alcançar conhecimentos concretos do estudo da recristalização da liga de alumínio 7475 na condição T7351 (superenvelhecida), após aplicação de técnicas de deformação plástica severa (a laminação assimétrica e a acumulativa) quando comparada a laminação convencional. Tal estudo tem grande valia para a comunidade científica, pois permitirá a avaliação das características estruturais deste material durante a recristalização e seu potencial para desenvolvimento de características ou propriedades microestruturais para conformação superplástica, onde se alia processos de deformação na faixa do trabalho mecânico a quente com taxas de deformação extremamente baixas.

## 1.3 OBJETIVO

Este trabalho objetivou avaliar o potencial da recristalização associado ao refinamento microestrutural da liga de alumínio 7475, na forma de chapa laminada a quente e superenvelhecida (T7351), quando submetida as técnicas de deformação plástica severa de laminação assimétrica e acumulativa quando comparadas a laminação convencional.

### 1.3.1 Objetivos Específicos

Para que fossem extraídas todas as informações da liga objeto de estudo, foi necessária realização de diversos ensaios para fins específicos, tais como:

- Análise microestrutural via microscopia eletrônica de varredura para caracterizar a condição como recebida e a qualidade de união do resultado da laminação acumulativa.
- Difração de Raios-X (DRX) para avaliar a densidade de discordâncias resultante dos distintos processos de conformação a frio em comparação a condição como recebida;
- Avaliação do uso das medidas de macrodureza e ultramicrodureza instrumentada, quanto as propriedades extraídas destas técnicas elucidar a evolução estrutural do material desde a condição como recebida e submetidas aos distintos processos de conformação a frio;

- Calorimetria diferencial exploratória (DSC) para obter evidências da recuperação / recristalização e mensurar a temperatura de recristalização nas amostras submetidas aos distintos processos de conformação a frio;

- Mapeamento das propriedades mecânicas, via ultramicrodureza instrumentada, ao longo da espessura das amostras submetidas aos distintos processos de conformação a frio e posterior tratamento térmico de recozimento para recristalização, em comparação com a condição como recebida.



## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 ALUMÍNIO E SUAS LIGAS

#### 2.1.1 Visão geral

O alumínio é o terceiro elemento químico em maior abundância na crosta terrestre, no entanto não encontrado na forma nativa na natureza. Com isso a obtenção de alumínio metálico advém da metalurgia extrativa a partir de uma mistura de óxidos de alumínio, denominado bauxita. Assim sendo, é importante destacar os principais dados no que se refere as reservas e a produção desta.

Na tabela 1, divulgada pelo Departamento Nacional de Produção Mineral (DNPM), é possível analisar dados alusivos ao ano de 2013 onde é perceptível o Brasil ocupando a sexta colocação no *ranking* de reserva mundial. Em posição de destaque, em primeiro lugar, Guiné é a detentora da maior reserva, com mais de  $7.000 \times 10^6$  toneladas, seguida da Austrália, Jamaica e Indonésia.

**Tab. 1 - Reserva e produção mundial de bauxita (DNPM, 2013).**

Discriminação Países	Reservas <sup>(1)(2)</sup> ( $10^6$ t)	Produção ( $10^3$ t)		
	2013 <sup>(p)</sup>	2012 <sup>(r)</sup>	2013 <sup>(p)</sup>	(%)
Brasil	714	33.260	32.867	12,7
Austrália	6.000	76.300	77.000	29,9
China	830	47.000	47.000	18,2
Indonésia	1.000	29.000	30.000	11,6
Índia	540	19.000	19.000	7,4
Guiné	7.400	17.800	17.000	6,6
Jamaica	2.000	9.340	9.500	3,7
Rússia	200	5.720	5.200	2,0
Cazaquistão	160	5.170	5.100	2,0
Outros países	6.850	14.830	15.250	5,9
<b>TOTAL</b>	<b>25.694</b>	<b>257.420</b>	<b>257.917</b>	<b>100,0</b>

No que se relaciona a produção, os dados apontam que mesmo países não possuidores das maiores reservas, são por outro lado, maiores produtores, como é o caso da Austrália e China.

Ocupando o terceiro lugar de produção, encontra-se o Brasil, sendo produtor de mais de  $30.000 \times 10^3$  toneladas.

A produção deste metal é iniciada pelo processo Bayer (ABAL, 2004), o qual segue as principais etapas destacadas a seguir: dissolução da bauxita em soda cáustica; filtragem para realizar a separação da parte sólida; concentração da solução filtrada cristalização da alumina; secagem e calcinação dos cristais para eliminação da água do processo. Como resultado, obtém-se o pó de alumina pura, que é levado para redução pelo processo de eletrólise Hall-Héroult, resultando assim em alumínio metálico.

O desenvolvimento do alumínio como metal e suas respectivas ligas está associado ao grande desenvolvimento em bens de consumos e tecnologia em geral, englobando a pesquisas em materiais no século XX. Dado momento em que pesquisadores começaram a perceber a gama de boas propriedades que o alumínio possui, tais como baixa densidade, ampla faixa de propriedades físicas, mecânicas, elétricas e térmicas (BRAGA, 2011), este começou a ser estudado de forma profunda visando a aplicabilidade do alumínio para construção de novos projetos, como na indústria de transporte, por exemplo. Deste modo, sendo impelido à sua utilização objetivando o desenvolvimento de suas ligas com as necessidades impostas pelo mercado.

Atualmente, o alumínio é amplamente utilizado, sendo o constituinte de inúmeros componentes nos mais variados setores. A indústria de transporte é responsável por grande parte do emprego desse material.

No setor de produção aeronáutico, onde são exigidos requisitos no que se refere a propriedades particulares tais como baixa densidade, capacidade de conformação bem como alto nível de resistência mecânicas, fadiga e corrosão, o alumínio se destaca e é por isso empregado em larga escala (BARBOSA, 2014).

A indústria aeronáutica por muitas vezes necessita produzir peças com geometrias complexas, para tanto, se fazer uso de processos de conformação superplástica pode ser uma opção viável. Isso se dá pelo fato destes processos permitirem que o material policristalino, neste caso, produzido a partir das ligas das séries 2XXX e 7XXX, tenha capacidade de desenvolver altos valores de deformação plástica precedentes a fratura (NIEH, 1997; NIEH, 2005), desta maneira, possibilitando a confecção com este tipo de geometria.

Para que o material possua comportamento superplástico, normalmente, é necessário que se tenha tamanho de grão preferencialmente na escala nanométrica e condições estruturais (precipitados ou solutos em solução) que impeçam o crescimento de grão durante o

tratamento térmico de recozimento e a conformação superplástica (NIEH, 1997). A utilização de técnicas de deformação plástica severa, como laminação assimétrica ou acumulativa, por exemplo, podem ser uma opção a fim de obter uma estrutura com grãos nanométricos, principalmente em ligas monofásicas de alumínio. E ainda, tratamentos térmicos prévios, como os de solubilização seguidos ou não de envelhecimento, podem fornecer uma condição estrutural adequada para o retardo do crescimento de grão, em função da composição química da liga metálica (NIEH, 1997).

### 2.1.2 Ligas de alumínio e suas classificações

O alumínio, enquanto puro, é um metal macio e que possui baixa densidade. Com o propósito de diversificar a sua gama das propriedades, distintas quantidades de elementos de liga são adicionadas, formando assim, ligas de alumínio com distintas características. Sendo os elementos de ligas mais comumente verificados nas ligas de alumínio o zinco, cobre, magnésio, titânio, estanho, cromo, tungstênio, ferro, silício, níquel e boro (GONÇALVES, *et al.*, 2005).

Várias normas para classificação do alumínio e suas ligas são encontradas no âmbito de institutos de normatização e no industrial. No que diz respeito ao Brasil, a norma brasileira seguida é NBR 6834 da ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas) ([www.abnt.org.br](http://www.abnt.org.br)). De modo a facilitar a identificação das ligas de alumínio segundo a ABNT, estas são divididas em dois grupos principais, sendo estes: composições para fundição e composição para ligas trabalháveis (processamento mecânico). A classificação é baseada em um sistema numérico composto por quatro dígitos os quais formam a lista de famílias de ligas (XXXX para as ligas trabalháveis, e XXX.X para as ligas para fundição), conforme apresentado na tabela 2, correlacionando a série / família das ligas trabalháveis com elemento de liga principal (BRAGA, 2011; ASM HANDBOOK, 1990).

**Tab. 2 - Classificação das séries do grupo de ligas de alumínio trabalháveis (GONÇALVES *et al.*, 2005; ASM HANDBOOK, 1990).**

Série da liga	Principal elemento de liga
1XXX	Alumínio puro ( $\geq 99,00\%$ )
2XXX	Cobre (série designada por duralumínio), como também pode ser Cobre + Lítio
3XXX	Manganês
4XXX	Silício
5XXX	Magnésio
6XXX	Magnésio e Silício
7XXX	Zinco
8XXX	Lítio (e eventualmente magnésio)
9XXX	Série não utilizada comercialmente

A classificação das ligas da família 2XXX até 8XXX para processamento mecânico é designada da seguinte forma segundo ASM HANDBOOK (1990):

**Primeiro dígito** corresponde a série, ou seja, o principal elemento de liga;

**Segundo dígito** representa modificações na liga. Quando este dígito receber o valor de zero, significa "liga original".

**Terceiro e quarto dígitos** identificam a liga de alumínio, não tem nenhum significado em especial.

Para a série 1XXX, onde se tem alumínio puro, os dois últimos dígitos correspondem ao nível de pureza. Para uma liga 1060, por exemplo, tem-se no mínimo 99,60% de alumínio (GONÇALVES, *et al.*, 2005).

Na tabela 3, pode-se observar a classificação das ligas de alumínio para fundição. Estas ligas são obtidas por solidificação após serem injetadas ou vazadas em moldes. Tais ligas possuem sua classificação baseada em uma sequência numérica de três dígitos separados do quarto dígito por um ponto (XXX.X) (GONÇALVES, *et al.*, 2005).

**Tab. 3 - Classificação das séries do grupo de ligas de alumínio para fundição (GONÇALVES *et al.*, 2005; ASM HANDBOOK, 1990).**

Série da liga	Principal elemento de liga
1XX.X	Alumínio puro ( $\geq 99,00\%$ )
2XX.X	Cobre
3XX.X	Silício com adição de cobre e/ou magnésio
4XX.X	Silício
5XX.X	Magnésio
6XX.X	Série não utilizada
7XX.X	Zinco
8XX.X	Estanho
9XX.X	Outros elementos

Para as ligas voltadas para fundição, a designação das séries é feita do seguinte modo, conforme ASM HANDBOOK (1990) e GONÇALVES, *et al.* (2005):

**Primeiro dígito** corresponde a série, ou seja, o principal elemento de liga;

**Segundo e terceiro dígitos** representam a identificação da liga específica de alumínio, indicando a pureza. Nota-se que neste caso, não é mostrado se há modificações na liga por meio do segundo dígito, assim, é adicionada uma letra no início da especificação da liga (A, B, C...);

**Quarto dígito**, separado pelo ponto, define a forma do produto, ou seja, se foi vazado ou estava em condição de lingote.

De acordo com Braga (2011), as ligas de alumínio só começaram a ser difundidas no setor de aviação com o aparecimento da liga DURALUMIN, na Alemanha, pertencente a série 2XXX, a qual é envelhecível naturalmente.

No momento atual, cerca de 70% dos componentes estruturais de aeronaves são constituídos de alumínio, podendo ser em forma de ligas contendo percentuais de Cobre, Zinco e Lítio. Podem ser destacadas as ligas da série 2XXX e 7XXX, sendo a última, aplicada em partes de aeronaves como: perfis estruturais, revestimentos de asas, fuselagem e longarinas, por exemplo (VIANA, 2005; BARBOSA, 2014).

Entre as ligas da serie 7XXX, a liga 7475 refere-se ao material tema de estudo da presente dissertação de mestrado. Segundo DURSUN *et al.*,(2014), esta liga foi desenvolvida como uma versão modificada da liga 7075 e teve por objetivo adequação para aplicações que possuem necessidade de um material com maior resistência mecânica, a fratura, a propagação

de trinca e a corrosão. Para tal, foi realizada uma diminuição nos valores dos elementos de liga como ferro e silício, modificando seus teores, respectivamente, de 0,5 para 0,12 e 0,4 para 0,10, bem como alteração na condição de envelhecimento. Com estas alterações, foi conferida a liga 7475 tamanho de grão mais fino, uma dispersão ótima além de maiores valores de tenacidade, resistência a corrosão e fadiga de corrosão conforme já mencionado.

Quando analisado o valor do limite de escoamento da liga 7475, obtém-se valores próximos a 42 MPa na direção transversal a direção de laminação e 52 MPa na direção longitudinal a de laminação. A liga com menores teores de ferro e silício apresenta maior ductilidade. Ao observar resistência a fadiga, nota-se valores maiores em comparação com a liga 2024, enquanto que a liga 7075 apresenta uma menor resistência.

Por fim, vale ressaltar, que a liga 7475 possui resistência a corrosão e fadiga melhor ou igual que muitas ligas de alumínio como folhas das ligas 7075, 7050, 2024 as quais são, atualmente, utilizadas para componentes de alto desempenho em aeronaves.

## 2.2 PROCESSAMENTOS TERMOMECÂNICOS E TÉRMICOS

A produção de produtos planos, na forma de chapa fina e folha, de alumínio e suas ligas envolve processos de laminação e/ou tratamento térmicos adequados, em função das características microestruturais almejadas.

No que diz respeito aos processos de conformação mecânica, onde a laminação se faz presente, modificações estruturais se farão presentes no material metálico em função do percentual e taxa de deformação, energia de falha de empilhamento (EFE), e temperatura de deformação e de fusão ( $T_f$ , em Kelvin) do metal ou liga. No que diz respeito a temperatura de deformação em relação da temperatura de fusão do material objeto do processamento, os processos conformação classificam-se da seguinte forma:

- trabalho mecânico a quente, quando o material é deformado em uma temperatura acima de  $0,5T_f$  a estrutura ao ser deformada poderá experimentar os fenômenos de recuperação ou recristalização dinâmica seguida de recuperação ou recristalização estática.

- trabalho mecânico a morno, quando o material é deformado em uma temperatura no intervalo entre  $0,2T_f$  e  $0,5T_f$  a estrutura ao ser deformada poderá experimentar somente o fenômeno de recuperação;

- trabalho mecânico a frio, quando o material é deformado em uma temperatura abaixo de  $0,2T_f$  a estrutura deformada não experimentará nenhum fenômeno de restauração (recuperação ou recristalização) permanecendo encruada, exceto se o material posteriormente for submetido a um tratamento térmico de recozimento para alívio de tensões (que irá somente recuperar a estrutura) ou para recristalização parcial ou total.

Na presente dissertação de mestrado foram adotados processos de conformação mecânica em distintas temperaturas (a  $170^\circ\text{C}$  (433 K), a temperatura ambiente (298 K) e criogênica) seguidos de tratamentos térmicos de recozimento para uma liga de alumínio 7475 (Al-5,67Zn-2,38Mg-1,78Cu-0,242Fe-0,197Cr, % em peso), a qual tem temperatura de fusão inferior ao alumínio puro ( $T_f = 660^\circ\text{C} = 933\text{ K}$ ;  $0,5T_f = 466,6\text{ K}$ ;  $0,2T_f = 186,6\text{ K}$ ) e segundo o ASM Handbook (XXX) sua temperatura *liquidus* é de aproximadamente  $635^\circ\text{C}$  (908 K).

Com base neste pressuposto são apresentados, nesta revisão da literatura, inicialmente os conceitos que fundamentam os processos de encruamento e de restauração dinâmica e estática (restauração e recristalização), e posteriormente são descritas as bases dos processos de conformação empregados por meio de deformação plástica severa (laminação assimétrica e acumulativa em comparação a convencional simétrica). Seguida de uma abordagem quanto fundamentos referentes aos fenômenos de restauração / modificações microestruturais durante um tratamento térmico de recozimento para recristalização. Por fim, uma abordagem sumária de estudos relacionados aos processos de conformação mecânica adotados vinculados ou não a tratamentos térmicos de recozimentos em ligas de alumínio.

### 2.2.1 Encruamento

Ao realizar processos de trabalho mecânico a frio em um metal, este pode passar para condição de encruado. Tal fato gera deformação na rede cristalina do material, a qual é proporcional a força aplicada para a deformação plástica - ocorrendo uma maior deformação quanto maior a força aplicada (CHIAVERINI, 1987).

Ao realizar a deformação plástica no material, este tem sua temperatura elevada. Isto ocorre devido ao trabalho (deformação plástica) realizado, o qual é transformado a maior parte na forma de calor. O calor gerado é armazenado pelo metal em forma de energia, e corresponde a 10% do total produzido. Pode-se relacionar tal energia na forma de altos

números de imperfeições cristalinas, como por exemplo, discordâncias no metal. Esta energia pode ser considerada como o potencial termodinâmico para recuperação e recristalização (CHIAVERINI, 1987; MINATEL, 2009).

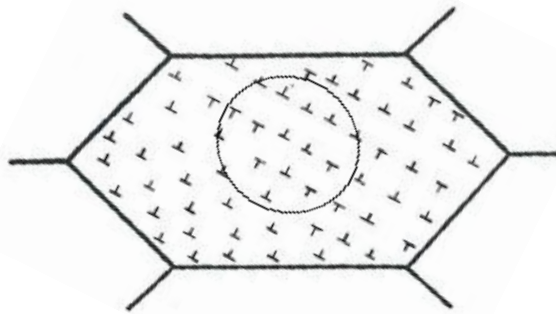
Durante o mecanismo da deformação plástica, alguns fenômenos ocorrem na microestrutura do metal, como: alteração de forma dos grãos; tendência dos grãos possuírem uma orientação preferencial (textura de deformação); o número de defeitos e de discordâncias por unidade de volume crescem em muitas ordens de grandeza; os contornos de grãos aumentam a sua área (grão/unidade de volume). Este último, se dá pelo fato da alteração da forma do grão para adequação da forma macroscópica, e por isso há o aumento da área de contorno, onde está, irá incorporar discordâncias geradas durante o processo de deformação plástica (PADILHA, 2005; HUMPHREYS *et al.*, 2004).

Alguns fatores afetam intrinsecamente a evolução microestrutural de um material em estado encruado. A seguir, são discutidos os principais, como: energia de falha de empilhamento; tamanho de grão inicial; e endurecimento por solução sólida.

#### Energia de falha de empilhamento (EFE).

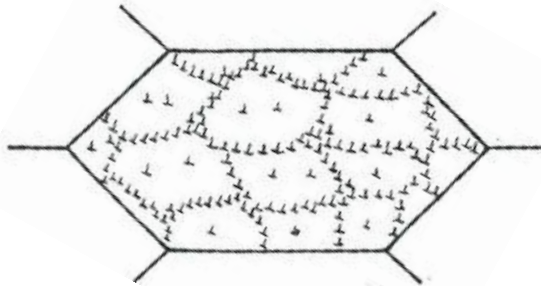
Em um metal encruado, a energia de falha de empilhamento tem ligação direta com a disposição das discordâncias, ou seja, a forma com que estas são distribuídas no material. Metais com baixa energia de falha de empilhamento, possuem baixa mobilidade das discordâncias parciais ao ser deformado, isso se dá pelo fato das discordâncias possuírem uma distância muito grande umas das outras. Tal fato acarreta em uma dificuldade para que escorregamentos com desvio (*cross-slip*) e escalagem (*climb*) de discordâncias ocorram, gerando assim uma microestrutura com discordâncias com uma distribuição homogênea como pode ser observado na figura 1 (PADILHA, 2005).





**Fig 1: Discordâncias organizadas de maneira homogênea em um grão encruado (PADILHA, 2005).**

Assim sendo, o inverso, ou seja, metais com alta energia de falha de empilhamento propiciam a ocorrência do escorregamento com desvio (*cross-slip*) e escalagem (*climb*), visto que possuem discordâncias dispostas próximas umas das outras, permitindo ainda a aniquilação e rearranjo de discordâncias. Este é o caso do alumínio, que possui alta energia de falha de empilhamento, cerca de  $166 \text{ mJm}^{-2}$  e assim, forma uma estrutura com uma distribuição heterogênea das discordâncias como mostrado na figura 2. Discordâncias com alta mobilidade costumam situar-se em planos cristalinos com baixos índices de Miller, podendo também aniquilar-se com outras discordâncias próximas com sinais oposto (PADILHA, 2005; MINATEL, 2009).



**Fig 2: Discordâncias organizadas de maneira heterogênea em um grão encruado (PADILHA, 2005).**

#### Tamanho de grão inicial

Endurecimento por refino de grão é causado por contornos de grão, que agem como barreiras que realizam o bloqueio para que as discordâncias se movam. Para amostras com grãos finos, a densidade de discordância após a deformação é maior. Em um estudo realizado com ferro de alta pureza policristalino, Keh e Weissmann (1963) analisaram que amostras com grãos de diferentes tamanhos submetidos ao mesmo grau de deformação, se mostraram com densidades de discordâncias distintas. Para amostras com grãos menores, a densidade de discordância possuía valores maiores (PADILHA, 2005; MINATEL, 2009).

#### Endurecimento por solução sólida

A mobilidade das discordâncias é reduzida ao adicionar átomos de soluto no metal puro, isso se dá pelo fato de que há a modificação da energia de falha de empilhamento, provocando um novo rearranjo da distribuição das discordâncias, bem como a distorção da rede cristalina e nos campos de tensão no entorno, complicando o deslocamento das discordâncias e assim o seu rearranjo (PADILHA, 2005; MINATEL, 2009).

### 2.2.2 Processos de Restauração Dinâmica

Como descrito anteriormente, após processos de deformação abaixo de  $0,2T_f$ , como por exemplo, aqueles convencionais ou de DPS, materiais metálicos, se forem expostos posteriormente a temperaturas superiores, tendem a passar por modificações em sua estrutura encruada, como a recuperação ou até mesmo a recristalização em função do incremento da temperatura em relação a sua temperatura de fusão e constituição composicional e microestrutural. Tais modificações já foram explicadas anteriormente, porém, nesta seção, serão apresentadas informações específicas quanto a ocorrência destes fenômenos em temperaturas superiores a  $0,2T_f$  em conjunto com a deformação, sendo elas: recristalização estática ou dinâmica; e recuperação estática ou dinâmica.

Abaixo, encontram-se descritos os principais conceitos relacionados a estes processos de modificação microestrutural, conforme apresentado em Padilha e Siciliano (2005).

Em ambos os casos da restauração da estrutura encruada, ou seja, recristalização ou recuperação, há o processo o qual é designado como "dinâmico". Este processo recebe esta denominação visto que ocorre concomitantemente com o processo de deformação, em outras palavras, enquanto o material ainda deformado se encontra sob um campo de tensões.

Nos mecanismos de restauração, os principais fatores que implicam no tipo de processo de recristalização e recuperação são: energia de falha de empilhamento e percentual de deformação. No entanto não há de se esquecer que a recristalização só se fará presente se o material for deformado em temperaturas acima de  $0,5T_f$ . Abaixo encontram-se descritos, os possíveis mecanismos associados aos dois fatores em um material metálico policristalino.

Em um material que possui uma alta energia de falha de empilhamento e que é submetido a níveis de baixos a médios percentuais de deformações, ocorre recuperação dinâmica seguida de recuperação estática. Já para um mesmo material, ou seja, com alta energia de falha de empilhamento, porém conformado com um alto percentual de deformação, haverá a ocorrência de recuperação dinâmica seguida de recristalização estática. Isso se dá pelo fato do material possuir energia suficiente para recuperação de forma rápida, desta maneira, eliminando somente parte dos defeitos lineares presentes na estrutura cristalina e por consequência, dando ao sistema, potencial termodinâmico para que ocorra a recristalização estática.

Ao se tratar de um material oposto ao mencionado acima, isto é, com baixa energia de falha de empilhamento, e que é sujeito a um baixo a médio percentual de deformação, ocorrerá processos de recuperação dinâmica seguida de recristalização estática. Tendo em vista que o baixo potencial energético para recuperar a estrutura, por sua baixa energia de falha de empilhamento, permitirá ter uma reserva de potencial para prover a recristalização posterior.

Ao se falar de altos de percentuais deformações em um mesmo material com baixa EFE, tem-se recristalização dinâmica seguida de recristalização estática. Neste caso, o sistema possui cinética de recuperação lenta. Logo, os defeitos na estrutura cristalina mantêm-se altos durante a deformação, assim, é mais plausível que se tenha recristalização dinâmica devido a existência de energia suficiente (potencial termodinâmico), permitindo também que esta continue com a criação de novos núcleos de maneira estática.

Durante a recuperação dinâmica, em metais com baixa energia de falha de empilhamento, quando deformado de média a alta temperatura (em função da temperatura de fusão absoluta do metal ou liga), há o crescente aumento no número de defeitos cristalinos, porém, devido esta temperatura adotada (deformação a quente ou a morno), o sistema possui energia suficiente para que as discordâncias sejam rearranjadas formando concomitantemente subgrãos. Tal fato não ocorreria caso a deformação fosse realizada em baixa temperatura (menor que  $0,2 T_f$ ).

Por outro lado, pode-se verificar a recristalização dinâmica, onde ocorre aniquilação de grandes quantidades de defeitos gerados durante o encruamento, através da migração de contornos de grão, quando os defeitos produzidos durante a deformação a quente tendem a ser eliminados concomitantemente, devido a dois fatores: alto percentual de deformação e material que possuem baixa EFE

No entanto, outros fatores como a taxa de deformação, solução sólida, presença / natureza / localização de precipitados pode interferir na cinética destes processos de restauração.

### 2.2.3 Deformação plástica severa

Meios que visam a redução no tamanho de grão estão sendo continuamente desenvolvidos, visto que tal método é capaz de inferir melhorias em propriedades como aumento de resistência mecânica e tenacidade em certos materiais metálicos onde se faz necessária a resistência a fluência, por exemplo, como o caso da liga 7475 objetivando aplicações para conformação superplástica. Para tanto, processos de deformação plástica severa (DPS) se mostram mais promissores para atingir tal interesse (ZUO, 2008). No que se refere a temperatura de trabalho para que ocorra a DPS, esta pode variar de 500°C até a temperatura ambiente, sendo esta variação em função do tipo de técnica aplicada (CALADO, 2012).

O processo de deformação plástica severa constitui-se de técnicas capazes de realizar transformações nos materiais, sendo a principal delas, a redução do tamanho de grão para fino ou ultrafino, podendo este, apresentar dimensões em escala submicrométrica ou nanométrica que conseqüentemente irá acarretar em melhorias nas características físicas (VALIEV, 1993).

Estudos realizados por Valiev (1997) utilizando alumínio puro, apontaram melhorias no refino de grãos utilizando o processo de DPS por meio de laminação assimétrica, chegando a grãos com dimensões de 500 nm.

A seguir, os dois tipos de deformação plástica severa que foram adotados neste trabalho, laminação assimétrica e laminação acumulativa, foram descritos de forma elucidativa em comparação com a laminação convencional simétrica. Normalmente processos de laminação associados as técnicas de DPS são os mais eficazes para produzir um maior grau de encruamento em comparação a laminação convencional uma vez que possuem a capacidade de adicionar uma deformação cisalhante suplementar ao material laminado.

#### 2.2.3.1 Laminação Assimétrica

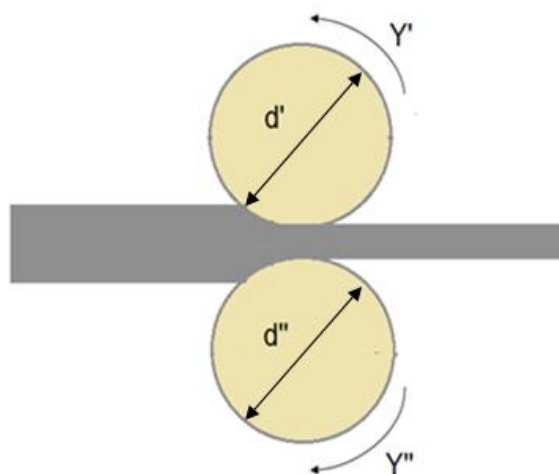
Dentre os processos de deformação plástica severa, a laminação assimétrica (LA) - *Asymmetric Rolling*, pode ser considerada como sendo o processo com maior possibilidade de implementação em proporção industrial, face as suas necessidades para o processamento do material a ser laminado (JI, 2009; ZUO, 2008).

Assim como em outras técnicas de deformação plástica severa, a laminação assimétrica tem como objetivo, realizar o refinamento de grão, de maneira que se obtenha uma estrutura com tamanhos reduzidos para escala submicrométrica ou mesmo nanométrica. Tal fato é capaz de propiciar ao material metálico uma maior resistência mecânica e dureza (ZUO, *et al.*, 2005).

Este tipo de laminação pode ser comparado a laminação convencional (LC) dado que os modos de processamentos são bastante similares, onde o material é forçado mecanicamente a passar entre dois cilindros, obtendo-se desta maneira uma redução de sua espessura no final do processo e conseqüentemente modificações microestruturais.

A laminação assimétrica (LA) consiste na passagem do material metálico por cilindros de laminação os quais, para que introduzam a assimetria, possuem diferentes características, como por exemplo, diferença no diâmetro dos cilindros, velocidades distintas, ou até mantendo o mesmo diâmetro e velocidade no rolo superior e inferior, porém, com diferentes condições de atrito. Dessa forma, o material laminado é imposto, além da deformação de compressão, a uma deformação de cisalhamento adicional durante o passe de laminação (ZUO, *et al.*, 2005; HALLBERG, 2012).

Na figura 3 está representado esquematicamente o processo de laminação assimétrica, onde  $Y$  é a velocidade angular dos cilindros, e  $d$  o diâmetro dos cilindros. Conforme visto anteriormente, para que a laminação ocorra de forma assimétrica, é necessário que ao menos um desses parâmetros seja diferente, como exemplo:  $Y' \neq Y''$  e/ou  $d' \neq d''$ .



**Fig 3: Representação esquemática do processo de laminação assimétrica (AUTOR).**

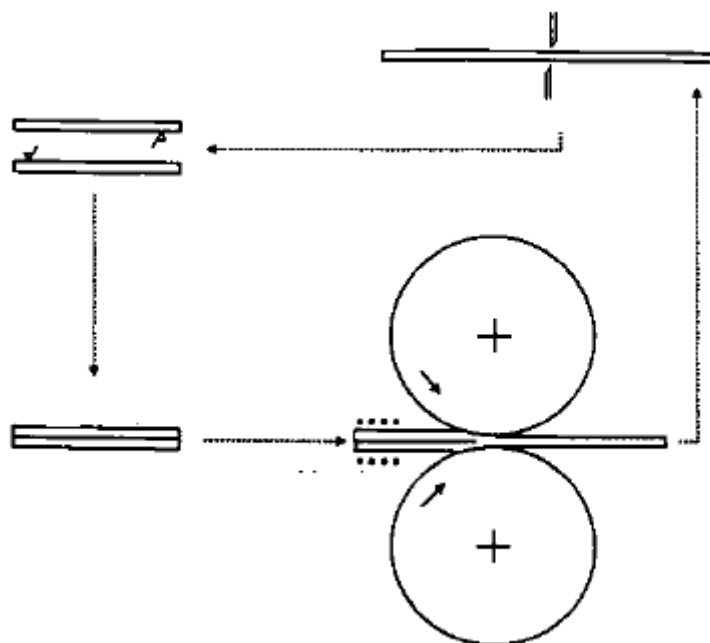
### 2.2.3.2 Laminação acumulativa

A laminação acumulativa (*Accumulative Roll Bonding* - ARB) pode ser definida de maneira geral como sendo um processo de laminação, onde duas chapas metálicas (de mesmas dimensões) sobrepostas são deformadas mecanicamente por meio de um laminador, com uma taxa de deformação acima de  $10 \text{ s}^{-1}$ , concomitante com a união das chapas laminadas e com reduções acima de 50% após o passe, resultando na fragmentação dos grãos que compõem a estrutura do material (FILHO, 2009).

Este processo, assim como a laminação assimétrica é um tipo de técnica de deformação plástica severa, e tem como objetivo a obtenção de grãos do material com tamanhos reduzidos, visando assim o aumento de resistência e tenacidade, em temperatura ambiente.

Para Su (2014), a técnica desenvolvida por Saito e colaboradores, assim como a laminação assimétrica é considerada uma das mais promissoras para fabricação de chapas.

Esta técnica foi desenvolvida por Saito e colaboradores (SU, 2014), e foi inicialmente aplicada em ligas de alumínio (AA1100) e após em chapas de aço, as quais eram o principal interesse do estudo, ambos os materiais processados a temperatura ambiente. O objetivo de Saito, neste trabalho foi delinear a possibilidade de se produzir chapas de aço laminadas com tamanhos de grão ultrafinos. Para chapas de alumínio, o processo foi capaz de reduzir os grãos para tamanhos nanométricos, tornando-as 7 vezes mais resistente do que o material de partida. Conforme exemplificado na figura 4, o processo de ARB funciona seguindo algumas etapas descritas a seguir.



**FIG 4: Representação esquemática do processo de laminação acumulativa (TSUJI, *et al.*, 1999).**

Inicialmente o material laminado é cortado e empilhado um sobre o outro para um novo passe de laminação, para tal, é necessário conseguir uma boa ligação entre as superfícies das chapas que estão em contato. Isso pode ser obtido por meio de tratamentos superficiais, como desengordurantes ou mesmo escovação com escovas de aço (TSUJI, *et al.*, 1999). Pode-se considerar esta como sendo a primeira etapa do processo.

