

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

FABRÍCIO FERNANDES CARVALHO

**CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA DA LIGA
AlMgZnSiCu PRODUZIDA POR CONFORMAÇÃO POR *SPRAY***

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

**LONDRINA
2020**

FABRÍCIO FERNANDES CARVALHO

**CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA DA LIGA
AlMgZnSiCu PRODUZIDA POR CONFORMAÇÃO POR *SPRAY***

Trabalho de Conclusão de Curso de graduação, apresentado ao Departamento de Engenharia de Materiais, da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR, como requisito parcial para obtenção do título de bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Odney Carlos Brondino

LONDRINA

2020



TERMO DE APROVAÇÃO

FABRÍCIO FERNANDES CARVALHO

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA DA LIGA AlMgZnSiCu PRODUZIDO POR CONFORMAÇÃO POR *SPRAY*.

Trabalho de conclusão de curso apresentado no dia 14 de Setembro de 2020 como requisito para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Câmpus Londrina. O candidato foi arguido pela Banca Examinadora composta pelos professores abaixo assinados. Após deliberação, a Banca Examinadora considerou o trabalho aprovado.

Prof^a Dr^a Silvia Midori Higa
(UTFPR – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais)

Prof. Dr. Márcio Andreato Batista Mendes
(UTFPR – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais)

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

Prof^a. Dr^a. Silvia Midori Higa
(UTFPR – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais)
Coordenadora do Curso de Engenharia de Materiais

AGRADECIMENTOS

A Deus por ter dado resiliência para se enfrentar mais uma etapa na minha vida.

Aos meus pais Cléria Fernandes Conceição Carvalho e Irineu Carvalho Junior, e ao meu irmão André Fernandes Carvalho, pelo apoio e amor incondicional apesar da distância.

A minha namorada Andreia Costa Barbosa, pelo carinho, amor, compreensão, incentivo e companheirismo.

Ao meu orientador Prof. Dr. Odney Carlos Brondino, pela orientação e pelo fornecimento da liga utilizada para o estudo deste trabalho.

Aos meus amigos e colegas de estudo durante o curso de Engenharia de Materiais, pela companhia e momentos de distração.

Aos meus companheiros de trabalho/amigos durante o período de estágio, Rodrigo Ono, Mestre Filippe de Carvalho Bernardino, Prof^a Dr^a Silvia Midori Higa e Prof. Dr. Márcio Andreato Mendes pelo aprendizado profissional e pessoal.

Aos meus familiares que me deram suporte financeiro e emocional no começo da minha graduação.

Ao meu avô, seu plano deu certo, olhe por mim de onde estiver.

To my dearest supervisors, Dr. Frank Barbaro and Dr. Maina Portella Garcia Barnett for the knowledge transmitted and kindness.

A Universidade Tecnológica Federal do Paraná e ao corpo docente do Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais pela estrutura e o conhecimento transmitido.

A todos, muitíssimo obrigado!

RESUMO

CARVALHO, F. F. **Caracterização Microestrutural e Mecânica da Liga AlMgZnSiCu Produzida por Conformação por *spray***. 2020. 58f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) – Engenharia de Materiais. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Londrina, 2020.

O alumínio é o metal não ferroso mais utilizado no mundo, cujas aplicações variam do setor de utensílios domésticos a setores mais competitivos, como automotivo e aeronáutico. As ligas de alumínio podem ser classificadas pela sua forma de produção e sua capacidade de formação de precipitados intermetálicos através de tratamento térmico. Dentre os tratamentos térmicos mais utilizados, destaca-se o de solubilização e envelhecimento, que consiste em formar partículas de segunda fase que, dependendo de como interferem na matriz metálica, podem ocasionar o aumento de dureza e da resistência do material. Esse aumento de propriedades mecânicas está correlacionado com o fato das partículas de segunda fase trabalharem como obstáculos aos movimentos de discordâncias. Investigações recentes indicam que as ligas AlMgZnSiCu, produzidas por conformação por *spray*, são capazes de atingir elevadas propriedades mecânicas após extrusão e tratamento. Assim, o objetivo desse trabalho foi caracterizar a microestrutura e propriedade mecânica da liga AlMgZnSiCu obtida por conformação por *spray*, a fim de contribuir para o estudo da rota de processamento utilizando extrusão e tratamentos térmicos. Para isso, foram analisadas a redução de tamanho de grãos, assim como a presença de precipitados e aumento de dureza após a extrusão a quente e tratamentos térmicos. Foi obtido com esse processo grãos e precipitados refinados. Além disso, através da análise de difração de raios X foi possível confirmar a presença do precipitado Mg₂Si, o que foi reforçado pela sua presença nas microscopias ópticas. Em adição, foi observada redução significativa de poros após extrudar a quente. Por fim, o material comportou-se de forma favorável ao tratamento de envelhecimento, atingindo sua maior dureza em 2 horas a uma temperatura constante de 145°C.

Palavras-chave: Ligas de alumínio. Conformação por *spray*. Mg₂Si.

ABSTRACT

CARVALHO, Fabrício Fernandes. **Mechanical and Microstructural Characterization of Aluminum Alloys AlMgZnSiCu Produced by Spray Forming.** 2020. 58p. Course Conclusion Work (Undergraduate thesis) - Materials Engineering. Federal Technological University of Paraná. Londrina, 2020.

Aluminum is the non-ferrous metal most widely used in the world, whose applications range from the household appliance sector to more competitive sectors, such as automotive and aeronautics. Aluminum alloys can be classified by their production method and their ability to form intermetallic precipitates through heat treatment. Among the most used heat treatments, solubilization with the addition of aging stands out, show consistency in forming second phase particles, producing an increase in the hardness and resistance depending on how they interfere in the metallic matrix. These increasing mechanical properties are correlated with the second phase particles working as obstacles to the dislocation movements. Recent research indicates that AlMgZnSiCu alloys produced by spray forming, can achieve high mechanical properties after extrusion and treatment. Thus, the objective of this work was to characterize the microstructure and mechanical property of the AlMgZnSiCu alloy obtained by spray forming, regarding to contribute to the study of the processing route using extrusion and heat treatments. For this, the reduction of grain size was analyzed, as well as the presence of precipitates and increased hardness after hot extrusion and heat treatments. With the obtained results, it was possible to observe a grain and precipitates refinement hot extrusion. In addition, through X-ray diffraction analysis, it was possible to confirm the presence of Mg₂Si precipitate, which was reinforced by optical microscopies. Also, significant pore reduction was observed after hot extrusion. Finally, the material behaved properly to the aging treatment, reaching its greatest hardness in 2 hours at a constant temperature of 145 ° C, concluding the viability of the speculated route.

Keywords: Aluminum alloys. Spray forming. Mg₂Si.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Principais tipos de ligas de alumínio e seus tipos de processamentos	15
Figura 2 - Curvas de taxa de aquecimento/resfriamento do Tratamento Térmico - TT de solubilização e envelhecimento na liga Al-Cu	17
Figura 3 - Representação esquemática dos estágios de formação da fase precipitada e sua correlação com a matriz metálica: a) solução sólida supersaturada, b) partícula de fase η' coerente com a matriz, e c) partícula η (estável), incoerente com a matriz	19
Figura 4 - Diagrama esquemático de endurecimento por precipitação em função do tempo	20
Figura 5 - Exemplo do efeito do tratamento térmico na liga AA7055.....	20
Figura 6 - Ilustração esquemática do processo de conformação por <i>spray</i> em um substrato rotativo.....	23
Figura 7 - Microestruturas da liga AlZnMgCu obtida por CS e observadas por MEV (elétrons secundários), onde: a) é a região inferior (interface com o substrato), b) central e c) superior.....	24
Figura 8 - Componentes da extrusão	25
Figura 9 – Perfil simulado da liga de alumínio 6082 extrudada, mostrando a variação do tamanho médio de grão (μm)	26
Figura 10 - Fluxograma de análises e preparações realizadas nas amostras em estudo, cuja parte destacada representa as etapas realizadas somente pelo autor.	27
Figura 11 - Nomenclatura utilizada para nomeação de amostras	28
Figura 12 - Liga Al-Mg-Zn-Si-Cu processada via CS a) região selecionada da amostra e b) amostra final com dimensões aproximadas: 5x90x25 (mm).....	29
Figura 13 - Gráfico tensão (Mpa) versus deformação (%) das extrusões realizadas no material.....	30
Figura 14 - Material Extrudado junto ao êmbolo, onde a área útil está destacada em vermelho.....	31
Figura 15 - Tratamento térmico de solubilização (20 minutos) e envelhecimento por 1, 2 e 4 horas.....	32
Figura 16 – a) Lixadeira manual Teclago, e b) lixadeira e politriz automática Fortel	33
Figura 17 - Representação da divisão de regiões observadas na microscopia em a) Al-CS, e b) Al-CS-4XX	34
Figura 18 – DSC da liga AlMgZnSiCu	36
Figura 19 - Micrografias das regiões a) 1, b) 2 e c) 3 da amostra Al-CS atacadas com o reagente Keller e ampliadas 200X.....	37
Figura 20 - Imagens ampliadas (200X) representando as seções longitudinais das regiões 1 e 3, das amostras: Al-CS-405 (a e b), Al-CS-401 (c e d) e Al-CS-451 (e e f). As porosidades da região 1 estão destacadas em círculos vermelhos. Nas regiões 3 as flechas indicam as direções de extrusão.....	39
Figura 21 - Difração de raios X da liga Al-CS utilizando o <i>software</i> QualX.....	41
Figura 22 - Microscopia de 100x da amostra Al-CS nas regiões a) 1, b) 2 e c) 3. As porosidades estão destacadas pelos círculos em vermelho	42
Figura 23 - Micrografias ampliadas em 100X da região 2 (seção longitudinal) dos extrudados: a) Al-CS-405, b) Al-CS-401 e c) Al-CS-451.....	44
Figura 24 - Mapeamento da dureza na placa Al-CS.....	45
Figura 25 – Microdureza Vickers (HV) dos corpos após o envelhecimento artificial.	49

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Designação do alumínio e ligas de alumínio conformadas por deformação e de ligas de alumínio fundidas e seus principais elementos de liga.....	14
Tabela 2 - Parâmetros utilizados em cada extrusão	29
Tabela 3 - Resultados obtidos de diâmetros médio dos grãos da amostra Al-CS.....	38
Tabela 4 - Tamanho médio de grãos (μm) dos extrudados.....	40
Tabela 5 – Precipitados de segunda fase em porcentagem, área média (μm^2) e seus respectivos desvios padrões da amostra Al-CS	43
Tabela 6 - Precipitados de segunda fase em porcentagem, área média (μm^2) e seus respectivos desvios padrões das amostras Al-CS-4XXX.....	44
Tabela 7 - Média e desvio padrão dos valores de microdureza obtidos nas condições	46
Tabela 8 - Média e desvio padrão de valores de dureza medidas nas amostras solubilizadas	47
Tabela 9 - Média e desvio padrão de valores das microdurezas medidas nas amostras extrudadas, com T6 e porcentagem do aumento de dureza comparado com as amostras somente solubilizadas (Tabela 8)	48

LISTA DE ABREVIATURAS

AA	<i>Aluminum Association</i>
ABAL	Associação brasileira do alumínio
CS	Conformação por <i>spray</i>
CFC	Estrutura cúbica de face centrada
DEMA	Departamento acadêmico de engenharia de materiais (UFSCar)
DAEMA	Departamento acadêmico de engenharia de materiais (UTFPR)
DRX	Difração de raios X
DSC	Calorímetro diferencial de varredura
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MIL	Metodologia de interceptação linear
MO	Microscopia ótica
MUE	Máquina universal de ensaios
HV	Microdureza Vickers
SSSS	Solução sólida super saturada
T6	Tratamento térmico de solubilização e envelhecimento artificial
TT	Tratamento térmico
UFSCar	Universidade Federal de São Carlos
UOW	<i>University of Wollongong</i>
UTFPR	Universidade Tecnológica Federal do Paraná

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	10
2	OBJETIVOS	11
2.1	OBJETIVO GERAL	11
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	11
3	JUSTIFICATIVA	12
4	REFERENCIAL TEÓRICO	13
4.1	ALUMÍNIO E SUAS LIGAS	13
4.2	ESPECIFICAÇÕES DAS LIGAS DE ALUMÍNIO	14
4.2.1	Tratamento Térmico de Solubilização e Envelhecimento	15
4.3	ENDURECIMENTO POR PRECIPITAÇÃO	18
4.3.1	Ligas 7XXX	21
4.4	CONFORMAÇÃO POR SPRAY (CS)	21
4.5	EXTRUSÃO	25
5	MATERIAIS E MÉTODOS	27
5.1	MATERIAIS	27
5.2	MÉTODOS EXPERIMENTAIS	31
5.2.1	Calorímetro Diferencial de Varredura (DSC)	31
5.2.2	Tratamento Térmico	31
5.2.3	Preparação Metalográfica	32
5.2.4	Caracterização Microestrutural	33
5.2.5	Difração de Raios X (DRX)	34
5.2.6	Microdureza Vickers (HV)	35
6	RESULTADOS E DISCUSSÕES	36
6.1	CALORÍMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC)	36
6.2	TAMANHO DE GRÃOS	37
6.2.1	Condição Al-CS	37
6.2.2	Condição de Al-CS-4XX	38
6.3	PRECIPITADOS	40
6.3.1	Precipitados na Condição Al-CS	41
6.3.2	Precipitados nas Condições Al-CS-4XXX	43
6.4	MICRODUREZA	45
6.4.1	Microdureza na Condição Al-CS	45
6.4.2	Microdureza nas Condições Al-CS-4XXX	46
6.4.3	Tratamentos Térmicos nas condições Al-CS-4XXX	47
7	CONCLUSÕES	51
8	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	52
	REFERÊNCIAS	53

1 INTRODUÇÃO

O alumínio é o metal não ferroso mais empregado mundialmente e suas aplicações variam desde o setor automotivo até o aeronáutico, isso porque as propriedades mecânicas obtidas por estas ligas de alumínio são elevadas e de baixa densidade.

As ligas Al-Zn são tratáveis termicamente e endurecem pelo processo de precipitação, conferindo ao material uma boa resistência a uma baixa densidade, demonstrando um grande potencial de utilização em projetos de engenharia.

Com base nos elementos presentes na liga 7XXX e nos elementos adicionados na liga em estudo, é possível prever as fases que precipitam, entre elas a fase Mg_2Si , insolúveis e de alta dureza, que quando dispersa na matriz metálica, eleva as propriedades mecânicas ao dificultar o movimento de discordâncias.

A análise microscópica da liga de alumínio AlMgZnSiCu auxilia na identificação de poros advindos do processamento de conformação por spray (CS), além de poder determinar o tamanho, morfologia e distribuição de grãos e precipitados na microestrutura. Além disso, uma análise por difração de raios X (DRX) permite determinar quais fases intermetálicas estão mais presentes na liga e pode ser complementada pela análise microscópica.

Os precipitados tendem a se formar finamente na matriz quando o material é tratado termicamente, fazendo com que a dureza do material aumente após esse processo. A CS pode produzir componentes próximos à sua forma final, eliminando a necessidade de usinagem, como ocorre nos processos convencionais.

Porém, esse processamento pode produzir materiais com alta porosidade, tornando necessário o uso de um processo de conformação posterior. As referências consultadas neste trabalho apontam que a utilização do processo de extrusão após CS permite a redução da porosidade e a diminuição de tamanhos dos grãos.

Tendo isso em vista, esse trabalho consiste em caracterizar amostras obtidas pelo processo de extrusão e tratamento térmico de solubilização e envelhecimento de uma liga AlMgZnSiCu obtida por conformação por *spray*, contribuindo, assim, para o estudo dessa rota de processamento.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Este trabalho teve como objetivo de caracterizar amostras obtidas pela rota processamento de extrusão e tratamento térmico para liga de alumínio AlMgZnSiCu obtida por conformação por spray (CS).

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Caracterizar a microestrutura: tamanho dos grãos, fases primárias, secundárias e porosidades, com a utilização da microscopia óptica (MO) e do *software ImageJ*;
- Investigar a influência da extrusão na microestrutura;
- Caracterizar fases secundárias (precipitados) utilizando difração de raios X (DRX);
- Verificar o aumento de microdureza Vickers (HV) do material após tratamento térmico de solubilização e envelhecimento.

3 JUSTIFICATIVA

Recentemente, a conformação por *spray* (CS) tem atraído atenção como uma alternativa para o processamento de uma variedade de materiais estruturais. Os produtos processados por CS são caracterizados por grãos finos e equiaxiais distribuídos homogeneamente na matriz metálica, livres de macrosegregação e com partículas intermetálicas distribuídas uniformemente. Além disso, esse processamento é realizado em atmosfera inerte, reduzindo a quantidade de óxido.

Esta técnica permite aliar as vantagens da solidificação rápida e da fundição convencional eliminando as desvantagens inerentes a eles. Os produtos produzidos por CS são obtidos em uma única etapa de processamento onde a atomização e a consolidação são feitas em conjunto, traduzindo em menores investimento e baixo custo.

