



AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

**“ELABORAÇÃO E ESTUDOS DE RECRISTALIZAÇÃO
DE LIGAS ALUMÍNIO-MAGNÉSIO-TÓRIO E
ALUMÍNIO-MAGNÉSIO-NIÓBIO”**

AMÉRICO DE ALMEIDA FILHO

**Tese apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do Grau
de Doutor em Ciências na Área de
Tecnologia Nuclear - Materiais.**

**Orientador:
Dr. Waldemar Alfredo Monteiro**

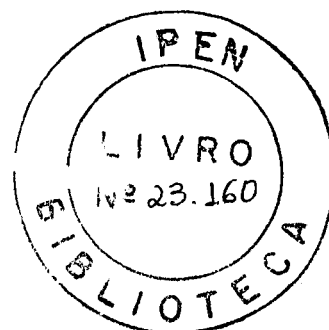
**São Paulo
2005**

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares

AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

“ELABORAÇÃO E ESTUDOS DE RECRISTALIZAÇÃO DE LIGAS ALUMÍNIO-MAGNÉSIO-TÓRIO E ALUMÍNIO-MAGNÉSIO-NIÓBIO”

AMÉRICO DE ALMEIDA FILHO



**Tese apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do
Grau de Doutor em Ciências na
Área de Tecnologia Nuclear -
Materiais.**

**Orientador:
Dr. Waldemar Alfredo Monteiro**

São Paulo

2005

AGRADECIMENTOS

- Ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares pela oportunidade para a realização deste trabalho.
- Ao Instituto de Química e à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, pelos equipamentos utilizados.
- Ao Dr. Waldemar Alfredo Monteiro pela orientação e amizade, sem as quais não seria possível a realização deste trabalho.
- Ao Dr. Jan Vatauvuk, pela amizade e colaboração durante o decorrer deste trabalho.
- Ao amigo Dr. Sidnei José Buso, pelo valioso auxílio em várias etapas deste trabalho.
- Ao Dr. Rodrigo Estevam Coelho, pelo auxílio prestado no início deste trabalho.
- À CAPES, pelo suporte financeiro.
- Aos técnicos dos laboratórios do IPEN, pela disponibilidade e auxílio na solução dos problemas.
- À minha família, pelo apoio incondicional oferecido durante a realização deste trabalho.

“ELABORAÇÃO E ESTUDOS DE RECRISTALIZAÇÃO DE LIGAS ALUMÍNIO-MAGNÉSIO-TÓRIO E ALUMÍNIO-MAGNÉSIO-NIÓBIO”

Américo de Almeida Filho

RESUMO

Nas últimas décadas, a necessidade de materiais leves com elevada resistência mecânica, aplicados na indústria automobilística, naval e aeroespacial, propiciou o desenvolvimento de novas ligas metálicas, principalmente de alumínio. Dentre estes materiais, podem ser destacadas as ligas Al-Mg-X, onde X é um elemento de liga, que apresentam melhoras significativas nas propriedades gerais das ligas de alumínio.

Este trabalho tem por objetivo a produção de ligas Al-2Mg-1Th e Al-2Mg-1Nb por metalurgia do pó, além de estudos relativos ao comportamento das ligas quanto a tratamentos termomecânicos, caracterizando suas propriedades e relacionando-as às respectivas estruturas.

O processo adotado para produção das ligas gerou um produto com distribuição homogênea dos elementos de liga.

Foram acompanhadas as mudanças estruturais causadas por diferentes tratamentos térmicos, após redução de 89% em área por laminação a frio.

Os tratamentos térmicos tiveram uma influência muito significativa nas propriedades das ligas, com destaque para a resistividade elétrica, que na liga Al-Mg-Th se apresentou menor que para o alumínio puro.

As ligas apresentaram propriedades mecânicas mais elevadas do que as ligas comuns de alumínio, com densidade muito próxima desta ligas.

O comportamento das ligas quanto aos tratamentos térmicos apresentou alguns desvios em relação ao esperado, devido ao processo de obtenção das mesmas.

As ligas em estudo apresentaram valores interessantes de propriedades, com evidente potencial tecnológico. A relação entre características físicas e tratamentos térmicos, em todas as medidas feitas, sugere que materiais produzidos por metalurgia do pó apresentam importantes mudanças em suas propriedades com alterações mínimas em suas condições estruturais.

“ELABORATION AND RECRYSTALIZATION STUDIES OF ALUMINUM-MAGNESIUM-THORIUM AND ALUMINUM-MAGNESIUM-NIÓBUM ALLOYS”

Américo de Almeida Filho

ABSTRACT

In the last decades, the need of light materials with high mechanical resistance, applied in automobile, naval and aerospace industries, propitiated the development of new metallic alloys, mainly aluminum alloys. Among these materials, can be outstanding Al-Mg-X alloys, where X is an alloy element, that present significant improvements in the general properties of the alloys of aluminum.

This work has for objective the production of Al-2Mg-1Th and Al-2Mg-1Nb alloys by powder metallurgy, besides relative studies to the behavior of the alloys with relationship to termomechanical treatments, characterizing your properties and relating them to the respective structures.

The process adopted for production of the alloys generated a product with homogeneous distribution of the alloy elements.

The structural changes were accompanied caused by different thermal treatments, after reduction of 89% in area by cold rolling.

The thermal treatments had a very significant influence in the properties of the alloys, with prominence for the electric resistivity, that in the alloy Al-Mg-Th came smaller than for the pure aluminum.

The alloys presented higher mechanic properties than common of aluminum, with very close density of this alloys.

The behavior of the alloys with relationship to the thermal treatments presented some deviations in relation to the expected, due to the process of obtaining of the same ones.

The alloys in study presented interesting values of properties, with evident technological potential. The relationship between physical characteristics and thermal treatments, in all the done measures, suggests that materials produced by powder metallurgy present important changes in your properties with minimum alterations in your structural conditions.

SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS	i
RESUMO	ii
ABSTRACT	iii
LISTA DE FIGURAS	vii
LISTA DE TABELAS	xii
1. INTRODUÇÃO	01
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	
2.1. Ligas alumínio-magnésio	03
2.1.1. Ligas alumínio-magnésio-tório	04
2.1.2. Ligas alumínio-nióbio	06
2.1.2. Ligas alumínio-magnésio produzidas por metalurgia do pó	07
2.2. Materiais em estado deformado	07
2.2.1. Energia armazenada na deformação a frio	07
2.2.2. Relação entre energia armazenada e microestrutura	09
2.2.2.1. Energia armazenada e densidade de discordâncias	09
2.2.3. Estrutura e energia de contornos de baixo e de alto ângulo	10
2.2.3.1. A energia em contornos	11
2.2.3.1.1. Contornos de baixo ângulo	11
2.2.3.1.2. Contornos de alto ângulo	12
2.2.4. Interação de segundas fases com contornos	12
2.2.4.1. Força de arrasto devido a uma partícula	13
2.2.4.2. Pressão de arraste para uma distribuição de partículas	14
2.2.5. Mobilidade e migração de contornos	14
2.2.5.1. Micromecanismos de migração de contornos	15
2.2.5.2. Estruturas compactas	16
2.2.5.3. Conceito de mobilidade em contorno de grão	18

2.2.5.3.1. Mobilidade de contornos de baixo ângulo	18
2.2.5.3.2. Mobilidade de contornos de alto ângulo	20
2.2.6. Conformação mecânica e recristalização	22
2.2.6.1. Recristalização de metais puros	24
2.2.6.2. Cinética de recristalização	25
2.2.6.3. Recristalização de ligas com presença de segundas fases	26
2.3. Técnicas de caracterização	27
2.3.1 Calorimetria exploratória diferencial	33
3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	34
3.1. Preparação da liga	35
3.2. Conformação mecânica (Laminação)	38
3.3. Tratamentos térmicos	38
3.4. Preparação de amostras para observação por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura	38
3.5. Preparação de amostras para observação por microscopia eletrônica de transmissão	39
3.6. Caracterização química	39
3.7. Medidas de dureza Vickers	39
3.8. Análise por Mapeamento por Calorimetria Diferencial (DSC - Differential Scanning Calorimetry)	41
3.9. Determinação da resistividade elétrica	42
3.10. Determinação da densidade relativa	42
4. RESULTADOS	43
4.1. Conformação mecânica	43
4.2. Processamento em moinho de alta energia	43
4.3. Análises feitas por microscopia óptica	43
4.4. Análises feitas por microscopia eletrônica de varredura	54
4.5. Análises feitas por microscopia eletrônica de transmissão	65
4.6. Dureza Vickers	76
4.7. Análise Térmica por DSC	78
4.8. Cálculo da energia de ativação para o processo de recristalização	79
4.9. Resistividade elétrica	80

4.10. Medida da densidade relativa	81
5. DISCUSSÃO	82
6. CONCLUSÕES	85
APÊNDICE A – Tabelas relativas aos gráficos apresentados	86
APÊNDICE B – Sequência de micrografias ópticas	87
APÊNDICE C – Sequência de micrografias obtidas por MEV	107
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	112

LISTA DE FIGURAS

2.1	<i>Diagrama de fases Magnésio-Tório</i>	04
2.2	<i>Diagrama de fases Alumínio-Tório</i>	05
2.3	<i>Diagrama de fases Alumínio-Nióbio</i>	06
2.4.	<i>Um contorno de grão entre dois cristais com diferença de orientação por um ângulo θ em relação ao eixo normal à página.</i>	10
2.5.	<i>Interação entre um contorno de grão e uma partícula esférica.</i>	13
2.6.	<i>Falha de empilhamento em cristal CFC: a) intrínseca e b) extrínseca.</i>	17
2.7.	<i>Diagramas esquemáticos da interação entre soluto e contorno: a) o potencial $U(x)$, b) a força de interação $F(x)$ entre um átomo soluto e o contorno, c) a distribuição resultante de átomos solutos para um contorno estacionário (linha cheia) e para um contorno movendo-se da esquerda para a direita (linha tracejada), d) Difusividade $D(x)$ na região de contorno.</i>	22
2.8.	<i>Diagrama de recristalização como função do grau de deformação e temperatura de recozimento.</i>	24
2.9.	<i>Representação da profundidade de penetração.</i>	29
2.10.	<i>Representação dos parâmetros na profundidade de penetração.</i>	29
2.11.	<i>Representação dos parâmetros descarregamento e descarregamento.</i>	30
2.12.	<i>Impressão gerada pelo penetrador Vickers.</i>	32
3.1.	<i>Fluxograma mostrando o procedimento experimental utilizado.</i>	34
3.2.	<i>Representação esquemática de um moinho de alta energia.</i>	37
3.3.	<i>Curva de carregamento e descarregamento do ensaio de dureza Vickers.</i>	40
3.4.	<i>Curva de carregamento e descarregamento do ensaio de dureza Vickers.</i>	41
4.1.	<i>Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 100 °C (200X).</i>	44
4.2.	<i>Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 100 °C (1000X).</i>	44
4.3.	<i>Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 200 °C (200X).</i>	45
4.4.	<i>Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 200 °C (1000X).</i>	45
4.5.	<i>Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 300 °C (200X).</i>	46
4.6.	<i>Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 300 °C (1000X).</i>	46

4.7. Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 400 °C (200X).	47
4.8. Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 400 °C (1000X).	47
4.9. Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 500 °C (200X).	48
4.10. Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 500 °C (1000X).	48
4.11. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 100 °C (500X).	49
4.12. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 100 °C (1000X).	50
4.13. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 200 °C (500X).	50
4.14. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 200 °C (1000X).	51
4.15. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 300 °C (500X).	51
4.16. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 300 °C (1000X).	52
4.17. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 400 °C (500X).	52
4.18. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 400 °C (1000X).	53
4.19. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 500 °C (500X).	53
4.20. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 500 °C (1000X).	54
4.21. Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 100 °C.	55
4.22. EDS de um precipitado da liga Al-Mg-Th tratada a 100 °C.	55
4.23. Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 200 °C.	56
4.24. EDS de um precipitado da liga Al-Mg-Th tratada a 200 °C.	56
4.25. Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 300 °C.	57
4.26. EDS de um precipitado da liga Al-Mg-Th tratada a 300 °C.	57
4.27. Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 400 °C.	58
4.28. EDS de um precipitado da liga Al-Mg-Th tratada a 400 °C.	58
4.29. Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 500 °C.	59
4.30. EDS de um precipitado da liga Al-Mg-Th tratada a 500 °C.	59
4.31. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 100 °C.	60
4.32. EDS de um precipitado da liga Al-Mg-Nb tratada a 100 °C.	60
4.33. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 200 °C.	61
4.34. EDS de um precipitado da liga Al-Mg-Nb tratada a 200 °C.	61
4.35. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 300 °C.	62
4.36. EDS de um precipitado da liga Al-Mg-Nb tratada a 300 °C.	62
4.37. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 400 °C.	63
4.38. EDS de um precipitado da liga Al-Mg-Nb tratada a 400 °C.	63
4.39. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 500 °C.	64

4.40. EDS de um precipitado da liga Al-Mg-Nb tratada a 500 °C	64
4.41. Distribuição do elemento alumínio na liga Al-Mg-Th.	65
4.42. Distribuição do elemento magnésio na liga Al-Mg-Th.	65
4.43. Micrografia da liga Al-Mg-Th sem tratamento.	66
4.44. Micrografia da liga Al-Mg-Th a 100 °C.	67
4.45. Micrografia da liga Al-Mg-Th a 300 °C.	67
4.46. Micrografia da liga Al-Mg-Th a 500 °C.	68
4.47. Micrografia da liga Al-Mg-Nb sem tratamento.	69
4.48. Micrografia da liga Al-Mg-Nb a 500 °C.	69
4.49. Micrografia da liga Al-Mg-Nb após resfriamento.	70
4.50. Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 100 °C.	71
4.51. Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 300 °C.	71
4.52. Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 500 °C.	72
4.53. Padrão de difração relativo à estrutura da figura 4.76.	72
4.54. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 100 °C.	73
4.55. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 100 °C.	74
4.56. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 300 °C.	74
4.57. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 500 °C.	75
4.58. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 500 °C.	75
4.59. Padrão de difração relativo à estrutura da figura 4.58.	76
4.60. Perfil de dureza Vickers das amostras em estudo após tratamentos térmicos.	77
4.61. Módulo de elasticidade das amostras em estudo após tratamentos térmicos.	77
4.62. Curva obtida por DSC para amostra da liga Al-2Mg-1Th.	78
4.63. Curva obtida por DSC para amostra da liga Al-2Mg-1Nb.	79
4.64. Resistividade elétrica em função da temperatura para as ligas em estudo.	80
B.1: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 100°C.	87
B.2: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 100°C.	87
B.3: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 100°C.	88
B.4: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 100°C.	88
B.5: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 200°C.	89
B.6: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 200°C.	89
B.7: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 200°C.	90
B.8: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 200°C.	90

B.9: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 300 ^o C.	91
B.10: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 300 ^o C.	91
B.11: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 300 ^o C.	92
B.12: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 300 ^o C.	92
B.13: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 400 ^o C.	93
B.14: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 400 ^o C.	93
B.15: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 400 ^o C.	94
B.16: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 400 ^o C.	94
B.17: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 500 ^o C.	95
B.18: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 500 ^o C.	95
B.19: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 500 ^o C.	96
B.20: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 500 ^o C.	96
B.21: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 100 ^o C.	97
B.22: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 100 ^o C.	97
B.23: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 100 ^o C.	98
B.24: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 100 ^o C.	98
B.25: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 200 ^o C.	99
B.26: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 200 ^o C.	99
B.27: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 200 ^o C.	100
B.28: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 200 ^o C.	100
B.29: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 300 ^o C.	101
B.30: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 300 ^o C.	101
B.31: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 300 ^o C.	102
B.32: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 300 ^o C.	102
B.33: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 400 ^o C.	103
B.34: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 400 ^o C.	103
B.35: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 400 ^o C.	104
B.36: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 400 ^o C.	104
B.37: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 500 ^o C.	105
B.38: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 500 ^o C.	105
B.39: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 500 ^o C.	106
B.40: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 500 ^o C.	106
C.1: Imagem por MEV de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 100 ^o C.	107

C.2: <i>Imagem por MEV de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 100°C.</i>	107
C.3: <i>Imagem por MEV de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 200°C.</i>	108
C.4: <i>Imagem por MEV de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 200°C.</i>	108
C.5: <i>Imagem por MEV de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 300°C.</i>	109
C.6: <i>Imagem por MEV de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 300°C.</i>	109
C.7: <i>Imagem por MEV de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 400°C.</i>	110
C.8: <i>Imagem por MEV de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 400°C.</i>	110
C.9: <i>Imagem por MEV de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 500°C.</i>	111
C.10: <i>Imagem por MEV de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 500°C.</i>	111

LISTA DE TABELAS

3.1. Composição química do alumínio em pó (Alcoa)	35
3.2. Composição química do magnésio em farpas (IPEN)	36
3.3. Composição química do nióbio em barra (IPEN)	36
3.4. Massas utilizadas na preparação da liga Al-2Mg-1Th.	36
3.5. Massas utilizadas na preparação da liga Al-2Mg-1Nb.	37
3.6. Pressões utilizadas durante os processos de compactação e extrusão.	37
3.7. Parâmetros utilizados nos ensaios de dureza Vickers.	40
4.1. Densidades teóricas e medidas para as ligas em estudo.	81
A.1. Dados referentes à figura 4.60	86
A.2. Dados referentes à figura 4.61	86
A.3. Dados referentes à figura 4.64	86

1. INTRODUÇÃO

Na última década, materiais leves têm sido amplamente estudados e utilizados em componentes de peças e estampos nas indústrias: automobilística, naval e aeroespacial. Sua aplicação possibilita: redução da massa, aumento da capacidade de carga, aumento da velocidade e, quando há possibilidade, melhoria das propriedades mecânicas.

Os principais critérios para seleção desses materiais para aplicações estruturais são: resistência mecânica específica (relação resistência-peso) e a rigidez específica, que difere em muito entre os vários materiais de liga leve¹. Dentre esses materiais, as ligas de alumínio têm destaque especial, devido não somente à leveza do material, mas também a certas propriedades mecânicas e a reciclabilidade deste^{1,2}.

As ligas Al-Mg enquadram-se na classe das ligas “não tratadas termicamente”, i.e., que não alteram suas propriedades físicas, por tratamento térmico. Contudo, algumas concentrações de magnésio (acima de 7%) aumentam discretamente sua resistência mecânica por tratamento térmico^{1, 3-5}. Tais ligas apresentam boas propriedades mecânicas, com destaque a situações de esforços mecânicos moderados (400 a 700 MPa) e boa resistência à corrosão¹.

A adição de magnésio nas ligas de alumínio, faz com que o metal fique suscetível a oxidação durante os processos de fusão, moldagem e solidificação, podendo resultar na formação de filmes de óxidos na estrutura da liga. Para a prevenção deste efeito pode utilizar-se Be que, entretanto, causa um aumento do tamanho de grão. Este pode ser prevenido pela adição de Ti. Adições desse elemento também auxiliam no controle do envelhecimento natural, que causa a perda de ductilidade⁶⁻⁸.

Ligas produzidas por metalurgia do pó são, em geral, geradas pela compactação (pressão de compactação da ordem de 400 MPa para ligas de alumínio) de partículas a altas taxas de solidificação e, em particular no caso das ligas Al-Mg, a temperaturas na faixa de 400 a 450°C. O produto gerado tem como características principais: homogeneidade na microestrutura e composição química além de pequeno tamanho de grãos. Neste tipo de processo, é possível elevar as quantidades de elementos que têm solubilidade baixa em torno de 5 vezes a sua solubilidade máxima em estado sólido.

Diversas propriedades dos materiais são fortemente dependentes da microestrutura, tais como: limite de escoamento, limite de resistência, alongamento, tenacidade, temperatura de transição dúctil – frágil, resistência ao impacto, resistência ao desgaste. Deformações plásticas introduzidas durante os processos de conformação mecânica promovem tanto alterações dimensionais como modificações nas propriedades mecânicas do material. Essas propriedades também são influenciadas pela temperatura, pela taxa de deformação no processamento e pelo modo como o material é deformado ⁹.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Ligas alumínio-magnésio

O fato do alumínio e o magnésio serem elementos que estão muito próximos na tabela periódica faz com que as ligas binárias (i.e. Al-x%Mg, onde x% é a porcentagem em peso de magnésio) geradas por estes dois elementos sejam do tipo “solução sólida substitucional”, sendo base para a série 5XXX das ligas de alumínio. Tais ligas apresentam boas propriedades mecânicas, com destaque a situações de esforços mecânicos moderados (400 a 700 MPa) e boa resistência à corrosão ¹.

As ligas Al-Mg enquadram-se na classe das ligas “não tratadas termicamente”; devido a estes fatos, utilizam-se métodos puramente mecânicos (deformação plástica) para aumentar a resistência mecânica dessas ligas ⁵.

O encruamento tem aplicações limitadas em vista da perda da ductilidade, sendo que tais ligas normalmente são utilizadas no estado recozido. As temperaturas usuais para o recozimento estão numa faixa entre 350 e 420°C.

Altas concentrações de magnésio implicam concentrações maiores da fase Mg₂Al₃, incrementando a resistência mecânica de 110 MPa (Al-5Mg) a 340 MPa (Al-6Mg), porém é notado um decréscimo no alongamento relativo entre 20-28%.

A adição de magnésio nessas ligas faz com que o metal fique suscetível à oxidação durante os processos de fusão, moldagem e solidificação, o que pode resultar na formação de filmes de óxidos na estrutura da liga. Em razão disto, pode utilizar-se Be para prevenir a oxidação. Entretanto, o Be causa um aumento do tamanho de grão, que pode ser prevenido pela adição de Ti ou Zr, o que é essencial quando se trata de propriedades mecânicas. Adições desses elementos também auxiliam no controle do envelhecimento natural, que causa a perda de ductilidade.

A adição de Zr, também reduz a susceptibilidade à corrosão sob tensão nas ligas de alumínio ^{1,5}.

2.1.1. Ligas alumínio-magnésio-tório

A partir da década de 1930, foram desenvolvidas ligas de magnésio contendo tório, com o objetivo de melhoria das propriedades mecânicas e resistência à fluência. O desenvolvimento destas ligas não apresentou progresso durante cerca de vinte anos, após os quais a necessidade de materiais para aplicações nucleares fez com que ligas magnésio - tório despertassem interesse ¹.

O magnésio e o tório são completamente miscíveis no estado líquido. O diagrama de fases (figura 2.1) apresenta um ponto eutético, cuja composição é solução sólida contendo 4,5% de tório e precipitados de Mg_4Th ou Mg_5Th , a $582^{\circ}C$, sendo que à temperatura ambiente, a solubilidade do tório no magnésio é de 0,1%. Este fato é responsável por um acentuado processo de endurecimento por precipitação ².

Existem ligas comerciais “magnésio – tório”, com composição variando entre 1,5 a 4,5% de tório, algumas com pequenas adições de outros elementos, principalmente zircônio ¹.

A literatura traz poucas informações sobre ligas alumínio - tório, sendo que seu diagrama de equilíbrio (figura 2.2) só se encontra bem estabelecido na porção rica em alumínio.

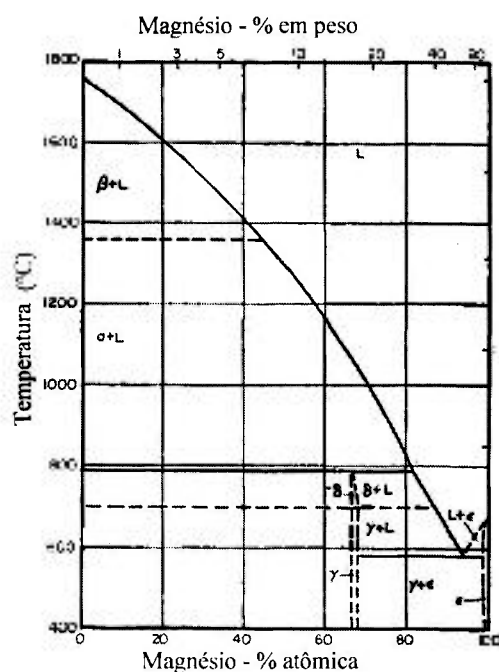


Figura 2.1 Diagrama de fases Magnésio-Tório ¹⁰

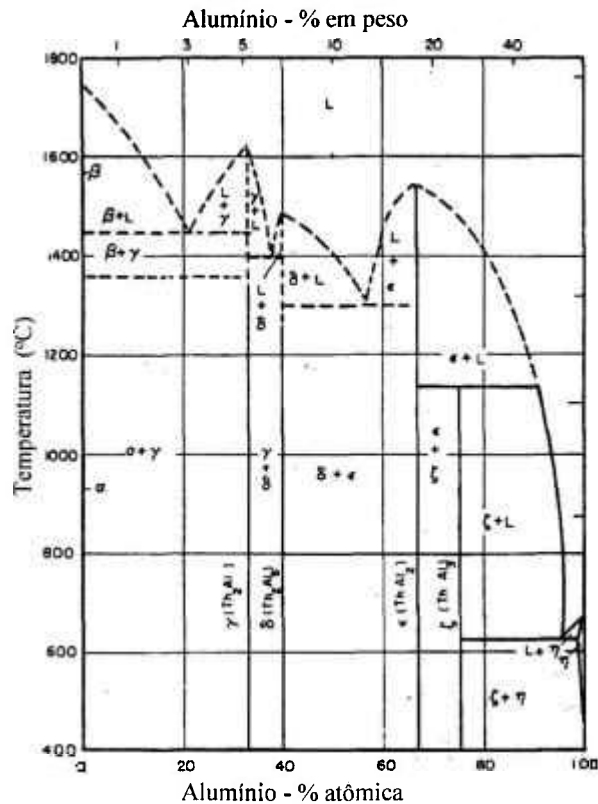
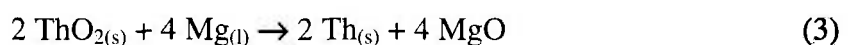
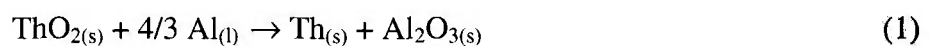


Figura 2.2 Diagrama de fases Alumínio-Tório¹⁰

A máxima solubilidade do tório no alumínio é de 2% em peso, a 525°C, caindo para 0,001% à temperatura ambiente. Foram identificados seis intermetálicos: Th₂Al, Th₃Al₂, ThAl, ThAl₂, ThAl₃ e um composto estável somente a altas temperaturas, de composição entre ThAl e ThAl₂.

A obtenção da liga alumínio – magnésio - tório pode ser realizada a partir da redução do óxido de tório (ThO₂), diretamente em contato com alumínio e magnésio fundidos, através das seguintes reações:



Estas reações possuem rendimentos bem conhecidos, podendo-se calcular os excessos de alumínio e magnésio necessários para a obtenção de determinada composição³.

2.1.2. Ligas alumínio-nióbio

O diagrama de fases alumínio-nióbio é mostrado na figura 2.3. Três fases intermediárias são encontradas neste sistema; duas delas, Nb_2Al e $NbAl_3$, entram em processo de fusão a $1800\text{ }^\circ\text{C}$ e $1750\text{ }^\circ\text{C}$, respectivamente. A terceira fase, Nb_3Al , decompõe-se a $2120\text{ }^\circ\text{C}$. O sistema parcial Nb_2Al e $NbAl_3$ inclui um eutético à temperatura de $1520\text{ }^\circ\text{C}$.

Nióbio é praticamente insolúvel no alumínio metálico em temperaturas normais, mas a solubilidade do alumínio no nióbio é cerca de 3% a $20\text{ }^\circ\text{C}$.

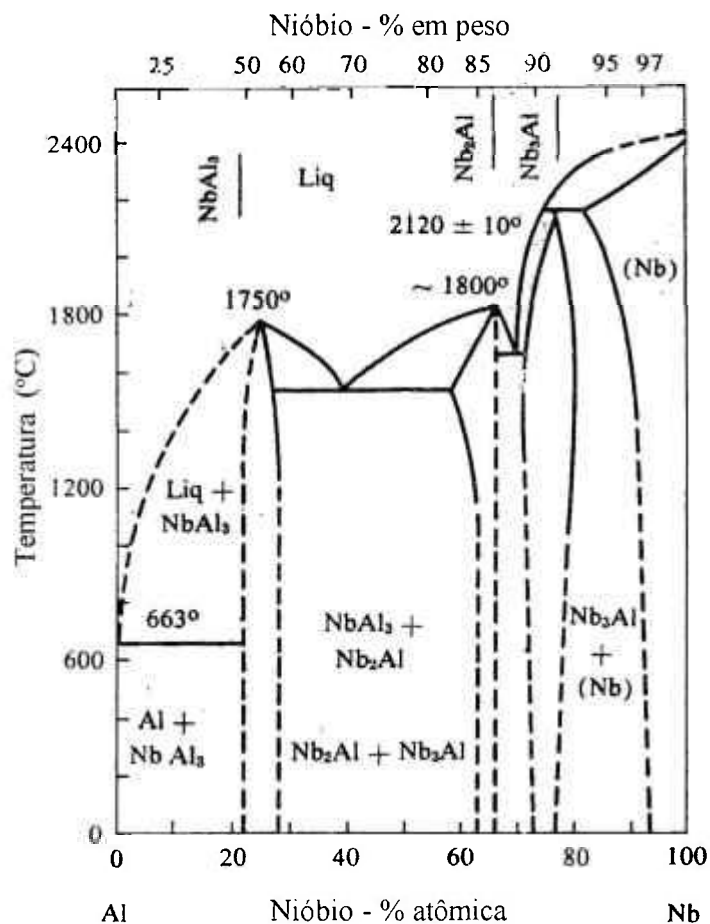


Figura 2.3 - Diagrama de fases Alumínio-Nióbio¹⁰

Quando o teor de alumínio corresponde à região do composto Nb_3Al , a entalpia de solução é de $138 \pm 21\text{ kJ/mol}$ de alumínio. Para soluções com proporções equiatômicas entre nióbio e alumínio, a entalpia de solução é de $92 \pm 12\text{ kJ/mol}$ de alumínio.

O composto Nb_3Al ganhou importância prática, devido a esta fase e correspondentes ligas ternárias apresentarem propriedades de supercondutividade elétrica.

2.1.3. Ligas Al-Mg produzidas por metalurgia do pó

As ligas produzidas por metalurgia do pó são geradas pela compactação (pressão de compactação da ordem de 400 MPa para ligas de alumínio) de partículas geradas a altas taxas de solidificação e, em particular no caso das ligas Al-Mg, a temperaturas na faixa de 400 a 450°C.

O diâmetro das partículas para compactação está numa faixa que abrange desde alguns micrômetros até milímetros, sendo que os produtos produzidos por estas têm estruturas de grãos finos e baixo grau de segregação, que pode ser eliminada facilmente por tratamentos térmicos convencionais.

Considerando uma alta taxa de resfriamento, a estrutura dos materiais é uma solução sólida supersaturada em que os componentes podem exceder de 2,5 a 5 vezes o limite de solubilidade normal ¹.

Verifica-se que a precipitação de fases intermetálicas durante a etapa de compactação ocupa, em geral, um lugar de destaque sobre todas as outras transformações de fase, pois proporciona ligas com propriedades físicas diferenciadas, tais como aumento da temperatura de recristalização e da resistência mecânica da liga a temperaturas usuais e elevadas ^{1, 11}.

Além da vantagem do baixo peso, as ligas alumínio-magnésio (e as ligas de alumínio em geral) produzidas por metalurgia do pó apresentam boa resistência à corrosão, resistência mecânica no mínimo igual, comparando-se a muitas ligas de ferro a meia densidade ou densidade a verde, menor energia para produção, considerando que o processo de sinterização ocorre a menores temperaturas e mais rapidamente ².

2.2. Materiais em estado deformado

2.2.1. Energia armazenada na deformação a frio

A maior parte da energia aplicada na deformação de um metal é liberada sob a forma de calor e apenas uma pequena quantidade (cerca de 10%) permanece como energia armazenada. Esta energia armazenada, que é fonte de todas as mudanças nas propriedades físicas dos metais deformados, é derivada dos defeitos puntiformes e das discordâncias geradas durante a deformação. Entretanto, a mobilidade das lacunas e intersticiais é tão alta

que, com exceção no caso de deformação a temperaturas muito baixas, os defeitos puntiformes não contribuirão significativamente para a energia armazenada na deformação. No caso de deformação à temperatura ambiente, praticamente toda a energia armazenada deriva-se do acúmulo de discordâncias, sendo a diferença entre o estado deformado e recozido o número de discordâncias e seu tipo de arranjo ¹².

Devido a isto, a discussão referente à microestrutura de deformação durante os processos de recuperação e recristalização, pode ser baseada na densidade, distribuição e arranjo das discordâncias.

O aumento da densidade de discordâncias é devido ao contínuo aprisionamento de novas discordâncias por discordâncias existentes e sua incorporação nos vários sistemas microestruturais característicos do estado deformado, sendo um dos sistemas mais simples o formato do grão. Durante a deformação, os grãos de um metal policristalino mudam sua forma, resultando no aumento da área do contorno de grão.

A energia associada com o aumento de área representa uma parte significativa da energia armazenada durante o processo de deformação a frio, sendo maior para pequenos tamanhos de grão e grandes tensões.

A taxa do aumento de área de contorno de grão por unidade de volume depende do modo da deformação. Grãos de uma folha laminada são esticados, os gerados na fabricação de fios em forma de agulha e aqueles de amostras que passaram por compressão têm forma de disco ¹³.

Um segundo sistema da microestrutura de deformação baseia-se na estrutura interna dos grãos. Esta pode tomar muitas formas, mas em todas envolve a criação de contornos do mesmo tipo. Muitas das discordâncias geradas são localizadas nesses contornos internos ¹².

Uma outra fonte de discordâncias e de energia armazenada está associada a partículas de segunda fase que irão deformar menos, se comparado à deformação do material de base. Esta incompatibilidade resulta na formação de discordâncias adicionais ¹².

Num metal pouco deformado a energia armazenada é aproximadamente 10^5 J/m^3 , o que é um valor baixo. Isto representa apenas 0,1% do calor latente de fusão de muitos metais e é muito menor que as variações de energia associadas a transformações de fase. Como consequência, estas transformações de fase podem ocorrer a temperaturas de recristalização, sendo que precipitações de segundas fases ou uma reação de reordenação, podem ter profundo efeito no processo.

Como já mencionado anteriormente, o aumento na densidade de discordâncias durante a deformação provem da criação de novas discordâncias, bem como do ancoramento das existentes. Durante a deformação, as discordâncias (de vetor de Burgers **b**) movem-se a uma distância média **l** e a densidade (ρ) relaciona-se com a deformação verdadeira ϵ por:

$$\epsilon = \rho \cdot b \cdot l \quad \text{equação 2.1.}$$

O valor atribuído a **l** e sua variação com a deformação é responsável por muito da incerteza na teoria de endurecimento por deformação ¹⁴.

2.2.2. Relação entre energia armazenada e microestrutura

2.2.2.1. Energia armazenada e densidade de discordâncias

Em materiais em que a densidade de discordâncias é baixa, o conteúdo de discordâncias pode ser medido diretamente por microscopia eletrônica de transmissão. Entretanto, a densidade de discordâncias em metais moderadamente deformados é tal que não é possível uma contagem precisa e heterogeneidades na distribuição tornarão ainda mais difícil esta ¹².

Uma expressão que pode dar uma estimativa da densidade de discordâncias é obtida das propriedades mecânicas do material, sendo dado por:

$$\sigma = c_1 \cdot G \cdot b \cdot \rho^{1/2} \quad \text{equação 2.2.}$$

onde σ é a tensão de escoamento, c_1 é uma constante de ordem de 0,5 e G o módulo de cisalhamento.

Se a energia do núcleo de discordâncias for desprezada e se assumir uma elasticidade isotrópica, então a energia E_{dis} por unidade de comprimento da linha de discordância é dada por:

$$E_{dis} = (4\pi)^{-1} \cdot G \cdot b^2 \cdot f(\nu) \cdot \ln(R/R_0) \quad \text{equação 2.3.}$$

onde R é o raio de separação superior (usualmente considerado pela separação de discordância $\rho^{-1/2}$), R_0 é o raio de separação inferior (usualmente entre b e $5b$) e $f(\nu)$, função da razão de Poisson que é uma média populacional de discordâncias em cunha e em hélice ($\approx (1 - \nu/2)/(1-\nu)$). [15]

Para uma densidade ρ a energia armazenada é dada por:

$$E_D = \rho \cdot E_{dis} \quad \text{equação 2.4.}$$

Em casos onde apenas valores aproximados da energia armazenada são necessários, pode-se aproximar a expressão acima para:

$$E_D = 0,5 \cdot \rho \cdot G \cdot b^2 \quad \text{equação 2.5.}$$

2.2.3. Estrutura e energia de contornos de baixo e de alto ângulo

Considerando um contorno de alto ângulo como o da figura 2.4., então a geometria do contorno é definida pela orientação do plano AB do contorno em relação a um dos dois cristais (dois graus de liberdade) e pela menor rotação (θ) necessária para fazer os dois cristais coincidentes (três graus de liberdade). Desta forma, existem cinco graus de liberdade macroscópicos que definem a geometria do contorno. Adicionalmente, a estrutura ao contorno é dependente de três graus de liberdade, que são translações paralelas e perpendiculares do corpo em relação ao contorno. A estrutura do contorno depende também de deslocamentos locais a nível atômico e é influenciada por variáveis externas, tais como temperatura e pressão, e parâmetros internos tais como ligação, composição e defeitos estruturais¹².

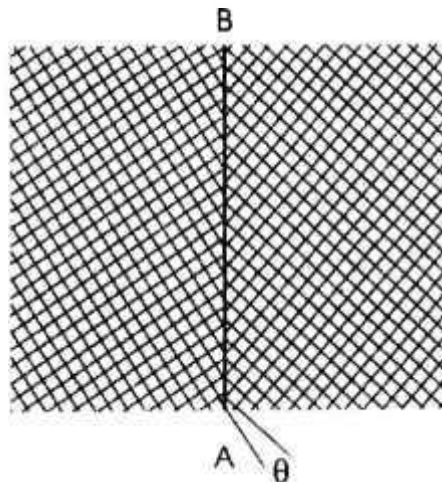


Figura 2.4. Um contorno de grão entre dois cristais com diferença de orientação por um ângulo θ em relação ao eixo normal à página.

Como muitas das propriedades dos contornos são dependentes da sua estrutura, o conhecimento da estrutura do contorno é requisito para entender seu desenvolvimento. Para o estudo convencionam-se dois tipos de contornos: os de alto ângulo e de baixo ângulo. Os contornos de baixo ângulo podem ser considerados aqueles que são compostos de redes de discordâncias, enquanto os de alto ângulo característicos dos contornos de grão.

A orientação relativa de dois cristais cúbicos é formalmente descrita pela rotação de um cristal que o levará à mesma orientação do outro cristal. Isto pode ser definido pela matriz de rotação:

$$R = \begin{vmatrix} a_{11} & a_{12} & a_{13} \\ a_{21} & a_{22} & a_{23} \\ a_{31} & a_{32} & a_{33} \end{vmatrix} \quad \text{equação 2.6.}$$

onde a_{ij} são os vetores coluna dos co-senos diretores entre os eixos cartesianos. As somas dos quadrados de cada série e de cada coluna são unidades, o produto escalar entre os vetores coluna é zero, então apenas três parâmetros independentes são envolvidos. O ângulo de rotação θ é dado por:

$$2 \cdot \cos\theta + 1 = a_{11} + a_{22} + a_{33} \quad \text{equação 2.7.}$$

e a direção do eixo de rotação $[\mathbf{u} \ \mathbf{v} \ \mathbf{w}]$ é dada por:

$$[(a_{32} - a_{23}), (a_{13} - a_{31}), (a_{21} - a_{12})]$$

Em materiais cúbicos, devido a sua simetria, as orientações relativas de dois grãos podem ser descritas de 24 maneiras diferentes.

Além da relação anterior, existem outras maneiras de expressar a relação entre as orientações, incluindo os ângulos de Euler e o espaço Rodrigues-Frank¹².

2.2.3.1. A energia em contornos

2.2.3.1.1. Contornos de baixo ângulo

O tipo mais comum deste tipo de contorno é aquele em que há uma simetria em ambos os lados do contorno. Neste caso, verifica-se a orientação sobre o eixo o qual coincide com o plano do contorno. O contorno consiste de uma parede de discordâncias em cunha, paralelas, alinhadas perpendicularmente ao plano de escorregamento.

A energia do contorno aumenta com o aumento da diferença de orientação, porém com o aumento de θ , a energia por discordância diminui, mostrando que o material obterá uma menor energia se o mesmo número de discordâncias estiver arranjado em menor número de contornos de alto ângulo ¹⁶.

2.2.3.1.2. Contornos de alto ângulo

De acordo com modelos estruturais, poder-se ia esperar que a energia de um contorno deveria ser mínima para uma exata relação de coincidência, do ângulo de orientação, e que poderia aumentar tanto quanto a orientação desviar-se deste ponto, devido a energia da rede de acomodação de discordâncias; entretanto, verifica-se que esta correlação entre geometria e energia de um contorno possui mais variáveis a serem analisadas, criando um sistema de difícil solução ¹⁷.

Desta forma, é necessária alguma precaução na interpretação de medidas experimentais da energia de contornos, tanto em seu estado de deformado quanto quando aplicados a processos de recozimento. Neste último caso, as medidas são normalmente feitas a temperaturas homólogas muito altas de maneira ao equilíbrio ser atingido, verificando-se, em alguns casos, que em certos tipos de contornos há uma mudança de fase, podendo ocorrer ou a perda da ordenação estrutural ou a transição para uma estrutura de diferente ordenação.

2.2.4. Interação de segundas fases com contornos

A dispersão de partículas exerce uma força de ancoramento em contornos de baixo e alto ângulo, influenciando nos processos de recuperação, recristalização e crescimento de grão. Este efeito é conhecido como arrasto Zener ¹⁸.

O estudo do efeito exercido por esta força retardadora (ou de arrasto), passa pelas seguintes fases para sua melhor compreensão:

- a) a força exercida por uma única partícula
- b) a pressão de arraste devido a uma distribuição de partículas.

2.2.4.1. Força de arrasto devido a uma partícula

Considerando a interação de um contorno de energia específica γ com uma partícula, supostamente esférica de raio r , que tem uma interface incoerente, se o contorno encontra esta a um ângulo β como mostra a figura 2.5., então a força retardadora no contorno é:

$$F = 2\pi.r.\gamma.\cos(\beta).\sen(\beta) \quad \text{equação 2.10.}$$

Sendo o máximo efeito retardador obtido quando $\beta = 45^\circ$, dado por:

$$F_S = \pi.r.\gamma \quad \text{equação 2.11.}$$

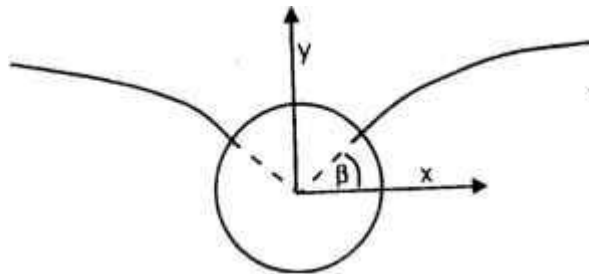


Figura 2.5. Interação entre um contorno de grão e uma partícula esférica.

Observa-se que quando um contorno intercepta uma partícula, esta remove uma região do contorno igual à área de interseção, diminuindo a energia do sistema. Desta forma, os contornos são atratores para partículas.

Verifica-se que a forma das partículas tem influencia na força, bem como na interação de contornos com partículas coerentes, já que a energia encontrada numa superfície incoerente é maior que numa coerente ¹⁹.

Pesquisas mostram que pequenas partículas coerentes podem ser dissolvidas por um contorno em movimento, podendo reprecipitar coerentemente ou, alternativamente, pode ocorrer uma precipitação descontínua no contorno ¹⁷.

Se a força dirigida for insuficiente para que um contorno em movimento passe as partículas coerentes ou não seja suficiente para sua dissolução, então as partículas tornar-se-ão incoerentes ao longo do contorno.

2.2.4.2. Pressão de arraste para uma distribuição de partículas

Considerando uma distribuição randômica de partículas esféricas de raio r , o número destas por unidade de volume é dado por:

$$N_v = \frac{3.F_v}{4\pi.r^3} \quad \text{equação 2.12.}$$

onde F_v é a fração volumétrica.

Se o contorno é planar, então partículas dentro de uma distância r em cada lado do contorno irão interceptá-lo. Portanto o número de partículas interceptando uma unidade de área do contorno é:

$$N_s = 2.r.N_v \quad \text{equação 2.13.}$$

A expressão de ancoramento exercida pelas partículas na unidade de área do contorno é dada por:

$$P_z = N_s.F_s \quad \text{equação 2.14.}$$

Esta relação é conhecida como pressão de ancoramento Zener^{18,19}.

2.2.5. Mobilidade e migração de contornos

A análise dos fundamentos da mobilidade e migração de contornos proporciona os fundamentos para as análises dos processos de recuperação, recristalização e crescimento de grão. A migração de contornos de baixo e de alto ângulo tem uma participação importante no processo de recozimento de metais deformados a frio. Migrações de contornos de baixo ângulo ocorrem durante o processo de recuperação e durante a nucleação na recristalização e a migração de contornos de alto ângulo ocorre tanto durante quanto após a recristalização primária.

Devido à migração de contornos envolver processos atomísticos, que ocorrem rapidamente a altas temperaturas e em algumas condições fora do equilíbrio, estes são de difícil estudo experimental e também de relacionar com modelos teóricos. Entretanto é evidente o fato de que pequenas quantidades de soluto têm grande influência na mobilidade de contornos.

2.2.5.1. Micromecanismos de migração de contornos

Os contornos de baixo e de alto ângulo migram por meio de processos atômicos, que ocorrem nas proximidades do contorno, sendo que os mecanismos dependem de vários parâmetros, que incluem: estrutura do contorno, orientação, plano de contorno e condições experimentais, podendo-se, ainda, citar as forças no contorno e os defeitos cristalográficos como fatores preponderantes nos mecanismos de migração.

Sabe-se que os contornos migram por movimentação de ascensão de discordâncias que compreendem o contorno e, sob muitos aspectos, podem ser interpretados pela teoria de discordâncias. Já o processo básico de migração de contornos de alto ângulo é a transferência de átomos para e desde os grãos, os quais estão adjacentes ao contorno, e em modelos baseados em saltos atômicos termicamente ativados. Além disso, a estrutura do contorno está diretamente relacionada com a cristalografia do contorno, sendo, portanto, que os contornos podem migrar pelos movimentos de defeitos intrínsecos ou por discordâncias em contorno de grão.

Em muitos casos a migração do contorno pode envolver processos que utilizam a movimentação de grupos ou conjuntos de átomos (transformação de fase sem difusão).

Devido ao empacotamento atômico em contornos de grão ser menos denso do que num cristal perfeito, estes são relacionados com um livre excesso de volume que depende da cristalografia no contorno levando, assim, a uma forte interação com átomos solutos e a formação de uma atmosfera de solutos que move-se com o contorno e impede sua migração (a velocidades baixas).

A faixa de velocidades em contornos é muito larga indo desde velocidades baixas, quando em processo de crescimento de grão, a altas, durante os processos de recristalização, sendo que, neste último, o contorno migra por um material altamente defeituoso e deixa atrás dele um cristal perfeito ¹².

2.2.5.2. Estruturas compactas

Duas formas de estruturas compactas: a cúbica de face centrada (CFC) e a hexagonal compacta (HC), com número de primeiros vizinhos de 12, são observadas em metais do grupo I (Cu, Ag e Au) e também nos metais de transição do grupo VII .

As estruturas CFC e HC apresentam grandes semelhanças, sendo a diferença pronunciada apenas na seqüência de empilhamento dos planos {111}. Na estrutura CFC as posições ocupadas na seqüência de planos compactos na direção <111> estão na ordem ABCABC, enquanto na HC é ABABAB. Um deslocamento em um plano {111} por um vetor $a/6 \cdot \langle 112 \rangle$ produz uma falha de empilhamento “intrínseca” na estrutura CFC, i.e., uma camada HC com um átomo de espessura ABCA \perp CABCABC.

Uma falha de empilhamento é produzida na estrutura HC de maneira análoga á ABAB \perp CAC. A energia da falha de empilhamento γ por unidade de área mede (em duas dimensões) a diferença na energia livre entre os dois modos de empacotamento ²¹.

Se uma falha de empilhamento termina no interior de um cristal, seus contornos formarão discordâncias parciais que, em geral, são do tipo Schockley, com o vetor de Burgers de discordância situado no plano da falha ²².

Como os átomos de ambos os lados de uma falha de empilhamento não estão nas posições que normalmente ocupariam num reticulado perfeito, uma falha possui uma energia de superfície que, em geral, é pequena quando comparada a de um contorno de grão comum, mas que desempenha um importante papel na determinação de tamanho de uma discordância propagada. Por outro lado, a energia total de superfície associada à falha de empilhamento de superfície associada à falha de empilhamento aumenta com a distância entre as discordâncias parciais. A separação entre as duas parciais então representa um equilíbrio entre a energia repulsiva das discordâncias e a energia da superfície de falha ²³.

A separação de um par de discordâncias depende de um parâmetro adimensional dado por:

$$H = \gamma \cdot c / G \cdot b \quad \text{equação 2.15.}$$

onde γ energia superficial de falha de empilhamento, c é o espaçamento de discordâncias e G o módulo de cisalhamento ²³.

Em certos metais CFC do tipo do Al, esse parâmetro é maior que 10^{-2} e a separação entre as discordâncias é da ordem de uma distância atômica. Desses metais diz-se que apresentam alta energia de falha de empilhamento. Quando o parâmetro é menor que 10^{-2} , o metal é dito de baixa energia de falha de empilhamento.

O movimento real pode ser bastante complexo. Em primeiro lugar, se uma discordância em movimento encontrar um obstáculo, a largura da falha de empilhamento deve variar. Em segundo lugar, vibrações térmicas podem fazer a largura da falha de empilhamento variar localmente ao longo da distância, sendo a variação função de tempo. Supondo que esses e outros efeitos complexos possam ser desprezados, uma discordância propagada pode ser imaginada como um par de discordâncias parciais, separadas por uma distância finita, que se movem juntas pelo cristal.

A primeira discordância parcial, movendo-se, muda a ordem de empilhamento, enquanto a segunda restabelece a ordem para a seqüência original. Depois que ambas tiverem passada por um dado ponto de reticulado, o cristal terá sido cisalhado (no plano de escorregamento) de um valor igual ao vetor de Burgers \mathbf{b} da discordância.

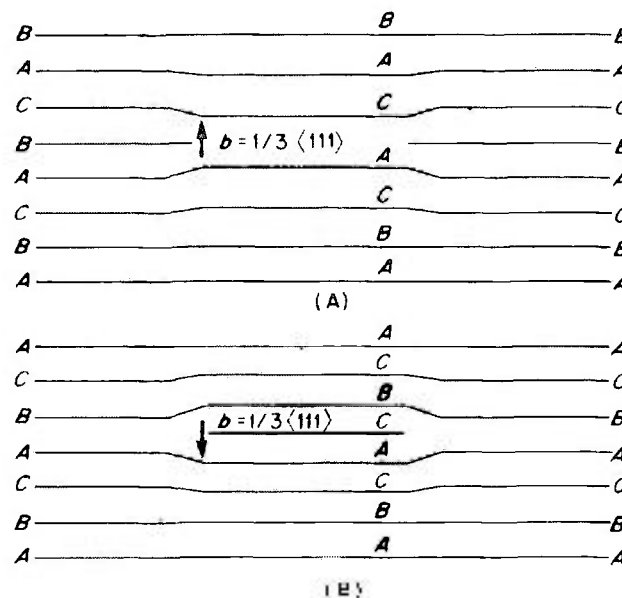


Figura 2.6. Falha de empilhamento em cristal CFC: a) intrínseca e b) extrínseca.

2.2.5.3. Conceito de mobilidade em contorno de grão

Um contorno de grão com uma velocidade (v) em resposta a pressão líquida ($P = \Sigma P_i$) no contorno assume uma mobilidade M dada por:

$$M = v/P \quad \text{equação 2.16.}$$

Esta relação é prevista pela teoria da taxa de redução, se a mobilidade for independente da força motora e se $P \ll kT$ e poderá ser independente dos detalhes do mecanismo da migração do contorno.

