

INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TERMOMECÂNICO
NA MICROESTRUTURA, NO COMPORTAMENTO ME
CÂNICO E NO MECANISMO DE FRATURA DE
UMA LIGA DE ALUMÍNIO 7050-T76

10/88

*Este exemplar corresponde a rubrica
final da tese defendida por Orestes E. Alencar
e aprovada pela comissão julgadora
em 19 de julho de 1988.*



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA DE CAMPINAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TERMOMECÂNICO NA MICRO-
ESTRUTURA, NO COMPORTAMENTO MECÂNICO E NO MECA-
NISMO DE FRATURA DE UMA LIGA DE ALUMÍNIO 7050-T76

Autor: *Orestes E. Alarcon*

Orientador: *Prof.^a Dr.^a Ana Maria Martínez Nazar*

Tese apresentada à Comissão de Pós-Graduação da Faculdade de Engenharia de Campinas - UNICAMP, como parte dos requisitos necessários para obtenção do título de DOUTOR EM ENGENHARIA MECÂNICA.

CAMPINAS - 1988

U N I C A M P
BIBLIOTECA CENTRAL

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA DE CAMPINAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

Tese de: DOUTORADO

Título da Tese: INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TERMOMECÂNICO NA MICRO-
ESTRUTURA, NO COMPORTAMENTO MECÂNICO E NO MECA-
NISMO DE FRATURA DE UMA LIGA DE ALUMÍNIO 7050-T76

Autor: ORESTES ESTEVAM ALARCÓN

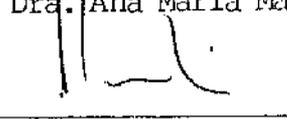
Orientador: Prof.^a Dr.^a ANA MARIA MARTINEZ NAZAR

Co-orientador: Dr. WALDEMAR A. MONTEIRO

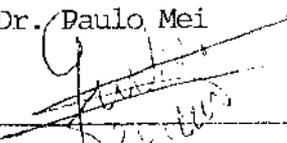
Aprovado por



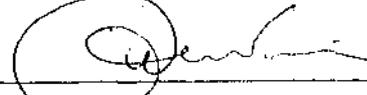
Prof. Dr. Ana Maria Martinez Nazar



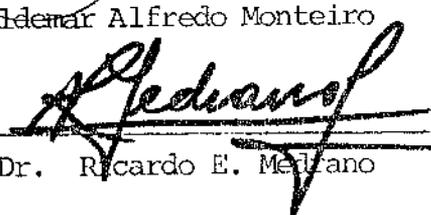
Prof. Dr. Paulo Mei



Dr. Gustavo Ferran



Dr. Waldemar Alfredo Monteiro



Prof. Dr. Ricardo E. Mediano

Campinas, 19 de Julho 1988.

AGRADECIMENTOS

Este trabalho de pesquisa foi desenvolvido na UNICAMP, onde a Professora ANA M.M. NAZAR foi responsável pela sua orientação. Gostaria de agradecer-lá pela sua constante dedicação, estímulo e espírito crítico com que acompanhou todo o desenvolvimento deste trabalho.

Agradeço igualmente ao Dr. WALDEMAR A. MONTEIRO do IPEN pela coorientação e colaboração nos estudos realizados em MET, os quais representam uma parte significativa deste trabalho.

Agradeço especialmente ao Professor Ricardo H. Medrano do IFGW/UNICAMP pela colaboração e grande apoio. Ao Professor Itamar Ferreira do DEMA/UNICAMP pela colaboração e discussões referentes à realização dos ensaios mecânicos. Aos Professores Juan Blas da COPPE/UF RJ e Oscar Balancin da UFSCar pela gentileza de ceder o laboratório de tratamentos termomecânicos. Ao Eng^o Nelson B. Lima do IPEN pela colaboração e discussões referentes à análise de textura. Ao Dr. Edmundo S. Braga e Srta Nidenalva Silva do LED/UNICAMP pela contribuição no desenvolvimento da técnica para obtenção de amostras pelo processo litográfico. À EMBRAER, em especial ao Eng^o Waldemir S. de Campos pelo fornecimento do material. Ao Dr. Gustau Ferran da Metal Leve pela gentileza de tornar possível a realização de análise metalográfica quantitativa. Ao Sr. A. Laerte Struziatto do DEMA/UNICAMP pela dedicação especial com que confeccionou os corpos de prova utilizados nos testes mecânicos. À Sra. Rita H.B. Jacón do DEMA/UNICAMP pela constante colaboração nos estudos de metalografia ótica e eletrônica. À Eng^a Ingrid dos Santos do CTA e Sr. Nildemar Ferreira do IPEN pela colaboração na preparação de réplicas de fratura. À secretária Taka O. Perroni pela excelente datilografia. Ao Sr. Paulo R. Bonafé pela realização dos desenhos.

Enfim, a todas as pessoas do DEMA/UNICAMP e IPEN com quem ti
ve a satisfação de compartilhar este trabalho. Em especial
ao Dr. Arnaldo P. Andrade do IPEN, pelas discussões sobre
fractografia e Dr. Paulo I. Ferreira do IPEN, pelas discus-
sões sobre microestrutura.

À FAPESP pela bolsa de doutorado concedida.

RESUMO

Discute-se os efeitos de tratamentos termomecânicos (TTM) na microestrutura, nas propriedades mecânicas e nos mecanismos de deformação e fratura em uma liga de alumínio de alta resistência - 7050-T76. Obtêm-se previamente materiais com microestruturas recristalizada, parcialmente recristalizada e não recristalizada, através de TTM. Os mecanismos de recristalização e recuperação envolvidos são estudados em MET, incluindo a técnica de recristalização *in situ*. Avalia-se as propriedades mecânicas através de testes em tração monotônica e tenacidade à fratura (COD). O estudo dos mecanismos operantes no modo de deformação e fratura é efetuado utilizando-se Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET) e análise de textura por Raio X. Desenvolve-se também um método para obtenção de amostras em folhas finas, para o estudo de tração *in situ* em MET.

O estudo da recristalização *in situ* no material previamente superenvelhecido e laminado a 250°C, mostra que a nucleação da recristalização origina-se em torno de partículas grosseiras (> 0,5 µm), formando pequenas células com alta densidade de discordâncias e, prossegue através de um processo de poligonização. O crescimento posterior do núcleo de recristalização ocorre somente após a solubilização dos precipitados de equilíbrio, os quais atuam no sentido de impedir a movimentação da interface entre a região recristalizada e deformada. A origem do processo de recuperação no material previamente solubilizado e laminado a 400°C, deve-se ao efeito produzido pelas partículas finas que precipitam durante a laminação; as mesmas atuam no sentido de dificultar a movimentação de contornos de baixo ângulo e de discordâncias redundantes, impedindo a ocorrência de recristalização.

A melhor combinação de propriedades de tração e tenacidade à fratura é obtida no material com microestrutura não recristalizada. As três microestruturas apresentam deslizamento planar, mas a não recristalizada é a única em que não ocorre concentração de deformação em contornos de grãos, apresentando fratura predominantemente transgranular. Isto é atribuído à maior facilidade de

transferência de plasticidade entre grãos adjacentes, devido ao menor grau de desorientação entre as bandas de deslizamento dos mesmos. Constata-se, através de observações *in situ* em MET, que a propagação intergranular da trinca, em microestrutura recristalizada, ocorre em zonas livres de precipitados vizinhas aos contornos de grãos e, que a nucleação de vazios é devido à decoesão interfacial em precipitados de equilíbrio termodinâmico, auxiliada pela concentração de deformação em contornos de grãos. Já na microestrutura não recristalizada, a trinca transgranular propaga-se de modo dútil através da ruptura dos lingotamentos, entre a ponta arredondada da trinca e microvazios nucleados dentro da zona plástica.

THE INFLUENCE OF THERMOMECHANICAL TREATMENT ON THE MICROSTRUCTURE,
MECHANICAL BEHAVIOUR AND FRACTURE MECHANISM OF THE ALUMINUM ALLOY-
7050-T76.

A B S T R A C T

The effect of Thermomechanical Treatment on the microstructure, mechanical behaviour and fracture mechanism of the high strength aluminum alloy 7050-T76 was investigated. Materials with recrystallized, partially recrystallized and unrecrystallized microstructure were previously produced by thermomechanical treatment and their mechanism was studied using TEM, including *in situ* recrystallization. The mechanical behaviour was evaluated by monotonic tensile properties and fracture toughness (COD). Several techniques were used to study the fracture mechanism; SEM, TEM and *in situ* TEM, for this, it was developed a method to prepare the samples, also texture analyses was included.

The *in situ* recrystallization on the pre-aging material, rolling at 250°C, has shown that the origin of the recrystallization nucleated at coarse particles ($> 0,5 \mu\text{m}$) as small cells of high dislocation density and proceeds by a polygonization process. The small particles inhibit recrystallization then, further nuclei grows only after solubilization of these particles. In the unrecrystallized structure, produced by rolling at 400°C in previous solutioned material, the small particles precipitated during rolling are a barrier to the low angle boundary and redundant dislocation movement and avoid recrystallization.

Materials processed to produce unrecrystallized grain structure show a significant mechanical behaviour improvement over the recrystallized material. All of the materials have planar slip and a clear tendency toward strain localization in the partially recrystallized and recrystallized material. The fracture mode in the unrecrystallized material is almost completely transgranular. This is due to the easy transfer of plasticity to adjacent grain that are favorably oriented.

In situ TEM observation shows that once the crack is nucleated, the intergranular propagation in the recrystallized material occurs along the precipitated free zone (PFZ), aided by coalescence of void nucleated by decohesion of the grain boundary precipitates. In the unrecrystallized material the transgranular crack propagation proceeds in a ductile mode by the rupture of the intervening ligaments from the tip of the crack (previously blunted by plastic flow) and the voids nucleated inside the plastic zone.

ÍNDICE

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO.....	1
1. CONSIDERAÇÕES GERAIS	1
2. OBJETIVOS	7
3. ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO	8
BIBLIOGRAFIA	11

CAPÍTULO II

TRATAMENTOS TERMOMECÂNICOS	13
1. INTRODUÇÃO	13
2. O ESTADO ENCRUADO	14
2.1. Recuperação Dinâmica	16
2.2. Efeito da Dispersão de Partículas de 2 ^a Fase	17
3. RESTAURAÇÃO DA MICROESTRUTURA	19
3.1. Recuperação Estática após Trabalho a Frio	21
3.2. Recristalização Estática após o Trabalho a Frio .	22
3.2.1. Mecanismos de nucleação da recristalização	23
3.2.2. Recristalização em ligas de duas fases	28
3.3. Recuperação e Recristalização durante o Trabalho a quente	32
3.3.1. Recuperação dinâmica	32

3.3.2. Recristalização dinâmica	34
3.4. Recuperação e Recristalização após Trabalho a Quente	36
3.4.1. Recuperação estática	36
3.4.2. Recristalização estática	36
BIBLIOGRAFIA	38

CAPÍTULO III

ENDURECIMENTO POR PRECIPITAÇÃO	40
1. INTRODUÇÃO	40
2. PRECIPITAÇÃO A PARTIR DE SOLUÇÃO SÓLIDA SUPERSATURADA.	41
2.1. Precipitação Contínua	41
2.1.1. Estágio de nucleação e crescimento	42
2.1.2. Estágio de coalescimento	44
2.1.3. Nucleação heterogênea	45
2.2. Formação de Zonas Livres de Precipitados (ZLP) ..	46
2.2.1. Mecanismo de formação de ZLP por perda de lacuna	47
2.2.2. Mecanismo de formação de ZLP por perda de <u>solu</u> tos	50
3. MECANISMOS DE DEFORMAÇÃO NA INTERFACE PARTÍCULA/MATRIZ	51
3.1. Efeito das Partículas na Tensão de Escoamento ...	52
3.1.1. Mecanismo de cisalhamento de partículas	53
3.1.2. Mecanismo de Orowan	55
3.2. Efeito das Partículas no Encruamento	58
BIBLIOGRAFIA	65

CAPÍTULO IV

MECANISMOS DE FRATURA DÚTIL EM LIGAS ENDURECIDAS POR PRECIPITAÇÃO	67
1. INTRODUÇÃO	67
2. DISTRIBUIÇÃO DA DEFORMAÇÃO	68
3. FRATURA DÚTIL TRANSGRANULAR	72
4. FRATURA DÚTIL INTERGRANULAR	80
5. TENACIDADE À FRATURA EM LIGAS CONTENDO PARTÍCULAS DE 2ª FASE	86
5.1. Parâmetros Macroscópicos da Tenacidade à Fratura	86
5.2. Relação entre Tenacidade à Fratura e Parâmetros Microestruturais	90
BIBLIOGRAFIA	101

CAPÍTULO V

PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	105
1. MATERIAL	105
2. TRATAMENTOS TERMOMECÂNICOS (TTM)	106
3. CARACTERIZAÇÃO DOS PARÂMETROS MICROESTRUTURAIS	111
3.1. Microscopia Ótica	111
3.2. Microscópio Eletrônico de Transmissão	116
4. CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS	119
5. CARACTERIZAÇÃO DO MECANISMO DE DESLIZAMENTO (SLIP) ..	122
6. CARACTERIZAÇÃO DO MODO DE FRATURA (FRACTOGRAFIA)	127
7. CARACTERIZAÇÃO IN SITU DOS MECANISMOS DE DEFORMAÇÃO E FRATURA	130

8. CARACTERIZAÇÃO DA TEXTURA CRISTALOGRÁFICA	137
BIBLIOGRAFIA	139

CAPÍTULO VI

RESULTADOS E DISCUSSÕES	141
1. MICROESTRUTURA INICIAL	141
2. TRATAMENTO TERMOMECÂNICO (TTM)	143
2.1. TTM Preliminar	143
2.2. Obtenção de Microestrutura Recristalizada ..	145
2.3. Obtenção de Microestrutura não Recristalizada ..	155
2.4. Tratamento Térmico de Envelhecimento	162
2.5. Distribuição de inclusões e dispersóides	172
3. COMPORTAMENTO MECÂNICO E MICROESTRUTURAL	173
3.1. Propriedades de tensão	173
3.2. Análise do Deslizamento (slip)	184
3.3. Análise de Fratura	188
3.4. Propriedades de Tenacidade à Fratura	197
3.5. Relação entre Tenacidade à Fratura e Zona Estira da (Stretched Zone)	204
3.6. Modelo Analítico do Mecanismo de Fratura	210
4. MICROMECHANISMO DE DEFORMAÇÃO E FRATURA - OBSERVAÇÃO IN SITU EM MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE TRANSMISSÃO	217
4.1. Características Gerais do Processo de Nucleação e Propagação de Trincas	217
4.2. Mecanismos de Propagação da Trinca em Material Recristalizado	228
4.3. Mecanismo de Propagação de Trincas em Material Não recristalizado	230

BIBLIOGRAFIA	236
--------------------	-----

CAPÍTULO VII

CONCLUSÕES	243
------------------	-----

PERSPECTIVAS	246
--------------------	-----

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

1. CONSIDERAÇÕES GERAIS

- Interação entre Mecânica e Mecanismos de Fratura

O primeiro passo para entender as relações entre mecânica e mecanismos de fratura é considerar as respostas às duas questões básicas: porque estuda-se mecânica de fratura? e, porque estuda-se mecanismos de fratura?

A primeira questão conduz à considerações sobre a influência de defeitos (trincas) em componentes estruturais, os quais originam-se durante o processo de fabricação ou durante a utilização em serviço, gerando falhas prematuras nos mesmos. A mecânica de fratura fornece a ferramenta quantitativa fundamental para predizer o comportamento de componentes estruturais contendo defeitos, através da análise do comportamento do material em testes mecânicos.

A segunda questão conduz à considerações sobre as relações entre a estrutura do material e comportamento mecânico do mesmo, fornecendo as ferramentas fundamentais para o entendimento de como o material falha. Enquanto a mecânica de fratura preocupa-se com: quando acontece a fratura e o que fratura, o estudo dos mecanismos de fratura preocupa-se com: como e porque ocorre a fratura.

A relação mostrada esquematicamente na figura I.1, ilustra a interação entre as duas áreas de conhecimento. Esta é denominada "conexão estrutural" pois faz a ligação entre a estrutura do componente e a estrutura do material¹. Se o estudo dos mecanismos de fratura tem o objetivo de melhorar as propriedades mecânicas do material, a mecânica de fratura identifica quais propriedades devem ser melhoradas e quais parâmetros são importantes para o componente estrutural.

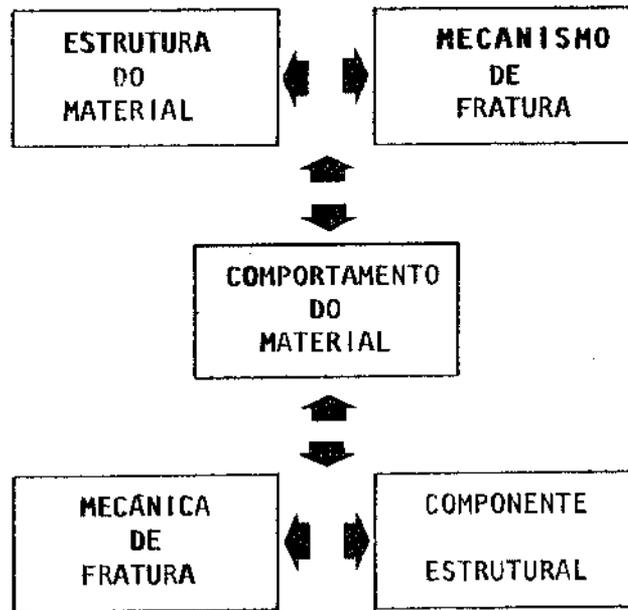


Figura I.1 - "Conexão estrutural" entre estrutura do material e estrutura do componente¹.

A interação entre essas duas áreas de conhecimento envolve várias disciplinas², as quais devem ser interligadas para o desenvolvimento de projetos e processos de componentes estruturais. A figura I.2 mostra as ciências básicas abrangendo o vasto campo da mecânica e mecanismos de fratura. A direita e no final da escala encontra-se a área de engenharia, envolvendo análises de cargas e tensões aplicadas aos projetos. Imediatamente à esquerda encontra-se a área de mecânica aplicada, a qual fornece os elementos básicos necessários à análise do campo de tensões na ponta da trinca bem como ao estudo das deformações elástica e plástica nas vizinhanças da ponta da trinca. Assim as previsões sobre a resistência à fratura do material podem ser verificadas experimentalmente. Na escala abrangendo tamanho de grãos, partículas de 2ª fase, discordâncias e estrutura atômica, encontra-se a área de ciência dos materiais, a qual fornece os elementos necessários pa

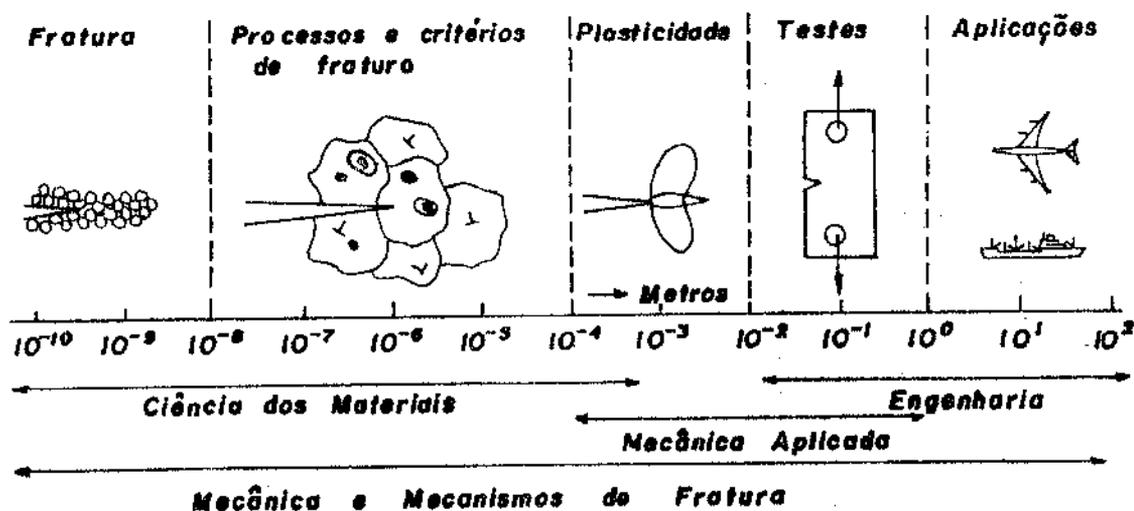


Figura I.2 - Campo de estudo da mecânica e mecanismos de fratura².

ra compreensão dos processos e critérios que governam a fratura. Estes critérios são utilizados para predizer o comportamento da trinca em um dado campo de tensões e deformações.

As considerações acima foram feitas com o intuito de localizar o presente trabalho dentro do campo da mecânica e mecanismos de fratura. Em termos dimensionais, o trabalho abrange a escala entre 10^{-8} a 10^{-1} m, sendo que, a abordagem principal está relacionada com a área de mecanismos de fratura que, neste caso, aplica-se a uma liga de alumínio de alta resistência.

- Mecanismos de Fratura em Ligas de Alumínio de Alta Resistência

As ligas de alumínio de alta resistência encontram sua principal aplicação na indústria aeronáutica, sendo que seu uso chega a representar aproximadamente 80% em peso das estruturas de aeronaves^{3,4}. Este fato é atribuído principalmente à elevada relação resistência/peso, apresentada por essas ligas, bem como às

suas propriedades de tenacidade à fratura, resistência à corrosão sob tensão e resistência à fadiga.

Para o projetista de ligas maximizar todas essas propriedades ao mesmo tempo é uma tarefa extremamente difícil, pois combinações complexas de diversos parâmetros microestruturais influenciam a obtenção das mesmas. Assim, por exemplo, o aumento da resistência mecânica, via endurecimento por precipitação, pode provocar um abaixamento simultâneo na tenacidade à fratura e na resistência à corrosão sob tensão⁵⁻⁸. Isto ocorre já que na condição de máxima resistência os precipitados coerentes e/ou semi-coerentes tendem a concentrar a deformação em bandas de deslizamento grosseiras, facilitando a nucleação de vazios em partículas de 2ª fase (inclusões), quando as mesmas são envolvidas por essas bandas. Por outro lado, foi encontrado experimentalmente que a corrosão seletiva dos contornos de grãos diminui quando a liga encontra-se superenvelhecida¹.

Pesquisas realizadas nos últimos anos⁹⁻¹² com ligas de alumínio de alta resistência, têm mostrado que um aumento simultâneo de resistência mecânica e tenacidade à fratura pode ser obtido através de tratamentos termomecânicos (TTM). Em particular, ligas da série 7XX tem sido produzidas por laminação controlada com objetivo de modificar a morfologia e tamanho dos grãos, bem como a natureza, tamanho e distribuição das partículas de 2ª fase.

Comercialmente são empregados dois tipos de TTM: tratamento termomecânico intermediário (TTMI) e tratamento termomecânico final (TTMF). O primeiro tem como material de partida a estrutura bruta de solidificação e, de forma geral, envolve a obtenção preliminar de uma estrutura apta a recrystalizar pela introdução de tratamentos térmicos antes do trabalho de deformação à morno (geralmente na faixa de 250 à 350°C). Este tratamento introduz no material um grau de deformação relativamente elevado, o qual promove recrystalização de uma microestrutura de grãos finos e equiaxiais em tratamentos térmicos posteriores. O produto obtido por TTMI pode ser utilizado na condição recrystalizada (R) ou após subsequente laminação à quente, produzindo grãos alongados (R-LQ).

As ligas de alumínio de alta resistência (Al-Zn-Mg-Cu) podem ter ainda suas propriedades de tenacidade à fratura melhora

das por tratamento termomecânico final (TTMF)^{9,10}. Este segundo tratamento consiste de solubilização, pré-envelhecimento, deformação, solubilização e envelhecimento final. O tratamento térmico de envelhecimento prévio à deformação, tem um papel primordial na obtenção da microestrutura final do material; ele atua na distribuição e tamanho das partículas de 2ª fase, podendo alterar a distribuição de discordâncias durante a deformação e, consequentemente, modificar a cinética de restauração da microestrutura durante tratamento térmico posterior.

As ligas de alumínio da série 7XXX sofrem fratura dútil (ou fibrosa) pelo micromecanismo de *dimples*. Este tipo de fratura é consequência da nucleação, crescimento e coalescimento de vazios em partículas de 2ª fase. Nesses materiais encontram-se geralmente três tipos de partículas^{3,5-7,13}: partículas grosseiras (formadas durante a solidificação do lingote, devido a presença de impurezas), partículas intermediárias, ou dispersóides (formadas por elementos adicionados propositalmente para o controle de taxa de recristalização) e partículas finas, ou precipitados endurecedores (formadas durante o tratamento térmico de envelhecimento). Sendo essas ligas utilizadas após tratamento térmico de envelhecimento, seu endurecimento ocorre essencialmente por interação entre discordâncias móveis e precipitados. As partículas intermediárias e grosseiras não contribuem para o endurecimento e atuam como locais de fácil nucleação de trincas.

No início do processo de fratura as partículas maiores sofrem decoesão com a matriz, ou quebram-se originando vazios no material, os quais são interligados por coalescência durante o processo de deformação e, desta forma, provocam a fratura dos ligamentos entre os mesmos. Este mecanismo é diretamente afetado pela presença de partículas finas que endurecem a matriz e, consequentemente, aumentam a resistência à deformação do material. Ao mesmo tempo, este endurecimento provoca concentração de deformação em bandas de deslizamento, as quais induzem a fratura prematura. Macroscopicamente a ductilidade pode ser alta ou baixa dependendo da natureza, forma, distribuição, densidade e tamanho das partículas de 2ª fase¹⁴.

Numerosos fatores alteram a distribuição de deformação no material. Em particular, em materiais endurecidos por precipi-

tação, o tipo de interação entre discordâncias móveis e precipitados afetam a formação de bandas de deslizamento⁸⁻¹⁵. Bandas de deslizamento grosseiras são favorecidas pela presença de precipitados finos e coerentes, os quais são cisalhados por discordâncias e, conseqüentemente, o material apresenta poucos sistemas de deslizamento operantes. Em contraste, bandas de deslizamento finas estão presentes no material quando os precipitados são incoerentes com a matriz, favorecendo interação entre discordâncias e precipitados através da formação de anéis (*looping*), ascensão de discordâncias (*climb*) e, conseqüentemente, a operação de vários sistemas de deslizamento no material.

De modo geral, o processo de deformação e o consequente modo de fratura dútil em metais e ligas está associada à obstrução de discordâncias móveis por certos componentes microestruturais. A habilidade de se entender a efetiva contribuição de cada um desses componentes, está ligada às teorias que governam os mecanismos de endurecimento e de nucleação e propagação de trincas. Assim, a determinação de como os parâmetros microestruturais afetam o comportamento mecânico, associando-se aos conceitos teóricos fundamentais serve como guia ao desenvolvimento de ligas, aumentando a probabilidade de sucesso e minimizando o tempo dispendido no projeto de ligas baseando-se somente na experiência.

A necessidade crescente em se desenvolver ligas estruturais mais leves e resistentes tem gerado, nos últimos anos, grandes esforços no sentido de entender as relações entre microestrutura e propriedades mecânicas, através da observação e modelação dos mecanismos operantes durante o processo de deformação e fratura de ligas estruturais. Em particular, investigações microestruturais utilizando-se técnicas cada vez mais sofisticadas tem sido implementadas, devido à constatação que pequenas modificações na estrutura de defeitos (contornos de grãos, discordâncias, precipitados) produzem significantes variações no comportamento mecânico e no modo de fratura desses materiais¹⁶. O progresso neste campo tem sido possível pelo (i) avanço no conhecimento da teoria de defeitos em cristais e (ii) pela disponibilidade de modernos instrumentos para observações e medidas experimentais.

Em complementação aos métodos tradicionais de observação dos mecanismos de deformação e fratura, os quais são realiza

dos após o evento da fratura, incluindo: observação em microscópio ótico da superfície polida, e deformada, em regiões próximas à fratura; observação direta da superfície de fratura utilizando-se microscópio eletrônico de varredura (MEV); observação de réplicas da superfície de fratura em microscópio eletrônico de transmissão (MET) e observação em MET de amostras retiradas de corpo de prova previamente deformados. Recentemente¹⁶⁻¹⁹, o estudo de fratura tem sido realizado fazendo-se observações diretas dos mecanismos de deformação, nucleação e propagação de trincas, ocorrendo durante deformação e fratura de amostras em folhas finas, utilizando-se a técnica de tração *in situ* em MET. Esta técnica tem sido aplicada com sucesso fazendo-se observações *in situ* da deformação plástica ocorrendo na ponta da trinca, sob efeito de tensões aplicadas externamente. Assim, o fenômeno de emissão de discordâncias pela ponta da trinca é observado com a finalidade de se estabelecer critérios sobre o comportamento dútil/frágil de materiais metálicos. Tem sido estabelecido que, quando a trinca é nucleada sob tensão, a maneira pela qual a mesma propaga-se depende de mecanismos de competição entre emissão de discordâncias e clivagem^{17,19}. A emissão de discordâncias relaxa o campo de tensões em torno da ponta da trinca, arredondando-a e, criando simultaneamente uma zona plástica que a protege das tensões externas, tornando o processo de clivagem muito difícil. Assim os materiais são classificados como intrinsecamente frágeis se, para um dado padrão de carga atuando em uma trinca atomisticamente aguda, as condições para de-coesão de uma interface plana são alcançadas antes daquelas para emissão de discordâncias pela ponta da trinca. Por outro lado, se as condições de emissão de discordâncias, pela ponta da trinca, ocorrem primeiro o material é classificado como intrinsecamente dútil. Neste último caso, a fratura envolve extensiva geração e movimentação de discordâncias em torno da ponta da trinca, criando conseqüentemente uma zona plástica em torno da mesma.

2. OBJETIVOS

O objetivo central do presente trabalho é investigar as relações entre comportamento mecânico e microestrutural em liga

de alumínio de alta resistência. Particularmente, analisa-se a influência de microestruturas recristalizadas (R_x), parcialmente re-cristalizada (PR) e não recristalizada (NR) no mecanismo de defor-mação e fratura de uma liga endurecida por precipitação - tipo 7050.

O trabalho envolve diversas etapas, nas quais podem ser definidos os seguintes objetivos específicos:

- estudo das condições adequadas de processamento, atra-vés de tratamentos termomecânicos (TTM) por lamina-ção, para obtenção de materiais com microestruturas R_x e NR;
- caracterização dos parâmetros microestruturais e tex-tura cristalográfica dos materiais com microestrutu-ras R_x , PR e NR;
- caracterização do comportamento mecânico dos mate-riais em testes de tração monotônica e tenacidade à fratura (COD);
- estudo dos mecanismos de deformação e fratura envol-vendo análise do comportamento no deslizamento (*slip*) e análise fractográfica;
- estudo dos mecanismos de deformação, nucleação e pro-pagação de trincas, utilizando tração *in situ* em MET.

3. ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO

Os capítulos II, III e IV foram desenvolvidos visando abordar alguns aspectos teóricos fundamentais, com objetivo de criar uma base consistente para o desenvolvimento posterior de trabalho experimental. No capítulo II aborda-se a teoria de recu-peração e cristalização de metais e ligas, particularmente ligas contendo partículas de 2ª fase, a qual fornece as bases fundamen-tais para entendimento dos processos de tratamentos termomecâni-cos. No capítulo III discute-se inicialmente a natureza e origem da precipitação, proveniente de solução sólida supersaturada e, pos

que se encontra, bem como do tamanho e dispersão das fases precipitadas.

Ainda com relação à figura II-1, a liga com 6,3%Cu (b) excede o máximo conteúdo de cobre na temperatura eutética. Esta consiste de uma fase adicional, CuAl_2 não dissolvida na temperatura imediatamente abaixo da eutética. A solução sólida, neste caso, tem mais alta concentração de cobre do que a liga com 4,5%Cu, se a temperatura excede 515°C . Esta maior concentração proporciona maior força motriz para a precipitação em temperaturas mais baixas e aumenta a magnitude das mudanças que podem ocorrer nas propriedades. O CuAl_2 que não é dissolvido a altas temperaturas, permanece inalterado durante aquecimento e resfriamento e provoca mudanças perceptíveis no nível de resistência.

Este diagrama binário Al-Cu é conveniente para ilustrar os princípios do tratamento térmico de solubilização-envelhecimento. Os graus de liberdade adicionais, resultantes da adição de outros componentes ao diagrama de fase binário, produz composições de fases e temperaturas de transformações que não podem ser descritos por um diagrama bidimensional.

O propósito do tratamento térmico de solubilização é colocar a máxima quantidade de elementos endurecedores (Cu, Mg, Zn), em solução sólida na matriz de alumínio. A solução sólida formada, a uma dada temperatura, pode ser retida, em estado supersaturado, por um resfriamento suficientemente rápido. A temperatura escolhida deve ser máxima, no sentido de garantir solubilidade total dos solutos e, ao mesmo tempo, limitada a um nível seguro para evitar superaquecimento e fusão localizada do material. Por exemplo, uma concentração locali-

teriormente, o efeito dessas partículas no mecanismo de encruamento de ligas endurecidas por precipitação. Finalizando a revisão bibliográfica, no capítulo IV, analisa-se alguns aspectos fundamentais relacionados aos mecanismos de deformação e fratura de ligas contendo partículas de 2ª fase, estudando particularmente e caso de fratura dútil.

No capítulo V encontram-se detalhados os procedimentos experimentais utilizados no presente trabalho, dos quais destacamos, em especial, o método desenvolvido para obtenção de corpos de prova para tração *in situ* em MET, utilizando o processo litográfico. No capítulo VI encontram-se os resultados experimentais obtidos, onde são analisados individualmente diferentes etapas do trabalho: (tratamentos termomecânicos; comportamento mecânico e microestrutural e mecanismos de deformação e fratura). Finalmente no capítulo VII resume-se os principais resultados obtidos no trabalho na forma de conclusões.

BIBLIOGRAFIA

1. LANDES, J.D. The Role of Fracture Mechanics in the Study of Fracture Mechanisms. *Fracture: Interactions of Microstructure, Mechanisms and Mechanics*. Edited - Landes J.D. and Well J. M. Conference Proceedings. 113 th AIME Annual Meeting in Los Angeles, California (1984), 1.
2. BROEK, D. *Elementary Engineering Fracture Mechanics*. Martinus Nijhoff Publishers, Cap. I (1984), 8.
3. STARKE Jr. E.A. The Application of the Fundamentals of Strengthening to the Design of New Aluminum Alloys. *Strength of Metals and Alloys*. R.G. Gifkins - N.Y. (1983), 1025.
4. CHANDLER H.E. *Met. Prog.* 5 (1984), 21.
5. STARKE Jr., E.A. *Mater. Sci. Eng.* 29 (1977), 99.
6. SARKAR, B. et all. *Metall. Trans.* 12A (1981), 1939.
7. LIN, F.S. e STARKE Jr., E.A. *Mater. Sci. Eng.* 39 (1979), 27.
8. HANII, G.T. e ROSENFELD, A.R. *Metall. Trans.* 6A (1975), 653.
9. DI RUSSO, E. *Mater. Sci. Eng.* 14 (1974), 23.
10. DI RUSSO, E., CONSERVA, M. GATTO, F. e MARKUS, H. *Metall. Trans.* 4A (1973), 1134.
11. PARK, B.K. e BRUGGINK, J.E. *Thermomechanical Processing of Aluminum Alloys*. T.G. Morris, ed. The Metallurgical Society of AIME, Warrendale, PA, (1979), 25.
12. STARKE Jr., E.A. e LIN, F.S. *Metall. Trans.* 13A (1982), 2259.

13. ALARCON, O.E. *Efeito do Cobre no Mecanismo de Deformação e Fratura da Liga Al-6An-2Mg-xCu, Solicitada em Tração Monotônica*. Tese de Mestrado. UNICAMP, (1985).
14. KIRMAN, I. *Metall. Trans.* 2A (1971), 1971.
15. HORNBOGEN, E. e GAHR, KARL-HEINZ ZUN. *Metallography*. 8 (1975) 181.
16. WILSDORF, H.G. *Mater. Sci. Eng.* 59 (1983), 1.
17. OHR, S.M. *Mater. Sci. Eng.* 72 (1985), 1.
18. JAGANNADHAM, K. e WILSDORF, H.G. *Mater. Sci. Eng.* 81 (1986), 273.
19. OHR, S.M. *Scripta Metall.* 20 (1986), 1501.

CAPÍTULO II

TRATAMENTOS TERMOMECÂNICOS

1. INTRODUÇÃO

Os tratamentos termomecânicos (TTMs) podem ser definidos como um processo no qual, procura-se tirar o máximo proveito dos efeitos conjugados de deformações plásticas (a quente e/ou a frio) e tratamentos térmicos. O objetivo de tais tratamentos é o de maximizar as propriedades mecânicas de materiais metálicos através da otimização de sua microestrutura.

A formação da microestrutura envolve uma variedade de mecanismos associados à: criação e eliminação de discordâncias e de contornos de grãos; interações entre discordâncias, contornos de grãos e subgrãos com solutos e partículas de 2ª fase (1). Desta forma, dependendo das condições de processamento e das consequentes interações, o material encruado poderá restaurar suas propriedades por processos dinâmicas e/ou estáticas de recuperação e/ou recristalização, gerando diferenças apreciáveis na microestrutura.

Em particular, nas ligas de alumínio de alta resistência, a microestrutura é fortemente influenciada pelas partículas de 2ª fase. Nas ligas da série 7XXX encontram-se geralmente três tipos de partículas¹⁻³: partículas grosseiras, formadas durante a solidificação, devido a presença de impurezas; partículas intermediárias, formadas por elementos adicionados para o controle das taxas de recristalização e de crescimento de grãos e, partículas finas, responsáveis pelo endurecimento por precipitação.

A natureza, tamanho e distribuição de partículas intermediárias (dispersóides) e das partículas finas (precipitados endurecedores) podem sofrer modificações sensíveis segundo o TTM utilizado, e interagir de modo a dificultar ou acelerar os processos de restauração da microestrutura. Já as partículas grosseiras, não são modificadas por tais tratamentos mas, alteram também os

processos de restauração³⁻⁵.

A revisão teórica desenvolvida neste capítulo aborda os principais mecanismos associados à formação da microestrutura, quando o material é processado por transformação mecânica, onde estão envolvidos fenômenos termomecanicamente ativados. Inicialmente, analisa-se de forma sucinta, os efeitos produzidos na subestrutura do material, devido à deformação a frio, discutindo, em continuação, os processos de restauração da microestrutura, deformada a quente ou a frio, através dos mecanismos clássicos de recuperação e recristalização.

2. O ESTADO ENCRUADO

Realiza-se trabalho a frio quando se deforma o metal, a uma temperatura inferior a $0,4 T_M$ (sendo T_M a temperatura de fusão do material)⁵. No entanto, este limite pode ser mais alto, quando se aumenta a taxa de deformação, ou, para soluções sólidas e ligas contendo partículas de 2ª fase, e, ser mais baixo para metais puros de alta energia de defeito de empilhamento (EDE). A transição do trabalho a frio para o trabalho a quente é gradual e passa pelo trabalho a morno, o qual situa-se na faixa de $0,5 - 0,6 T_M^{4-6}$.

Um metal CFC, deformado a frio, apresenta geralmente três estágios distintos de encruamento, como pode ser observado na figura II.1. No estágio I, o qual é usualmente conhecido como região de deslizamento fácil, não ocorre deformação plástica significativa; este estágio pode ser suprimido, pela presença de impurezas no metal, pela introdução de deformações a mais altas temperaturas ou, se o metal é um agregado policristalino. No estágio II, região de encruamento linear, a taxa de encruamento é estável. No estágio III, região de encruamento parabólico, o coeficiente de encruamento é sensivelmente dependente da temperatura e da taxa de deformação ($T, \dot{\epsilon}$).

A tensão necessária para iniciar a deformação plástica é governada, inicialmente, pela resistência ao início do movimento das discordâncias, devido as forças de Peierls-Nabarro¹¹, sen-

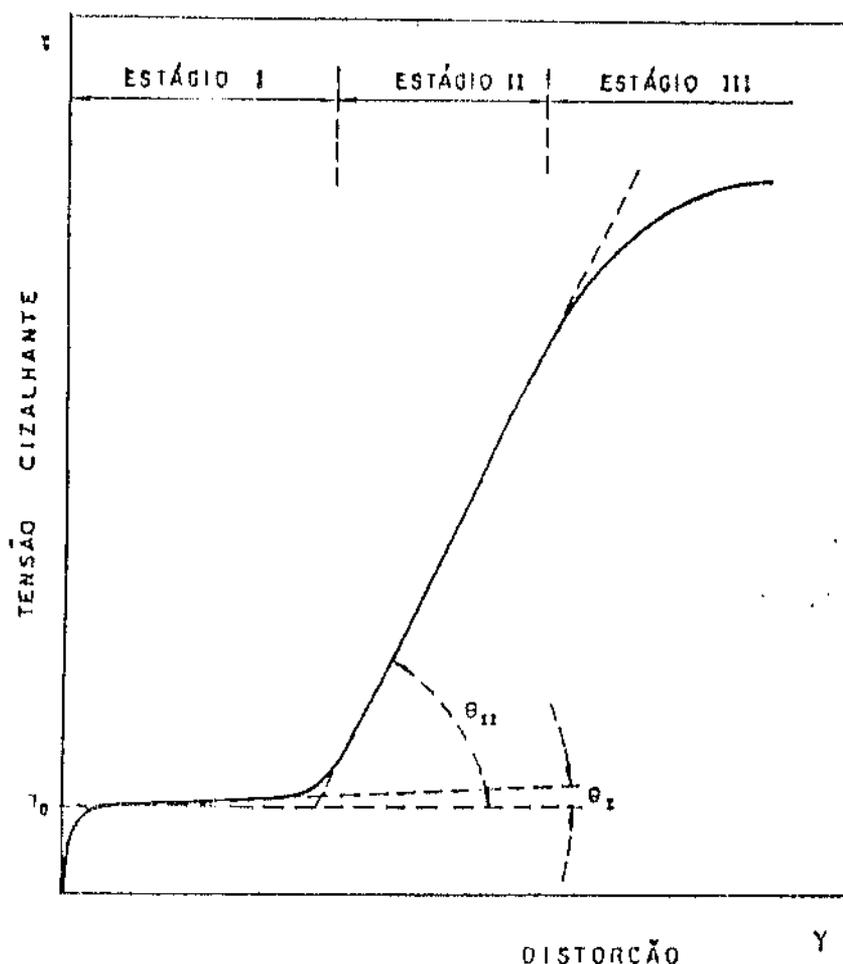


Figura II.1 - Curvas tensão de cisalhamento x deformação de cisalhamento para monocristais⁸.

do ainda possível ocorrer, interações entre discordâncias e defeitos pontuais e, interação de discordâncias móveis com discordâncias que cortam os planos de deslizamento formando degraus (*jogs*) originando florestas de discordâncias¹⁷. Assim que as discordâncias começam a deslizar, em outros conjuntos de planos (deslizamento secundário), tem início uma forte interação entre as discordâncias do sistema primário (I estágio) com aquelas do sistema secundário. Isto dá origem ao acentuado aumento da taxa de encruamento observada no estágio II⁸⁻¹⁰.

Como resultado das múltiplas interações, as discordâncias começam a formar emaranhados que se ampliam a medida que a deformação aumenta. Em temperaturas muito baixas não ocorre mudanças no desenvolvimento da estrutura de discordâncias e o estágio II se prolonga até a fratura.

Eventualmente, dependendo da temperatura, da taxa de de formação e da EDE do material, o mesmo pode se deformar até o estágio de encruamento parabólico (estágio III). O mecanismo que provoca o decréscimo no coeficiente de encruamento é considerado como um processo de recuperação que ocorre simultaneamente com a deformação.

De forma geral, a distribuição de discordâncias em um material deformado pode variar a partir de uma distribuição planar (em baixas deformações), para uma distribuição celular (em altas deformações)⁶. Por outro lado, materiais com alta EDE, como alumínio e suas ligas, apresentam as discordâncias arranjadas na forma celular, enquanto que, materiais de baixa EDE, como o caso do cobre, apresentam uma distribuição de discordâncias planar⁴.

A subestrutura de discordâncias, na forma celular, é estabelecida para deformação na ordem de $0.2^{6,13}$ tornando-se mais fina, com limite de saturação, quando a deformação aumenta. Quando a temperatura de deformação é maior, a deformação requerida para formação de células diminui e o tamanho da saturação aumenta^{5,10}.

2.1. Recuperação Dinâmica

O efeito estrutural, ligado a formação de subestrutura celular, é chamado recuperação dinâmica⁸⁻¹⁰ (a palavra dinâmica, refere-se ao fato de que o processo ocorre durante a deformação). Esta recuperação está associada ao amolecimento dinâmico, que ocorre, em alguns materiais, por um decréscimo na taxa de encruamento o qual depende da temperatura e da taxa de deformação.

É importante salientar que a recuperação dinâmica, que ocorre no trabalho a frio, é diferente da que se apresenta nas condições de fluência ou no trabalho a quente. Ambas estão associadas com a habilidade das discordâncias deixarem seus planos de deslizamento e, interagirem com discordâncias de outras fontes. Em baixas temperaturas, no entanto, a recuperação dinâmica não envolve mecanismo de ascensão de discordâncias (*climb*) e, não se atinge um equilíbrio entre geração e eliminação de discordâncias, restringindo o processo de aniquilação das mesmas. Neste ca

so a recuperação dinâmica inicia-se quando as discordâncias mais próximas das barreiras de Lomer - Cottrell, começam a circundar estas, por meio de deslizamento cruzado (*cross - slip*), por um processo mecânico e termicamente ativado. Tal processo resulta em alguma aniquilação de discordâncias e também em deformação extra⁸.

Em metais CFC, para que ocorra deslizamento cruzado, as discordâncias parciais devem se recombinar ao longo de certo comprimento¹³. Como resultado disto, a energia de ativação necessária para ocorrer o mecanismo é função direta da EDE do metal.

O resultado final da recuperação dinâmica em materiais de alta EDE é a formação de uma estrutura celular^{6,7,10}. Durante o início da deformação, as discordâncias começam a se agrupar no interior dos grãos. A medida que a deformação aumenta, grupos de discordâncias se juntam para formar as paredes de células. Essas paredes de tornam cada vez mais definidas, ao mesmo tempo que tendem a se alinhar em certas orientações cristalográficas. Após certa deformação, as células atingem um tamanho estável. Isto sugere que, a partir daí, as discordâncias cruzam as células e se juntam às paredes já existentes. Ao se aglomerarem em paredes, as discordâncias buscam uma configuração de menor energia colocando-se de maneira que seus campos de tensão sejam diminuídos.

A distribuição de discordâncias, em um metal deformado, pode ser afetada pelas condições de carregamento, pela presença de impurezas, pela EDE do metal e pela introdução de defeitos pontuais. Assim, os fatores que dificultam a recuperação são os mesmos que dificultam a ocorrência de deslizamento cruzado prejudicando a formação de estrutura celular bem definida.

2.2. Efeito da Dispersão de Partículas de 2ª Fase

A resposta ao encruamento em materiais contendo partículas dispersas de 2ª fase, pode ser classificado segundo se esta fase sofre ou não deformação. Se a mesma está constituída de precipitados deformáveis (coerentes), estes provocam um aumento no encruamento devido a deformações coerentes no reticulado, mas, em subsequentes encruamentos, a taxa de endurecimento não é significa-

tivamente diferente daquela da matriz sozinha¹¹.

Se o precipitado é incoerente (indeformável) o resultado é uma aglomeração de discordâncias, em torno da partícula, para acomodar a deformação da matriz. Portanto, nesses locais, ocorre um arranjo de discordâncias geometricamente necessárias¹¹. Precipitados equiaxiais e finos ($< 3000 \text{ \AA}$) favorecem arranjos do tipo anéis prismáticos de discordâncias (discordâncias bloqueadas, que não levam a uma curvatura local do reticulado mas, são susceptíveis de rearranjos do tipo recuperação. Por outro lado precipitados maiores ($> 5000 \text{ \AA}$) assimétricos, favorecem a formação de anéis de cisalhamento em torno das partículas levando a uma curvatura local do reticulado, favorecendo portanto a recristalização¹⁷.

3. RESTAURAÇÃO DA MICROESTRUTURA

Um metal encruado por deformação a frio, retorna geralmente a suas características iniciais de resistência à deformação quando aquecido, durante um certo tempo a uma temperatura acima de um valor crítico. Este valor crítico é evidentemente dependente do grau de encruamento sofrido pelo material e geralmente é expresso em termos relativos ao seu ponto de fusão; convencionalmente chamado de temperatura homóloga (T_h)⁵.

A manutenção da temperatura, neste valor crítico, tem por efeito abaixar a energia livre do sistema por meio de processos ativados termicamente. Esses permitem a eliminação e rearranjo de defeitos, particularmente de discordâncias, geradas pelo encruamento. A restauração das propriedades mecânicas do material encruado a frio, por meio de tratamento térmico de recozimento, ocorre por mecanismos de recuperação e/ou recristalização^{4,5,11,12}. Tais mecanismos, operando em ausência de tensão e deformação, são chamados processos estáticos.

Se o metal é deformado à quente, a uma temperatura maior que $0.5 T_h$, dois mecanismos antagônicos de criação e eliminação de discordâncias vão entrar em competição até que, em certos casos, o metal atinge um estado estacionário de escoamento plástico como pode ser observado pelas curvas tensão x deformação na figura II.2 .

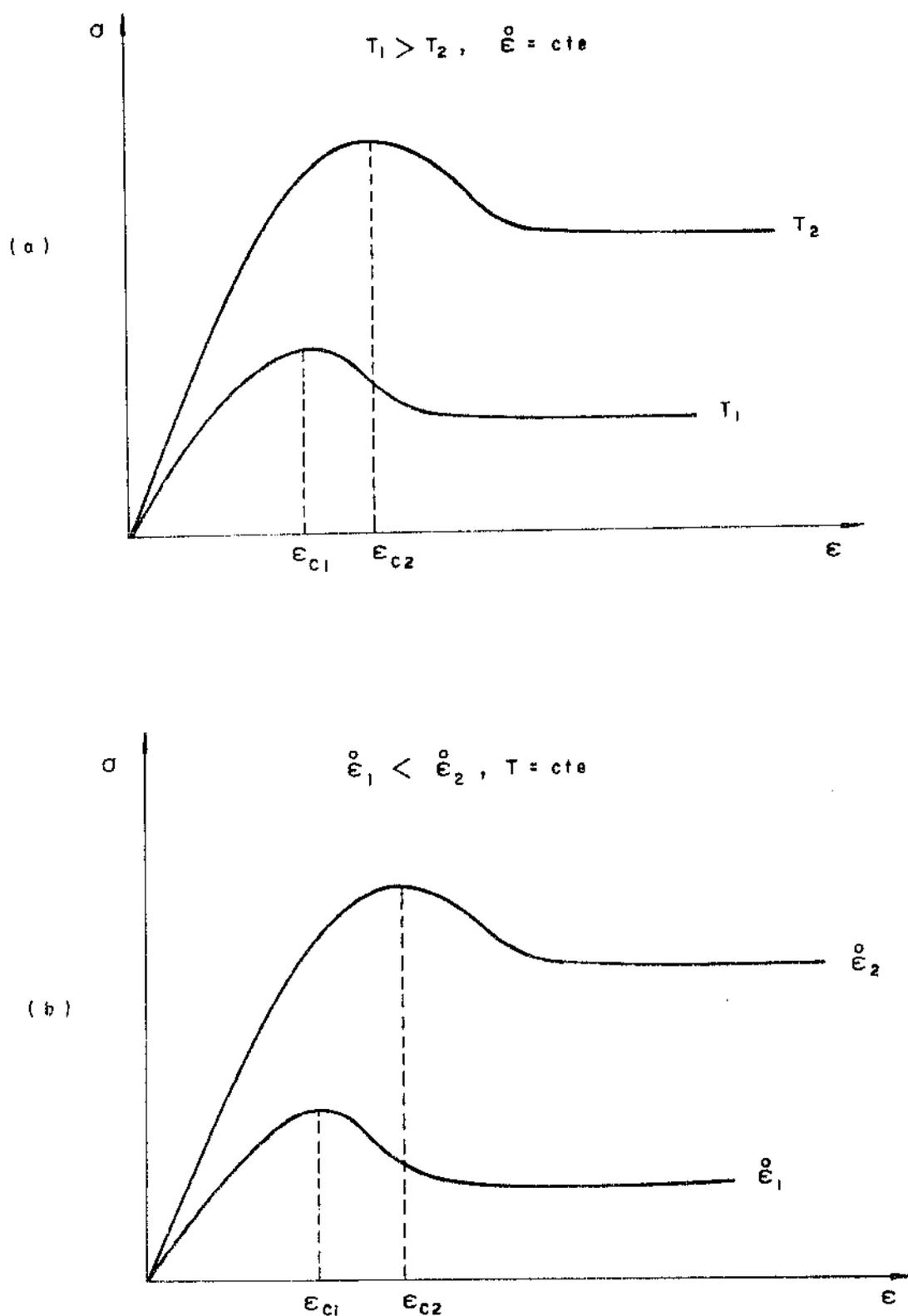


Figura II.2. - Representação esquemática das curvas tensão x deformação a quente, (a) influência da temperatura de deformação, (b) influência da taxa de deformação⁵.

Observa-se que a altas temperaturas há um aumento rápido na tensão de escoamento, até um valor máximo ($T_{\text{máx}}$), seguido de um decréscimo, até a estabilização da mesma, para grandes deformações $\epsilon > \epsilon_c$. Nesta condição o material encontra-se em regime de escoamento estacionário. A deformação crítica (ϵ_c) necessária para que a tensão atinja seu valor máximo ($\sigma_{\text{máx}}$), decresce com o aumento da temperatura de deformação, para taxa de deformação constante, Figura II.2(a), e cresce com o aumento da taxa de deformação, para temperatura de deformação constante, Figura II.2(b).

O processo de amolecimento observado nas curvas tensão x deformação, conhecido como recuperação e recristalização dinâmica⁵, não somente induz ausência de endurecimento por trabalho (encruamento), como também mudanças significativas na microestrutura. Em materiais de baixa EDE (como no caso de ligas austeníticas, níquel e suas ligas, cobre e suas ligas e outros materiais), nos quais as discordâncias são mais espaçadas, a recuperação dinâmica é inibida devido a dificuldade inerente das discordâncias se movimentarem por mecanismos de deslizamento cruzado (*cross-slip*) e saltos (*climb*). Então, nesses materiais, a recuperação inicial da microestrutura resulta, rapidamente em um emaranhado de discordâncias, as quais, eventualmente, a partir de contornos de alto ângulo, com suficiente energia, produzem núcleos recristalizados dinamicamente. Em materiais de alta EDE⁴ (como no caso de alumínio e suas ligas), o movimento de discordâncias é relativamente facilitado tornando operativo os mecanismos de deslizamento cruzado e saltos de discordâncias, possibilitando arranjo de discordâncias geometricamente favoráveis. Este arranjo dá-se na forma de células, com o interior praticamente isento de discordâncias, formando no material uma subestrutura chamada de sub-grãos⁶.

Em operações comerciais de trabalho a quente onde a deformação não é muito alta (<50%), como no caso da laminação, o processo de amolecimento durante a deformação ocorre, via de regra, por recuperação dinâmica^{4,6,14}. Durante o resfriamento pode ocorrer recuperação estática se o material tem alta EDE e, recristalização estática, se o material tem baixa EDE. Em operações produzindo altas deformações, como no caso da extrusão, nos materiais de alta EDE, vai ocorrer recuperação dinâmica seguida de recuperação e recristalização estática durante o resfriamento. Por outro lado

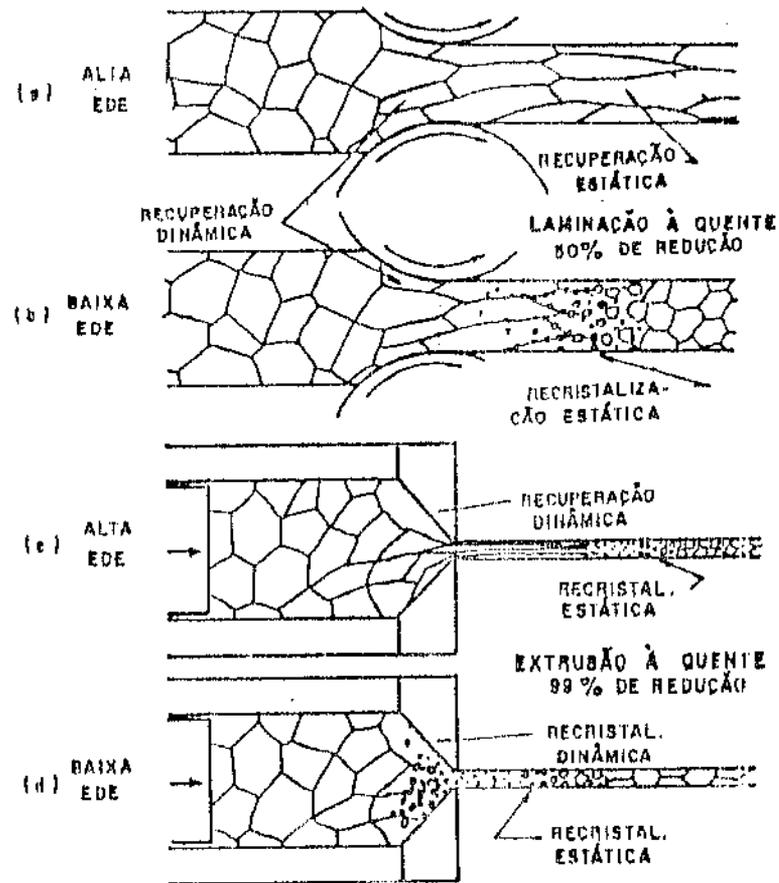


Figura II.3 - Representação esquemática dos mecanismos de restauração no trabalho a quente, (a) e (b) processo de laminação a quente para metais de alta e baixa EDE, respectivamente, (c) e (d) processo de extrusão a quente para metais de alta e baixa EDE, respectivamente⁴.

em materiais de baixa EDE, ocorre recristalização dinâmica seguida de recristalização estática durante o resfriamento. Vide Figura II.3.

3.1. Recuperação Estática após Trabalho a Frio

Durante a operação de recozimento do material trabalhado a frio, a resistência decresce gradualmente como resultado da recuperação estática. Tal recuperação é produzida por mecanismo de deslizamento cruzado, saltos e combinações e eliminação de discordâncias.

A energia de ativação necessária à recuperação é usualmente a mesma que para a difusão volumétrica⁶. O processo não apresenta período de incubação e, desde que ocorre uniformemente em todo volume do material, a recuperação se produz com decréscimo da força motriz (*driving force*) e a taxa de formação da subestrutura de discordâncias avança na direção de abaixar a energia livre do sistema¹⁴⁻¹⁶. O rearranjo da subestrutura progride por aniquilação de discordâncias redundantes, formando paredes de células mais ordenadas. Como as paredes tornam-se mais finas e mais discordâncias são atraídas para dentro delas, as células se poligonizam em sub-grãos. O crescimento dos sub-grãos é produzido principalmente por decomposição das paredes de células mas, com suas discordâncias movimentando-se para outros contornos.

O progresso da recuperação pode terminar em processo de competição entre recuperação e recristalização. A distinção entre os dois mecanismos é que a recuperação não envolve a varredura da estrutura deformada por migração de contornos de alto ângulo, ao passo que, na recristalização a orientação do cristal em alguma região deformada é alterada pela passagem de contorno de alto ângulo^{11,12}.

McQueen^{4,6} mostra que a recuperação pode ser produzida em metais por: aplicação de tensões; baixa temperatura de recozimento; recozimento com aumento gradual de temperatura, utilizando baixas taxas de aquecimento ou aquecimento em patamares; solução sólida, desde que o soluto restrinja a migração de contornos; partículas de 2^a fase, inibindo o crescimento da subestrutura ou da recristalização.

3.2. Recristalização Estática após o Trabalho a Frio

A recristalização estática resulta na passagem, através do metal encruado, de contornos de alto ângulo por um processo envolvendo nucleação de novos grãos livres de deformação. Estes grãos crescem até que a estrutura seja consumida^{11,12,15-19}.

A nucleação de novos grãos ocorre preferencialmente em regiões onde a deformação local do reticulado é alta, estas regiões incluem: contornos de grãos; bandas de deformação; inclu-

sões; contornos de maclas e superfícies livres. Desta forma, a taxa de nucleação aumenta com a deformação.

Cahn¹² sumariza os conhecimentos advindos de informações experimentais, com recristalização de metais, em oito leis da recristalização:

- 1^a) É necessário uma quantidade mínima de deformação para iniciar a recristalização;
- 2^a) Quanto menor a deformação, maior a temperatura para iniciar a recristalização;
- 3^a) Aumentando o tempo de recozimento, decresce a temperatura necessária para completar a recristalização;
- 4^a) O tamanho do grão final, é menor, quanto maior for o grau de deformação e menor for a temperatura de recozimento;
- 5^a) Quanto maior o tamanho do grão inicial, maior a quantidade de deformação requerida para obter uma equivalente temperatura e tempo de recristalização;
- 6^a) Para um dado grau de deformação, uma temperatura mais elevada de trabalho produz grãos recristalizados grossos e uma temperatura requerida para recristalização mais alta;
- 7^a) Novos grãos não crescem dentro de grãos deformados, com idêntico ou leve desvio de orientação.
- 8^a) Continuado aquecimento, após a recristalização estar completa, causa aumento do tamanho dos grãos.

Essas leis gerais, relacionam variáveis do processo (deformação, temperatura, tempo) com o evento da recristalização e o tamanho da estrutura formada. De fato, a ocorrência da recristalização está associada a diversos mecanismos que discutiremos em seguida.

3.2.1. Mecanismos de nucleação da recristalização

A nucleação é entendida como sendo o desenvolvimento de

uma pequena região, quase perfeita, capaz de sustentar um crescimento em pelo menos uma direção dentro do material deformado¹⁷.

No processo de crescimento, a liberação da energia armazenada pela deformação, é maior que a energia livre associada ao crescimento de uma área de contorno em torno do núcleo crescendo. Os principais modelos para descrever o evento da nucleação são^{11,15}: teoria clássica de flutuações, modelos de núcleos pré-existentes e, migração de contornos induzidos por deformação.

- Teoria clássica de flutuações

Os conceitos da teoria de flutuações foram aplicados à nucleação da recristalização por Burke e Turnbull¹⁵ em 1952. Um núcleo crítico seria estável se a energia interfacial necessária para o mesmo, é balanceada pela diferença de energia de deformação por volume, entre o estado encruado e o totalmente recristalizado. O período de incubação está ligado a flutuações térmicas até que um núcleo de tamanho crítico se apresente.

Cahn¹⁵ tem mostrado que a nucleação homogênea é difícil de ocorrer na recristalização, devido à elevada energia de superfície necessária para criar um contorno de alto ângulo. O caminho alternativo seria o da formação de novos grãos na forma de lentes, em contornos de grãos pré-existentes, como uma nucleação heterogênea, mas ainda assim a diminuição de energia é muito pequena. Assim a nucleação da recristalização deve ocorrer em regiões contendo núcleos pré-existentes no material deformado.

- Modelos de núcleos pré-existentes

Esses modelos não requerem a formação de novas orientações no material deformado. São baseados no desenvolvimento de regiões já presentes no estado deformado. Os núcleos devem formar-se em regiões altamente distorcidas, com grande curvatura local do reticulado.

O modelo de Cahn^{12,15}, baseado no crescimento de subgrãos, propõe que pequenas regiões com alta densidade de discordâncias (portanto, com alto gradiente de energia de deformação) e, provavelmente com alto grau de desorientação, desenvolve-se dentro de uma pequena célula livre de deformação, por um processo de saltos e rearranjos, formando subgrãos. Estes, uma vez formados, podem

crescer absorvendo discordâncias redundantes em seus contornos; algumas discordâncias são aniquiladas mas, muitas outras, penetram nos subcontornos aumentando sua densidade e, portanto, a energia de superfície desta interface. A razão principal pela qual o subgrão cresce, está ligado ao fato que as discordâncias têm menor energia quando captadas pelos subcontornos, do que quando estão isoladas, ou se encontram nos subcontornos de baixo ângulo que foram consumidos. Assim, os sub-grãos formados pelos contornos que adquiriram discordâncias, apresentam progressivamente, maior grau de desorientação em relação aos seus vizinhos. Desta forma, os ângulos desses contornos, aproximam-se do valor no qual as discordâncias individuais perdem suas características e o contorno transforma-se em contorno de alto ângulo. Quando isto acontece, o evento da nucleação tem sucesso e o contorno se expande, destruindo discordâncias, de maneira que a energia armazenada pela deformação é rapidamente aliviada.

Uma condição essencial para o crescimento do núcleo é que este deve diferenciar-se substancialmente, em orientação, do cristal deformado no qual ele cresce. De fato, observações experimentais^{12,13}, indicam que os cristais deformados possuem sucessivas bandas de deformação, as quais formam regiões bem definidas de diferentes orientações, separadas por estreitas bandas de transição, nas quais aparecem os núcleos de recristalização.

Um outro modelo elaborado por Hu e Li¹⁴, propõe que os núcleos são gerados, não por crescimento de células individuais em bandas de transição, mas, ao invés disto, por **rotação de sub-grãos** individuais, de maneira que ocorra coalescimento entre vizinhos na forma de sub-grãos maiores. Li¹⁴, sugere que o coalescimento acontece por um processo no qual, alguns contornos de sub-grão desaparecem, de tal forma que sub-grãos adjacentes tenham a mesma orientação cristalográfica. Os sub-grãos coalescidos, podem apresentar um grau de desorientação, com relação aos seus vizinhos, de tal forma que os contornos, entre eles, se transformem em contornos de alto ângulo, de alta mobilidade. Se isto ocorre, forma-se o núcleo de recristalização.

Este processo ocorre por movimentação de discordâncias, através de mecanismo de saltos, ao mesmo tempo que os sub-grãos adjacentes buscam uma mesma orientação por movimento de rotação. Es-

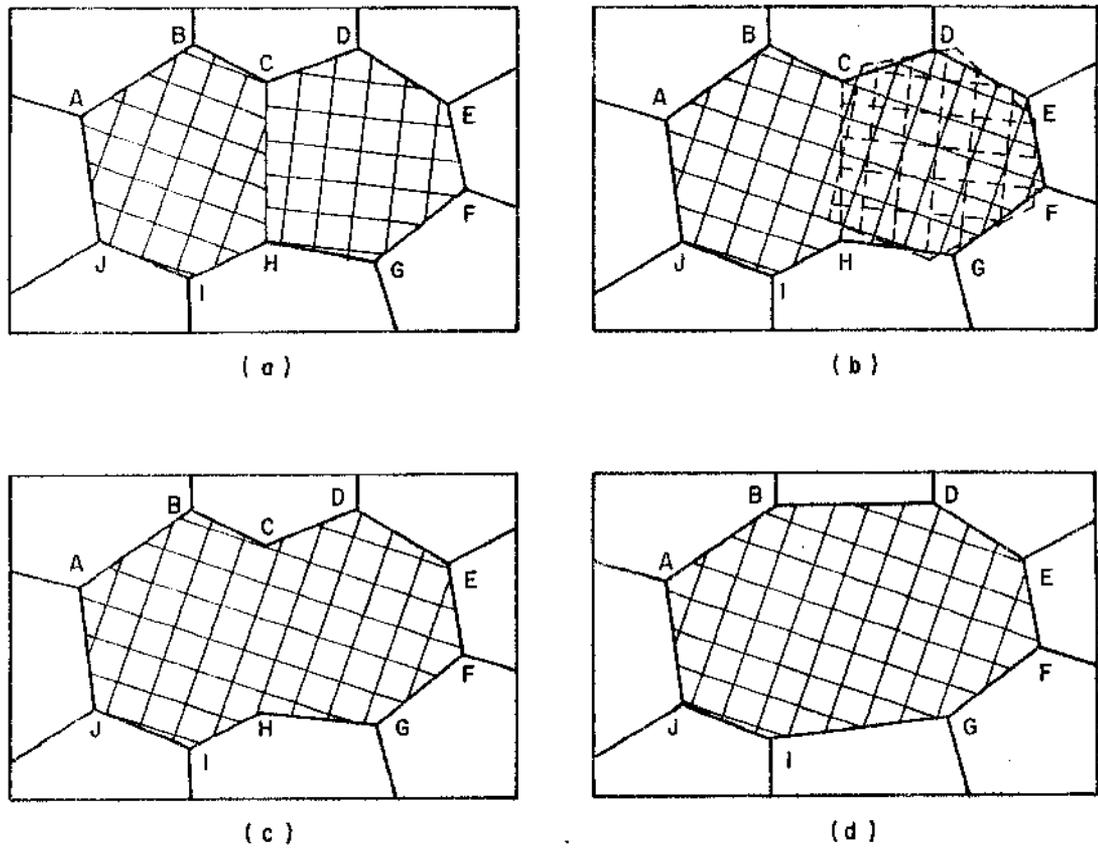


Figura II.4- Representação esquemática do mecanismo de coalescência de sub-grãos, por rotação; (a) estrutura original de sub-grão, antes da coalescência, (b) rotação de um sub-grão, (c) estrutura do sub-grão, imediatamente após coalescência, (d) estrutura final do sub-grão após migração do contorno¹¹.

te modelo está esquematizado na figura II.4 mostrando o contorno CH sendo eliminado com a rotação de um sub-grão; isto envolve difusão de átomos, ao longo do contorno, de maneira que a matéria seja transferida das área hachuradas para as áreas limpas.

- Migração de contornos induzidos por deformação

Em materiais não altamente deformados, a nucleação pode ocorrer por migração de contornos de alto ângulo induzido pela de formação. Isto ocorre pela movimentação do contorno de grãos, ad-

jacentes, com diferentes grau de encruamento^{11,12-17}, veja figura II.5. O contorno de grão evolui no sentido da estrutura mais deformada. A densidade de discordâncias mais elevada no grão que está sendo consumido, está esquematizado na figura II.5 por uma estrutura celular mais fina. A condição para o crescimento é que a diferença de energia de deformação por volume (ΔE), seja maior que a energia interfacial específica do contorno de grão (γ), considerando a variação da taxa de aumento da área de contorno que movimenta (dA/dV)¹¹, de forma que:

$$\left| E - \gamma \left(\frac{dA}{dV} \right) \right| > 0 \quad (1)$$

O tamanho mínimo da área, para que a nucleação ocorra, depende da diferença de energia de deformação, (ΔE), entre cada lado do contorno¹².

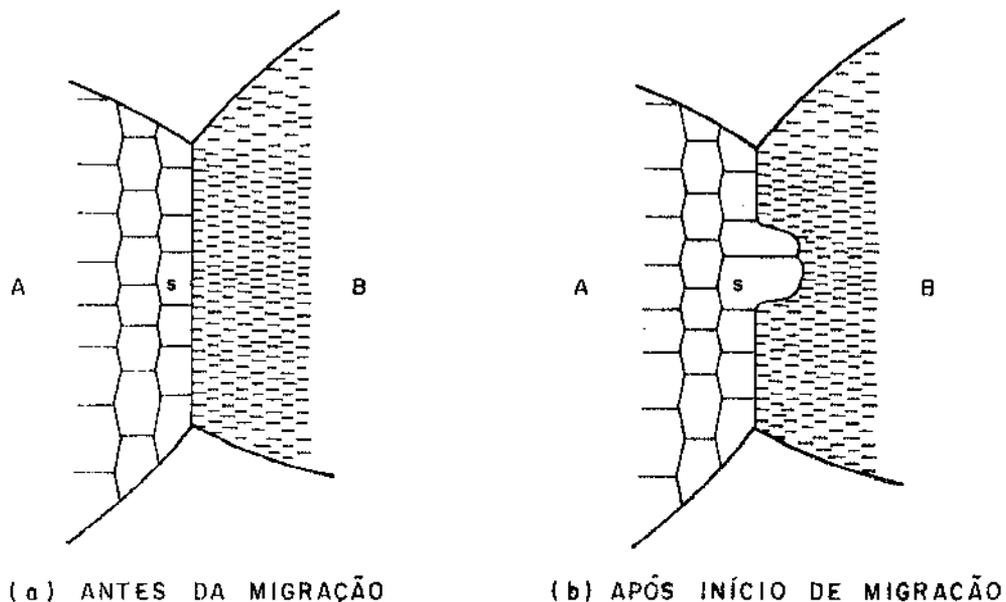


Figura II.5- Modelo de nucleação, por migração de contorno induzido por deformação. (A) grão menos encruado, (B) grão mais deformado¹².

De acordo com os modelos apresentados, o processo de nucleação requer que um núcleo potencial seja capaz de crescer dentro do material deformado, sendo que, não é possível uma separação completa dos dois estágios (nucleação e crescimento), pois o processo de nucleação já inclui o movimento de um contorno de alto ângulo. De qualquer forma, podemos discutir os fatores que afetam a taxa de migração do contorno, pois os mesmos, afetam conjuntamente a nucleação inicial e o crescimento dos novos grãos.

3.2.2. Recristalização em ligas de duas fases

O comportamento da recristalização das ligas contendo duas fases, em particular, ligas com dispersão de 2ª fase, vai depender do estado de saturação que a mesma se encontra antes da deformação e do recozimento. Se a liga é deformada no estado supersaturado, durante o recozimento, pode ocorrer interação entre dois processos (precipitação e recristalização). Por outro lado, se as partículas estão presentes, antes do trabalho a frio, o comportamento do material, no recozimento, vai depender da natureza, volume, fração e dispersão desta 2ª fase^{11,12,15,18-21}.

