

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ  
DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS  
CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

MARCELA BONIN

**CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE UMA LIGA  
Al-Zn-Mg-Si-Cu CONFORMADA POR SPRAY**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

LONDRINA  
2019

MARCELA BONIN

**CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE UMA LIGA  
Al-Zn-Mg-Si-Cu CONFORMADA POR SPRAY**

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais na Universidade Tecnológica Federal do Paraná como requisito para obtenção do título de bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Odney Carlos Brondino

LONDRINA  
2019



---

## TERMO DE APROVAÇÃO

MARCELA BONIN

### CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE UMA LIGA Al-Zn-Mg-Si-Cu CONFORMADA POR SPRAY

Trabalho de conclusão de curso apresentado no dia 25 de novembro de 2019 como requisito para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Londrina. O candidato foi arguido pela Banca Examinadora composta pelos professores abaixo assinados. Após deliberação, a banca examinadora considerou o trabalho aprovado.

---

Prof. Dr. Amadeu Lombardi Neto  
(UTFPR – Departamento Acadêmico de Engenharia Mecânica)

---

Prof. Dr. Roger Nabeyama Michels  
(UTFPR – Departamento Acadêmico de Engenharia Mecânica)

---

Prof. Dr. Odney Carlos Brondino  
(UTFPR – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais)

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Sílvia Midori Higa  
(UTFPR – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais)  
Coordenadora do Curso de Engenharia de Materiais

“A Folha de Aprovação assinada encontra-se na coordenação do curso”.

## AGRADECIMENTOS

Venho por meio destes agradecer todas e todos que contribuíram para minha caminhada e que foram à sua maneira responsáveis para a realização deste trabalho. Agradeço:

A minha mãe Suze e meu pai Irineu por serem minha base e por todo o apoio que foi imprescindível para a realização dos meus estudos.

A minha irmã Julia e família que sempre ficavam ansiosas (os) pelo meu retorno à cidade, agradeço pelos momentos que passamos juntas e que faziam eu me sentir especial.

Ao meu namorado Gustavo pelos momentos de conforto em épocas difíceis e pela ajuda com os fichamentos.

Agradeço à Universidade Tecnológica Federal do Paraná pelo espaço proporcionado de aprendizados, discussões e pelo meu crescimento pessoal.

Ao meu professor orientador Odney Carlos Brondino por fornecer o objeto de estudo do meu trabalho, pela orientação e por todos os ensinamentos em sala de aula.

Aos professores que se dispuseram a avaliar e complementar a minha defesa, Amadeu Lombardi Neto, Roger Nabeyama Michels, Fábio Cezar Ferreira e Marcio Florian.

Ao meu amigo Rodrigo Ono, por sempre estar disposto a me ajudar em todos os aspectos da graduação e que juntamente com os técnicos de laboratório Filippe Bernardino e Fabrício Carvalho e a técnica Talita Kato, auxiliaram na coleta dos dados do meu trabalho.

À todas minhas amigas e amigos que estiveram presentes ao meu lado durante essa caminhada.

## RESUMO

BONIN, Marcela. **Caracterização microestrutural de uma liga Al-Zn-Mg-Si-Cu conformada por *spray***. 2019. 60 f. Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado em Engenharia de Materiais) – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Londrina, 2019.

As ligas de alumínio da série 7XXX são muito usadas pelas indústrias aeronáutica e automobilísticas, devido às suas propriedades de leveza e melhor desempenho mecânico. Ao adicionar elementos de liga, como zinco, magnésio, cobre, silício entre outros, causa uma melhora nas propriedades mecânicas. Devido à presença desses elementos em quantidades significativas, novas técnicas de conformação são necessárias, como a metalurgia do pó e a conformação por *spray*. Esta última foi utilizada na conformação da liga estudada e consiste na atomização de metal líquido em forma de gotículas através de um gás inerte de alta pressão, este responsável por proporcionar altas taxas de resfriamento, enquanto as gotículas são coletadas pelo substrato. A presente pesquisa tem como objetivo analisar, conforme quadrantes e regiões específicas de uma amostra de uma liga de Al-Zn-Mg-Si-Cu, a microestrutura, através de um microscópio óptico e como essa afeta a resistência mecânica, a partir dos valores obtidos para microdureza Vickers. Um valor médio de microdureza foi encontrado de 144,3 HV<sub>0,3</sub>, no entanto conforme a região de análise valores maiores podem ser encontrados, como, por exemplo, o valor máximo de 167,1 HV<sub>0,3</sub>. Grãos equiaxiais com diâmetros médios entre 18,0 até 48,6 µm, fases Mg<sub>2</sub>Si bem distribuídas na matriz de alumínio, e uma fase presente entre os contornos de grão foram observadas. A porosidade é reportada como sendo a principal desvantagem do processo e, portanto, foi também analisada. Um valor médio de 3,11% foi obtido, no entanto conforme regiões da amostra foram encontrados teor de poros maiores e menores. Na região em contato com o substrato, houve formação de poros intersticiais e resultantes do aprisionamento do gás, atingindo um valor de 12,28%, e conforme a deposição ocorre os poros intersticiais desaparecem, restando em menor quantidade porosidade gasosa em torno de 0,82%. Ao analisar microestruturalmente e mecanicamente uma liga Al-Zn-Mg-Si-Cu, conclui-se que o método de conformação por *spray* contribuiu efetivamente para aumento de microdureza da liga, pois a presença de grãos equiaxiais menores e fases refinadas devido à alta taxa de resfriamento, proporciona maior área constituída pelos seus limites, sendo responsáveis por impedir mecanismos de deformação plástica. Quanto a porosidade formada, se fazem necessários outros processamentos como laminação, extrusão e prensagem isostática a quente para diminuir ou até eliminá-la.

**Palavras-chave:** Conformação por *spray*. Ligas de alumínio. 7XXX. Aeronáutica.

## ABSTRACT

BONIN, Marcela. **Microstructural characterization of a *spray-formed* Al-Zn-Mg-Si-Cu alloy**. 2019. 60 f. Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado em Engenharia de Materiais) – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Londrina, 2019.

The 7XXX series aluminum alloys are widely used by the aeronautical and automotive industries due to their lower density and better mechanical performance. Adding alloying elements, such as zinc, magnesium, copper, silicon and others, it improves mechanical properties. Due to the presence of these elements in significant quantities, new forming techniques are required, such as powder metallurgy and spray forming. The latter was used in the conformation of the alloy studied and consists of the atomization of liquid metal in the form of droplets through a high-pressure inert gas, which is responsible for providing high cooling rates, while the droplets are collected by the substrate. The present research aims to analyze the microstructure, according to quadrants and specific regions of a sample of an Al-Zn-Mg-Si-Cu alloy, through an optical microscope and how this affects mechanical resistance, from the values obtained for Vickers micro hardness. The mean micro hardness of the alloy was 144.3 HV<sub>0.3</sub>, however according to the analysis region higher values were found, such as the maximum value of 167.1 HV<sub>0.3</sub>. Equiaxial grains with medium diameters between 18.0 to 48.6 μm, Mg<sub>2</sub>Si phases well distributed in the aluminum matrix, and a phase present between grain contours were observed. Porosity is reported as the main disadvantage of the process and, therefore, it was also analyzed. The mean value of porosity was 3.11%, however according to regions of the sample, a larger and lower pore content was found. In the region in contact with the substrate, there were interstitial pores resulting from gas entrapment, reaching a value of 12.28%, and as the deposition occurs the interstitial pores disappear, leaving in a smaller amount of gaseous porosity in 0.82%. It was concluded that the spray conformation method contributed effectively to increased Al-Zn-Mg-Si-Cu alloy micro hardness, because the presence of smaller equiaxial grains and refined phases due to high cooling rate, provides greater area constituted by its limits, being responsible for preventing mechanisms of plastic deformation. As for the porosity formed, other processing such as lamination, extrusion and hot isostatic pressing is needed to decrease or even eliminate it.

**Keywords:** Spray forming. Aluminum alloys. 7XXX. Aeronautics.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 –	Representação esquemática de dois grãos cristalinos, grãos A e B, o limite entre eles, o plano de deslizamento e uma discordância em movimento. ....	13
Figura 2 –	Mapeamento dos elementos por raios X da região em a) apresentando os seguintes elementos para a liga solubilizada b) Al c) Mg d) Zn e) Cu f) Fe e g) Si. ....	16
Figura 3 –	MEV com resultados do EDS referente a Figura 2 acima, sendo a) matriz - corresponde ao mapeamento imagem b; f) Fase clara (entre os grãos) - imagem d-e; c) fase escura lamelar - imagem d-e região escura no interior da fase clara e d) fase escura - imagem c-g. ....	16
Figura 4 –	Esquema representando a técnica de conformação por <i>spray</i> . ....	18
Figura 5 –	Variação de temperatura durante o processo de conformação por <i>spray</i> em função da distância do ponto de <i>spray</i> . ....	19
Figura 6 –	Influência dos parâmetros EGR e GMR no formato dos poros, sendo iguais (a) EGR = 228 kJ/kg, GMR = 3,09; (b) EGR = 132 kJ/kg, GMR = 5,43; (c) EGR = 112 kJ/kg, GMR = 6,34. ....	23
Figura 7 –	Microscópio óptico da marca Zeiss acoplado de uma câmera digital AxioCam ERc 5s localizado na Universidade Tecnológica Federal do Paraná em Londrina. ....	25
Figura 8 –	Microdurômetro FM – 800 da FUTURE TECH, localizado na Universidade Tecnológica Federal do Paraná em Londrina. ....	26
Figura 9 –	Difratômetro de Raios X modelo D2 PHASER da BRUKER, localizado na Universidade Tecnológica Federal do Paraná em Londrina. ....	27
Figura 10 –	Amostra da liga Al-Zn-Mg-Si-Cu no seu estado como depositada usada para análises de microscopia óptica e microdureza. ....	28
Figura 11 –	Detalhe de quatro depósitos obtidos por conformação por <i>spray</i> . Dois deles estão usinados parcialmente ....	28
Figura 12 –	Esquema representando o disco formado a partir da revolução da amostra em torno do eixo central. ....	29
Figura 13 –	Mapeamento, linhas e colunas, em folha de acrílico sobreposta a amostra. ....	30

Figura 14 – Amostra da liga Al-Zn-Mg-Si-Cu, dimensões 15 x 10 mm, usada para análise de DRX.....	32
Figura 15 – Fluxograma resumindo os procedimentos metodológicos.....	33
Figura 16 – Fotomicrografia de uma região superior da amostra apresentando um poro, seta 1, a fase clara, seta 2, a fase escura, seta 3 e a matriz, fase contínua em maior quantidade.....	34
Figura 17 – Gráfico representado o teor de fase clara presente na amostra conforme sua distribuição nas linhas e colunas do mapeamento.....	35
Figura 18 – Fotomicrografias realizadas com maior aumento representativas da microestrutura da liga conforme as camadas depositadas, sendo a) topo do depósito (17A); b) 17B; c) 17C; d) 17D; e) camada sobre substrato (17E).....	36
Figura 19 – Gráfico representado o teor de fase escura presente na amostra conforme sua distribuição nas linhas e colunas do mapeamento.....	37
Figura 20 – Difratoograma da liga no estado como depositada apresentando os picos encontrados referentes a fase matriz e fase escura.....	38
Figura 21 – Gráfico representando o teor de porosidade conforme sua distribuição nas linhas e colunas do mapeamento.....	40
Figura 22 – Fotomicrografias representando os dois formatos de poros observados, a) e b) circulares e b) irregulares.....	41
Figura 23 – Gráfico representado o teor de fase matriz presente na amostra conforme sua distribuição nas linhas e colunas do mapeamento.....	42
Figura 24 – Fotomicrografias após ataque químico, nas quais é possível observar os contornos de grão e o tamanho de grão relativamente reduzido. Ataque: Keller.....	44
Figura 25 – Gráfico representando o tamanho de grão conforme sua distribuição nas linhas e colunas do mapeamento.....	44
Figura 26 – Gráfico representando a microdureza conforme as linhas e colunas do mapeamento.....	45
Figura 27 – Gráfico de microdureza média conforme as regiões centro, meio e extremidade do depósito.....	47
Figura 28 – Gráfico de tamanho de grão conforme as regiões centro, meio e extremidade do depósito.....	47



Figura 29 – Gráfico representando o teor de fase escura conforme as regiões centro, meio e extremidade do depósito.....48

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição da liga Al-Zn-Mg-Si-Cu produzida por conformação por <i>spray</i> .....	27
Tabela 2 – Distribuição de fase clara conforme quadrantes selecionados.....	34
Tabela 3 – Distribuição de fase escura conforme quadrantes selecionados.....	37
Tabela 4 – Teor de poros obtidos para os quadrantes selecionados.....	39
Tabela 5 – Distribuição da fase matriz conforme quadrantes selecionados.....	41
Tabela 6 – Tamanhos de grão obtido para os quadrantes selecionados.....	42
Tabela 7 – Microdureza Vickers obtida para os quadrantes selecionados.....	45

## LISTA DE SÍMBOLOS

N <sub>2</sub>	Gás nitrogênio
7XXX	Ligas de Al-Zn
Al	Alumínio
Zn	Zinco
Mg	Magnésio
Si	Silício
Cu	Cobre
⊥	Discordância
Cr	Cromo
Fe	Ferro
Mn	Manganês
Ti	Titânio
η	Fase M
M	Fase M (MgZn <sub>2</sub> )
S	Fase S (Al <sub>2</sub> CuMg)
T	Fase T (Al <sub>2</sub> Mg <sub>3</sub> Zn <sub>3</sub> )
θ	Fase θ (Al <sub>2</sub> Cu)
MPa	Megapascal (10 <sup>6</sup> Pa)
μm	Micrometro (10 <sup>-6</sup> m)
H <sub>fundido</sub>	Entalpia do metal fundido
H <sub>solidus</sub>	Entalpia do metal na temperatura <i>solidus</i>
kJ	Unidade de energia Joule
kg	Kilograma
m	Metro
K	Kelvin
mm	Milímetro (10 <sup>-3</sup> m)
rpm	Rotações por minuto
bar	Unidade de pressão equivalente a 10 <sup>5</sup> MPa
°C	Graus Celsius
%	Porcentagem
HF	Ácido fluorídrico

mL	Mililitro ( $10^{-3}$ litro)
HCl	Ácido clorídrico
HNO <sub>3</sub>	Ácido nítrico
H <sub>2</sub> O	Água
Σ	Somatório
V <sub>m</sub>	Volume dos microconstituintes
V <sub>t</sub>	Volume total
A <sub>m</sub>	Área dos microconstituintes
A <sub>t</sub>	Área total
gf	Unidade de força grama-força
HV	Unidade de microdureza Vickers
nm	Nanômetro ( $10^{-9}$ m)
K <sub>α1</sub>	Linha de emissão de elétrons da camada K
W	Unidade de potência Watts
kV	Unidade de tensão quilovolts ( $10^3$ Volts)
mA	Unidade de corrente miliamperes ( $10^{-3}$ Amperes)
°	Unidade de ângulos Graus
s	Segundos

## LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

TG	Tamanho de grão
MO	Microscopia óptica
DRX	Difração de raios X
EGR	Entalpia retirada pelo gás de atomização
GMR	Razão gás e metal fundido
Máx.	Máxima
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
NBR	Norma brasileira
MD	Média
EDS	Espectroscopia por energia dispersiva de Raios X
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
DEMA	Departamento de Engenharia de Materiais
UFSCar	Universidade Federal de São Carlos

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>8</b>
<b>2 OBJETIVOS.....</b>	<b>10</b>
<b>2.1 OBJETIVO GERAL.....</b>	<b>10</b>
<b>2.2 OBJETIVO ESPECÍFICO.....</b>	<b>10</b>
<b>3 JUSTIFICATIVA.....</b>	<b>11</b>
<b>4 REFERENCIAL TEÓRICO.....</b>	<b>12</b>
<b>5 MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>24</b>
<b>5.1 MATERIAIS UTILIZADOS .....</b>	<b>24</b>
<b>5.2 METODOLOGIA APLICADA.....</b>	<b>27</b>
<b>6 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....</b>	<b>34</b>
<b>7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>49</b>
<b>8 CONSIDERAÇÕES FINAIS .....</b>	<b>50</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>51</b>

## 1 INTRODUÇÃO

O alumínio é um metal muito atrativo para as indústrias de transportes devido a suas características de densidade e custo baixos, porém necessita passar por processos de aumento de resistência mecânica, como tratamentos térmicos, alguns processos de fabricação alternativos e adição de elementos de liga que formando fases, podem aprimorar a liga. Dentro dos processos alternativos desenvolvidos para melhorar as propriedades dos materiais estão a metalurgia do pó e a conformação por *spray*, sendo esta última preferível por eliminar etapas de preparação dos pós e diminuir a contaminação da liga por inclusões de óxidos.

A conformação por *spray* é uma técnica relativamente nova consistindo em atomizar metal líquido na forma de gotículas usando um gás de atomização inerte sob elevadas pressões, cujo objetivo é remover calor dessas à altas taxas de resfriamento e acelerá-las pela câmara até serem depositadas em um substrato. Conforme seus tamanhos, estas gotículas podem impactar no substrato em três estados: sólido, semissólido e completamente líquido, que irão influenciar nas propriedades mecânicas e densidade do produto final.