A seguir, as chapas laminadas com mesmas dimensões, que já passaram pelo tratamento superficial, são empilhadas e então, para que não haja movimentação das chapas durante o processo de laminação, estão são presas umas as outras para que tal condição seja garantida. Tal processo pode ser realizado com uma solda, como utilizado por SU, *et al.* (2014), em seu trabalho.

O material então é inserido no laminador. Após o passe, que representará uma redução de 50% da espessura inicial, este terá sofrido grande deformação plástica bem como a união das chapas uma com a outra. Deve ser levado em consideração que o material terá sua largura praticamente mantida, sendo aumentado apenas seu comprimento (SU, *et al.*, 2014).

Em seguida, a chapa obtida após a laminação pode ser cortada e então submetida novamente a todas as etapas. A princípio, de forma teórica, o processo pode ser repetido infinitamente tendo como objetivo o aumento da resistência do material (SAITO, *et al.*, 1999; SU, *et al.*, 2014).



## 2.2.4 Tratamento Térmico de Recozimento

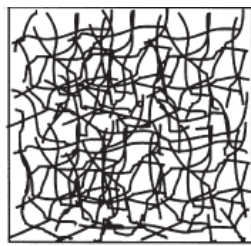
Durante os processos de deformação dos metais, defeitos internos são produzidos, e estes não são imediatamente restaurados por completo ou parcialmente em função da temperatura de deformação (trabalho mecânico a frio ou morno). Tal fato faz com que o material ganhe resistência, porém diminui o seu poder de conformação. Com intuito de restaurar sua ductilidade, é realizado o tratamento térmico de recozimento para recristalização, proporcionando à microestrutura do metal sua restauração total ou parcial com suas características iniciais (SLAMOVA, 2004).

### 2.2.4.1 Recuperação

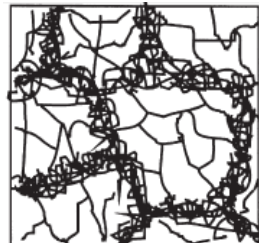
Durante o processo de recozimento, a recuperação é a primeira etapa observada. Nesta, o metal é capaz de recuperar algumas propriedades físicas que foram perdidas durante a deformação plástica (trabalho a frio), bem como proporciona um alívio de tensões internas, que foram geradas durante o encruamento, porém, é imperceptível notar modificações na microestrutura do material e por consequência na resistência mecânica e ductilidade, e este processo não envolve contornos de grão de alto ângulo (DIETER, 1988; MINATEL, 2009).

As mudanças que ocorrem na microestrutura são em geral, homogêneas e não há alteração nos contornos de grão deformados. A recuperação pode ser observada com uma maior facilidade em metais que possuem alta energia de falha de empilhamento (EFE), pois em metais com baixa EFE há maior dificuldade no deslocamento e aniquilação das discordâncias devido as distâncias entre elas (SLAMOVA, 2004).

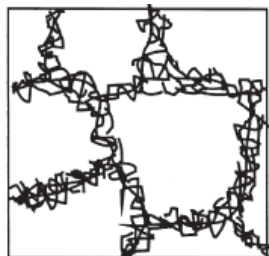
Para HUMPHREYS (2004), o processo de recuperação segue uma sequência de alterações nas discordâncias presentes no material, e pode ser observada na figura 5. Partindo da primeira condição, onde há um emaranhado de discordâncias, tem-se então o início da formação de células de discordâncias; em seguida, ocorre a aniquilação das discordâncias que se encontram dentro das células formadas anteriormente, as quais possuíam condições favoráveis para isso, como sinais opostos; após, há a formação de subgrãos e posteriormente o crescimento destes, onde há para o sistema, condição com menor energia.



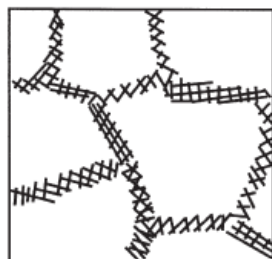
a) Emaranhado de discordâncias



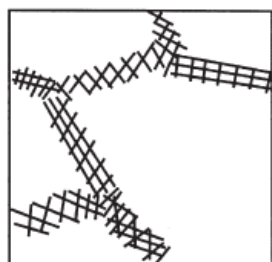
b) Início da formação de células de discordâncias



c) Aniquilação de discordâncias do interior das células



d) Formação de subgrãos



e) Crescimento do subgrão

**Fig 5: Estágios da recuperação de um material deformado plasticamente (HUMPHREYS, 2004).**

Por fim, alguns fatores podem alterar o processo de recuperação como o material, por exemplo, pois este irá definir o grau de recuperação pela sua EFE, onde este estabelece a quantidade de escorregamento e escalagem ocorrida durante esta etapa e por consequencia, a taxa de recuperação. O segundo fator são os átomos de solutos, que por sua vez podem alterar

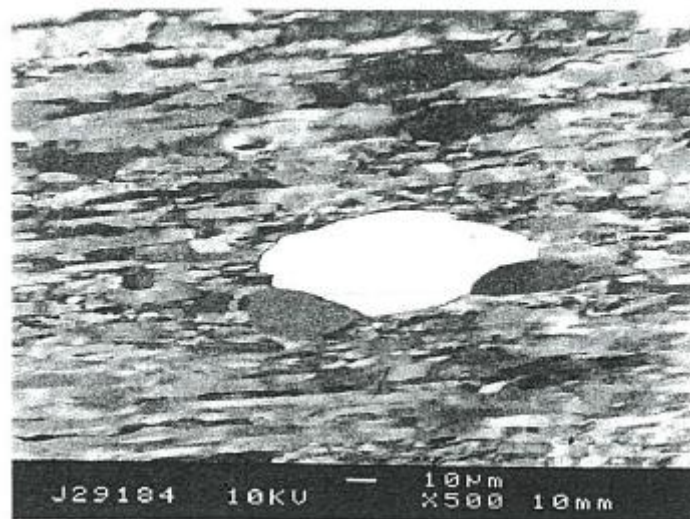
a EFE, fazendo com que a mobilidade das discordâncias seja reduzida bem como alterar a concentração e mobilidade de lacunas no material (MINATEL, 2009).

#### 2.2.4.2 Recristalização

Este processo baseia-se na nucleação de novos grãos, em uma região livre de deformação, e tem seu crescimento por meio da estrutura deformada que ao final do crescimento a consome totalmente (estrutura recuperada) (DIETER, 1988; LIMA, 2002; HUMPHREYS, 2004).

A nucleação durante a recristalização ocorre normalmente em contornos de grãos (preferenciais de alto ângulo), bandas de deformação e zona de grande desorientação de grãos (HUMPHREYS, 2004)

Na figura 6 é possível observar um núcleo recristalizado, em uma região com baixa densidade de defeitos cristalinos com contornos de alto ângulo ao seu redor.



**Fig 6: Nucleação da recristalização observada por microscopia eletrônica de varredura com imagem de elétrons retroespalhados (PADILHA E SICILIANO, 2005).**

Abaixo encontra-se resumidamente descritos os dois principais modelos de nucleação:

*Migração de contorno de grão induzida por deformação* - Neste processo, quando há uma região livre de defeitos, envolta por um contorno de alto ângulo, ocorre a migração do

contorno de grão já existente para o interior de outro grão com um maior grau de deformação. A migração de contorno de grão de alto ângulo das regiões recristalizadas ocorre até que os grãos recristalizados se toquem (PADILHA E SICILIANO, 2005; LIMA, 2002).

*Nucleação por coalescimento de subgrãos* - Visando uma configuração de menor energia, este mecanismo funciona de forma a proporcionar o crescimento de subgrãos, eliminação de subcontornos e modificação da orientação de grãos vizinhos e grupos que sofreram o coalescimento, tal fato proporciona a formação de um contorno de alto ângulo, sendo local propício para uma posterior nucleação de recristalização (LIMA, 2002).

A presença de precipitados na matriz altera intrinsecamente o comportamento do material, visto que o tamanho, quantidade e forma de dispersão das partículas podem influenciar no grau de deformação imposto na microestrutura, podendo aumentar a densidade de discordâncias e da produção de grande heterogeneidade de deformação quando associadas a grandes tamanhos de partículas durante a deformação/recristalização (LIMA, 2002; HUMPHREYS, 2004)

Na tabela 4 encontram-se, resumidamente, as principais informações das condições necessárias para a ocorrência dos mecanismos para início da recristalização citados, segundo Padilha e Siciliano (2005).

**Tab. 4 - Resumo de condições para ocorrência dos mecanismos para início da recristalização (PADILHA, 2005).**

<b>Resumo das condições para ocorrência dos mecanismos para início da recristalização</b>		
Migração de contornos induzida por deformação	Migração de subcontornos	Coalescimento de subgrãos
1) Baixas deformações (até 40%) 2) Deformação a quente	1) Altas deformações 2) Altas temperaturas 3) Distribuição heterogênea de tamanhos de subgrãos 4) Metais de baixa EDE	1) Deformações moderadas 2) Temperaturas relativamente baixas 3) Grandes diferenças de orientação 4) Metais de alta EDE 5) Bandas de transição

#### 2.2.4.3 Crescimento de Grão

No término da recristalização, a microestrutura ainda não está na forma mais estável. Sendo o crescimento de grão um processo termicamente ativado, após a recristalização, a energia dos contornos age como força motriz para o crescimento dos grãos de modo a diminuir a energia interna, usando para isso a diminuição da quantidade de contornos de grão e conseqüentemente a área total desses contornos (PADILHA E SICILIANO, 2005).

Tal fato pode ocorrer de duas maneiras distintas, normal e anormal. A primeira é com o aumento contínuo do tamanho de grão, este processo tem o nome de "crescimento de grão". A segunda maneira é a ocorrência do crescimento acentuado em alguns grãos, este processo é denominado com recristalização secundária (PADILHA E SICILIANO, 2005).

#### 2.2.5 Evolução Estrutural em Ligas de Alumínio submetidas a Processos DPS

Tanaka e Minoda (2014) realizaram estudo comparativo em duas ligas baseada na composição da liga de alumínio 7475, onde foram realizadas laminação a frio e a quente com temperatura controlada objetivando uma estrutura com grãos refinados. As ligas se diferem pelo seguinte aspecto: (i) a primeira, uma liga 7475 contendo zircônio no lugar do elemento de liga cromo; e (ii) já a segunda liga é uma convencional 7475, tendo o zinco como principal elemento de liga. As duas ligas foram fabricadas por processo semi-contínuo de lingotamento, seguindo os parâmetros descritos na tabela 5.

**Tab. 5 - Parâmetros utilizados nas chapas em estudo por Tanaka e Minoda (2014) para processamento de duas ligas de alumínio baseada na 7475 (uma convencional e outra com adição de Zr ao invés de Cr).**

<b>Parâmetros utilizados para produção da chapa da liga com adição de Zr ao invés de Cr</b>	
Fundição	Vazamento Vertical Semicontínuo “ <i>Semicontinuous direct chill techniques into slab</i> ”
Homogeneização	470°C durante 10 h
Pré-aquecimento (antes do forjamento)	350°C durante 10 h
Forjamento	350°C (reduzindo de 100 mm para 30 mm)
Laminação a morno	350°C (com 27 passes até atingir 1 mm de espessura), com os rolos aquecidos a 100°C e uso de óleo comercial
Recozimento	350°C durante 30 min
Solubilização	450°C durante 5 min seguido de resfriamento em água
Envelhecimento	120°C durante 24 h
<b>Parâmetros utilizados para produção da chapa da liga convencional</b>	
Condição como recebida	Produto comercial produzido por vazamento vertical e laminado a quente
Recozimento	480°C por 2 h / resfriamento no forno
Laminação	Redução até 1 mm de espessura, a temperatura ambiente
Solubilização	480°C por 300 s / resfriamento em água (condição T4)
Envelhecimento	120°C por 24 h (condição T6)

Com base nos processamentos via laminação convencional em temperaturas distintas, descrito na Tabela 5, a que as duas ligas foram submetidas (laminação a temperatura ambiente para liga convencional e laminação a morno para liga com adição de Zr), exceto pelo envelhecimento final, a em condições iguais, observou-se com auxílio da microscopia óptica e eletrônica de transmissão (TEM) a evolução microestrutural das duas ligas após a solubilização e o envelhecimento. Foi possível observar que o material com adição de zircônio resultou em grãos recristalizados mais finos quando comparado com a liga padrão. Tal fato se dá, devido a formação de precipitados de  $Al_3Zr$ , que segundo os autores tendem a ser coerente com a matriz e por isso tendem a inibir o crescimento de grãos. Diferente deste, a amostra padrão possui precipitados maiores como fase  $Al_{18}Cr_2Mg_3$ , o que não possui a mesma característica de inibição do crescimento.

Lee e Lee (2007) realizaram análises em chapas de alumínio AA1050 para verificar o refinamento de grão após processos de laminação assimétrica a temperatura ambiente. Foram utilizadas chapas de 9 mm de espessura e que ao final chegou a 4,4 mm com cerca de 10% de deformação sob lubrificação, por passe. Após a laminação, o material foi recozido em um banho de sal por 1 h a 400°C, onde possuía inicialmente um tamanho de grão de 100 µm. Após análises com diferentes variáveis de laminação assimétrica tais como diferentes velocidades de cilindros e diferentes condições de atrito, com cilindros superior medindo 24,8 mm e inferior 12,8 mm (razão entre cilindros 1,94), em uma rotação de 7 rpm. Lee e Lee notaram que este tipo de laminação deu origem ao refinamento de grão através da espessura da chapa. A dimensão de grão inicial de cerca de 100 µm teve uma redução para não mais que 2 µm quando realizados recozimento em temperaturas baixas, independente das condições de laminação. Contornos de alto ângulo dominam sobre os contornos de baixo ângulo neste tipo de laminação após o tratamento térmico, independente da forma de condição adotada para gerar a assimetria.

Ko (2012) realizou um estudo para investigar a evolução microestrutural e da propriedade mecânica dureza de uma liga de alumínio 5052 homogeneizada a 823 K durante 30 minutos. Fez uso da laminação assimétrica, onde utilizou como parâmetro variante a razão de velocidade dos cilindros de laminação. Foram empregados rolos com diâmetros iguais, e com relações de velocidades entre rolos de 1:1; 1:2 e 1:4, sendo esta primeira na realidade uma condição de laminação simétrica, ou seja, convencional. A cada passe de laminação houve a redução de 50% da espessura, atingindo 0,8 de deformação. No que se refere à microestrutura, a relação 1:1 não foi suficiente para atingir um desejável refinamento de grão nas amostras de Al, em comparação a 1:2 e 1:4. Em relação as medidas de dureza realizada em um microdurômetro, os valores em todas as diferentes condições de relações de velocidades foram capazes de aumentar a dureza em pelo menos 1,5 vezes do valor inicial. O valor máximo encontrado foi de 115 HV, e estava localizada no lado superior da amostra em que foi deformada com valores com relação 1:4, por conseguinte, os valores médios de dureza foram incrementados em função do aumento da relação de velocidade, ou seja, 1:4 resultou em uma maior dureza que 1:2, bem como se apresentaram mais homogêneos. Vale ressaltar, que a amostra foi rotacionada em 180° na direção de laminação durante o segundo passe (o qual obteve dureza duas vezes maior que a inicial) para que a tensão cisalhante fosse distribuída de maneira igualitária, assim tornando a deformação homogênea em toda microestrutura.

Hou e Zhuang (2015) avaliaram, utilizando métodos experimentais e de elementos finitos, a influência da redução de espessura por passe de laminação, evolução microestrutural e propriedades mecânicas, como ensaio de tração de uma chapa de alumínio 7050, utilizando o processo de laminação assimétrica, a qual tinha inicialmente uma espessura de 20 mm e tamanho de grão entre 100 e 150  $\mu\text{m}$ . Neste estudo, a variável de assimetria utilizada foi a diferença de velocidade entre cilindros (1,25 de razão de assimetria - o rolo superior possuía velocidade 25% menor que o inferior). No final, todas chapas alcançaram a mesma espessura (5 mm) por meio de 4 rotas diferentes, sendo elas: 1 passe de 75% de redução, 2, 4 e 10 passes de 50%, 29% e 13% de reduções, respectivamente. Após, todas as chapas foram resfriadas ao ar até a temperatura ambiente, seguido de tratamento térmico por 1 h a 475°C e T6 (envelhecimento) por 24 h a 120°C

Hou e Zhuang (2015) mostram com base em seus resultados, que há uma melhora na homogeneidade da distribuição de tensão, com a diminuição da redução de espessura por passe. Não houve significativa diferença de tamanho de grão entre as chapas processadas com 75% e 13% de redução por passe, pois as duas possuem grãos muito finos, porém, ao utilizar uma redução de 13% há a melhora na homogeneidade e refinamento de grão em toda espessura. De modo geral, o grau de deformação, ou seja, a redução de espessura por passe está relacionada diretamente com a organização/evolução microestrutural e conseqüentemente com as propriedades mecânicas.

Estudos sobre laminação acumulativa realizados por Kwan e colaboradores (2007) fizeram uso de chapas de alumínio 1100 recozidas com espessuras de 1 mm, seguindo a redução de 50% da espessura por passe. No total foram realizados até 8 passes de laminação a temperatura ambiente, seguido de tratamento térmico de recozimento, sem atmosfera protetora, em temperaturas que variaram de 373 a 873 K durante 30 minutos com resfriamento ao ar. Utilizando recozimento a 523 K em amostras deformadas 99,5%, observaram o dobro do limite de escoamento do material aliado a uma não redução da ductilidade. Com tratamento térmico a 473 K nota-se que há modificação morfológica dos grãos, aonde os grãos na segregação se mantêm com formatos alongados, mesmo que a matriz tenha assumido o formato equiaxial, sugerindo a possibilidade de "*polygonization*".

Kwan e colaboradores (2007) também realizaram medidas de dureza em um microdurômetro, com graus de deformações diferentes, bem como diferentes temperaturas de recozimento (373, 473 e 573 K) onde encontrou valores similares em amostras laminadas com 6 e 8 passes e recozidas a uma temperatura de 373 K. Porém, com temperaturas mais



elevadas, as amostras laminadas com 8 passes possuem maiores valores de dureza, obtendo um incremento, de no mínimo, 10 unidades (HV) em comparação com outros ciclos de laminação (6; 4 e 1).

O estudo realizado por Su e colaboradores (2014), utilizou chapas de alumínio AA1050 recozidas no processo de laminação acumulativa. O material foi previamente aquecido em um forno com temperatura de 200°C durante 3 minutos, posteriormente foi laminado acumulativamente com redução de 50% por passe e totalizando no final 5 passes de laminação. Após o quinto passe de laminação, foi observada uma redução no tamanho médio de grão, antes com 96  $\mu\text{m}$  e após com 300 nm, bem como, um aumento significativo de resistência à tração, onde no final obteve-se valor igual a 243 MPa, cerca de três vezes maior que o inicial. No que se refere a tensão cisalhante que o processo introduz no material laminado, os autores atribuíram a ela o fato da distribuição da dureza não ser homogênea ao longo da espessura do material, tendo assim, valores de dureza maiores na superfície da folha laminada.

As ligas de Al-Mg estudadas por Tsuji e colaboradores (1999), aonde são laminadas a 473 K, com 7 passes de laminação, tem um aumento de resistência a tração quando se possui um aumento da fração de volume de grãos ultrafinos. Não ficou claramente evidenciado no estudo, mas segundo os autores, o tamanho de grão pode ser dependente do grau de tensão acumulada, a facilidade de recuperação dinâmica bem como a temperatura do processo e o grau de difusionalidade que influencia diretamente no crescimento de grão.

### 3 MATERIAL E MÉTODOS

#### 3.1 MATERIAL

O material recebido para realização do estudo é uma liga de alumínio 7475, na forma de chapas laminadas a quente, possuindo espessura de 12,7 mm. Estas chapas foram fornecidas sob a condição de tratamento T7351 (segundo a norma AMS4202 pela classificação da Society of Automotive Engineers - EUA), ou seja, submetidos a um tratamento de solubilização, seguido de um alívio de tensões por estiramento e endireitamento, e finalmente a um superenvelhecimento, o que resulta em prejuízo na resistência mecânica para maximizar a resistência a corrosão do material.

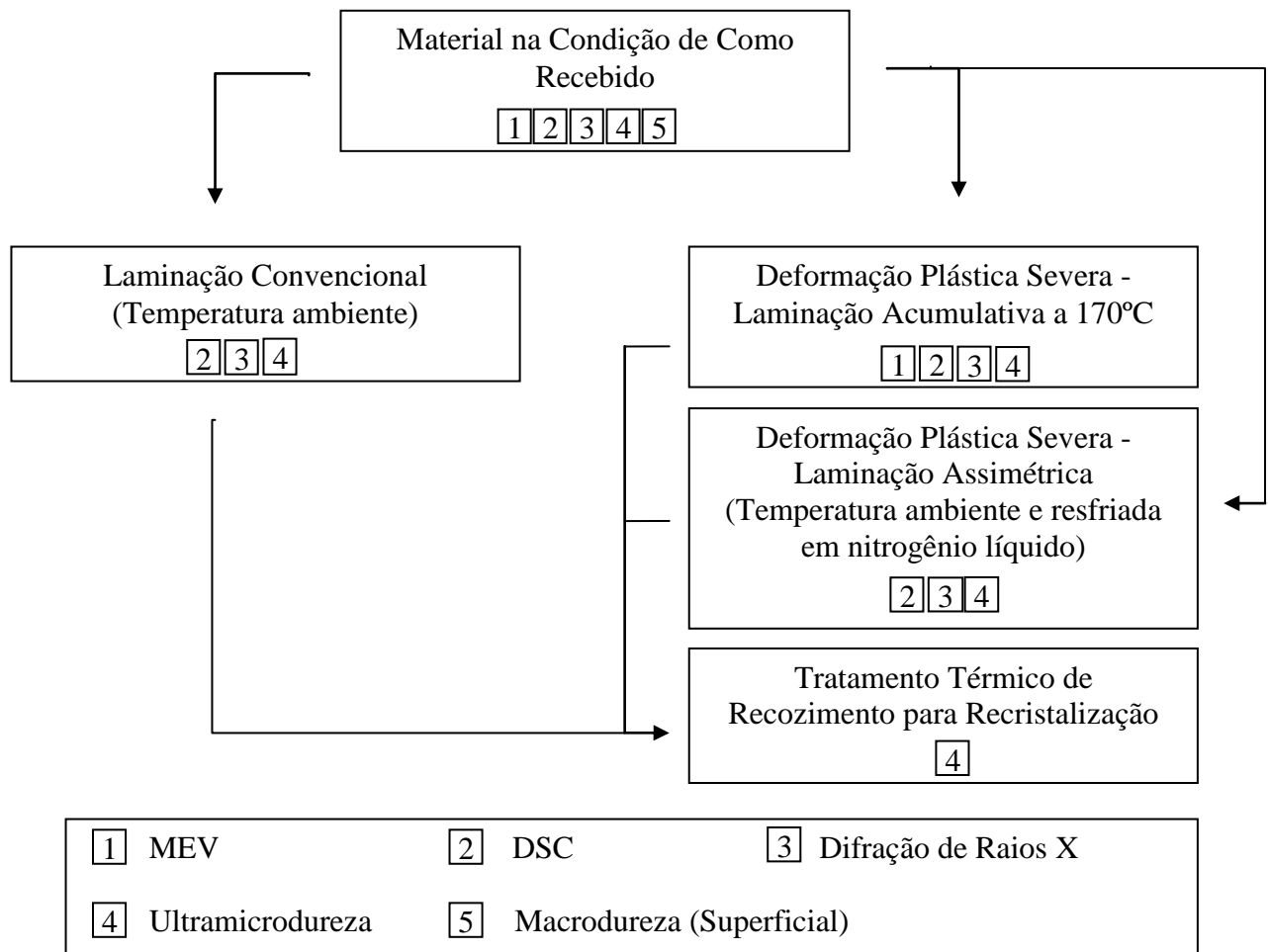
Através da análise de espectroscopia de emissão ótica, realizada nos laboratórios do CTS-Solda (Centro de Tecnologia SENAI/RJ - Solda), pelo aluno de doutorado Saulo Brinco Diniz (2015), foram destacados os principais elementos que compõem a presentes liga, os quais estão descritos na tabela 6.

**Tab. 6 - Composição química da liga de alumínio 7475 T7351 em estudo, % em peso (DINIZ, 2015).**

Elemento	%	Elemento	%
Al	89,5000	Ga	0,0092
Zn	5,6700	Mn	0,0090
Mg	2,3800	Sn	0,0057
Cu	1,7800	Pb	0,0041
Fe	0,2420	Cd	0,0032
Cr	0,1970	Co	0,0032
Si	0,0438	Ca	0,0028
Ti	0,0413	Zr	0,0007
V	0,0184	Be	0,0004
Ni	0,0132	Outros	0,0754

### 3.2 MÉTODOS

As etapas e métodos experimentais que foram utilizados para a confecção do trabalho de mestrado se encontram devidamente destacados no fluxograma da Fig. 7 e pautadas abaixo.



**Fig 7: Fluxograma com as etapas/análises que foram cumpridas**

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) em conjunto com os detectores de EDX (espectroscopia por energia dispersiva de raios X) com intuito de avaliar a morfologia da microestrutura do material na condição como recebida e qualidade da união das chapas após a laminação acumulativa.

Calorimetria Exploratória Diferencial - *Differential Scanning Calorimeter* (DSC) para investigação dos fenômenos de recuperação e recristalização a fim de melhor definir os parâmetros para o tratamento térmico de recozimento para recristalização das amostras laminadas.

Medidas de dureza e outras propriedades mecânicas utilizando um macro e ultramicrodurômetro instrumentado com indentador Vickers, com o intuito de realizar uma análise crítica entre as técnicas a fim de mensurar a evolução estrutural após aplicação das técnicas de deformação e tratamento térmico para recristalização;

Difração de Raios-X (DRX) para avaliar a densidade de discordância nas condições estruturais em estudo, com intuito de definir o método de deformação plástica severa com maior potencial para encruamento da estrutura a fim de obter uma estrutura completamente recristalizada com microestrutura mais refinada após recozimento.

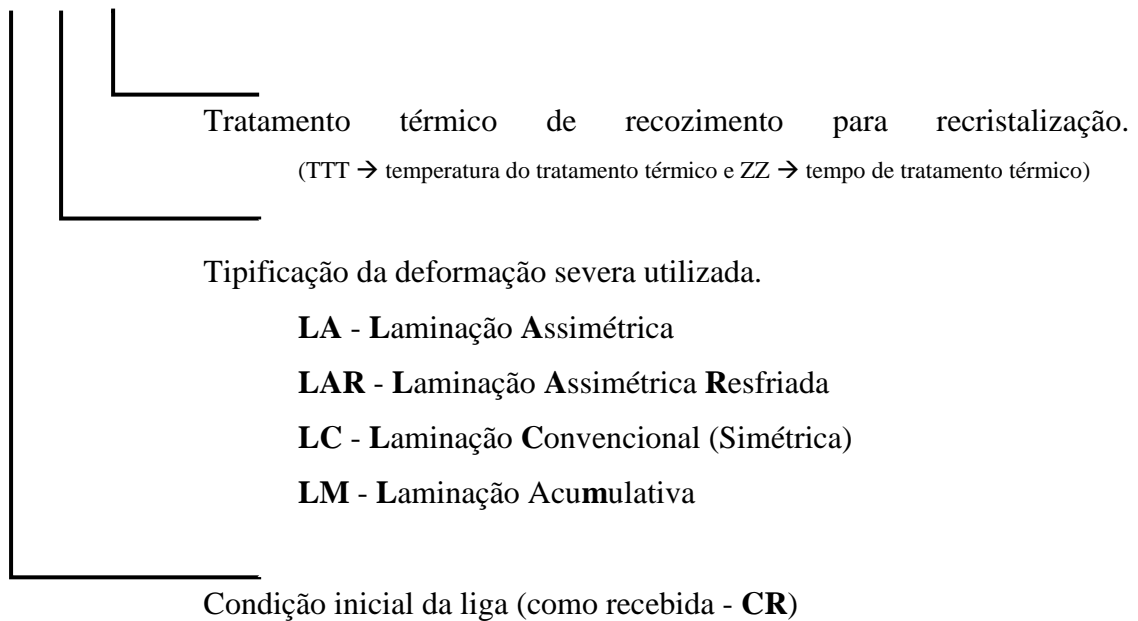
### 3.2.1 Nomenclatura das amostras

Devido ao grande número de amostras e quantidades de processamentos que estas foram submetidas, bem como visando a simplificação da identificação, foi adotada para nomenclatura das amostras, uma sigla composta por uma sequência de letras conforme descrito na Tab. 7 e Fig. 8.

**Tab. 7 - Nomenclatura das amostras da liga em estudo**

Nomenclatura das Amostras	
Código	Significado
CR	Amostra na condição de como recebida
LA	Amostra deformada a temperatura ambiente por meio de Laminação Assimétrica
LC	Amostra deformada a temperatura ambiente por meio de Laminação Convencional (Simétrica)
LM	Amostra deformada a temperatura ambiente por meio de Laminação Acumulativa
LAR	Amostra deformada por meio de Laminação assimétrica resfriada previamente a cada passe em nitrogênio líquido
TR	Amostra tratada termicamente via recozimento para recristalização

XX-YY-TTT-ZZ



**Fig 8: Exemplificação da utilização da nomenclatura das amostras**

Conforme pode ser observado na Fig. 8, ao final do processamento das amostras, estas nomenclaturas poderão conter com 4 ou 9 caracteres dependendo da rota utilizada, as quais variam somente com a deformação utilizada e a presença ou não do tratamento térmico de recozimento para recristalização.

A seguir, as etapas de processamentos e técnicas de caracterização adotadas neste trabalho foram especificadas, e estão apontadas informações pertinentes no que se refere a preparação dos corpos de provas, condições de análises/processamentos bem como equipamentos utilizados.

### 3.2.2 Processamento – Laminações

Conforme já mencionado anteriormente, os processamentos de laminação configuraram entre: Laminação Convencional (LC); Laminação Assimétrica (LA); Laminação Acumulativa (LM) ou Laminação Assimétrica resfriada (LAR). Para realização de tais, encontram-se as informações pertinentes a seguir.

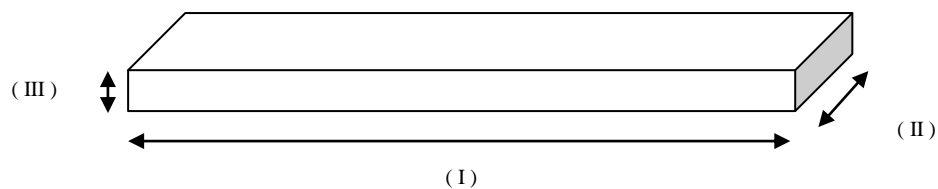
Foi utilizado para a deformação por meio de laminação, o laminador piloto, fabricado pela empresa FENN MFG. Co. de modelo D-51710:1973, o qual está ilustrado na Fig. 9. Este se encontra em funcionamento nas dependências do Laboratório de Processamento Mecânico do Instituto Militar de Engenharia (IME).



**Fig 9: Laminador FENN do Laboratório de Processamento Mecânico.**

Corpos de prova para laminação

Para os três tipos de laminação adotados foram utilizados corpos de prova com dimensões iguais a 100 x 50 x 12,5 mm (Comprimento - direção de laminação - I x Largura - direção transversal - II x Espessura - direção normal - III), conforme Fig. 10.



**Fig 10: Ilustração do corpo de prova.**

O laminador operou em configuração duo, ou seja, fazendo uso de dois cilindros (cilindros de trabalho) quando foram realizadas as laminações convencional e acumulativa. Para laminação assimétrica, foi modificada a configuração do laminador para quádruplo, onde foi feito uso de 4 cilindros, sendo dois de trabalho (contato com a amostra) e dois de encosto (contato com a engrenagem do laminador e com o cilindro de trabalho).

Para a laminação convencional e acumulativa, os cilindros de trabalho possuem diâmetro de 133,70 mm. Quando utilizado o laminador para a laminação assimétrica, os cilindros de trabalho foram substituídos por cilindros de 54,8 mm e 32,8 mm e os de encostos foram os mesmos utilizados anteriormente (medindo 133,70 mm). Tal configuração irá permitir uma assimetria com razão de 1,67 (disponível no laminador do IME), em função da razão entre os diâmetros dos cilindros de trabalho (54,8 mm / 32,8 mm).

Objetivando obter espessura final das amostras laminadas com 3 mm, além de superfícies planas, foi traçado um plano de rota de passes e deformações conforme Tab. 9.

Com intuito de avaliar a capacidade de encruamento da liga em estudo na condição como recebida, foram realizados testes de laminação convencional e assimétrica com as chapas a temperatura ambiente e também previamente resfriadas em nitrogênio líquido (antes de cada passe de redução), visando inibir a recuperação da estrutura encruada do material. No entanto, para a laminação convencional com chapas pré-resfriadas (em nitrogênio líquido e outras soluções de salmoura com álcool ou acetona) não foi possível obter chapas ao final do processamento com 3 mm de espessura. Tendo em vista, que após poucos passes de redução o material dividia-se em duas partes pela propagação de trinca a meia espessura. Limitando o processamento com a chapa pré-resfriada em nitrogênio líquido, antes de cada passe de redução, somente para a laminação assimétrica em comparação com a laminação assimétrica e convencional, estas últimas a temperatura ambiente.