- Influência da precipitação durante recristalização

Quando a liga deformada encontra-se no estado supersaturado, antes do recozimento, a cinética de recristalização posterior pode ser alterada se a precipitação ocorrer simultaneamente. De modo que as partículas precipitadas impedem a formação e a migração de frentes de recristalização, ao mesmo tempo que os defeitos, não eliminados, induzem a precipitação.

O efeito de interação, entre os dois processos, pode ser melhor entendido considerando-se a dependência do tempo para início da recristalização (t_r) e do tempo para início da precipitação (t_p), com relação à temperatura. Assumindo um tamanho constante, para o núcleo de recristalização, pode-se escrever¹⁵:

$$t(r) = k' \exp(Q_r/KT) \quad e \quad (2)$$

$$t(p) = k'' \exp(Q_n - Q_d/KT) \quad (3)$$

onde: k' e k'' são termos contendo a força motriz para o processo;
 Q_r energia de ativação para formação do núcleo recristalizado;
 Q_n energia de ativação para formação do núcleo de 2^a fase;
 Q_d energia de ativação para difusão;
 K constante de Boltzman;
 T temperatura absoluta.

O termo Q_n depende fortemente do grau de superesfriamento abaixo da temperatura de equilíbrio. Em condições de alto superesfriamento, o processo de precipitação vai ser controlado pela energia de ativação para difusão (Q_d) e, em baixos superesfriamentos, pela energia de ativação para nucleação (Q_n). Esta dependência conduz a forma em C da curva de precipitação esquematizada na figura 11.6. Nesta figura foram superpostas as curvas do tempo para

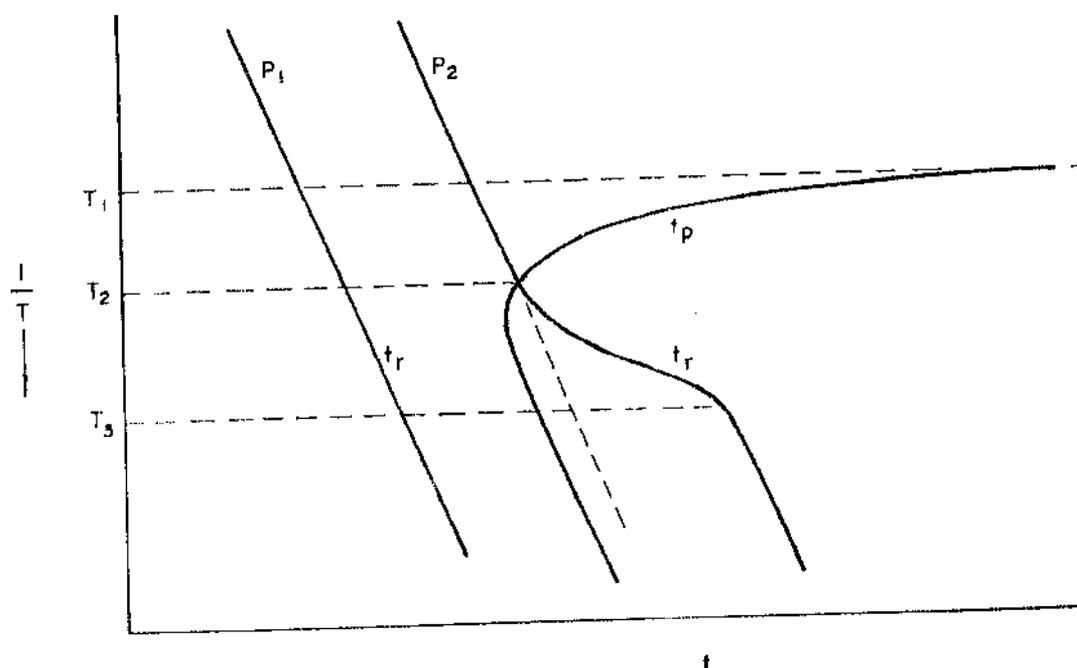


Figura 11.6- Dependência da temperatura (T) com o tempo de incubação (t), para precipitação (t_p) e para recristalização (t_r) a diferentes graus de encruamento ($\rho_1 > \rho_2$)¹¹.

início da recristalização (t_r). Para o caso de alta densidade de discordâncias (ρ_1), a recristalização ocorre antes da precipitação. No caso de mais baixa densidade (ρ_2), a curva de recristalização vai interagir com a curva de precipitação e, dependendo da temperatura de tratamento podem ocorrer as seguintes situações:

- ($T > T_1$) - uma única fase recristalizada;
- ($T_1 > T > T_2$) - recristalização antes da precipitação;
- ($T_2 > T > T_3$) - recristalização descontínua lenta, afetada por efeito de ancoramento de precipitados em contornos de grãos;
- ($T_3 > T$) - recristalização contínua retardada por ancoramento de precipitados.

Nesta figura não está representado o efeito do aumento da densidade de discordâncias sobre precipitação. Deve-se lembrar, portanto, que a curva de precipitação é também acelerada pelo aumento do grau de encruamento.

Na faixa de temperatura T_2 , onde ocorre interação mútua dos dois processos, pode ocorrer recristalização descontínua ou contínua. No caso onde não estão presentes contornos de grãos ou, se existem, estão ancorados por precipitação preferencial, ocorre somente recristalização contínua e esta é controlada pelo crescimento de partículas. O rearranjo de discordâncias é controlado pela dissolução de partículas que exercem efeito de ancoramento²¹.

- Efeito de partículas dispersas na recristalização

De maneira geral, partículas dispersas podem nuclear ou retardar a recristalização. A recristalização pode ser acelerada por partículas grandes e largamente espaçadas e, retardada por partículas finas e pouco espaçadas^{11,12,13,18-21}.

Esses efeitos podem ser explicados, em termos gerais, considerando que as partículas grandes atuam no sentido de aumentar a densidade de discordâncias, quando o material é deformado plasticamente e, desta forma, aumentar o potencial termodinâmico para a recristalização.

Por outro lado, as partículas finas podem retardar a recristalização, por um mecanismo adicional, impedindo o rearranjo de discordâncias para formar contornos de alto ângulo e dificultar a movimentação dos mesmos.

Os mecanismos pelos quais partículas finas retardam a recristalização e partículas grosseiras aceleram a recristalização foram discutidas no item 2.2, relativo aos efeitos das partículas no estado encruado.

- *Efeito do espaçamento entre partículas*

No processo de nucleação, durante o crescimento de subgrãos, o ângulo e a mobilidade dos subcontornos aumentam gradativamente até se formar um contorno de alto ângulo^{11,15,17}. Se os subcontornos são ancorados por partículas finas, antes que forme um contorno de alto ângulo, subgrãos adjacentes seriam capazes de crescer até um tamanho comparável, reduzindo a força motriz para posterior crescimento, retardando a recristalização. Doherty e Martin^{17,18} sugerem que a mudança, entre acelerar ou retardar a recristalização, deve ocorrer quando o espaçamento entre partículas é duas vezes o diâmetro das células, com este espaçamento a nucleação torna-se difícil. Um efeito significativo na taxa de retardamento ocorre quando o espaçamento é da mesma ordem que o diâmetro da célula.

Em resumo, o comportamento da recristalização em ligas com dispersão de 2^a fase pode ser influenciado pelos seguintes fatores¹⁸:

- *densidade de discordâncias*: aumenta para ligas contendo partículas de 2^a fase, comparado com a matriz sem partículas;
- *estrutura deformada*: depende do diâmetro das partículas. Partículas grandes aumentam a curvatura local do reticulado, favorecendo o surgimento de sítios para nucleação; já as partículas pequenas conduzem a um aumento da homogeneidade da distribuição de discordâncias, impedindo a nucleação da recristalização;
- *espaçamento entre partículas*: espaçamentos menores atuam

no sentido de dificultar o rearranjo de discordâncias para os contornos de grãos capazes de migrar. Por outro lado, espaçamentos maiores, aceleram a recristalização, como resultado de mais alta taxa de endurecimento por trabalho.

3.3. Recuperação e Recristalização durante o Trabalho a Quente

Realiza-se trabalho a quente quando se deforma o material em temperaturas acima de $0.5 T_m$ e taxas de deformação maiores que $10^{-4} s^{-1}$.

Quando a deformação é realizada em temperatura e taxa de deformação constantes, a curva tensão x deformação exibe dois comportamentos distintos⁵: (a) a tensão de escoamento aumenta, apresentando um regime inicial de encruamento e, em seguida, torna-se constante, apresentando um regime estacionário de escoamento, correspondente à recuperação dinâmica; (b) a tensão de escoamento aumenta até um máximo, passa em seguida por um estágio de amolecimento por trabalho que é sucedido por um estado estacionário de escoamento. Este último comportamento corresponde à recristalização dinâmica.

3.3.1. Recuperação dinâmica

A evolução da estrutura de discordâncias, durante a recuperação dinâmica, começa na fase de endurecimento por deformação, na qual as discordâncias formam um emaranhado, iniciando a estrutura celular. Quando é atingido o estado estacionário de escoamento, as discordâncias se arranjam formando os sub-grãos com perfeição, dimensão e orientação dependente do metal (EDE), da temperatura e da taxa de deformação⁵.

Uma das características importantes apontadas por Jonas⁵ e McQueen⁶, com relação à densidade de discordâncias nas paredes dos sub-grãos, é que o espaço médio entre elas e a desorientação de um sub-grão, em relação ao seu vizinho, não mudam durante o estado estacionário de escoamento. Esta condição de constância na densidade de discordâncias, a qual, é necessária para ausência de

endurecimento por deformação, resulta do equilíbrio entre as taxas de geração e de aniquilação de discordâncias. A taxa de geração é por sua vez, função da taxa de deformação e da tensão efetiva associada e, relativamente independente da deformação. A taxa de aniquilação de discordâncias, por outro lado, depende da densidade de discordâncias e dos mecanismos operativos na recuperação, tais como: deslizamento cruzado, saltos e ancoramento de discordâncias.

Um outro fenômeno de interesse que ocorre no estado estacionário, é que sub-grãos formados permanecem equiaxiais e não mudam seu tamanho, mesmo a relativamente altas deformações. No entanto, seu tamanho varia com a temperatura e taxa de deformação⁵.

A dependência do tamanho do sub-grão, formado em condições de regime estacionário, com a taxa de deformação e a temperatura pode ser descrita pela equação abaixo⁶:

$$d^{-1} = a + b \ln Z \quad (4)$$

onde: d - tamanho do sub-grão

a, b - constantes experimental

$$Z = \dot{\epsilon} \exp (Q/RT) = A \sigma_e \quad (5)$$

sendo: $\dot{\epsilon}$ - taxa de deformação

Q - energia de ativação

R - constante dos gases

T - temperatura de deformação

σ_e - tensão de escoamento efetiva

A - constante experimental

O parâmetro Z da equação 5, chamado parâmetro de Zenner-Holloman, compensa os efeitos inversos da temperatura e da taxa de deformação. O efeito devido ao aumento da temperatura é equivalente ao efeito provocado pela diminuição da taxa de deformação. Além disto, ele é diretamente proporcional a tensão de escoamento efetiva. De forma que a mesma aumenta com a diminuição do tamanho do sub-grão.

- *Efeitos de soluções sólidas e dispersão de partículas de 2^a fase*

A presença de elementos em solução sólida aumenta a resistência ao escoamento no estado estacionário. No entanto, o efeito de solutos sobre a subestrutura é bastante diverso^{6,23,24}. O grau de recuperação dinâmica, observado em metais, a um certo valor de taxa de deformação e temperatura homóloga, vai depender da habilidade relativa das discordâncias deixarem seus planos de deslizamento e interagirem com outras fontes. De forma geral, solutos abaixam a EDE decrescendo portanto a taxa de recuperação, favorecendo a recristalização dinâmica, mas, como também, dificultam a mobilidade de contorno, eles retardam a recristalização, levando-a para mais altas deformações⁶.

Uma dispersão fina de partículas de 2^a fase geralmente estabiliza a subestrutura e determina sua dimensão^{7,24}. A eficiência das partículas pode ser aumentada se as mesmas participam durante a deformação a quente²⁴. Por outro lado a precipitação inibe a recristalização dinâmica devido ao aumento considerável na deformação crítica para início da mesma.

De forma geral átomos de solutos e partículas dispersas inibem a recristalização estática, e desta forma, favorecem a obtenção de subestrutura no material deformado a quente^{4-6,11,22-24}.

3.3.2. Recristalização dinâmica

A recristalização, durante a deformação a quente, ocorre por aniquilação de discordâncias devido à migração de contornos de alto ângulo. Por este meio, a rede onde residem as discordâncias é destruída e substituída por uma nova rede, substancialmente perfeita. A força motriz do processo é a eliminação de defeitos.

A ocorrência da recristalização dinâmica, modifica a forma da curva tensão x deformação, dependendo do valor da taxa de deformação²⁴⁻²⁵. A altas taxas, a curva tem a forma mostrada na figura 7; a tensão de escoamento aumenta até o valor máximo (σ_{max}) e decresce, em seguida, com a deformação, até atingir o estado estacionário de escoamento. A baixa taxa de deformação, normalmente na faixa de trabalho a quente, o amolecimento produzido pela recrís-

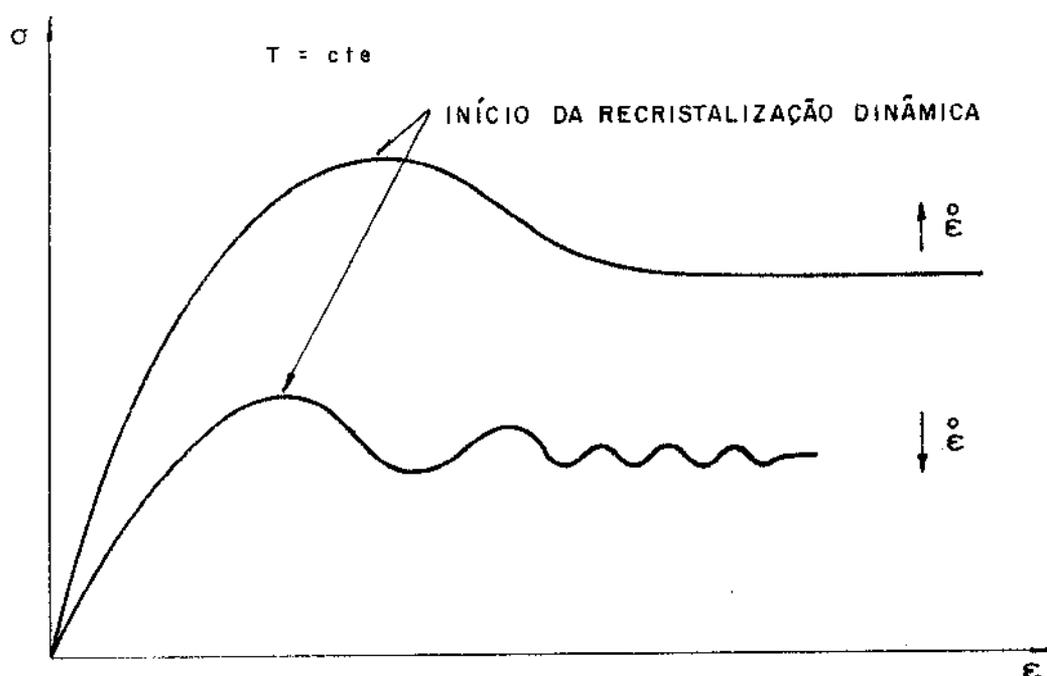


Figura II.7 - Representação esquemática da curva tensão x deformação a quente para altas e baixas taxas de deformação²⁴.

talização dinâmica, é seguido por um novo endurecimento, resultando em um ciclo de escoamento de período aproximadamente constante e amplitude decrescente, como ilustra a figura II.7.

O trabalho a quente, a baixas taxas de deformações, conduz a um comportamento cíclico de curva tensão x deformação, produzido por ondas de recristalização dinâmica. Esta, inicia-se, quando a tensão atinge seu valor máximo, ocorrendo, em seguida, uma queda na mesma. Entretanto, após completada a recristalização dinâmica, os primeiros grãos recristalizados são suficientemente deformados e dão partida a um novo ciclo de recristalização. Por este caminho, novos ciclos de recristalização dinâmica formam-se continuamente no material^{5,25}. Após o material atingir a tensão máxima, e dar início à recristalização dinâmica, o amolecimento posterior ocorre, em cada novo grão formado, por processo de recristalização

dinâmica até que o novo grão outra vez recristaliza.

3.4. Recuperação e Recristalização após Trabalho a Quente

Anteriormente, nos itens 3.1 e 3.2, foram discutidos os mecanismos de recuperação e recristalização estática. Nos detemos agora, na análise da influência dos parâmetros de processo (deformação, taxa de deformação e temperatura de deformação) sobre os dois mecanismos de restauração.

3.4.1. Recuperação estática

A grosso modo, a deformação crítica para a recristalização é em torno de 10%. Se a deformação é ultrapassada, um período de incubação, deve ser transcorrido antes da recristalização. A dimensão deste período depende da temperatura e da pré-deformação sofrida pelo material. Neste caso, o amolecimento por recuperação estática, toma lugar somente durante o período de incubação, antes da ocorrência da recristalização. Entretanto, se a deformação crítica não é alcançada, o processo de recuperação torna-se operativo e responsável pelo amolecimento, saturando-se a um nível muito inferior a 100%⁶. Isto é, a recuperação estática sozinha não consegue o total amolecimento do material.

O efeito da temperatura na taxa de recuperação, não é particularmente marcante, em parte, devido a que, a quantidade de energia armazenada, que conduz o processo de recuperação estática, decresce quando a temperatura aumenta⁵. Em geral, o aumento da deformação conduz a um aumento na taxa de recuperação, até que o estado estacionário é atingido.

3.4.2. Recristalização estática

Os parâmetros de controle da recristalização estática são: temperatura de deformação; taxa de deformação e deformação. Aumentando a temperatura de deformação, aumenta a taxa de recristalização e, portanto, diminui o tempo para início e término da

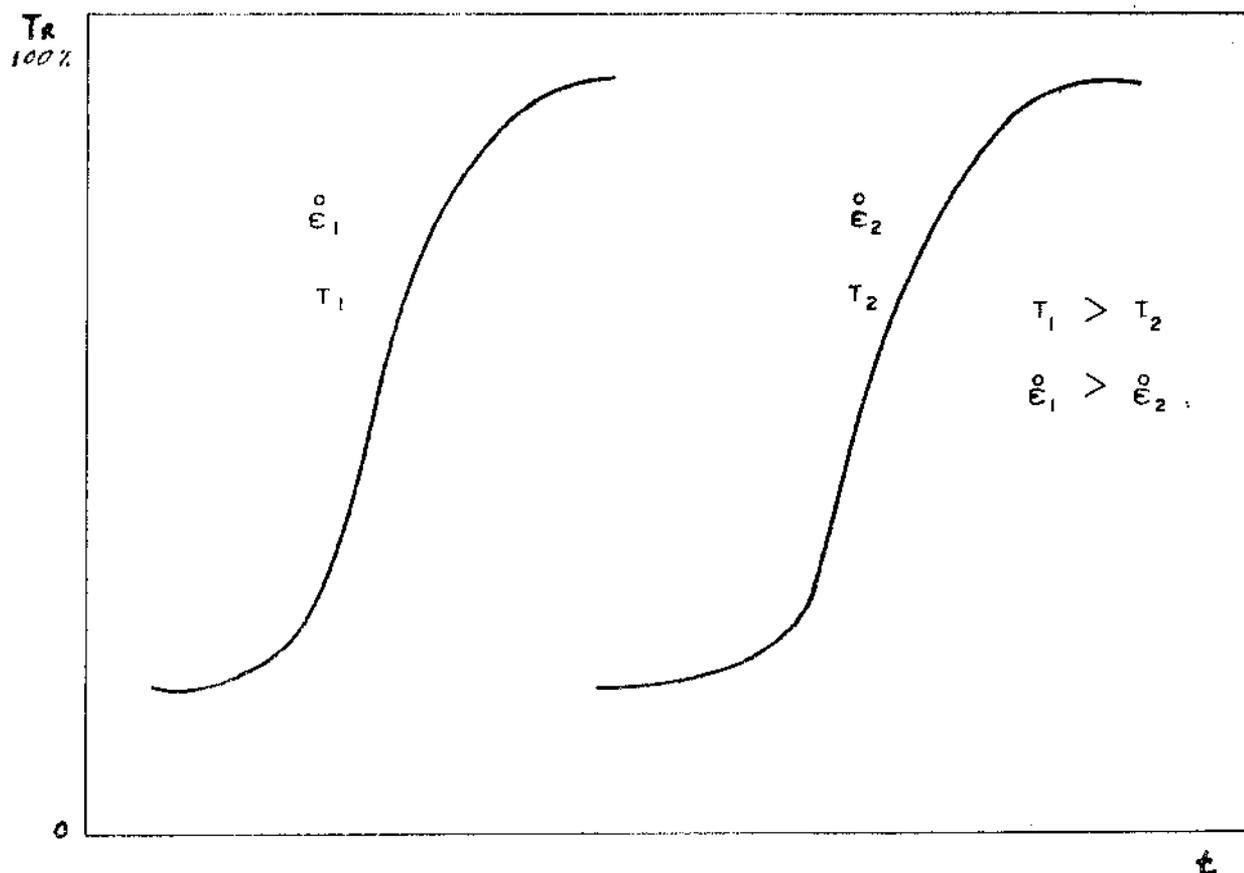


Figura 11.8- Influência da temperatura de deformação e da taxa de deformação na recristalização estática²⁵.

mesma. Aumentando-se a taxa de deformação, decresce o tempo de incubação e aumenta-se a taxa de recristalização. Estas dependências podem ser vistas pela figura 11.8.

O aumento na taxa de recristalização, acompanhado do aumento da deformação, provoca um decréscimo do tamanho do grão recristalizado. Se o material atingir o estado estacionário de escoamento, durante a deformação a quente, o tamanho do grão vai depender somente da temperatura e da taxa de deformação.

BIBLIOGRAFIA

1. STARKE Jr., E.A. Mater. Sci. Eng. 29 (1977), 99.
2. HANH, G.T. e ROSENFELD, A.A. Metall. Trans. 6A (1975), 653.
3. THOMPSON, D.S. Metall. Trans. 2A (1975), 671.
4. Mc QUEEN, H.J. J. of Met. 2 (1980), 12.
5. JONAS, J.J. *Plastic Deformation of Materials*. Treatise on Materials Science and Technology. Ed. A. J. Arsenaut. Academic Press, N.Y. Cap. 6 (1975), 394.
6. Mc QUEEN, J.J. Metall. Trans. 8A (1977), 807.
7. HULL, D. *Introduction to Dislocations*. Pergamon Press - Oxford London, Cap. 7 (1965), 129.
8. LONGO, W.P. e REED-HILL, R.E. Rev. Cir. Eng. Mil. 69 (1973), 1.
9. IDEM, 70 (1973), 22.
10. IDEM, 71 (1973), 43.
11. MARTIN, J.W. e DOHERTY, R.D. *Instability of the Microstructure*. Cambridge University Press. Cap. 3 (1976), 82.
12. HAESSNER, F. *Recrystallization of Metallic Materials*. Dr. Riederer Verlag GmbH, Stuttgart, Cap. 8 (1978), 159.
13. SWANN, P.R. *Electron Microscopy and Strength of Crystals*. Interscience, N.Y. Cap. 3 (1963), 131.
14. Li, C.M.J. *Recrystallization, Grain Growth and Texture*. Seminar of the ASM. Cap. 2, Outubro (1965), 45.

15. CAHN, R.W. *Idem*, Cap. 3, 99.
16. COTTERILL, P. e MOULD, P.R. *Recrystallization and Grain Growth in Metals*. Univ. of Surrey Press (1976), 211.
17. DOHERTY, R.D. *Met. Sci.* 8 (1974), 132.
18. DOHERTY, R.D. *Trans. ASM.* 57 (1964), 874.
19. HUMPHREYS, F.S. *Acta Met.* 25 (1977), 1323.
20. NES, E. *Acta Met.* 24 (1976), 391.
21. KOESTER, U. *Met. Sci.* 8 (1974), 151.
22. GRIMES, R. *Met. Sci.* 8 (1974), 176.
23. STALEY, J.T. *Aluminum, Properties and Physical Metallurgy*. Vol. 1, 2^a Ed. J.T. Staley. ASM, Cap. 4 (1984), 105.
24. SELLARS, C.M. *Int. Met. Rev.* 17 (1972), 1.
25. LE BON. *Les Traitements Thermomecanique a Haute Temperature*. Apostila CESSID/IRSID - França (1973), 1.

CAPÍTULO III

ENDURECIMENTO POR PRECIPITAÇÃO

1. INTRODUÇÃO

O endurecimento por precipitação é um dos caminhos mais efetivos para aumentar a resistência mecânica de ligas estruturais. Seu efeito pode ser comparável ao endurecimento produzido por discordâncias¹⁻².

A precipitação é geralmente produzida por tratamento térmico em sistemas de um ou mais componentes, envolvendo de modo geral, solubilização, supersaturação e precipitação. A obtenção da solução sólida supersaturada é possível pelo fato de que a solubilidade dos elementos de liga aumenta com a temperatura. Portanto, o aquecimento a uma temperatura suficientemente elevada pode produzir completa solubilização dos elementos de liga e, um resfriamento brusco a supersaturação, (solução sólida metaestável). O retorno à condição de equilíbrio é obtida por um aquecimento intermediário, entre a temperatura ambiente e a de solubilização, (envelhecimento).

O endurecimento do material é consequência de interações entre discordâncias móveis e precipitados, as quais podem ocorrer de diferentes maneiras dependendo das características intrínsecas da matriz e dos precipitados. Isto é, são governadas pela composição química e pelas orientações cristalográficas relativas da matriz e das partículas formadas, assim como pela morfologia dos precipitados (forma, tamanho e distribuição). Esses parâmetros são por sua vez dependentes, das condições térmicas que regem os processos de decomposição da solução sólida supersaturada e, da natureza dos produtos de transformação.

Assim, para compreensão do comportamento mecânico de ligas endurecidas por precipitação, é necessário entender como as partículas são produzidas e de que maneira afetam o movimento de discordâncias quando uma tensão externa é aplicada no material.

2. PRECIPITAÇÃO A PARTIR DE SOLUÇÃO SÓLIDA SUPERSATURADA

Apesar de existir teorias formais que permitem tratar o fenômeno de precipitação sob o ponto de vista termodinâmico²⁻⁶ (cinética de precipitação e previsão de fases de equilíbrio), ainda não é possível, no estado atual de conhecimento, prever a microestrutura e as propriedades mecânicas correspondentes de uma liga em função do tratamento térmico. Geralmente efetuam-se estudos empíricos, que consistem em variar a composição química e as condições de tratamento térmico, a fim de encontrar a estrutura requerida para uma determinada propriedade mecânica.

No entanto, no caso da precipitação contínua, que é de interesse no presente trabalho, é possível discutir teoricamente os efeitos de variáveis experimentais sobre a distribuição e tamanho dos precipitados⁵⁻¹⁰. Desta forma, iremos abordar inicialmente a situação envolvendo nucleação sem a existência benéfica de uma heterogeneidade dentro do sistema. Posteriormente discutiremos como os defeitos presentes no material podem modificar a cinética de precipitação e conseqüentemente sua distribuição. Em particular analisaremos o caso da formação de zonas livres de precipitados.

2.1. Precipitação contínua

Durante a precipitação contínua podem ocorrer três estágios distintos¹⁻⁶:

- 1) *Nucleação* - a qual pode ser homogênea ou heterogênea;
- 2) *Crescimento* - o qual inicia-se assim que o núcleo possui uma configuração estável. Isto é, o núcleo alcança um tamanho crítico acima do qual a energia do sistema diminui e o mesmo continua a crescer até que a matriz possua uma composição de equilíbrio;
- 3) *Coalescimento* - durante o qual a fração volumétrica e a composição dos precipitados não evoluem, de maneira que as partículas maiores crescem consumindo as menores.

2.1.1. Estágio de Nucleação e Crescimento

Após um período de incubação, que é tanto mais curto quanto mais elevada é a temperatura de envelhecimento, ocorre simultaneamente a nucleação e o crescimento de partículas. O número de precipitados, por unidade de volume (Nv), depende da velocidade de nucleação (\dot{N}) (número de partículas por unidade de volume, por unidade de tempo), ou mais precisamente, da relação \dot{N}/\dot{V} , onde \dot{V} é a velocidade de crescimento do núcleo (aumento de volume por unidade de tempo).

A velocidade de nucleação depende da energia de ativação para a formação do núcleo e, da energia de difusão dos átomos da solução sólida. No caso particular de sólidos, a energia de ativação para a formação do núcleo (ΔG^*) é dada pela expressão⁴:

$$\Delta G^* = \frac{k \gamma^3}{|(Gv_{(sol)} + Gv_{(pp)}) + \epsilon v|^2} = \frac{k \gamma^3}{(\Delta Gv + \epsilon v)^2} \quad (1)$$

onde:

- k = constante que depende da geometria do núcleo;
- γ = energia específica da interface entre núcleo e matriz;
- Gv_{sol} = energia livre química por unidade de volume da solução sólida supersaturada;
- Gv_p = energia livre química por unidade de volume do núcleo;
- $\Delta Gv = (Gv_{sol} + Gv_p)$
- ϵv = energia elástica associada às tensões de acomodação do núcleo dentro da matriz, por unidade de volume.

Abaixo da temperatura de solubilização ΔGv é negativo e seu valor absoluto aumenta com a taxa de supersaturação. Os outros termos são menos sensíveis à temperatura, de maneira que ΔG^* diminui rapidamente com o decréscimo da temperatura.

Cálculos termodinâmicos⁵ mostram que velocidade de nucleação (N) obedece a uma relação do tipo Arrhenius:

$$\dot{N} \propto \exp - \frac{\Delta G^* + Q}{RT} \quad (2)$$

onde: Q - energia de ativação para difusão;
 R - constante dos gases;
 T - temperatura absoluta.

Na figura III.1(a), está esquematizado a variação de ΔG^* e \dot{N} em função da temperatura. A baixas temperaturas, a velocidade de nucleação é pouco elevada, em razão da menor velocidade de difusão (termo Q/RT elevado), enquanto que a temperaturas mais altas \dot{N} é baixo, em razão do valor elevado de ΔG^* . Observa-se que \dot{N} passa por um valor máximo, a uma temperatura intermediária, entre a temperatura de solubilização e a ambiente.

A temperatura também exerce influência sobre a velocidade de crescimento do núcleo (\dot{V}), através da velocidade de difusão, de maneira que \dot{V} aumenta rapidamente com o aumento da temperatura.

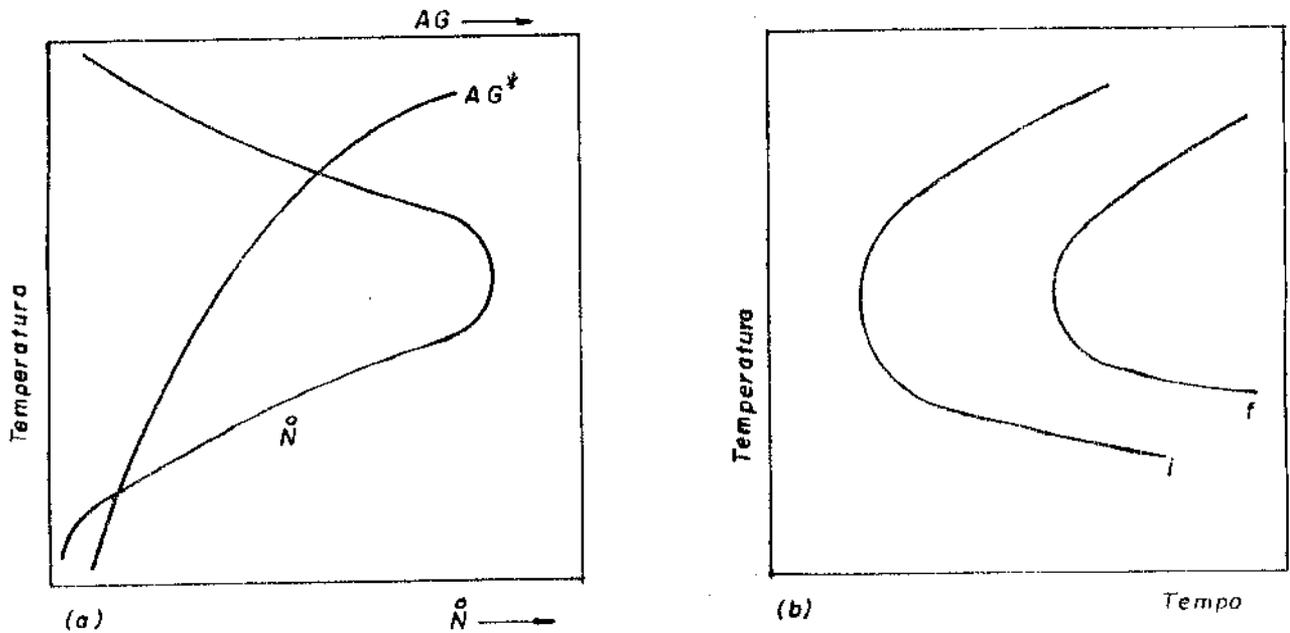


Figura III.1 - Efeito da temperatura sobre: (a) energia de ativação para a nucleação (ΔG^*) e velocidade de nucleação (\dot{N}); (b) cinética global de precipitação; i representa o início de transformação e, f o final de transformação.

Desta forma, pelas análises anteriores, podemos concluir que o número de precipitados por unidade de volume (N_V), o qual depende da relação \dot{N}/\dot{V} , será tanto maior quanto menor for a temperatura de envelhecimento e a cinética de precipitação global obedece o esquema clássico da curva em "C" mostrado na figura III.1(b).

Para uma dada temperatura, os fatores limitantes do processo de crescimento do núcleo são^{2,5,8}: a taxa com que os átomos difundem até a interface partícula matriz e, a taxa com que os átomos atravessam esta interface. No início do processo o fator limitante é a reação na interface, já que a distância de difusão tende a zero nesta situação. Quando as partículas são grandes em tamanho, a difusão na matriz é lenta devido a contínua remoção de soluto, reduzindo assim o gradiente de concentração de soluto (o potencial termodinâmico para o processo de difusão).

2.1.2. Estágio de coalescimento

Assim que a precipitação é completada, posterior aquecimento conduz ao estágio de coalescimento, o qual é controlado pela energia livre interfacial entre precipitado e matriz. Sua origem é devido ao fato de que a área interfacial, por unidade de volume do sistema, é maior se a dispersão de partículas é mais fina. A energia total do sistema pode ser portanto reduzida por crescimento das partículas maiores consumindo as menores, o que se efetua por difusão de átomos através da matriz. O processo físico pelo qual as partículas coalescem e aliviam o excesso de energia de superfície, é devido à mais alta solubilidade das partículas menores, desde que, as mesmas, possuem uma maior razão de área de superfície por unidade de volume. A cinética da reação depende, de forma geral, da velocidade de difusão, mas em certos casos é a passagem dos átomos através da interface que limita a velocidade da reação. Para partículas esféricas, a variação do tamanho médio dos precipitados em função do tempo, é dado pelas seguintes equações^{1,5,8}.

Cinética controlada por difusão

$$\bar{r}^3 - \bar{r}_0^3 = \left(\frac{8 D \gamma C_0 V}{9KT} \right) t \quad (3)$$

Cinética controlada pela reação de interface

$$\bar{r}^2 - \bar{r}_0^2 = \left(\frac{64 \alpha \gamma C_0 V}{81 KT} \right) t \quad (4)$$

onde: \bar{r}_0 é o raio médio dos precipitados no início da coalescência;

D é o coeficiente de difusão

γ é a energia de interface precipitado/matriz;

C_0 é a solubilidade dos precipitados;

V é o volume atômico dos precipitados;

K é a constante de Boltzmann;

T é a temperatura absoluta;

t é o tempo;

α é uma constante que depende da natureza da interface

2.1.3. Nucleação heterogênea

Se os núcleos se formam em defeitos da rede cristalina, a energia de ativação pode ser consideravelmente reduzida se as distorções elásticas dos defeitos (p/ex discordâncias) compensam aquelas engendradas, dentro da matriz, para acomodação do núcleo. Desta forma, a cinética de precipitação e a distribuição das partículas dependem fortemente da densidade de defeitos na matriz.

Neste caso a velocidade de nucleação (\dot{N}) continua sendo proporcional a $\Delta G^*/RT$, mas o valor de ΔG^* é menor para nucleação heterogênea do que para homogênea devido à redução de um ou ambos termos de energia (γ e e_V), veja equações (1) e (2). Por outro lado, deve ser considerada as diferenças de estruturas cristalográficas entre a matriz e o precipitado, desde que a energia interfacial aumentasse de um fator proporcional à mesma. Assim podem ocorrer três diferentes tipos de nucleação⁵⁻⁸:

- 1) Nucleação coerente - se as estruturas cristalográficas e os parâmetros de rede da matriz do precipitado são iguais;
- 2) Nucleação semicoerente - se a interface entre matriz e precipitado pode ser acomodada por defeitos bem definidos, como discordância interfacial. Um

exemplo deste tipo de interface é a fase θ' em sistema Al-Cu;

- 3) Nucleação incoerente - se a estrutura da matriz e precipitados são diferentes; a acomodação do precipitado ocorre formando um contorno de alto ângulo. A fase θ do sistema Al-Cu é um exemplo característico.

Assim, a sequência de precipitação pode ser diferente, dependendo do tipo de precipitado formado em uma determinada liga. Experimentalmente foi observado que⁵ as taxas de nucleação (\dot{N}) relativas são:

- Para núcleos incoerentes:
Contornos de grãos > Discordâncias > Matriz
- Para núcleos semicoerentes:
Discordâncias > Matriz > Contornos de grãos ou
Discordâncias > Contornos de grãos > Matriz
- Para núcleos coerentes:
Discordâncias > Matriz > Contornos de grãos ou
Matriz > Discordâncias > Contornos de grãos

2.2. Formação de Zonas Livres de Precipitados (ZLP)

Uma heterogeneidade importante encontrada em ligas industriais, está ligada à formação de zonas livres de precipitados (ZLP) em regiões adjacentes aos contornos de grãos¹⁴. Existem duas teorias básicas relativas à nucleação de precipitados, que descrevem as variáveis que controlam o processo e explicam a formação das ZLP^{11,12}. Ambas estabelecem que são possíveis dois caminhos pelos quais as mesmas podem ser formadas: por perda de lacunas e por perda de solutos.

2.2.1. Mecanismo de formação de ZLP por perda de lacunas

A taxa e o tipo de decomposição que ocorrem em ligas endurecidas por precipitação dependem da temperatura em que é realizado o envelhecimento; se acima ou abaixo de uma temperatura crítica (T_c). Nicholson¹³, define esta temperatura como uma linha metaestável, representando a temperatura abaixo da qual a solução sólida é metaestável com relação às zonas GP. As mesmas não se formam durante o tratamento térmico acima desta temperatura, figura III.2.

No entanto, Pasley¹² não relacionou esta temperatura crítica com as zonas GP mas, definiu-a como a temperatura máxima na qual a nucleação homogênea pode ocorrer quando não há excesso de lacunas na temperatura de envelhecimento. A nucleação homogênea não ocorre acima desta temperatura devido à inadequada supersaturação de soluto. Esta temperatura então decresce, com o decréscimo da concentração de soluto, de modo similar à linha solvus das zonas GP, figura III.3.

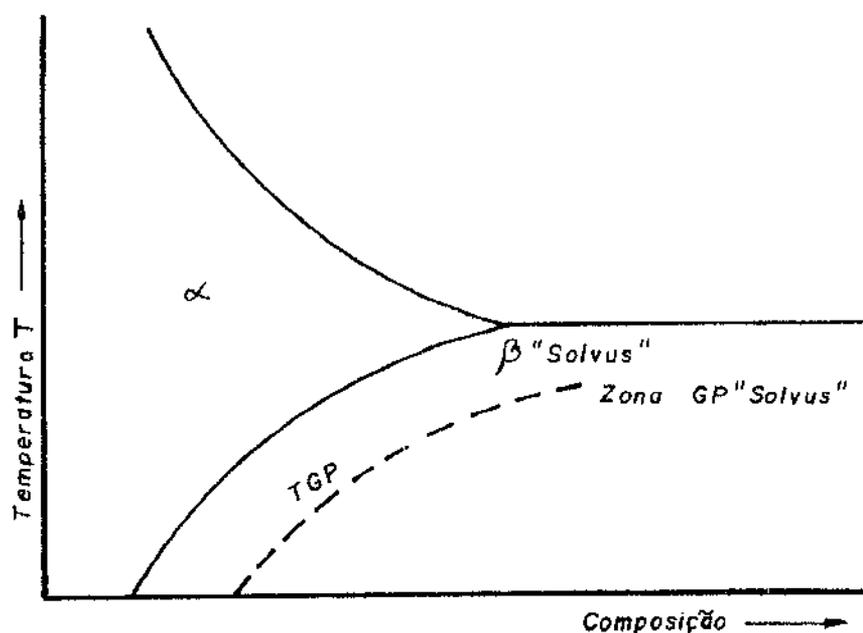


Figura III.2 - Diagrama de fases de um sistema hipotético A-B, mostrando a zona "solvus" GP¹⁴.

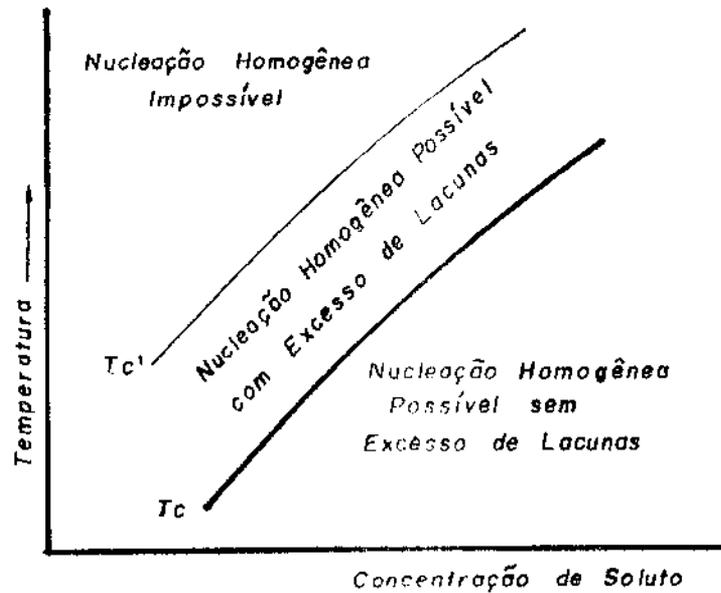


Figura III.3 - Temperatura crítica em função da concentração de soluto, para concentração de lacunas em equilíbrio e em excesso¹².

Segundo Thomas¹⁰ a nucleação homogênea acima de (T_c), vai depender exclusivamente das lacunas formadas na condição de "quenching", seja através de uma influência indireta exercida pela habilidade das lacunas acelerarem o processo de formação de "clusters", o que aumentaria os precipitados intermediários, ou através de uma influência direta, provendo agregados de lacunas para nuclear a nova fase.

A família de curvas classificadas como T_c' na figura ... III.3, correspondem ao aumento da concentração de excesso de lacunas. Pode-se considerar a temperatura "solvus" das zonas GP (T_{GP}) usadas por Nicholson, equivalente a temperatura crítica de Pasley, desde que as zonas GP podem ser identificadas como "clusters" estáveis de átomos solutos¹¹. Portanto, $T_c = T_{GP} - \Delta T_c$, onde ΔT_c é o superesfriamento crítico necessário para a nucleação homogênea de zonas GP. T_{GP} pode ser considerado como T_c' , usando a notação de

Pasley¹⁵.

Em ambas teorias as lacunas jogam essencialmente o mesmo papel, sendo que sua concentração deve ser considerada para explicar a formação das ZLP por perda de lacunas. Consideremos o caso onde a concentração de soluto é uniforme através dos grãos, e que não houve segregação de solutos em contornos de grãos durante o resfriamento brusco ("quench"). Nestas condições, durante e por um pequeno período de tempo após o resfriamento brusco, desde a temperatura de "quench" (T_q) até a temperatura de envelhecimento (T_e), deve ser estabelecido um perfil de concentração de excesso de lacunas nas vizinhanças dos contornos de grãos. Isto ocorre, já que os contornos de grãos são sumidouros de lacunas e a aniquilação das mesmas, nesses contornos, é controlada por difusão de lacunas dentro dos grãos¹³⁻¹⁵, figura III.4. Este perfil é estabelecido independentemente se a temperatura do envelhecimento é maior ou menor do que (T_c)¹⁴.

Como a concentração de lacunas em equilíbrio aumenta com a temperatura e com a taxa de resfriamento, uma taxa de resfriamento mais alta conduz a um aumento na inclinação do perfil de

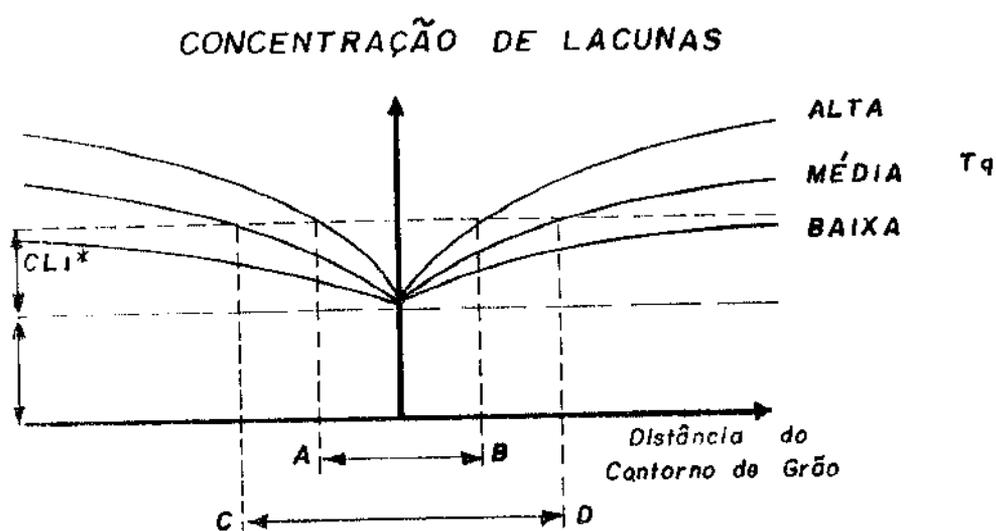


Figura III.4 - Perfil esquemático do excesso de lacunas¹².

concentração, como mostra a figura III.4. Se a temperatura de envelhecimento for maior que T_c , pode ocorrer nucleação de "clusters" de soluto em regiões da amostra onde o excesso de concentração de lacunas é maior do que o valor crítico C_L^* . Assim, A-B na figura III.4 define a ZLP devido a perda de lacunas em amostras resfriadas a partir de alta temperatura T_q , e C-D a partir de T_q média. Este exemplo mostra ainda o perfil de lacunas estabelecido para baixo valor de T_q , concentração abaixo de C_L^* . Neste caso, a nucleação homogênea é impossível, podendo ocorrer somente nucleação heterogênea.

O tamanho da ZLP também decresce com o abaixamento de T_e . Isto pode ser consequência da mais alta supersaturação de soluto, a qual conduz a menor núcleo estável e, portanto, a concentração crítica de lacunas requerida para a nucleação é reduzida.

2.2.2. Mecanismo de formação de ZLP por perda de solutos

Consideraremos agora o caso que os solutos são perdidos nas vizinhanças dos contornos de grãos, durante "quench". Isto pode ser consequência de dois motivos¹⁵: durante o resfriamento os precipitados são nucleados heterogeneamente em contornos de grãos ou, ocorre segregação preferencial de soluto nos contornos. Em ambos os casos, o perfil de concentração de soluto é estabelecido de acordo com a figura III.5.

O perfil de concentração depende da estrutura e do grau de desorientação dos contornos¹⁵. Para decidir se a nucleação pode ou não ocorrer dentro da região de perda de solutos, é preciso lembrar que para um determinado excesso de concentração de lacunas, presentes em (T_e), existe uma certa concentração crítica de soluto C_S , requerida para a nucleação ocorrer. As concentrações críticas para diferentes temperaturas, estão representadas por linhas horizontais na figura III.5. A intersecção dessas linhas com o perfil de concentração de solutos fornece a largura da ZLP. Se utilizarmos T_c como a temperatura crítica, somente é possível formação de ZLP por perda de solutos com envelhecimento abaixo de T_c . Acima desta temperatura um perfil de concentração de lacunas deve ser superposto ao perfil de concentração de solutos. Se a liga é resfriada rapidamente a uma temperatura de envelhecimento

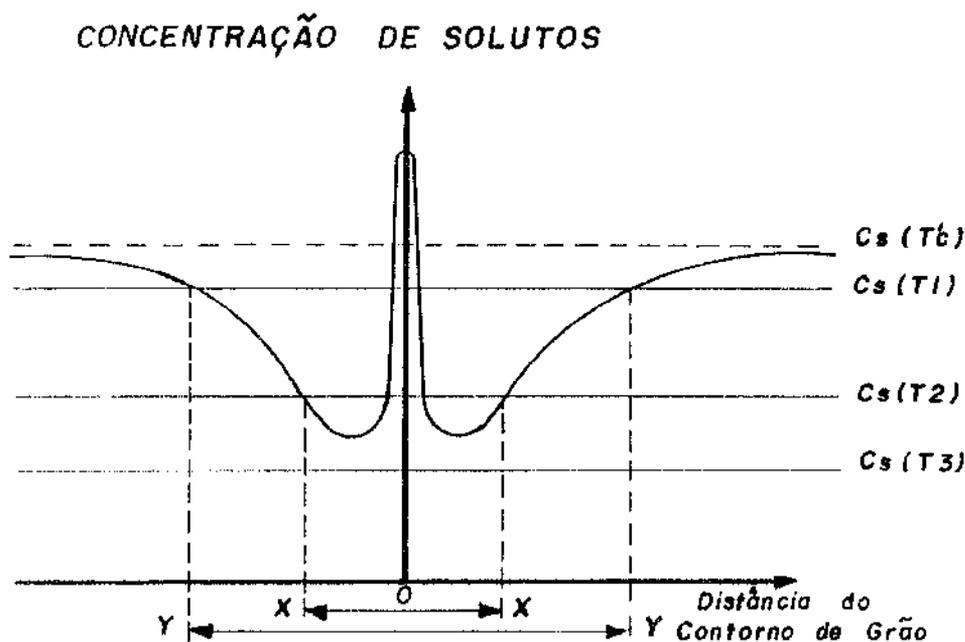


Figura III.5 - Perfil esquemático de concentração de soluto nas vizinhanças de contorno de grão¹². C_s - concentração de solutos, $T_1 > T_2 > T_3$.

acima de T_c , a ZLP seria inteiramente devido à perda de excesso de lacunas no contorno de grão. Em ligas temperadas lentamente ou, em processos onde ocorre uma interrupção durante o "quench", a largura da ZLP deve ser explicada considerando ambos os perfis de concentração de excesso de lacunas e de solutos. Experimentalmente é observado que as ZLP formadas acima de T_c podem ter larguras de até 1 μm , enquanto que as formadas em temperaturas abaixo de T_c são usualmente menores que 0,2 μm ¹⁴.

3. MECANISMOS DE DEFORMAÇÃO NA INTERFACE PARTÍCULA/MATRIZ

Quando se introduz uma dispersão fina de partículas em uma matriz, modifica-se em grande medida as suas propriedades me-

cônicas. Em particular ocorre um aumento acentuado na tensão de escoamento e na taxa de encruamento^{16,17}, alterando evidentemente as condições de escoamento plástico na interface partícula/matriz e, conseqüentemente, as de nucleação e propagação de trincas. Este último efeito será discutido em capítulo a parte.

Neste capítulo analisaremos os principais mecanismos de interação entre discordâncias móveis e precipitados, responsáveis pelo aumento da tensão de escoamento da matriz, discutindo, em particular, os diversos caminhos pelos quais as discordâncias se arranjam na interface partícula/matriz a fim de acomodar a deformação e, conseqüentemente, aumentar a tensão de escoamento local nesta interface.

3.1. Efeito das Partículas na Tensão de Escoamento

O escoamento plástico inicia-se quando a tensão resultante no material, proveniente da aplicação de uma carga externa é suficiente para enviar uma discordância, à relativamente grandes distâncias, através de uma matriz contendo precipitados^{5,18}. Esta tensão é a tensão limiar "*threshold*" para o escoamento plástico. O tratamento teórico de endurecimento por precipitação é baseado no modelo descrito a seguir.

As discordâncias móveis encontram partículas e curvam-se entre as mesmas, como mostrado na figura III.6. Quando o ângulo (ϕ), formado entre os dois segmentos da discordância, alcança um valor crítico, a discordância supera o obstáculo. A força (F), proveniente da resistência imposta pelos precipitados pode ser relacionada com a tensão de linha da discordância (T) através da equação¹⁸:

$$F = 2 T \cos \phi \quad (5)$$

Se $\phi=0$, as partículas comportam-se como obstáculos impenetráveis e o mecanismo de deformação ocorre pela formação de anéis de discordâncias em torno das partículas, como proposto por Orowan²¹. Se $\phi > 0$, as partículas são cisalhadas pelas discordâncias,

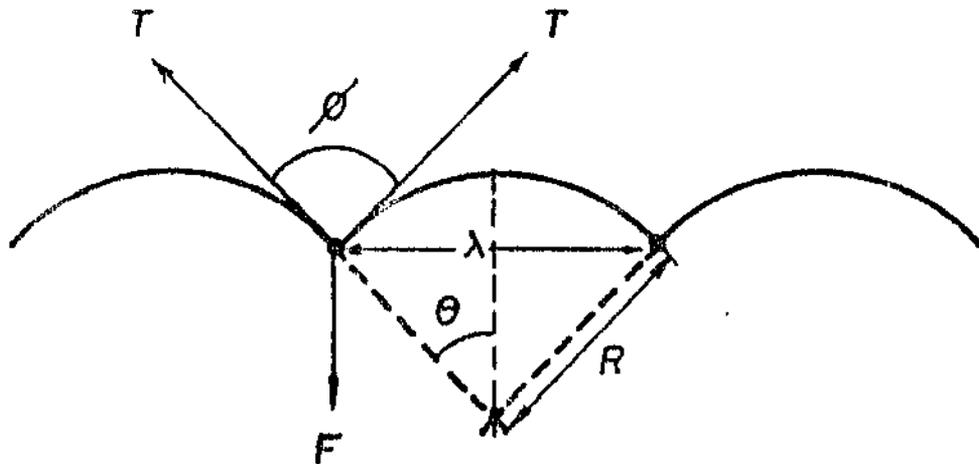


Figura III.6 - Movimento da discordância sendo bloqueado por partículas⁵.

requerendo uma força de cisalhamento igual a F . Esses dois casos limites serão considerados isoladamente.

3.1.1. Mecanismo de cisalhamento de partículas

Este mecanismo é observado quando a liga envelhecida contém uma dispersão de precipitados coerentes e semi-coerentes¹⁶⁻¹⁹. A interface coerente é tal que não apresenta descontinuidade geométrica no arranjo atômico; as interfaces entre os átomos da matriz, vizinhos dos precipitados e os átomos das partículas, têm a mesma posição relativa. Assim, somente é observado uma pequena mudança nas distâncias atômicas em torno dos precipitados devido aos campos de tensões elásticas coerentes. No caso de precipitados semi-coerentes, existe interfaces onde a coerência não é mantida; pequenas desorientações são acomodadas por discordâncias¹⁶.

O esquema ilustrado na figura III.7 mostra a geometria do mecanismo de cisalhamento de partículas. Observa-se que a discordância produz um pequeno degrau na superfície das partículas. Se a estrutura cristalográfica da partícula difere daquela da matriz, cria-se uma interface interna no precipitado. Se a estrutura do precipitado é ordenada, a passagem de uma discordância destrói a ordem no plano de deslizamento. No caso extremo, onde a partícula é quebrada, formam-se duas superfícies livres no interior dos precipitados. Assim, para que esses processos ocorram, é necessário fornecer uma energia suficiente para quebrar as ligações atômicas dentro dos precipitados; o que corresponde a aumentar sua superfície. Em geral, isto só é possível quando existe uma certa continuidade entre os planos de deslizamento da matriz e dos precipitados, como é o caso quando as partículas são coerentes ou semi-coerentes¹⁸.

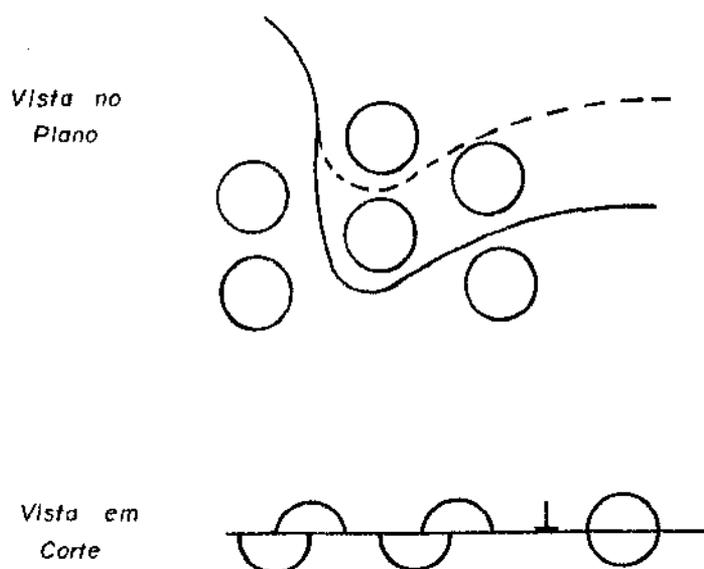


Figura III.7 - Esquema do mecanismo de cisalhamento de precipitados por discordâncias¹⁸.

A tensão de cisalhamento necessária para que as discordâncias possam romper os obstáculos pode ser representada por uma equação do tipo²¹:

$$T_c = k r^a f^b \gamma^c \quad (6)$$

onde: k - constante que depende das propriedades das discordâncias e da natureza dos precipitados (estrutura cristalográfica e constante elástica);

γ - energia necessária para criar uma interface partícula/matriz;

f - fração volumétrica de precipitados;

r - raio médio dos precipitados;

a,b,c - constantes ($0 < a < 1/2$, $1/3 < b < 2/3$, $1 < c < 3/2$)

Percebe-se pela equação acima, que o valor da tensão de cisalhamento depende fortemente da energia de interface (γ) e, portanto, da cristalografia e composição química dos precipitados. Como os expoentes de f e r são positivos, a tensão aumenta proporcionalmente com ambos (fração volumétrica e raio do precipitado).

3.1.2. Mecanismo de Orowan

Este mecanismo é característico de ligas superenvelhecidas cuja interface com a matriz é do tipo incoerente. Neste caso, devido ao efeito da tensão aplicada, as discordâncias são forçadas contra as partículas e são obrigadas a contorná-las. Se as partículas resistem ao cisalhamento ($\phi=0$), este contornamento conduz à formação de um anel de discordância em torno da partícula, o qual separa a área cisalhada da matriz da área não cisalhada do precipitado. Este mecanismo, elaborado por Orowan foi posteriormente comprovado através de microscopia eletrônica de transmissão¹⁶.

Observa-se pela figura III.8(b) que as discordâncias curvam-se formando arcos em torno dos precipitados. Esses arcos dilatam-se, na medida que a tensão aplicada aumenta, e se recombina deixando atrás anéis de discordâncias em torno das partículas, como mostrado na figura III.8(c).

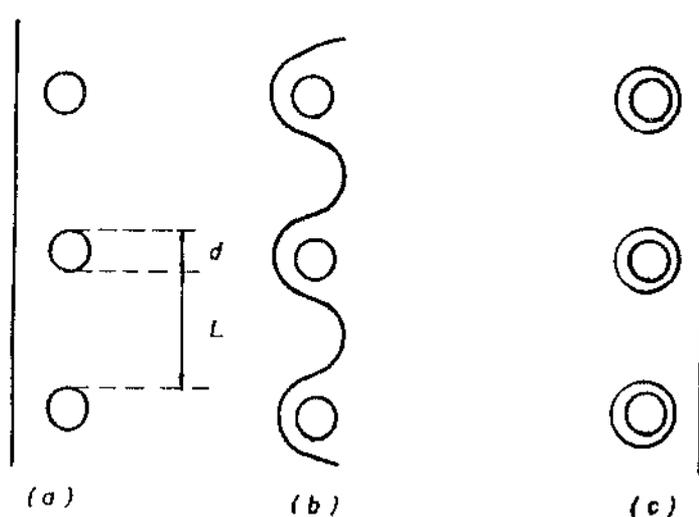


Figura 111.8 - Representação esquemática do mecanismo de Orowan¹⁶.

O cálculo do endurecimento produzido pelas partículas incoerentes (indeformáveis) é complexo, devido ao grande número de fatores que intervêm. A tensão necessária para provocar o deslocamento das discordâncias entre as partículas, depende essencialmente da tensão que deve ser imposta para dilatar as mesmas na forma de semi-círculos. Esta tensão é dada pela equação de Ashby e Orowan²⁰:

$$T_c = \frac{AGb}{2\pi\lambda} \left| \ln\left(\frac{ds}{2b}\right) + B \right| \quad (7)$$

onde: A e B - constantes;

λ - distância entre partículas

d - diâmetro médio dos precipitados do plano de deslizamento;

b - vetor de Burger da discordância;

G - módulo de cisalhamento.

Note que o valor da tensão depende somente das propriedades das discordâncias e da geometria da dispersão e não das propriedades dos precipitados, como no caso do mecanismo de cisalhamento. No caso de partículas esféricas, distribuídas de modo aleatório dentro da matriz, tem-se⁵:

$$\lambda = \bar{d}s \left| \sqrt{\frac{\pi}{4f}} - 1 \right| \approx \bar{d}s \left| \sqrt{\frac{\pi}{4f}} \right|, \text{ para } f \text{ pequeno} \quad (8)$$

onde: f é a fração volumétrica de precipitação,

$$\bar{d}s = \sqrt{\frac{2}{3}} \bar{d} \quad (9)$$

onde: \bar{d} - diâmetro médio corrigido para o plano ($\bar{d}s$ é o diâmetro médio tridimensional obtido em folha fina).

Substituindo (8) e (9) em (7), teremos:

$$\tau_c \approx \frac{k\sqrt{f}}{\bar{d}} \ln \left| \frac{\bar{d}}{2,5 \times 10^{-4}} \right| \quad (10)$$

onde: k - constante.

Os gráficos esquemáticos da figura III.9 mostram, para os dois tipos de mecanismos de interação entre discordância e precipitado estudados, as variações da tensão de cisalhamento crítica resultante em função da distância entre precipitados (para fração volumétrica constante esta distância é proporcional ao diâmetro das partículas).

A comparação entre a variação das tensões τ_c (Orowan) e τ_c (cisalhamento) em função do diâmetro médio dos precipitados (para $f = \text{cte}$), mostra que existe um valor crítico para o diâmetro ($\bar{d}s^*$) abaixo do qual as partículas são cisalhadas e acima do qual as partículas são contornadas, figura III.9(c). Observa-se também que o endurecimento máximo é obtido quando o precipitado atinge este diâmetro crítico.

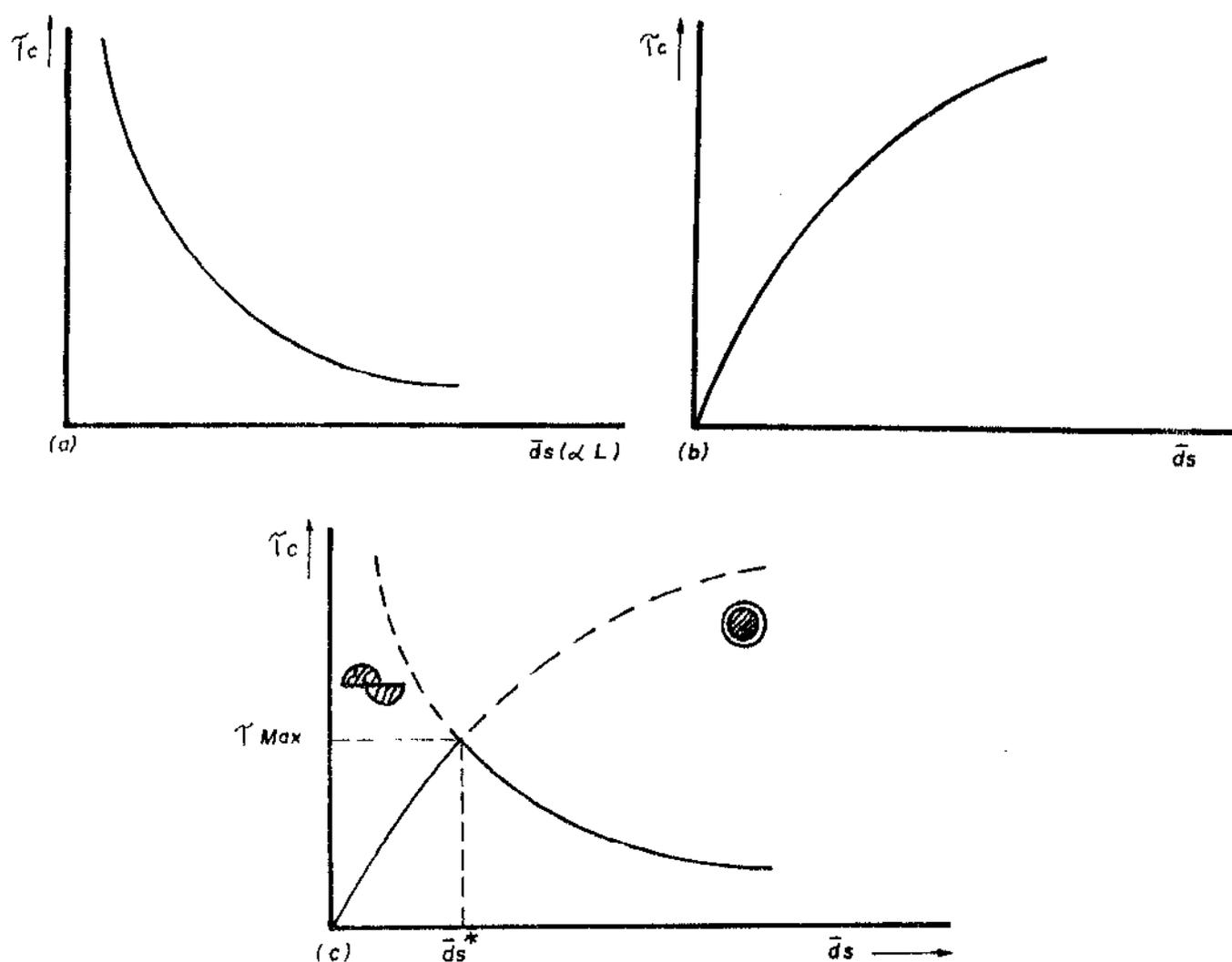


Figura III.9 - Evolução esquemática da tensão de cisalhamento crítica resultante, em função do diâmetro das partículas para fração volumétrica constante. (a) mecanismo de Orowan, (b) mecanismo de cisalhamento, (c) superposição dos dois mecanismos.

3.2. Efeito das Partículas no Encruamento

Como no item anterior, é conveniente separar este estudo segundo o mecanismo de endurecimento operante: por cisalhamento de partículas ou por formação de anéis de discordâncias em torno das mesmas. No primeiro caso, a curva tensão deformação apresenta o mesmo comportamento de um cristal puro ou de uma solução sólida^{5,18}. As partículas ou zonas deformam-se junto com a matriz e não introduzem gradientes de deformação plástica na mesma. Assim consideremos somente o segundo caso, deformação de ligas con-

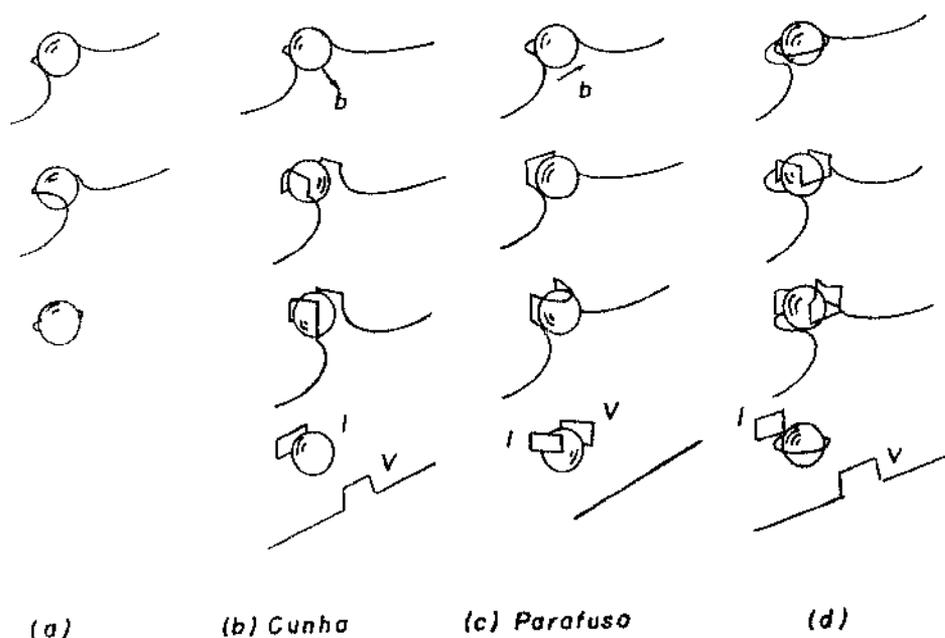


Figura III.10 - Interação de partículas com discordâncias, mostrando em (a) mecanismo de formação de anéis sem deslizamento secundário, (b) e (c) mecanismo envolvendo deslizamento cruzado "cross slip", gerando anéis prismáticos para discordâncias em cunha e em parafuso, respectivamente. (d) mecanismo misto de (a) e (b)¹⁷.

tendo partículas indeformáveis, o qual apresenta um comportamento distinto daquele das soluções sólidas. Tais partículas introduzem gradientes de deformação, mesmo quando a matriz que as contém se deforma homogeneamente^{5,17-18}.

Quando um cristal contendo partículas incoerentes é deformado com uma tensão em torno a de início de escoamento, formam-se anéis de cisalhamento por um processo semelhante ao mostrado na figura III.10(a). Cada discordância que passa pela partícula deixa para trás um anel de cisalhamento aumentando localmente a tensão de cisalhamento e, continua a deslizar em seu plano de deslizamento primário. O número médio de anéis formados ao redor da partícula é dado pela equação⁵⁻¹⁷:

$$n_a = 2r\gamma/b \quad (11)$$

onde: r é o raio da partícula;
 γ é a deformação de cisalhamento;
 b é o vetor de Burger.

Dependendo do tamanho das partículas as discordâncias podem assumir diferentes configurações para acomodar a deformação em torno das partículas. Em escala microscópica essas partículas atuam de modo a dificultar o deslizamento primário, de maneira que a aglomeração das mesmas em torno das partículas deve satisfazer certas condições geométricas, a fim de compatibilizar a deformação de fases elásticas e plásticas, armazenando energia, de modo que a tensão de escoamento local não seja excedida¹⁷⁻²⁰.

Os deslocamentos são produzidos por arranjos de discordâncias que minimizam a energia de deformação e a "tensão de escoamento local" é definida como a tensão requerida para nuclear algum outro arranjo quando o deslizamento primário alcança um valor limite¹⁷.

Para partículas pequenas e baixas deformações, estudos realizados em MET⁵ têm mostrado que o primeiro mecanismo de relaxação é a formação de anéis prismáticos de discordâncias, que atuam pressionando as discordâncias contra as partículas. Quando (n_a) atinge um valor crítico, pode ocorrer o mecanismo representado na figura III.10(d): sob efeito de tensões produzidas pelas discordâncias móveis subsequentes, o anel colapsa para formar dois anéis prismáticos, através de um mecanismo de duplo deslizamento cruzado "cross slip"^{5,17,22}. De acordo com este modelo, são formados um anel intersticial e um anel de lacunas dos lados opostos da partícula, de modo semelhante ao mostrado na figura III.10(d). A discordância móvel então contorna a partícula (restaurando o anel de Orowan) e interage com o segundo anel prismático de lacunas para formar um duplo degrau "jog", o qual é transportado para diante da partícula.

Com o aumento do tamanho das partículas pode ocorrer uma segunda forma de relaxação chamada cavitação⁵. Quando a matriz é cisalhada, a interface partícula/matriz é submetida às tensões de tração, em dois quadrantes, e a tensões compressivas nos outros dois. Nos quadrantes correspondentes às tensões trativas, pode ocorrer o processo de cavitação. Uma vez que a cavidade é formada, são produ

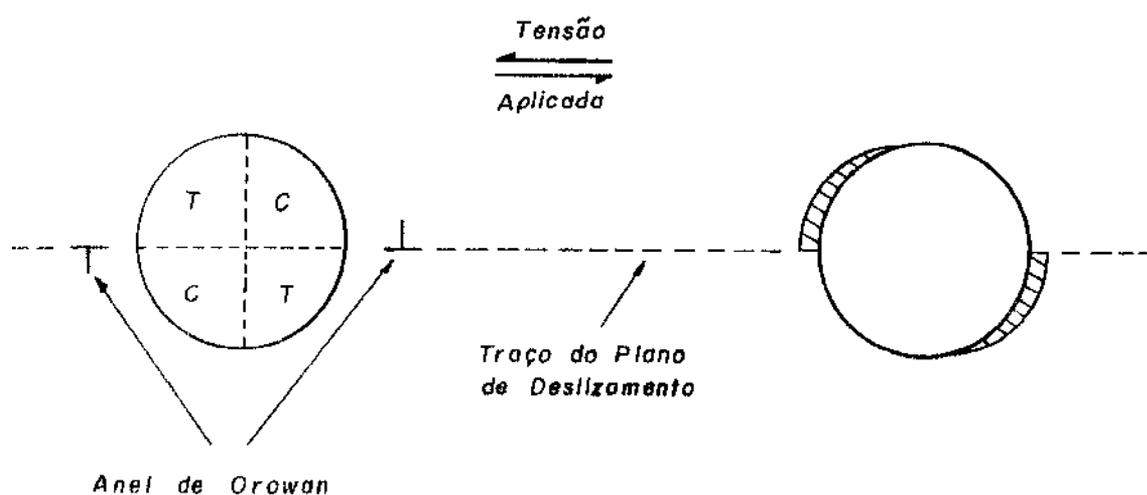


Figura III.11 - Representação esquemática das tensões de compressão e de tração na interface partícula/matriz quando a matriz é cisalhada. As áreas hachuradas representam a cavitação⁵.

zidos posteriores anéis prismáticos intersticiais, por um processo semelhante ao da figura III.11. Os anéis prismáticos de lacunas efetivamente desaparecem na cavidade.