Porém, a produção de ligas obtidas por CS possui uma desvantagem na formação de porosidade. Devido a isso, a necessidade de passagem por um processamento adicional é essencial. Pesquisas indicam que as ligas de alumínio produzidas por CS pode atingir propriedades mecânicas elevadas após processamentos termomecânicos, como a extrusão a quente com posterior aplicação de tratamento térmico de envelhecimento, atrelado a precipitações de fases secundária na matriz metálica, redução de porosidade e refinamento de grãos.

Do exposto acima, justifica-se a escolha neste trabalho do estudo do processamento para liga AlZnMgCu obtida por conformação por *spray*.

4 REFERENCIAL TEÓRICO

4.1 ALUMÍNIO E SUAS LIGAS

No passado, o alumínio era somente obtido em laboratório. Sua produção do em grande escala tornou-se possível a partir de 1886, quando os cientistas Charles Martin Hall e Louis Toussaint Héroult obtiveram o metal puro através da alumina, no processo de dissolução eletrolítica em banho de criolita (OLIVEIRA, 2011). Tal processo foi aprimorado por Karl Josef Bayer, quem inventou a obtenção do alumínio pela bauxita. Atualmente, o processo de obtenção Hall-Héroult em homenagem aos dois cientistas é o mais utilizado para produção de alumínio (ABAL, 2018).

As ligas de alumínio se desenvolveram ao longo dos anos para suprir necessidades específicas. Em meados de 1930, com o objetivo de diminuir o peso de aeronaves, foram desenvolvidas as primeiras ligas 2XXX, cuja composição envolvia alumínio, cobre, magnésio e silício (Al-Cu-Mg-Si). Em 1940, com a necessidade de uma liga mais resistente para ser utilizadas em aviões durante a segunda guerra mundial, surgiram as ligas 7075 de composição base Al-Zn-Mg-Cu (AA, 2018; MONTEIRO, 2011). Nos anos 70, foi desenvolvida a liga 7050 (Al-Zn-Cu-Mg-Zr) que supriu a necessidade de um material com alta resistência mecânica, alta resistência à corrosão e alta tenacidade a fratura e fadiga (MONTEIRO, 2011).

As ligas de alumínio são caracterizadas por um peso específico relativamente baixo, por volta de $2,7 \text{ g/cm}^3$, três vezes menor que do aço ($7,9 \text{ g/cm}^3$). Ademais, essas ligas possuem uma boa condutividade elétrica e térmica, além da ductilidade elevada (ASM, 1990). Em contrapartida, uma das principais limitações das ligas de alumínio material é seu baixo ponto de fusão (por volta de 660°C), limitando sua utilização a altas temperaturas (CALLISTER, 2012)

Atualmente os maiores produtores de alumínio primário são a China, Índia, Rússia, Canadá e os Emirados Árabes (USGS, 2020). O Brasil é o décimo primeiro produtor de alumínio do mundo, porém, é o terceiro produtor de bauxita e de alumina, ficando atrás apenas da Austrália e China (ABAL, 2020; USGS, 2020).

4.2 ESPECIFICAÇÕES DAS LIGAS DE ALUMÍNIO

As ligas de alumínio podem ser divididas em duas categorias principais: ligas fundidas e ligas conformadas. Cada categoria possui subclassificações baseadas em mecanismos de desenvolvimento de propriedades, assim como diferentes composições químicas (ROOY, ASM, 1990).

A nomenclatura de cada série designada pela *Aluminum Association* (AA) apresenta quatro dígitos. Para as ligas fundidas, um ponto decimal é posicionado entre os dois últimos números. Assim, é possível a diferenciação entre as séries de ligas conformadas por deformação. O primeiro dígito (de 1 a 9) identifica o principal elemento de liga adicionado. Por exemplo, a série 1XXX possui, em maior quantidade, o Al, a série 7XXX o Zn, 3XXX o Mn, assim como mostrado na Tabela 1 (CALLISTER, 2012; ROOY, ASM, 1990).

Tabela 1 - Designação do alumínio e ligas de alumínio conformadas por deformação e de ligas de alumínio fundidas e seus principais elementos de liga

Ligas Conformadas por deformação		Ligas Fundidas	
Série	Elementos de liga	Série	Elementos de liga
1XXX	99,00% de Al	1XX.X	99,00% de Al
2XXX	Cu	2XX.X	Cu
3XXX	Mn	3XX.X	Si e Cu e/ou Mn
4XXX	Si	4XX.X	Si
5XXX	Mg	5XX.X	Mg
6XXX	Mg e Si	6XX.X	Série não utilizada
7XXX	Zn	7XX.X	Zn
8XXX	Outros elementos	8XX.X	Sn
9XXX	Série Não utilizada	9XX.X	Outros elementos

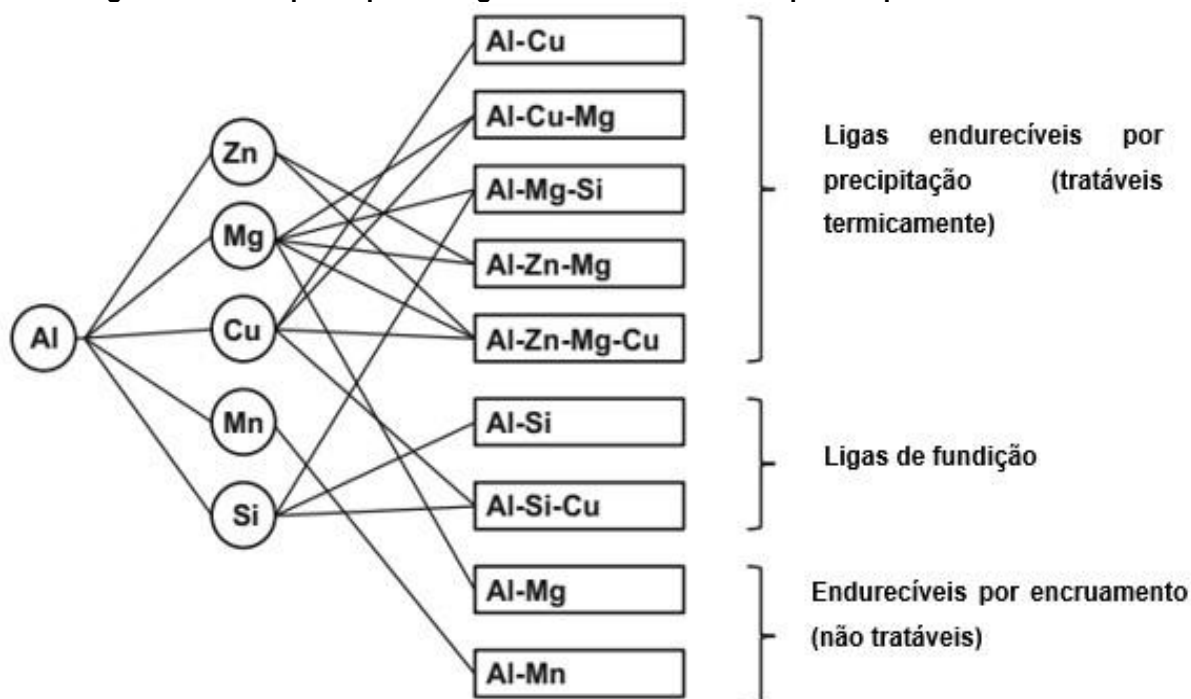
Fonte: Adaptado de Rooy (1998)

Acompanhado ao número da série, é adicionado uma letra com um número de um a três dígitos, indicando que tipo de tratamento térmico ou mecânico que a liga foi submetida, por exemplo: T6 indica que a liga foi tratada termicamente por solubilização e envelhecida artificialmente (CALLISTER, 2012; ROOY, ASM, 1990). Outra classificação importante das ligas de alumínio é referente a possibilidade de tratamento térmico após o processamento (JACUMASSO, 2014).

As ligas tratáveis termicamente são aquelas que possuem elementos que variam de solubilidade com a temperatura e que acabam precipitando na matriz metálica (RAMBABU *et al.*, 2017). Os elementos de liga adicionados mais importantes incluem Cu, Li, Mg e Zn (STARKE, 1989). A precipitação de tais elementos promove o endurecimento dessas ligas (RAMBABU *et al.*, 2017).

O outro grupo de ligas de alumínio engloba as não tratadas termicamente. Dentro dessa mesma classificação, existem as ligas que sofrem endurecimento por deformação através de processamentos mecânicos, geralmente combinado com procedimentos de envelhecimento (RAMBABU *et al.*, 2017). Essas ligas são intituladas de não-tratáveis termicamente ou endurecíveis por encruamento (ROOY, ASM, 1990). Na Figura 1 estão os principais tipos de ligas e os sub grupos mencionados.

Figura 1 – Principais tipos de ligas de alumínio e seus tipos de processamentos



Fonte: Adaptado de Rambabu (2017)

4.2.1 Tratamento Térmico de Solubilização e Envelhecimento

Os tratamentos térmicos têm como objetivo a redução ou remoção de segregações, além de controlar características metalúrgicas como tamanhos de grão, propriedades mecânicas e processabilidade (MEYERS, CHAWLA, 2008).

Sabendo a composição química das ligas de alumínio é possível determinar quais tratamentos térmicos poderão ser implementados com o intuito de alterar a microestrutura do material (ASM, 2004; JACUMASSO, 2014).

O tratamento de solubilização consiste em aquecer o material até a região monofásica e mantê-la por um tempo suficiente até que os precipitados sejam dissolvidos (MEYERS, CHAWLA, 2008; MONTEIRO, 2011). Nesse estágio, os elementos de liga são solubilizados na matriz (CHIAVERINI, 2008; MEYERS, CHAWLA, 2008). Entretanto, alguns intermetálicos advindos da etapa de solidificação permanecem inalterados por serem insolúveis (ANDREATA *et al.*, 2003).

Na solubilização, a temperatura utilizada pode influenciar no tratamento e vai depender da composição da liga. Em temperaturas muito elevadas (*overheating*), podem causar a formação de fases líquidas nos contornos de grãos, devido à ocorrência de possíveis reações eutéticas (ASM, 2004; JACUMASSO, 2014). Nesse caso, as propriedades como dureza, ductilidade, escoamento e tenacidade a fratura ficam comprometidas. Por outro lado, a temperatura muito baixa (*underheating*), pode ser insuficiente para dissolver as fases indesejáveis, comprometendo o objetivo de aumento das propriedades mecânicas (ASM, 2004).

Após solubilizado, o material passa por um resfriamento brusco (*quench*) até a temperatura ambiente ou inferior, caracterizando a têmpera. A têmpera é fundamental para que seja evitada a formação de precipitados estáveis. Dessa forma, é obtida a solução sólida supersaturada (SSSS) (CHIAVERINI, 2008; MEYERS, CHAWLA, 2008).

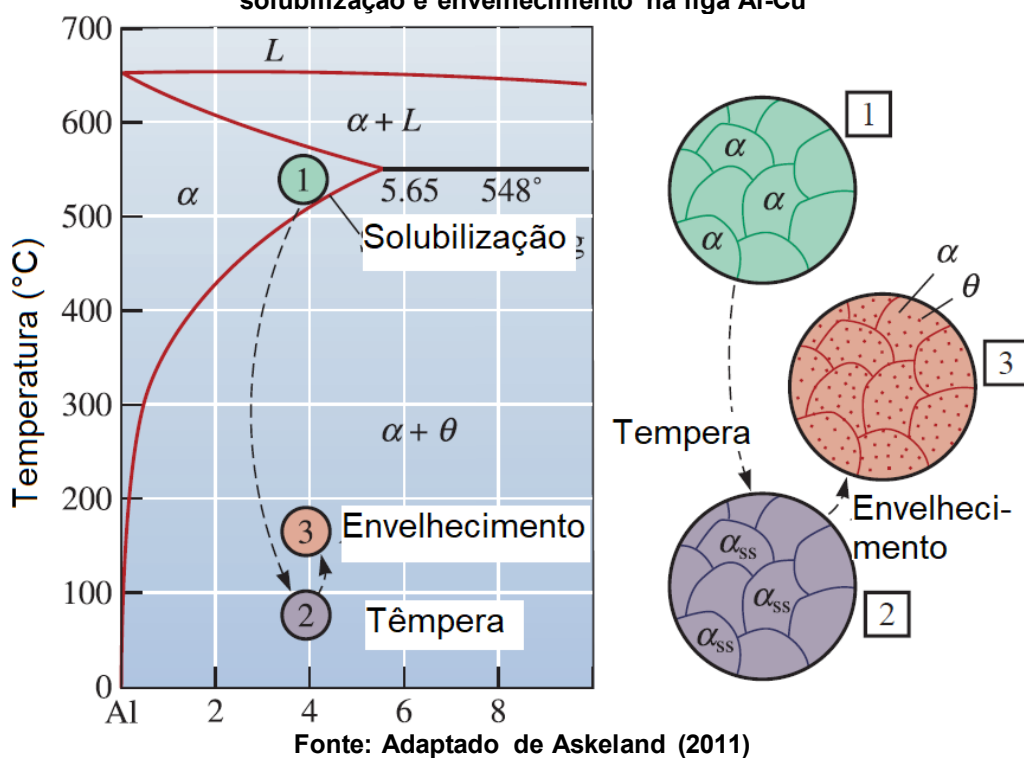
O endurecimento é causado pela precipitação desses solutos da SSSS no tratamento de envelhecimento. Para isso, utiliza-se o tratamento térmico de envelhecimento artificial (CHIAVERINI, 2008; MONTEIRO, 2011). Esse tratamento, extensamente utilizado em ligas de alumínio, é geralmente realizado a temperaturas entre 100°C e 200°C, fornecendo à liga uma maior cinética de reação e uma maior difusão atômica (ASM, 2004; JACUMASSO, 2014). Esse processo consiste em estimular a formação de partículas de segunda fase (precipitados) a partir da SSSS obtida do processo de solubilização (JACUMASSO, 2014).

No envelhecimento, a SSSS se decompõe na medida que os átomos do soluto se difundem formando aglomerados próximos as vacâncias. Após os átomos

se difundirem, ocorre a formação de precipitados coerentes a matriz (TOTTEN, MACKENZIE, 2003).

Devido ao campo de tensões geradas entre o precipitado e a matriz, e durante crescimento dos precipitados, as tensões aumentam (TOTTEN, MACKENZIE, 2003). À medida que o soluto migra para o precipitado, ocasiona o crescimento dos precipitados e a coerência entre a matriz e o precipitado aumenta até a incoerência, formando uma fase estável (JACUMASSO, 2014; TOTTEN, MACKENZIE, 2003). Os tratamentos térmicos de solubilização, têmpera e envelhecimento em uma liga de Al-Cu podem ser observados na Figura 2.

Figura 2 - Curvas de taxa de aquecimento/resfriamento do Tratamento Térmico - TT de solubilização e envelhecimento na liga Al-Cu



Precipitados grandes são indesejáveis para estes tratamentos em ligas de alumínio por funcionarem como iniciadores de fratura e são formados por tempos longos durante o envelhecimento. Quando esta situação ocorre, ela é denominada de superenvelhecimento (ASM, 2004; MEYERS, CHAWLA, 2008). Em contrapartida, o tratamento com um tempo curto pode não nuclear muitas partículas, não contribuindo para o aumento efetivo da resistência por precipitação (ASM, 2004; TOTTEN, MACKENZIE, 2003).

4.3 ENDURECIMENTO POR PRECIPITAÇÃO

Propriedades mecânicas, como a dureza do material, podem ser melhoradas através da precipitação de partículas de segunda fase dispersas na matriz metálica; esse processo do aumento da dureza é conhecido como tratamento térmico (TT) de endurecimento por precipitação (CALLISTER, 2012).

A elevação da resistência mecânica das ligas endurecíveis por precipitação é conduzida pelas interações do movimento de discordâncias com os precipitados, que agem como obstáculos durante a deformação do material (JACUMASSO, 2014). Quando as discordâncias se aproximam dos precipitados um campo de tensão é gerado em volta do precipitado. Esse campo é nomeado de zona de Guinier-Preston (GP ou η) ou *clusters* (MEYERS, CHAWLA, 2008).

Segundo a teoria Orowan, o efeito que o precipitado tem no movimento da discordância depende do seu tamanho e dureza. A energia necessária para ocorrer a curvatura da discordância envolta do precipitado, ou seja, a interação entre discordância e precipitado é também influenciada pela distância entre as partículas (JACUMASSO, 2014).