**Tab. 8 - Plano de rota de passes para laminação convencional a temperatura ambiente.**

Passes	Deformação (%)
1°	10%
2°	10%
3°	10%
4°	10%
5°	10%
6°	10%
7°	10%
8°	10%
9°	10%
10°	10%
11°	10%
12°	10%
13°	10%

**Tab. 9 - Plano de rota de passes para laminação assimétrica em temperatura ambiente e resfriada em nitrogênio.**

Passes	Deformação (%)	Tratamento térmico
1°	5%	Não realizado
2°	5%	Não realizado
3°	5%	Não realizado
4°	5%	Não realizado
5°	5%	Não realizado
6°	5%	Não realizado
7°	5%	Não realizado
8°	5%	Não realizado
9°	10%	Realizado (300°C / 10min) somente para a condição resfriada
10°	10%	Não realizado
11°	10%	Não realizado
12°	10%	Não realizado
13°	10%	Não realizado
14°	10%	Não realizado
15°	10%	Não realizado
16°	10%	Não realizado
17°	10%	Não realizado
18°	10%	Não realizado

No que se refere a laminação acumulativa foram utilizados conjuntos de 2 pedaços sobrepostos de chapas de 3 mm de espessura resultantes da laminação convencional a temperatura ambiente.

Foram realizados vários testes de preparo das superfícies das chapas que seriam mecânica e quimicamente unidas devido a laminação acumulativa. Os testes objetivaram ter uma superfície limpa, com uma camada de óxido mínima e uma rugosidade adequada para proporcionar a união das chapas em conjunto com a deformação plástica proveniente da redução da espessura resultante da laminação acumulativa. Apesar dos testes de preparo da superfície com solução ácida (25% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + 70% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> + 5% HNO<sub>3</sub>) em distintas temperaturas e tempos, somente a escovação seguida da limpeza com acetona propiciou a

união das chapas. Dessa forma, uma das faces de cada uma das chapas foi escovada com escova de fios de aço com auxílio de uma micro-retífica e posterior limpeza com acetona, a fim de preparar as superfícies de contato entre as duas chapas a serem empilhadas. Antes de realizar a sobreposição das chapas para fazer a inserção destas no laminador, estas foram presas uma a outra por meios físicos (furos próximos aos quatros vértices das chapas possibilitando a fixação com fios de aço), objetivando o alinhamento das chapas placas durante a laminação. Antes de realizar a laminação, as chapas, já fixadas com o arame, foram aquecidas até 170°C. Transcorridos os 7 minutos de permanência no forno estas foram imediatamente retiradas do forno e laminadas. Foram feitos testes com distintos conjuntos de amostras com aberturas entre os cilindros inicialmente objetivando uma redução de espessura de 50% (6 mm para 3 mm), contudo todos resultaram em insucesso. Dessa forma, a abertura entre os cilindros foi progressivamente reduzida até que fosse possível unir as chapas (1° passe com redução de 65% - 6 mm para 2,11 mm e 2° passe com redução de 28% - 2,11 mm para 1,5 mm). É importante ressaltar que as bordas, o topo e a cauda, da chapa resultante não estavam unidas, sendo necessário descartar essas regiões a fim de selecionar o material central para caracterização.

### 3.2.2.1 Recozimento para Recristalização

Com base nos resultados das análises de DSC, referentes aos picos que se fizeram presentes no intervalo de temperatura entre 200 e 400°C, e os dados da literatura que apontam a temperatura de 415°C para o recozimento desse tipo de liga (ASM Handbook, 1999), foram inicialmente conduzidos tratamentos térmicos de recozimento a 200 e 300°C por 30 minutos em amostras da condição CR-LC a fim de se avaliar se haveria alteração microestrutural significativa abaixo de temperatura de encharque de 400°C.

Posteriormente foram separadas três amostras de cada uma das condições de processamento laminadas (CR-LC, CR-LA, CR-LAR e CR-LM) a fim de que fossem submetidas a tratamentos térmicos de recozimento a 400°C em 3 tempos distintos (30, 60 e 90 minutos). Ao fim do tempo de encharque as amostras foram resfriadas ao ar.

Os tratamentos térmicos foram conduzidos num forno tipo Mufla instalado no Laboratório de Materiais Cerâmicos do IME. Com auxílio de um termopar foi monitorada a temperatura de encharque almejada na região onde as amostras foram posicionadas no interior da câmara do forno.

### 3.2.3 Caracterização

A seguir foram descritas a metodologia de preparação das amostras para cada tipo de análise, bem como as condições operacionais adotadas durante todo este trabalho e equipamentos utilizados.

### 3.2.4 Análise Térmica – DSC

Com intuito de averiguar informações sobre as temperaturas necessárias para obtenção de uma estrutura restaurada através de recuperação e recristalização, foi realizada a análise de DSC.

Amostras que passaram pelos diferentes tipos de laminação adotados (CR-LC, CR-LA, CR-LAR, e CR-LM) foram analisadas por DSC (*Differential Scanning Calorimeter*). Para tanto, todas foram cortadas utilizando a máquina de corte de precisão de amostras com pequenas dimensões, Minitom do fabricante Struers (laboratório de metalografia do IME) fig. 11. Após o corte as amostras foram imergidas em um par de soluções a fim de remover a camada deformada pelo corte, conforme Tab. 10.



**Fig:11 Máquina de corte de precisão de amostras com pequenas dimensões, Minitom do fabricante Struers (catálogo de produtos Struers.com)**

Foram preparadas 3 amostras de cada condição para análises com aproximadamente 20 miligramas, para que assim, os resultados obtidos possam ser confiáveis e de possível comparação.

**Tab. 10 - Soluções e parâmetros para remoção de camada deformada**

<b>Soluções e Parâmetros da Remoção de Camada Deformada</b>			
<b>Sequência</b>	<b>Composição da solução</b>	<b>Tempo de imersão</b>	<b>Temperatura</b>
1°	4% NaOH + 96% H <sub>2</sub> O	5 horas	ambiente
2°	30% HNO <sub>3</sub> + 70% Metanol	30 segundos	ambiente

Após realizada a decaagem com a primeira solução, a solução de ácido nítrico e metanol para tão somente remoção do aspecto rugoso da amostra.

Para tais análises, foi utilizado um equipamento modelo DSC 404 F1 - Pegasus do fabricante NETZSCH, o qual se encontra devidamente instalado no laboratório de Compósitos de Fibras Naturais do IME.



**Fig 12: DSC 404 F1 - Pegasus do fabricante NETZSCH**

As amostras provenientes dos processos de laminação utilizadas nesta análise, passaram por ciclos térmicos variando da temperatura ambiente até o máximo de 500°C, utilizando taxa de aquecimento e resfriamento de 10°C/min, em uma atmosfera de nitrogênio (gasoso).

### 3.2.5 Propriedades Mecânicas

Com intuito de caracterizar o material antes e após os processos de conformação adotados no que se refere a propriedades mecânicas foram conduzidas medidas em um macrodurômetro e em um ultramicrodurômetro Vickers instrumentado.

- Medidas no Macrodurômetro

Para as medições de macrodureza, foram extraídas amostras via corte de disco de precisão (Minitom – Struers) com disco adiamantado com as seguintes dimensões:

- como recebida - 25,0 X 20,0 X 12,7 mm (DT X DL X DN);
- laminadas via LC, LA e LAR - 25,0 X 20,0 X 3 mm (DT X DL X DN);
- laminada via LM - 25,0 X 10,0 x 1,5 mm (DT X DL X DN).

Uma das superfícies do plano chapa das amostras foi preparada fazendo uso de uma politriz rotativa através do lixamento para o desbaste até  $\frac{1}{4}$  da espessura, onde foram utilizadas lixas de carbeto de silício de 220, 400, 600, 1000, 1200, 2500 mesh. Após esta etapa, visando a limpeza das amostras, estas foram lavadas sob água corrente, álcool e por fim secas com ar quente.

Para medições de macrodureza via dureza superficial Rockwell, foi feito uso do durômetro superficial (fabricante WILSON, modelo 3JS), fig 13, que se encontra instalado no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Instituto Militar de Engenharia - IME. A carga aplicada foi de 45 Kgf durante 15 segundos, no plano de chapa após desbaste até  $\frac{1}{4}$  da espessura, com 10 medidas para cada condição analisada (CR, CR-LC, CR-LA, CR-LAR, CR-LM). O penetrador utilizado nesta medição foi uma esfera de aço de 1/16".



**Fig 13: Durômetro superficial (fabricante WILSON, modelo 3JS).**

- Medidas no Ultramicrodurômetro Vickers Instrumentado

Foi possível obter informações mais detalhadas quanto algumas propriedades mecânicas do material, além da dureza, com uso de um ultramicrodurômetro instrumentado com indentador Vickers (marca Shimadzu, modelo DUH-211S), que se encontra instalado no laboratório Multiusuário de Caracterização de Materiais do Instituto de Ciências Exatas (ICEx) da Universidade Federal Fluminense (UFF), em Volta Redonda / RJ. Os ensaios foram conduzidos em condição de ciclo de carga e descarga com carga mínima de 0,2 gf e carga máxima de 50 gf, sob velocidade de carregamento / descarregamento de 7,14 gf/s e 20 s de permanência na carga máxima.

Para as medições no ultramicrodurômetro foram preparadas as seções transversais associadas a DL de todas as condições estruturais em estudo, seguindo o seguinte procedimento:

- lixamento com a mesma sequência de lixas que fora utilizado para macrodureza;
- polimento mecânico fazendo uso de abrasivos de diamantes (pasta de diamante), na seguinte sequência de granulometrias de 6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  e 1  $\mu\text{m}$ . Em seguida, foi realizada lavagem com água corrente, álcool e secas com ar quente.



- ao fim foi realizado polimento eletrolítico semelhante ao adotado para as amostras da análise via MEV porém, para este ensaio, foi realizado polimento eletrolítico com solução de ácido fluorbórico (2%) com tensão de 20V durante 3 minutos.

Para este ensaio foram avaliadas amostras somente nas condições laminadas (CR-LC, CR-LA, e CR-LM) e recozidas (CR-LC-TT, CR-LA-TT, e CR-LM-TT), onde as mesmas foram analisadas ao longo da espessura na seção longitudinal a direção de laminação DL. Foram realizadas 5 medidas ao longo das regiões associadas a  $\frac{1}{4}$ ,  $\frac{1}{2}$  e  $\frac{3}{4}$  da espessura das condições selecionadas para esta medida.

### A Ultramicrodureza Instrumentada

Com intuito de buscar informações mais precisas da evolução das propriedades mecânicas em amostras de tamanho restrito, foram realizadas medidas de ultramicrodureza instrumentada, as quais trazem maiores indicações sobre as características a respeito do material e de sua microestrutura, como medidas de propriedades elásticas e plásticas, do que os métodos clássicos de medidas de dureza em macro ou microdurômetro em escala Vickers, por exemplo, conforme Equação (1).

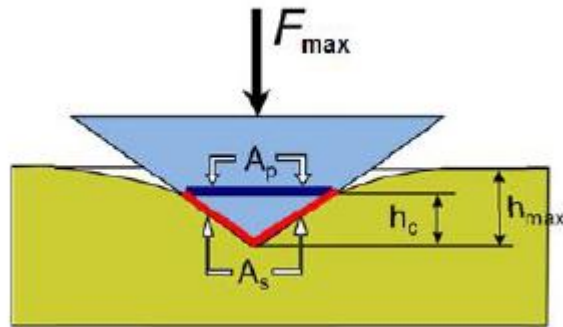
$$HV = \frac{1,85544 \times Q}{L^2} \quad (1)$$

Este método baseia-se na coleta de dados durante o processo de aplicação de carga e/ou descarregamento que resulta em uma profundidade de penetração do indentador em uma determinada superfície da região selecionada no material que se deseja analisar. Vale ressaltar que tais medidas em função da carga aplicada podem alcançar níveis de campos de deformação da escala micrométrica a nanométrica (MICHÉL, 2005).

#### Princípio de funcionamento

Conforme ilustrado na fig 14, a análise é realizada quando o indentador inicia a penetração na superfície da amostra. Durante a penetração na amostra e ultrapassar o regime elástico de deformação entrando no regime plástico, a indentação fica registrada por meio de

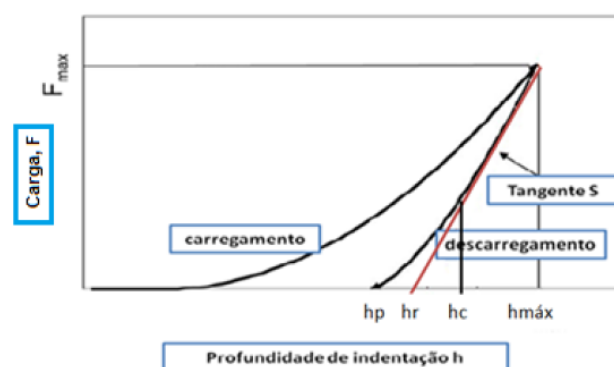
uma marca projetada, representada na figura esquemática como  $A_p$ , correspondente a projeção da área de contato  $A_s$ , que possui uma profundidade de contato  $h_c$  e profundidade máxima de  $h_{máx}$  (GURGEL, 2016; MICHÉL, 2005).



**Fig 14** Figura esquemática da análise de ultramicrodureza durante ensaio. Áreas de contato ( $A_s$ ), projeção da área de contato ( $A_p$ ), para uma profundidade de contato ( $h_c$ ) e determinada força máxima ( $F_{máx}$ ), correspondendo, portanto, em uma profundidade máxima ( $H_{máx}$ ) (Adaptado de TAYLOR; FRANCIS, 2010 apud GURGEL, 2016).

Parâmetros como: tipo de indentador, força aplicada e velocidade de penetração podem ser ajustadas quanto mais conveniente para o ensaio. Caso o sistema permita, a temperatura da amostra pode ser controlada de modo obter as propriedades extraídas por esta técnica.

Durante a indentação, acontecem processos de deformação elástica e plástica. As medidas aferidas correspondem ao ciclo de carga e descarga da força aplicada. O gráfico gerado corresponde "força aplicada-deslocamento do indentador", conforme mostrado na Fig.15.



**Fig: 15** Figura esquemática do gráfico força aplicada ( $F$ ) versus deslocamento do indentador ( $h$ ) - considerando módulo de elasticidade do indentador de 0,72 até 1 - (Berkovich ou Vickers) (Adaptado de TAYLOR; FRANCIS, 2010 apud GURGEL, 2016).

As informações que podem ser obtidas através deste gráfico são: máxima penetração ( $h_{max}$ ), carga máxima ( $F_{max}$ ), profundidade final após o ciclo de carga - indentação permanente ( $h_s = h_p$ ), profundidade de contato ( $h_c$ ) e a profundidade com retorno elástico teórico ( $h_r$ ). Onde  $h_c$  pode ser graficamente definido através do ponto associada a profundidade de indentação no qual reta tangente desvia-se da curva de descarregamento, tendo esta curva início, no ponto de carga máxima. Enquanto  $h_r$  refere-se ao ponto onde esta reta tangente corta o eixo horizontal associada profundidade de indentação (SHIMADZU Instruction Manual, 2009 apud GURGEL, 2016). Vale destacar que  $h_s$ , mesmo após o descarregamento da força, terá um valor diferente de zero se a região analisada do material ter sofrido deformação plástica para além da deformação elástica. Em algum sistema o valor de  $h_s$  é atribuído ao  $h_p$ , como é o caso do sistema Shimadzu adotado no presente estudo.

Abaixo encontram-se descritos a forma de obtenção de propriedades que podem ser aferidas com o ensaio de ultramicrodureza instrumentada, segundo o manual do equipamento utilizado no presente estudo (SHIMADZU Instruction Manual, 2009; GURGEL, 2016).

- Dureza dinâmica (DH)

Esta propriedade é o alvo mais comum deste tipo de análise. Pode ser calculada através das equações (2) e (3), a qual relaciona força máxima aplicada durante o ciclo de indentação e profundidade máxima ( $h_{max}$ ) alcançada após o ciclo ou a profundidade de indentação para um retorno elástico teórico ( $h_r$ ). É possível correlacionar profundidade máxima ( $h_{max}$ ) - dureza dinâmica elasto-plástica - DH1 ou ainda, a profundidade associada ao perfeito retorno elástico -  $h_r$  - dureza dinâmica plástica - DH-2. Estas propriedades estão diretamente ligadas ao regime elástico e plástico conforme apresentado na equação (2) e (3), respectivamente e normatizadas como DHT quando utilizado o indentador Berkovich e DHV quando utilizado o indentador Vickers.

$$DH-1 = a \cdot F_{max} / h_{max}^2 \quad (2)$$

$$DH-2 = a \cdot F_{max} / h_r^2 \quad (3)$$

Considerando:

$a = 3,8584$ , para indentador Berkovich (triangular de  $115^\circ$ ) e Vickers;

$F_{\max}$  = força / carga máxima aplicada (mN);

$h_{\max}$  = profundidade máxima de indentação ( $\mu\text{m}$ );

$h_r$  = ponto onde a reta tangente a curva de descarregamento fig 15 a partir da força máxima ( $F_{\max}$ ) corta o eixo horizontal vinculado a profundidade de indentação ( $\mu\text{m}$ ), no qual se teria uma profundidade de indentação após completo descarregamento com um retorno elástico teórico / ideal.

- Fluência da indentação ( $C_{it}$ )

Tendo em vista a acomodação da deformação no material em função da carga máxima aplicada em um ensaio de dureza qualquer em uma dada temperatura, é interessante que mantenha a carga máxima aplicada por um tempo de permanência. Neste caso a medida da profundidade é realizada a uma força constante, esta pode ser calculada como a fluência de indentação e que esta expressa na equação (4).

$$C_{it} = [(h_2 - h_1)] / h_1 \times 100 (\%) \quad (4)$$

Considerando:

$h_1$  = profundidade da indentação início da aplicação da carga máxima ( $F_{\max}$ );

$h_2$  = profundidade da indentação ao fim do tempo de espera na carga máxima.

- Razão elástica da indentação ( $\eta_{it}$ )

A razão elástica da indentação correlaciona o cálculo realizado entre a parte elástica e o trabalho total, conforme equação (5). O trabalho total pode ser calculado como ( $W_{\text{total}} = W_{\text{elástico}} + W_{\text{plástico}}$ ). Deve-se levar em consideração:  $W_{\text{elástico}}$  sendo a área abaixo da curva de descarregamento e o  $W_{\text{plástico}}$  a área entre as curvas de carregamento e descarregamento.

$$\eta_{it} (\%) = (W_{\text{elástico}} / W_{\text{total}}) \times 100 \quad (5)$$

- Dureza de indentação ( $H_{it}$ )

Pode ser considerada como o valor de resistência do material a deformação permanente. Para relacionar a dureza de indentação ( $H_{it}$ ) com a escala de dureza Vickers ( $HV^*$ ) deve-se utilizar a equação (6).

$$HV^* = 0,0924 \cdot H_{it} \quad (6)$$

Esta dureza relaciona diretamente a tensão máxima para o limite de escoamento plástico e segue a equação (7).

$$H_{it} = F_{\max} / A_p \quad (7)$$

Considerando  $A_p$ , conforme fig 14, a área projetada do indentador, relacionada diretamente com a profundidade de contato obtida com a amostra, conforme equação (8).

$$A_p = b \cdot h_c^2 \quad (8)$$

Considerando  $b$  igual a 24,50 para indentador do tipo Vickers e 23,96 para um indentador tipo Berkovich (triangulas de  $115^\circ$ )

- Módulo da indentação ( $E_{it}$ )

Esse módulo é de possível analogia direta com o módulo de Young e é calculado pela equação (9).

$$E_{it} = \frac{1 - (\nu_s)^2}{\left(\frac{S \cdot \sqrt{\pi}}{2 \cdot A_p}\right) - \left(\frac{1 - (\nu_i)^2}{E_i}\right)} \quad (9)$$

Onde:

$\nu_i$  = coeficiente de Poisson do indentador;

$\nu_s$  = coeficiente de Poisson da amostra;

$E_i$  = módulo de Elasticidade do indentador;

$E_s$  = módulo de Elasticidade da amostra;

$A_p$  = área de projeção da indentação;

$S$  = rigidez do contato entre o indentador e a amostra, sendo calculado pela derivada ( $dF/dh$ ) da curva de descarregamento fig 15.

### 3.2.6 Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV

Devido aos problemas operacionais no MEV FEG do IME que se fizeram presentes nos últimos meses de desenvolvimento trabalho, os quais suspenderam todas as atividades no mesmo. Somado a limitação de resolução do MEV, com filamento de tungstênio do IME, a fim de exibir o detalhamento microestrutural necessário das amostras resultantes das laminações. Os resultados das análises de MEV foram limitadas a resultados inicialmente obtidos para a condição como recebida (pós contraste microestrutural) e MEV/EDS para a condição resultante da laminação acumulativa (somente polida), com uso do MEV com filamento de emissão de campo (FEG) (modelo QUANTA 250 FEG, fabricante FEI) instalado no Laboratório de Microscopia Eletrônica do IME.



**Fig 16: Microscópio eletrônico de varredura modelo Jeol QUANTA 250 FEG fabricante FEI.**

A análise na condição como recebida foi feita para elucidar o aspecto microestrutural do material de partida. Enquanto a análise na amostra resultante da laminação acumulativa foi realizada com o intuito de avaliar a união das superfícies das chapas laminadas na seção transversal (DL), somente polida mecanicamente, com auxílio do Espectrômetro de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS) (fabricante Bruker) instalado no MEV FEG.

As amostras para microscopia eletrônica de varredura foram preparadas seguindo os seguintes procedimentos: Lixamento das amostras com lixas de carvão de silício de 220, 320, 400, 600, 1000, 1200, 2500 mesh e polida com pasta de diamante com as granulometrias de 6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  e 1  $\mu\text{m}$ , ficando aproximadamente 20 minutos com cada pasta.

O polimento eletrolítico para as amostras CR e LM foi realizado em solução 30% mL de ácido nítrico com 70% de metanol, pré-resfriada em banho de salmoura (gelo + sal + acetona), sob tensão de 15 V, durante 90 segundos e objetivando densidade de corrente até 2 A/cm<sup>2</sup>. Posteriormente as amostras foram lavadas com água, álcool e secadas com ar quente.

As análises foram conduzidas em regiões distintas relacionadas a  $\frac{1}{4}$ ,  $\frac{1}{2}$  e  $\frac{3}{4}$  da espessura com o detector de elétrons secundários (SE) e somente a  $\frac{1}{2}$  espessura na amostra CR-LM com o detector de EDS, onde foram adotados os seguintes parâmetros tensão de 15 KV; WD em 7,8 para SE e 10,0 mm para EDS; spot size em 4,0 para SE e 5,0 para EDS.

### 3.2.7 Difração de Raios-X

De modo a quantificar a densidade de discordâncias nas amostras nas distintas condições estruturais somente laminadas em comparação com a condição como recebida, foi utilizada a técnica de difração de Raios-X adotando o procedimento desenvolvido na Dissertação de Mestrado de Souza (2014).

Para os ensaios de difração de raios-X, o equipamento para uso foi o difratômetro X'PERT PRO MPD da empresa PANalytical. A análise de difração de raios-X foi realizada utilizando como fonte, tubo de cobalto, utilizado 2 Theta com varredura entre 40 e 120° e tensão de 40 KV e corrente de 45 mA. A medição utilizou configuração foco linha, fazendo uso do *software X'Pert Data Collector* versão 2.2j de 2010 para inserir os parâmetros operacionais do equipamento.

Para o cálculo da densidade de discordância, foi utilizado como ferramenta, o programa CMWP, o qual utiliza difratogramas gerados pela técnica de difração de raios X para definir informações microestruturais, tal como, densidade de discordância (Sousa, 2014).

O CMWP avalia a forma, largura e intensidade dos perfis de difração, apresentados pelo difratograma das amostras, sendo capaz simular um padrão de difração teórico eficaz de, pelo método dos mínimos quadrados linear de Levenberg-Marquardt, revelar informações microestruturais acerca do material analisado (Sousa, 2014).

De posse de amostras na dimensão de 20 X 20 mm (DL x DT), estas foram desbastadas no plano da chapa até ½ espessura com auxílio de lixas, seguindo procedimento similar as aquelas destinadas a análise de MEV, de modo a garantir uma superfície de análises isenta de tensões residuais oriundas da preparação metalográfica.



## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesta seção são apresentados e discutidos todos os resultados obtidos através das análises realizadas, conforme descrito no capítulo 3 de Material e Métodos. Desta forma, foi possível realizar um comparativo entre as diversas formas de processamento utilizadas no trabalho (laminação convencional, laminação assimétrica, laminação assimétrica resfriada e laminação acumulativa) tendo como base as características do material na condição como recebida. Os resultados estão dispostos utilizando inicialmente a caracterização do material como recebido (amostra CR), expondo a análise da microestrutura via MEV, fases presentes via DRX, valores macrodureza e demais propriedades mecânicas extraídas das análises de ultramicrodureza instrumentada. Em seguida, encontra-se um estudo comparativo dos distintos tipos de processamento de laminação adotados, referenciando as análises de densidade de discordância via DRX e propriedades mecânicas via medidas de macrodureza e ultramicrodureza instrumentada em comparação com a condição como recebida. Finalizando com o estudo da recristalização a partir das análises de DSC das amostras somente laminadas em comparação com a condição CR, e por final os resultados relativos a evolução estrutural com as condições de recozimento adotadas para amostras laminadas.

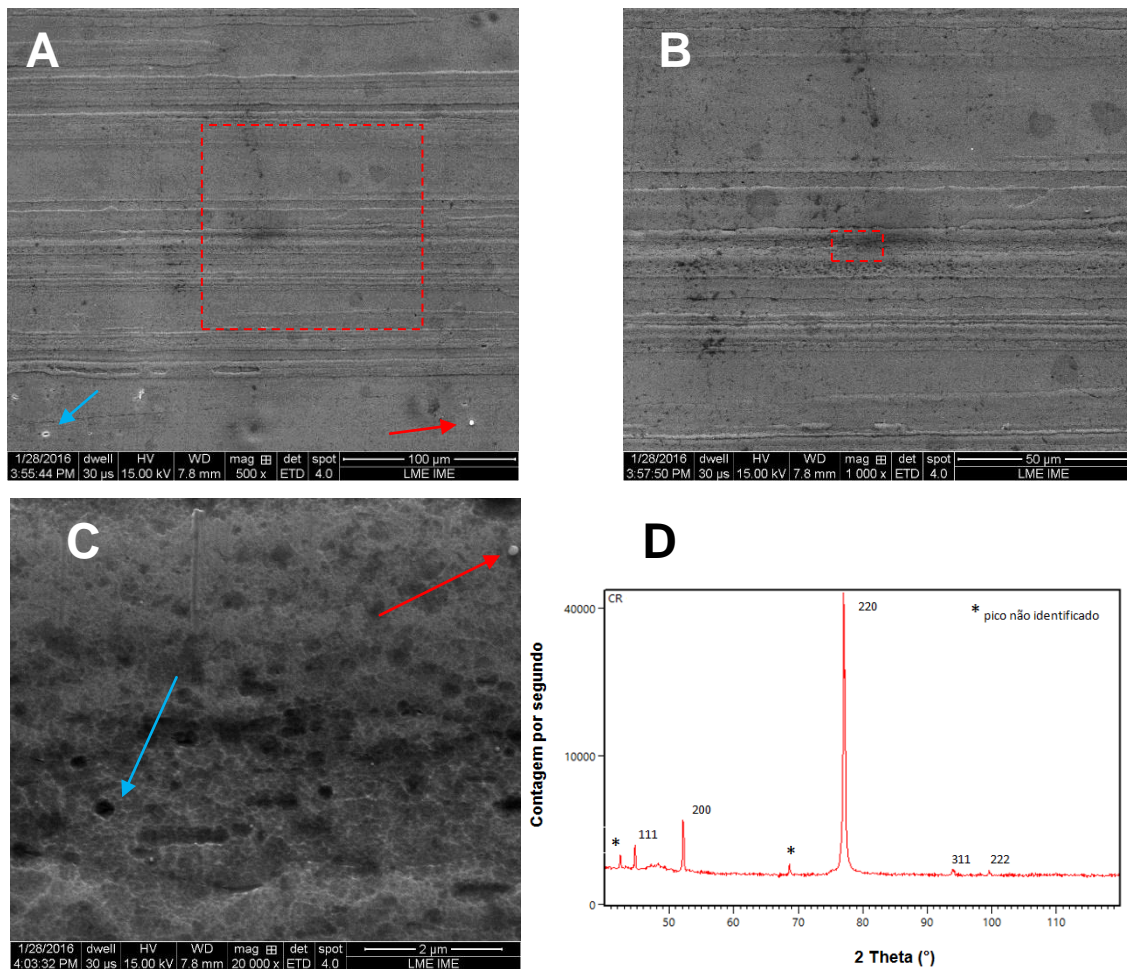
### 4.1 CONDIÇÃO COMO RECEBIDA (CR)

O material em estudo na condição como foi caracterizado quanto aos seus aspectos microestruturais (morfologia e fases da matriz via MEV e DRX Fig. 17) e em relação as suas propriedades mecânicas (macrodureza e ultramicrodureza instrumentada, Fig.21 e Tab. 11, respectivamente). Tal caracterização foi realizada de modo a buscar informações da condição prévia que foi submetida ao processamento termomecânico que envolveu laminação (convencional, assimétrica, e acumulativa), em alguns casos em temperaturas distintas, e posterior tratamento térmico de recozimento buscando observar o comportamento do material quanto a ocorrência da recristalização.

O material como recebido apresenta aspecto microestrutural similar ao longo da espessura, conforme apresentado nas micrografias obtidas por microscopia eletrônica de

varredura (fig. 17 A, B, C) através das imagens em distintos aumentos da região a meia espessura, associada a seção transversal da direção de laminação, da amostra na condição de como recebida (CR). Deste modo, foi possível verificar a presença de grãos extremamente grosseiros e alongados e alinhados na direção de laminação, onde se fazem presentes em agrupamentos de grão menos espessos intercalados por grão mais espessos, em função da direção normal (DN), conforme Fig. 17 A, B. Este aspecto microestrutural possivelmente é devido a condição de processamento, ou seja, trata-se do resultado da laminação a quente de uma liga monofásica com alta EDE que não apresenta transformação alotrópica e por apresentar seus grãos alongados e grosseiros reflete que a deformação quente final do material garantiu apenas a recuperação dinâmica e estática da estrutura encruada.

Além disso, observa-se na microestrutura evidências de precipitados/inclusões e cavidade (que possivelmente continuam precipitados que foram desprendidos durante o polimento eletrolítico), conforme indicado pelas setas na Fig. 17 C. Estas evidências são justificadas pelo fato de após a laminação a quente a chapa foi submetida a um tratamento de solubilização seguido de tratamento de precipitação objetivando o superenvelhecimento (tratamento T7351), conforme informações cedidas pelo fornecedor.

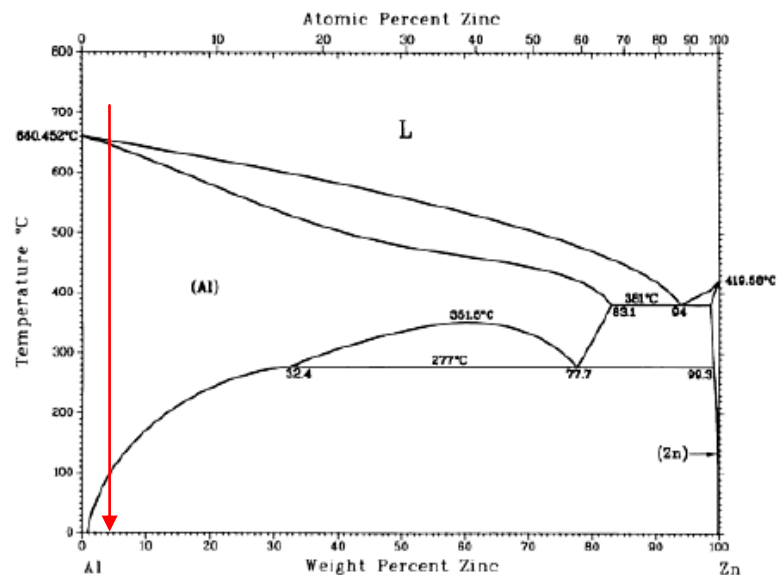


**Fig 17: Amostra como recebida: Aspecto microestrutural observado no MEV a 1/2 espessura da seção longitudinal difratograma e análise de difração de Raio-X relativo ao plano da chapa vinculado a Radiação de Co  $K\alpha$ .**

Na figura 17 é possível verificar regiões destacadas aonde (B) refere-se ao detalhamento da região destacada em (A), e (C) a região destacada em (B). As setas presentes em (A) e (C) referem-se a presença de precipitados (seta vermelha) ou cavidades que continham os mesmos (seta azul).