O número de anéis necessários para uma dada liga, antes de ocorrer deslizamento cruzado, depende do tamanho das partículas, da presença de alguma desorientação associada com a partícula, da energia de defeito de empilhamento (EDE) e da tensão "back stress" presente no empilhamento⁵. Quanto mais anéis de Orowan transformam-se em anéis prismáticos, torna-se cada vez mais difícil uma posterior transformação, devido à tensão "back stress" resultante no empilhamento. Então, com o aumento da deformação, para um dado tamanho de partícula, o mecanismo de duplo deslizamento cruzado fica cada vez mais difícil, devido a que o empilhamento de anéis prismáticos primários pode ser incapaz de deslizar para diante das partículas, ficando bloqueado por outras partículas ou, por interação com discordâncias secundárias. Nestas condições, um outro mecanismo de acomodação pode ocorrer: as tensões na interface de

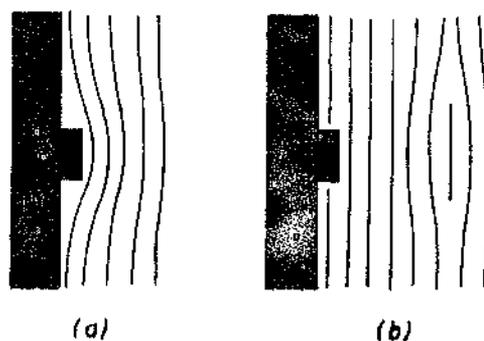


Figura III.12 - Representação esquemática do processo de alívio de tensões na interface da partícula⁵.

partícula são agora aliviadas pela tensão oriunda dos anéis prismáticos, e pelas discordâncias secundárias, de tal forma que quando a deformação atinge um valor crítico, a concentração de tensões pode ser removida criando um anel de discordância nesta interface e um anel prismático secundário em outro plano de deslizamento, como mostra a figura III.12.

Esses anéis secundários aumentam, por sua vez, a tensão nas partículas em seus sistemas de deslizamento, até favorecer novamente a ocorrência do mecanismo de deslizamento cruzado. Isto faz com que se estabeleça um equilíbrio dinâmico, entre os diferentes processos de acomodação da deformação, criando uma zona plástica de considerável complexidade em torno das partículas.

- Arranjo de discordâncias em altas deformações

Em condições de altas deformações, a estrutura de discordâncias adjacentes à partículas é obviamente complexa, o que impossibilita o tratamento da deformação através de movimentos in

dividuais de discordâncias. Humphreys²³ desenvolveu uma abordagem levando em conta a teoria do contínuo macroscópico e as estruturas observadas em MET do material deformado. A figura III.13(a) mostra um cristal da matriz deformando-se no plano A-B contendo uma partícula. Se a matriz deforma-se de uma quantidade correspondente a ϵ_b , a partícula deforma-se com a matriz como mostrado na figura III.13(b). Se a partícula é não deformável, uma deformação plástica local deve restaurar a partícula na sua forma original. Um caminho para se efetuar esta mudança de forma é produzir um cisalhamento reverso local de ϵ_b , através do plano C-D, por rotação localizada de uma porção da matriz no sentido indicado na figura III.13(c). Em três dimensões a rotação de uma porção conveniente da rede, em torno de algum eixo normal à b , pode produzir o cisalhamento requerido através do plano C-D. Como as rotações são acompanhadas de discordâncias, o eixo de rotação vai depender do sistema de deslizamento disponível no cristal.

Devido a sua alta energia e a alta concentração de tensões locais, os anéis de Orowan, figura III.13(d) são instáveis. Um caminho para neutralizar isto é produzir um outro anel de sinal contrário X e Y, como mostrado na figura III.13(e). A criação deste anel, proveniente de deslizamento, requer a criação de anéis exteriores, como mostrado na figura III.13(f), os quais resultam das discordâncias X' e Y' na matriz, como mostrado na figura III.13(g). O sinal e a configuração dessas discordâncias são tais, que originam subgrãos com o mesmo tipo de rotação mostrado na figura III.13(c).

Na prática, vários planos de deslizamento interceptam a partícula, como mostra a figura III.13(h). Isto pode ser levado em conta no modelo produzindo-se uma série de subgrãos internos, com desorientação progressiva, como mostra a figura III.13(i).

Humphreys²³ examinou a estrutura de Al-Cu, contendo partículas de Si, deformada por laminação com 50% de redução na espessura, e constatou alta densidade de discordâncias na forma de subgrãos próximo das partículas. E por meio de difração eletrônica em áreas selecionada, detectou desorientações locais próximas às partículas.

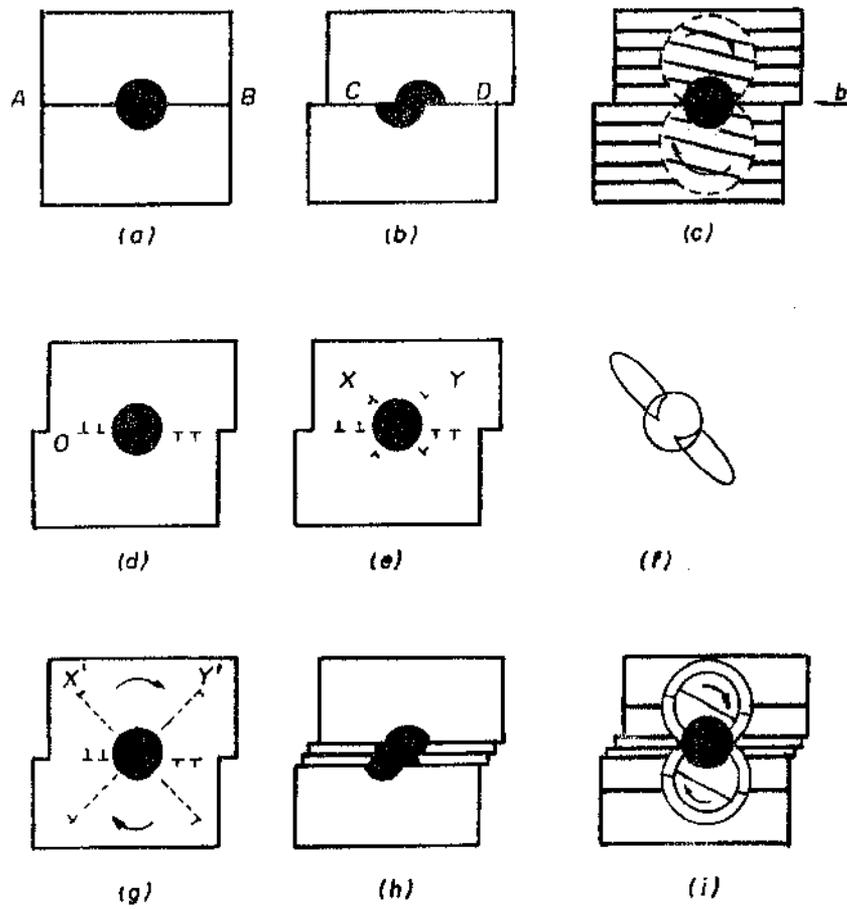


Figura III.13 - Origem das zonas de deformação em torno das partículas²³.

BIBLIOGRAFIA

1. SHEWMON, P.G. *Transformation in Metals. Precipitation Hardening*. Vol. 7. McGraw-Hill Book Company. (1969), 286.
2. CRISTIAN, J. *The Theory of Transformations in Metals and Alloys*. 2 Ed. Parte 1. Pergamon Press. Oxford. N.Y. Cap. 10, 11 (1975), 418, 476.
3. CAHN, J.W. *Acta Met.* 9 (1961), 795.
4. CAHN, J.W. *Acta Met.* 10 (1962), 179.
5. MARTIN J.W. *Micromechanisms in Particles Hardened Alloys. The Structures of Particle-Hardened Alloys*. Vol. 1. Oxford (1979), 1.
6. CAHN, J.W. *Acta Met.* 5 (1957), 169.
7. NICHOLSON, R.B. *Electron Microscopy and Strength of Crystal. The Heterogeneous Nucleation of Precipitates*. Vol. 18. Interscience. N.Y. (1963), 861.
8. MARTIN, J.W. *Instability of the Microstructure. Structural Instability due Chemical Free Energy*. Vol. 2. Cambridge University Press. (1976), 20.
9. THOMAS G. *Philos. Mag.* 4 (1959), 606.
10. THOMAS G. e NUTTING, J. *Acta Met.* 7 (1959), 315.
11. EMBURY, J.D. e NICHOLSON, R.B. *Acta Met.* 14 (1966), 1009.
12. PASLEY, D.W. *Philos. Mag.* 16 (1967), 51.
13. NICHOLSON, R.B. *J. Inst. Met.* 95 (1967), 91.

14. STARKE Jr., E.A. *J. Met.* 1 (1970), 54.
15. CORNIS, A.J. e DAY, M.K.B. *J. Inst. Met.* 97 (1969), 44.
16. HONEYCOMBE, R.W.K. *The Plastic Deformation of Metals. The Deformation of Crystal Containing a Second Phase.* Edward Arnold. Cap. 7 (1977), 178.
17. ASHBY, M.F. *Strengthening Methods in Crystal. The Deformation on Plastically Non-Homogeneous Alloys.* Vol. 3. Edited - Keely A. Nicholson, R.B. Applied Science - London. (1971), 137.
18. NABARRO, F.R.N. *Dislocation in Solids. Precipitation Hardening.* Cap. 4. Amestedan (1979), 221.
19. HORN BOGEN, E. e GAHR KARL-HEINZ ZUN. *Metallography.* 8 (1975), 181.
20. ASHBY, M.F. *Phylos. Mag.* 14 (1966), 1157.
21. ASHBY, M.E. e JOHNSON, L.A. *Phylos. Mag.* 20 (1969), 1009.
22. HIRSCH, P.B. e HUMPHRIES, F.J. *Proc. Roy. Soc. A* 318 (1970), 45.
22. HUMPHRIES, F.J. *Acta Met.* 25, (1977), 1323.

CAPÍTULO IV

MECANISMOS DE FRATURA DÚTIL EM LIGAS ENDURECIDAS POR PRECIPITAÇÃO

1. INTRODUÇÃO

Sob o ponto de vista microscópico a fratura dútil em metais e ligas é sempre precedida por deformação plástica localizada¹⁻⁷, de forma que o processo é essencialmente controlado pela movimentação de discordâncias. No caso de ligas contendo dispersão fina de partículas endurecedoras, a distribuição local da deformação vai depender do tipo de interação entre discordâncias móveis e precipitados⁵. Consequentemente, a nucleação e propagação de trincas será afetada pelo modo com que a deformação se distribui no material (deformação homogênea ou heterogênea).

Por outro lado, o modo de fratura comumente observado em materiais contendo partículas de 2ª fase (inclusões, dispersóides e precipitados endurecedores) é do tipo fibroso ou alveolar (*dimples*), sendo que este tipo de fratura inicia-se pela nucleação de vazios através de quebra de partículas grosseiras e/ou decoesão nas interfaces partículas/matriz. Posteriormente, com o aumento da deformação, esses vazios crescem e coalescem, por um processo localizado de estricção interna, produzindo o aspecto característico da superfície de fratura fibrosa¹⁻⁵. Desde que as partículas de 2ª fase jogam um papel importante no mecanismo de fratura dútil, quase todo tratamento microestrutural tem sido realizado com esta abordagem. Nos últimos anos, um grande número de pesquisas foram desenvolvidas⁵⁻¹³ com o objetivo de se estabelecer critérios que possam descrever os mecanismos de iniciação, crescimento e coalescimento de vazios que conduzem à separação final do material. Apesar deste esforço, a descrição fenomenológica do processo de fratura dútil ainda é controversa, e um critério capaz de levar em consideração todos os fatores importantes que contribuem para a falha do material é assun-

to de pesquisas.

Nesta revisão aborda-se, inicialmente, os mecanismos que geram a não homogeneidade de deformação e, que, conseqüentemente, contribuem para a concentração local da deformação. Em seguida, discute-se os mecanismos de fratura dútil, separando convenientemente os modos de fratura transgranular e intergranular. Posteriormente, desenvolve-se resumidamente alguns conceitos gerais que caracterizam macroscopicamente a fratura dútil e, finalmente, analisa-se a influência dos parâmetros que controlam a tenacidade à fratura em ligas contendo partículas de 2ª fase.

2. DISTRIBUIÇÃO DA DEFORMAÇÃO

A quantidade de deformação plástica que precede a fratura dútil é geralmente elevada. No caso extremo de ruptura dútil, a separação final do sólido ocorre após 100% de redução em área. Isto é conseqüência da instabilidade mecânica que ocorre durante a deformação por tração, a qual conduz a uma contínua redução da secção transversal do espécime em uma região localizada. Dependendo da pureza do metal, o processo de estricção resulta em completa ruptura (metais puros) ou em fratura fibrosa (materiais contendo partículas de 2ª fase)^{1,4}. Mesmo no caso de fratura fibrosa, na qual a falha inicia-se com baixos níveis de deformação, (Broek⁹ tem mostrado que com deformações da ordem de 2%, já ocorre quebra de partículas grosseiras em ligas de alumínio de alta resistência), a deformação requerida para a ruptura dos ligamentos entre vazios é normalmente apreciável^{1,3,7,8}.

Sob o ponto de vista macroscópico a localização da deformação é conseqüência de mudanças no estado de distribuição de tensões, de uniaxial para triaxial. A ruptura pode ocorrer por cisalhamento, através de um único sistema de deslizamento, no plano de maior fator de Schmid ou através de ativação de múltiplos planos de deslizamento. Sob o ponto de vista microestrutural a deformação se distribui heterogeneamente, através de bandas de deslizamento grosseiras, no primeiro caso e homogeneamente, através

de bandas de deslizamento finas, no segundo caso^{5,14}.

A distribuição do deslizamento, já em pequenas deformações, é basicamente determinado pelo número e natureza das fontes de discordâncias e pela habilidade das mesmas conduzir seus planos de deslizamento por deslizamento cruzado (*cross-slip*). Hornebogen e Gahr¹⁵ fizeram um estudo sistemático onde separam a influência de fatores microestruturais que favorecem a distribuição homogênea ou heterogênea da deformação. Os mesmos estão resumidos a seguir.

Fatores que favorecem deformação heterogênea:

- baixa energia de defeito de empilhamento (EDE) da solução sólida;
- precipitados cisalhados por discordâncias;
- poucos sistemas de deslizamento;
- tamanho de grão grosseiro.

Fatores que favorecem deformação homogênea:

- alta EDE da solução sólida;
- interação entre discordâncias e precipitados formando anéis;
- ascensão de discordâncias (*climb*);
- sistemas de deslizamento múltiplos;
- tamanho de grãos finos.

É evidente que as razões que conduzem a um determinado efeito são diversos para cada fator. Por exemplo, baixa EDE favorece o deslizamento heterogêneo, porque é necessário um aumento de tensão para juntar as discordâncias dissociadas e ocorrer deslizamento cruzado. Já as partículas mostram um efeito similar no deslizamento, se as mesmas forem finas e coerentes. Mas a razão para este efeito está relacionada com o amolecimento por trabalho de deformação, produzido pela redução da secção transversal do precipitado, quando o mesmo é cisalhado pelas discordâncias. Assim, a deformação é localizada neste plano de deslizamento.

O efeito das partículas coerentes pode ser demonstrado

quantitativamente utilizando a equação para tensão de escoamento (τ_e) de um cristal contendo uma fração volumétrica de partículas (f), de diâmetro (d), as quais são cisalhadas por discordâncias¹⁵:

$$\tau_e = C f^{1/2} d^{1/2} \quad (1)$$

onde: C é uma constante que descreve a dureza específica da partícula.

Se n discordâncias de vetor de Burger b cisalham a partícula, a secção transversal da mesma, no plano onde está ocorrendo o deslizamento, é reduzida de nb . Se por simplificação, o plano de deslizamento corta a partícula na metade de seu diâmetro, a tensão para posterior cisalhamento será:

$$\tau_e = C f^{1/2} (d-nb)^{1/2}$$

$$\tau_e = C f^{1/2} d^{1/2} \left(1 - \frac{nb}{d}\right)^{1/2} \quad (2)$$

Desta forma, com a continuidade da deformação, ocorre amolecimento por trabalho e, portanto, a deformação tende a ser concentrada neste plano. A tendência de produzir deslizamento heterogêneo é mais acentuada quanto maior for o decréscimo da tensão de escoamento pela passagem de uma discordância. Deste modo o valor de $(d\tau/dn)$ pode ser um fator que caracteriza a tendência para se produzir deslizamento grosseiro. Derivando a equação (2)

$$\frac{d\tau_e}{dn} = \frac{b C f^{1/2}}{2d^{1/2} (1-nb/d)^{1/2}} \quad (3)$$

Esta equação mostra que a tendência ao deslizamento grosseiro é mais pronunciado quanto maior for a fração volumétrica de partículas, maior for a sua dureza específica e menor for o seu tamanho.

No capítulo III ficou bem estabelecido que quando as partículas atingem um tamanho crítico ($d > d_c$), o mecanismo de interação entre discordâncias e precipitados muda de cisalhamento de partículas para o mecanismo de formação de anéis de discordâncias em torno das mesmas (*looping* de Orowan). A geração de subseqüentes anéis, com o aumento da tensão aplicada, conduz a um endurecimento por trabalho no plano primário de deslizamento, dificultando o movimento das discordâncias. Isto favorece o deslizamento em outros planos ainda não endurecidos por trabalho de deformação e desta forma, a distribuição da deformação tende a ser homogênea. A figura IV.1 mostra esquematicamente a evolução da tensão de escoamento crítica local do material contendo partículas maiores e menores que o tamanho crítico d_c .

O principal efeito da distribuição heterogênea de deformação plástica, sobre as propriedades mecânicas, é que a tensão de fratura pode ser alcançada localmente, na região de concentração de deformação, mesmo se a deformação plástica macroscópica é ainda pequena.

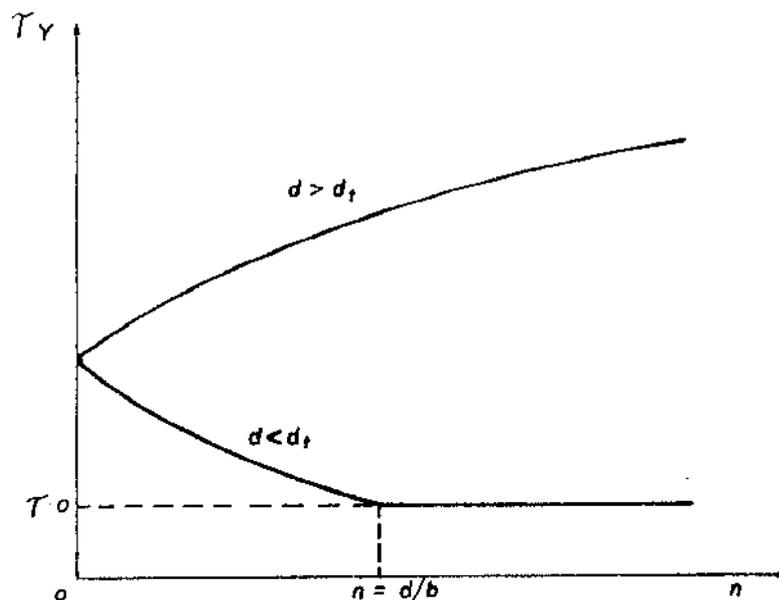


Figura IV.1 - Tensão de escoamento crítica local $\tau_e = \tau_0 + \Delta\tau$ em função do número de discordâncias (n) que tem passado pelo plano de deslizamento¹⁵.

3. FRATURA DÚTIL TRANSGRANULAR

Este estudo será desenvolvido abordando dois aspectos fundamentais do mecanismo de fratura dútil:

- Nucleação, crescimento e coalescimento de vazios em partículas de 2^a fase;
- Concentração da deformação em bandas de deslizamento.

A elaboração de modelos matemáticos tentando considerar esses dois aspectos têm encontrado dificuldades, já que os mesmos são autocatalíticos¹⁸, isto é; a presença de vazios concentra a deformação em bandas de deslizamento emanadas pelo próprio vazio, enquanto que as bandas de deslizamento pressionam as partículas causando vazios em torno das mesmas.

Nucleação de vazios

Ashby¹⁷ desenvolveu um modelo de deformação plástica que considera a nucleação de vazios, em partículas, associados à bandas de deslizamento. Ele considera que as tensões, geradas pela deformação elástica, devem ser aumentadas pelas tensões oriundas do escoamento plástico da matriz em torno das partículas. Seu modelo pode ser dividido em duas partes:

- Considerando que as partículas, contidas em bandas de deslizamento, possuem tensões de tração geradas nos polos das partículas, e;
- Criando um modelo de discordâncias que descreva como estas tensões podem ser aliviadas.

Seu modelo considera um corpo contendo um orifício esférico dentro de uma banda de deslizamento, Figura IV.2.

Por simplificação, considera-se que a distribuição de deformação de cisalhamento, na banda de deslizamento, seja uniforme. Esta simplificação, no entanto, não é uma idealização já que as discordâncias que formam a banda de deslizamento são distribuí

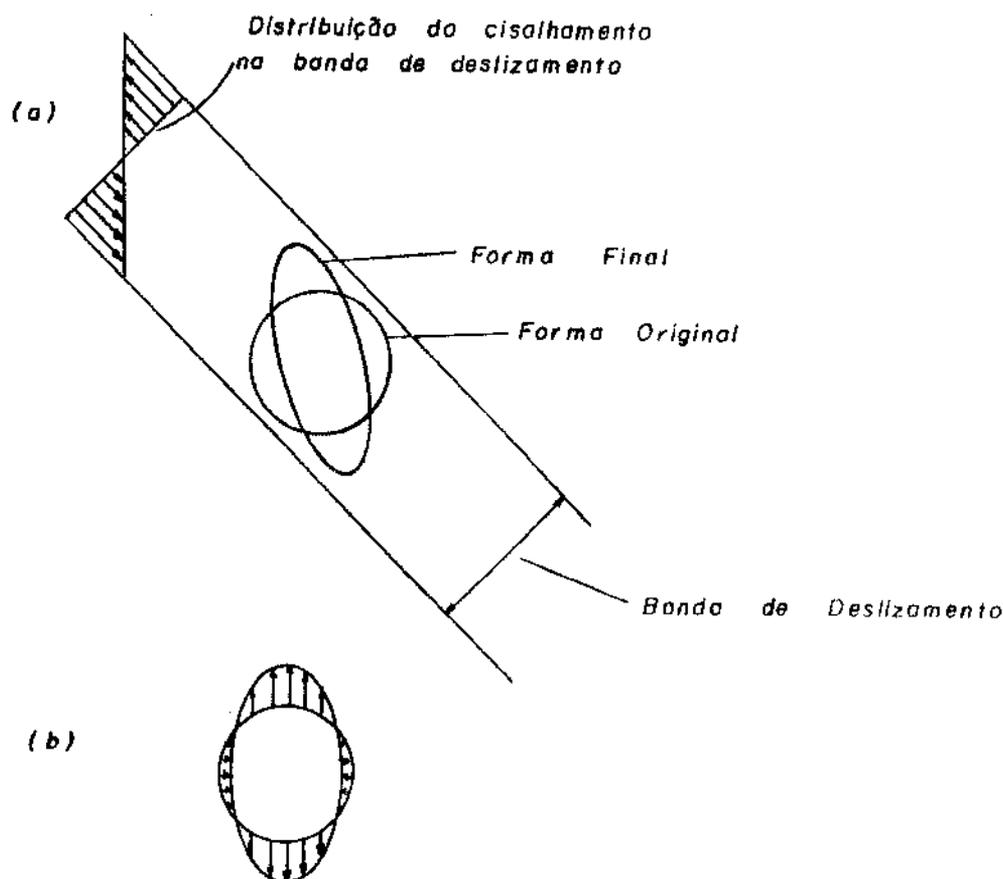


Figura IV.2 - Aumento da distribuição de tensões de tração em torno de uma partícula, devido ao escoamento plástico¹⁷. (a) deformação de um orifício circular dentro de uma banda de deslizamento, (b) distribuição de tensões em torno de uma partícula rígida depositada na banda de deslizamento.

das uniformemente em todo o plano de deslizamento²⁰. O orifício esférico da figura IV.2(a) tende a se alongar na forma de uma elipse, com o lado maior estendido paralelamente ao eixo de tração, e o menor contraído na direção perpendicular. Considerando agora que o orifício contenha uma partícula rígida, o metal tende a formar novamente a forma de uma elipse, mas seria impedido por restrição à deformação plástica imposta pela partícula. Como resultado, tem-se a distribuição de tensões geradas na interface partícula / matriz, como mostra a figura IV.2(b).

O modelo de alívio de tensões geradas na interface par-

tícula/matriz é acompanhado da formação e movimentação de discordâncias na forma de anel prismático. A figura IV.3 ilustra esquematicamente um anel prismático formado de lacunas, o qual equivale à remoção de um certo número de átomos vizinhos e, conseqüentemente, ocorre um colapso parcial dos planos mais próximos para preencher o vazio resultante.

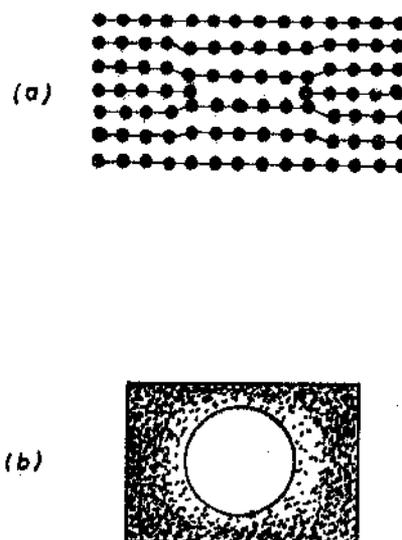


Figura IV.3 - Diagrama esquemático de um anel prismático de discordância. (a) vista lateral mostrando o arranjo de átomos no plano paralelo ao anel. (b) vista de topo; as regiões mais claras contêm menos átomos no plano do que as regiões mais escuras¹⁸.

No modelo de Ashby os anéis de lacunas são formados na interface partícula/matriz (figura IV.4(a)), em resposta às tensões residuais geradas nos polos das partículas (figura IV.2(b)).

Os anéis deslizam para fora da interface (figura IV.4(b)) e novos anéis são formados na mesma (figura IV.4(c)). Ashby¹⁹ mostra que esses anéis produzem uma tensão de tração na interface igual a:

$$\sigma_t = \alpha(\epsilon d/l) \quad (4)$$

onde: α - constante de proporcionalidade;

ϵ - deformação;

d - diâmetro da partícula;

l - distância entre partícula e o anel, figura IV.4(b).

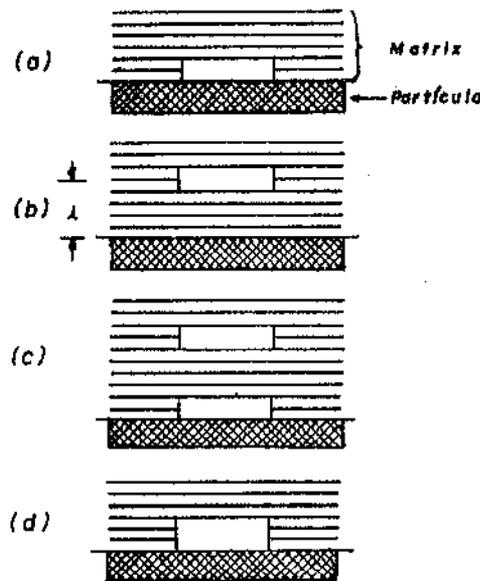


Figura IV.4 - Representação esquemática do processo de alívio de tensões e desenvolvimento do vazio pela formação de anéis prismático de discordâncias. (a) formação de um anel de lacuna na interface partícula/matriz, (b) deslizamento do anel para fora da interface, (c) formação de novo anel na interface e (d) formação de vazio pela coalescência de dois anéis¹⁹.

A interface trinca quando σ_t atinge um valor crítico σ_t^* , que é a tensão requerida para produzir a separação partícula/matriz. Então vazios formam-se em partículas maiores à mais baixas tensões do que em partículas menores e os mesmos localizam-se nos polos das partículas.

Este modelo fornece uma explicação razoável do processo de formação de vazios baseados em um modelo de discordâncias. O autor cita algumas evidências experimentais, baseadas em observações em Microscópio Eletrônico de Transmissão, nas quais constatou a formação de anéis prismáticos de discordâncias em torno de partículas, em ligas deformadas, antes de apresentarem vazios.

Crescimento e Coalescimento de Vazios

Com o aumento da tensão aplicada, os vazios nucleados em partículas crescem e coalescem direcionando o caminho de fratura. Um dos primeiros tratamentos teóricos sobre o crescimento de vazios foi realizado por Mc Clintock^{8,9}. Sua análise baseia-se na mecânica dos sólidos e considera o efeito de multiaxialidade de tensões. Ele inclui, portanto, fatores com estricção e geometria do entalhe. No entanto, sua análise baseia-se em estudos teóricos e experimentais relacionados ao crescimento de vazios em plasticina, contendo esferas de poliestileno, e assume que as equações para metais são simples transformações do que se observou experimentalmente para o material viscoso. Apesar de que Mc Clintock racionaliza seu modelo observando que os fenômenos constatados são os mesmos que para a fratura dútil em metais, ele argumenta que quantitativamente os fenômenos podem ser diferentes. Seu modelo considera também somente o caso em que os vazios existem à zero de deformação, por separação completa da interface partícula/matriz.

Rosenfield¹⁶, em uma extensa revisão sobre fratura dútil em metais e ligas, argumenta que a interface partícula/matriz permanece parcialmente inalterada, à deformações muito altas, e que as trincas podem ser originadas por quebra de partículas. Esses trabalhos mostram que a iniciação de vazios ocorre, no metal, durante o escoamento plástico e que o tamanho inicial dos mesmos pode ser consideravelmen

te menor que o tamanho das partículas. Rosenfield argumenta ainda que o modelo de Mc Clintock não pode descrever o mecanismo de fratura em metais, mas é muito superior a outros modelos quando o material já sofreu altas deformações; onde a interface partícula/matriz já sofreu decoesão e os efeitos da triaxialidade de tensões são predominantes.

Brown e Embury²¹ desenvolveram um tratamento semi-quantitativo baseado em observações de várias microestruturas. Eles assumem que após a nucleação de vazios (figura IV.5(a)) os mesmos crescem por extensão plástica. No entanto a matriz dútil, entre vazios vizinhos, não pode sofrer grande deformação plástica local devido à restrição plástica exercida pelo material vizinho. Devido a este efeito de concentração de tensões, o vazio esférico alonga-se, inicialmente, a uma taxa em torno de duas vezes a da matriz. Com este crescimento o vazio torna-se elipsoidal e continua a crescer mais lentamente, até que, quando muito alongado, passa a crescer com uma taxa igual à extensão da matriz.

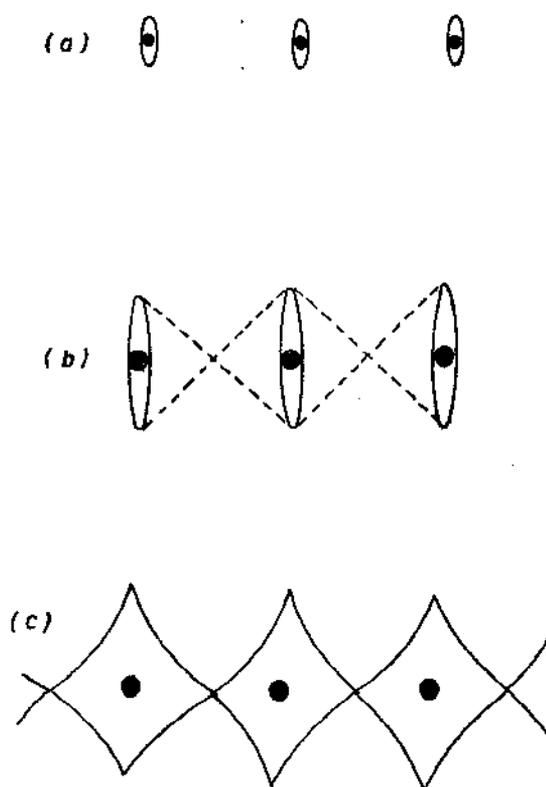


Figura IV.5 - Mecanismo de crescimento, (a) e (b), e coalescimen-
to de vazios (c) em partículas durante a fratura dú-
til, de acordo com o modelo de Brown e Embury²¹.

Quando o vazio possui uma extensão, de tal forma que o seu comprimento torna-se igual ao espaçamento entre vazios, figura IV.5(b), pode ser construído um campo de linha de deslizamento, como o indicado na figura IV.5, de maneira que a restrição plástica, prevenindo a deformação local da matriz, é removida. Este modelo prediz que assim que a configuração da figura IV.5(b) é formada, um posterior escoamento plástico é localizado em uma das linhas de deslizamento e a fratura dútil ocorre imediatamente, figura IV.5(c). A superfície de fratura final, correspondente à figura IV.5(c), consiste de um arranjo de "dimples", sendo que cada um deles contém uma partícula, como é observado experimentalmente.

O modelo de Brown e Embury, não é completo, pois não considera o efeito da estricção sobre a nucleação e crescimento de vazios. No entanto ele permite fazer uma estimativa da deformação em tração (e_t) requerida para nuclear vazios que crescem segundo a configuração instável mostrada na figura IV.5(b). Se o diâmetro da partícula é $2r$, então, $2r$ é também o tamanho do vazio quando ele é nucleado. Se o espaçamento entre as partículas é λ , então um comprimento de vazio λ_t é requerido para ser construído o campo de linha de deslizamento, ilustrado na figura IV.5(b). Se o vazio se alonga a uma taxa, na qual, em média, é mais rápida (de um fator $1 < C < 2$) do que a taxa de extensão da matriz sozinha, podemos escrever a deformação verdadeira (ϵ_t) para ocorrer coalescimento, como¹⁴:

$$\epsilon_t = 1/C \ln(1+e_t) \quad (5)$$

onde: $e_t = (\lambda_t - 2r)/2r \quad (6)$

$$\lambda_t = 2r(1+e_t) \quad (7)$$

Se o caminho da fratura é aproximadamente plano, λ é identificado como o espaçamento médio planar entre partículas, dado por:

$$\lambda = N_s^{-1/2} - 2r_s \quad (8)$$

onde: N_s - número de partículas por unidade de área em uma superfície polida.

$r_s = \sqrt{2/3} r$, raio da partícula corrigido para uma superfície polida

então:
$$\lambda = N_s^{-1/2} - 2\sqrt{2/3} r \quad (9)$$

Se a fração volumétrica de partículas é f , então:

$$N_s = f/(\pi r^2) \quad (10)$$

Substituindo a equação (10) em (9) e em (7) teremos:

$$2r(1+e_t) = r(\sqrt{(2\pi/3f)} - \sqrt{8/3}) \quad (11)$$

A equação (11) indica que o aumento da deformação torna-se igual a zero acima de um valor crítico para fração volumétrica $f=0.159$. Este valor corresponde à situação em que a linha de deslizamento pode ser desenhada, entre as partículas vizinhas, mesmo em ausência de vazios. Para $f>0,159$, a deformação de fratura é controlada inteiramente pela deformação para nucleação de vazios (e_n). Substituindo (11) em (5):

$$e_t = 1/C \ln \sqrt{(\pi/6f)} - \sqrt{2/3} \quad (12)$$

A deformação total para a fratura será:

$$e_f = e_n + e_t \quad (13)$$

então:

$$\epsilon_f = 1/C \ln(1+e_t+e_n)$$

substituindo em (12), teremos:

$$\epsilon_f = 1/C \ln(\sqrt{(\pi/6f)} - \sqrt{2/3} + e_n) \quad (14)$$

onde: $\epsilon_f = \ln(A_0/A_f)$, A_0 , área inicial e A_f área final da seção transversal do corpo de prova de tração.

No entanto, em ligas industriais onde a fratura é afetada por inclusões macroscópicas, a decoesão pode ocorrer em baixos níveis de deformação e os vazios formados podem servir para limitar o volume de material que necessita ser deformado para atingir ϵ_f . Este modelo não inclui também o efeito de zonas de concentração de cisalhamento. Por exemplo, em materiais sujeitos à distribuição não homogênea de deslizamento, pode ocorrer trincas dúteis na matriz ao longo de bandas de deslizamento. Este tipo de cisalhamento localizado pode provocar vazios, os quais coalescem à relativamente baixas deformações macroscópicas, gerando falhas por *void-sheeting*¹⁴. Este tipo de vazio acontece em ligas de Al-Cu, sob-envelhecidas, quando as mesmas contêm zonas GP e dispersão de partículas finas coerentes. Nessas condições a deformação ocorre por meio de bandas de deslizamento grosseiras e as trincas são nucleadas nessas bandas, produzindo a fratura característica de cisalhamento (*void-sheeting*).

4. FRATURA DÚTIL INTERGRANULAR

O fenômeno de fratura dútil em contornos de grãos (FDCG), tem sido sistematicamente estudado em ligas endurecidas por precipitação^{2,10,22}. Nesta revisão nos limitaremos somente ao caso da ruptura dútil intergranular, na qual, morfologicamente, a superfície de fratura é coberta por "dimples". Hornebogen²³ desenvolveu

um estudo minucioso onde caracteriza as diferenças entre os mecanismos de "fragilidade pseudo-intergranular", o qual origina-se em segregações de impurezas em contornos de grãos, do mecanismo de FDCG.

Geisler²⁴ foi o primeiro a sugerir que a FDCG, em ligas endurecidas por precipitação, origina-se pela localização da deformação em zonas livres de precipitados (ZLP), adjacentes aos contornos de grãos. Posteriormente, Thomas e Nutting²⁵ mostram claramente que, nessas ligas, os precipitados nucleados heterogêneamente em contornos de grãos produzem microvazios, os quais coalescem originando a fratura dútil por mecanismo de "dimples". Varley²⁶ sugere que o fenômeno de FDCG, em ligas de alumínio de alta resistência, depende de ambos, precipitação em contornos de grãos e zonas relativamente moles, livres de precipitados, associada a precipitados em contornos de grãos. Mais recentemente Doherty²² postula que a relação dual entre precipitados em contornos de grãos e microvazios e a localização da deformação planar em ZLP, ou em contornos de grãos, pode ser o fenômeno central da FDCG. Assim podemos distinguir três principais parâmetros que afetam a fratura intergranular: precipitados em contornos de grãos e ZLP; concentração da deformação em ZLP; deslizamento planar.

Efeito dos Precipitados em Contornos de Grãos e ZLP

A relação entre o tamanho dos precipitados em contornos de grãos e micro "dimples" tem sido bem estabelecida por diversos autores^{2,9,27}. Encontrou-se em diversas microestruturas de ligas de alumínio de alta resistência, que os espaçamentos entre micro "dimple" é bastante similar à dos precipitados em contornos de grãos. Por outro lado, Raghawan²⁸, observando em detalhe microestruturas de ligas de Al-Zn-Mg, mostrou que ZLP encontram-se sempre presentes nessas ligas e que a largura das mesmas é determinada nos estágios iniciais do tratamento térmico de envelhecimento, permanecendo constante (valor máximo de 0,6 μm) em recozimentos prolongados.

Kowabata e Izumi^{29,30} desenvolveram uma teoria que considera a deformação observada na fratura de ligas Al-Zn-Mg, envelhecidas em diferentes condições, contendo diferentes larguras de

ZLP, e o tamanho dos precipitados em contornos de grãos. Eles partem de uma relação empírica, desenvolvida por Gurland e Plateau³¹, para deformação na fratura (ϵ_f) associada ao crescimento e coalescimento de vazios em um sólido contendo uma fração uniforme (em volume) de inclusões (f), onde:

$$\epsilon_f = F \left(\frac{1-f}{f} \right) \quad (15)$$

onde: F - constante

O autor assume que a deformação de fratura na ZLP corresponde à deformação de fratura macroscópica, calculada pela equação (15) e que a fração volumétrica de precipitados em contornos de grãos (f_{cg}), contendo ZLP, é dada por:

$$f_{(cg)} = F' d^3 N_s / w \quad (16)$$

onde $F'd^3$ - volume de um precipitado, sendo d o diâmetro e F' um fator de forma;

N_s - número de precipitados em contornos de grãos por unidade de área;

w - largura da ZLP

Substituindo (16) em (15), teremos:

$$\epsilon_f = F'' (w/d^3 N_s) - 1$$

onde: F'' - constante

Como $(w/d^3 N_s) \gg 1$ a equação pode ser simplificada para:

$$\epsilon_f = F'' (w/d^3 N_s) \quad (17)$$

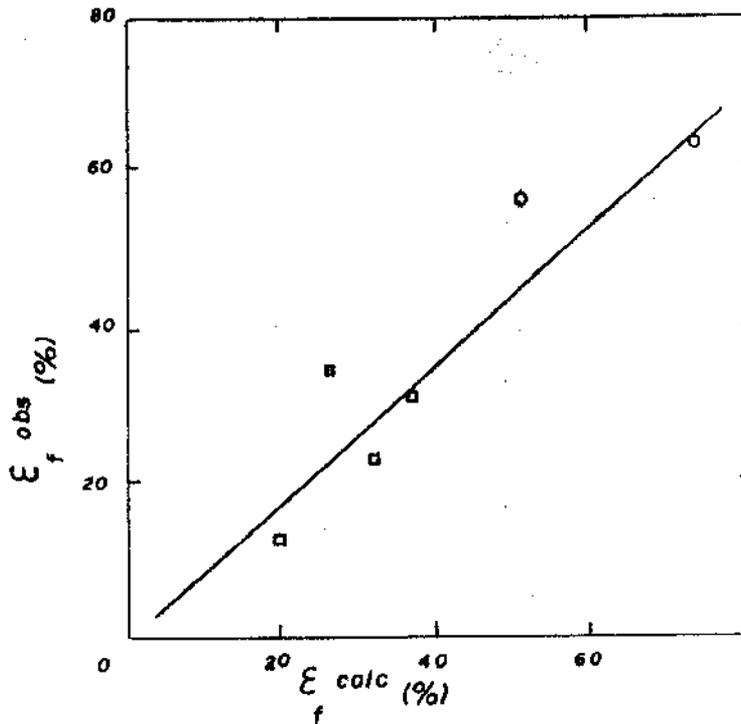


Figura IV.6 - Relação entre a deformação de fratura calculada (ϵ_f^{cal}) e observada (ϵ_f^{obs}), assumindo $F''=0,134^{29}$.

Apesar de que os autores não consideram a deformação para nucleação de vazios, eles obtiveram uma correlação razoável com dados experimentais, onde determinaram a deformação de fratura ($\epsilon_f = \ln(A_0/A_f)$), para uma série de ligas tratadas termicamente (figura IV.6).

Efeito da Concentração da Deformação em ZLP

Diversos autores^{22,32,33} têm sugerido que a concentração da deformação aumenta com a diferença entre a tensão de escoamento da matriz, endurecida por precipitação, e a tensão de escoamento da zona livre de precipitados. Hornbogen³⁴ mostra quantitativamente que a deformação de cisalhamento em ZLP, adjacentes a contornos de grãos, alcança até 10 vezes a maior deformação obtida no alongamento em tração.

Por outro lado, Lutjering³⁵, estudando o comportamento mecânico de ligas comerciais 7475, as quais possuem a forma usual de grãos alongados na direção de laminação, observou alta ductilidade em tração na direção longitudinal (esta direção oferece pouca oportunidade ao cisalhamento em ZLP, devido à forma alongada dos grãos). A deformação mínima na fratura foi 0,4, e este valor não variou significativamente com o tempo de envelhecimento. No entanto, quando o material foi testado à 45° em relação ao plano de laminação (esta orientação oferece a máxima oportunidade ao cisalhamento em ZLP), a deformação de fratura caiu para 0,08. Quando o teste foi realizado à 90°, em relação ao plano de laminação, direção S-T (a qual não oferece oportunidade para o cisalhamento em ZLP), a deformação de fratura aumentou para 0,17. O valor mais baixo de ductilidade na direção S-T, em comparação à direção longitudinal, foi explicada pelo efeito de dispersão e constituintes em contornos de grãos.

Vários estudos têm investigado a influência da largura da ZLP na deformação de fratura. Um dos mais importantes foi desenvolvido por Ryum³⁶, utilizando uma liga de alumínio (Al-Zn-Mg). Neste trabalho o autor mostra que a ductilidade, medida em tração, aumenta com o aumento da largura da ZLP. Ele argumenta que a concentração de tensões, na intersecção de bandas de deslizamento planar com o contorno de grãos, pode ser relaxada por deslizamento em ZLP e, por este mecanismo, maior largura da ZLP pode ser benéfica. Vasudévan e Doherty²², em uma revisão recente sobre FDCG, concluem que deve ocorrer deformação localizada em ZLP e esta concentração provocaria o crescimento de vazios nas partículas. No entanto, desde que os vazios parecem ser formados por concentração de tensões, o fenômeno de FDCG pode também ocorrer em ausência de ZLP. Pode-se prever que em ligas contendo precipitados em contornos de grãos, mesmo apresentando FDCG, seriam mais dúteis do que ligas apresentando uma ZLP de tamanho finito.

Efeito do Deslizamento Planar

Mott³⁷ foi o primeiro a sugerir que a concentração de tensões em torno de um empilhamento de discordâncias (*pile-up*), no

final de uma linha de deslizamento, pode ser suficiente para provocar nucleação de trincas. Stroh³⁸, através de formulação matemática, determinou que o fator de concentração de tensões de um empilhamento aumenta com a raiz quadrada do comprimento do mesmo, sendo que o número de discordâncias associadas ao mesmo pode chegar em torno de 100 a 1000. A tensão de tração no empilhamento é dado por³⁸:

$$\sigma = 2\sigma_0(L/2a)^{1/2} \quad (18)$$

onde: σ_0 - tensão aplicada;
 L - comprimento do empilhamento;
 2a - comprimento da trinca.

Esta expressão foi utilizada por Ryum^{36,39} para explicar a fratura em contornos de grãos em ligas de Al-Zn-Mg. Ele mostra que o deslizamento é concentrado em bandas de deslizamento finas e sugere que isto conduz à fratura em contorno de grão observada em suas experiências. Ryum³⁹ variou o tratamento térmico dessas ligas e mostrou que, para limite de escoamento constante, ocorre um leve aumento de ductilidade em tração, com o aumento da largura da ZLP. O autor argumenta que isto foi resultado da maior relaxação de tensões no fim da banda de deslizamento planar no material com mais larga ZLP.

A localização da deformação planar em ligas sobenvelhidas, quando discordâncias cisalham precipitados¹⁵, deve ser potencialmente capaz de concentrar as tensões, no fim da banda de deslizamento da matriz, a fim de abrir trincas nos contornos de grãos³⁶. No entanto, tem sido estabelecido^{35,40} que a concentração de tensões pode ser aliviada, por cisalhamento em grãos adjacentes, sem fraturar os contornos de grãos. De maneira que, para que a fratura em contornos de grãos seja resultado da localização de deformação em bandas de deslizamento, os contornos de grãos devem ter se tornado menos resistentes por algum caminho. Doherty²² propõe que a causa mais provável, para este enfraquecimento, seria a formação de grande fração em áreas de precipitados em contornos de grãos.

Se por outro lado a liga está na condição superenvelhecida, o mecanismo de cisalhamento de partículas não mais opera. Lutejering e Gysler³⁵ propõem que nessas condições, onde as discordâncias preferencialmente contornam os precipitados, a fratura em contornos de grãos é determinada pela localização da deformação em ZLP apresentando o aspecto característico de fratura por mecanismo de "dimples".

5. TENACIDADE À FRATURA EM LIGAS CONTENDO PARTÍCULAS DE 2ª FASE

Temos até agora considerado os mecanismos de fratura em corpos de prova submetidos à tração monotônica. No entanto, o comportamento em serviço de estruturas de engenharia depende também das condições nas quais uma trinca "pré-existente", ou nucleada no material sob efeito de tensões localizadas, se propaga através do mesmo.

Como a resistência do material à propagação de trincas é medida através da propriedade de tenacidade à fratura, consideraremos agora as possíveis relações entre os parâmetros macroscópicos, medidos por meio de ensaios mecânicos, e os micromecanismos locais de fratura. Inicialmente definiremos sucintamente os parâmetros que descrevem a propriedade de tenacidade à fratura, para posteriormente discutir as interrelações desta propriedade com os parâmetros microestruturais do material.

5.1. Parâmetros Macroscópicos da Tenacidade à Fratura

A mecânica do contínuo aplicada nos fornece os parâmetros que caracterizam os processos de fratura, os quais são obtidos através de medidas em laboratório, por meio de ensaios mecânicos, e podem evidentemente predizer a falha do material em aplicações estruturais.

A análise teórica da mecânica de fratura inicia-se com a abordagem linear elástica (MFLE - Mecânica de Fratura Linear

Elástica) desenvolvida por Griffith⁴. Ele considera um corpo infinito, contendo uma trinca central com comprimento (2a). Sua equação estabelece um critério no qual a fratura elástica ocorre a um valor crítico da taxa de liberação de energia por unidade de espessura (G_c), dado por:

$$G_c = 2\gamma \quad (19)$$

onde: γ - trabalho para a fratura, o qual corresponde à energia de superfície por unidade de área.

Uma forma alternativa, utilizando a relação entre o fator de intensidade de tensão (K) e a taxa de liberação de energia (G) pode ser estabelecida, por exemplo, para a condição de carregamento em tração através das faces da trinca (Modo I), onde:

$$G = \alpha K^2 / E \quad (20)$$

onde: $\alpha=1$ - para condição de tensão plana e $\alpha=(1-\nu^2)$ - para condição de deformação plana;
 E - módulo de elasticidade;
 ν - coeficiente de Poisson.

O valor crítico do fator de intensidade de tensão, corresponde a (G_c) é dado por:

$$K_c = \sigma_f (\pi a)^{1/2} \quad (21)$$

onde: σ_f - tensão de fratura do corpo de prova.

Substituindo a equação (21) na (20), teremos:

$$\sigma_f = (EG_c / \pi a)^{1/2} \quad (22)$$

No entanto, muitos metais falham somente após que um certo escoamento plástico tenha ocorrido na ponta da trinca. Considerando que a região não elástica tenha dimensões pequenas, quando comparadas com as dimensões do corpo de prova, é possível calcular a taxa de energia potencial liberada, acrescentando, à teoria elástica, um termo de trabalho plástico (γ_p). De modo que:

$$G_c = 2\gamma_e + \gamma_p$$

Assumindo que o material falhe após que a tensão supere o limite de escoamento (σ_e), uma zona plástica deve formar-se em frente e em torno da ponta da trinca, de maneira que o raio da zona plástica (r_p) pode ser estimado pelas equações⁶:

$$r_p = (1/2\pi)(K/\sigma_e)^2, \text{ em tensão plana} \quad (22)$$

$$r_p = (1/6\pi)(K/\sigma_e)^2, \text{ em deformação plana} \quad (23)$$

Essas equações descrevem duas situações extremas: a condição de tensão plana (existindo em espessuras "finas") onde $\sigma_z=0$, de modo que τ_x e τ_y são nulos (esta condição de tensão é conhecida como biaxial, sendo os planos de máxima tensão de cisalhamento representados na figura IV.7(a)); a segunda condição extrema, deformação plana, está presente em corpos de prova de espessuras "grossas", onde $\epsilon_z=0$, e $\sigma_z=\nu(\sigma_x+\sigma_y)$. Os planos de máxima tensão de cisalhamento são orientados agora como na figura IV.7(b). Este último estado de tensão é triaxial.

Um critério alternativo de fratura, em materiais dúteis pode ser definido supondo que ocorre uma abertura discreta na ponta da trinca, devido ao escoamento plástico. Esta abertura é conhecida como o deslocamento de abertura da ponta da trinca (CTOD). Este critério estabelece que a fratura ocorre quando o CTOD atinge um valor crítico (δ_c). Se G_c é calculado a partir do incremento de trabalho, por unidade de espessura, para a trinca avançar (δ_a) o qual é realizado pela força, por unidade de espessura, $\sigma_e \delta_a$

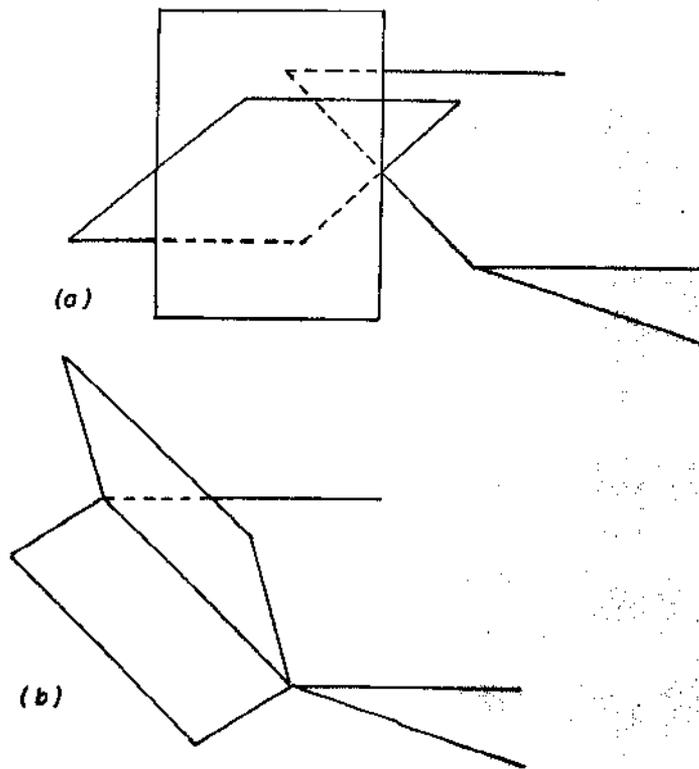


Figura IV.7 - Representação esquemática dos planos de máxima tensão de cisalhamento. (a) estado de tensão plana, (b) estado de deformação plana.

movendo através de deslocamentos δ_c , obtêm-se⁴:

$$G_c = \sigma_e \delta_c \quad (24)$$

Substituindo na equação (20), teremos:

$$\delta_c = \alpha K_c^2 / \sigma_e E \quad (25)$$

Como a determinação desses parâmetros foi extensivamente discutido por Ferreira⁴¹, nesta revisão nos limitaremos a discutir os principais modelos que relacionam os micromecanismos de

fratura com os parâmetros de tenacidade à fratura. Em particular, estudaremos os materiais que apresentam escoamento, em pequena escala, na ponta da trinca, de modo que o tamanho crítico da zona plástica formada seja o necessário para produzir suficiente tensão de tração, na frente da ponta da trinca, a fim de garantir que a trinca se propague "fragilmente" (sob o ponto de vista macroscópico) no centro da amostra.

5.2. Relação entre Tenacidade à Fratura e Parâmetros Microestruturais

Sendo que os processos que controlam o modo de fratura (transgranular e intergranular) são governados por parâmetros microestruturais distintos, este estudo será convenientemente separado segundo o modo de fratura microscópico.

Fratura Transgranular

Rice e Levy⁴² mostraram que dentro da zona plástica são desenvolvidas regiões, adjacentes à trinca, nas quais a deformação é altamente concentrada, onde ocorrem os processos de crescimento de vazios e ruptura dos ligamentos. Os autores demonstram que, enquanto no volume da zona plástica se desenvolvem deformações da ordem de $\epsilon_p = 0,1$, nas regiões altamente deformadas a deformação é da ordem de $\epsilon_p \approx 1$. Eles mostram que essas regiões se estendem à distâncias comparáveis ao deslocamento da ponta da trinca (δ). Seus cálculos levam a seguinte aproximação:

$$\delta = 0,5 K^2 / E\sigma_e \quad (26)$$

Tomando como base esta relação, Hans e Rosenfield¹ estabeleceram um critério de fratura dútil, partindo da constatação que os vazios podem ser nucleados em partículas grosseiras (inclusões) em níveis de deformações muito baixas^{1,4}. O modelo baseia-se no conceito de que o ponto crítico, no processo de extensão da

trinca, ocorre quando o tamanho da região altamente deformada é comparável à distância entre os ligamentos separando as partículas que nuclearam vazios (por quebra ou decoesão das mesmas). Então se λ_c é o espaçamento que separa as partículas trincadas, o critério pode ser escrito como:

$$\delta_c = \lambda_c \quad (27)$$

Se o espaço volumétrico entre partículas λ_c é expresso em termos de sua fração volumétrica (f) e de seu diâmetro (d), teremos:

$$\lambda_c = d(\pi_f/6)^{1/3} \quad (28)$$

Substituindo (28) em (27) e (26), teremos:

$$K_{Ic} = 2\sigma_e E(\pi/6)^{1/3} d^{1/2} f^{-1/6} \quad (29)$$

A partir de dados experimentais de diferentes autores, Hans e Rosenfield¹ obtêm uma boa correlação linear entre K_{Ic} e $f^{-1/6}$ para diferentes ligas comerciais de aço e alumínio. Thompson³ também mostra um aumento substancial na tenacidade à fratura reduzindo o conteúdo de Fe e Si em ligas de alumínio 7075. No entanto, a equação (29) mostra duas aparentes incoerências. A primeira é que a mesma prediz um aumento de tenacidade com o aumento da tensão limite de escoamento, para uma fração volumétrica de partículas constante. No caso de ligas de alumínio, que apresentam fratura transgranular, a tenacidade à fratura decresce quando o limite de escoamento é aumentado por envelhecimento^{2,41}. A segunda é que a tenacidade não aumenta com o aumento do tamanho de partículas. Pelo contrário, um efeito oposto foi encontrado por Cox e Low⁴³ comparando aços de mesmo limite de escoamento contendo idêntico espaçamento de inclusões, com diferença somente no tamanho.

Hans e Rosenfield¹ justificam essas aparentes incoerências pelo fato de que a propagação da trinca, por nucleação e crescimento de vazios, pode ser facilitada por um outro processo. Isto é, pode ocorrer ruptura prematura entre os vazios, em ligas de alta resistência, associada a instabilidade plástica local em linhas de deslizamento, como proposto por Mc Clintock²³: a instabilidade plástica em regiões altamente deformadas, adjacentes à ponta da trinca, tende a confinar o cisalhamento em bandas de deslizamento finas, intensificando localmente a deformação, acelerando consequentemente o processo de coalescimento de vazios.

Efeito de Encruamento e da Distribuição do Deslizamento

Com o aumento da deformação plástica local na ponta da trinca, alguns materiais podem perder a sua capacidade para continuar encruando e iniciar escoamento localizado, produzindo eventualmente fratura por cisalhamento localizado em bandas de deslizamento⁴⁴. Knott⁴⁵ observou que a orientação dessas bandas, as quais fraturam por cisalhamento, depende da triaxialidade de tensões na ponta da trinca no instante que o escoamento plástico torna-se localizado.

Em materiais que apresentam baixa capacidade de encruamento, a fratura por cisalhamento pode se propagar com um arredondamento da ponta da trinca muito pequeno⁴⁵. O campo de linha de deslizamento na frente da ponta da trinca está indicado na figura IV.8(a). Se forem nucleados vazios em torno das partículas, em deformações muito baixas, as bandas de cisalhamento localizam-se na direção mais próxima dos vazios formados na frente da ponta da trinca, figura IV.8(b). Com isto é possível que a decoesão ocorra por cisalhamento, ao longo dessas bandas, antes que a ponta da trinca tenha se arredondado apreciavelmente. A fratura final seria por "zig-zag" de inclusão em inclusão, figura IV.8(c). Segundo Martin¹⁴ este tipo de fratura tem sido observada em aços estruturais.

Se por outro lado, o material não esgota sua capacidade de encruamento e o escoamento não se localiza até que a ponta da trinca se tenha arredondado o suficiente, o campo de linha de deslizamento seria como o indicado na figura IV.8(d), o qual apresen

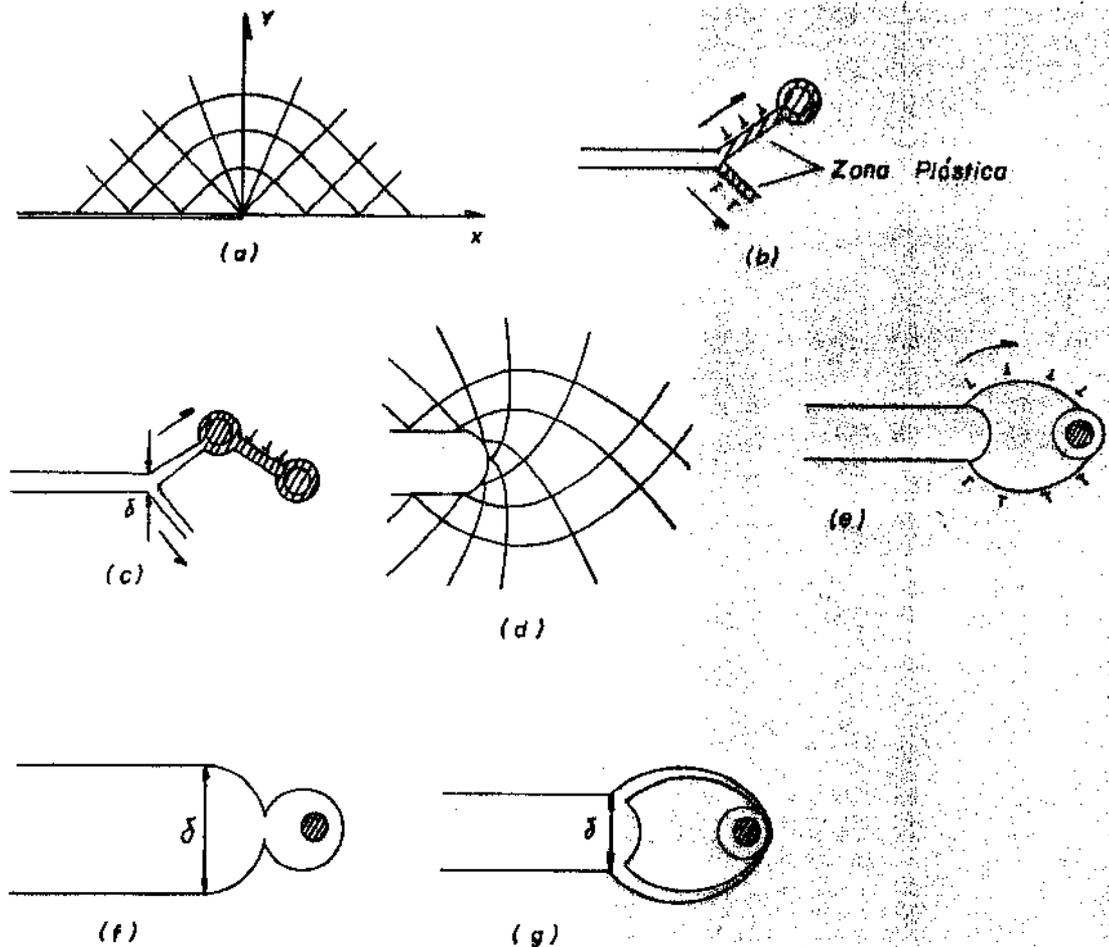


Figura IV.8 - Representação esquemática dos mecanismos de fratura, mostrando em (a) o campo de linha de deslizamento local, no plano de deformação, em torno da ponta da trinca, (b) bandas de cisalhamento em direção ao vazio em material não endurecível, (c) decoação em bandas de cisalhamento, (d) modificação do campo de linhas de deslizamento devido ao arredondamento da ponta da trinca, (e) envolvimento do vazio pela linha de deslizamento espiral-logarítmica, (f) coalescência de vazios por estricção interna, em material endurecível por trabalho, (g) desenvolvimento de (e) com fratura por cisalhamento em linhas de deslizamento⁴⁵.

ta-se na forma de uma espiral-logarítmica. Uma vez que o vazio formado em uma inclusão, na frente da ponta da trinca, é envolvido pela linha de deslizamento, figura IV.8(e), procede-se o processo normal de coalescência de vazios por estricção interna, se o es-

coamento não é localizado por perda de capacidade de encruamento da matriz, figura IV.8(f). Se o escoamento torna-se localizado, ocorre a fratura por cisalhamento em direção ao caminho das linhas de deslizamento em espiral, figura IV.8(g).

Baseando-se nos conceitos de capacidade de encruamento e localização do escoamento, Hans e Rosenfield¹ propõem um modelo para relacionar tenacidade à fratura com propriedades de tração monotônica e parâmetros microestruturais. O material possuindo alto coeficiente de encruamento (n), teria, efetivamente, uma baixa capacidade de concentrar deformação na ponta da trinca, para um dado nível de tensão. O encruamento causa, essencialmente, uma dilatação lateral da zona de plasticidade, dentro de uma região mais difusa, dispersando portanto os deslocamentos da ponta da trinca. Assumindo que a fratura dútil ocorre quando a deformação atinge um valor crítico, o material com mais alta capacidade de encruamento pode suportar um nível de tensão mais alto antes que a fratura ocorra, isto é, o material possui mais alta tenacidade.

Hans e Rosenfield¹ relacionam o deslocamento crítico de abertura da ponta da trinca (δ_c^*), em termos da deformação crítica para a fratura (ϵ_c^*) e do raio da zona plástica (r_p^*), da seguinte forma:

$$\delta_c^* = 2\epsilon_c^* r_p^* \quad (30)$$

Os autores observaram experimentalmente que a largura da zona plástica é proporcional a n^2 . A partir disto, propuseram a relação:

$$K_{IC} \propto n (\sigma_e \epsilon_c^*)^{1/2} \quad (31)$$

O termo ϵ_c^* é dependente da fração volumétrica de partículas que nucleiam vazios.

Garret e Knott⁴⁶ encontraram boa correlação, utilizando a equação (31), com valores medidos de K_{IC} para diferentes ligas comerciais de alumínio, figura IV.9.

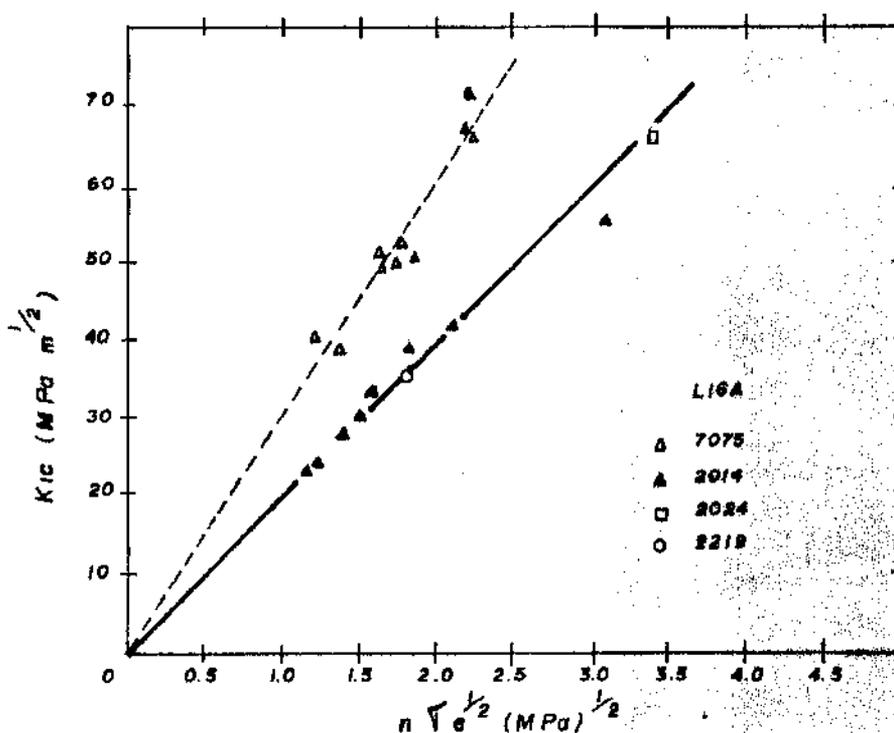


Figura IV.9 - Relação entre tenacidade a fratura (K_{Ic}) e parâmetros de tração $n\sigma_e^{1/2}$, comparando os valores calculados pela equação (31) com valores observados⁴⁶.

Fratura Intergranular

Anteriormente foi discutido, no item 4, o fenômeno de fratura dútil em contornos de grãos (FDCG) sob o ponto de vista de propriedades em tração e parâmetros microestruturais. Constatou-se que os parâmetros que controlam o fenômeno estão relacionados com a precipitação em contornos de grãos, com o efeito da concentração de deformação em zonas livres de precipitados (adjacentes aos contornos de grãos (ZLP)) e com o tipo de deslizamento operante.

O efeito da largura da ZLP, sobre a tenacidade à fratura, foi estudada por Unwin e Smith²⁷ através de um cuidadoso controle de tratamentos térmicos aplicados às ligas de Al-Zn-Mg. Eles demonstraram que para materiais com mesmo limite de escoamento, os

valores de tenacidade à fratura (K_{IC}) e fração de fratura intergranular permaneceram constantes variando a largura da ZLP de 0,1 a 0,6 μm . No entanto, quando aumentaram a fração em área de precipitados em contornos de grãos o valor de K_{IC} caiu e a quantidade de fratura intergranular aumentou. Neste estudo, os autores foram capazes de manter constante a fração em área de precipitados em contornos de grãos (f_{cg}) a fim de verificar a influência da largura da ZLP, mas o efeito da f_{cg} sobre a fratura intergranular, não foi conclusivo pois não conseguiram manter constante a largura da ZLP. Os autores argumentam que devido a independência da tenacidade em relação à largura da ZLP, como demonstrado com a primeira experiência, o efeito complicativo da mudança da largura da ZLP, afetado pela influência da mudança em f_{cg} é desprezível.

Kirman², estudando mecanismo de fratura em liga de alumínio comercial 7075, mostrou que a tenacidade a fratura é menor para material superenvelhecido quando comparado com o material sob envelhecido, quando ambos possuem o mesmo limite de escoamento. A queda de tenacidade à fratura é correlacionada com o aumento da proporção de fratura intergranular para o material superenvelhecido. O parâmetro microestrutural que o autor consistentemente correlaciona com a queda da tenacidade foi o tamanho do precipitado.

Embury e Nes⁴⁷ desenvolveram um modelo para predizer os valores de tenacidade à fratura em materiais contendo alta fração em área de precipitados incoerentes em contornos de grãos. Eles sugerem que quando a deformação de cisalhamento no contorno de grão (γ_{cg}) atinge um valor crítico, os vazios em torno das partículas coalescem e ocorre a fratura. Este valor crítico é dado por:

$$\gamma_{cg} = |(1/f_{cg})^{1/2} - 1| / 2 \quad (32)$$

Como a energia absorvida na fratura ($G_c = K_C^2/E$) é igual a $\sigma^* \gamma_{cg}$:

$$G_c = \sigma^* \gamma_{cg} = \sigma^* |(1/f_{cg})^{1/2} - 1| / 2 \quad (33)$$

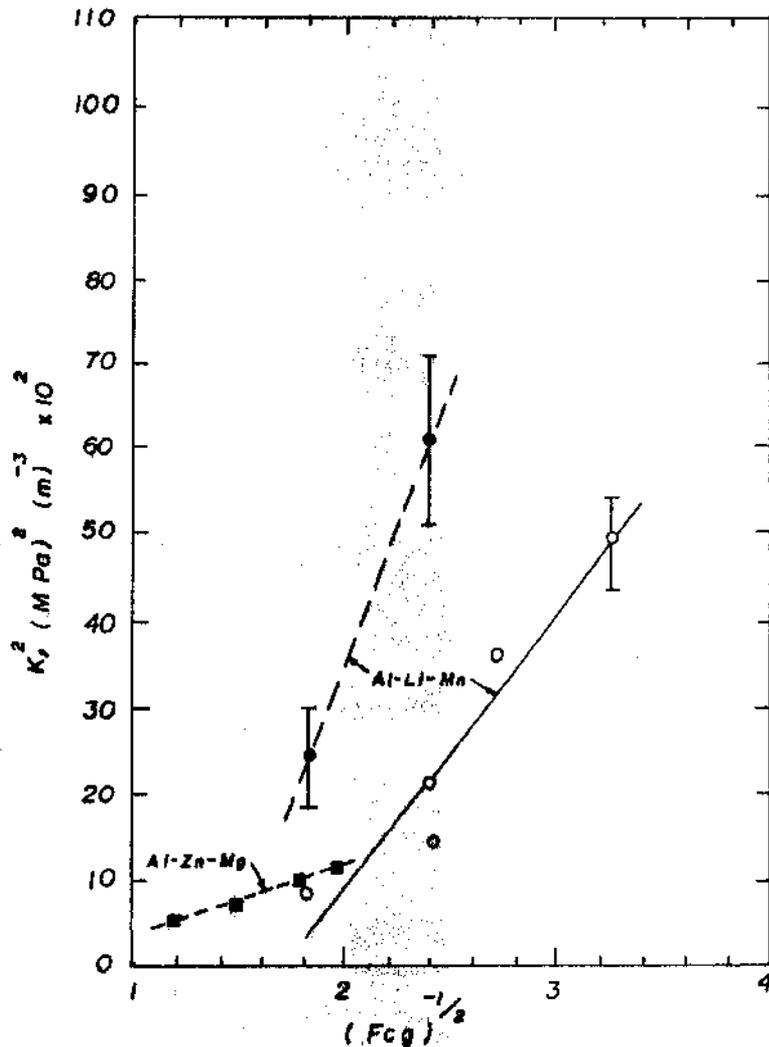


Figura IV.10 - Variação de (K_{Ic}^2) com (f_{cg}) , para ligas de alumínio apresentando diferentes limites de escoamento²².

onde: σ^* - tensão de resistência máxima.