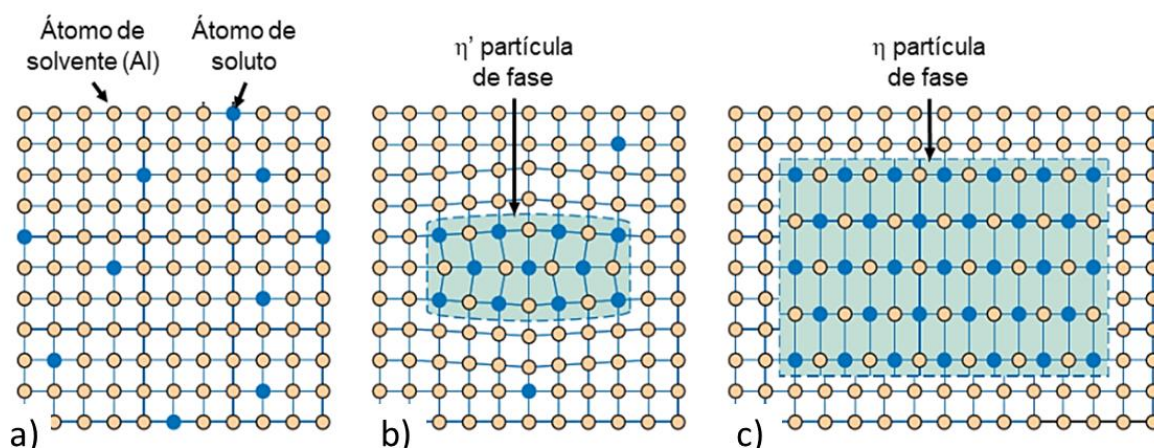
Além do tamanho, distribuição e quantidade de fase dispersa, a interface entre os precipitados e a matriz é um fator importante a ser considerado no aumento de resistência mecânica (MEYERS, CHAWLA, 2008). As interfaces dos precipitados com a matriz podem ser incoerentes, semicoerentes ou coerentes (CALLISTER, 2012).

As discordâncias interagem de diferentes maneiras com os precipitados. Se o precipitado for coerente com a matriz e não possuir uma dureza muito elevada, a discordância poderá ter energia suficiente para cisalhar a partícula e prosseguir com sua trajetória (JACUMASSO, 2014). Porém, se a partícula for incoerente com a matriz metálica e com dureza moderada, a discordância poderá contornar o precipitado (JACUMASSO, 2014; MEYERS, CHAWLA, 2008). Esses processos são os principais para que tenha o aumento de propriedades, como a dureza, surgindo o endurecimento por precipitação (MEYERS, CHAWLA, 2008).

As zonas GP formadas nas ligas de alumínio 7XXX após a solubilização consistem em aglomerações de elementos de Zn, Al/Mg ou Mg/Si nos planos {111} e

são formadas após solubilizações acima de 400°C e envelhecimentos acima de 100°C (SHA, CERZO, 2004). Com progresso do endurecimento, as zonas GP se transformam em uma fase de transição (precipitados), chamadas de fase metaestável e representado por η' (Figura 3b). Esta fase metaestável possui interface coerente com a matriz (CALLISTER, 2012). Finalmente, com um período maior de endurecimento, uma fase em equilíbrio se forma, isto é, o precipitado é gerado, sendo representados por η possuindo interface incoerente com a matriz (Figura 3c)

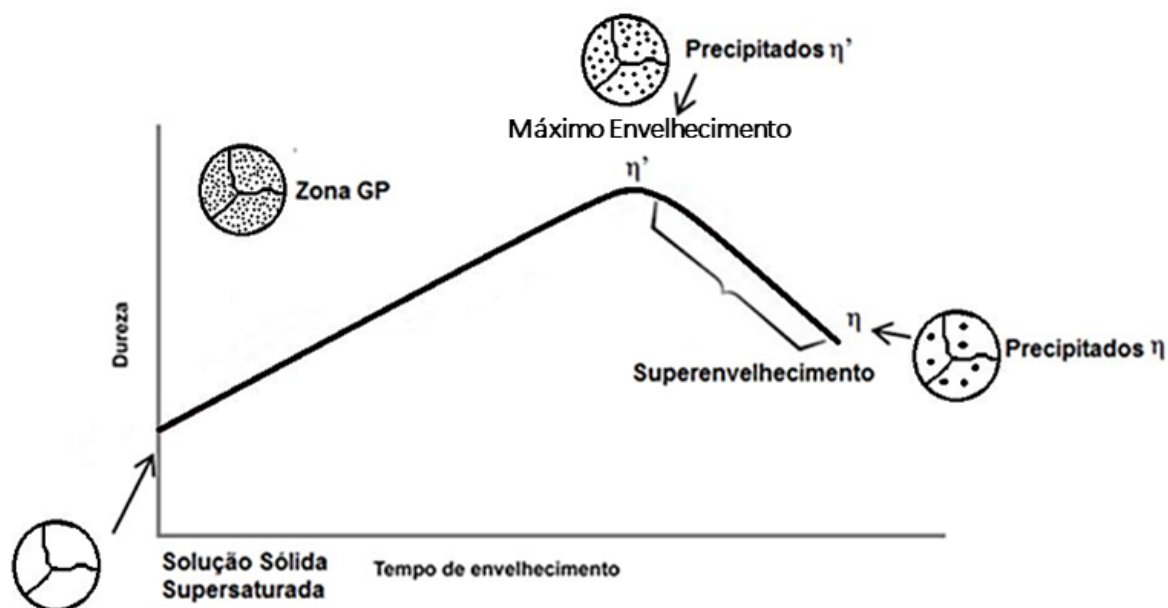
Figura 3 - Representação esquemática dos estágios de formação da fase precipitada e sua correlação com a matriz metálica: a) solução sólida supersaturada, b) partícula de fase η' coerente com a matriz, e c) partícula η (estável), incoerente com a matriz



Fonte: Adaptado de Callister (2012)

O aumento das propriedades mecânicas, como a resistência e a dureza, é resultante das inúmeras partículas η' (fase metaestável), coerentes com a matriz, assim como mostrado na Figura 4 (CALLISTER, 2012; JACUMASSO, 2014). Um aumento do tempo de envelhecimento (superenvelhecimento) ocasiona uma perda de propriedades mecânicas, o que está relacionada com o crescimento dessas partículas (CALLISTER, 2012). Portanto o tempo do processo de envelhecimento é crucial para a otimização das propriedades mecânicas das ligas 7XXX.

Figura 4 - Diagrama esquemático de endurecimento por precipitação em função do tempo

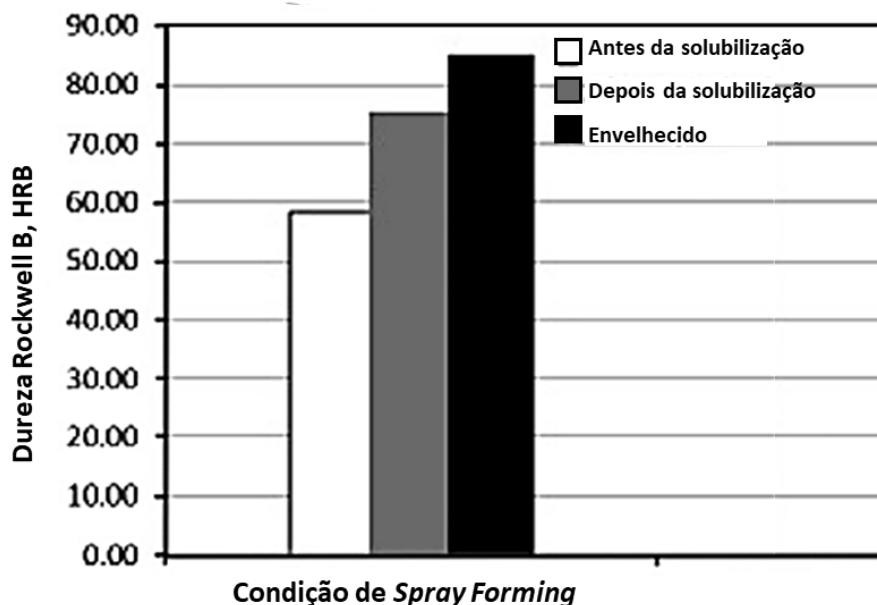


Fonte: Adaptado de Callister (2012)

Schreiber *et al.* (2014) observou também essa mudança de propriedades mecânicas em uma liga de alumínio 7055 produzida por CS. Pelo qual, o material somente solubilizado aumenta a dureza de 59 HRB para 75 HRB (CALLISTER, 2012; SCHREIBER *et al.*, 2014). Tal dureza aumenta com a precipitação durante o envelhecimento, podendo ultrapassar 80 HRB (SCHREIBER *et al.*, 2014).

Na Figura 5 está ilustrado o experimento do autor em uma liga AA7055 reprocessada por CS passando pelo tratamento de solubilização e envelhecimento.

Figura 5 - Exemplo do efeito do tratamento térmico na liga AA7055



Fonte: Adaptado de Schreiber (2014)

4.3.1 Ligas 7XXX

As ligas 7XXX são compostas basicamente, por Al, Zn, Mg e Cu. Essas ligas possuem alta resistência, tenacidade a fratura e alta resistência a corrosão (CALTABIANO, 2016). O processamento empregado nas ligas 7XXX é usualmente a laminação a quente, seguido de tratamento térmico de solubilização e envelhecimento (ASM, 2004).

Os precipitados ou partículas de segunda fase das ligas 7XXX são intermetálicos com morfologia irregular e possuem uma área entre 1 e 50 μm^2 (ANDREATTA *et al.*, 2003; JACUMASSO, 2014). A composição dos precipitados varia e depende da composição química da liga. Os mais recorrentes são: $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, $\text{Al}_{23}\text{CuFe}_4$, Al_6Fe , $\text{Al}_{12}(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}$ (Fe,Cr) $_3\text{SiAl}_{12}$, MgZn_2 e Mg_2Si (CALTABIANO, 2016; JACUMASSO, 2014).

O precipitado Mg_2Si é o mais comum nas ligas Al-Mg-Zn-Cu e possui grande importância no controle das propriedades mecânicas. Assim como os demais precipitados, Mg_2Si é uma partícula rígida, porém mais insolúvel em baixa temperatura; a morfologia desta partícula tende a ser esferoidal (CALTABIANO, 2016).

Com a variação da quantidade de precipitados ricos em Si, a microdureza pode variar de 45 a 100 HV (SINGH *et al.*, 2014). A solubilização do precipitado Mg_2Si ocorre acima de 505°C (XU *et al.*, 2012).

O cobre aumenta a taxa de saturação no processo de envelhecimento através do aumento da nucleação do CuMgAl_2 , ele também aumenta a resistência a corrosão quando o material está sob tensão (ANDREATTA *et al.*, 2003; RAMBABU *et al.*, 2017). Adições de elementos de liga em pequenas quantidades também exercem um efeito marcante nas propriedades mecânicas e na resistência à corrosão, assim como ocorre com a inserção de Cr (RAMBABU, 2016).

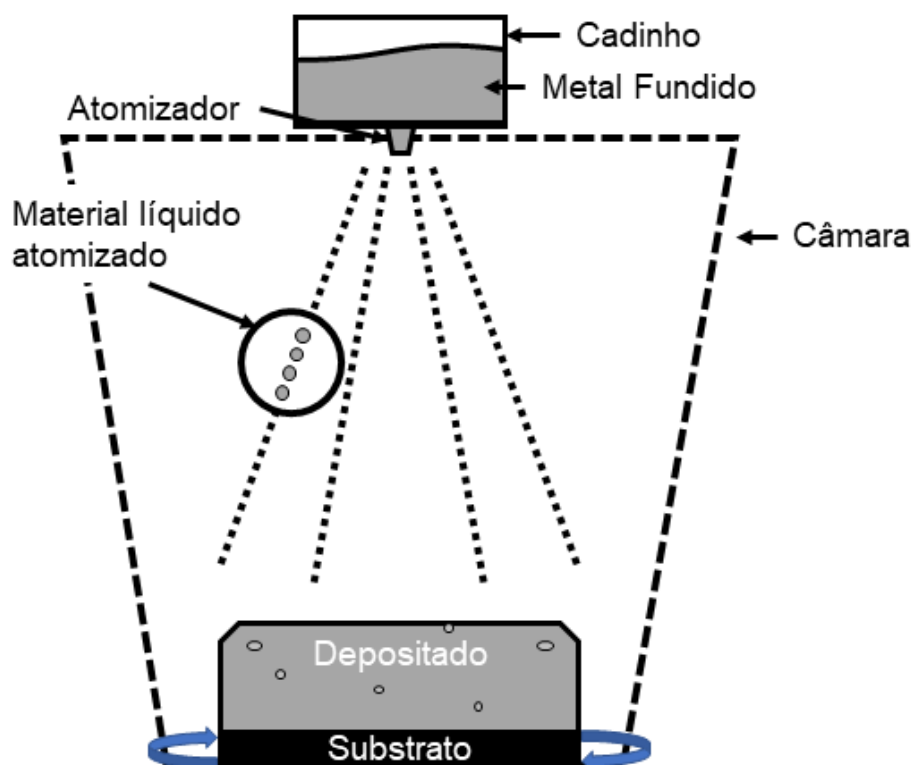
4.4 CONFORMAÇÃO POR SPRAY (CS)

A CS surgiu nos anos 70 no Reino Unido através da modificação do processo de *Spray Rolling*, processo que consiste em produzir lâminas de alumínio, através de ligas fundidas e atomizadas entre dois rolos laminadores. A CS foi consolidada apenas na década de 80 por Lavernia e Grant no Reino Unido (LAVERNIA, 1988).

O processo de CS consiste na fusão de uma liga metálica em um forno por indução sob atmosfera controlada, que é aquecido acima da temperatura de fusão da liga. Ao fundir o material, inicia-se o processo de atomização através de um atomizador com gás inerte a uma pressão constante (FERREIRA, 2008; MATHUER *et al.*, 1989). Ao passar pelo atomizador, o metal líquido se desintegra em pequenas gotículas com a ação do gás (FERREIRA, 2008).

Ao ser atomizado, as gotículas são aceleradas pelo gás em direção a um substrato onde são depositadas. Durante o trajeto de atomização, as partículas são resfriadas a taxas muito elevadas e variadas, que são depositadas no substrato formando um depósito com geometria condizente ao substrato e ao seu movimento (RAJU *et al.*, 2008). O processo de CS com um substrato rotativo, é ilustrado esquematicamente na Figura 6.

Figura 6 - Ilustração esquemática do processo de conformação por *spray* em um substrato rotativo

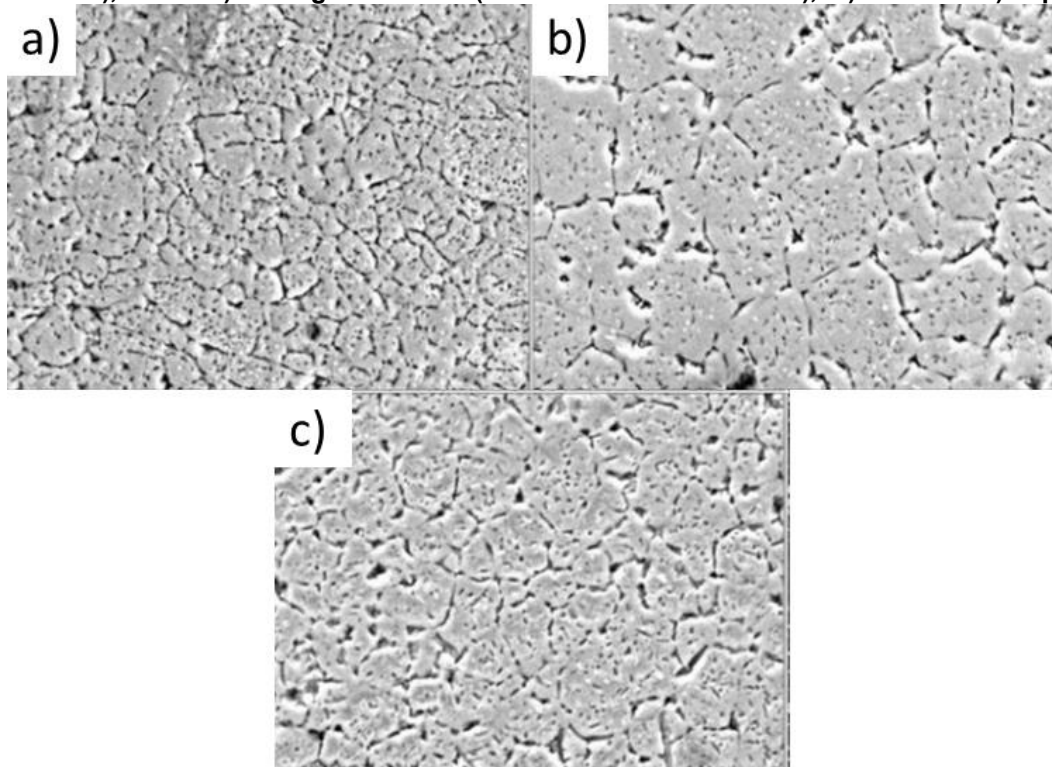


Fonte: Adaptado de Lago (2010)

A microestrutura final do material depositado vai depender de diversos fatores, como: o tipo de substrato, a velocidade de deposição, a distância entre atomizador e substrato, a fração gás/metálico e a velocidade utilizada no processamento. Se a distância entre o atomizador e substrato for muito pequena, uma camada de metal líquido tende a se formar à medida que o material se torna mais espesso, produzindo uma estrutura similar à de fundição (LAGO, 2010). Por outro lado, se a distância entre atomizador e substrato for muito grande, o resfriamento da partícula líquida atomizada é maior, diminuindo a fase líquida, o que pode resultar em um depósito poroso (LAGO, 2010).