Por meio da técnica de difração de Raios-x, a qual gerou o difratograma apresentado na Fig.17D, é possível identificar os picos de difração referentes a fase  $\alpha$  do alumínio, associadas aos planos difratados: (111), (200), (220), (311) e (222). Por se tratar de uma liga onde sua composição está principalmente associada a Al-5,67Zn-2,38Mg-1,78Cu-0,242Fe-0,197Cr (% em peso), a presença dos 3 principais elementos de liga (Zn, Mg e Cu) em função de um superenvelhecimento destacaria a presença de precipitados possivelmente associado a  $Cu_2Al$  justificados pelos diagramas de fases binários (Al-Zn, Al-Mg Al-Cu, – Figuras 18, 19, 20, respectivamente) que destacam a menor solubilidade do Cu na matriz de fase  $\alpha$  rica em Al

(0,25%Cu a temperatura ambiente) (ASM Handbook, 1992). No entanto, não foi possível detectar/identificar tais precipitados através da técnica e condições da análise de DRX definidas para este trabalho. O trabalho prévio de Diniz (2015) o qual buscou ter informações através do MEV/EDS da composição associada aos precipitados deste material em estudo na condição como recebida, em amostra somente polida mecanicamente. Os resultados das análises pontuais e mapeamento elementar via EDS indicaram que os precipitados mais grosseiros estariam principalmente associados aos elementos de liga Zn e Cu, enquanto que os mais finos associados ao Cu. Reforçando a suposição que as partículas e cavidades evidenciadas na microestrutura apresentada na micrografia (fig 17C) estariam associadas aos precipitados formados no tratamento térmico de precipitação que objetivou o superenvelhecimento.



**Fig18: Diagrama de fases Alumínio - Zinco - ASM Metal HandBook (1992)**

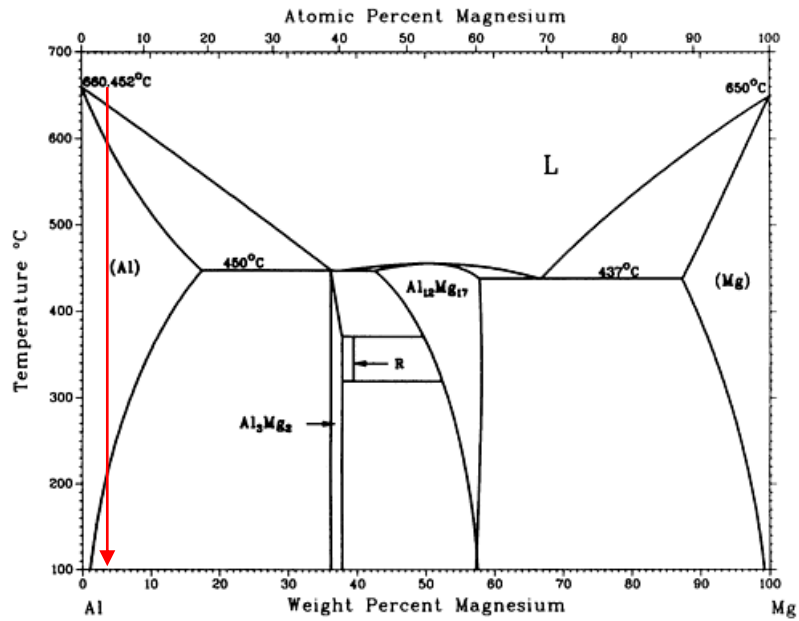


Fig19: Diagrama de fases Alumínio - Magnésio - ASM Metal HandBook (1992).

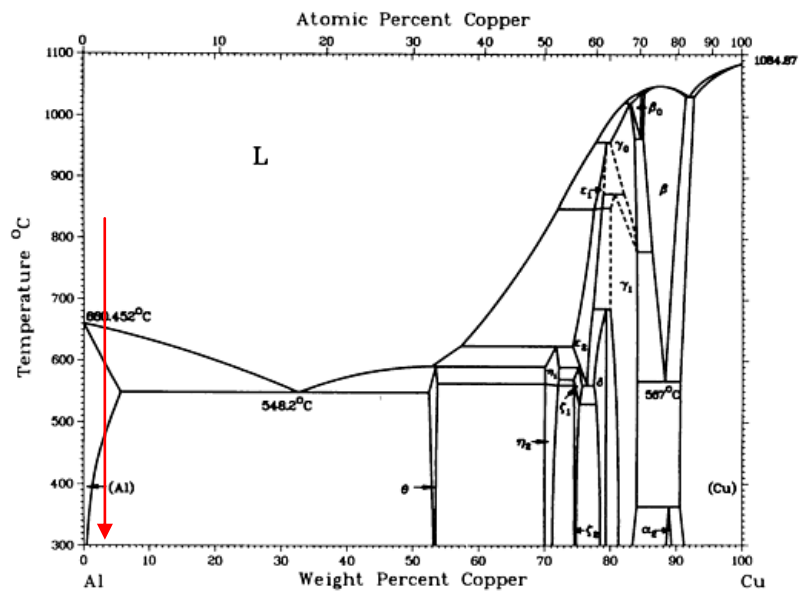


Fig 20: Diagrama de fases Alumínio - Cobre - ASM Metal HandBook (1992).

Na Tab. 11 são apresentados os resultados de algumas das propriedades mecânicas provenientes das medidas de ultramicrodureza Vickers instrumentada na seção longitudinal a direção de laminação da amostra como recebida em pontos distintos da espessura ( $\frac{1}{4}$ ,  $\frac{1}{2}$  e  $\frac{3}{4}$  da espessura). As propriedades apresentadas referem-se a dureza Vickers (HV), as durezas dinâmicas Vickers elasto-plástica (DHV-1) e plástica (DHV-2), ao módulo da indentação

(Eit), a dureza da indentação (Hit), a fluência da indentação (Cit) e a razão elástica da indentação ( $\eta_{it}$ ).

Quanto as durezas Vickers convencional (HV), dinâmicas (DHV-1 e DHV-2) e dureza da indentação (Hit), as mesmas se diferem pelo cálculo associada razão da força aplicada com a média das diagonais da indentação após a remoção do indentador, a profundidade máxima de indentação ( $h_{max}$  – Equação 1), profundidade de indentação vinculado ao retorno elástico teórico/ideal ( $h_r$  – Equação 2), e profundidade de contato, respectivamente, para além pelo valor da constante de forma referente ao tipo de indentador e uma projeção resultante (diagonal, profundidade ou área projetada). Ao analisar as referidas propriedades (HV, DHV-1, DHV-2 e Hit) na Tab. 11 verifica-se valores distintos nas medições ao longo da espessura, com uma diferença mais expressiva para Hit. Este comportamento deve ser devido a presença de grãos alongados e espessos intercalados por grupamentos de grãos menos espessos ao longo da espessura (DN) do material, em conjunto com os valores médios de diagonais de indentação próxima a 25  $\mu\text{m}$  de dimensão próxima a espessura dos grãos mais espessos. Onde os valores médios de menor magnitude das referidas durezas devem ser resultantes a medidas em região de grãos grosseiros, o que se justifica pelo fato de quanto maior o tamanho de grão menor a resistência a indentação que resulta em maiores valores de diagonal de indentação,  $h_{max}$ ,  $h_r$  e  $h_c$ .

Esta heterogeneidade microestrutural também se retrata nos valores das propriedades mecânicas associadas a Eit e Cit.

Onde o módulo da indentação (Eit – Equação 8) é função da declividade da reta tangente (S) que define o retorno elástico no início do descarregamento do ensaio e área de projeção da indentação ( $A_p$ ) que é inversamente proporcional a profundidade de contato ( $h_c$ ). Partindo do princípio que trata-se de uma liga monofásica e que o tamanho de grão não influencia no comportamento elástico do material, mas influencia fortemente a resistência da indentação e o início da deformação plástica em função da quantidade de grão e a orientação do(s) grão(s) na região deformada pela penetração do indentador. Por outro lado, a fluência da indentação (Cit) pode ser também fortemente influenciada por uma microestrutura de grãos grosseiros ou refinados, tendo em vista que a mesma retrata a acomodação de deformação no material sob carga constante, modificações da profundidade de indentação com o estabelecimento da força máxima (conforme Equação 3). Características estas que também se justificam pela heterogeneidade dimensional dos grãos e pela temperatura de deformação em função da

temperatura de fusão absoluta do metal ou liga, que podem facilitar ou dificultar a ocorrência do fenômeno de fluência.

Por fim, a razão elástica da indentação ( $\eta_{it}$  – Equação 4) que retrata a relação entre o trabalho elástico e o trabalho total de deformação, que resultará em valores menores quanto maior for a parcela do trabalho plástico que vem a contribuir para definir o trabalho total em conjunto com o trabalho elástico. Neste caso também uma região de análise com a presença de grão grosseiros ou refinados irá interferir no trabalho plástico resultante, ou seja, quanto maior o tamanho de grão menor será a resistência a indentação e maior será a profundidade da indentação resultante para uma mesma força aplicada que por consequência resulta em uma curva de carregamento com um incremento mais suave. Tendo em vista, que o mecanismo de endurecimento por redução do tamanho de grão contribui para incremento da resistência mecânica, mas não gera prejuízos na ductilidade. Espera-se que com isto em um material com grãos recuperados dinâmica/esticamente no processo de laminação a quente que esta diferença de tamanho de grão não afete sensível a razão elástica, como é elucidado na Tab. 11.

**Tab. 11 – Propriedades mecânicas extraídas das medidas de ultramicrodureza instrumentada ao longo da espessura da seção longitudinal a direção de laminação da amostra como recebida (CR).**

	HV	DHV-1 (N/mm <sup>2</sup> )	DHV-2 (N/mm <sup>2</sup> )	Eit (N/mm <sup>2</sup> )	Hit (N/mm <sup>2</sup> )	Cit (%)	$\eta_{it}$ (%)
¼ da espessura							
Média	152,1	41,4	200,1	8444,0	661,4	19,3	29,6
Erro	5,2	1,5	15,3	750,1	10,5	1,0	1,9
½ Espessura							
Média	150,8	34,2	215,6	6989,0	543,6	20,9	29,9
Erro	4,2	2,2	47,0	486,2	36,5	0,9	0,5
¾ da Espessura							
Média	170,2	7,5	123,1	1244,0	138,8	37,0	33,8
Erro	10,3	0,1	11,0	43,0	1,9	1,3	0,7

## 4.2 PROCESSAMENTO - LAMINAÇÃO CONVENCIONAL VERSUS DPS

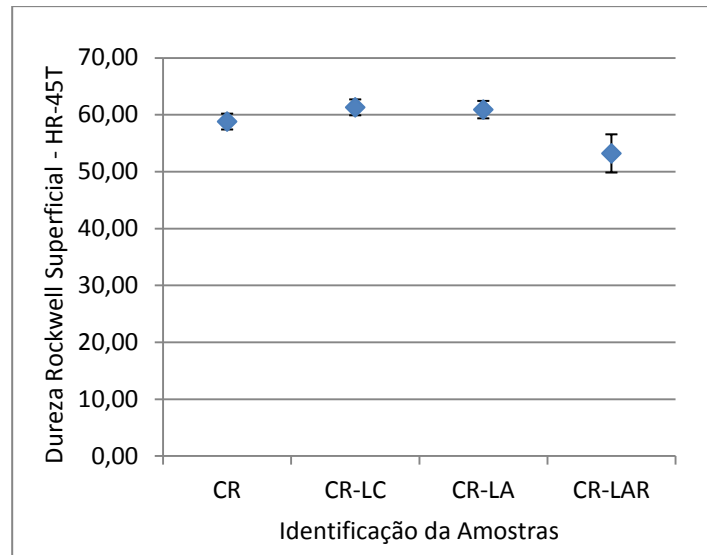
É de extrema importância, ressaltar que todos os resultados apresentados nesta seção em diante, se tratam de análises realizadas em amostras com diferentes graus de deformação e rota de processamento, conforme descrito no tópico materiais e métodos.

Para as amostras CR-LC, foram realizados 13 passes, totalizando 75% de deformação acumulada. Para amostra CR-LA, tem-se 9 passes com redução de 5% em cada e após mais 9 passes de 10% cada, admitindo no final do processo uma deformação total acumulada de 76%. Quando consideradas as amostras CR-LAR, observa-se, conforme também apresentando no tópico materiais e métodos, que estas sofreram tratamento térmico intermediário no 9º passe para que fosse possível a realização do processo de DPS. Desta forma, para a amostra laminada de forma assimétrica, a deformação acumulada após o tratamento é de 55%. Para a amostra CR-LM, foi realizado aquecimento prévio para que fosse obtido êxito na união das chapas, e totalizou uma deformação acumulada de 88%.

O material em estudo na condição como foi submetido a três processos de laminação, um deles associado a laminação convencional e os outros dois associados a DPS (laminação assimétrica em duas temperaturas e laminação acumulativa), conforme descrito em Materiais e Métodos na seção 3.2.2 – Processamento – Laminações. De forma a buscar evidências do nível de encruamento resultante foram realizadas caracterizações por intermédio de medidas em um macrodurômetro superficial Rockwell, DRX para quantificação de discordâncias, e ultramicrodurômetro Vickers instrumentado.

Observando a fig 21, é possível notar similaridade nos valores obtidos por meio da Dureza Superficial Rockwell (escala T com carga de 45 kgf) das amostras resultantes da laminação convencional a temperatura ambiente (LC) e das laminações assimétricas (a temperatura ambiente (LA) e pré-resfriada em nitrogênio líquido (LAR)) em comparação da amostra na condição como recebida (CR). Para a amostra deformada pelo processo de laminação acumulativa (CR-LM), não foi possível realizar a medida de dureza superficial na escala e carga adotada, com a finalidade de estabelecer um comparativo com as demais técnicas de DPS, devido ao fato da sua baixa dureza e espessura consideravelmente menor.





**Fig. 21: Evolução da dureza Rockwell superficial (HR-45T) extraída das medidas em um macrodurômetro no plano da chapa das amostras laminadas (CR-LC, CR-LA, CR-LAR comparadas a condição como recebida (CR)).**

Os valores médios de dureza das amostras laminadas convencional e assimetricamente flutuam próximo a casa dos 60 HR-45T. No entanto, ao se observar a dureza obtida após a técnica de laminação assimétrica na condição pré-resfriada (LAR), a qual foi conduzida em temperatura criogênica, nota-se que apresenta um maior erro experimental em relação aos encontrados nas amostras deformadas via laminação convencional (LC) e assimétrica (LA) a temperatura ambiente e a condição como recebida (CR). Para a amostra CR-LAR, a variação permanece em valores menores que 10 pontos de diferença, revelando com uma dureza média de 53,2 HR-45T.

Os resultados das propriedades mecânicas medidas por ultramicrodureza das amostras laminadas são dispostos nesta seção de forma individual, apresentando os dados obtidos em pontos distintos ao longo da espessura (seção longitudinal a direção de laminação) objetivando a avaliação da homogeneidade microestrutural, por meio das propriedades extraídas do ensaio do ensaio em questão como: Dureza Vickers (HV), durezas dinâmicas (DHV-1 e DHV-2), fluência da indentação (Cit), módulo da indentação (Eit), razão elástica da indentação ( $\eta_{it}$ ) e dureza de indentação (Hit). Após, na seção 4.3 - Tratamento de Recozimento para a Recristalização após Laminação Convencional e DPS, é realizado um confronto entre os resultados de todas as propriedades citadas anteriormente, com medições realizadas a meia espessura de cada amostra referente aos diferentes processos de DPS utilizados neste trabalho.

Na tab 12 são apresentadas as médias das propriedades mecânicas extraídas das medidas de ultramicrodureza ao longo da espessura da amostra CR-LC.

Ao se atentar para os valores resultantes das propriedades extraídas da ultramicrodureza ao longo da espessura, para a amostra laminada convencionalmente (CR-LC), é notório que estes possuem grandezas próximas, levando aos dados semelhanças entre si. Tal aspecto possivelmente indica a presença de uma maior homogeneidade microestrutural no material em comparação com a amostra como recebida (CR).

Em contrapartida, ao ponderar os valores de propriedades de durezas DHV-1, DHV-2 e Hit, e o módulo de indentação Eit (tab 12), é perceptível que estes se encontram associados a um erro experimental maior, que por consequência está ligado diretamente a maior dispersão entre os valores obtidos em profundidade máxima de indentação ( $h_{m\acute{a}x}$ ), profundidade associada ao perfeito retorno elástico ( $h_r$ ) e profundidade de contato da indentação ( $h_c$ ). Tais propriedades são influenciadas pelos valores dispersos, visto estes, serem aplicados nos cálculos das durezas dinâmicas (DHV-1 e DHV-2) e a indentação (Hit), e módulo da indentação (Eit).

**Tab. 12 – Propriedades mecânicas extraídas das medidas de ultramicrodureza instrumentada ao longo da espessura da seção longitudinal a direção de laminação da amostra submetida a laminação convencional (CR-LC).**

	HV	DHV-1 (N/mm <sup>2</sup> )	DHV-2 (N/mm <sup>2</sup> )	Eit (N/mm <sup>2</sup> )	Hit (N/mm <sup>2</sup> )	Cit (%)	$\eta_{it}$ (%)
<b>¼ da espessura</b>							
Média	171,7	121,0	345,5	26840,0	1869,5	6,3	30,2
Erro	3,9	2,6	50,0	1103,2	27,8	0,4	0,5
<b>½ Espessura</b>							
Média	182,3	117,4	289,6	26400,0	1809,0	5,1	31,2
Erro	4,6	23,0	83,1	3749,0	394,4	0,7	0,6
<b>¾ da Espessura</b>							
Média	163,4	120,7	309,3	27550,0	1841,5	4,9	31,3
Erro	4,6	21,0	78,3	3599,7	357,9	0,4	0,6

Ao se analisar os resultados das propriedades obtidos pelo processo de ultramicrodureza ao longo da espessura da amostra de CR-LA, apresentado na tab 13, nota-se que os valores estão ainda mais similares do que a amostra do material como recebida, em comparação da amostra deformada pelo processo de laminação convencional (CR-LC). Ainda, tal fato pode indicar que o processo de deformação assimétrica proporcionou para a amostra CR-LA uma microestrutura ainda mais homogênea, ou seja, o material encontra-se com valores de propriedades semelhantes ao longo de toda espessura.

**Tab 13 – Propriedades mecânicas extraídas das medidas de ultramicrodureza instrumentada ao longo da espessura da seção longitudinal a direção de laminação da amostra submetida a laminação assimétrica a temperatura ambiente (CR-LA).**

	HV	DHV-1 (N/mm <sup>2</sup> )	DHV-2 (N/mm <sup>2</sup> )	Eit (N/mm <sup>2</sup> )	Hit (N/mm <sup>2</sup> )	Cit (%)	ηit (%)
¼ da espessura							
Média	138,2	159,6	262,8	48290,0	2189,8	0,6	23,5
Erro	2,4	5,0	19,8	484,4	95,1	1,0	1,5
½ Espessura							
Média	136,4	149,1	225,2	48670,0	1999,4	2,6	20,8
Erro	2,8	2,3	4,3	522,8	34,5	0,1	0,2
¾ da Espessura							
Média	133,2	142,4	216,7	45800,0	1916,2	2,3	21,0
Erro	0,8	2,0	4,0	393,8	30,7	0,1	0,2

Outro fato que aponta a semelhança dos dados obtidos é a redução do erro experimental para cada propriedade medida em relação a condição CR-LA. Isto pode ser considerado como indicativo de que a microestrutura está mais uniformemente distribuída na seção longitudinal a direção de laminação, mesmo enquanto era esperado uma variação evidente ao longo desta seção devido as características do processo de laminação assimétrica, o qual impõe diferentes condição de deformação na parte superior e inferior da chapa.

De acordo com a tab 14 em que se apresenta os valores médios das propriedades mecânicas extraídas pelo processo de ultramicrodureza, ao se analisar individualmente cada uma das sete propriedades, é clara a maior paridade destes na condição CR-LAR do que com

a amostra como recebida (CR), tornando evidente que com a aumento do grau de encruamento, o material possivelmente se tornou mais homogêneo em sua microestrutura.

**Tab. 14 – Propriedades mecânicas extraídas das medidas de ultramicrodureza instrumentada ao longo da espessura da seção longitudinal a direção de laminação da amostra submetida a laminação assimétrica com pré-resfriamento em nitrogênio líquido (CR-LAR).**

	HV	DHV-1 (N/mm <sup>2</sup> )	DHV-2 (N/mm <sup>2</sup> )	Eit (N/mm <sup>2</sup> )	Hit (N/mm <sup>2</sup> )	Cit (%)	η <sub>it</sub> (%)
¼ da espessura							
Média	115,6	98,7	182,4	21920,0	1492,2	2,9	29,7
Erro	1,0	3,0	4,6	1105,9	35,3	0,3	0,6
½ Espessura							
Média	113,1	92,5	171,9	21200,0	1444,0	3,1	29,7
Erro	2,5	2,9	7,2	1017,0	50,4	0,2	1,0
¾ da Espessura							
Média	109,6	95,1	181,1	21590,0	1454,0	2,5	29,8
Erro	1,4	2,2	5,1	1047,6	21,3	0,4	1,0

Se for traçado um comparativo referente aos erros das medidas apresentadas na tab 15, fica claro que estes sofreram redução em relação a laminação convencional e a assimétrica, ambas a temperatura ambiente que corrobora que os valores apresentados estão correlatos, de uma mesma propriedade, mesmo que em diferentes pontos de medição ao longo da espessura da amostra.

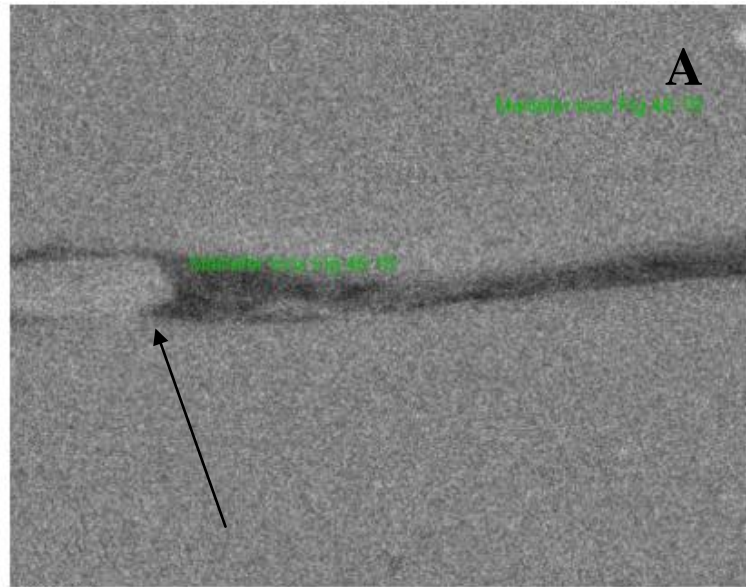
Nesta técnica de DPS, via laminação assimétrica aplicada em temperatura criogênica, era também expectável uma heterogeneidade percorrendo a seção transversal da amostra, devido a assimetria gerada no processo, conforme mencionado anteriormente, o que teoricamente, deveria impor ao material uma distinta distribuição de tensão ao longo da espessura, devido a fundamentação intrínseca ao processo (ZUO, 2008). Porém conforme visto, em comparação com a laminação convencional e assimétrica com amostras laminadas em temperaturas ambiente, está apresenta maior semelhança em sua microestrutura em toda área analisada.

Tendo em vista a natureza da técnica de DPS via laminação acumulativa que deve resultar na união no estado sólido das superfícies em contato de duas chapas empilhadas, foi

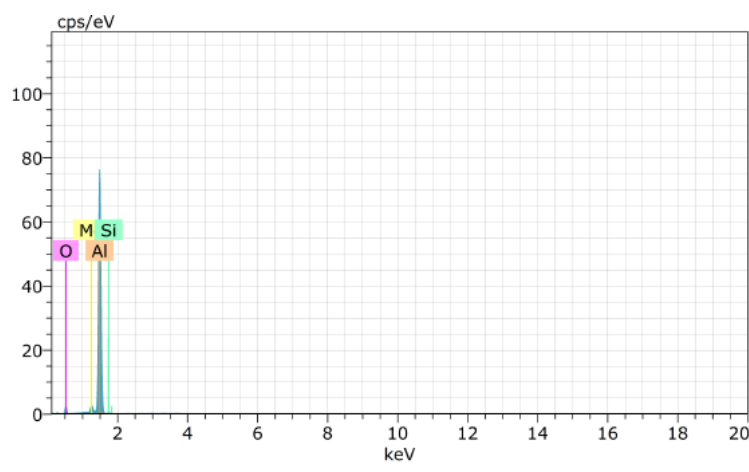
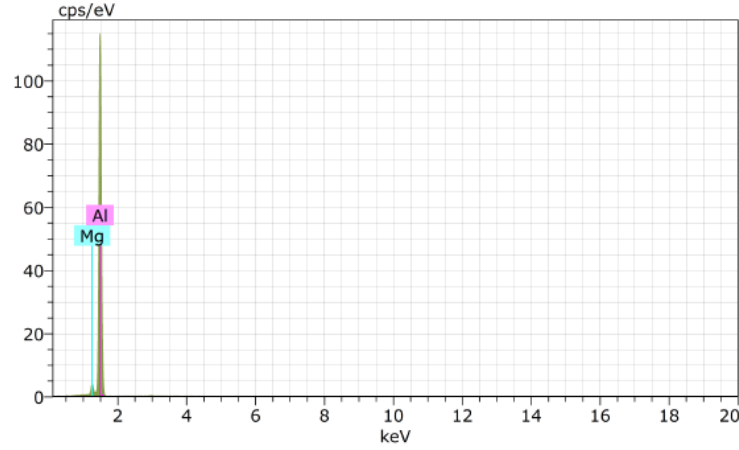
analisada inicialmente a qualidade da linha média da espessura quanto a presença de descontinuidades através de observação no MEV e quanto a sua natureza com auxílio do EDS acoplado. Verificou-se que na linha de adesão das chapas (meia espessura) a presença de descontinuidade em determinados pontos.

Na fig 22 encontra-se a imagem de MEV realizado a meia espessura da amostra que sofreu o processo de formação plástica severa por meio de laminação acumulativa, bem como análise de EDS realizado na matriz metálica e na região escurecida localizada na linha de união entre as chapas. Ao realizar análise de EDS, fica revelada a presença de oxigênio nas partículas presentes na linha de união das chapas enquanto que na matriz encontra-se ausente este elemento, conforme mostrado pelos espectros, fig22B e fig22C.

A justificativa para tal ocorrência pode estar associada ao fato de não ter sido possível promover a união das chapas a temperatura ambiente, e esta só se deu com o aquecimento prévio das chapas em 170°C durante 7 minutos, para realização da laminação. Visando mantê-las em condições de temperatura favoráveis para reduzir a resistência a deformação com um maior percentual de deformação por passe para que houvesse a união. É possível, que por este fator, tenha se acelerado o processo de oxidação superficial das chapas durante o pré-aquecimento no forno, interferindo na continuidade metálica na linha de união, conforme pode ser visto como uma região escurecida na fig 22A, representado pela seta.



Vito 1467  
SE MAG: 5869 x HV: 20.0 kV WD: 10.0 mm



**Fig. 22:** (a) Imagem da região central da chapa proveniente da laminação acumulativa (CR-LM) e espectros de EDS (b) matriz metálica e (c) região escurecida na linha de meia espessura.

Na tab 15 reúnem-se os dados de propriedades mecânicas extraídas das medidas de ultramicrodureza das amostras CR-LM. Fica evidente que os valores apresentados pelas medidas realizadas nesta amostra se encontram menores e com uma dispersão muito inferior a que qualquer outra amostra deformada por técnica de DPS ou laminação convencional apresentada neste estudo e até mesmo a amostra como recebida.

**Tab. 15 – Propriedades mecânicas extraídas das medidas de ultramicrodureza instrumentada ao longo da espessura da seção longitudinal a direção de laminação da amostra submetida a laminação acumulativa (CR-LM).**

	HV	DHV-1 (N/mm <sup>2</sup> )	DHV-2 (N/mm <sup>2</sup> )	Eit (N/mm <sup>2</sup> )	Hit (N/mm <sup>2</sup> )	Cit (%)	ηit (%)
¼ da espessura							
Média	78,9	20,1	92,1	2763,0	491,5	5,5	50,9
Erro	3,8	1,9	10,7	273,3	50,0	1,0	1,9
½ Espessura							
Média	81,3	20,3	82,4	2852,0	475,4	5,7	49,6
Erro	3,2	1,9	8,3	291,3	41,1	1,0	1,2
¾ da Espessura							
Média	85,7	25,9	101,8	3696,0	588,4	3,5	50,4
Erro	5,1	1,5	6,8	265,6	26,5	0,5	1,6

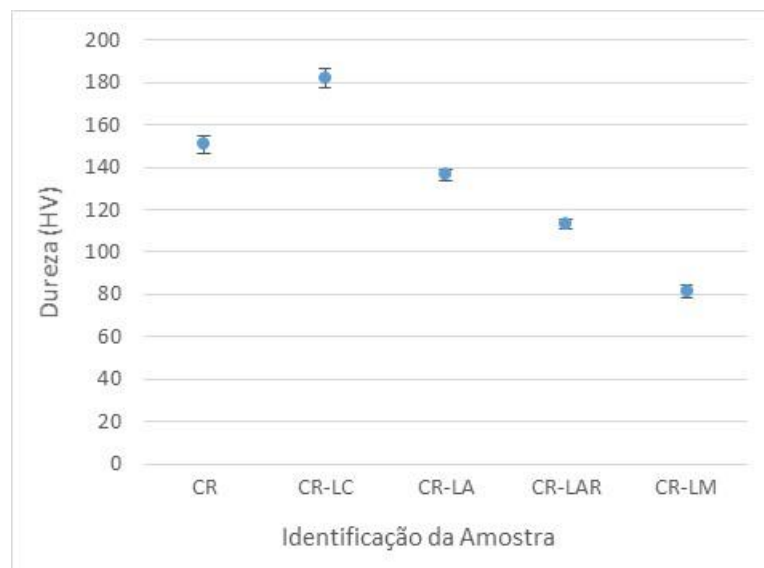
Valores com essa proximidade podem indicar que diferente da amostra como recebida, a amostra CR-LM apresenta em comparação com todas as outras amostras (CR-LC, CR-LA e CR-LAR) uma estrutura com maior homogeneidade microestrutural ao longo da espessura. Possivelmente, diversos fatores contribuíram para que esta estrutura, fruto de uma recuperação dinâmica seguida de uma recuperação estática ou até mesmo uma recristalização estática, tenha se formado, são eles:

- aquecimento prévio (170°C = 443 K) caracterizando uma temperatura de deformação alta que se coloca no limite superior da deformação a morno e limite inferior da deformação a quente com base na temperatura de fusão absoluta da liga (segundo ASM Handbook (1992) sua temperatura *liquidus* é de aproximadamente 635°C (908 K));

- maior redução por passe - em comparação com as outras laminações adotadas, que resultou numa espessura final de espessura 1,48 mm menor que as outras amostras laminadas finais.

Tais fatores, possivelmente, contribuíram para que se obtivesse uma microestrutura menos resistente a deformação, sob foco do ensaio de ultramicrodureza, quando confrontado os resultados com as demais amostras submetidas aos processos DPS, inclusive quando comparada a amostra CR. Segundo as características do tratamento T7351(AMS4202), ou seja, submetido a um tratamento de solubilização, seguido de um alívio de tensões por estiramento e endireitamento, e finalmente a um superenvelhecimento a qual a amostra CR sofreu, e ainda tendo em vista a microestrutura da amostra inicial, é provável que este processamento tenha inserido um maior grau de endurecimento em comparação com o processo de laminação acumulativa.

Na fig 23 é exposto o resultado quanto a evolução dos valores médios associados a dureza HV, medidos a meia espessura da seção longitudinal a direção de laminação, para as amostras laminadas, em comparação do material na condição como recebida.



**Fig. 23: Evolução da dureza HV extraída das medidas de ultramicrodureza instrumentada a 1/2 espessura da seção longitudinal a direção de laminação das amostras laminadas (CR-LC, CR-LA, CR-LAR e CR-LM) comparadas a condição como recebida (CR).**

As medidas de dureza Vickers (HV), calculadas a partir das diagonais das indentações resultantes dos ensaios de ultramicrodureza, revelam valores médios de 150 HV para amostra como recebida. Para a amostra laminada convencionalmente (CR-LC), nota-se o aumento



desta dureza média, elevando os valores para aproximadamente 182 HV, justificado pelo encruamento promovido pelo processamento mecânico a temperatura ambiente via laminação convencional. Este comportamento não se mostrou evidente através da dureza superficial, aonde os valores se mantiveram próximos em todas as amostras avaliadas.