Resultados experimentais¹² mostram que para o alumínio $v \propto P^n$ com $n \gg 1$.

2.2.5.3.1. Mobilidade de contornos de baixo ângulo

Está muito bem estabelecido que a mobilidade de contornos de baixo ângulo são significativamente menores que as de alto ângulo. Entretanto há pouca informação disponível sobre a mobilidade de tais contornos e o efeito na diferença de orientação relativa.

Contornos de baixo e médio ângulo em grãos orientados recristalizados dentro de uns poucos graus de diferença na matriz crescem muito lentamente e são indicados como grãos ilhas.

Pesquisas utilizando uma técnica para um tipo de bi-cristal (NaCl) verificou que a energia de contorno provem uma força diretora para a migração, reportada como um parâmetro K' que é produto da mobilidade M e energia de contorno γ seja dada por^{24, 25}:

$$K' = 2.\gamma.M \quad \text{equação 2.17.}$$

Devido a energia e estrutura de contornos de baixo ângulo serem sensíveis a diferença de orientação espera-se que a mobilidade de contorno intrínseca seja, também, dependente deste parâmetro. A migração destes contornos em geral requer a escalada de discordâncias no contorno e espera-se que isto seja a taxa determinante do processo. Autores sugerem que a mobilidade de contornos de baixo ângulo e dada por:

$$M = C.D_S.b/kT \quad \text{equação 2.18.}$$

onde C é uma constante da ordem de 1 e D_S é o coeficiente de autodifusão²⁶.

No aspecto da dependência da orientação da estrutura do contorno na diferença de orientação θ , a mobilidade dos contornos de baixo ângulo mostra dependência intrínseca com este parâmetro, não demonstrado na análise da equação anterior. Assim ao se considerar um contorno curvando para um raio R , a pressão P no contorno devido a curvatura é:

$$P = 2\gamma_S / R \quad \text{equação 2.19.}$$

onde γ_S é a energia de contorno, sendo que para pequenos valores de θ , $\gamma_S \approx c_1 \cdot G \cdot b \cdot \theta$, onde c_1 é uma constante ²⁶.

Assumindo que a velocidade de contorno é uma variação infinitesimal em relação ao tempo será:

$$v_B = dR/dt = 2 \cdot M \cdot \gamma_S / R = 2 \cdot c_1 \cdot M \cdot G \cdot b \cdot \theta / R \quad \text{equação 2.20.}$$

Desta equação podemos verificar que há pelo menos três análises a serem feitas quanto ao parâmetro θ :

- a) $\theta \rightarrow 0^\circ$
- b) $\theta > 15^\circ \sim 20^\circ$
- c) $0 < \theta < 15^\circ \sim 20^\circ$

No primeiro caso, considerando a movimentação de contornos em que as discordâncias estão muito espaçadas, pode-se assumir que a ação de discordâncias individuais num contorno é dominante.

A força por unidade de comprimento é dada por:

$$F = G \cdot b^2 / 2 \cdot R \quad \text{equação 2.21.}$$

Para a escalada de discordâncias sob condições de desprezível supersaturação de lacunas, $F \cdot b^2 \ll k \cdot T$ e a velocidade de escalada (v_D) de uma discordância sob influência de uma força F é dada por:

$$v_D = D_S \cdot c_j \cdot F \cdot b / k \cdot T \quad \text{equação 2.22.}$$

onde c_j é a concentração de jogs. Substituindo F na equação:

$$v_D = D_S.c_j. G.b^2.b/2.R.k.T \quad \text{equação 2.23.}$$

igualando v_B a v_D :

$$2.c_1.M.G.b.\theta / R = D_S.c_j. G.b^2.b/2.R.k.T \quad \text{equação 2.24.}$$

$$M = D_S.c_j.b^2 / 4.c_1.k.T.\theta \quad \text{equação 2.25.}$$

Neste caso limite $v = M.P$ e M é inversamente proporcional ao θ .

No segundo caso, onde ocorre a sobreposição de núcleos de discordâncias, verifica-se que o mecanismo predominante é o salto atômico através dos contornos e M é independente de θ .

No último caso, considerado o mais importante para o processo de recuperação de policristais deformados, existem dois fatores opostos a serem considerados: o primeiro é o decréscimo na mobilidade com o aumento de θ devido ao movimento do contorno pela transferência de átomos sendo, portanto, $M \propto \theta$; já no segundo caso o pequeno espaçamento de discordâncias e o fato da distância de ancoramento de lacunas ser inversamente proporcional a θ pode significar que o escalar torna-se mais rápido quanto θ aumenta²⁶.

2.2.5.3.2. Mobilidade de contornos de alto ângulo

A mobilidade de contornos de alto ângulo é dependente da temperatura e é freqüente encontrar uma relação do tipo de Arrhenius para representa-la. Para metais puros, tem-se, no caso mais simples:

$$M = M_0.e^{-Q/RT} \quad \text{equação 2.26.}$$

onde Q é a energia aparente de ativação¹².

Verifica-se que elementos solutos têm enorme influência na migração de contornos e poucas quantidades de impurezas podem reduzir a mobilidade em muitas ordens de grandeza.

Neste aspecto, a mobilidade para altas concentrações de soluto é baixa e diminui mais ainda com o aumento da concentração de soluto²⁷,

A combinação da temperatura e a quantidade de solutos mostram efeitos como uma diminuição no valor da energia aparente de ativação e um aumento na mobilidade a altas temperaturas.

Evidências mostram que a dependência da mobilidade de contornos de grão surge, primariamente, de uma dependência na orientação da segregação de soluto em relação ao contorno mais do que uma dependência intrínseca da estrutura da mobilidade do contorno de grão.

O modelo mais utilizado para explicar a mobilidade de contornos de grão em materiais cuja composição com o soluto toma forma de soluções sólidas e o de Cahn-Lücke-Stüwe (CLS), o qual baseia-se no conceito de que átomos na região de um contorno de grão têm uma diferença de energia (U) para aqueles que estão no interior do grão, devido à diferença de arranjo atômico. Existe, portanto, uma força (du/dx) entre o contorno e um átomo de soluto que pode ser positiva ou negativa, dependendo se é soluto ou solvente^{28,29}. A força total do contorno para todos os átomos de soluto é $P = \Sigma du/dx$, e uma força igual e oposta é exercida pelos átomos de soluto no contorno. O resultado desta interação é um excesso ou déficit de soluto nas proximidades do contorno e a concentração de soluto (c) é dada por:

$$c = c_0 e^{(-U/kT)} \quad \text{equação 2.27.}$$

onde c_0 é a concentração de soluto do equilíbrio.

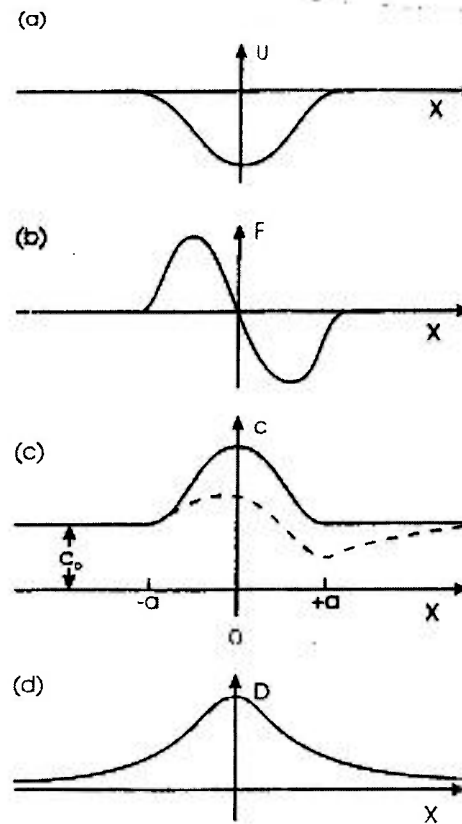


Figura 2.7. Diagramas esquemáticos da interação entre soluto e contorno: a) o potencial $U(x)$, b) a força de interação $F(x)$ entre um átomo soluto e o contorno, c) a distribuição resultante de átomos solutos para um contorno estacionário (linha cheia) e para um contorno movendo-se da esquerda para a direita (linha tracejada), d) Difusividade $D(x)$ na região de contorno²⁹.

A figura 2.7. mostra a interação entre a energia U , força F , concentração c e o coeficiente de difusão em função da distância para um contorno estacionário e cujos solutos são atraídos para o contorno.

Se contornos em movimento têm um maior volume livre que contornos estáticos, então espera-se que a solubilidade num contorno em movimento seja maior que num contorno estático.

2.2.6. Conformação mecânica e recristalização

Sabe-se que, a maioria dos materiais metálicos passa em alguma etapa de sua fabricação por processos de deformação a frio e a quente para que sejam obtidos produtos como chapas, arames, tubos, etc. Em alguns destes processos, podem ocorrer alterações microestruturais simultâneas como: encruamento, recuperação e recristalização. Os

fenômenos supracitados ocorrem simultaneamente à deformação quando o material está sob um campo de tensões e, por vezes, a temperatura elevada, acarretando diferenciações nos materiais dependentes, sem dúvida, de sua própria temperatura de fusão. O acompanhamento destes fenômenos é realizado de forma indireta, isto é, por meio de curva tensão-deformação obtida durante ensaios mecânicos a quente (tração, compressão e torção). Sabe-se que diversas propriedades são fortemente dependentes da microestrutura, tais como: limite de escoamento; limite de resistência; alongamento; tenacidade; temperatura de transição dúctil - frágil; resistência ao impacto; resistência ao desgaste.

As deformações plásticas introduzidas durante os processos de conformação mecânica promovem tanto alterações dimensionais, como modificações nas propriedades mecânicas do material. Essas propriedades também são influenciadas pela temperatura, pela taxa de deformação no processamento e como o material é deformado. A figura 2.8 representa esquematicamente um diagrama de recristalização como função do grau de deformação e temperatura de recozimento²¹.

Verifica-se que a cinética de solução e precipitação de segundas fases é dependente da temperatura e do tempo, sendo também influenciada pela deformação. Obtêm-se diferentes resultados em uma dada liga metálica, dependendo da sua história termo-mecânica e a consequência disto é uma variedade de microestruturas que pode ser favorável a estudos por meio de microscopia eletrônica, pois é uma técnica que determina a orientação cristalográfica local com maior precisão implicando, também, em uma análise relacionada com a heterogeneidade local da deformação plástica e a correspondente subestrutura induzida por discordâncias, de grande importância em relação aos estudos de recristalização³¹⁻³³.

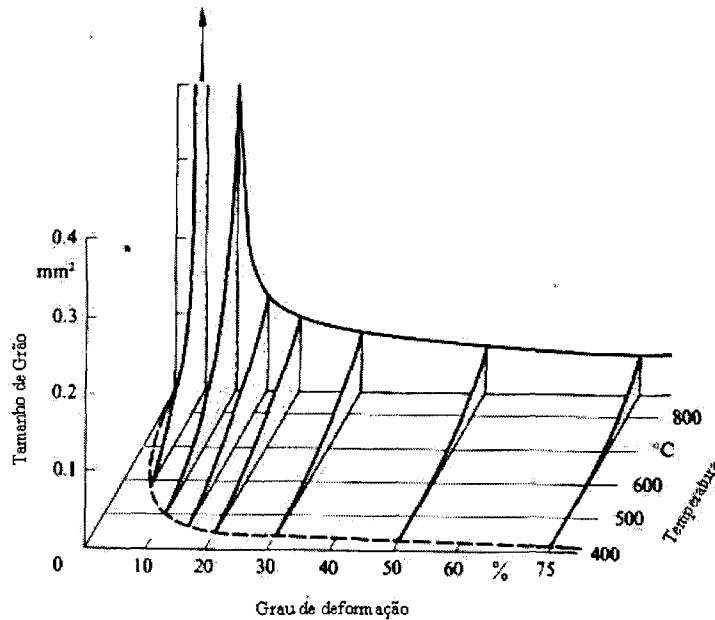


Figura 2.8. Diagrama de recrystalização como função do grau de deformação e temperatura de recozimento ²¹.

2.2.6.1. Recrystalização de metais puros

Após processos de deformação a frio, verifica-se que aproximadamente 10% da energia utilizada na deformação é armazenada no metal, sendo grande parte desta energia na forma de defeitos cristalinos (punctiformes e discordâncias).

Sendo assim, quando metais são deformados a frio, tornam-se termodinamicamente instáveis em relação ao estado de recozido.

Pode-se eliminar parte dos defeitos por recozimento, abaixando a energia interna através dos processos de recrystalização e recuperação.

Nos processos de recuperação pode-se ter recombinação de intersticiais e lacunas, rearranjo de discordâncias reduzindo campos de tensões elásticas, aniquilamento de discordâncias de sinais opostos e arranjos de discordâncias formando subcontornos.

Em relação aos processos de recrystalização, estes ocorrem por nucleação e crescimento de novos grãos livres de deformação. A nucleação pode-se dar por crescimento ou rotação de subgrãos ou por migração de contornos de grãos preexistentes antes da deformação; o crescimento de regiões livres se dá pela migração de contornos de alto ângulo eliminando defeito ^{32,33}.

2.2.6.2. Cinética de recristalização

A recristalização pode ser tratada como um processo de nucleação segundo o modelo de cinética de Johnson-Mehl, assumindo que dependendo da temperatura, inicialmente existirão N domínios de núcleos por unidade de volume, ou seja, locais onde preferencialmente ocorrerão a nucleação. Este volume aumentará em todas as direções a uma taxa constante v até que os domínios entrem em contato uns com os outros. Entre o tempo t e $t + dt$ cada domínio cresce um $dV = 4\pi v^3 t^2 dt$ e a fração de volume ordenado X aumenta pelo crescimento por:

$$dX = 4\pi v^3 N t^2 dt (1 - X) \quad \text{equação 2.28.}$$

sendo $(1 - X)$ a fração não ordenada, integrando, temos:

$$-\ln(1 - X) = \frac{4}{3} \pi v^3 N t^3 \quad \text{equação 2.29.}$$

ou

$$X = 1 - e^{-\frac{4}{3} \pi v^3 N t^3} \quad \text{equação 2.30.}$$

O número N de núcleos por unidade de volume que deverá aumentar com o tempo pode ser dado por $N = \dot{N} t$, sendo $\dot{N} = \text{constante}$. Assim, de acordo com a expressão acima, a fração X segue uma curva com um tempo característico de recristalização de

$t_i \approx \left(\dot{N} v^3 \right)^{-1/4}$. Durante este tempo, o tamanho médio de grão obtido pode ser dado por

$$d_i \approx v t_i = \left(\frac{v}{\dot{N}} \right)^{1/4}$$

Observa-se que v aumenta com o grau de deformação ϵ e com o aumento da temperatura, entretanto, \dot{N} mostra crescer mais rapidamente com a deformação do que v , de forma que existe um valor limite para este, e que tem sua dependência com a temperatura menor do que o de v ³¹⁻³³.

2.2.6.3. Recristalização de ligas com presença de segundas fases

Adições de elementos em metais proporcionam três tipos de ligas, do ponto de vista da recristalização:

- a) os elementos de liga encontram-se em solução sólida;
- b) os elementos de liga encontram-se na forma de precipitados de segunda fase;
- c) os elementos de liga encontram-se na forma de uma segunda fase e a fração volumétrica desta segunda fase é alta³².

Os efeitos desses elementos de segunda fase sobre a recristalização podem ser tanto de estimular, como o de retardar a recristalização, dependendo do modo como a partícula interage com a microestrutura durante o processamento termomecânico.

Em ligas com dispersão de precipitados de segundas fases existem evidências que mostram o atraso do processo de recristalização. Tais partículas atuam como barreiras para a movimentação dos contornos de alto ângulo devido à força de ancoramento exercida pelas partículas sobre os contornos de grão. Se esta força for maior que a força para movimentação de contornos, não haverá migração e conseqüentemente o núcleo de recristalização não poderá crescer, impedindo a recristalização^{32,33}.

Em ligas supersaturadas e com defeitos cristalinos, partículas de segunda fase (tais como nas ligas Al-Mg-X, onde X é um microligante) precipitam na mesma faixa de temperatura na qual a recristalização pode ocorrer. Desta forma, precipitação e recristalização exercem influências mutuamente. As partículas que se precipitam impedem o rearranjo de discordâncias que vão dar lugar a frentes de recristalização e a sua subsequente migração. Os defeitos presentes na rede cristalina aceleram a nucleação de determinadas fases, que por sua vez podem afetar rearranjos de discordâncias e a migração de contornos de grão. Somente quando a recristalização é completada, antes do início da precipitação, as duas reações ocorrerão independentemente^{6,8}.

2.3. Técnicas de caracterização

Para caracterização, análise microestrutural e identificação de possíveis precipitados, bem como a interação dos mesmos com os outros defeitos cristalinos, é necessário utilizar técnicas de microscopia eletrônica^{30,31}.

A grande vantagem da utilização da microscopia eletrônica, que é verdadeiramente uma ferramenta de diagnóstico, comparando-a com os demais métodos de caracterização de materiais, é a sua alta resolução que pode chegar a nível atômico, além de sua capacidade em detectar e registrar os vários eventos que ocorrem quando os materiais são bombardeados com elétrons (elástico, inelástico, coerente e incoerente), durante a investigação propriamente dita, de tal forma que é possível combinar-se o estudo da imagem (contraste), da difração eletrônica (identificação da estrutura cristalina) e da espectroscopia (composição química) por raios X (EDS) e por perda de energia de elétrons (EELS) em um único instrumento.

Reforçando o que foi afirmado anteriormente, sabe-se que uma das técnicas experimentais que contribuem consideravelmente é a microscopia eletrônica de transmissão (MET) pois, com ela, pode-se analisar a microestrutura das referidas ligas, com aumentos significativos (até 1.000.000 vezes), e melhor quantificar os mecanismos que envolvem o processamento termomecânico e os mecanismos que regem a recristalização de ligas metálicas com presença de segundas fases^{30,31}.

Ensaio mecânicos de tração, fluência e outros, causam consideráveis danos ao material, além de serem relativamente complexos e despendem considerável tempo. Este não é o caso do ensaio de dureza Vickers, que mede a resistência do material à penetração de uma pirâmide de diamante, com ângulo de vértice de 136°.

A dureza é definida como o quociente entre a carga aplicada no teste e a área de indentação produzida (medida em N/m²).

Uma relação geralmente válida entre dureza e limite de escoamento é $HV \approx 3\sigma_0$ ²¹.

É possível relacionar-se o módulo de elasticidade E com a dureza H , desde que providenciadas as seguintes condições:

- a recuperação do material deve apresentar um comportamento elástico;
- a área de contato entre o indentador e a amostra deve permanecer constante.

Neste caso, as soluções de Sneddon^{34,35} para o caso da indentação de um espaço elástico por um penetrador cilíndrico aproximam-se do comportamento elástico. Uma delas conduz para uma simples relação entre a carga P e a profundidade h , da forma:

$$P = \frac{4\mu a}{1-\nu} h \quad \text{equação 2.31}$$

onde: a = raio do cilindro

μ = módulo de cisalhamento

ν = coeficiente de Poisson.

Sabendo-se que a área de contato do círculo projetado na superfície, A_c , é igual a πa^2 e que o módulo de cisalhamento é relacionado ao módulo de elasticidade pela seguinte equação:

$$E = 2\mu(1 + \nu) \quad \text{equação 2.32}$$

pode-se substituir a equação 2.32 na equação 2.31 e diferenciar a equação obtida em relação a h :

$$\frac{dP}{dh} = \frac{2}{\pi} \sqrt{A_c} \frac{E}{1 - \nu^2} \quad \text{equação 2.33}$$

obtendo-se a rigidez de contato $S = dP/dh$. Devido ao fato do módulo de elasticidade do indentador não ser infinito, a equação 2.33 deve ser escrita em termos do módulo de elasticidade combinado entre amostra e indentador (E_r), de acordo com a equação de Hertz:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad \text{equação 2.34}$$

onde E , E_i , ν e ν_i são, respectivamente os módulos de elasticidade e de Poisson da amostra e do indentador.

Portanto, para a penetração de um sólido rígido numa superfície plana, a equação 2.33 pode ser reescrita:

$$\frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{A_c} E_r, \text{ ou } E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad \text{equação 2.35.}$$

A equação acima mostra que a relação entre a rigidez S e a área de contato A_c não depende da geometria do indentador.

Pode-se determinar experimentalmente³⁵ um fator de correção para penetradores não simétricos:

$$E_r = \beta \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad \text{equação 2.36.}$$

onde β corresponde ao fator de correção relativo à falta de simetria do indentedor, que é igual a 1,0124 para penetradores Vickers e A_c é a área projetada de contato.

As figuras 2.9 a 2.11 mostram os principais parâmetros utilizados na análise dos dados de indentação.

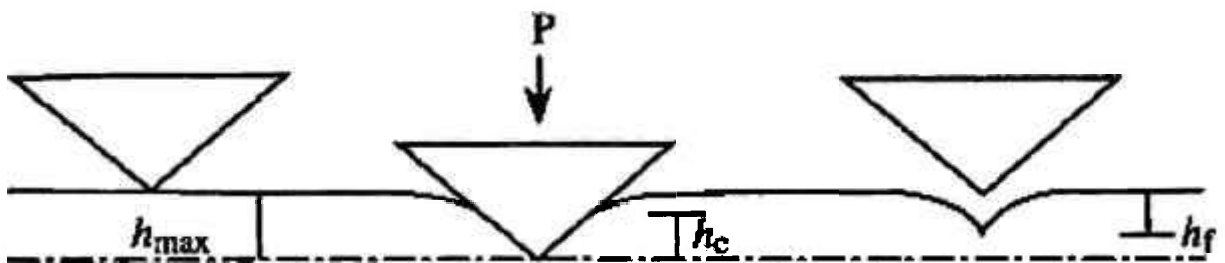


Figura 2.9. Representação da profundidade de penetração.

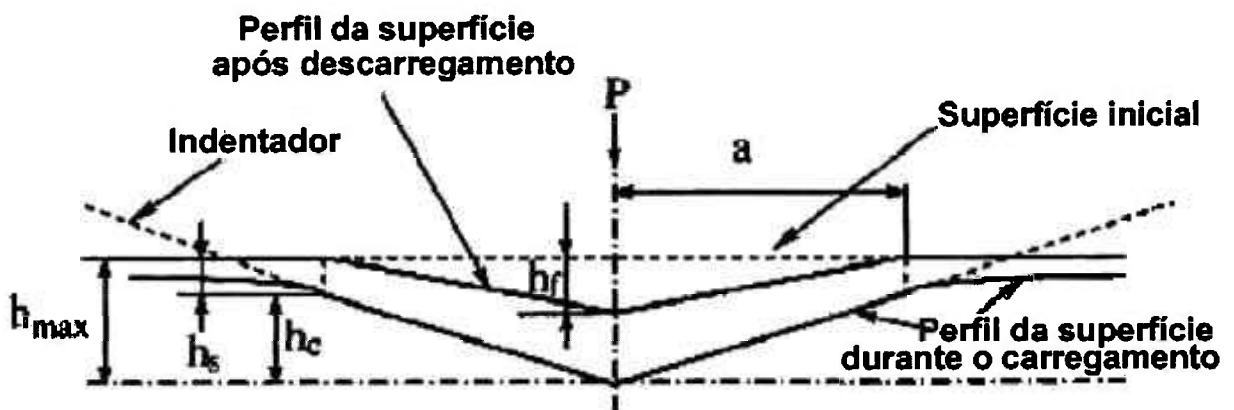


Figura 2.10. Representação dos parâmetros na profundidade de penetração.

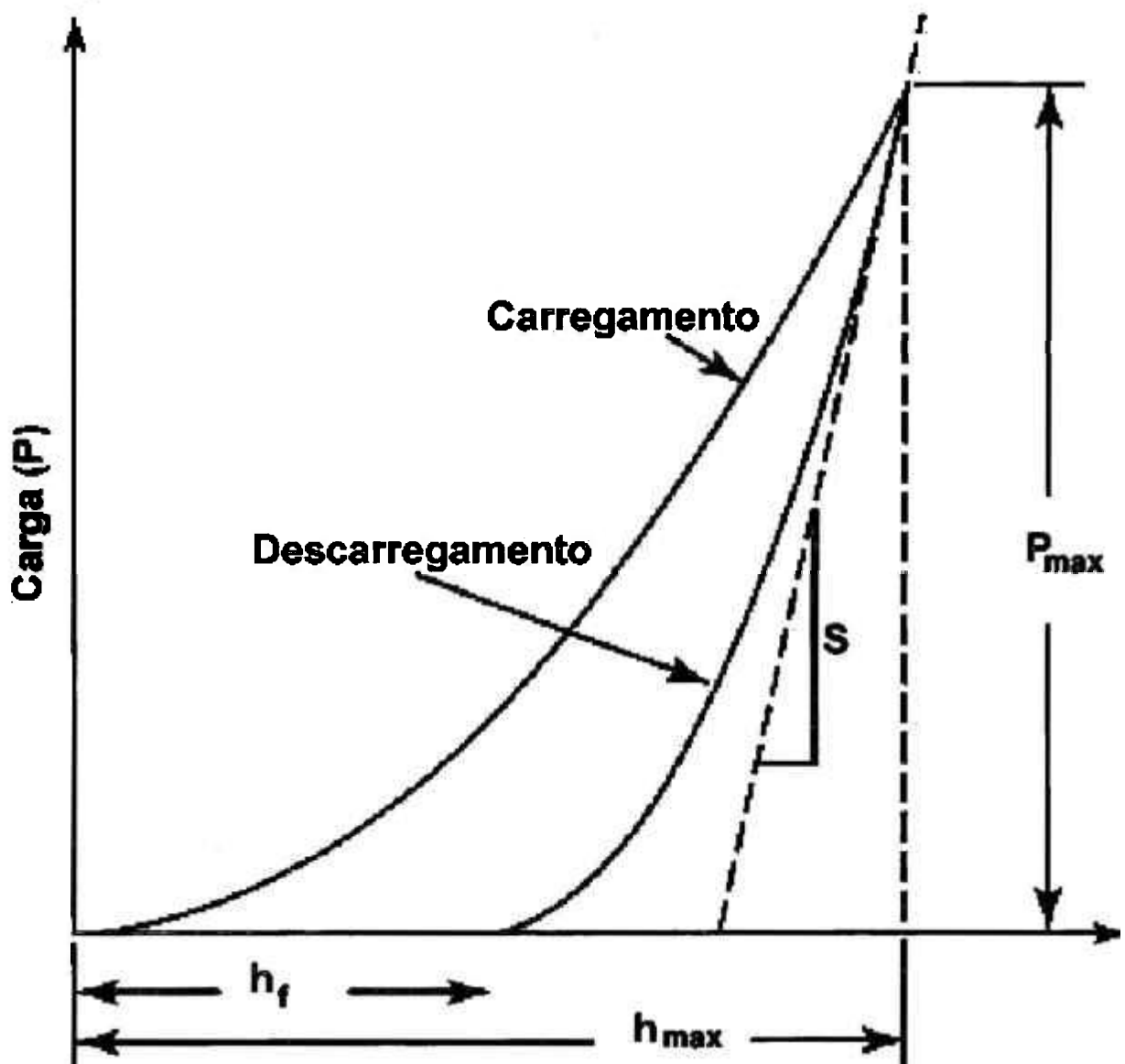


Figura 2.11. Representação dos parâmetros de carregamento e descarregamento.

Nas figuras 2.9 e 2.10, h_{max} corresponde à profundidade máxima, a corresponde à meia diagonal projetada na superfície, h_f à profundidade residual, h_c à profundidade de contato e h_s à profundidade de deflexão. Na figura 2.11, S corresponde à rigidez de descarregamento para $h = h_{max}$.

Como o descarregamento de h_{max} para h_f é elástico, uma das soluções de Sneddon³⁷, para um penetrador cônico, mostra que a deflexão da superfície de contato é:

$$h_s = \left(\frac{\pi - 2}{\pi} \right) (h - h_f) \quad \text{equação 2.37.}$$

Outra solução de Sneddon mostra que, para $h = h_{max}$, a carga é relacionada à deformação elástica:

$$(h - h_f) = 2 \frac{P}{S} \quad \text{equação 2.38.}$$

Substituindo (2.37) em (2.38) e notando que a área de contato de interesse ocorre no pico de carregamento, $P = P_{max}$:

$$h_s = \left[\frac{2(\pi - 2)}{\pi} \right] \frac{P_{max}}{S} \quad (2.39)$$

ou

$$h_s = \varepsilon \frac{P_{max}}{dP/dh} \quad (2.40).$$

Para determinar a profundidade de contato de dados experimentais, pode-se observar na figura 2.9:

$$h_c = h_{max} - h_s \quad (2.41).$$

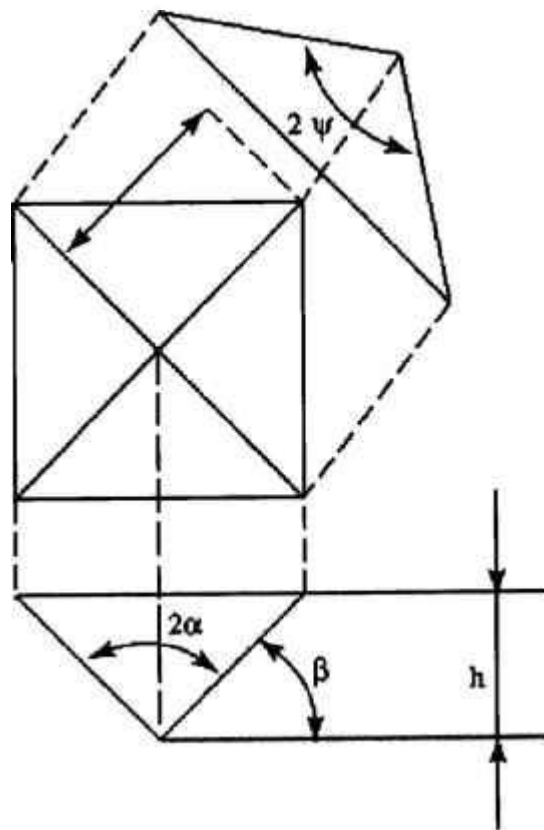
Portanto:

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{P_{max}}{dP/dh} \quad (2.42).$$

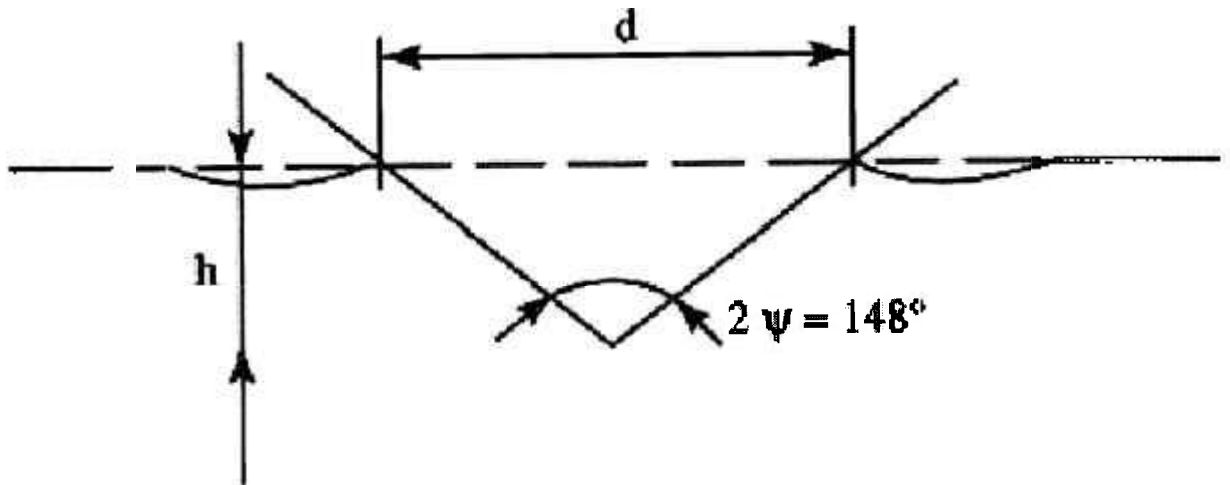
Considerando-se que usualmente os penetradores não são cônicos, mas pirâmides de bases quadradas ou triangulares, deve-se levar em conta que, para qualquer parabolóide de revolução, ε é cerca de 0,75³⁶.

Pode ser visto na figura 2.12^a que a área de contato, A_c , pode ser expressa como função da diagonal d ³⁸:

$$A_c = \frac{d^2}{2} \quad (2.43).$$



(a)



(b)

Figura 2.12. Impressão gerada pelo penetrador Vickers.

Substituindo esta expressão em (2.36), obtém-se a diagonal como função dos parâmetros de indentação:

$$d = \beta \frac{S}{E_r} \sqrt{\frac{\pi}{2}} \quad (2.44).$$

O valor da dureza Vickers pode ser determinado pela diagonal média, d , estimada de tais parâmetros:

$$A_{Vickers} = \frac{d^2}{\text{sen } 22^\circ} = \frac{d^2}{1,854368} \quad (2.45).$$

$$HV = \frac{P}{A_{Vickers}} \quad (2.46).$$

2.3.1 Calorimetria exploratória diferencial

Calorimetria exploratória diferencial (*Differential Scanning Calorimetry – DSC*) é uma técnica na qual se mede a diferença de energia fornecida à substância e a um material de referência, termicamente inerte, em função da temperatura, numa programação controlada. A energia de ativação para o processo de recristalização pode ser determinada por meio da relação desenvolvida por Kissinger³⁹

$$\ln \left(\frac{\phi}{T_{max}^2} \right) \cong - \frac{Q}{RT_{max}} \quad (2.47)$$

onde: ϕ é a taxa de aquecimento em K/s;

T_{max} é a temperatura máxima do pico exotérmico registrado no DSC, anterior à fusão;

Q é a energia de ativação e

R é a constante dos gases, 8,3 J/mol.

3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O procedimento experimental obedeceu ao fluxograma mostrado na figura 3.1.

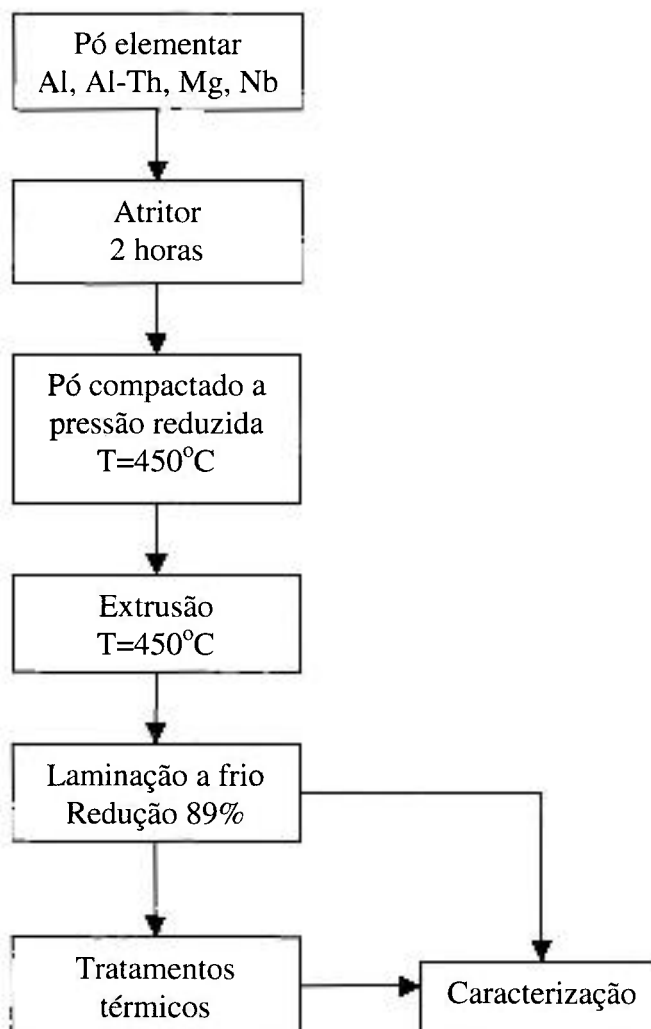


Figura 3.1. Fluxograma mostrando o procedimento experimental utilizado.

3.1.Preparação da liga

O processo adotado foi o desenvolvido por Coelho ⁴⁰, com processamento do material na forma de partículas em moinho de alta energia, compactação uniaxial a vácuo e extrusão a quente.

Partiu-se pela procura dos elementos de liga na forma de pó, sendo que o pó de alumínio foi fornecido gentilmente pela Alcoa, cuja granulometria média foi 25 µm.

Quanto a magnésio, nióbio e liga Al-19Th foram fornecidos pelo Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais do IPEN (CCTM), esta última liga produzida durante a tese de doutorado do Dr. Francisco Abrozio Filho. O Nb e a liga Al-Th se encontravam na forma de barras, sendo que o material foi limado para remoção de cavacos, com tamanho da ordem de milímetros. O magnésio estava na forma de farpas grosseiras (cavacos de 5 a 10 mm), sendo necessária uma decapagem em solução de ácido nítrico 5%. O grau de pureza química dos elementos de liga, em todos os casos foi superior a 99%, conforme especificação dos fornecedores (Alcoa e IPEN) conforme mostram as tabelas 3.1, 3.2 e 3.3, sendo, portanto factível à preparação de ligas ternárias, também, com alto grau de pureza.

Partiu-se, então, para a análise do processo mais adequado para a preparação da mistura, tendo sido escolhido o método de mistura simples dos elementos e, em seguida, pela mistura dos elementos em moinho de alta energia por 2 horas em recipiente de Polietileno do tipo UHMW (Ultra-High Molecular Weight) e com esferas de aço, disponível no Laboratório de Metalurgia do Pó do CCTM cujo processo pode ser visualizado na figura 3.2.

Como primeiro experimento, optou-se pela preparação da liga Al-2Mg-1Th (valores em peso), sendo que pela adequação do processo, este passará a ser o padrão na preparação das demais ligas.

Tabela 3.1. Composição química do alumínio em pó (Alcoa)

Elemento	% em peso
Si	0,05
Fe	0,15
outros	<0,03
Al	Bal.

Tabela 3.2. Composição química do magnésio em farpas (IPEN)

Elemento	ppm	% em peso
Cd	<0,6	<0,01
B	<30	<0,01
Fe	200	<0,04
Cr	30	<0,01
Ni	30	<0,01
Si	500	0,1
Al	30	<0,01
Mn	800	0,16
Cu	20	<0,01
C	150	<0,03
Mg	Bal.	Bal.

Tabela 3.3. Composição química do nióbio em barra (IPEN)

Elemento	% em peso
Cu	0,08
Fe	0,05
outros	<0,03
Nb	Bal.

Para o processo de compactação a quente, utilizou-se um copo de alumínio de alta pureza (1100), sendo este preenchido com os elementos de liga, cujas massas estavam previamente medidas, e em mistura. Este processo permite a não inserção de lubrificantes na mistura o que poderia de alguma forma ser prejudicial à liga final. Em ambos os processos a temperatura utilizada foi de 450 °C.

As massas utilizadas para a preparação da liga Al-2Mg-1Th e Al-2Mg-1Nb encontram-se, respectivamente, nas Tabelas 3.4 e 3.5.

TABELA 3.4. Massas utilizadas na preparação da liga Al-2Mg-1Th.

Elemento	Al	Mg	Al-Th
Massa (g)	46,35	1,0	2,65

TABELA 3.5. Massas utilizadas na preparação da liga Al-2Mg-1Nb.

Elemento	Al	Mg	Nb
Massa (g)	48,5	1,0	0,5

As pressões utilizadas nos processos de compactação e extrusão se encontram na Tabela 3.6.

TABELA 3.6. Pressões utilizadas durante os processos de compactação e extrusão.

Processo	Pressão (MPa)
Compactação	400
Extrusão	60

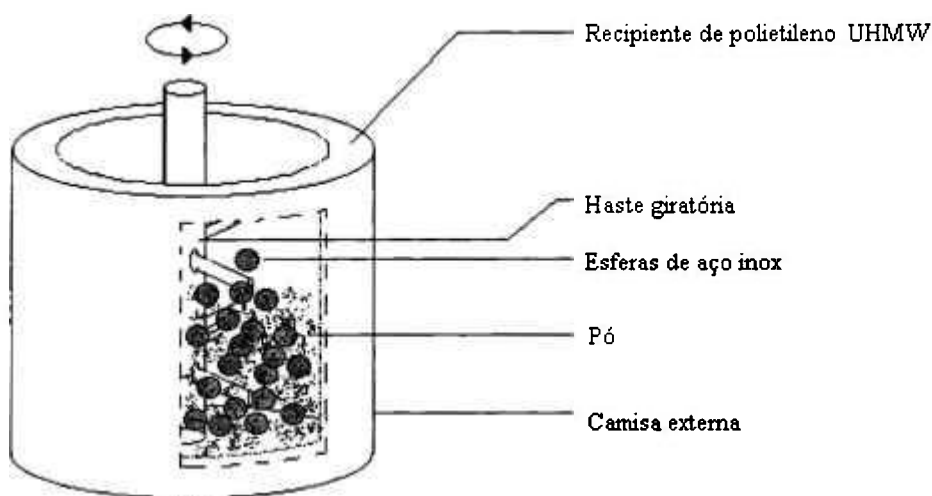


Figura 3.2. Representação esquemática de um moinho de alta energia.

O produto obtido deste processo foi uma barra de diâmetro $\phi \approx 15$ mm e comprimento $l \approx 20$ cm, retirando-se a porção final da barra que fica deformada sem ter passado pelo processo de extrusão (final do processo de extrusão).

Para obter a liga que estava dentro do copo de alumínio, também extrudado durante o processo, utilizou-se o processo de usinagem, para a retirada da camada superficial de cerca de 1 mm referente a este.

O processo de mistura em moinho de alta energia fornece um material com

melhor distribuição química e distribuição granulométrica mais homogênea, com partículas mais finas, o que é importante nos processos de produção de ligas por metalurgia do pó. Este processo foi padronizado para a preparação dos pós para as ligas Al-2Mg-1Th, e Al-2Mg-1Nb (valores em peso) em estudo.

Para obtenção final da liga optou-se pelo processo de compactação uniaxial a quente e em pressão reduzida e extrusão a quente de forma a minimizar os problemas normalmente encontrados na metalurgia do pó (poros e densidade relativa baixa, por exemplo).

3.2. Conformação mecânica (Laminação)

As amostras das ligas em estudo, inicialmente, passaram por processo de conformação mecânica, com o intuito de se verificar qual o grau possível de deformação no material como produzido, sem tratamentos térmicos intermediários. O processo de conformação mecânica foi o de laminação em laminador de ourives, disponível no CCTM.

Após este procedimento inicial, as amostras das ligas Al-2Mg-1Th e Al-2Mg-1Nb passaram por processo de laminação, sendo obtida redução em área de 89%.

3.3. Tratamentos térmicos

Amostras das ligas Al-2Mg-1Th e Al-2Mg-1Nb, após processo de conformação mecânica (laminação), passaram por tratamentos térmicos. O processo de tratamento térmico consistiu em manter as amostras no forno a partir da temperatura ambiente, retirando amostras nas temperaturas de 100°C, 200°C, 300°C, 400°C e 500°C.

3.4. Preparação de amostras para observação por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura

Foram preparadas amostras das ligas Al-2Mg-1Th e Al-2Mg-1Nb que passaram por tratamentos térmicos (item 3.3) em que se seguiu a rota usual de cortes de partes da barra, embutimento, lixamento e polimento metalográfico.

Utilizou-se para revelar a microestrutura bruta, ataque químico com solução de ácido fluorídrico (1% em solução) por 120 s.

As amostras foram então observadas em microscópio de varredura Philips XL30 SEM e microscópio óptico BX 60M pertencentes ao CCTM.

3.5. Preparação de amostras para observação por microscopia eletrônica de transmissão

Foram preparadas amostras das ligas em estudo, após processos de conformação mecânica e tratamentos térmicos, para observação por microscopia eletrônica de transmissão. O processo de preparação de amostras seguiu a rota usual, obtendo-se como resultado final discos finos de 3 mm de diâmetro, com espessuras na região de transmissão da ordem de dezenas de μm . As amostras foram observadas em microscópio JEOL JEM200C disponível no CCTM.

3.6. Caracterização química

Para a caracterização química do material, utilizaram-se técnicas de espectroscopia de dispersão de energia (EDS) sendo a análise semiquantitativa.

Análises por mapeamento de raios-X foram feitas para verificar a distribuição dos elementos de liga majoritários (alumínio e magnésio), bem como para determinar a composição dos precipitados presentes.

3.7. Medidas de dureza Vickers

Foram feitas análises da dureza Vickers em amostras deformadas a frio por processo de laminação e após cada etapa de tratamento térmico, em equipamento Fischerscope H100, pertencente ao departamento de Engenharia Mecânica da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Com este equipamento também foi possível estimar-se o módulo de elasticidade das ligas em estudo, conforme descrito em 2.3.

O ensaio se inicia com a escolha de uma região, programando-se o aparelho para determinar a quantidade de indentações, que serão realizadas em intervalos regulares de distância, bem como a carga do ensaio e as velocidades de carregamento e descarregamento.

Os parâmetros utilizados se encontram na Tabela 3.7.

Tabela 3.7. Parâmetros utilizados nos ensaios de dureza Vickers.

Carga aplicada	100 mN
Razão de carregamento	3,33 mN/s
Tempo de permanência do carregamento	20 s
Razão de descarregamento	2 mN/s
Número de indentações	15

A carga de 100 mN utilizada no ensaio é aplicada 1/60 do seu valor a cada 0,5 segundo e retirada 1/100 de seu valor a cada 0,5 segundo, sendo que para cada valor de carga o aparelho fornece a profundidade atingida pelo indentador, informações que permitem desenhar um gráfico semelhante ao da figura 3.3.

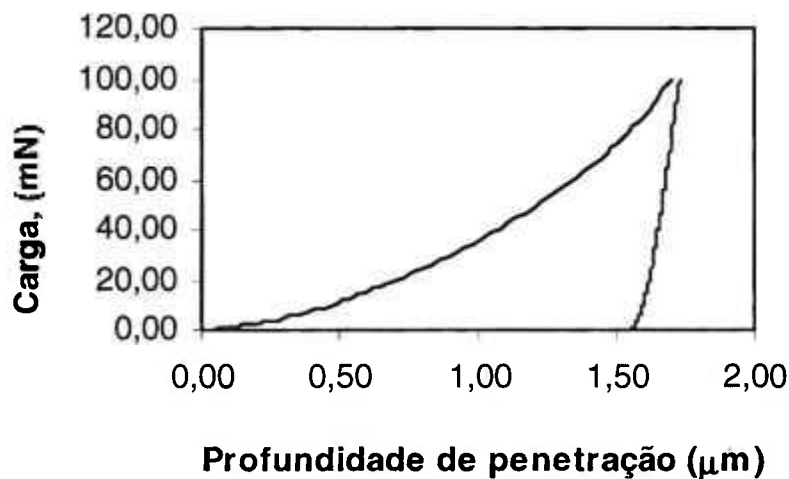


Figura 3.3. Curva de carregamento e descarregamento do ensaio de dureza Vickers.

Por derivação das curvas de carregamento e descarregamento, o programa de funcionamento do aparelho fornece a relação $E/(1-\nu^2)$ e o valor de dureza Vickers.

Para a medida da figura 3.3, o equipamento forneceu os seguintes valores:

$$HV = 430 \text{ N/mm}^2$$
$$\frac{E}{(1-\nu^2)} = 188,76 \text{ GPa}$$

Considerando, para ligas de alumínio, $\nu = 0,33$ (recomendação do fabricante do aparelho), tem-se:

$$E = (1 - 0,33^2) \times 188,76 = 168,2 \text{ GPa}$$

O resultado final é a média dos valores obtidos excluindo-se valores duvidosos, caracterizados por apresentarem singularidades nas curvas de carregamento e descarregamento, como mostrado na figura 3.4.

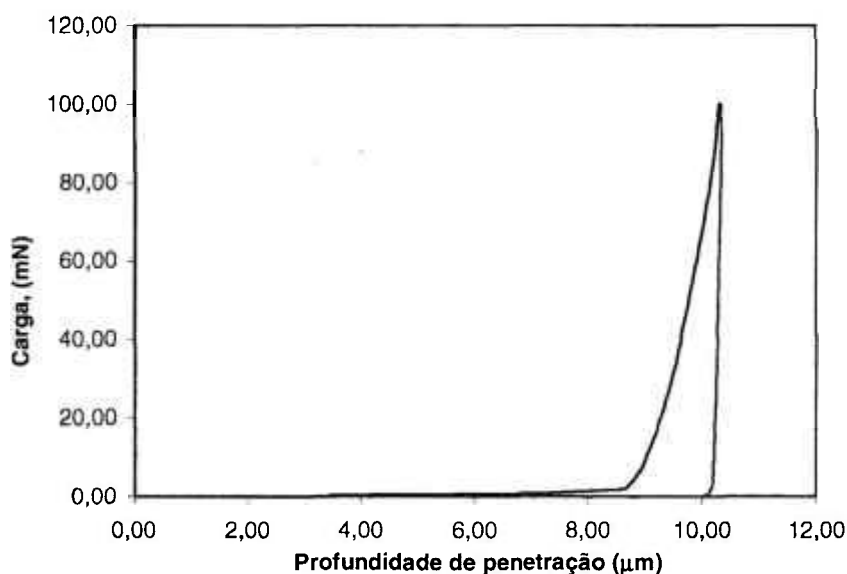


Figura 3.4. Curva de carregamento e descarregamento do ensaio de dureza Vickers.

Esta curva teve seu resultado desprezado devido ao início do carregamento, onde ocorre um aprofundamento muito grande para uma aplicação quase nula de carga, da ordem de 1,7 mN, não registrado nas demais medidas das ligas em estudo.

3.8. Análise por Mapeamento por Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC - Differential Scanning Calorimetry)

Foram analisadas amostras das ligas Al-2Mg-1Th e Al-2Mg-1Nb por DSC em equipamento disponível no Laboratório de Análise Térmica do Instituto de Química da Universidade de São Paulo. Este aparelho corresponde a um calorímetro de exploração diferencial de fluxo de calor, em que os eventos endotérmicos são evidenciados por picos descendentes. As curvas DSC foram obtidas a partir da célula DSC-50 da marca Shimadzu, no

intervalo de temperatura de 25 a 500°C, empregando razão de aquecimento de 10°C/minuto, atmosfera dinâmica de nitrogênio (100 ml/minuto) e cadinho de alumínio parcialmente fechado.

3.9. Determinação da resistividade elétrica

A resistividade elétrica das amostras foi determinada por meio de medida da resistência elétrica das mesmas e aplicação da seguinte equação:

$$R = \rho \frac{L}{A} \quad (3.1)$$

onde: R = Resistência elétrica

ρ = Resistividade elétrica

L = comprimento da amostra

A = área da seção transversal

3.10. Determinação da densidade relativa

Para a determinação da densidade relativa das amostras utilizou-se o seguinte procedimento:

1. Determinou-se a massa de uma amostra do material em estudo, m_L .
2. Determinou-se a massa de uma proveta com água até uma determinada marcação de volume, m_1 .
3. Determinou-se a massa da proveta com água até a mesma marcação de volume do item anterior, porém contendo a mostra do material em estudo, m_2 .
4. Obteve-se o resultado da densidade relativa da amostra, δ , por meio da seguinte expressão:

$$\delta = \frac{m_L}{m_2 - (m_1 + m_L)} \quad (3.2)$$

4. RESULTADOS

4.1. Conformação mecânica

Verificou-se uma redução da barra de 12,0 mm (previamente usinada, sem a camada referente ao copo de alumínio extrudado junto com o material) para uma chapa de 12,6x1 mm², com uma redução em área de cerca de 89% nas ligas em estudo, preparadas no item 1 do procedimento experimental.

As ligas apresentaram bom comportamento quanto à laminação, sendo que a liga Al-Mg-Th apresentou comportamento mais dútil, com menor tendência ao rompimento e exigindo quantidade menor de passes.

4.2. Processamento em moinho de alta energia

Foram feitas moagens preliminares das ligas para determinação do tempo de processamento, concluindo-se que o tempo de 2 horas seria suficiente para homogeneização das ligas.

4.3. Análises feitas por microscopia óptica

As figuras 4.1, 4.3, 4.5, 4.7 e 4.9 mostram as estruturas de amostras da liga Al-2Mg-1Th tratadas termicamente a partir da temperatura ambiente até 100°C, 200°C, 300°C, 400°C e 500°C. Pode-se notar a existência de uma estrutura de grãos parcialmente deformados, cujos tamanhos variam entre 10 µm e 50 µm, além de pequenos precipitados dispersos pela matriz.