A microestrutura obtida por CS é usualmente composta por grãos equiaxiais finos, que variam de 10 a 100 μm . Na Figura 7 observa-se uma micrografia obtida por microscopia eletrônica por varredura (MEV) da liga AlZnMgCu obtida por CS em diferentes regiões, ilustrando a não uniformidade de grãos que variam de 5 a 30 μm , onde a região inferior é a que apresenta uma estrutura mais refinada comparada às demais camadas.

Figura 7 - Microestruturas da liga AlZnMgCu obtida por CS e observadas por MEV (elétrons secundários), onde: a) é a região inferior (interface com o substrato), b) central e c) superior



Fonte: Guerra (2014)

As vantagens da CS englobam a produção de componentes industriais com poucas etapas de processamento (em formas simples como placas, tubos, conectores, etc), produzindo uma microestrutura refinada e com distribuição uniforme dos grãos, o que proporciona altas resistência mecânicas (LAGO, 2010; LAVERNIA, 1988). Devido ao processo ser realizado em uma câmara fechada preenchida com um gás inerte, o produto também apresenta poucas impurezas (RAJU *et al.*, 2008).

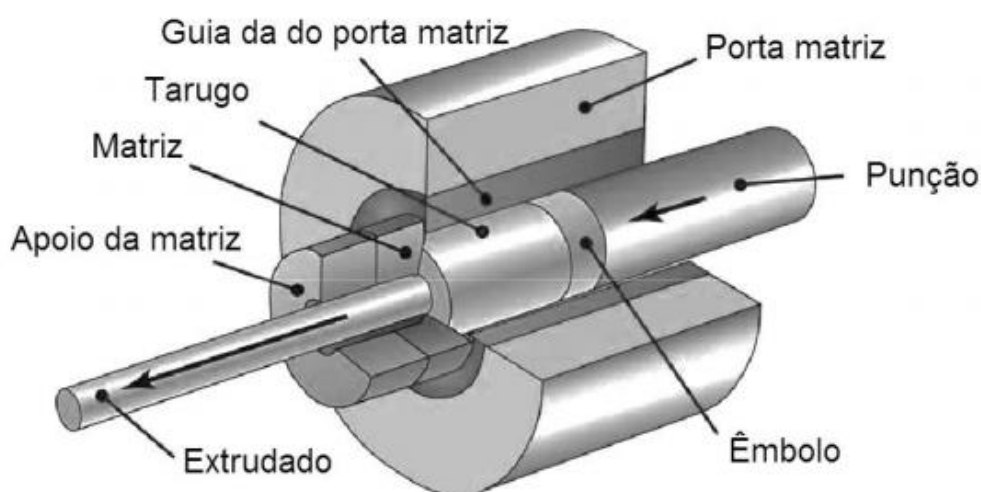
Entretanto, a desvantagem da CS é a presença de um elevado nível de porosidade. Durante o processo de atomização, ocorre a perda de material pelas gotículas que não se aderem ao substrato, que são chamados de *overspray* (LAGO, 2010; RAJU *et al.*, 2008) aumentando os custos de processamento e diminuindo a eficiência (RAJU *et al.*, 2008)

4.5 EXTRUSÃO

O processo de extrusão direta de metais consiste em forçar um tarugo de metal por um orifício de matriz na direção que a força é aplicada. A principal vantagem desse processo é sua alta produtividade, pois o tamanho do extrudado é proporcional ao tamanho do tarugo empregado para extrusão. A desvantagem é a presença de atrito entre a interface matriz/material, necessitando o emprego de uma grande força para que ocorra a extrusão ou minimizando esta força com o auxílio de lubrificantes específicos. Entretanto, este atrito gera calor, causando um gradiente de temperatura, não desejado para o processo (MISIOLEK, KELLY, 2005).

Um esquema do processo de extrusão direta e seus componentes é mostrado na Figura 8.

Figura 8 - Componentes da extrusão

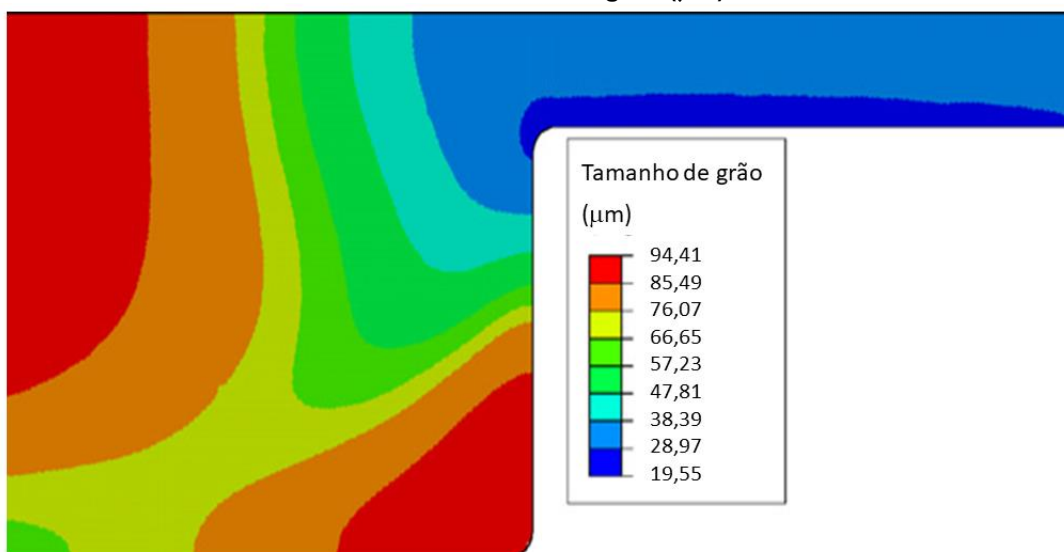


Fonte: (Guerra, 2014)

O processo de extrusão modifica a microestrutura do material devido à grande deformação e energia armazenada no material. Deste modo, um processo de recristalização estática pode ocorrer, o que ocasiona a formação de novos grãos, aumentando as propriedades dos materiais (CALLISTER, 2012; PARVIZIAN *et al.*, 2011). Há um reporte da liga 7055 em que o material sofre a recristalização impactando no aumento de sua dureza em 11% quando comparado ao material antes da sua solubilização (SCHREIBER *et al.*, 2014).

Na superfície da região extrudada, os grãos são mais finos gerando uma maior densidade de empacotamento e redução da porosidade devido à deformação ocorrida (DUAN *et al.*, 2004; PARVIZIAN *et al.*, 2011). Na Figura 9, observa-se uma projeção dos tamanhos de grãos do extrudado da liga de alumínio 6082.

Figura 9 – Perfil simulado da liga de alumínio 6082 extrudada, mostrando a variação do tamanho médio de grão (μm)



Fonte: Adaptado de Parvizian (2011)

Schreiber *et al.* (2014) em seus estudos, utilizando-se deste processo de extrusão, observaram a manutenção das partículas intermetálicas, porém, com dimensões reduzidas, que resultou em um aumento da ductilidade e limite de elasticidade em torno de 60%.

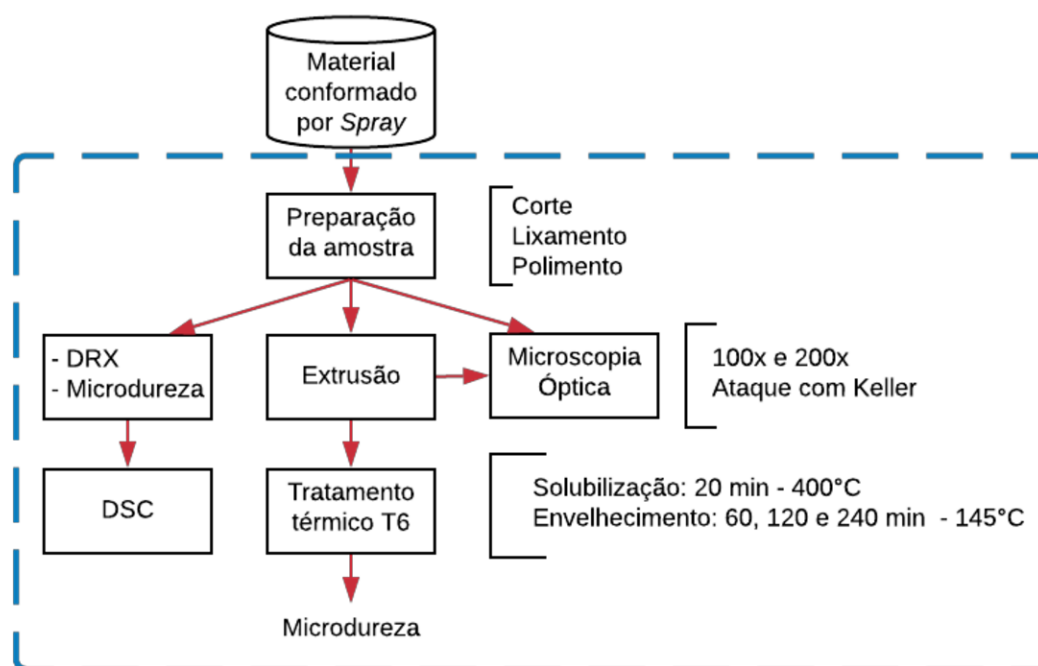
5 MATERIAIS E MÉTODOS

5.1 MATERIAIS

A liga de alumínio Al-Mg-Zn-Si-Cu utilizada nesse trabalho foi fabricada em laboratório utilizando o processo de CS com substrato rotativo dentro das dependências do Departamento de Engenharia de Materiais (DEMA) da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) durante a tese de doutorado do orientador desse trabalho. A composição química da liga de alumínio estudada contém em proporção em peso 5 a 6% Zn; 3 a 4% Si; 9 a 10% Mg; 1,5 a 2,5%Cu; 0,25%Fe (máx.) e balanço em Al.

Todas as etapas experimentais realizadas nesse material estão apresentadas na Figura 10.

Figura 10 - Fluxograma de análises e preparações realizadas nas amostras em estudo, cuja parte destacada representa as etapas realizadas somente pelo autor

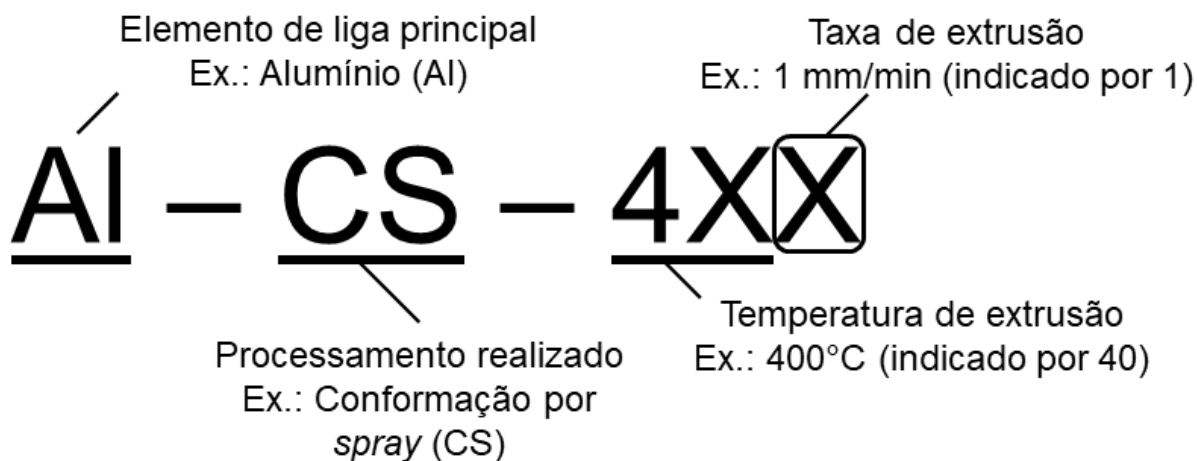


Fonte: Autoria própria

Para facilitar o entendimento das amostras utilizadas, estas foram nomeadas levando em consideração o elemento de liga principal (base), tipo de

processamento, temperatura (°C) e taxa de compressão ou de extrusão (mm/min). Um exemplo da nomenclatura de nomeação está ilustrado na Figura 11.

Figura 11 - Nomenclatura utilizada para nomeação de amostras

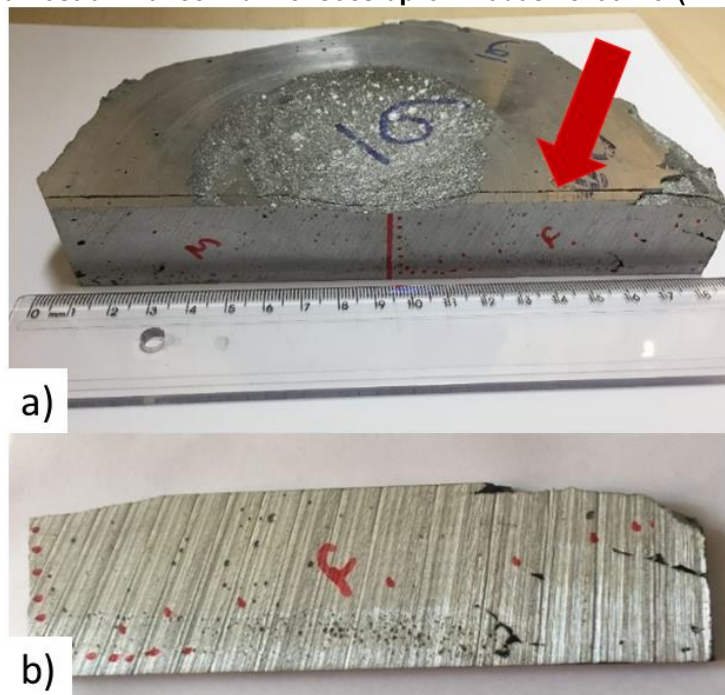


Fonte: Autoria própria

Para essa nomenclatura, os nomes que não constam relatam a não utilização de processamento. Por exemplo, a amostra de liga de alumínio que passou apenas pelo processo de CS foi nomeada AI-CS; por outro lado, a amostra que passou pelo mesmo procedimento com a adição de extrusão a 400°C e a 1 mm/min de taxa de extrusão foi nomeada AI-CS-401.

Como a liga em questão foi objeto de estudo de outros projetos, apenas uma pequena parte da mostra foi utilizada nesse trabalho, a área selecionada está demarcada na Figura 12a. A amostra final utilizada na parte experimental desse estudo possui espessura de 5 mm, comprimento de 90 mm e largura de 25 mm (Figura 12b).

Figura 12 - Liga Al-Mg-Zn-Si-Cu processada via CS a) região selecionada da amostra e b) amostra final com dimensões aproximadas: 5x90x25 (mm)



Fonte: Autoria própria

Para a realização da extrusão, foram utilizados uma matriz, um porta-matriz e êmbolo, previamente aquecidos no forno mufla (Zezimaq modelo 2000C) localizado nos laboratórios do DAEMA na UTFPR nas temperaturas 400°C e 450°C por 4 horas.

Na sequência, uma máquina universal de ensaios - MUE (Shijin, Modelo WDW100E), também presente nos laboratórios do DAEMA na UTFPR, foi empregada para a extrusão da liga de alumínio. A compressão foi realizada para as amostras de liga de alumínio aquecidas a 400°C e 450°C, a uma taxa de compressão de 1 mm/min e 5 mm/min. Na Tabela 2 são apresentadas as temperaturas e taxas de compressão utilizadas em cada amostra.

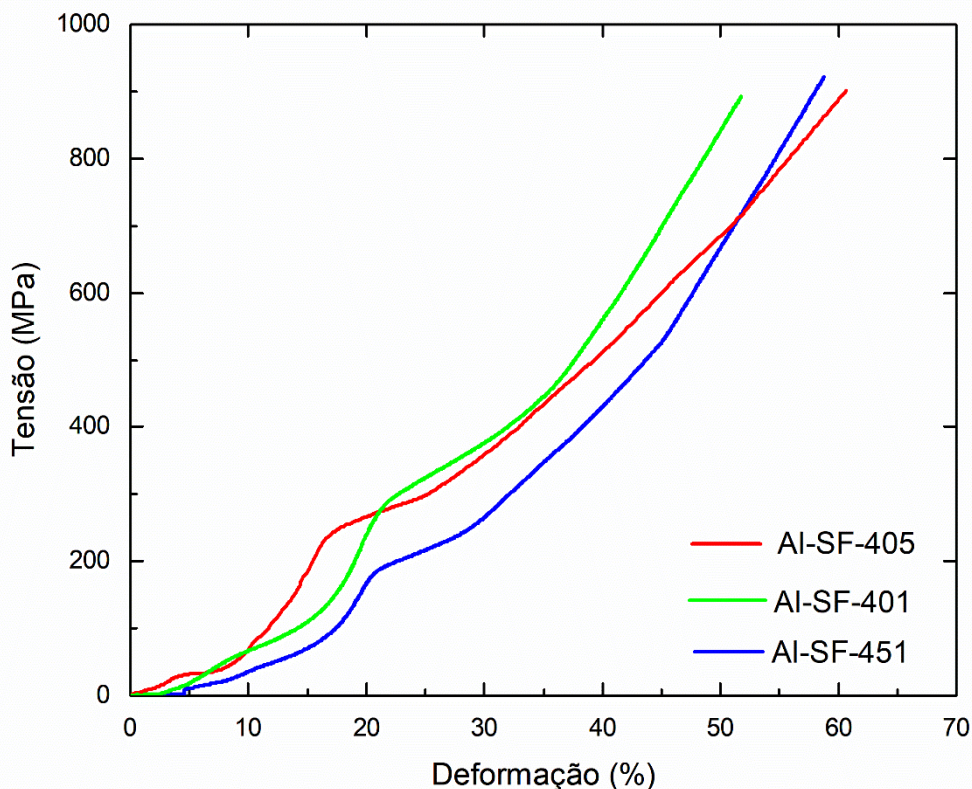
Tabela 2 - Parâmetros utilizados em cada extrusão

Amostras	Temperatura (°C)	Taxa (mm/min)
Al-CS-405	400	5
Al-CS-401	400	1
Al-CS-451	450	1

Fonte: Autoria própria

Para verificação dos resultados, a extrusão Al-CS-401 foi realizada duas vezes, porém, devido à similaridade de resultados, somente uma amostragem será exibida neste trabalho. Todas as extrusões foram limitadas a um máximo de carga de 70 kN. As curvas de tensão x deformação das extrusões estão destacadas na Figura 13.