Diferentemente da amostra CR-LC, todas as outras amostras apresentaram valores inferiores em relação ao valor médio de dureza Vickers (HV) da amostra como recebida (CR). Em outra avaliação comparativa entre as duas amostras com menores durezas, pode-se perceber as amostras CR-LAR e CR-LM com durezas bem inferiores a amostra como recebida, tendo diferenças aproximadas de 37 e 69 HV, respectivamente. Este comportamento possivelmente foi influenciado quanto ao modo com que estas laminações foram conduzidas. Conforme mencionado na seção 4.2.2 Processamento - Laminações, onde:

- as amostras CR-LA é resultante de uma laminação assimétrica, devida a razão entre os diâmetros dos cilindros (1,67) sem rotação da amostra, a temperatura ambiente com 18 passes até atingir a espessura final de 3 mm. Esta configuração de laminação assimétrica supostamente, pode ter promovido um baixo grau distribuição de tensão ao longo da espessura (conforme é elucidado pelas propriedades mecânicas similares ao longo da espessura – tab 13) bem como a temperatura de deformação em relação a temperatura de fusão da liga (660°C) (ASM Handbook, 1992) resultou numa laminação a morno que garante a recuperação dinâmica da estrutura que está sendo encruada (PADILHA E SICILIANO, 2005);

- a amostra CR-LAR é resultante de uma laminação assimétrica, devida a razão entre os diâmetros dos cilindros (1,67) sem rotação da amostra, com pré-resfriamento em nitrogênio líquido a cada passe, no entanto para evitar abertura de uma trinca a meia espessura, após o 9º passe foi realizado um tratamento térmico de recozimento a 300°C por 10 minutos, antes de prosseguir a laminação até o 18º passe na qual obteve-se espessura final de 3 mm. Tal tratamento térmico intermediário pode ter promovido a ocorrência da recristalização (ao menos parcial) da estrutura encruada até o 9º passe, e ofertou aos passes seguintes uma nova condição microestrutural com menor dureza / encruamento para ser encruada novamente até o 18º passe;

- a amostra CR-LM é resultante de uma laminação acumulativa, onde duas chapas de 3 mm de espessura (proveniente da laminação convencional) sobrepostas e fixadas foram aquecidas por 7 minutos em 170°C para ser imediatamente laminada. Como comentado anteriormente esta temperatura é alto o suficiente, para esta liga de alumínio em relação a sua

temperatura absoluta de fusão (ASM Handbook, 1992), para promover a recuperação dinâmica seguida de uma recuperação estática ou recristalização estática, este fenômeno final dependente da ocorrência de deformação a morno ou a quente, respectivamente, para um material com alta EFE (PADILHA E SICILIANO, 2005)

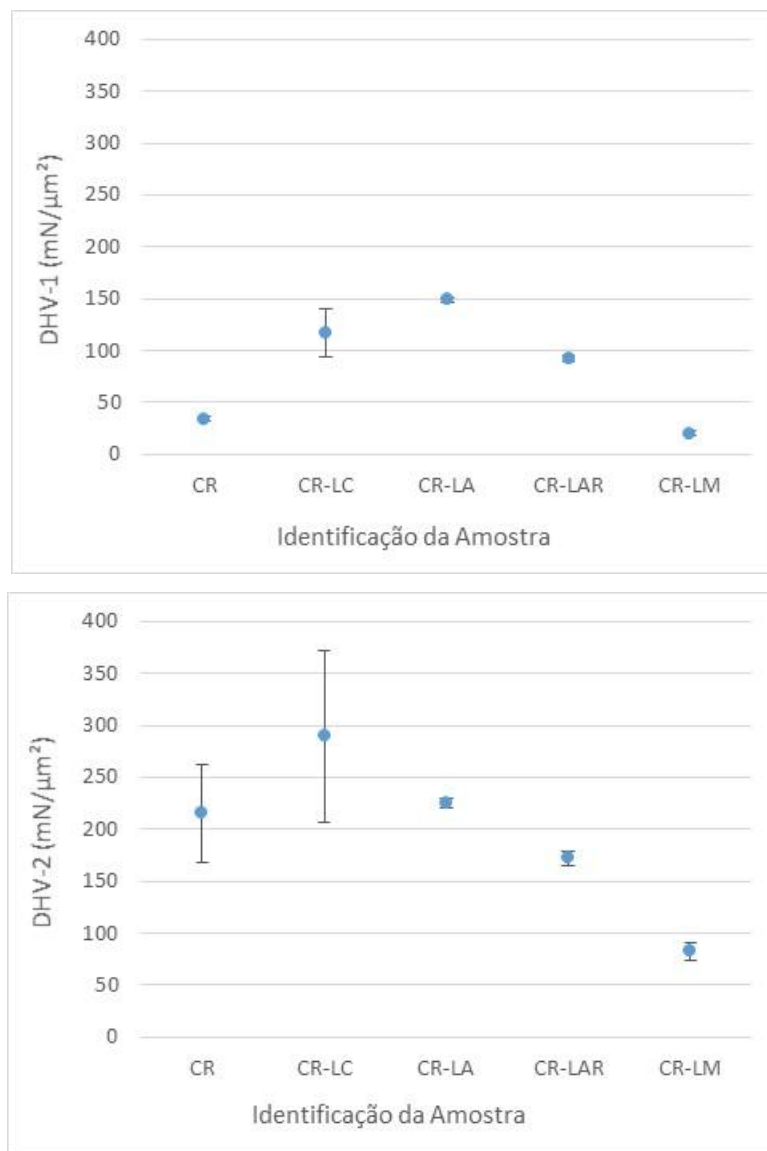
Os resultados dos cálculos das durezas dinâmicas (DHV-1 e DHV-2) foram representadas em forma de gráfico conforme exposto na fig 24, onde se revela valores distintos (DHV-2 > DHV-1) entre as mesmas para as distintas amostras laminadas em comparação com a como recebida. Comportamento que pode ser justificado pelos aos valores de  $h_r$ , em relação ao  $h_{máx}$ , ser sempre menor, devido este último medir a resistência da indentação associada a deformação elástica e plástica do material até o ponto em que se obtém a força máxima aplicada ( $F_{max}$ ), o que contribui para o um menor valor na grandeza de DHV-1.

Nota-se, que ao analisar individualmente as durezas DHV-1 e DHV-2 da amostra CR-LC, o erro experimental embutido é consideravelmente maior que qualquer outra amostra laminada por uma das técnicas de DPS adotadas, e estando próximo da faixa da amostra CR, ao levar em consideração o erro experimental para DHV-2. Comportamento que deve ser atribuído a distintos valores de  $h_{max}$  (DHV-1) e  $h_r$  (DHV-2) nas medições realizadas a meia espessura da amostra CR-LC, possivelmente devido aos distintos graus de encruamento dos grãos alongados espessos e alongados finos provenientes da microestrutura da condição como recebida.

Os valores de HV (Fig.23) quando comparado com as durezas DHV-1 e DHV-2 (Fig.24), apresentam-se intermediários quando observado o material da forma de como recebido e as amostras laminadas, com exceção da amostra CR-LA o valor de HV é inferior a ambas durezas dinâmicas e para a amostra CR-LM com valor de HV similar ao DHV-2.

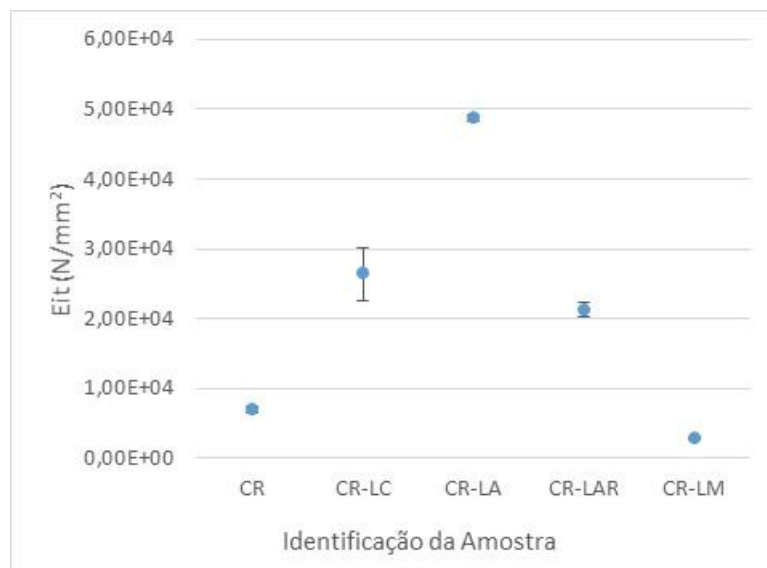
Realizando um comparativo entre as durezas HV (Fig.23) e DHV-2 (Fig.24), é perceptível um direcionamento dos valores destas propriedades entre as distintas amostras, com valores máximos para CR-LC e decrescente associados a um pequeno erro experimental para CR-LA, CR-LAR e CR-LM, nesta ordem.

Apesar do valor médio de DHV-1 e DHV-2 para amostra CR-LA ser superior as demais, tal fato não ocorre em HV (o qual tem média máxima para CR-LC). Ao ter atenção a dispersão do erro para amostra CR-LC e CR-LA, principalmente para DHV-2, verifica-se que os valores de CR-LA se encaixam na faixa inferior da dispersão de CR-LC. Dessa forma, o comportamento de DHV-2 seria similar a de HV (fig 23).



**Fig. 24: Evolução das durezas dinâmicas DHV-1 e DHV-2 extraídas das medidas de ultramicrodureza instrumentada a  $\frac{1}{2}$  espessura da seção longitudinal a direção de laminação das amostras laminadas (CR-LC, CR-LA, CR-LAR e CR-LM) comparadas a condição como recebida (CR).**

Na fig 25 são apresentados os valores médios do módulo da indentação (Eit) a meia espessura das amostras laminadas (convencional e técnicas de DPS adotadas) em confronto com a condição como recebida.

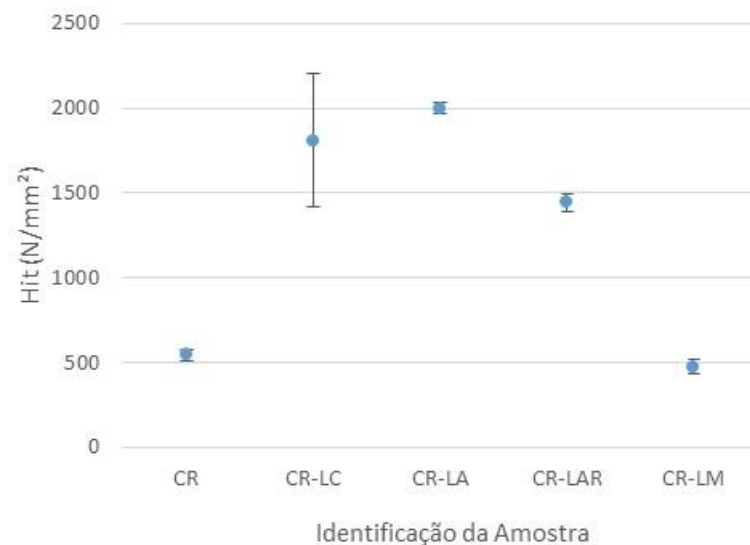


**Fig. 25: Evolução do módulo da indentação Eit extraído das medidas de ultramicrodureza instrumentada a  $\frac{1}{2}$  espessura da seção longitudinal a direção de laminação das amostras laminadas (CR-LC, CR-LA, CR-LAR e CR-LM) comparadas a condição como recebida (CR).**

Ao se analisar os valores médios do módulo de indentação das amostras laminadas e da amostra na forma de como recebida, nota-se uma discrepância considerável entre eles. Destas, a amostra CR-LA é que representa um maior grau de dispersão de valores médios, da mesma forma que ficou evidenciado em DHV-1, por outro lado, constata-se um maior erro experimental associado a amostra CR-LC, que em termos de distribuição de valores mínimos se aproxima da amostra CR-LAR.

Segundo a literatura (SHIMADZU, 2009) é dito que o módulo de indentação (Eit) apresenta uma relação com o módulo de elasticidade (Young) macroscópico do material, no entanto, era de se esperar que independente da condição estrutural, não houvesse variação desta propriedade, a qual deveria ser insensível à microestrutura. O possível fator que pode ter influenciado a diferença nos dados médios obtidos de Eit, estaria associado a evidências indiretas de diferença microestrutural apresentada após cada uma das laminações adotadas. Bem como as medições podem ter sido realizadas em populações de grãos alongados espessos e alongados finos que resultaram em distintas condições de encruamento. Isto provaria alteração na resistência a indentação associada a deformação plástica e com isso levaria possivelmente, a alteração no  $h_c$  e conseqüentemente, ao valor da área de projeção da indentação ( $A_p$ ).

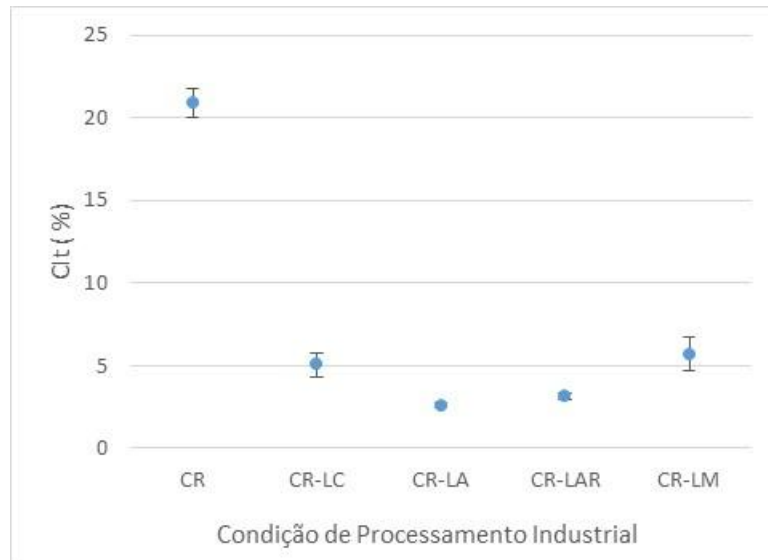
Encontra-se exposto na fig 26 os valores médios obtidos pela dureza da indentação (Hit), medida a meia espessura das amostras laminadas e como recebida.



**Fig. 26: Evolução da dureza da indentação Hit extraída das medidas de ultramicrodureza instrumentada a  $\frac{1}{2}$  espessura da seção longitudinal a direção de laminação das amostras laminadas (CR-LC, CR-LA, CR-LAR e CR-LM) comparadas a condição como recebida (CR).**

Ao examinar os dados obtidos por esta propriedade (Hit), constata-se que os valores médios são distintos entre as condições laminadas e amostra CR. Fica também claro ao analisar os dados, o progresso desta propriedade entre as amostras analisadas é similar ao das propriedades DHV-1 e Eit, tendo um máximo para a amostra CR-LA. , em mais uma propriedade se assemelha a DHV-1, porém, Em contrapartida, os valores associados a CR-LC tenham um um erro experimental mais significativo como se fez presente com as outras propriedades apresentadas e discutidas anteriormente (HV, DHV-1, DHV-2, e Eit).

Encontra-se descrito na fig 27 os dados referentes a evolução da fluência de indentação Cit, a qual foi calculada a partir de medidas, assim como em todas as outras propriedades, a meia espessura das amostras laminadas e como recebida em análise, com valores distintos entre as mesmas.

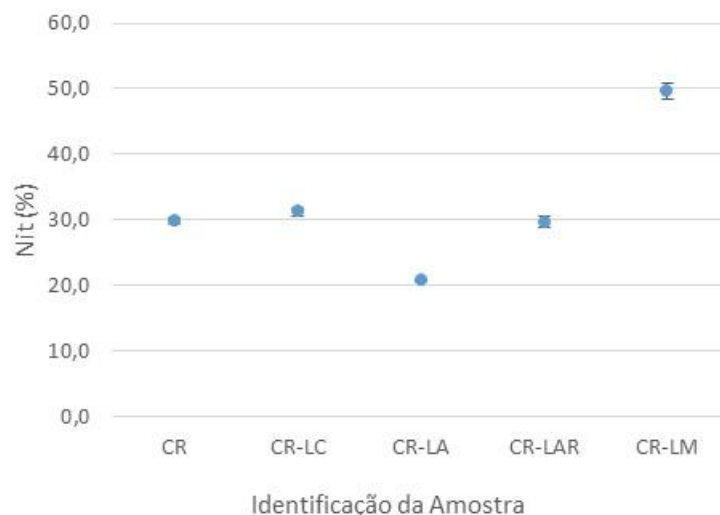


**Fig. 27: Evolução da fluência da indentação Cit extraída das medidas de ultramicrodureza instrumentada a  $\frac{1}{2}$  espessura da seção longitudinal a direção de laminação das amostras laminadas (CR-LC, CR-LA, CR-LAR e CR-LM) comparadas a condição como recebida (CR).**

Diferentemente do andamento das propriedades extraídas do ultramicrodurômetro, apresentadas anteriormente (HV, DHV-1, DHV-2, Eit e Hit), aonde encontra-se valores de ponto máximo para as amostras CR-LC ou CR-LA. Cit apresenta um andamento inverso com valores mínimos para a amostra laminada assimetricamente em temperatura criogênica CR-LA. Além desta alteração, pode-se observar menores valores de erro associados as duas amostras laminadas assimetricamente (CR-LA e CR-LAR), e com valores médios próximos entre elas. Enquanto as amostras CR-LC e CR-LM tem associados erro experimental superiores como os da amostra como recebida, porém com valores médios próximos entre elas e significativamente inferiores ao da como recebida.

Tal fato, ou seja, redução dos valores de Eit para as amostras laminadas, principalmente CR-LA e CR-LAR, possivelmente, está associado a uma maior homogeneidade microestrutural resultante destas laminações, bem como possíveis processos de restauração da estrutura, ocorridos durante o processamento.

A fig 28 está relacionada a última propriedade analisada por meio de ultramicrodureza instrumentada, razão elástica da indentação ( $\eta_{it}$ ). Todas as informações contidas nesta figura foram retiradas em meia espessura das amostras.



**Fig. 28: Evolução da razão elástica  $\eta_{it}$  extraída das medidas de ultramicrodureza instrumentada a  $\frac{1}{2}$  espessura da seção longitudinal a direção de laminação das amostras laminadas (CR-LC, CR-LA, CR-LAR e CR-LM) comparadas a condição como recebida (CR).**

Ao se analisar os valores médios fica evidente a diferença de valores de  $\eta_{it}$  para as diferentes condições de laminação, com um baixo erro experimental, exceto para as amostras CR-LC e CR-LAR que apresentam valores semelhantes a amostra CR.

Ao verificar os valores, percebe-se um andamento próximo ao da propriedade  $C_{it}$ , em relação as amostras laminadas, aonde o valor mínimo está para CR-LA, porém distinto e menor que CR-LAR. No entanto, para amostra CR-LM, é encontrada uma média expressivamente superior. Este fato pode ser explicado, devido esta amostra possuir o maior  $h_{m\acute{a}x}$ , na casa dos 10  $\mu m$  e  $h_p$  próximo a 4,8  $\mu m$  que irão influenciar na área associada ao trabalho total e elástico de deformação, enquanto que para os outros tipos de laminação, o  $h_{max}$  se encontra em torno de 4  $\mu m$  e  $h_p$  de 3  $\mu m$  e CR possui  $h_p$  e  $h_r$ , respectivamente 7,5  $\mu m$  e 3  $\mu m$ , possivelmente pela diminuição da dureza devido processos de restauração da estrutura da amostra CR-LM. Isto reduz os valores do trabalho total e principalmente, trabalho elástico de deformação.

Sendo estes trabalhos (elástico e total) os fatores que definem o valor da razão elástica de indentação ( $\eta_{it}$ ), onde quanto mais significativa for a redução do trabalho elástico, menor será o valor de  $\eta_{it}$ . Assim, é possível inferir que o mais provável é que para valores mais altos de  $\eta_{it}$ , as amostras possuem menor trabalho plástico e conseqüentemente menor ductilidade. Já para valores mais baixos de  $\eta_{it}$ , as amostras possuem menor capacidade de trabalho plástico,

ou seja, maior ductilidade. No entanto, se os valores absolutos dos trabalhos (total e elástico) forem muito distintos entre as amostras, pode invalidar a comparação pela simples análise de  $\eta_{it}$ , exigindo uma análise mais detalhada dos valores individuais dos trabalhos elástico, plástico e total.

Na fig 29 são apresentados os valores de densidade de discordância calculados a partir dos tratamentos de dados dos difratogramas resultantes da análise de DRX para cada uma das amostras laminadas e como recebida.

	Deformação (%) *	Densidade de discordância - $\rho$ (cm <sup>2</sup> )	GOF (Qualidade do ajuste)
CR	0	2,11E+11	5,98
CR-LC	75	1,38E+12	3,36
CR-LA	76	2,42E+12	2,67
CR-LAR	55	6,16E+12	1,83
CR-LM	88	1,47E+12	3,85

\* Deformação acumulada a partir da condição CR. CR-LAR e CR-LM, valores após tratamento térmico e aquecimento, respectivamente.

Fig. 29 – Valores da qualidade do ajuste (CR-LC, CR-LA, CR-LAR e CR-LM) comparadas a condição como recebida (CR).

Observa-se que as medidas realizadas para as distintas amostras laminadas por processos de DPS, obtiveram valores diferentes quanto a qualidade do ajuste (GOF) para o cálculo da densidade de discordância. Tal fato implica na precisão dos resultados, aonde para valores de GOF mais altos, rho possui menos confiabilidade tornando mais difícil a comparação entre as amostras em estudo.

É importante citar, que todos os comparativos abaixo, aonde se utiliza dos valores de densidade de discordância, foram realizados com amostras com diferentes níveis de encruamento, ou seja, com graus de deformações diferentes, visto as amostras CR-LAR foi submetida tratamento térmico intermediário e CR-LM a aquecimento prévio a laminação, conforme mencionado anteriormente na seção 4.2 Processamento - laminações convencional *versus* DPS e imposição de diferentes percentuais de deformação por passe. Esta condição impossibilitou um comparativo de amostras com deformações finais semelhantes.

Conforme expectativa de maior possibilidade de encruar a amostra laminada com uso da técnica de laminação assimétrica do que a laminação convencional, esta se mostra superior, garantindo as amostras CR-LA (135% de deformação) e CR-LAR (80% de deformação),



valores superiores de densidade de discordância que CR-LC (130% de deformação) e CR-LM (93% de deformação), como também para a amostra CR.

Outro fator importante foi a temperatura mais baixa utilizada para a laminação assimétrica de CR-LAR, fazendo uso de nitrogênio líquido. Este processo presumivelmente, permitiu a inibição da recuperação da estrutura encruada do material (entre os passes 1 a 9 e posteriormente entre 10 e 18) em função da temperatura fusão absoluta do material (ASM Handbook, 1992). Tendo em voga que deste ponto de vista retrata que qualquer processo que seja conduzido em temperatura ambiente no alumínio e suas ligas, na verdade trata-se de deformação a morno. Assim, a amostra CR-LAR (80% de deformação) possui um incremento significativo de densidade de discordância. Desta forma, fica evidenciado também, que provavelmente, o tratamento térmico realizado entre os passes 9 e 10 da laminação assimétrica não interferiu de maneira significativa para o decréscimo da densidade de discordância quando comparado a amostra CR-LA (135% de deformação), a qual foi submetida a mesma sequência de passes de laminação sem qualquer tratamento térmico prévio ou durante o processo de deformação, como foi feito entre os 9º e 10º passes da amostra CR-LAR (80% de deformação).

No entanto, era esperado que a amostra CR-LM (93% de deformação) apresentasse um maior valor de densidade de discordância devido a um maior grau de encruamento tendo atenção somente ao ponto do maior percentual de redução por passe. Porém, na realidade verificou-se que o valor da densidade de discordância desta amostra assemelha-se a amostra CR-LC (130% de deformação). Todo esse comportamento apresentado pela amostra CR-LM (93% de deformação) pode ser explicado por dois motivos: pré-aquecimento a 170°C em uma liga que possui alta EFE, aumentando assim o potencial da liga a recuperar dinamicamente devido esta temperatura ser próxima a  $0,5T_f$  da liga e sendo o segundo fator, o maior percentual de deformação inserido por passe (maior que 50%) e a taxa de deformação elevada que poderia promover o progresso da recuperação estática ou até mesmo inicializar, dependendo da cinética, a recristalização estática.

Após realizado um comparativo entre as propriedades mecânicas extraídas dos ensaios de ultramicrodureza instrumentada, é notório que estas refletem as evoluções no que se refere a refinamento microestrutural para a liga em estudo diferentemente da dureza superficial, que não foi capaz de inferir informações precisas acerca da microestrutura do material, devido a limitação da técnica.

No que diz respeito as informações pertinentes a densidade de discordância, para a amostra CR-LAR (80% de deformação), não obteve-se correlação, tendo em vista a resistência a indentação da mesma não refletir valores superiores pelas durezas HV, DHV-1, DHV-2 e Hit, quanto também ao fato da amostra laminada pelo processo acumulativo CR-LM (93% de deformação) possuir valor de densidade de discordância similar a CR-LC (130% de deformação). Esta falta de correlação poderia ser justificada pelo fato que o endurecimento resultante de uma liga é um somatório de fatores, como o aumento da densidade de discordância e tamanho das sub-células de deformação devido a deformação imposta e a presença ou não de fenômenos de restauração da estrutura encruada em função da temperatura de deformação (PADILHA, 2005; LIMA, 2002)

#### 4.3 TRATAMENTO DE RECOZIMENTO PARA RECRISTALIZAÇÃO APÓS LAMINAÇÃO CONVENCIONAL E DPS

##### 4.3.1 Evidências dos Processos de Restauração da Estrutura via DSC

Com o intuito de avaliar o potencial a recristalização das amostras laminadas a serem submetidas a tratamentos térmicos de recozimento posteriormente, foram inicialmente análises de DSC buscando evidências quanto a picos que possam estar associados aos processos de recuperação da estrutura encruada.

Na fig 30 encontram-se os resultados pertinentes as amostras que foram submetidas a análise de DSC, inclusive a condição como recebida, onde observa-se picos exotérmicos:

- primeiro com temperatura de pico próxima 125 – 150°C para todas amostras analisadas, exceto para CR-LM a 175°C muito tênue;

- segundo pico com temperatura de pico próxima a 275°C para amostra como recebida, que se apresenta com fluxo de calor reduzido numa temperatura inferior para as amostras CR-LC e CR-LA (225°C) e menor ainda para amostra CR-LAR (200°C);

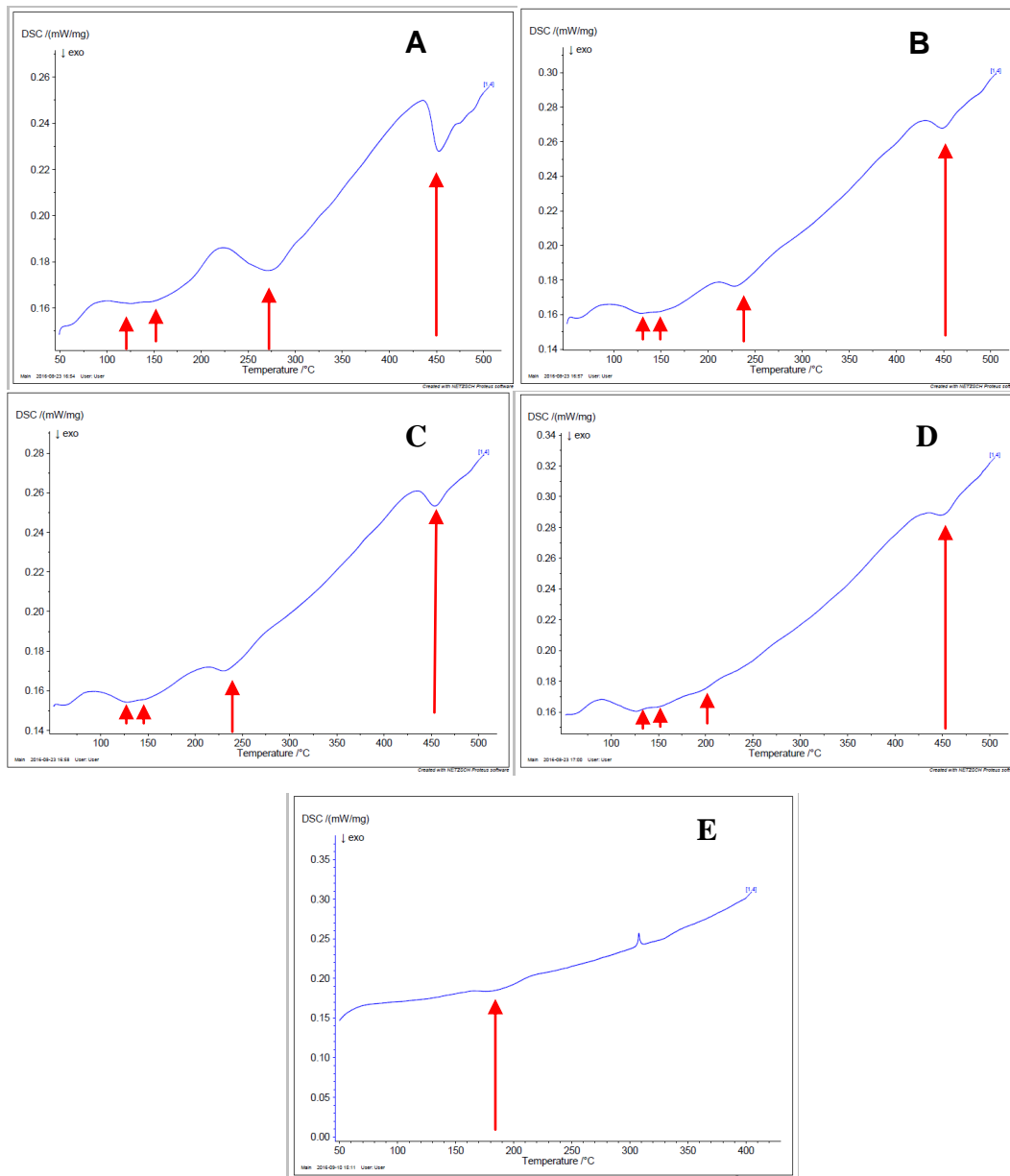
- terceiro pico igual em temperatura para todas amostras (aquecidas até 500°C) com temperatura de pico de 450°C, aliado a um fluxo de calor decrescente (CR > CR-LC > CR-LA > CR-LAR).

Tendo em vista os distintos estados estruturais das amostras como recebidas e laminadas convencional e assimetricamente, no entanto com semelhanças entre as curvas de DSC. Supõe-se primeiramente que a elevada dureza da amostra como recebida, esteja atribuída a condição somente recuperada na laminação a quente com potencial para recristalização se for submetida a ciclo térmico posterior. Reforçado pelo fato do primeiro e segundo pico presentes nas curvas de DSC das amostras CR-LC, CR-LA e CR-LAR terem se deslocado para temperaturas mais baixo, pelo incremento do potencial de recristalização devido as condições de conformação mecânica a que foram submetidas. Sendo assim estes dois picos atribuídos a recristalização da estrutura encruada, devido a:

- a presença de grão alongados espessos e alongados finos da condição CR, que acomodaram distintos níveis tensões residuais durante a conformação que produziram as amostras CR-LC, CR-LA e CR-LAR;

- quanto menor o tamanho de grão para um mesmo nível de deformação macroscópica imposta, menor será a temperatura de recristalização.

O terceiro pico foi identificado com temperatura de pico próxima a 450°C. Pelo fato da temperatura deste pico ter se mantido a mesma para as distintas condições estruturais, tal evento possivelmente está associado ao início da segregação do Zinco para regiões de contorno de grão, fato comum nestas ligas. Tanto que na literatura (ASM Handbook, 1999) se fazem presentes indicativos para limitação da temperatura de tratamento térmico, pois acima desta, poderia haver a fragilização do material, tendo em vista que o Zn é um metal que possui ponto de fusão inferior ao alumínio, conforme pode ser observado na fig 18 que apresenta o diagrama de equilíbrio Al-Zn.



**Fig 30: Análises de DSC das amostras CR (A), CR-LC (B), CR-LA (C) e CR-LAR (D), ciclos térmicos realizados com temperatura até 500°C. (E) CR-LM com ciclo térmico até 400°C.**

#### 4.3.2 Influencia da Temperatura de Recozimento na Laminação Convencional

O material em estudo após a laminação convencional (CR-LC) foi submetido a um tratamento térmico de recozimento em tempo de encharque fixo (30 minutos) em três

temperaturas distintas (200°C – CR-LC-200-30, 300°C – CR-LC-300-30, e 400°C – CR-LC-400-30), tendo em vista os picos evidenciados nas análises de DSC até 400°C e a prática indicada na literatura para o recozimento desta liga a 415°C (ASM Handbook, 1992). Tendo em vista a microestrutura muito refinada, a busca por evidências dos processos de recuperação e/ou recristalização nesta faixa de temperatura foram realizadas caracterizações por intermédio de medidas em um ultramicrodurômetro Vickers instrumentado.

Os resultados das medidas de ultramicrodureza para as amostras laminadas convencionalmente e posteriormente recozidas com tempo de encharque de 30 minutos em 3 temperaturas distintas, sendo estas: 200°C, 300°C e 400°C, são apresentadas individualmente conforme tab 16, tab 17 tab 18, em pontos distintos da espessura associada a direção de laminação, com intenção de se avaliar a homogeneidade microestrutural. Tal avaliação foi feita por intermédio das propriedades extraídas do ultramicrodurômetro instrumentado, sejam elas: Dureza Vickers (HV), durezas dinâmicas (DHV-1 e DHV-2), fluência da indentação (Cit), módulo da indentação (Eit), razão elástica da indentação ( $\eta_{it}$ ) e dureza de indentação (Hit), conforme foi avaliado o material como recebido e somente laminado com 2 diferentes processos de DPS (laminação assimétrica em temperatura distintas e acumulativa) em comparação com a laminação convencional (seção 4.2 Laminação Convencional versus DPS). Após todo conteúdo apresentado, são confrontados graficamente com os resultados referentes as amostras recozidas com dados extraídos a meia espessura.

Ao realizar uma comparação entre as propriedades extraídas ao longo da espessura da amostra CR-LC-200-30 por meio da ultramicrodureza instrumentada, notou-se que estas apresentam valores próximos, o que talvez indique que o material manteve a homogeneidade microestrutural da condição somente laminada (CR-LC), a qual adquiriu uma maior homogeneidade ao longo da espessura, quando comparada com a microestrutura apresentada no material da forma de como recebido CR.