As figuras 4.2, 4.4, 4.6, 4.8 e 4.10 mostram detalhes em maior aumento de um grão e dos precipitados.

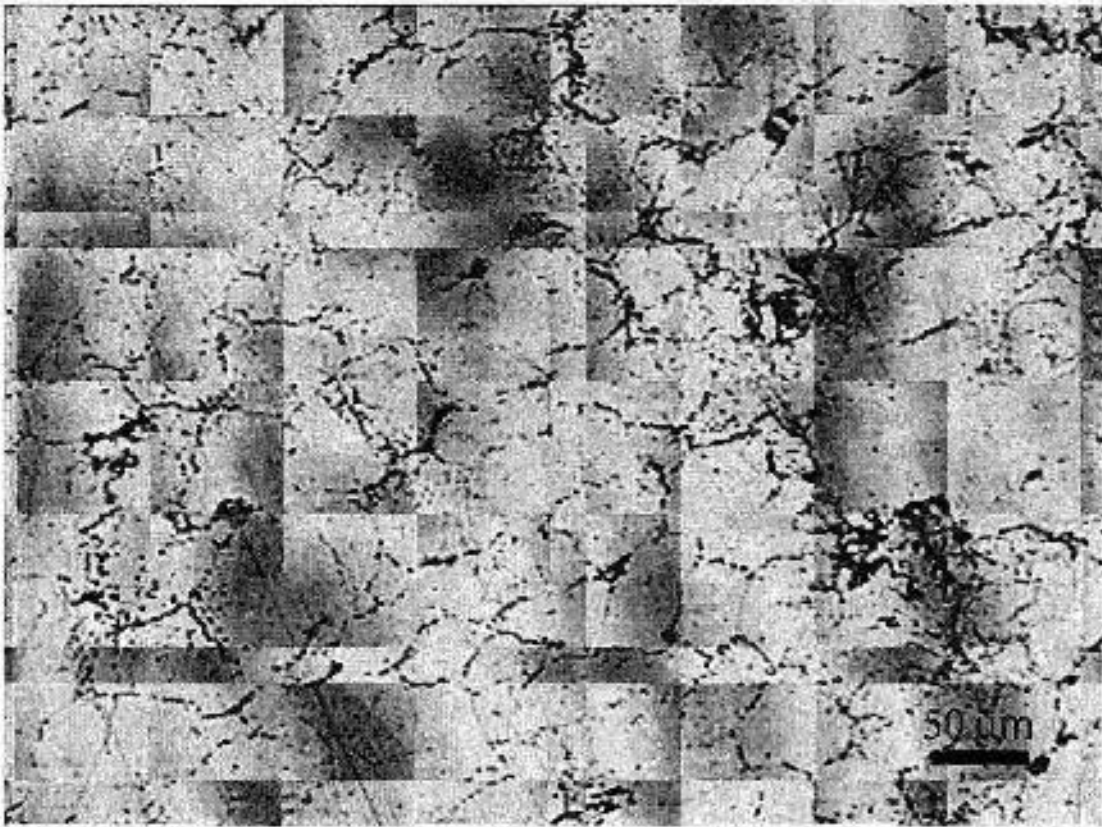


Figura 4.1. *Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 100 °C (200X).*

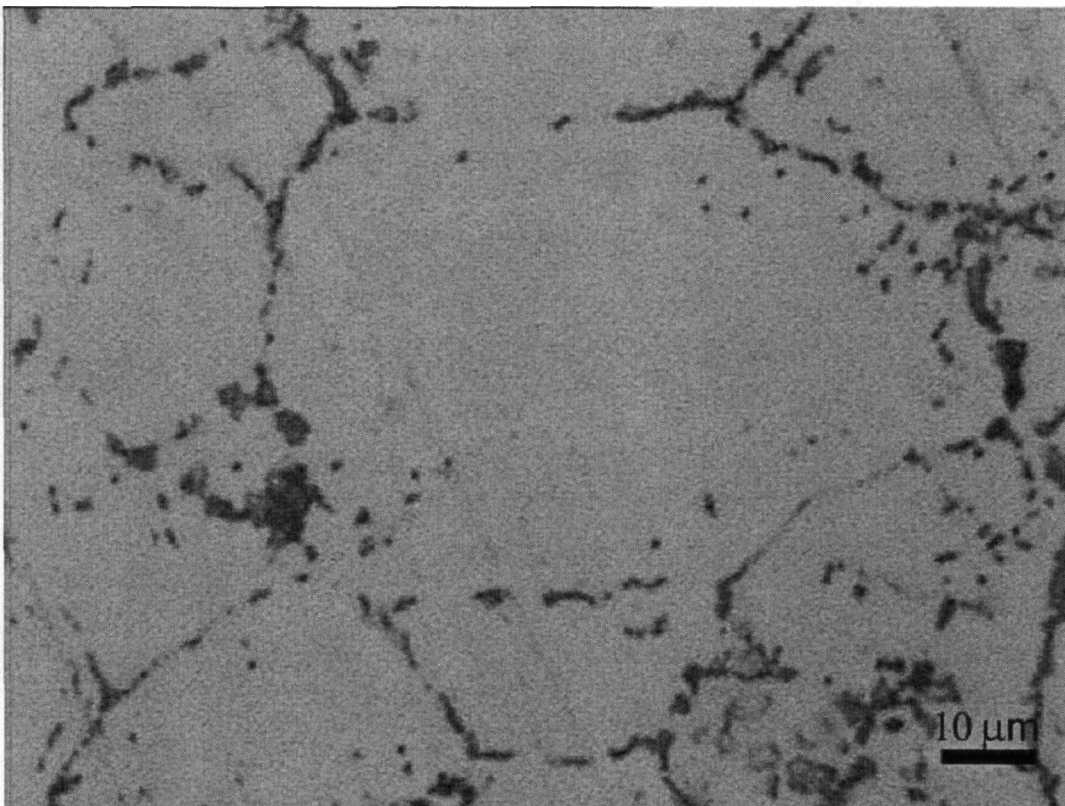


Figura 4.2. *Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 100 °C (1000X).*

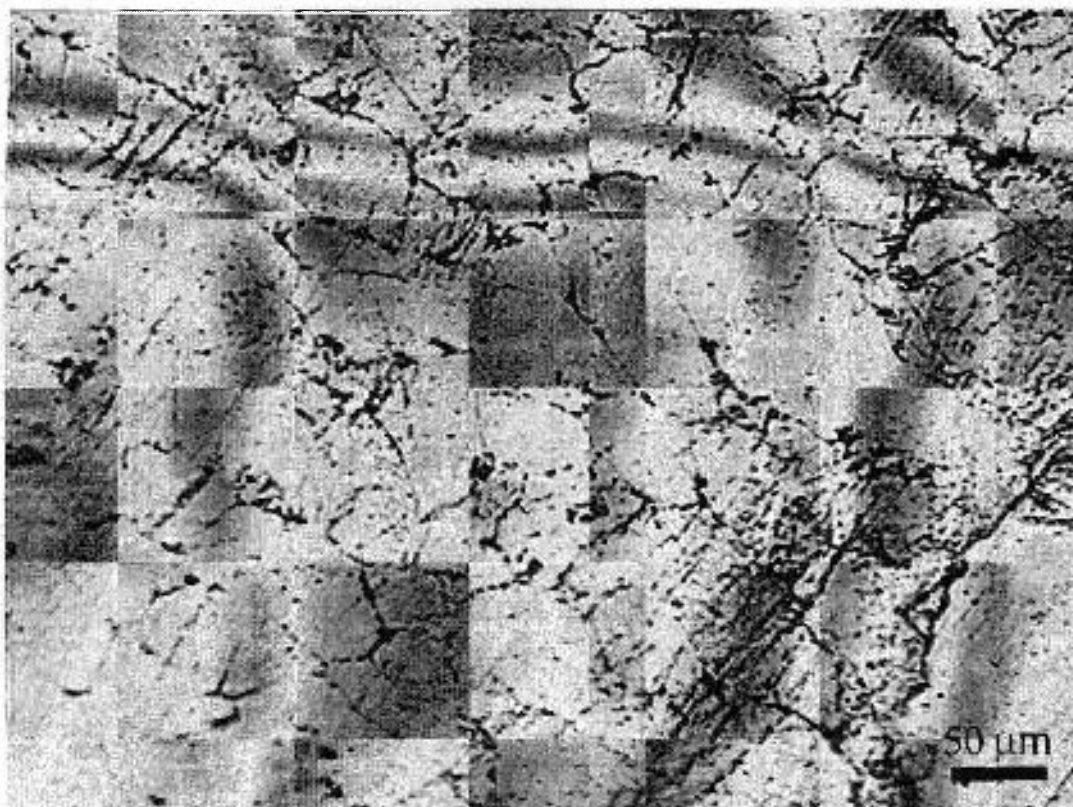


Figura 4.3. *Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 200 °C (200X).*

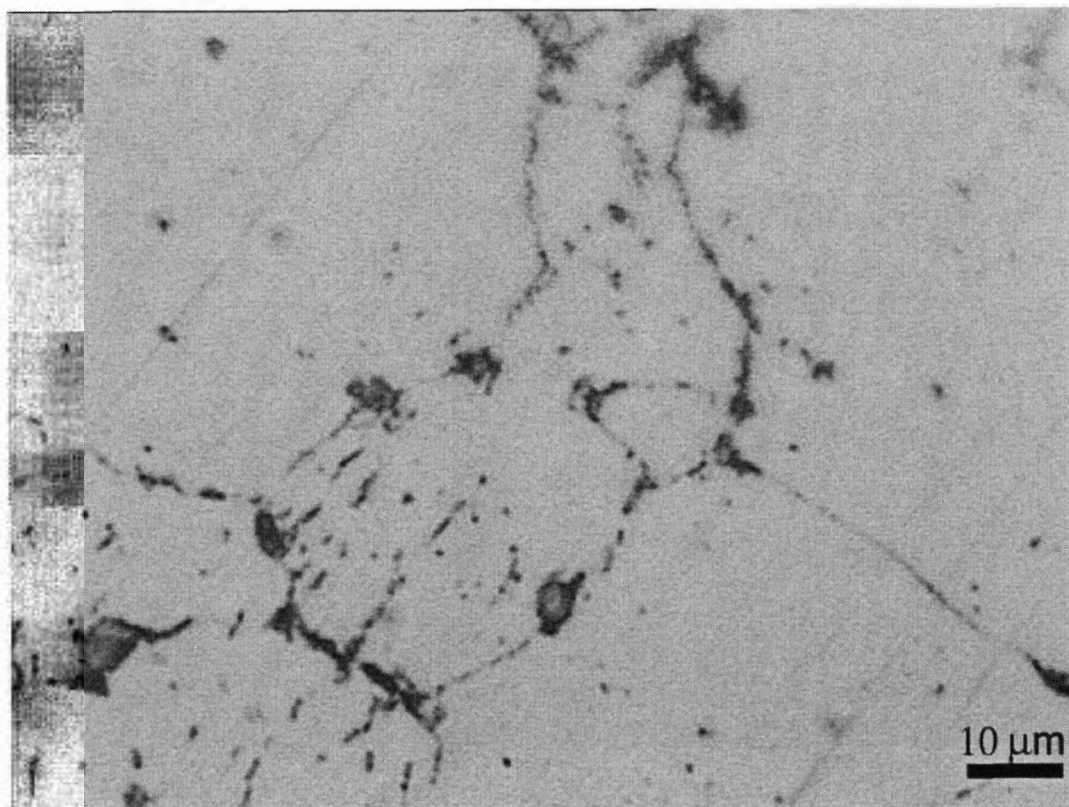


Figura 4.4. *Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 200 °C (1000X).*



Figura 4.5. *Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 300 °C (200X).*

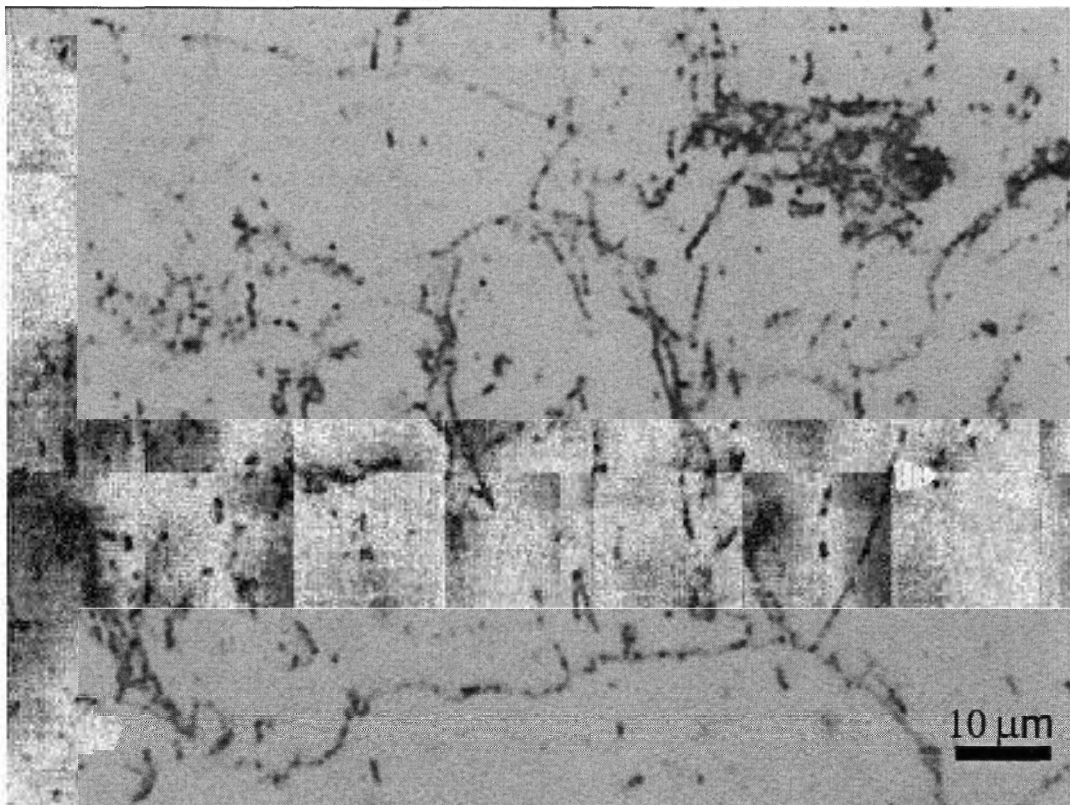


Figura 4.6. *Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 300 °C (1000X).*



Figura 4.7. *Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 400 °C (200X).*

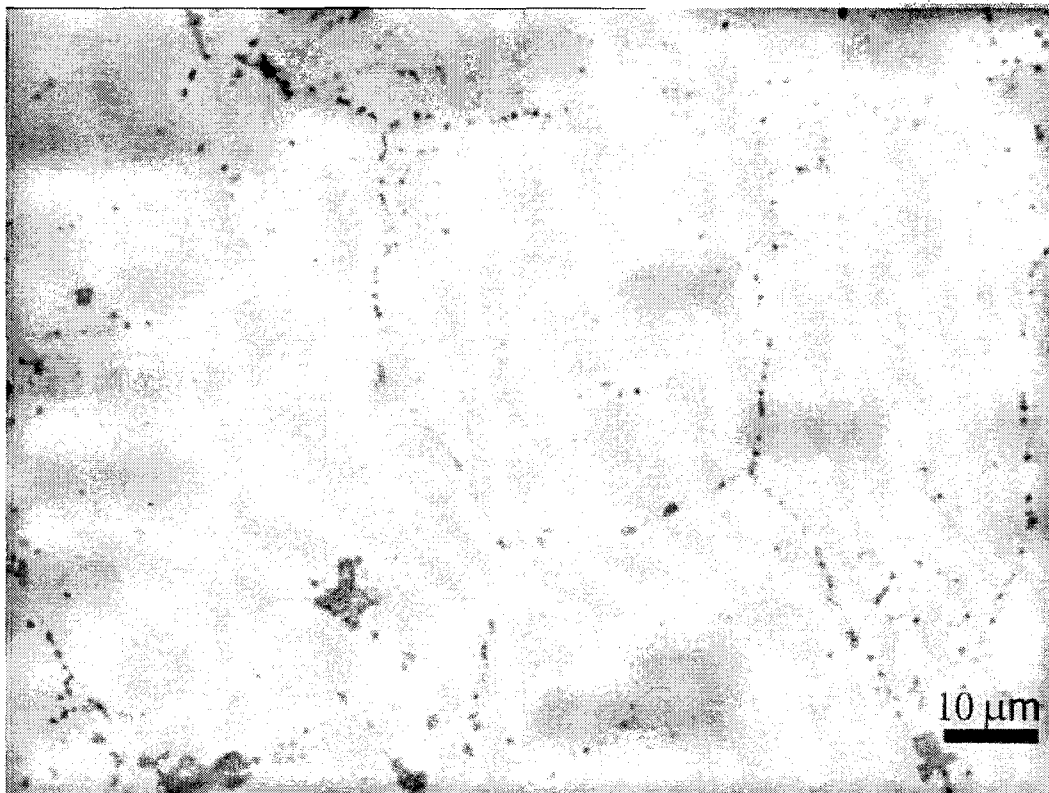


Figura 4.8. *Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 400 °C (1000X).*

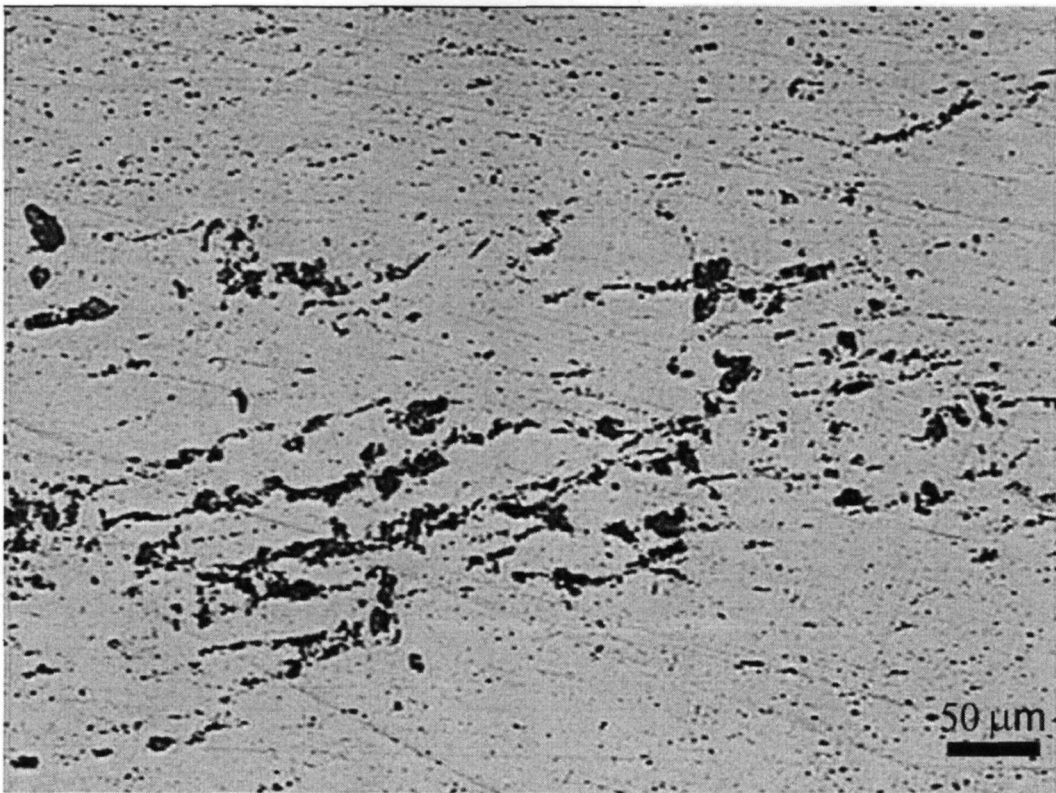


Figura 4.9. *Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 500 °C (200X).*

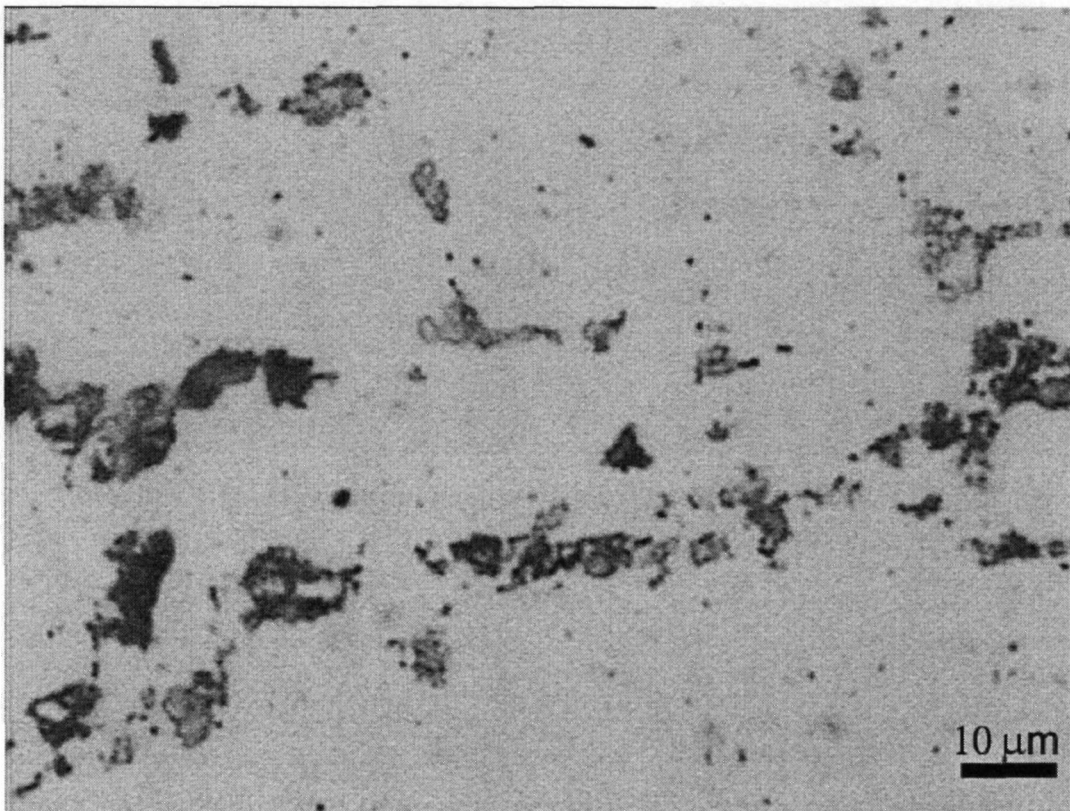


Figura 4.10. *Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 500 °C (1000X).*

Estrutura inicialmente composta por precipitados e grãos parcialmente deformados, que tomam forma mais regular com o aumento da temperatura de tratamento, além de apresentarem um aumento em seu tamanho. O aumento da temperatura de tratamento também provoca um aumento no tamanho dos precipitados, dispersos de maneira irregular na matriz.

As figuras 4.11, 4.13, 4.15, 4.17 e 4.19 mostram a evolução da estrutura da liga Al-2Mg-1Nb. As figuras 4.12, 4.14, 4.16, 4.18 e 4.20 mostram detalhes em maior aumento dos precipitados.

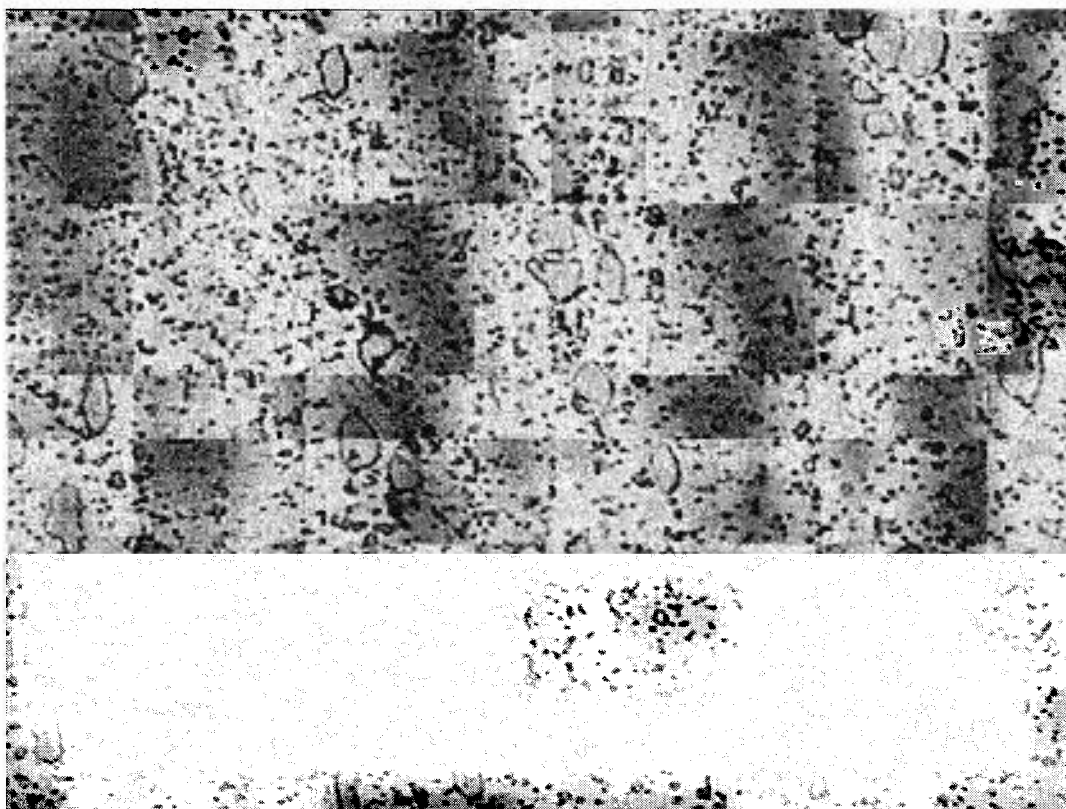


Figura 4.11. *Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 100 °C (500X).*

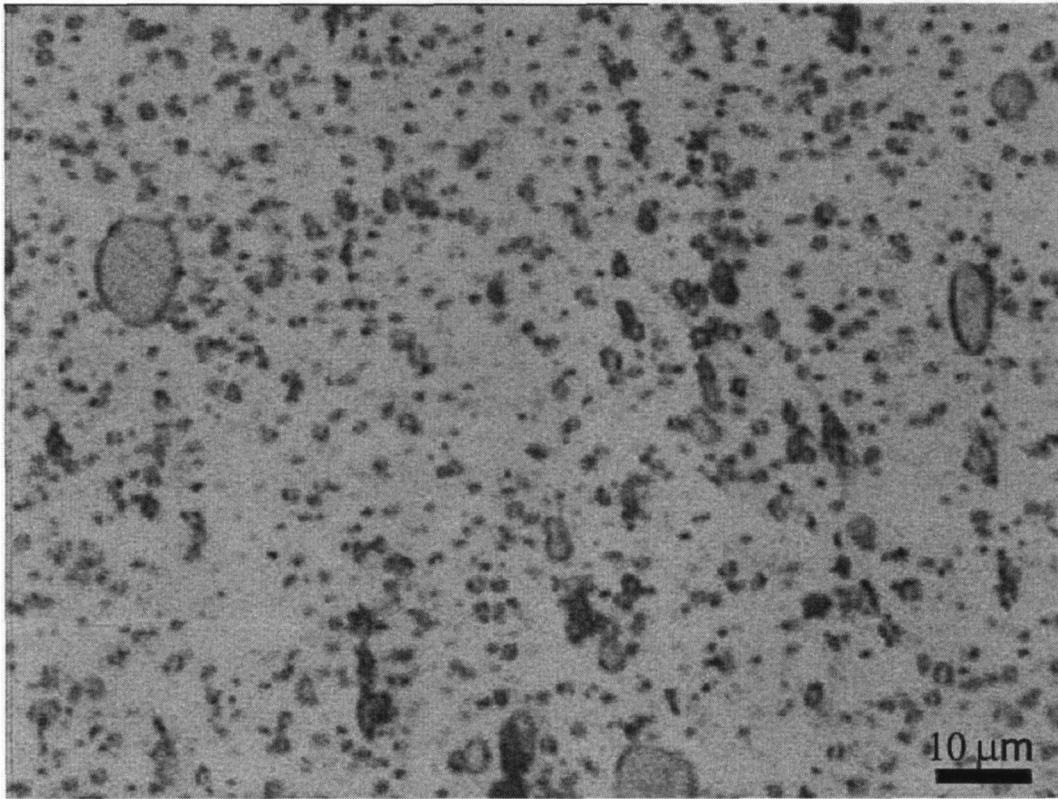


Figura 4.12. *Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 100 °C (1000X).*

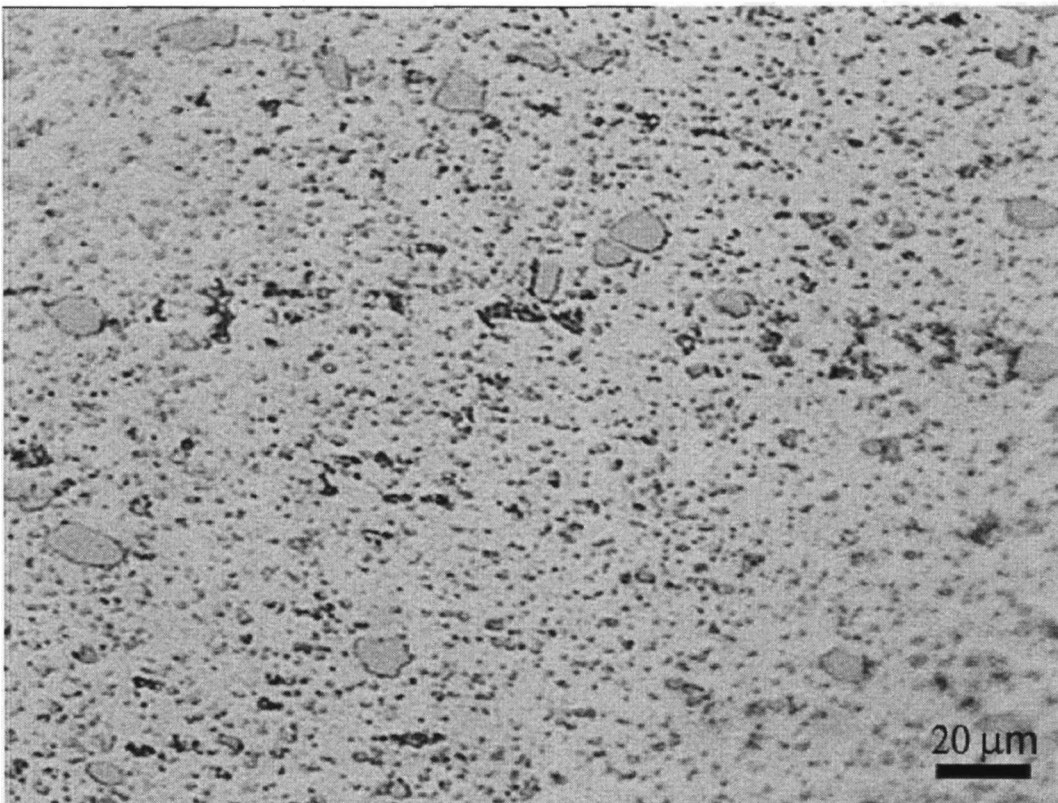


Figura 4.13. *Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 200 °C (500X).*

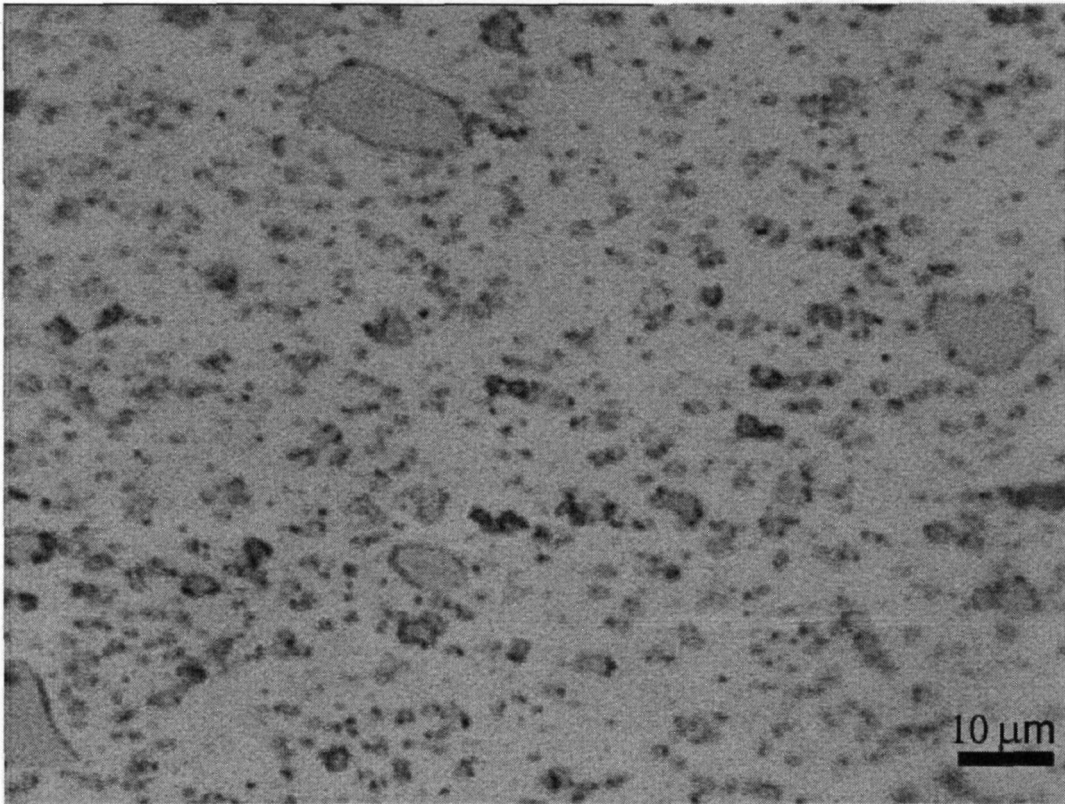


Figura 4.14. *Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 200 °C (1000X).*

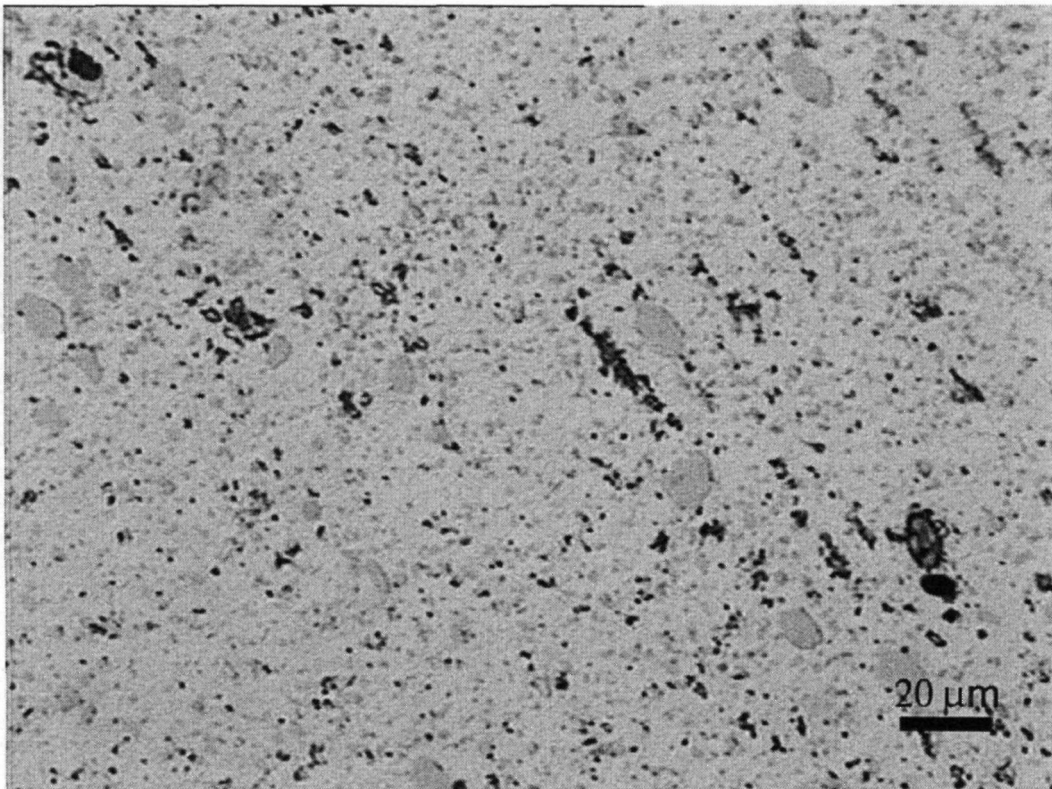


Figura 4.15. *Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 300 °C (500X).*

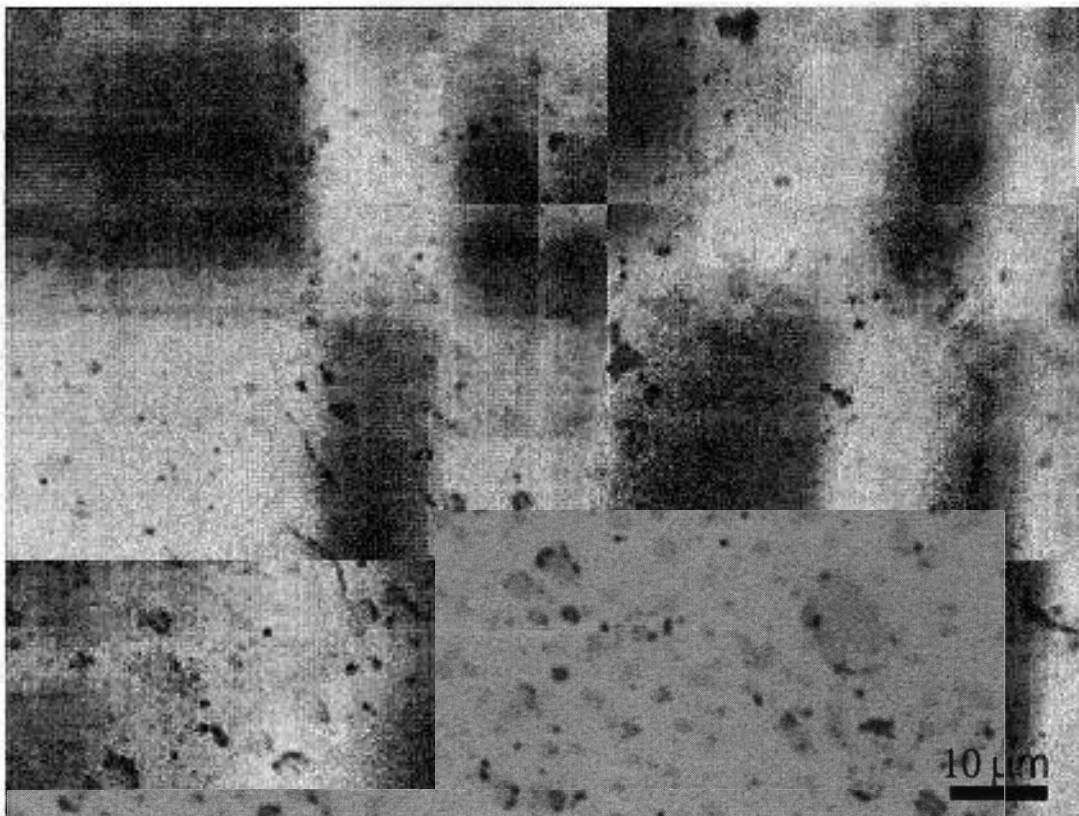


Figura 4.16. *Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 300 °C (1000X).*

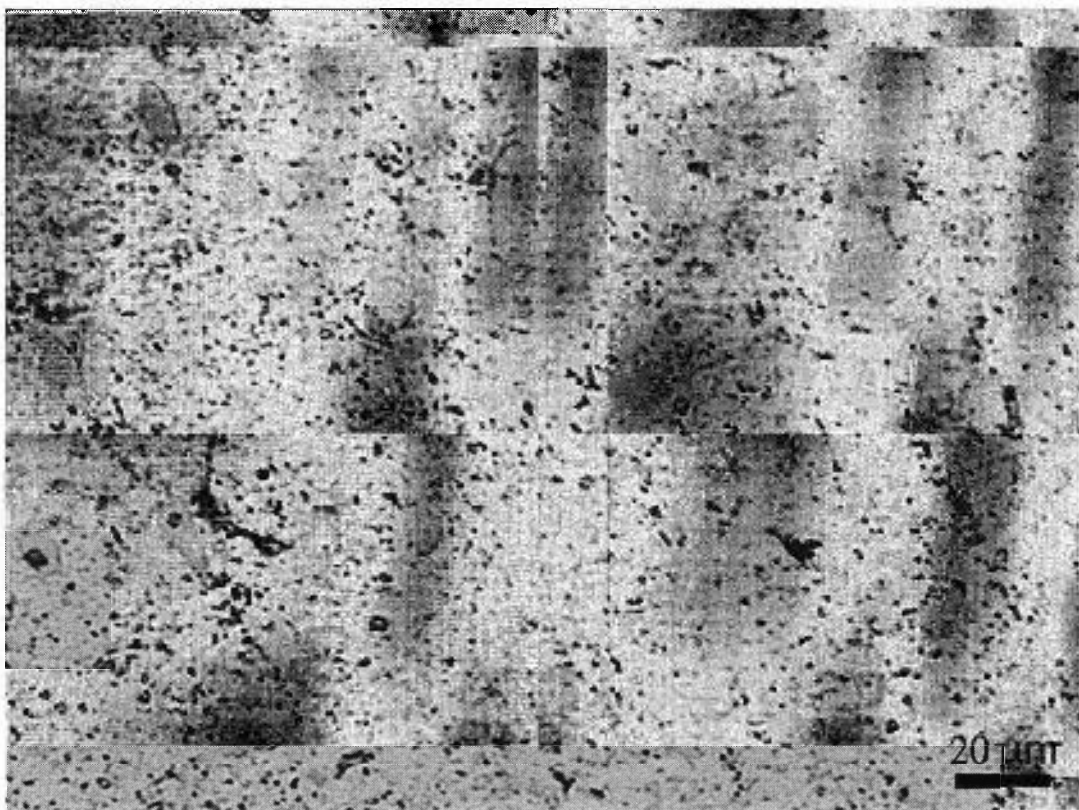


Figura 4.17. *Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 400 °C (500X).*

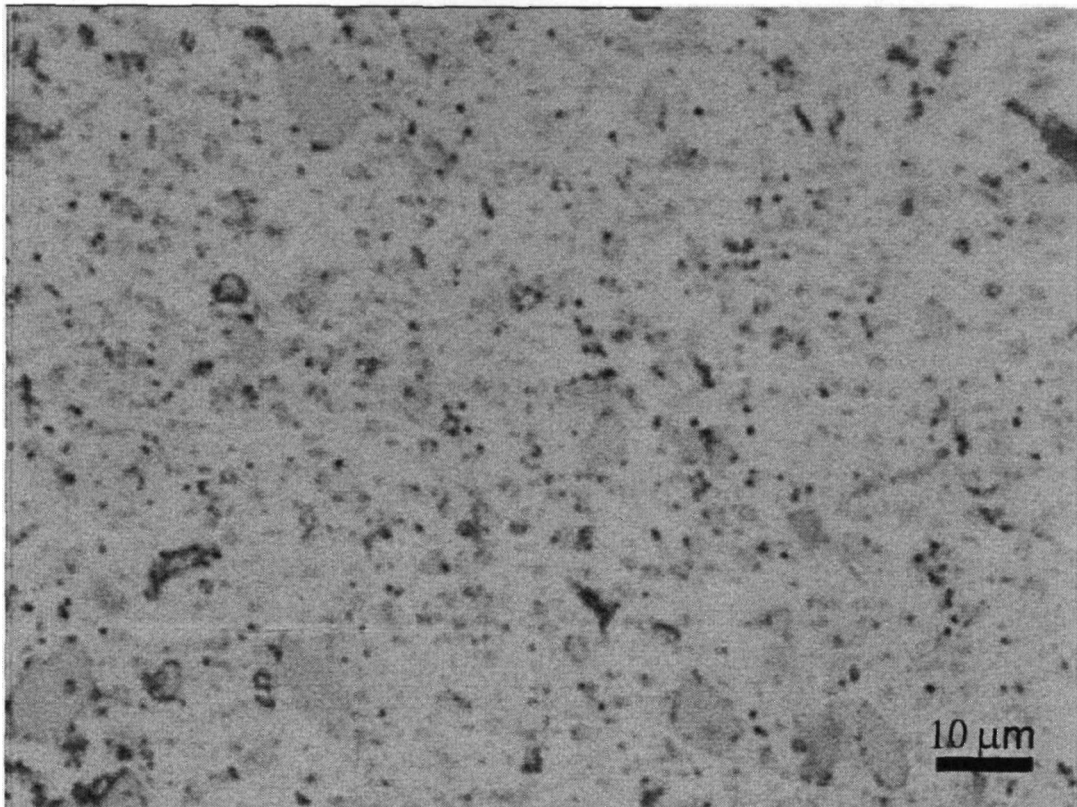


Figura 4.18. *Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 400 °C (1000X).*



Figura 4.19. *Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 500 °C (500X).*

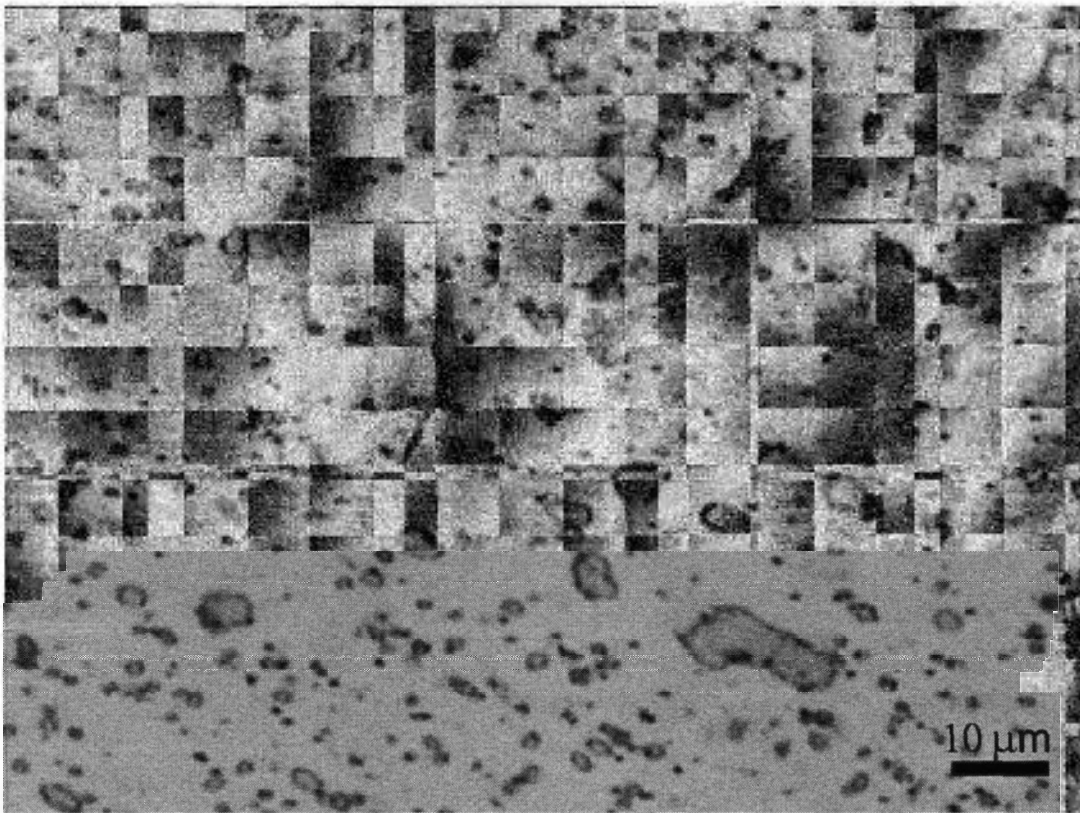


Figura 4.20. *Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 500 °C (1000X).*

Não é possível observar a formação de grãos, apenas uma precipitação muito intensa, dispersa de maneira regular pela estrutura. Os precipitados apresentam tamanhos diferentes, sempre menores que 15 μm. Os tratamentos térmicos efetuados parecem ter pouca influência na condição estrutural, pois não se notam variações estruturais significativas nesta magnitude de observação.

4.4. Análises feitas por microscopia eletrônica de varredura

As figuras 4.21, 4.23, 4.25, 4.27 e 4.29 apresentam a evolução da forma dos precipitados presentes nas amostras da liga Al-2Mg-1Th, tendo suas respectivas análises por EDS mostradas nas figuras 4.22, 4.24, 4.26, 4.28 e 4.30.

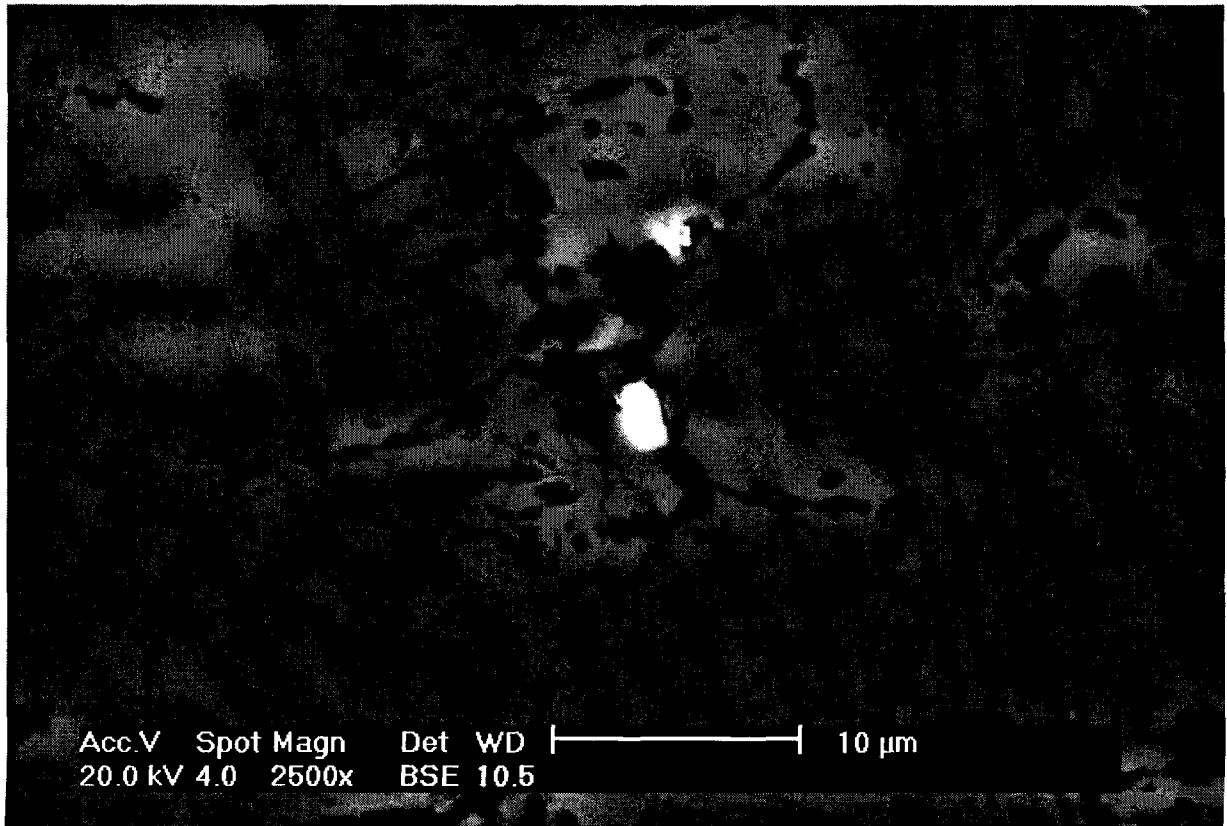


Figura 4.21. Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 100 °C.