Nesta pesquisa uma liga de alumínio série 7XXX contendo os elementos Al-Zn-Mg-Si-Cu foi previamente conformada por *spray* por Brondino (2018) e uma amostra desta foi fornecida à autora a fim de ser analisada em microscópio óptico. O estudo tem como objetivo analisar a microestrutura desta liga quanto a precipitação de fases nos contornos de grão e na matriz, distribuição de porosidade e tamanho de grão (TG) e sua morfologia; e como esses componentes afetam a resistência mecânica a partir dos valores obtidos para microdureza.

Para a realização desta pesquisa foram utilizados os seguintes ensaios: microscopia óptica (MO), microdureza Vickers e difratometria de Raios X (DRX), além de recursos auxiliares: banco de dados bibliográficos, o *software ImageJ* (SCHNEIDER, RASBAND, ELICEIRI, 2012) para tratamento digital de imagens, o *software QualX* (ALTOMARE *et al.*, 2015) para levantar as fases presentes por meio do difratograma obtido.

Será apresentado todo um referencial teórico, no qual será discutida as bases teóricas do estudo em questão, começando por tratar das ligas de alumínio de alta resistência e como os elementos de ligas influenciam no seu desempenho mecânico, seguidas pela teoria referente ao processo de conformação por *spray*. Nas seções

seguintes apresenta-se a metodologia detalhada e os resultados obtidos para as análises de microscopia óptica e microdureza. Finaliza-se a pesquisa com algumas sugestões para trabalhos futuros e as considerações finais feitas pela autora.



## 2 OBJETIVOS

Para a realização do trabalho foram traçados objetivos, divididos em gerais e específicos, todos esses estudados conforme quadrantes e regiões específicas da amostra.

### 2.1 OBJETIVO GERAL

- Caracterizar através de um microscópio óptico uma amostra da liga como depositada de Al-Zn-Mg-Si-Cu produzida anteriormente através da conformação por *spray* em regiões diferentes do *spray* depositado.

### 2.2 OBJETIVO ESPECÍFICO

- Analisar morfologia de fases presentes, sua fração volumétrica e distribuição;
- Analisar morfologia dos poros, sua fração volumétrica e sua distribuição;
- Medir diâmetro médio dos grãos;
- Determinar microdureza Vickers;
- Relacionar a microestrutura e as propriedades mecânicas da liga no seu estado como depositada;
- Verificar a presença das fases constituintes por meio de um difratograma.

### 3 JUSTIFICATIVA

A técnica de conformação por *spray* permite obter materiais de alta performance, com excelentes propriedades mecânicas decorrentes das características microestruturais refinadas, obtidas a partir das altas taxas de resfriamento impostas pelo gás de atomização. Graças à formação de grãos equiaxiais finos e fases precipitadas não grosseiras, é diminuída ou eliminada a necessidade de processos seguintes de homogeneização dos elementos de ligas e/ou tratamentos térmicos. Frente às vantagens da técnica, esta vem sendo muito estudada para produção de ligas de alumínio de aplicação aeronáutica, que demandam aumento de resistência mecânica, sem que haja diminuição de outras propriedades, como ductilidade e dureza.

A partir de uma liga 7075, foram adicionadas maiores quantidades de Mg e Si reduzindo a sua densidade a partir da formação de uma fase  $Mg_2Si$ , dando origem a uma liga nova Al-Zn-Mg-Si-Cu que foi conformada através desta técnica a fim de obter maiores valores de resistências necessários para aplicações cada vez mais sofisticadas e que demandam alta confiabilidade. A partir disso, uma amostra foi fornecida à autora e estudada para levantar informações preliminares sobre a evolução da microestrutura formada e os valores de microdureza associados para uma liga no seu estado como depositada (*as-deposited*) em várias regiões do *spray*, a fim de atestar os benefícios obtidos da conformação por *spray* e fornecer dados comparáveis para estudos posteriores sobre a mesma composição.

## 4 REFERENCIAL TEÓRICO

Nas ligas metálicas, as fases presentes, suas frações volumétricas e sua distribuição no material, tal como os grãos formados, seus tamanhos e formatos, são características pelas quais se classifica a microestrutura do metal ou sua liga. A microestrutura é revelada através de técnicas de microscopia óptica ou eletrônica. Normalmente, as propriedades mecânicas, exibem estreita relação de dependência com a microestrutura (CALLISTER; RETHWISCH, 2014).

O desempenho mecânico de um material relaciona-se com a deformação sofrida em resposta a uma carga aplicada, sendo possível dois tipos de deformação elástica ou plástica. A deformação plástica é permanente e envolve movimento de átomos e discordâncias. A resposta do material a esse tipo de deformação é caracterizada pelas suas propriedades mecânicas de resistência e dureza (CALLISTER; RETHWISCH, 2014).

Um parâmetro de grande influência nas propriedades mecânicas é o tamanho de grão. Grãos são cristais com direções cristalográficas diferentes no espaço. Grãos adjacentes dividem uma superfície em comum chamada de contorno de grão, que é a região onde estes cristais de orientação diferentes se encontram (ASKLAND; FULAY; WRIGHT, 2019; CALLISTER; RETHWISCH, 2014).

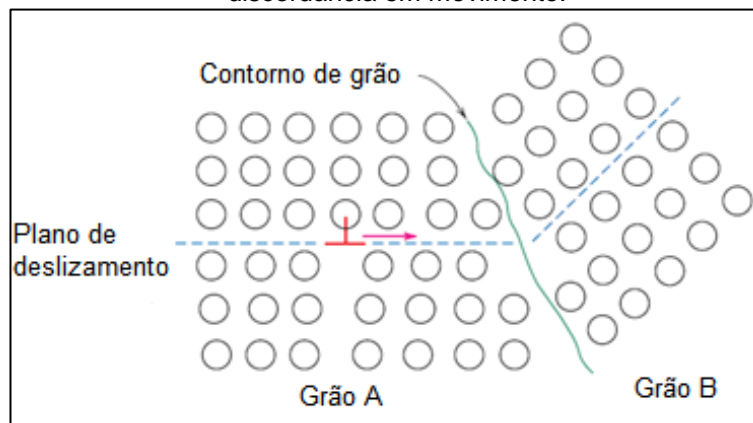
Qualquer imperfeição em um cristal, seja ela os contornos, defeitos pontuais ou lineares, causa um desequilíbrio na energia interna local. Por exemplo, nos contornos o desalinhamento dos átomos pode fazer com que alguns se encontrem muito próximos, gerando forças compressivas, ou muito afastados, causando uma região de tração, de qualquer modo a energia interna naquele local aumenta (ASKLAND; FULAY; WRIGHT, 2019).

Desta forma, durante a deformação plástica, as discordâncias devem se mover através destes limites, passando de grão em grão. Ao encontrar um contorno, uma discordância precisa superar a barreira energética causada pela imperfeição das posições atômicas, para isso é necessário que a discordância altere a direção do movimento e atravesse esta região de alta energia local (ASKLAND; FULAY; WRIGHT, 2019; CALLISTER; RETHWISCH, 2014).

A Figura 1 abaixo apresenta a região do contorno de grão na qual é possível observar o arranjo atômico similar, mas a orientação dos cristais diferentes. Nela está representada o plano de deslizamento, região que ocorre o movimento da

discordância ( $\perp$ ). Detalhe para a mudança na direção do movimento quando o contorno é superado.

**Figura 1** – Representação esquemática de dois grãos cristalinos, grãos A e B, o limite entre eles, o plano de deslizamento e uma discordância em movimento.



Fonte: CALLISTER; RETHWISCH, 2014, p. 230 (modificada).

Portanto, um material que possui grãos refinados apresenta maior dureza e resistência mecânica que um material de grãos grosseiros, pois reduzindo o tamanho de grão, a quantidade de grãos existente aumenta, constituindo de uma maior área dos contornos disponível para restringir o movimento de discordâncias. A resistência a deformação plástica nos metais é aumentada, pois mesmo que a energia fornecida para o movimento de discordâncias seja suficiente para superar a barreira causada por um contorno, o movimento só será possível dentro de uma reduzida área e logo encontrará novos contornos de grão (ASKLAND; FULAY; WRIGHT, 2019; CALLISTER; RETHWISCH, 2014).

Outro fator pelo qual é possível promover maior resistência a deformação plástica é através de transformação de fases em um material. Quando a concentração dos elementos de liga adicionados é maior que o limite de solubilidade destes no material base, ocorre a formação de uma segunda fase que apresenta suas próprias características físicas e químicas, normalmente distintas da fase primária. Estas diferenças causam uma descontinuidade no arranjo atômico resultando em uma interface separando as fases, os limites entre essas dificultam o movimento de discordâncias contribuindo para a melhora das propriedades mecânicas (ASKLAND; FULAY; WRIGHT, 2019; CALLISTER; RETHWISCH, 2014).

O controle das propriedades dos precipitados permite aprimorar o efeito do endurecimento por dispersão de segunda fase. Primeiramente, é interessante que

mais interfaces estejam disponíveis para interferirem no movimento de discordâncias, isso é atingido através da redução do tamanho das fases formadas e que estas estejam presentes em quantidades significativas para aumentarem a área constituinte dos limites de fase. Os formatos das partículas também influenciam, um formato esférico é menos susceptível a se tornarem sítios de nucleação de trinca ou se comportarem com um entalhe do que partículas com formatos pontiagudos ou agulhados (ASKLAND; FULAY; WRIGHT, 2019).

O alumínio é um dos metais que necessita passar por processos de melhoria nas propriedades mecânicas, visto que o mesmo na sua forma pura apresenta baixa resistência, sendo, portanto, pouco usado em aplicações que devem resistir a deformação e fratura. Uma delas é adicionar elementos de ligas em sua composição, como Cromo (Cr), Cobre (Cu), Ferro (Fe), Magnésio (Mg), Manganês (Mn), Silício (Si), Titânio (Ti), Zinco (Zn) entre outros (CALTABIANO, 2016).

Dentre os citados, o zinco é o principal elemento de liga presente nas ligas da série 7XXX ou alumínio-zinco, embora combinações com outros elementos de liga são possíveis. Especificamente ao combiná-lo com o magnésio, surge uma classe de ligas de alumínio de média a muito elevada resistência, o que possibilita seu uso em aplicações submetidas a elevado esforço mecânico, como em fuselagens de aeronaves e componentes estruturais de automóveis (DAVIS, 2001).

Ainda, é frequente adicionar pequenas quantidades de cobre, responsável por aumentar a fração de precipitados endurecedores, aumentar a resistência a corrosão sob tensão devido a tratamentos térmicos, com exceção em algumas ligas e têmperas, além de refinar os grãos e aumentar microdureza. Juntamente com o cobre, alguns aditivos como cromo, manganês e zircônio devem ser adicionados em pequenas concentrações, estes são elementos formadores de dispersóides, os quais reduzem o tamanho de grão, inibem uma subsequente recristalização a altas temperaturas, aumentam as propriedades mecânicas e a resistência a corrosão. Algumas impurezas são encontradas, a mais comum é o ferro seguido pelo silício, elas formam partículas intermetálicas, porém seus níveis devem ser mantidos baixos a fim de melhorar propriedades mecânicas (DAVIS, 2001; LIAO *et al.*, 2015; RANA; PUROHIT; DAS, 2012; ROMETSCH; ZHANG; KNIGHT, 2014).

Como resultado da alteração composicional das ligas de alumínio, fases secundárias podem ser formadas. Em ligas quaternárias de Al-Zn-Mg-Cu, as fases intermetálicas prováveis são: fase-M ou  $\eta$  ( $MgZn_2$ ), fase-S ( $Al_2CuMg$ ), fase-T

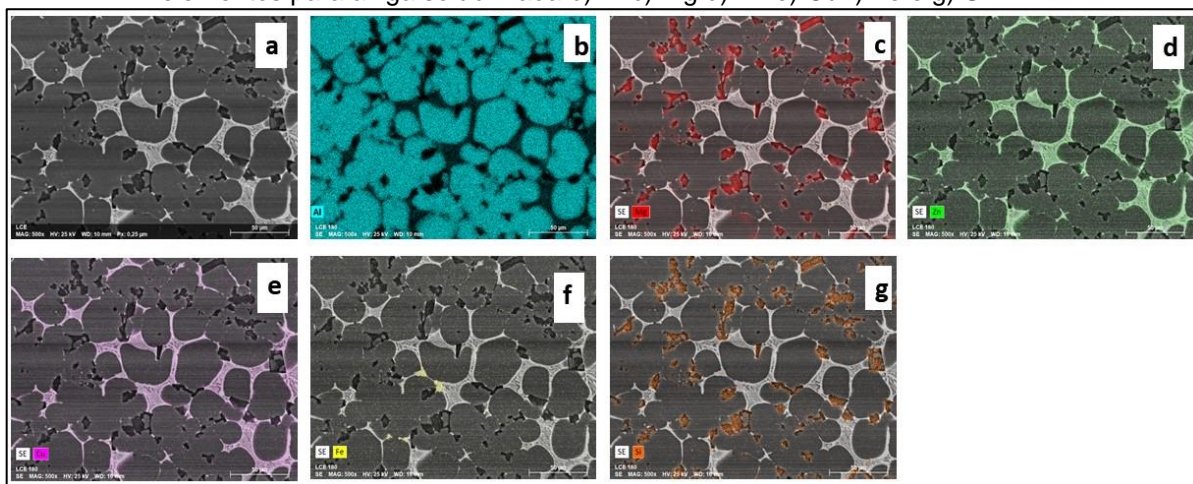
( $\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$ ) e fase  $\Theta$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ). A fase-M pode ser descrita pela fórmula química  $\text{Mg}(\text{Zn,Cu,Al})_2$ , sendo que sua composição pode variar de  $\text{MgZn}_2$  a  $\text{CuMgAl}$ . É uma fase que se obtém ao adicionar magnésio nas ligas binárias Al-Zn, melhorando muito a resposta dessas ligas sobre tratamentos térmicos. A fase-T apresenta variações no teor de zinco de 74% a 16%, no teor de magnésio entre 20% e 31%, estendendo-se até a composição  $\text{CuMg}_4\text{Al}_6$ , deste modo representada por  $\text{Mg}_3(\text{Al,Cu,Zn})_5$  (CALTABIANO, 2016, p. 24; WANG, 2018, p. 131).

Devido a adição de cobre na composição ternária de Al-Zn-Mg são formadas uma terceira e quarta fase: S de  $\text{Al}_2\text{CuMg}$ , uma fase frágil difícil de solubilizar, e  $\Theta$  de  $\text{Al}_2\text{Cu}$ , esta última somente se desenvolve quando o teor de cobre ultrapassa o de magnésio (CALTABIANO, 2016, p. 24; WANG, 2018, p. 131).

Considerando as ligas fundidas 7075, Al-Zn-Mg-Cu, podem ser formadas as fases secundárias  $(\text{Fe,Cr})_3\text{SiAl}_{12}$ ,  $\text{Mg}_2\text{Si}$ , quando adicionada quantidade suficiente de silício, e uma fase eutética, pseudo binária, consistindo de alumínio e  $\text{Mg}(\text{Zn,Cu,Al})_2$ . Sob condições de tratamento térmico, as fases constituintes de ferro tendem a se transformar em  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ ; a  $\text{Mg}_2\text{Si}$ , uma fase insolúvel, tende a se esferoidizar;  $\text{Mg}(\text{Zn,Cu,Al})_2$  e alguns precipitados de  $\text{Al}_2\text{CuMg}$  rapidamente se dissolvem, entretanto esta última fase necessita de aquecimento elevado durante tempo prolongado para ser totalmente dissolvida (HATCH, 1984, p. 79).

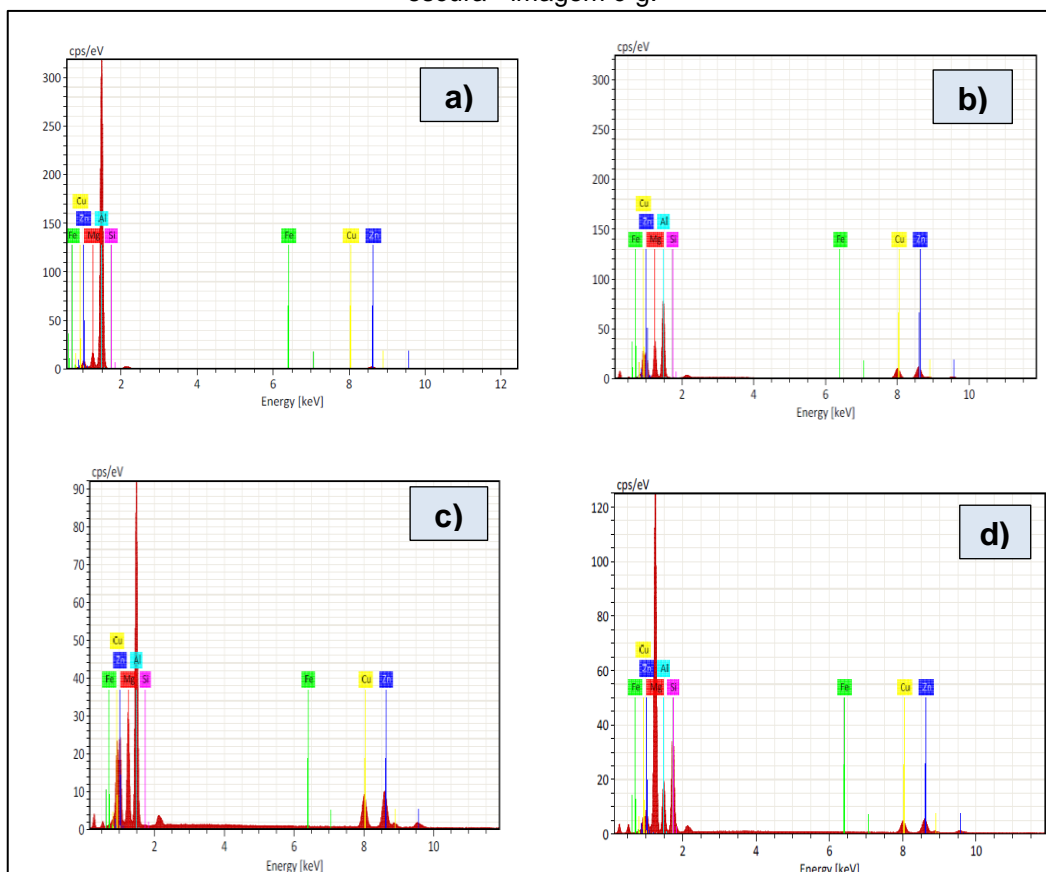
Nas Figuras 2 e 3 está apresentado um mapeamento dos elementos por Raios X da mesma liga estudada na presente pesquisa consistindo em seu estado como solubilizada pela espectroscopia de energia dispersiva (EDS, sigla em inglês para *Energy Dispersion Spectroscopy*) associada com o microscópio eletrônico de varredura (MEV) (BRONDINO, 2018).