No entanto, ao ter atenção aos valores apenas das durezas DHV-1, DHV-2 e Hit e modulo de indentação (Eit) tab 16, percebe-se que estes estão relacionados a um erro experimental superior ao encontrado na amostra CR-LC (tab 11), o que supostamente pode estar ligado ao início de algum processo de restauração da estrutura a qual possui uma distribuição heterogênea devido ao aquecimento até 200°C por 30 minutos. Comportamento que reforça o fato do primeiro pico de DSC ser atribuído, possivelmente, devido a evidências físicas como ao início da recristalização em uma estrutura que é originalmente heterogênea no que se refere ao tamanho de grão.

**Tab. 16 – Propriedades mecânicas extraídas das medidas de ultramicrodureza instrumentada ao longo da espessura da seção longitudinal a direção de laminação da amostra submetida a laminação convencional e posteriormente recozida a 200°C por 30 minutos (CR-LC-200-30).**

	HV	DHV-1 (N/mm <sup>2</sup> )	DHV-2 (N/mm <sup>2</sup> )	Eit (N/mm <sup>2</sup> )	Hit (N/mm <sup>2</sup> )	Cit (%)	ηit (%)
¼ da espessura							
Média	113,6	111,3	162,3	41410,0	1443,7	5,7	18,0
Erro	15,7	10,3	25,1	1915,7	166,4	3,4	2,3
½ Espessura							
Média	125,0	117,3	178,1	40630,0	1545,2	2,6	20,3
Erro	8,6	6,6	17,1	1395,6	99,7	0,2	0,7
¾ da Espessura							
Média	121,7	122,8	188,2	40800,0	1636,4	3,0	20,6
Erro	2,0	6,6	21,4	911,8	111,1	1,0	1,5

Assim como avaliado na amostra CR-LC-200-30, a amostra CR-LC-300-30 apresenta resultados das propriedades ao longo da espessura que foram medidas por ultramicrodureza, ainda mais próximos que a amostra CR-LC. Esta ocorrência por ventura, pode estar diretamente ligada a uma maior homogeneidade microestrutural do que a amostra CR, conforme citado anteriormente.

Além disso, na amostra CR-LC-300-30, tem a ocorrência de maneira distinta, de uma diminuição do erro experimental associado a cada propriedade de dureza (HV, DHV-1, DHV-2 e Hit). Este comportamento pode estar associado a sequência de processamento, que provavelmente, contribuiu para uma tendência da redução da heterogeneidade da estrutura do material. Comportamento que reforça o fato dos dois primeiros de pico DSC serem atribuídos, possivelmente, ao início da recristalização em uma estrutura originalmente com distribuição heterogênea de tamanho de grão.

**Tab. 17 – Propriedades mecânicas extraídas das medidas de ultramicrodureza instrumentada ao longo da espessura da seção longitudinal a direção de laminação da amostra submetida a laminação convencional e posteriormente recozida a 300°C por 30 minutos (CR-LC-300-30).**

	HV	DHV-1 (N/mm <sup>2</sup> )	DHV-2 (N/mm <sup>2</sup> )	Eit (N/mm <sup>2</sup> )	Hit (N/mm <sup>2</sup> )	Cit (%)	ηit (%)
<b>¼ da espessura</b>							
Média	98,4	83,4	118,0	33070,0	1062,3	2,4	16,9
Erro	4,9	2,7	8,2	653,9	45,2	1,0	1,1
<b>½ Espessura</b>							
Média	97,9	85,0	119,9	33780,0	1082,0	2,5	16,8
Erro	2,2	3,3	11,8	804,9	56,6	1,4	1,5
<b>¾ da Espessura</b>							
Média	97,4	84,3	124,2	31390,0	1089,3	1,5	18,3
Erro	3,7	3,1	9,8	1554,1	51,9	1,0	1,5

Os valores das propriedades extraídas da ultramicrodureza ao longo da espessura para a amostra CR-LC-400-30, apresentam dados com maior proximidade em comparação da amostra CR-LC. Assim como já citado, esta característica pode indicar uma microestrutural muito mais homogênea em comparação ao material como recebido (amostra CR).

Ao se avaliar o erro experimental nesta amostra a qual esteve na maior temperatura de encharque, nota-se uma redução ainda mais significativa nos valores de erro experimental associado a cada propriedade o que pode inferir que o aumento da temperatura de recozimento contribuiu para a evolução no processo de restauração da estrutura encruada. Corroborando para evidencias de recristalização atribuídas análise de DSC.

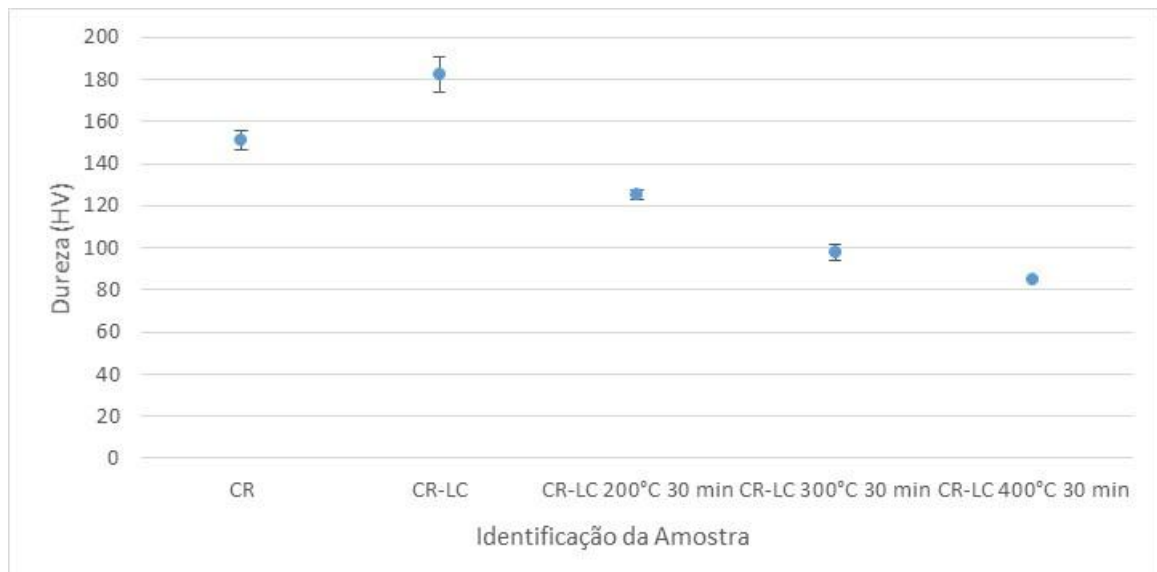
No entanto, a dureza DHV-1 não apresenta evidencias significativas de redução entre as amostras CR-LC e CR-LC-200-30.

**Tab. 18 – Propriedades mecânicas extraídas das medidas de ultramicrodureza instrumentada ao longo da espessura da seção longitudinal a direção de laminação da amostra submetida a laminação convencional e posteriormente recozida a 400°C por 30 minutos (CR-LC-400-30).**

	HV	DHV-1 (N/mm <sup>2</sup> )	DHV-2 (N/mm <sup>2</sup> )	Eit (N/mm <sup>2</sup> )	Hit (N/mm <sup>2</sup> )	Cit (%)	ηit (%)
¼ da espessura							
Média	82,7	59,6	107,6	14220,0	886,2	1,5	27,8
Erro	1,3	4,4	13,0	730,2	77,5	1,2	1,5
½ Espessura							
Média	85,1	55,6	101,6	12710,0	842,1	1,8	29,0
Erro	3,9	2,8	9,5	300,5	53,9	1,0	1,5
¾ da Espessura							
Média	76,7	41,5	75,6	9348,0	642,2	3,1	29,9
Erro	2,8	16,5	32,8	2719,7	268,7	0,7	1,0

Nas fig 31, fig 32 e fig 33 estão representados os gráficos com os valores a meia espessura das propriedades HV, DHV-1, DHV-2 e Hit, consecutivamente, a fim de comparar a evolução destas propriedades com incremento da temperatura de recozimento (200, 300 e 400°C) por 30 minutos a partir da condição laminada convencionalmente (CR-LC).

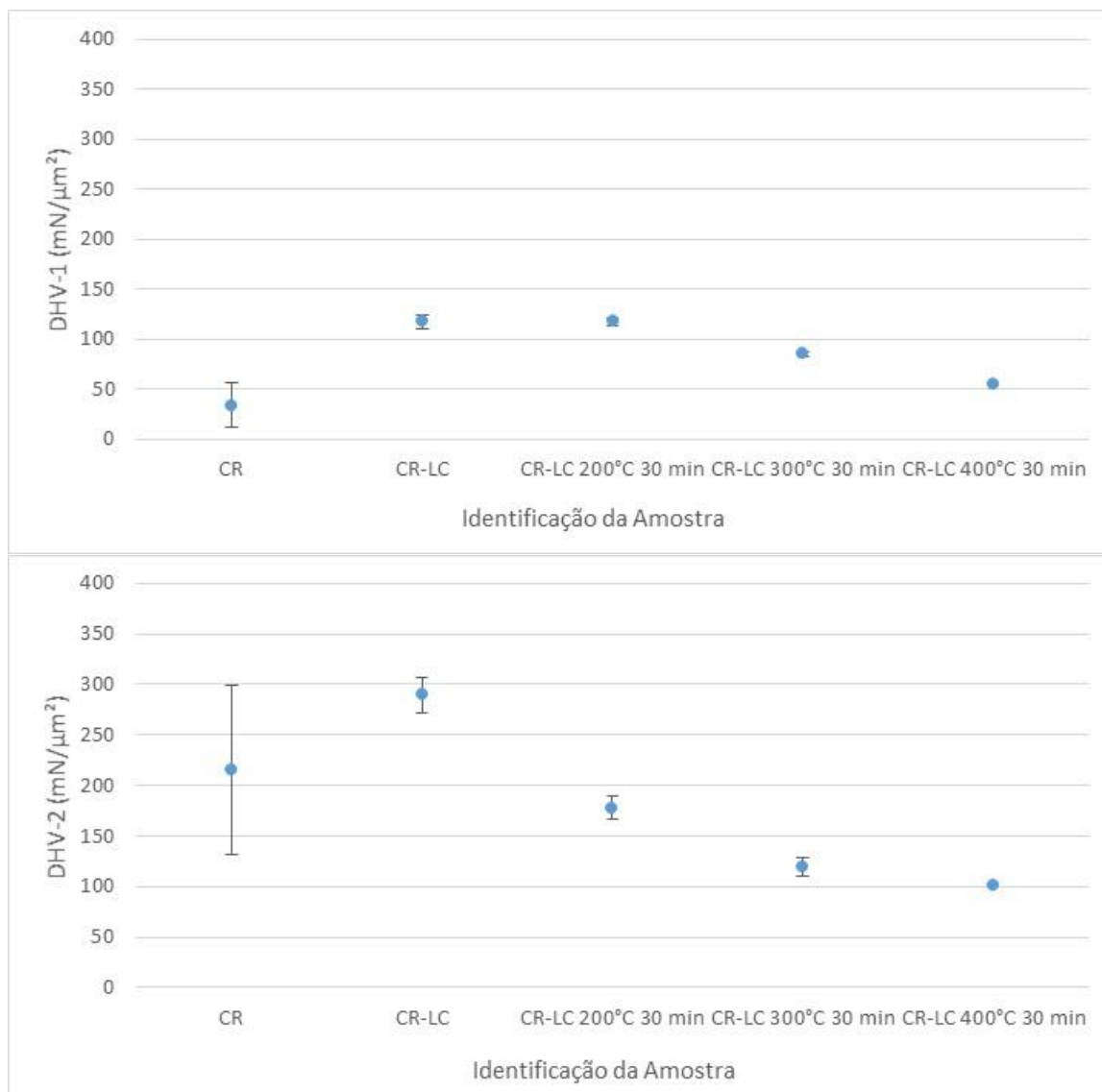




**Fig. 31: Evolução da dureza HV extraída das medidas de ultramicrodureza instrumentada a  $\frac{1}{2}$  espessura da seção longitudinal a direção de laminação das amostras laminadas convencionalmente (CR-LC) e recozidas por 30 minutos a 200°C (CR-LC-200-30), a 300°C (CR-LC-300-30), e a 400°C (CR-LC-400-30).**

Em todas as propriedades de dureza HV, DHV-1, DHV-2 e também Hit, é possível perceber a mudança das durezas entre as condições laminadas convencionalmente e recozidas em diferentes temperaturas (200°C, 300°C e 400°C) com tempo fixado em 30 minutos, onde ocorre uma redução destes valores (tanto em termos de médio como em relação ao erro experimental) que se torna mais significativa com o incremento da temperatura de encharque. Tendo em vista que a simples recuperação da estrutura encruada, durante um tratamento térmico posterior ao processo de deformação, não é capaz de revelar mudanças significativa nas propriedades mecânicas de um material, reforça o fato que em todas as temperaturas analisadas (desde de 200°C) se fez presente o processo de recristalização da estrutura, mesmo que parcial.

Para valores de HV há uma redução significativa da dureza com o tratamento de 200°C, alcançado uma redução de cerca de 97 pontos (em comparação a CR-LC) quando a temperatura é incrementada para 400°C por 30 minutos. Em todos os casos, as distintas temperaturas de recozimento em análise resultaram em valores de dureza HV inferior a da condição como recebida (CR).



**Fig. 32: Evolução das durezas dinâmicas DHV-1 e DHV-2 extraídas das medidas de ultramicrodureza instrumentada a 1/2 espessura da seção longitudinal a direção de laminação das amostras laminadas convencionalmente (CR-LC) e recozidas por 30 minutos a 200°C (CR-LC-200-30), a 300°C (CR-LC-300-30), e a 400°C (CR-LC-400-30).**

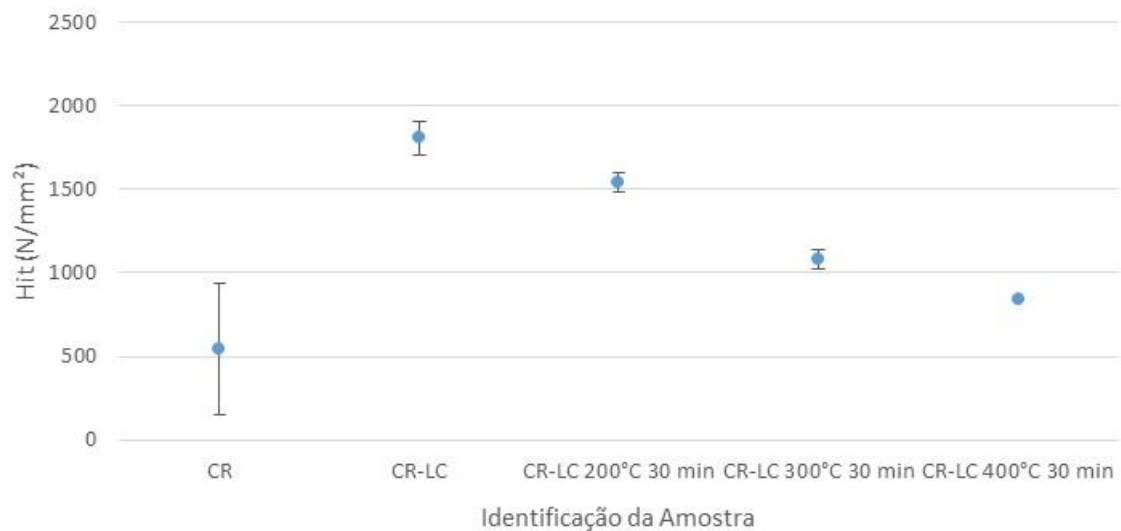
Ao se observar os valores de DHV-1 e DHV-2, nota-se que:

- os valores de DHV-1 para temperatura mais baixa de encharque (200°C) e condição somente laminada (CR-LC) mantem-se próximos, e evidenciam uma pequena redução com o incremento da temperatura de encharque. No entanto, mesmo a 400°C de temperatura de encharque o valor de DHV-1 é menor (em termos de média e erro) quando comparado a condição como recebida;

- os valores de DHV-2 além de serem superiores aos de DHV-1, estes revelam similarmente a HV um decréscimo significativo (em termos de média e erro) com a

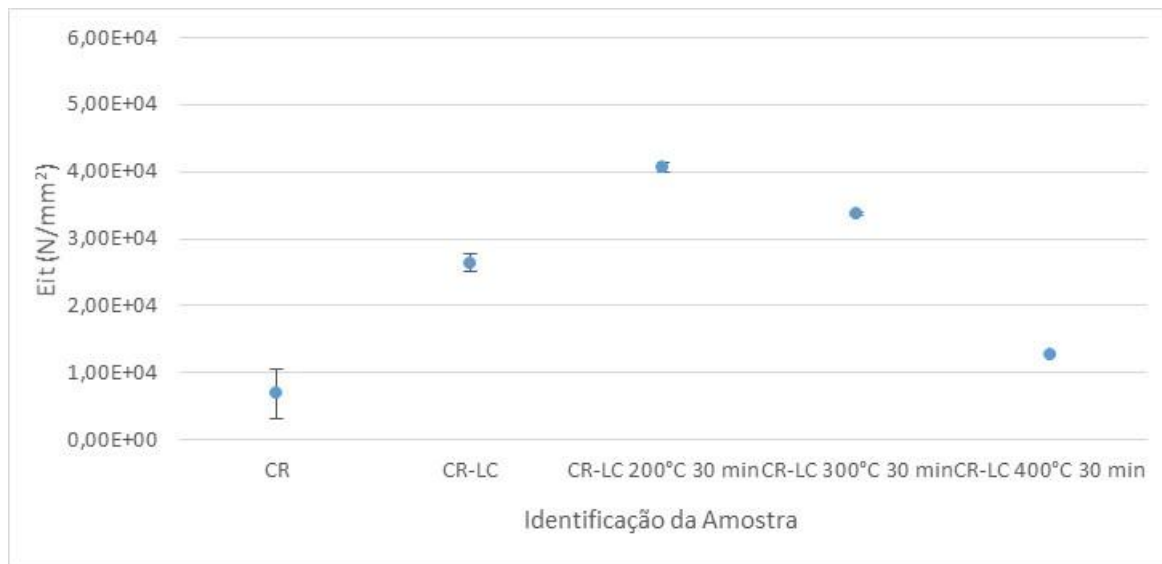
temperatura de encharque deste a temperatura de encharque de 200°C. Estando associados a valores médios inferiores ao da amostra CR, porém dentro da amplitude da faixa de erro para os tratamentos a 200 e 300°C.

Os valores de Hit (Fig 33) apresentam comportamento similar a HV e DHV-2, no que diz respeito a redução desta dureza com aumento da temperatura de tratamento desde 200°C. Por outro uma similaridade com DHV-1 pelo fato dos valores de Hit manterem-se superiores para as amostras recozidas entre 200°C e 400°C por 30 minutos em comparação a amostra como recebida (CR). O que retrata que a resistência ao início da deformação plástica ainda é alta mesmo se tratando de um recozimento a 400°C por 30 minutos, o que possivelmente está relacionado ao um estágio inicial no processo de recristalização associada a uma fração encruada remanescente muito maior a fração recristalizada resultante.



**Fig. 33: Evolução da dureza da indentação Hit extraída das medidas de ultramicrodureza instrumentada a 1/2 espessura da seção longitudinal a direção de laminação das amostras laminadas convencionalmente (CR-LC) e recozidas por 30 minutos a 200°C (CR-LC-200-30), a 300°C (CR-LC-300-30), e a 400°C (CR-LC-400-30).**

Na Fig 34 está apresentado o gráfico com a evolução do módulo da indentação (Eit) para as amostras recozidas em diferentes temperaturas quando comparada com as amostras CR e CR-LC.

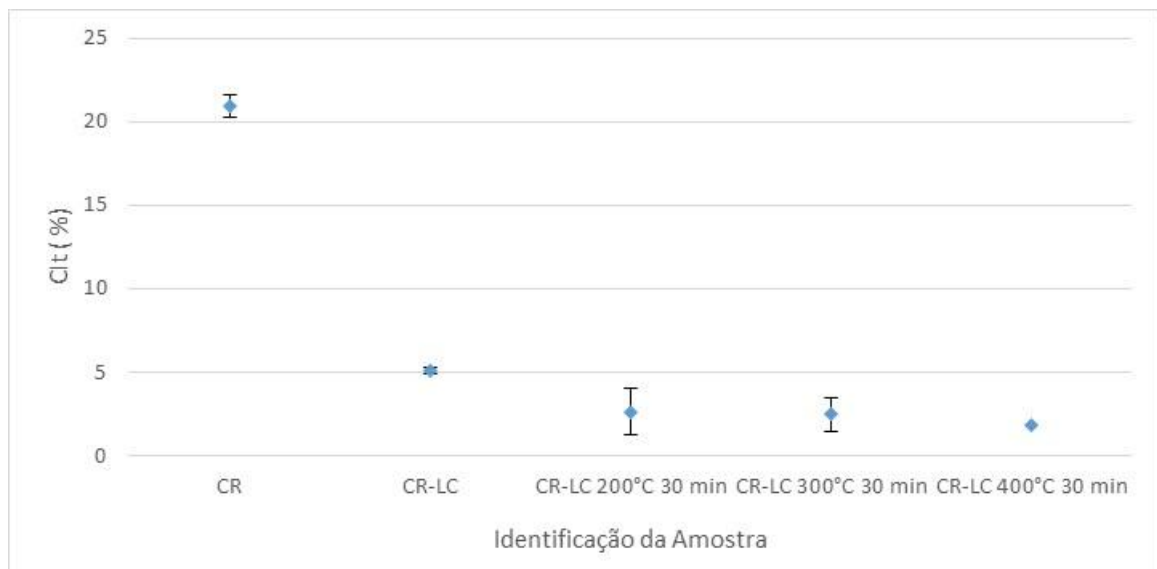


**Fig. 34: Evolução do módulo da indentação Eit extraído das medidas de ultramicrodureza instrumentada a ½ espessura da seção longitudinal a direção de laminação das amostras laminadas convencionalmente (CR-LC) e recozidas por 30 minutos a 200°C (CR-LC-200-30), a 300°C (CR-LC-300-30), e a 400°C (CR-LC-400-30).**

Ao analisar os dados obtidos, verifica-se que o módulo Eit tem alteração de valor para cada condição recozida em diferente temperatura em relação a condição somente laminada convencionalmente. No entanto, diferentemente das durezas, nota-se um aumento no seu valor ao realizar o recozimento em 200°C durante 30 minutos em relação a CR-LC.

Com o aumento da temperatura para recozimento, observa-se o decréscimo do valor da propriedade Eit. Este comportamento pode ser devido a combinação de diferentes comportamentos microestruturais provenientes de conjuntos de grãos com distintos níveis de encruamento, em processo de restauração e possivelmente em estágio inicial do crescimento da fração recristalizada, afeta a profundidade de contato da superfície do indentedor com a amostra associada ao início da deformação plástica associada no material. Porém os valores de Eit para as condições recozidas em análise mantem-se superiores a condição como recebida, e com um erro associado muito menor.

Na fig 35 estão apresentados os valores de fluência da indentação (Cit), ou seja, a capacidade do material se deformar sob carga constante, sendo está a carga máxima aplicada no ensaio de ultramicrodureza instrumentada. Onde observa-se uma pequena redução nos valores médios de Cit para amostra recozidas nas distintas temperaturas em relação a amostra somente laminada (CR-LC).

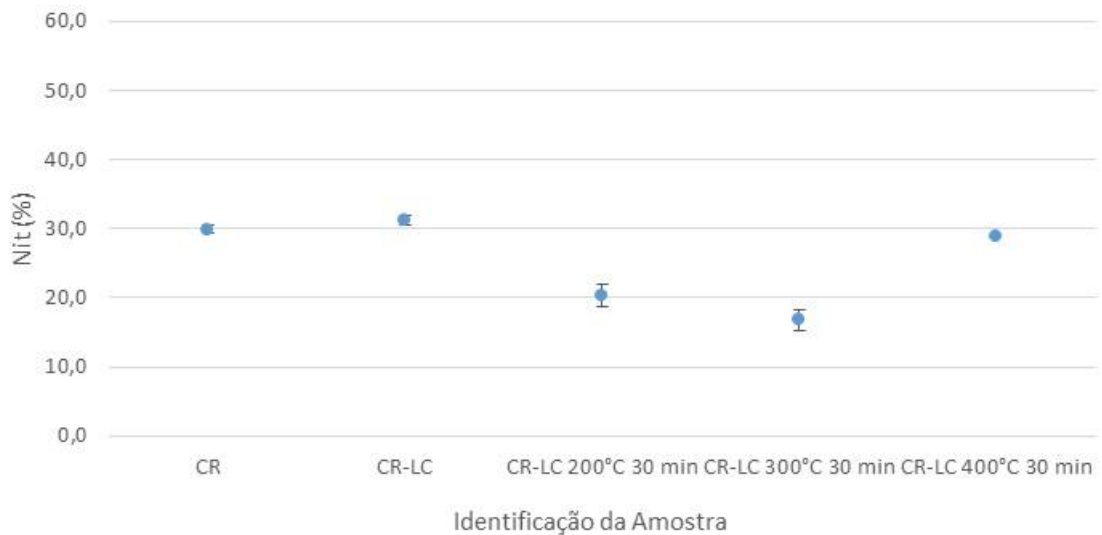


**Fig. 35: Evolução da fluência da indentação Cit extraída das medidas de ultramicrodureza instrumentada a  $\frac{1}{2}$  espessura da seção longitudinal a direção de laminação das amostras laminadas convencionalmente (CR-LC) e recozidas por 30 minutos a 200°C (CR-LC-200-30), a 300°C (CR-LC-300-30), e a 400°C (CR-LC-400-30).**

Semelhante como apresentado na amostra somente laminada, os valores mais baixos de Cit para amostras laminadas e recozidas podem ser devido um refinamento microestrutural gerado pela laminação convencional da amostra como recebida, a qual originalmente tem uma grande heterogeneidade microestrutural refletida pelo alto erro experimental associado.

Já o pequeno incremento no erro relacionado as amostras CR-LC-200-30 e CR-LC300-30 quando comparada com CR-LC-400-30 deve retratar a evolução do processo de restauração que nos estágios iniciais resulta em maior heterogeneidade entre estas.

Por último, na fig 36 encontram-se descritos os valores da razão elástica da indentação ( $\eta_{it}$ ) para as amostras laminadas convencionalmente e recozidas em 200°C, 300°C e 400°C durante 30 minutos em comparação a condição somente laminada e como recebida.



**Fig. 36: Evolução da razão elástica  $\eta_{it}$  extraída das medidas de ultramicrodureza instrumentada a  $\frac{1}{2}$  espessura da seção longitudinal a direção de laminação das amostras laminadas convencionalmente (CR-LC) e recozidas por 30 minutos a 200°C (CR-LC-200-30), a 300°C (CR-LC-300-30), e a 400°C (CR-LC-400-30).**

Ao observar as amostras recozidas é possível perceber uma variação da grandeza associada a cada temperatura diferente de tratamento em comparação a condição somente laminada (CR-LC). Onde inicialmente os valores de  $\eta_{it}$  decrescem com o aumento da temperatura de tratamento, até que apresenta um incremento para a amostra que foi recozida em maior temperatura CR-LC-400-30, possui valor médio de  $\eta_{it}$  comparável a amostra somente laminada (CR-LC) e como recebida (CR). No entanto, os valores de  $h_{max}$  e  $h_p$  para estas amostras a meia espessura incrementam com aumento da temperatura de encharque no recozimento. O que deve refletir um incremento na ductilidade com o aumento da temperatura de recozimento, não permitindo fazer uma análise direta pelo simples valor de  $\eta_{it}$ .

#### 4.3.3 Influencia do Tempo de Encharque de Recozimento na Laminação Convencional e DPS

Tendo como base as evidencias da recristalização pela análise térmica de DSC para amostras laminadas convencional e assimetricamente, em paralelo as evidencias de recristalização pelas propriedades mecânicas em temperaturas distintas até 400°C com 30 minutos de permanência para a laminação convencional. Nesta seção apresenta-se os resultados das análises das propriedades extraídas dos ensaios de ultramicrodureza para as

amostras submetidas a laminação convencional e as técnicas de DPS adotadas (laminação assimétrica em distintas temperaturas e acumulativa) em função do recozimento a 400°C em tempos de 30, 60 e 90 minutos para avaliar o potencial nesta temperatura limítrofe e verificar condições onde a estrutura recristalizada se manteria estável sem evidências de crescimento de grão.

Na tab 19 estão apresentados os valores das propriedades mecânicas extraídas das medidas de ultramicrodureza instrumentada ao longo da espessura das amostras laminadas convencionalmente seguido de recozimento a 400°C por 30, 60 e 90 minutos.

Ao se analisar os valores da tab 18 é possível notar que para um mesmo tempo de tratamento térmico a 400°C, há no geral um decréscimo no valores de HV, DHV-1, DHV-2, Eit e Hit ao longo da espessura. Enquanto que para Cit e  $\eta_{it}$  há um pequeno incremento.

Em uma outra comparação, ou seja, para um mesmo ponto da espessura, porém em tempos de tratamento diferentes a 400°C, ocorre um comportamento diferente. As propriedades HV e Cit possuem um incremento com o aumento de tempo de encharque, enquanto que pra DHV-1, DHV-2, Eit e Hit, há um incremento destes valores quando aumentado o tempo para 60 minutos e após um decréscimo quando o tempo é aumentado para 90 minutos. Para  $\eta_{it}$ , a sequência de valores ocorre de ordem inversa, aonde o tempo de 60 minutos apresenta menores valores quando comparado a 30 e 90 minutos.

Conforme o fornecedor das chapas, o material na condição como recebida se encontra no estado superenvelhecido. Com base nesta rota, nenhum tratamento térmico iria contribuir para envelhecer ainda mais o material. Sendo assim, como os tratamentos térmicos foram realizados após processos de deformação, a interferência desses na estrutura encruada seria tão somente processos de restauração (recuperação e/ou recristalização). Contudo, não se tem como afirmar que nenhuma precipitação ocorreria em conjunto.

**Tab. 19 – Propriedades mecânicas extraídas das medidas de ultramicrodureza instrumentada ao longo da espessura da seção longitudinal a direção de laminação da amostra submetida a laminação convencional (CR-LC) e posteriormente recozida a 400°C por 30, 60 e 90 minutos.**

	HV	DHV-1 (N/mm <sup>2</sup> )	DHV-2 (N/mm <sup>2</sup> )	Eit (N/mm <sup>2</sup> )	Hit (N/mm <sup>2</sup> )	Cit (%)	ηit (%)
<b>¼ da Espessura</b>							
Recozimento a 400°C por 30 minutos – CR-LC-400-30							
Média	82,7	59,6	107,6	14220,0	886,2	1,5	27,8
Erro	1,3	4,4	13,0	730,2	77,5	1,2	1,5
Recozimento a 400°C por 60 minutos – CR-LC-400-60							
Média	92,1	88,0	109,5	45510,0	1070,1	2,8	12,6
Erro	7,7	5,8	10,3	1139,5	78,8	0,7	0,5
Recozimento a 400°C por 90 minutos – CR-LC-400-90							
Média	100,0	63,2	109,2	15010,0	940,2	3,3	26,7
Erro	10,2	1,7	5,0	324,9	29,9	0,7	0,8
<b>½ Espessura</b>							
Recozimento a 400°C por 30 minutos – CR-LC-400-30							
Média	85,1	55,6	101,6	12710,0	842,1	1,8	29,0
Erro	3,9	2,8	9,5	300,5	53,9	1,0	1,5
Recozimento a 400°C por 60 minutos – CR-LC-400-60							
Média	101,0	91,2	119,0	44860,0	1117,7	1,8	13,5
Erro	9,5	2,9	4,3	744,8	38,7	0,5	0,2
Recozimento a 400°C por 90 minutos – CR-LC-400-90							
Média	104,1	55,4	99,2	12440,0	845,0	3,4	29,3
Erro	6,9	1,5	4,3	486,2	24,3	0,5	0,4
<b>¾ da Espessura</b>							
Recozimento a 400°C por 30 minutos – CR-LC-400-30							
Média	76,7	41,5	75,6	9348,0	642,2	3,1	29,9
Erro	2,8	16,5	32,8	2719,7	268,7	0,7	1,0
Recozimento a 400°C por 60 minutos – CR-LC-400-60							
Média	91,8	73,4	92,2	41740,0	884,8	2,2	12,1
Erro	7,2	28,7	38,0	11108,0	354,2	0,9	1,1
Recozimento a 400°C por 90 minutos – CR-LC-400-90							
Média	95,0	51,1	100,2	10310,0	827,6	3,8	32,4
Erro	6,7	1,2	3,5	271,1	22,5	0,3	0,6



Na tab 20 estão apresentados os valores das propriedades mecânicas extraídas da ultramicr dureza ao longo da espessura da amostra laminada assimetricamente a temperatura ambiente e posteriormente submetida ao tratamento térmico de recozimento a 400°C por 30, 60 e 90 minutos.

Comparando os valores da tab 19 percebe-se que para um mesmo tempo de tratamento térmico a 400°C, há uma manutenção dos valores de HV, DHV-1, DHV-2, Eit e Hit em diferentes partes da espessura. Porém quando visto em separado os valores para Cit e  $\eta_{it}$  há um pequeno decréscimo dos valores a 1/2 espessura.