Doherty²² demonstra a validade deste modelo, mostrando que os valores de (K_{Ic}) variam linearmente com $(1/f_{cg})^{1/2}$ para diferentes ligas de alumínio, figura IV.10.

Como já discutido anteriormente, a deformação plástica pode ser altamente localizada em ZLP as quais tornam-se núcleos preferenciais para iniciação e propagação de trincas. Hornbogen¹⁵ modificou o modelo de Hans e Rosenfield, dado pela equação (31), para descrever a tenacidade à fratura de materiais que desenvolvem trincas em ZLP, definindo a deformação crítica para uma falha intergranular (ϵ_{Ci}^*). A figura IV.11 ilustra, esquematicamente, como a deformação plástica localizada nas vizinhanças do contorno de grão pode ser definida. Para um material com tamanho de grão

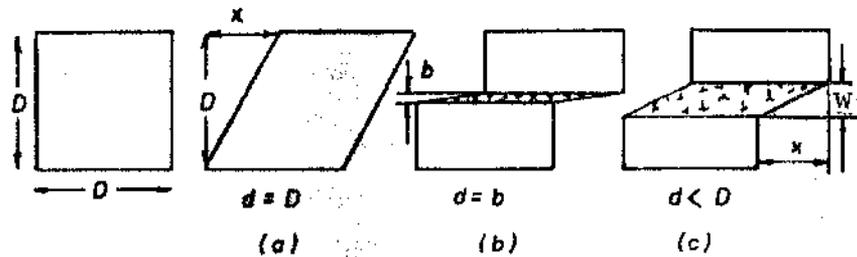


Figura IV.11 - Representação esquemática da localização da deformação plástica associada a contornos de grãos¹⁵.

D , submetido a um deslocamento X , a deformação de cisalhamento homogênea é X/D (figura IV.11(a)). Se a deformação é acomodada por deslizamento de contornos de grãos, a deformação de cisalhamento local será X/b , onde b é a largura do contorno de grão (figura IV.11(b)). Se existe uma ZLP de largura w , então a deformação de cisalhamento local, devido ao deslizamento, pode ser escrita como X/w (figura IV.11(c)). Desta forma pode-se escrever que a deformação macroscópica depende dos parâmetros w e D , de acordo com a equação:

$$\epsilon_c^* = \epsilon_{ci}^* w/D \quad (34)$$

Substituindo a equação (34) na equação de Hans e Rosenfield (31), teremos:

$$K_{IC} \propto n_i (\sigma_{ei} \epsilon_{ci}^* w/D)^{1/2} \quad (35)$$

$$\therefore K_{IC} = k D^{-1/2} \quad (36)$$

onde: n_i - coeficiente de encruamento na ZLP

k - constante

A equação (36) mostra que pode-se esperar uma dependência da tenacidade em relação a $D^{-1/2}$ se a deformação ocorre na ZLP de espessura constante. Hornbogen¹⁵ mostra que seu modelo é consistente com dados experimentais obtidos para ligas de alumínio 7075, as quais apresentaram ZLP e fratura intergranular, figura IV.12.

Apesar das evidências apresentadas por Hornbogen, Unwin e Smith²⁷ não mostram um aumento de K_{IC} com o aumento da largura da ZLP, como prediz a equação (35) e Lutjering e Gysler³⁵ mostram que a ductilidade de suas ligas, com alta pureza, aumentam com (D^{-1}) e não com $(D^{-1/2})$.

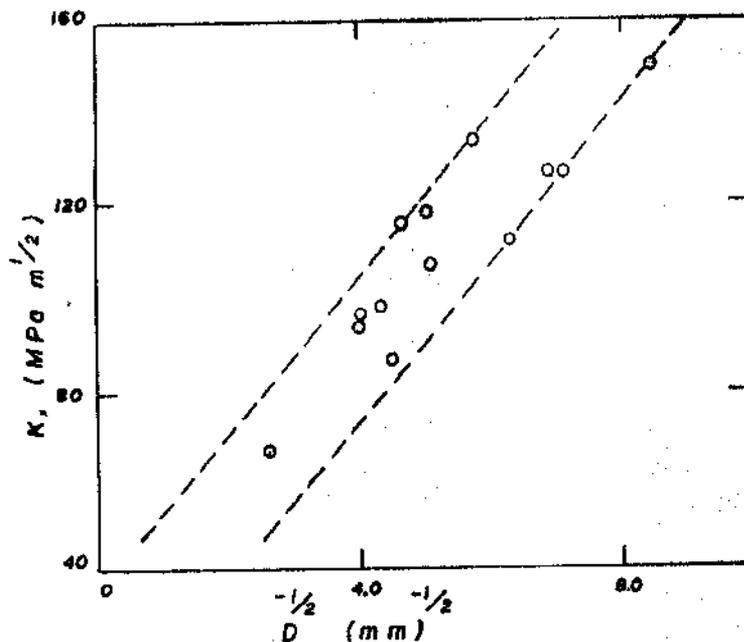


Figura IV.12 - Dependência entre tamanho de grão e tenacidade à fratura (K_c) para a liga de alumínio endurecida por precipitação, 7075¹⁵.

É razoavelmente bem aceito que ocorre localização de de formação em ZLP, mas ainda não é claramente demonstrado o grau de influência que a ZLP exerce no processo de fratura. Por um lado Hornbogen³² e Embury⁴⁷ mostram, através de suas análises, baseados em equações, que a deformação localizada em ZLP seria danoso, pois induziria mais crescimento de vazios em contornos de grãos do que teria ocorrido em amostras sem localização de deformação em ZLP. Por outro lado Unwin e Smith²⁷, mostram que a largura da ZLP não afeta K_{Ic} .

Doherty²² em um estudo recente (1987) sobre o fenômeno de FDCG aponta que não existe evidências experimentais que comprovem o efeito da concentração de deformação em ZLP como causador de "fragilidade" em contornos de grãos.

BIBLIOGRAFIA

1. HANS, G.T. e ROSENFELD, A.R. Metall. Trans. 6A (1975), 653.
2. KIRMAN, I. Metall. Trans. 2A (1971), 1961.
3. THOMPSON, D.S. Metall. Trans. 6A (1975), 671.
4. BROEK, D. *Elementary Engineering Fracture Mechanics*. Martinus Mighoff Publishers. Netherlands. Cap. 2, (1984), 24.
5. HORNBORGEN, E. *Microstructure and Mechanisms of Fracture*. Proceedings, of 6th International Conference on the Strength of Metals and Alloys. Melbourne. Australia. 8 (1982), 16.
6. WILSDORF, H.G.F. Mater. Sci. Eng. 59 (1983), 1.
7. BATES, R.C. *Mechanics and Mechanisms of Fracture*. Metallurgical Treatise. Ed. J.K. Trien e J.F. Elliot, AIME (1981), 551.
8. Mc CLINTOCK, F.A. J. Appl. Mech. 6 (1986), 363.
9. Mc CLINTOCK, F.A. Inst. J. Fract. Mech. 6 (1966), 614.
10. BROEK, D. Eng. Frac. Mech. 5 (1973), 55.
11. GOODS, S.H. e BROWN, L.M. Acta Met. 27 (1979), 1.
12. EMBURY, J.D. *Ductile Fracture*. Proceedings of 6th International Conference on the Strength of Metals and Alloys. Melbourne. Austrália, 8 (1982), 1089.
13. DI RUSSO, E. Metall. Sci. and Tech. 4 (1986), 37.
14. MARTIN, J.W. *Micromechanisms in Particles Hardened Alloys*. Micromechanisms of Fracture in Two-Phase Materials. Oxford. Cap. 3, (1979), 95.

15. HORNEBOGEN, E. e GAHR KARL-HEINZ ZUN. *Metallography*. 8 (1975) 181.
16. ROSENFELD, A.R. *Metall. Rev. Review* 121 (1968), 29.
17. ASHBY, M.F. *Philos. Mag.* 14 (1966), 1157.
18. TANAKA, K. et all. *Philos. Mag.* 21 (1970), 267.
19. Mc CLINTOCK, F.A. et all. *Int. J. Fract. Mech.* 2 (1966), 614.
20. MORH, K. et all. *Acta Met.* 33 (1985), 379.
21. BROWN, L.M. e EMBURY, J.D. *Proceedings of 3rd International Conference on the Strength of Metal and Alloys. London (1973)*, 164.
22. VASUDÉVAN, A.K. e DOHERTY, R.D. *Acta Met.* 35 (1987), 1193. Oberview N° 58.
23. HORNBOGEN, E. e KREUE, H. *J. Met. Sci.* 17 (1982), 222.
24. GEISLER, A.H. *Phase Transformation in Solids*. Edited by R. Smoluchowsky. Wiley, New York. Cap. II, (1951), 387.
25. THOMAS, G. e NUTTING, J. *J. Inst. Met.* 86 (1957-1958), 7.
26. VARLEY, P.C. *J. Inst. Met.* 86 (1957-1958), 337.
27. UNWIN, P.T. SMITH, G.G., *J. Inst. of Met.* 97 (1969), 299.
28. RAGHAVAN, M. *Met. Trans.* 11A (1980), 993.
29. KOWABATA, T. e IZUMI, O. *Acta Met.* 24 (1976), 817.
30. KOWABATA, T. e IZUMI, O. *J. Met. Sci.* 11 (1976), 892.

31. GURLAND, J. e PLATEAU, J. *Trans. Amer. Soc. Met.* 56 (1963), 442.
32. HORNBOGEN, E. e GRAF, M. *Acta Met.* 25 (1977), 877.
33. LUDTKA, G.M. e LOUGHLIN, D.E. *Met. Trans.* 13A (1982), 441.
34. HORNBOGEN, E. e GRAF, M. *Acta Met.* 25 (1977), 883.
35. LUTJERING, G. e GYLESER, A. *Aluminum Transformation Technologies and Applications*. Edited by Enbury J.D. et all. (1980), 171.
36. RYUM, N. *Acta Met.* 17 (1969), 921.
37. MOTT, N.F. *Proc. Roy. Soc.* 220A (1953), 1.
38. STROH, A.H. *Proc. Roy. Soc.* 223A (1954), 404.
39. RYUN, N. *Acta Met.* 16 (1969), 921.
40. SANDERS, T.H. Jr. et all. *Met. Sci. and Eng.* 43 (1980), 247.
41. FERREIRA, I. *Tenacidade à Fratura em Condições Elasto-Plástica da Liga Al-6Zn-2Mg-XCu*. Tese de Doutorado. UNICAMP. (1987).
42. LEVY, N. et all. *Intern. J. Fract. Mech.* 7 (1971), 143.
43. COX, T.B. e LOW, J.R. *Metall. Trans.* 5A, (1974), 459.
44. HONEYCOMBE, R.W. *The Plastic Deformation of Metals. The Deformation of Crystals Containing a Second Phase*. EDWARD ARNOLD. Cap. 7, (1977), 178.
45. CLAYTON, J.Q. e KNOTT, J.F. *Met. Sci.* 10 (1976), 63.

46. GARRET, G.G. e KNOTT, J.F. Metall. Trans. 9A, (1978), 1187.
47. EMBURY, J.D. e NES, E.Z. Z. Metallkund 5, (1974), 45.

CAPITULO V

PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

1. MATERIAL

A liga utilizada nesta experiência foi produzida pela ALCOA-USA, e fornecida pela EMBRAER na forma de placa laminada com 38mm de espessura. A composição química nominal encontra-se na Tabela V.1.

TABELA V.1 - Composição química nominal da liga 7050¹

LIGA 7050					
% Cu	% Mg	% Zn	% Zr	% Si	% Fe
2,23	2,25	6,20	0,12	<0,12	<0,15

Esta liga é utilizada como componente estrutural de aeronaves em locais de alta solicitação, como por exemplo, no acoplamento das asas com o corpo do avião. Dependendo da aplicação, este material pode sofrer três tipos de tratamento térmico de envelhecimento¹: T73 - produz maior resistência à corrosão sob tensão; T76 - produz mais elevada resistência mecânica, com boa resistência à esfoliação por corrosão; T74 - produz resistência à corrosão sob tensão e resistência mecânica intermediária entre os dois anteriores. A resistência mecânica da liga pode variar de 460 a 540 MPa e a tenacidade a fratura na faixa de 30 a 35 MPa/m, para K_{IC} , dependendo do tratamento térmico utilizado.

2. TRATAMENTOS TÉRMOMECÂNICOS (TTM)

Os tratamentos termomecânicos foram realizados por laminação a quente e a morno, com o objetivo de produzir materiais com estruturas recristalizadas (R) e não recristalizadas (NR). Foi utilizado um laminador de laboratório com capacidade de 45t, com cilindros de 66mm de diâmetro girando a 20 rpm. A placa a ser laminada tinha dimensões de 38mm de espessura x 50mm de largura x 80mm de comprimento.

Diversos esquemas de TTMs foram selecionados baseando-se na teoria de recristalização de metais e ligas contendo partículas de 2ª fase, (vide Capítulo II), e em resultados experimentais. A representação esquemática dos TTM utilizados encontram-se nas figuras V.1 a V.3 e, as reduções impostas ao material em cada passe, nas tabelas V.2 a V.4. Onde:

TTH - tratamento térmico de homogeneização

TTSL - tratamento térmico de solubilização, seguido de resfriamento ao ar até a temperatura de laminação.

TTSR - tratamento térmico de solubilização e recristalização, seguido de resfriamento brusco em água (temperatura ambiente).

TTE-T76 - tratamento térmico de envelhecimento na condição T76.

TTSE - tratamento térmico de superenvelhecimento.

O esquema 1 foi utilizado com a finalidade de verificar a influência da temperatura de laminação na fração recristalizada do material, após tratamento térmico. O esquema 2 com a finalidade de produzir material com estrutura recristalizada (R) e o esquema 3, uma estrutura não recristalizada (NR).

- *Previsão da força de laminação*

A previsão dos esforços desenvolvidos durante a laminação, foi calculada segundo as seguintes equações²:

$$P_m = 2\sigma_o / \sqrt{3} (0,8 + 0,2 h_m/L), \text{ para } 8,75 < h_m/L < 1$$

$$P_m = 2\sigma_o / \sqrt{3} (0,75 + 0,25 L/h_m), \text{ para } h_m/L < 1$$

onde:

P_m - Pressão média de laminação, em MPa

σ_o - tensão de escoamento. A 400°C , igual a 200 MPa e a 260°C , igual a 300 MPa.

h_m - espessura média entre passes, em (mm);

$L = \sqrt{RAh}$, sendo R o raio dos cilindros e Δh a diferença de espessura entre passes em (mm).

A força de laminação (F) foi estimada pela equação:

$$F = P_m L \ell$$

onde ℓ - largura inicial do laminado.

ESQUEMA 1

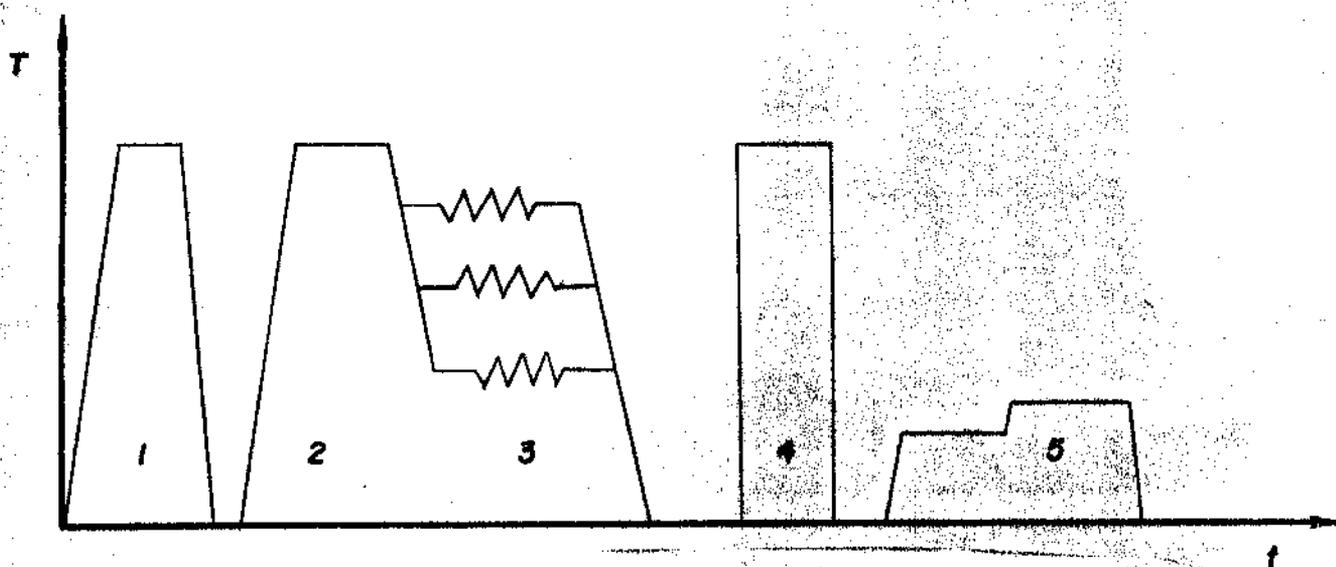


Figura V.1 - Representação esquemática dos TTM.

1. TTH ($480^{\circ}\text{C} \times 12\text{h}$); 2. TTSL ($480^{\circ}\text{C} \times 1\text{h}$)
3. Laminação à 400°C , 300°C e 200°C , com reaquecimento entre passes; 4. TTSR ($480^{\circ}\text{C} \times 30\text{min}$)
5. TTE-T76 ($120^{\circ}\text{C} \times 5\text{h} + 163^{\circ}\text{C} \times 12\text{h}$).

TABELA V.2 - Esquema de reduções utilizados nas laminações à 400°C , 300°C e 200°C .

(a) 400°C											
Espessura (mm)	38	36	34	31	28	25	22	19	16	12	
Redução/passe (%)	5.0	5.5	8.8	9.6	10.7	12.0	13.6	15.8	25.0		
Redução total (%)	68.4										
(b) 300°C											
Espessura (mm)	38	36	34	31	28	25	22	19	16	12	
Redução/passe (%)	5.0	5.5	8.8	9.6	10.7	12.0	13.6	15.8	25.0		
Redução total (%)	68.4										
(c) 200°C											
Espessura (mm)	38	36	34	31	28	25	22	19	16	14	12
Redução/passe (%)	5.0	5.5	8.8	9.6	10.7	12.0	13.6	15.8	12.5	14.3	
Redução total (%)	68.4										

ESQUEMA 2

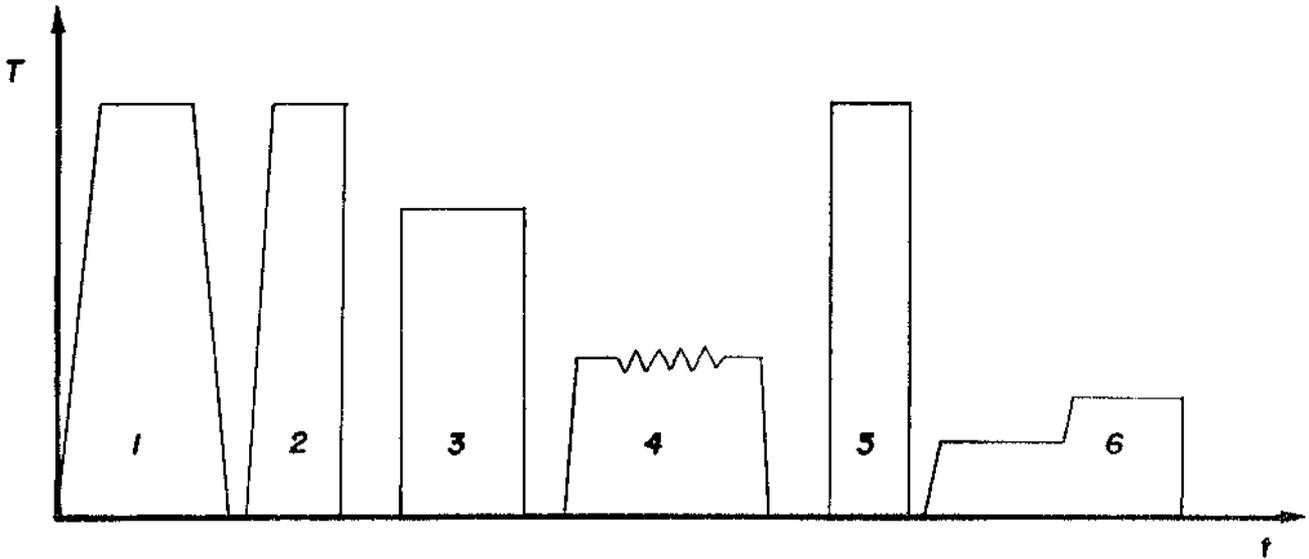


TABELA V.2 - Representação esquemática do TTM utilizado para obtenção de materiais com microestruturas recristalizadas (R1) e (R2).

1. TTH ($480^{\circ}\text{C} \times 12\text{h}$); 2. TTS ($480^{\circ}\text{C} \times 1\text{h}$)
3. TTSE ($400^{\circ}\text{C} \times 8\text{h}$); 4. Laminação à 260°C , com aquecimento entre passes; 5. TTSR ($480^{\circ}\text{C} \times 30\text{min}$) taxa de aquecimento de 4°C/S ; 6. TTE-T76.

TABELA V.3 - Esquemas de reduções utilizados na laminação para obtenção de materiais com microestruturas R1 e R2.

(a) R1											
Espessura (mm)	38	35	32	29	26	23	20	17	14	10.5	
Redução/passe (%)	7.8	8.6	9.4	10.3	11.5	13	15	17.6	15		
Redução total (%)				70							
(b) R2											
Espessura (mm)	38	35	32	29	26	23	20	17	14	11	7.6
Redução/passe (%)	7.8	8.6	9.4	10.3	11.5	13	15	17.6	21.4	30.1	
Redução total (%)				80							

ESQUEMA 3

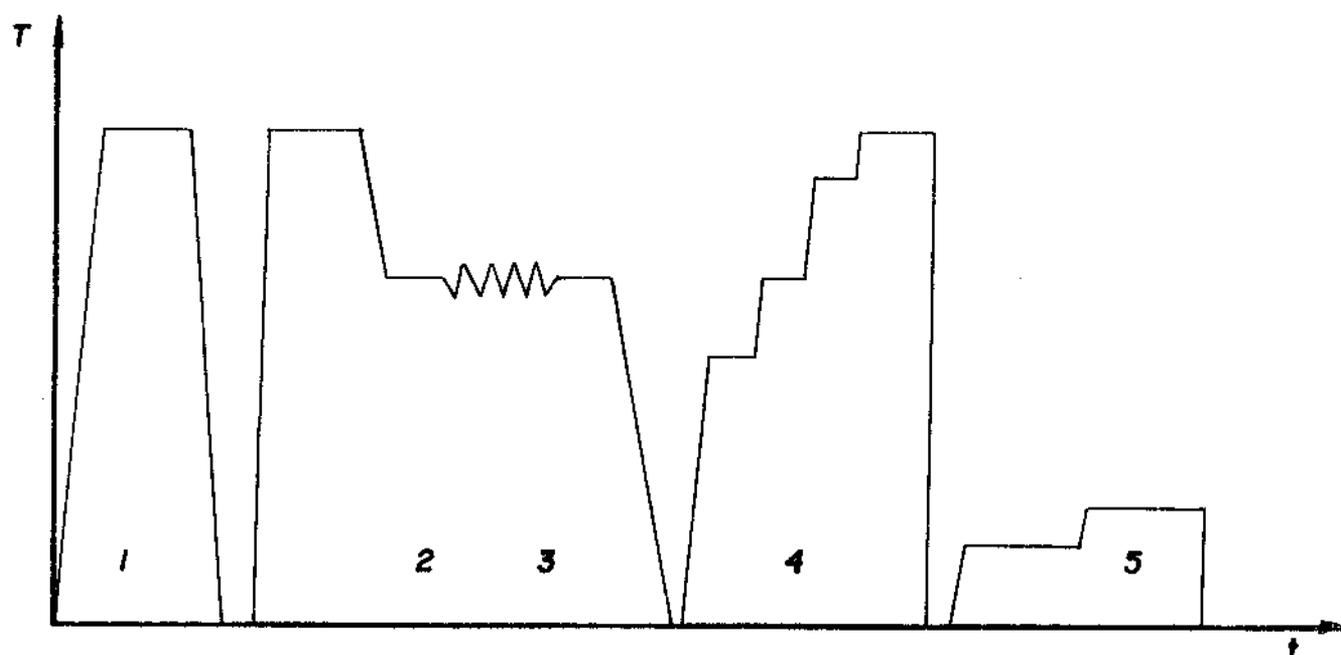


Figura V.3 - Representação esquemática do TTM utilizado para a obtenção de material com microestrutura não recristalizada (NR).

1. TTH (480°C x 12h);
2. TTSL (480°C x 1h);
3. Laminação a 400°C, com aquecimento entre passes;
4. TTS (480°C x 30 min), aquecimento em patamares a 350, 400 e 450°C x 30 min, com taxa de aquecimento de 1°C/min;
5. TTE-T76.

TABELA V.4 - Esquema de reduções utilizado na laminação para obtenção de material com microestrutura NR.

Espessura (mm)	38	32	26	20	14	9	5
Redução/passe (%)	15.8	18.7	23.1	30.0	35.7	44.4	
Redução total (%)			86.8				

Tratamentos térmicos

Os tratamentos térmicos de homogeneização (TH) e de solubilização para laminação (TSL) foram realizados em fornos tipo mufla com variação de temperatura de $\pm 5^{\circ}\text{C}$. Já para os tratamentos térmicos de solubilização/recristalização (TSR), superenvelhecimento (TSE) e envelhecimento (TE) utilizou-se fornos tipo poço, sendo os dois primeiros tratamentos realizados em banho de sal fundido e o último em banho de óleo. Ambos fornos foram alimentados através de auto transformador variável, utilizando-se 30% da voltagem de entrada, sendo comandados por controlador de temperatura eletrônico digital, acoplado a termopar. Com este sistema foi possível realizar os tratamentos térmicos com variação na temperatura de controle de $\pm 1^{\circ}\text{C}$.

3. CARACTERIZAÇÃO DOS PARÂMETROS MICROESTRUTURAIS

As microestruturas dos materiais foram observadas utilizando-se Microscópio Ótico (MO) e Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET). Os critérios utilizados para preparação das amostras e para quantificação dos parâmetros microestruturais estão descritos a seguir:

3.1. Microscopia Ótica

Preparação das amostras

As amostras utilizadas nos estudos metalográficos foram retiradas dos três planos do material laminado: plano longitudinal (L-T), plano transversal (S-T) e plano transversal curto (S-L). Na figura V.4 estão representados os planos e as direções utilizados, onde:

D_L - direção de laminação

D_S - direção transversal curta

D_T - direção transversal.

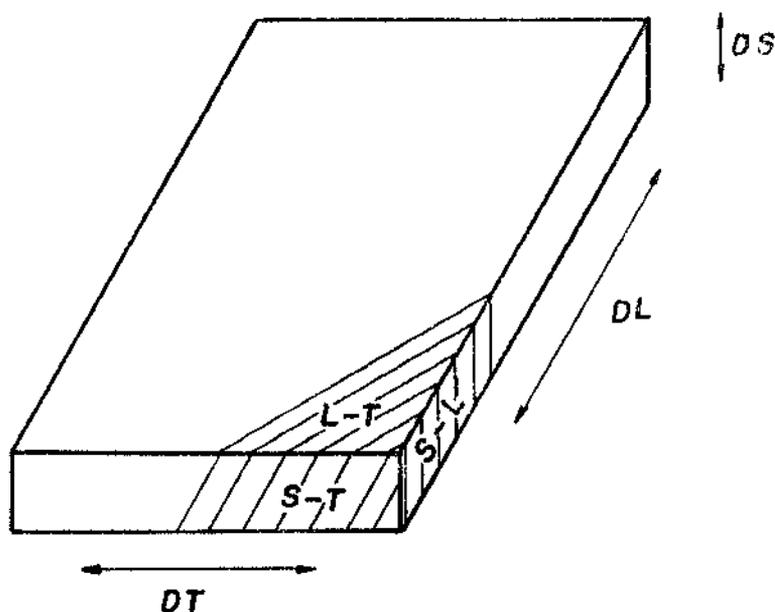


Figura V.4 - Representação dos planos e direções do material laminado.

As amostras foram montadas em baquelite, lixadas e polidas mecanicamente em pasta de diamante (até $1 \mu\text{m}$). Para revelação das partículas de 2ª fase (inclusões e dispersóides) e estrutura dos grãos utilizou-se o reagente de Keller. A estrutura dos subgrãos foi revelada com uma solução de ataque contendo ácido ortofosfórico diluído (1:10), à 50°C .

Metalografia quantitativa

a) considerações fundamentais

A determinação de parâmetros quantitativos em uma secção transversal polida exige algumas considerações relativas à forma e distribuição de tamanhos dos constituintes. Para o desen-

volvimento das equações consideraremos, por simplificação, que as partículas são esféricas e distribuídas uniformemente.

Definimos a fração volumétrica de partícula (f), como a razão do volume ocupado pelas partículas em relação ao volume total. Em uma microestrutura com fases dispersas ao acaso, f é igual a fração em área ocupada pelas partículas em uma secção polida e, é também igual a fração em comprimento ocupado pelas partículas quando se passa ao acaso uma linha teste sobre a microestrutura. Se N_v é o número de partículas de raio r , por unidade de volume, f será igual a:

$$f = \frac{4}{3} \pi r^3 N_v \quad (1)$$

No entanto, a microestrutura obtida em uma secção polida revela as partículas como áreas circulares de raio entre 0 e r . Então definimos N_s como o número de partículas por unidade de área superficial, o qual pode ser facilmente obtido.

Podemos agora, estabelecer uma relação entre N_v e N_s se considerarmos um cubo unitário da estrutura e tomarmos uma secção paralela em relação a uma das faces do cubo. O número de intersecção com partículas N_s será dado por:

$$N_s = N_v P \quad (2)$$

onde: P - probabilidade de que o plano intercepte uma única partícula colocada ao acaso no cubo.

Entre as várias posições que podem ser ocupadas pelo plano, somente aquelas existindo sobre o comprimento $2r$, conduziria à intersecção com a esfera. A probabilidade de intersecção seria igual a $2r$, então:

$$N_s = 2 N_v r \quad (3)$$

Aplicando a igualdade entre área e volume, teremos:

$$f = 4/3 \pi r^3 N_V = N_S \bar{a} \quad (4)$$

onde: \bar{a} - área média de partículas interceptada por um plano de secção transversal passado ao acaso.

Então, teremos:

$$f = 2 N_V r \bar{a} ;$$

$$\bar{a} = 2/3 \pi r^2 e ;$$

$$f = 2/3 N_S \pi r^2 \quad (5)$$

b) determinação dos parâmetros microestruturais

(i) partículas de 2^a fase (inclusões e dispersóides)

A distribuição, tamanho médio, fração volumétrica e separação planar média, relativos às partículas de 2^a fase, foram determinados utilizando um analisador granulométrico semi-automático, TGZ-CARL-ZEISS. Este aparelho realiza diretamente sobre a fotografia as medidas dos diâmetros das partículas, classificando-as segundo os seus tamanhos. De posse da distribuição de tamanhos, calculou-se o diâmetro médio das partículas utilizando-se a equação:

$$\bar{d} = \Sigma Nd/N \quad (6)$$

onde: ΣN - frequência observada de partículas com diâmetro (d);
 N - número total de observações

O desvio padrão da distribuição (σ) foi calculado pela equação³:

$$\sigma = \{ \sum |N(d-\bar{d})^2| / N \}^{1/2} \quad (7)$$

e o espaçamento planar médio, entre partículas (λ), foi determinado pela equação³:

$$\lambda = 1.2 | (\pi/6f) (1-\sigma^2/\bar{d}^2) |^{1/2} \bar{d} \quad (8)$$

onde: f é dado pela equação (5)

(ii) tamanho médio dos grãos e subgrãos

O tamanho médio dos grãos e subgrãos foi determinado utilizando-se o método do intercepto linear⁴. Este método consiste na superposição de uma linha teste de comprimento L , sobre a microestrutura na qual se deseja determinar o tamanho dos grãos. Deve-se contar o número de intersecções N_1 com os contornos de grãos da microestrutura. O diâmetro médio dos grãos (\bar{D}) é dado pela equação

$$\bar{D} = L/N_1 \quad (9)$$

A equação (9) foi utilizada para caracterizar a estrutura dos grãos dos materiais R_1 e R_2 e a estrutura dos subgrãos dos materiais PR e NR. O tamanho dos grãos recristalizados do material PR foi caracterizado através da maior e menor dimensão de grãos encontrados na microestrutura. O tamanho dos grãos não recristalizados do material NR foi caracterizado pela menor dimensão encontrada.

As medidas realizadas nas micrografias, sobre o plano (S-L) foram usadas para determinar o tamanho de grãos na direção longitudinal (D_L) e o tamanho dos grãos na direção transversal curta (D_S). Sobre o plano (S-T), determinou-se o tamanho dos grãos

na direção transversal (D_T).

A fração recristalizada e a fração de subgrãos foram determinadas utilizando Microscópio Óptico Computadorizado. Este aparelho calcula, através de contraste (claro/escuro), as áreas correspondentes à fração recristalizada (contraste claro na microestrutura) e à fração de subgrãos (contraste escuro na microestrutura).

Todos os cálculos realizados basearam-se em observações de pelo menos três áreas das microestruturas.

3.2. Microscópio Eletrônico de Transmissão

Preparação das amostras

O estudo em Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET) foi realizado em amostras retiradas em diferentes etapas dos tratamentos termomecânicos (estado encruado, estado solubilizado e estado envelhecido). O processo de preparação das folhas finas foi desenvolvido nas seguintes etapas:

- corte de lâminas com $-250 \mu\text{m}$ de espessura utilizando disco de diamante;
- lixamento mecânico até $150 \mu\text{m}$ de espessura;
- afinamento, até 70 a $100 \mu\text{m}$, utilizando polimento eletrolítico, com eletrólito contendo, em volume, 30% HNO_3 e 70% Metanol à -15°C ;
- corte eletrolítico de disco com 3 mm de diâmetro utilizando eletrólito contendo, em volume, 30% HNO_3 e 70% H_2O . A superfície dos discos foi protegida com fita adesiva com a mesma forma e dimensão.
- polimento e afinamento final dos discos utilizando TENUPOL com eletrólito contendo, em volume, 30% HNO_3 e 70% metanol à -20°C .

Metalografia Quantitativa

A quantificação dos parâmetros microestruturais (diâmetro médio, fração volumétrica e distância média entre partículas)

foi realizada em MET, através de imagens obtidas em campo escuro sobre o plano de observação (011). Como as partículas endurecedoras são extremamente finas, foram obtidas imagens negativas com 15k e posteriormente ampliadas em 3X.

A equação básica, utilizada para a determinação da fração volumétrica de precipitados em folhas finas de espessura t , foi:

$$Nv' = Ns'/t \quad (10)$$

onde Ns' é o número de partículas projetadas por unidade de área.

Esta equação, no entanto, não considera a superposição de partículas e o truncamento das mesmas nas superfícies da folha fina. Desta forma fez-se as seguintes correções⁵:

(i) Considerando o efeito de truncamento:

$$Nv' = Ns'/\bar{d} + t$$

(ii) Considerando o efeito de superposição:

$$Nv' = Ns' + Ms'/\bar{d} + t \quad (11)$$

onde: Ms' é o número de partículas perdidas no plano de projeção devido a superposição. Sendo dado por:

$$Ms' = 3/2 ft/\bar{d} Ns'$$

A fração volumétrica (f) foi calculada pela equação:

$$f = 4/3 \pi r^3 Nv' \quad (12)$$

O raio médio dos precipitados (r) foi calculado utilizando-se o método de análise linear, o qual baseia-se no critério desenvolvido a seguir.

Quando passa-se ao acaso sob a microestrutura uma linha teste de comprimento l , o número de partículas interceptadas pela mesma, por unidade de comprimento (N_L) é igual $\tilde{a}^{3,4}$:

$$N_L = Nv' \pi r^2 \quad (13)$$

Combinando as equações (3) e (13) podemos escrever que:

$$r = 2 N_L / \pi Ns' \quad (14)$$

Assim o raio é determinado indiretamente, sem a necessidade de medi-lo, contando-se o número de partículas interceptadas pela linha teste, por unidade de comprimento e o número de partículas projetadas por unidade de área (Ns').

Quando se considera o efeito de interações entre discordâncias móveis e precipitados distribuídos ao acaso em um plano de deslizamento, o parâmetro mais adequado para caracterizar o encruamento é a separação planar média entre partículas (λ), a qual foi calculada pela equação³:

$$\lambda = 1.25 r (2\pi/3f)^{1/2} \quad (15)$$

Esta equação é válida quando o raio da partícula é desprezível quando comparado com a distância, centro a centro, entre partículas ($\lambda \gg r$)³. Quando este não é o caso, considera-se a separação planar média entre as superfícies das partículas, a qual reduz (λ) de uma quantidade correspondente a $2r$.

4. CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS

Ensaíos em Tração Monotônica

Os corpos de prova foram retirados na direção longitudinal de laminação. Os mesmos foram obtidos por frezamento, nas dimensões representadas no esquema da figura V.5, obedecendo a norma ASTM E 8M-1985⁶.

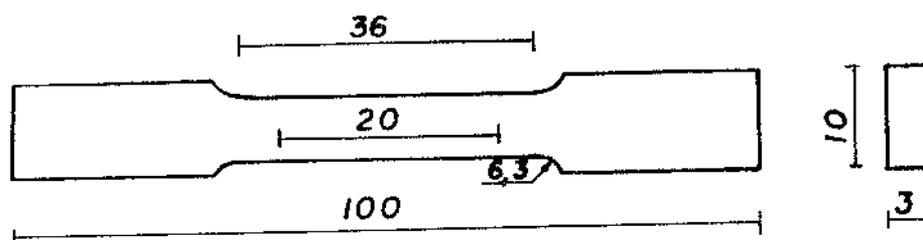


Figura V.5 - Representação da forma e dimensões do corpo de prova utilizado para o ensaio em tração monotônica. Dimensões em (mm).

Os ensaios foram realizados em MTS-10t, sendo a tensão limite de escoamento (σ_e) calculada à 0,2% de alongamento. A porcentagem de alongamento (%Al) foi determinada a partir de uma referência de 20mm e a porcentagem de redução em área (%RA), através de medidas de reduções na espessura e largura dos corpos de prova. Essas medidas foram realizadas em microscópio metrológico digital com precisão de centésimos de mm. Para cada condição estrutural da liga foram realizados no mínimo dois ensaios.

Ensaíos de Tenacidade à Fratura

A tenacidade à fratura foi caracterizada através do parâmetro CTOD (deslocamento de abertura da ponta da trinca) por ensaio de flexão, com o corpo de prova apoiado em três pontos, uti

lizando MTS-10t. Os ensaios foram realizados segundo a BS 5762⁷, sendo os procedimentos adotados descritos a seguir:

(i) Obtenção dos corpos de prova

As amostras foram retiradas nas direções longitudinal (L) e transversal (T), obtendo-se oito amostras para cada condição microestrutural. Os corpos de prova foram confeccionados por torneamento, utilizando-se dispositivos e ferramentas de corte construídos especialmente para esta finalidade. Obteve-se, portanto, corpos de prova orientados nas direções (L-T) e (T-L) segundo ASTM E 399, com forma e dimensões representadas na figura V.6.

Após a usinagem os corpos de prova foram lixados e polidos mecanicamente em pasta de diamante (até 3 μ m). Este polimento é necessário para a visualização da pré-trinca de fadiga.

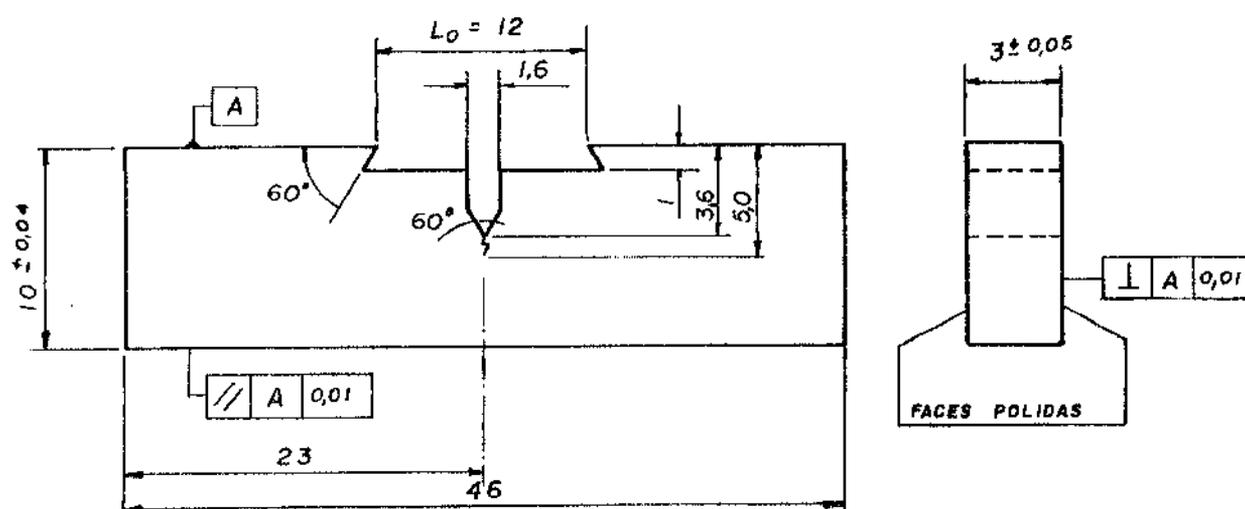


Figura V.6 - Representação da forma e dimensões do corpo de prova utilizado nos ensaios de tenacidade à fratura. Dimensões em (mm).

(ii) Obtenção da pré-trinca por fadiga

A pré-trinca foi obtida na raiz do entalhe usinado utilizando-se uma variação de carga com o tempo de forma senoidal em MTS-10t. As condições de carregamento empregadas foram:

Carga máxima (P_{\max})	- 450 N
Carga mínima (P_{\min})	- 30 N
Frequência	- 2 Hz

Essas condições foram calculadas a partir das limitações impostas pela BS 5762, que se baseia em um valor máximo para o fator de intensidade de tensão em fadiga (K_f), dado pela equação:

$$K_f < 0.63 \sigma_e B^{1/2}$$

onde: σ_e - limite de escoamento;
 B - espessura do corpo de prova

sendo: $K_f = \frac{Y P_f}{B W^{1/2}}$

onde: $Y = f(a/W)$, função do comprimento da trinca de fadiga (a) e da largura do corpo de prova (W). Este valor encontra-se tabelado na BS 5762;

P_f - carga em fadiga

A BS 5762, limita ainda:

$$P_{(\min)}/P_{(\max)} < 0.1$$

$$0.15 < Y < 0.70$$

$$0.45 < a/W < 0.55$$

O comprimento da pré-trinca foi medido externamente na superfície polida com auxílio de microscópio ótico, sendo seu comprimento efetivo determinado após o ensaio de tenacidade, reali-

zando-se medições nas superfícies fraturadas, utilizando-se microscópio metrológico digital. O critério utilizado foi a média aritmética dos valores obtidos à 25%, 50% e 75% de B⁷.

(iii) Realização dos ensaios de tenacidade à fratura

Registrou-se em todos os ensaios a carga em função do deslocamento de abertura da trinca (COD), sendo este último medido com extensômetro (*clip gage*) MTS-M 63203C-20, adaptado ao corpo de prova. O valor do CTOD crítico (δ) foi calculado utilizando-se a seguinte equação⁷:

$$\delta = \frac{K^2(1-\mu^2)}{2\sigma_e E} + \frac{0.4(W+a_i)V_p}{0.4W + 0.6a_i}$$

onde: K - fator de intensidade de tensão, dado por:

$$\frac{P}{B W^{3/2}} f(a_i/W)$$

onde: P - carga aplicada;

σ_e - limite de escoamento;

μ - coeficiente de Poisson;

a_i - comprimento da trinca de fadiga;

E - modulo de elasticidade;

V_p - deslocamento do *clip gage*

5. CARACTERIZAÇÃO DO MECANISMO DE DESLIZAMENTO (SLIP)

O estudo do comportamento dos materiais com relação ao deslizamento foi realizado utilizando-se Microscópio Eletrônico de Transmissão e Microscópio Eletrônico de Varredura.

Em MET foram observadas amostras retiradas dos corpos de prova solicitados em tração monotônica com deformações no alon

gamento de 2%, 4% e 6% e amostras retiradas imediatamente abaixo da superfície de fratura. A preparação das mesmas é similar à descrita no item 3.2.

As direções de deslizamento foram determinadas adotando-se os seguintes procedimentos:

- (a) Obtenção da micrografia eletrônica da área de interesse, contendo linhas de deslizamento. Negativo (1);
- (b) Obtenção do padrão de difração eletrônica, correspondente ao plano de observação. Negativo (2);
- (c) Identificação do plano de observação, comparando o padrão de difração eletrônica obtido com o característico de monocristal de estrutura CFC⁸. Figura V.7;
- (d) Superposição dos negativos (1) e (2), defasados no sentido horário de um ângulo ϕ , o qual varia segundo o aumento utilizado para obtenção da micrografia eletrônica, de acordo com a tabela V.5⁹;
- (e) Determinação das direções de deslizamento, utilizando-se a figura V.7.

Em MEV foram realizadas observações diretamente sobre as superfícies laterais polidas dos corpos de prova rompidos em tração monotônica. A preparação dessas superfícies foi feita, previamente ao ensaio mecânico, por lixamento e polimento em pasta de diamante (até 1μ).

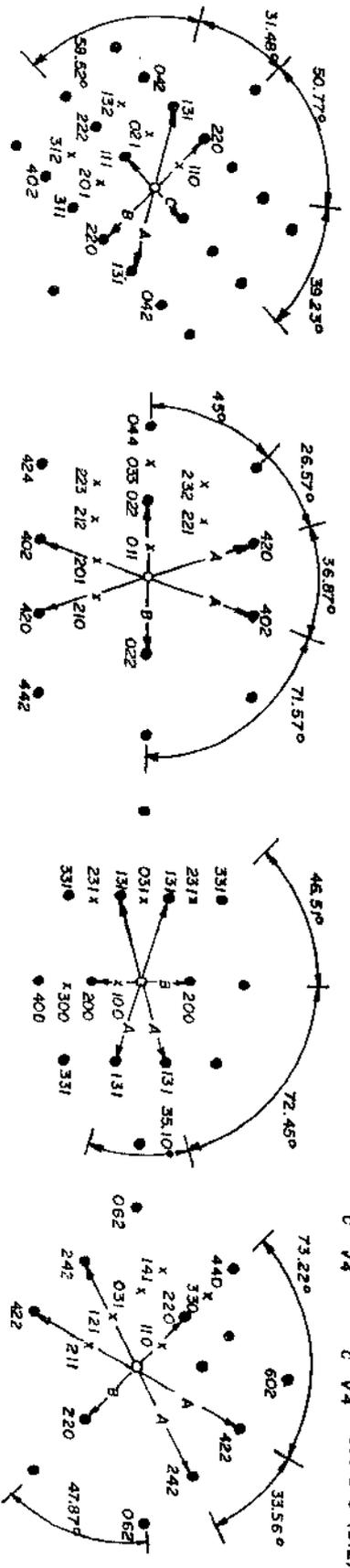
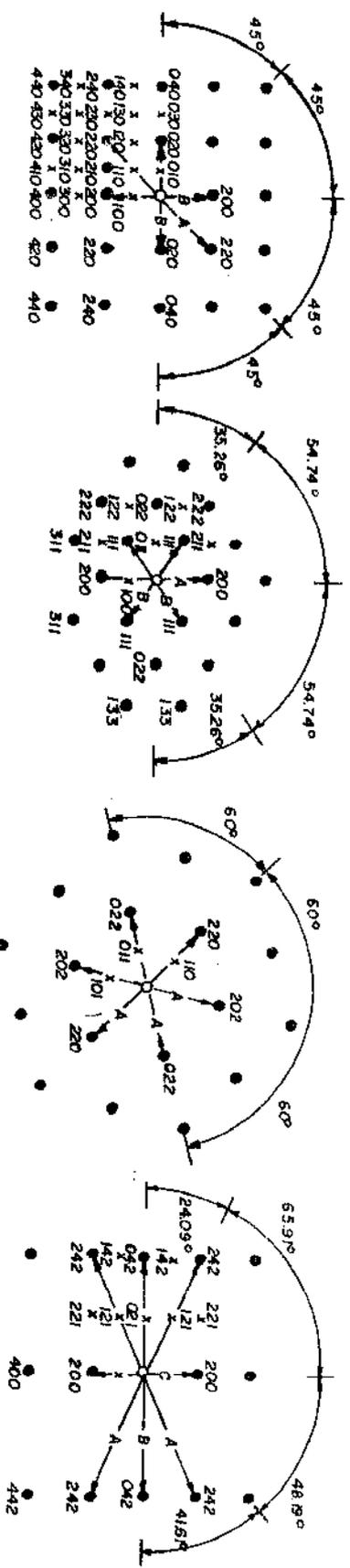


Figura V.7 - Padrão de Difração Eletrônico de monocristal de estrutura cristalina CFC⁸.

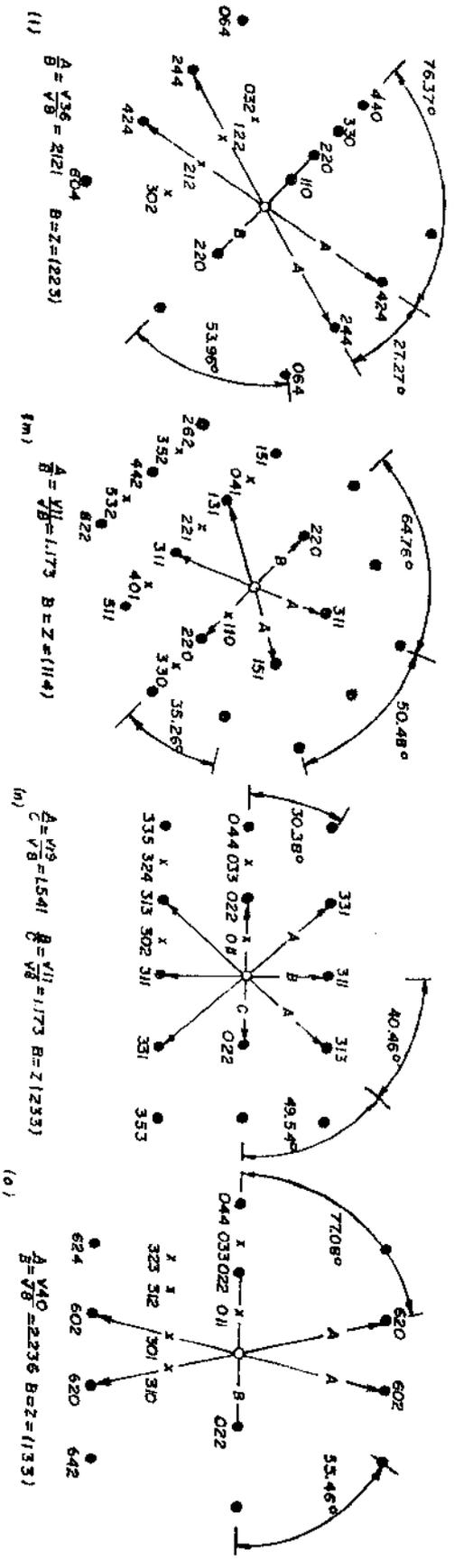
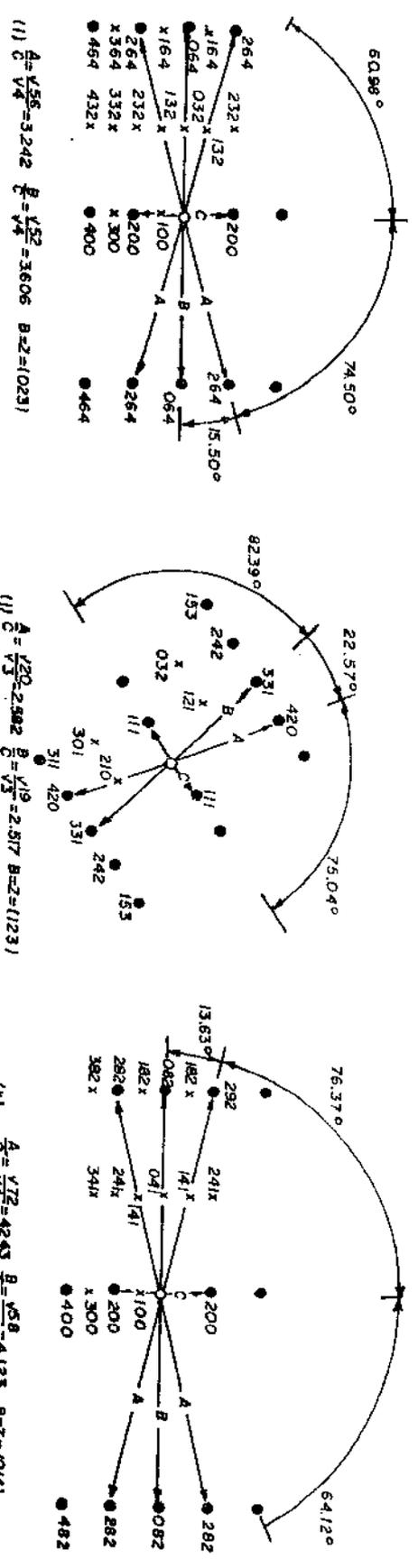


Fig. V.7 - Continuação.

TABELA V.5 - Ângulo de giro da amostra (ϕ) para diferentes aumentos utilizados em MET, com as duas tensões comumente usadas, 150 e 200 kV⁹.

AUMENTO NOMINAL	ÂNGULO 150 kV	DE	ROTAÇÃO (ϕ) 200 kV
1,0			110,4°
2,0			129,3°
2,5	151,8°		1
3,0	159,8°		145,3°
4,0	175,3°		160,2°
5,0	180,3°		175,2°
6,0	178,8°		178,7°
8,0	176,8°		174,6°
10,0	175,8°		172,1°
15,0	11,2°		9,3°
20,0	13,7°		11,6°
25,0	16,0°		13,9°
30,0	18,2°		14,9°
40,0	22,2°		19,3°
50,0	23,5°		23,0°
60,0	27,3°		26,5°
80,0	34,2°		33,0°
100,0			38,8°
150,0			52,7°
200,0			67,0°
250,0			78,1°
300,0			90,7°

6. CARACTERIZAÇÃO DO MODO DE FRATURA (FRACTOGRAFIA)

O estudo fractográfico envolveu a análise das superfícies de corpos de prova rompidos em tração monotônica e em flexão apoiada em três pontos (ensaio de tenacidade à fratura).

Para a caracterização do modo de fratura, foram utilizadas as duas técnicas complementares:

- (a) Observação direta das superfícies fraturadas utilizando MEV;
- (b) Observação das superfícies fraturadas em MET, utilizando a técnica de réplica (figura V.8), a qual foi realizada adotando-se os seguintes procedimentos¹⁰:
 - limpeza da superfície fraturada em aparelho de ultra-som utilizando-se acetona;
 - colocação de acetato de celulose, embebido em acetona, sobre a superfície fraturada;
 - secagem, retirada do acetato e colocação do mesmo em lâminas com a superfície invertida (figura V.8(a));
 - metalização em duas etapas, utilizando-se cromo e o carbono em uma evaporadora à vácuo (10^{-3} torr) JEE 4B-Jeol.
 - dissolução do acetato em acetona (figura V.8(b));
 - colocação da réplica de superfície, em grade de cobre na forma de um disco de 3mm de diâmetro, para observação no Microscópio Eletrônico de Transmissão.

A propagação da pré-trinca de fadiga foi examinada em microscópio ótico, observando a superfície lateral dos corpos de prova utilizados no ensaio de tenacidade à fratura. Essas superfícies foram polidas e atacadas previamente com ácido ortofosfórico diluído (1:10) à 50°C.

As superfícies fraturadas dos corpos de prova submetidos à sobrecarga em flexão foram posteriormente examinadas em MEV.

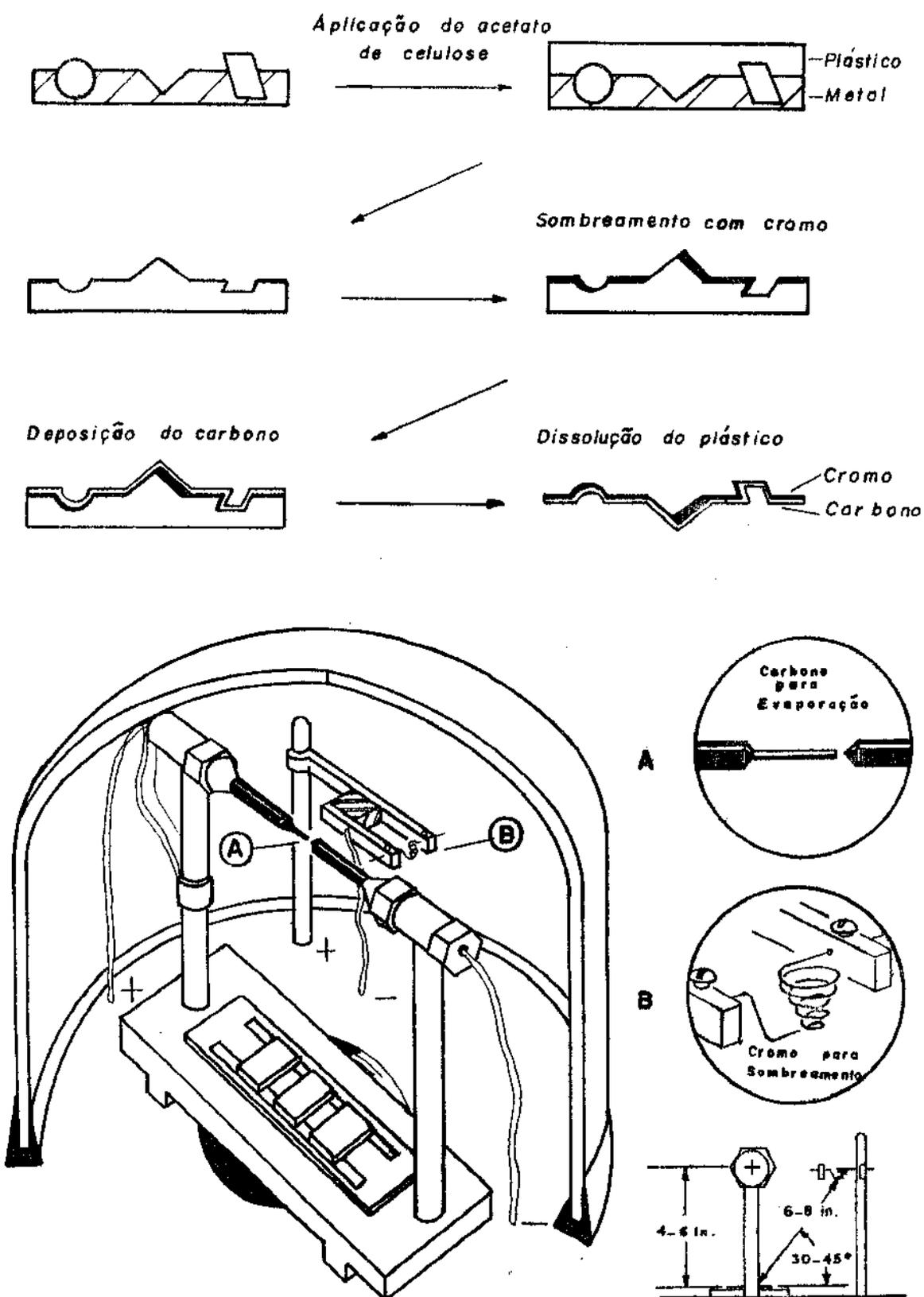


Figura V.8 - Representação esquemática da técnica de réplica empregada para o estudo da superfície de fratura em MET, (a) obtenção da réplica (b) câmara de deposição à vácuo.

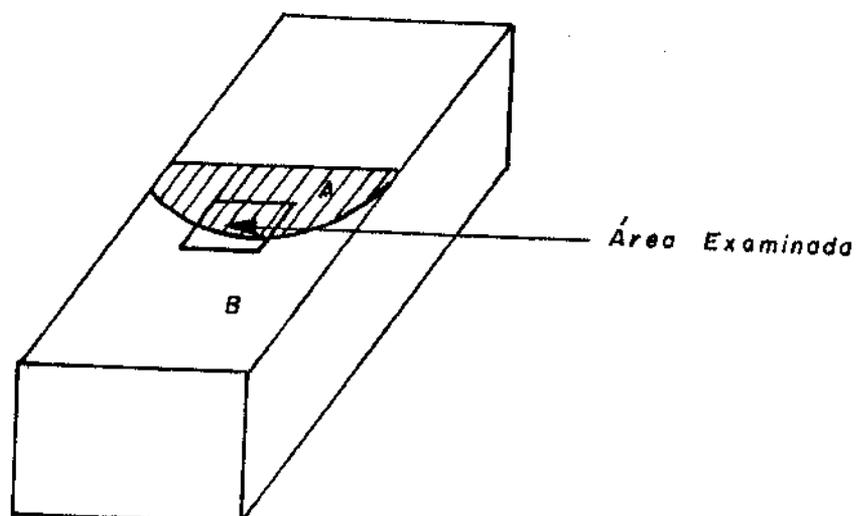


Figura V.9 - Esquema representativo da área examinada em MEV, abrangendo as regiões fraturadas por fadiga (A), por sobrecarga (B) e a região de transição, correspondente à zona estirada.

A área estudada encontra-se esquematizada na figura V.9, sendo que a dimensão da zona estirada na ponta da trinca de fadiga (*stretched zone*), correspondente ao arredondamento da mesma, foi determinada utilizando um ângulo de 45° de inclinação da amostra em relação ao feixe de elétrons. Veja esquema ilustrativo na figura V.10.

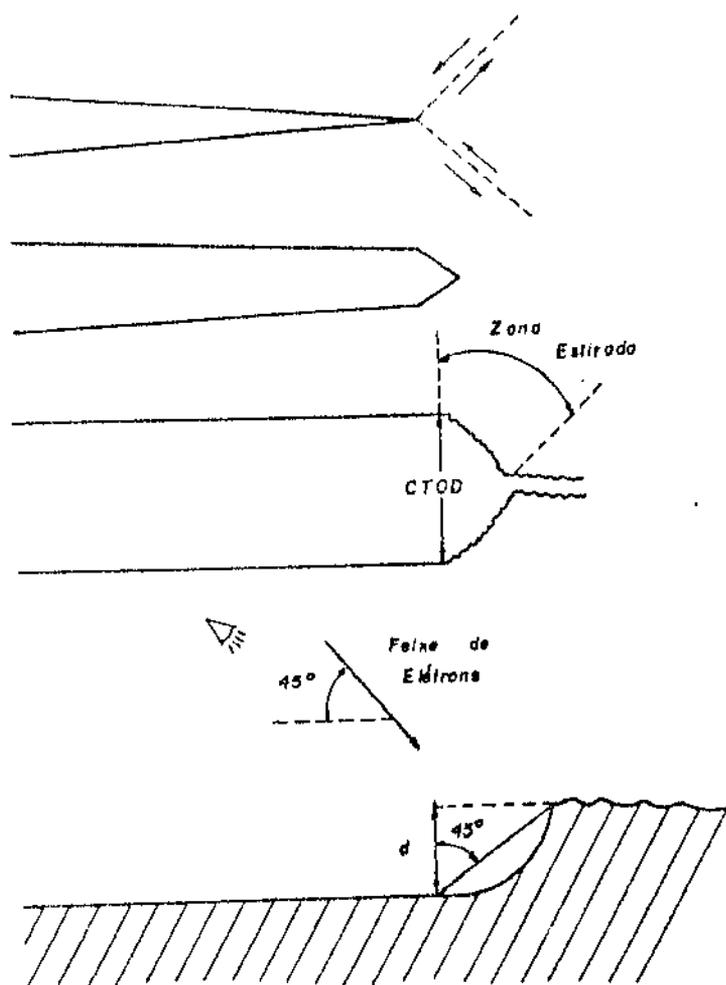


Figura V.10 - Esquema representativo do arredondamento da ponta da trinca por deslizamento, mostrando a formação da zona estirada e a dimensão característica da mesma a qual corresponde à metade do CTOD.

7. CARACTERIZAÇÃO *IN SITU* DOS MECANISMOS DE DEFORMAÇÃO E FRATURA

Um estudo complementar dos mecanismos de deformação e fratura foi realizado em MET, utilizando a técnica de tração *in situ*. Por se tratar de uma técnica relativamente nova, os procedimentos experimentais adotados para preparação de amostras foi baseada em experimentos de tentativa e erro.

Preparação dos corpos de prova

Foram projetadas duas formas de corpo de prova para serem utilizados nos ensaios de tração *in situ* em MET. Na figura V.11 encontram-se os desenhos correspondentes, em escala (20:1). Sendo o corpo de prova "a", projetado para o estudo do mecanismo de deformação e o corpo de prova "b", para o estudo de nucleação e propagação da trinca.

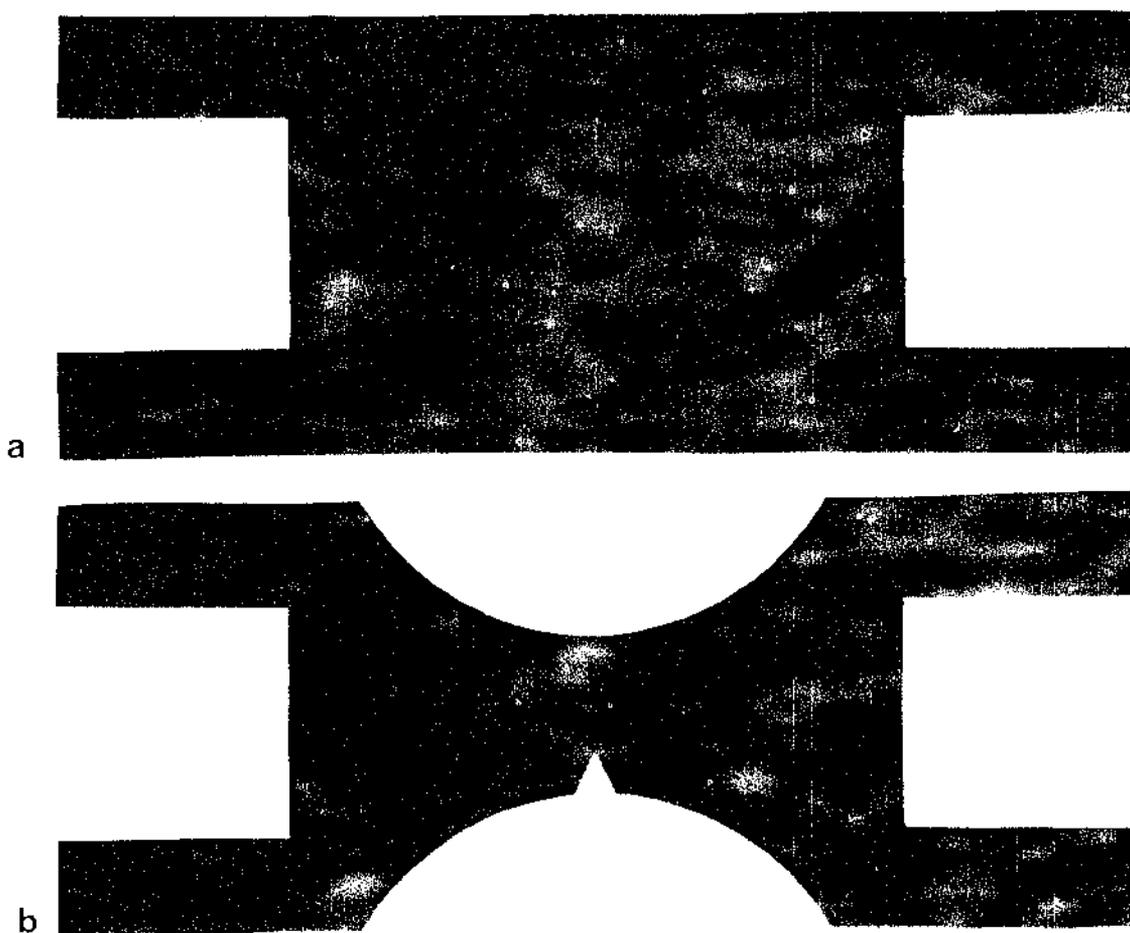


Figura V.11 - Desenho dos corpos de prova para tração *in situ* em MET. (a) corpo-de-prova para o estudo do mecanismo de deformação; (b) corpo de prova para o estudo do mecanismo de nucleação e propagação de trincas. Escala 20:1.

A técnica de obtenção dos corpos de prova foi desenvolvida utilizando a tecnologia, aplicada na microeletrônica, para fabricação de circuitos impressos¹¹. Na figura V.12 está esquema-

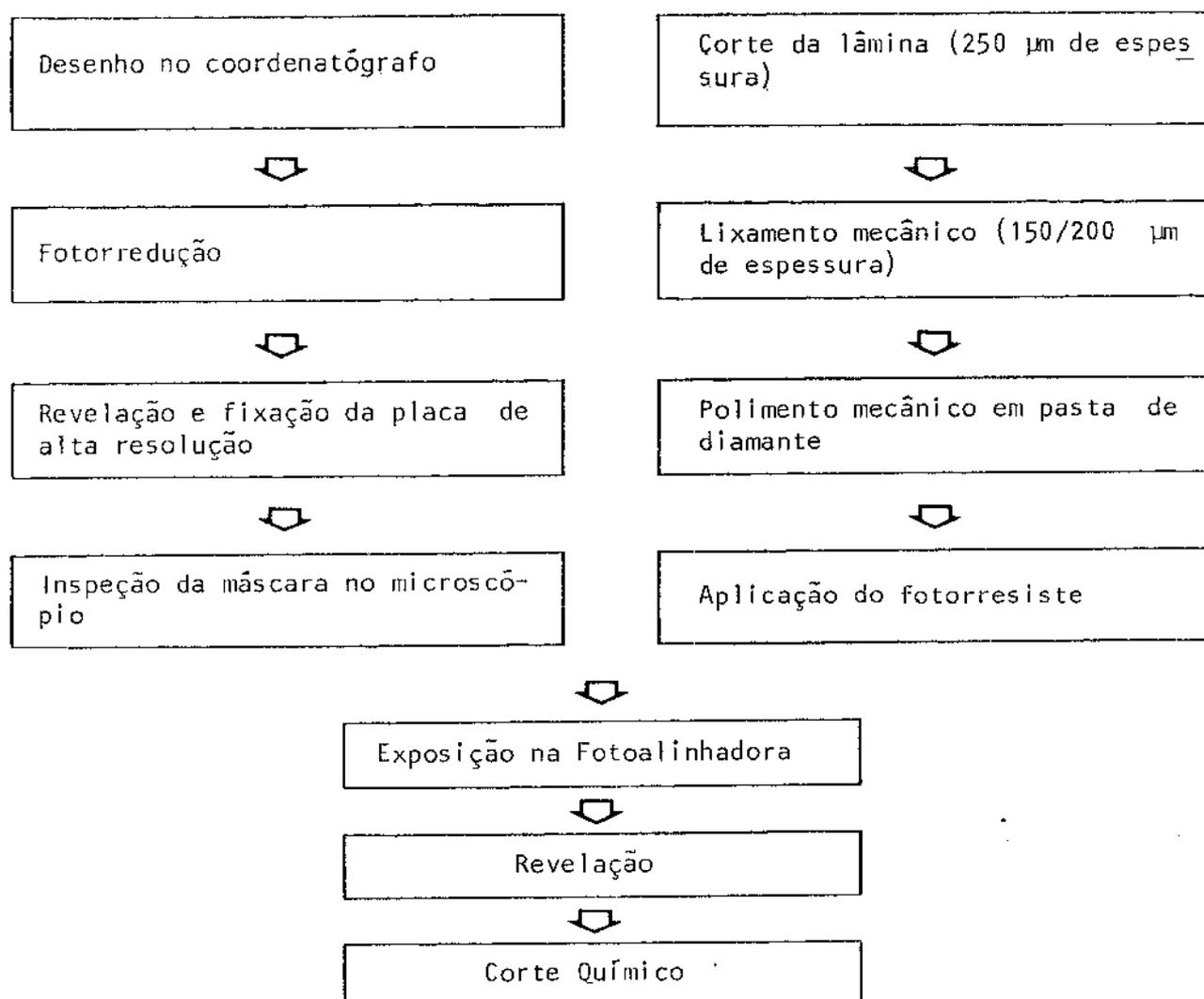


Figura V.12 - Diagrama da seqüência de operações para obtenção dos corpos de prova para tração *in situ* em MET.

tizado, pelo diagrama de blocos, a seqüência utilizada para obtenção dos corpos de prova usando o processo litográfico, o qual foi desenvolvido nas seguintes etapas:

(a) Obtenção do desenho

O desenho dos corpos de prova, em folha de Rubilite, foi realizado em uma mesa comandada por microprocessador (coordenatógrafo), em escala (20:1). Esta mesa possui uma régua móvel na direção X, (onde estão acoplados um motor conta-passos e uma ferramenta de corte), e uma régua fixa na direção Y. As coordena-

das (X e Y) correspondentes ao desenho, são processadas pelo computador e enviadas ao motor conta-passos que executa os movimentos programados, cortando a camada superior da folha de rubilite. Após efetuados todos os cortes, que delineiam o desenho, retira-se a camada superior (vermelha) correspondente à forma dos corpos de prova. Como resultado obtém-se um "diapositivo" ampliado do desenho.