**Figura 2** – Mapeamento dos elementos por raios X da região em a) apresentando os seguintes elementos para a liga solubilizada b) Al c) Mg d) Zn e) Cu f) Fe e g) Si.



Fonte: BRONDINO, 2018.

**Figura 3** – MEV com resultados do EDS referente a Figura 2 acima, sendo a) matriz - corresponde ao mapeamento imagem b; f) Fase clara (entre os grãos) - imagem d-e; c) fase escura lamelar - imagem d-e região escura no interior da fase clara e d) fase escura - imagem c-g.



Fonte: BRONDINO, 2018 (modificada).

Foi observada uma fase contínua em maior quantidade, consistindo da matriz de alumínio como observada na Figura 2b, uma fase distribuída nos contornos de grão

majoritariamente, no entanto também observada na matriz, esta fase segundo as Figuras 2c e 2g é constituída de Mg e Si, se tratando da fase  $Mg_2Si$ , insolúvel. Por fim, também foi identificada uma fase distribuída entre os contornos, consistindo de Zn, Mg e Cu. O ferro por se tratar de uma impureza, está presente em pequenas quantidades nos pontos triplos dos grãos como observada na Figura 2f (BRONDINO, 2018).

Devido a quantidade significativa de elementos de liga presentes, as ligas da série 7XXX são consideradas nobres e difíceis de terem sua resistência mecânica aumentada por processos de fundição convencionais, pois acabam resultando numa perda de ductilidade e dureza, o que inviabiliza seu uso (GRANT, 1995, p. 533; MAZZER *et al.*, 2013, p.169).

Outros processos foram estudados para alcançar melhores propriedades mecânicas, como a metalurgia do pó e a conformação por *spray* (*spray forming*), sendo que esta última apresenta vantagem sobre a primeira por evitar a formação de óxidos decorrentes de contaminação dos pós (GRANT, 1995).

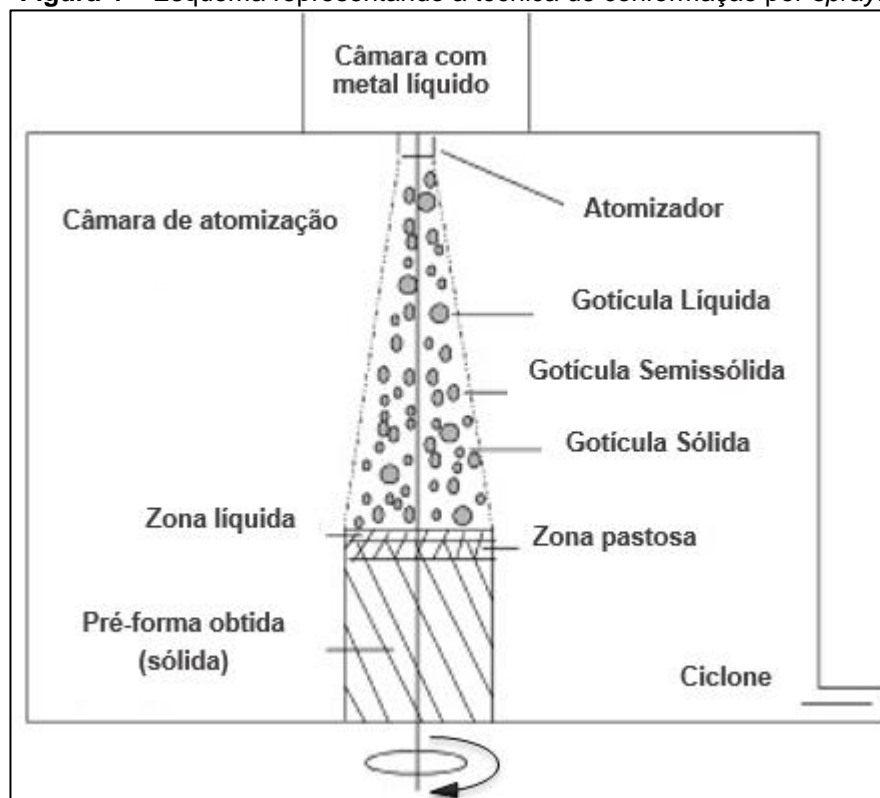
Exemplificando porque a conformação por *spray* é uma boa alternativa a processos convencionais, tem-se um aumento significativo na resistência à tração de ligas de alumínio 7075 quando em condições de conformação por *spray*, alcançando valores superiores a 730 MPa, uma vez que estas possuiriam resistência entre 510 e 530 MPa, considerada aceitável para aplicações aeronáuticas, caso fossem utilizadas outras condições (QU *et al.*, 2015, p. 109).

Essa técnica, proposta pelo pesquisador Singer em 1970, é um processo de conformação no qual um metal em seu estado líquido é atomizado por um gás, adquirindo o formato de gotículas de diferentes tamanhos. Estas são coletadas em um substrato originando uma estrutura coesa e parcialmente densa (CHEN *et al.*, 2016, p. 804; GRANT, 1995, p. 497).



Na Figura 4 abaixo está representado um esquema do processo, consistindo de uma câmara para armazenar o metal líquido, câmara de atomização, atomizador ou bocal, substrato rotativo e um ciclone:

**Figura 4** – Esquema representando a técnica de conformação por *spray*.



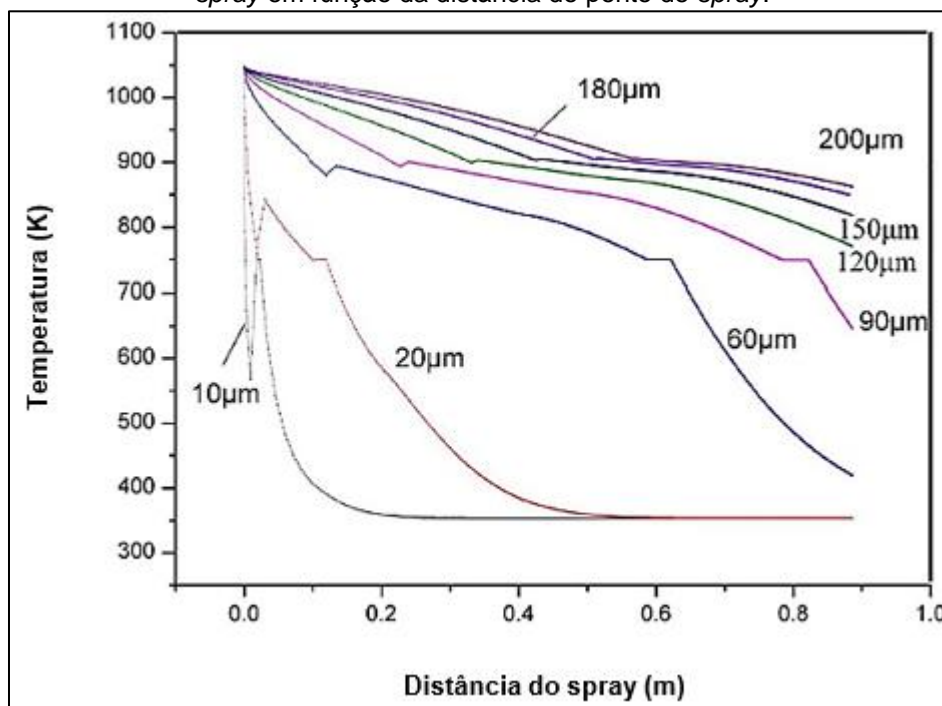
Fonte: YAN *et al.*, 2008 (modificada).

Seu princípio consiste em aquecer uma massa metálica a temperaturas maiores que a temperatura *liquidus* da liga. Em seguida é vazada por um bocal, pulverizando-se em um *spray* cônico composto por gotículas de metal líquido, devido a atomização com um gás inerte de alta pressão. Essas são resfriadas graças a considerável diferença de temperatura em relação ao gás que as circunda, sendo seu resfriamento dependente do seu tamanho (GRANT, 1995, p. 502; KRAUSS *et al.*, 2002, p. 154).

As gotículas menores (5 – 50  $\mu\text{m}$ ) resfriam rapidamente e colidem com o substrato na forma de pós metálicos. No entanto, as que são maiores (>50  $\mu\text{m}$ ) possuem maior calor armazenado e energia térmica mais elevada. O impacto dessas pode ocorrer durante a transição de fase, quando se encontram na forma de partículas semissólidas, ou ainda, podendo ocorrer quando se encontram no estado totalmente líquido (>100  $\mu\text{m}$ ) (KRAUSS *et al.*, 2002, p. 154). Este comportamento é observado

na Figura 5 em seguida, na qual a variação de temperatura durante o processo é relacionada com os diferentes tamanhos das gotículas em função da distância do ponto de *spray*. Conforme o tamanho de partícula aumenta, mais baixa a taxa de resfriamento é (CAO *et al.*, 2015, p. 90).

**Figura 5** – Variação de temperatura durante o processo de conformação por *spray* em função da distância do ponto de *spray*.



Fonte: CAO *et al.*, 2015, p. 91 (modificada).

Uma força de arraste se desenvolve em consequência da diferença de velocidade entre o gás de atomização e as gotículas, estas adquirem aceleração e são coletadas por um substrato, ou uma camada depositada, que normalmente estão em contínuo movimento, podendo ser rotacional ou em retirada lateral. Devido a este movimento, diversas geometrias podem ser produzidas, como tarugos, tubos e em tiras. A pré-forma final é obtida quando o fluxo de metal líquido acaba e o *overspray*, que é todo o material que não foi depositado sobre o substrato, é coletado durante todo o processo da câmara para um ciclone (CAO *et al.*, 2015, p. 90; GRANT, 1995, p. 502).

Quanto ao fluxo de calor e a solidificação em uma pré-forma, para a parte superior do depósito o regime de transferência de calor ocorre por convecção para o gás de atomização, enquanto para as camadas inferiores o calor é transferido para o substrato através da sua interface com a pré-forma (GRANT, 1995, p. 526).

Pode se definir diferenças entre o fluxo de calor em uma pré-forma conforme a deposição acontece e a altura do depósito aumenta, ou seja, quando ocorre a diminuição na distância axial de voo das partículas, entre o ponto de atomização e a superfície da pré-forma. Para o início do processo de conformação por *spray*, o material depositado é resfriado de forma eficiente pelo substrato que se encontra em uma temperatura menor. Conforme a deposição continua, a temperatura do substrato aumenta e a espessura da camada depositada aumenta ocasionando um resfriamento menos eficiente do metal que impacta nesta (GRANT, 1995, p. 526).

Deste modo, o processo de convecção na parte superior da pré-forma se torna o mecanismo de transferência de calor dominante e a temperatura nesta tende ao valor da temperatura de deposição (GRANT, 1995, p. 527).

Como na metalurgia do pó, a técnica de conformação por *spray* afeta diretamente na microestrutura, evita a macro segregação e a formação de fases frágeis. No caso das ligas Al-Zn-Mg e Al-Zn-Mg-Cu, a presença de muitos elementos leva a um problema de segregação desses elementos para os contornos de grãos, tornando cada vez mais complexa sua obtenção por processos convencionais de fundição. Por isso que a conformação por *spray* surge como alternativa para produzir ligas de alumínio, sendo amplamente utilizada para essas (CHEN *et al.*, 2016; MAZZER *et al.*, 2013; WANG *et al.*, 2018, p. 131).

Ao unir atomização de metal líquido com sua deposição em uma única operação, é possível fabricar materiais de alta performance, com grãos equiaxiais finos, que “possuem aproximadamente a mesma dimensão em todas direções (CALLISTER; RETHWISCH, 2014, p. 216)”, fases secundárias refinadas e microestrutura homogênea, além de reduzir os passos seguintes que seriam necessários para acabamento superficial, ou seja, a *near net shape* é uma característica desejável obtida através da conformação por *spray* (CAO *et al.*, 2015, p. 90; WANG *et al.*, 2018, p. 131).

O tamanho de grão das ligas conformadas por *spray* relaciona-se com a pressão aplicada pelo gás de atomização. Quando no processo são aplicadas pressões mais elevadas, a remoção do calor das gotículas aumenta e estas adquirem maior impulso ao colidirem com o substrato, o que ocasiona menor tamanho de grão. Nos contornos de grãos, assim como na matriz, são encontrados precipitados imperceptíveis e pouca macro segregação devido às altas taxas de solidificação impostas (CHEN *et al.*, 2016, p. 805-806).

O tamanho de grão pode variar em relação a espessura, ou seja, da base para o topo do depósito e também radialmente, do centro para a extremidade. Grãos refinados são esperados na extremidade do depósito, pois as gotículas que chegam nesta são provenientes da borda do cone de *spray* formado na atomização, por isso apresentam maior fração sólida e temperatura menor que as que se depositam na região central do substrato (PEDROSA, V. M. *et al.*, 2014).

Em relação a espessura, o tamanho de grão é menor para a base do depósito em comparação a região superior, pois no início da deposição as gotículas são submetidas a elevadas taxas de resfriamento impostas pelo substrato, que se encontra em temperatura menor. Conforme a deposição prossegue, a temperatura do depósito aumenta e a taxa de resfriamento é reduzida, pois o substrato não é capaz de retirar calor da mesma forma quando no início do processo, resultando em grãos mais grosseiros (PEDROSA, V. M. *et al.*, 2014).

No entanto, a principal desvantagem da técnica é que a porosidade sempre estará presente e causa perdas de propriedades mecânicas, como a ductilidade e rigidez. Para contornar esse problema normalmente são utilizados processos adicionais, como extrusão, laminação ou prensagem isostática a quente, atingindo assim uma maior densificação (CAO *et al.*, 2015, p. 90). Como é inerente ao processo, é considerada o principal critério para se classificar a qualidade de uma liga produzida por deposição. (MEYER *et al.*, 2013, p. 2)

Podem ser classificadas em dois tipos principais: porosidade fria e porosidade quente. A primeira, também chamada de intersticial, ocorre, pois, as partículas na camada depositada não conseguem espalhar-se totalmente, gerando uma quantidade considerável de interstícios; estes não são preenchidos pois as gotículas seguintes possuem pouca fração líquida disponível. Por sua vez, a porosidade quente, também chamada de porosidade gasosa, é causada devido a uma maior quantidade de fase líquida na camada depositada. As partículas colidem nesta camada e aprisionam o gás, que não se dissolve nem se difunde para o exterior. A fração líquida das gotículas e camada depositada é determinada pelas condições de pulverização frias ou quentes. Um terceiro tipo de porosidade causado pela contração do metal pode ocorrer, porém normalmente coexiste com a porosidade quente, sendo difícil diferenciá-las, portanto são tratadas como apenas uma (CAO *et al.*, 2015, p. 89; MEYER *et al.*, 2013, p. 2).