Figura 13 - Gráfico tensão (Mpa) versus deformação (%) das extrusões realizadas no material



Fonte: Autoria própria

As amostras extrudadas possuíam dois diâmetros em seu corpo, referente ao molde da matriz. Desta forma, o diâmetro maior (o mesmo do êmbolo) era de 10,00 mm e o diâmetro inferior 3,00 mm, obtendo-se uma redução de aproximadamente 90% na área da circunferência. A amostra obtida após a extrusão é mostrada na

Figura 14.

Figura 14 - Material Extrudado junto ao êmbolo, onde a área útil está destacada em vermelho



Fonte: Autoria própria

5.2 MÉTODOS EXPERIMENTAIS

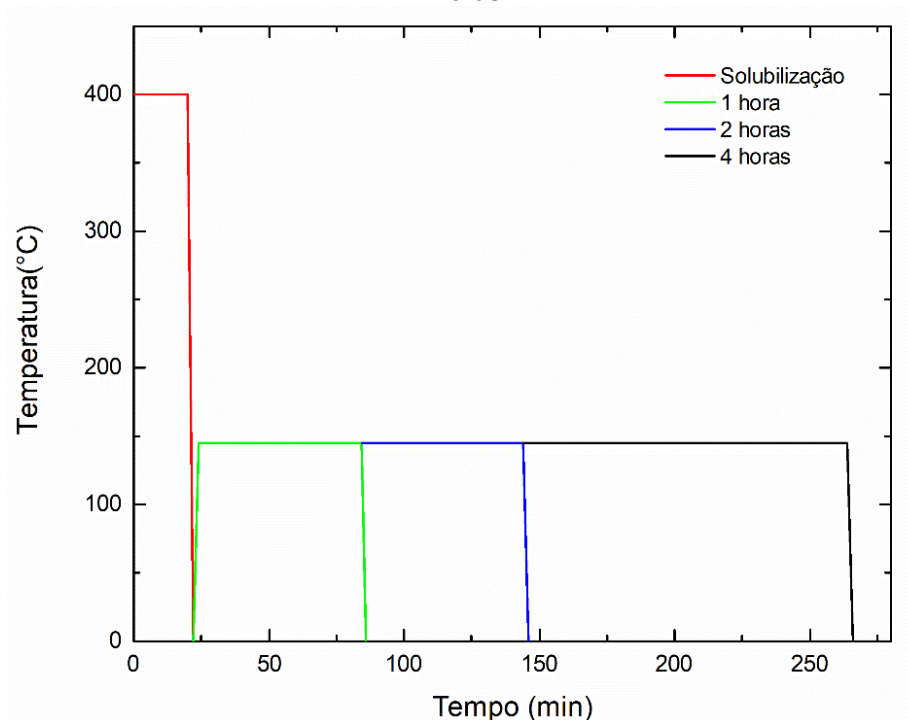
5.2.1 Calorímetro Diferencial de Varredura (DSC)

A análise da amostra do material Al-CS foi realizada pelo calorímetro diferencial de varredura da marca Shimadzu (DSC-60) presente no laboratório do DAEMA. Esse equipamento utiliza o método de compensação de fluxo de calor para determinar a temperatura de mudança de fases. A taxa de aquecimento/resfriamento utilizada foi 10 °C/min e temperaturas entre 25°C à 510°C.

5.2.2 Tratamento Térmico

No mesmo forno mufla citado no para aquecimento da matriz e amostras, foram realizados os aquecimentos para os tratamentos térmicos. Para solubilização, o material foi aquecido a 400°C por 20 minutos, seguido de um resfriamento em água. Após a solubilização, o envelhecimento foi realizado à 145°C por 1, 2 e 4 horas seguido de resfriamento brusco em água. Todo o tratamento está ilustrado na Figura 15.

Figura 15 - Tratamento térmico de solubilização (20 minutos) e envelhecimento por 1, 2 e 4 horas



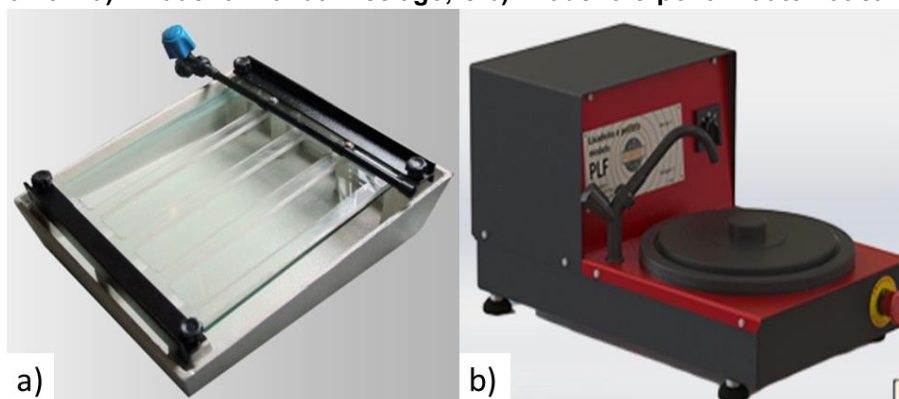
Fonte: Autoria própria

5.2.3 Preparação Metalográfica

Para as análises metalográficas e ensaio de dureza, embutiu-se as amostras em resina poliéster e, após a cura, a amostra foi lixada e polida. O lixamento foi realizado manualmente utilizando a lixadeira Teclago (LM04) - Figura 16a, iniciando o lixamento com a lixa de grânulo 80, prosseguindo com as lixas de grânulo 220, 400, 600, 1200.

Após o lixamento das amostras, utilizou-se uma lixadeira automática Fortel (MD070) para o polimento empregando-se suspensão de alumina de $0,5 \mu\text{m}$ - Figura 16b. Esse processo foi adaptado do método tradicional sugerido pela normativa E1351-01 (ASTM, 2006).

Figura 16 – a) Lixadeira manual Teclago, e b) lixadeira e politriz automática Fortel



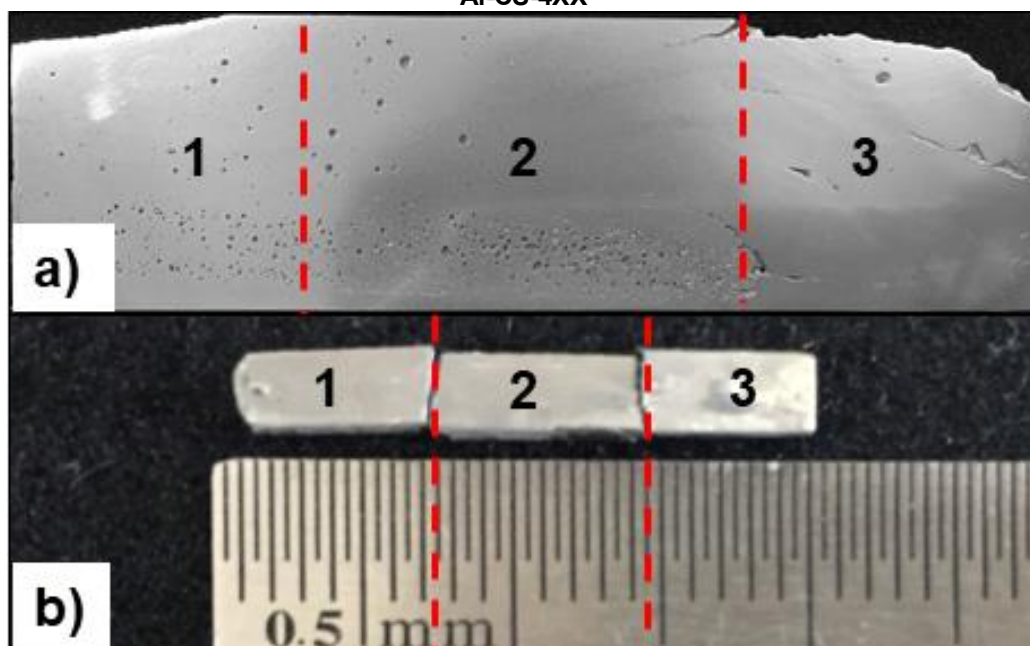
Fonte: Autoria própria

Para a quantificação do tamanho de grãos, a amostra foi atacada com o reagente de Keller: 5 mL de ácido de ácido nítrico (HNO_3), 3 mL de ácido clorídrico (HCl) e 2 mL de ácido fluorídrico (HF) em uma solução aquosa de 190 mL de H_2O . A amostra foi imersa por 40 segundos, seguida de lavagem em água corrente, álcool isopropílico para remoção do reagente e secagem.

5.2.4 Caracterização Microestrutural

A microscopia óptica foi empregada para caracterizar o tamanho e morfologia dos grãos e poros, nas condições CS e extrudado. Utilizou-se o microscópio óptico da marca Zeiss (AX10) presente nas dependências do laboratório do DAEMA, na UTFPR. Lentes de 10 e 20 vezes de magnitude foram utilizadas. O programa *ImageJ* (versão 1.8.0) foi utilizado para quantificação das partículas de segunda fase e poros, através da utilização do contraste e da função *threshold*. Três regiões das amostras foram analisadas conforme esquematizado na Figura 17.

Figura 17 - Representação da divisão de regiões observadas na microscopia em a) Al-CS, e b) Al-CS-4XX



Fonte: Autoria própria

No programa *ImageJ* foi aplicado o método dos interceptos (MIL) para contagem dos grãos (ASTM, 2006, 2015). Uma linha de 300 μm foi traçada sob 5 regiões distintas nas imagens de microscópio óptico. O motivo pelo qual foi dividido o material foi dividido em 3 diferentes partes foi para representar microscopias em regiões distintas para a amostra Al-CS. Além disso, a amostra Al-CS-4XX a repartição foi realizada para o tratamento térmico (uma repartição para cada tempo de envelhecimento).

5.2.5 Difração de Raios X (DRX)

O ensaio de difração de raios X (DRX) foi realizado com o intuito de detectar as fases ou precipitados presentes no material, utilizando-se uma amostra do material sólido Al-CS. O equipamento empregado foi um difratômetro (Bruker Modelo D2 Phaser) localizado no laboratório multiusuário na UTFPR Londrina. A taxa de incremento utilizada para esse ensaio foi de 0,03 $^\circ/\text{s}$ na extensão de 12 $^\circ$ a 90 $^\circ$ do 2θ , com precisão de $\pm 0,02^\circ$. Esse aparelho usa fonte de raios X em tubo com ânodo de cobre com linha de emissão característica de 1,54 \AA / 8,047 keV (Cu-K α 1).

A indexação dos difratogramas foi realizada com a utilização das fichas catalográficas presentes no software *QualX* (versão 2.24) por meio da comparação dos picos difratados, composição química e parâmetros de rede.

5.2.6 Microdureza Vickers (HV)

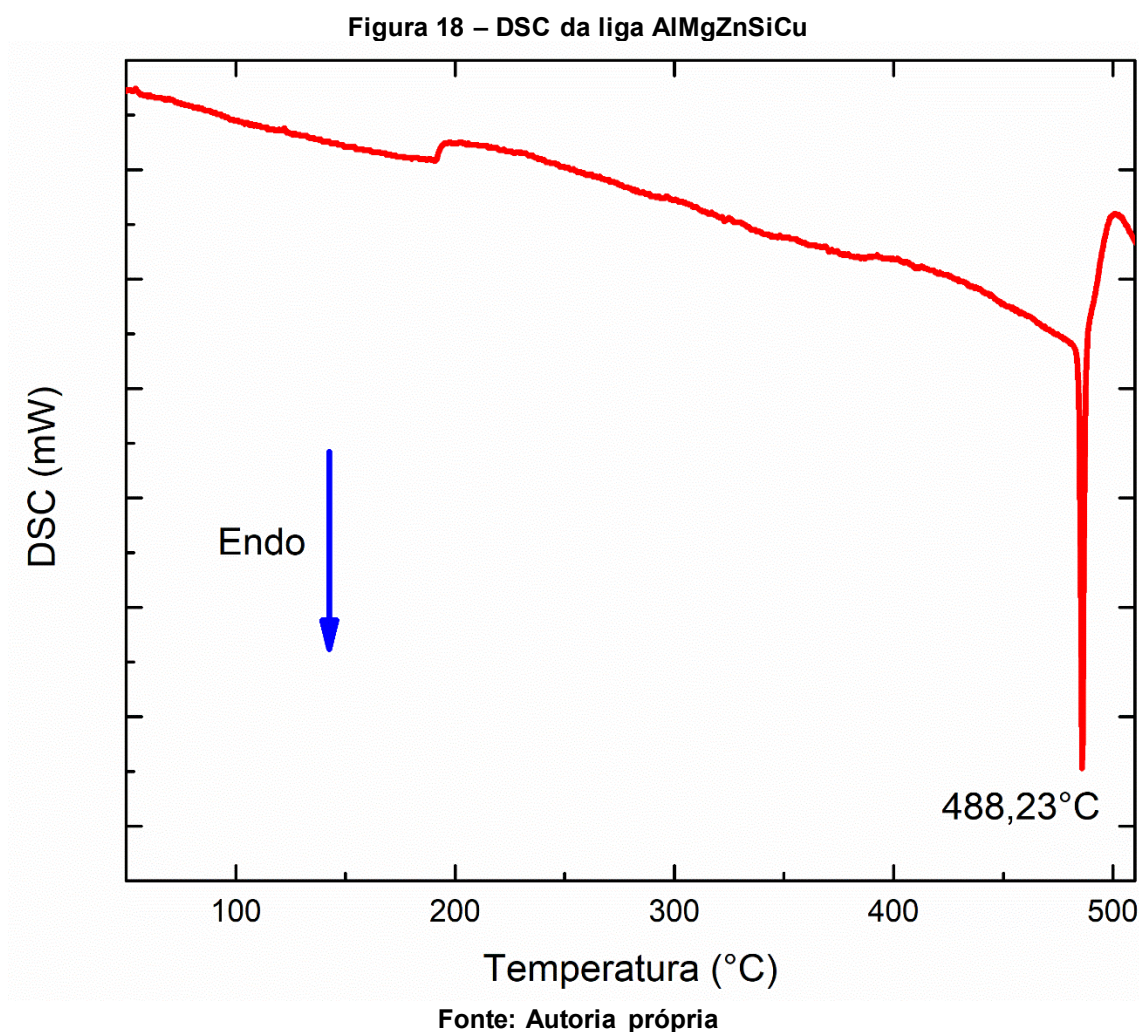
Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados seguindo a norma ASTM E92-17. Para o material Al-CS-4XX (extrudado), foi utilizado um microdurômetro da marca Future-Tech e do modelo FM-800 instalados nas dependências do DAEMA. Para o material Al-CS a dureza foi obtida utilizando o microdurômetro automático (Matsuzawa - Via-F) presente nos laboratórios da Universidade de Wollongong (UOW) – Wollongong, Austrália. Em ambos os casos, foi utilizado 300 gf de força e 10 segundos de tempo de penetração (ASTM, 2017).

Em cada amostra Al-CS-4XX, realizaram-se 15 microindentações. Já na amostra Al-CS, 250 microindentações com um 1 mm de espaçamento entre cada uma. A partir desses valores, foram calculados a média e desvio padrão para cada amostra.

6 RESULTADOS E DISCUSSÕES

6.1 CALORÍMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC)

O resultado da análise de DSC da amostra na condição Al-CS é mostrado na Figura 18.