(b) Obtenção do negativo em placa de alta resolução.

O desenho obtido em folha de rubilite foi fotografado em placa de alta resolução com redução de 20X utilizando-se uma câmara fotorredutora. A placa foi revelada, fixada e obteve-se o negativo mostrado na figura V.13.

As dimensões obtidas no negativo correspondem às dimensões reais dos corpos de prova. Desta forma, a operação posterior de transferência de imagem, para a amostra metálica, é feita por contato.

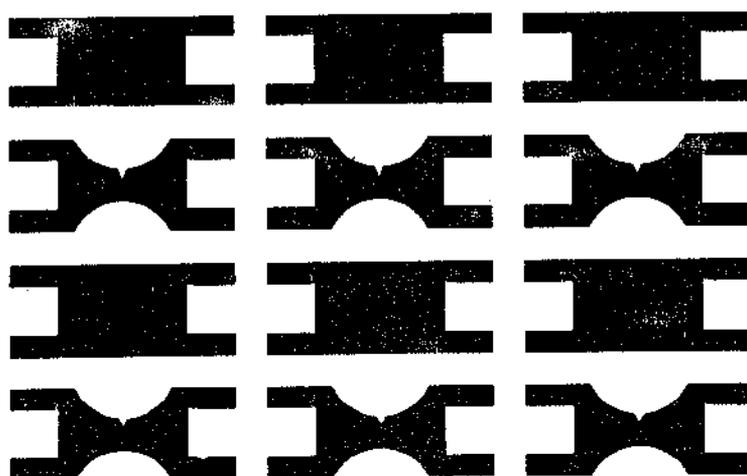


Figura V.13 - Fotografia mostrando a máscara em placa de alta resolução.

(c) Obtenção de lâminas finas do material

O material foi cortado, inicialmente, na forma de um cubo de 3 cm de lado. Deste cubo foram retiradas lâminas com espessuras entre 350 e 250 μm , utilizando-se um equipamento Isomet com disco de diamante. Posteriormente foi realizado lixamento mecânico (até espessuras entre 150 e 200 μm) e polimento em pasta de diamante (até 1 μm).

(d) Aplicação de fotorresiste

Utilizou-se fotorresiste tipo Az 1350. O mesmo foi aplicado sobre as superfícies das amostras utilizando-se as seguintes condições:

- velocidade do Spinner: 4000 rpm
- tempo de aplicação: 10 s
- pré-bake: 10 min à 100°C
- pós-bake: 30 min à 100°C

Após a aplicação de fotorresiste, uma das superfícies da amostra é exposta à luz, através do negativo, utilizando-se Microscópio Ótico com dispositivo Fotoalinhador. O tempo de exposição foi de 15s. Em seguida as lâminas foram reveladas (em revelador nº 7) e, como resultado obteve-se, sobre a superfície da lâmina que foi exposta à luz, a imagem dos corpos de prova protegida com fotorresiste.

(d) Usinagem Termoquímica

O corte das amostras foi realizado por corrosão, utilizando-se uma solução de $\text{H}_3\text{PO}_4 + \text{HNO}_3$, à 50°C. A corrosão ocorre preferencialmente nas interfaces entre as áreas protegidas e as não protegidas. Desta forma as amostras se destacam da lâmina antes que ocorra a corrosão total da mesma. Veja figuras V.14 e V.15.

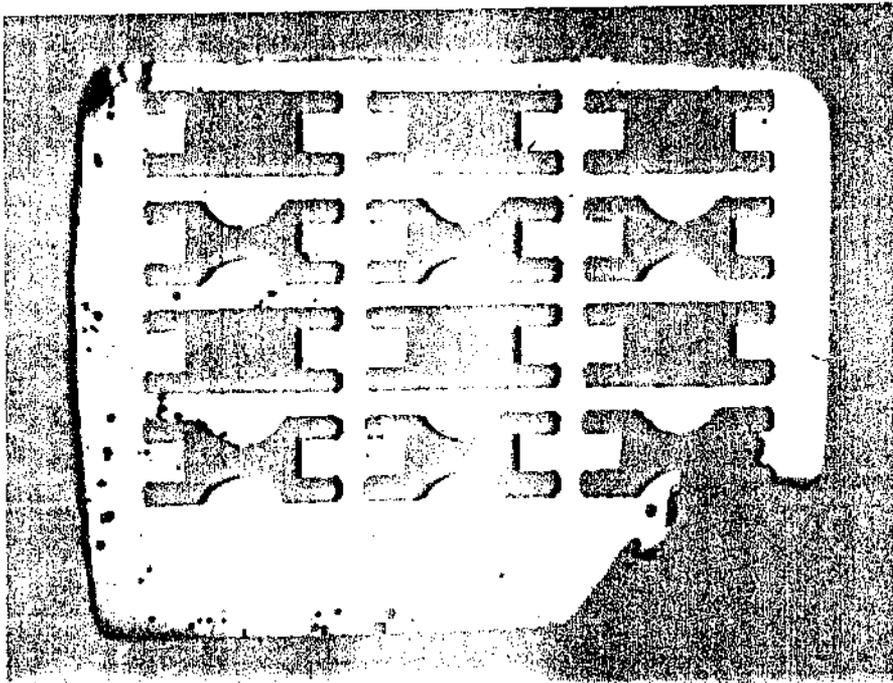


Figura V.14 - Fotografia mostrando a lâmina do material após usinagem química.

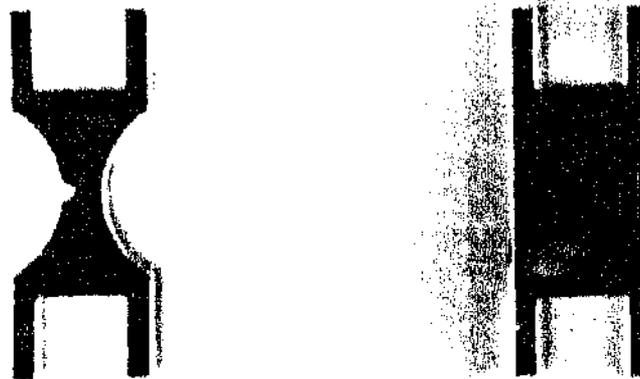


Figura V.15 - Fotografia mostrando os corpos-de-prova obtidos após usinagem química.

(c) Afinamento dos corpos de prova para observação em MET

Os corpos de prova medindo aproximadamente $200\mu\text{m}$ de espessura foram afinados eletroliticamente em aparelho Tenupol-Struern. Nas amostras "a", este polimento foi realizado até obtenção de um furo central na mesma e nas amostras "b" o polimento terminou antes que a amostra fosse perfurada. Diversos tipos de eletrólitos e combinações de voltagem, amperagem, temperatura e tempo foram testados, sendo que o melhor resultado foi obtido utilizando-se $30\% \text{HNO}_3 + 70\%$ de metanol a -20°C e 50 volts. O tempo de polimento para as amostras "b" foi de 3 a 5 segundos.

Ensaaios de tração in situ em MET

Os ensaios foram realizados em Microscópio Eletrônico de Transmissão de 200 kV, contendo um suporte de amostra capaz de tracionar a mesma, aplicando uma carga de até 2 kgf (figura V.16). A carga foi aplicada através de um dos eixos do goniômetro, com velocidade de 2×10^{-4} mm/s.

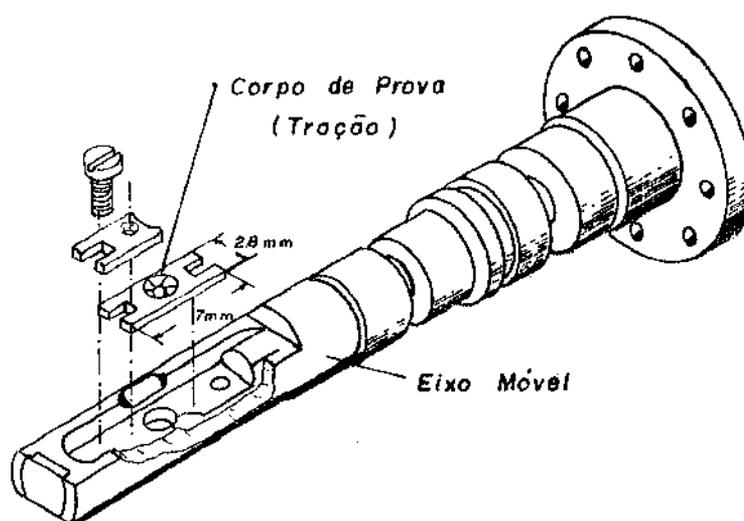


Figura V.16 - Desenho mostrando o suporte de amostra utilizado para realização dos ensaios de tração in situ em MET.

8. CARACTERIZAÇÃO DA TEXTURA CRISTALOGRÁFICA

As texturas, ou orientações cristalográficas preferenciais, associadas às diferentes microestruturas, foram determinadas através das figuras de polo {111} e {200}, utilizando-se goniômetro de textura acoplado a um difratômetro de raio X. Tais figuras são projeções estereográficas, mostrando a densidade de polos cristalográficos, de planos selecionados, em função da orientação¹². Por este método, o material policristalino possui textura quando mais grãos estão orientados em posição de refletir um certo segmento de difração do que outros, portanto o anel de difração possui máximo e mínimo.

O método de difração utilizado é semelhante ao desenvolvido por Schulz¹³. A amostra previamente polida no plano L-T, possuindo 1 cm² de área, é montado no goniômetro que gira segundo os ângulos indicados na figura V.17, podendo ainda se deslocar na direção t. O mesmo encontra-se situado entre o tubo de raio X e o detetor, os quais são posicionados de modo a refletir o ângulo de Bragg do polo escolhido, (no caso presente {111} e {200}). A amostra então gira automaticamente segundo o eixo normal à mesma (W), e a leitura é feita por um microcomputador acoplado ao detetor. A varredura é feita girando a amostra de 5 em 5° com relação ao eixo x, cobrindo um ângulo 70° (ϕ), repetindo posteriormente para diferentes posições de t. Os dados são armazenados e processados pelo microcomputador e os resultados são fornecidos comparando os picos de maior intensidade de difração com os de um material sem textura. As orientações dos planos são então determinados medindo-se os ângulos entre o centro da figura de polo e os polos de maior intensidade.

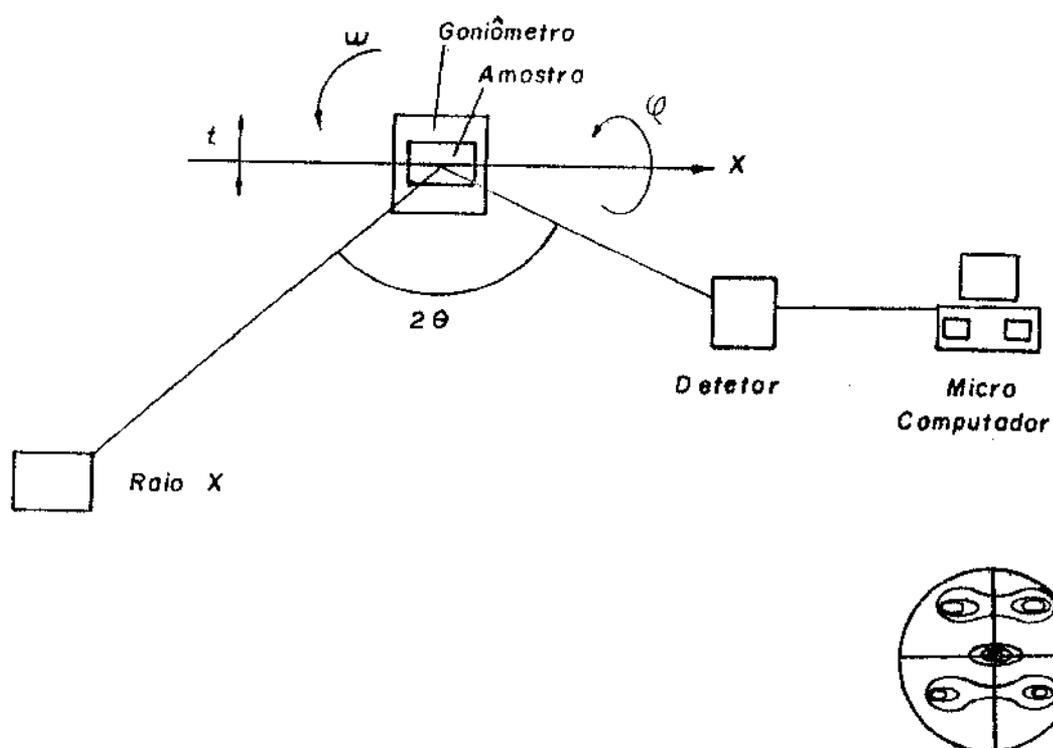


Figura V.17 - Representação esquemática do método de determinação de textura utilizando goniômetro de textuta.

BIBLIOGRAFIA

1. MUELLER, L.N. ALCOA ALUMINUM ALLOY 7050. Green Letter N° 220. Second Revised Edition, November, 1983.
2. RENOARD, M. J. Int. Met. 10, (1972), 172.
3. MARTIN, J.W. *Micromechanics in Particles Hardened Alloys*. Pergamon Press - Oxford. Cap. 2 (1980), 85.
4. ABNT- P-MB-421. (1967). Método para Determinação do Tamanho de Grãos de Materiais Metálicos.
5. UNDERWOOD, E.D. *Practical Applications of Quantitative Metallography*. Mc Call/Steele Editions. ASTM STP 839. Practical Solutions to Stereological Problems. (1982), 1.
6. ASTM E 8M-1985. Standard Methods of Tension Testing of Metallic Materials (1985).
7. BS 5762: 1979. British Standard Methods for Crack Opening Displacement (COD) testing. (1979).
8. EDINGTON, J.W. *Monographs in Practical Electron Microscopy in Materials Science*. Philips Technical Library. Appendix 4. Standard Spot Patterns. (1979).
9. Relatório Interno do IPEN - Não publicado.
10. *Manual on Electron Metallography Techniques*. ASTM - Cap. I. Procedure for Standard Replications Techniques for Electron Microscopy - Task Group E.04.11.02 (1973), 1.
11. Mc GILLIS, D.A. VLSI Technology. McGraw-Hill. Ed. S.M. Sze. Cap. 7. (1983), 267.

12. KARL-HEINZ PUCH, et al. Z. Metallkde. Bd 75 (1984), H2, 133.
13. BARRETT, C. e MASSALSKY, T.B. *Structure of Metals*. 3rd Revised edition. Pergamon Press. Crystallographic Methods, Principles and Data. International Series on Materials and Technology, Volume 35, Cap. 9. (1980), 139.

CAPÍTULO VI

RESULTADOS E DISCUSSÕES

1. MICROESTRUTURA INICIAL

O material recebido possui microestrutura parcialmente recristalizada (PR), composta de grãos recristalizados, grãos não recristalizados contendo sub-grãos em seu interior e inclusões ricas em Fe e Si (impurezas oriundas do processo de solidificação da liga), figura VI.1(a) e (b). Na tabela VI.1 encontram-se os parâmetros microestruturais relativos à estrutura dos grãos.

Além das inclusões, medindo na faixa de 2 a 20 μm , o material apresenta ainda partículas menores, as quais podem ser observadas em microscópio eletrônico de transmissão: partículas intermediárias (dispersóides) medindo na faixa de 0,01 a 0,5 μm e partículas finas (precipitados endurecedores) medindo na faixa de 0,001 e 0,5 μm . Os dispersóides encontram-se distribuídos heterogeneamente, geralmente em contornos de grãos e sub-grãos e são compostos de Al-Zr¹. Essas partículas originam-se da segregação de Zr em dendritas durante a solidificação do lingote e precipitam à alta temperatura durante o tratamento de pré-aquecimento do mesmo. A função dessas partículas na liga é controlar a taxa de recristalização; atuando como barreira ao movimento dos contornos de grãos e sub-grãos, durante o tratamento térmico de recristalização após deformação¹⁻⁴. As partículas finas são produzidas por tratamentos térmicos de acordo com o modelo clássico: solubilização \rightarrow supersaturação \rightarrow envelhecimento. Essas partículas são responsáveis pelo elevado nível de resistência mecânica encontrados nessas ligas.

O material de microestrutura PR será utilizado como referência para estudos posteriores, relativos ao comportamento mecânico e aos mecanismos de deformação e fratura, em materiais com microestruturas recristalizadas (R_x) e não recristalizada (NR), produzidas por tratamentos termomecânicos em laboratório.

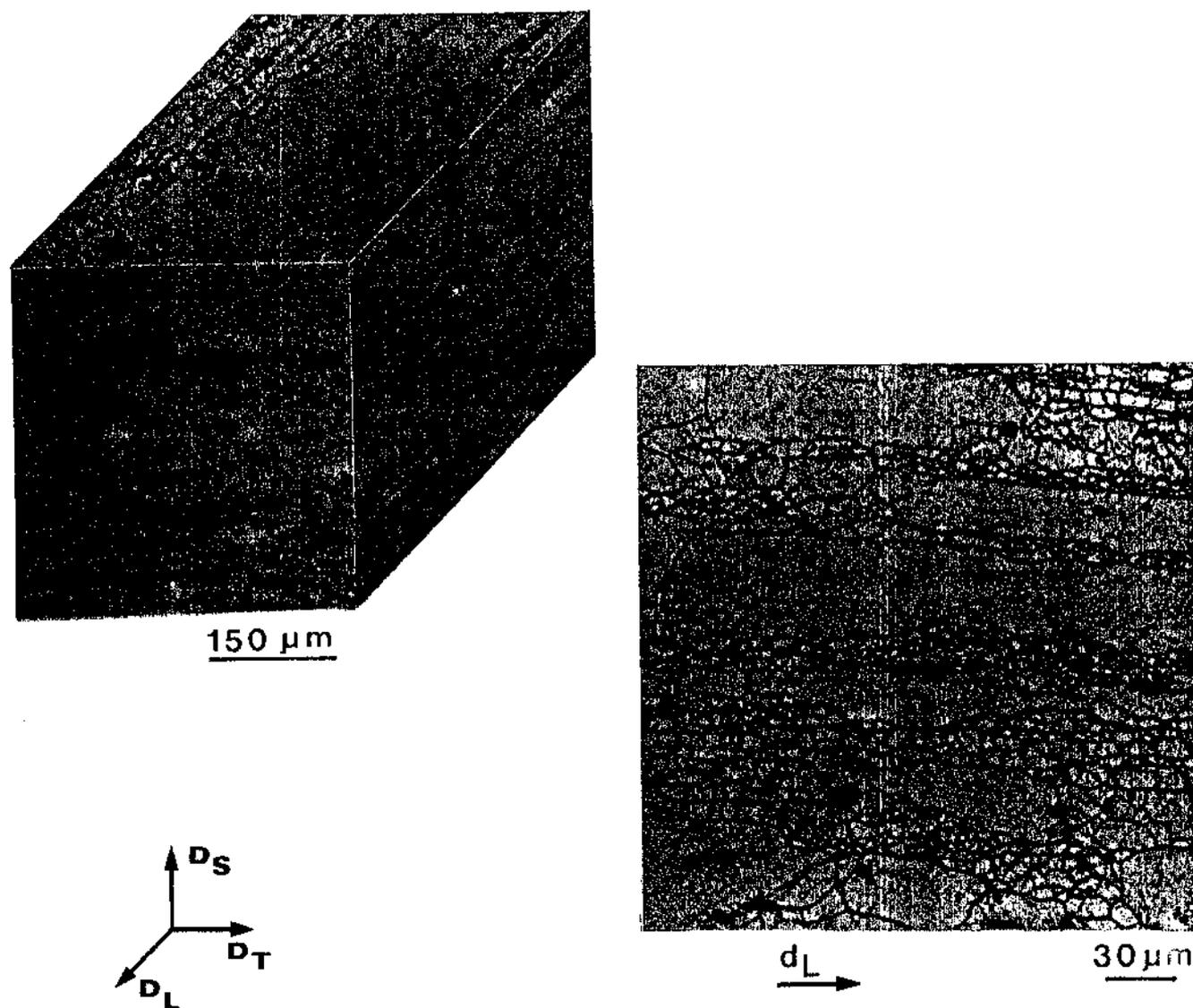


Figura VI.1 - Microestrutura da liga 7050-PR. (a) Detalhe mostrando sub-grãos (b).

TABELA VI.1 - Parâmetros microestruturais das ligas 7050-PR - \bar{D} - tamanho médio dos grãos.

TAMANHO/DIREÇÃO	\bar{D}_L	\bar{D}_S	\bar{D}_T
Grãos R (μm)	30 a 300	30 a 90	20 a 300
Grãos NR (μm)	0	0	0
Sub-grãos (μm)	3 a 15	-	-
Fração de sub-grãos (%)		63	

2. TRATAMENTO TERMOMECÂNICO (TTM)

Como o material recebido já possuía uma estrutura trabalhada por laminação, foi realizado previamente um tratamento térmico de homogeneização ($480^{\circ}\text{C} \times 12\text{h}$) a fim de eliminar a orientação da estrutura. Nessas condições o material apresentou uma estrutura de grãos grosseiros equiaxiais medindo aproximadamente entre 500 a 1000 μm .

2.1. TTM Preliminar

Três amostras do material homogeneizado foram processadas segundo os esquemas de TTM mostrados na figura V.1 e tabela V.7. As temperaturas de laminação utilizadas para cada amostra foram 400, 300 e 200°C , utilizando reaquecimento de 2 a 4 min entre cada passe. O aquecimento que precedeu a laminação ($480^{\circ}\text{C} \times 1\text{h}$) foi realizado com o objetivo de deformar o material em estado solubilizado, assim, antes do início da laminação o material apresentava somente partículas insolúveis: dispersóides heterogeneamente distribuídos e inclusões. O material processado segundo este esquema apresentou, após tratamento térmico de solubilização / recristalização, grande heterogeneidade microestrutural na direção transversal à espessura. Para todas as temperaturas de laminação utilizadas, a microestrutura se constituiu de grãos recristalizados na superfície e de um núcleo parcialmente recristalizado apresentando sub-grãos dentro dos grãos não recristalizados. Devido a esta heterogeneidade não foi possível quantificar os parâmetros microestruturais relativos ao tamanho dos grãos.

As evidências experimentais mostraram que a ocorrência de heterogeneidade na microestrutura foi decorrente basicamente de dois fatores: insuficiente redução por passe na laminação e cone de laminação muito pequeno. Este último fator está associado ao pequeno diâmetro dos cilindros do laminador de laboratório, o qual dificulta a obtenção de microestrutura homogênea na seção transversal do laminado. No entanto grandes reduções por passe podem minimizar este efeito. É interessante acrescentar que mesmo em laminadores industriais a heterogeneidade microestrutural entre superfície e núcleo do produto laminado não é totalmente eliminada¹.

O comportamento das ligas de alumínio de alta resistência com relação ao encruamento, recuperação e recristalização, durante e após a laminação a quente, é difícil de prever. Além dos parâmetros de processamento (quantidade, taxa e temperatura de deformação) o processo de restauração da microestrutura depende fundamentalmente da presença de partículas de 2ª fase. Em particular, é fenomenologicamente conhecido que⁵⁻⁸, enquanto partículas grosseiras e largamente espaçadas promovem a nucleação da recristalização, devido a produção de relativamente alta densidade de núcleos ativos, partículas finas e pouco espaçadas decrescem a quantidade desses núcleos e impedem o crescimento de regiões recristalizadas. A definição quantitativa de partículas grosseiras ou finas depende de fatores como severidade de deformação, resistência das partículas e fração volumétrica⁸⁻⁹.

Tomando como base as experiências preliminares, relativas ao efeito da temperatura e da quantidade de redução por passe na laminação, e os efeitos provocados pelas partículas de 2ª fase na recristalização, ficou caracterizado a necessidade de:

i. Para obtenção de material com microestrutura recristalizada:

- realizar a laminação com maiores reduções por passe e maior redução total;
- produzir no material, previamente à laminação, uma dispersão de partículas grosseiras através de um tratamento térmico de superenvelhecimento que favoreça o processo de recristalização

ii. Para obtenção do material com microestrutura não recristalizada:

- realizar a laminação com maiores reduções por passe;
- laminar em temperatura elevada a fim de favorecer recuperação dinâmica;
- reaquecimento entre passes mais prolongados, a fim de favorecer a recuperação estática parcial da estrutura deformada, minimizando assim a concentra-

- ção de deformação na superfície do laminado;
- utilizar aquecimento lento (em patamar) no tratamento térmico de solubilização após laminação, a fim de favorecer a recuperação frente a recristalização.

2.2. Obtenção de Microestrutura Recristalizada (R)

O TTM utilizado para obtenção de material com microestrutura recristalizada está representado na figura V.2. Os procedimentos adotados visam obter uma microestrutura de grãos finos recristalizados, utilizando partículas grosseiras como nucleadoras da recristalização, já que somente por efeito de deformação, à baixa temperatura (200°C), não foi possível obter a microestrutura completamente recristalizada. Essas partículas são introduzidas no material através de um tratamento térmico de superenvelhecimento (TTSE) adequado, o qual antecede a laminação em temperatura abaixo da de recristalização. Posterior tratamento térmico conduz simultaneamente à recristalização e solubilização das partículas precipitadas.

A combinação do tempo e temperatura utilizada foi escolhida em função dos resultados obtidos por Wert et al⁸ em liga de alumínio de alta resistência tipo 7075. As diferenças desta liga com relação à 7050 é que esta última possui Zr no lugar de Cr e Mn (elementos utilizados com a mesma finalidade; o de controlar a taxa de recristalização) e 0,5% a mais de Cu.

Com o material em estado superenvelhecido (400°C x 8h), foram laminadas duas placas à 250°C com reaquecimento à mesma temperatura entre cada passe. O material denominado R_1 foi laminado em 9 passes com redução total na espessura de 70% e o material R_2 em 10 passes com redução total de 80%. Os esquemas de reduções utilizados encontram-se na tabela V.3 (a) e (b) respectivamente.

As microestruturas resultantes dos TTM's utilizados estão representadas nas figuras VI.2(a) e VI.3(a) e os parâmetros quantitativos relativos à estrutura dos grãos encontram-se nas tabelas VI.2 e VI.3 para os materiais R_1 e R_2 respectivamente. Como

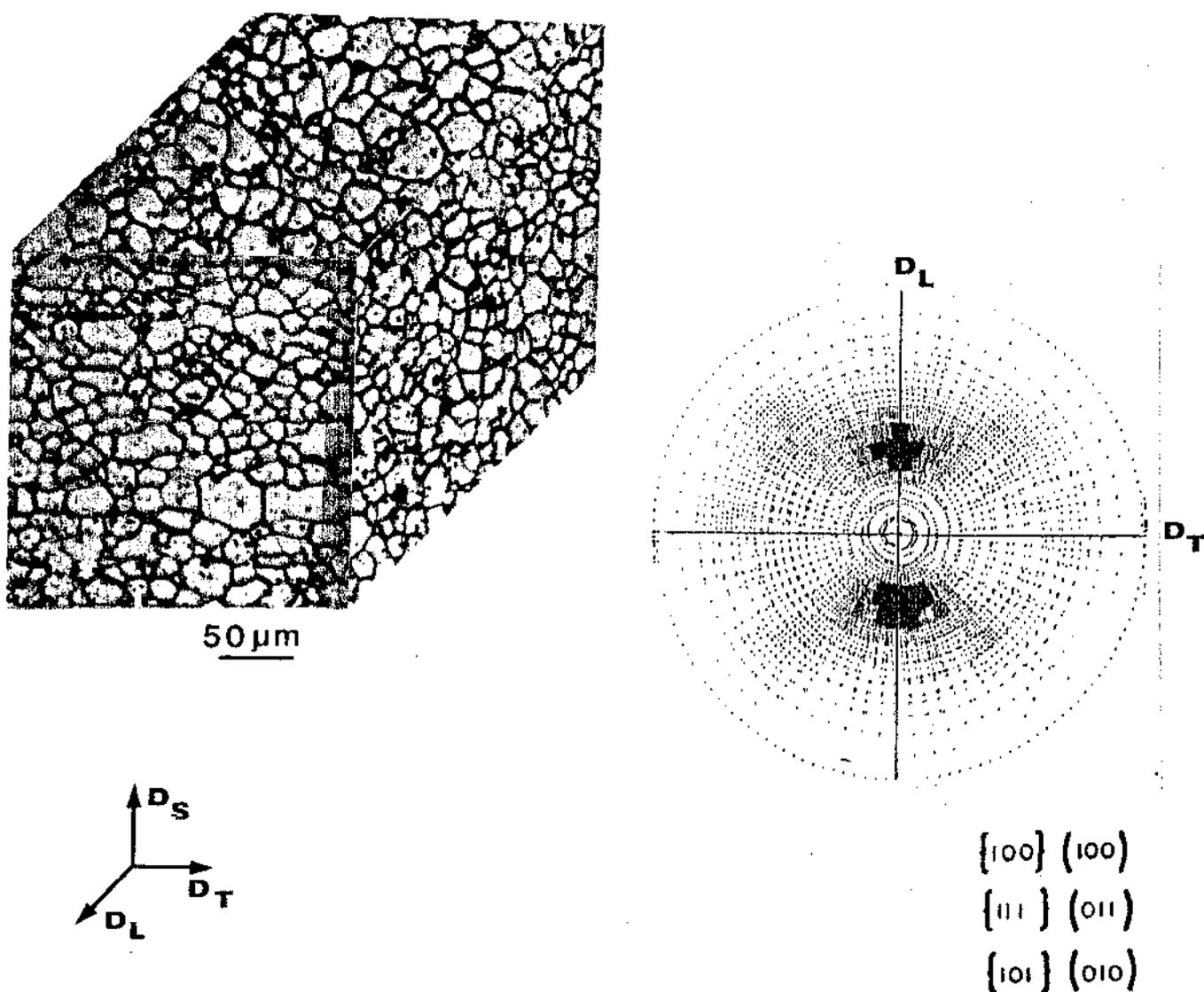


Figura VI.2 - Microestrutura (a) e textura cristalográfica (b) da liga 7050-R₁.

TABELA VI.2 - Parâmetros microestruturais da liga 7050-R₁. \bar{D} - Diâmetro médio dos grãos.

TAMANHO/DIREÇÃO	\bar{D}_L	\bar{D}_S	\bar{D}_T
Grãos R (μm)	30	21	27
Grãos NR (μm)	0	0	0
Sub-grãos (μm)	0	0	0
Fração Recristalizada (%)		100	

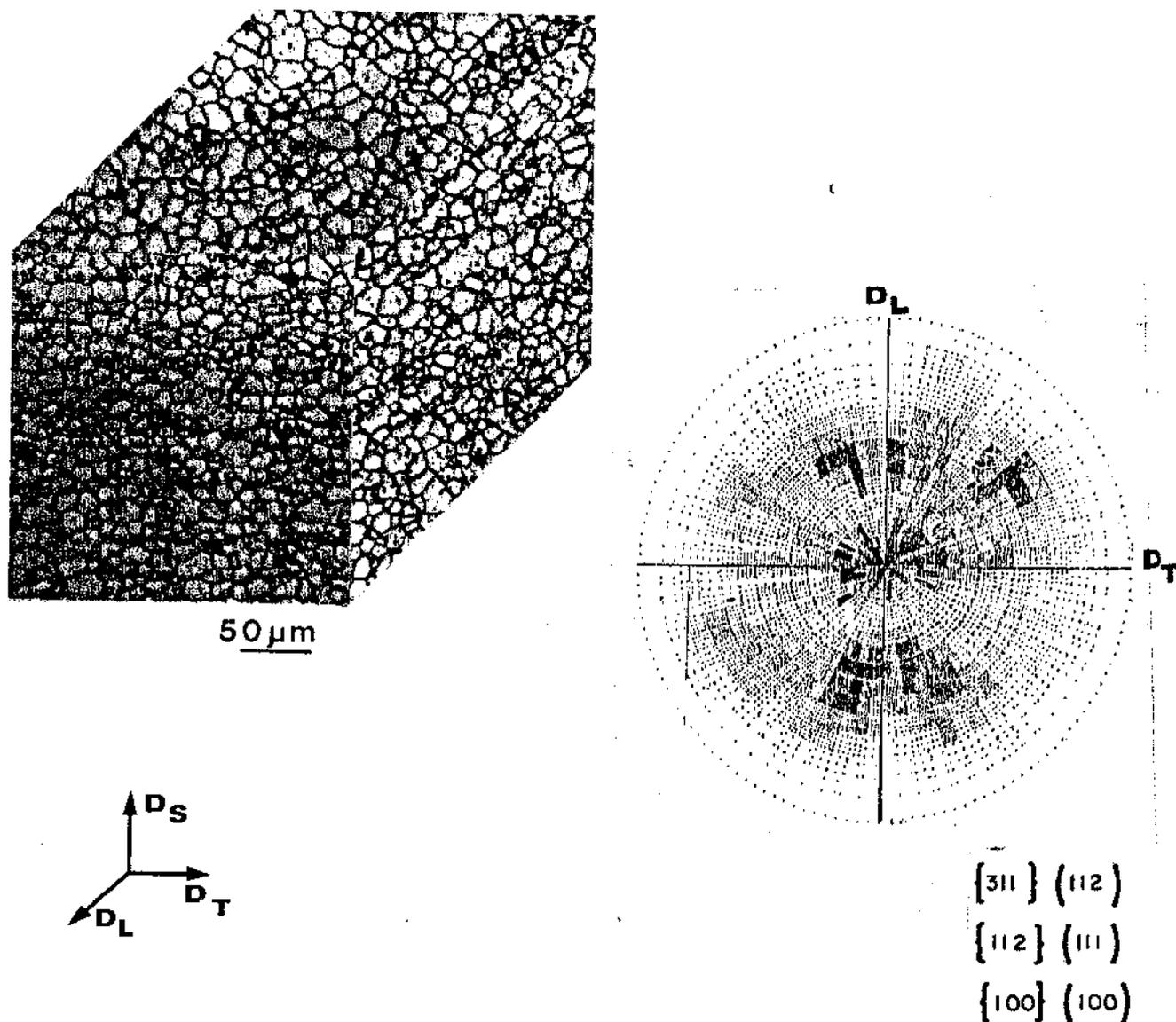


Figura VI.3 - Microestrutura (a) e textura cristalográfica (b) da liga 7050-R₂

TABELA VI.3 - Parâmetros microestruturais da liga 7050-R₂. \bar{D} - diâmetro médio dos grãos.

TAMANHO/DIREÇÃO	\bar{D}_L	\bar{D}_S	\bar{D}_T
Grãos R (μm)	20	16	17
Grãos NR (μm)	0	0	0
Sub-grãos (μm)	0	0	0
Fração recristalizada (%)		100	

era de se esperar o material mais deformado (80% de redução na espessura) apresentou grãos recristalizados mais finos, já que a possibilidade de gerar mais núcleos aumenta com a energia armazenada. Associado à diferença de tamanho de grãos os materiais R_1 e R_2 apresentaram também textura cristalográficas distintas:

Material R_1 - {100} |100| - maior ocorrência
 {111} |011|
 {101} |011|

Material R_2 - {311} |112| - maior ocorrência
 {112} |111|
 {100} |100|

As orientações entre chaves indicam os planos paralelos à direção de laminação e as entre colchetes os planos perpendiculares. A análise é semi-quantitativa, sendo as orientações apresentadas acima colocadas em ordem de maior ocorrência.

- *Investigação da origem da microestrutura recristalizada*

A origem da recristalização em ligas é consequência direta da natureza da estrutura de deformação produzida no material. Se em particular a liga contém partículas de 2ª fase, é necessário um conhecimento detalhado da estrutura de discordâncias formada em torno dessas partículas para entender como as mesmas estimulam a nucleação da recristalização.

Humphreys⁸ elaborou um modelo teórico no qual descreve a origem das zonas de deformação em torno de partículas indeformáveis. De acordo com este modelo são formados pequenos sub-grãos devido à rotação local da matriz, necessária para acomodar a deformação na interface partícula/matriz, como mostrado esquematicamente na figura III.13.

Durante os primeiros estágios de recozimento, Humphreys observou, experimentalmente, que os núcleos de recristalização originam-se do crescimento não uniforme desses sub-grãos por um processo semelhante ao de poligonização (figura VI.4). Este método de crescimento é termodinamicamente favorecido pois o núcleo pode

crescer com um aumento mínimo de energia de superfície²¹⁻²³.

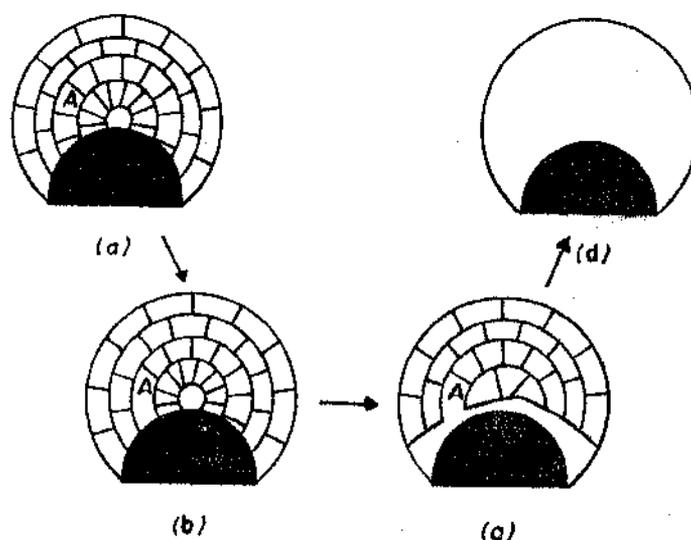


Figura VI.4 - Comportamento das zonas de deformação durante os estágios iniciais de nucleação da recristalização⁸.

Após que a zona de deformação tenha sido consumida, o núcleo recristalizado deve ser suficientemente grande para romper a força retardadora devido a energia de superfície do contorno de grão, de maneira que:

$$r > 2\gamma / E_d \quad (1)$$

onde: r - raio de núcleo recristalizado;
 γ - energia de superfície de contorno de grãos
 E_d - energia armazenada pela deformação.

Supondo que o raio do núcleo recristalizado seja aproximadamente a metade do diâmetro da partícula, teoricamente pode-se esperar um diâmetro crítico de partícula da ordem de 1 μm , utilizando a equação (1) e valores de $E_d = 6 \text{ erg/g átomo}$ e $\gamma = 625 \text{ erg}$

cm^{-2} . Este valor está de acordo com os resultados experimentais obtidos por Humphreys⁸ em ligas de alumínio contendo partículas de Si, deformadas por laminação com 50% de redução na espessura, no qual o espaçamento médio entre partículas, maiores ou igual a $1 \mu\text{m}$, é aproximadamente igual ao tamanho médio dos grãos recristalizados.

Por outro lado Wert et al⁹, estudando a recristalização em uma liga de alumínio tipo 7050, deformada por laminação com 85% de redução na espessura, submetida previamente a diferentes tratamentos térmicos de superenvelhecimento (contendo portanto diferentes diâmetros de partículas), encontrou o menor tamanho médio de grãos recristalizados para a liga contendo um tamanho crítico de partículas de $0,75 \mu\text{m}$. Os autores relacionaram a densidade de partículas, com tamanho maior ou igual a este diâmetro, com a densidade de grãos recristalizados. No entanto, a relação obtida foi de 10 partículas para cada grão recristalizado. Eles justificam seus resultados argumentando que pode ter ocorrido crescimento de grãos durante o tratamento térmico, ou ainda que em somente 10% das partículas a nucleação tenha sucesso.

A fim de examinar a origem da recristalização na liga estudada, foram realizadas observações em Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET) em diferentes etapas do TTM: após tratamento térmico de superenvelhecimento; após laminação com 80% de redução na espessura e; após aquecimento à 400 e 480°C durante 100 e 300 s. Além disto foram observadas amostras deformadas utilizando a técnica de recristalização *in situ* nas temperaturas de 350 a 450°C .

- Estado superenvelhecido

Na condição superenvelhecida (480°C x 8h) o material apresentou, além dos dispersóides, que aparentemente não sofreram modificações quanto ao tamanho e distribuição, duas fases de equilíbrio distintas: precipitados de equilíbrio θ , formados provavelmente de Mg Zn_2 ¹⁻², possuindo forma esférica com diâmetro médio de 500 \AA e fração volumétrica de 0,034, (figura VI.5(a)) e; precipitados de equilíbrio T ($\text{Mg}_3 \text{Zn}_3 \text{Al}_2$)^{1,10}. Esta última fase apresenta-se com uma distribuição grosseira possuindo a morfologia

irregular mostrada na figura VI.5(b), com dimensões variando entre 0,5 a 1,5 μm .

- Estado deformado

A observação em MET de amostras deformadas com 80% de redução na espessura mostrou que a matriz é formada de subgrãos bem definidos, possuindo forma alongada, medindo aproximadamente 0,5 μm na direção transversal à de laminação e 2,0 μm na direção longitudinal (figura VI.6(a)). No entanto, nas vizinhanças das partículas a estrutura de deformação foi significativamente diferente, como pode ser visto pela figura VI.6(b). Essas regiões apresentaram um grande número de pequenas células medindo aproximadamente entre 0,1 a 0,2 μm , sendo que o contraste revelado por essas células indicam que as mesmas ocorrem frequentemente em grupos de orientações similares.

- Estado recozido

Essas amostras foram retiradas do material deformado por laminação e posteriormente aquecidas instantaneamente em banho de sal à 400 e 480°C por 100 e 300s. Em seguida as mesmas foram resfriadas bruscamente em água.

Observações em MET de amostras recozidas à 400°C por 100 e 300s mostraram uma microestrutura parcialmente recristalizada, contendo grãos recristalizados equiaxiais, com algumas regiões de sub-grãos, e precipitados de equilíbrio. No entanto, devido ao estágio avançado de recristalização, não foi possível verificar a origem do processo. Na condição de tratamento térmico à 480°C por 100s a microestrutura já está totalmente recristalizada e não se observa precipitados de equilíbrio, indicando que o processo possui uma cinética muito rápida.

- Amostras recristalizadas "in situ" em MET

As amostras deformadas por laminação foram aquecidas diretamente em MET utilizando estágio quente com rotação em um

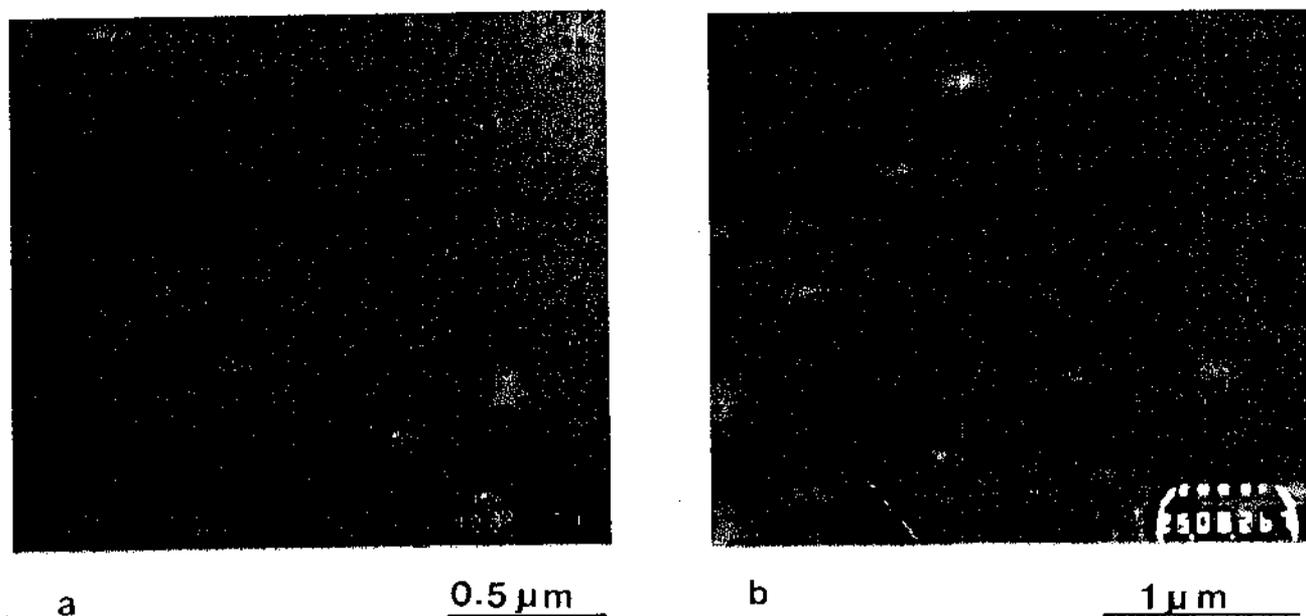


Figura VI.5 - Microestruturas obtidas em MET mostrando a distribuição de precipitados de equilíbrio na liga 7050 envelhecida a 400°C x 8h, (a) fase θ e (b) fase T.

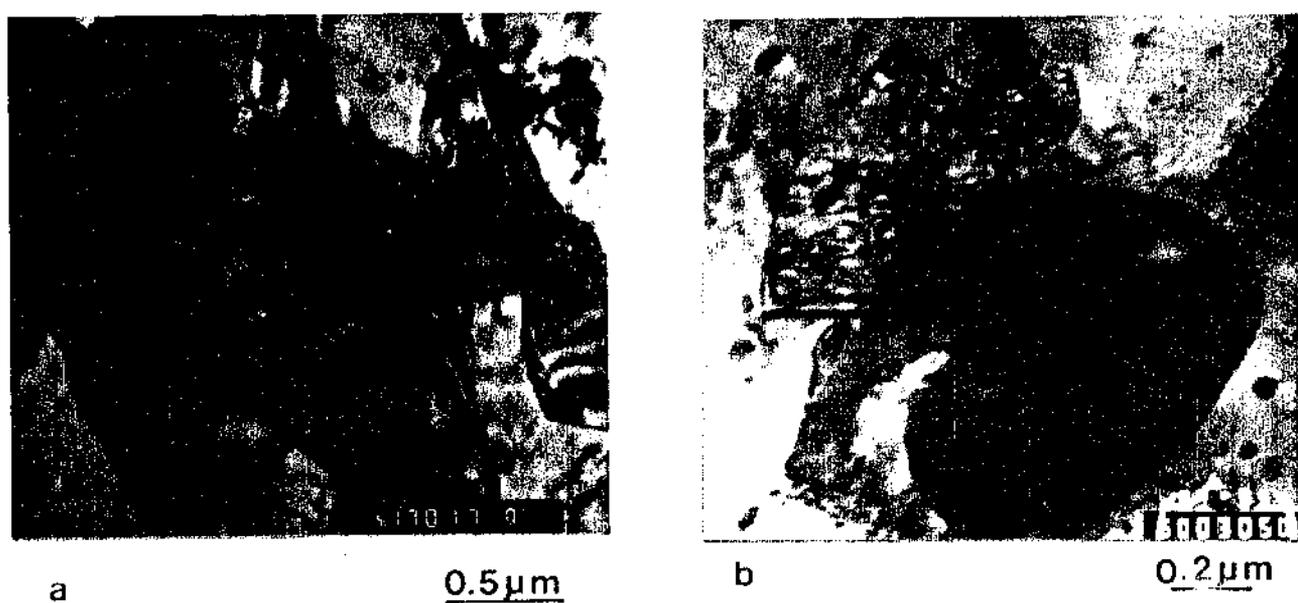
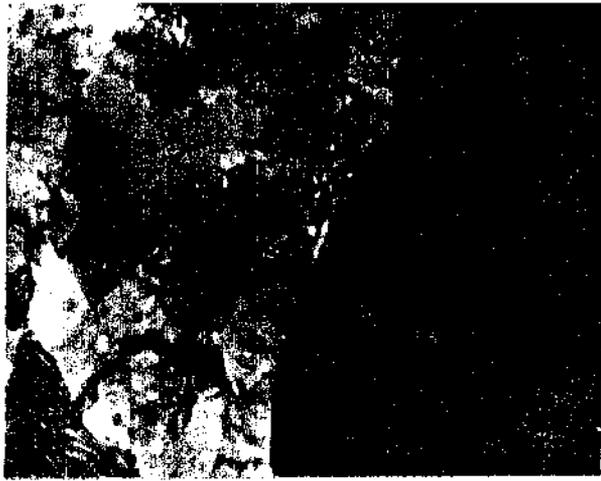


Figura VI.6 - Microestruturas obtidas em MET mostrando a estrutura de deformação da liga 7050 SE laminada com 80% de redução (a) Sub-grãos. (b) células em torno da partícula.

único eixo. O recozimento foi realizado inicialmente a 350°C e posteriormente a temperatura foi aumentada para 400°C e 450°C . A 350°C a estrutura de deformação da matriz apresenta-se relativamente estável, no entanto ao redor das partículas pode-se notar o início de um processo de recuperação: grupos de células formadas em torno das partículas crescem e discordâncias individuais se juntam, diminuindo localmente a densidade de deformação. Com o aumento da temperatura as células desaparecem dando lugar a um contorno de alto ângulo, formando um núcleo de recristalização. Isto pode ser confirmado por difração em área selecionada, a qual mostrou uma desorientação relativa nesta interface maior que 10° . A sequência de micrografias mostradas na figura VI.7 ilustram o mecanismo observado.

Pelas observações realizadas, o núcleo de recristalização foi formado por um grupo de células com orientações similares sendo que após formado o contorno o núcleo teve seu crescimento interrompido, provavelmente por partículas menores que o tamanho crítico de Zener^{5,12}. Tais partículas podem ser observadas na micrografia da figura VI.7. Em contradição com as previsões teóricas e observações experimentais realizadas por Humphreys⁸, na liga estudada o núcleo de recristalização formado foi muito menor ($\sim \frac{1}{3}$) do que o diâmetro da partícula que o originou. Este fato possivelmente pode ser explicado pela presença, nesta liga, de uma dispersão adicional de partículas finas, incluindo precipitados de equilíbrio θ e dispersóides, os quais exercem um efeito de ancoramento do contorno.

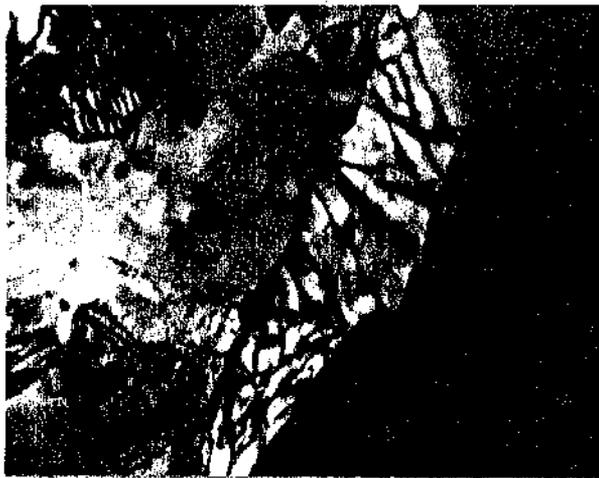
Com posterior aumento de temperatura, para 450°C , as partículas mais finas, precipitadas na matriz dissolveram-se completamente dando lugar a um crescimento extremamente rápido do núcleo de recristalização, formando um grão recristalizado de tamanho considerável. No entanto, o processo de recristalização observado não ocorreu homoganeamente em toda área analisada. Algumas regiões apresentaram grãos recristalizados pequenos e, em outras, a recristalização não se completou. Esta heterogeneidade pode ser explicada pela dificuldade inerente do crescimento de grãos em folhas finas⁸⁻¹¹. Em amostras compactas o fenômeno de crescimento de grão é sempre mais pronunciado, devido à curvatura extra do contorno de grão em amostras tridimensionais. Como verificado an-



a

0.5 μm

b

0.5 μm

c

0.25 μm

d

0.25 μm

e

0.25 μm

f

0.5 μm

Figura VI.7 - Sequência de micrografias obtidas em MET utilizando a técnica de recristalização *in situ*.

teriormente, a amostra compacta tratada à 480°C x 100s apresentou-se totalmente recristalizada.

Pelas observações realizadas é provável que as partículas grosseiras, produzidas por tratamento térmico de superenvelhecimento, exerçam um papel preponderante no mecanismo de nucleação da recristalização, formando um maior número de núcleos aptos a recristalizar, e conseqüentemente produzindo menor tamanho de grãos recristalizados no material.

2.3. Obtenção de Microestrutura não Recristalizada

O TTM utilizado para obtenção de material com microestrutura não recristalizada (NR) está representado esquematicamente na figura V.3. O material previamente solubilizado à 480°C x 30 min, foi resfriado à 400°C e laminado em 6 passes com reaquecimento de 5 a 10 min entre passes, de modo a manter a mesma temperatura em todos os passes. O material sofreu uma redução total na espessura de 86,8% de acordo com o esquema de passes mostrado na tabela V.4.

Posterior tratamento térmico de solubilização, à 480°C x 30 min, utilizando uma taxa de aquecimento de 1°C/min, após 350°C com patamares de 30 min à 350, 400 e 450°C, conduziu à obtenção de microestrutura representada na figura VI.8. Os parâmetros microestruturais relativos à estrutura dos grãos encontram-se na tabela VI.4. A microestrutura é composta de grãos não recristalizados, alongados na direção de laminação, apresentando comprimento médio maior que 1500 µm na direção longitudinal (D_L) e larguras entre 20 e 40 µm na direção transversal (D_S). Após tratamento térmico de envelhecimento (120°C x 5h + 163°C x 12h) a microestrutura é caracterizada pela presença de sub-grãos dentro dos grãos não recristalizados, os quais são revelados devido ao efeito de "decoração" oriundo da precipitação em contornos de sub-grãos¹², como pode ser visto pela micrografia da figura VI.8(b). Observa-se ainda que alguns grãos não recristalizados são isentos de sub-grãos. Análises realizadas com microscópio ótico quantitativo, através de contraste (claro/escuro), mostraram que 26% dos grãos não contêm sub-grãos em seu interior.

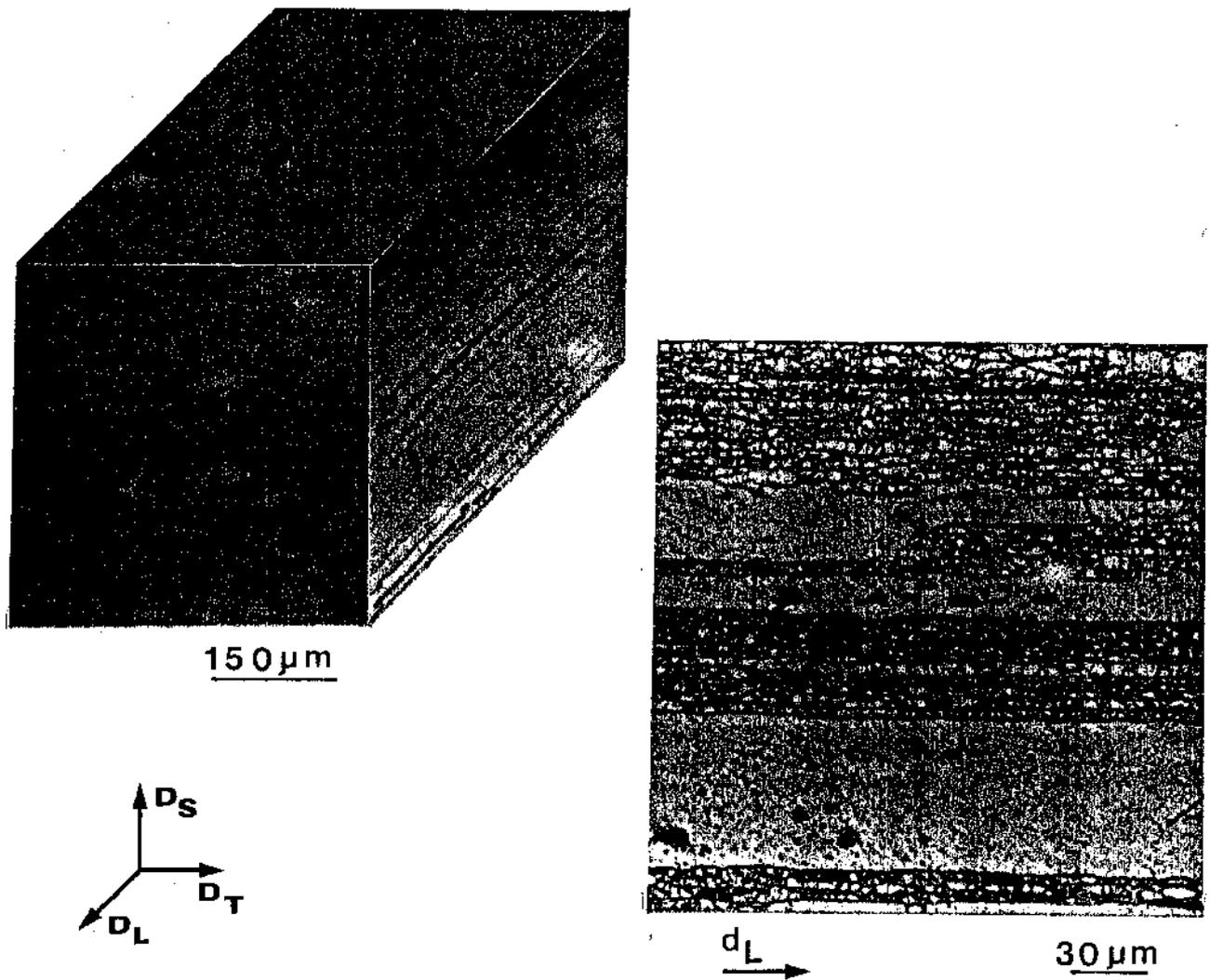


Figura VI.8 - Microestrutura da liga 7050-NR (a). (b) Detalhe mostrando sub-grãos e grãos não recristalizados.

TABELA VI.4 - Parâmetros microestruturais da liga 7050 com estrutura (NR). Estrutura dos grãos (tamanho médio)

TAMANHO/DIREÇÃO		D_L	D_S	D_T
Grãos	R (μm)	0	0	0
Grãos	NR (μm)	>1500	20 a 40	100 a 1000
Sub-grãos	(μm)	1 a 9	-	-
Fração de sub-grãos (%)			86	

Starke e Lin¹⁵⁻¹⁷ estudando TTM de ligas de alumínio 2020 e 7475 e Park¹⁴ liga 7475, têm encontrado estruturas similares denominando-as não recristalizadas. No entanto nesses trabalhos não foi realizado uma investigação aprofundada da origem da estrutura duplex encontrada (grãos não recristalizados contendo sub-grãos e isentos de sub-grãos).

- Investigação da origem da microestrutura não recristalizada

A obtenção de material com microestrutura não recristalizada, após tratamento térmico de solubilização, é muito difícil na prática devido aos numerosos fatores que intervêm durante as diversas etapas do TTM. Por um lado o material contém partículas grosseiras insolúveis, oriundas do processo de solidificação, as quais não podem ser removidas por tratamento térmico¹⁻³. Estas partículas produzem localmente uma distribuição heterogênea de deformação durante a operação de laminação e aumentam as possibilidades de recristalização na etapa subsequente de tratamento térmico de solubilização⁷⁻⁹. Além disto o material deve ser laminado a altas temperaturas com a finalidade de diminuir o potencial termodinâmico para a recristalização, mas com isto pode ocorrer precipitação durante a deformação à quente e as partículas crescerem até um tamanho crítico, no qual a nucleação da recristalização é favorecida⁶. Por outro lado, partículas menores que o tamanho crítico atuam no sentido inverso; dificultam a movimentação de contornos de baixo ângulo e de discordâncias redundantes, inibindo a nucleação da recristalização^{5-7,18-20}. Desta forma estabelece-se um processo de competição entre recuperação e recristalização de estrutura deformada durante o tratamento térmico de solubilização.

Devido a complexidade dos processos de restauração da microestrutura, foi feito um esforço no sentido de tentar entender a origem da microestrutura obtida. Para isto foram observadas em MET amostras deformadas, retiradas do plano transversal de laminação e, amostras solubilizadas e resfriadas bruscamente (estado supersaturado).

- Estado deformado

A observação em MET do material deformado por laminação à 400°C mostrou uma distribuição uniforme da deformação do tipo celular, apresentando paredes pouco definidas e emaranhado de discordâncias (*tangles*) em seu interior, como mostrado na figura VI.9(a). Esta estrutura é visivelmente diferente daquela obtida por laminação do material à 250°C, em estado superenvelhecido, o qual apresentou um grau de recuperação dinâmica mais acentuado; isto pode ser constatado comparando as figuras VI.9(a) e VI.6(a).

A distribuição da estrutura de discordâncias em materiais deformados pode ser do tipo planar, geralmente à baixas deformações, e celular à altas deformações²². A subestrutura de discordâncias do tipo celular é estabelecida em deformações da ordem de 0,2¹⁹, sendo que com o aumento da temperatura a deformação requerida para sua formação diminui, e a perfeição da célula aumenta.

Assim a razão para a aparente incoerência, encontrada nas micrografias dos materiais deformados à 400°C e 250°C, pode estar ligada ao efeito preponderante das partículas de 2ª fase precipitadas na matriz. No material laminado à 400°C, o movimento de discordâncias para as paredes de células foi provavelmente obstruído por partículas precipitadas durante o processo de laminação, já que somente por efeito da temperatura de deformação este material deveria apresentar uma estrutura com maior grau de recuperação^{19,21}.

A recuperação dinâmica está relacionada com a habilidade das discordâncias deixarem seus planos de deslizamento primário e interagir com discordâncias de outros sistemas de deslizamento, através de mecanismos mecano-termicamente ativados, tais como ascensão de discordâncias (*climb*) e deslizamento cruzado (*cross slip*). A formação de subestrutura celular está portanto ligada à capacidade das discordâncias exibirem deslizamento ondulado (*wave slip*)²⁰, o qual está associado à energia de defeito de empilhamento e à presença de partículas finamente dispersas na matriz. Em particular a presença de precipitados coerentes, os quais podem ser facilmente cisalhados por discordâncias, gerando bandas de deslizamento grosseiras e largamente espaçadas, inibem a formação de estrutura celular¹⁹. Já partículas semicoerentes e

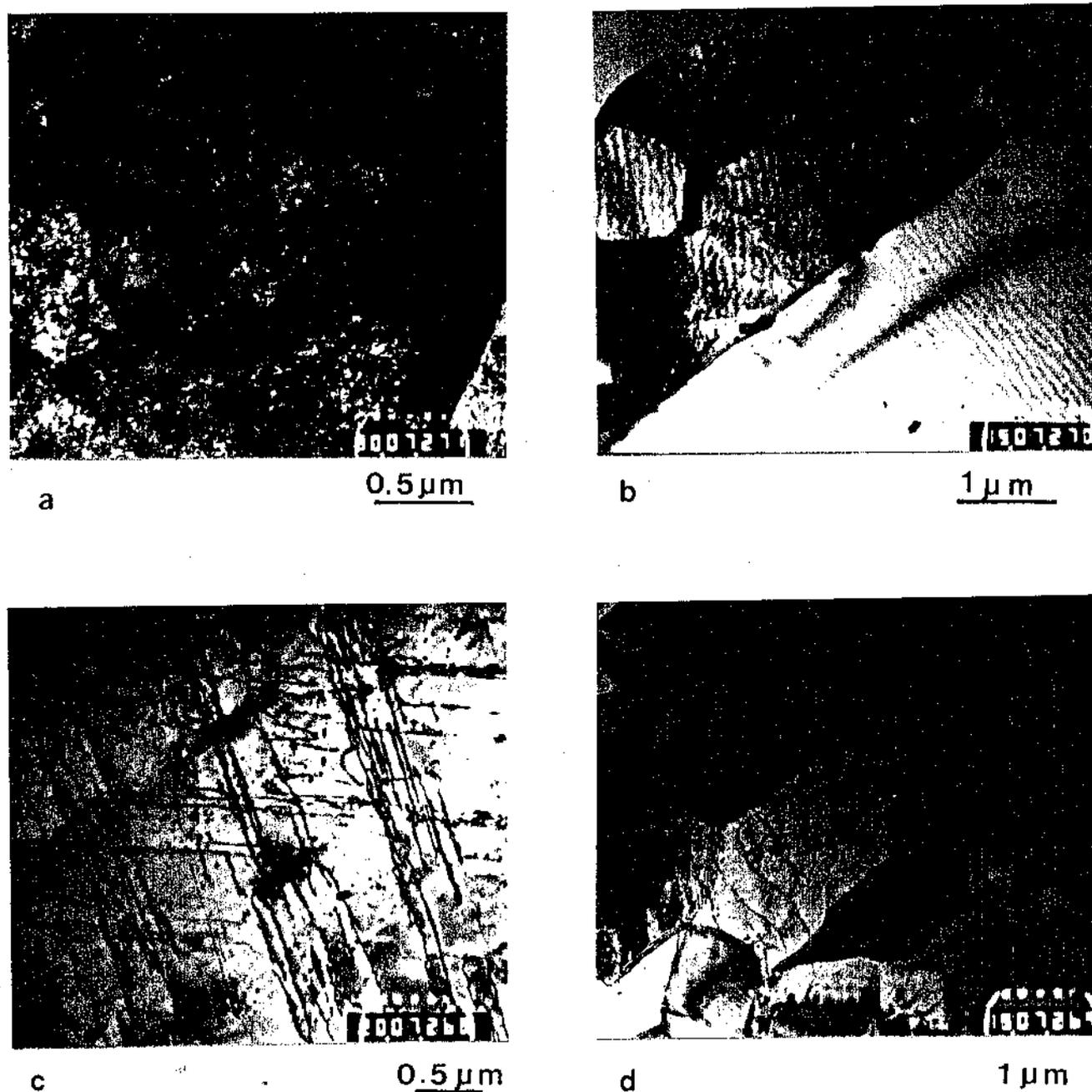


Figura VI.9 - Micrografias obtidas em MET. (a) estrutura deformada, por laminação a 400°C , do material solubilizado antes da laminação, (b) estrutura do material solubilizado após laminação, mostrando regiões de subgrãos e de grãos não recristalizados, (c) estrutura de discordâncias no grão não recristalizado, (d) detalhe da região de sub-grãos, mostrando ausência de precipitados em contornos.

incoerentes facilitam deslizamento cruzado favorecendo portanto a formação de estrutura celular. Desta forma uma precipitação diferenciada na matriz pode originar regiões com maior ou menor grau de celularidade.

- *Estado supersaturado*

Para melhor compreensão sobre a natureza dos processos de restauração da microestrutura do material, durante o tratamento térmico posterior de solubilização, foram observadas em MET amostras em estado supersaturado. Nessas condições o material apresentou duas regiões distintas, como já constatado por metalografia ótica: regiões contendo uma estrutura de sub-grãos e grãos isentos desta subestrutura, como mostrado na micrografia da figura VI.9(b). Os sub-grãos são formados por um processo no qual a subestrutura de discordâncias progride em direção a abaixar a energia armazenada pela deformação. O rearranjo procede por eliminação de discordâncias redundantes, mais próximas das paredes de célula, e as mesmas se orientam em uma forma mais ordenada. Com este processo, as paredes tornam-se mais agudas e finas e as discordâncias de seu interior são atraídas para elas, de forma que as células se poligonizam formando sub-grãos. O crescimento posterior dos sub-grãos se processa principalmente por decomposição de paredes mais fracas, através dos mecanismos de crescimento²³ e/ou rotação de sub-grãos²¹, como discutido no item II.3.2.1. O progresso da recuperação pode terminar pela competição com o processo de recristalização.

No processo de nucleação da recristalização, durante o crescimento dos sub-grãos, a mobilidade dos contornos de baixo ângulo aumenta até formarem um contorno de alto ângulo. Se o material contém uma distribuição de partículas finas, os contornos são ancorados por essas partículas e o seu movimento é obstruído atrasando a formação de contornos de alto ângulo, Doherty e Martin²⁰ sugerem que o impedimento ao movimento dos contornos de baixo ângulo deve ocorrer quando o espaçamento entre as partículas é duas vezes o diâmetro das células. Desta forma partículas finas e pouco espaçadas conduzem a um aumento da homogeneidade da deformação e dificultam o rearranjo das discordâncias para os contornos capazes de migrar, dificultando a nucleação da recristalização. No en

tanto, neste trabalho não foi possível estabelecer uma relação quantitativa, já que a presença do denso emaranhado de discordâncias no material deformado impediu uma visualização adequada das partículas presentes (figura VI.9(a)). Nesta liga a taxa de endurecimento por trabalho é muito elevada, devido à intensa precipitação de partículas, fazendo com que a observação mais detalhada da amostra deformada seja extremamente difícil.

A observação da microestrutura em MET, nas regiões isentas de sub-grãos da amostra solubilizada mostrou uma distribuição planar de discordâncias, como a apresentada na figura VI.9(c). Isto sugere que esses grãos não apresentavam no estado deformado o mesmo grau de celularidade que as regiões contendo sub-grãos. Embora não se tenha obtido evidências experimentais que permitam caracterizar precisamente a natureza dessas regiões, acreditamos que a origem dos grãos apresentando distribuição planar de discordâncias após tratamento térmico de solubilização pode estar associada a dois fatores: a presença de partículas finas (as quais são visíveis na micrografia da figura VI.9(c)), podem dificultar o processo de recuperação impedindo o movimento de discordância para outros sistemas de deslizamento e/ou, esses grãos deformam-se segundo orientações cristalográficas tais que não favoreçam a formação de sub-grãos. A observação da micrografia da figura VI.9(d) mostrando menor quantidade de precipitados na região contendo sub-grãos, mesmo em presença de subcontornos, sugere que a primeira hipótese pode ser a origem da distribuição planar de discordâncias encontradas na amostra solubilizada. A presença de ainda alta densidade de discordâncias nos grãos isentos de sub-grãos sugere que os mesmos sofreram um processo de recuperação. No entanto, não fica descartada a hipótese de que nessas regiões pode ter ocorrido recristalização saturada "in situ" devido a partículas grosseiras insolúveis, como discutido por Shewmon²⁴ e Nes⁵.

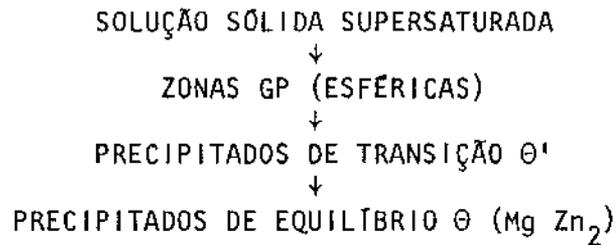
Apesar desta incerteza, a denominação de material com estrutura NR é corroborada por trabalhos em ligas de alumínio tipo 7475^{14,16} e 2020¹⁵, os quais apresentaram estruturas similares.

2.4. Tratamento Térmico de Envelhecimento

Após tratamento térmico de solubilização (TTS) os materiais com as microestruturas obtidas por TTM (R_1 , R_2 , e NR) bem como o material de partida com microestrutura PR, foram resfriados bruscamente em água à temperatura ambiente e posteriormente envelhecidos na condição normalizada T76.

Como já comentado anteriormente, o TTS teve a finalidade simultânea de restaurar a microestrutura deformada e, ao mesmo tempo, garantir uma máxima quantidade de solutos endurecedores em solução sólida. O resfriamento brusco subsequente até a temperatura ambiente, além de produzir uma solução sólida de equilíbrio metaestável, mantém um certo número de lacunas em equilíbrio, o qual depende da temperatura de solubilização e da taxa de resfriamento. Da forma geral, os maiores níveis de resistência mecânica e tenacidade estão associadas às maiores taxas de resfriamento. No entanto, a utilização de máxima taxa encontra um limite no qual distorções e aumento de tensões residuais passam a ser importante.

Os mecanismos de nucleação de partículas, ocorrendo durante o tratamento térmico de envelhecimento (TTE) a partir de solução sólida supersaturada, são de importância considerável pois determinam o grau de dispersão dos precipitados e conseqüentemente as propriedades mecânicas da liga tratada termicamente. De modo geral o envelhecimento de ligas da série 7XXX é acompanhado pela geração de zonas GP, sendo que com o aumento do tempo de envelhecimento as zonas GP crescem em tamanho e a resistência da liga aumenta²⁵⁻²⁷. O envelhecimento acima da temperatura ambiente transforma as zonas GP em precipitados de transição θ' , cujo plano basal é parcialmente coerente com o plano (111) da matriz, mas a interface entre a matriz e a direção "c" do precipitado é incoerente. Com aumento do tempo, ou da temperatura de envelhecimento os precipitados θ' transforma-se em precipitados de equilíbrio θ , os quais são completamente incoerentes com a matriz. A seqüência de precipitação depende da composição, mas geralmente, em material rapidamente resfriado e envelhecido à temperaturas entre 100 à 170°C, pode ser representado como:



Neste esquema, as zonas GP nucleiam homogeneamente e uma precipitação sequencial desenvolve-se dentro da matriz. No entanto, a presença de contornos de alto ângulo, sub-grãos e discordâncias alteram a energia livre do sistema, de tal maneira que pode ocorrer uma significativa nucleação heterogênea, ainda durante o resfriamento brusco ou no envelhecimento acima da temperatura "solvus" GP²⁵⁻²⁸. Acima desta temperatura nucleiam precipitados de transição diretamente sobre as discordâncias e, em contornos de sub-grãos, sendo que os precipitados de equilíbrio podem nuclear e crescer nos contornos de grãos. Esta nucleação heterogênea de precipitados não contribui para o aumento de resistência mecânica, mas pelo contrário, diminui a resistência máxima atingível, pois decresce a quantidade de solutos disponíveis para precipitação homogênea.