Como a porosidade é dependente das condições térmicas em que se encontram as gotículas e a camada depositada, alguns parâmetros podem ser usados para classificar se as condições são frias ou quentes, como a EGR (*enthalpy flow-to-gas flow ratio*, sigla em inglês) (ELLENDT *et al.*, 2010, p. 534). Esta é usada para comparar diferentes experimentos e relaciona-se com a GMR (*gas-to-melt-ratio*, sigla em inglês para razão gás e metal fundido) segundo a equação 1 abaixo:

$$EGR = \frac{H_{fundido} - H_{solidus}}{GMR} \quad (1)$$

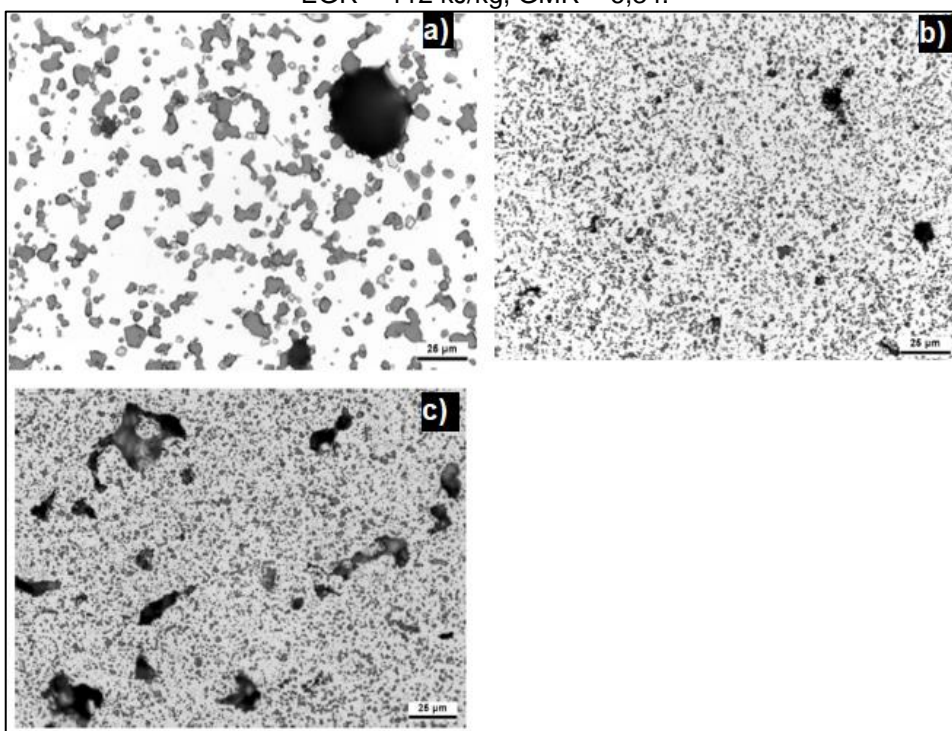
Na qual  $H_{fundido}$  e  $H_{solidus}$  são, respectivamente, as entalpias específicas do metal fundido e na temperatura *solidus* (ELLENDT *et al.*, 2010, p. 534).

A EGR descreve o quanto de entalpia que o fluxo do gás de atomização precisa retirar a fim de resfriar o material até sua temperatura *solidus*. Portanto, pequenos valores indicam condições frias enquanto em condições quentes o valor é maior, pois uma maior quantidade de calor é retirada para se atingir a temperatura *solidus* (ELLENDT *et al.*, 2010, p. 534-535).

O formato dos poros também se altera conforme as condições térmicas do processo. Um formato circular é obtido quando a taxa de transferência de entalpia ao gás é maior, que conforme esta diminui o tipo de porosidade se altera de porosidade quente a porosidade fria, ocasionando poros de formatos irregulares (ELLENDT *et al.*, 2010, p. 535).

É possível observar na Figura 6 abaixo, como o tipo e o formato dos poros se alteram conforme diminui a EGR, ou seja, quando em condições frias, assim como a quantidade de porosidade presentes.

**Figura 6** – Influência dos parâmetros EGR e GMR no formato dos poros, sendo iguais (a) EGR = 228 kJ/kg, GMR = 3,09; (b) EGR = 132 kJ/kg, GMR = 5,43; (c) EGR = 112 kJ/kg, GMR = 6,34.



Fonte: ELLENDT *et al.*, 2010, p.535 (modificada).

## 5 MATERIAIS E MÉTODOS

Para o presente trabalho foram utilizados os materiais listados segundo a metodologia a seguir.

### 5.1 MATERIAIS UTILIZADOS

- Duas amostras retiradas de regiões diferentes da liga Al-Zn-Mg-Si-Cu produzida previamente por Brondino (2018) através da conformação por spray utilizando os seguintes parâmetros:
  - a) Distância de voo das partículas, entre o atomizador e o substrato, de 40 mm;
  - b) Substrato de cobre de 360 mm de diâmetro e 25 mm de espessura, com rotação controlada entre 5 a 7 rpm para a deposição do metal pulverizado;
  - c) Pressão de atomização do N<sub>2</sub> mantida em 5 bar (0,5 MPa);
  - d) Tubo descendente (bocal) de quartzo com 6,0 mm de diâmetro;
  - e) Temperatura de vazamento em torno de 750 a 800°C, em função das adições dos elementos de liga.
  
- Lixas d'água mesh 120, 220, 400, 600 e 1200;
- Politriz modelo PLF da FORTEL;
- Alumina em suspensão 1 µm para polimento;
- Agente químico Keller constituído por HF (2 mL), HCl (3 mL), HNO<sub>3</sub> (5 mL) e H<sub>2</sub>O (190 mL);

- Microscópio óptico da marca ZEISS acoplado de uma câmera digital AxioCam ERc 5s, apresentado na Figura 7;

**Figura 7** – Microscópio óptico da marca ZEISS acoplado de uma câmera digital AxioCam ERc 5s localizado na UTFPR em Londrina.

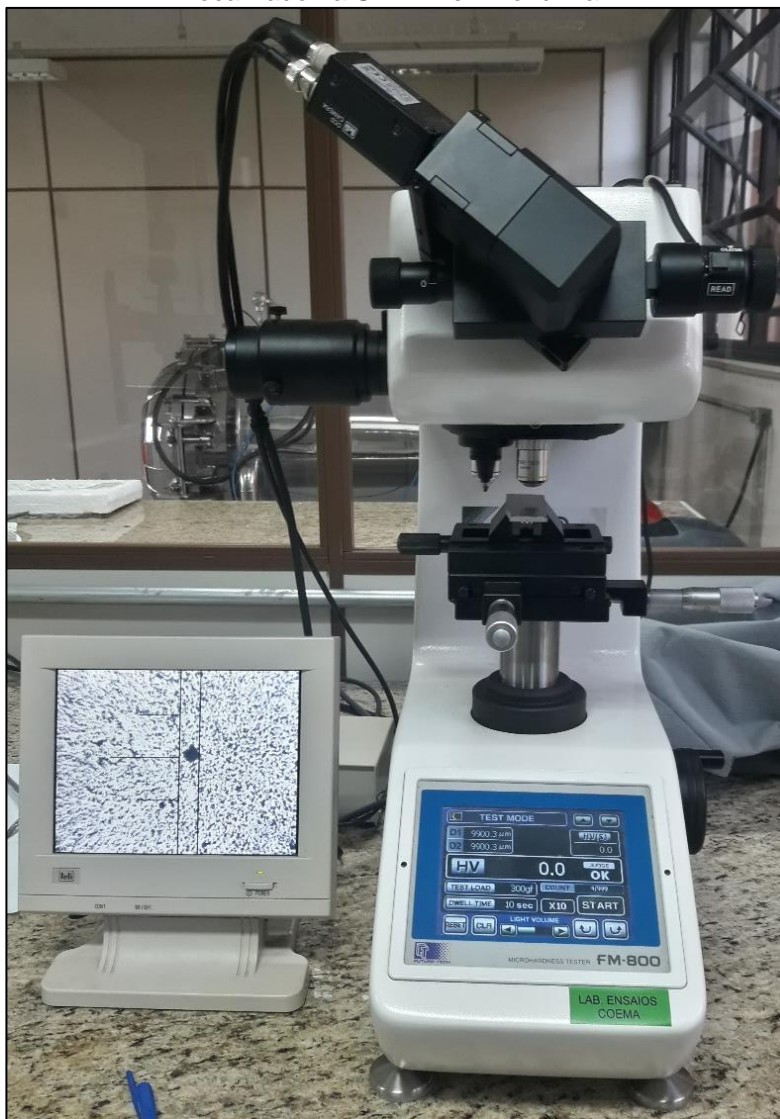


**Fonte:** Elaborada pela autora.



- Microdurômetro FM – 800 da FUTURE TECH, apresentado na Figura 8;

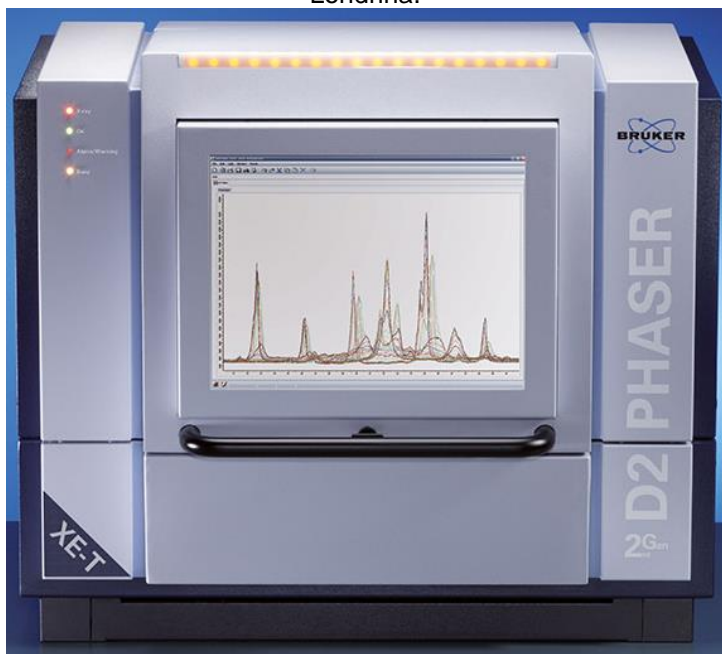
**Figura 8** – Microdurômetro FM – 800 da FUTURE TECH, localizado na UTFPR em Londrina.



Fonte: Elaborada pela autora.

- Difratorômetro de Raios X modelo D2 PHASER da BRUKER, apresentado na Figura 9.

**Figura 9** – Difratorômetro de Raios X modelo D2 PHASER da BRUKER, semelhante ao localizado na UTFPR em Londrina.



Fonte: BRUKER, 2019.

## 5.2 METODOLOGIA APLICADA

Esta pesquisa foi realizada nas dependências da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR), Campus Londrina, nos seguintes laboratórios: laboratório de Apoio e Preparação – B003, de Análise de Materiais – B004 e de Ensaio de Materiais – B006; localizados no bloco B e no laboratório Multiusuário – A304; localizado no bloco A.

Foram fornecidas a autora duas amostras provenientes da liga Al-Zn-Mg-Si-Cu produzida por conformação por *spray* por Brondino (2018), cuja composição química se encontra na Tabela 1. Essas foram retiradas de diferentes locais do depósito e uma delas foi analisada para a MO e microdureza, e a outra para a DRX.

**Tabela 1** – Composição da liga Al-Zn-Mg-Si-Cu produzida por conformação por *spray*.

Composição química					
Zinco	Magnésio	Silício	Cobre	Ferro	Alumínio
5 a 6%	9 a 10%	3 a 4%	1,5 a 2,5%	0,25% Máx.	Balanço

Fonte: BRONDINO, 2018.

A primeira amostra foi estudada no seu estado como depositada e tendo 5 mm de espessura consistindo em uma fatia do disco depositado, representando a parte central do depósito, correspondendo ao raio e espessura do disco depositado, delimitado entre a extremidade e a o centro do disco depositado, como mostram as Figuras 10 e 11.

**Figura 10** – Amostra da liga Al-Zn-Mg-Si-Cu no seu estado como depositada usada para análises de microscopia óptica e microdureza.



Fonte: Elaborada pela autora.

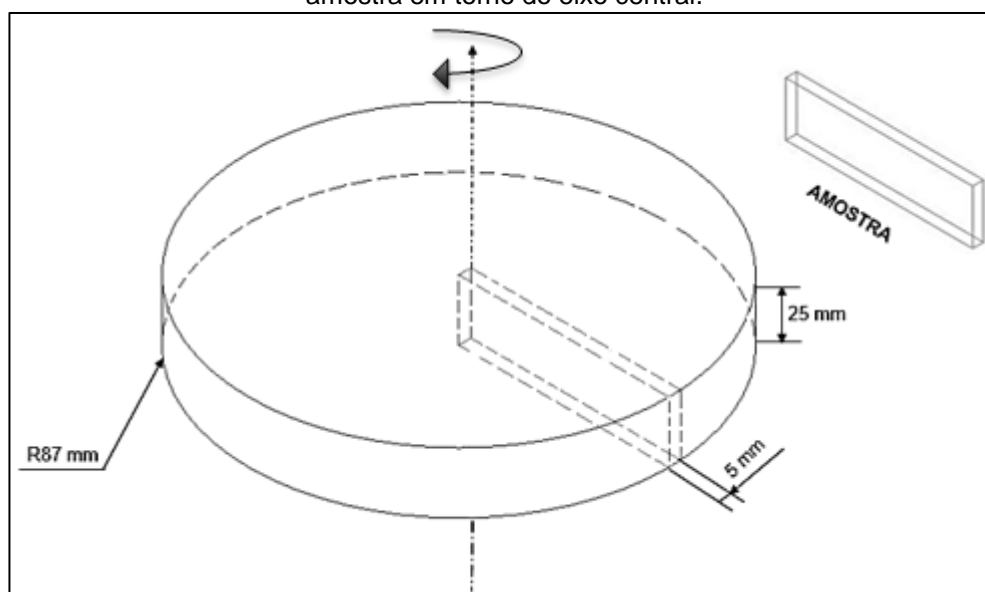
**Figura 11** – Detalhe de quatro depósitos obtidos por conformação por *spray*. Dois deles estão usinados parcialmente.



Fonte: BRONDINO, 2018

A amostra presente na Figura 10 foi retirada de um disco como os da Figura 11, a escolha desta amostra foi aleatória, ou seja, não se sabe em qual localização do disco ela foi retirada, no entanto, por se tratar de uma região que se inicia no centro do disco e tem sua extensão igual ao raio do depósito, é uma região importante, pois a partir da revolução desta em torno do eixo central é obtido o disco originário, como observado na Figura 12. Isso implica que os dados levantados neste trabalho podem ser considerados representativos do todo.

**Figura 12** – Esquema representando o disco formado a partir da revolução da amostra em torno do eixo central.



Fonte: Elaborada pela autora

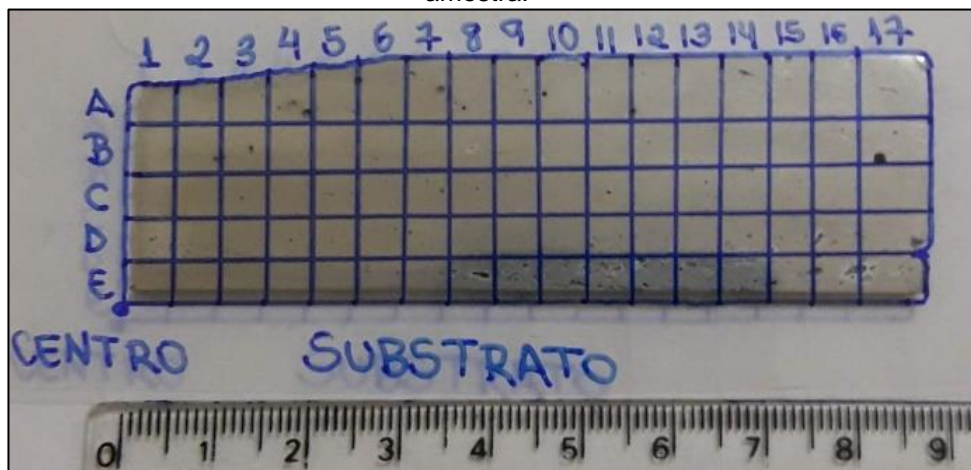
A superfície em análise foi submetida a preparação metalográfica, na qual foi lixada com lixas d'água *mesh* 120, 220, 400, 600 e 1200 e polida em uma politriz modelo PLF da FORTEL usando alumina em suspensão 1  $\mu\text{m}$ , a Figura 10 acima apresenta a amostra após estes procedimentos. Esses foram repetidos entre os ensaios, sendo o primeiro deles, a MO sem ataque químico, no qual a amostra foi levada ao microscópio óptico e analisada.

O ataque químico foi realizado usando o agente Keller, constituído por HF (2 mL); HCl (3 mL); HNO<sub>3</sub> (5 mL) e H<sub>2</sub>O (190 mL), sobre a superfície da amostra durante 15 segundos, rapidamente lavada com acetona e seca por uma corrente de ar, e, em seguida, foram feitas as micrografias ópticas após ataque.

Para analisar a evolução da microestrutura sob o microscópio óptico da ZEISS, acoplado com uma câmera digital AxioCam ERc 5s, a amostra foi analisada

seguindo um mapeamento, a partir de uma folha de acrílico, sobreposta a superfície, que foi dividida em 5 linhas, denominadas de A até E, e 17 colunas, numeradas de 1 a 17, ambas espaçadas de  $(5,0 \pm 0,4)$  mm, como mostrado na Figura 13.

**Figura 13** – Mapeamento, linhas e colunas, em folha de acrílico sobreposta a amostra.



Fonte: Elaborada pela autora.

As colunas e as linhas do mapeamento foram analisadas a fim de prever o comportamento da solidificação e formação da microestrutura do depósito e relacioná-los com os parâmetros do processo. As linhas foram divididas de modo que a linha A representa a última camada depositada, a região superior, e a linha E representa a primeira, a base do depósito. Somente as colunas ímpares foram ensaiadas, sendo possível dividir as colunas 1,3 e 5 como representantes da extremidade próxima ao centro do depósito, as 7, 9 e 11 representando o meio da amostra e as colunas 13, 15 e 17 referentes a extremidade do depósito.

Foram obtidas três fotomicrografias antes e depois do ataque para cada quadrante do mapeamento, possuindo um aumento de 100x, e cinco fotomicrografias em uma coluna representativas de cada linha do mapeamento, possuindo um aumento de 200x, sendo a lente ocular de 10x e a objetiva de 10x e 20x, respectivamente. As fotomicrografias foram nomeadas conforme o quadrante do mapeamento, por exemplo, uma fotomicrografia denominada 3E se encontra no quadrante referente a coluna 3 e linha E, a fotomicrografia denominada 7A se encontra no quadrante referente a coluna 7 e linha A e assim por diante.