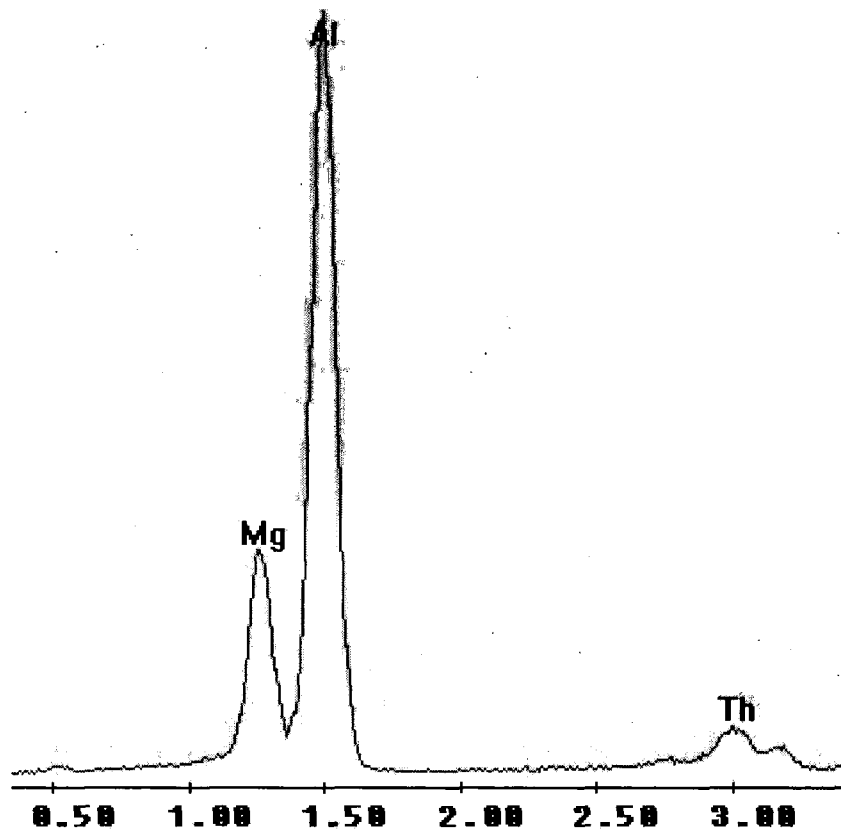


Figura 4.22. EDS de um precipitado da liga Al-Mg-Th tratada a 100 °C.

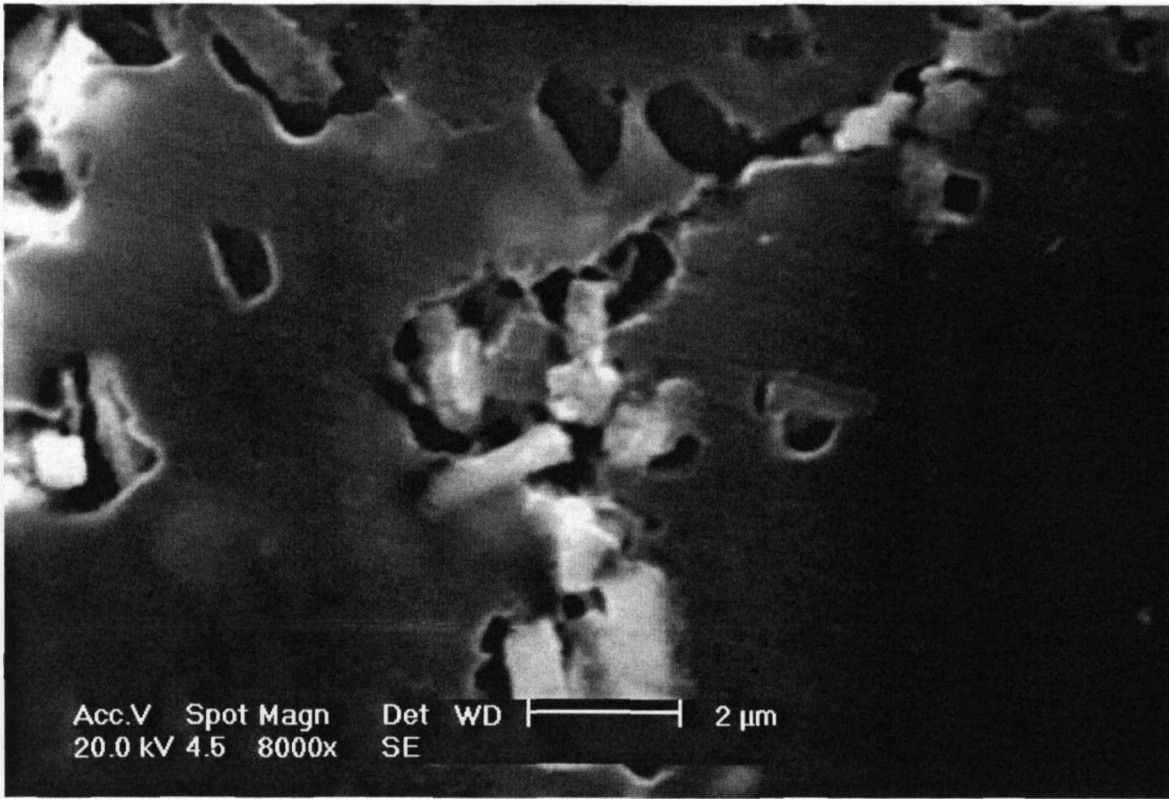


Figura 4.23. Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 200 °C.

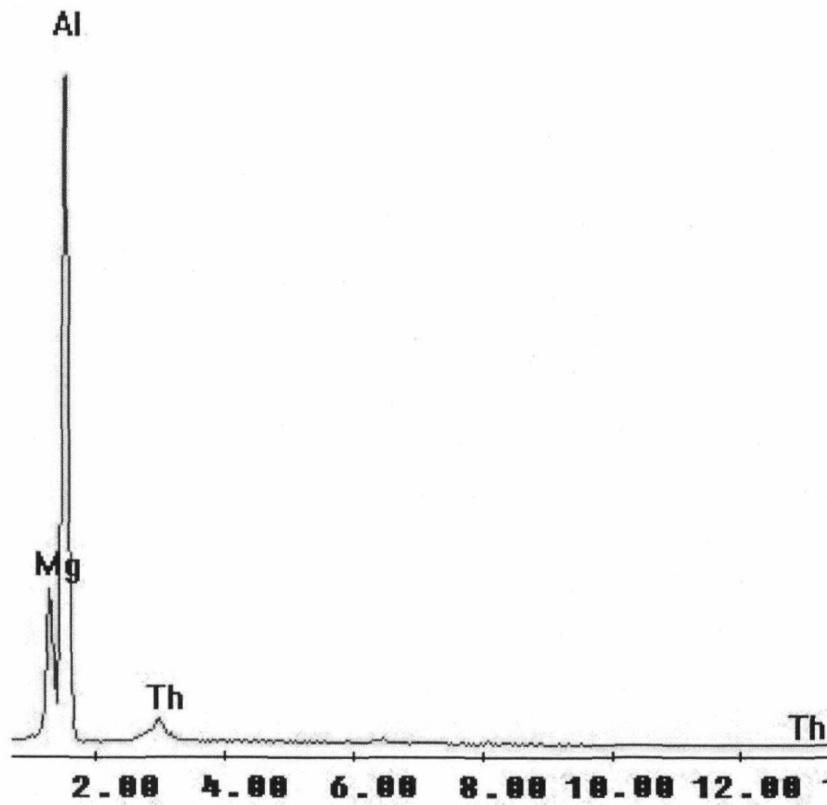


Figura 4.24. EDS de um precipitado da liga Al-Mg-Th tratada a 200 °C.

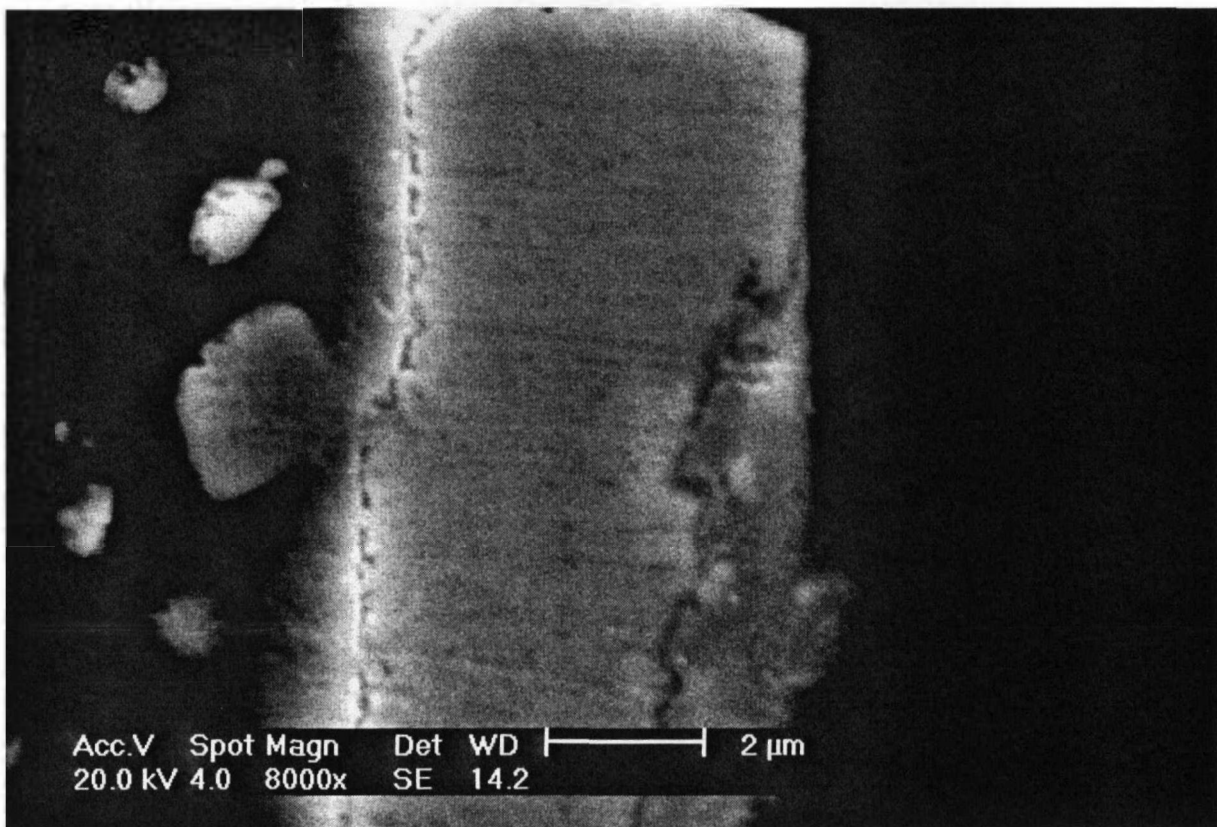


Figura 4.25. Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 300 °C.

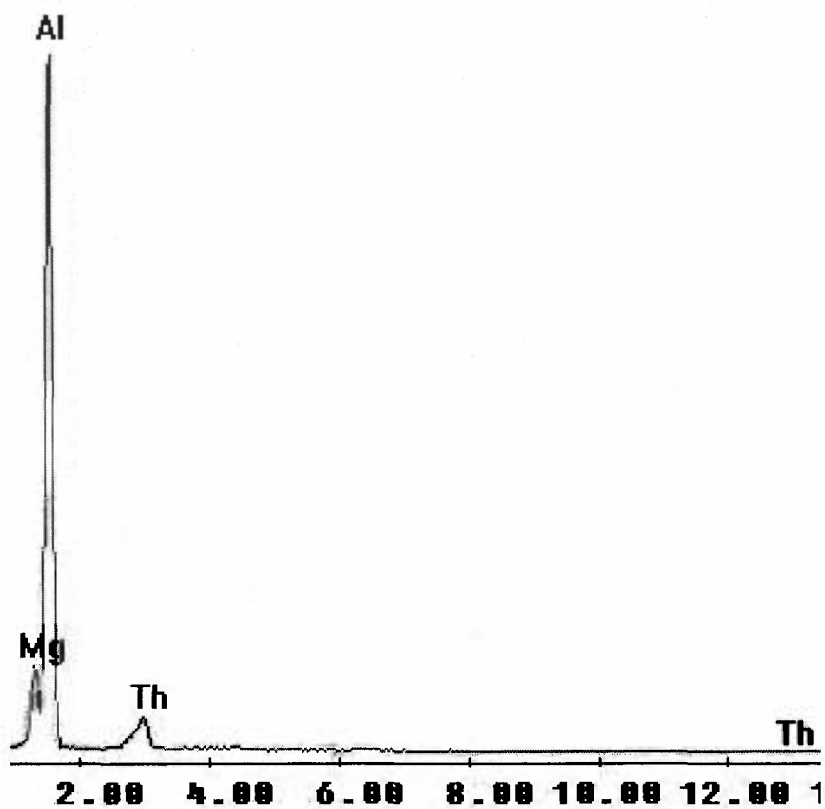


Figura 4.26. EDS de um precipitado da liga Al-Mg-Th tratada a 300 °C.

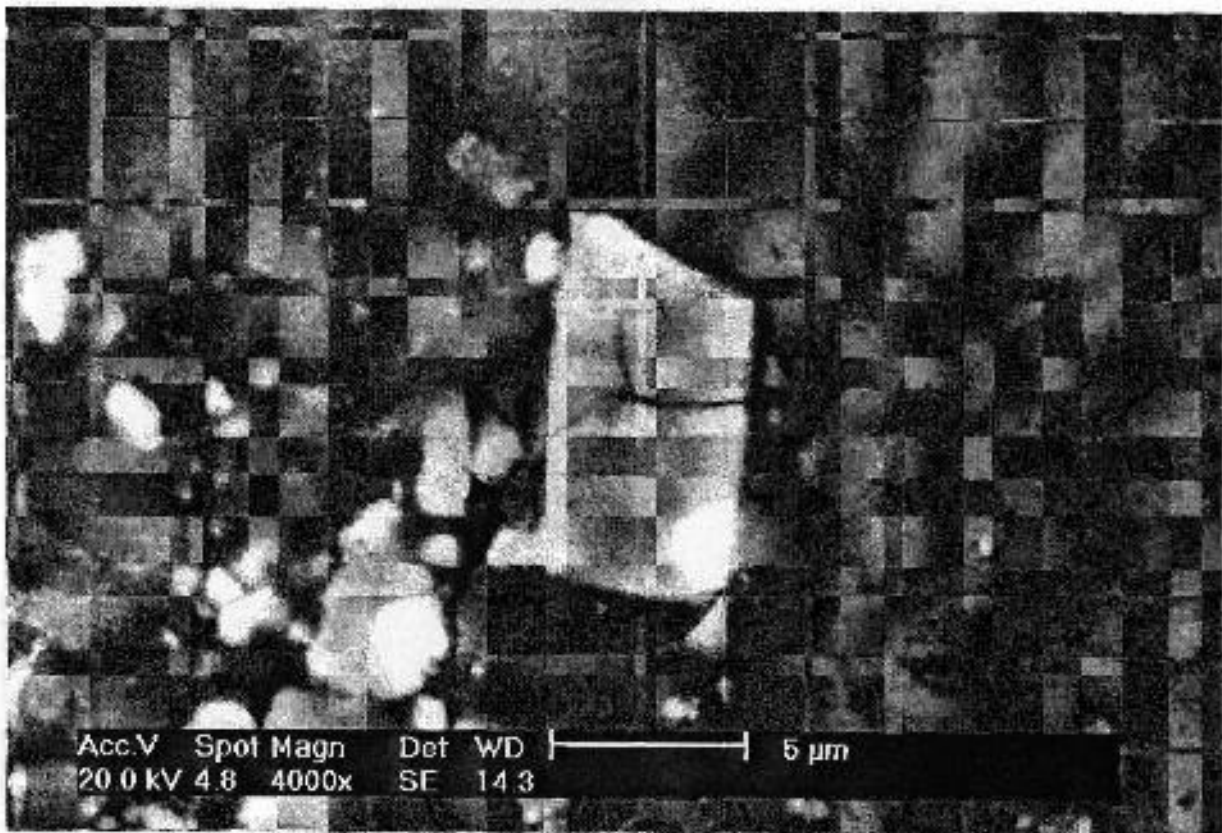


Figura 4.27. Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 400 °C.

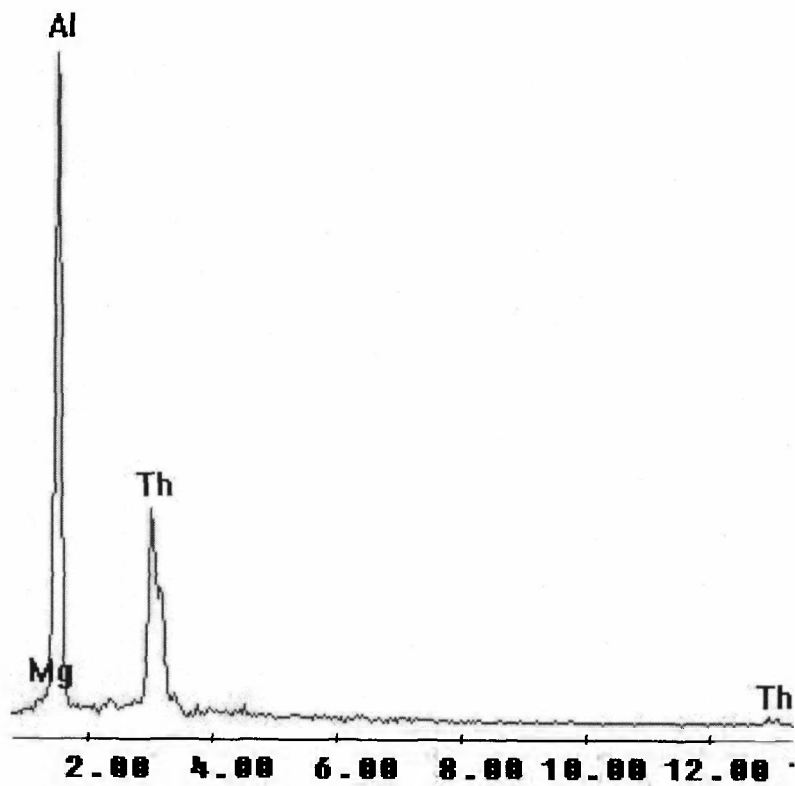


Figura 4.28. EDS de um precipitado da liga Al-Mg-Th tratada a 400 °C.

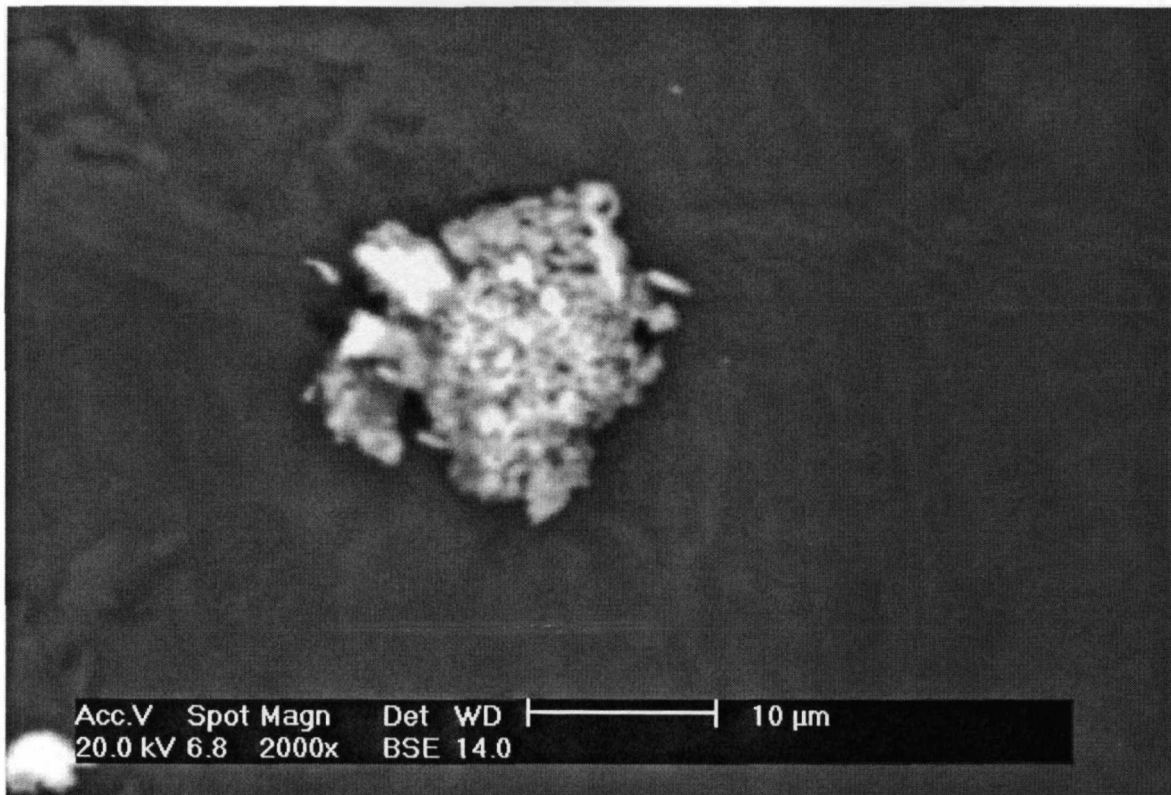


Figura 4.29. Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 500 °C.

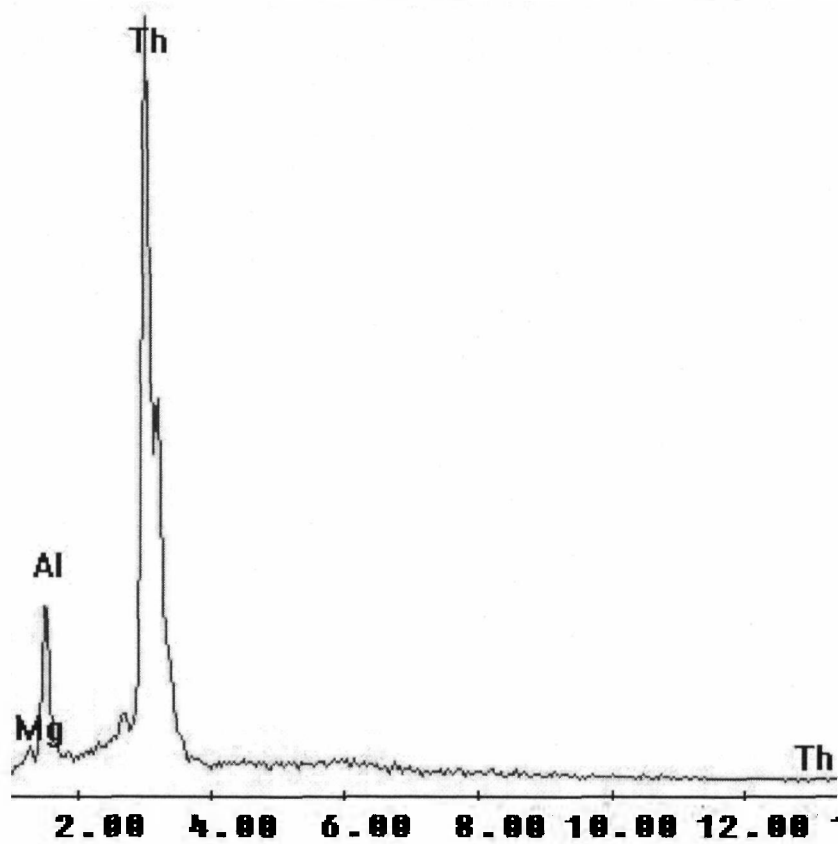


Figura 4.30. EDS de um precipitado da liga Al-Mg-Th tratada a 500 °C.

As figuras mostram uma imagem de precipitados nos contornos de grão, com presença de alumínio, magnésio e niobio em todos. Pode-se notar que o aumento na temperatura de tratamento aumenta a proporção de niobio nos precipitados.

As figuras 4.31 a 4.40 mostram a evolução estrutural da liga Al-Mg-Nb.

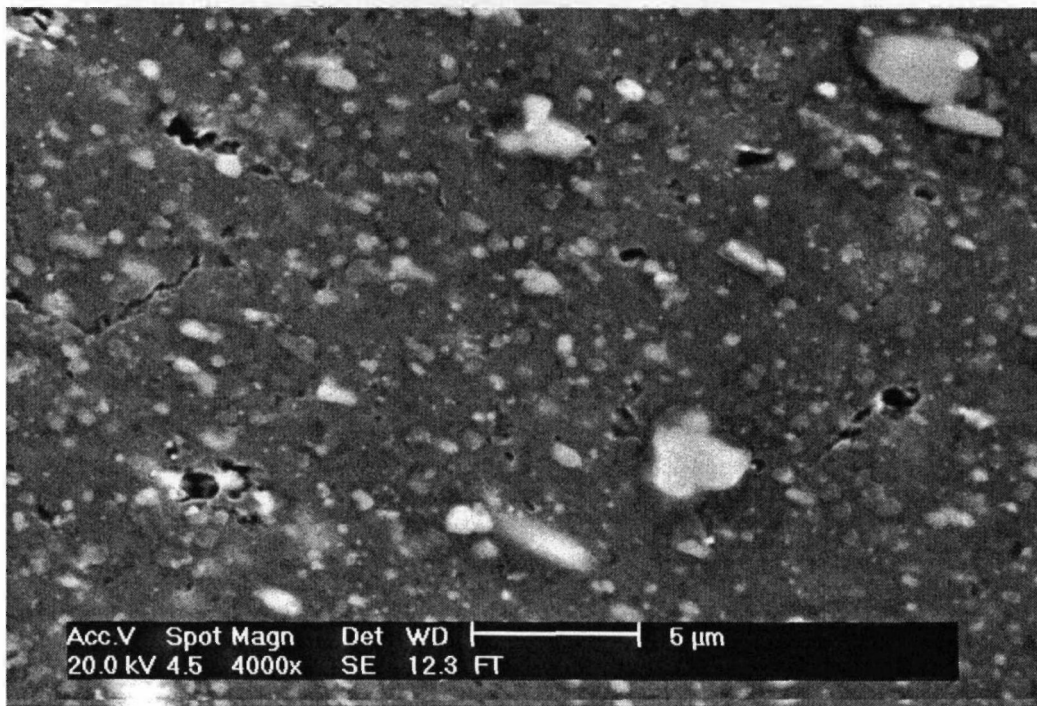


Figura 4.31. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 100 °C.

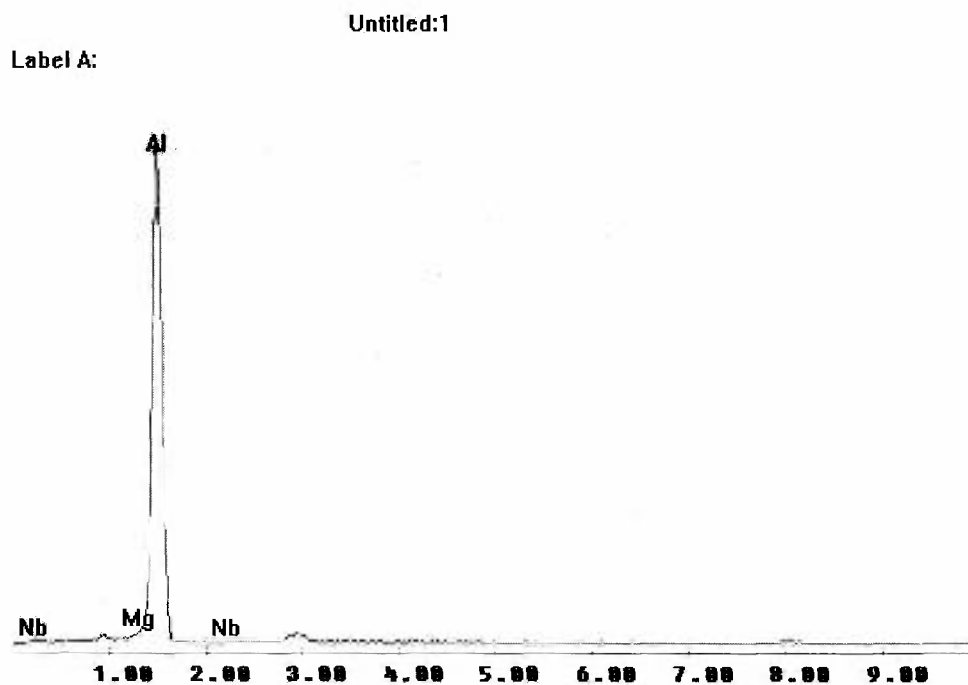


Figura 4.32. EDS de um precipitado da liga Al-Mg-Nb tratada a 100 °C.

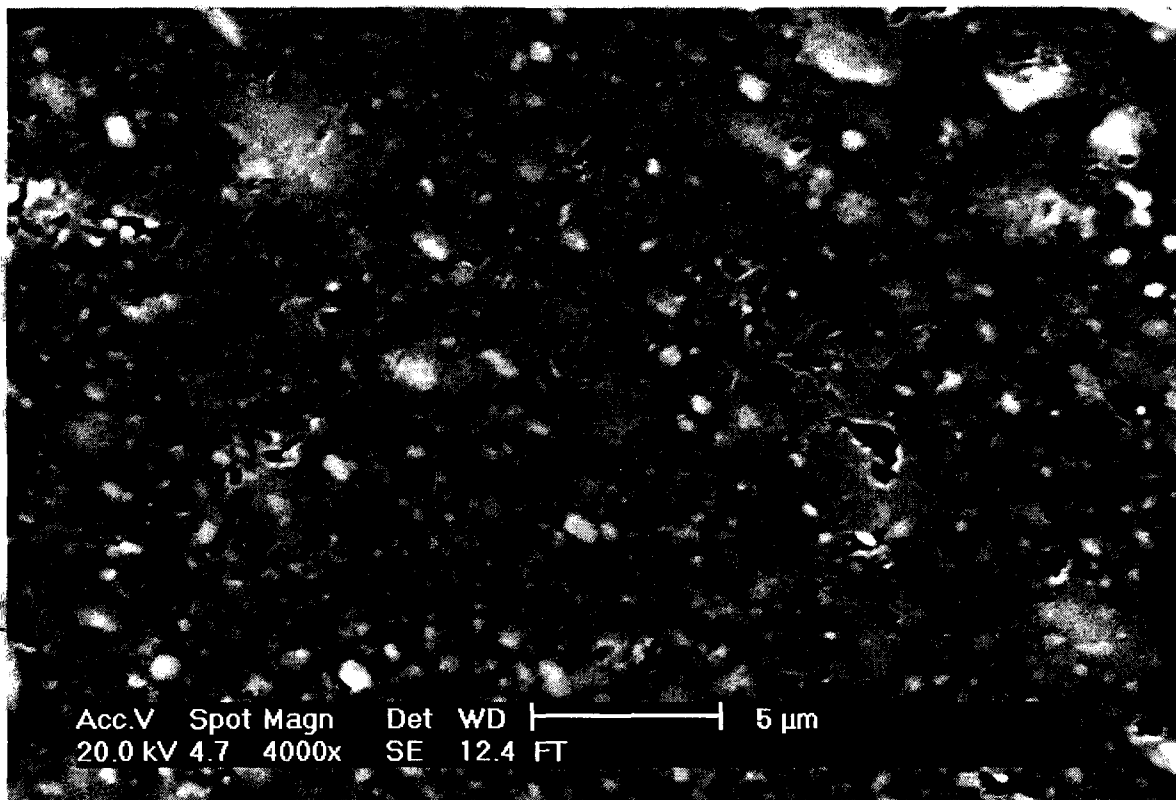


Figura 4.33. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 200 °C.

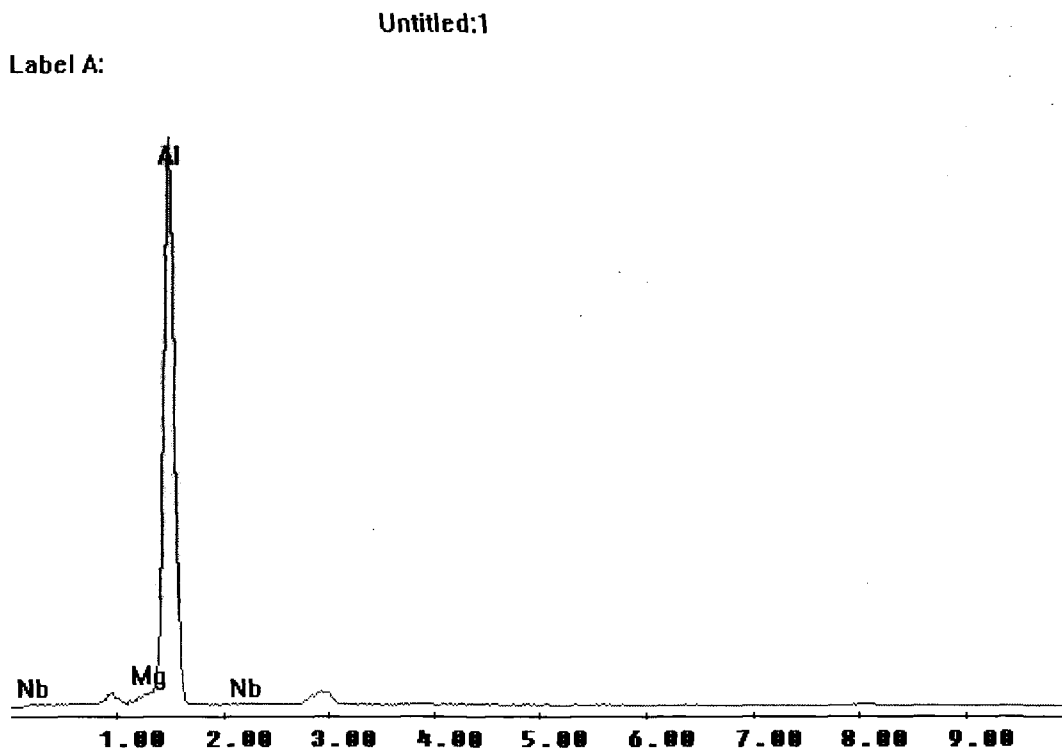


Figura 4.34. EDS de um precipitado da liga Al-Mg-Nb tratada a 200 °C.

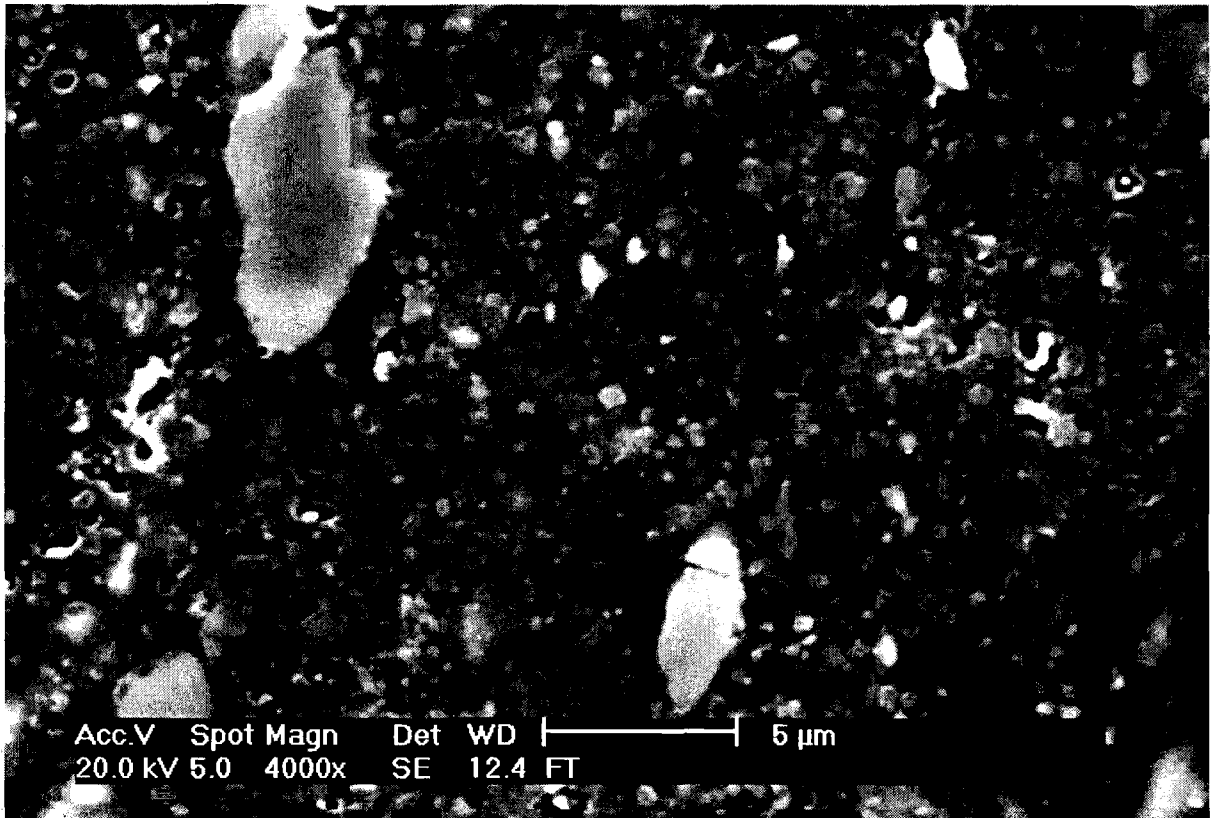


Figura 4.35. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 300 °C.

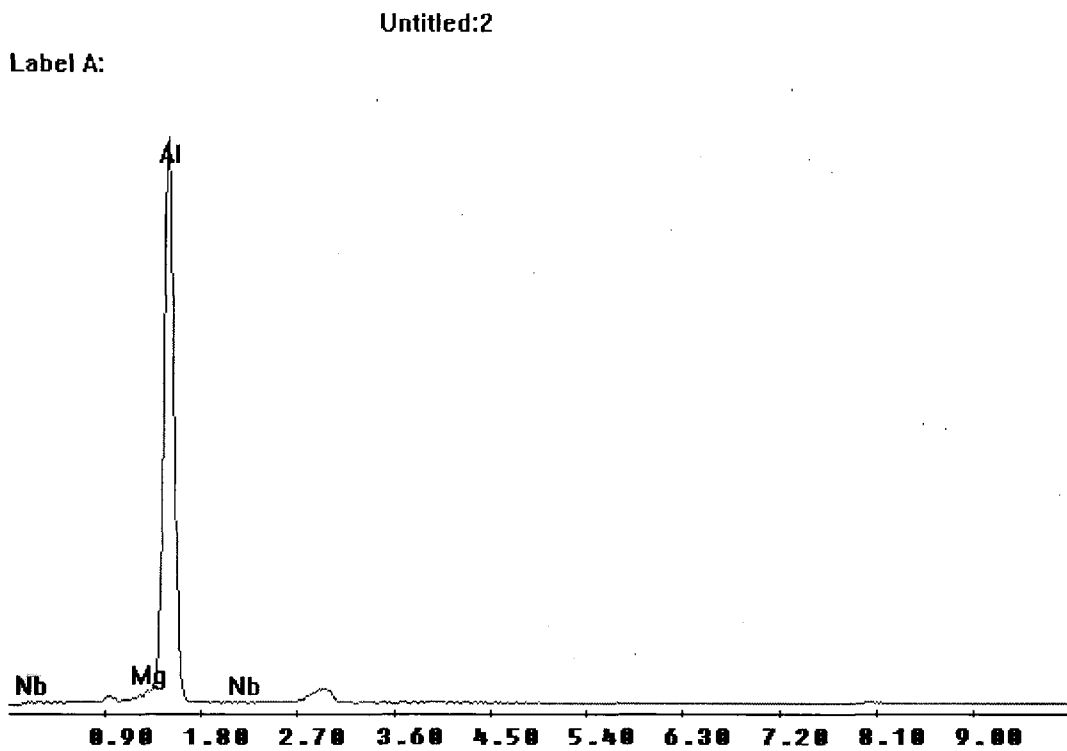


Figura 4.36. EDS de um precipitado da liga Al-Mg-Nb tratada a 300 °C.

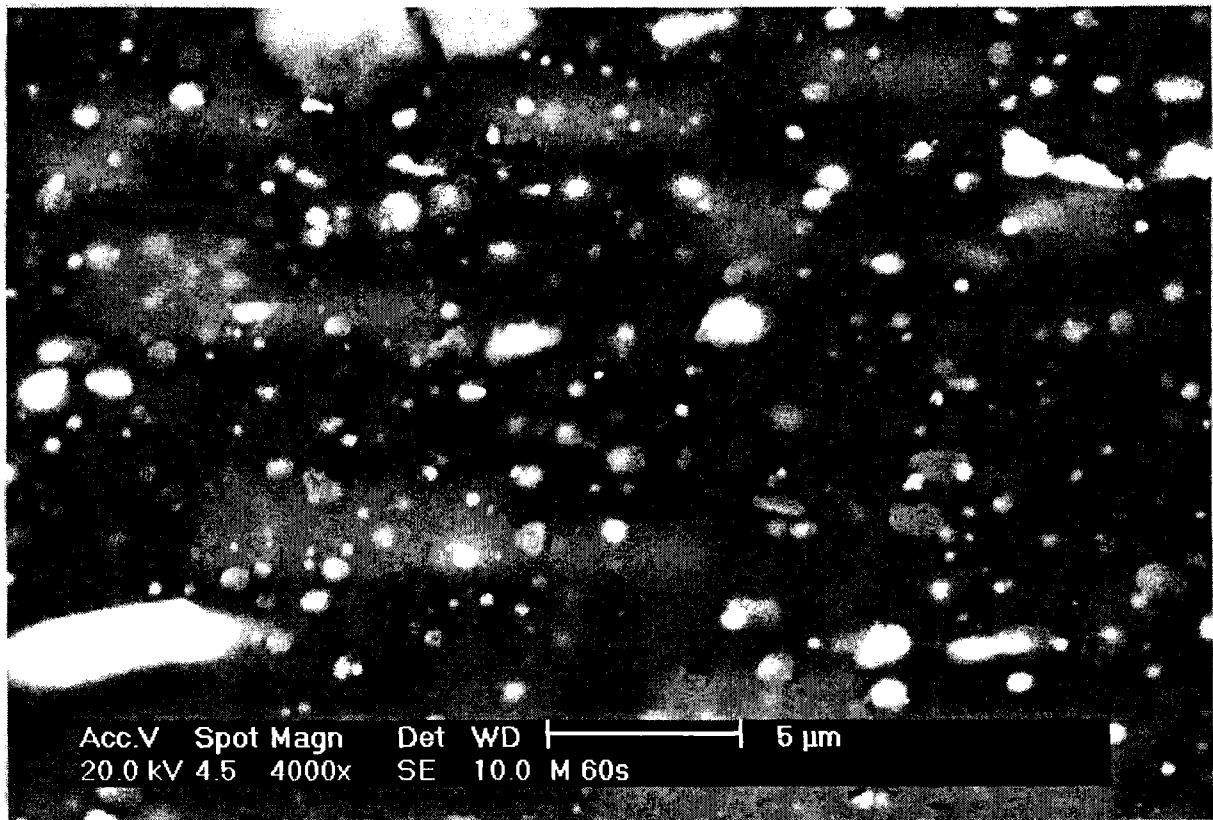


Figura 4.37. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 400 °C.

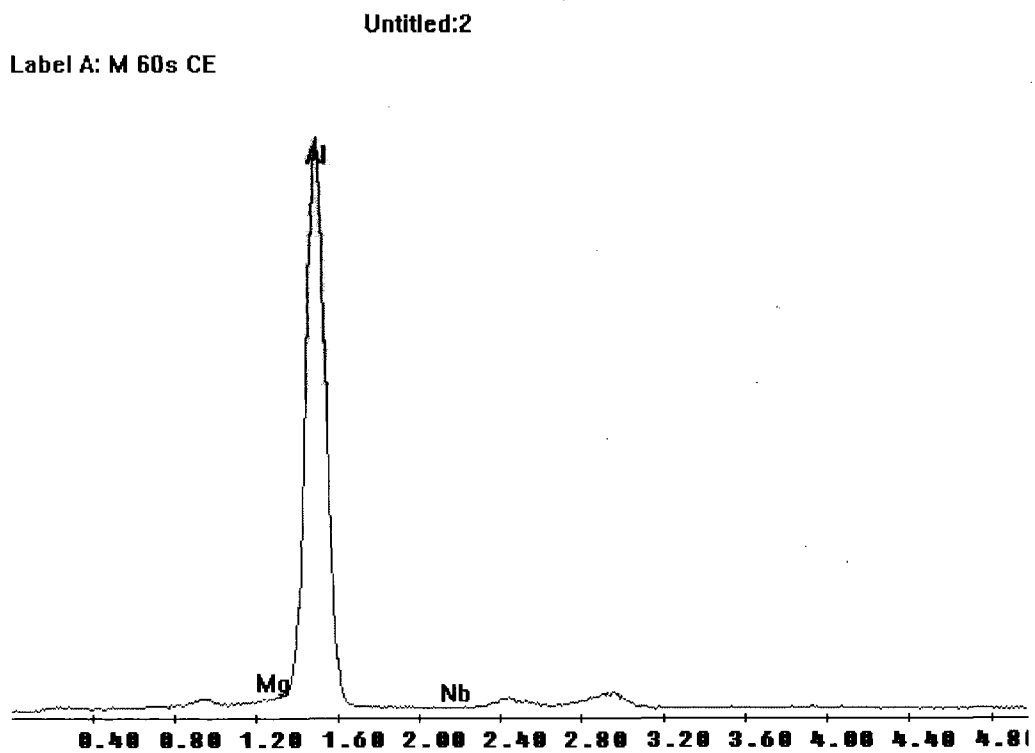


Figura 4.38. EDS de um precipitado da liga Al-Mg-Nb tratada a 400 °C.

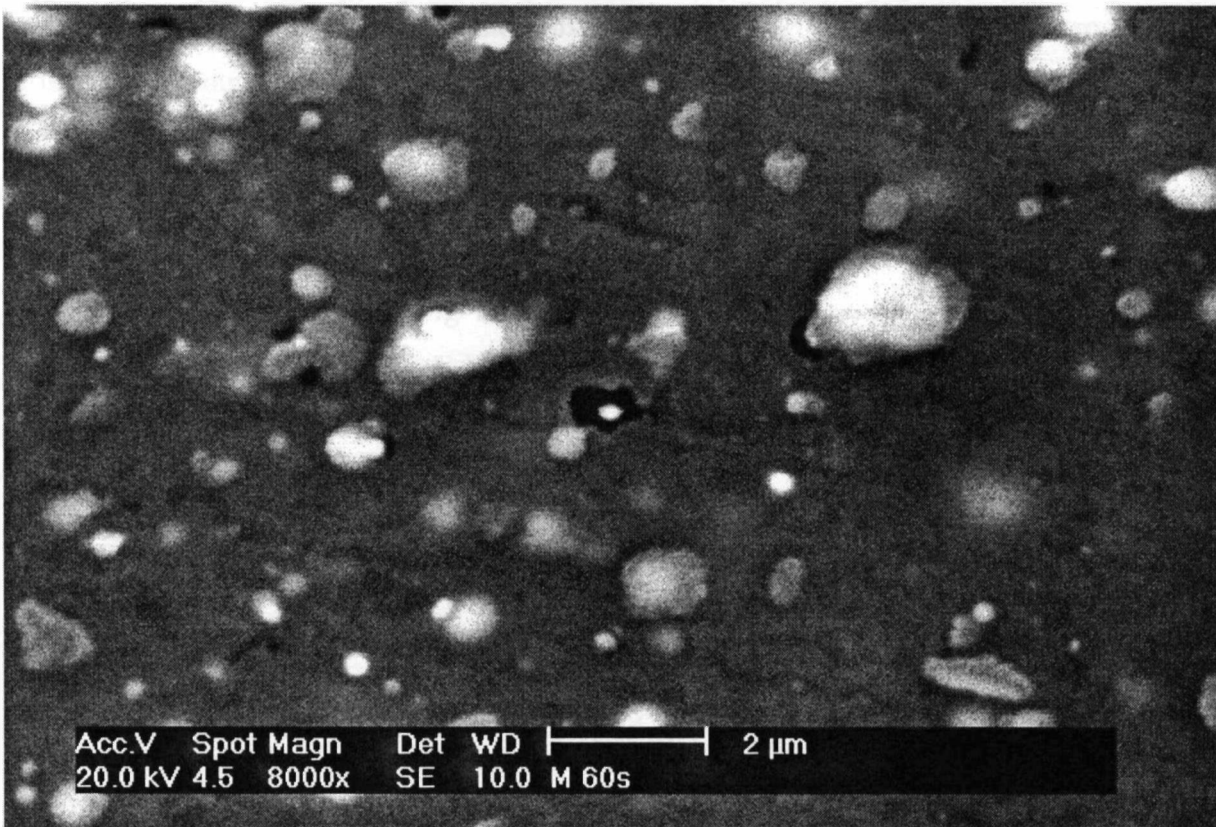


Figura 4.39. Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 500 °C

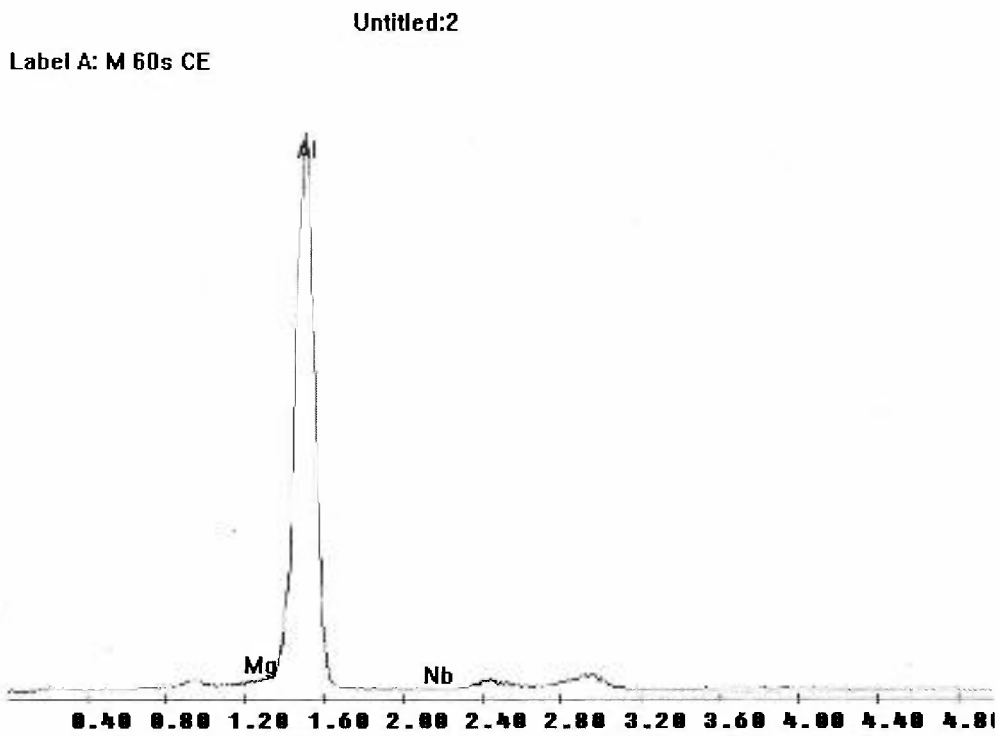


Figura 4.40. EDS de um precipitado da liga Al-Mg-Nb tratada a 500 °C

As figuras mostram uma grande dispersão de finos precipitados, aparentando pouca influência da temperatura de tratamento na condição estrutural. As análises por EDS de vários precipitados não registraram a presença de nióbio em nenhum deles, devido ao fato de o nióbio apresentar uma precipitação muito fina nos contornos dos precipitados.

As figuras 4.41 e 4.42 mostram, respectivamente, a distribuição dos elementos alumínio e magnésio na liga Al-Mg-Th.

A distribuição homogênea dos elementos indica que o tempo de processamento em moinho de alta energia e os demais parâmetros do processo se mostraram adequados para a produção das ligas.