Em uma outra comparação, ou seja, para um mesmo ponto da espessura, porém em tempos de tratamento diferentes a 400°C, ocorre um comportamento diferente. As propriedades Eit e DHV-1 possuem um incremento com o aumento de tempo, enquanto que para HV, Cit e  $\eta_{it}$ , há um decréscimo destes valores quando aumentado. Para DHV-2, observa-se uma sequência de valores ocorre da seguinte forma: tempo de 60 minutos apresenta menores valores em uma mesma espessura quando comparado a 30 e 90 minutos.

**Tab. 20 – Propriedades mecânicas extraídas das medidas de ultramicrodureza instrumentada ao longo da espessura da seção longitudinal a direção de laminação da amostra submetida a laminação assimétrica a temperatura ambiente (CR-LA) e posteriormente recozida a 400°C por 30, 60 e 90 minutos.**

	HV	DHV-1 (N/mm <sup>2</sup> )	DHV-2 (N/mm <sup>2</sup> )	Eit (N/mm <sup>2</sup> )	Hit (N/mm <sup>2</sup> )	Cit (%)	ηit (%)
<b>¼ da Espessura</b>							
Recozimento a 400°C por 30 minutos – CR-LA-400-30							
Média	103,6	63,1	105,4	16780,0	898,0	2,7	25,4
Erro	19,5	3,7	2,2	1974,8	33,2	0,1	1,7
Recozimento a 400°C por 60 minutos – CR-LA-400-60							
Média	76,0	80,7	111,0	33480,0	1019,7	1,1	16,2
Erro	1,3	4,3	10,7	1450,5	68,9	0,9	1,6
Recozimento a 400°C por 90 minutos – CR-LA-400-90							
Média	79,3	71,0	109,7	20570,0	979,7	2,8	22,5
Erro	1,3	1,4	5,8	1097,6	13,8	0,9	1,4
<b>½ Espessura</b>							
Recozimento a 400°C por 30 minutos – CR-LA-400-30							
Média	95,1	62,5	105,0	16300,0	894,6	2,9	25,9
Erro	8,5	5,5	10,9	1936,5	70,6	1,3	1,0
Recozimento a 400°C por 60 minutos – CR-LA-400-60							
Média	75,0	77,4	111,2	27760,0	1009,5	1,4	18,8
Erro	1,6	2,7	10,5	1619,5	55,2	0,9	1,9
Recozimento a 400°C por 90 minutos – CR-LA-400-90							
Média	81,7	76,0	112,1	24610,0	1014,5	2,0	20,8
Erro	2,7	1,5	2,9	1213,1	18,1	0,3	0,9
<b>¾ da Espessura</b>							
Recozimento a 400°C por 30 minutos – CR-LA-400-30							
Média	97,4	63,2	112,1	15760,0	922,9	2,5	27,2
Erro	7,9	3,2	4,3	1825,2	31,4	0,3	2,1
Recozimento a 400°C por 60 minutos – CR-LA-400-60							
Média	76,2	72,3	109,1	22340,0	979,9	1,6	21,4
Erro	1,8	2,0	6,1	1529,9	28,0	0,6	1,3
Recozimento a 400°C por 90 minutos – CRL-LA-400-90							
Média	79,4	66,9	115,9	16630,0	977,7	2,0	26,9
Erro	0,3	1,3	12,4	950,8	37,6	0,9	2,6

Na tab 21 estão apresentados os valores das propriedades mecânicas extraídas da ultramicrodureza ao longo da espessura da amostra laminada assimetricamente com pré-resfriamento em nitrogênio líquido e posteriormente submetida ao tratamento térmico de recozimento a 400°C por 30, 60 e 90 minutos.

Comparando os valores em um mesmo tempo de tratamento a 400°C tab 20, é visto um incremento nos valores de DHV-1, Eit e Cit em pontos diferentes da espessura. Enquanto que DHV-2 possui um decaimento dos seus valores a meia espessura e Hit e  $\eta_{it}$  se mantém constantes ao longo da seção do material analisada.

Para um mesmo ponto da espessura, porém em tempos de tratamento diferentes a 400°C, encontra-se um pequeno incremento com o tempo de 60 minutos das propriedades DHV-1, Eit e Hit. Por outro lado, nesta faixa de tempo,  $\eta_{it}$  possui seus menores valores, assim como DHV-2 e HV.

**Tab. 21 – Propriedades mecânicas extraídas das medidas de ultramicrodureza instrumentada ao longo da espessura da seção longitudinal a direção de laminação da amostra submetida a laminação assimétrica com pré-resfriamento em nitrogênio líquido (CR-LAR) e posteriormente recozida a 400°C por 30, 60 e 90 minutos.**

	HV	DHV-1 (N/mm <sup>2</sup> )	DHV-2 (N/mm <sup>2</sup> )	Eit (N/mm <sup>2</sup> )	Hit (N/mm <sup>2</sup> )	Cit (%)	ηit (%)
<b>¼ da Espessura</b>							
Recozimento a 400°C por 30 minutos – CR-LAR-400-30							
Média	88,3	57,1	107,6	12960,0	868,8	3,1	29,9
Erro	4,9	3,7	3,5	1468,6	36,8	0,3	1,6
Recozimento a 400°C por 60 minutos – CR-LAR-400-60							
Média	89,1	79,8	113,8	31290,0	1019,7	1,5	17,4
Erro	7,0	4,8	14,6	810,1	78,6	2,5	2,1
Recozimento a 400°C por 90 minutos – CR-LAR-400-90							
Média	110,8	57,2	109,5	12570,0	882,3	2,8	30,1
Erro	8,0	1,5	5,8	253,6	29,1	1,2	1,6
<b>½ Espessura</b>							
Recozimento a 400°C por 30 minutos – CR-LAR-400-30							
Média	90,4	58,1	106,8	13590,0	871,6	2,8	29,4
Erro	4,0	6,4	8,4	2183,4	78,2	0,2	2,2
Recozimento a 400°C por 60 minutos – CR-LAR-400-60							
Média	89,3	75,3	100,2	31020,0	952,2	2,9	16,1
Erro	2,4	3,0	8,2	1712,9	49,1	0,9	1,3
Recozimento a 400°C por 90 minutos – CR-LAR-400-90							
Média	95,1	54,2	105,0	11420,0	855,6	4,2	30,2
Erro	6,4	2,4	8,0	435,7	44,2	0,9	0,9
<b>¾ da Espessura</b>							
Recozimento a 400°C por 30 minutos – CR-LAR-400-30							
Média	86,2	59,1	102,9	14750,0	861,6	4,0	26,7
Erro	6,4	4,2	7,5	1810,4	48,8	1,4	1,5
Recozimento a 400°C por 60 minutos – CR-LAR-400-60							
Média	97,8	74,1	103,9	28350,0	950,5	2,6	17,5
Erro	5,4	4,5	12,5	870,9	74,3	1,5	1,6
Recozimento a 400°C por 90 minutos – CR-LAR-400-90							
Média	99,3	52,3	109,8	10410,0	851,9	3,1	33,0
Erro	6,0	0,8	2,4	172,9	12,5	0,3	0,3

Na tab 22 estão apresentados os valores das propriedades mecânicas extraídas da ultramicrodureza ao longo da espessura da amostra laminada acumulativa e com pré-aquecimento a 170°C por 7 minutos e posteriormente submetida ao tratamento térmico de recozimento a 400°C por 30, 60 e 90 minutos.

Ao verificar os dados em um mesmo tempo de tratamento, é possível, considerando os erros experimentais, verificar uma manutenção dos valores ao longo da espessura.

Quando examinado os valores em mesmos pontos da espessura, porém em diferentes tempos de tratamento térmico a 400°C, é notório que com o aumento do tempo, há o decaimento dos valores de HV, Cit e  $\eta_{it}$ . Por outro lado, em tempo de 60 minutos, DHV-1, DHV-2, Eit e Hit, possuem um incremento, mesmo que pequeno em espessuras como 1/2.

**Tab. 22 – Propriedades mecânicas extraídas das medidas de ultramicrodureza instrumentada ao longo da espessura da seção longitudinal a direção de laminação da amostra submetida a laminação acumulativa (CR-LM) e posteriormente recozida a 400°C por 30, 60 e 90 minutos.**

	HV	DHV-1 (N/mm <sup>2</sup> )	DHV-2 (N/mm <sup>2</sup> )	Eit (N/mm <sup>2</sup> )	Hit (N/mm <sup>2</sup> )	Cit (%)	ηit (%)
<b>¼ da Espessura</b>							
Recozimento a 400°C por 30 minutos – CR-LM-400-30							
Média	46,7	33,4	49,5	10760,0	445,2	2,5	19,7
Erro	4,7	1,2	2,0	1053,1	14,1	0,5	1,3
Recozimento a 400°C por 60 minutos – CR-LM-400-60							
Média	43,5	41,5	46,6	36950,0	474,9	1,7	7,6
Erro	2,9	3,0	4,1	4551,9	37,5	0,6	0,9
Recozimento a 400°C por 90 minutos – CR-LM-400-90							
Média	44,2	41,4	49,9	22870,0	497,1	2,1	11,2
Erro	1,0	1,3	1,5	2350,0	13,6	0,3	0,9
<b>½ Espessura</b>							
Recozimento a 400°C por 30 minutos – CR-LM-400-30							
Média	44,9	35,4	51,8	11440,0	472,0	2,2	19,6
Erro	2,5	1,8	1,6	1064,3	18,4	0,1	0,9
Recozimento a 400°C por 60 minutos – CR-LM-400-60							
Média	43,6	43,3	52,2	28450,0	509,4	0,5	9,7
Erro	3,0	3,2	4,1	2113,7	39,7	0,7	1,0
Recozimento a 400°C por 90 minutos – CR-LM-400-90							
Média	44,5	41,5	52,2	21420,0	504,0	0,5	12,8
Erro	1,4	4,6	7,4	1039,3	62,2	0,6	0,6
<b>¾ da Espessura</b>							
Recozimento a 400°C por 30 minutos – CR-LM-400-30							
Média	49,4	35,3	52,2	11350,0	470,4	2,0	19,7
Erro	2,3	2,3	4,3	783,8	30,2	1,2	0,6
Recozimento a 400°C por 60 minutos – CR-LM-400-60							
Média	43,5	42,1	48,5	28580,0	492,3	2,0	9,2
Erro	1,8	1,1	1,8	998,2	14,2	0,7	0,5
Recozimento a 400°C por 90 minutos – CR-LM-400-90							
Média	44,4	41,3	50,1	22300,0	497,2	1,7	11,4
Erro	1,5	0,9	1,7	1609,0	10,5	0,3	0,8

Na fig 37 estão representados os gráficos com a evolução da dureza HV para as distintas condições de laminação (CR-LC, CR-LA, CR-LAR, CR-LM) quando submetidas ao tratamento de recozimento a 400°C em tempos distintos (30, 60 e 90 minutos).

Para todas as amostras, o comportamento dos valores é similar com o tratamento de recozimento em comparação as respectivas condições somente laminadas, ou seja havendo um decaimento desta propriedade para o tempo de recozimento de 30 minutos. No entanto ao incrementar o tempo de tratamento os comportamentos se distinguem, onde:

- as amostras relacionadas a laminação convencional para os tempos de recozimento de 60 e 90 minutos revelam um pequeno e contínuo incremento da dureza (valor médio e erro experimental), mantendo-se em todas as condições de recozimento inferiores a condição como recebida;

- as amostras relacionadas a laminação assimétrica a temperatura ambiente primeiramente revela um decréscimo na dureza com incremento do tempo para 60 minutos e posterior o aumento com elevação do tempo de tratamento térmico para 90 minutos, onde em ambos os casos ocorre uma redução considerável no erro associado, mantendo-se em todas as condições de recozimento inferiores a condição como recebida;

- as amostras relacionadas a laminação assimétrica com pré-resfriamento em nitrogênio líquido primeiramente revela a manutenção dos valores de dureza (média e erro) com o aumento do tempo para 60 minutos seguido de um pequeno incremento no valor médio e erro associado com o aumento do tempo para 90 minutos, mantendo-se em todas as condições de recozimento inferiores a condição como recebida;

- as amostras relacionadas a laminação acumulativa com pré-aquecimento a 170°C por 7 minutos revela uma estabilidade nos valores de dureza (média e erro) até o tempo máximo de tratamento observado (90 minutos), mantendo-se em todas as condições de recozimento inferiores a condição como recebida.

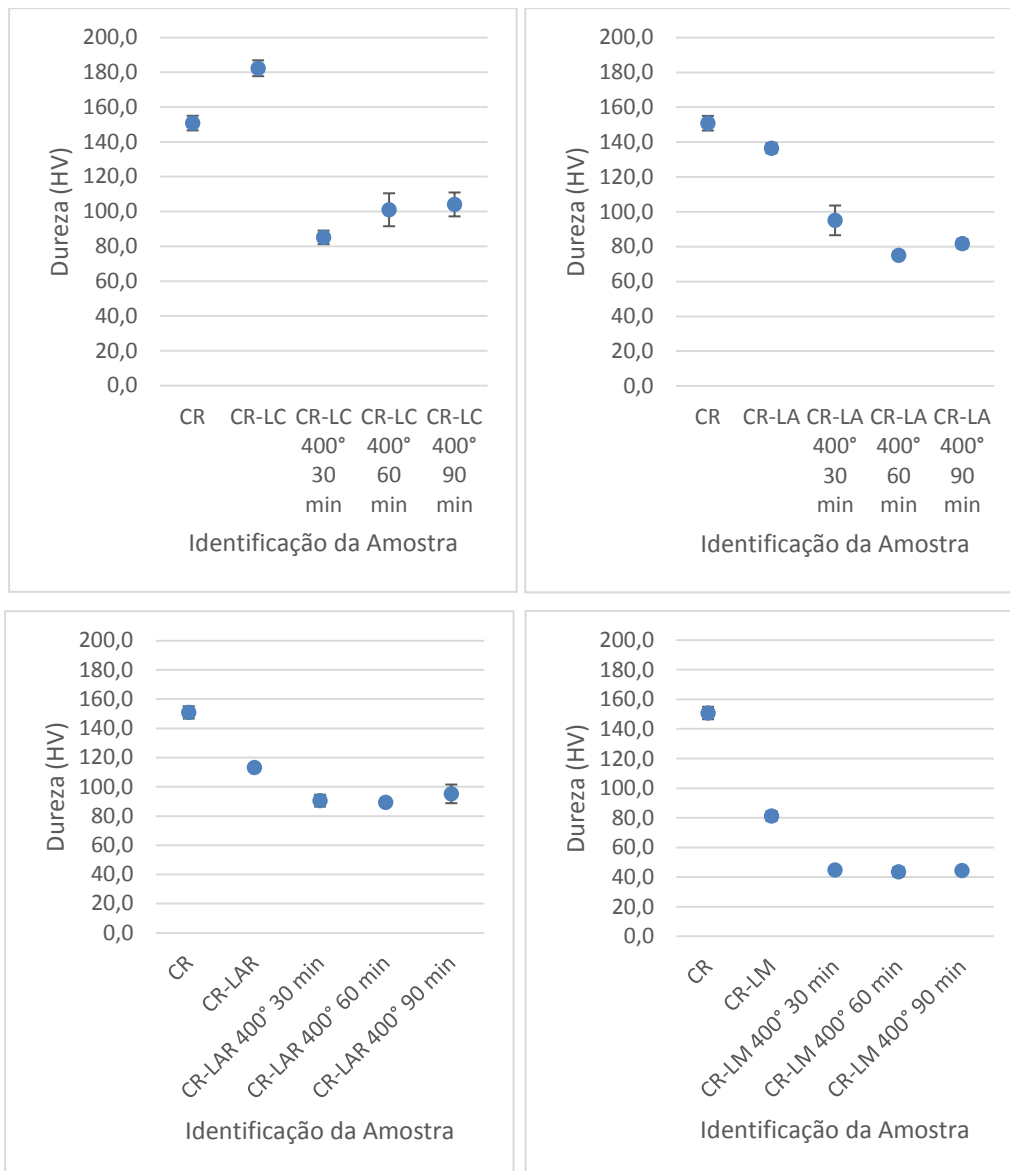
Por outro lado, ao comparar-se as amostras recozidas resultantes de um mesmo tempo de tratamento, porém relacionadas aos distintos processos de laminação, observa-se:

- em 30 minutos de tratamento, valores próximos (entre 80 e 100 HV) para a laminação convencional e as duas condições de laminação assimétrica (CR-LC < CR-LAR < CR-LA). A menor redução da dureza para a laminação convencional possivelmente deve estar atribuída a uma cinética de recristalização mais acelerada que as demais, tendo em vista que a dureza da condição somente laminada convencionalmente é muito maior que aquela apresentada as duas condições de laminação assimétrica;

- em 60 e 90 minutos de tratamento, valores na mesma ordem de magnitude dos anteriores porém com uma inversão na ordem de grandeza dos mesmos (CR-LC > CR-LAR > CR-LA). Este incremento da dureza no recozimento das amostras provenientes da laminação convencional deve estar relacionado ao menor homogeneização microestrutural resultante do processo de laminação quando comparada a laminação assimétrica, em função da granulação grosseira da condição como recebida constituída de grãos alongados espessos intercalados por grãos alongados finos;

- no caso da laminação acumulativa, em todos os tempos de tratamento (30, 60 e 90 minutos) a 400°C, apresenta-se estável e próximo a 40 HV, o qual se assemelha a faixa de dureza das ligas da série 1xxx. Comportamento este que deve ser devido ao fato da amostra somente laminada nesta condição já ter exibido durante a laminação acumulativa uma restauração da estrutura avançada (recuperação dinâmica seguida de recuperação estática ou recristalização estática) devido a alta temperatura de deformação e maior percentual de deformação por passe. Dessa forma, é bem provável que o tratamento de recozimento empregue tenha resultado num crescimento excessivo do material nos tempos adotados a 400°C.





**Fig. 37: Evolução da dureza HV extraída das medidas de ultramicrodureza instrumentada a  $\frac{1}{2}$  espessura da seção longitudinal a direção de laminação das amostras laminadas ((a) CR-LC, (b) CR-LA, (c) CR-LAR e (d) CR-LM) e recozidas a 400°C por 30 minutos, 60 minutos, e 90 minutos.**

Na fig 38 estão representados os gráficos com a evolução da dureza DHV-1 para as distintas condições de laminação (CR-LC, CR-LA, CR-LAR, CR-LM) quando submetidas ao tratamento de recozimento a 400°C em tempos distintos (30, 60 e 90 minutos).

O comportamento das amostras laminadas convencionalmente e assimetricamente apresentam similaridade. Havendo um decaimento do valor de DHV-1 para amostras recozidas por 30 minutos. Para amostras com 60 minutos de tratamento térmico, ocorre um pequeno incremento no valor da dureza. Ao analisar as amostras com tratamento por 90

minutos, verifica-se um pequeno decaimento do valor desta propriedade, mas todas as amostras se mantêm com valores maiores do que da amostra como recebida.

Para as amostras provenientes da laminação acumulativa, há um incremento no valor desta propriedade para as amostras tratadas termicamente. O tratamento por 30 minutos, confere a amostra um aumento de cerca de 15 pontos na dureza. Na amostra com 60 minutos de tratamento, este valor de incremento é minimizado, porém, continua crescendo, atingindo um valor 8 pontos ainda maior que a amostra tratada por 30 minutos. Na amostra com 90 minutos de tratamento térmico, observa-se a manutenção deste valor (média mais erro).

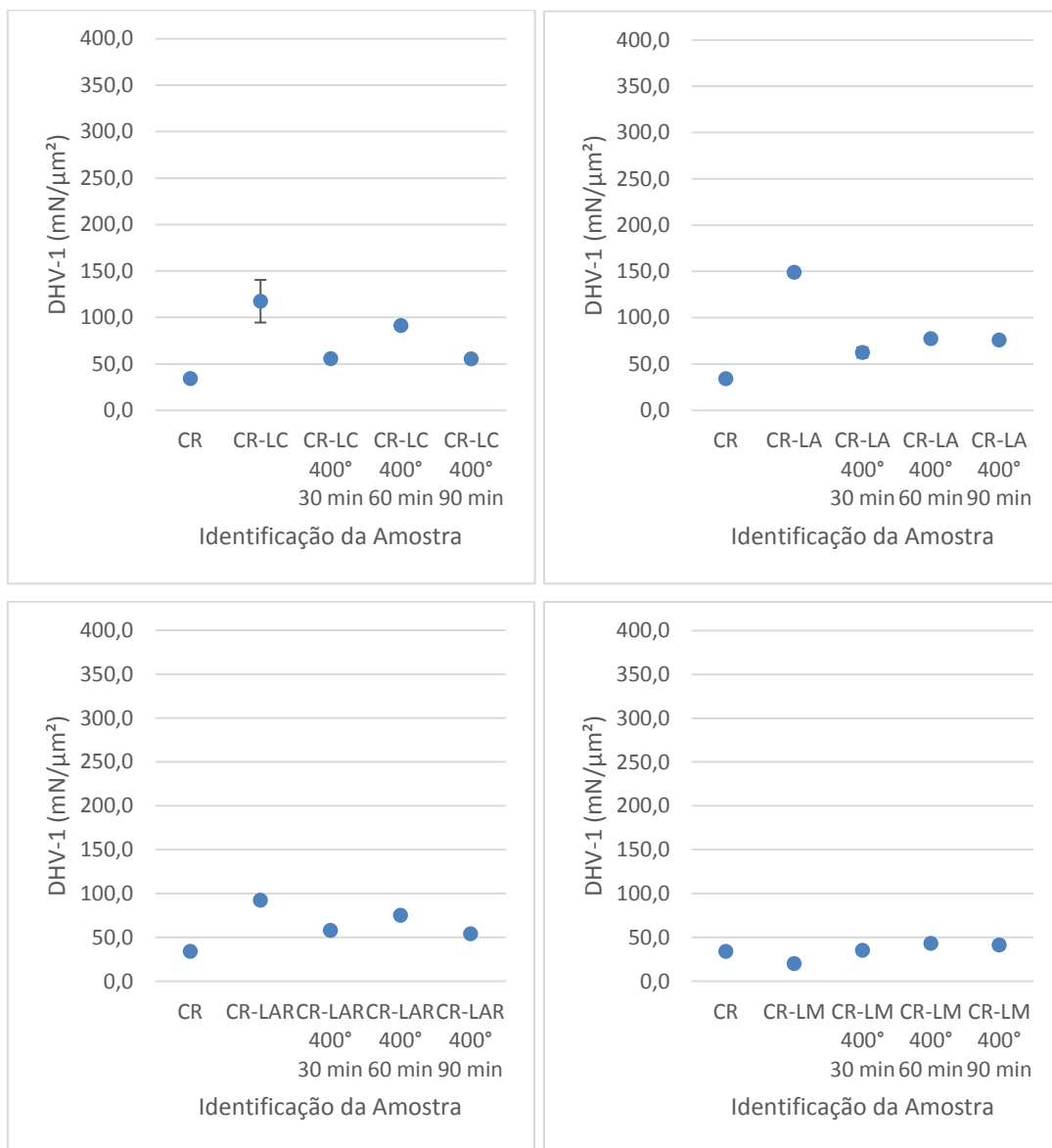
Traçando um comparativo entre todas as amostras tratadas pelos diferentes meios de laminação, observa-se:

- Para amostras tratadas termicamente por 30 minutos têm-se valores de dureza na seguinte ordem de processamento:  $LA > LAR > LC > LM$ .

- Para amostras tratadas termicamente por 60 minutos os valores de dureza variam da seguinte forma:  $LC > LA > LAR > LM$ .

- Para amostras que sofreram tratamento térmico por 90 minutos as durezas variaram de uma forma diferente dos dois tempos anteriores, ficando da maneira a seguir:  $LA > LC > LAR > LM$

Devido ao tratamento térmico realizado para as amostras que foram conformadas por laminação assimétrica, estas podem ter sofrido modificações microestruturais capazes de diminuir a dureza do material.



**Fig. 38: Evolução da dureza DHV-1 extraída das medidas de ultramicrodureza instrumentada a 1/2 espessura da seção longitudinal a direção de laminação das amostras laminadas ((a) CR-LC, (b) CR-LA, (c) CR-LAR e (d) CR-LM) e recozidas a 400°C por 30 minutos, 60 minutos, e 90 minutos.**

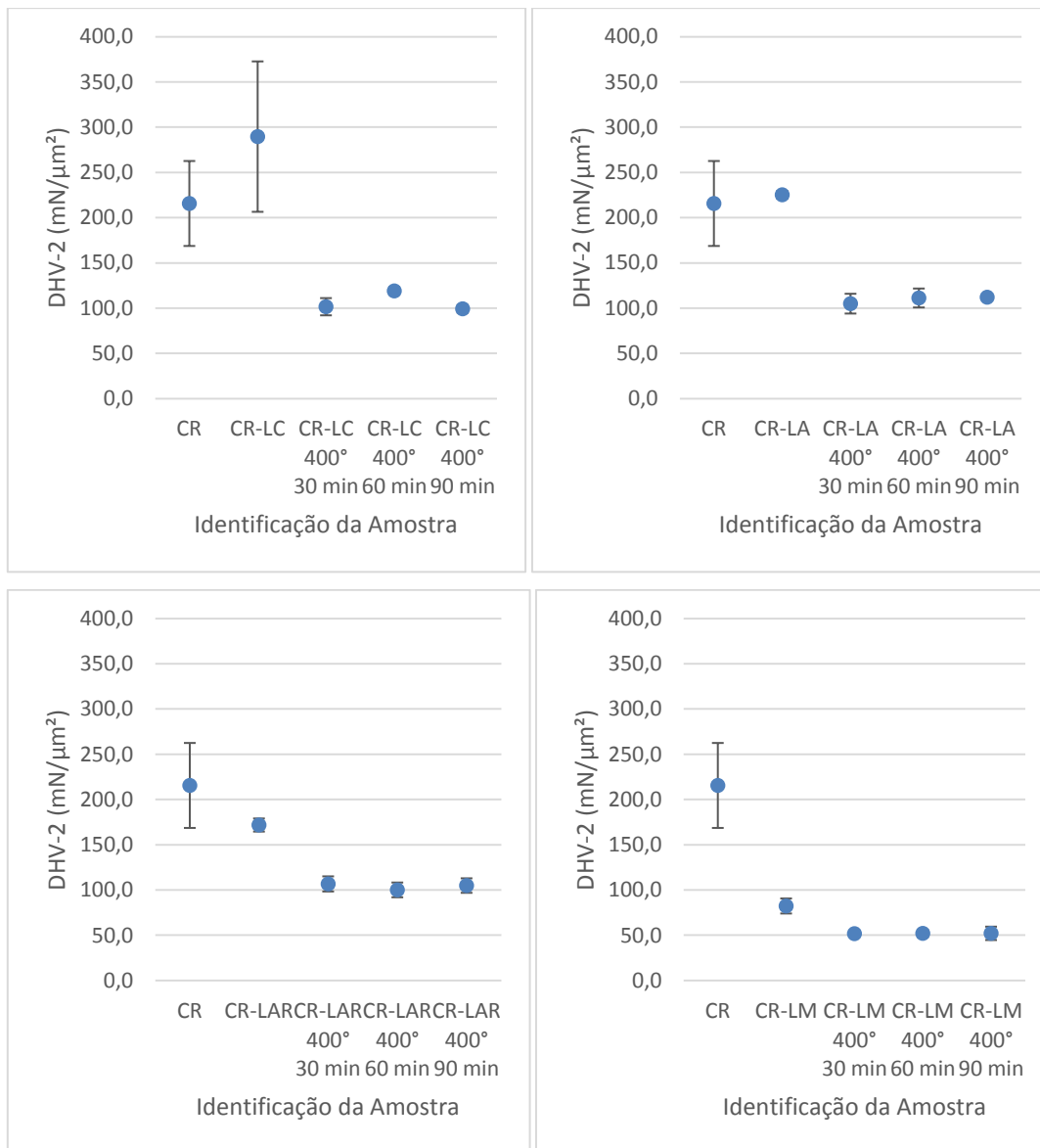
Na fig 39 estão representados os gráficos com a evolução da dureza DHV-2 para as distintas condições de laminação (CR-LC, CR-LA, CR-LAR, CR-LM) quando submetidas ao tratamento de recozimento a 400°C em tempos distintos (30, 60 e 90 minutos).

Ao examinar os dados de DHV-2, obtidos por ultramicrodureza instrumentada, percebe-se que estes possuem certa similaridade. As amostras que foram deformadas por laminação convencional, foram as únicas a apresentar comportamento diferente durante a evolução do tempo de recozimento.

As amostras LC, recozidas durante 30 minutos, apresentam dureza próxima a 101HV. Após 60 minutos de recozimento, nota-se um incremento de aproximadamente 18 pontos. Porém, diferindo de todas as outras amostras, a que sofreu tratamento térmico por 90 minutos, teve sua dureza DHV-2 reduzida, chegando a um valor cerca 3 pontos menor que a amostra recozida por apenas 30 minutos.

Para as amostras que passaram pelo processo de laminação assimétrica, laminação assimétrica resfriada e laminação acumulativa, percebe-se comportamento similar. Amostras laminadas assimetricamente (em temperatura ambiente e resfriada), ao serem recozidas por 30 minutos tem sua dureza DHV-2 levada a próxima de 100HV, enquanto que a amostra deformada pelo método de laminação acumulativa tem sua dureza próxima a 50HV.

Com a evolução do tempo de tratamento térmico de recozimento com 60 e 90 minutos, todas as amostras, dos três processos (LA, LAR e LM) se mantiveram com durezas próximas as de quando recozidas por 30 minutos.



**Fig. 39: Evolução da dureza DHV-2 extraída das medidas de ultramicrodureza instrumentada a 1/2 espessura da seção longitudinal a direção de laminação das amostras laminadas ((a) CR-LC, (b) CR-LA, (c) CR-LAR e (d) CR-LM)) e recozidas a 400°C por 30 minutos, 60 minutos, e 90 minutos.**

Na fig 40 estão representados os gráficos com a evolução da dureza Eit para as distintas condições de laminação (CR-LC, CR-LA, CR-LAR, CR-LM) quando submetidas ao tratamento de recozimento a 400°C em tempos distintos (30, 60 e 90 minutos).

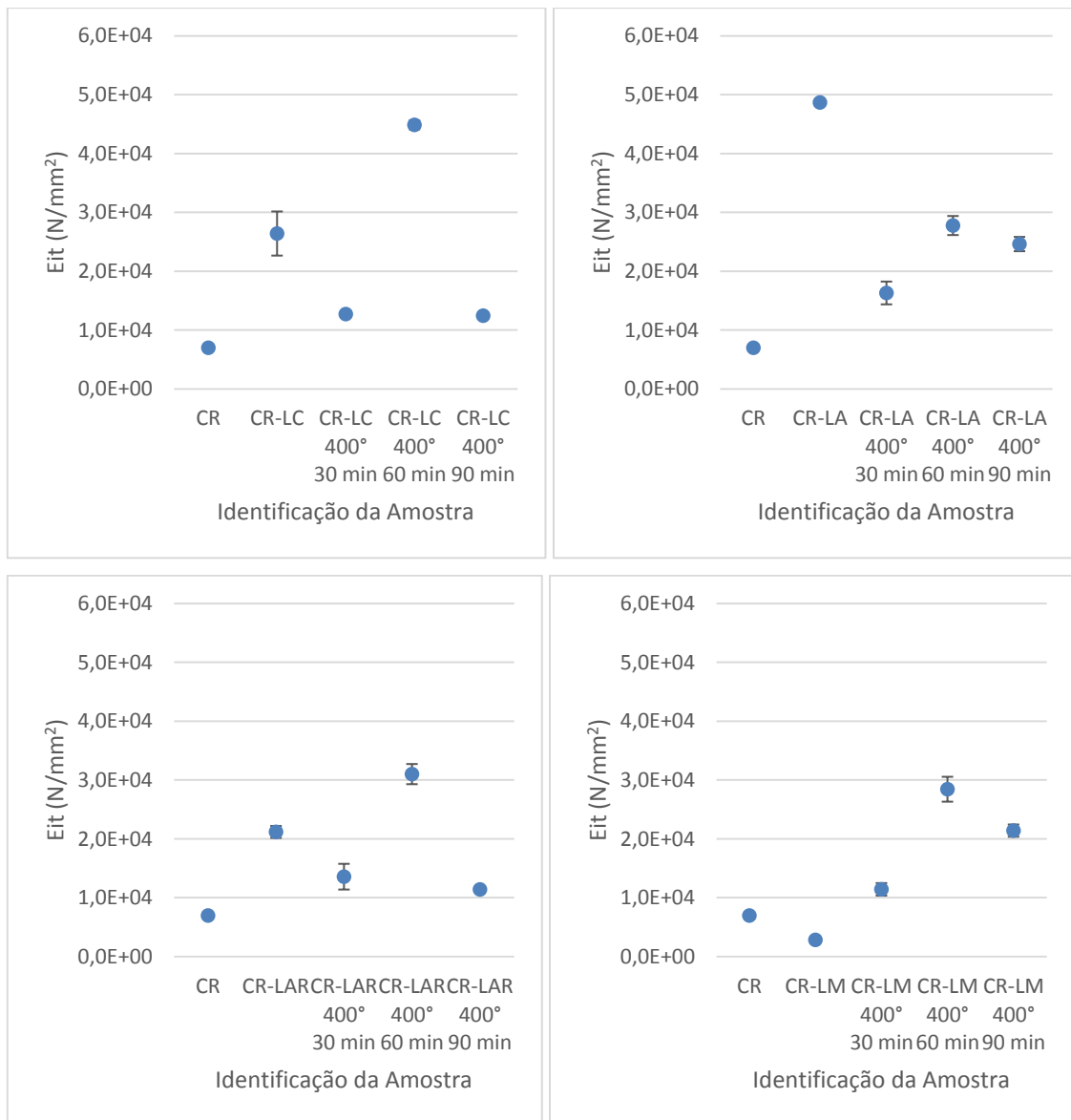
Quando comparado os gráficos Eit, dos diferentes tipos de laminação, poucos aspectos podem ser consideráveis com similaridade entre eles.