Estas imagens foram tratadas no software de processamento digital de imagens *ImageJ* (SCHNEIDER, RASBAND, ELICEIRI, 2012) e, através de análises quantitativas e qualitativas, com o auxílio da microscopia quantitativa e Estatística,

obteve-se informações a respeito à fração volumétrica e distribuição das fases secundárias e à distribuição da porosidade e formato dos poros, segundo a equação 2 abaixo:

$$\% \text{ microconstituente} = \frac{\sum V_m}{V_t} = \frac{\sum A_m}{A_t} \quad (2)$$

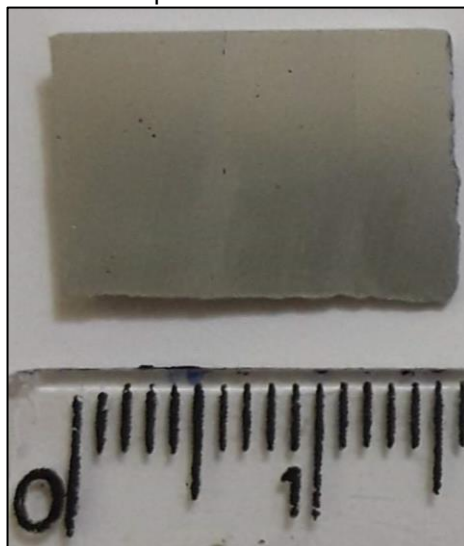
Na qual, o microconstituente pode ser uma fase secundária ou um poro,  $V_m$  é o volume de um dos microconstituintes,  $V_t$  é o volume total,  $A_m$  é a área de um dos microconstituintes e  $A_t$  é a área total (HAYNES, 1984, p.88-89). E, também, foram levantadas informações quanto ao tamanho de grão, segundo a norma ABNT NBR 11568: Materiais metálicos — Determinação do tamanho de grão (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2016) usando o método dos interceptos.

Quanto às propriedades mecânicas, utilizando um microdurômetro FM – 800 da FUTURE TECH, caracterizou-se a liga de alumínio quanto sua microdureza Vickers utilizando uma carga de 300 gf ( $HV_{0,3}$ ) durante 10 segundos, conforme o mesmo mapeamento feito para a microestrutura, apresentado na Figura 13.

Para identificar as fases presentes, a segunda amostra, Figura 14, com espessura menor que 2 mm e dimensões 15 x 10 mm foi lixada como na preparação metalográfica, a fim de planificar a superfície, e submetida à técnica DRX em um difratômetro modelo D2 PHASER da BRUKER que possui como fonte de Raios X um tubo com ânodo de cobre com linha de emissão característica de 0,154 nm ( $\text{Cu-K}\alpha_1$ ) e potência máxima de 300W (30 kV x 10 mA) (LABORATÓRIO MULTIUSUÁRIO, 2019), sob um ângulo de incidência variando de 5° até 90° com incremento angular padrão de 0,03° por segundo, fornecendo um difratograma analisado utilizando a base de dados do *software QualX* (ALTOMARE *et al.*, 2015).

A Figura 14 abaixo apresenta a amostra da liga Al-Zn-Mg-Si-Cu usada na análise de difração de raios X.

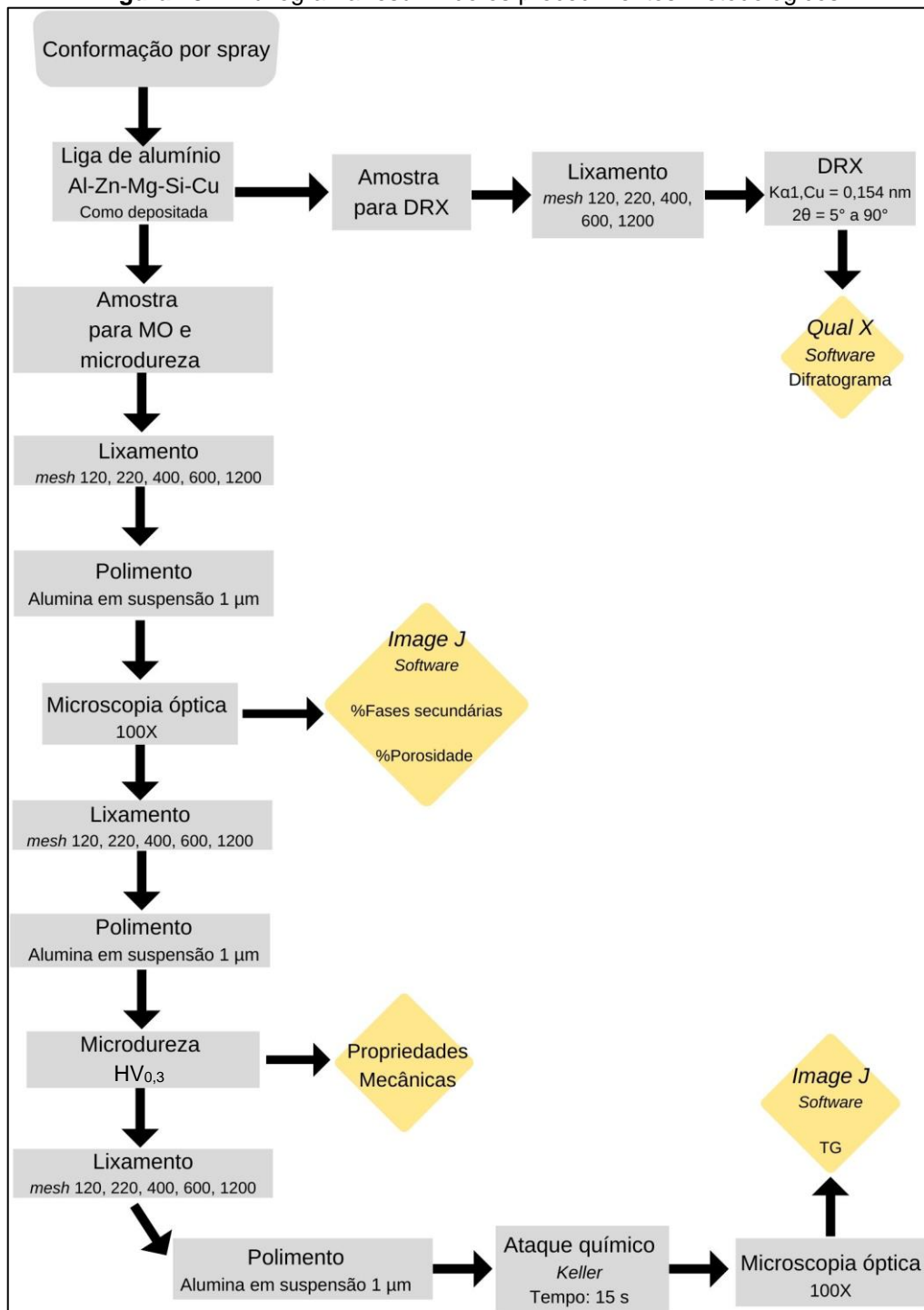
**Figura 14** – Amostra da liga Al-Zn-Mg-Si-Cu, dimensões 15 x 10 mm, usada para análise de DRX.



**Fonte:** Elaborada pela autora.

Na Figura 15 abaixo está representado um fluxograma das etapas referentes à metodologia aplicada nesta pesquisa:

**Figura 15** – Fluxograma resumindo os procedimentos metodológicos.



Fonte: Elaborado pela autora.

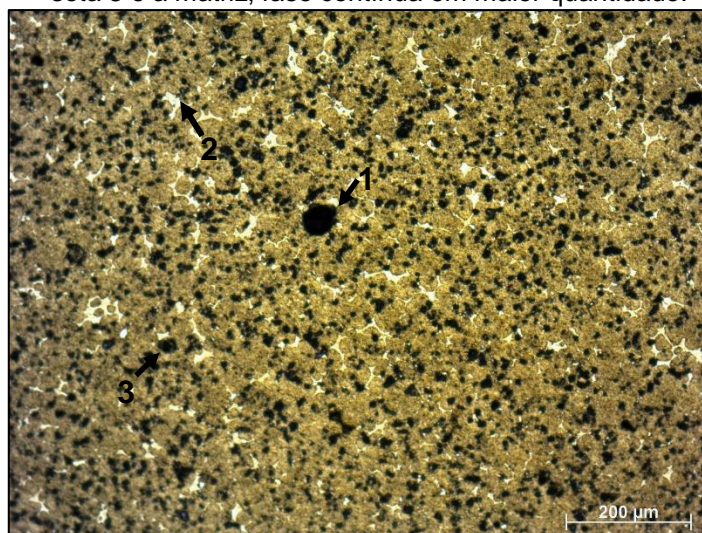


## 6 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Fases precipitadas foram observadas através do microscópio óptico e são encontradas na matriz e nos contornos de grão e próximos a eles, sendo três fases distintas: uma fase escura, uma clara e a matriz.

Estas fases estão apresentadas na Figura 16, nesta fotomicrografia, está representada uma região superior da amostra (7A) e é possível observar a presença de um poro, indicado pela seta 1, a fase clara, seta 2, a fase escura, indicada pela seta 3, e a matriz, fase contínua em maior quantidade.

**Figura 16** – Fotomicrografia de uma região superior da amostra apresentando um poro, seta 1, a fase clara, seta 2, a fase escura, seta 3 e a matriz, fase contínua em maior quantidade.



Fonte: Elaborada pela autora.

A fase clara é uma fase contínua distribuída entre os grãos da matriz, representa em média ( $6,29 \pm 3,04$ ) %, sendo sua porcentagem conforme cada quadrante e as respectivas médias organizadas na Tabela 2.

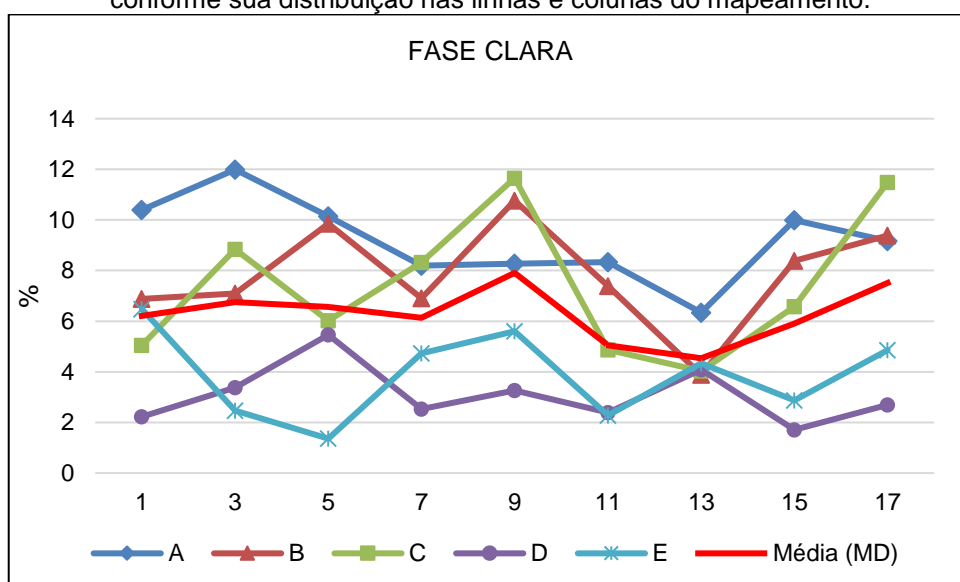
**Tabela 2** – Distribuição de fase clara conforme quadrantes selecionados.

(%)	1	3	5	7	9	11	13	15	17	MÉDIA
<b>A</b>	10,40	11,99	10,14	8,19	8,27	8,34	6,34	9,99	9,17	9,20
<b>B</b>	6,88	7,10	9,85	6,90	10,76	7,38	3,88	8,38	9,39	7,84
<b>C</b>	5,05	8,84	6,02	8,32	11,65	4,87	4,03	6,57	11,48	7,43
<b>D</b>	2,23	3,38	5,46	2,53	3,26	2,39	4,09	1,71	2,69	3,08
<b>E</b>	6,48	2,47	1,36	4,73	5,60	2,27	4,34	2,87	4,86	3,89
<b>MÉDIA</b>	6,21	6,76	6,57	6,13	7,91	5,05	4,54	5,90	7,52	6,29

Fonte: Elaborada pela autora.

É possível observar, pelo gráfico da porcentagem de fase clara conforme as linhas e colunas do mapeamento na Figura 17, que nas regiões A, B e C da amostra o seu teor é mais elevado quando comparado com as regiões D e E, mais próximas ao substrato, o que indica uma leve segregação da fase clara durante a solidificação. Sendo assim, é possível observar na Figura 18, nas três camadas superiores A, B e C o teor da fase clara é maior e de fácil observação, diminuindo muito para a camada D, quase imperceptível, e novamente aumentando na camada E, mas ainda sim menor que as camadas superiores.

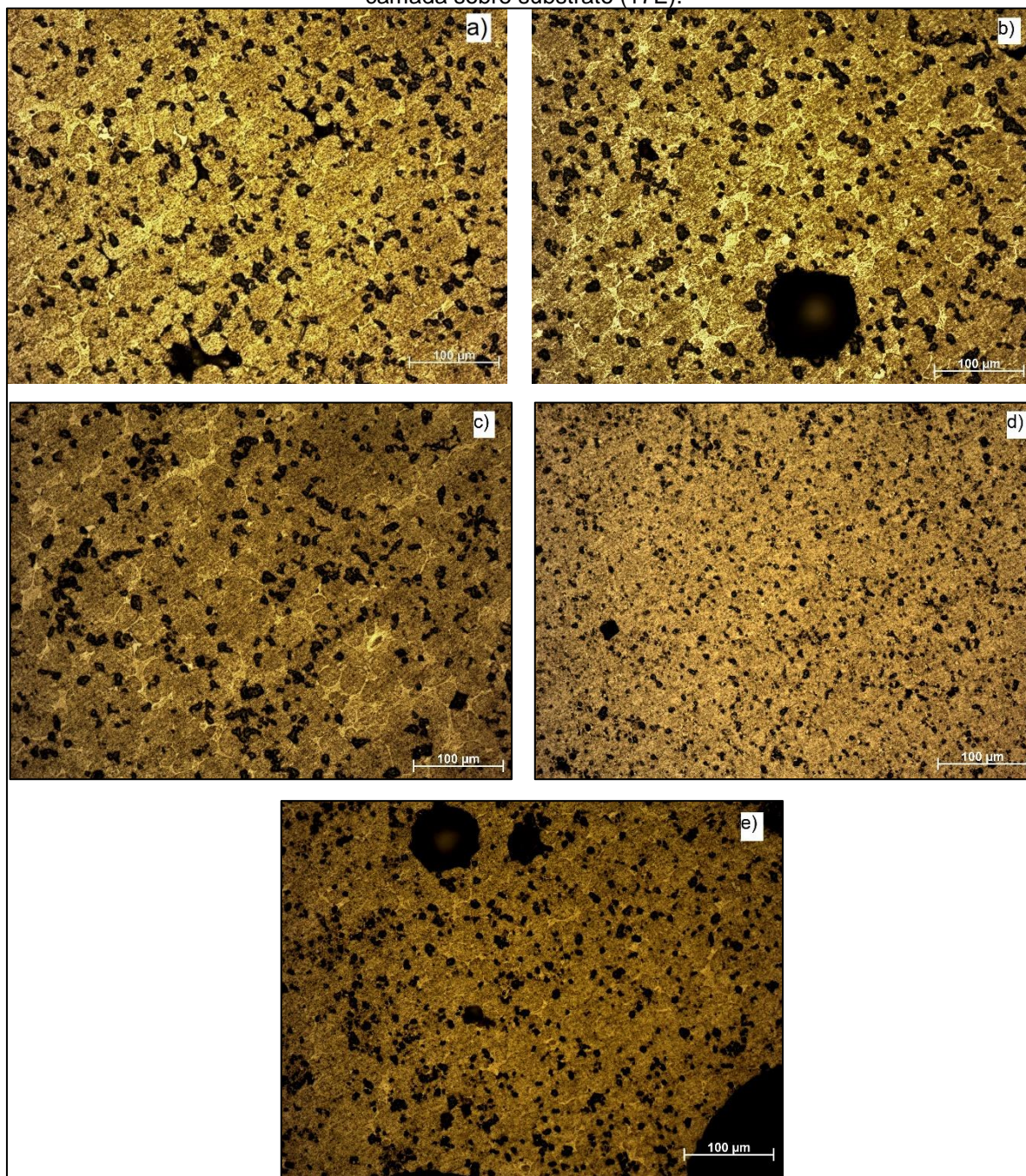
**Figura 17** – Gráfico representado o teor de fase clara presente na amostra conforme sua distribuição nas linhas e colunas do mapeamento.



Fonte: Elaborada pela autora.

As fotomicrografias, presentes na Figura 18, foram tiradas usando um aumento de 200x para fornecer dados representativos para cada linha do mapeamento, pode observar nelas como o teor de fase clara e a morfologia de fases se alteram conforme as camadas depositadas.

**Figura 18** – Fotomicrografias realizadas com maior aumento representativas da microestrutura da liga conforme as camadas depositadas, sendo a) topo do depósito (17A); b) 17B; c) 17C; d) 17D; e) camada sobre substrato (17E).



Fonte: Elaborada pela autora.