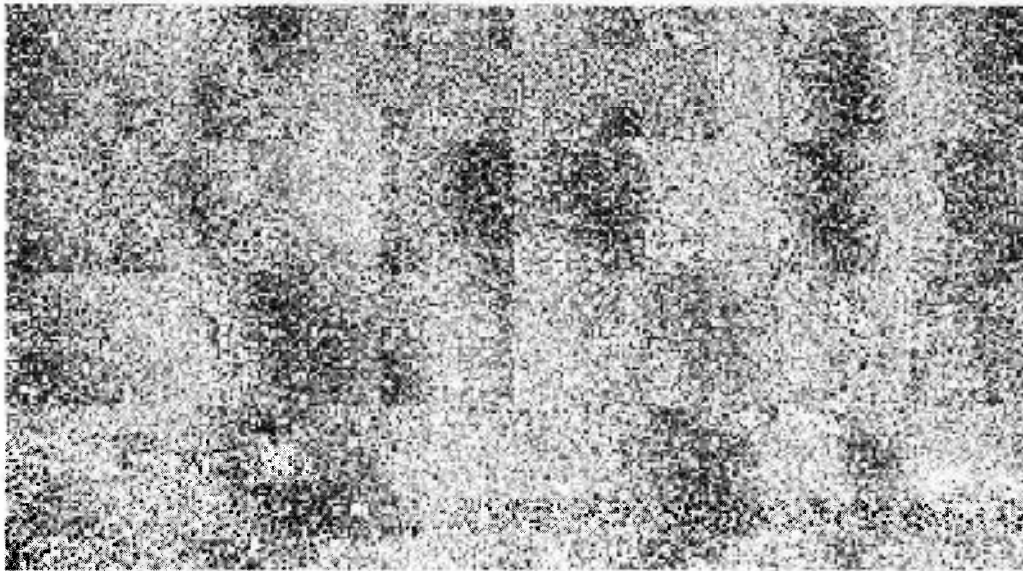


Figura 4.41. *Distribuição do elemento alumínio na liga Al-Mg-Th.*

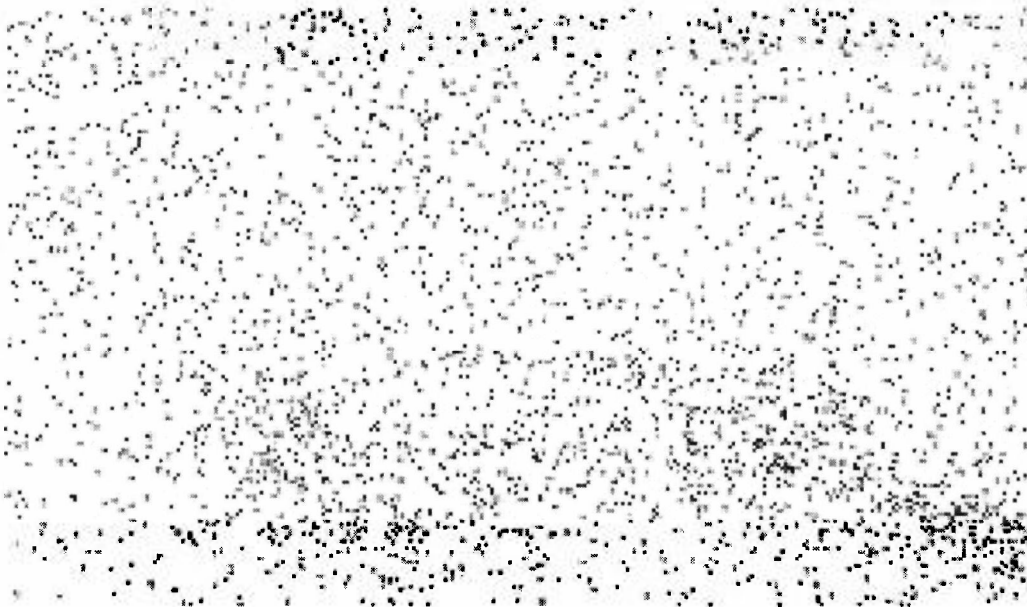


Figura 4.42. *Distribuição do elemento magnésio na liga Al-Mg-Th.*

4.5. Análises feitas por microscopia eletrônica de transmissão

As Figuras 4.43 a 4.46 mostram a evolução da estrutura da liga Al-Mg-Th no ensaio de tratamento térmico *in situ* no microscópio eletrônico de transmissão.

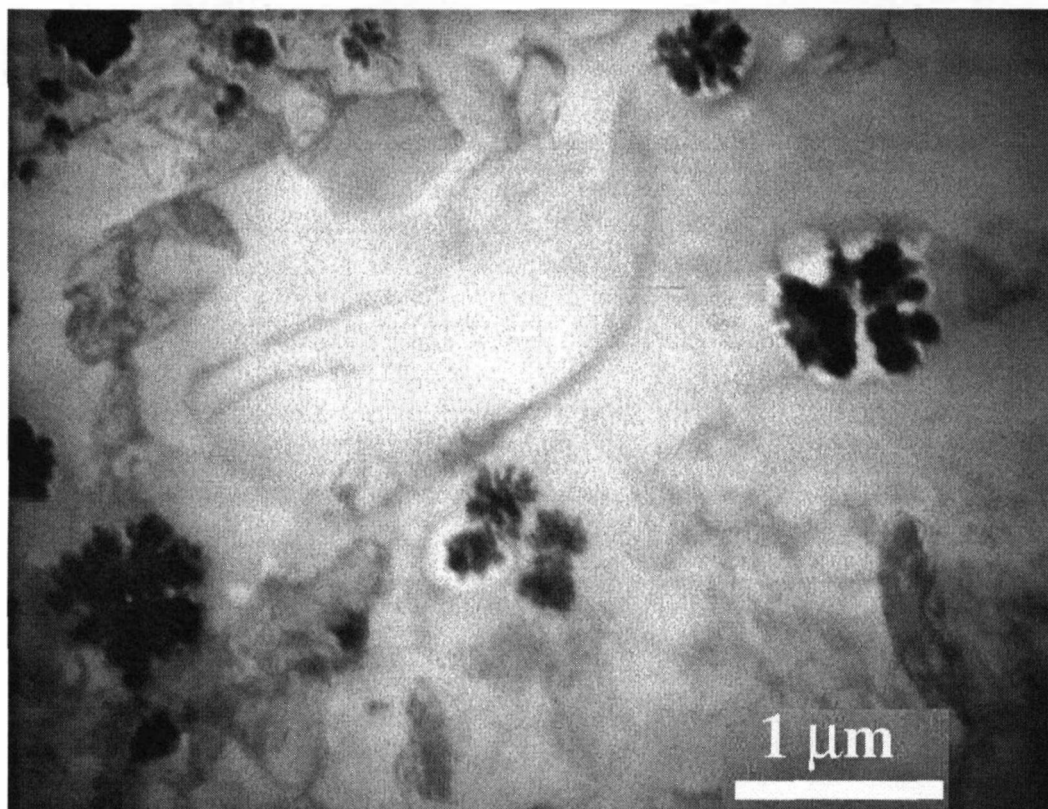


Figura 4.43. *Micrografia da liga Al-Mg-Th sem tratamento.*

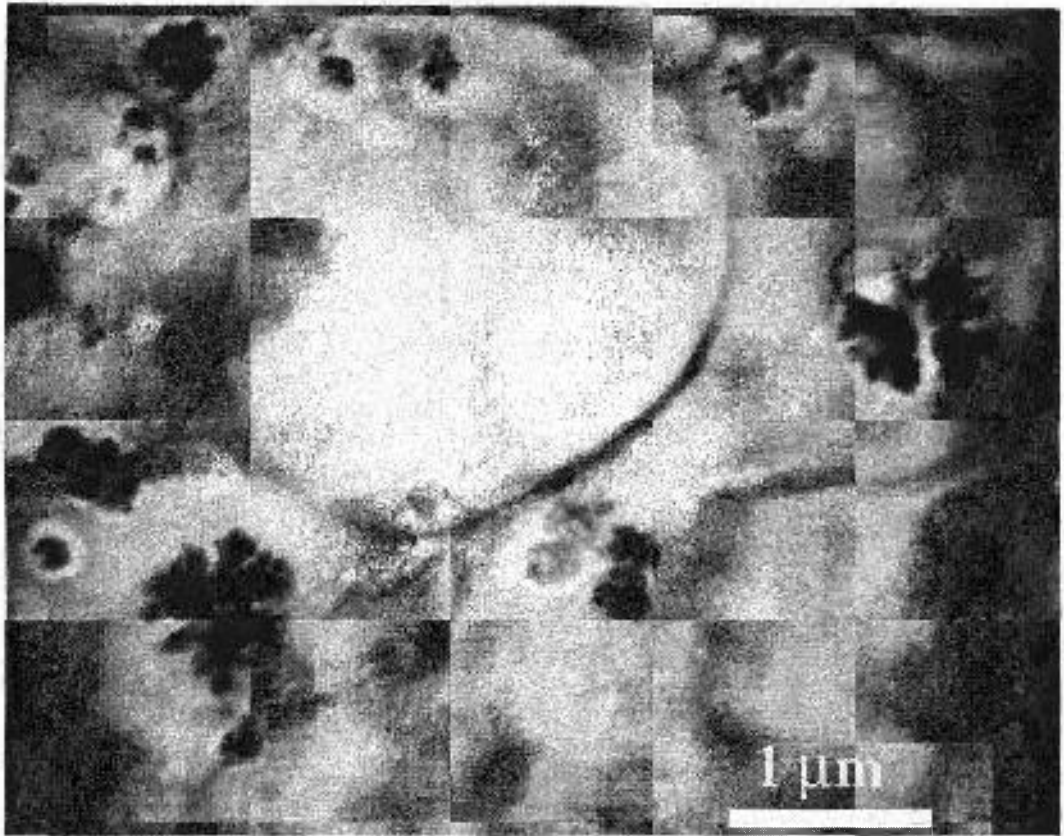


Figura 4.44. *Micrografia da liga Al-Mg-Th a 100 °C.*

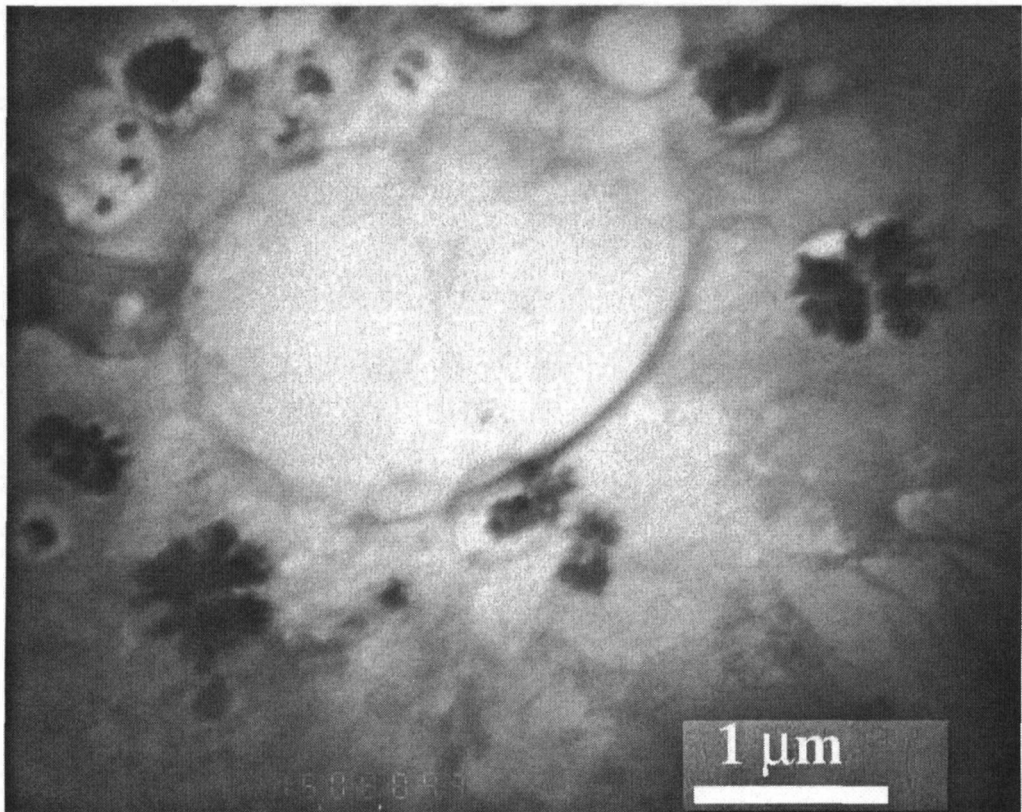


Figura 4.45. *Micrografia da liga Al-Mg-Th a 300 °C.*

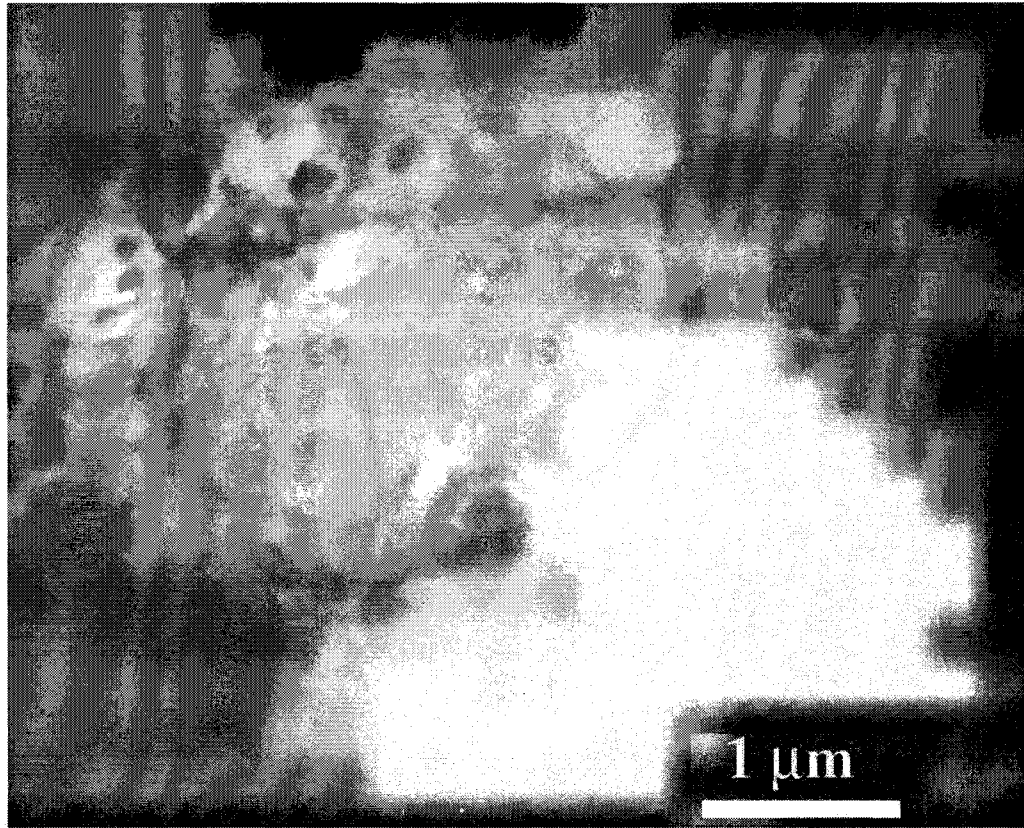


Figura 4.46. Micrografia da liga Al-Mg-Th a 500 °C.

As figuras mostram uma movimentação dos precipitados de acordo com o aumento da temperatura, sendo que os mesmos tendem a se encontrar e unir em precipitados maiores. Observa-se a movimentação das discordâncias, evidenciando processos de recuperação e recristalização.

As figuras 4.47 e 4.48 mostram a evolução da estrutura da liga Al-Mg-Nb no ensaio de tratamento térmico *in situ* no microscópio eletrônico de transmissão.

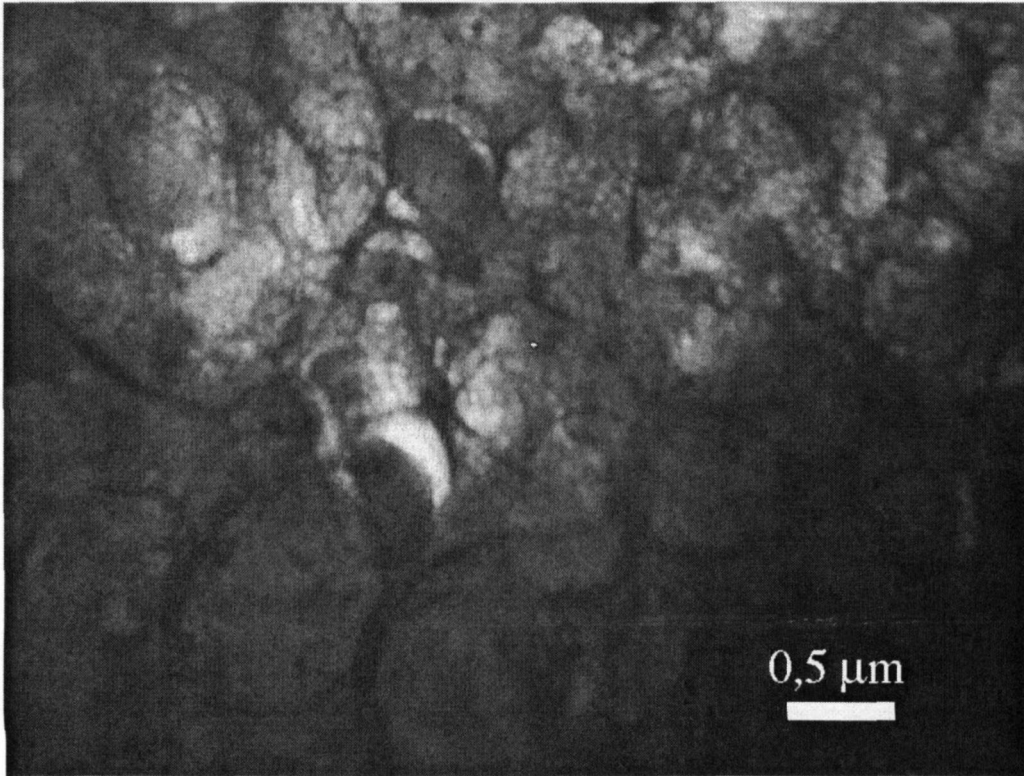


Figura 4.47. *Micrografia da liga Al-Mg-Nb sem tratamento.*

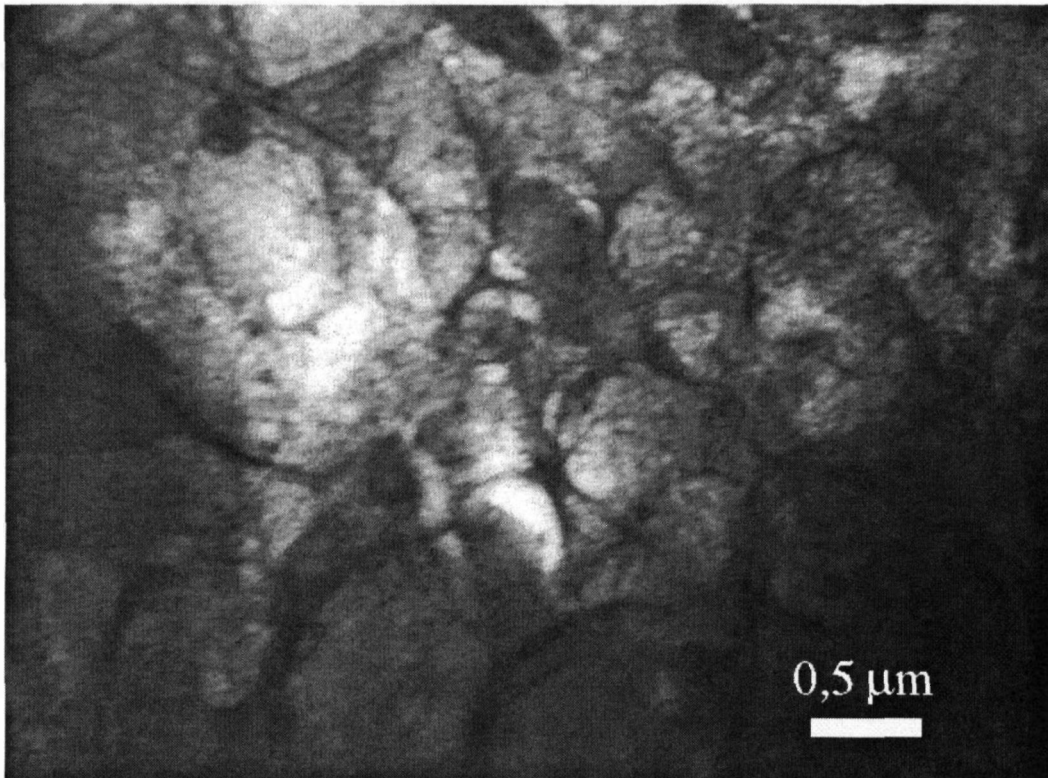


Figura 4.48. *Micrografia da liga Al-Mg-Nb a 500 °C.*

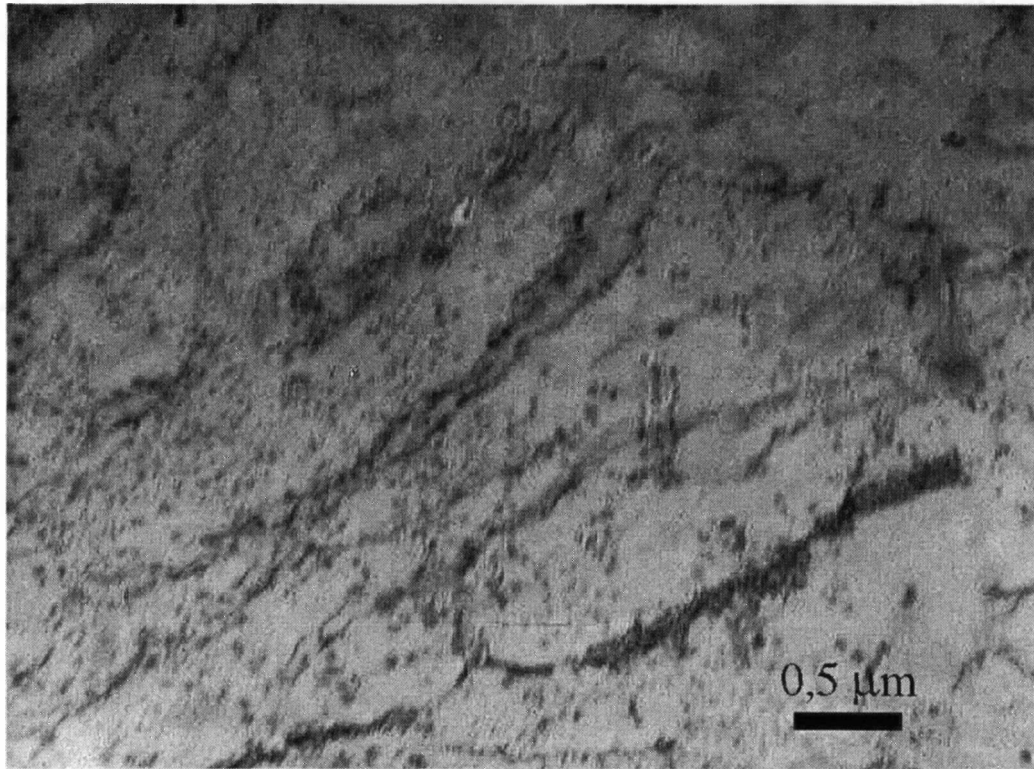


Figura 4.49. *Micrografia da liga Al-Mg-Nb após resfriamento.*

Pelas figuras acima, é possível observar que não há uma mudança significativa na estrutura, até a temperatura de 500 °C. Na temperatura de 550 °C ocorre uma mudança brusca na estrutura. Para evitar o risco de ocorrer fusão do material, o ensaio foi bruscamente interrompido nesta temperatura e observou-se a estrutura após o resfriamento (figura 4.49), onde a estrutura inicial composta de um emaranhado de discordâncias foi substituída por uma estrutura composta de precipitados muito finos, de composição provável NbAl_3 .

As figuras 4.50 a 4.53 mostram a evolução da estrutura das amostras da liga Al-Mg-Th que receberam tratamentos térmicos a temperaturas que variaram entre 100°C e 500°C.

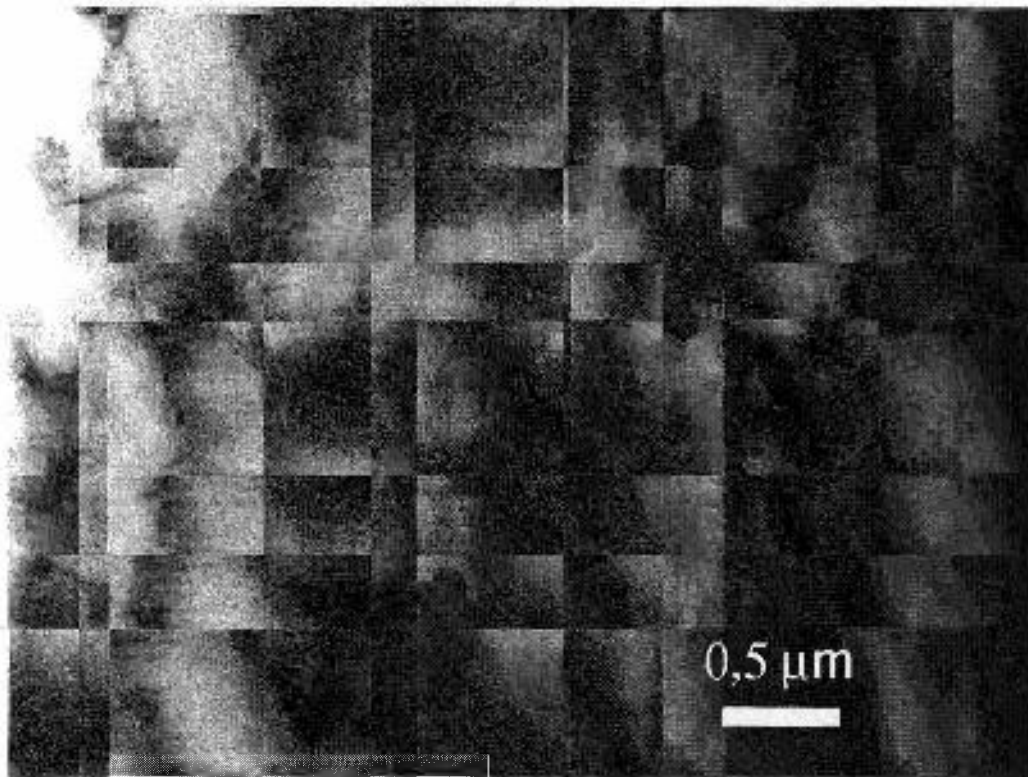


Figura 4.50. *Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 100 °C.*

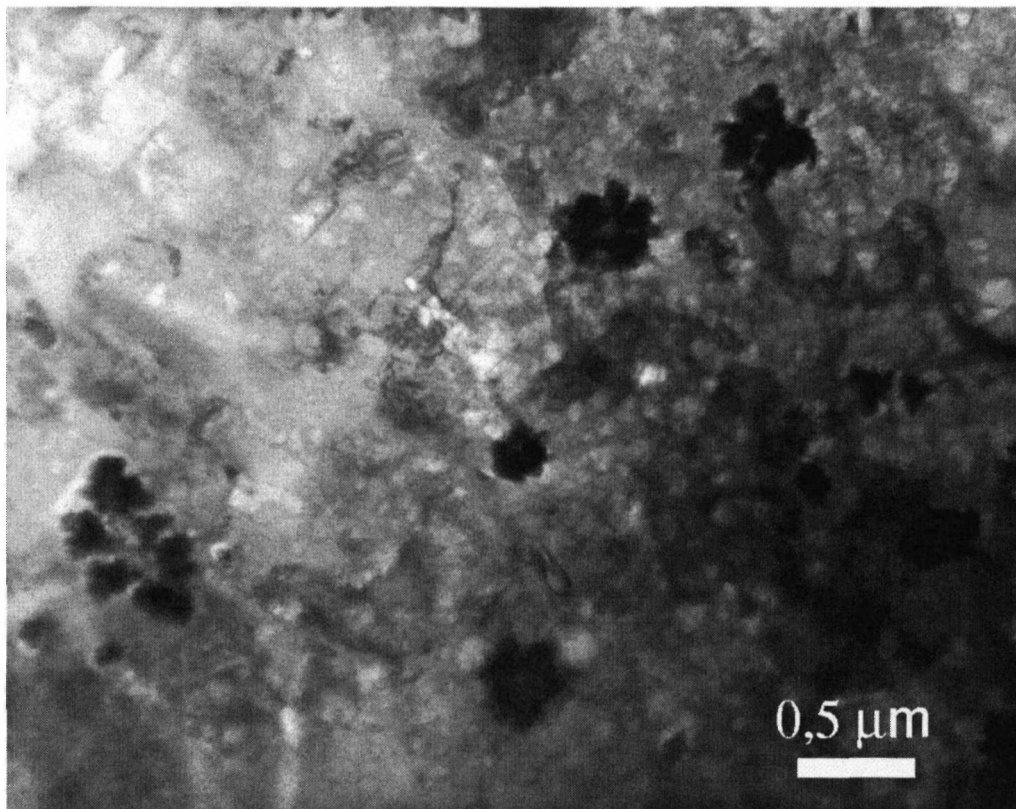


Figura 4.51. *Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 300 °C.*

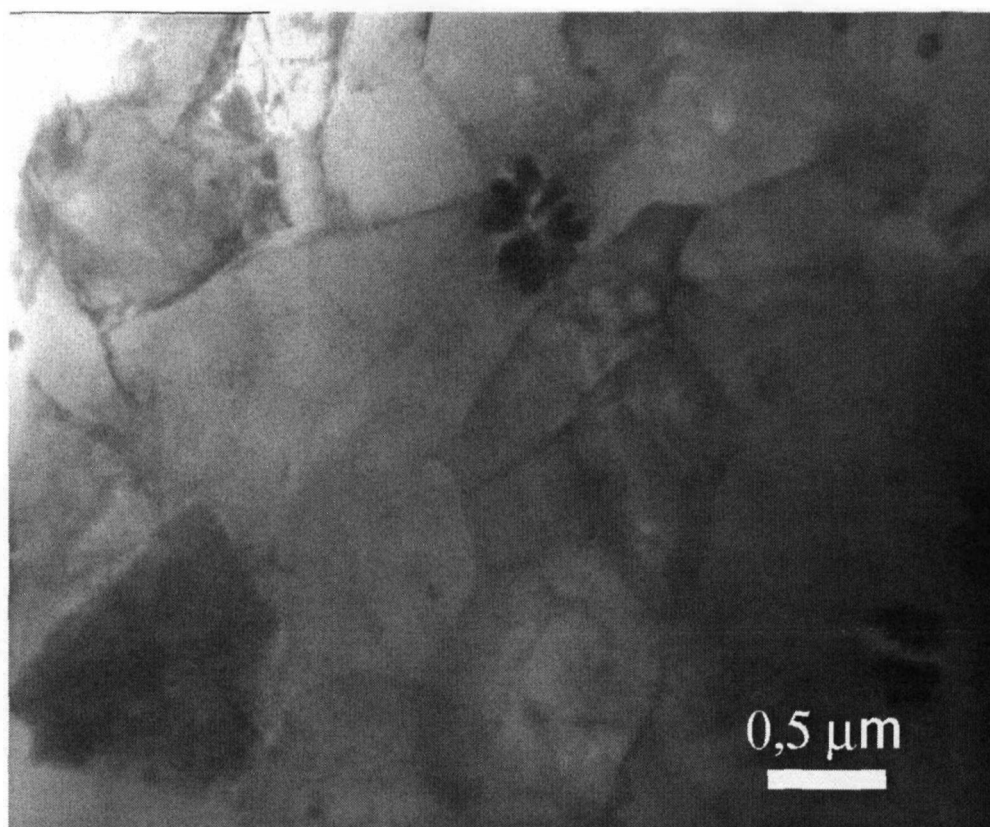


Figura 4.52. Micrografia da liga Al-Mg-Th tratada a 500 °C.

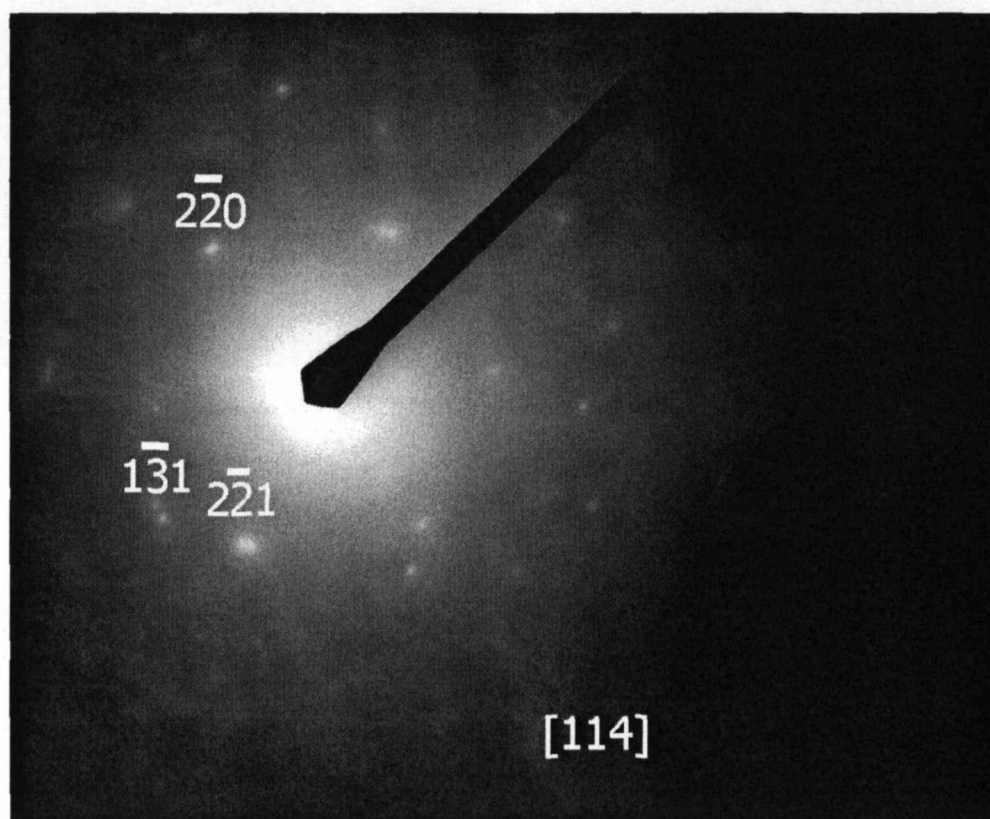


Figura 4.53. Padrão de difração relativo à estrutura da figura 4.76.

Pode-se observar uma evolução estrutural a partir de uma condição de material encruado, estrutura com uma grande densidade de discordâncias e uma grande quantidade de precipitados, que, com o aumento da temperatura de tratamento térmico, vai apresentando uma estrutura mais ordenada, com o aparecimento de grãos de pequeno tamanho e uma redução na quantidade de precipitados dispersos.

As figuras 4.54 a 4.59 mostram a evolução da estrutura das amostras da liga Al-Mg-Nb que receberam tratamentos térmicos a temperaturas que variaram entre 100°C e 500°C.

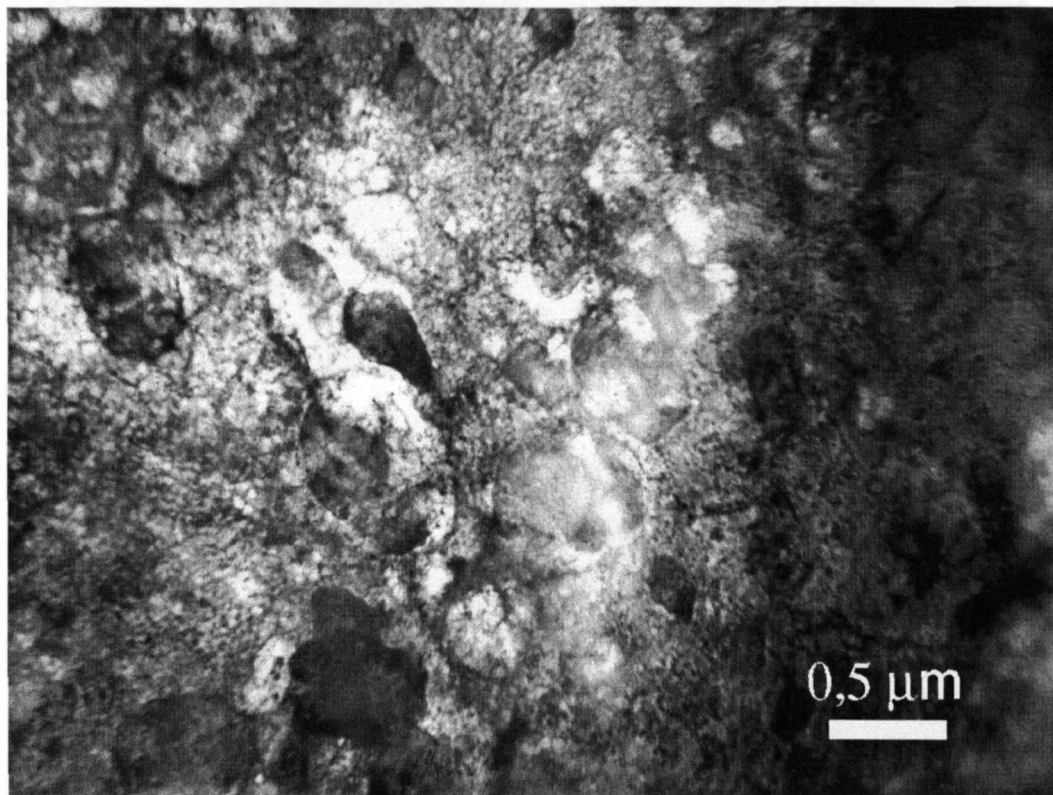


Figura 4.54. *Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 100 °C.*

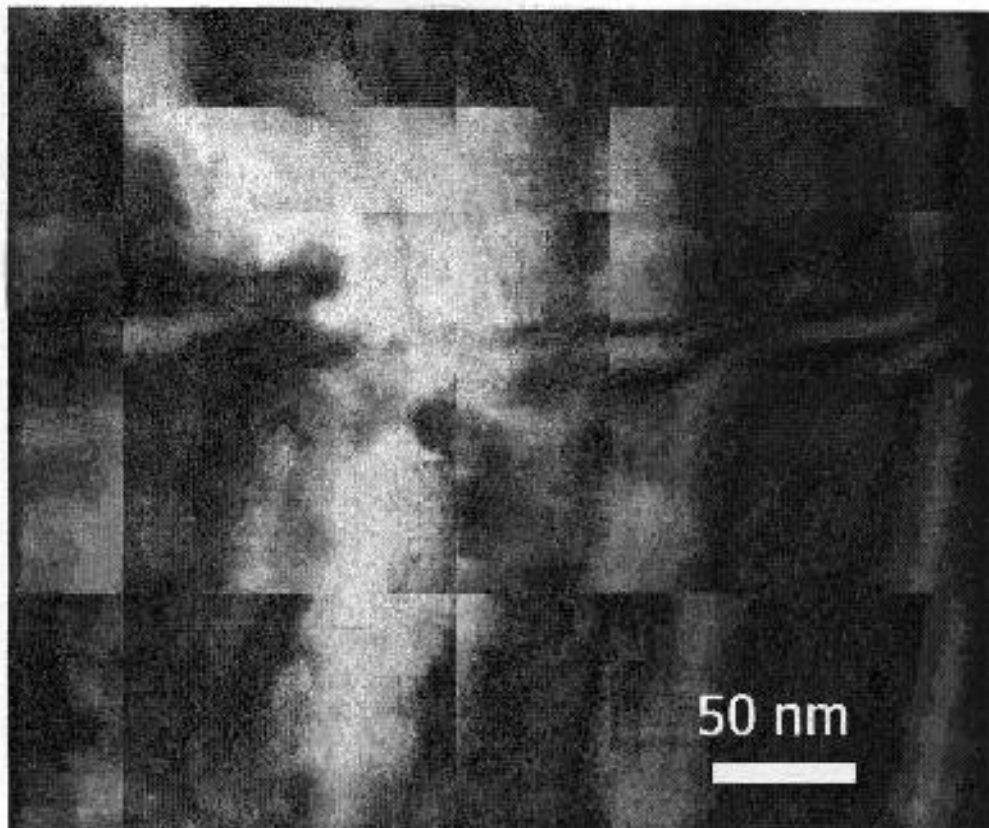


Figura 4.55. *Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 100 °C.*

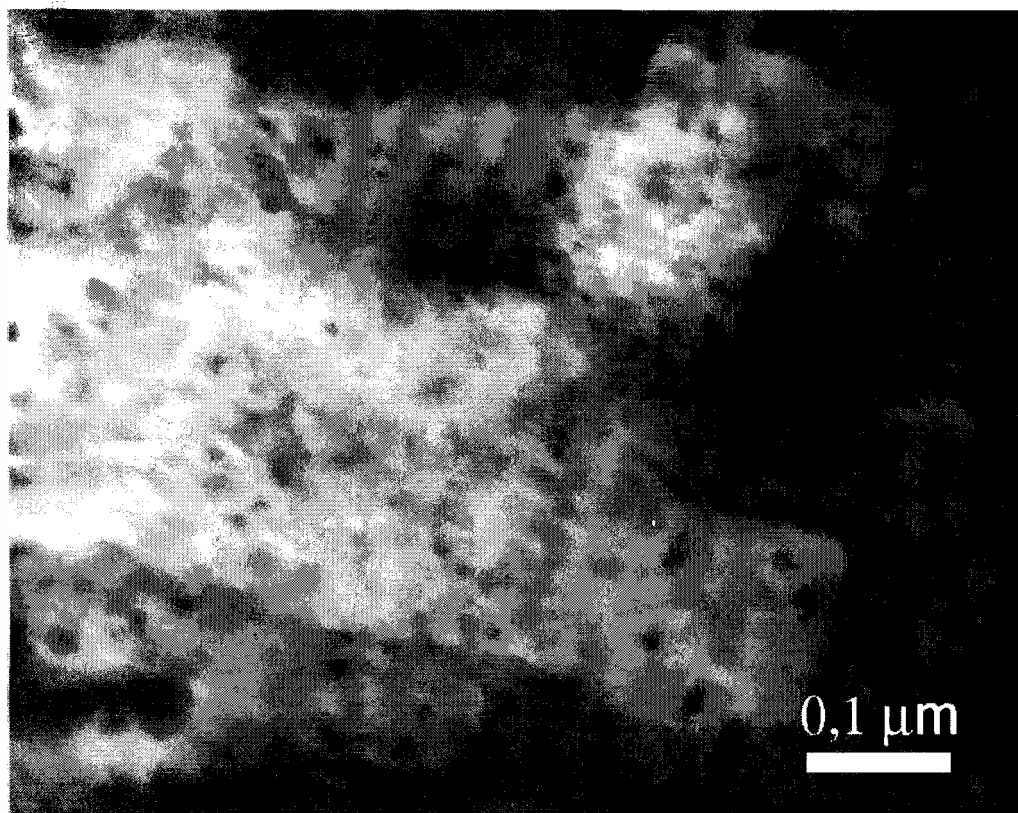


Figura 4.56. *Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 300 °C.*

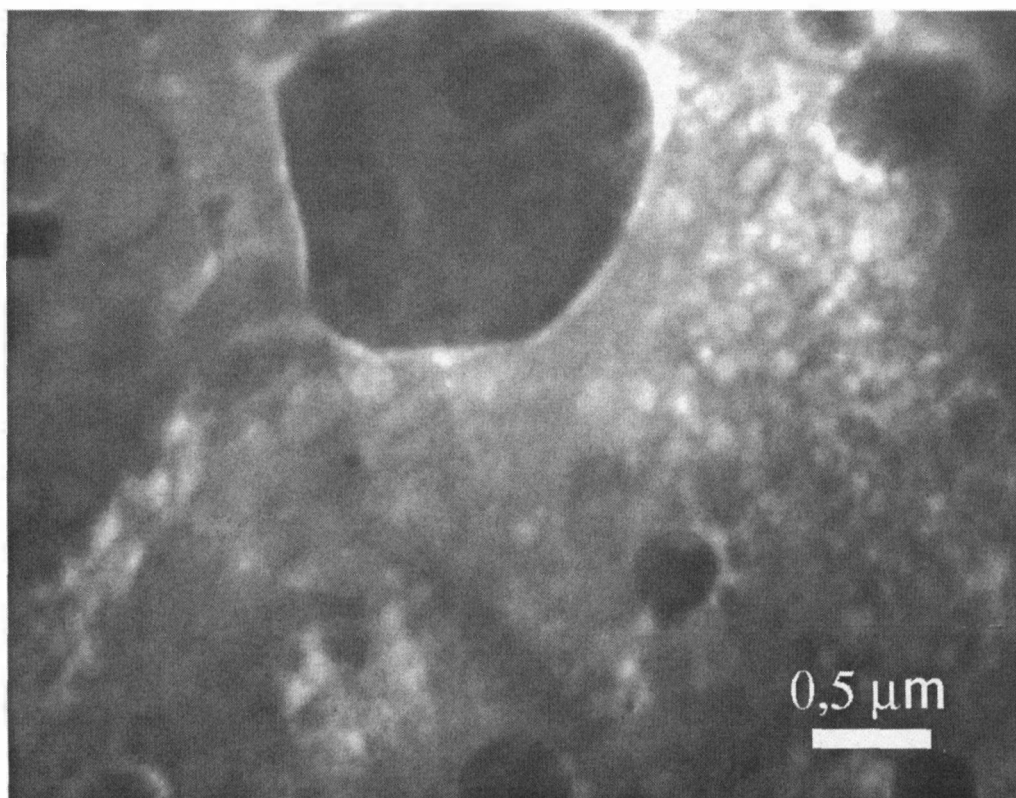


Figura 4.57. *Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 500 °C.*

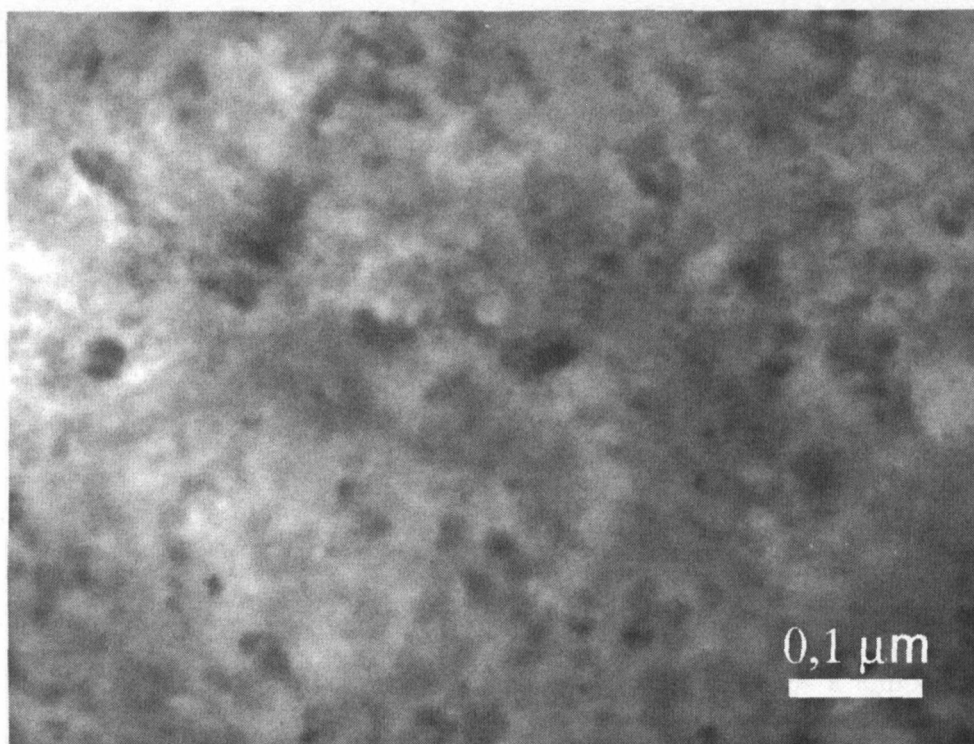


Figura 4.58. *Micrografia da liga Al-Mg-Nb tratada a 500 °C.*

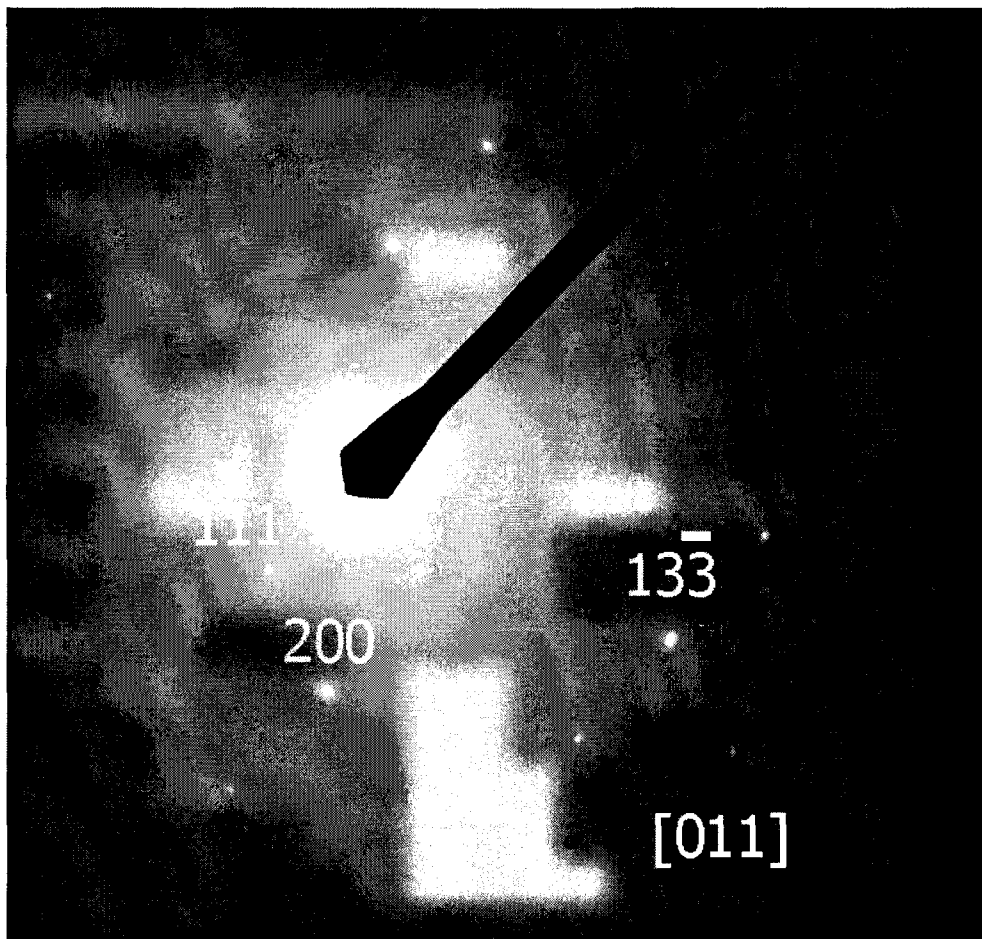


Figura 4.59. Padrão de difração relativo à estrutura da figura 4.58.

Nota-se o aparecimento de precipitados com dimensões de ordem de 20 nm, sendo que a quantidade de precipitados aumenta com o aumento da temperatura de tratamento. A figura 4.58 mostra um detalhe da precipitação, que estabelece uma espécie de contorno na estrutura.

4.6. Dureza Vickers

A figura 4.60 mostra as medidas de dureza Vickers para amostras das ligas em estudo, a partir da condição inicial sem tratamento térmico e com tratamentos a temperaturas que variaram entre 100°C e 500°C.