A quantidade de lacunas presentes, após resfriamento brusco, exerce um papel importante na nucleação de precipitados^{25, 27-29}. Se a taxa de resfriamento for lenta, pode ocorrer migração de lacunas para as superfícies livres, aniquilando-se, abaixando conseqüentemente a temperatura na qual as zonas GP nucleiam homogeneamente. Nestas condições os precipitados tornam-se grosseiros e conseqüentemente a resistência é diminuída. Quando a liga é exposta a uma temperatura mais elevada, do que a temperatura "solvus" GP, algumas zonas se dissolvem enquanto que outras crescem. A ocorrência de dissolução ou crescimento vai depender do tamanho das zonas e da temperatura de envelhecimento. Quando a zona GP é grande o suficiente, as mesmas transforma-se em precipitados de transição mesmo acima da temperatura "solvus" GP.

O tratamento térmico de envelhecimento foi realizado em dois estágios (120°C x 5h + 163°C x 12h) com variação de $\pm 1^\circ\text{C}$, segundo a norma SAE AMS 4085B³⁰. Este tratamento térmico foi desenvolvido para a nova geração de ligas da série 7XXX (7475, 7049, 7050), baseado no fato que a corrosão seletiva em contornos de

grãos é reduzida com o superenvelhecimento. A razão para o envelhecimento em dois estágios é que no primeiro, à temperatura mais baixa, ocorre a formação de maior quantidade de zonas GP. Essas zonas são estáveis à 163°C e transformam-se lentamente em precipitados de transição θ' e, posteriormente, em precipitados de equilíbrio θ , se o tempo de envelhecimento for suficientemente longo. Desta forma produz-se uma maior quantidade de precipitados por volume, aumentando o potencial de endurecimento da liga. Se o primeiro estágio é suprimido e o envelhecimento for realizado diretamente na temperatura mais elevada, ocorre reversão das zonas GP e conseqüentemente haverá uma quantidade insuficiente de núcleos para obter uma dispersão fina de precipitados.

Uma outra razão para este tipo de envelhecimento está ligado à formação e tamanho das zonas livres de precipitados^{21,28,30,31}. Se a liga é resfriada rapidamente, e envelhecida imediatamente em temperatura acima da linha "solvus" GP, a microestrutura apresenta uma extensa zona livre de precipitados (ZLP), vizinha aos contornos de grãos, como ilustrado esquematicamente na figura VI.10(a). Se a precipitação ainda não foi completada, o resfriamento e manutenção da temperatura um pouco abaixo da linha "solvus" GP, durante um certo tempo, com posterior envelhecimento à temperatura inicial, produz no material uma precipitação fina como a mostrada na figura VI.10(b)³².

Este exemplo mostra a importância de um aquecimento inicial abaixo da temperatura "solvus" GP; abaixo desta temperatura são formados "clusters" ou zonas GP. Se a liga é subsequentemente envelhecida a uma temperatura mais elevada, esses "clusters" transformam-se em precipitados intermediários ou se dissolvem, dependendo se os mesmos são respectivamente maiores ou menores que um tamanho crítico. A nucleação abaixo da temperatura "solvus" GP não necessita um excesso de concentração de lacunas^{33,34}, então os "clusters" podem formar-se diretamente sobre os contornos de grãos, se há uma quantidade suficiente de solutos. No entanto, como existe um perfil de excesso de lacunas próximo aos contornos de grãos e, como a taxa de difusão de soluto depende da concentração de lacunas, os "clusters" nucleados próximos aos contornos de grãos crescem menos rapidamente do que os nucleados em outras partes, onde a concentração de excesso de lacunas é maior. Con-

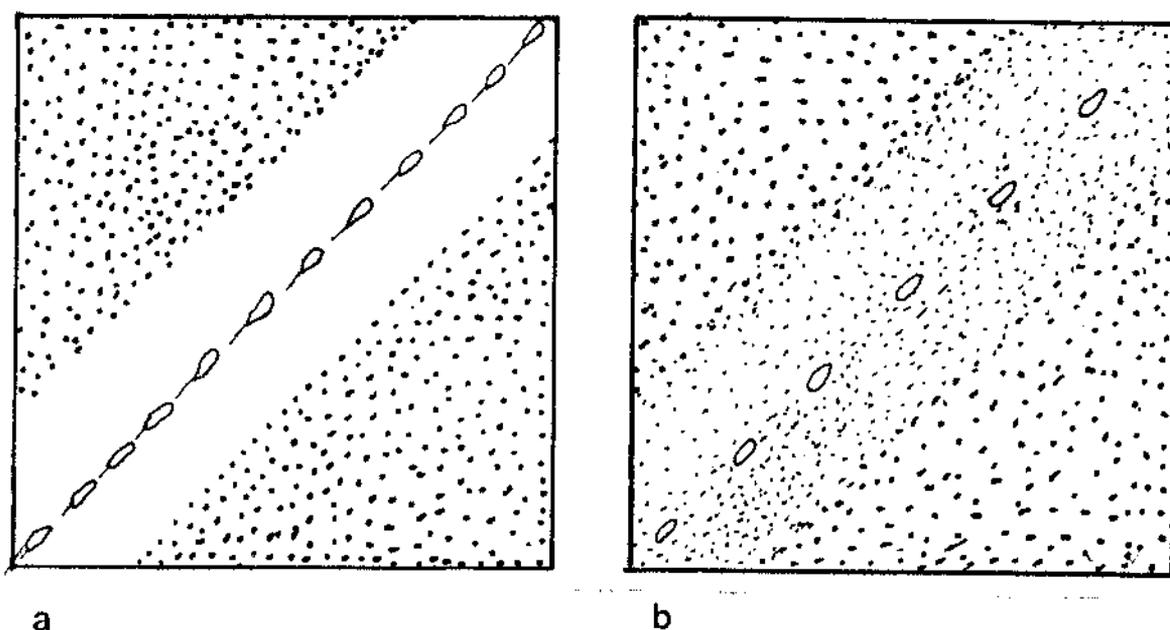


Figura VI.10 - Representação esquemática da formação de PFZ. (a) tratamento acima da temperatura "solvus" GP. (b) tratamento posterior, abaixo e acima da temperatura "solvus" GP³².

sequentemente, a largura de ZLP após o envelhecimento no segundo estágio, depende do período de tempo que a liga foi envelhecida no primeiro estágio, devido que a probabilidade de alcançar um tamanho crítico para a nucleação aumenta com o tempo.

Tendo em vista que o tratamento térmico de envelhecimento foi realizado nas mesmas condições para os materiais contendo diferentes microestruturas é de se esperar somente mudanças na distribuição e tamanho dos precipitados em função dos defeitos particulares de cada uma das microestruturas, tais como: contornos de baixo e alto ângulo e densidade e distribuição de discordâncias. Assim, examinou-se em MET a distribuição de precipitados na matriz (em regiões contendo grãos recristalizados, grãos não recristalizados e sub-grãos) e nos contornos de grãos e sub-grãos. As micrografias das figuras VI.11 à VI.14, obtidas no plano de ob-

servação (011) em campo escuro e claro (nos contornos), mostram a distribuição típica de precipitados e as tabelas VI.5 à VI.8 os parâmetros microestruturais relativos à esta distribuição, para os materiais contendo microestruturas PR, NR, R_1 e R_2 , respectivamente.

- *Precipitação na Matriz*

Os precipitados encontrados no interior dos grãos recristalizados apresentam-se homogeneamente distribuídos na matriz e possuem forma aproximadamente esférica, com diâmetro médio em torno de 200 Å. Essas partículas são caracterizadas como precipitados de transição θ ,^{27,35} os quais nucleiam a partir das zonas GP, formadas durante o resfriamento brusco e/ou durante o tratamento térmico de envelhecimento abaixo da temperatura "solvus" GP (120°C para o sistema Al-Zn-Mg-Cu)¹. Em ligas resfriadas bruscamente, a partir da temperatura de solubilização, a principal fonte de nucleação são as lacunas geradas naquela temperatura²⁵⁻²⁹.

No interior dos sub-grãos percebe-se, em algumas regiões, tendência à precipitação em linha, a qual originou-se da precipitação em discordâncias. Isto ficou melhor evidenciado no material contendo menor tamanho de sub-grãos (microestrutura NR). Os precipitados encontrados no interior dos sub-grãos apresentaram um diâmetro médio 25% maior que no interior dos grãos recristalizados; esta tendência pode ser justificada pela precipitação preferencial em discordâncias, desde que as mesmas reduzem a energia livre de deformação para a nucleação²⁵.

Embury e Nicholson²⁷ estudaram detalhadamente o efeito de linhas de discordâncias em materiais temperados e sugerem dois caminhos pelos quais discordâncias afetam a nucleação: devido ao efeito isolado da discordância e por absorção pelas mesmas do excesso de lacunas da matriz. O primeiro efeito é considerado de pequena influência quando a discordância é simplesmente uma linha, mas seu efeito é significativo se as discordâncias estão presentes na forma de densas bandas de deslizamento, como é o caso mostrado na figura VI.9(c) (grão não recristalizado do material NR). O excesso de lacunas dentro dessas bandas é largamente consumido pelas discordâncias de maneira que durante o envelheci-

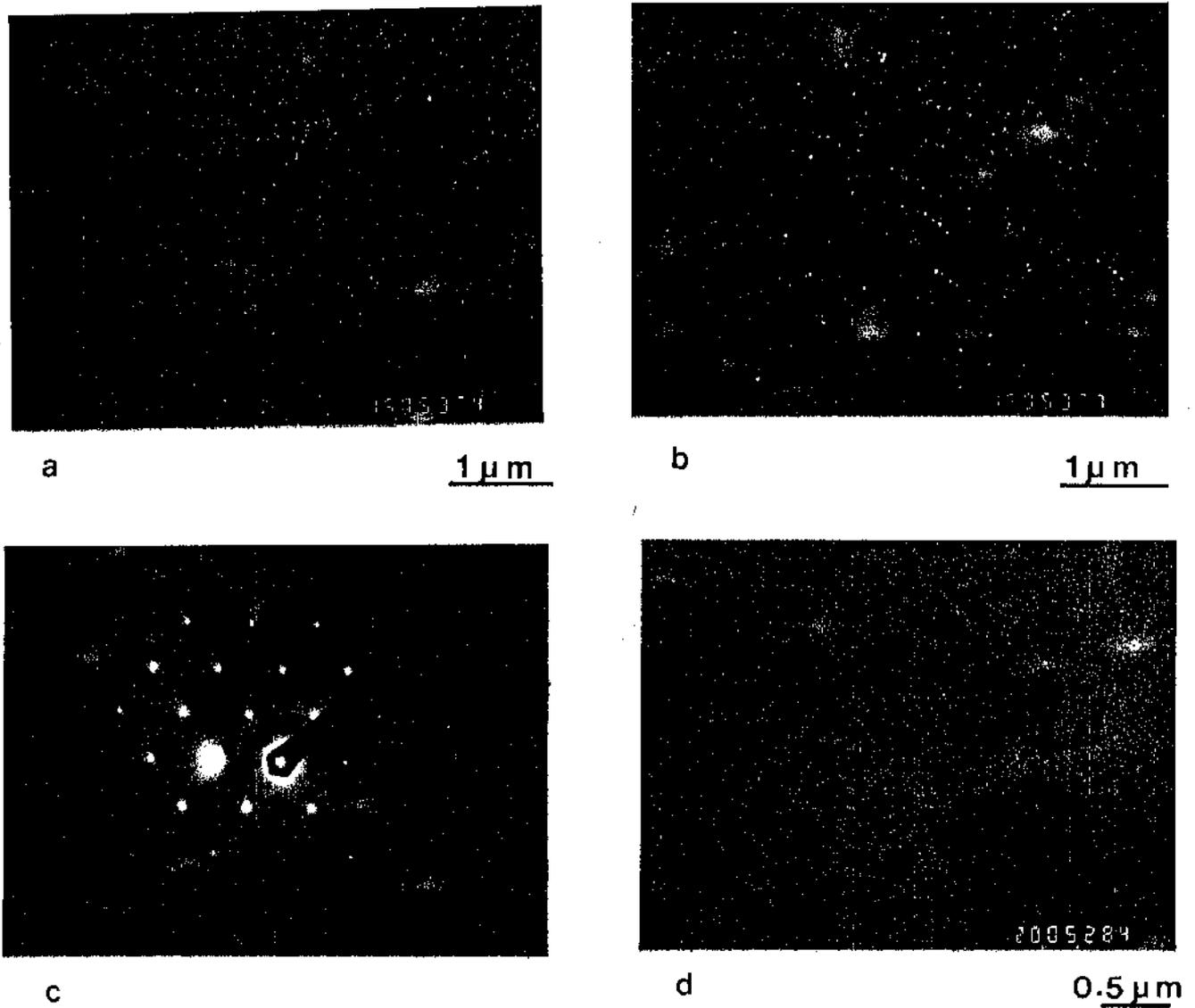


Figura VI.11 - Microestruturas da liga 7050 com microestrutura PR mostrando a distribuição de precipitados endurecedores. (a) no grão recristalizado, (b) no sub-grão. Ambas em campo escuro com o plano de observação (011) (c) padrão de difração, (d) no contorno de sub-grão.

TABELA VI.5 - Parâmetros microestruturais da liga 7050 com microestrutura PR - Precipitados endurecedores.

LOCAL/PARÂMETROS	$d(\text{Å})$	$f_v(\%)$	$\lambda(\text{Å})$	ZLP(Å)
Grãos (R)	189	1,11	1627	-230
Sub-grãos	254	1,52	1871	N obs
Contornos de sub-grãos	522	20,4	1046	-

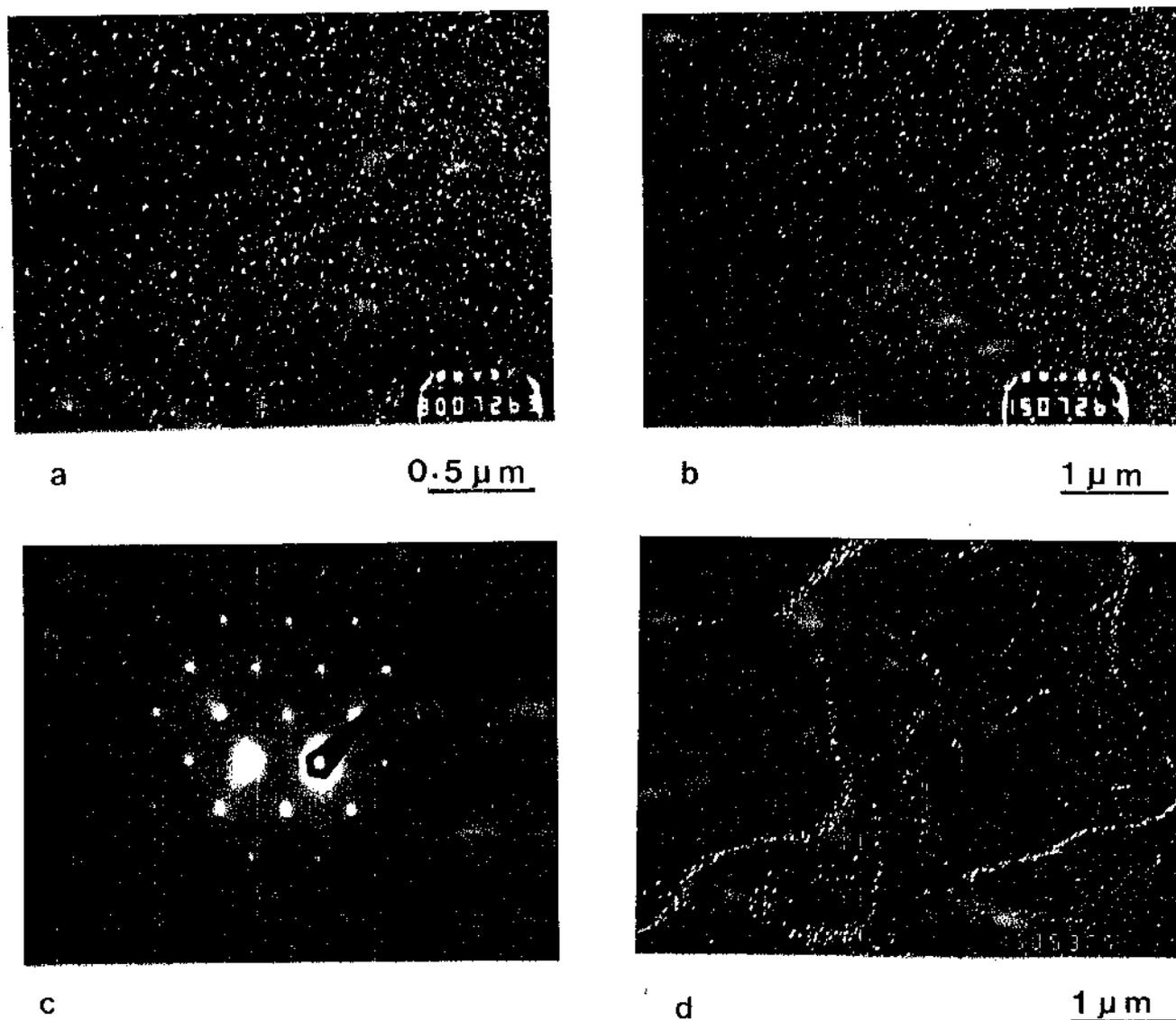


Figura VI.12 - Microestruturas da liga 7050 com microestrutura NR mostrando a distribuição de precipitados endurecedores. (a) no grão não recristalizado, (b) no sub-grão. Ambas em campo escuro com o plano de observação (011) (c) padrão de difração, (d) em contorno de sub-grão.

TABELA VI.6 - Parâmetros microestruturais da liga 7050 com microestrutura NR - Precipitados endurecedores.

LOCAL/PARÂMETROS	$d(\text{Å})$	$f_v(\%)$	$\lambda(\text{Å})$	ZLP (Å^0)
Grãos (NR)	532	5,4	2072	~ 230
Sub-grãos	280	2,1	1744	N obs
Contornos de sub-grãos	650	23,7	1223	-

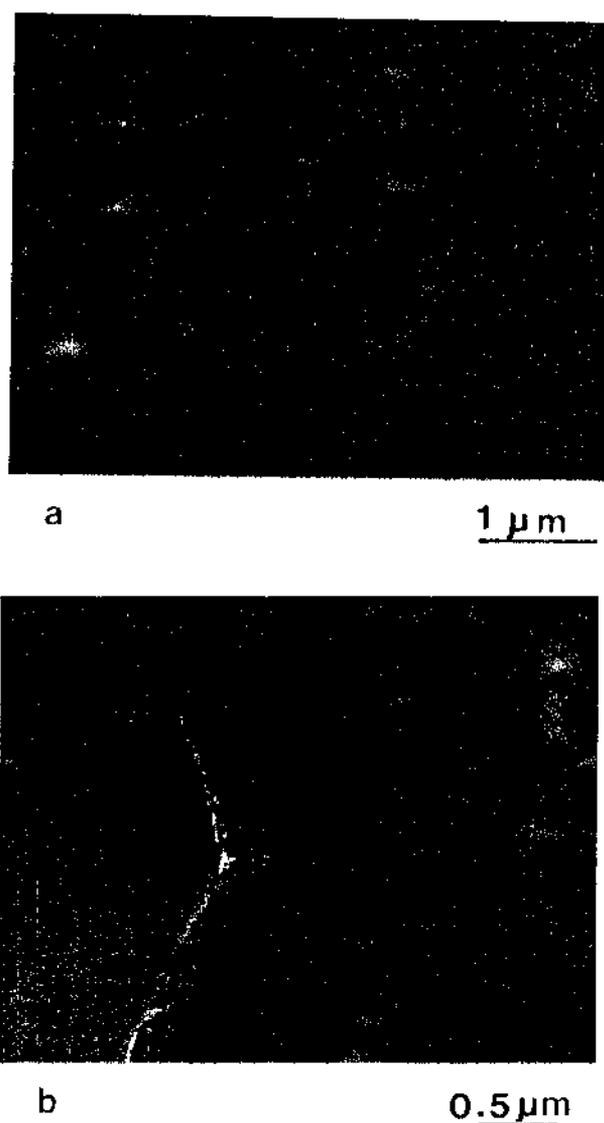
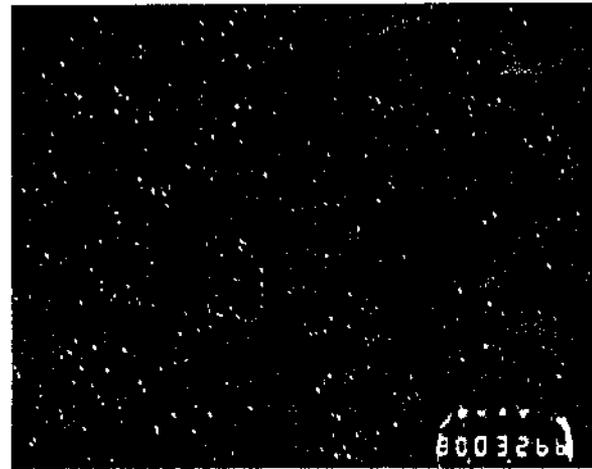


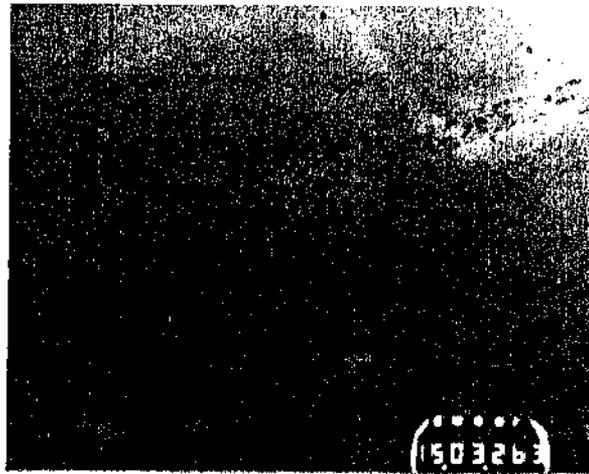
Figura VI.13 - Microestruturas da liga 7050 com microestrutura R_1 mostrando a distribuição de precipitados endurecedores. (a) no grão recristalizado, em campo escuro no plano de observação (011). (b) no contorno de grão.

TABELA VI.7 - Parâmetros microestruturais da liga 7050 com microestrutura R_1 . Precipitados endurecedores.

LOCAL/PARÂMETROS	d (Å)	f_v (%)	λ (Å)	ZLP (Å)
Grãos (R)	195	1,35	1513	-110
Contornos de grãos	1130	14,4	2688	-



a

0.5 μm

b

1 μm

Figura VI.14 - Microestruturas da liga 7050 com microestrutura R_2 mostrando a distribuição de precipitados endurecedores. (a) no grão recristalizado, em campo escuro no plano de observação (011). (b) no contorno de grão.

TABELA VI.8 - Parâmetros microestruturais da liga 7050 com microestrutura R_2 . Precipitados endurecedores.

LOCAL/PARÂMETRO	d (Å)	f_v (%)	λ (Å)	ZLP (Å)
Grãos (R)	185	1,5	1360	-110
Contornos de grãos	753	9,7	2178	-

mento há insuficiente quantidade de lacunas para promover uma nucleação abundante. Assim os precipitados nucleiam e crescem diretamente sobre as discordâncias, apresentando uma distribuição mais grosseira. Embora não se tenha evidências experimentais consistentes, o processo descrito acima pode justificar a presença de precipitados maiores nos grãos não recristalizados.

- Precipitação em contornos de grãos e sub-grãos

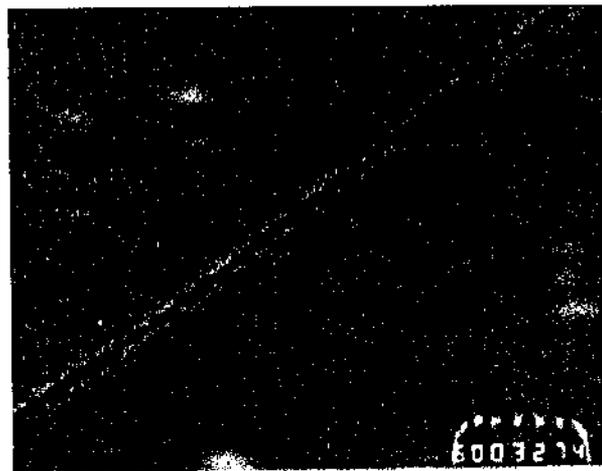
Em contornos de grãos, e em menor extensão nos contornos de sub-grãos, os precipitados são ainda maiores e apresentam morfologia irregular. As medidas representadas como diâmetro médio nas tabelas VI.5 a VI.8 são relativas à maior dimensão do precipitado. Esses precipitados foram identificados recentemente por Park e Ardell³⁶ como precipitados de equilíbrio θ , os quais precipitam mantendo uma relação cristalográfica de crescimento com relação a somente um dos grãos.

A razão para o maior tamanho de precipitados encontrados nos contornos de grãos e sub-grãos está relacionada com o aumento da taxa de nucleação nessas regiões, desde que, quando o precipitado nucleia em contornos, parte da área do contorno é eliminada e esta energia é disponível para reduzir o termo da energia de superfície necessária à nucleação (vide item 2.1.3 no Cap. III). Além disto a taxa de difusão de átomos é significativamente maior nos contornos do que na matriz.

Como já discutido anteriormente, o tratamento térmico em dois estágios ($120^{\circ}\text{C} \times 5\text{h} + 163^{\circ}\text{C} \times 12\text{h}$) foi realizado com o objetivo de minimizar a largura das zonas livres de precipitados (ZLP) que se formam invariavelmente em ligas de alumínio endurecidas por precipitação^{27,31-34}. De fato as dimensões dessas ZLP foram relativamente pequenas (em torno de $0,01$ a $0,02 \mu\text{m}$) quando comparadas com as obtidas utilizando envelhecimento em um estágio à 180°C ²⁷ ($0,5 \mu\text{m}$). Nas micrografias da figura VI.15 estão representadas as ZLP típicas encontradas nas vizinhanças de contornos de grãos.



a

0.25 μm

b

0.25 μm

Figura VI.15 - Micrografias obtidas em MET mostrando zonas livres de precipitados (PFZ). (a) microestrutura NR, (b) microestrutura R.

2.5. Distribuição de inclusões e dispersóides

Após ter discutido e quantificado os parâmetros microestruturais relativos às partículas endurecedoras, para as diferentes microestruturas obtidas é interessante verificar o tamanho e distribuição das partículas grosseiras (inclusões) e intermediárias (dispersóides), já que as mesmas também exercem um papel importante no comportamento mecânico da liga e em especial ao mecanismo de fratura.

A quantificação dos parâmetros microestruturais de tais partículas (diâmetro médio, fração volumétrica e separação planar média) foi realizada utilizando microscopia ótica e analisador granulométrico TCZ-ZEISS. Como as inclusões possuem forma irregular, apresentando-se levemente alongadas na direção de laminação, foram retiradas amostras nos planos S (transversal curto) e T (transversal), sendo que as medidas representando o diâmetro médio equivalem à maior dimensão. Os histogramas apresentados nas figuras VI.16 à VI.23 mostram a distribuição das inclusões e dispersóides e as tabelas VI.9 à VI.12 os parâmetros microestruturais determinados para os materiais contendo microestruturas PR, NR, R₁ e R₂, respectivamente. Deve-se acrescentar que para os dispersóides a resolução do microscópio ótico não permitiu a definição de partículas menores ou iguais a 0,1 µm. No entanto observação em MET mostraram que as mesmas estão presentes na microestrutura.

A única diferença significativa constatada foi com relação ao tamanho das inclusões no material PR quando comparado com os materiais R₁, R₂ e NR. O menor tamanho médio de inclusões encontrado nesses últimos é devido a maior redução na laminação, já que os mesmos sofreram uma redução adicional de pelo menos 70% na espessura.

3. COMPORTAMENTO MECÂNICO E MICROESTRUTURAL

3.1. Propriedades de tensão

As propriedades de tensão associadas às diferentes microestruturas estão representadas na tabela VI.13. Foram testadas quatro amostras por condição e não se observou diferenças significativas entre as mesmas. Os materiais processados termomecanicamente apresentaram maiores níveis de resistência mecânica, quando comparado com o material recebido (PR), sendo que os materiais contendo microestrutura recristalizada mostraram um limite de escoamento maior do que o material contendo microestrutura NR. Isto foi mais acentuado para o material recristalizado com menor tamanho de grão (R₂).

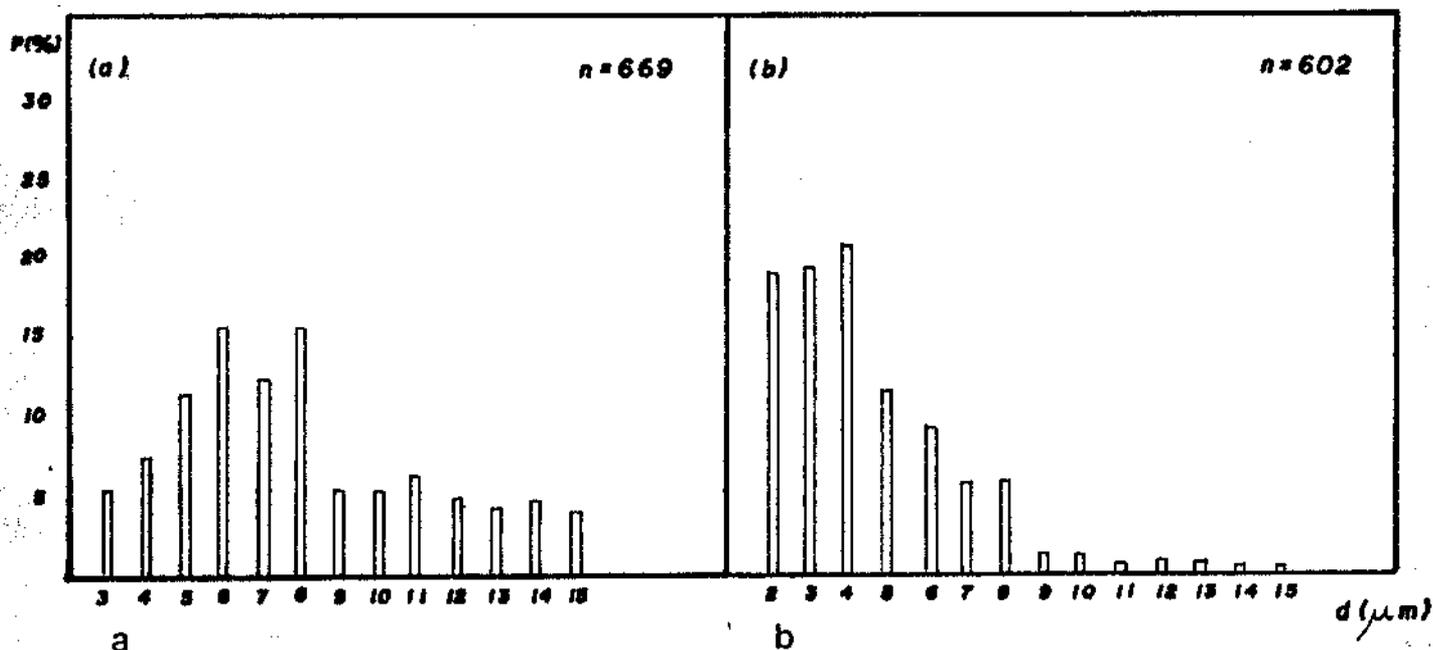


Figura VI.16 - Histograma mostrando a distribuição de inclusões na liga 7050 com estrutura (PR). (a) plano (S), (b) plano (T).

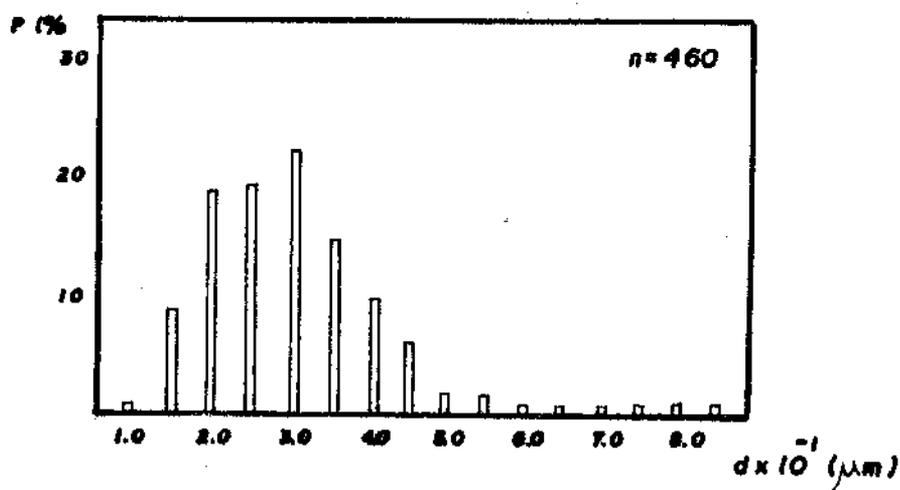


Figura VI.17 - Histograma mostrando a distribuição de dispersóides na liga 7050 com estrutura (PR).

TABELA VI.9 - Parâmetros microestruturais da liga 7050 com estrutura (PR). Inclusões e dispersóides.

TIPO	LOCAL	\bar{d} (μm)	s (μm)	f (%)	λ (μm)
Inclusões	Plano (S)	7,60	3,0	1,20	336
	Plano (T)	5,54	2,4	0,44	65,5
Dispersóides	Plano (S)	0,29	0,075	0,63	3,0

Onde: \bar{d} é o diâmetro médio das partículas; s é o desvio padrão; f é a fração volumétrica e λ é a distância entre partículas.

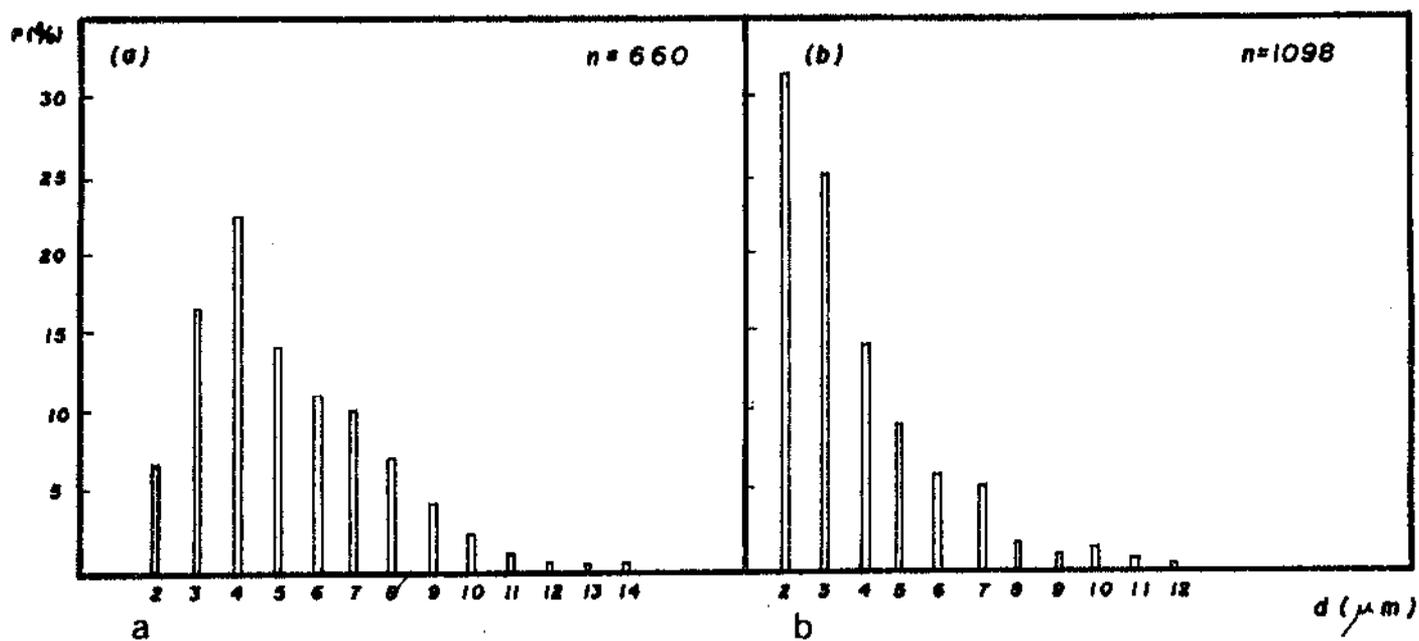


Figura VI.18 - Histograma mostrando a distribuição de inclusões na liga 7050 com estrutura (NR). (a) plano (S), (b) plano (T).

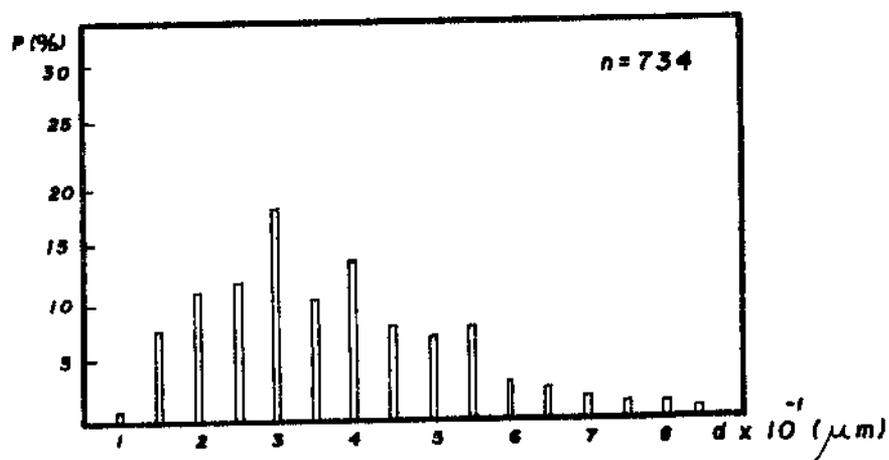


Figura VI.19 - Histograma mostrando a distribuição de dispersóides na liga 7050 com estrutura (NR).

TABELA VI.10 - Parâmetros microestruturais da liga 7050 com estrutura (NR). Inclusões e dispersóides.

TIPO	LOCAL	$\bar{d} (\mu m)$	S (μm)	f (%)	$\lambda (\mu m)$
Inclusões	plano (S)	5,10	2,07	0,56	54,1
	plano (T)	3,6	1,15	0,48	40,7
Dispersóides	plano (S)	0,37	0,15	0,75	3,4

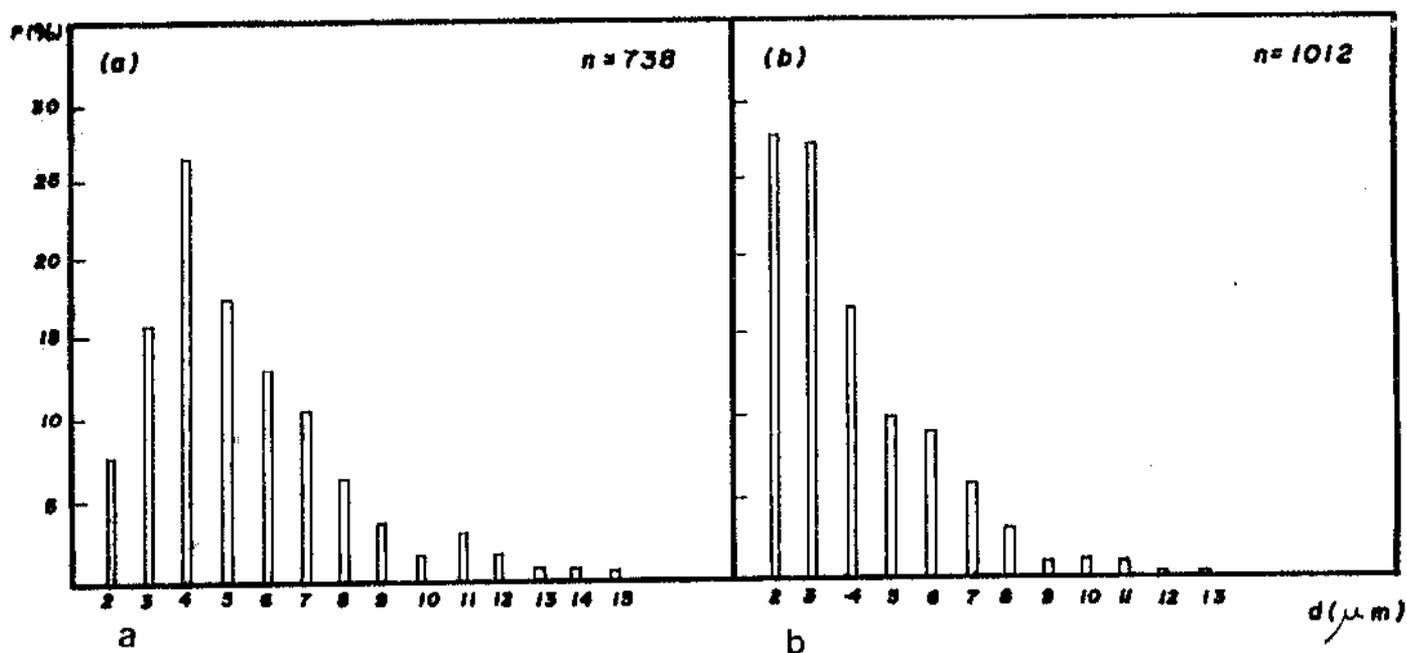


Figura VI.20 - Histograma mostrando a distribuição de inclusões na liga 7050 com estrutura (R_1). (a) plano (S), (b) plano (T).

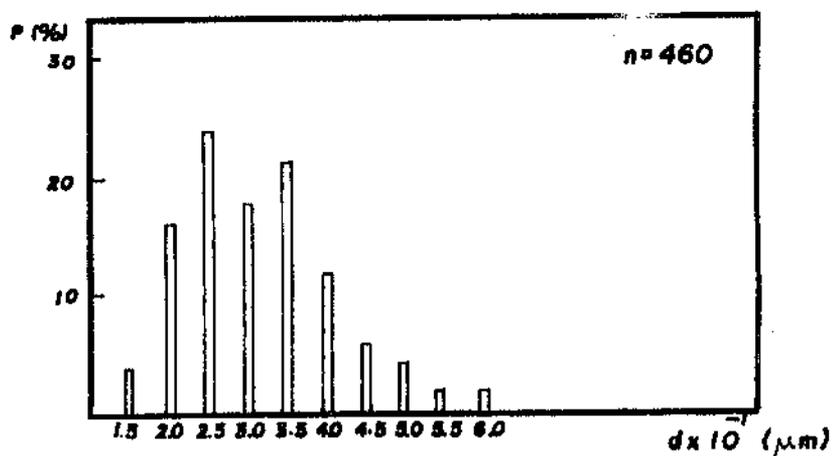


Figura VI.21 - Histograma mostrando a distribuição de dispersóides na liga 7050 com estrutura (R_1).

TABELA VI.11 - Parâmetros microestruturais da liga 7050 com estrutura (R_1). Inclusões e dispersóides.

TIPO	LOCAL	\bar{d} (μm)	s (μm)	f (%)	λ (μm)
Inclusões	Plano (S)	5,40	2,70	0,70	48,5
	Plano (T)	3,90	1,59	0,45	46,1
Dispersóides	Plano (S)	0,32	0,09	0,75	3,1

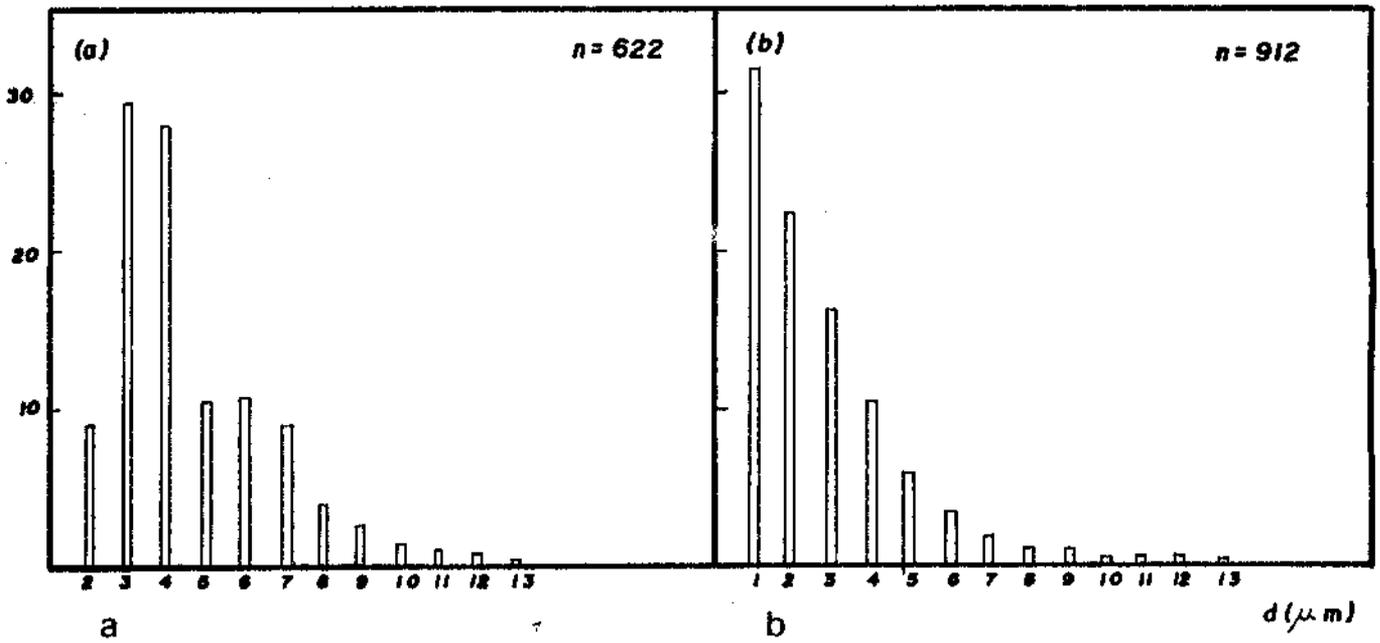


Figura VI.22 - Histograma mostrando a distribuição de inclusões na liga 7050 com estrutura (R_2). (a) plano (S), (b) plano (T).

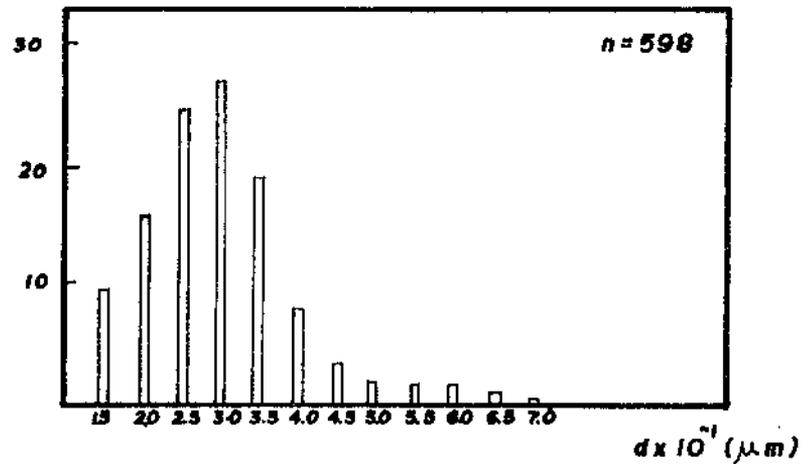


Figura VI.23 - Histograma mostrando a distribuição de dispersóides na liga 7050 com estrutura (R_2).

TABELA VI.12 - Parâmetros microestruturais da liga 7050 com estrutura (R_2). Inclusões e dispersóides.

TIPO	LOCAL	\bar{d} (μm)	S (μm)	f (%)	λ (μm)
Inclusões	plano (S)	4,30	1,73	0,40	54,1
	plano (T)	3,50	1,37	0,36	46,8
Dispersóides	plano (S)	0,30	0,08	0,70	3,0

TABELA VI.13 - Propriedades mecânicas em tração monotônica da liga 7050.

ESTRUTURA	σ_e (MPa) ^a	σ_r (MPa) ^b	%AI ^c	%R _e ^d	%R _l ^e	%RA ^f
PR	516	549	10,0	18,8	12,7	28,7
NR	539	570	17,6	18,8	10,5	28,0
R ₁	541	579	8,3	16,5	11,7	26,4
R ₂	552	572	15,6	20,6	14,9	32,7

a) σ_e é o limite de escoamento (0,2%), b) σ_r é o limite de resistência, c) %AI é a porcentagem de alongamento na direção longitudinal, d) %R_e é a porcentagem de redução na espessura, e) %R_l é a porcentagem da redução na largura e f) %RA é a porcentagem de redução em área.

Existem dois principais modelos analíticos³⁵⁻³⁸ que fornecem explicações semiquantitativas para a relação experimentalmente estabelecida entre limite de escoamento e tamanho de grão recristalizado. No primeiro deles a idéia essencial é que em grãos preferencialmente orientados são formadas bandas de deslizamento, as quais terminam em contornos de grãos, formando um empilhamento de discordância "pile-up". Este empilhamento pressiona os contornos de grãos e produz grande concentração de tensões nesses locais, de maneira que para ocorrer deslocamentos por cisalhamento, associado à bandas de deslizamento, é necessário uma acomodação de plasticidade nos grãos adjacentes. Assim a concentração de tensões próxima ao contorno de grão deve ser suficiente para nuclear deslizamento nos traços da zona de cisalhamento. Esta condição pode ser expressada pela relação³⁵:

$$n(\tau - \tau_0) > m\tau_c \quad (2)$$

Nesta expressão, τ é a tensão de cisalhamento resultante, τ_0 (*back stress*) é a tensão que depende da interação de discordâncias com átomos solutos, precipitados e florestas de discordâncias, τ_c é a tensão de cisalhamento crítica resultante necessária para nuclear deslizamento no grão adjacente, "m" é um

fator que leva em conta a diferença de orientação entre as bandas de deslizamento de grãos adjacentes e "n" é o fator de concentração de tensões³⁶. Este último fator pode ser representado como o número de discordâncias presentes no empilhamento, o qual é proporcional ao comprimento da banda de deslizamento e, conseqüentemente, ao diâmetro do grão (D). Assim o fator de concentração de tensões à uma distância "l" em relação ao final do empilhamento é dado aproximadamente por³⁸ $(D/l)^{1/2}$. Substituindo este valor em (2) teremos:

$$\tau = \tau_0 + m \tau_c l^{1/2} D^{-1/2} \quad (3)$$

ou em termos de tensões de tração:

$$\sigma = \sigma_0 + (m l^{1/2} \tau_c) D^{-1/2} \quad (4)$$

Fazendo $k = m l^{1/2} \tau_c$ chegamos finalmente à clássica relação de Hall-Petch³⁷, na qual o limite de escoamento é inversamente proporcional à raiz quadrada do tamanho de grão:

$$\sigma = \sigma_0 + k D^{-1/2} \quad (5)$$

O segundo modelo^{35,36} baseia-se na relação entre tensão de escoamento e densidade de discordâncias, onde a tensão crítica necessária para deslocar discordâncias móveis em presença de outras discordâncias é dado por:

$$\sigma = \sigma_0 + \alpha G b \rho^{1/2} \quad (6)$$

onde: α constante numérica
 ρ densidade de discordâncias

Experimentalmente é encontrado que a densidade de discordâncias é inversamente proporcional ao tamanho do grão^{36,39}. Esta dependência inversa é justificada pelo fato que contornos de

grãos atuam como fonte de emissão de discordâncias, de maneira que o número de discordâncias geradas por unidade de deformação é proporcional à superfície de contornos de grãos. Assim, $\rho=1/D$ e $k=\alpha Gb$ tem-se novamente a relação de Hall-Petch.

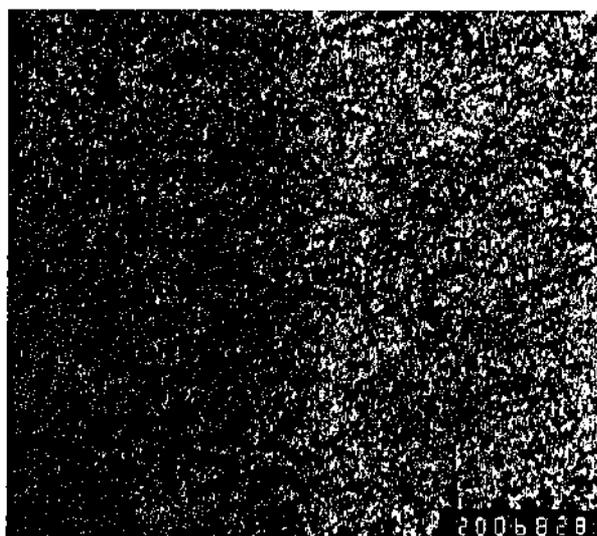
Quando se compara as propriedades mecânicas dos materiais contendo sub-grãos (PR e NR) percebe-se maior limite de escoamento para o material contendo menor tamanho de sub-grão (NR). Embora não se possa afirmar categoricamente que tal efeito seja somente devido ao tamanho dos sub-grãos, tendo em vista que o material NR possui grãos com alta densidade de discordâncias, experimentalmente⁴⁰⁻⁴³ tem sido estabelecido que em materiais recuperados a relação entre limite de escoamento e tamanho dos sub-grãos varia segundo a equação estabelecida por Petch^{37,43}; onde os valores encontrados para a constante k são similares aos verificados em microestruturas recristalizadas. Desta maneira poderia-se portanto inferir que a habilidade dos subcontornos resistirem à passagem de discordâncias ou à transferência de deslizamento é análoga a dos contornos de grãos. Esta suposição é no entanto algo extraordinária, desde que observações em MET mostram que as bandas de deslizamento atravessam os subcontornos sem desvio apreciável em suas direções. (Vide figura VI.26(c)). Assim o modelo de empilhamento de discordâncias não pode ser aceitavelmente aplicado à microestrutura contendo sub-grãos. Neste caso o modelo de emissão de discordâncias pelos contornos parece ser mais apropriado.

Além dos efeitos de endurecimento produzidos pelo tipo de microestrutura presente, um outro efeito de maior magnitude se superpõe ao primeiro; isto é, o endurecimento por precipitação. Como já observado anteriormente a distribuição, tamanho e forma dos precipitados sofre modificações significativas devido ao TTM, assim cada microestrutura pode gerar um potencial de endurecimento diferente.

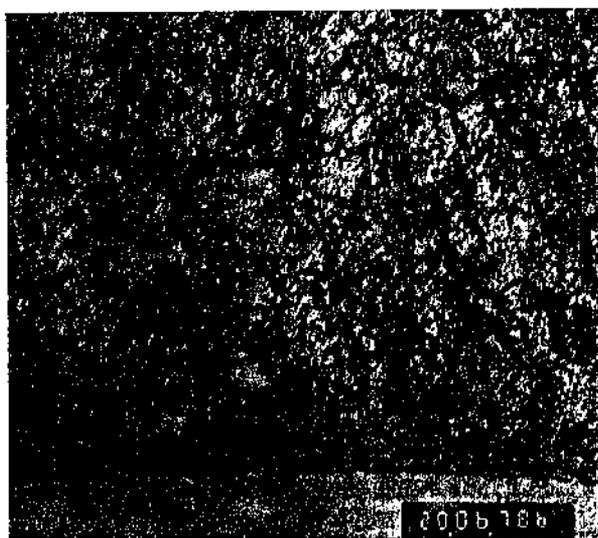
O material recristalizado foi o que apresentou distribuição mais homogênea de precipitados na matriz, contendo partículas mais finas e menor distância média entre as mesmas, quando comparadas com as apresentadas pelos materiais PR e NR. (Vide tabelas VI.5 a VI.8). Evidências experimentais obtidas em MET, com o material previamente deformado em tração, com 2% de deformação

no alongamento, mostraram que o mecanismo de interação entre discordâncias móveis e precipitados é complexa, isto é, curvamento das discordâncias mostrando tendência à cisalhamento de partículas e/ou à formação de anéis em torno das mesmas, como mostrado nas micrografias da figura VI.24. Embora não se possa estabelecer uma relação quantitativa entre o tipo preferencial de interação entre discordâncias e precipitados, em função das diferentes microestruturas, sabe-se que precipitados mais finos tendem a ser mais coerentes com a matriz e conseqüentemente o mecanismo de interação é preferencialmente por cisalhamento de partículas por discordâncias⁴⁴⁻⁴⁷ (Figura VI.24(a)). Neste caso, a tensão de cisalhamento resultante aumenta, com o aumento do tamanho das partículas, até que as mesmas atinjam um certo tamanho crítico; onde o mecanismo de formação de anéis de discordâncias passa a ser dominante. Neste último caso a tensão de cisalhamento resultante diminui com o aumento do diâmetro das partículas. Deste modo partículas menores que o diâmetro crítico e menos espaçadas tendem a apresentar maior limite de escoamento, como é comparativamente o caso da distribuição de precipitados encontrada nas microestruturas recristalizadas.

Por outro lado, nos materiais contendo sub-grãos (PR e NR) e, em especial, no interior dos grãos não recristalizados do material NR, os precipitados encontrados foram mais grosseiros e conseqüentemente apresentaram maior tendência à interações com discordâncias através do mecanismo de formação de anéis, como mostrado na figura VI.24(b). Neste caso, simplesmente por efeito de endurecimento por partículas de 2ª fase, o material NR deveria apresentar menor limite de escoamento, desde que esta tensão diminui com o aumento do diâmetro da partícula quando o mecanismo de formação de anéis de discordâncias é predominante. No entanto um efeito inverso foi observado, assim o maior limite de escoamento obtido no material NR, com relação ao material PR, pode ser justificado somente em função do tamanho menor dos sub-grãos e da maior densidade de discordâncias encontrada nos grãos não recristalizados.



a

0.5μm

b

0.5μm

Figura VI.24 - Micrografias obtidas em MET mostrando o tipo de interação entre discordâncias e precipitados em amostras previamente deformadas em tração, com 2% de deformação no alongamento. (a) material recrystalizado apresentando maior tendência ao mecanismo de cisalhamento de partículas, (b) material não recrystalizado apresentando maior tendências ao mecanismo de formação de anéis de discordâncias em torno das partículas.

- Dutilidade

Os resultados relativos à dutilidade, associada às diferentes microestruturas, encontram-se na tabela VI.13. A melhor relação entre dutilidade e limite de escoamento foi encontrada nos materiais recristalizado com menor tamanho de grão (R_2) e não recristalizado (NR).

A diferença de dutilidade apresentada pelos materiais recristalizado (R_1 e R_2) pode ser justificada pelo tamanho de grãos. No material contendo maior tamanho de grão (R_1) o comprimento do empilhamento de discordâncias, gerado pelo deslizamento planar, é maior. Consequentemente maior também será a pressão exercida pelas discordâncias no fim do empilhamento (contorno de grão), aumentando a probabilidade de nucleação de trincas. Desta forma o material apresenta menor dutilidade. Isto pode ser constatado também pelas equações 2 e 3, onde é mostrado que o fator de concentração de tensões "n" é proporcional ao tamanho de grão ($D^{1/2}$).

Um outro fator determinante da dutilidade é o grau de desorientação entre as bandas de deslizamento de grãos adjacentes. Quanto maior for a desorientação entre as mesmas, maior a probabilidade de nucleação de trincas em contornos de grãos, devido a transferência de plasticidade, de um grão preferencialmente orientado para o seu vizinho é mais difícil, concentrando consequentemente a deformação.

Para se ter uma idéia do grau de desorientação entre as microestruturas dos materiais R_1 e R_2 , determinou-se as suas respectivas texturas. Vide figuras de polo $\{111\}$ obtidas (figuras VI-2 e 3 (b)). De modo geral, enquanto o material R_1 (maior tamanho de grãos) apresentou uma textura bem próxima à cúbica, mostrando um alto grau de orientação preferencial, o material R_2 apresentou uma textura pouco orientada. No entanto o tipo de textura apresentada pelos dois materiais torna incompatível uma relação entre grau de orientação e dutilidade.

Por outro lado se compararmos as orientações de maior ocorrência entre grãos individuais, verifica-se que o ângulo entre as direções normais aos planos $\{\bar{3}11\}$ e $\{112\}$, do material R_2 é aproximadamente 10° enquanto que entre as direções normais aos planos $\{100\}$ e $\{111\}$ do material R_1 é muito maior, aproximadamen-

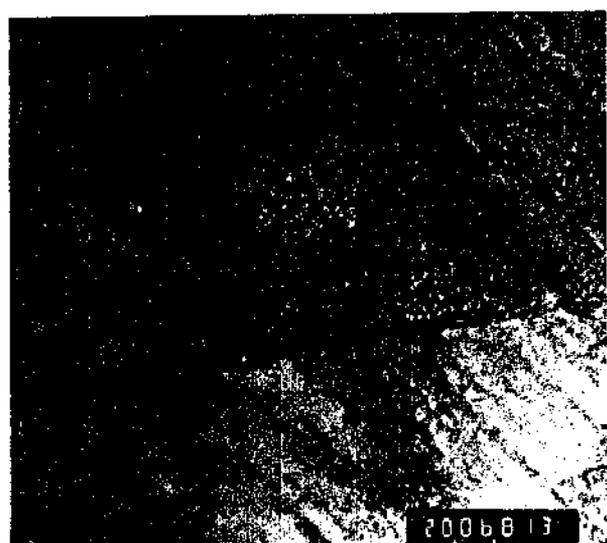
te 55° . Apesar de não conhecermos os planos e direções das bandas de deslizamento operantes em cada grão, podemos supor que é mais provável encontrar maior desorientação individual, entre bandas de deslizamento em grãos adjacentes, no material R_1 e portanto este material apresentaria menor ductilidade. No entanto esta hipótese é válida somente se uma quantidade crítica de grãos adjacentes com alto grau de desorientação, é suficiente para afetar a ductilidade macroscópica.

Nos materiais PR e NR não foi possível determinar as texturas cristalográficas correspondente, devido a impossibilidade experimental de conseguir uma estatística razoável de orientações preferenciais dos grãos, já que os mesmos são muito grandes em relação ao feixe de raio X. Assim uma análise mais detalhada do comportamento mecânico desses materiais foi realizada estudando o tipo de deslizamento operante durante a deformação e o conseqüente modo de fratura.

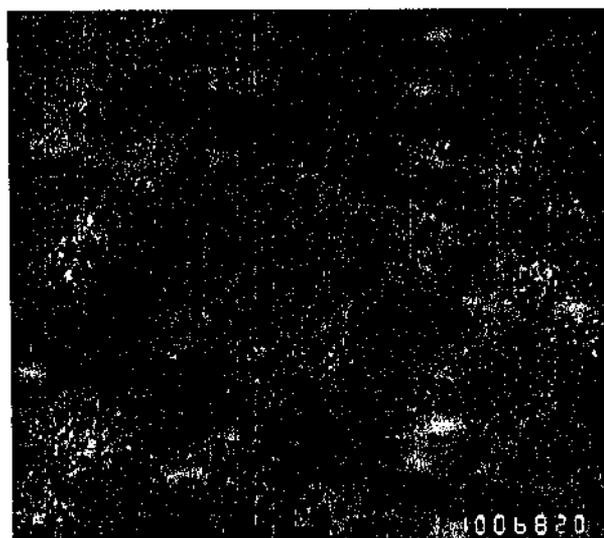
3.2. Análise do Deslizamento (*slip*)

Para melhor compreender o comportamento mecânico de materiais contendo partículas de 2ª fase é necessário examinar o tipo de interação existente entre discordâncias e precipitados e como o deslizamento ocorre sob efeito de uma tensão externa. Desta forma foram observadas em MET amostras pré-deformadas em tração com 2% de deformação no alongamento, correspondentes às microestruturas em estudo. Nessas condições os quatro materiais apresentaram deslizamento planar, no entanto pode-se notar diferenças particulares em cada tipo de microestrutura, as quais serão discutidas a seguir.

O material recristalizado apresentou bandas de deslizamento grosseiras e largamente espaçadas, com evidente tendência à localização de deformação nos contornos de grãos. A micrografia da figura VI.25(a) mostra um contorno triplo de grãos, evidenciando o acúmulo de discordâncias nos contornos devido à grande mudança em orientação da banda de deslizamento, sendo isto bastante evidente no contorno entre os grãos 1 e 2. Esta desorientação em relação ao deslizamento, provocada pela diferença de orientação entre grãos recristalizados, não permite a transferência de plasticidade de um grão, preferencialmente orientado, para o seu vizinho, concentrando conseqüentemente a deformação nestes locais⁵⁰⁻⁵². Evidentemente o fator de concentração de tensões nesses locais aumenta com o grau de desorientação e com o comprimento da banda



a

0.5 μm 

b

1 μm 

c

(0 0 1)



d

1 μm

Figura VI.25 - Micrografias obtidas em MET, para material com estrutura R pré-deformado, em tração monotônica, com 2% de deformação no alongamento. (a) linhas de deslizamento em grãos (R_1), (b) detalhe do grão (2), (c) padrão de difração, com plano de observação (001) relativo ao grão (2), (d) linhas de deslizamento em grão (R_2), mostrando tendência ao deslizamento em três direções.

de deformação, como vimos anteriormente. Pela micrografia da figura VI.26(b), obtida sobre o grão 2, percebe-se que as bandas de deslizamento encontram-se sobre o mesmo plano e, por difração eletrônica em área selecionada (DEAS) determinou-se que as mesmas estão orientadas na direção $[111]$. Particularmente o material contendo menor tamanho de grãos apresentou uma direção de deslizamento adicional $[200]$, cuja banda de deslizamento encontra-se perpendicular ao feixe eletrônico na micrografia da figura VI.25(d). Embora não se tenha encontrado uma explicação satisfatória para justificar o efeito de tamanho de grão e a ativação de mais um sistema de deslizamento isto pode possivelmente ser uma das causas de maior ductilidade encontrada neste material.

Por outro lado, as bandas de deslizamento encontradas nas regiões contendo sub-grãos, tanto para o material PR como para o NR, foram claramente mais finas e menos espaçadas do que as encontradas no material recristalizado. Em particular no material NR, em regiões contendo grãos não recristalizados, isentos de sub-grãos, o tipo de deslizamento foi muito semelhante aos encontrados nos sub-grãos. As micrografias (a) e (b) da figura VI.26 mostram respectivamente bandas de deslizamento tipicamente encontradas no material NR em grão não recristalizado e em sub-grãos.

Como as microestruturas dos materiais PR e NR são "pacotes" alternados de regiões contendo sub-grãos e grãos, o comportamento de deformação nestas interfaces é dependente do grau de desorientação entre as mesmas. Na região contendo sub-grãos as bandas de deslizamento não sofrem interferências dos sub-contornos atravessando-os sem apresentarem desvio apreciável de orientação, não concentrando portanto deformação nesses locais (vide figura VI.26(c)). No entanto, nas interfaces entre sub-grãos e grãos recristalizados, como é o caso apresentado pelo material PR, esta concentração de deformação ocorre de modo similar ao já discutido em material recristalizado. Já no material NR o mesmo não ocorre; as bandas de deslizamento atravessam as interfaces entre sub-grãos e grãos não recristalizados sem concentração de deformação nesses locais, como mostrado na micrografia da figura VI.26(d). Além disto, bandas de deslizamento finas e pouco espaçadas são características de distribuição homogênea de deformação⁴⁵⁻⁴⁷, justificando assim a maior capacidade de deformação no alongamento apresentado pelo material NR. No entanto, sua redução em área não mostrou o mesmo resultado, devido provavelmente à forte anisotropia gerada

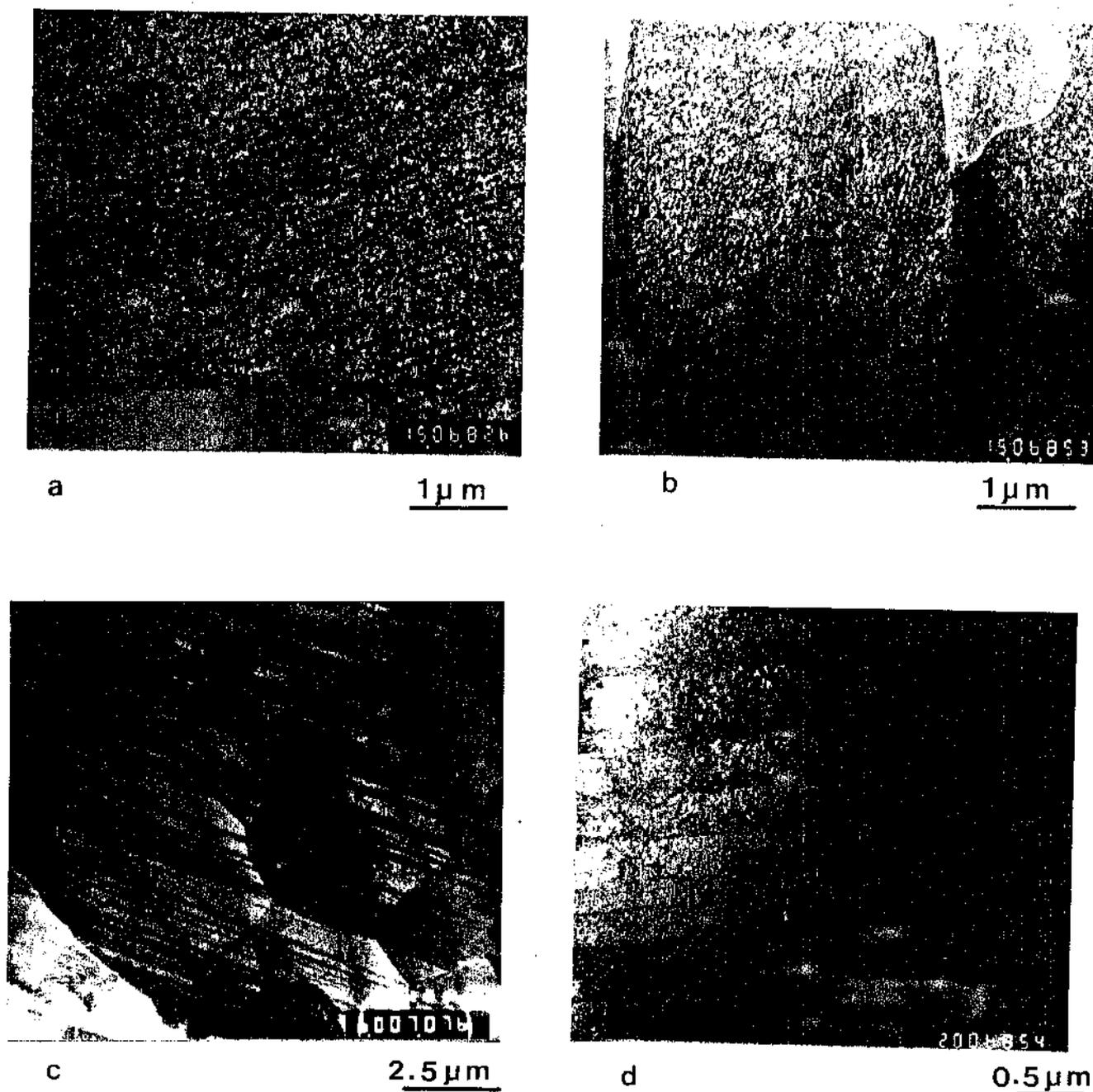


Figura VI.26 - Micrografias obtidas em MET, para material com estrutura (NR), pré-deformado, em tração monotônica, com 2% de deformação no alongamento. (a) linhas de deslizamento em grão (NR), (b) linha de deslizamento em sub-grãos, (c) linhas de deslizamento atravessando região de sub-grãos sem desvio apreciável, (d) linhas de deslizamento atravessando contorno entre região de sub-grãos e grão (NR).

pela textura de deformação, a qual pode ser caracterizada pela menor redução na largura apresentada por este material (vide tabela VI.13).

A presença de bandas de deslizamento finas e pouco espaçadas pode ser justificada pela presença de precipitados mais grosseiros⁴⁶, como os observados no material NR. Neste caso, as discordâncias tendo seu movimento obstruído pelas partículas incoerentes e/ou semicoerentes, contornam as mesmas deixando para trás anéis de discordâncias em torno das partículas. Este tipo de interação faz com que o plano de deslizamento seja sucessivamente endurecido por trabalho de deformação, já que a formação de anéis diminui progressivamente, com o aumento da deformação, o caminho livre médio para as discordâncias se movimentarem livremente, gerando maior taxa de encruamento^{44,46,53}. Neste caso a tensão de escoamento local pode atingir a necessária para nuclear deslizamento cruzado⁵³, ativando múltiplos sistemas de deslizamento, favorecendo conseqüentemente uma distribuição homogênea da deformação. Por outro lado, bandas de deslizamento grosseiras e largamente espaçadas são originadas de interação entre partículas finas (coerentes) e discordâncias⁴⁶, as quais ocorrem através do mecanismo de cisalhamento de partículas. Este tipo de deslizamento produz concentração local da deformação no plano de deslizamento primário, devido à diminuição da secção transversal do precipitado quando o mesmo é sucessivamente cisalhado⁴⁴. A consequência de tal mecanismo é o amolecimento por trabalho no plano de deslizamento, conduzindo portanto a uma distribuição local heterogênea da deformação. Isto é, a deformação opera sempre no mesmo plano de deslizamento, sem necessidade de ativar outros sistemas.