Inicialmente, pode-se destacar que apenas a amostra laminada de forma acumulativa, recozida por 30 minutos, tem o módulo de indentação (Eit) maior que a amostra apenas laminada.

Para todas as outras amostras tratadas por 30 minutos, o comportamento é semelhante, tendo um decréscimo do valor Eit, aonde a amostra CR-LA-40-30 possui um maior valor do módulo de indentação e a CR-LM-400-30 possui o menor, quando comparadas entre técnicas de laminação.

Para o tempo de 60 minutos de tratamento, em toda a amostra, de todas as formas de laminação, houve um incremento do valor de Eit, ficando este mais explícito para a amostra laminada convencionalmente e mais sutil para a amostra proveniente da LA.

Quando aumentado o tempo de tratamento para 90 minutos, as diferentes amostras se comportaram de maneira divergente. A amostra CR-LC-400-90 teve seu módulo de indentação reduzido para valores próximos ao tratamento feito por 30 minutos. A amostra CR-LA-400-90 teve um decréscimo no seu valor, mas manteve-se com valores acima do primeiro tempo de tratamento térmico, ficando com o valor do módulo de indentação próximo a  $24600 \text{ N/mm}^2$ . O mesmo ocorre com a amostra CR-LM-400-90, que passa a ter módulo de indentação próximo a  $21400 \text{ N/mm}^2$ .



**Fig. 40: Evolução do módulo da indentação  $E_{it}$  extraído das medidas de ultramicrodureza instrumentada a  $\frac{1}{2}$  espessura da seção longitudinal a direção de laminação das amostras laminadas ((a) CR-LC, (b) CR-LA, (c) CR-LAR e (d) CR-LM) e recozidas a 400°C por 30 minutos, 60 minutos, e 90 minutos.**

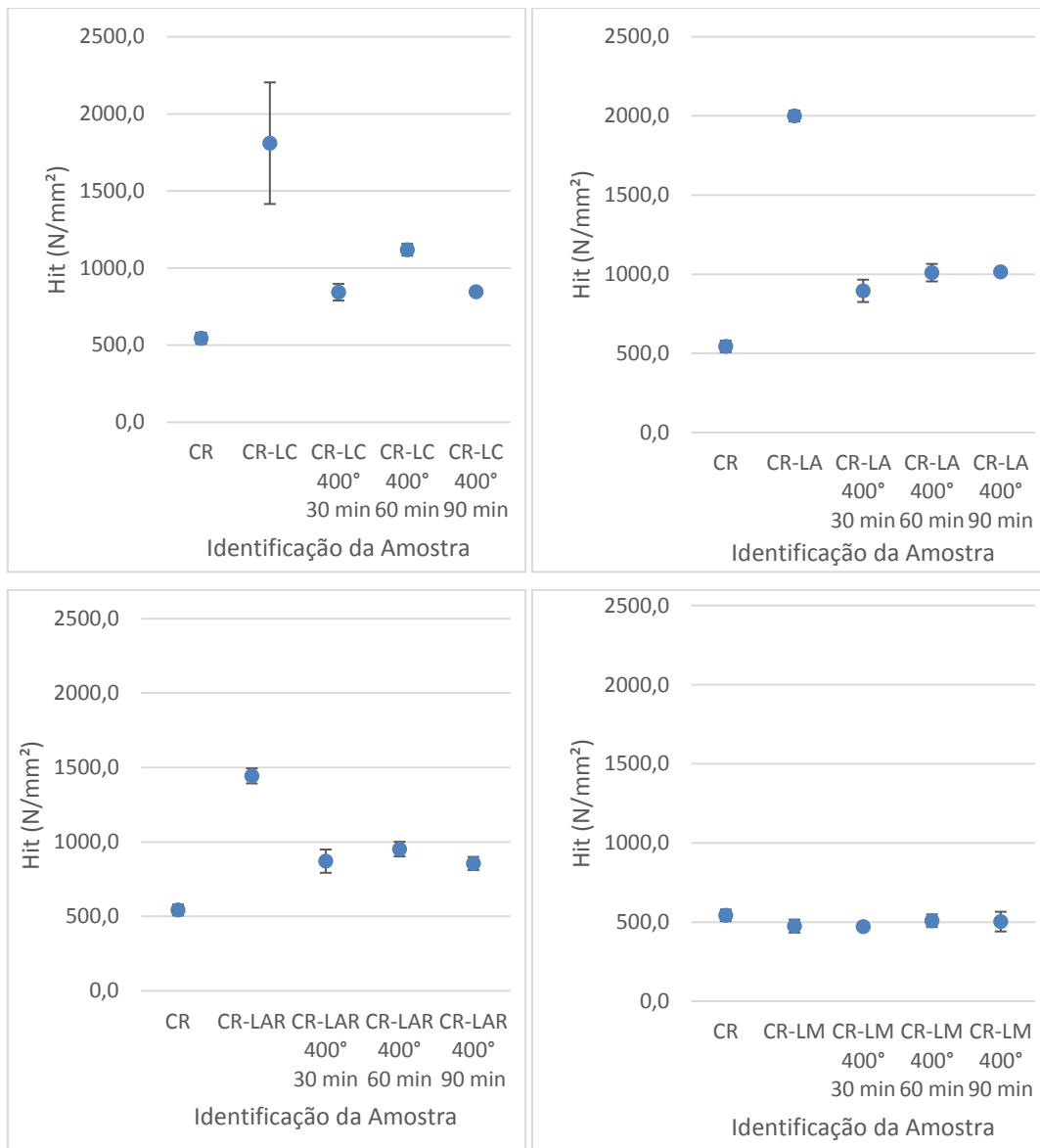
Na fig 41 estão representados os gráficos com a evolução da dureza  $H_{it}$  para as distintas condições de laminação (CR-LC, CR-LA, CR-LAR, CR-LM) quando submetidas ao tratamento de recozimento a 400°C em tempos distintos (30, 60 e 90 minutos).

Nesta propriedade, as amostras provenientes da LC, LA e LAR, com tratamento de recozimento por 30 minutos, tem um decréscimo dos seus valores em comparação com a amostra apenas laminada. Já a amostra proveniente da LM, possui uma manutenção do seu valor quanto tratada termicamente por este mesmo intervalo de tempo.

Novamente as amostras provenientes da LC, LA e LAR possuíram um mesmo comportamento durante o tratamento térmico por 60 minutos. Todas elas contaram com um incremento no valor de Hit, porém, a amostra LC possui este valor mais elevado, com cerca de 1117 N/mm<sup>2</sup>. A amostra LM, considerando a média e o erro, tem a manutenção do seu valor, ficando, em comparação com os outros métodos de laminação, com a menor grandeza, com cerca de 500 N/mm<sup>2</sup>.

Ao fazer um comparativo com todas as amostras provenientes do tratamento térmico de recozimento durante 90 minutos, as amostras da LA e LM, possuíram a manutenção dos valores, continuando próximo (média mais erro) das amostras tratadas por 60 minutos, enquanto que as amostras CR-LC-400-90 e CR-LAR-400-90 possuíram um decréscimo de Hit, equiparando aos valores de suas amostras com tratamento de recozimento por 30 minutos.





**Fig. 41: Evolução da dureza da indentação Hit extraída das medidas de ultramicrodureza instrumentada a  $\frac{1}{2}$  espessura da seção longitudinal a direção de laminação das amostras laminadas ((a) CR-LC, (b) CR-LA, (c) CR-LAR e (d) CR-LM) e recozidas a 400°C por 30 minutos, 60 minutos, e 90 minutos.**

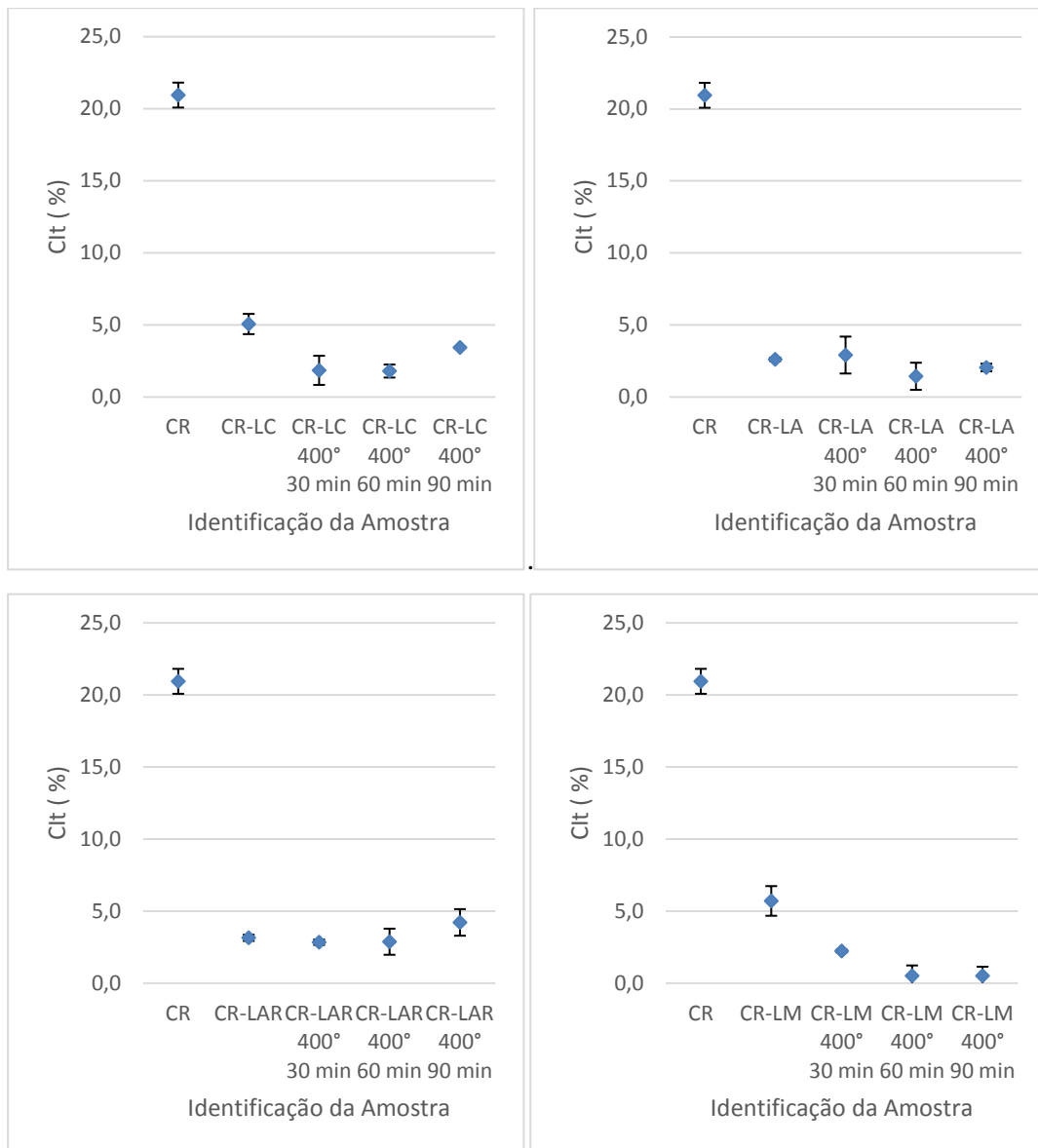
Na fig 42 estão representados os gráficos com a evolução da dureza Cit para as distintas condições de laminação (CR-LC, CR-LA, CR-LAR, CR-LM) quando submetidas ao tratamento de recozimento a 400°C em tempos distintos (30, 60 e 90 minutos).

Para a propriedade Cit, que mede a fluência da indentação, é observado que as amostras que foram laminadas de forma convencional e de forma acumulativa, possuem um decréscimo no valor desta propriedade ao fazer o tratamento térmico de recozimento 30 minutos.

Enquanto que para as amostras laminadas assimetricamente (temperatura ambiente e resfriada), há a manutenção do valor quando tratadas termicamente pelos mesmos 30 minutos.

Quando comparadas as amostras provenientes dos diferentes processos de laminação utilizados neste trabalho, para 60 minutos de tratamento térmico de recozimento, todas as amostras, com exceção da CR-LM-400-60 (que contou com um decréscimo do valor de Cit), tem uma manutenção do valor da propriedade analisada.

Ao se elevar o tempo de recozimento para 90 minutos, as amostras dos diferentes tipos de laminação se comportam mais uma vez de forma diferente. A única amostra a ter um incremento no valor de Cit, foi a amostras CR-LC-400-90, ao passo que todas as outras amostras mantiveram seus valores próximos (media mais erro) das amostras recozidas por 60 minutos.



**Fig. 42: Evolução da fluência da indentação Cit extraída das medidas de ultramicrodureza instrumentada a  $\frac{1}{2}$  espessura da seção longitudinal a direção de laminação das amostras laminadas ((a) CR-LC, (b) CR-LA, (c) CR-LAR e (d) CR-LM) e recozidas a 400°C por 30 minutos, 60 minutos, e 90 minutos.**

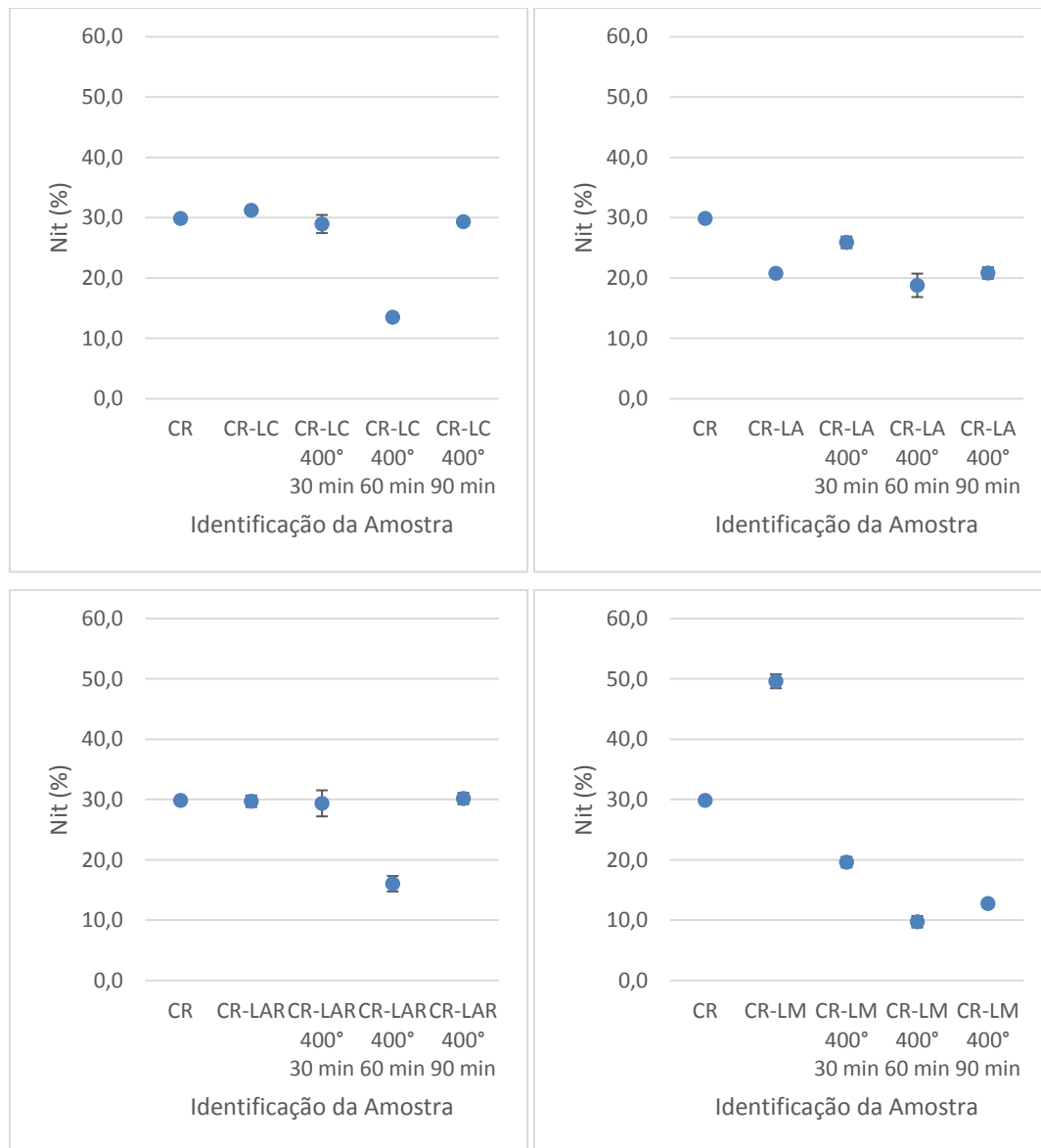
Na fig 43 estão representados os gráficos com a evolução da dureza  $\eta_{it}$  para as distintas condições de laminação (CR-LC, CR-LA, CR-LAR, CR-LM) quando submetidas ao tratamento de recozimento a 400°C em tempos distintos (30, 60 e 90 minutos).

Para a última propriedade medida, o comparativo entre as amostra laminadas apresentam certas semelhanças conforme destacado:

O tratamento de recozimento durante 30 minutos garantiu um incremento de valor apenas para a amostra laminada de forma assimétrica em temperatura ambiente. Por outro lado, a amostra CR-LM-400-30 teve um decréscimo deste valor, chegando a aproximadamente 30%, ao passo que para as amostras deformadas por LC e LAR, o valor da propriedade  $\eta_{it}$  foi mantido.

Com 60 minutos de recozimento, todas as amostras sofreram com um decréscimo do valor da razão elástica, tendo a CR-LA-400-60 o maior valor percentual e CR-LM-400-60 o menor.

Ao elevar o tempo de recozimento para 90 minutos, dois tipos de resposta a indentação foi observada: a primeira, a qual ocorreu pela amostras laminadas por laminação convencional (LC), laminação assimétrica resfriada (LAR) e laminação acumulativa (LM) foi o incremento nos valores de  $\eta_{it}$ . As amostras oriundas da LC e LAR chegaram ao fim dos 90 minutos com valores semelhantes ao tratamento feito por apenas 30 minutos. O segundo tipo de resposta a indentação, foi percebida pela amostra CR-LA-400-90, na qual ocorreu a manutenção dos valores do recozimento por 60 minutos.



**Fig. 43: Evolução da razão elástica  $\eta_{it}$  extraída das medidas de ultramicrodureza instrumentada a  $\frac{1}{2}$  espessura da seção longitudinal a direção de laminação das amostras laminadas ((a) CR-LC, (b) CR-LA, (c) CR-LAR e (d) CR-LM) e recozidas a 400°C por 30 minutos, 60 minutos, e 90 minutos.**

Assim, nota-se que  $\eta_{it}$  tem o maior valor (em todas as amostras) enquanto recozida apenas por 30 minutos. Ao realizar o tratamento térmico por 60 minutos, o valor em todas as amostras tem um decaimento e em seguida, ao elevar o tempo de tratamento para 90 minutos, todas as mostras recebem um incremento neste valor, mas continuam inferiores quando comparado as respectivas amostras recozidas por 30 minutos.

Este fato ocorre devido ao  $h_{max}$  e  $h_p$  variarem de igualmente com o valor de  $\eta_{it}$  com os diferentes tempos de recozimento.

Ao correlacionar todas as amostras recozidas por 30 minutos com suas respectivas amostras não tratadas termicamente, nota-se que houve o aumento do valor de  $h_{max}$ , contribuindo assim para que o valor de  $\eta_{it}$  seja inferior nas amostras tratadas termicamente provenientes de LC e LM. Já para as amostras LA e LAR, ao analisar média e mais erro de  $\eta_{it}$ , pode-se concluir que há uma manutenção dos valores desta propriedade.

Por fim, é de importância ressaltar, que apesar dos valores da densidade de discordâncias serem superiores para as amostras laminadas via laminação assimétrica (temperatura ambiente com valores de densidade de discordâncias menores que na condição resfriada), aparentemente, a cinética de recristalização é mais acelerada na laminação convencional, visto ter uma maior redução em grande parte das durezas analisadas quando comparada com a dureza da sua respectiva condição somente laminada.

## 5 CONCLUSÕES

O uso de medidas de macrodureza superficial não foi adequado para diferenciar o grau de encruamento nas condições de laminações adotadas em comparação a condição como recebida, em contrapartida as propriedades mecânicas relacionadas as distintas durezas (HV, DHV-1, DHV-2 e Hit) avaliadas por ultramicrodureza instrumentada foram adequadas para este fim;

A análise do valor individual da propriedade razão elástica de indentação ( $\eta_{it}$ ) não permitiu uma avaliação adequada quanto ao endurecimento (amostras somente laminadas) ou ductilidade (amostras recozidas) do material, sendo necessária a avaliação numérica quanto aos valores de trabalho de deformação elástica e plástica que são uma função do perfil de carregamento e descarregamento ( $F \times h$ );

A propriedade módulo da indentação ( $E_{it}$ ) mostrou evidências que é fortemente influenciada pelas características estruturais a nível microestrutural da região analisada. Enquanto a fluência da indentação ( $C_{it}$ ) apresenta indícios de estabilizar a acomodação de deformação sob carga constante em condições estruturais que resultariam de um possível refinamento microestrutural;

Os valores da densidade de discordâncias quantificados a partir dos difratogramas de DRX não apresentaram uma correlação direta no nível de endurecimento das distintas amostras laminadas e como recebida com base nos valores das distintas propriedades mecânicas de dureza resultantes das medidas de ultramicrodureza instrumentada (HV, DHV-1, DHV-2 e Hit);

A condição como recebida apresentou indício de um encruamento residual devido a evidência de picos de recristalização observados na análise de DSC, compatíveis com aqueles observados nas amostras laminadas (convencional, assimétrica e acumulativa);

A heterogeneidade microestrutural da condição como recebida, exibindo uma mistura de grãos alongados finos em certas regiões e muito espessos em outras refletiu em distintas temperaturas de recristalização para estas regiões, ou seja, nas regiões de grãos alongados finos a temperatura de recristalização foi próxima a 200°C e com grãos alongados espessos próxima a 350°C. No entanto a temperatura máxima a ser adotada num recozimento limita-se

a faixa de 400°C, tendo em vista a possibilidade da segregação de zinco para os contornos de grãos que poderiam levar a fragilização da liga;

Evidências de estabilidade estrutural revelada pela manutenção das propriedades mecânicas (HV, DHV-1, DHV-2 e Hit) com valores ainda elevados até 90 minutos de encharque durante o recozimento a 400°C;

Para que houvesse sucesso na laminação acumulativa, se fez necessária uma deformação de no mínimo 88% acumulada, o que impediu, para a condição de recebimento das chapas, produção de uma microestrutura que favorecesse a conformação superplástica para espessura de 3 mm, como proposto inicialmente. O fato de se ter indicativos de um alto grau de amolecimento, durante a laminação acumulativa, fez com que a liga 7475 se aproximasse dos valores de dureza de uma da série 1xxx.



## 6 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

Caracterização microestrutural via microscopia eletrônica de varredura com filamento FEG nas amostras resultantes das laminações e suas respectivas resultantes recozidas;

Avaliação do tempo de encharque necessário para amolecimento devido ao crescimento de grão das amostras recozidas associadas as condições de laminação convencional e assimétricas adotadas;

Quantificação da densidade de discordância e observação quanto a estrutura de sub-grãos, das amostras resultantes das laminações adotadas, via MET, a fim de confrontar com os resultados obtidos do tratamento dos dados de DRX;

Realizar uma avaliação do módulo de indentação para averiguação dos motivos de variação dos valores desta propriedade nas diferentes amostras deformadas;

Analisar comparativamente as propriedades da chapa depois do aquecimento prévio para a laminação acumulativa e após aplicação da técnica de DPS;

Realização de medidas das propriedades antes do tratamento térmico de recozimento intermediário na amostra CR-LAR.

## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABAL, **Fundamentos e Aplicações do Alumínio**, Associação Brasileira do Alumínio (ABAL), São Paulo, 2004.

ALFA ALUMÍNIO, Especialista em Alumínio. **Catálogo Técnico** – Distribuidor Votorantim Metais/ Companhia Brasileira de Alumínio – VM/CBA. Disponível em: <<http://www.alfaaluminio.com.br/downloads/catalogo.pdf>>. Acesso em: 20 de outubro de 2014.

ARAUJO, Marcelo Ribeiro; NAVEIRO, Ricardo Manfred; **Desenvolvimentos de Novos Produtos e Novos Materiais na Indústria Automobilística**. 12f. 1999.

ASM HANDBOOK, **Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**. ASM International: volume 2, 1992.

ASM Handook, **Alloy Phase Diagrams**. ASM International: volume 3, 1992.

ASM Handook. **Alloy Phase Diagrams**. ASM International: volume 3, 1992.

BARBOSA, Hugo Cal; **Aplicação do Alumínio da Indústria Aeronáutica e Aeroespacial**, Porto, 2014.

BRAGA, Ana Paola Villalva. **Análise de Ligas de Alumínio Aeronáuticas Conformadas por Jateamento com Granalhas – Caracterização e Previsão de Deformação**. Dissertação apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Engenharia, USP, São Paulo, 2011.

CALADO, Welbert Ribeiro. **Ultra-Refino de Grão Através de Deformação Plástica Severa por Ensaio de Torção: Simulação do Processo ARB**, Belo Horizonte, 2012. 259 f. Tese de Doutorado – Programa de Pós Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2012.

Charles Kwan; Zhirui Wang; Suk-Bong Kang. **Mechanical behavior and microstructural evolution upon annealing of the accumulative roll-bonding (ARB) processed Al alloy 1100**. Elsevier, Materials Characterization volume A480, p. 148-159.

CHIAVERINI, Vicente; **Tratamento Térmico das Ligas Ferrosas**. Segunda Edição, Associação Brasileira de Metais, 1987.

Cunqiang Ma, Longgang Hou; Jishan Zhang, Linzhong Zhuang. **Influence of Thickness Reduction Per Pass on Strain, Microstructures and Mechanical Properties of 7050 Al alloy Sheet Processed by Asymmetric Rolling**. Elsevier, Materials Characterization volume A 650, p. 454-468

- DIETER, George E. **Metalurgia mecânica**. 2ª ed. Rio de Janeiro: Editora Guanabara Dois, 1981.
- DINIZ, Saulo Brinco; **Avaliação das Características Microestruturais de Ligas de Alumínio Submetidas a Técnicas de Deformação Plástica Severa**. Volta Redonda, 2014, 190 f. Dissertação de Mestrado (Engenharia Metalúrgica) - Universidade Federal Fluminense, 2014.
- DURUSUN, T; Soutis, Constantinos. **Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys**, Material and Design, n° 56, p. 862-871, 2014.
- FILHO, Olmede Celestino dos Santos. **Caracterização de Propriedades Microestruturais e Mecânicas de Ligas AA 1100 e AA 5052 Processadas Pela Técnica de Laminação Acumulativa ("Accumulated Roll Bonding" - ARB)** São Paulo, 2009. 167 f. Dissertação de Mestrado - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo - Engenharia de Materiais e Metalurgia, 2009.
- GONÇALVES, António; FERREIRA, Nuno. **Escolha do Material para Chassis Automóvel**. Instituto Superior Técnico - Mestrado de Engenharia da Concepção. 2005. 56 f.
- GURGEL, Mônica Aline Magalhães. **Evolução Estrutural de Um Aço DP Laminado a Frio e Submetido ao Recozimento Intercrítico Sob Distintas Condições de Resfriamento**. Volta Redonda, 2016. 174f. Dissertação de Mestrado - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Universidade Federal Fluminense, Rio de Janeiro, Volta Redonda, 2016.
- HALLBERG, Hakan. **Influence of Process Parameters on Grain Refinement in AA1050 Aluminum During Cold Rolling**. International Journal of Mechanical Sciences, Lund, Sweden, 7 de Dezembro de 2012. v. 66, p. 260 – 272.
- HUMPHREYS, F. John; HATHERLY, Max. **Recrystallization and Related Annealing Phenomena**, 2º Edição. Oxford: Editora Pergamon, 2004. 614 f. Volume Único.
- JI, Hye Young.; PARK, Jae-Joon. **Development of Severe Plastic Deformation by Various Asymmetric Rolling Processes**. Materials Science and Engineering, Seoul, Korea: Elsevier, volume 499, p. 14-17, 2009.
- KO, Young Gun Loorentz. **Microstructure Evolution and Mechanical Properties of Severely Deformed Al Alloy Processed by Differential Speed Rolling**. Journal of Alloys and Compounds, School of Materials Science and Engineering, Yeungnam University, Gyeongsan, South Korea, 2011.
- LIMA, Emmanuel Pacheco Rocha. **Estudo da Cinética de Recristalização da Liga de Alumínio AA 8011 na Condição H18**. Recife, 2002. 92 f. Dissertação de Mestrado – Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2002.

- MICHÉL, Milton Domingos. **Propriedades Mecânicas e Fraturas Induzidas por Nanoindentação em Filmes de Carbono Amorfo Hidrogenado**. Curitiba, 2005. 137f. Tese de Doutorado - Curso de Pós-Graduação em Física do Setor de Ciências Exatas da Universidade Federal do Paraná, Paraná, Curitiba, 2005.
- MINATEL, Rogério. **Um Estudo Comparativo Sobre a Recristalização de Chapas de Alumínio AA1200 e AA3003 Obtidas por Lingotamento Contínuo (Twin RollCaster) e por Fundição de Placas (Direct Chill)**. São Paulo, 2009. 84 f. Dissertação de Mestrado - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.
- NIEH, T. G.; WADSWORTH, J.; SHERBY O. D.; **Superplasticity in Metals and Ceramics**. Primeira Edição, Estados Unidos da América - NY, Cambridge University Press, 1997. 273 f.
- NIEH, T.G.; WADSWORTH, Jeffrey; SHELBY, Oleg D. **Superplasticity in Metals and Ceramics**. Segunda Edição. New York: Cambridge University Press, 2005. 287 f. Volume Único.
- PADILHA, Angelo Fernando; SICILIANO JR, Fulvio. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura**. Terceira Edição, Revisada e Ampliada. São Paulo: ABM Livros, 2005. 248f. Volume Único.
- SHIMADZU Dynamic Ultra-micro hardness Tester, DUH-211/DUH-211S Instruction Mnual, May 2009
- SLÁMOVÁ, Margarita; OCENÁSEK, Vladivoj.; VOORT, George Vander. **Polarized Light Microscopy: Utilization in the Investigation of the Recrystallization of Aluminum Alloys**. Elsevier, Materials Characterization volume 52, p. 165–177, 2004.
- SOUSA, Talita Gama. **Avaliação de Densidade de Discordância em Cobre e Latão  $\alpha$  Deformados Por Análise de Pico de DRX**. Rio de Janeiro, 2014, 149 f. Dissertação de Mestrado - Instituto Militar de Engenharia, Departamento de Ciência dos Materiais, 2014.
- SOUZA, Sergio Augusto. **Ensaio Mecânicos de Materiais Metálicos. Fundamentos teóricos e práticos**. Segunda edição, São Paulo: Edgard Blücher, 1982.
- SU, Lihong; Lu, Cheng; Li, Huijun; Deng, Guanyu; Tieu, Kiet. **Investigation of ultrafine grained AA1050 fabricated by accumulative rollbonding**. Materials Science & Engineering A, v. 614, p. 148–155, 2014.
- TAYLOR, A. F., FRANCIS C. S., Handbook of Nanophysics, 2010.
- TSUJI, N.; SAITO, Y. Utsunomiya; TANIGAWA, S; **Ultra-Fine Grained Bulk Steel Produced By Accumulative Roll-Bonding (ARB) Process**. Scripta Materialia. Volume 40, p 795-800, 1999.
- VALENTIM, Antão Rodrigo. **Construção de um Procedimento Para Avaliação da Lucratividade e Produtividade de Ligas de Alumínio Reciclado**. Ponta Grossa, 2011, 120 f. Dissertação de Mestrado - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Produção, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 2011.

- VALIEV, R. Z.; KORZNIKOV, A. V.; MULYUKOV, R.R.; **Structure and Properties of Ultrafine-Grained Materials Produced by Severe Plastic Deformation.** Materials Science and Engineering. p. 141-148, 1993.
- VIANA, T. G.; GODEFROID, L. B.; BARROSO, E.K.L.; AL-RUBAIE, K.S.; **Caracterização do Fechamento de Trinca de Fadiga numa Liga Al 7475 Pré-Deformada e com Shot Peening.** Revista Matéria. Volume 10, p 454-462, 2005.
- ZUO, Fang – Qing *et al.* **Shear Deformation and Grain Refinement in Pure Al by Asymmetric Rolling.** Transactions of Nonferrous Metals Society of China, Changhai, China: Science Press, número 18, p. 774 - 777, 2008.