Observa-se que as mudanças de fase ocorrem por volta de 488,23°C, onde o pico endotérmico se encontra. Essa temperatura se mostra superior à observada pelo material AA7075 que apresenta uma temperatura de mudança de fase por volta de 430°C (ADLER & DELASI, 1977). Com base nos resultados do DSC, foi possível escolher temperaturas de processamento e tratamentos térmicos que não afetassem

as propriedades mecânicas finais da liga estudada neste trabalho, permanecendo a liga sempre no estado sólido.

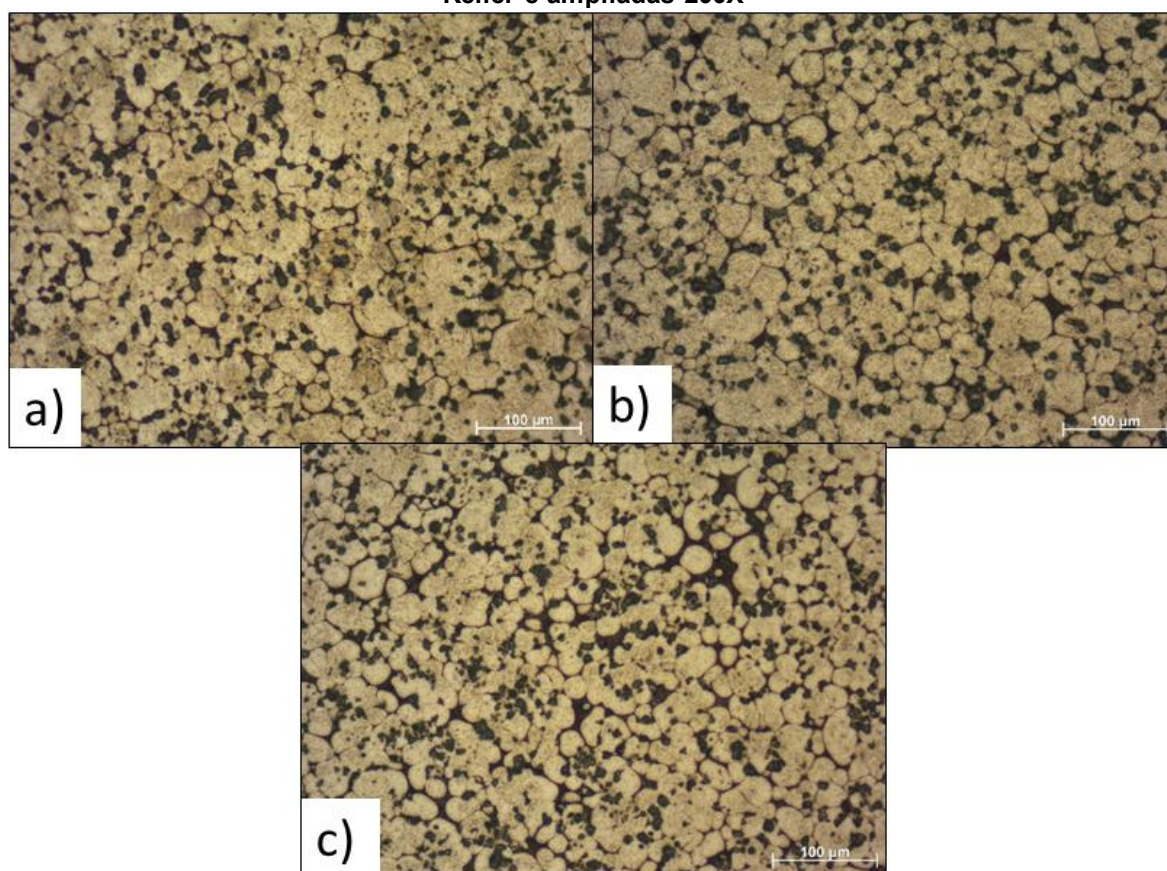
6.2 TAMANHO DE GRÃOS

Os tamanhos de grãos foram determinados com base nas análises das imagens obtidas na microscopia do material e após o ataque com o reagente Keller nas condições Al-CS e Al-CS-4XX.

6.2.1 Condição Al-CS

Na Figura 19 é possível observar os grãos das três regiões diferentes do material com base na Figura 17, após ataque com o reagente Keller.

Figura 19 - Micrografias das regiões a) 1, b) 2 e c) 3 da amostra Al-CS atacadas com o reagente Keller e ampliadas 200X



Fonte: Autoria própria

Após a realização do método dos interceptos linear, os tamanhos de grãos médios foram calculados. Obteve-se uma constância entre as 3 regiões quanto ao tamanho médio dos grãos, observando-se valores médios similares. Os resultados obtidos para cada região, assim como os respectivos desvios padrões estão apresentados na Tabela 3.

Tabela 3 - Resultados obtidos de diâmetros médio dos grãos da amostra Al-CS

Região	Tamanho médio de grão (μm)	Desvio Padrão
1	18,76	1,09
2	19,93	0,77
3	20,82	1,16

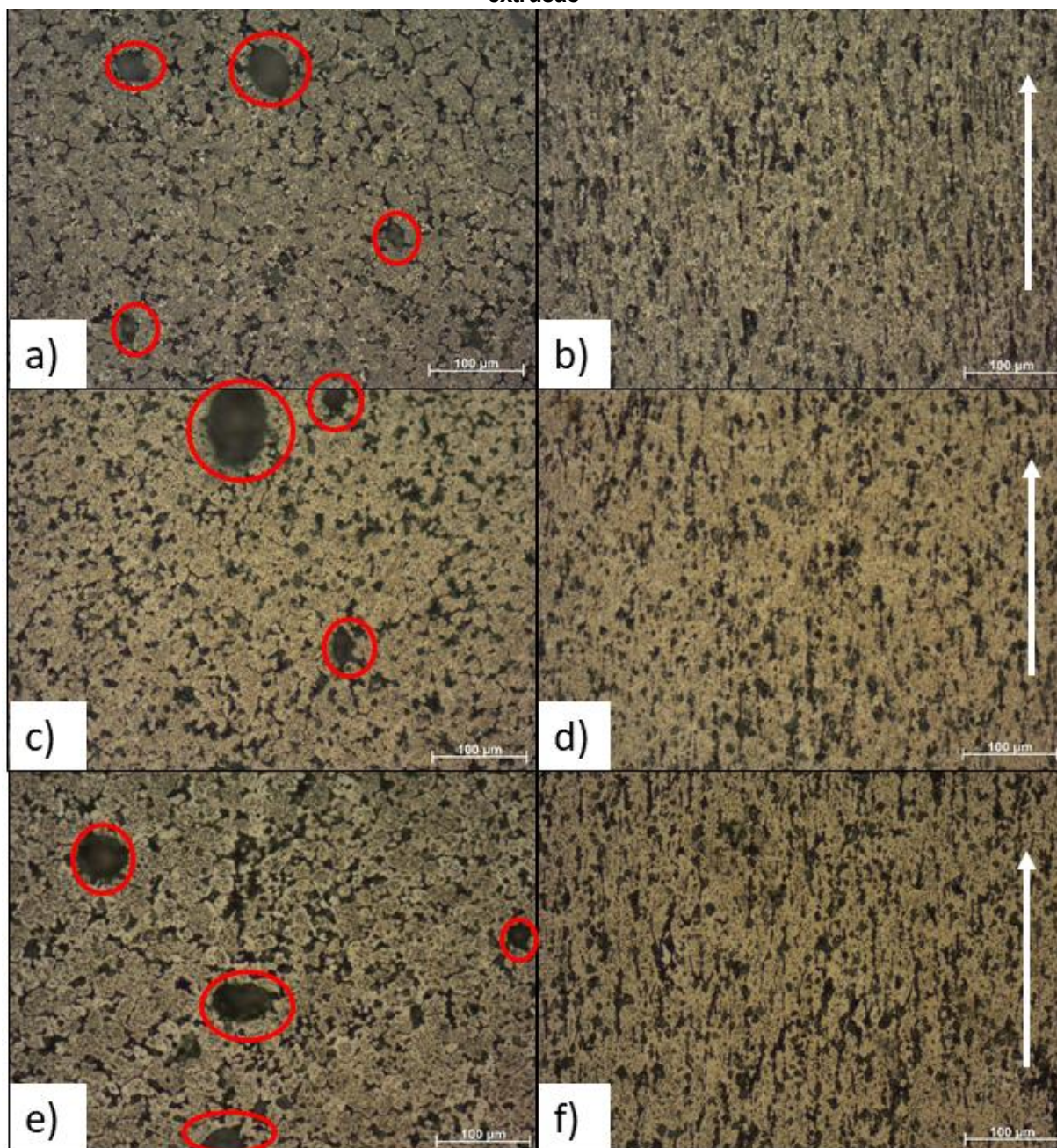
Fonte: Autoria própria

Considerando as três regiões analisadas, calculou-se o tamanho médio dos grãos: 19,84 μm . Os resultados se apresentaram compatíveis aos resultados de Guerra *et al* (2013), com um valor médio de tamanho de grão de 20 μm da liga de alumínio 7050, utilizando-se do mesmo procedimento.

6.2.2 Condição de Al-CS-4XX

Na Figura 20 é possível observar os contornos e morfologia de grãos de duas regiões (1 e 3 conforme Figura 17) das amostras extrudadas. As regiões 1 e 3 foram selecionadas, pois representam a região de menor e maior deformação, respectivamente.

Figura 20 - Imagens ampliadas (200X) representando as seções longitudinais das regiões 1 e 3, das amostras: Al-CS-405 (a e b), Al-CS-401 (c e d) e Al-CS-451 (e e f). As porosidades da região 1 estão destacadas em círculos vermelhos. Nas regiões 3 as flechas indicam as direções de extrusão



Fonte: Autoria própria

Os grãos referentes à região 3 das amostras se apresentaram mais alongados paralelamente à direção da extrusão, (Figura 20b, d e f) substituindo a estrutura equiaxial apresentada na Figura 19. Esse fenômeno ocorre devido ao contato e atrito entre o material e a matriz (PARVIZIAN *et al.*, 2011).

As microscopias referentes à região 1 apresentam uma estrutura menos deformada quando comparada à região 3. Isso ocorre devido ao material se encruar severamente nas extremidades, fazendo com que o núcleo se deforme menos, motivo pelo qual há porosidades aparentes, que são caracterizadas pelas circunferências bem definida (HYODO, 2012). O valor dos tamanho médio dos diâmetros de grãos de cada amostra extrudada é apresentado na Tabela 4.

Tabela 4 - Tamanho médio de grãos (μm) dos extrudados

Extrudados	Al-CS-405	Al-CS-401	Al-CS-451
Tamanho médio de grão (μm)	13,69	13,41	12,77
Desvio Padrão	1,65	1,14	0,45

Fonte: Autoria própria

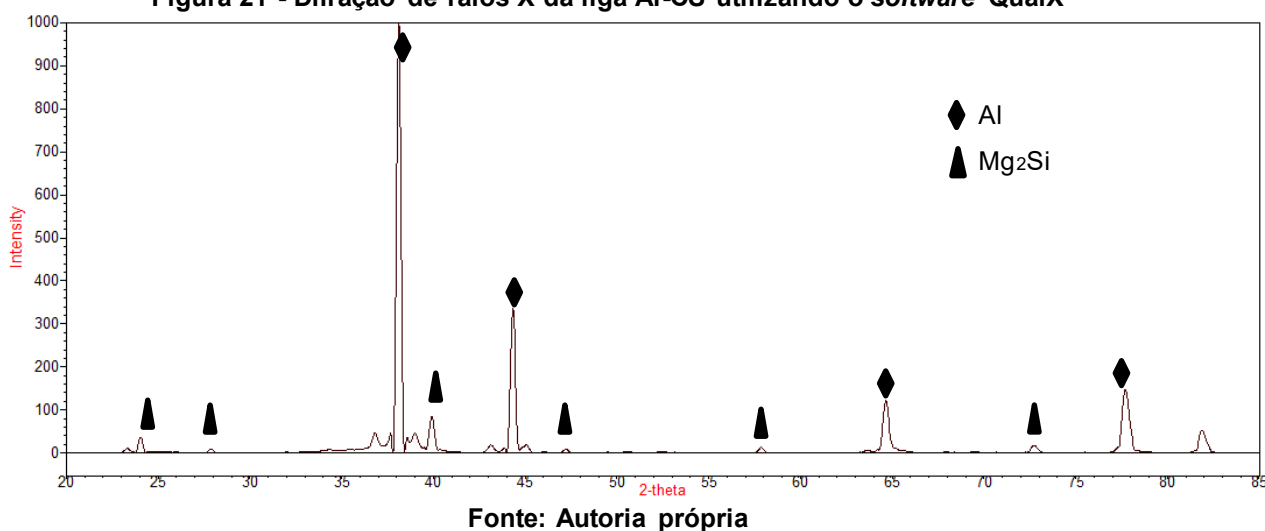
Ao se comparar os valores obtidos com os apresentados na Tabela 3 observa-se uma redução média de tamanho de grãos de quase 30%. Hyoto (2012) em sua dissertação obteve uma diminuição de 36% em uma liga de alumínio 7050 após o processo de extrusão.

Parvizian et al. (2011) através do método dos mínimos quadrados simularam as mudanças causadas nos grãos durante a extrusão de uma liga de alumínio 6XXX, e concluíram que, durante o processo de extrusão, os grãos sofrem um processo de refinamento por recristalização por envolver alta deformação plástica e temperatura.

6.3 PRECIPITADOS

As partículas de segunda fase Mg_2Si , comum nas ligas 7XXX foram observadas por difração de raios X na amostra Al-CS. Na Figura 21 são apresentados os picos difratados que confirmam a presença do precipitado Mg_2Si na matriz do material.

Figura 21 - Difração de raios X da liga Al-CS utilizando o software QualX

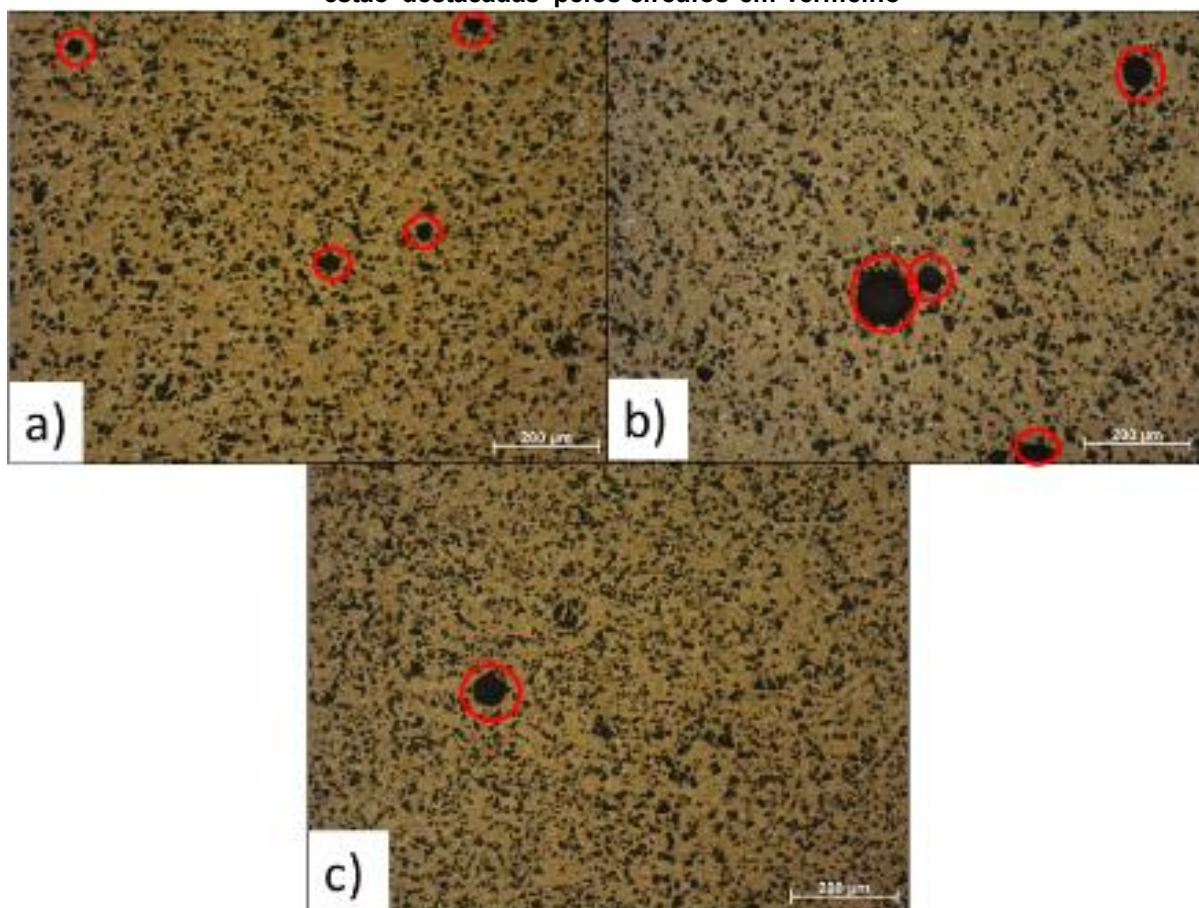


Os picos relacionados a fase primária Al- α representam a principal fase da matriz, logo, possuem uma maior intensidade. Os picos do composto intermetálico Mg₂Si possuem intensidade menor, devido à menor quantidade desse composto. As duas fases citadas se destacam devido a estar presente em maior quantidade, fazendo os demais picos, não classificados na imagem, não serem identificadas pelo programa utilizado (JACUMASSO, 2014; MAZZER *et al.*, 2013). Por se tratar de tratar de uma liga ainda não existente, esse ensaio não pode ser comparado com outros trabalhos existentes.