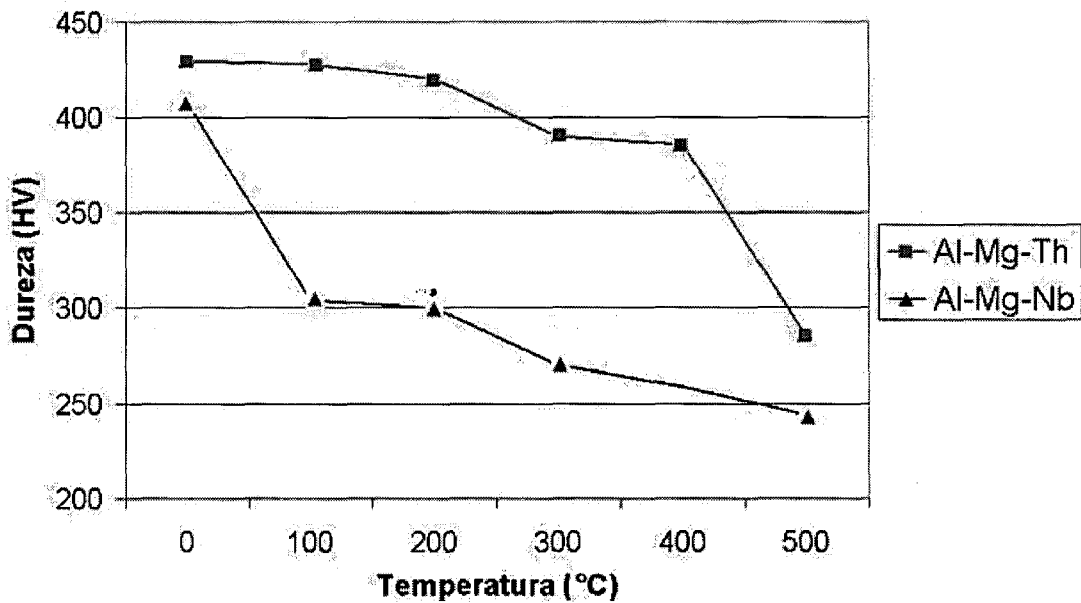


Figura 4.60. Perfil de dureza Vickers das amostras em estudo após tratamentos térmicos.

Nota-se que a liga Al-Mg-Nb apresenta uma queda de dureza muito discreta com o aumento da temperatura de tratamento até 400°C, apresentando uma queda brusca a 500°C.

A liga Al-Mg-Th apresenta uma queda intensa no valor da dureza quando tratada a 100°C, tomando um perfil de queda mais discreto até a temperatura de 500°C.

A figura 4.61 mostra o perfil do módulo de elasticidade estimado para as amostras que receberam tratamentos térmicos entre 100°C e 500°C.

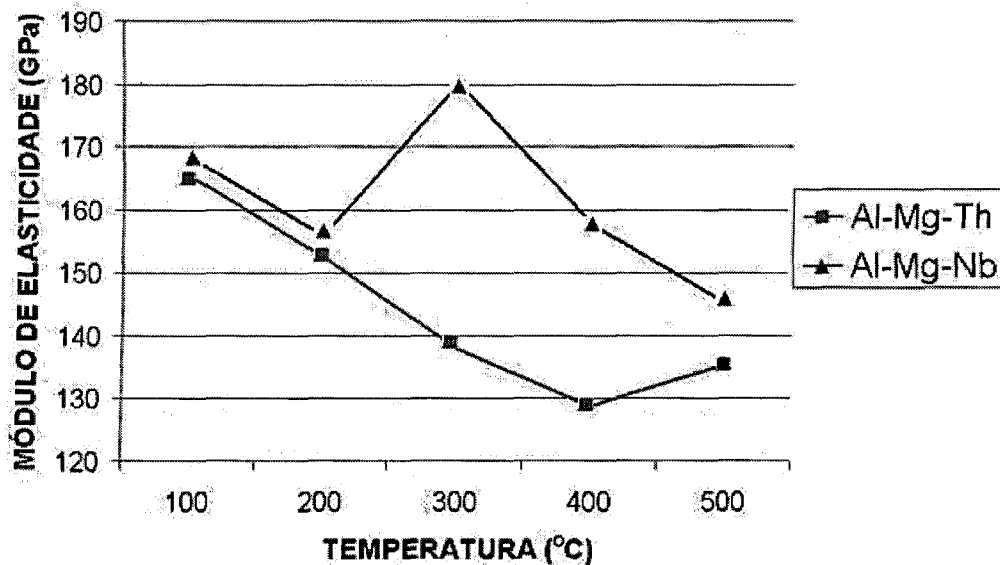


Figura 4.61. Módulo de elasticidade das amostras em estudo após tratamentos térmicos

Para temperaturas de tratamento até 200°C, os valores do módulo de elasticidade são muito próximos entre as duas ligas, sendo que acima desta temperatura de tratamento a liga Al-Mg-Th apresenta valores menores do que a liga Al-Mg-Nb.

4.7. Análise Térmica por DSC

As figuras 4.62. e 4.63 mostram as curva da análise feita por DSC para amostras das ligas em estudo sem tratamento térmico prévio.

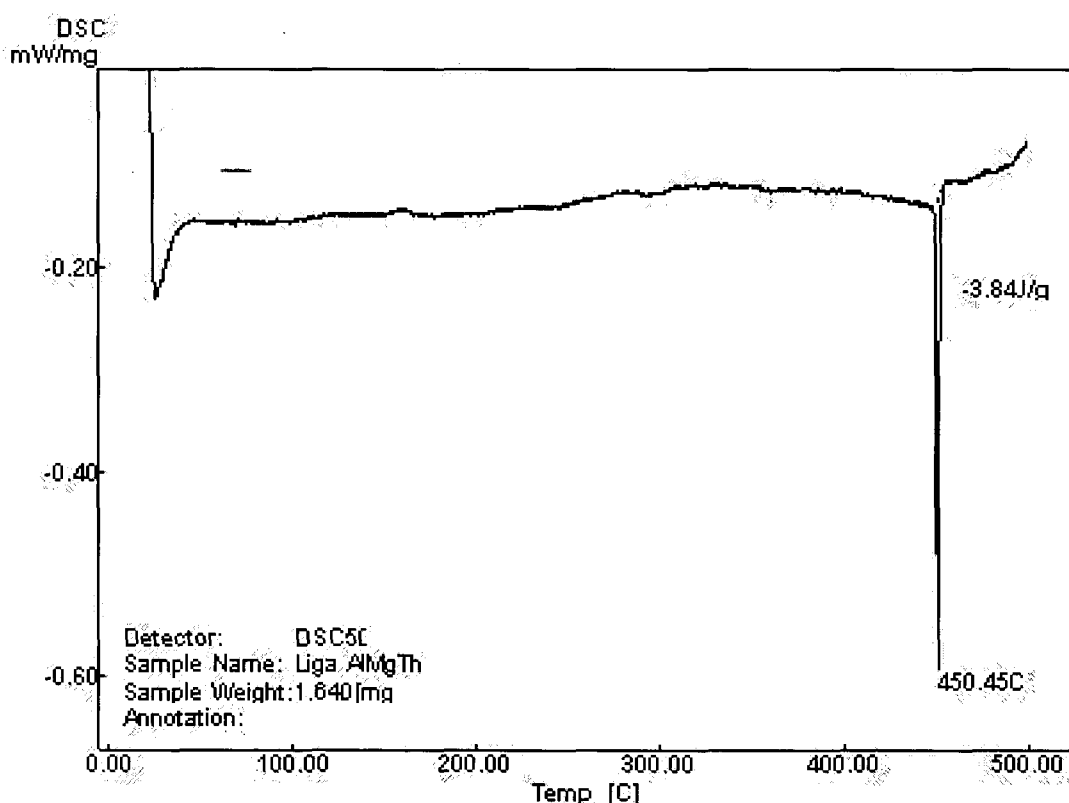


Figura 4.62. Curva obtida por DSC para amostra da liga Al-2Mg-1Th.

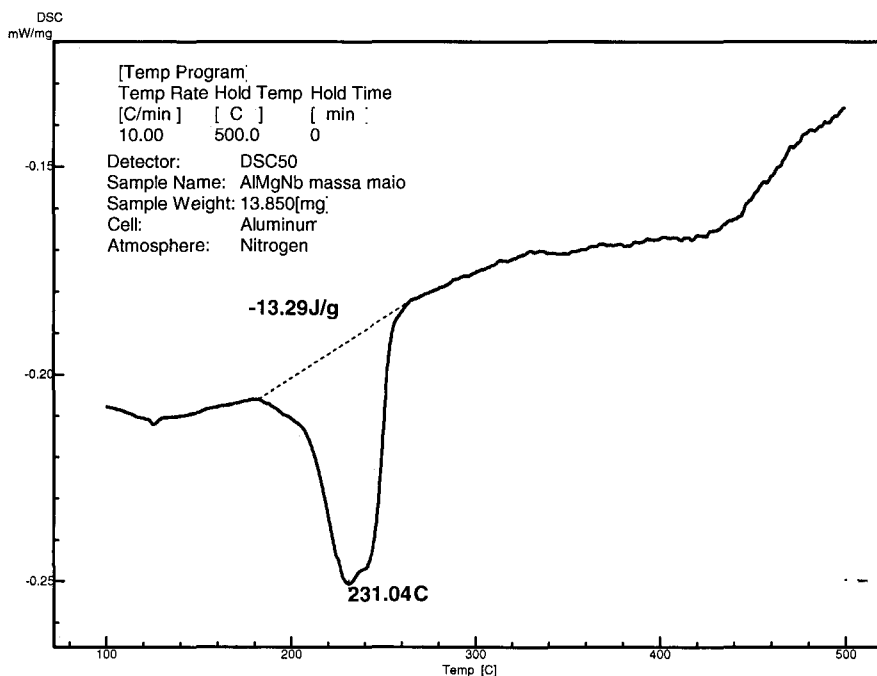


Figura 4.63. Curva obtida por DSC para amostra da liga Al-2Mg-1Nb.

A curva relativa à liga Al-Mg-Th apresenta comportamento estável até a temperatura de 450°C, onde ocorre um pico endotérmico, relativo ao processo de recristalização. A curva relativa à liga Al-Mg-Nb apresenta comportamento estável até a temperatura de 230°C, onde ocorre um pico endotérmico devido ao início da precipitação do intermetálico NbAl₃.

4.8. Cálculo da energia de ativação para o processo de recristalização

A energia de ativação para o processo de recristalização da liga Al-Mg-Th foi calculada considerando-se o valor de temperatura 450°C, com razão de aquecimento de 0,17 K/s. O valor obtido, 89,6 kJ/mol, é próximo ao obtido em outras ligas de alumínio.

Não se determinou a energia de ativação para a recristalização para a liga Al-Mg-Nb, pois a curva de DSC não indicou nenhuma singularidade que indicasse um processo de recristalização nas temperaturas envolvidas no ensaio. Fazendo-se o cálculo da energia de ativação para a temperatura de 500°C, a máxima temperatura do ensaio, obtém-se o valor de 96,7 kJ/mol, indicando que, para esta liga, a recristalização ocorre com uma quantidade maior de energia.

4.9. Resistividade elétrica

A figura 4.64 apresenta a variação da resistividade elétrica das ligas em estudo em função da temperatura de tratamento térmico.

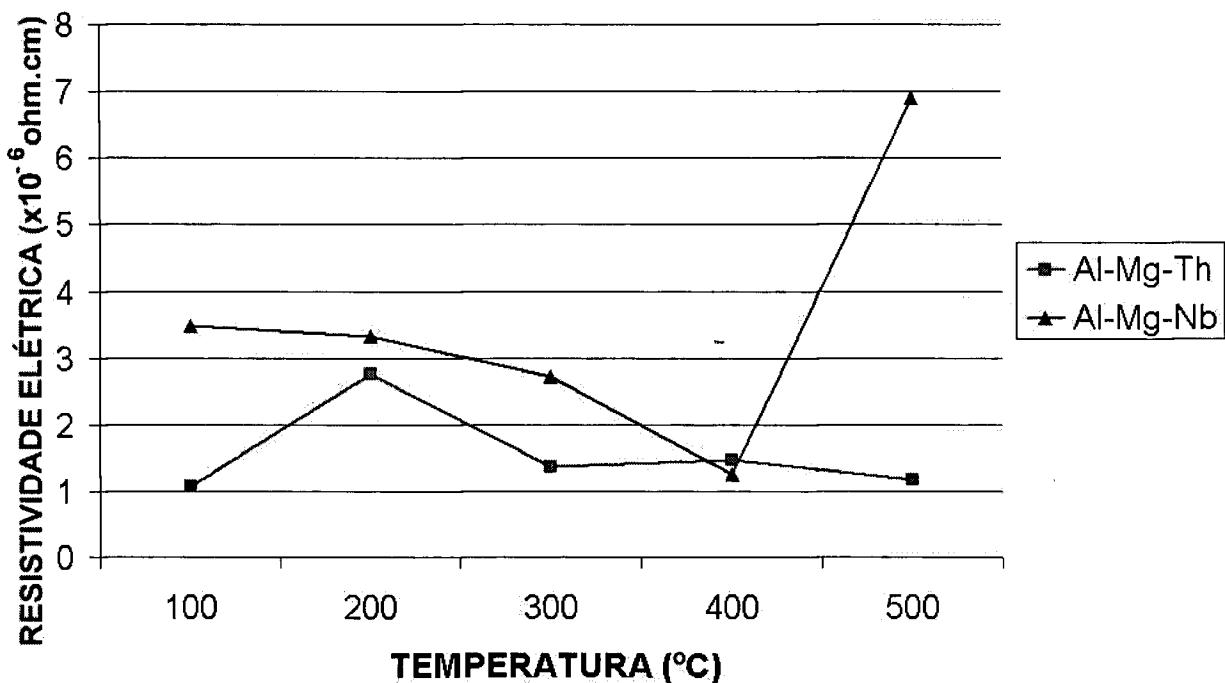


Figura 4.64. Resistividade elétrica em função da temperatura para as ligas em estudo.

Nota-se que a liga Al-Mg-Th apresenta um aumento na resistividade elétrica na temperatura de tratamento de 200°C, região onde ocorrem as mais bruscas mudanças de dureza e estrutura, após a qual sofre uma redução, permanecendo praticamente constante. A liga Al-Mg-Nb apresenta uma queda no valor da resistividade elétrica com o aumento da temperatura até 400°C, sofrendo um brusco aumento na temperatura de 500°C, onde começam a acontecer as mais importantes alterações na microestrutura.

4.10. Medida da densidade relativa

A tabela 4.1 apresenta as densidades teóricas e medidas para as ligas em estudo.

Tabela 4.1. Densidades teóricas e medidas para as ligas em estudo.

Liga	Densidade teórica	Densidade medida
Al-Mg-Th	2,74	2,74
Al-Mg-Nb	2,77	2,77

As medidas foram efetuadas a 25°C, e indicam uma densificação de 100%.

5. DISCUSSÃO

A compreensão dos fenômenos observados é dependente do fato de que materiais produzidos por metalurgia do pó apresentam complexas reações de interface em uma grande quantidade de sítios de nucleação, sendo que uma mudança sutil na estrutura do material pode significar uma variação importante nas suas propriedades.

O pequeno tamanho de grão das ligas em estudo, ocorrência comum em materiais produzidos por metalurgia do pó, torna limitado o uso da microscopia óptica, sendo que por meio desta análise pode-se avaliar a distribuição uniforme de precipitados nos materiais estudados, apresentando a liga Al-Mg-Th maior homogeneidade quanto ao tamanho dos precipitados, diferente da grande variação apresentada pela liga Al-Mg-Nb.

A natureza e a morfologia das fases precipitadas pode ser determinada por meio de microscopia eletrônica de varredura, verificando-se que a maioria destas fases apresenta uma forma poligonal, tendo sua composição química dependente do tratamento térmico efetuado.

A energia mecânica e a temperatura utilizada no processo de compactação permitiram a dissolução de grande quantidade de tório na matriz da liga Al-Mg-Th, sendo que os tratamentos térmicos proporcionaram a precipitação compostos baseados neste elemento.

Os precipitados presentes na liga Al-Mg-Nb apresentam formato mais arredondado, com dimensões muito diferentes, não apresentando teores apreciáveis de nióbio. A ocorrência deste fenômeno é devida a uma precipitação muito fina de NbAl_3 (da ordem de 20 nm) no contorno destes precipitados maiores.

A observação de amostras da liga Al-Mg-Th em microscópio eletrônico de transmissão permite um melhor detalhamento dos precipitados, que são formados por precipitados menores, sendo este agrupamento responsável pela diminuição do valor da dureza registrado para cada aumento na temperatura de tratamento térmico.

As propriedades mecânicas das ligas em estudo são muito superiores às registradas para a maioria das ligas de alumínio. Este fato ocorre devido à grande deformação mecânica imposta às amostras, causando grande encruamento, e à existência de finos precipitados contendo os elementos tório e nióbio, dispersos pela matriz metálica. Quando as amostras das ligas são submetidas a tratamentos térmicos, ocorre uma diminuição na dureza das ligas,

porém de maneira diversa. Na liga contendo tório, este elemento é subtraído da matriz, formando precipitados que vão crescendo a custa de precipitados menores. Do início do aquecimento até a temperatura de 100°C, ocorre uma queda muito grande no valor da dureza, que depois disto diminui de maneira mais suave, indicando uma recuperação muito intensa antecedendo o processo de recristalização, evidenciando que o processo de encruamento foi o principal mecanismo de endurecimento acima de 300 HV.

No caso da liga contendo nióbio, este elemento participa da constituição de uma quantidade muito grande de precipitados com dimensões pequenas e baixa mobilidade na matriz, sendo este o mecanismo predominante no endurecimento do material. O fato de que a dureza apresenta uma queda súbita a partir de 500°C, indica que o processo de recristalização deve ocorrer após esta temperatura.

A estimativa do módulo de elasticidade deve ser analisada com cautela, uma vez que é obtida por em método indireto a partir de uma medida superficial. A liga contendo tório apresentou um comportamento de queda constante, tendência que se reverteu na temperatura de 500°C, podendo-se atribuir esta reversão a uma mudança estrutural mais intensa relacionada a um processo mais acentuado de recristalização ocorrendo nesta temperatura.

A liga contendo nióbio apresenta uma queda no módulo de elasticidade no início do processo, apresentando um aumento quando a temperatura de tratamento alcança 300°C. Considerando-se a existência uma intensa precipitação do composto NbAl₃ na temperatura de 230°C, pode-se atribuir a este intermetálico o efeito do aumento no módulo de elasticidade.

Em ambas as ligas em estudo, o principal mecanismo de endurecimento é a interação de discordâncias com precipitados dispersos na matriz. O elemento tório apresenta solubilidade no alumínio em estado sólido, com boa mobilidade e facilidade para agrupar-se na forma de precipitados maiores. O elemento nióbio é insolúvel no alumínio sólido, permanecendo em uma condição instável por meio do processo de elaboração mecânica da liga. Quando se aquece a cerca de 230°C ocorre a precipitação do composto NbAl₃, que é a fase mais estável nesta condição de composição química e temperatura¹⁰. Devido ao fato deste elemento possuir baixa mobilidade no alumínio, os precipitados gerados têm maior dificuldade para aumentar de tamanho, gerando um efeito de aumento significativo nas propriedades mecânicas.

No ensaio de tratamento térmico *in situ* no microscópio de transmissão pode-se observar, na liga Al-Mg-Th, fenômenos relativos a processos de recuperação, com a movimentação de discordâncias e precipitados durante o aquecimento. No caso da liga Al-

Mg-Nb, uma estrutura composta por um grande emaranhado de discordâncias não apresenta variação até a temperatura de 500°C, devido à presença de precipitados muito finos que interagem com o processo de recuperação.

A observação em microscópio eletrônico de transmissão da liga contendo tório, cujo tratamento térmico foi realizado em forno, mostra o gradativo arranjo da estrutura, que evolui para uma formação de pequenos grãos, evidenciando que ocorre um processo definido de recristalização até a temperatura de 500°C. No caso da liga contendo nióbio, procurou-se observar detalhadamente a formação dos precipitados, notando-se que possuem pequenas dimensões (entre 10 nm e 20 nm), agrupando-se de maneira a definir o contorno de um precipitado contendo apenas alumínio e magnésio.

As resistividades elétricas das ligas em estudo apresentaram um comportamento diferente entre si. A condição de tratamento térmico efetivou grandes variações nos valores da resistividade, ocorrência que não se verifica em ligas produzidas por metalurgia convencional; para estas, considera-se válida a *regra de Matthiessen*, que afirma que a resistividade elétrica de uma liga depende apenas de sua composição química e da temperatura em que se encontra, sendo que o efeito da estrutura teria influência desprezível (da ordem de 3% no valor da resistividade) ⁴¹.

Quando se diminui a quantidade de defeitos cristalinos, espera-se uma diminuição na resistividade elétrica, devido a uma redução da quantidade de pontos que propiciam um maior “espalhamento” dos elétrons, melhorando-se a mobilidade dos mesmos no sentido proporcionado pela diferença de potencial elétrico aplicada. Na liga Al-Mg-Nb observa-se uma queda no valor da resistividade maior do que seria esperado, devido às sutis transformações estruturais ocorridas. Na temperatura de tratamento de 500°C, observa-se um brusco aumento no valor da resistividade, devido às mudanças estruturais súbitas ocorridas a partir desta temperatura, onde se inicia o processo de recristalização. Na liga Al-Mg-Th, observa-se um pico de resistividade na temperatura de tratamento de 200°C, permanecendo praticamente constante nas demais temperaturas. Atribui-se este pico ao fato de haver um intenso processo de recuperação, promovendo uma condição estrutural que contribua para o “espalhamento” dos elétrons, seguido de um processo normal de recristalização, havendo pouca alteração da resistividade. Os valores encontrados nesta liga são menores que o valor de resistividade elétrica do alumínio puro (2,9 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$), fato incomum para a maioria das ligas, mas que pode ser explicado pelo fato de que alguns elementos, quando adicionados a um material condutor, proporcionam uma diminuição das chamadas “zonas proibidas” para a

circulação de elétrons, através da sobreposição de níveis energéticos contendo elétrons ¹. O tório possui uma grande quantidade de elétrons distribuídos em quase todos os subníveis energéticos, facilitando esta sobreposição.

O valor da energia de ativação para a recristalização determinado para a liga Al-Mg-Th, 89,6 kJ/mol, é próximo ao determinado para ligas Al-Mg-Zr (90,1 kJ/mol) produzidas da mesma forma ³⁹, bem abaixo do registrado pela literatura (204 kJ/mol) para ligas Al-Mg. ⁴². No caso da liga Al-Mg-Nb, levando-se em conta a observação em microscópio eletrônico de transmissão, pode-se atribuir uma temperatura de início do processo de recristalização de 550°C, temperatura que sugere um valor de energia de ativação de 103,4 kJ/mol. Esta diferença na energia de ativação entre as ligas em estudo é devida a baixa mobilidade do nióbio no alumínio, dificultando a movimentação de discordâncias, além do próprio tamanho dos precipitados de NbAl₃, cujo tamanho (entre 10 e 20 nm) é responsável por uma grande redução na cinética de recristalização ⁴³.

A energia medida pelo ensaio de DSC para a formação do precipitado NbAl₃ foi de 13,28 J/g, próximo ao valor encontrado na literatura ⁴⁴, de 14,52J/g. As condições geradas na estrutura do material pelos processos de obtenção e deformação a frio contribuíram para a diminuição deste valor, através da geração de uma grande quantidade de sítios de nucleação e armazenamento de uma grande quantidade de energia.

As densidades relativas medidas nas ligas em estudo foram iguais aos valores teóricos, indicando uma densificação de 100%, de acordo com trabalhos anteriores ⁴⁰.

Por fim, as ligas em estudo apresentaram valores interessantes de propriedades, com evidente potencial tecnológico. A relação entre características físicas e tratamentos térmicos, em todas as medidas feitas, sugere que materiais produzidos por metalurgia do pó apresentam importantes mudanças em suas propriedades com alterações mínimas em suas condições estruturais, um estudo que deve ser objeto de trabalhos futuros.

6. Conclusões

- O processo de obtenção das ligas em estudo se mostrou adequado, gerando produtos com composição química homogênea e boas características de processamento.
- As propriedades mecânicas das ligas em estudo são muito superiores às registradas para a maioria das ligas de alumínio.
- A liga Al-Mg-Nb apresenta propriedades mecânicas superiores às apresentadas pela liga Al-Mg-Th.
- A liga Al-Mg-Th apresenta um processo de recristalização em temperaturas da ordem de 450°C, enquanto a liga Al-Mg-Nb apresenta um processo de recristalização acima de 550°C.
- A energia de ativação para o processo de recristalização determinada para a liga Al-Mg-Th é de 89,6 kJ/mol, enquanto que para a liga Al-Mg-Nb estima-se ser maior que 103 kJ/mol.
- O ensaio de DSC da liga Al-Mg-Nb registrou um pico endotérmico correspondente a 13,28 J/g, próximo ao valor encontrado na literatura para a formação do precipitado NbAl₃, 14,52J/g. Esta diferença é devida às condições estruturais geradas pela elaboração do material.
- As diferenças nas propriedades mecânicas e condições de recristalização podem ser atribuídas à maneira diferente de interação dos precipitados com a estrutura. A liga Al-Mg-Nb apresenta formação de precipitados com baixa mobilidade no alumínio, enquanto os precipitados presentes na liga Al-Mg-Th apresentam maior facilidade para rearranjarem-se.
- A resistividade elétrica da liga Al-Mg-Th apresenta um pico na temperatura de tratamento de 200°C, com valor praticamente constante nas demais temperaturas, menor que a resistividade do alumínio puro.
- A presença do pico de resistividade está associado a uma fase mais intensa de recuperação no início dos tratamentos térmicos.
- A presença do elemento tório propiciou uma redução da resistividade elétrica em relação ao alumínio puro, devido a sua configuração eletrônica ser favorável à

diminuição de “zonas proibidas” à circulação de elétrons.

- A resistividade elétrica da liga Al-Mg-Nb apresenta comportamento decrescente com o aumento da temperatura de tratamento térmico, apresentando um aumento súbito a 500°C.
- O comportamento da liga Al-Mg-Nb quanto à resistividade elétrica é normal até temperaturas próximas a 500°C, onde os fenômenos de recuperação e recristalização apresentam uma súbita intensificação.
- As ligas apresentaram uma densidade igual à teórica, indicando que o processo é capaz de produzir uma liga com densificação de 100%.
- As ligas em estudo apresentaram valores interessantes de propriedades, com evidente potencial tecnológico.

APÊNDICE A – Tabelas relativas aos gráficos apresentados

Tabela A1 – Dados referentes à figura 4.60

Temperatura de tratamento térmico (°C)	Dureza para liga Al-Mg-Th (HV)	Dureza para liga Al-Mg-Nb (HV)
0	408	430
100	304	428
200	300	420
300	270	390
400	259	386
500	244	285

Tabela A2 – Dados referentes à figura 4.61

Temperatura de tratamento térmico (°C)	Módulo de elasticidade para liga Al-Mg-Th (MPa)	Módulo de elasticidade para liga Al-Mg-Nb (MPa)
100	165,32	168,20
200	152,40	155,80
300	138,78	180,16
400	128,68	157,56
500	135,46	146,10

Tabela A3 – Dados referentes à figura 4.64

Temperatura de tratamento térmico (°C)	Resistividade elétrica para liga Al-Mg-Th ($\mu\Omega.m$)	Resistividade elétrica para liga Al-Mg-Nb ($\mu\Omega.m$)
100	1,083	3,491
200	2,767	3,318
300	1,374	2,720
400	1,476	1,261
500	1,176	6,914

APÊNDICE B – Sequência de micrografias ópticas

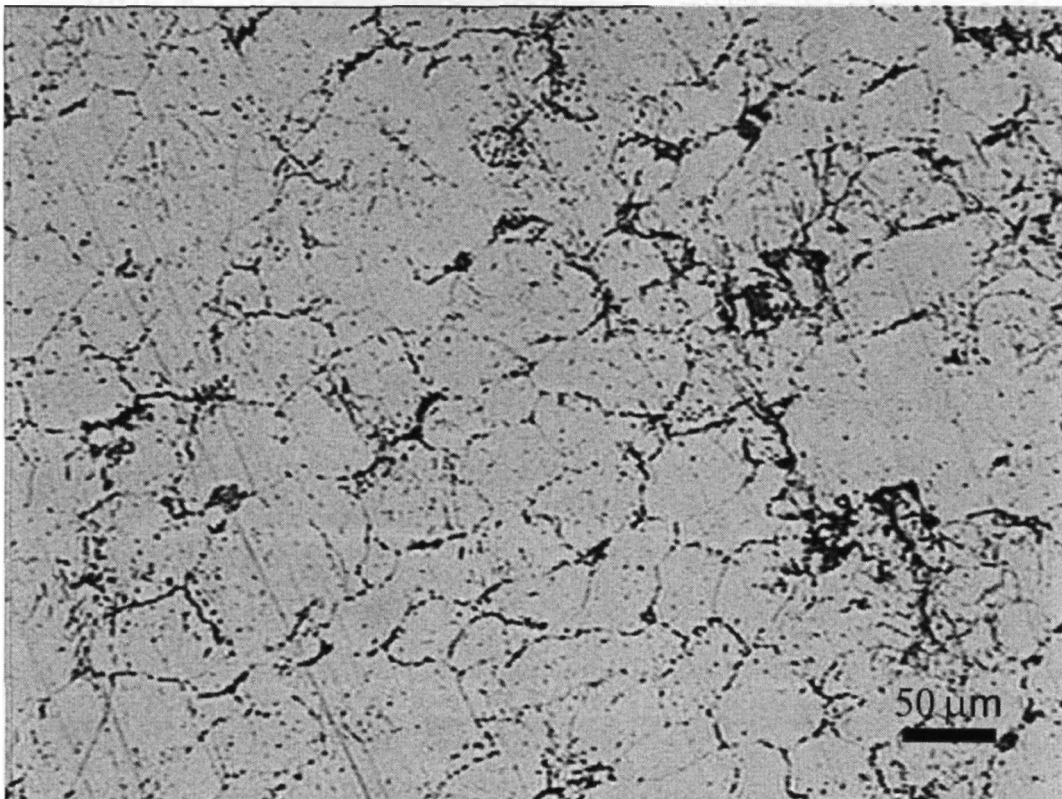


Figura B.1: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 100°C.

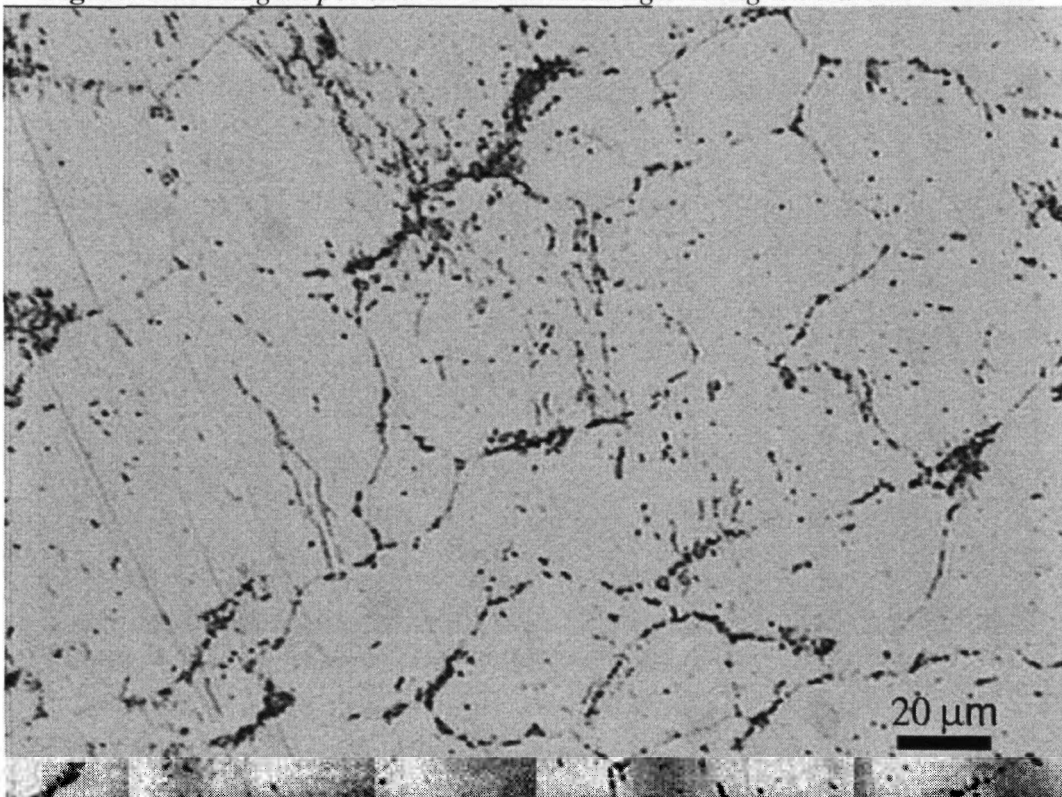


Figura B.2: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 100°C.

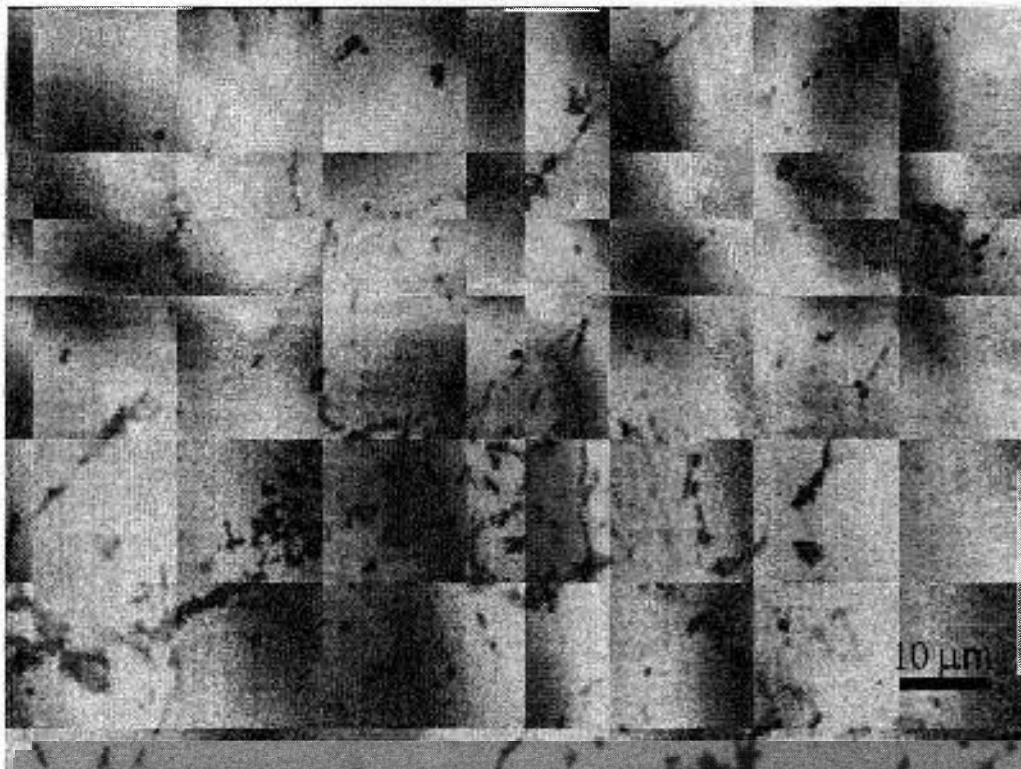


Figura B.3: *Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 100°C.*

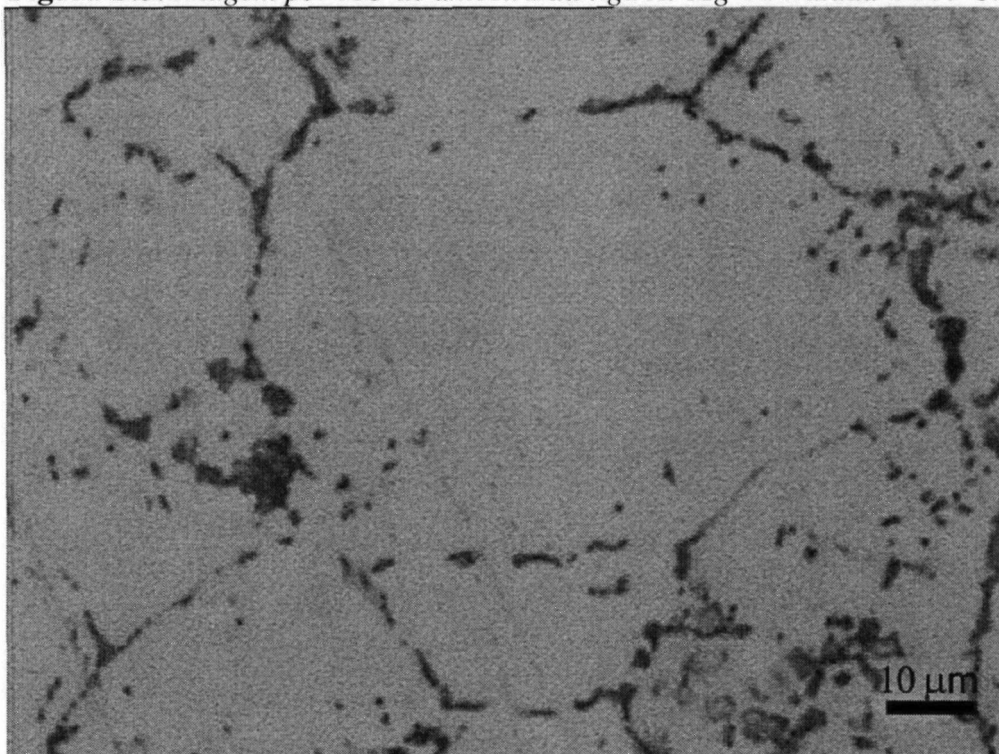


Figura B.4: *Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 100°C.*

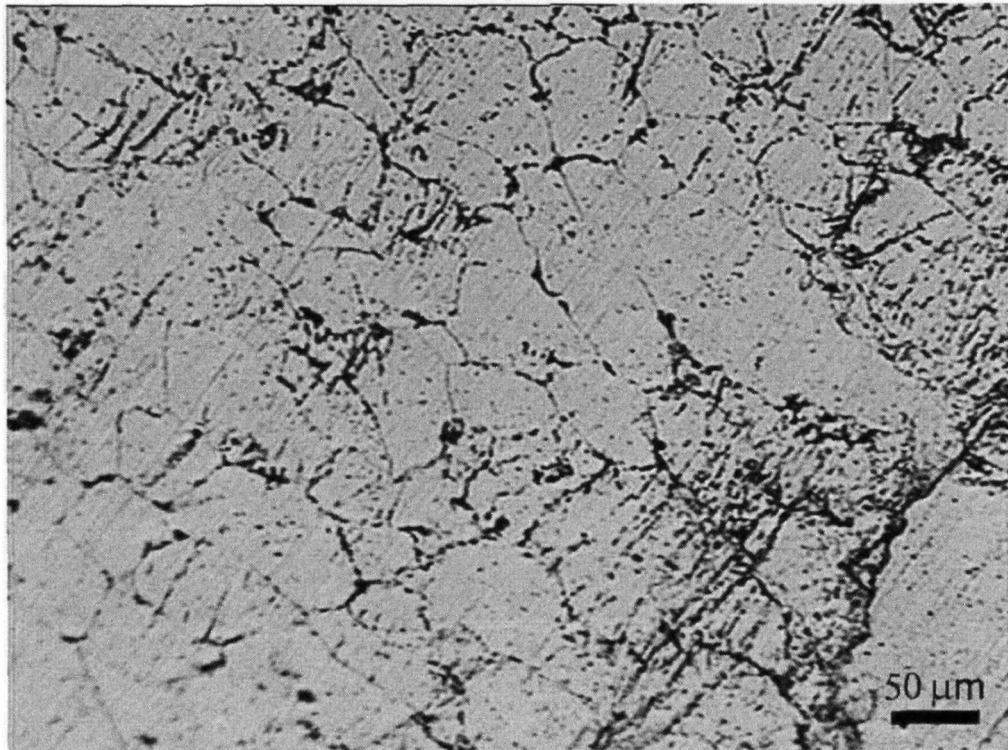


Figura B.5: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 200°C.

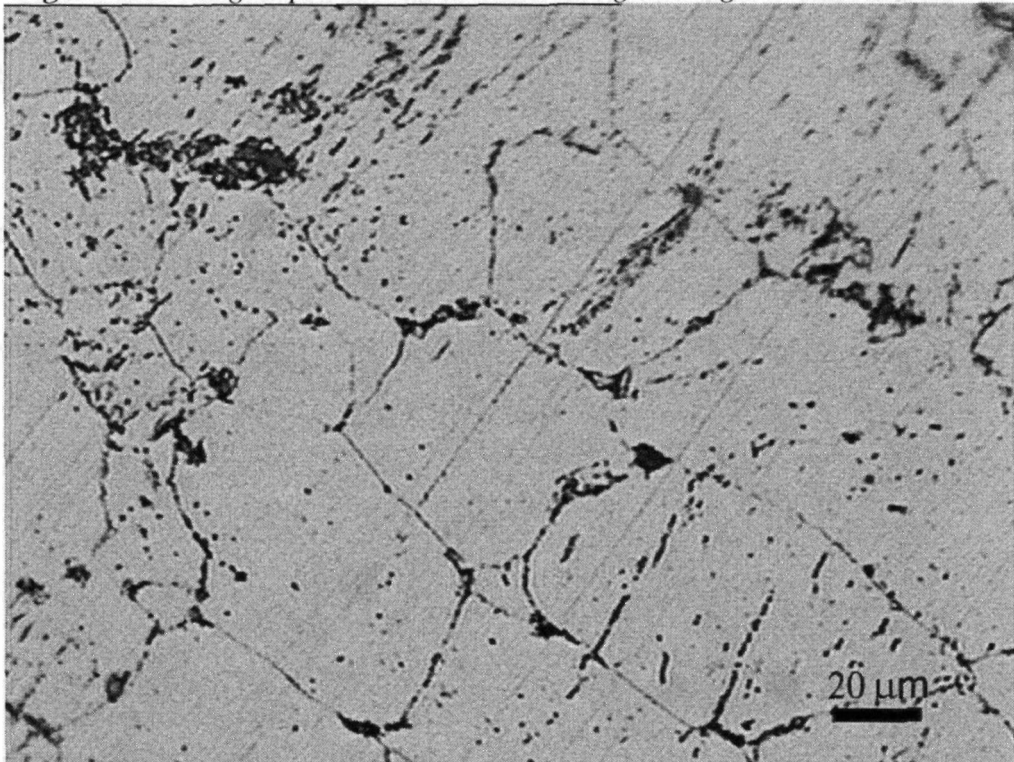


Figura B.6: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 200°C.

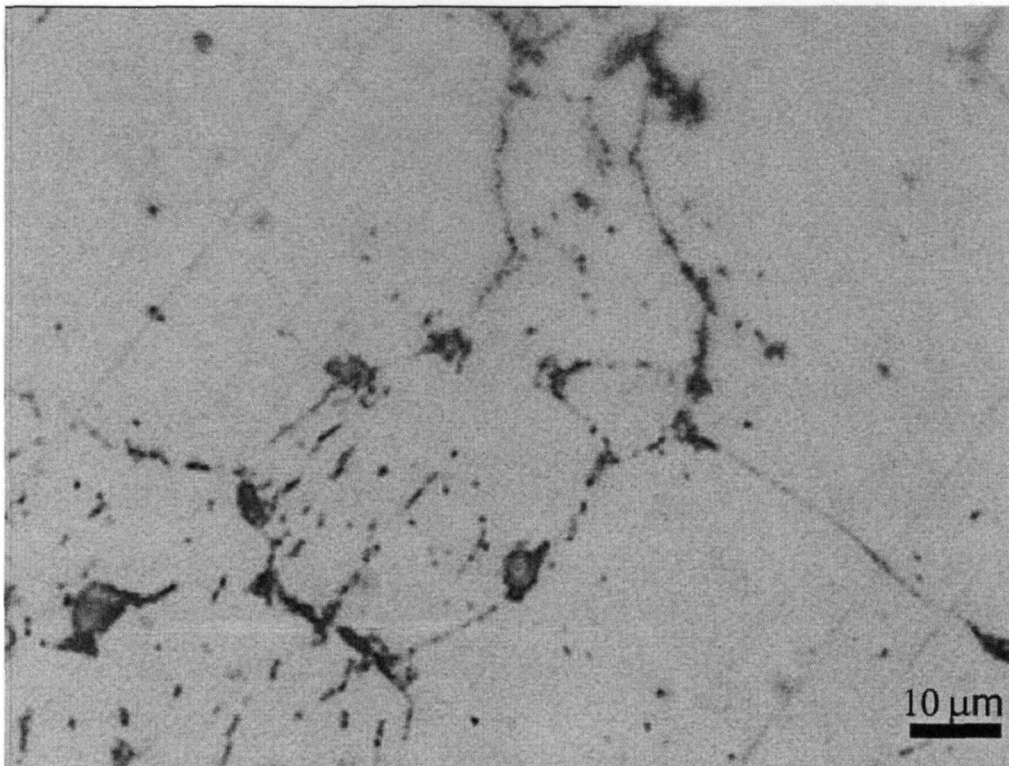


Figura B.7: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 200°C.

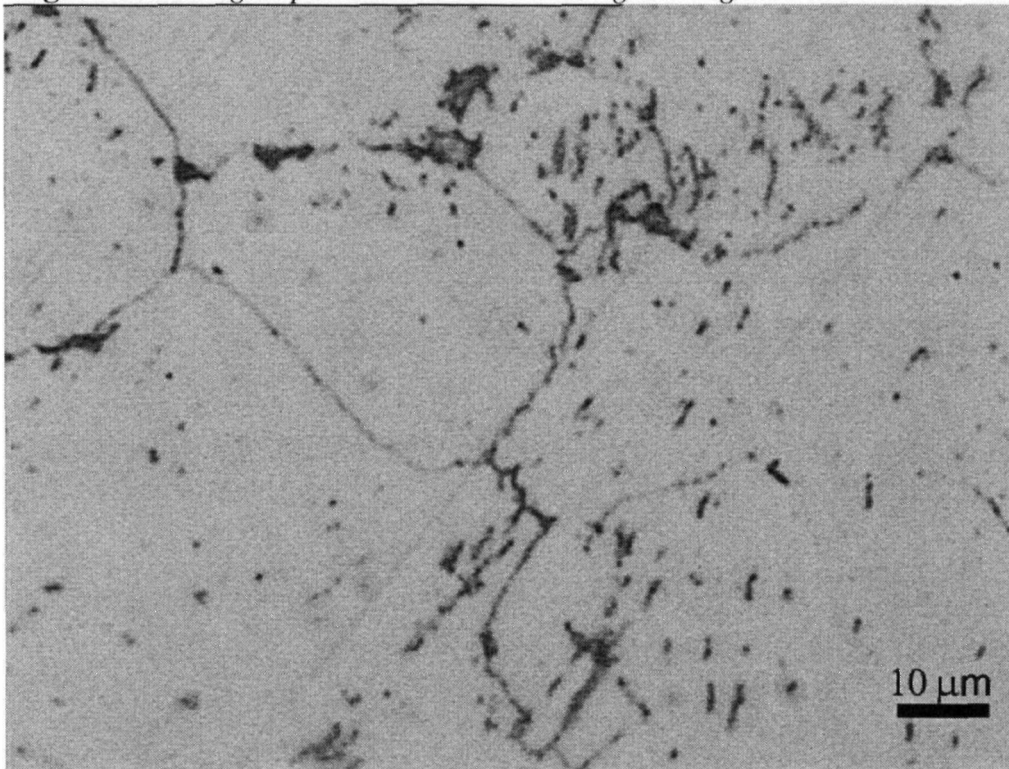


Figura B.8: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 200°C.



Figura B.9: *Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 300°C.*

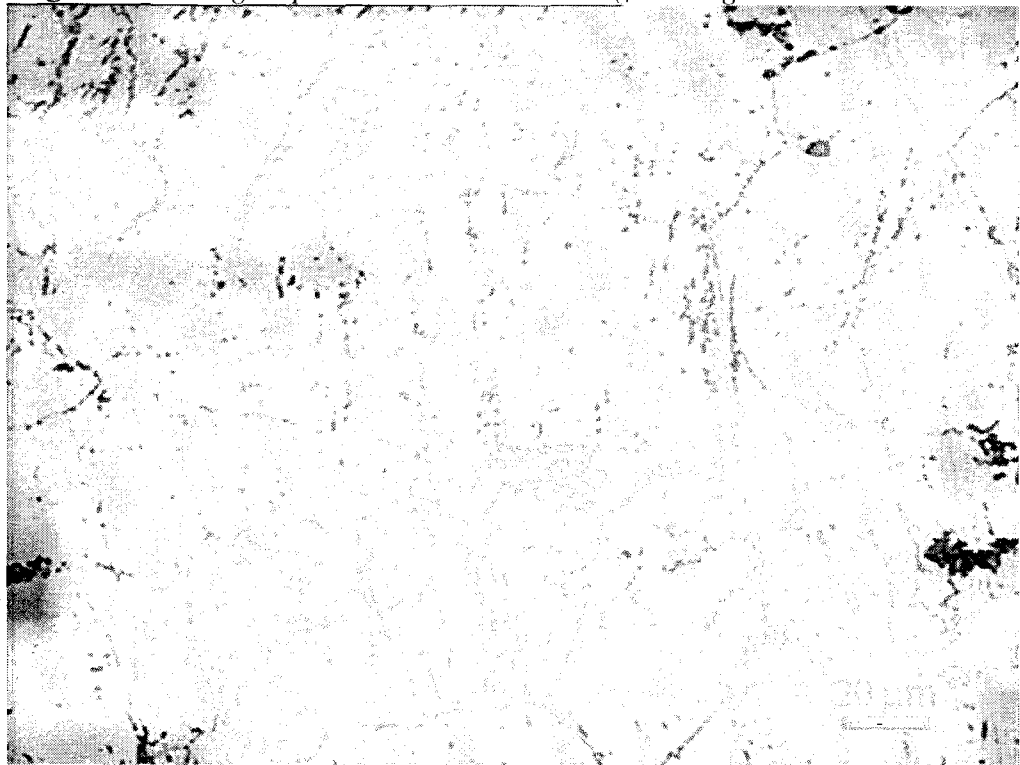


Figura B.10: *Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 300°C.*

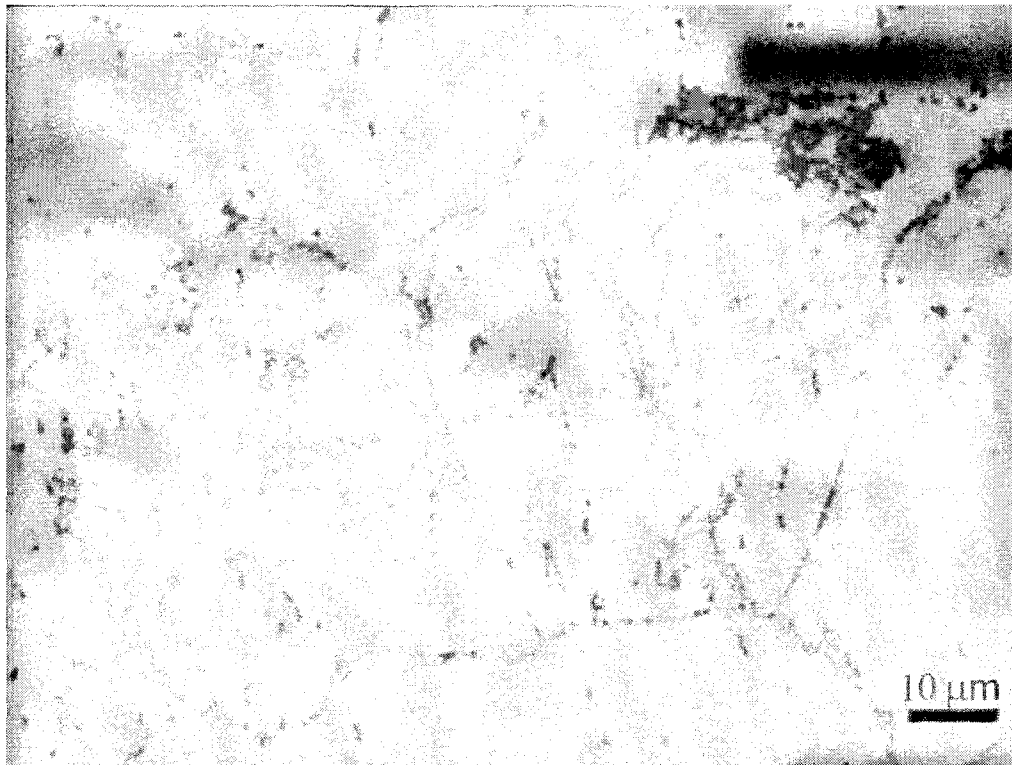


Figura B.11: *Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 300°C.*

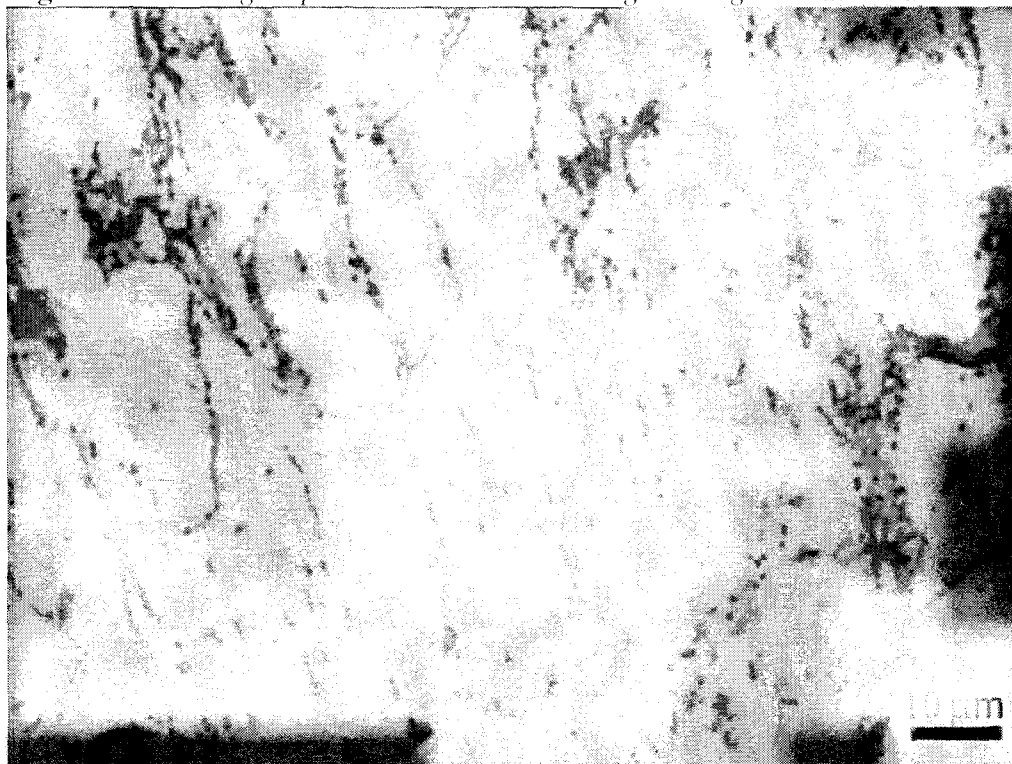


Figura B.12: *Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 300°C.*

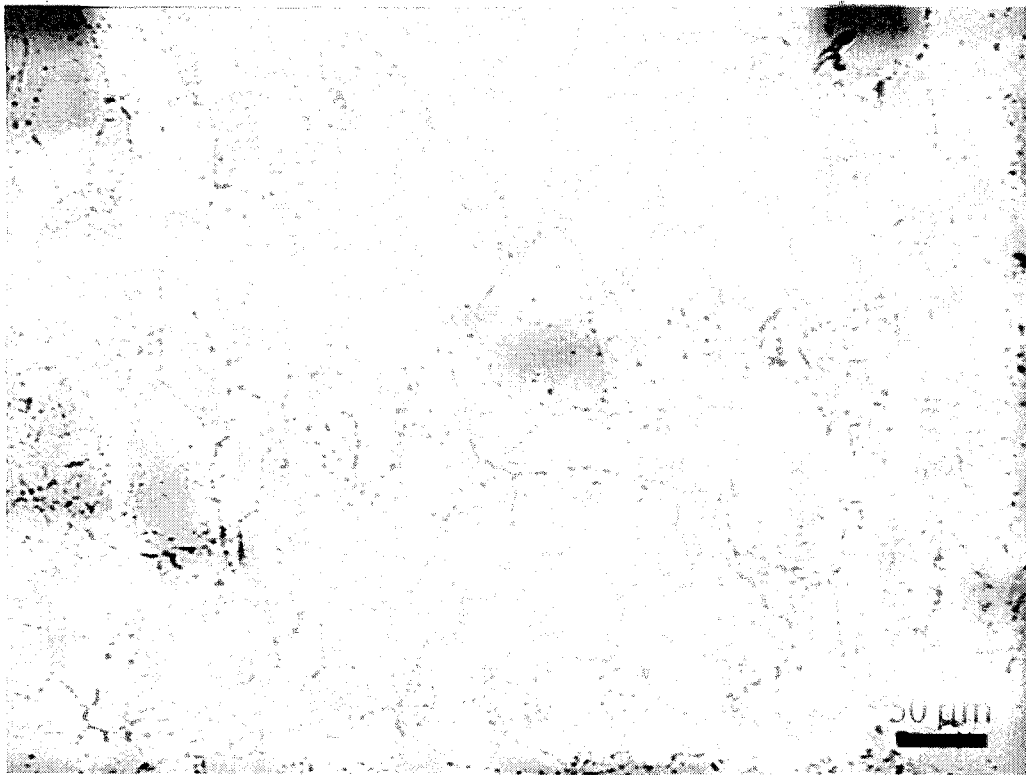


Figura B.13: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 400°C.