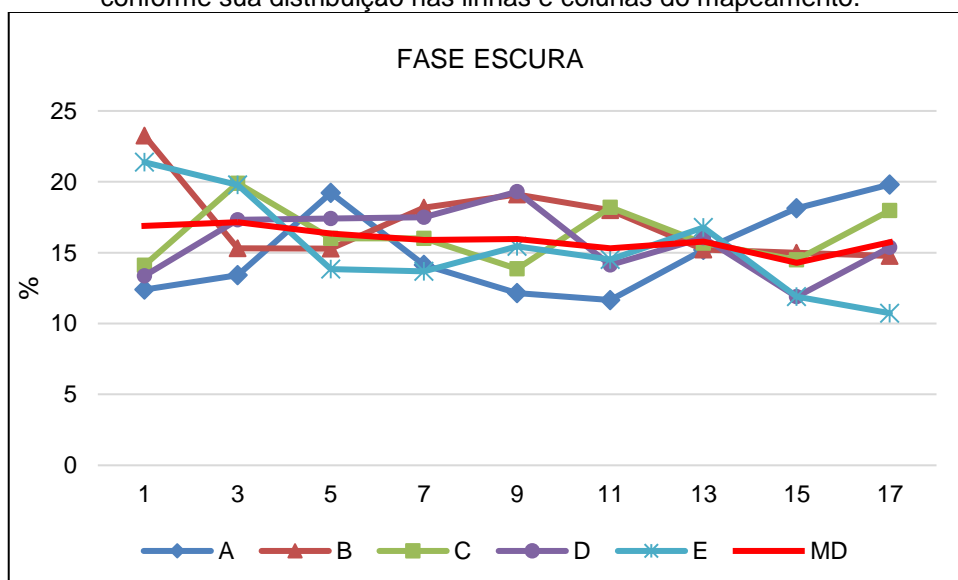
A fase escura apresenta morfologia esferoidal e se encontra distribuída homogeneamente em toda matriz, nos contornos de grãos e no interior deles, representa em média ( $15,93 \pm 2,79$ ) % da amostra, sendo sua porcentagem conforme cada quadrante e suas respectivas médias organizadas na Tabela 3 e no gráfico presente na Figura 19. A fração encontrada da fase escura é maior e apresenta pouca variação em relação a fase clara, indicando que sua solidificação ocorreu primeiro e de forma mais bem distribuída na amostra.

**Tabela 3 – Distribuição de fase escura conforme quadrantes selecionados.**

(%)	1	3	5	7	9	11	13	15	17	MÉDIA
<b>A</b>	12,39	13,42	19,21	14,13	12,14	11,66	15,19	18,14	19,81	15,12
<b>B</b>	23,25	15,31	15,28	18,17	19,11	17,99	15,23	14,99	14,77	17,12
<b>C</b>	14,11	19,90	16,01	16,01	13,86	18,19	15,66	14,50	17,98	16,25
<b>D</b>	13,37	17,33	17,42	17,49	19,30	14,14	16,05	11,89	15,38	15,82
<b>E</b>	21,38	19,79	13,84	13,68	15,45	14,53	16,77	11,91	10,73	15,34
<b>MÉDIA</b>	16,90	17,15	16,35	15,90	15,97	15,30	15,78	14,29	15,73	15,93

Fonte: Elaborada pela autora.

**Figura 19 – Gráfico representado o teor de fase escura presente na amostra conforme sua distribuição nas linhas e colunas do mapeamento.**

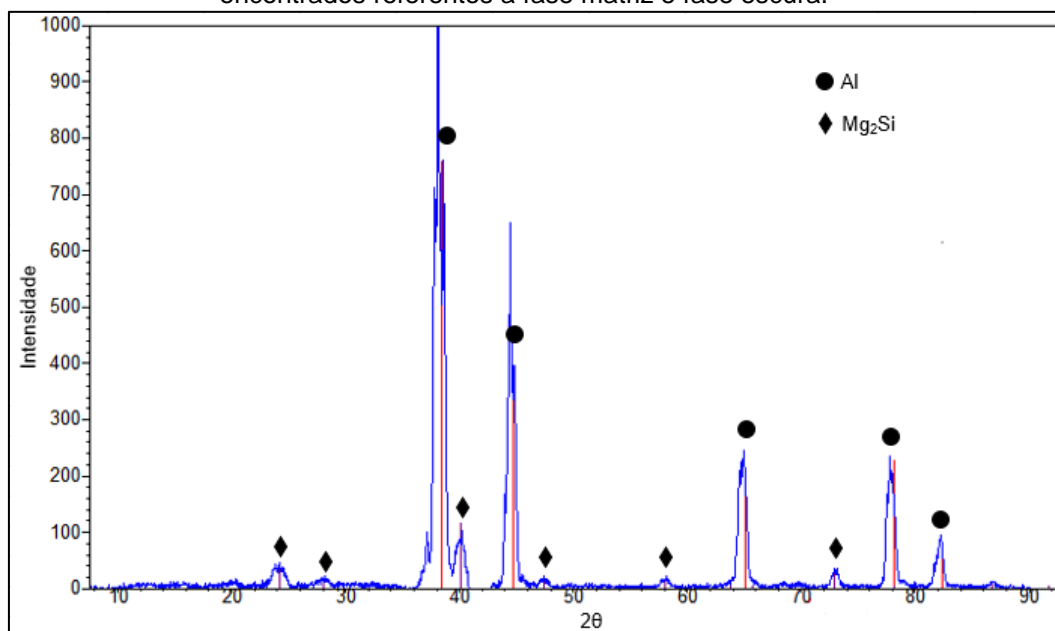


Fonte: Elaborada pela autora.

Através do mapeamento dos elementos por Raios X por EDS da mesma liga da amostra no seu estado como solubilizada associada com o MEV presentes na Figura 2 e 3 (BRONDINO, 2018), verificou-se que a fase clara entre os grãos pode ser constituída de magnésio, zinco e cobre e a fase escura dispersa nos contornos e no interior deles pode ser constituída de magnésio e silício.

O resultado do mapeamento por EDS para a presença de uma fase contendo magnésio e silício,  $Mg_2Si$ , e alumínio foi confirmado através do difratograma obtido apresentado na Figura 20. No entanto, não conseguiu identificar picos característicos de uma fase contendo Mg, Zn e Cu, que pode ser devido ao fato de que a fase entre os contornos possui concentração média baixa em comparação a outras fases, em torno de 60% menor que a fase  $Mg_2Si$ , e se encontra bem dispersa na matriz, portanto, a intensidade do pico é pequena e não foi detectada. Outro fator que pode ser considerado é devido ao EDS ser da mesma liga, no entanto solubilizada, também pode ter influenciado na não identificação da fase  $MgZnCu$  no difratograma obtido para a liga no seu estado com depositada, uma vez que a fase  $Mg_2Si$  é insolúvel e por isso foram encontrados picos em ambas análises.

**Figura 20** – Difratograma da liga no estado como depositada apresentando os picos encontrados referentes a fase matriz e fase escura.



Fonte: Elaborada pela autora.

Para a presente pesquisa, o tamanho das fases foi analisado qualitativamente através das fotomicrografias, o que permitiu o levantamento de considerações válidas ao objetivo geral do trabalho. Foi observado que a morfologia das fases precipitadas se altera conforme as camadas depositadas, se tornando mais refinada à medida que se aproxima do substrato.

A partir das microscopias ópticas utilizando um aumento de 200x para cada uma das linhas do mapeamento foi possível fornecer dados representativos para a morfologia de fases. As fotomicrografias representadas na Figura 18, apresentada

anteriormente, evidenciam o refinamento das fases clara e escura, principalmente a diferença entre uma fotomicrografia de uma região superior, Figura 18a, em que as fases possuem morfologia mais grosseira, e uma região mais próxima ao substrato, a Figura 18d, na qual a fase escura possui morfologia mais fina e a fase clara está quase imperceptível, pois além de reduzir o tamanho, sua concentração também é menor.

Quanto a porosidade da amostra seu valor médio é igual a  $(3,11 \pm 6,41)$  %, a Tabela 4 abaixo apresenta os dados obtidos para cada quadrante, de modo que poucos poros são observados para a maioria das regiões da amostra.

**Tabela 4 –** Teor de poros obtidos para os quadrantes selecionados.

(%)	1	3	5	7	9	11	13	15	17	MÉDIA
A	0,14	0,24	5,01	0,08	0,35	1,26	0,29	0	0	0,82
B	0,07	0,16	0,32	0,70	0,85	0,03	0	0	2,22	0,48
C	0,19	4,74	1,90	0,68	0,16	0,16	0,04	0,82	0	0,97
D	2,36	1,21	0,92	1,78	0,20	0,08	0,68	1,21	0,57	1,00
E	10,12	8,48	2,07	5,16	4,05	13,44	13,57	35,31	18,36	12,28
<b>MÉDIA</b>	2,58	2,97	2,04	1,68	1,12	2,99	2,92	7,47	4,23	3,11

Fonte: Elaborada pela autora.

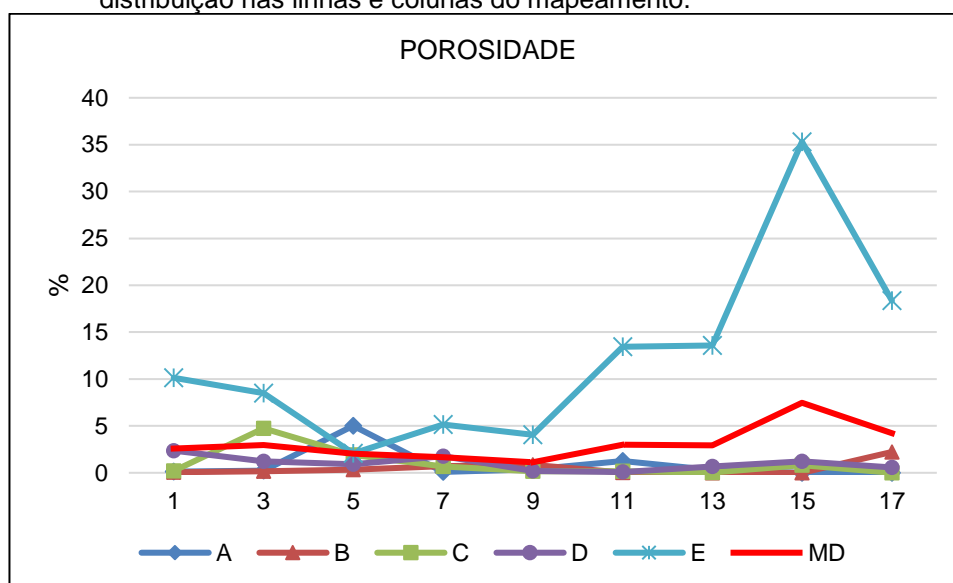
No entanto, na camada em contato com o substrato, que coincide com a linha E do mapeamento, a porosidade atingiu um valor médio de  $(12,28 \pm 10,08)$  %, a presença de maior quantidade de poros nesta região da amostra é explicada pelo seu mecanismo de formação do tipo porosidade fria, pois devido a menor temperatura da camada depositada esta resfria rapidamente as gotículas sem que elas tenham tempo hábil para se espalharem e formarem um depósito coeso, o que origina interstícios. As próximas gotículas que chegam estão no estado sólido ou com fração sólida elevada e, portanto, apresentam fração líquida insuficiente para preencher os interstícios restantes, gerando poros devido à falta de preenchimento.

Conforme a deposição continua, a distância entre o depósito e o ponto de atomização diminui, logo as gotículas começam a impactar na camada depositada com maior calor armazenado, o que faz com que a temperatura aumente e a porosidade diminua, embora alguma ainda possa estar presente. Como é possível observar no gráfico presente na Figura 20, nas regiões superior e central (linhas A até D) a porosidade atingiu valores abaixo de 1%, apresentando um teor médio de  $(0,82 \pm 1,19)$  %. O mecanismo de formação é do tipo porosidade quente, ou seja, estes poros restantes são resultados do aprisionamento das moléculas de gás entre a

camada depositada e as gotículas que impactam nesta, ambas agora com maior fração líquida devido às condições térmicas do processo.

O gráfico na Figura 21 abaixo apresenta os dados do teor de porosidade para as linhas e colunas do mapeamento, no qual observa-se para as linhas a tendência de diminuição de porosidade média conforme a deposição acontece, desde o substrato até a última camada depositada.

**Figura 21** – Gráfico representando o teor de porosidade conforme sua distribuição nas linhas e colunas do mapeamento.



Fonte: Elaborada pela autora.

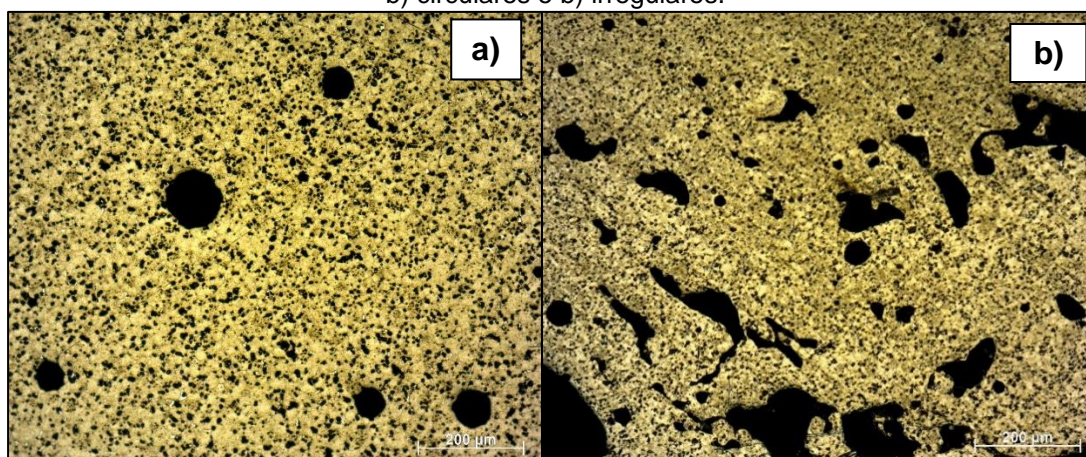
Quando analisada a evolução da porosidade nas colunas, foram observados maiores teores de porosidade na extremidade do depósito, como é possível observar na Tabela 4, atingindo valores iguais a 7,47% e 4,23%. Esta porosidade fria é decorrente de uma maior distância percorrida pelas gotículas, o que possibilita que estas percam parte do seu calor armazenado, durante o percurso até a camada depositada, fazendo com que esta também se encontre sob condições de *spray* frias, o que auxilia no mecanismo de formação destes poros, processo como o que ocorre na base do tarugo.

A morfologia dos poros também se altera conforme a altura do depósito aumenta, foram observados na região próxima ao substrato (linha E) dois formatos de poros circular e irregular, enquanto que, conforme a deposição prossegue, somente os poros circulares podem ser encontrados. Posto isso, a porosidade quente pode ser caracterizada como circular devido ao aprisionamento do gás de atomização entre as

camadas depositadas e a porosidade fria como irregular devido à falta de preenchimento dos interstícios entre as partículas solidificadas no depósito.

Na Figura 22 abaixo é possível observar estas diferenças, a Figura 21a representa uma fotomicrografia (linha D; coluna 3 (3D)), na qual observa-se apenas poros circulares, enquanto a Figura 21b representa a linha logo abaixo (linha E; coluna 3 (3E)), sendo possível observar os dois formatos, circulares e irregulares.

**Figura 22** – Fotomicrografias representando os dois formatos de poros observados, a) e b) circulares e b) irregulares.



**Fonte:** Elaborada pela autora.

Através do balanço da porcentagem de fases e poros, o teor da matriz de alumínio foi determinado, sendo seu valor médio igual a  $(75,10 \pm 6,23) \%$ , a Tabela 5 e o gráfico da Figura 23 representam a sua distribuição conforme os quadrantes.

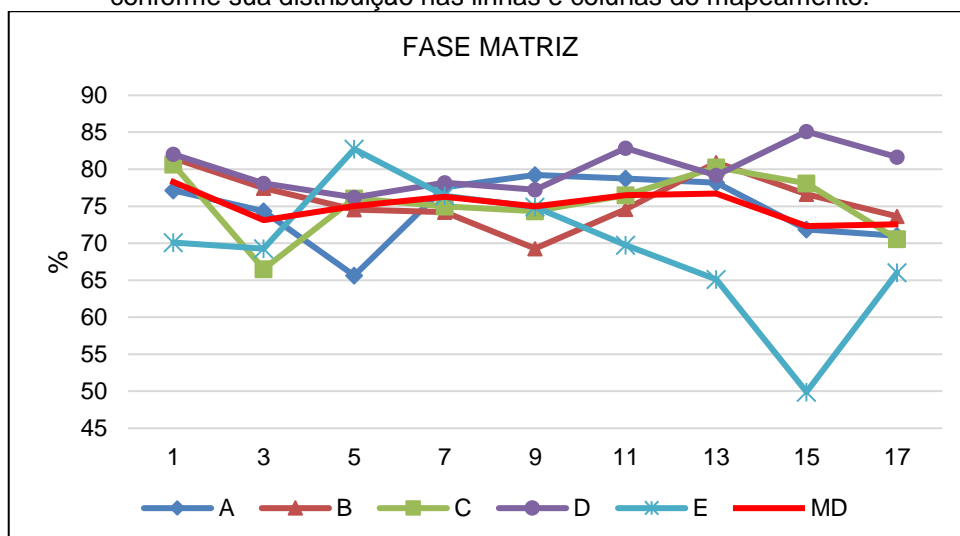
**Tabela 5** – Distribuição da fase matriz conforme quadrantes selecionados.