3.3. Análise de Fratura

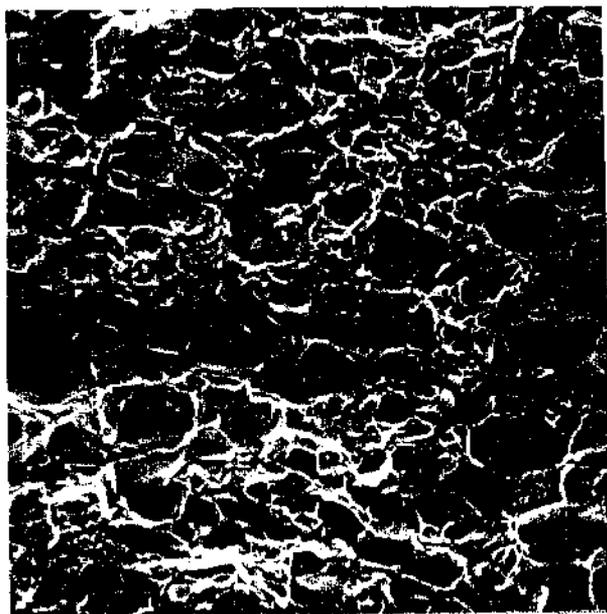
As superfícies fraturadas dos corpos de prova rompidos em tração monotônica, associadas aos materiais com microestrutura R_x, PR e NR, foram examinadas em MEV. Em escala macroscópica os corpos de prova mostraram superfície de fratura inclinada de aproximadamente 45° em relação ao eixo de tensão, mostrando o aspecto (*chisel edge*) característico de materiais dúteis, sendo que, em

particular, o material R_x apresentou, no centro do corpo de prova, superfície de fratura normal ao eixo de tensão.

Em escala microscópica o modo de fratura apresentou características diferentes segundo o tipo de microestrutura: enquanto que no material R_x a fratura foi predominantemente intergranular, no material PR foi mista (transgranular + intergranular) e no material NR foi predominantemente transgranular (figuras VI.27 à VI.30). Algumas características particulares da superfície de fratura apresentada pelos três materiais serão discutidas a seguir.

O modo de fratura intergranular, apresentado pelo material R_x , mostrou aspecto "facetado" com aparência "quase frágil" (figura VI.27 (a) e (b)). No entanto, em alto aumento, essas regiões mostram alta densidade de *micro-dimples* equiaxiais, os quais podem ser associados aos precipitados de equilíbrio encontrados nos contornos de grãos dos materiais recristalizados (figura VI.27(c)). Pelos dados apresentados nas tabelas VI. 7 e VI. 8 percebe-se que o espaçamento médio entre os precipitados de equilíbrio e a distância média centro a centro entre os *micro-dimples* mostrados na figura VI.27(c), são equivalentes; da ordem de aproximadamente 0,25 μm . Tanto o tamanho médio dos precipitados em contornos de grãos, como a fração volumétrica dos mesmos, são maiores para o material recristalizado contendo maior tamanho médio de grãos (R_1). Isto sugere que os parâmetros apontados acima podem possivelmente ser uma justificativa adicional para o maior valor de ductilidade apresentado pelo material recristalizado com menor tamanho de grãos (R_2).

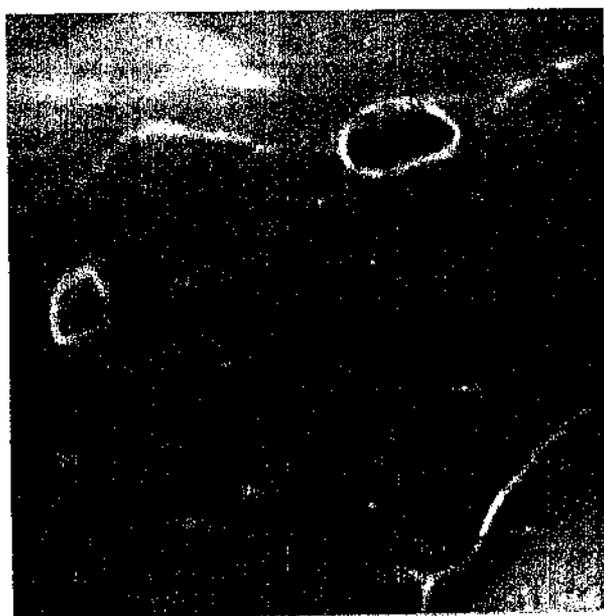
As evidências experimentais, encontradas na literatura 57-59, relacionando o aumento de fração em área de precipitados em contornos de grãos com queda de ductilidade e tenacidade parecem ser suficientemente consistentes, mas os efeitos oriundos da concentração de deformação em ZLP bem como o papel do deslizamento planar são ainda controversos. No entanto o modelo qualitativo apresentado por Doherty⁶⁰, o qual encontra-se representado esquematicamente na figura VI.27(d), permite fazer uma suposição sobre o mecanismo de nucleação de vazios ocorrendo durante o processo de deformação. Se o material não contém ZLP, a incompatibilidade de tensões e deformações devido a presença de precipitados inde-



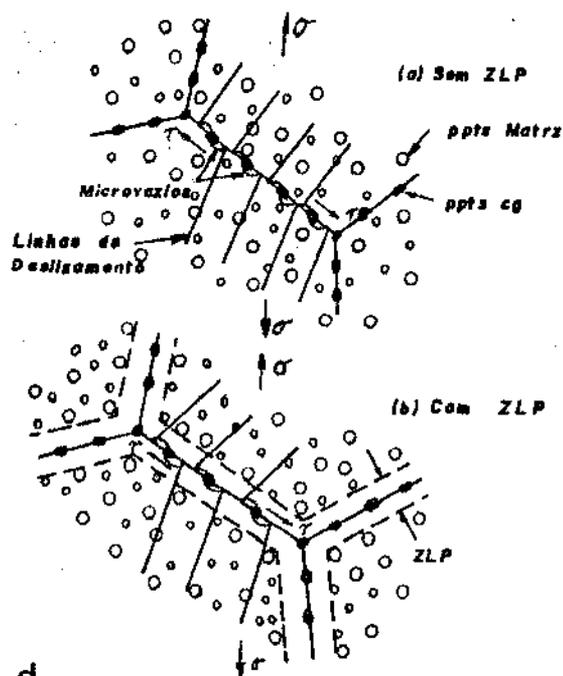
a

20 μm 

b

5 μm 

c

1 μm 

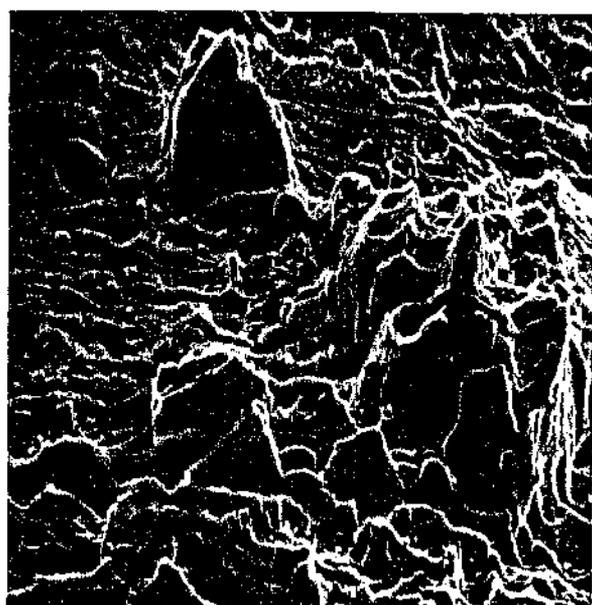
d

Figura VI.27 - Micrografias obtidas em MEV mostrando aspectos da superfície de fratura do material recristalizado (R). (a) Fratura predominantemente intergranular, (b) de talhe mostrando contornos de grãos (c) micro-dimples encontrados nos contornos de grãos, (d) modelo analítico do mecanismo de nucleação de microvazios⁶⁰.

formáveis em contornos de grãos, os quais diferem em módulo de elasticidade com relação à matriz vizinha, pode conduzir à nucleação de microvazios quando a linha de deslizamento encontra a partícula. Evidentemente este processo seria facilitado quanto maior for a concentração da deformação no fim do empilhamento, devido ao deslizamento planar. Se por outro lado ZLP estão presentes, o que invariavelmente ocorre em ligas de alumínio, a deformação localizar-se-ia nessas regiões promovendo conseqüentemente a formação de microvazios nos precipitados dos contornos de grãos. De acordo com o modelo apresentado, é de se esperar que a deformação necessária para nuclear microvazios seria mais alta em ausência de ZLP.

Por outro lado, o material com microestrutura PR apresentou qualitativamente menor proporção de fratura intergranular em relação à fratura transgranular, como mostrado na figura VI.28 (a) e (b). A origem das regiões intergranulares parece estar relacionada com fratura em junção tripla de grãos, devido provavelmente à maior concentração de deformação nesses locais, (figuras VI.28 (b) e (c)). A observação mais detalhada das regiões contendo pequenos *dimples* mostra que as mesmas são mescladas com fratura intersubgranular, a qual pode ser visualizada na figura VI.28 (d). Este tipo de fratura deve ocorrer nas interfaces entre grãos recristalizados e sub-grãos devido provavelmente a concentração de deformação gerada pelo deslizamento planar, já que nas regiões contendo sub-grãos as bandas de deslizamento atravessam os subcontornos sem concentrar deformação nos mesmos (vide figura VI.26(c)). O material PR apresenta ainda regiões mostrando fratura por cisalhamento com aspecto aparentemente plano e liso, paralela ao eixo de aplicação da carga. Este tipo de fratura foi observado também, em maior extensão, no material NR e será posteriormente discutido mais detalhadamente. A micrografia obtida através de réplica em MET mostra o aspecto típico da região cisalhada (figura VI.29(a)). As micrografias (b), (c) e (d) mostram algumas características típicas relacionadas com o mecanismo de fratura apresentado pelo material PR.

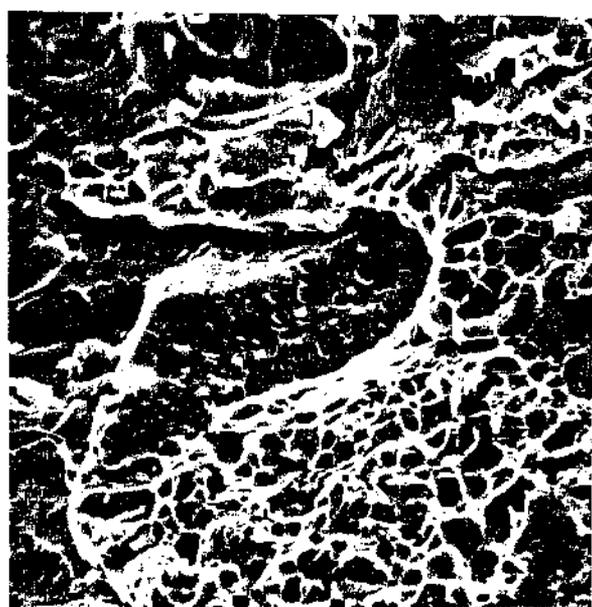
O modo de fratura apresentado pelo material NR foi predominantemente transgranular, caracterizando-se por áreas alternadas de cisalhamento e *dimples* (figura VI.30). As micrografias



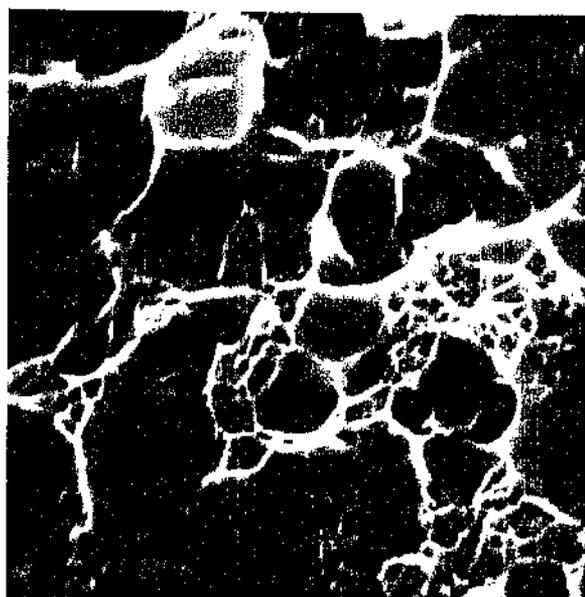
a

50 μm

b

10 μm

c

10 μm

d

2.5 μm

Figura VI.28 - Micrografias obtidas em MEV mostrando aspectos da superfície de fratura do material (PR). (a) fratura mista, intergranular + transgranular, (b) região de cisalhamento + *dimples* transgranular, (c) fratura intergranular, mostrando partículas no contorno do grão + fratura intersubgranular mesclada com *dimples*. (d) detalhe da fratura intersubgranular.

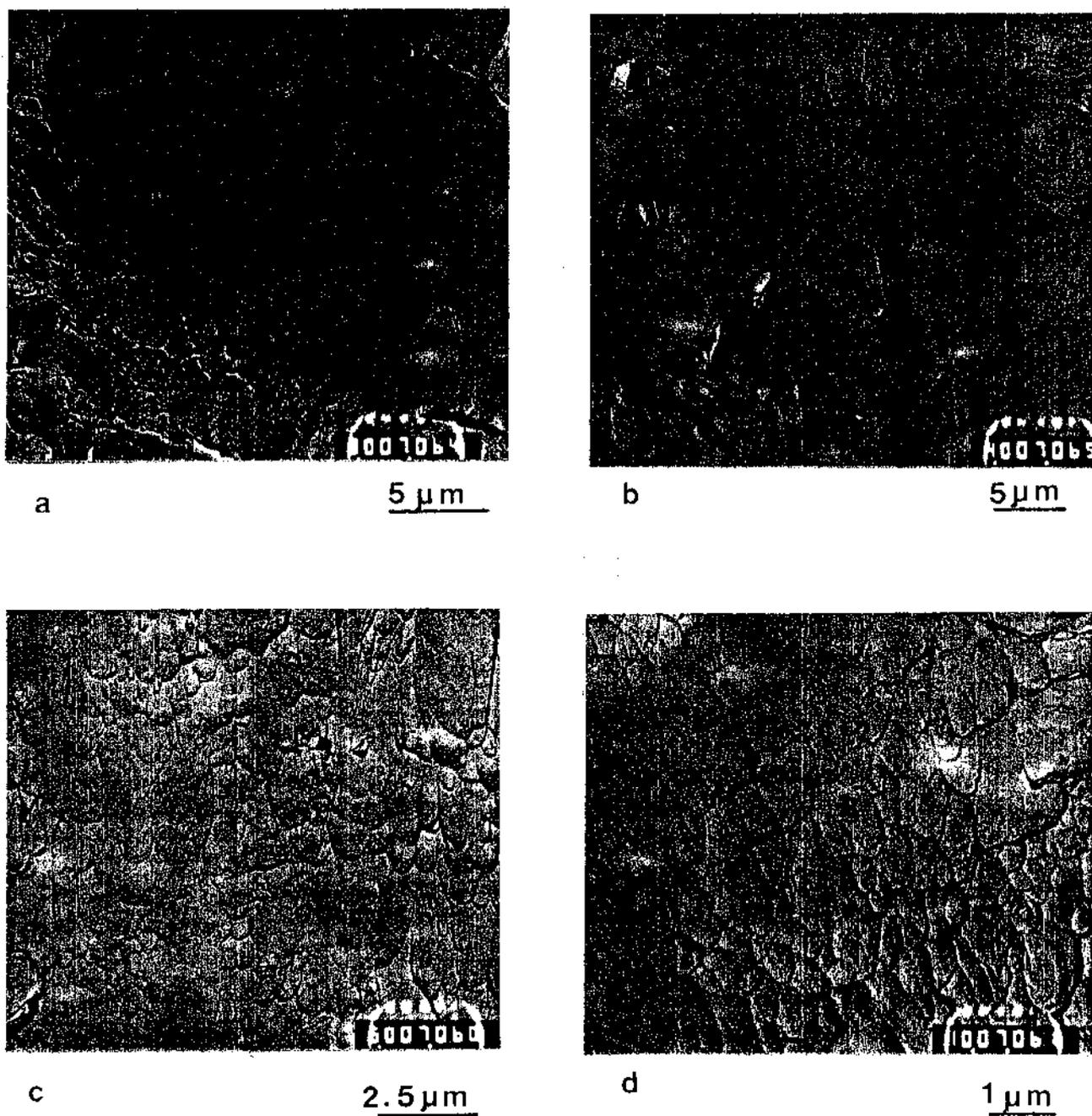
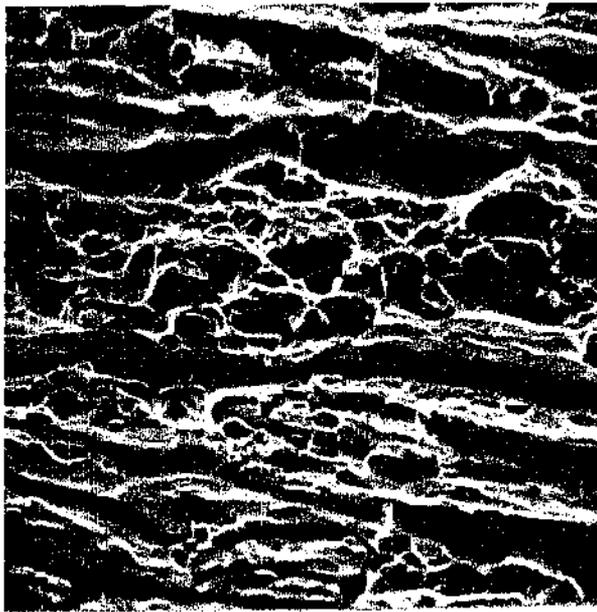


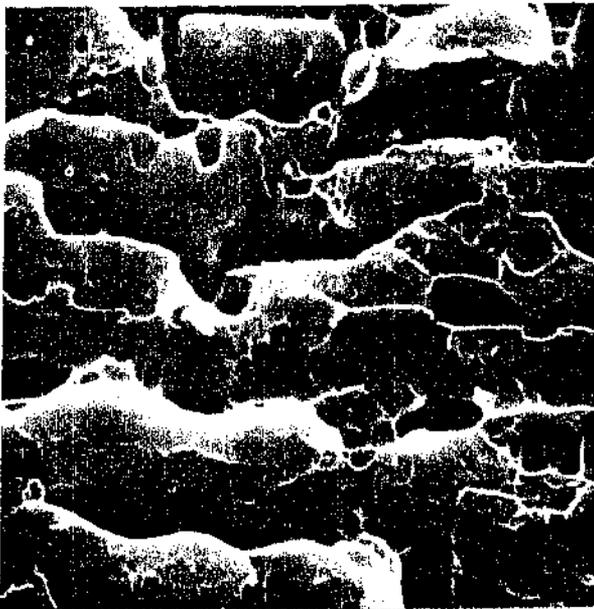
Figura VI.29 - Micrografias em réplicas obtidas em MET - material (PR). (a) fratura por cisalhamento + *dimples* transgranulares (b) região de fratura intergranular, mostrando micro-*dimples* + partículas quebradas + decoesão frágil partícula/matriz, (c) *dimples* de cisalhamento, (d) micro-*dimples* em contorno de grão.



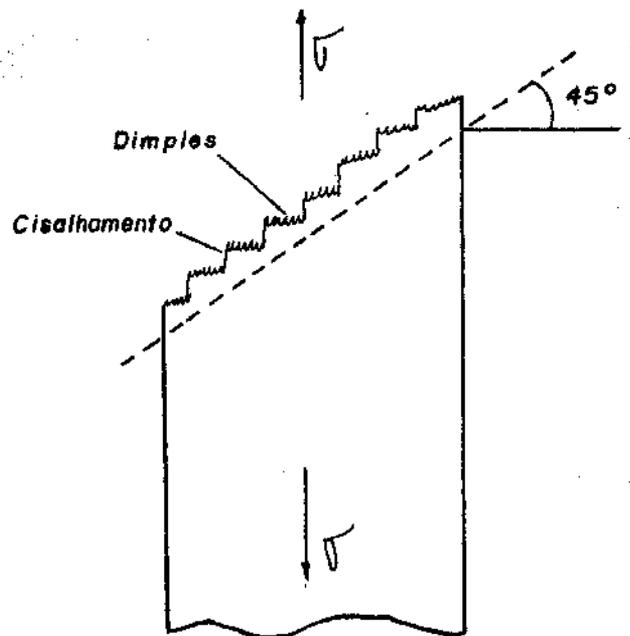
a

 $10\mu\text{m}$ 

b

 $10\mu\text{m}$ 

c

 $5\mu\text{m}$ 

d

Figura VI.30 - Micrografias obtidas em MEV mostrando aspectos da superfície fraturada em tração monotônica. Material (NR) (a) fratura predominantemente transgranular, mostrando *dimples* + cisalhamento (possivelmente devido a deslizamento em contornos), (b) detalhe mostrando *cisalhamento* + *dimples* transgranulares, (c) regiões de cisalhamento apresentando *micro dimples*, (d) representação esquemática da fratura macroscópica.

(b) e (c) mostram detalhes das áreas de cisalhamento, as quais apresentam regiões contendo bandas de deslizamento e regiões com característica especial, semelhante à *micro dimple*, sendo a distância entre os mesmos aproximadamente entre 0,5 a 1 μm . A aparência das áreas de cisalhamento sugere que as mesmas ocorrem em junções triplas de grãos, as quais podem ser cisalhadas por mecanismo de deslizamento de contornos de grãos (d_{cg}) quando existe compatibilidade de deslizamento de um grão em relação ao seu vizinho. Assim os dois cristais podem cisalhar usando o contorno mútuo como plano de deslizamento⁵².

Embora o fenômeno de deslizamento de contornos de grãos seja normalmente associado com fluência a elevada temperatura⁶¹, Hornborg⁶² mostra que este fenômeno pode ocorrer em temperaturas entre 0,2 a 0,5 T_f (onde T_f é a temperatura de fusão do material em $^{\circ}\text{K}$) e portanto à temperatura ambiente em ligas de alumínio. O autor argumenta que deslizamento em contornos de grãos pode ocorrer facilmente em ligas de alumínio à temperatura ambiente se os contornos são retos, livres de precipitados ou arestas. Se, por outro lado, os contornos são curvados ou contêm arestas e precipitados é necessário um processo termicamente ativado para promover cisalhamento macroscópico. A microestrutura do material NR obedece o primeiro critério (vide figura VI.8(b)) com exceção da presença de precipitados em contornos de grãos. No entanto este material possui regiões adjacentes aos contornos, livres de precipitados (ZLP) (vide figura VI.15(a)), as quais podem atuar como plano de deslizamento. Parke¹⁴ estudando o mecanismo de fratura em ligas de alumínio tipo 7075, também encontrou regiões de cisalhamento e atribuiu sua origem à deslizamento em contornos de grãos. O desenho esquemático mostrado na figura VI.30(d) é uma representação macroscópica do modo de fratura apresentado pelo material NR, onde as áreas de cisalhamento são paralelas ao eixo de tensão e as áreas apresentando *dimples* são perpendiculares.

A observação das superfícies laterais polidas, próximas à fratura, mostraram também um comportamento distinto para as diferentes microestruturas. O material R apresentou bandas de deformação onduladas com aspecto "casca de laranja", sendo que as trincas surgem nos contornos de grãos em orientações macroscopicamente independentes do eixo de tensão (figura VI.31(a)). Essas trin-

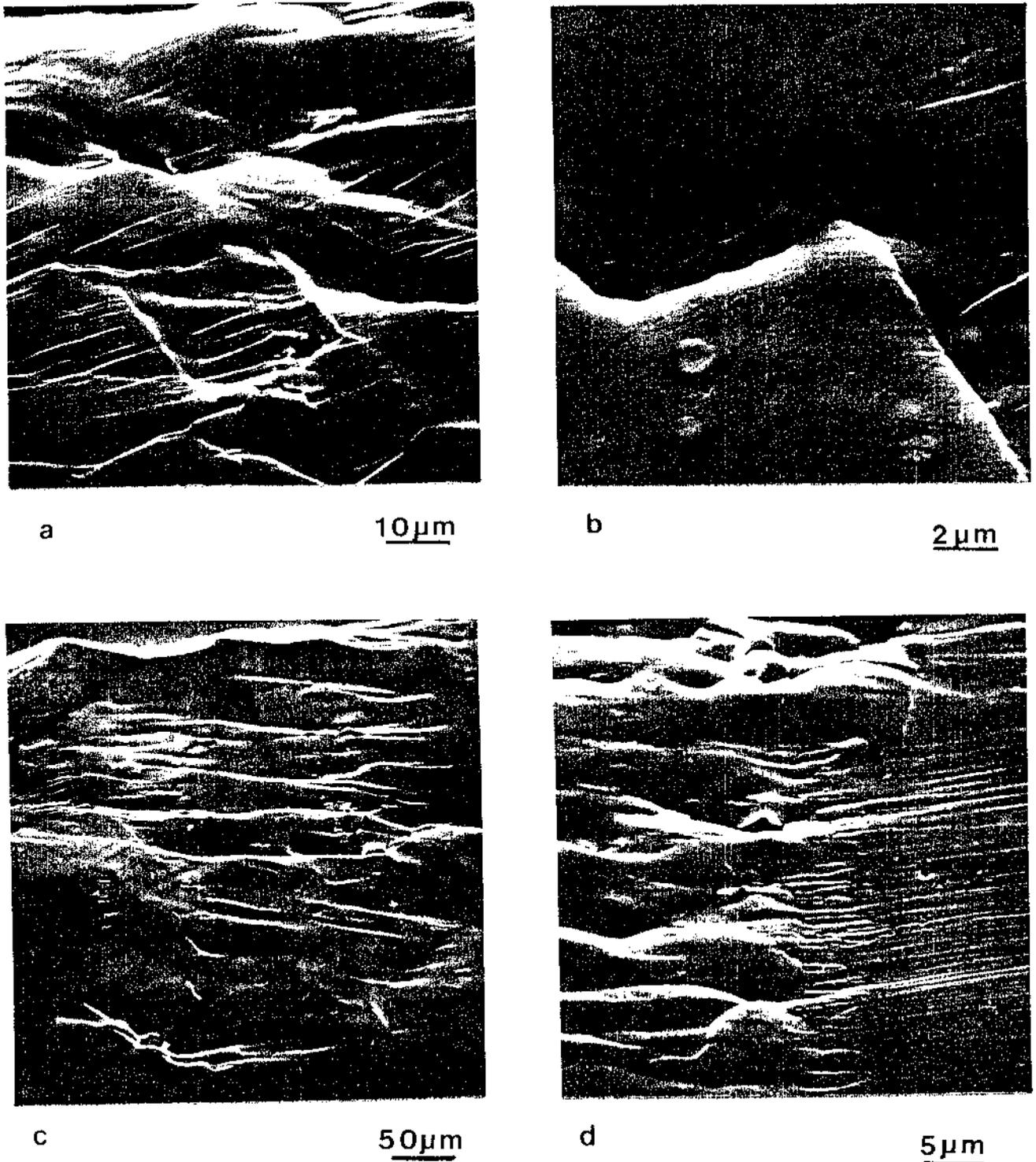


Figura VI.31 - Micrografias obtidas em MEV, mostrando aspectos da superfície lateral do corpo de prova rompido em tração monotônica. (a) bandas de cisalhamento e trincas intergranulares, (b) fratura em contorno de grão triplo, (material R), (c) bandas de cisalhamento e trincas transgranulares associadas a inclusões (NR), (d) bandas de cisalhamento finas (PR).

cas são nucleadas provavelmente quando discordâncias cisalham contornos de grãos⁵¹. Isto ocorre devido à concentração de tensões nos contornos provenientes do deslizamento planar⁴⁶. A probabilidade de nucleação de trincas em contornos de grãos deve aumentar com o tamanho de grão recristalizado, já que o comprimento da banda de deformação é maior e portanto maior a concentração de tensões³⁵⁻³⁷, e com o aumento do grau de desorientação de deslizamento entre grãos vizinhos, já que os mesmos devem sofrer um movimento de rotação para acomodar a deformação, devido a restrição imposta pelos contornos ao deslizamento planar^{15,50,52,54}. Assim, quanto maior a desorientação entre grãos adjacentes, menor a possibilidade de transferência de plasticidade entre os mesmos e, conseqüentemente, menor ductilidade. A micrografia (b) da figura VI.31 evidencia este mecanismo, mostrando ainda micro-dimples sobre a superfície da fratura intergranular.

Por outro lado o material NR apresentou na superfície lateral, próxima à fratura, fortes degraus de cisalhamento perpendiculares ao eixo de tensão e algumas trincas associadas a partículas grosseiras, como mostrado na figura VI.31(c). Uma vez que a trinca é formada, ela concentra tensão localizando conseqüentemente a deformação em torno da mesma, assim a trinca se propaga transgranularmente ao longo de intensas bandas de cisalhamento. Observou-se também algumas regiões apresentando bandas de deformação finas e pouco espaçadas sugerindo que as mesmas são provavelmente originadas em regiões contendo sub-grãos (figura VI.31(d)), já que nas mesmas a distribuição local da deformação tende a ser homogênea. Isto é conseqüência da distribuição mais grosseira de precipitados endurecedores, incluindo os precipitados de equilíbrio nos subcontornos (vide figura VI.12(d)).

3.4. Propriedades de Tenacidade à Fratura

A tenacidade à fratura, associada aos materiais PR, R_x e NR foram determinadas através do ensaio COD. Os resultados apresentados na tabela VI.14 representam a média de quatro valores para cada direção selecionada da amostra (L-T e T-L), sendo adotado o seguinte critério para a determinação dos parâmetros de cál-

culo do CTOD^{63,64}; quando o material apresentou *pop in*, os valores do deslocamento de abertura da ponta da trinca (V_p) e da carga aplicada (P) foram medidos em relação à primeira instabilidade de carga (caso dos materiais PR, e R_x); quando o material não apresentou *pop in*, esses parâmetros foram relativos à carga máxima (caso do material NR). Os gráficos (a) à (c), da figura VI.32 são representativos do comportamento mecânico, com relação a tenacidade, dos materiais PR, R_x e NR respectivamente e ilustram o critério utilizado para a medida dos parâmetros do CTOD. As medidas relativas ao *pop in* mostradas na tabela VI.14 representam a diferença entre as cargas máxima e mínima com relação à primeira instabilidade.

TABELA VI.14 - Propriedades mecânicas de tenacidade à fratura da liga 7050, medidas através do ensaio COD.

ESTRUTURA (Direção)	a_i (mm)	Y	P_c (kgf)	V_p (mm)	K (kgf/mm ^{3/2})	ΔP_c (kgf) (pop in)	δ (mm) (CTOD)	
PR	L-T	4,860	7,61	100,10	1,27	81,07	3,5	0,50
	T-L	4,312	8,63	78,25	0,64	71,23	3,5	0,23
NR	L-T	4,545	8,0	104,00	3,74	87,76	0	1,39
	T-L	4,824	8,1	100,60	2,04	85,74	0	0,62
R_1	L-T	4,438	7,97	84,75	0,27	71,24	15,0	0,11
	T-L	4,434	8,22	76,12	0,23	66,00	11,8	0,09
R_2	L-T	4,630	7,95	86,37	0,57	72,45	9,6	0,22
	T-L	4,521	7,68	88,75	0,40	71,89	10,4	0,16

a_i é o comprimento da trinca de fadiga; Y é uma função de a_i/W (W é a largura do corpo de prova); P_c é a carga considerada, devido ao deslocamento V_p ; K é o fator de intensidade de tensão; ΔP_c é a medida do *pop in* e δ é a medida da tenacidade à fratura obtida pelo cálculo do CTOD.

Claramente, o material NR apresenta tenacidade à fratura superior aos outros materiais, podendo este fato ser atribuído à instabilidade na propagação da trinca apresentada pelos materiais contendo microestruturas parcialmente recristalizada e re-

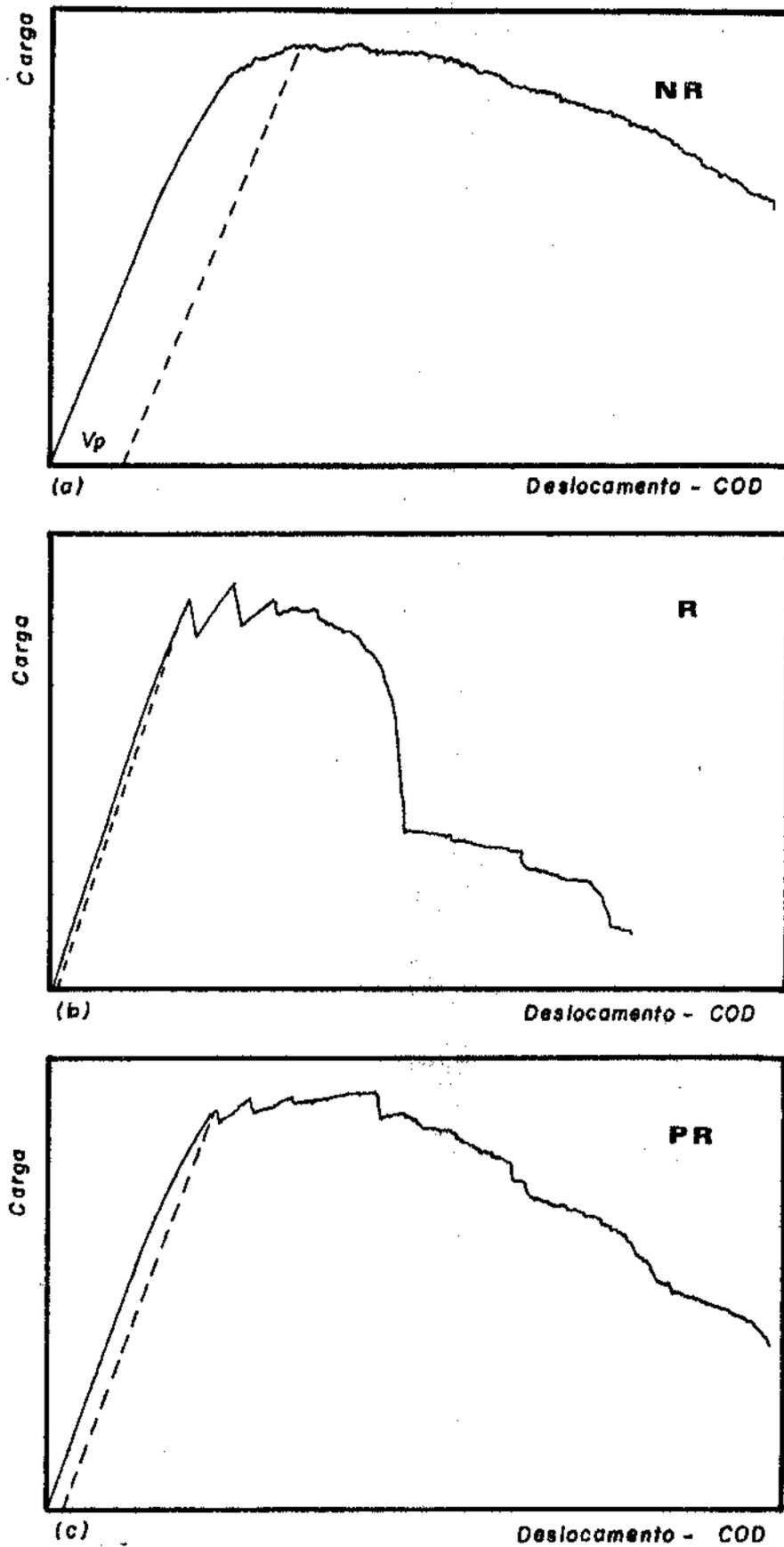


Figura VI.32 - Aspectos da curva carga-deslocamento (COD), representativos dos materiais com microestruturas: (a) não recristalizada, (b) recristalizada, (c) parcialmente recristalizada. Velocidade do ensaio 2×10^{-3} mm/seg.

cristalizada. Microscopicamente tal instabilidade (representada macroscopicamente pela presença de *pop \lambda n*), foi produzida pela mudança no modo de fratura de predominantemente transgranular para intergranular. Isto pode ser constatado já nas condições de propagação da trinca por fadiga, como observa-se nas micrografias apresentadas na figura VI.33, onde: no material PR a propagação da trinca é mista (intergranular+transgranular+intersubgranular); nos materiais R_x é intergranular e; no material NR transgranular e ocasionalmente intersubgranular. Assim, uma relação entre tenacidade à fratura e instabilidade na propagação da trinca, dada pela magnitude do *pop \lambda n*, associada com a tendência à fratura intergranular, pode ser estabelecida conforme mostrada na figura VI.34. No entanto esta relação deve ser analisada com certas precauções, tendo em vista as seguintes observações:

i. o critério para a determinação do CTOD foi diferente para o material NR, com relação aos materiais PR e R_x , isto porque o material NR não apresentou *pop \lambda n*.

ii. o material PR, apesar de possuir mesma fração volumétrica de inclusões que os outros materiais, possui tamanho e distribuição diferente (vide tabelas VI.9 à VI.12).

iii. as diferentes microestruturas originam distribuições e tamanhos distintos de precipitados endurecedores (vide tabelas VI.5 e VI.8).

Desta forma a relação obtida na figura VI.34 deve ser tomada como indicativa de tendência, já que não é possível eliminar a influência dos demais parâmetros. Considerando-se isoladamente a segunda observação (ii); os valores da tenacidade do material PR poderiam provavelmente ser mais elevados, tendo em vista que partículas mais grosseiras têm um efeito adverso na tenacidade^{57, 59, 65-68}.

A relação entre mais baixos valores de tenacidade e tendência a fratura intergranular tem sido observada em diversos trabalhos^{57-60, 67}, onde são analisados os efeitos de superenvelhecimento. KIRMAN⁵⁸ tem observado transição na fratura de predominantemente transgranular, através de ruptura por *dimples*, para predominantemente intergranular, com o aumento do tempo e da tempe

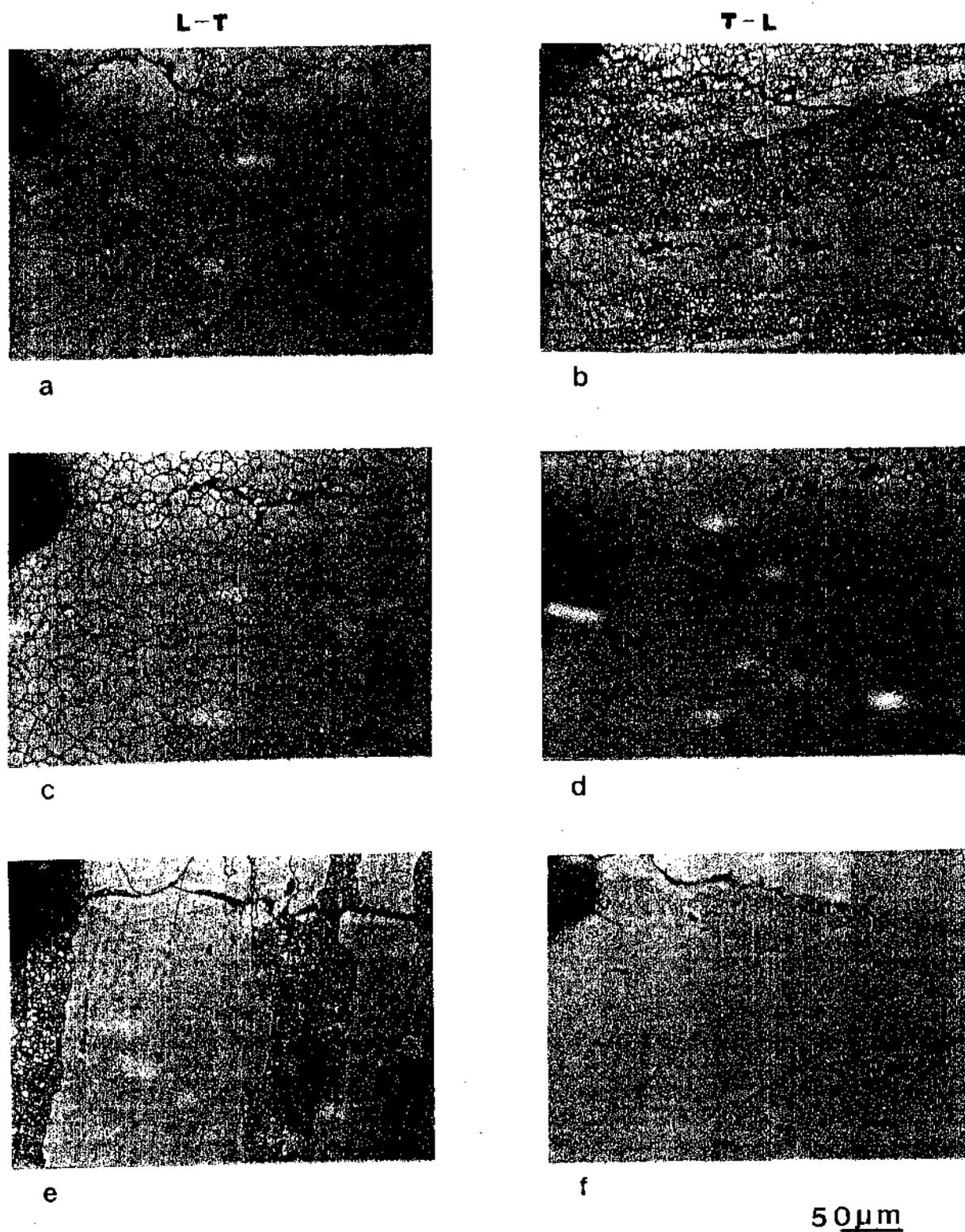


Figura VI.33 - Micrografias mostrando a propagação da trinca por fadiga. (a) e (b) material PR, direções L-T e T-L, respectivamente; (c) e (d) material R, direções L-T e T-L, respectivamente; (e) e (f) material NR, direções L-T e T-L, respectivamente.

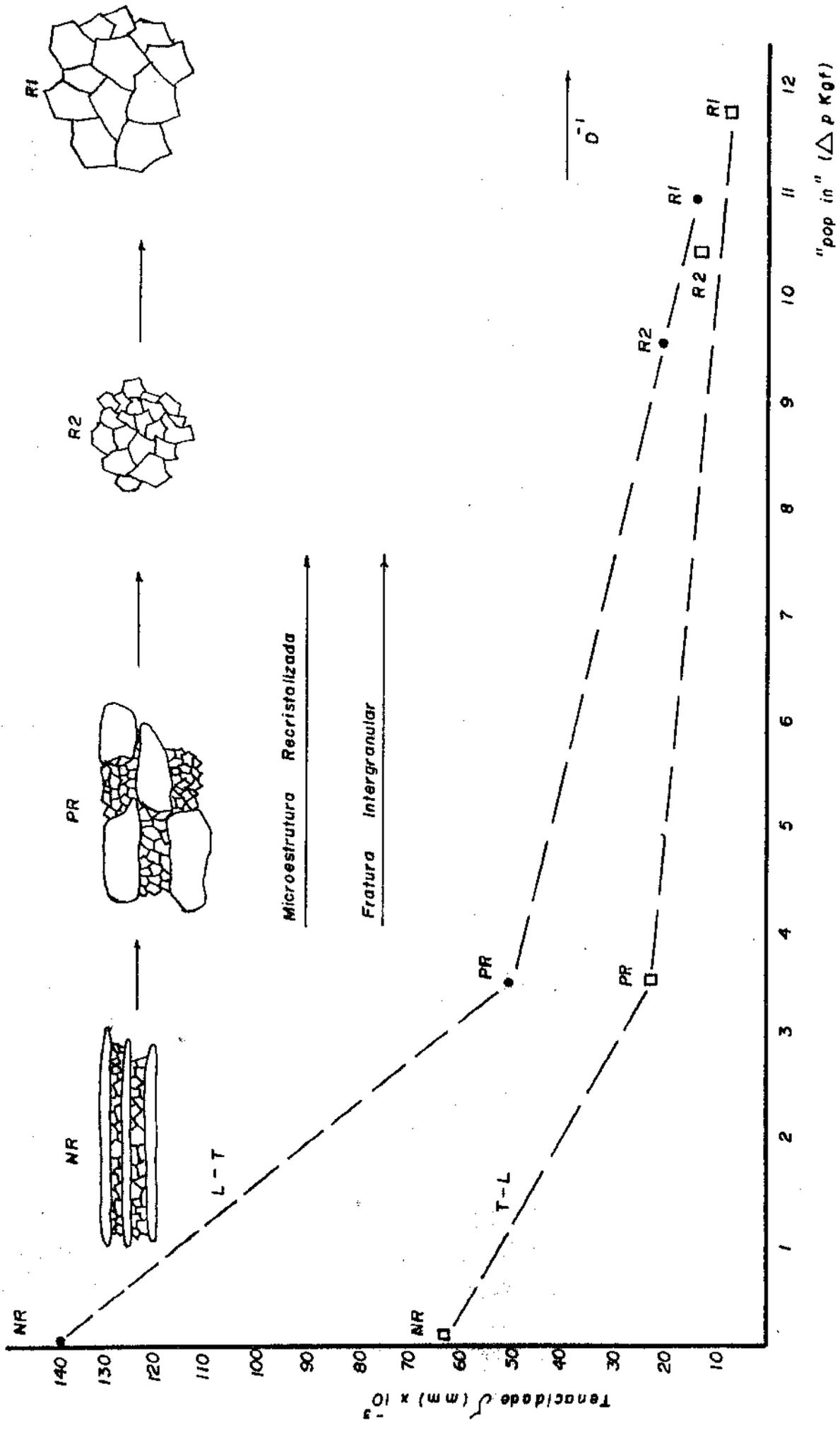


Figura VI.34 - Relação entre tenacidade a fratura (COD)xpop in.

ratura de envelhecimento em ligas de alumínio 7475. Thompson² faz observações semelhante em ligas das séries 7000 e 2000. Neste caso, o mecanismo nucleação e propagação de trincas, através de superbandas, muda drasticamente, com o superenvelhecimento, para trincas intergranulares com conseqüente queda de tenacidade. A propensão à fratura em contornos de grãos é assim associada ao aumento do tamanho e fração volumétrica de precipitados de equilíbrio.

A análise feita anteriormente sobre o modo de fratura apresentado pelos materiais PR, R_x e NR são indicativas do efeito da distribuição da deformação no mecanismo de fratura. O material NR apresentou bandas de deslizamento mais finas e conseqüentemente menor concentração de deformação em contornos de grãos, proporcionando ao material maior capacidade de deformação e portanto maior ductilidade e tenacidade. Já os materiais R_x apresentaram maior tenacidade à concentração de deformação em contornos de grãos, sendo que o material com menor tamanho de grãos mostrou ductilidade equivalente ao material NR. No entanto, sua tenacidade foi drasticamente menor, indicando que o modo de fratura exerce um efeito preponderante na tenacidade mas não na ductilidade.

A magnitude da ocorrência de *pop in* foi diretamente proporcional ao grau de recristalização e inversamente proporcional à tenacidade, sendo tal relação associada ao aumento de fratura intergranular. Isto pode ser constatado quando se compara os dados obtidos para os materiais NR, PR e R_x. No entanto, as diferenças de tenacidade e magnitudes dos *pop in* encontrados nos materiais com microestrutura totalmente recristalizada, (R₁ e R₂), não pode ser associada somente a fratura em contornos de grãos, já que para os mesmos o modo de fratura foi predominantemente intergranular. Neste caso o efeito do tamanho de grãos deve ser o fator predominante, tendo em vista que os valores de tenacidade cresceram de um fator 2 com a redução do tamanho de grãos. Assim, o aumento de tenacidade com a diminuição do tamanho de grãos pode ser explicado, como no caso da ductilidade, em função do fator de concentração de tensões em contornos de grãos, que é maior quanto maior o comprimento do empilhamento (maior tamanho de grão) como já discutido anteriormente.

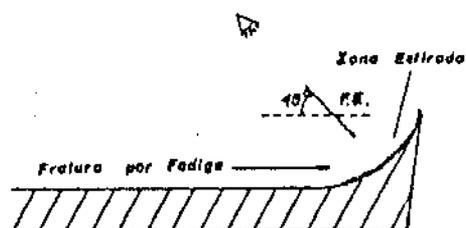
3.5. Relação entre Tenacidade à Fratura e Zona Estirada (*Stretched Zone*)

A zona estirada é formada na ponta da trinca de fadiga antes que a fratura instável, por sobrecarga, ocorra no teste de tenacidade à fratura. Ela é consequência do arredondamento da ponta da trinca⁶⁹⁻⁷¹, implicando que suas dimensões sejam uma medida do CTOD no início da fratura. Assim as amostras fraturadas no ensaio COD foram examinadas em MEV, na região entre a fratura por fadiga e por sobrecarga, com a finalidade de determinar as dimensões da zona estirada, como também a de examinar o aspecto da fratura na região de propagação da trinca em condições de sobrecarga.

As micrografias apresentadas na figura VI.35 a VI.37 são características da morfologia típica da região de transição entre fadiga e sobrecarga. Nas micrografias (a), a zona estirada é indicada por ZE enquanto que as regiões de fadiga e sobrecarga por F e SC respectivamente. As mesmas foram obtidas com um ângulo de incidência do feixe de elétrons inclinado 45° em relação à superfície de fadiga, enquanto que as micrografias (b) foram obtidas também com o mesmo ângulo de inclinação, mas girando a amostra de 180° com relação ao eixo Z, conforme ilustrado pelo desenho esquemático apresentando ao lado das micrografias (a) e (b). Como pode ser observado em (a), a zona estirada apresenta morfologia consistindo de largas ondulações as quais são características do processo de deslizamento operante^{69,71}. Por outro lado o modo de fratura apresentado na região de sobrecarga para os materiais PR, NR e R_x foram similares aos obtidos nos ensaios em tração monotônica e, portanto, não serão discutidos aqui. Uma outra característica importante apresentada pelas diferentes microestruturas foi observada na região imediatamente após a zona estirada, como pode ser constatado nas micrografias (b) das figuras VI.35 à VI.37. Os materiais PR e NR se caracterizaram por apresentar pequenos degraus, cobertos de *micro-dimples*, originados provavelmente de dispersóides e/ou precipitados de equilíbrio. Esses degraus são frequentemente descontínuos, em posições adjacentes à trinca, sendo algumas vezes ascendentes e outras vezes descendentes em relação ao plano de fratura por sobrecarga. Por outro lado, o material R_x não apresentou tal característica.



a

10 μm 

b

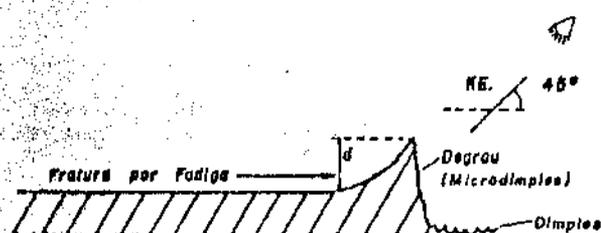
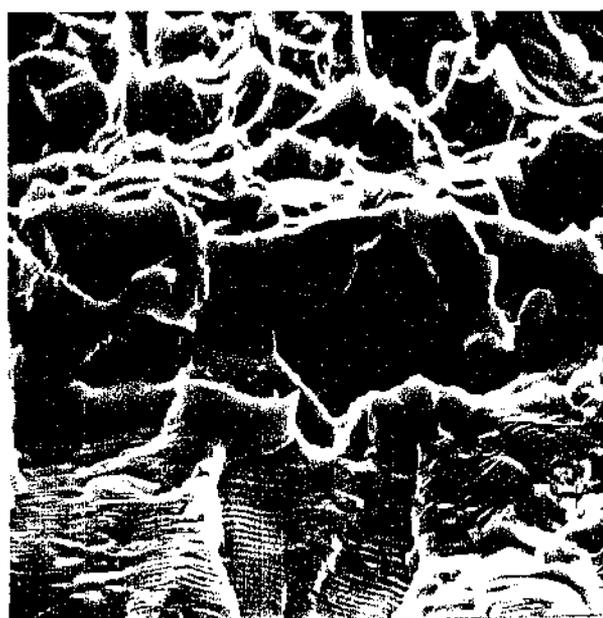
5 μm 

Figura VI.35 - Micrografias em MEV, mostrando em (a), a zona estirada na ponta da trinca de fadiga (*stretched zone*), em (b) o degrau formado imediatamente após a ZD, (*cliff*); observa-se a formação de micro-dimples nessas regiões. Material PR.



a

5 μ m

b

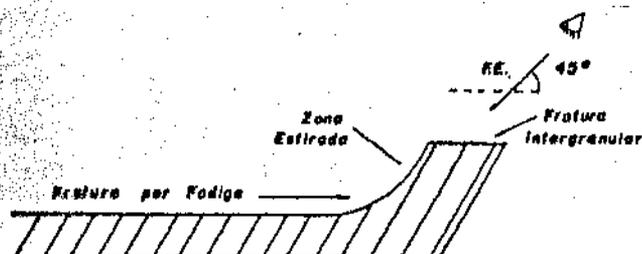
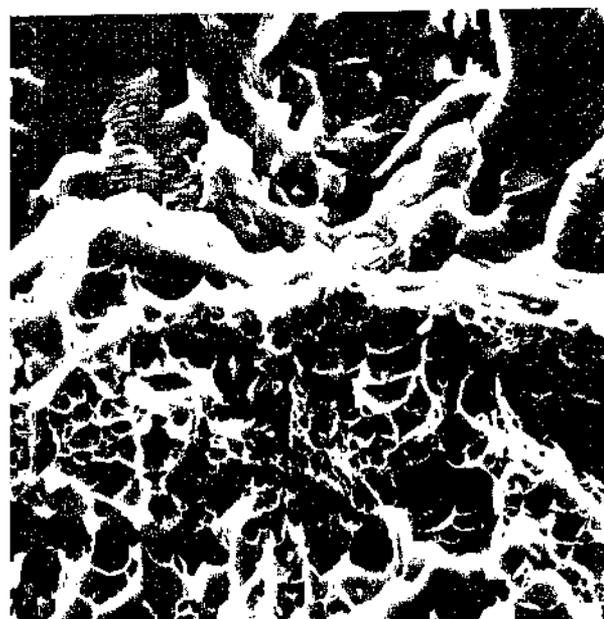
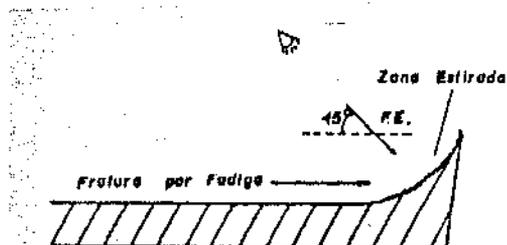
10 μ m

Figura VI.36 - Micrografias obtidas em MEV, mostrando em (a) a zona estirada na ponta da trinca de fadiga, em (b) fratura predominantemente intergranular, sem a presença de degraus. Material R.



a

10 μ m

b

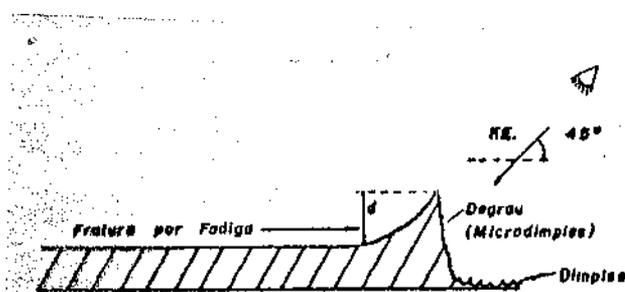
10 μ m

Figura VI.37 - Micrografias obtidas em MEV, mostrando em (a) a zona estirada na ponta da trinca de fadiga, em (b) o degrau formado imediatamente após a ZD. Observa-se a formação de micro-dimples nessas regiões. Material NR.

A média junto com os valores individuais medidos na zona estirada, associada às diferentes microestruturas, encontram-se na tabela VI.15. Esses valores podem representar também a tenacidade à fratura pois os mesmos são proporcionais ao CTOD no momento inicial da fratura⁶⁹⁻⁷¹ isto é, $CTOD_i \approx 2d$, onde d é a altura da zona estirada a qual encontra-se representada no esquema ao lado da figura VI.35(a). Embora não se possa estabelecer uma relação quantitativa entre o valor do CTOD obtido e a altura da zona estirada, devido ao critério utilizado para a determinação da tenacidade à fratura, os dois valores encontrados mostraram claramente uma mesma tendência podendo, a partir dos dados obtidos para a zona estirada, calcular aproximadamente os valores do $CTOD_i$ (figura VI.38 e tabela VI.16. Os valores do $CTOD_i$ são evidentemente proporcionais aos do CTOD medido no ensaio, sendo que a diferença entre o maior e menor valor de tenacidade foi reduzido, devido que, neste caso, o efeito do $\rho \ln$, o qual implicou em diferentes critérios de medida para o material NR em relação aos outros três materiais, foi eliminado.

TABELA VI.15 - Medidas da zona estirada na ponta da trinca de fadiga, realizadas nas micrografias obtidas em MEV.

MATERIAL	DIREÇÃO			
	L-T	ZE (μ m)	T-L	ZE (μ m)
PR	24,13-12,7 19,0-17,8	18,4	17,8-6,35-6,35 19,0-17,8	13,5
NR	31,75-25,4-30,5 34,25-26,64	30,1	17,8-12,7-27,4 15,3	18,3
R ₁	19,0-12,7-5,0 6,2-6,1	12,3	11,4-12,66 10,4-13,6	12,0
R ₂	16,0-15,8-12,6 19,0-16,5-19,0	16,5	15,6-12,7 16,2-12,1	14,2

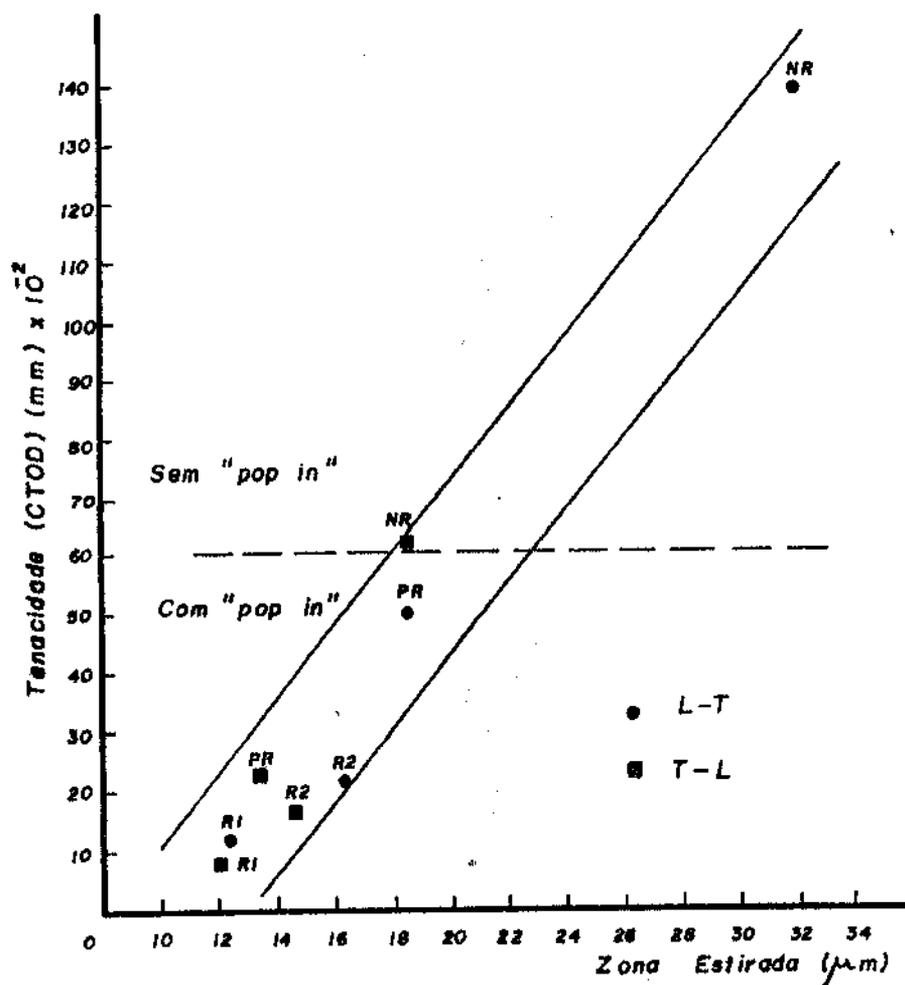


Figura VI.38 - Relação entre CTOD e Zona Estirada.

TABELA VI.15 - Valores estimados do $CTOD_i$

MATERIAL	DIREÇÃO	$d = \overline{ZE} \cos 45^\circ (\mu m)$	$CTOD_i^* (\mu m)$
PR	L-T	13,4	16,8
	T-L	9,5	19,0
R_1	L-T	8,7	17,4
	T-L	8,5	17,0
R_2	L-T	11,7	23,4
	T-L	10,0	20,0
NR	L-T	21,3	42,6
	T-L	12,9	25,8

*Valor estimado a partir dos valores medidos para a zona estirada $CTOD_i = 2d$.

3.6. Modelo Analítico do Mecanismo de Fratura

Baseando-se nos aspectos fractográficos, apresentados pelos materiais com diferentes microestruturas, e suportado por diversas análises sobre os mecanismos de fratura dútil em ligas contendo partículas de 2ª fase^{44-47,57,59,65-74}, é possível imaginar o processo de fratura, o qual pode explicar algumas das características particulares encontradas nas microfractografias.

Como observado anteriormente, o processo de fratura da liga contendo partículas de 2ª fase ocorre pelo micromecanismo de *dimples*, os quais nucleiam em partículas de 2ª fase, crescem e coalescem por um processo localizado da estrição interna. Os *dimples* ocorrem originalmente em partículas grosseiras, as quais fraturam por clivagem no início do processo de deformação, isto é, em tensões muito abaixo da tensão de fratura. Assim essas partículas atuam como concentrador de tensões e controlam o caminho seguido pela trinca^{66,68,69}. O processo continua por nucleação de *micro-dimples* em partículas menores (dispersóides e precipitados de equilíbrio) entre as zonas de influência dos *dimples* maiores pré-existentes, sendo que é mais provável que nas partículas menores o processo de nucleação de vazios ocorra preferencialmente por decoesão na interface partícula/matriz⁷³. Esses *micro-dimples* crescem e coalescem produzindo a separação final do material. Desta forma o comportamento da fratura depende fortemente da densidade, distribuição, tamanho e natureza das partículas presentes na microestrutura do material.

Pelo processo da fratura abordado acima, segue que um aumento da fração volumétrica de partículas envolve uma separação final em níveis de deformações menores, significando, consequentemente, menor resistência à propagação de trincas e, portanto, menor tenacidade à fratura. Este efeito aumenta ainda com o endurecimento da matriz^{44,46,68}, o qual depende do tamanho e distribuição de partículas ainda menores (precipitados endurecedores). Essas últimas exercem influências na distribuição local da deformação da matriz, podendo em função de seu tamanho concentrar a deformação em bandas de deslizamento grosseiras, restritas à somente um sistema de deslizamento (caso de partículas coerentes), ou

em bandas de deslizamento finas provenientes de múltiplos sistemas de deslizamento (caso de partículas incoerentes)⁴⁶. Considerando isoladamente estes dois efeitos extremos, bandas de deslizamento grosseiras geram maior concentração local de deformação e, conseqüentemente, maior probabilidade de nucleação de trincas, quando partículas grosseiras estão associadas às mesmas^{57,68}.

A fim de elaborar um modelo analítico representativo do mecanismo de fratura deve-se, além de considerar os fatores microestruturais apontados acima, analisar as características de deformabilidade plástica da matriz, associada à propagação da pré-trinca de fadiga, afetada pela aplicação da sobrecarga. A trinca concentra a deformação em um dado volume de material em torno da mesma, formando a zona plástica⁵⁷⁻⁷¹ dentro da qual serão nucleados os primeiros *dimples*, que subseqüentemente serão unidos através dos *micro-dimples*. Assim o material seria mais tenaz quanto maior for a capacidade de deformação, em torno da ponta da trinca, e, portanto, dentro da zona plástica, antes de ocorrer a nucleação e crescimento de microvazios. Desta forma, materiais com baixa capacidade de encruamento iniciam prematuramente escoamento localizado, produzindo eventualmente fratura por cisalhamento em bandas de deslizamento, com um arredondamento muito pequeno da ponta da trinca. Já em materiais com alta capacidade de encruamento, o escoamento não se localiza até que a ponta da trinca tenha se arredondado apreciavelmente⁴⁴, isto é, o encruamento produz efetivamente uma dilatação lateral da zona plástica, dispersando portanto os deslocamentos da ponta da trinca. Assumindo que a fratura dútil ocorra quando a deformação atinge um valor crítico, o material com mais alta capacidade de encruamento pode suportar um nível de tensão mais alto antes que a fratura ocorra, isto é, o material tem maior tenacidade.

Em termos de formulações explícitas derivadas da mecânica da fratura^{17,58,80}, particularmente como proposto por Mc Clintock e Irwin⁷⁵, o raio da zona plástica, definida como o contorno na frente da ponta da trinca, no qual a tensão é igual à tensão de escoamento do material, pode ser estimado pelas relações abaixo:

$$r_p = 1/\alpha\pi(K/\sigma_e)^2 \quad (7)$$

A relação entre K e CTOD (δ) é dado pela equação:

$$\delta = K^2/E\sigma_e \quad (8)$$

Portanto combinando as equações (7) e (8) teremos:

$$r_p = 1/\alpha\pi(\delta E/\sigma_e) \quad (9)$$

onde: K fator de intensificação de tensões
 σ_e limite de escoamento;
 E módulo de elasticidade (72000 MPa)
 r_p raio da zona plástica
 α constante; igual a 2, em condição da tensão plana e,
 igual a 6, em condição da deformação plana.

Antes de discutir o modelo analítico apresentado na figura VI.39 e VI.40, é necessário acrescentar duas suposições fundamentais: A primeira baseia-se na hipótese desenvolvida por Knott⁷²⁻⁷³, a qual é vinculada ao modelo de zona plástica proposto por Hans e Rosenfield^{57,77}, derivado de observações experimentais, isto é, a zona plástica formada na ponta da trinca pode ser razoavelmente representada como uma região contendo bandas de deslizamento de máxima tensão de cisalhamento. A segunda é que o processo de nucleação e crescimento de *dimples*, originado em partículas de segunda fase, não é homogêneo dentro da zona plástica, isto é, o processo progride preferencialmente nas bandas de deslizamento de máxima tensão de cisalhamento⁷¹.

O diagrama ilustrado na figura VI.39 mostra a sequência do processo de fratura ocorrendo na ponta da trinca durante a aplicação da sobrecarga, onde é analisado o material contendo microestruturas não recristalizada. O processo de propagação da pré-trinca de fadiga, submetida à sobrecarga, inicia-se afetado pela concentração de tensões produzida pela ponta aguda da trinca, gerando deslizamento de material em planos preferenciais e direções de máxima tensão de cisalhamento, como representado na figura VI.39(a). Com o aumento da carga aplicada a zona plástica formada

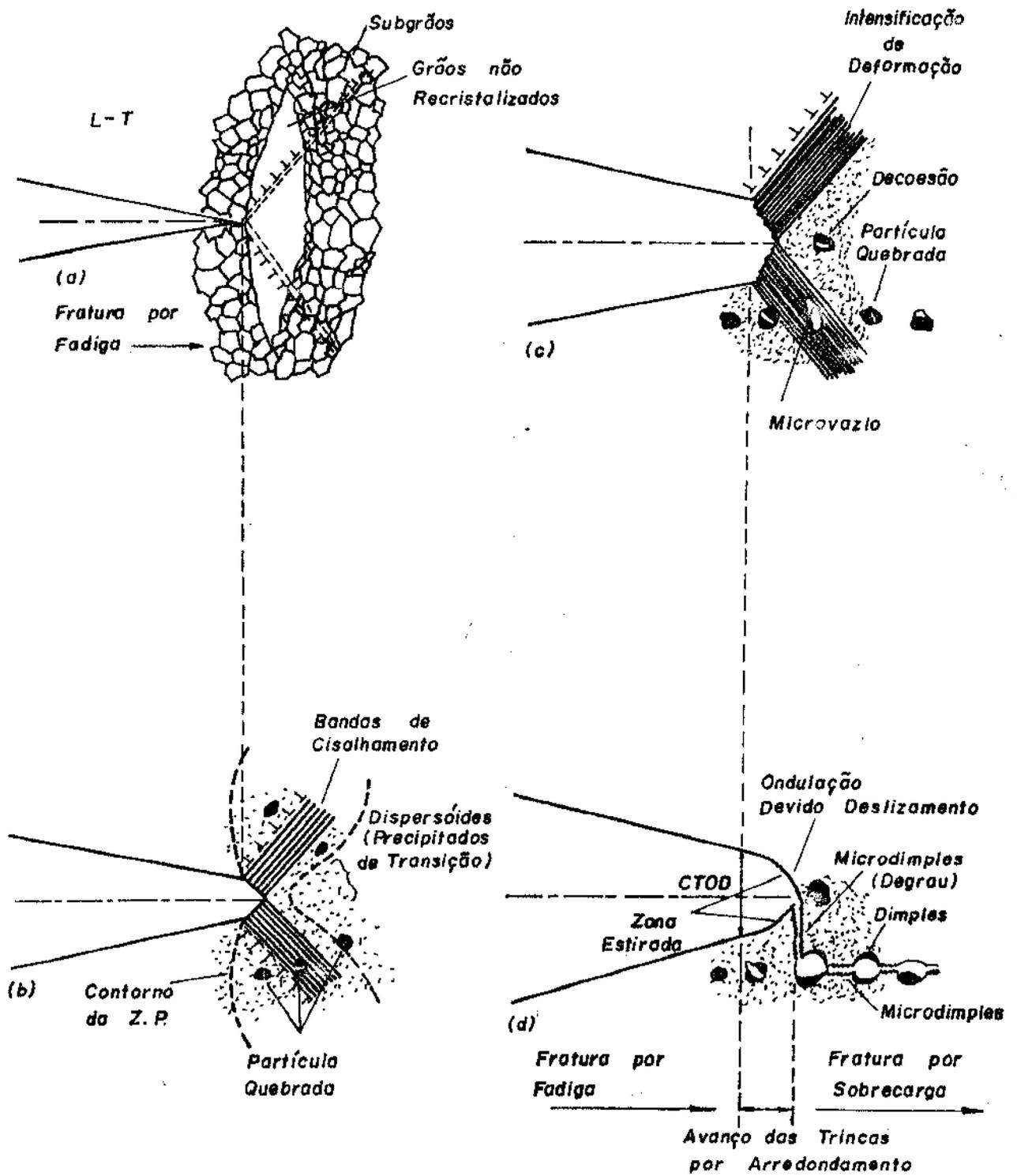


Figura VI.39 - Representação esquemática dos estágios sucessivos do processo de fratura apresentado pelo material não recristalizado.

na ponta da trinca, torna-se mais estendida, sendo que dentro da mesma, a tensão atuante excede o limite de escoamento do material⁷⁶⁻⁷⁷. Em (b) está representada a zona plástica contendo duas regiões de máximo deslizamento plástico, como supostamente deve ocorrer no material com microestrutura não recristalizada (NR). Isto é baseado nas hipóteses discutidas anteriormente e na observação do deslizamento apresentado por este material; o qual mostrou bandas de deslizamento finas atravessando áreas contendo sub-grãos e grãos não recristalizados sem tendência à concentração de deformação em contornos (vide Figuras VI.26(c) e (d)). Com o aumento da tensão aplicada mais planos de deslizamento paralelos concentram-se nas duas regiões de máximo deslizamento (ou de máxima tensão de cisalhamento), intensificando, conseqüentemente, a deformação nessas regiões, conduzindo gradualmente ao arredondamento simultâneo da ponta da trinca, como mostrado em (c). Em conseqüência da intensificação localizada de deformação, as partículas grosseiras presentes nessas regiões tendem a iniciar a formação de *dimples* por quebra e/ou decoesão com a matriz (desde que as mesmas são indeformáveis), direcionando o caminho da fratura. Em (d) está representado o início da propagação da trinca em sobrecarga, a qual caminha em direção aos vazios preferencialmente formados em partículas grosseiras, situadas nas bandas de máximo deslizamento. Isto ocorre pela ligação da ponta da trinca com o vazio através de um degrau coberto de *micro-dimples*.

A nucleação dos *micro-dimples* em degraus, formados perpendicularmente ao plano de propagação da fratura, deve provavelmente originar-se da decoesão nas interfaces matriz dispersóides e/ou precipitados de equilíbrio, quando a deformação dentro das bandas atinge um valor crítico. O processo de coalescimento deve ocorrer imediatamente após a formação dos vazios, pois não se detectou distorções apreciáveis de forma nos microvazios presentes nas paredes dos degraus. Por outro lado a zona estirada deriva do processo de arredondamento da ponta da trinca, apresentando as marcas de ondulações provenientes do deslizamento localizado nas bandas de máximo deslizamento, podendo ainda ser correlacionada com o CTOD, como mostrado em (d).