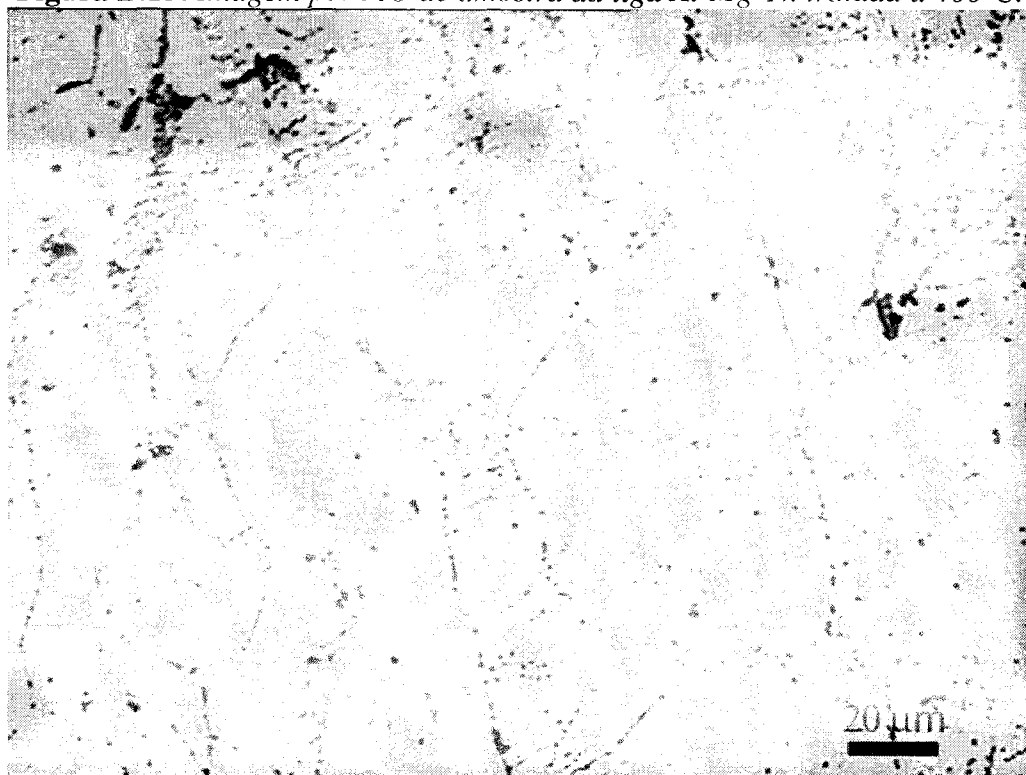


Figura B.14: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 400°C.

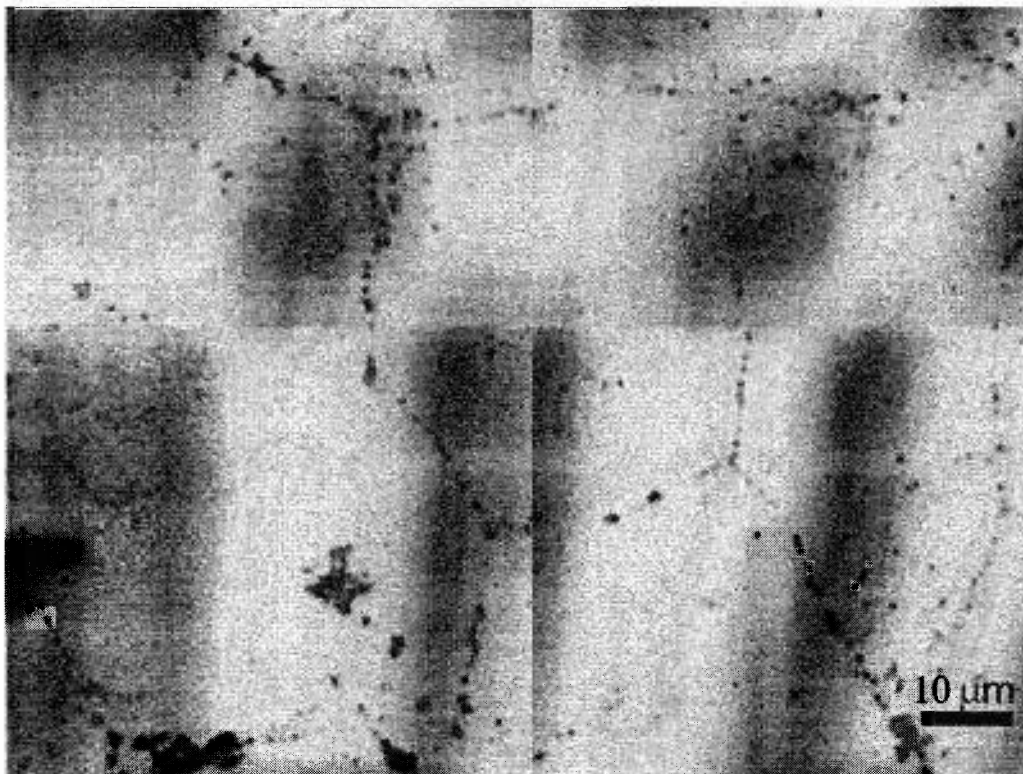


Figura B.15: *Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 400°C.*

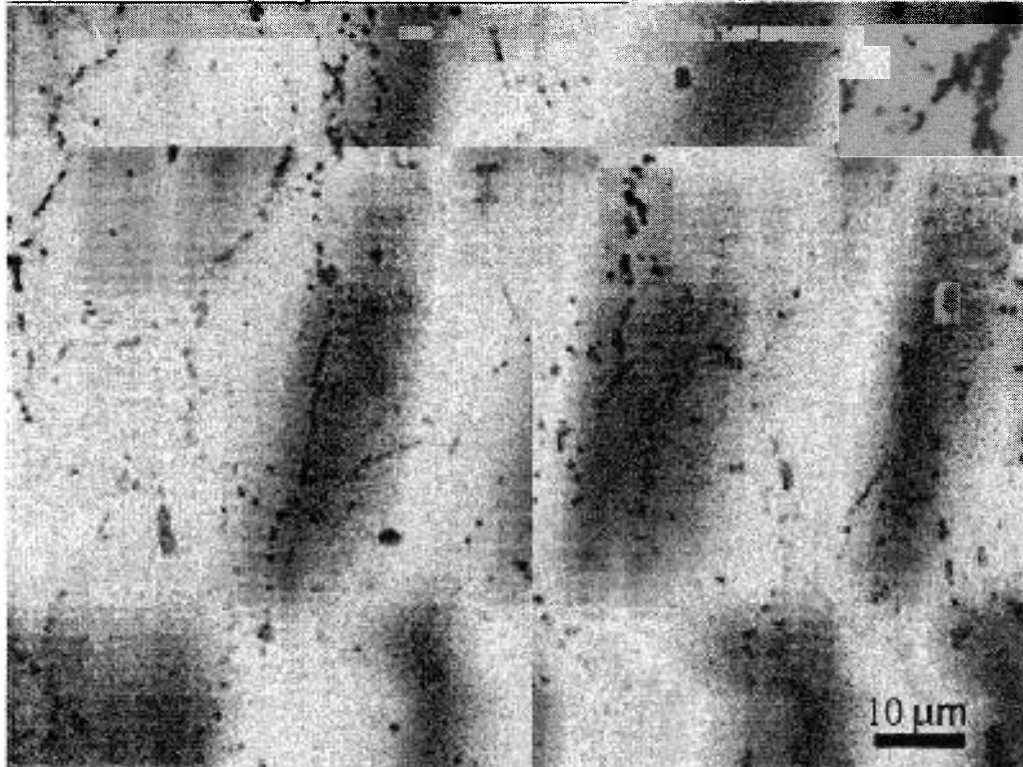


Figura B.16: *Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 400°C.*

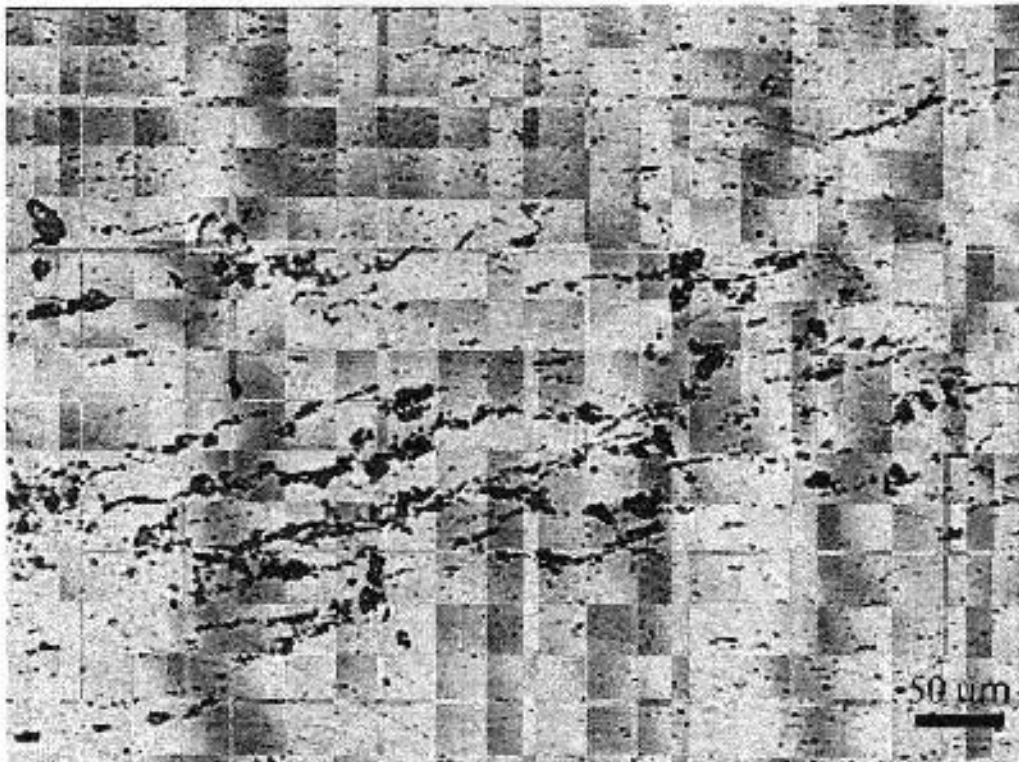


Figura B.17: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 500°C.

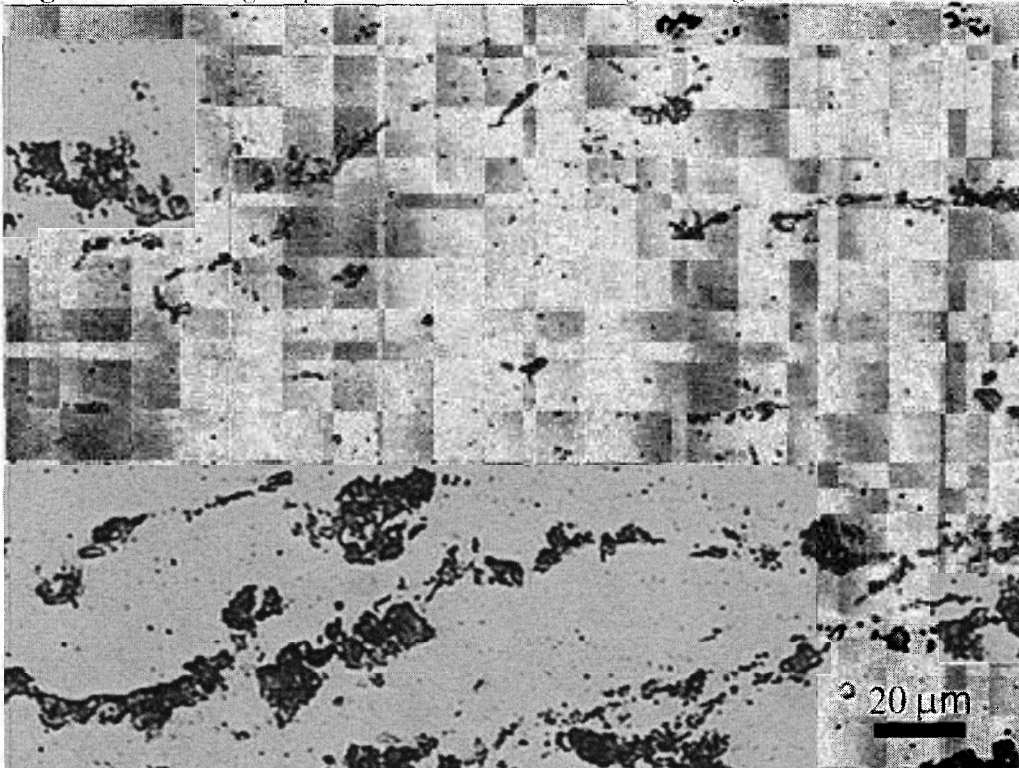


Figura B.18: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 500°C.

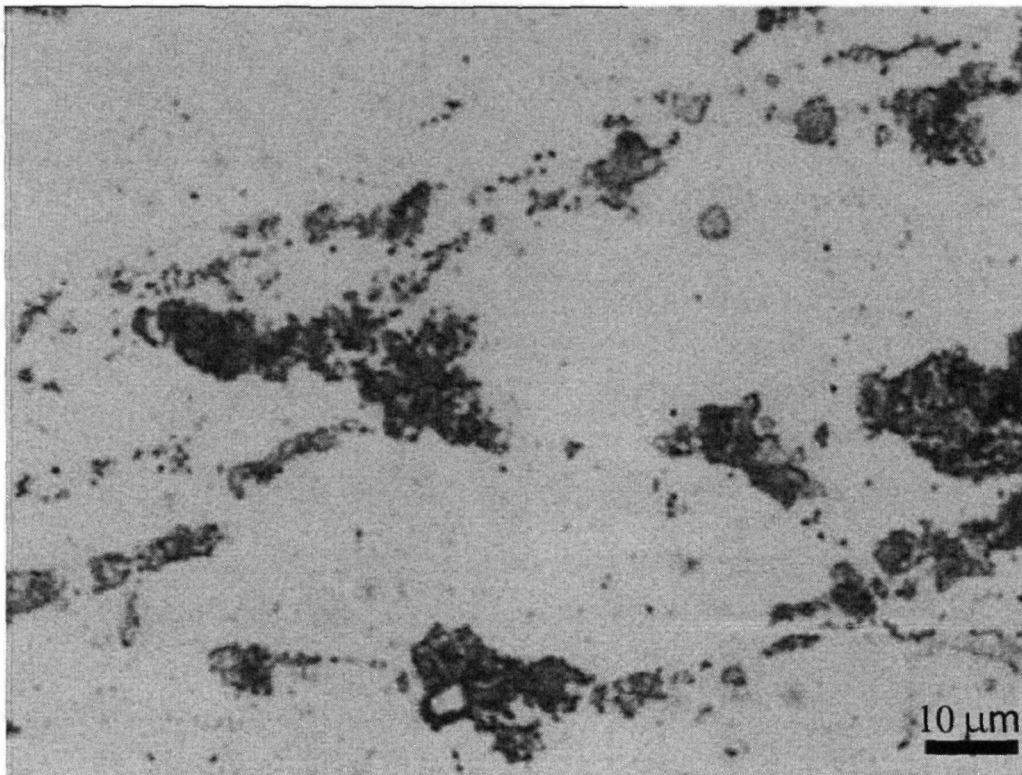


Figura B.19: *Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 500°C.*

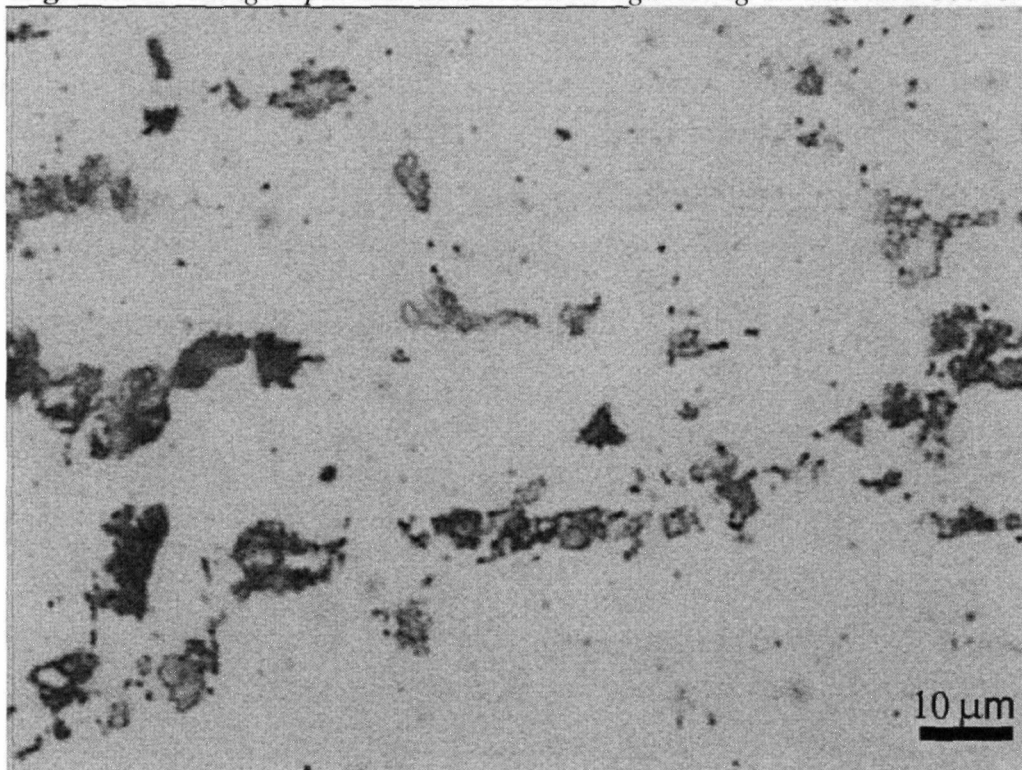


Figura B.20: *Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 500°C.*



Figura B.21: *Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 100°C.*



Figura B.22: *Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 100°C.*

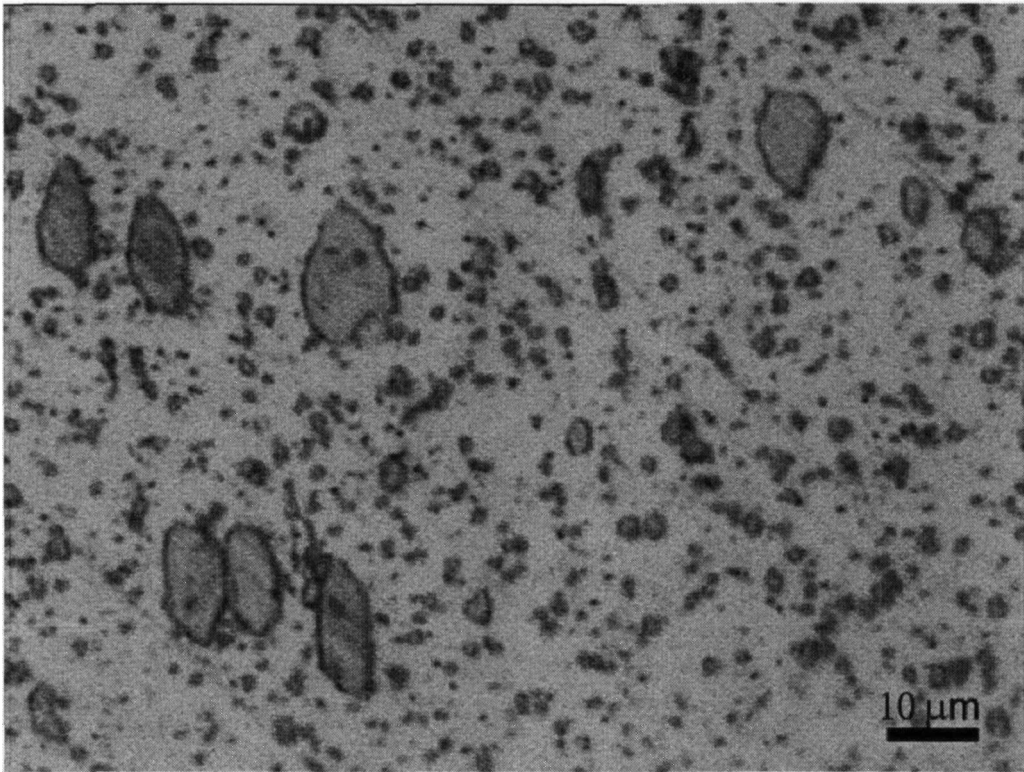


Figura B.23: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 100°C.

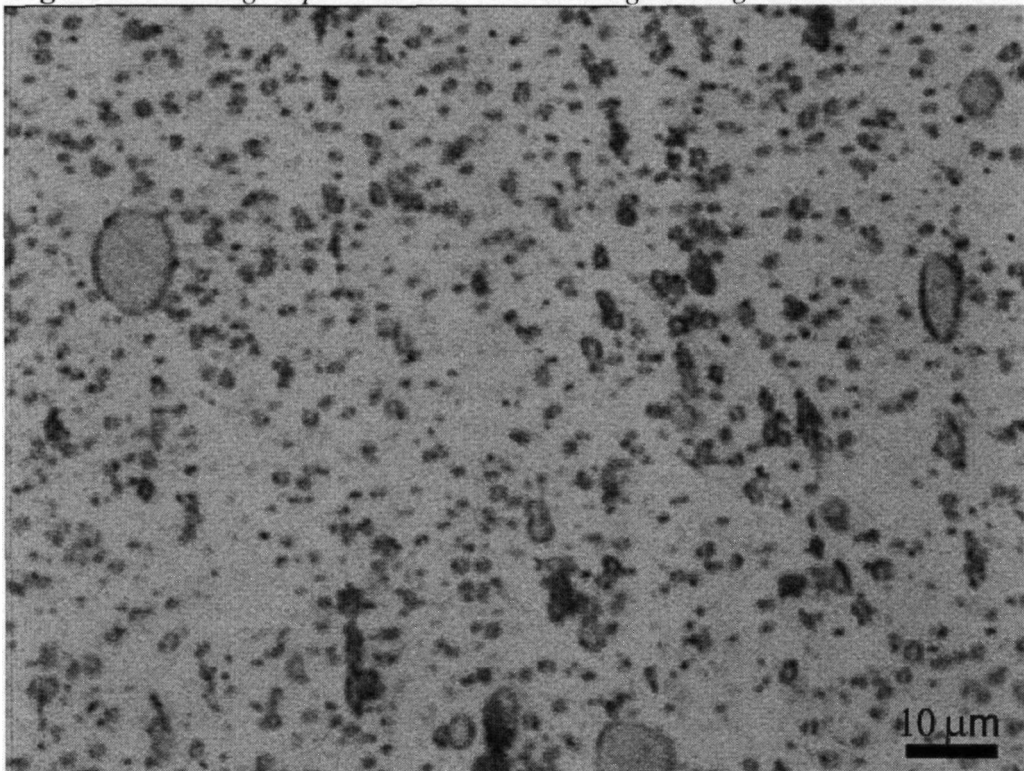


Figura B.24: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 100°C.

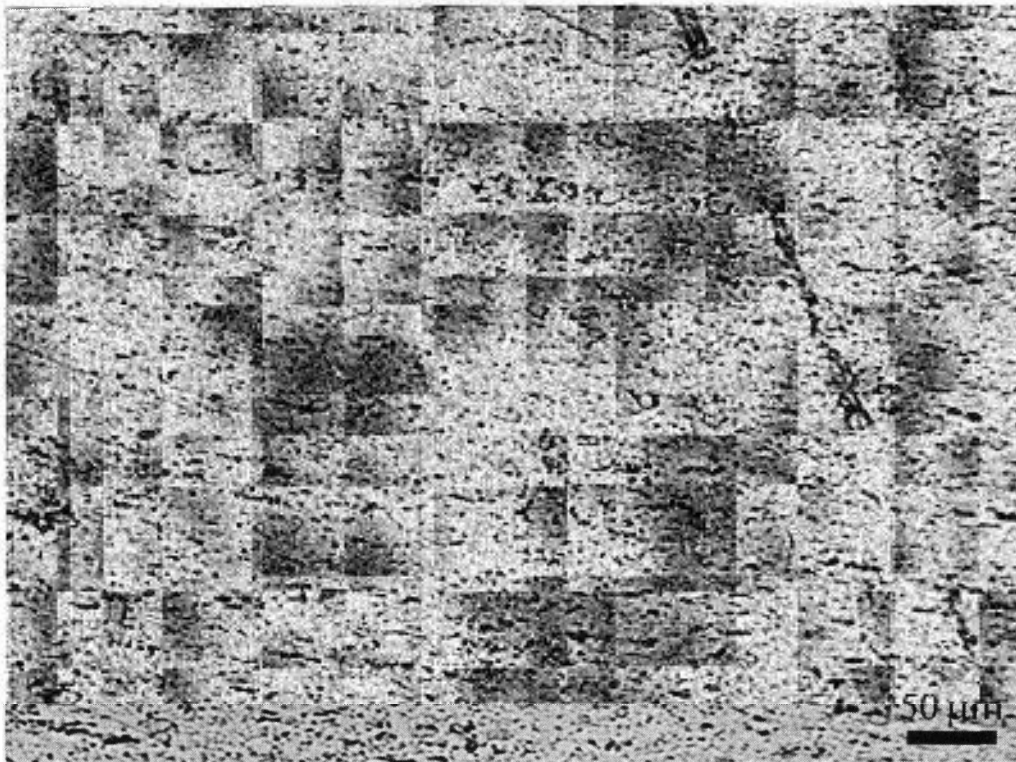


Figura B.25: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 200°C.

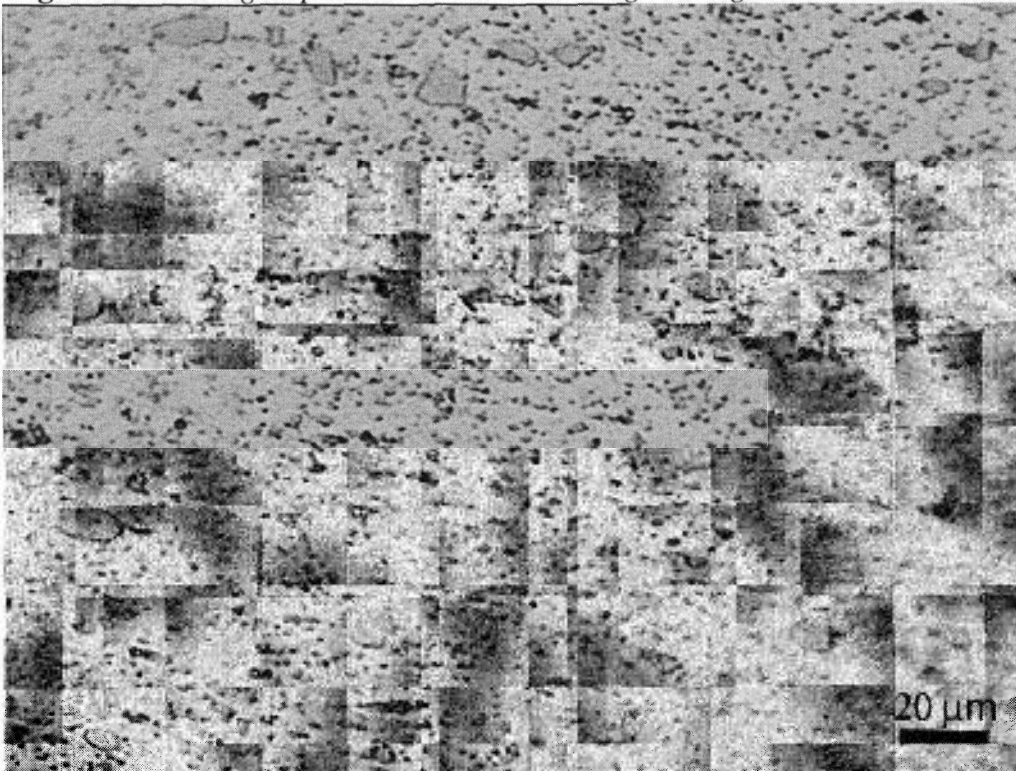


Figura B.26: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 200°C.

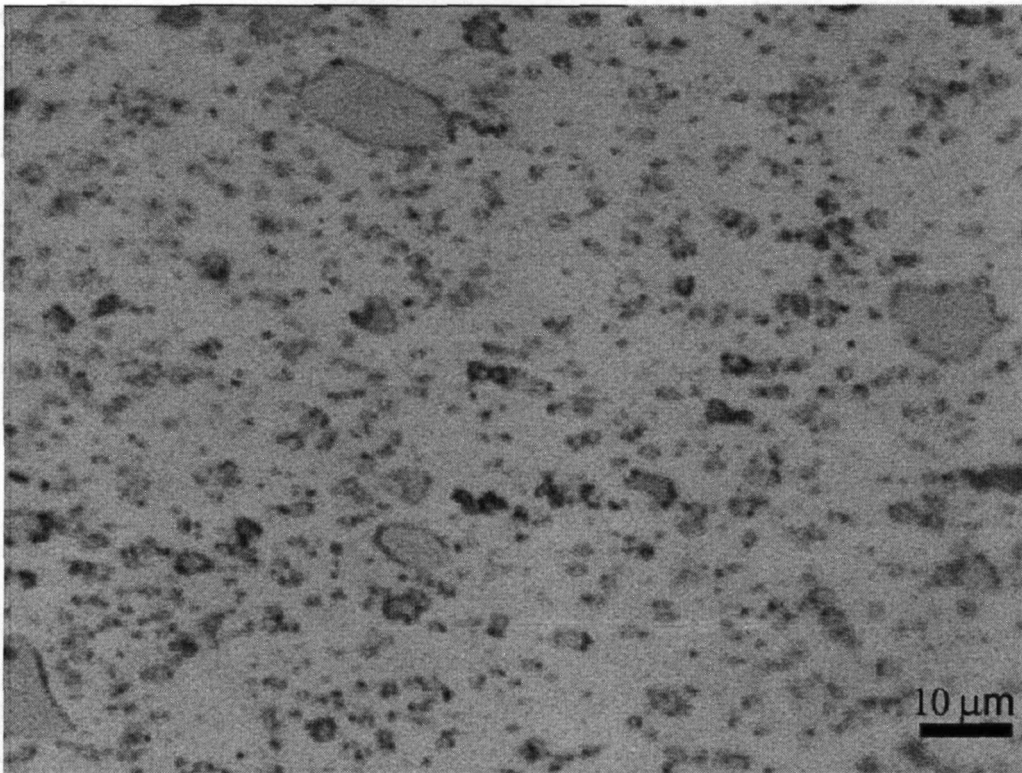


Figura B.27: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 200°C.

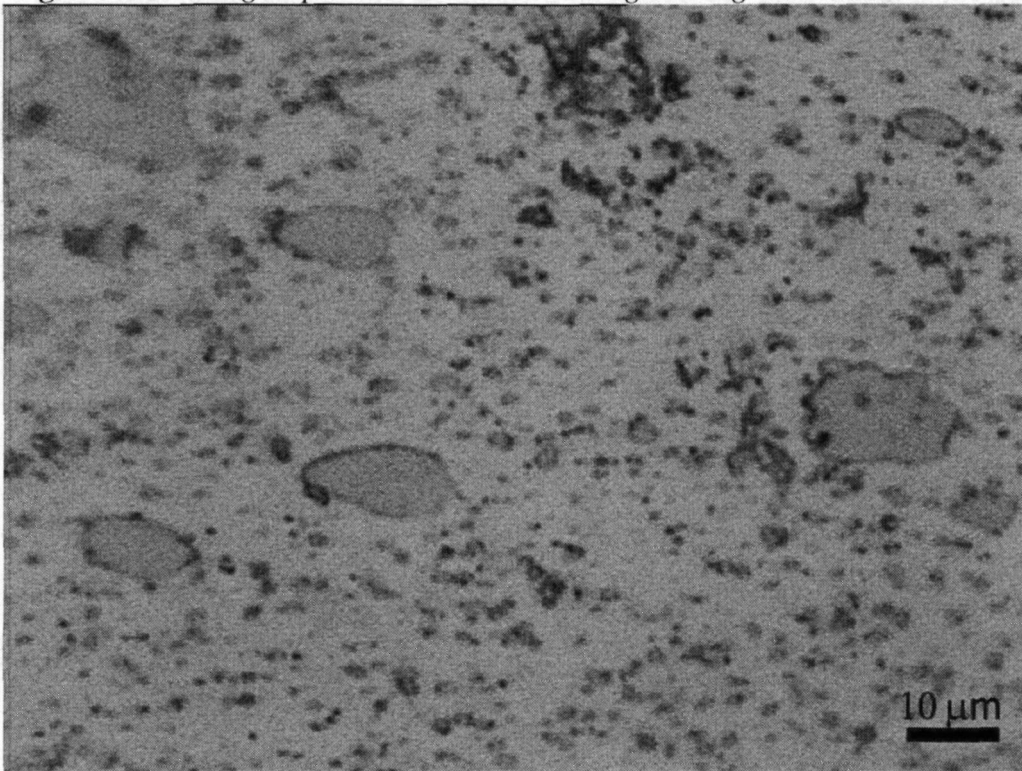


Figura B.28: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 200°C.

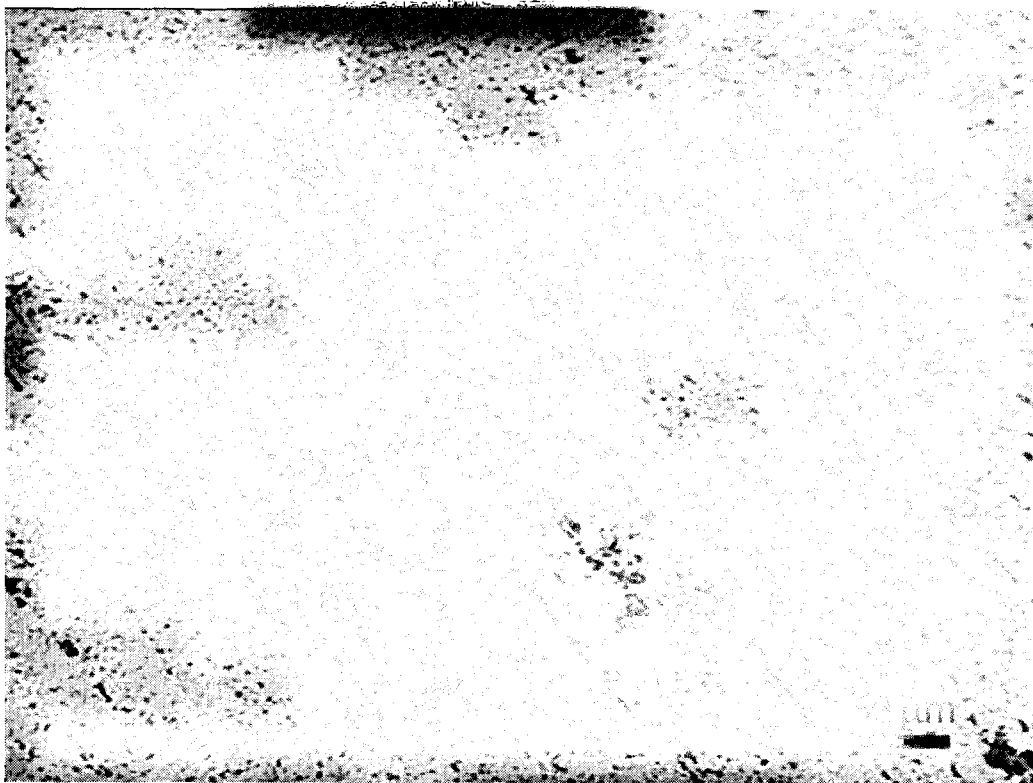


Figura B.29: *Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 300°C.*

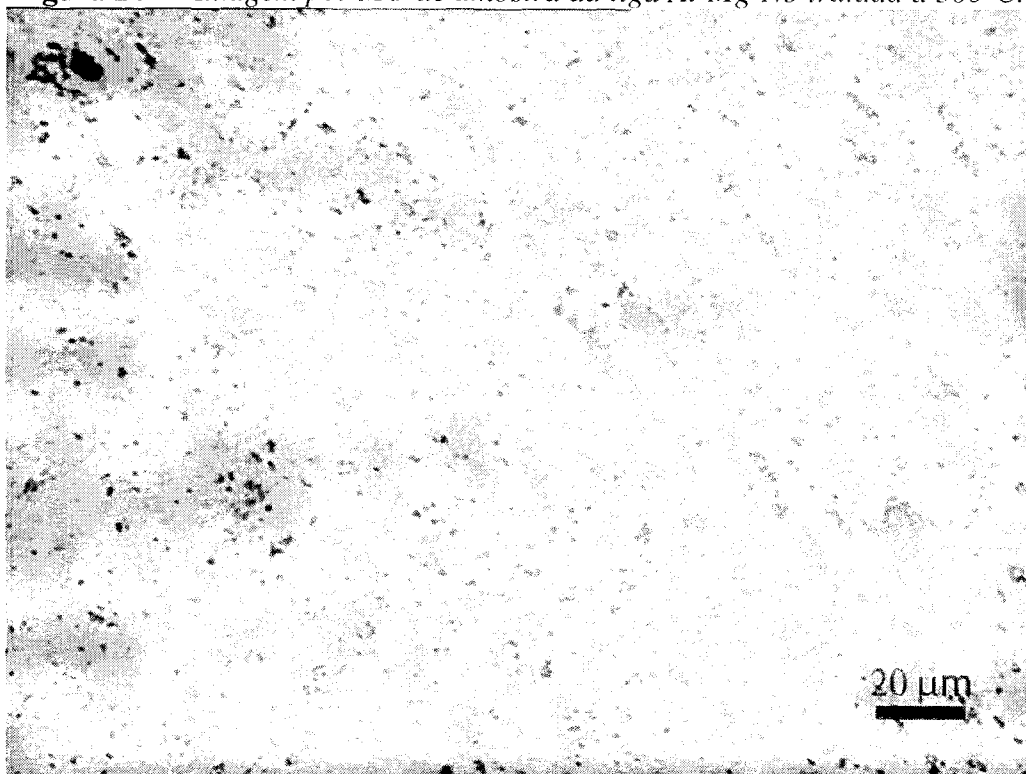


Figura B.30: *Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 300°C.*



Figura B.31: *Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 300°C.*

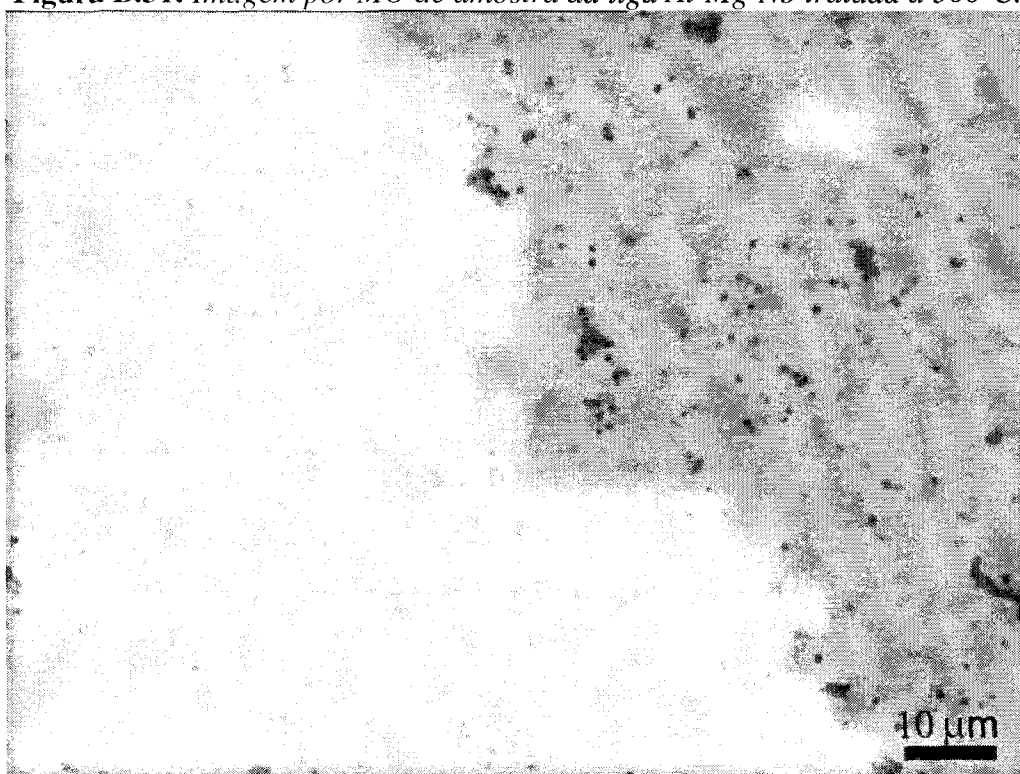


Figura B.32: *Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 300°C.*

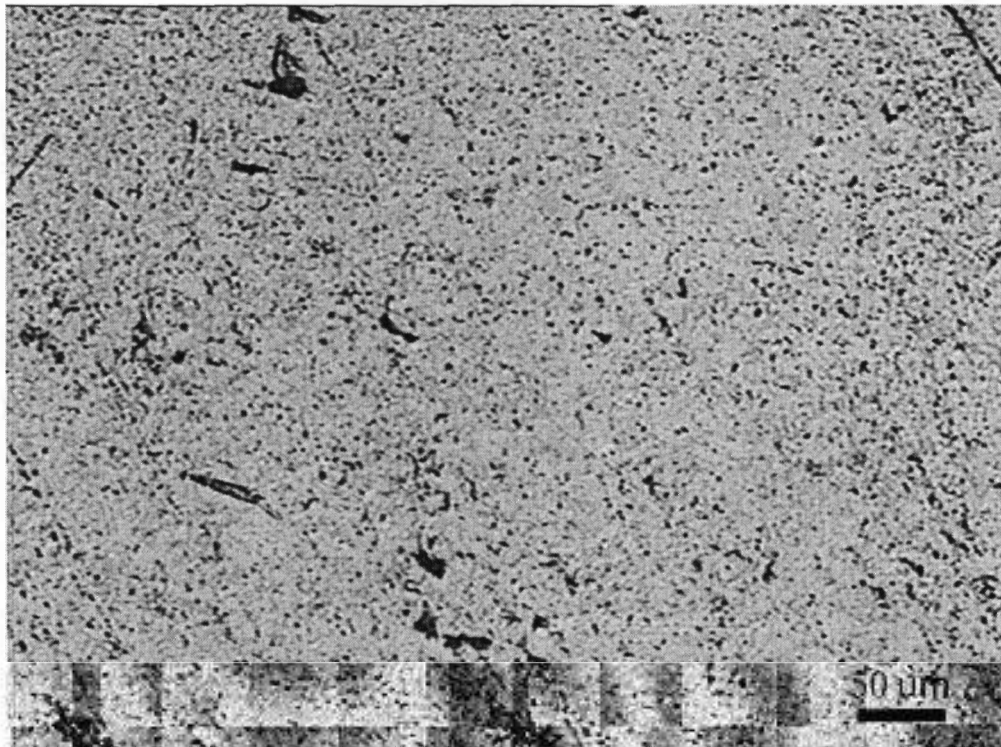


Figura B.33: *Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 400°C.*

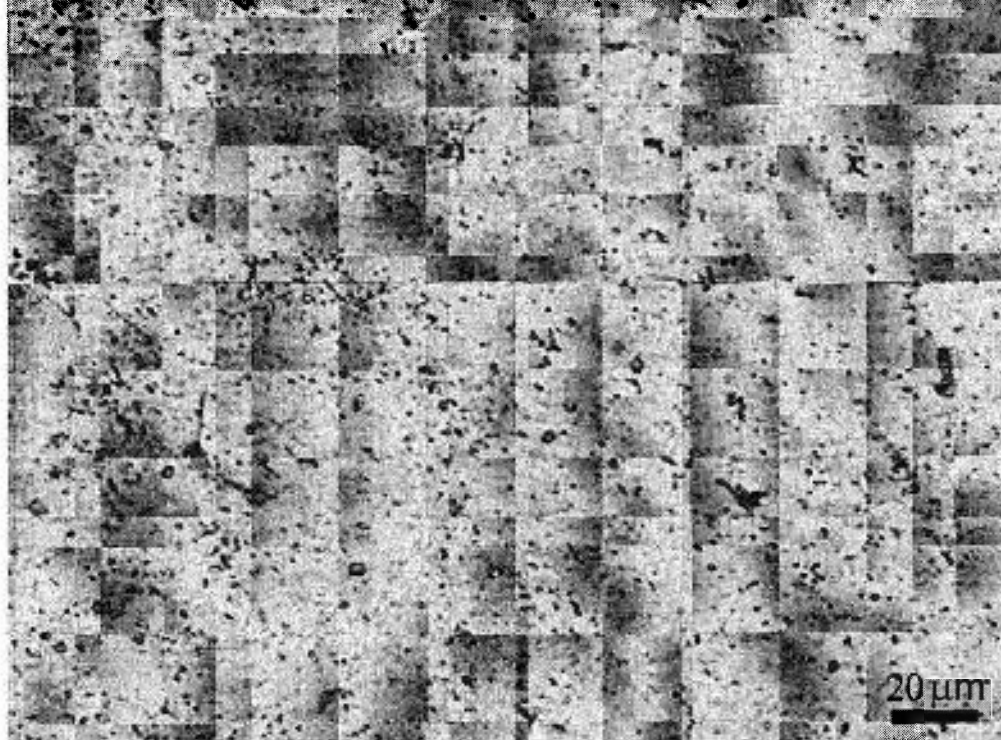


Figura B.34: *Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 400°C.*

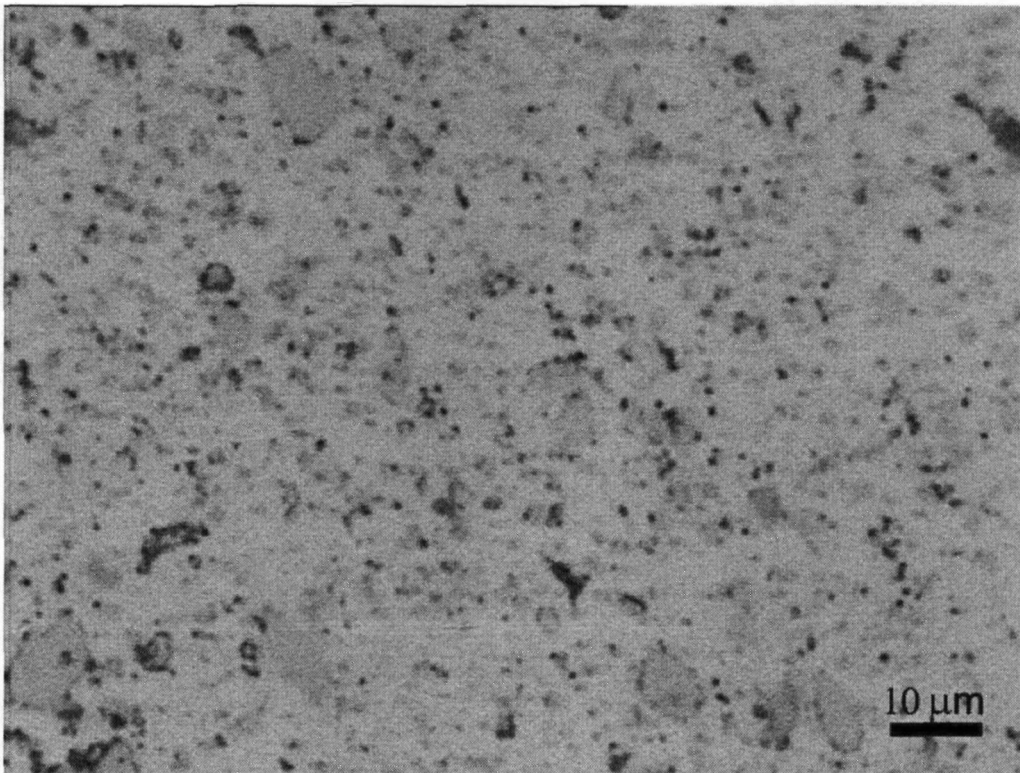


Figura B.35: *Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 400°C.*

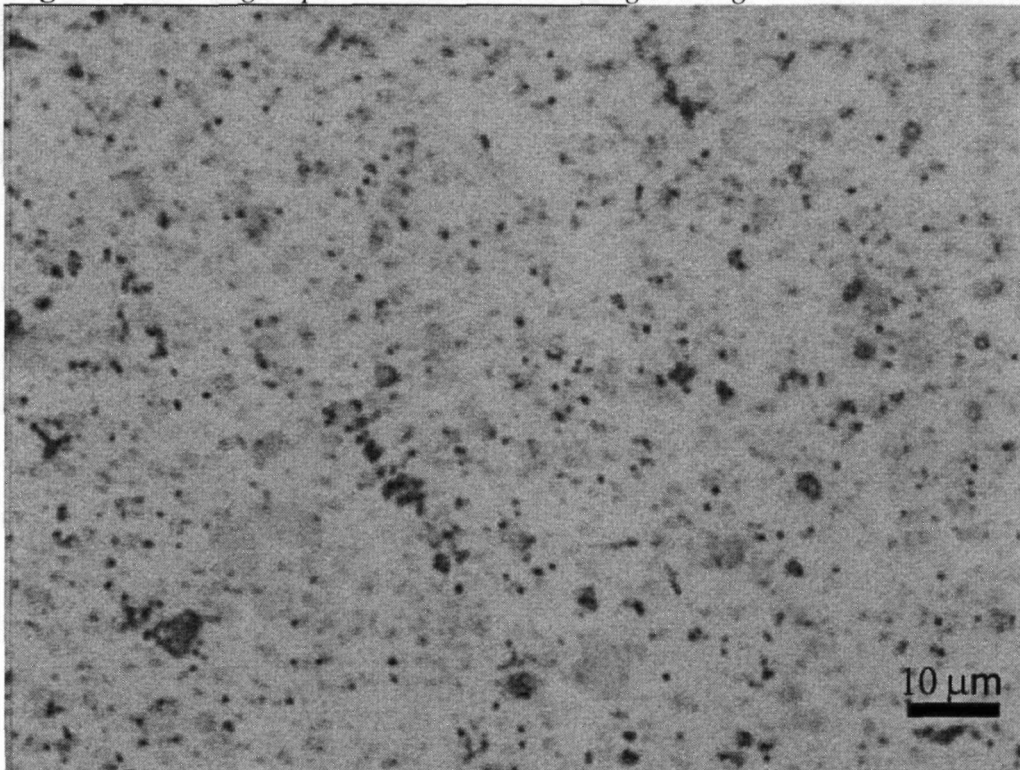


Figura B.36: *Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 400°C.*

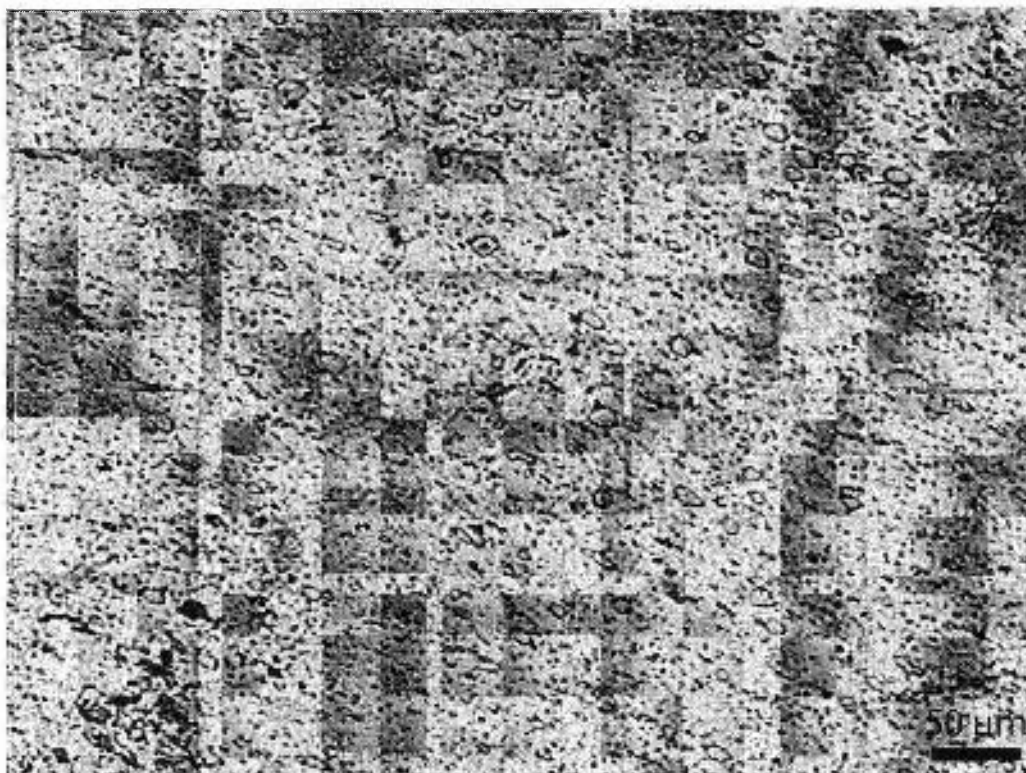


Figura B.37: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 500°C.