(%)	1	3	5	7	9	11	13	15	17	MÉDIA
<b>A</b>	77,15	74,35	65,64	77,60	79,23	78,74	78,18	71,87	71,01	74,86
<b>B</b>	81,50	77,43	74,55	74,22	69,29	74,60	80,89	76,63	73,63	75,86
<b>C</b>	80,65	66,52	76,07	74,99	74,33	76,49	80,27	78,11	70,57	75,33
<b>D</b>	82,03	78,08	76,20	78,20	77,24	82,85	79,18	85,10	81,65	80,06
<b>E</b>	70,10	69,26	82,73	76,43	74,90	69,76	65,13	49,91	66,05	69,36
<b>MÉDIA</b>	78,29	73,13	75,04	76,29	75,00	76,49	76,73	72,32	72,58	75,10

**Fonte:** Elaborada pela autora.



**Figura 23** – Gráfico representado o teor de fase matriz presente na amostra conforme sua distribuição nas linhas e colunas do mapeamento.



Fonte: Elaborada pela autora.

Os menores teores de fase matriz foram encontrados na região inferior E do depósito e na extremidade, o que pode ser explicado através da porosidade, pois a região em questão coincide com a maior concentração de poros. Por outro lado, o teor de fases secundárias claras menor para a região D pode ter influenciado a formação de maior quantidade de fase matriz. As demais regiões apresentaram valores próximos da média.

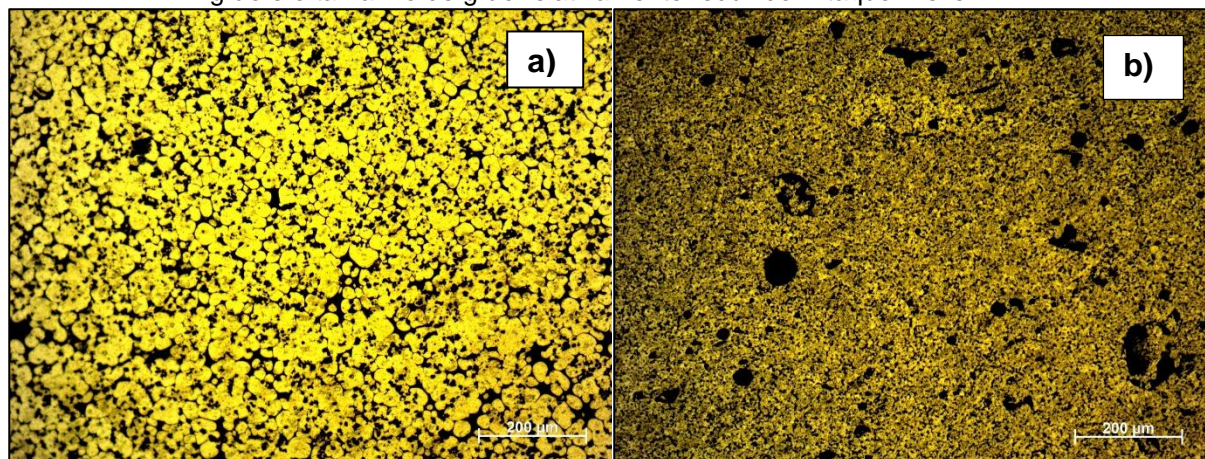
A matriz constituída de alumínio apresenta grãos equiaxiais finos, observados na Figura 24a após ataque químico com Keller, resultantes das altas taxas de resfriamento pelo processo de conformação por *spray*, cujo diâmetro médio medido para a amostra é de 34,8  $\mu\text{m}$ . A Tabela 6 apresenta os TGs em  $\mu\text{m}$  encontrados através do método dos interceptos para cada um dos quadrantes do mapeamento.

**Tabela 6** – Tamanhos de grão obtidos para os quadrantes selecionados.

( $\mu\text{m}$ )	1	3	5	7	9	11	13	15	17	MÉDIA
<b>A</b>	34,5	36,0	39,8	33,1	44,6	32,1	39,5	41,8	48,6	38,9
<b>B</b>	35,0	36,2	38,9	34,0	37,7	35,3	39,4	39,8	41,0	37,5
<b>C</b>	34,6	39,7	39,5	40,4	37,7	41,7	39,7	40,2	30,9	38,3
<b>D</b>	36,1	33,8	35,6	29,8	32,5	26,5	23,2	26,2	37,5	31,2
<b>E</b>	21,2	18,0	21,9	28,4	31,1	31,2	32,8	33,3	37,1	28,3
<b>MÉDIA</b>	32,3	32,7	35,1	33,1	36,7	33,4	34,9	36,3	39,0	34,8

Fonte: Elaborada pela autora.

**Figura 24** – Fotomicrografias após ataque químico, nas quais é possível observar os contornos de grão e o tamanho de grão relativamente reduzido. Ataque: Keller.



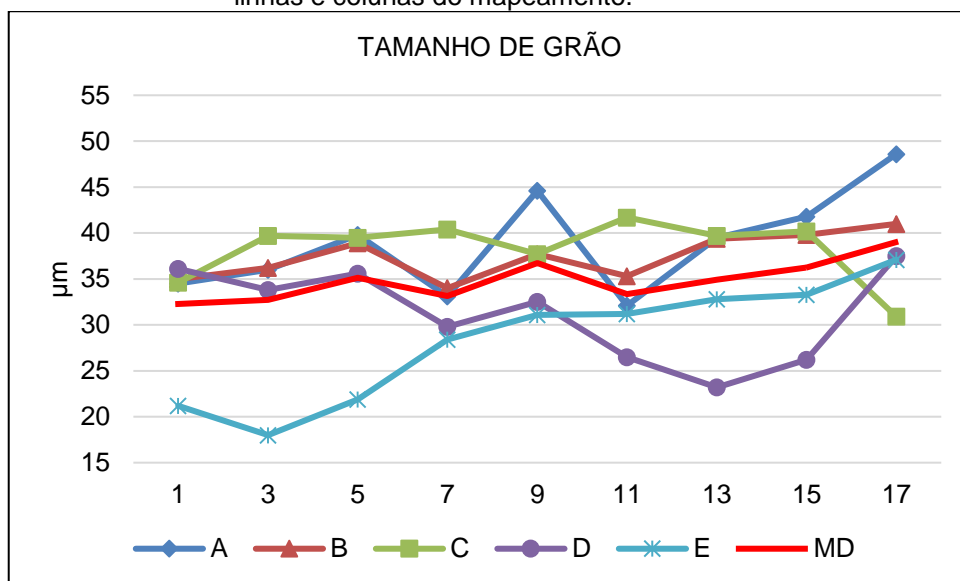
Fonte: Elaborada pela autora.

O TG em um processo de conformação por *spray* pode ser relacionado com a quantidade de calor que é retirada das gotículas que impactam no substrato ou na camada depositada, portanto depende da pressão de atomização e do mecanismo de transferência de calor predominante. A pressão de atomização para o processo utilizado nesta amostra foi mantida constante, o que faz se analisar o regime de transferência de calor relacionando com a variação da temperatura do processo à medida que a deposição ocorre.

Durante o processo de conformação por *spray*, pode ser observada uma variação nos TGs conforme a região da amostra em que estes se encontram, como é possível observar na Figura 24, a Figura 24a possui uma microestrutura mais grosseira na parte superior do depósito (15A), enquanto que na sua parte inferior, próxima ao substrato (5E), a Figura 24b, observa-se uma morfologia de grãos mais refinada.

Quando analisado os TGs conforme o mapeamento, foi observada uma tendência à medida que se avançou nas linhas, demonstrando que próximo ao substrato os grãos em média foram menores em comparação às linhas mais superiores, como visto no gráfico do TG conforme as linhas e colunas presente na Figura 25.

**Figura 25** – Gráfico representando o tamanho de grão conforme sua distribuição nas linhas e colunas do mapeamento.



Fonte: Elaborada pela autora.

Portanto, nas camadas próximas ao substrato, linha D e E do mapeamento, algumas gotículas se depositam no estado sólido e mantêm seus tamanhos, no entanto para aquelas que estão ainda líquidas ou que apresentam fração líquida residual, a quantidade de calor retirada destas é mais eficiente considerando que o substrato se encontra em temperatura bem menor que a do metal, por isso foi observado grãos menores com diâmetros médios entre 28,3 e 31,2 µm.

Na medida que a deposição ocorre, a espessura da pré-forma aumenta, a temperatura do substrato aumenta, devido a transferência do calor das gotículas para o mesmo, o que causa um aumento na temperatura do depósito devido a diminuição na taxa de resfriamento, por isso o TG aumentou para as regiões superiores A, B e C alcançando diâmetros médios dos grãos entre 37,5 e 38,9 µm.

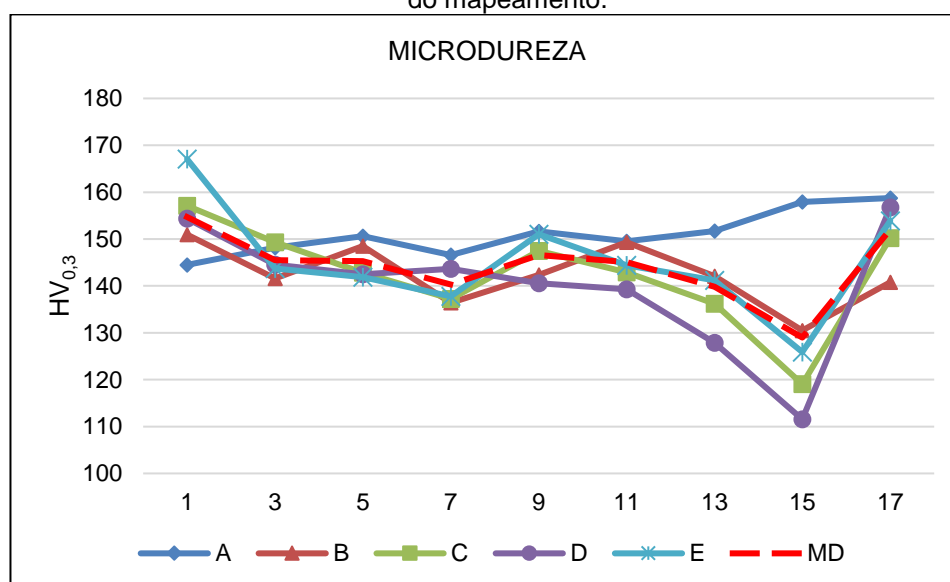
A partir da Figura 25, é possível observar um aumento do TG conforme se avança para a extremidade do depósito. No entanto, era esperado grãos mais refinados, uma vez que na extremidade do depósito, as gotículas sofrem maior taxa de resfriamento devido ao formato do cone de *spray* que permite que estas percorram um maior caminho até chegar no depósito, normalmente as gotículas que chegam ao depósito já estão sólidas ou semi-sólidas.

O tamanho reduzido dos grãos e a morfologia equiaxial garantem uma resistência mecânica elevada, pois, para uma deformação plástica, os contornos agem como obstáculos ao movimento de discordâncias e como a microestrutura é composta de grãos menores, os planos de deslizamentos possuem apenas para

movimento uma área reduzida dentro dos limites dos contornos. Consequentemente uma maior quantidade de contornos está disponível, portanto, mesmo que o deslizamento dos planos consiga superar a barreira originada por um contorno, em uma curta distância novos contornos surgirão, tornando mais difícil esse movimento e maior é a energia necessária para deformar.

A microdureza média da liga estudada foi de  $144,3 \pm 10,3$  HV<sub>0,3</sub>, no entanto apresentou seus maiores valores no centro do depósito, correspondendo as colunas 1, 3 e 5, no topo do depósito, linha A. O gráfico mostrado na Figura 26 e a Tabela 7 apresenta os dados de microdureza para cada quadrante do mapeamento.

**Figura 26** – Gráfico representando a microdureza conforme as linhas e colunas do mapeamento.



Fonte: Elaborada pela autora.

**Tabela 7** – Microdureza Vickers obtida para os quadrantes selecionados.

(HV <sub>0,3</sub> )	1	3	5	7	9	11	13	15	17	MÉDIA
<b>A</b>	144,5	148,2	150,6	146,6	151,7	149,5	151,7	158,0	158,8	151,0
<b>B</b>	151,0	141,6	148,5	136,4	142,4	149,3	142,1	130,5	140,8	142,5
<b>C</b>	157,1	149,3	142,8	137,3	147,5	142,9	136,2	119,1	150,2	142,5
<b>D</b>	154,4	144,6	142,5	143,7	140,6	139,3	127,9	111,6	156,8	140,1
<b>E</b>	167,1	143,8	141,9	137,8	151,1	144,4	141,2	125,9	153,9	145,2
<b>MÉDIA</b>	154,7	145,5	145,3	140,3	146,6	145,1	139,8	129,0	152,1	144,3

Fonte: Elaborada pela autora.

Para o centro do depósito, a microdureza média obtida foi, respectivamente, 154,7; 145,5 e 145,3 HV<sub>0,3</sub> valores esses maiores que a média e, portanto, elevados, que ao relacionar com os TGs obtidos para essas, observa que estes são menores

que a média dos tamanhos para a amostra, por isso é confirmado que o tamanho reduzido dos grãos foi um dos fatores que contribuíram com o aumento da microdureza nesta região.

Outro fator que pode ter contribuído para alcançar esses valores para as colunas 1, 3 e 5 foi a presença de fases escuras refinadas com concentrações elevadas, devido à alta taxa de resfriamento, novamente atingindo valores acima da média de 16,90; 17,15; 16,35 %. As fases secundárias refinadas contribuem para uma maior resistência a deformação plástica, pois dificultam a movimentação de discordâncias. A presença de partículas finas bem distribuídas na matriz e nos interiores dos grãos, ou seja, pouca macro segregação, reduz o espaçamento entre as fases, diminuindo o caminho livre para o movimento de discordâncias. As fases distribuídas no interior dos limites de grãos dificultam ainda mais o deslizamento de planos agindo simultaneamente com os contornos.

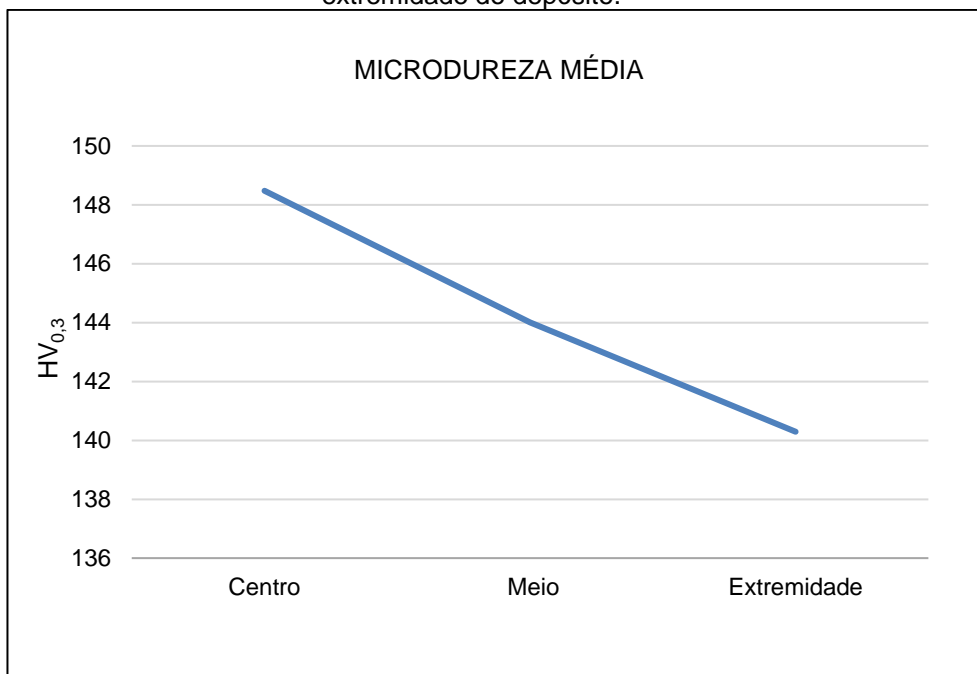
Em contrapartida, valores menores de microdureza estão associados a um maior TG e uma porcentagem menor de fases escura refinadas. Fato esse, comprovado através dos dados obtidos para as colunas 13, 15 e 17, correspondente a extremidade do depósito, pois obteve-se um valor de microdureza abaixo da média, portanto um tamanho de grão maior e teor de fases escuras refinadas menor. No entanto, a coluna 17 apresentou microdureza de 152,1 HV<sub>0,3</sub>, maior que as colunas 13 e 15, com valores de 139,8 e 129,0 HV<sub>0,3</sub>, respectivamente, o que é aceitável visto que o processo de conformação por *spray* é aleatório e desvios assim são esperados.

A presença de maior quantidade de poros nessa região, como é possível observar na Figura 21, também contribui para a redução das propriedades mecânicas, para a extremidade do depósito o teor médio de poros alcançado foi de aproximadamente 5 %, condizendo com a microdureza média da extremidade em torno de 140,3 HV<sub>0,3</sub>. Portanto, conforme se afasta do centro do depósito a microdureza diminui, o tamanho de grão aumenta e a concentração de fases escuras refinadas diminui.