As figuras VI.40(a) e (b) representam esquematicamente o processo de fratura ocorrendo no material recristalizado (R_x), o

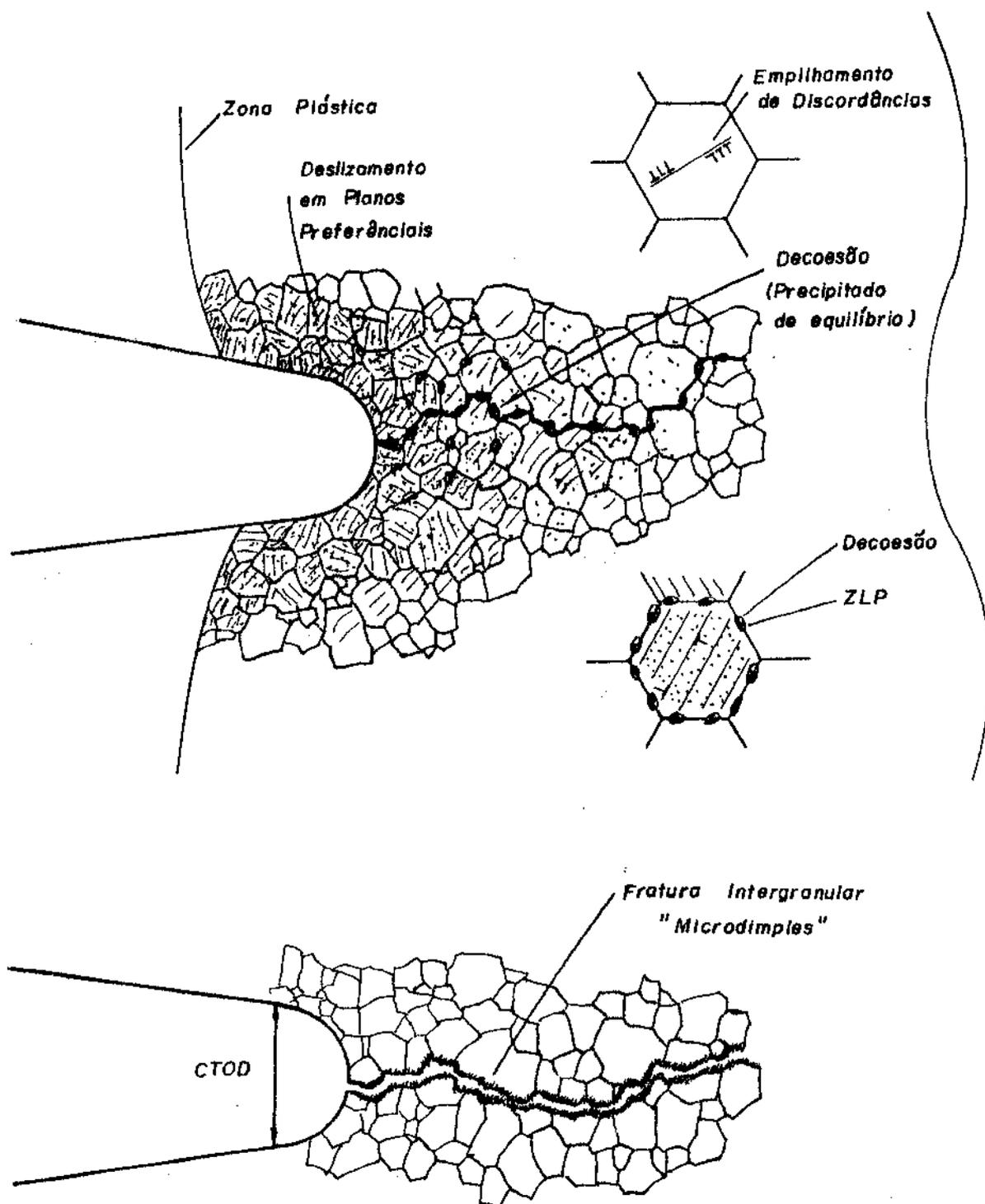


Figura VI.40 - Representação esquemática dos estágios sucessivos do processo de fratura apresentado pelo material recristalizado.

qual apresentou fratura predominantemente intergranular quando submetido à sobrecarga. Este tipo de fratura foi associado à elevada concentração de deformação no final do empilhamento de discordâncias, terminando em contornos de grãos, como foi constatado anteriormente no estudo do deslizamento em MET (vide figura VI.25 (a) e (b)). Este efeito pode ainda ser demonstrado considerando o empilhamento de discordâncias de comprimento D (onde D é o diâmetro do grão). Se σ é a tensão aplicada e σ_i é a tensão que se opõe ao deslizamento de discordâncias - *back stress* - (onde $\sigma > \sigma_i$), a banda de deslizamento transfere a carga $(\sigma - \sigma_i) D$ para o fim do empilhamento, o qual termina em contorno de grão. Este efeito é diretamente similar à concentração de tensões atuante na ponta da trinca⁴⁹. É conhecido pela teoria elástica que a tensão aplicada aumenta localmente de um fator proporcional à $(a/r)^{1/2}$, à uma distância r na frente da trinca de comprimento a ⁷⁵. Similarmente, à uma distância r , à frente da banda de deslizamento, há uma tensão adicional em torno de $(\sigma - \sigma_i) (D/r)^{1/2}$. No ponto onde $r \ll D$, portanto próximo ao contorno de grão, a concentração de tensões pode ser suficiente para nuclear vazios em precipitados de equilíbrio⁶⁰, sendo a mesma maior quanto maior for o tamanho do grão. Isto é evidentemente mais acentuado com a presença de zonas livres de precipitados, vizinhas aos contornos de grãos, pois nesses locais a matriz pode escoar localizadamente gerando microvazios por decoesão em precipitados de equilíbrio indeformáveis^{60, 78, 79}.

Para representar esquematicamente o processo de fratura, segundo o modelo apresentado na figura VI.40, foi feita uma estimativa do raio da zona plástica formada na ponta da trinca, pois o mecanismo de fratura poderia ser diferente se o mesmo for maior ou menor que o tamanho dos grãos. Assim, utilizando-se a equação (9) e considerando $\alpha=2$, tendo em vista que a espessura do espécime é menor que a condição de espessura mínima para o estado de deformação plana, determinou-se que $r_p \approx 10 D$, onde D é o diâmetro médio dos grãos. Neste caso, a distribuição da deformação, dentro da zona plástica, tende a ser mais homogênea, devido que cada grão deforma-se individualmente em seus planos de máxima tensão de cisalhamento, produzindo concentração de deformação em contornos de grãos e não em bandas de máximo deslizamento, relativos à ponta

da trinca, como foi o caso do material NR (figura VI.40(a)).

No material recristalizado, os grãos preferencialmente orientados escoam antes que os sistemas de deslizamento dos grãos adjacentes sejam ativados ou tenham se deformados a um mesmo nível. Este processo é ainda mais acentuado devido ao efeito das partículas endurecedoras, isto é, os precipitados mais finos, presentes na matriz do material recristalizado, tendem a concentrar a deformação em bandas de deslizamento grosseiras (devido ao cisalhamento de partículas por discordâncias), as quais produzem maior tendência ao amolecimento local por trabalho de deformação, concentrando conseqüentemente a deformação no plano de deslizamento primário⁴⁶. Em (b) está representado o processo de iniciação instável da trinca a qual caminha em direção aos microvazios formados preferencialmente em contornos de grãos, sem apresentar degraus.

4. MICROMECHANISMO DE DEFORMAÇÃO E FRATURA - OBSERVAÇÃO *IN SITU* EM MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE TRANSMISSÃO

4.1. Características Gerais do Processo de Nucleação e Propagação de Trincas

Nos últimos anos a técnica de microscopia eletrônica de transmissão tem sido aplicada com sucesso em materiais metálicos, fazendo-se observações *in situ* da deformação plástica ocorrendo na ponta da trinca^{81-92,96-98}. Esses estudos foram realizados principalmente em metais puros, monocristalinos e policristalinos, com o objetivo de observar o fenômeno de emissão de discordâncias pela ponta da trinca, relacionando-o com o comportamento dútil/frágil dos materiais. Quando a trinca é nucleada, através de uma tensão aplicada, a maneira pela qual a mesma se propaga depende da competição entre emissão de discordâncias e clivagem^{81-83,93-95}: a emissão de discordâncias relaxa o campo de tensões em torno da ponta da trinca, por arredondamento da mesma e criando simultaneamente uma zona plástica que a protege das tensões externas. As-

sim os materiais são classificados como intrinsecamente frágeis se, para um dado padrão de carga, em uma trinca atomisticamente aguda, as condições para decoesão de uma interface plana do cristal são alcançadas antes daquelas para emissão de discordâncias pela ponta da trinca. Por outro lado, o material é intrinsecamente dútil se a condição para emissão de discordâncias pela ponta da trinca é alcançada antes; então a fratura envolve extensiva geração e movimentação de discordâncias em torno da ponta da trinca, de modo que o campo de tensões associado com a ponta da trinca é restringido pela zona plástica. Isto é, o campo de tensões elástica em torno da ponta aguda da trinca é substituída por uma zona plástica que arredonda a ponta da trinca. A partir deste instante a fratura envolve um mecanismo de escoamento dútil por crescimento e coalescimento de microvazios e/ou por localização em bandas de deslizamento.

Os experimentos de deformação (*in situ*) podem ser classificados em duas categorias, as quais foram utilizadas no presente trabalho: na primeira, o corpo de prova é afinado por um jato de eletrólito até sua perfuração central (amostra (a) da figura V.11); na segunda, o mesmo é afinado até conseguir uma área semi-transparente ao feixe eletrônico (amostra (b) da figura V.11).

- Amostras com perfuração central

No primeiro caso a área da folha fina, em torno do furo central, é totalmente transparente ao feixe eletrônico e a trinca inicia-se na extremidade do mesmo, propagando-se em direção aproximadamente perpendicular ao eixo de tensão, quando uma carga é aplicada externamente, figura VI.41(a). Assim a folha fina encontra-se em estado de tensão plana e deforma-se segundo os planos de máxima tensão de cisalhamento^{81,85}. Como resultado das forças exercidas pela superfície livre, as discordâncias colocam-se em posição normal à superfície da folha fina a fim de minimizar o seu comprimento de linha⁸¹ e, em consequência disto, não mais do que um ou dois planos de deslizamento tornam-se operativos. Evidentemente o processo de deformação ocorrendo em amostras compactas é mais complexo, pois envolve a geração de discordâncias

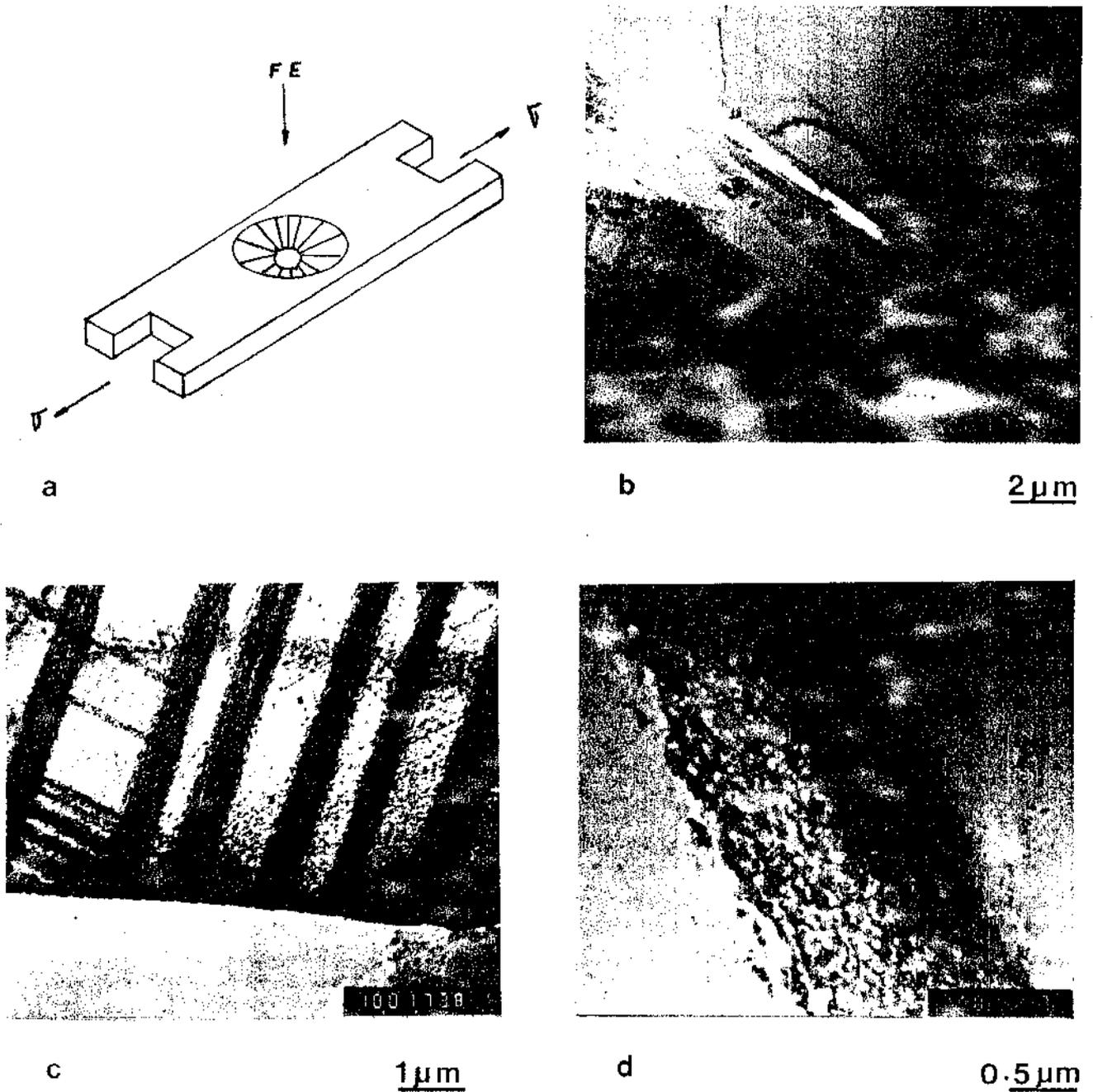


Figura VI.41 - Geometria do corpo de prova utilizado no ensaio de tração (in situ) em MET (a) e Micrografias obtidas em MET durante ensaios de tração in situ, (b) detalhe da ponta da trinca nucleada na extremidade do furo central mostrando linhas de deslizamento inclinadas em relação à ponta da trinca e zona plástica, (c) detalhe das linhas de deslizamento ao lado da trinca após fratura, (d) detalhe da subestrutura de discordâncias formada dentro da zona plástica (estrutura celular).

de diversos vetores de Burger, devido que a deformação opera em múltiplos sistemas de deslizamento. Apesar disto, a deformação plástica ocorrendo na ponta da trinca em amostras finas pode ilustrar alguns aspectos microscópicos relevantes do mecanismo de fratura.

A micrografia (b) da figura VI.41 mostra o tipo de propagação de trinca mais comumente observado nos experimentos de tração *in situ*, onde discordâncias são formadas em planos de deslizamento inclinados em relação à ponta da trinca, indicando que a abertura da mesma realiza-se segundo o Modo I de deformação (outros modos de deformação foram também observados e serão discutidos posteriormente). Esses dois sistemas de deslizamento conduzem à formação de saliências na superfície da ponta da trinca resultando na abertura das faces da mesma. Na região imediatamente em torno da ponta da trinca esses planos de deslizamento não se encontram em contraste, devido à forte interação do feixe eletrônico com o campo de tensões elásticas gerado pela tensão aplicada. Somente após a dissipação total de energia, dada pela fratura, é que os mesmos podem ser colocados em contraste, como mostrado na micrografia (c). Esta micrografia foi obtida observando-se a superfície lateral da trinca após a fratura completa da amostra. A micrografia (b) fornece um outro detalhe do processo de fratura: a zona plástica formada em torno da ponta da trinca pode ser visualizada pelas zonas de contraste que a circundam, sendo que as mesmas são formadas de pequenas células medindo em torno de 0,2 μm , como mostrado na micrografia (d).

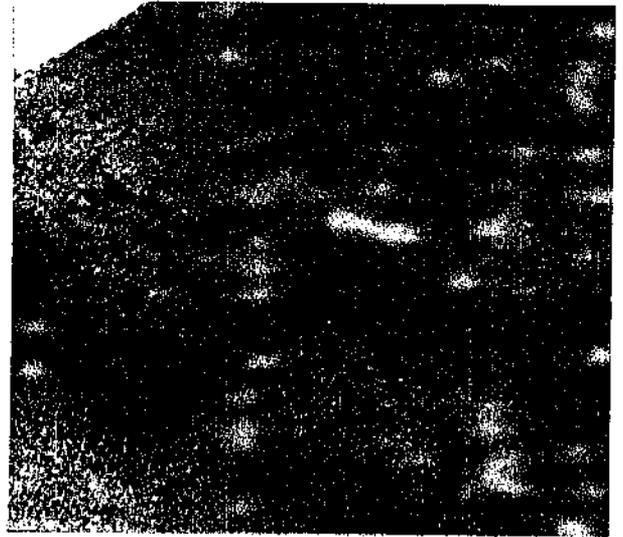
O limitado número de sistemas de deslizamento, imposto pela condição de deformação em folha fina, pode inibir a formação de estruturas de discordâncias de mais baixa energia, fora da região afetada pela ponta da trinca, como discutido por Wilsdorf⁸²⁻⁸³. Isto portanto pode apresentar-se como uma limitação da utilização da técnica de tração *in situ* em MET, para o entendimento do mecanismo de fratura ocorrendo em amostras compactas. No entanto, na liga estudada, estruturas celulares não foram também observadas nas micrografias eletrônicas em amostras compactas, retiradas imediatamente abaixo da superfície de fratura dos corpos de prova rompidos em tração monotônica. Neste caso a deformação observada foi sempre planar em todas as condições microestruturais

estudadas.

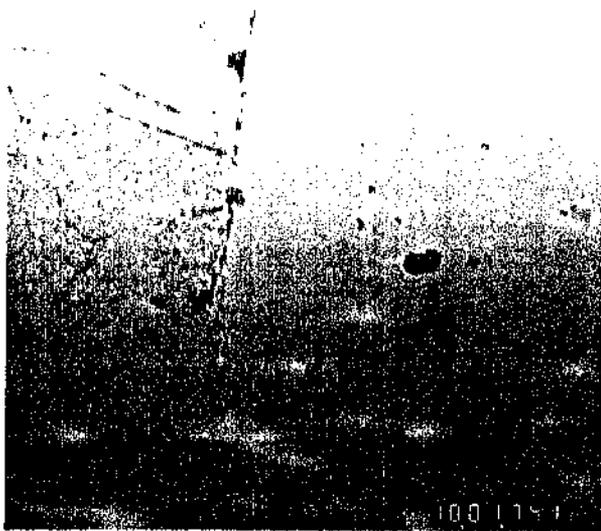
Uma outra característica importante do processo de fratura pode ser constatado em folhas finas, quando observa-se o processo de deformação antes que a trinca tenha sido nucleada. As micrografias (a) e (b) da figura VI.42 mostram dois estágios sucessivos de deformação ocorrendo na matriz. A primeira representa o estágio inicial de deformação onde as primeiras discordâncias formadas já têm seu movimento dificultado pela presença de partículas finas. Com o aumento da tensão aplicada percebe-se uma tendência à concentração de deformação em regiões localizadas, as quais podem ser distinguidas pelas zonas mais contrastadas da micrografia (b). Percebe-se também que alguns grãos deformam-se preferencialmente do que outros, como sugere a micrografia (c). A característica mais relevante do processo de fratura pode ser observado pela micrografia (d), na qual constata-se a aglomeração de discordâncias em torno de partículas intermediárias (dispersóide) formando anéis de cisalhamento. A concentração de deformação nessas partículas pode conduzir ao processo de nucleação de vazios, como sugere as micrografias (d) e (c) das figuras VI.42 e VI.45 respectivamente. Broek^{59,75} propôs um modelo para nucleação de vazios em partículas de 2ª fase que é compatível com as observações realizadas neste experimento. Os anéis de discordâncias formados em torno das partículas são, por um lado, repelidos pela ação de sua força imagem e, por outro lado, são forçados contra as partículas através das tensões oriundas do empilhamento e da tensão de cisalhamento aplicada. Quando um ou mais pares de anéis de discordâncias cisalham a matriz vizinha à partícula, pode ocorrer decoesão e um vazio ser formado. Como consequência da nucleação do vazio na interface, as forças de repulsão aos anéis de discordâncias subsequentes podem ser drasticamente reduzidas e uma grande parte do empilhamento pode juntar-se ao vazio recentemente formado, gerando um processo de crescimento do mesmo. Apesar das evidências experimentais observadas nessas micrografias, o microvazio formado não evoluiu a ponto de nuclear uma trinca. Isto, no entanto, pode ser atribuído à nucleação preferencial de trincas nas regiões mais finas da amostra de tração *in situ*; isto é, a resistência à fratura nessas regiões da amostra é menor que as forças coesivas na interface partícula/matriz, de maneira que o processo de



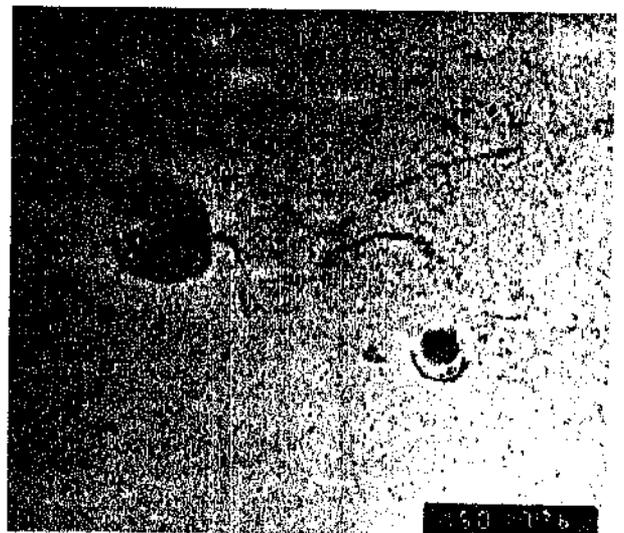
a

2 μm

b

2 μm

c

1 μm

d

1 μm

Figura VI.42 - Micrografias obtidas em MET durante o ensaio de tração *in situ*. (a) distribuição de discordâncias no início do processo de deformação, (b) sequência de (a) com aumento da deformação, (c) deformação preferencial de um grão em relação a outro vizinho, (d) concentração de discordâncias em torno de partículas intermediárias formando anéis de cisalhamento.

nucleação e crescimento de vazios não pode ser observado em toda sua extensão, utilizando a técnica de tração *in situ* em MET.

Utilizando-se, portanto amostras perfuradas, a trinca inicia-se sempre nas regiões mais finas da amostra e propaga-se em direção às regiões mais espessas, sendo que, sua propagação ocorre através do mecanismo de emissão de discordâncias pela ponta da trinca, formando uma extensa zona plástica em torno da mesma, como observado na micrografia (b) da figura VI.41. Em ligas endurecidas por precipitação o fenômeno de formação da zona plástica é muito difícil de ser visualizado devido à forte interação entre discordâncias e precipitados endurecedores, impossibilitando a observação de movimento individual de discordâncias a partir da ponta da trinca. No entanto Ohr^{81,88-90} têm observado claramente a formação de zona plástica utilizando a técnica de tração *in situ* em monocristais e policristais de materiais puros e, atribui sua origem à emissão de discordâncias pela ponta da trinca na forma de um empilhamento (*pile-up*) invertido. O autor acrescenta que durante o processo de propagação da trinca, ocorre inicialmente um arredondamento em sua ponta e a trinca propaga-se lentamente emitindo discordâncias até que, entre a ponta da trinca e a zona plástica, forma-se uma zona livre de discordâncias, a qual é compatível com o empilhamento invertido. Quando isto ocorre a propagação da trinca é abrupta sem emissão de discordâncias, estabelecendo-se, desta forma, uma competição entre processos de propagação elástico e plástico. De modo geral, observa-se zonas plásticas estreitas com largas zonas livres de discordâncias em metais com estrutura cristalina CCC semi-frágeis e extensas zonas plásticas com estreitas zonas livres de discordâncias em metais CFC dúteis⁸¹. Na liga de alumínio 7050 observou-se que a zona plástica surge em decorrência do aparecimento instantâneo de anéis de discordâncias na superfície da folha fina, em torno da ponta da trinca, como um processo de **efervescência** ou **borbulhamento** de anéis de discordâncias, os quais são possivelmente formados devido à interação de discordâncias com os precipitados endurecedores. Observou-se também que a densidade desses anéis cresce na medida que se afasta da ponta da trinca, sugerindo que os mesmos formam um empilhamento invertido como proposto por Ohr. Além disto foi observado que o processo de propagação da trinca ocorre de modo

similar ao constatado por Ohr em metais puros⁸⁵⁻⁹⁰, ou seja, pela formação de zonas livres de discordâncias na ponta da trinca.

As observações do fenômeno de propagação da trinca em MET mostrou dois modos distintos de deformação e fratura, particularmente Modo I e III, os quais correspondem ao comportamento das discordâncias na frente da ponta da trinca. Na região fina da amostra, próxima ao furo central, a trinca propaga-se emitindo discordâncias em parafuso em um plano coplanar com o plano da trinca. A micrografia (a) da figura VI.43 mostra o plano de deslizamento formado na frente da ponta da trinca, o qual encontra-se inclinado em relação à superfície da folha fina. Esta observação é consistente com a geometria do Modo III de propagação^{87,102}, como mostrado nos esquemas (a) e (b) da figura VI.44. As discordâncias em parafuso no plano de deslizamento inclinado caracterizam este modo de deformação, no qual o deslocamento produzido pelas discordâncias é paralelo ao frente da trinca⁸¹. A micrografia (b) da figura VI.43 mostra os planos de deslizamento operando na frente da ponta da trinca onde encontram-se superpostos os dois Modos de deformação I e III. Isto ocorre quando a trinca alcança regiões mais espessas da amostra. Neste caso as direções de deslizamento são: $|111|$ para os dois planos inclinados de 45° com relação à ponta da trinca, os quais encontram-se paralelos ao feixe eletrônico, caracterizando o Modo I de deformação e $|100|$ para o plano coplanar com a ponta da trinca, inclinado de $\sim 45^\circ$ em relação ao feixe eletrônico caracterizando o Modo III de deformação. Ao contrário do Modo III de deformação, (onde a trinca permanece aguda durante sua propagação), quando a trinca alcança regiões mais espessas da amostra no qual o Modo I passa a ser predominante, ocorre um processo de arredondamento na ponta da trinca, pela emissão de discordâncias nos planos inclinados. Este último modo de propagação é compatível com o modelo (Modo I) proposto por Bilby¹⁰², no qual o deslocamento gerado pela deformação na ponta da trinca é paralelo ao deslocamento de abertura da ponta da mesma (COD), como mostrado na figura VI.44(d). Neste modelo a zona plástica consiste de um empilhamento de discordâncias em cunha nos planos inclinados e a trinca é arredondada pela emissão de discordâncias a partir de sua superfície^{81,87,103}.

A mudança observada na fratura de Modo III para Modo I pode ser atribuído à geometria de carregamento como proposto por

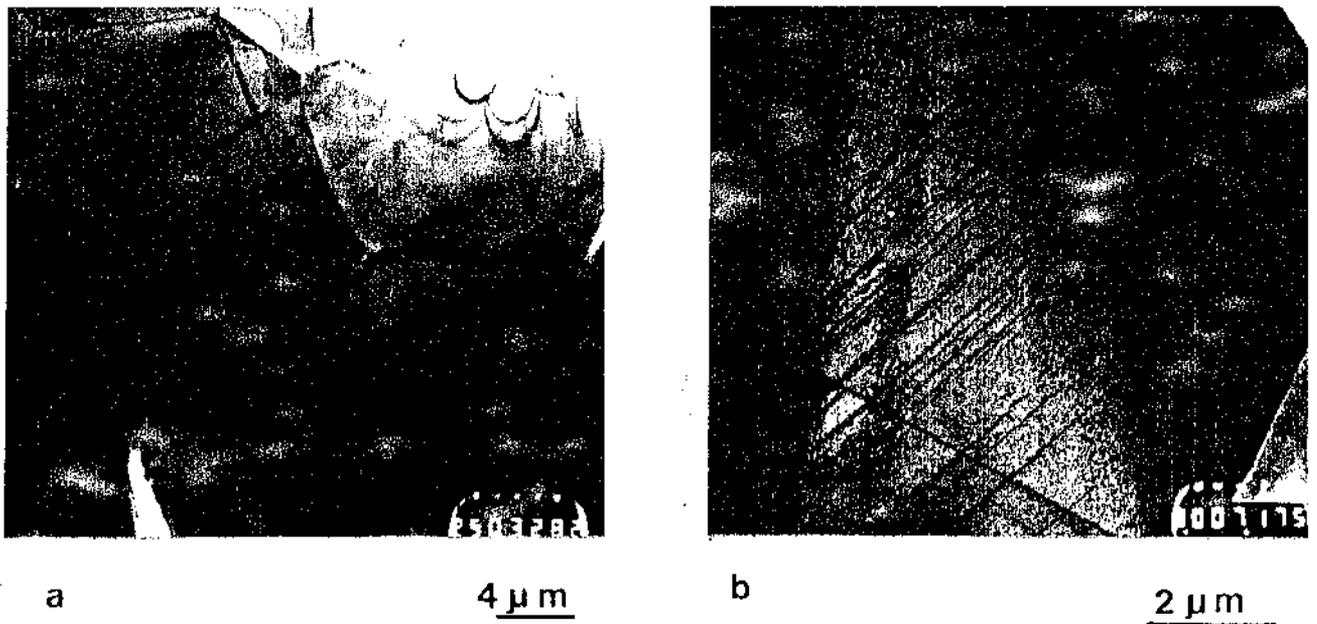


Figura VI.43 - Micrografias em MET durante o ensaio de tração "in situ". (a) emissão de discordâncias no plano coplanar com a ponta da trinca (Modo III), (b) planos operativos em frente à trinca em regiões mais espessas (Modo I + Modo III).

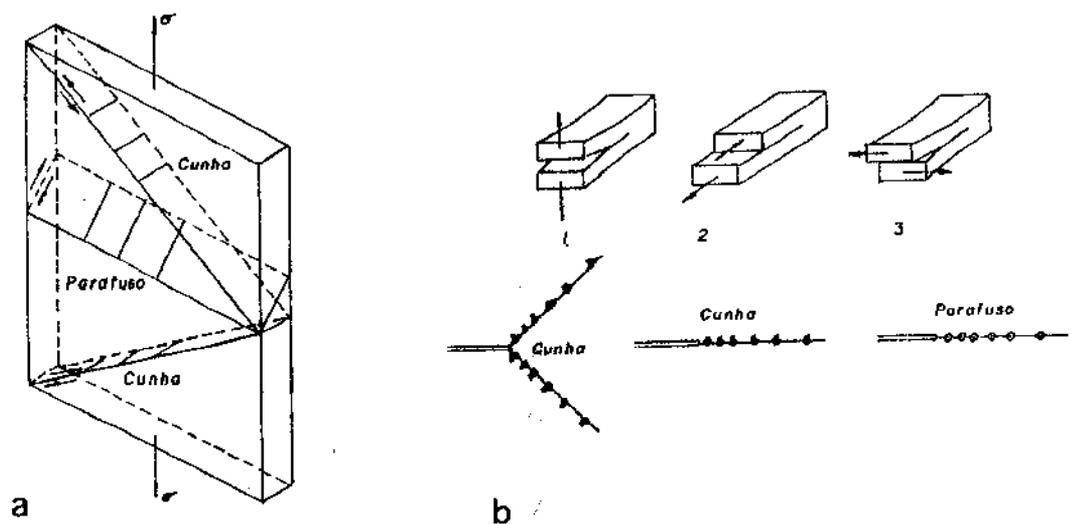


Figura VI.44 - Geometria do deslizamento e orientação das discordâncias esperado em folhas finas em tensão de tração (a). Modos de fratura e deformação na ponta da trinca (b)⁸¹.

Ohr⁸⁷. Na área eletropolida a espessura da amostra é muito fina, (nas regiões próximas ao furo central), de maneira que na frente e nas vizinhanças da ponta da trinca estabelece-se a condição de tensão plana. Este estado de tensão conduz à propagação da trinca por cisalhamento, pelo mecanismo Modo III de deformação. Quando a trinca move para regiões mais espessas da amostra o estado de tensão aproxima-se da condição de deformação plana, na área vizinha e em torno da ponta da trinca, a qual obriga a amostra a iniciar deslocamento na direção perpendicular à direção de propagação da trinca, favorecendo o Modo I de deformação. O arredondamento da ponta da trinca ocorre então pela emissão de discordâncias geradas na ponta da mesma a fim de promover o deslocamento de abertura da trinca por deformação plástica, como proposto por Cottrell¹⁰³. Tal processo é denominado não acumulativo, em contraste com a situação produzida pelos Modos II e III de fratura nos quais as discordâncias movem na frente da trinca contribuindo continuamente para o deslocamento de abertura da ponta da trinca.

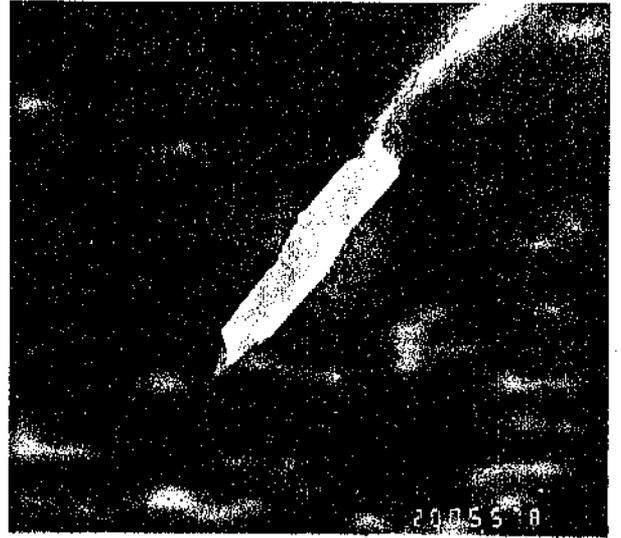
- Amostras sem perfuração central

Neste segundo tipo as amostras são polidas até obtenção de uma espessura semi-transparente ao feixe eletrônico, de modo a tracioná-las sem a influência de nucleação de trincas nas extremidades do furo central, como ocorre no caso do primeiro tipo de amostras. Nas amostras sem perfuração ocorre mais extensiva deformação, podendo provavelmente permitir ativação de outros sistemas de deslizamento, gerando discordâncias de diferentes vetores de Burger, sendo conseqüentemente mais representativo do processo de deformação ocorrendo em amostras compactas. No entanto, detalhes microestruturais não podem ser definidos com o microscópio de 200 kv utilizado nesses ensaios. Isto tem sido verificado por Ohr^{81,85,90} e Wildorf^{82,83,92}, utilizando microscópio eletrônico de alta voltagem, 400 e 1000 kv. Apesar desta limitação algumas características importantes do processo de nucleação e propagação de trincas podem ser observados pelas micrografias mostradas na figura VI.45.

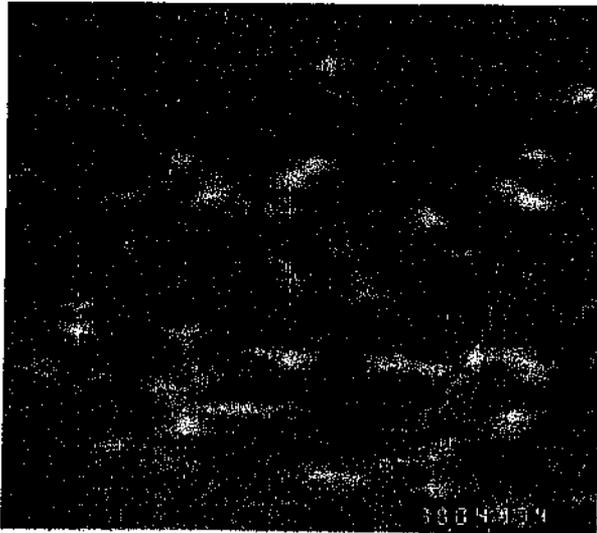
A nucleação de trincas ocorre invariavelmente associada à quebra de partículas grosseiras, situada nas extremidades late



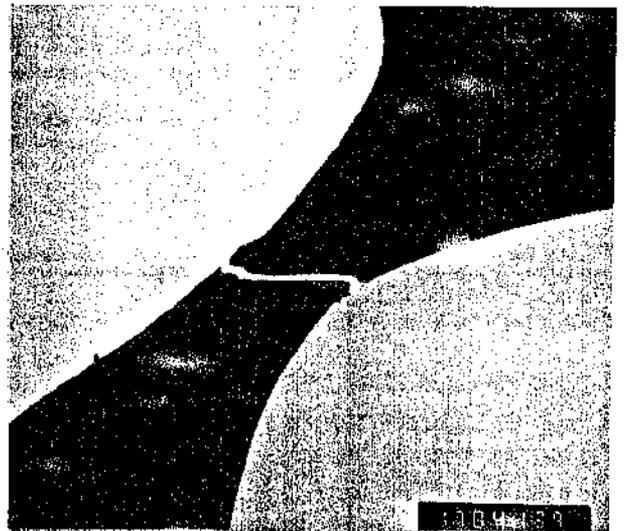
a

0.5µm

b

0.5µm

c

0.5µm

d

1 mm

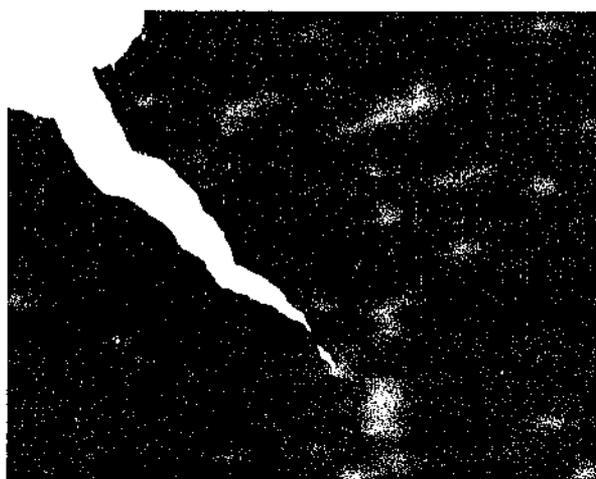
Figura VI.45 - Micrografias obtidas em MET em corpo de prova sem perfuração central (área semi-transparente). (a) nucleação de trinca por quebra de partícula (inclusão). (b) trinca atravessando partícula intermediária (clivagem), (c) microvazio nucleado em partícula intermediária, (d) fratura completa do corpo de prova.

rais da amostra, como mostrado na micrografia (a) ou ainda mais internamente, como mostrado na micrografia (b). Por outro lado a nucleação de vazios por decoesão interfacial pode também ser visualizado na micrografia (c), mas neste caso, não foi observado nucleação de trincas agudas; normalmente a formação de vazios nas interfaces partículas/matriz teve um efeito de conduzir o caminho da trinca, como mostrado na sequência de micrografias da figura VI.46. A fratura completa do corpo de prova mostra que a propagação da trinca segue o plano de máxima tensão de cisalhamento, situado aproximadamente a 45° em relação ao eixo de aplicação de tensão, de modo similar à fratura apresentada nos corpos de prova compactos (figura VI.45(d)).

Após ter abordado os principais mecanismos gerais de nucleação e propagação de trincas, observados durante os ensaios de tração *in situ* em MET, os quais foram independentes da microestrutura dos grãos, discutiremos a seguir como as diferentes microestruturas, particularmente a recristalizada e não recristalizada, afetam o mecanismo de propagação de trincas.

4.2. Mecanismos de Propagação da Trinca em Material Recristalizado.

A zona plástica formada na frente da trinca transgranular, nucleada na extremidade do furo central da amostra recristalizada, interage fortemente com os contornos de grãos. A figura VI.47(a) consiste de uma série de micrografias obtidas durante o ensaio de tração *in situ* em MET, mostrando a propagação da trinca em direção ao contorno de grão. Nos primeiros estágios de propagação a ponta da trinca emite discordâncias que se movimentam em seus planos de deslizamento, até que com o avanço da trinca, as discordâncias são empilhadas no contorno de grão. Neste estágio não se observa discordâncias ativas no grão adjacente na direção coplanar com a ponta da trinca, mas pode ser detectado, dentro do contorno de grão, a formação de anéis de discordâncias em torno dos precipitados de equilíbrio. Com o aumento da tensão aplicada, são nucleadas micro-trincas dentro do contorno, no entanto com posterior aumento de tensão, a trinca transgranular atravessa o



a



b



c

Figura VI.46 - Micrografia mostrando a sequência de propagação da trinca em regiões espessas da amostra durante tração *in situ* em MET. Aumento de 170X.

contorno de grão emitindo discordâncias no grão adjacente, como mostrado na figura VI.47(b). Somente em regiões mais espessas da amostra, onde a deformação envolve mais discordâncias do que aquelas emitidas pela ponta da trinca, pode-se observar propagação intergranular (figura VI.47(c)). Neste caso a trinca propaga-se preferencialmente na região vizinha aos contornos de grãos, livres de precipitados, confirmando as hipóteses discutidas anteriormente com relação ao mecanismo de fratura em amostras compactas.

A origem da trinca intergranular em material recristalizado pode ser facilmente observado utilizando a técnica de tração *in situ* em MET. A micrografia (a) da figura VI.48 mostra a distribuição da deformação em bandas de deslizamento, as quais terminam em contornos de grãos. Essas bandas, por um lado, localizam a deformação no plano de deslizamento primário, sendo que as discordâncias continuam a deslizar neste plano devido ao efeito de amolecimento por trabalho, quando as discordâncias cisalham as partículas coerentes. Por outro lado, o empilhamento de discordâncias pressionam os contornos de grãos aumentando a concentração de deformações nesses locais, a qual é diretamente proporcional ao comprimento do empilhamento. A micrografia (b) mostra em detalhe o empilhamento de discordâncias em um contorno triplo de grãos o qual atua como obstáculo para o movimento das discordâncias, impedindo portanto a transferência de plasticidade para os grãos adjacentes que ainda não iniciaram deslizamento. Como os precipitados de equilíbrio presentes nos contornos de grãos são indeformáveis e a matriz vizinha, livre de precipitados, está altamente tensionada, ocorre nucleação de vazios por decoesão interfacial, como mostrado na micrografia (c).

4.3. Mecanismo de Propagação de Trincas em Material Não Recristalizado.

Como já mencionado anteriormente, nas regiões mais finas da amostra, a trinca propaga-se emitindo discordâncias em um plano coplanar com o plano da trinca e a mesma caminha rapidamente em direção às regiões mais espessas da amostra. Durante este percurso não ocorre deformação plástica generalizada na frente

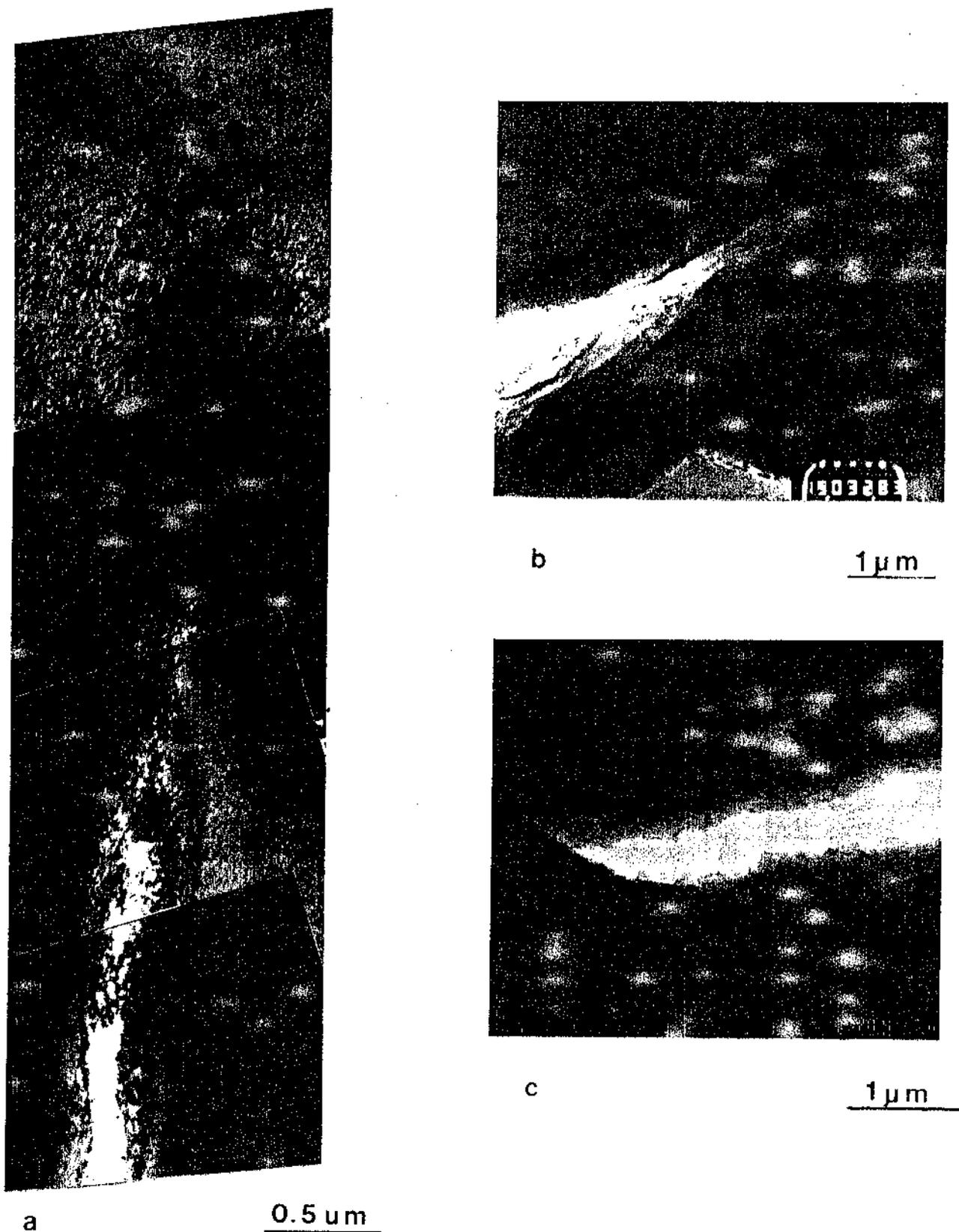
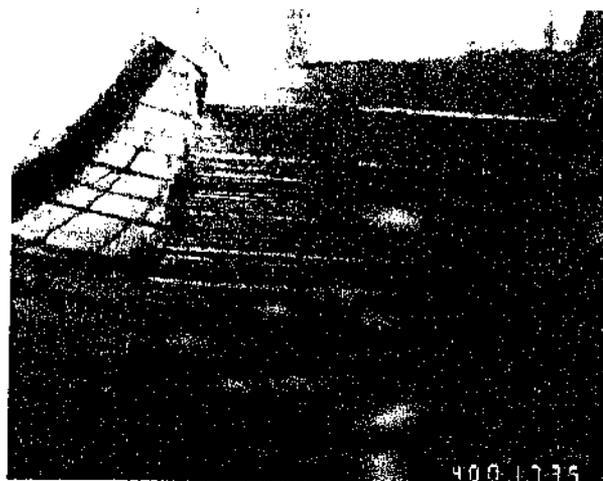


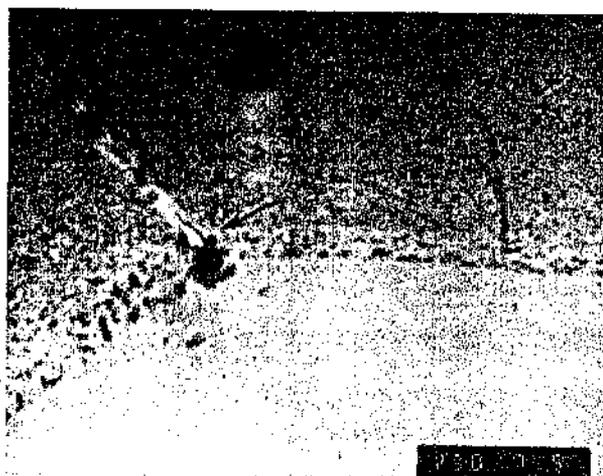
Figura VI.47 - Micrografias obtidas em MET mostrando o mecanismo de propagação de trincas durante tração *in situ* no material com microestrutura R. (a) interação da zona plástica com contorno de grão, (b) trinca transgranular atravessando o contorno de grão e nucleando micro-trincas no mesmo, (c) trinca intergranular em ZLP.



a

5 μm

b

1 μm

c

1 μm

Figura VI.48 - Micrografias obtidas em MET mostrando o mecanismo de nucleação de trincas em material com microestrutura recristalizada (a) e (b) bandas de deslizamento e concentração de deformação em contornos de grãos, (c) micro-trinca em junção tripla de grãos associada à precipitado de equilíbrio.

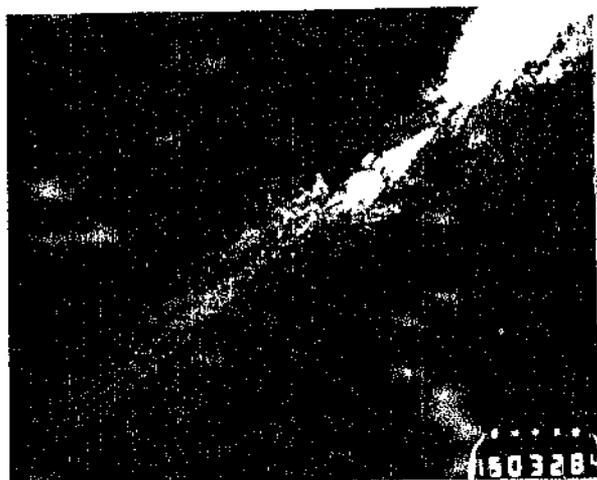
da ponta da trinca e não observa-se portanto formação de zona plástica. Desde que o deslocamento das superfícies ao lado da trinca ocorre aproximadamente perpendicular ao plano da superfície da amostra a trinca propaga-se segundo o Modo III.

Após ter percorrido certa distância, onde a trinca alcança regiões mais espessas da amostra, originalmente não transparentes ao feixe eletrônico, forma-se uma extensa zona plástica e o modo de fratura muda de Modo III para Modo I. A trinca inicia um processo de arredondamento passando a emitir discordâncias em planos de deslizamento inclinados em relação a ponta da trinca, formando a zona plástica mostrada na micrografia (a) da figura VI.49. Através do Modo I de deformação a ponta da trinca arredonda-se, e não mais avança, até que na frente da mesma ocorra um afinamento de espessura por deformação plástica. Quando a espessura desta região é suficientemente fina, a trinca propaga-se nucleando uma trinca aguda, sem aparente emissão de discordâncias, a qual pode ser considerada como uma fratura elástica no lugar da fratura plástica que a precedeu. No entanto, como pode ser observado pela micrografia (b), na frente da ponta da trinca forma-se microvazios dentro da zona plástica, nucleadas provavelmente em partículas de 2^a fase, de maneira que um ligamento é formado, entre o microvazio e a trinca pré-existente, a trinca então propaga-se rompendo o ligamento e coalescendo com o microvazio. A fratura continua por um processo alternado de arredondamento e coalescimento com microvazios. Essas observações experimentais são consistentes com o modelo de fratura dútil proposto por Knott¹⁰⁴, no qual a fratura caminha em zig-zag rompendo os ligamentos entre partículas através de linhas de deslizamento construídas entre as mesmas (veja item IV.5.2). A sequência de micrografias apresentadas na figura VI.49(c) mostra a trinca em regiões espessas da amostra, cuja propagação ocorreu pelo mecanismo de nucleação de microvazios e fratura de ligamentos por um processo de estricção localizada característico de fratura dútil transgranular.

A ruptura de ligamento é parte de processo de coalescimento de microvazios que origina o modo de fratura por mecanismo de *dimples* : nucleação, crescimento de vazios e fratura final através dos ligamentos entre cavidades. A fim de verificar se tal



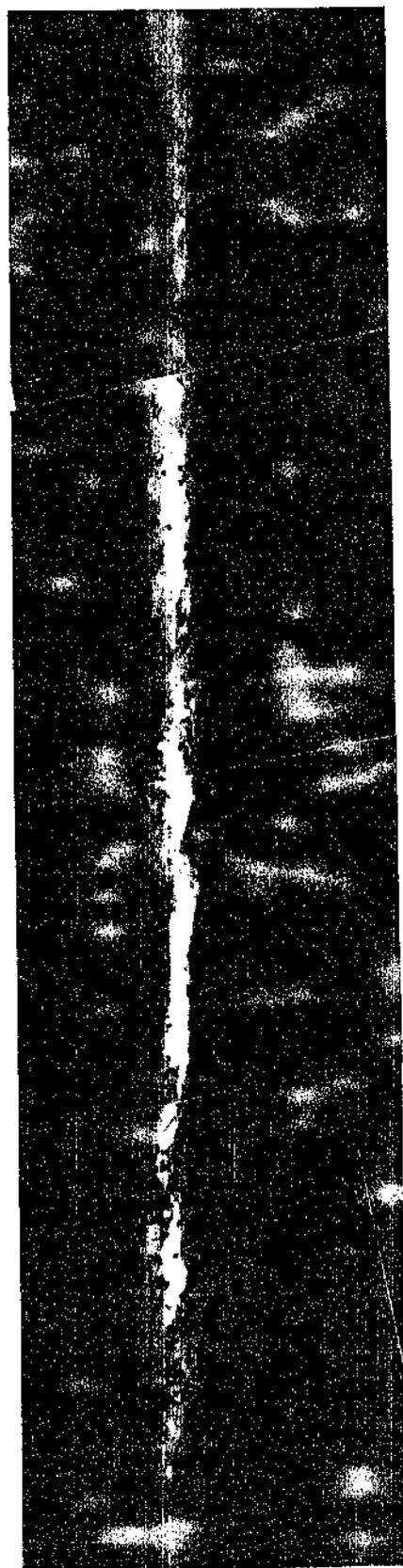
a

0.5 μ m

b

1 μ m

d

50 μ m

c

0.25 μ m

Figura VI.49 - Micrografias obtidas em MET durante ensaio de tração *in situ*, material NR. (a) zona plástica formada, (b) micro-trinca na frente da ponta da trinca, (c) sequência mostrando propagação da trinca, (d) micrografia obtida em MEV mostrando *dimples* na superfície de fratura da amostra tracionada *in situ*.

mecanismo é operativo em folhas finas, foram examinadas em MEV a superfície da amostra completamente fraturada em MET. Nas regiões mais espessas da amostra ocorreu uma forte redução localizada de espessura, sendo que separação final foi pela formação de *dimples* como pode ser observado na micrografia (d) da figura VI.49.

BIBLIOGRAFIA

1. HATCH, J.E. *Aluminum - Properties and Physical Metallurgie*. ASM. Cap. 5 (1984), 134.
2. THOMPSON, D.S. *Metall. Trans.* 6A (1975), 671.
3. SANDERS, R.E. *Thermomechanical Processing of Aluminum Alloys*. T.G. Morris, Ed. TSM-AIME. (1978), 50.
4. THOMPSON, D.S. *Thermomechanical Processing of Aluminum Alloys*. T.G. Morris, Ed. TSM-AIME. (1978), 74.
5. NES, E. *Acta Met.* 24 (1976), 391.
6. KOESTER, U. *Met. Sci.* 8 (1974), 151.
7. DOHERTY, R. D. e MARTIN, J.W. *J. Inst. Met.* 91 (1962), 332.
8. HUMPHREYS, F. J. *Acta Met.* 25 (1977), 1323.
9. WERT, J.A. et all. *Metall. Trans.* 12A (1981), 1267.
10. EMBURY, J.D. e NICHOLSON, R.B. *Acta Met.* 13 (1965), 403.
11. RAY, R.K. e HUTCHINSON, W.B. *Acta Met.* 23 (1975), 831.
12. GLADMAN, T. *Proc. Roy. Soc.* A294 (1966), 298.
13. Mc QUEEN, H. J. *Thermomechanical Processing of Aluminum Alloys*. T.G. Morris, Ed. TSM-AIME (1978), 1.
14. PARK, B.K. e VRUGGINK, J.E. *Thermomechanical Processing of Aluminum Alloys*. T.G. Morris, Ed. TSM-AIME. (1978), 25.

15. STARKE Jr. E.A. e LIN, F.S. *Metall. Trans.* 13A (1982), 2259.
16. LIN, F.S. e STARKE Jr. E.A. *Mater. Sci. Eng.* 39 (1979), 27.
17. LIN, F.S. e STARKE Jr. E.A. *Mater. Sci. Eng.* 15 (1980), 153.
18. DOHERTY, R.D. *Met. Sci.* 8 (1974), 132.
19. Mc QUEEN, H.J. *Metall. Trans.* 8A (1977), 807.
20. DOHERTY, R.D. e MARTIN, J.W. *Trans. ASM*, 57 (1964), 874.
21. LI, C.M.J. *Recrystallization, Grain Growth and Texture*. Cap. 2, ASM (1965), 45.
22. SWANM, P.R. *Electron Microscopy and Strenght of Crystal*. Interscience. N.Y. Cap. 3 (1963), 131.
23. CAHN, R.W. *Recrystallization, Grain Growth and Texture*. ASM. Cap. 3 (1965), 205.
24. SHEWMON, P.G. *Transformations in Metals*. McGraw-Hill Book Company. N.Y. Cap. 3. (1969), 60.
25. MARTIN, J.W. *Precipitation Hardening*. Pergamon Press. Cap. 1. (1968), 1.
26. KELLY, A. e NICHOLSON, R.B. *Precipitation Hardening - Progress in Materials Science* 10 (1963), 330.
27. EMBURY, J.D. e NICHOLSON, R.B. *Acta Met.* 13 (1965), 403.
28. NICHOLSON, R.B. *Electron Microscopy and Strenght of Crystal*. Interscience. N.Y. Cap. 18 (1963), 861.
29. THOMAS, G. *Electron Microscopy and Strenght of Crystal*. Interscience N.Y. Cap. 17 (1963), 793.

30. Aerospace Materials Specification - SAE-AMS. 408513. Aluminum Sheet. (1986).
31. CORNISH, A.J. e DAY, M.K. J. Inst. Met. 97 (1969), 44.
32. STARKE, Jr. E.A. J. Met. 1 (1970), 54.
33. PASHLEY, D.J. et all. Philos. Mag. 16 (1975), 51.
34. EMBURY, J.D. e NICHOLSON, R.B. Acta Met. 11 (1966), 1009.
35. JOHNSTON, T.L. e FELTNER, C.E. Metall. Trans. 1A (1970), 1161.
36. ARMSTRONG, R.W. Metall. Trans. 1A (1970), 1169.
37. PETCH, N.J. et all. J. Iron Steel Inst. 147 (1953), 25.
38. ZENER, C. Phys. Rev. 169 (1946), 128.
39. JONAS, J.J. et all. Metall. Rev. N° 130, (1969), 1.
40. Mc QUEEN, H.J. Metall. Trans. 8A (1977), 807.
41. Mc Queen, H.J. et all. Can. J. Phys. 45 (1967), 1225.
42. THOMPSON, A.W. Metall. Trans. 8A (1977), 833.
43. ABSON, D.J. e JONAS, J.J. Met. Sci. J. 4 (1970), 24.
44. MARTIN, J.W. *Micromechanics in Particles Hardened Alloys*. Oxford. Cap. 3 (1979), 99.
45. HONEYCOMB, R.W. *The Plastic Deformation of Metals*. Edward Arnold. Cap. 7 (1977), 178.
46. HORNBOGEN, E. e GAHR KARL-HEINZ ZUN. Metallografy 8 (1975), 181.

47. EMBURY, J.D. *Ductile Fracture*. 6th International Conference of Strength of Metals and Alloys. Melbourne, Australia. 3(1982) 1089.
48. GOLDSTAIN, A. et al. *Mechanical Properties of Materials*. Ed. Mir. (1983-84), 127.
49. HAASEN, P. *Physical Metallurgy*. Cambridge University Press. 2^a Ed. Cap. 21, (1986), 386.
50. STARKE, Jr. E.A. *Strength of Metals and Alloys*. (ICSMA6). Ed. R.C. Gifkins Pergamon Press. Oxford. N.Y. (1983), 1.
51. STARKE Jr. E.A. e LIN, F.S. *Metall. Trans.* 13A (1982), 2259.
52. SANDERS, T.H. e STARKE Jr. E.A. *Acta Met.* 30 (1982), 927.
53. ASBY, M.F. *Strengthening Methods in Crystal*. The deformation of Plastically Non-Homogeneous Alloys. Ed. A. Kelly, R.B. Nicholson. Applied Science - London. Cap. 3 (1971), 137.
54. GYSLER, A. et al. *Acta Met.* 27 (1974), 901.
55. LUDTKA, G.M. e LAUGHLIN, D.E. *Metall. Trans.* 13A (1982), 411.
56. LIN, F.S. et al. *Metall. Trans.* 13A (1982), 401.
57. HAHN, G.T. e ROSENFELD, A.R. *Metall. Trans.* 6A (1975), 653.
58. KIRMAN, I. *Metall. Trans.* 2A (1971), 1761.
59. BROEK, D. *Eng. Fract. Mech.* 5 (1973), 55.
60. VASUDEVAN, A.K. e DOHERTY, R.D. *Acta Met.* 35 (1987), 1193.
61. LAGNEBORG, R.I. *Metall. Rev.* N° 165, 17 (1972), 130.
62. DAHMEN, U. e HORNBOKEN, E. *Z. Metallkde.* 66 (1974), 901.

63. British Standard Methods for Crack Opening Displacement (COD) Testing. BS 5763: 1979.
64. HARRINSON, J.D. *Metal. Const.* 10 (1980), 524.
65. Mc CLINTOCK, F.A. et al. *Inst. J. Fract. Mech.* 2 (1966), 614.
66. Mc CLINTOCK, F.A. *J. App. Mech.* 6 (1968), 363.
67. SCHWALBE, KARL-HEINZ. *Eng. Fract. Mech.* 9 (1977), 795.
68. ROSENFELD, A.R. *Metall. Rev.* N° 121, (1968), 29.
69. BROEK, D. *Eng. Fract. Mech.* 6 (1974), 173.
70. MILLS, W.J. American Society for Testing and Materials. ASTM-STP. *J. Testing Evaluation* (1981), 56.
71. DI RUSSO, E. *Met. Sci. Tech.* 4 (1986), 37.
72. GARRET, G.G. e KNOTT, J.F. *Metall. Trans.* 9A (1978), 1187.
73. CHEN, C.Q. e KNOTT, J.F. *Met. Sci.* 15 (1981), 357.
74. HORNBOKEN, E. *Strenght of Metals and Alloys*. 6th International Conference on the Strenght of Metals and Alloys. A.C. GIFKINS, *Microstructure and Mechanisms of Fracture*. Melborne, Australia 3 (1982), 1059.
75. BROEK, D. *Elementary Engineering Fracture Mechanics*. Martinus Nijhoff Publishers Metherlands. Cap. 2 (1984), 24.
76. Mc CLINTOCK, F.A. e Irwin, G.R. American Society for Testing and Materials. ASTM-STP-381. Philadelphia. (1965), 84.
77. HANH, G.T. e ROSENFELD, A.R. *Acta Met.* 13 (1965), 293.

78. HORNBOGEN, E. e GRAF, M. *Acta Met.* 25 (1977), 877.
79. RYUM, N. *Acta Met.* 17 (1969), 921.
80. FERREIRA, I. e NAZAR, A.M.M. COBEM/87. IX Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica. Florianópolis, SC, Dez. (1987), 987.
81. OHR, S.M. *Mater. Sci. Eng.* 72 (1985), 1.
82. WILSDORF, H.G.F. *Mater. Sci. Eng.* 59 (1983), 1.
83. JAGANNADHAM, K. e WILSDORF, H.G.F. *Mater. Sci. Eng.* 81 (1986), 273.
84. ALARCON, O.E., MONTEIRO, W.A., NAZAR, A.M.M. IX Inter-American Conference on Materials Technology. Santiago, Chile. Out. (1987), 281.
85. HORTON, J.A. e OHR, S.M. *J. Mater. Sci.* 17 (1982), 3140.
86. OHR, S.M. *Scripta Metall.* 20 (1986), 1501.
87. OHR, S.M. e NARAYAN, J. *Philos. Mag.* A41 (1980), 81.
88. KOBAYASHI, S. e OHR, S.M. *J. Mater. Sci.* 19 (1984), 2273.
89. HORTON, J. A. e OHR, S.M. *Scripta Metall.* 16 (1982), 621.
90. KOBAYASHI, S. e OHR, S.M. *Scripta Metall.* 15 (1981), 343.
91. POLLOCK, T.C. *Mater. Sci. Eng.* 61 (1983), 7.
92. WILSDORF, H.G.G. *Scripta Metall.* 17 (1983), 1209.
93. RICE, J.R. e THOMPSON, R. *Philos. Mag.* 29 (1974), 73.
94. ARGON, A.S. *Acta Met.* 35 (1987), 185.

95. THOMPSON, R. *Physics of Fracture*. Solid State Physics. Vol. 39. International Centre for Theoretical Physics. Trieste, Italia. Sprig College in Materials Science. Maio (1987), 1.
96. GARDNER, R.N. et all. *Mater. Sci. Eng.* 29 (1977), 169.
97. OHR, S.M. e KOBAYASHI, S. *J. Met.* 5 (1980), 35.
98. WILSDORF, H.G.F. *Acta Met.* 30 (1982), 1247.
99. NORH, K. et all. *Acta Met.* 33 (1985), 379.
100. HIGASHIDA, K. et all. *Mater. Sci. Eng.* 81 (1986), 239.
101. JAGANNADHAM, K. *Mater. SCI. Eng.* 60 (1983), 95.
102. BILBY, B.A., SWINDEM, K.H. *Proc. Roy. Soc.* A285 (1965), 22.
103. COTTRELL, A.H. *Proc. Roy. Soc.* A285 (1965), 10.
104. CLAYTON, J.Q. e Knott, J.F. *Met. Sci.* 10 (1976), 63.

CAPÍTULO VII

CONCLUSÕES

As conclusões serão convenientemente apresentadas segundo as diferentes etapas que caracterizaram o trabalho experimental: Tratamentos Termomecânicos; Comportamento Mecânico e Microestrutural e; Mecanismos de Deformação e Fratura - Observação *in situ* em MET.

i. Tratamentos termomecânicos (TTM)

O TTM envolvendo sequencialmente, superenvelhecimento (400°C x 8h), laminação 250°C e solubilização (480°C x 30 min), permite a obtenção de microestrutura recristalizada na liga 7050. O mecanismo de recristalização desenvolve-se sequencialmente nas seguintes etapas:

- concentração de deformação em partículas grosseiras (> 0,5 µm); fase T e dispersóides;
- formação de estrutura celular em torno dessas partículas;
- poligonização das células em sub-grãos;
- formação de uma interface separando a região recuperada da região deformada;
- formação do núcleo de recristalização pela eliminação das paredes de sub-grãos (a interface do núcleo permanece ancorada pelos precipitados de equilíbrio, até que ocorra solubilização dos mesmos);
- rápida movimentação da interface, formando o grão recristalizado.

O TTM envolvendo sequencialmente, solubilização à 480°C,

laminação à 400°C e posterior solubilização com aquecimento lento, permite a obtenção de microestrutura não recristalizada. O mecanismo de recuperação desenvolve-se sequencialmente nas seguintes etapas:

- partículas finas precipitam durante o processo de laminação e dificultam a movimentação de discordâncias e de contornos de baixo ângulo; proporcionando uma distribuição mais homogênea de deformação;
- o aquecimento lento diminui gradativamente o potencial termodinâmico para a recristalização, dificultando consequentemente a formação de núcleos de recristalização;
- após solubilização dos precipitados, o processo de recuperação se completa formando sub-grãos.

ii. Comportamento mecânico e microestrutural

As microestruturas produzidas por TTM apresentam propriedades mecânicas em tração monotônica superiores à microestrutura parcialmente recristalizada (material recebido). Os parâmetros microestruturais responsáveis pelo aumento de limite de escoamento são:

Microestrutura recristalizada - menor tamanho de grãos e distribuição mais fina e homogênea de precipitados endurecedores;

Microestrutura não recristalizada - menor tamanho de sub-grãos e maior densidade de discordâncias.

Os parâmetros responsáveis pelo aumento de ductilidade são:

Microestrutura recristalizada - menor tamanho de grãos;

Microestrutura não recristalizada - modo de deslizamento (slip).

Os valores de tenacidade à fratura, medidos através do ensaio COD, são maiores para a microestrutura não recristalizada

e menores para a recristalizada. Para esta última a tenacidade cresce com a diminuição do tamanho de grãos. No entanto é ainda menor que a tenacidade da microestrutura parcialmente recristalizada. A queda de tenacidade observada é atribuída à mudança no modo de fratura, de predominantemente transgranular, em microestrutura não recristalizada, para intergranular, em microestrutura recristalizada. Este último modo de fratura gera instabilidade na propagação da trinca, a qual é macroscopicamente caracterizada pela presença de *pop in*. As dimensões da zona estirada na ponta da trinca são consistentes com os valores de tenacidade medidos no ensaio COD.

O modelo analítico elaborado fornece uma razoável explicação dos mecanismos operantes na ponta da trinca, quando a mesma é submetida à sobrecarga. Na microestrutura não recristalizada é possível explicar a ligação entre zona estirada e formação de degraus, os quais originam-se devido à concentração de deformação em bandas de máximo deslizamento dentro da zona plástica. Na microestrutura recristalizada, a distribuição de deformação dentro da zona plástica é mais homogênea e, neste caso, a concentração de deformação ocorre preferencialmente em contornos de grãos, produzindo conseqüentemente a fratura intergranular.

iii. Micromecanismo de deformação e fratura: observação in situ em MET.

Conta-se que o fenômeno de nucleação de microvazios em partículas de 2ª fase (dispersóides) origina-se do empilhamento de discordâncias em torno dessas partículas. A formação da zona plástica em torno da ponta da trinca surge em decorrência do aparecimento instantâneo de anéis de discordâncias na superfície da folha fina; semelhante a um processo de "efervescência" de anéis de discordância, gerado pelas tensões atuantes na ponta da trinca.

A propagação intergranular da trinca, em microestrutura recristalizada, ocorre em regiões livres de precipitados vizinhas aos contornos de grãos. A nucleação de vazios, por decoação interfacial em precipitados de equilíbrio, surge devido à incompatibi-

lidade de fase elástica (precipitado) e plástica (zona livre de precipitados), auxiliada pela concentração de deformação devido ao empilhamento de discordâncias em contornos de grãos.

A propagação transgranular da trinca, em microestrutura não recristalizada, ocorre através de ruptura dos ligamentos, entre a ponta arredondada da trinca e os microvazios formados dentro da zona plástica, em regiões de alta concentração de deformação (bandas de máximo deslizamento). A trinca propaga-se por um processo alternado de arredondamento e coalescimento com os microvazios, de modo dútil.

PERSPECTIVAS

Investigar detalhadamente, utilizando-se o estágio quente em MET, a origem dos mecanismos de recuperação em ligas de alumínio endurecidas por precipitação. Isto permitiria determinar os parâmetros mais adequados de tratamento termomecânico para a obtenção de microestrutura não recristalizada com menor tamanho de sub-grãos e 100% de fração volumétrica.

Realizar um estudo que permita quantificar o efeito dos seguintes parâmetros na fratura intergranular: tamanho de grãos, fração volumétrica de precipitados e tamanho de zona livre de precipitados. Primeiro, procurando as condições adequadas de processamento termomecânico que produza o menor tamanho de grãos. Em segundo lugar, estudando as condições adequadas de tratamento térmico de envelhecimento que forneça materiais com mesmo limite de escoamento e frações volumétricas de precipitados em contornos de grãos, diferentes. Finalmente, um estudo mais ambicioso, procurando um sistema metálico que seja possível variar o tamanho da zona livre de precipitados, mantendo-se constante o tamanho e fração volumétrica de precipitados endurecedores.

A N E X O

TABELA 1 - Propriedades mecânicas em tração monotônica da liga 7050

MATERIAL ESTRUTURA	σ_e [MPa]	σ_r [MPa]	%A1	%RA		
				LARG.	ESP.	TOTAL
NR	534,1	570,4	17,4	10,7	19,0	28,0
	544,4	570,3	17,7	10,3	18,5	
	541,8					
	534,1					
PR	518,9	550,4	9,8	12,5	18,7	28,7
	511,1	551,0	10,2	12,8	18,8	
	521,5					
	515,5					
R ₁	550,5	579,6	8,4	11,9	16,7	26,4
	550,5	579,6	8,2	11,8	16,4	
	533,1					
	534,7					
R ₂	554,3	572,3	15,7	15,7	20,2	32,7
	550,5	572,1	15,6	14,7	20,7	
	550,5					
	553,2					

TABELA 2 - Cálculo para determinação de CTOD

MATERIAL	a_i [mm]	$f(a_i/w)$	PC [kgf]	VP [mm]	K^2 [kgf/mm] ^{3/2} ²	pop in [mm]	δ [mm]
PR _L	3,764	7,40	108,0	1,50	6573,48	3,0	0,50
	4,160	8,25	92,0	0,60		3,5	
	3,580	7,05	112,0	2,40		-	
	3,938	7,77	94,5	0,60		4,0	
PR _T	4,082	8,07	86,25	0,48	5074,27	3,5	0,23
	4,468	9,02	73,50	1,08		-	
	-	-	-	-		-	
	4,388	8,81	75,00	0,36		2,0	
NR _L	4,137	8,21	110,0	4,08	7702,47	-	1,39
	4,133	8,18	99,0	3,90		-	
	4,207	8,35	93,5	3,90		-	
	3,704	7,28	113,50	3,06		-	
NR _T	4,475	9,02	85,0	2,64	7352	-	0,62
	4,120	8,16	97,5	2,02		-	
	4,000	7,89	110,0	2,70		-	
	3,702	7,28	111,0	0,90		8,0	
R _{1L}	4,022	7,94	82,5	0,24	5075,47	13,0	0,11
	3,989	7,85	86,5	0,27		16,5	
	4,154	8,23	83,5	0,33		15,0	
	3,990	7,87	86,5	0,24		15,5	
R _{1T}	4,184	8,30	70,0	0,24	4356,37	5,0	0,09
	3,896	7,66	83,0	0,24		12,0	
	4,378	8,79	71,5	0,30		15,0	
	4,117	8,16	80,0	0,15		15,5	
R _{2L}	3,933	7,74	84,0	0,36	5246,18	13,5	0,22
	4,083	8,07	88,0	0,60		11,5	
	3,986	7,86	85,0	0,60		4,5	
	4,120	8,16	88,5	0,72		9,0	
R _{2T}	3,838	7,56	91,0	0,36	5169,43	16,5	0,16
	3,894	7,66	94,5	0,66		14,5	
	3,827	7,54	87,5	0,30		8,5	
	4,047	7,98	82,0	0,30		2,0	