6.3.1 Precipitados na Condição Al-CS

Neste tópico foram analisadas as regiões 1, 2 e 3 da amostra Al-CS sem ataque. Na Figura 22, são mostradas as micrografias mais representativas ampliadas em 100 vezes.

Figura 22 - Microscopia de 100x da amostra Al-CS nas regiões a) 1, b) 2 e c) 3. As porosidades estão destacadas pelos círculos em vermelho



Fonte: Autoria própria

Na Figura 22 é possível observar poros com circunferência bem definida, advindo do aprisionamento de gases e que são destacados por círculos vermelhos (LAGO, 2010). O diâmetro dos poros variou de 22 a 95 μm , com um diâmetro médio de 47,4 μm e média dos desvios padrões de 21,9 μm . Esses valores foram compatíveis ao encontrado por Hyodo em (2012) na liga 7050, que foram de 22 μm para o de diâmetro médio dos poros.

Adicionalmente, é possível notar pequenos pontos pretos distribuídos na matriz metálica (Figura 22), que segundo Ellendt et al. (2010) e Jacumasso (2014), são os precipitados Mg_2Si , cuja quantificação foi realizada pelo *software ImageJ* e apresentada na Tabela 5.

Tabela 5 – Precipitados de segunda fase em porcentagem, área média (μm^2) e seus respectivos desvios padrões da amostra Al-CS

Região	Mg ₂ Si por área (%)	Área média de precipitado (μm^2)	Desvio padrão
1	22,22	30,78	5,33
2	23,11	37,53	4,78
3	27,20	30,52	5,24

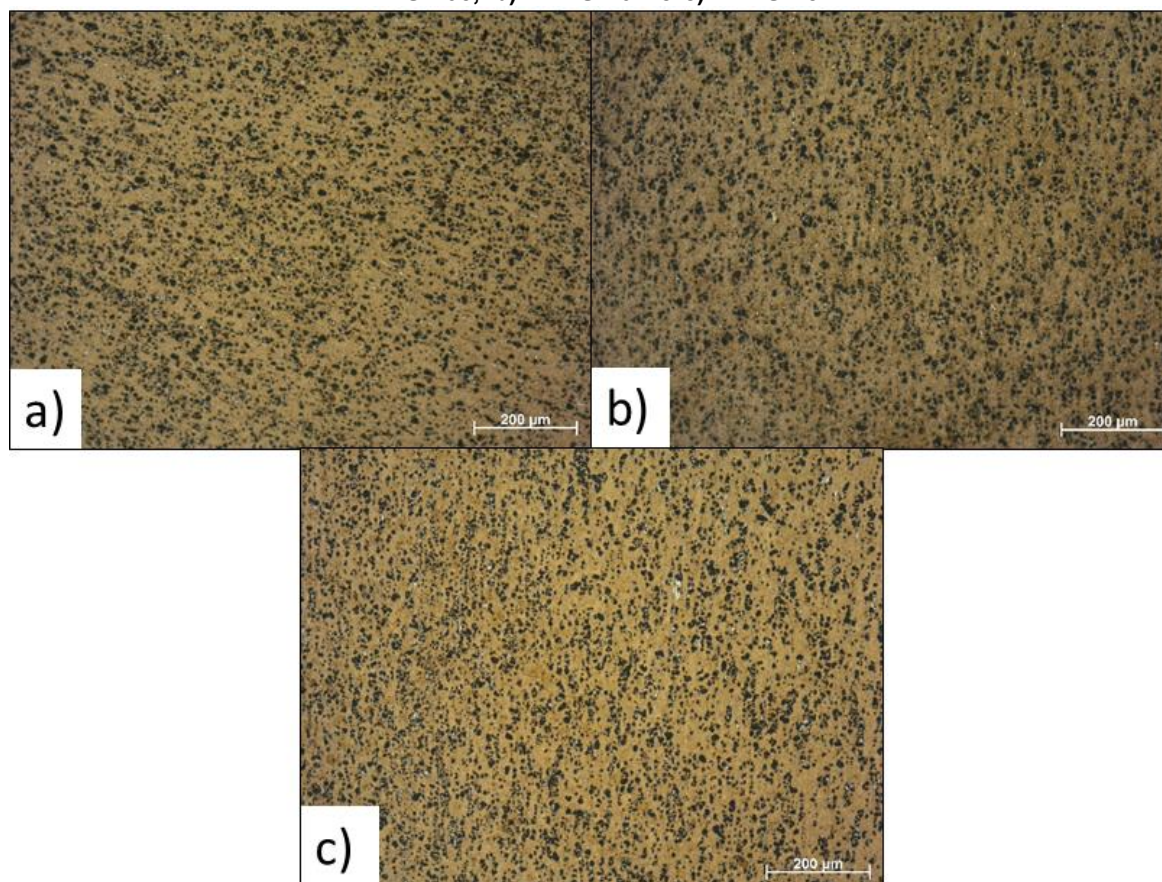
Fonte: Autoria própria

Baseado nos resultados apresentados na Tabela 5, obteve-se a porcentagem média de 24,18% para os precipitados Mg₂Si com uma área média de 32,94 μm^2 . Tais valores se assemelham aos encontrados por Ellendt (2010) em uma liga AlMgSiCu produzida por CS, onde estes mesmos precipitados variaram entre 22 a 30 % da área analisada e com uma área média de 3 até 28 μm^2 .

6.3.2 Precipitados nas Condições Al-CS-4XXX

Para as condições Al-CS-4XXX, foram observados os precipitados presentes na região 2 de cada condição da amostra estudada através das micrografias ampliadas em 100 vezes. As imagens analisadas nestas condições de extrudado são mostradas na Figura 23.

Figura 23 - Micrografias ampliadas em 100X da região 2 (seção longitudinal) dos extrudados: a) Al-CS-405, b) Al-CS-401 e c) Al-CS-451



Fonte: Autoria própria

Na Figura 23, não foi possível observar as porosidades presentes no material CS (Figura 22). Por outro lado, os precipitados permanecem, notando-se um aumento deles. A porcentagem das partículas Mg_2Si aumentaram, porém mais bem distribuídas quando comparados com a condição CS. Observa-se, também, que o tamanho médio dos precipitados medidos pela área nestas condições foi reduzido quando comparados à condição CS. Estes valores estão mostrados na Tabela 6.

Tabela 6 - Precipitados de segunda fase em porcentagem, área média (μm^2) e seus respectivos desvios padrões das amostras Al-CS-4XXX

Extrudado	Mg_2Si por área (%)	Área média de precipitado (μm^2)	Desvio padrão
Al-CS-405	27,23	23,76	2,32
Al-CS-401	28,19	16,24	4,76
Al-CS-451	26,50	27,80	7,56

Fonte: Autoria própria

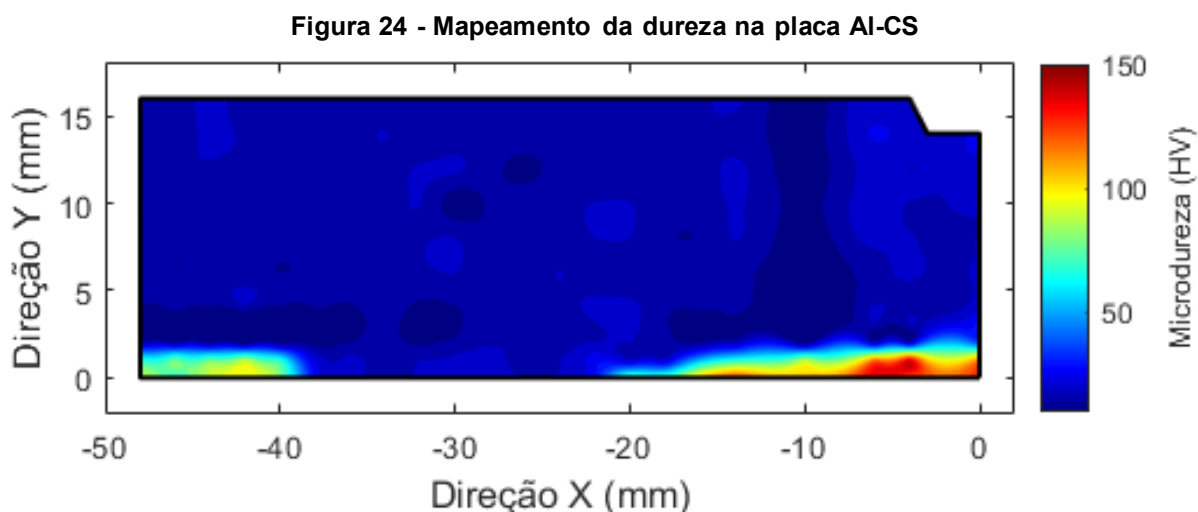
Na Tabela 6, é possível observar que os precipitados encontrados em todas as extrusões foram muito similares em porcentagem de área, atingindo uma média de 26,97 % de Mg_2Si por área. Comparando-se com os resultados obtidos na Tabela 5, houve um aumento de aproximadamente 10% na porcentagem de segunda fase e uma diminuição do tamanho médio medido pela área dos precipitados em 31%.

Não foi encontrado, na literatura, um estudo que demonstre esse efeito dos precipitados Mg_2Si após o processamento de extrusão. Porém, como a extrusão foi realizada a uma temperatura próxima de sua solubilização, é provável que o material tenha sofrido, recristalização em função da temperatura e pressão imposta pela extrusão.

6.4 MICRODUREZA

6.4.1 Microdureza na Condição Al-CS

No material Al-CS foram obtidos 250 valores de microdureza distribuídos através do mapeamento em toda sua extensão. Na Figura 24, é possível observar o mapa obtido por meio dos resultados exportados.



Nessa amostra foi obtida uma média das microdurezas de 24,75 HV e desvio padrão de 20,30 HV. A base da amostra (interface com o substrato),

apresentou uma média das microdurezas de 120,19 HV, com desvio padrão de 32,02 HV.

Este aumento da microdureza na interface com o substrato pode ser observado na Figura 24 nas regiões coloridas e diferentes dos tons azuis. Nesta região, presume-se que a elevação da microdureza esteja relacionada com as elevadas taxas de resfriamento decorrente da solidificação das gotículas durante o processo de CS. Os valores máximos encontrados na literatura foram próximos a 110 HV na liga de alumínio 7055 produzida por CS (SCHREIBER *et al.*, 2014).

Hussain *et al.* (2020) justificaram o aumento de dureza no contato com o substrato devido a troca de calor entre o substrato e o material que a aumenta a taxa de resfriamento nessa região, devido a isso os grãos são mais refinados. Lago (2010) complementa que as propriedades mecânicas são alteradas quando há variações na espessura do material extrudado durante o processamento de conformação por *spray* devido ao tempo de voo de cada partícula.

Esse tempo de voo da partícula pode influenciar nos tamanhos de grãos, porosidade e em seus precipitados que, como consequência, também influenciam de forma ativa nas propriedades mecânicas finais dos materiais (CUI *et al.*, 2005; HUSSAIN *et al.*, 2020).

6.4.2 Microdureza nas Condições Al-CS-4XXX

Quinze microindentações foram realizadas nas três condições Al-CS-4XX. A microdureza média e o desvio-padrão para cada condição são apresentados na Tabela 7.

Tabela 7 - Média e desvio padrão dos valores de microdureza obtidos nas condições Al-CS-4XXX

Extrudados	Al-CS-4XXX		
	Al-CS-405	Al-CS-401	Al-CS-451
Microdureza média (HV)	94,53	100,47	113,51
Desvio padrão	4,00	3,67	3,55

Fonte: Autoria própria

Observa-se, na Tabela 7, valores diferentes para a média da microdureza e seus respectivos desvios padrões. Nas condições Al-CS-405 e Al-CS-401, as diferenças observadas podem ser advindas das diferentes taxas de compressão,

iguais a 5 mm/min e 1 mm/min, respectivamente. Uma possível justificativa para estas diferenças pode ser dada pelo fato da amostra na condição Al-CS-401 ter um tempo de exposição maior, havendo tempo para uma maior dispersão e nucleação das partículas de Mg_2Si .

Por outro lado, na condição Al-CS-405, por estar exposta a um tempo menor sob o efeito da temperatura, houve menor dispersão e nucleação de novas partículas endurecedoras Mg_2Si e menor refinamento da microestrutura. Na condição da Al-CS-451, houve tempo e temperatura suficientes para o refinamento da microestrutura quando comparada com as amostras nas condições Al-CS-405 e Al-CS-401. O efeito da morfologia das partículas pode também interferir nos resultados.

Comparando as microdurezas obtidas da amostra na condição Al-CS com as amostras nas condições Al-CS-4XX, observa-se um aumento na média de aproximadamente 76%. Esse fenômeno pode estar atrelado ao fato de que, além de recristalizar ao extrudar o material, as partículas de segunda fase tendem a estar mais refinadas na matriz metálica, o que eleva sua dureza (JACUMASSO, 2014; PARVIZAN, 2011).

6.4.3 Tratamentos Térmicos nas condições Al-CS-4XXX

Após a extrusão das amostras, estas passaram pelos tratamentos térmicos de solubilização a 400°C, seguidos do envelhecimento artificial. O envelhecimento foi realizado á 145°C, nos tempos 1, 2 e 4 horas, com o objetivo de verificar o comportamento do aumento de dureza comprovando a formação da fase metaestável η' , até a queda da dureza com a formação da fase estável η . Na Tabela 8 é possível observar as microdurezas dos materiais extrudados.

Tabela 8 - Média e desvio padrão de valores de dureza medidas nas amostras solubilizadas

Extrudados	Al-CS-405	Al-CS-401	Al-CS-451
Microdureza média (HV)	119,77	137,67	127,64
Desvio padrão	7,00	7,10	3,60

Fonte: Autoria própria

Dentre os extrudados, a dureza média máxima encontrada é de 137,67 HV decorrente da amostra Al-CS-401. Um aumento de 12% na microdureza quando comparado com o material Al-CS na interface com o substrato, onde possui maior dureza (média de 120,19 HV). Comparando-se com a liga 7055, na literatura verifica-se uma dureza semelhante de 135 HV e um aumento de dureza de apenas 11% após o mesmo tratamento térmico (SCHREIBER *et al.*, 2014).

Esse fenômeno pode ser explicado através da formação das zonas GP na SSSS. O tratamento de solubilização quando feito em ligas de alumínio visa dissolver algumas de suas fases pelo aquecimento, tal como as partículas de segunda fase (ANDREATTA *et al.*, 2003; COUTINHO, 1980).

O tratamento de solubilização e envelhecimento artificial (T6), quando controlado, permite a formação de precipitados a partir de uma solução sólida supersaturada. Isso favorece ainda mais a formação de precipitados finos e uniformemente distribuídos após o envelhecimento, que acarretam um aumento na dureza do material (ESPÓSITO, 2006). Esse aumento de dureza pode ser observado na Tabela 9, onde são apresentadas as microdurezas a 1, 2 e 4 horas de envelhecimento.