Os gráficos presentes abaixo representam a tendência observada conforme as regiões da amostra: centro do depósito, meio da amostra e extremidade do depósito, sendo a Figura 27 referente aos dados de microdureza média da amostra, a Figura 28 os dados de tamanho de grão e a Figura 29 referente ao teor médio de fases escuras. Estes gráficos foram plotados usando o valor médio dos dados para

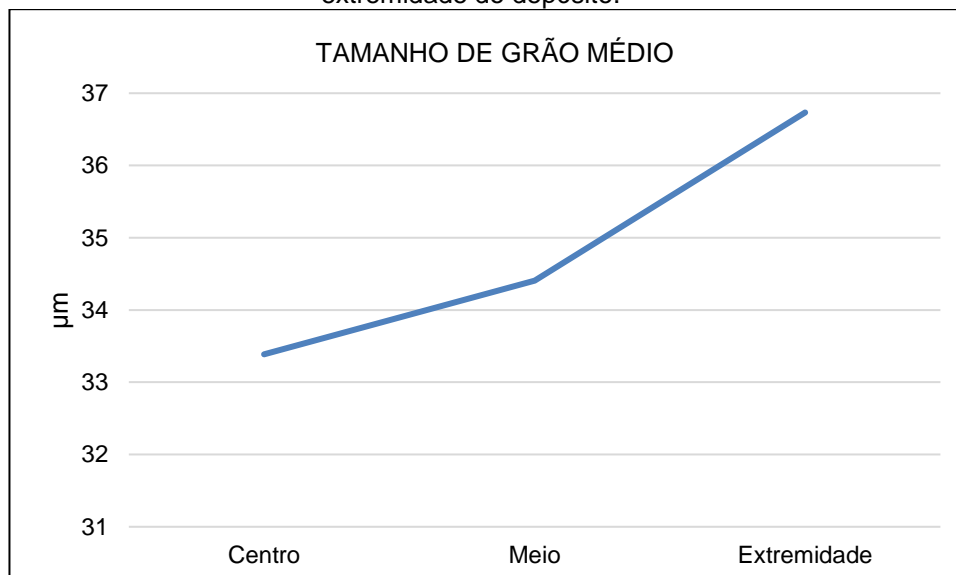
cada conjunto de colunas, por exemplo, média dos tamanhos de grão das colunas 1, 3 e 5, e assim por diante.

**Figura 27** – Gráfico de microdureza média conforme as regiões centro, meio e extremidade do depósito.



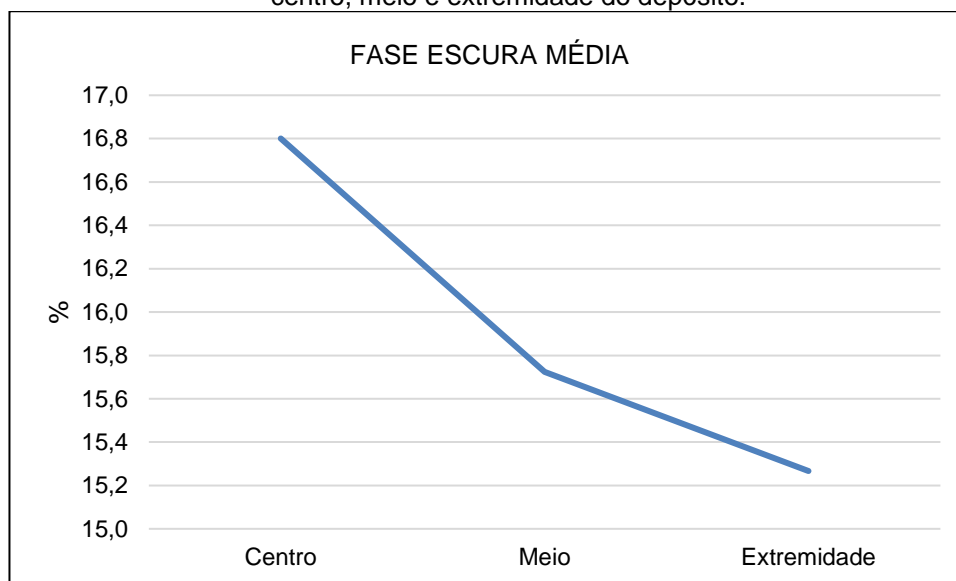
**Fonte:** Elaborada pela autora.

**Figura 28** – Gráfico de tamanho de grão conforme as regiões centro, meio e extremidade do depósito.



**Fonte:** Elaborada pela autora.

**Figura 29** – Gráfico representando o teor de fase escura conforme as regiões centro, meio e extremidade do depósito.



**Fonte:** Elaborada pela autora.

Quanto a evolução da microdureza conforme as linhas, não foi possível chegar à mesma discussão que a evolução conforme as colunas. Primeiramente, o teor de fases escuras refinadas é menor para as linhas A e E, o que contrasta com as maiores microdurezas, portanto, não é possível concluir que as fases secundárias observadas influenciam no movimento de discordâncias. Também é possível a presença de fases secundárias mais refinadas que agem como barreiras ao deslizamento que não foram detectadas com o aumento de 200x. Para a porosidade, como foi discutido, a linha E é a que mais concentra poros, o que é incoerente, uma vez que a microdureza encontrada foi de 145,2 HV<sub>0,3</sub>. Ao mesmo tempo que o menor tamanho de grão obtido, na linha E, condiz com um valor maior de microdureza, o maior tamanho de grão, encontrado na linha A, coincide com a máxima microdureza, não sendo possível levantar uma dependência da microdureza média das linhas com o tamanho de grão.

Portanto, não foi levantado um perfil de microdureza média que definisse uma relação com os parâmetros microestruturais analisados para a evolução das propriedades mecânicas conforme as linhas do mapeamento, ou seja, desde o substrato até o topo do depósito.

## 7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar novos ensaios mecânicos, como ensaio de tração e ensaio de impacto, para levantamento mais preciso e completo de propriedades mecânicas da liga como depositada;
- Realizar tratamentos térmicos na mesma liga estudada a fim de levantar dados de fases que podem ser formadas ou solubilizadas, verificar se houve diferença nos tamanhos destas e dos grãos cristalinos e, assim, verificar a influência na microdureza da liga.
- Empregar processos de conformação a plástica, como por exemplo, extrusão, laminação e pressão isostática a quente e forjamento, visando a redução significativa dos poros provenientes da conformação por *spray*.



## 8 CONSIDERAÇÕES FINAIS

As ligas Al-Zn-Mg-Si-Cu são consideradas uma nova classe de ligas com potencial de serem utilizadas em aplicações compatíveis com a liga 7075. As 7075 se situam numa categoria de ligas de alumínio, que são submetidas a elevado esforço mecânico devido à excelentes propriedades de resistência mecânica acima de 500 MPa. Seu processamento através de técnicas que empregam altas taxas de resfriamento, como a conformação por *spray*, é interessante, pois evita macro segregação destes elementos nos contornos de grão obtendo microestrutura homogênea, que contribui para aprimorar as propriedades mecânicas.

Ao analisar microestruturalmente e mecanicamente uma liga Al-Zn-Mg-Si-Cu, conclui-se que o método de conformação por *spray* contribui efetivamente para aumento de microdureza da liga, alcançando um valor máximo de 167,1 HV<sub>0,3</sub>, pois a presença de grãos equiaxiais refinados e fases secundárias refinadas, proporciona maior área constituída pelos seus limites, sendo responsáveis por impedir mecanismos de deformação plástica.

Foi obtida uma microestrutura homogênea a partir da precipitação de fases refinadas de Mg<sub>2</sub>Si bem distribuídas na matriz de alumínio e de uma fase entre os contornos de grão, provavelmente constituída de Mg, Zn e Cu, que, para a liga solubilizada está presente, no entanto, não foi confirmada através do difratograma obtido para a liga no seu estado como depositada.

A porosidade é reportada como sendo a principal desvantagem do processo e, portanto, foi também analisada por microscopia óptica. Uma maior distribuição de poros nas extremidades e na região em contato com o substrato, diminuindo conforme se avança para a região central e superior, foi observada concluindo que os presentes nas extremidades e região inferior são decorrentes de condições frias, constituindo-se em porosidade intersticial, enquanto que no centro e região superior as condições térmicas são mais favoráveis a formação de porosidade quente ou do gás.

Embora o produto final possa ser utilizado no seu estado *near net shape*, quando considerada a porosidade formada, se fazem necessários outros processamentos como laminação, extrusão e prensagem isostática a quente para diminuir ou até eliminá-la.

## REFERÊNCIAS

- ALTOMARE, A. *et al.* QUALX2.0: a qualitative phase analysis software using the freely available database POW\_COD. **J. Appl. Cryst.** [s. l.: s. n], 48, p. 598-603, 2015. Disponível em: <<http://www.ba.ic.cnr.it/softwareic/qualxweb/>>. Acesso em: 25 set. 2019
- ASKELAND, Donald R.; WRIGHT; Wendelin. J. **Ciência e engenharia dos materiais**, 3ª ed., São Paulo, SP: Cengage, 2019, 544 p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 11568**: Materiais metálicos — Determinação do tamanho de grão. Rio de Janeiro: ABNT, 2016
- BRONDINO, O. C. **Estudo da redução da densidade de uma liga derivada da série 7000 obtida por conformação por spray**. 2018. Trabalho apresentado para aprovação do Pós-Doutorado (Departamento de Engenharia de Materiais - DEMA). Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, São Carlos, 2018.
- BRUKER. **D2 PHASER** - The world's best benchtop XRD system. 2019. 1 fotografia. Disponível em: <<https://www.bruker.com/products/x-ray-diffraction-and-elemental-analysis/x-ray-diffraction/d2-phaser.html>>. Acesso em: 26 nov. 2019.
- CALLISTER, William D., RETHWISCH, David G. **Materials Science and Engineering**: an introduction, 9th ed., United States: Wiley, 2014, 990 p.
- CALTABIANO, Pietro Carelli Reis Oliveira. **Caracterização morfológica e microestrutural da liga AA7075 por microscopia correlativa e processamento digital de imagens**. 2016. 115 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica na área de Materiais). Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2016. Disponível em: <<https://repositorio.unesp.br/handle/11449/147994>>. Acesso em: 13 out. 2018.
- CAO, Fuyang. *et al.* The Formation Mechanism of Porosity for Spray-deposited 7075 Alloy. **Materials Research**, China: Springer, vol. 18(Supl. 1), 2015, p. 89-94, set. 2014. <http://dx.doi.org/10.1590/1516-1439.328414>. Disponível em: <[http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S1516-14392015000700089](http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1516-14392015000700089)>. Acesso em: 28 set. 2018.
- CHEN, Ye-Gao. *et al.* Microstructure and Properties of 7075Al Alloy Fabricated by Directly Combined of Spray Forming and Continuous Extrusion Forming under Different Atomization Gas Pressures. **Acta Metall. Sin. (Engl. Lett.)**, China: Springer, vol. 29, issue B, 2016, p. 804–812, jun. 2016. DOI: 10.1007/s40195-016-0454-6. Disponível em: <<https://link.springer.com/article/10.1007/s40195-016-0454-6>>. Acesso em: 20 out. 2018
- DAVIS, J. R. Aluminum and Aluminum Alloys. *In*: DAVIS, J. R. **Alloying**: Understanding the Basics, [s. l.]: ASM International, 2001, p. 351-416, 2001. DOI: 10.1361/autb2001p351. Disponível em: <<https://link.springer.com/article/10.3103/S1061386218040052>>. Acesso em: 21 out. 2018

ELLENDT, N. *et al.* Influence of spray forming process parameter on the microstructure and porosity of Mg<sub>2</sub>Si rich aluminum alloys. **Mat.-wiss. u.Werkstofftech**, Bremen: Wiley, vol. 41, *issue* 7, p. 532-540, 2010. <https://doi.org/10.1002/mawe.201000639>. Disponível em: <<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/mawe.201000639>>. Acesso em: 18 out 2019.

GRANT, P. S. Spray Forming. **Progress in Materials Science**, Reino Unido: Elsevier, vol. 39, *issue* 4-5, p. 497-545, 1995. [https://doi.org/10.1016/0079-6425\(95\)00004-6](https://doi.org/10.1016/0079-6425(95)00004-6). Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0079642595000046?via%3Dihub>>. Acesso em: 22 set. 2018.

HATCH, Jonh E. Microstructure of Alloys. *In*: HATCH, Jonh E. **Aluminum Properties and Physical Metallurgy**, [s. l.]: ASM International, 1984, cap. 3, p. 58-104. DOI: 10.1361/appm1984p058. Disponível em: <<https://materialsdata.nist.gov/bitstream/handle/11115/191/Microstructure%20of%20Alloys.pdf?sequence=3>>. Acesso em: 21 out. 2018.

HAYNES, R. **Optical Microscopy of Materials**, New York: Springer Science + Business Media, 1984, 138 p. DOI: 10.1007/978-1-4757-6085-9. Disponível em: <<https://link.springer.com/book/10.1007/978-1-4757-6085-9>>. Acesso em: 12 fev. 2019.

KRAUSS, Michaela *et al.* In-situ particle temperature, velocity and size measurements in the spray forming process. **Materials Science and Engineering: A**, Bremen: Elsevier, vol. 326, *issuse* 1, p. 154-164, mar. 2002. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01420-4](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01420-4). Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0921509301014204?via%3Dihub>>. Acesso em: 18 set. 2018.

LABORATÓRIO MULTIUSUÁRIO. **Equipamentos** disponíveis. Londrina, 2019. *Site*. Disponível em: <<https://sites.google.com/view/labmultild/equipamentos?authuser=0>>. Acesso em: 14 jul. 2019.

LIAO, Yu-guo *et al.* Influence of Cu on microstructure and tensile properties of 7XXX series aluminum alloy. **Materials and Design**, China: Elsevier, vol. 66 (2015), *part* B, p. 581–586, mai. 2014. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2014.05.003>. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0261306914003653?via%3Dihub>>. Acesso em: 12 out. 2018.

MAZZER, E. M. *et al.* Microstructure evolution and mechanical properties of Al–Zn–Mg–Cu alloy reprocessed by spray-forming and heat treated at peak aged condition. **Journal of Alloys and Compounds**, São Carlos: Elsevier, vol 579 (2013), p. 169–173, jun. 2013. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.06.055>. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0925838813014539?via%3Dihub>>. Acesso em: 22 set. 2018.

MEYER, C. *et al.* Spray forming of high density sheets. **Materials Science and Engineering Technology**, Bremen: Wiley, vol. 45, *issue* 8, p. 642-651, ago. 2014. <https://doi.org/10.1002/mawe.201400301>. Disponível em: <<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/mawe.201400301>>. Acesso em: 7 out. 2018 .

PEDROSA, V. M. *et al.* Conformação por spray da liga com memória de forma Cu-11,35Al-3,2Ni-3Mn-0,5Zr. *In*: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 21, 2014, Cuiabá. **Anais [...]**, São Paulo: Metallum, 2014. Disponível em: <<http://www.metallum.com.br/21cbecimat/CD/PDF/304-124.pdf>>. Acesso em: 6 nov. 2019.

QU, Ying-dong *et al.* Study on microstructure, mechanical properties and corrosion behavior of spray formed 7075 alloy. **Materials Today Communications**, China: Elsevier, vol. 4 (2015), p. 109–115, jun. 2015. <http://dx.doi.org/10.1016/j.mtcomm.2015.06.003>. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2352492815300027?via%3Dihub>>. Acesso em: 22 ago. 2018.

RANA, R. S.; PUROHIT, R.; DAS, S. Reviews on the Influences of Alloying elements on the Microstructure and Mechanical Properties of Aluminum Alloys and Aluminum Alloy Composites. **International Journal of Scientific and Research Publications**, India: [s. n.], vol. 2, *issue* 6, p. 1–7, jun. 2012. Disponível em: <[http://www.ijsrp.org/research\\_paper\\_jun2012/ijsrp-June-2012-10.pdf](http://www.ijsrp.org/research_paper_jun2012/ijsrp-June-2012-10.pdf)>. Acesso em: 3 nov. 2018.

ROMETSCH, Paul A.; ZHANG, Yong; KNIGHT, Steven. Heat treatment of 7xxx series aluminium alloys—Some recent developments. **Transaction of Nonferrous Metals Society of China**, China: Elsevier, vol. 24 (2014), *issue* 7, p. 2003–2017, abr. 2014. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(14\)63306-9](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(14)63306-9). Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1003632614633069>>. Acesso em: 12 out. 2018.

SCHNEIDER, C. A.; RASBAND, W. S.; ELICEIRI, K. W. NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis. **Nature methods**, [s. l.: s. n.], 9(7), p. 671-67, 2012, DOI: 10.1038/nmeth.2089. Disponível em: <<https://www.nature.com/articles/nmeth.2089>>. Acesso em: 18 dez. 2018.

WANG, Xiangdong *et al.* Characterization of hot extrusion and heat treatment on mechanical properties in a spray formed ultra-high strength Al-Zn-Mg-Cu alloy. **Materials Characterization**, China: Elsevier, vol. 144 (2018), p. 131-140, jul. 2018. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.07.012>. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1044580318311215?via%3Dihub>> . Acesso em: 22 ago. 2018.

YAN, Fei *et al.* Microstructure of the spray formed Vanadis 4 steel and its ultrafine structure. **Materials Characterization**, [s. l.]: Elsevier, vol. 59, *issue* 5, p. 592-597, mai. 2008. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2007.04.019>. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1044580307001891?via%3Dihub>> . Acesso em: 28 nov. 2018.