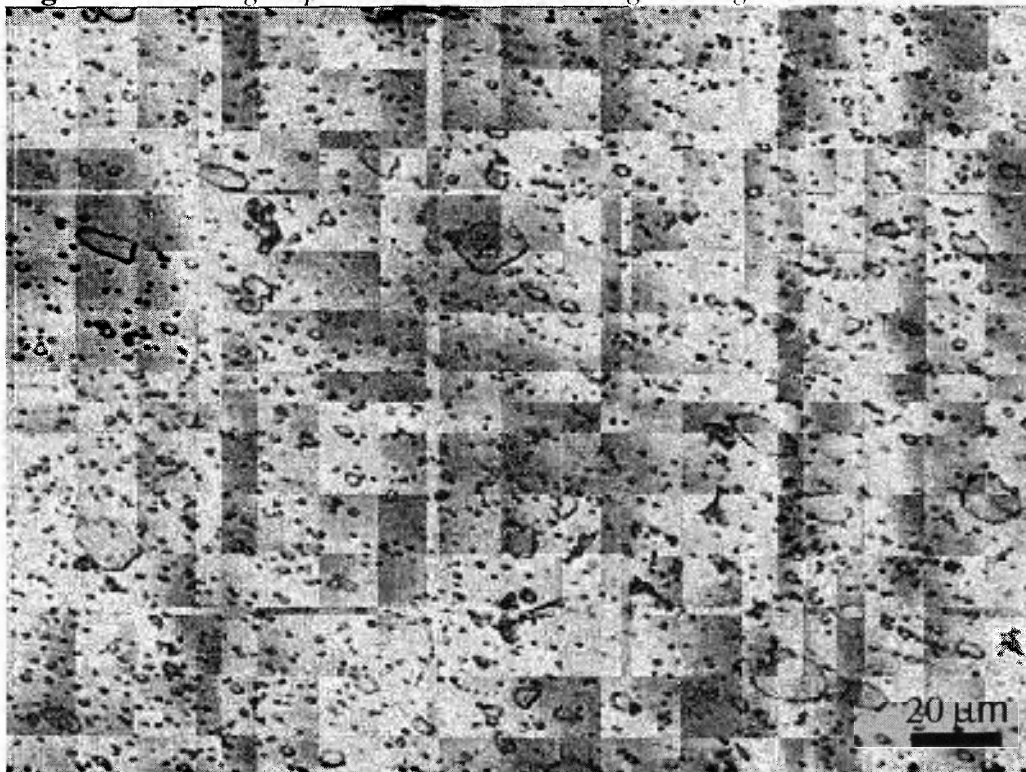


Figura B.38: Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 500°C.

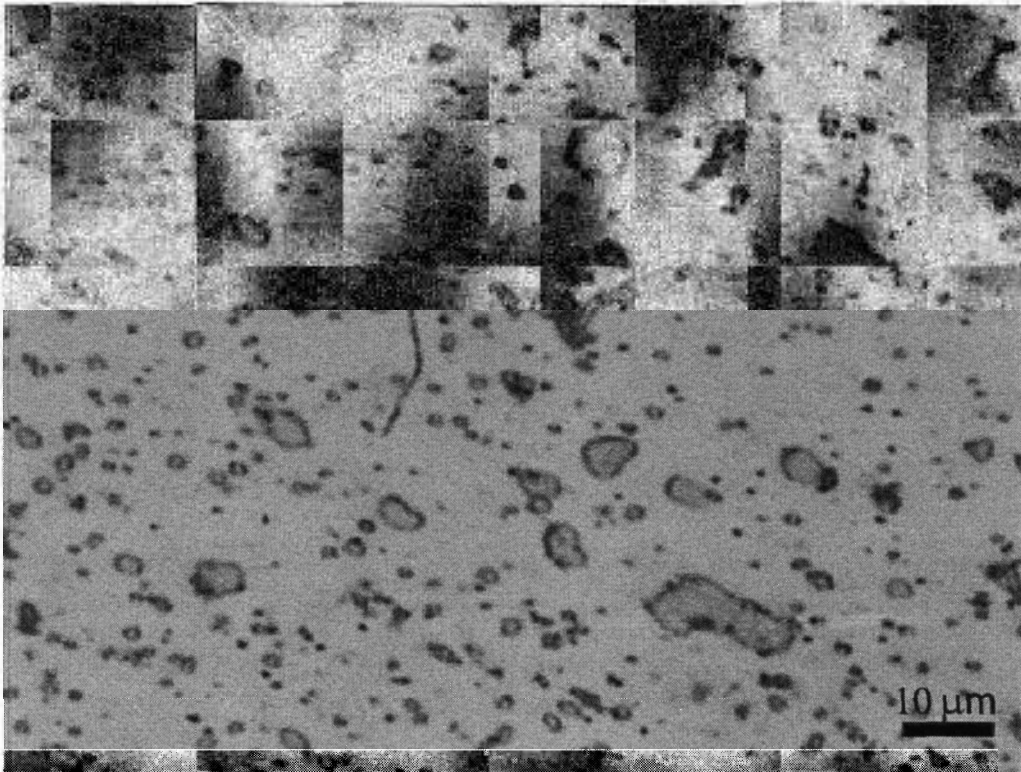


Figura B.39: *Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 500°C.*

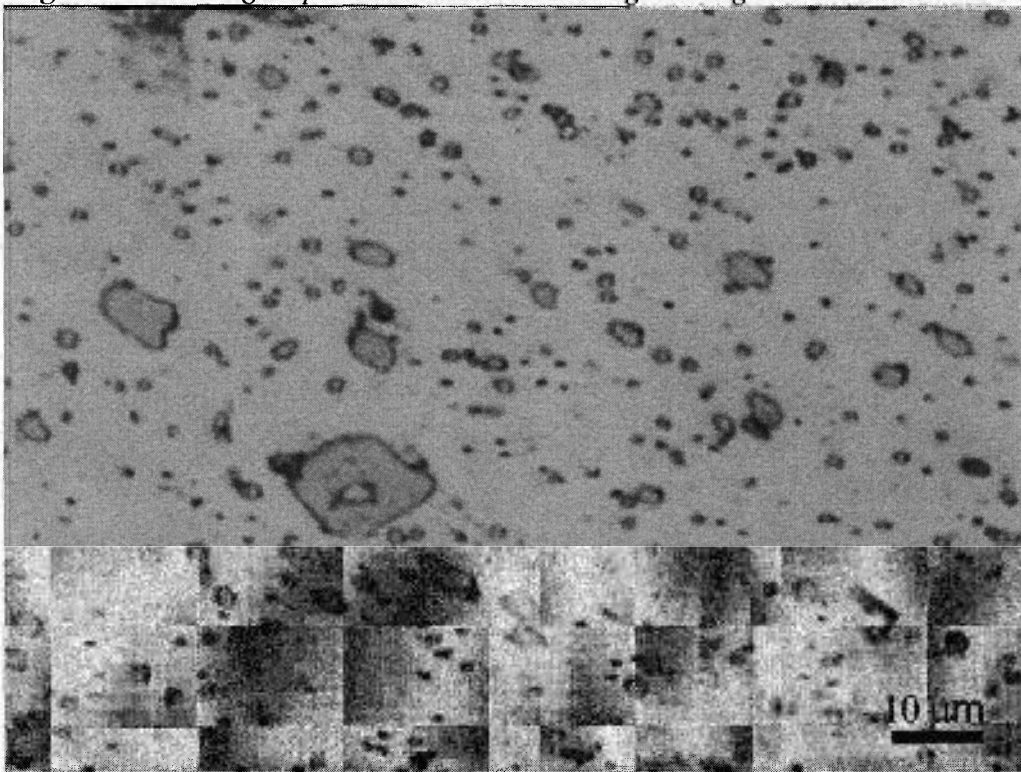


Figura B.40: *Imagem por MO de amostra da liga Al-Mg-Nb tratada a 500°C.*

APÊNDICE C – Seqüência de micrografias obtidas por MEV

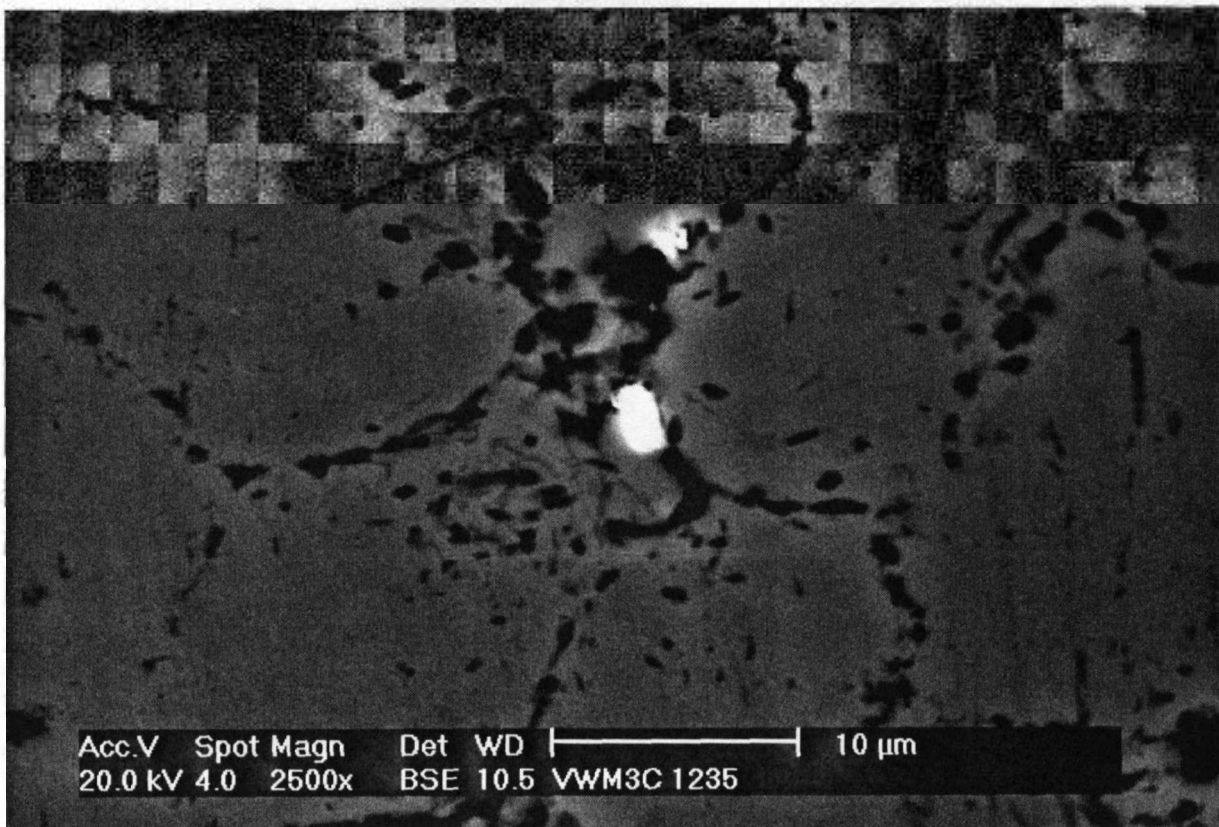


Figura C.1: Imagem por MEV de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 100°C.

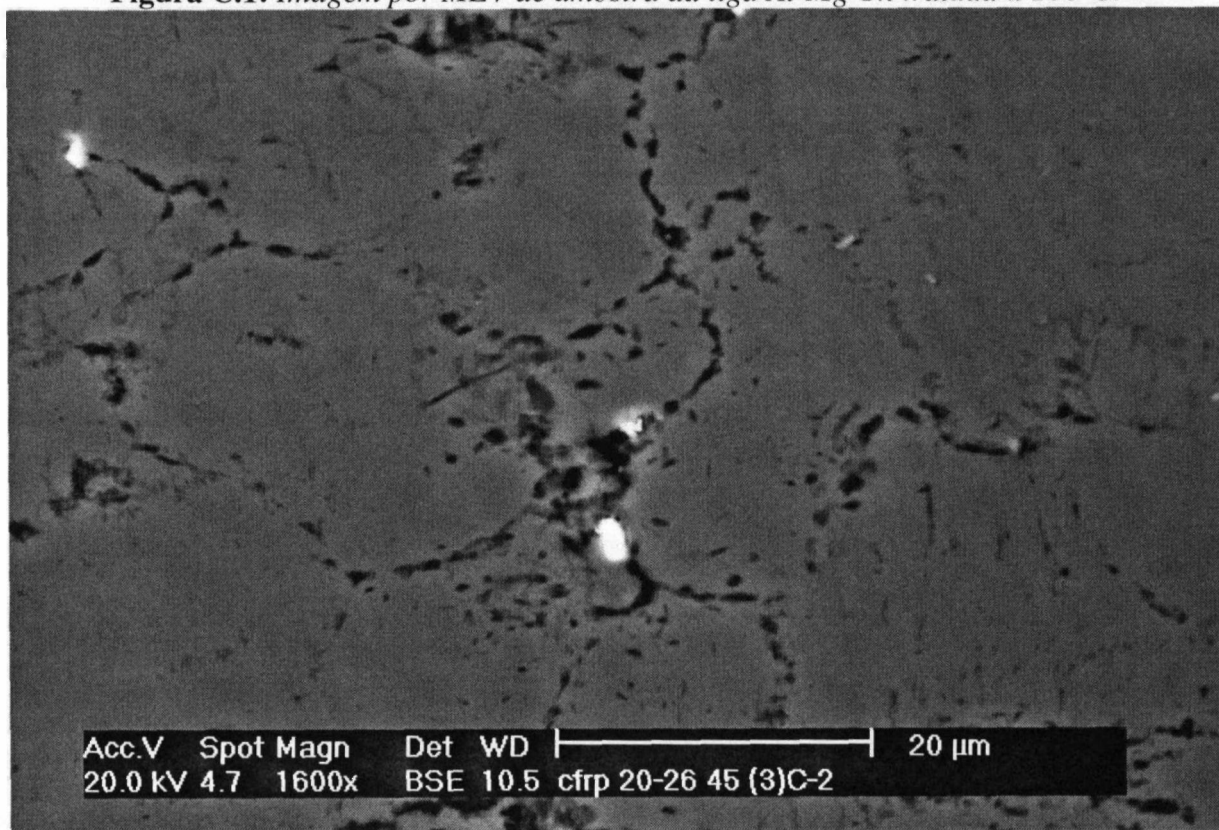


Figura C.2: Imagem por MEV de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 100°C.

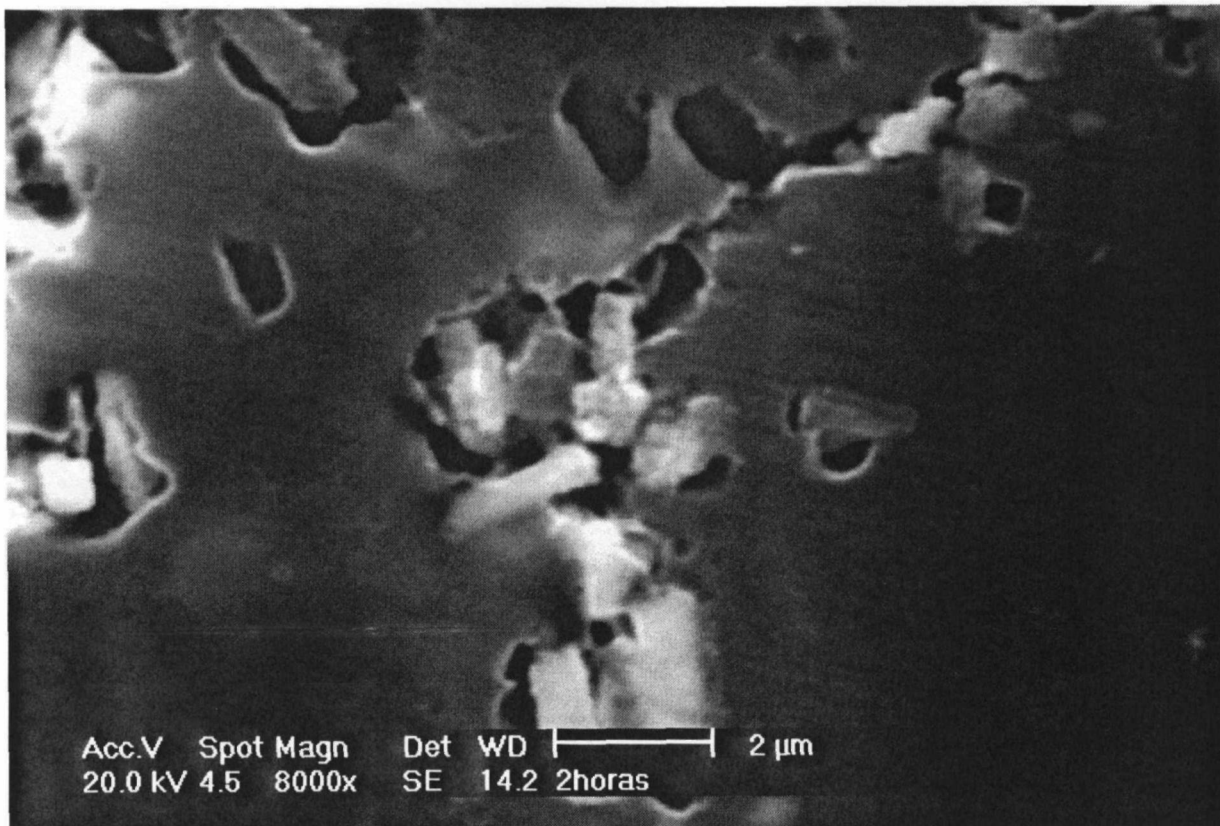


Figura C.3: Imagem por MEV de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 200°C.

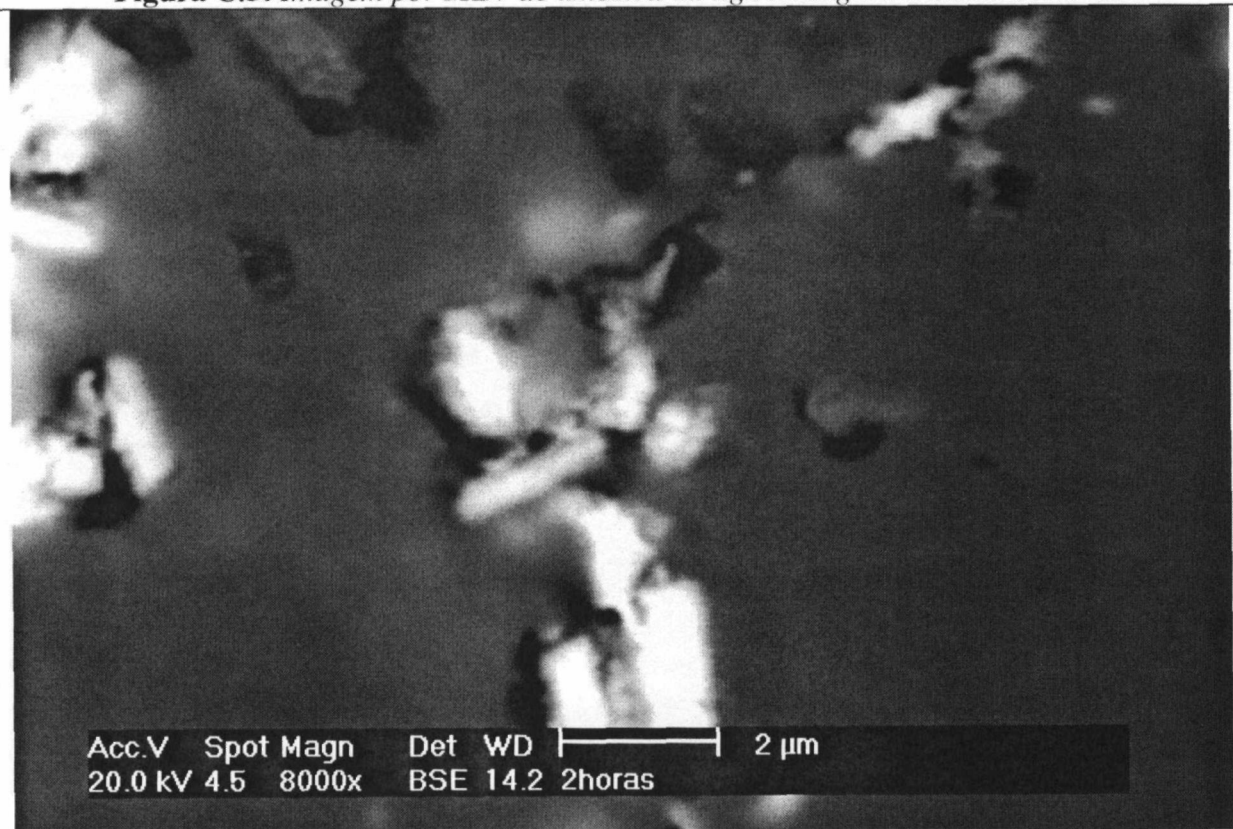


Figura C.4: Imagem por MEV de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 200°C.

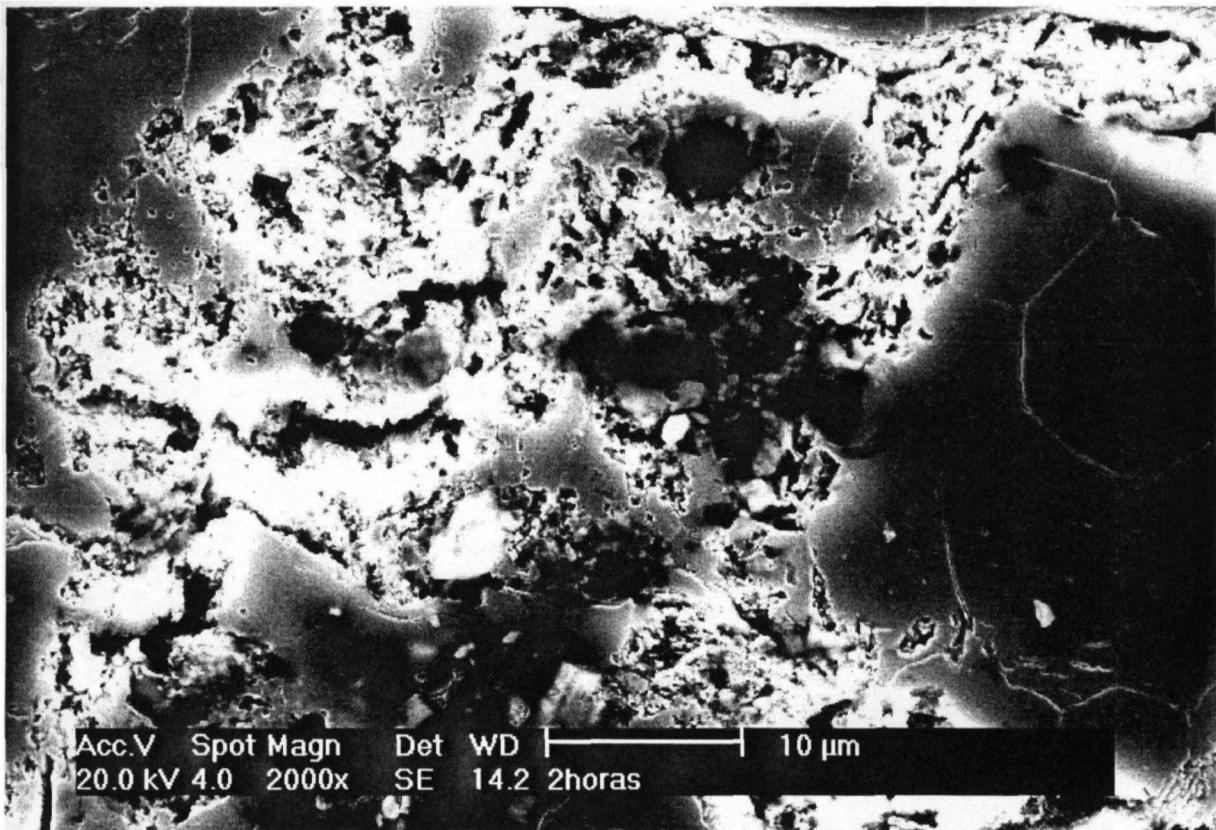


Figura C.5: Imagem por MEV de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 300°C.

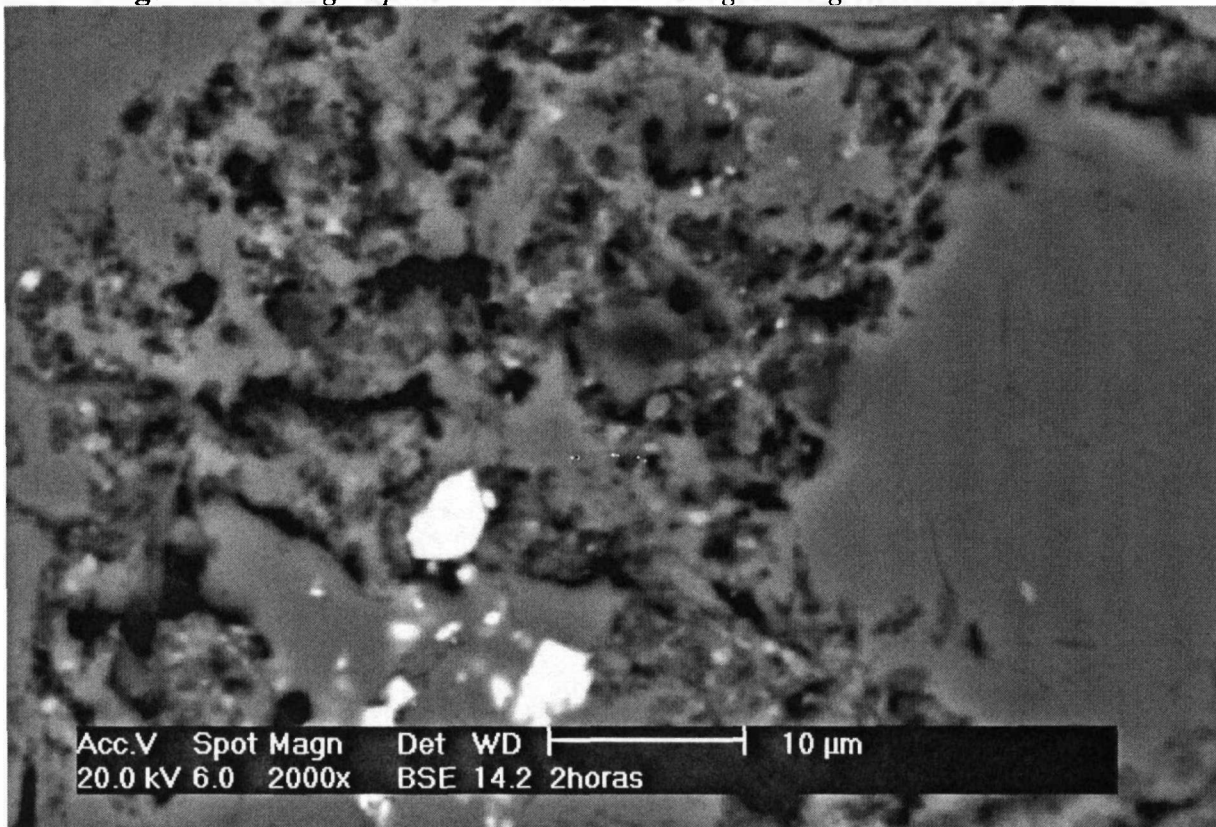


Figura C.6: Imagem por MEV de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 300°C.

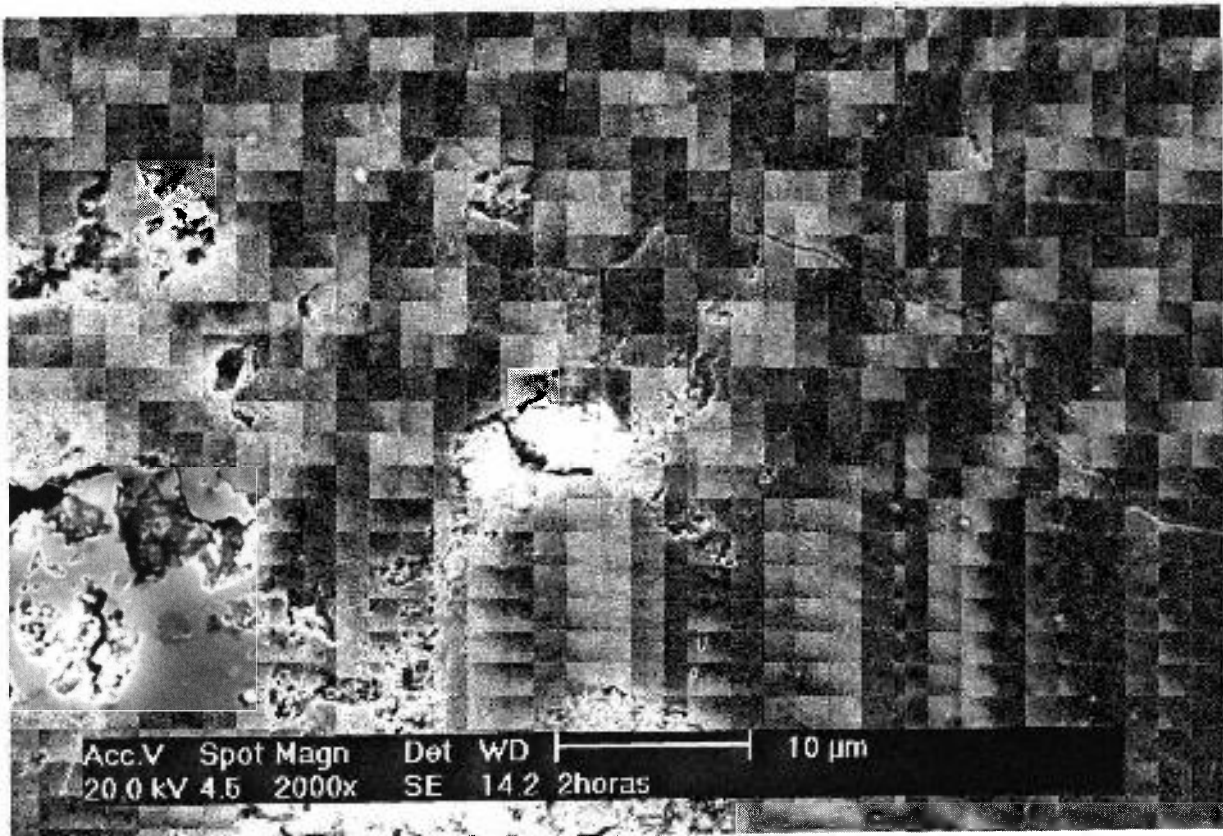


Figura C.7: Imagem por MEV de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 400°C.

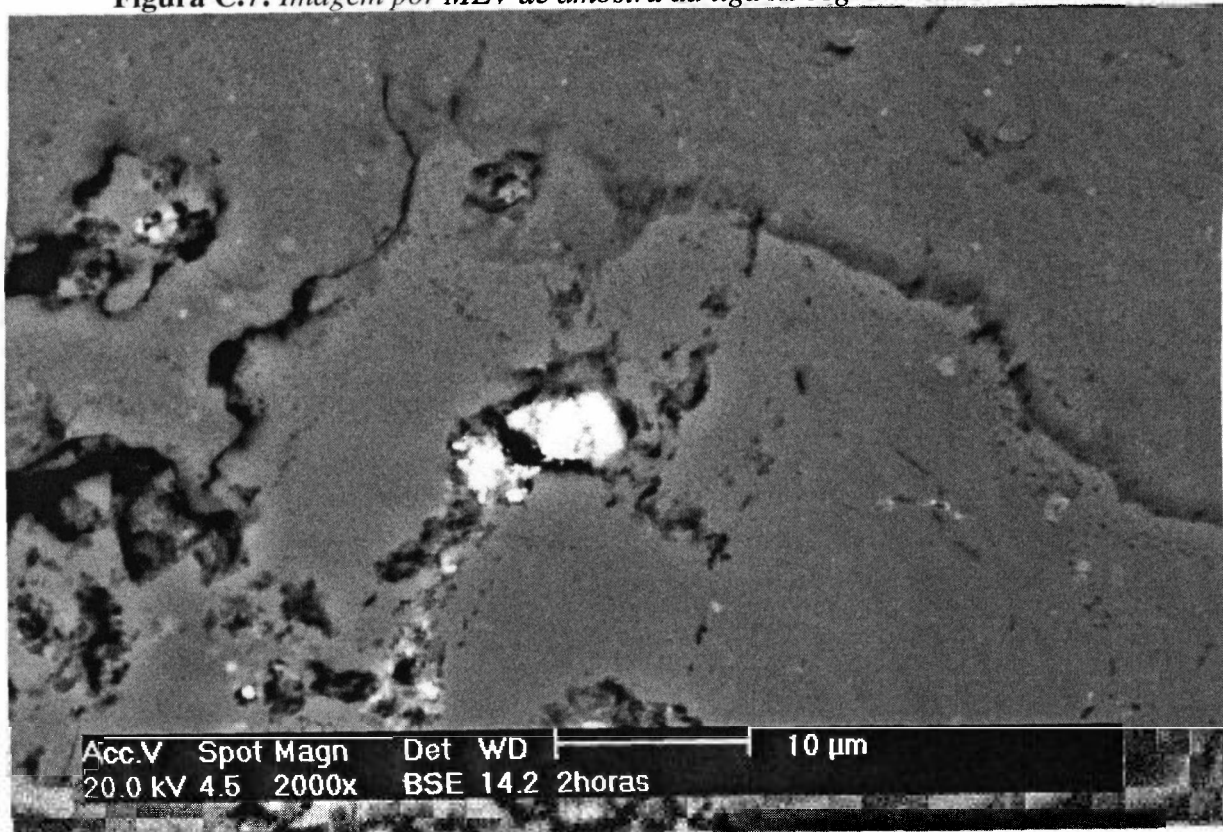


Figura C.8: Imagem por MEV de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 400°C.

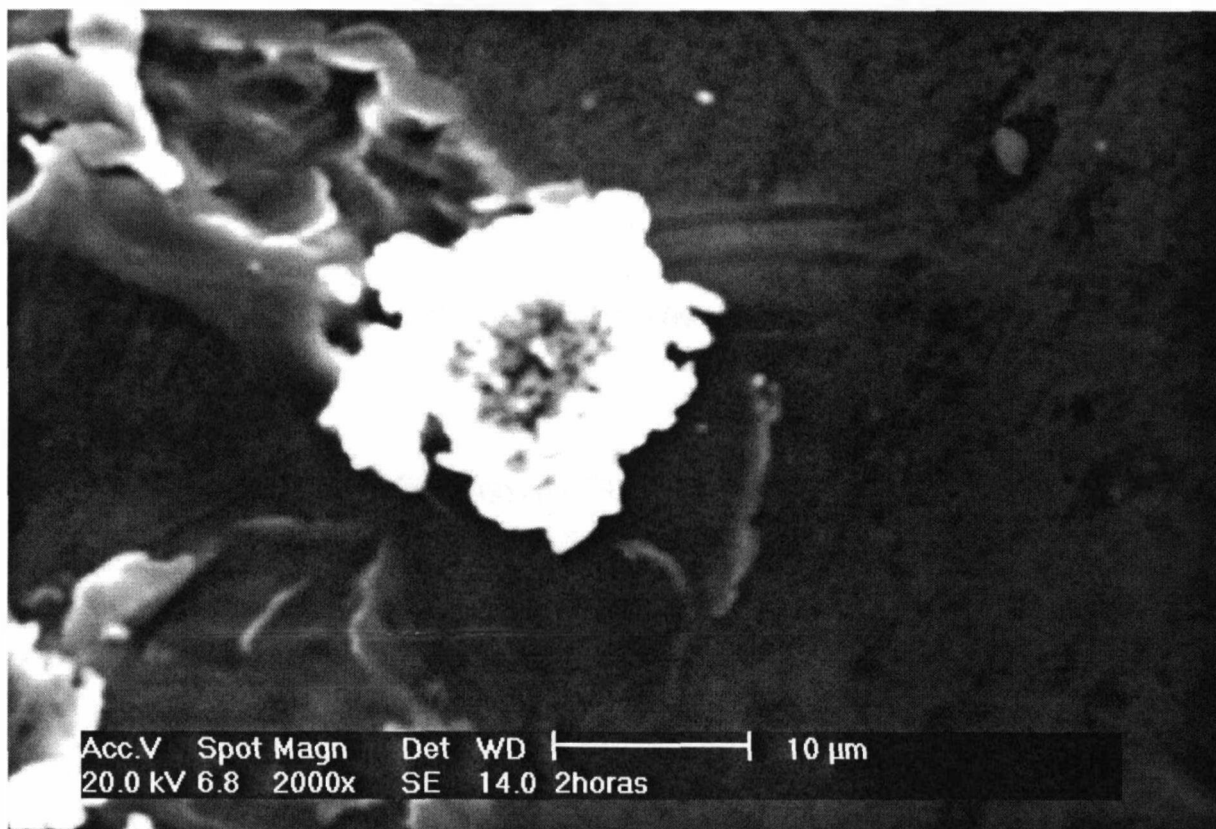


Figura C.9: Imagem por MEV de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 500°C.

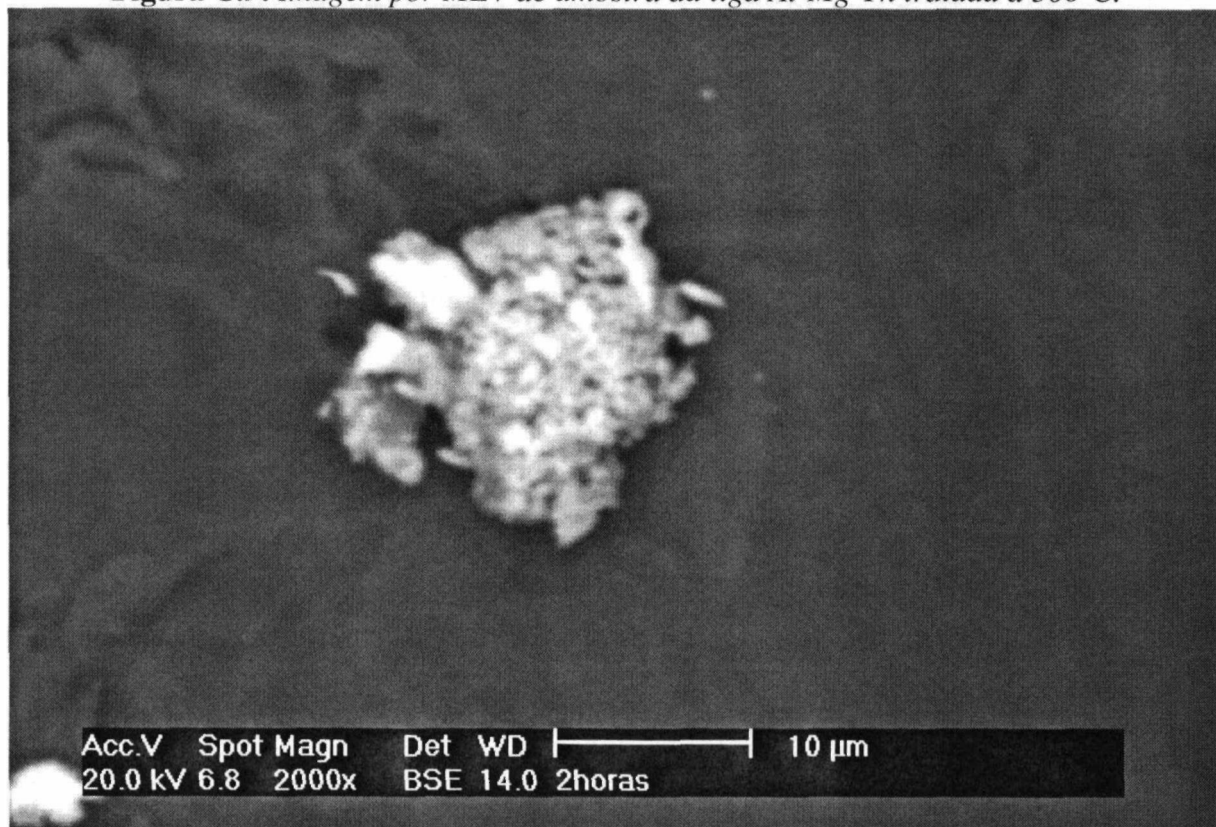


Figura C.10: Imagem por MEV de amostra da liga Al-Mg-Th tratada a 500°C.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ARZAMASOV, B. N. et al., *Materials Science*, cap. 12. Mir Publishers Moscow, Moscow, 1989.
2. Source Book on Powder Metallurgy, pp. 74-78, ASM, 1979.
3. SISTIAGA, J. M., *Aleaciones de Aluminio y de Magnésio*, cap. II-III, Ed. Montecorvo, Madrid, 1963.
4. SMITH, W. F., *Principles of Materials Science and Engineering*, McGraw Hill, New York, 1996.
5. HATCH, J. E., *Aluminium Properties and Physical Metallurgy*, ASM, USA, 1984.
6. MCNELLEY, T.R., CROOKS, R., KALU, P.N., ROGERS, S.A., Precipitation and Recrystallization During Processing of a Superplastic Al-10Mg-0.1Zr Alloy. *Materials Science and Engineering*, A166, pp. 135-143, USA, 1993.
7. WU, Y.; DEL CASTILLO, L.; LAVERNIA, E.J., Superplasticity of 5083 Alloys Produced by Spray Deposition. *Scripta Materialia* vol.34 n.8, pp.1243-1249, 1996.
8. WANG, J.; IWAHASHI, Y.; HORITA, Z., FURUKAWA, M., NEMOTO, M., VALIEV, R.Z., LANGDON, T.G., An investigation of microstructural stability in an Al-Mg alloy with submicrometer grain size. *Acta Mater.* Vol.44. n.7. pp. 2973-2982, 1996.
9. CAHN, R.W., *Recrystallization, Grain Growth and Textures*, Ed. H. Margolin, ASM, Metals Park, Ohio, 1966.
10. MASSALSKI, T. B., *Binary Alloys Phase Diagrams*, ASM, USA, 1990.

11. BOURNAME, M.; NEDJAR, M.; SIRENKO, A.F.; Precipitation in solid solutions of Al-Mg. *Scripta Materialia*, vol. 40, n.3, pp. 375-382, 1999.
12. HUMPHRYS, F.J.; HATERLY, M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Elsevier, 1996.
13. GIL SEVILLANO, J.; VAN HOUTE, P.; AERNOUDT. *Progr. Mater. Science*, 25, 69 (1980).
14. ASHBY, M. F. *Phil. Mag.* 21,0399 (1970).
15. McELROY, R. J.; SZKOPIAK, Z. C. *Int. Met. Reviews* 17, 175 (1972).
16. READ, W. T.; SHOCKLEY, W. *Phys. Rev.* 78, 275 (1950).
17. GOODHEW, P. J. *Grain Boundary Structure and Kinetics*, ed. Balluffi, ASM, 1980.
18. SMITH, C. S. *Trans. Metall. Soc. AIME*, 175, 15 (1948).
19. NES, E.; RYUM, N.; HUNDERI, O. *Acta Metall.* 33, 11 (1985).
20. DOHERTY, R.D. *Metal Scr.* 16, 1 (1982).
21. HAASEN, P. *Physical Metallurgy*, Cambridge University Press, 1996.
22. REED-HILL, R. E. *Principios de Metalurgia Física*, ed. Guanabara Dois, 1982.
23. SEEGER, A.; SCHOECK, G. *Acta Met.* 1, 519 (1953).
24. SUN, R. C.; BAUER, C. L. *Acta Metall.* 18, 639 (1970).
25. VIWANATHAN, R.; BAUER, C. L. *Acta Metall.* 21, 1099 (1973).

26. ØRSUND, R.; NES, E. *Scripta Metall.* 23, 1187 (1989).
27. DIMITROV, O. *Recrystallization of Metallic Materials*, ed. Haessner, 1978.
28. CAHN, J. W. *Acta Metall.* 10, 789 (1962).
29. LÜCKE, K.; STÜWE, H. P. *Recovery and Recrystallization in Metals*, ed. L. Himmel, 1962.
30. WATT, I. M.; *The principles and practice of electron microscopy*, Cambridge University Press, UK, 1997.
31. FLEWITT, P.E.J., WILD, R.K.; *Physical methods for materials characterisation*, Institute of Physics Publishing, 1994.
32. PADILHA, A.F. *Competição entre recuperação e recristalização em uma liga de alumínio contendo dispersão de precipitados*. Dissertação de Mestrado, Escola Politécnica, USP, 1977.
33. LISERRE JR., G. *Evolução microestrutural no processamento termomecânico de alumínio de pureza comercial. Uma avaliação quantitativa*. Dissertação de Mestrado, Escola Politécnica, USP, 1999.
34. HARDING, J.W.; SNEDDON, I.N. The elastic stresses produced by the indentation of the plane surface of a semi-infinite elastic solid by a rigid punch. *In: Proc. Cambridge Philos. Soc.*, v. 41, p. 16-26, 1945.
35. SNEDDON, I.N. The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq' problem for a punch of arbitrary profile. *International Journal of Science Engineering*, v. 3, p. 47-57, 1965.

36. PHARR, G.M.; OLIVER, W.C.; BROTZEN, F.R. On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation. *Journal of Materials Research*, v. 7, n. 3, p. 613-617, 1992.
37. SEITZMAN, L.E. Mechanical properties from instrumented indentation: uncertainties due to tip-shape correction. *Journal of Materials Research*, v. 13, n. 10, p. 2936-2944, 1998.
38. GIANNAKOPOULOS, E.A.; LARSSON, P-L. Analysis of pyramid indentation of pressure-sensitive hard metals and ceramics. *Mechanics of Materials*, v. 25, p. 1-35, 1997.
39. BUSO, S. J. *Estudos do efeito da composição química e da conformação mecânica na cinética de recristalização de ligas Al-Mg-Zr*. Tese de doutorado apresentada ao IPEN – USP – 2004.
40. COELHO, R. E. *Obtenção de ligas Al-Fe-X-Si (X=V ou Nb) por moagem de alta energia e extrusão a quente*. Tese de doutorado apresentada ao IPEN – USP – 2001.
41. Meaden, G. T., *Electrical resistance of metals*”, Pkenum Pres, N. York, 1965.
42. SCHOENITZ, M.; DREIZIN, E., Structure and properties of Al-Mg mechanical alloys. *J. Mater. Res.* Vol. 18, pp 1827-1936, 2003.
43. VERLINDEN, B., Influence of dispersoids size and distribution on recrystallization kinetic of an AA1050 aluminium alloy, *Proceedings of First Joint International Conference*, pp1249-1254, Verlag, 2001.
44. WATSON, R. E., *Transition-metal aluminide formation: The 4d aluminides* , PHYSICAL REVIEW B, VOLUME 65, 014103, 2001.