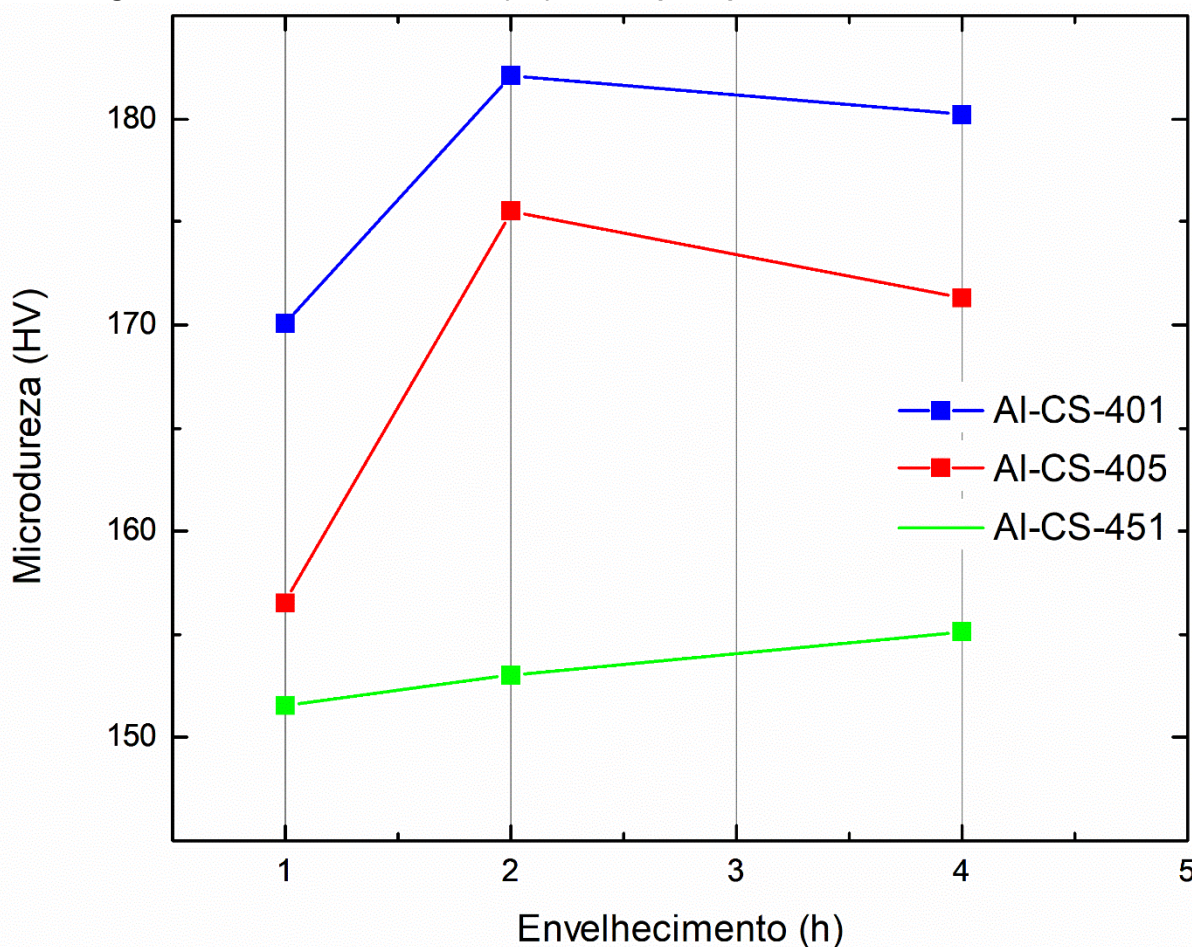
Tabela 9 - Média e desvio padrão de valores das microdurezas medidas nas amostras extrudadas, com T6 e porcentagem do aumento de dureza comparado com as amostras somente solubilizadas (Tabela 8)

Extrudados	Al-CS-405	Al-CS-401	Al-CS-451
Microdureza máxima média (HV)	175,50	181,15	153,05
Desvio padrão	11,30	3,45	4,48
Porcentagem de aumento de dureza (%) em relação ao solubilizado	31,75	24,00	16,60
Microdureza do envelhecido 1h (HV)	156,53	168,30	151,55
Microdureza do envelhecido 2h (HV)	175,50	181,15	153,05
Microdureza do envelhecido 4h (HV)	171,30	178,00	155,15

Fonte: Autoria própria

Complementando a Tabela 9, na Figura 25 encontra-se ilustrado as microdurezas médias em cada temperatura de envelhecimento.

Figura 25 – Microdureza Vickers (HV) dos corpos após o envelhecimento artificial



Fonte: Autoria própria

É possível observar um grande aumento da microdureza de todas as amostras até duas horas de envelhecimento. A dureza média máxima encontrada foi novamente decorrente da amostra Al-CS-401 com um valor de 181,15 HV, e um aumento de 24% quando compara com as amostras somente solubilizadas a 400°C. Valores semelhantes foram encontrados por Schreiber et al. (2014) que obteve uma dureza máxima de 165,00 HV na liga de alumínio 7055.

O aumento da dureza com o tempo de envelhecimento pode estar relacionado com o crescimento de um de um dos precipitados, Mg_2Zn_2 e/ou Mg_2Si , que é muito recorrente nesse tipo liga. A presença do Mg_2Si , inclusive, já comprovada a por análise DRX (ESPÓSITO, 2006; JACUMASSO, 2014; XU *et al.*, 2012). Esse crescimento de dureza está relacionado com a formação de fases metaestáveis desses intermetálicos.

Além disso, foi possível observar uma queda na microdureza das amostras nas condições Al-CS-405 e Al-CS-401, decorrente do superenvelhecimento, que causa o crescimento de precipitados, formando uma fase incoerente e estável com a matriz metálica (CAVALCANTE, SILVA, 2017; ESPÓSITO, 2006; JACUMASSO, 2014; XU *et al.*, 2012).

No caso da amostra Al-CS-451, houve uma pequena continuidade no aumento da microdureza, mesmo após o envelhecimento, apresentando uma microdureza abaixo das demais condições analisadas. Tal fato pode estar relacionado a uma temperatura de processamento (450°C) maior que a de solubilização (400°C) e, desta forma, esta amostra pode ter sofrido mudanças térmicas, formando uma espécie de *overheating*. Essas mudanças podem ocasionar uma fase denominada de zona livre de precipitados (ZLP), na qual a ausência de precipitados, causada pela formação de líquido localizado em interfaces ou contornos de grão, compromete as propriedades mecânicas, o que pode ter provocado um superenvelhecimento da amostra Al-CS-451 (ASM, 2004; JACUMASSO, 2014).

Pelos dados obtidos, houve um aumento considerável da microdureza na maior parte das amostras a duas horas de envelhecimento, estabelecendo-se como a melhor rota para o aumento das propriedades mecânicas, neste caso medidas através da microdureza HV.

7 CONCLUSÕES

Foi possível realizar a caracterização microestrutural da liga AlMgZnSiCu nas condições Al-CS e Al-CS-4XXX, utilizando a análise de imagens digitais capturadas via microscopia óptica e do *software ImageJ* para quantificar o tamanho de grãos, a porosidade e a porcentagem de fases em especial a Mg₂Si

O processamento por extrusão foi efetivo na redução do tamanho de grãos, na redução dos níveis de porosidade e na elevação das propriedades mecânicas, evidenciadas pelo aumento das microdurezas obtidas, em comparação à condição Al-CS.

Foi possível evidenciar as partículas de segunda fase mais representativas, distinguidas pelas análises de DRX e microscopia óptica. Com a análise do difratograma, a presença do precipitado intermetálico Mg₂Si foi confirmada. Adicionalmente, a confirmação da presença desta partícula de segunda fase foi observada nas microscopias, que mostraram a presença destes precipitados e o refinamento dos mesmos após a extrusão.

Com o mapeamento das microdurezas realizadas por toda a região da amostra na condição Al-CS, foi possível observar o efeito da taxa de resfriamento mais elevada, resultante da troca de calor entre o substrato, o que causou um aumento da dureza nessa região devido à redução do tamanho dos grãos.

Foi possível observar o efeito dos tratamentos térmicos empregados, da solubilização e do envelhecimento, na elevação da microdureza HV do material nas condições Al-CS-405 e Al-CS-401, sendo esse efeito menos efetivo para a condição Al-CS-451. Com o tempo do envelhecimento artificial aplicado de duas horas, obteve-se as melhores propriedades mecânicas do material em virtude da formação de partículas de fase coerentes e com interação metaestável com a matriz.

Por fim, a caracterização microestrutural e mecânica das amostras contribuiu para estudar a rota de processamento por extrusão e tratamento térmico da liga na condição Al-CS, mostrando-se eficaz quanto a redução dos poros, refino de grão e aumento de dureza.

8 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Como sugestões para trabalhos futuros, pode-se realizar um estudo mais detalhado, utilizando-se:

- Microscopia eletrônica de varredura (MEV), a partir da captura de imagens, com o objetivo de evidenciar as distribuições dos elementos de liga pela matriz.
- Microscopia eletrônica de transmissão (MET) para estudos mais aprofundados, com o objetivo de se obter maior detalhamento dos precipitados formados e mais atuantes no aumento das propriedades mecânicas sob as condições das amostras estudadas neste trabalho.

REFERÊNCIAS

AA, A. A. (2018). **History of Aluminum**. Disponível em: <https://www.aluminum.org/aluminum-advantage/history-aluminum>. Acesso em 04 nov. 2018.

ABAL. (2018). **Cadeia primária**. Disponível em: <http://abal.org.br/aluminio/cadeia-primaria/>. Acesso em 04 nov. 2018.

ABAL. (2020). **Industry Profile**. Disponível em: abal.org.br/en/statistical-information/industry-profile/. Acesso em 20 out. 2020.

ADLER, Philip N. Calorimetric Studies of 7000 Series Aluminum Alloys: II. Comparison of 7075, 7050, and RX720 Alloys. **Metallurgical Transactions A**, Bethpage, v. 8, p. 1185, 23 jul. 1976.

ANDREATTA, F.; TERRY, H.; WIT, J.h.w. de. Effect of solution heat treatment on galvanic coupling between intermetallics and matrix in AA7075-T6. **Corrosion Science**, [s.l.], v. 45, n. 8, p. 1733-1746, ago. 2004.

ASM, H. C. **Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**. ASM International, 1990.

ASM Metals Handbook. **Heat Treating**. v.4. ASM International Handbook Committee, 2004.

ASTM E1351-01(2006), **Standard Practice for Production and Evaluation of Field Metallographic Replicas**, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2006.

ASTM E1382-97(2015), **Standard Test Methods for Determining Average Grain Size Using Semiautomatic and Automatic Image Analysis**, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2015.

ASTM E92-17, **Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials**, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017.

CALLISTER, W. D. C.; RETHWISCH, D. G.. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma introdução** Vol. 8. Rio de Janeiro: Ltc. 2012. 845p.

CALTABIANO, P. C. R. de O. **Caracterização morfológica e microestrutural da liga AA7075 por microscopia correlativa e processamento digital de imagens.** 2016. 115 p. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Mecânica, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2016.

CAVALCANTE, F. F.. Comportamento Mecânico da Liga de Alumínio 2024 Submetida a Diferentes Tempos de Envelhecimento. **Holos**, [S.L.], v. 8, p. 86-100, 9 maio 2017. Instituto Federal de Educacao, Ciencia e Tecnologia do Rio Grande do Norte (IFRN).

CHIAVERINI, V. **Tratamento térmico de ligas metálicas.** São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais - ABM, 2008. 272 p.

COUTINHO, T.A. **Metalografia de Não-Ferrosos: Análise e Prática.** Editora Edgard Blucher Ltda. 1980. 128p.

CUI, Chengsong; FRITSCHING, Udo; SCHULZ, Alwin; LI, Qingchun. Mathematical modeling of spray forming process of tubular preforms. *Acta Materialia*, [s.l.], v. 53, n. 9, p. 2775-2784, maio 2005. Elsevier BV.

DUAN, Xinjian; VELAY, X; SHEPPARD, T. Application of finite element method in the hot extrusion of aluminium alloys. **Materials Science And Engineering: A**, [s.l.], v. 369, n. 1-2, p.66-75, mar. 2004. Elsevier BV.

ELLENDT, N.; STELLING, O.; UHLENWINKEL, V.; VON HEHL, A.; KRUG, P.. Influence of spray forming process parameters on the microstructure and porosity of Mg₂Si rich aluminum alloys. Einfluss der Prozessparameter auf Mikrostruktur und Porosität beim Sprühkompaktieren von Aluminium-Legierungen mit hohen Mg₂Si - Gehalten. **Materialwissenschaft Und Werkstofftechnik**, [s.l.], v. 41, n. 7, p. 532-540, 22 jul. 2010. Wiley.

ESPÓSITO, I. M. **Caracterização E Cinética De Recristalização Da Liga De Alumínio 6063 Após Tratamentos Termomecânicos.** 2006. 82p. - Mestre em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear. Instituto de pesquisas energéticas e nucleares – IPEN.

FERREIRA, Ney Rodrigues. **Influência dos parâmetros de processamento na fabricação de matriz de forjamento através do processo convencional de conformação por spray em aço AISI H13**. 110 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Materiais, Centro Federal de Educação Tecnológica do Maranhão, São Luís, 2008.

GUERRA, A. P. de Bribean; ELLENDT, N.; UHLENWINKEL, V.; SILVA, P. S. C. Pereira da; BOLFARINI, C.. Microstructure of a recycled AA7050 alloy processed by spray forming followed by hot extrusion and rotary swaging. **Materialwissenschaft Und Werkstofftechnik**, [S.L.], v. 45, n. 7, p. 568-573, jul. 2014

HUSSAIN, Shohag; CUI, Chengsong; TEMPLE, Nicole; UHLENWINKEL, Volker; MÄDLER, Lutz. Porosity and microstructure of steel tubes spray-formed by close-coupled atomizer. **Journal Of Materials Processing Technology**, [s.l.], v. 276, p. 116407, fev. 2020. Elsevier BV.

HYODO, A. (2012). **Reciclagem de cavacos de ligas de alumínio 7050-T7451 utilizando conformação por spray e tratamentos termomecânicos**. 169f. Tese (doutorado) - Universidade Federal de São Carlos, 2012.

JACUMASSO, Sheila Cristina. **Caracterização Microestrutural das Partículas de Segunda Fase de Uma Liga de Alumínio AA7050 nas Condições T7451, T6 e T614-65**. 2014. 114 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Materiais, Pós Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2014.

LAGO, Milton Luis do. **LIGA DE ALUMÍNIO PARA APLICAÇÃO AERONÁUTICA OBTIDA POR CONFORMAÇÃO POR SPRAY**. 2010. 136 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Materiais, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Maranhão, São Luís, 2010.

LAVERNIA, E.J. AND GRANT, N.J., "Spray deposition of metals: a review", **Materials Science and Engineering**, 98, p.381-394, 1988

MATHUER, P.; APELIAN, D.; LAWLEY, A. (1989). Analysis of the spray deposition process. **Acta Metallurgica**, [s.l.], v. 37, n. 2, p.429-443, fev. 1989. Elsevier BV.

MMAZZER, 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**, [s.l.], v. 579, p.169-173, dez. 2013. Elsevier BV.

MEYERS, M. A.; CHAWLA, K. K. **Mechanical Behavior of Materials**. 2^a ed. Nova York: Cambridge University Press, 2009. 856 p. 558 -593.

MISIOLEK, W. Z.; KELLY, R. M. (2005). **Extrusion of Aluminum Alloys**. **Asm Handbook**, Bethlehem, v. 14, n., p.522-527, nov. 2005.

MONTEIRO, Rafael Lázaro. **ANÁLISE DO EFEITO DE TRATAMENTO TÉRMICO T4 EM LIGAS DE Al-Cu PRODUZIDAS PELO PROCESSO DE "DIRECT SQUEEZE CASTING"**. 2011. 91 f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Pará, Marabá, 2011.

OLIVEIRA, Rene Ramos de. **AVALIAÇÃO DA TENSÃO RESIDUAL EM ALUMÍNIO 7050 CONFORMADO PELO PROCESSO PEEN FORMING**. 2011. 128 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Materiais, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.

PARVIZIAN, F. et al. Modeling of dynamic microstructure evolution of EN AW-6082 alloy during hot forward extrusion. **Computational Materials Science**, [s.l.], v. 50, n. 4, p.1520-1525, fev. 2011. Elsevier BV.

RAJU, K.; OJHA, S. N.; HARSHA, A. P.. Spray forming of aluminum alloys and its composites: an overview. **Journal Of Materials Science**, [s.l.], v. 43, n. 8, p.2509-2521, 7 fev. 2008. Springer Nature.

RAMBABU, P. et al. Aluminium Alloys for Aerospace Applications. **Aerospace Materials And Material Technologies**, [s.l.], p.29-52, 12 nov. 2016. Springer Singapore.

R ROOY, Elwin L.. Introduction to Aluminum and Aluminum Alloys. **ASM: Metals Handbook**, Estados Unidos, v. 2, p.17-38. 1992.

SCHREIBER, J.m. et al. Combined effect of hot extrusion and heat treatment on the mechanical behavior of 7055 AA processed via spray metal forming. **Journal Of Alloys And Compounds**, [s.l.], v. 617, p.135-139, dez. 2014. Elsevier BV.

SHA, Gang, and Alfred Cerezo. "Early-stage precipitation in Al–Zn–Mg–Cu alloy (7050)." **Acta Materialia** 52, no. 15 (2004): 4503-4516.

SINGH, Sudhanshu S. et al. 3D microstructural characterization and mechanical properties of constituent particles in Al 7075 alloys using X-ray synchrotron tomography and nanoindentation. **Journal Of Alloys And Compounds**, [s.l.], v. 602, p.163-174, jul. 2014. Elsevier BV.

STARKE, Edgar A.. Heat-Treatable Aluminum Alloys. **Treatise On Materials Science & Technology**, [S.L.], p. 35-63, 1989. Elsevier.

TOTTEN, George E.; D. Scott MacKenzie, eds. **Handbook of aluminum: vol. 1: physical metallurgy and processes**. CRC press, 2003.

USGS. (2020). **Mineral Commodity Summaries 2020**. disponível em <https://www.usgs.gov/centers/nmic/mineral-commodity-summaries>. Acesso em 19 Set. 2020

XU, D.k.; ROMETSCH, P.a.; BIRBILIS, N. Improved solution treatment for an as-rolled Al–Zn–Mg–Cu alloy. Part I. Characterisation of constituent particles and overheating. **Materials Science And Engineering: A**, [s.l.], v. 534, p.234-243, fev. 2012. Elsevier BV.