



AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

**ESTUDOS DO EFEITO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA E DA
CONFORMAÇÃO MECÂNICA NA CINÉTICA DE
RECRISTALIZAÇÃO DE LIGAS Al-Mg-Zr**

SIDNEI JOSÉ BUSO

**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
2004**

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES

Autarquia associada à Universidade de São Paulo

“ESTUDOS DO EFEITO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA E DA CONFORMAÇÃO MECÂNICA NA CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO DE LIGAS Al-Mg-Zr”

SIDNEI JOSÉ BUSO



**Tese apresentada como um dos
requisitos para obtenção do grau de
Doutor em Ciências na área de
Tecnologia Nuclear – Materiais**

Orientador:

Dr. Waldemar Alfredo Monteiro

São Paulo

2004

**À minha esposa Jacqueline
por toda sua dedicação a mim
durante estes anos de estudo.**

AGRADECIMENTOS

- Ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares pela oportunidade para a realização deste trabalho.
- Ao Instituto de Química da Universidade de São Paulo e a Universidade de Mogi das Cruzes, pelos equipamentos utilizados sem os quais este trabalho não seria possível.
- Ao Dr. Waldemar Alfredo Monteiro pela orientação, amizade, incentivo e empenho que, com equilíbrio e sobriedade, soube nortear o trabalho nos momentos difíceis.
- Ao Dr. João Vicente Zampieron pela amizade, incentivo e colaboração durante o decorrer deste trabalho.
- Ao Dr. Jan Vataavuk pela amizade, colaboração pelas valiosas sugestões durante o decorrer deste trabalho.
- Ao amigo M.Sc. Américo de Almeida Filho, pelas horas empenhadas no desenvolvimento deste trabalho e em minha reabilitação.
- Ao Sr. Nildemar A. M. Ferreira do CCTM/IPEN pela colaboração na realização da fase experimental do trabalho.
- A Alcoa pelo fornecimento do pó de alumínio sem o qual não seria possível este trabalho.
- Ao CNPq – Conselho Nacional de Pesquisa, pelo auxílio sem o qual não seria possível a realização deste projeto de pesquisa.
- Em especial à minha mãe Maria dos Santos Buso e ao meu pai por adoção Luiz Augusto Hess, que sempre acreditaram em mim e na realização deste meu sonho.

E a todos que direta ou indiretamente colaboraram para a execução deste trabalho.

“ESTUDOS DO EFEITO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA E DA CONFORMAÇÃO MECÂNICA NA CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO DE LIGAS Al-Mg-Zr”

Sidnei José Buso

RESUMO

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 de massa, aumento da velocidade do veículo e, quando há possibilidade, melhorar as propriedades mecânicas. Dentre estes materiais as ligas Al-Mg-X, onde X é um elemento de liga, têm sido muito estudadas visto que, ao enquadrar-se na classe das ligas “não tratadas termicamente”, não alteram suas propriedades físicas, por tratamento térmico.

As ligas produzidas por metalurgia do pó o produto gerado tem como características principais: homogeneidade na microestrutura e composição química além de baixo tamanho de grãos. Neste tipo de processo é possível, ainda, elevar as quantidades de elementos, que têm solubilidade baixa, tal como o zircônio nas ligas Al-Mg, em torno de 5 vezes a sua solubilidade máxima em líquido.

Em relação a ligas ternárias Al-XMg-YZr, onde X e Y são quantidades em peso, com valores para Y acima da solubilidade em sólido como em líquido, verifica-se que suas características físico-químicas são pouco conhecidas e parâmetros como os da cinética de recuperação/recristalização não constam em literatura.

Desta forma, os objetivos deste trabalho são: produção de ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr por metalurgia do pó; estudo relativo às condições teóricas de crescimento de grãos para materiais, através da análise da condição da cinética de recristalização em função das condições de conformação mecânica (laminação) previamente impostas para as ligas em estudo; analisar os efeitos da adição de 0,6% em peso de zircônio e a variação da quantidade de magnésio na cinética de recristalização.

O estudo referente a produção das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr, levaram a uma otimização do processo de obtenção das ligas em escala de laboratório.

As análises químicas indicam uma distribuição homogênea dos elementos de liga e a presença de uma fase com estequiometria Zr_5Al_4Mg não encontrada em literatura.

Observaram-se por microscopia eletrônica de transmissão, distribuições de precipitados interagindo com discordâncias, aniquilação de discordâncias e a evolução na forma e tamanho dos grãos, indicando os processos de recuperação e/ou recristalização das ligas em estudo.

Em relação ao tamanho médio de grão final após tratamentos térmicos, observou-se que estes estão com valor em média de $2,3 \mu m$.

Os perfis de dureza mostraram queda dos valores de dureza com o aumento da temperatura de tratamento, sendo que as curvas experimentais evidenciam uma dureza final após tratamentos em temperatura de 823 K em torno de 180 HV₂₅.

Das curvas de DSC realizadas, obteve-se os valores das energias de ativação, em média de 90 kJ/mol para as ligas em estudo.

As densidades teórica e experimental encontradas mostraram uma boa concordância em torno de $2,65 \text{ g/cm}^3$ para Al-2Mg-0,6Zr e $2,62 \text{ g/cm}^3$ para Al-4Mg-0,6Zr.

As ligas em estudo, em relação aos tratamentos térmicos, comportaram-se de acordo com a equação de Avrami da cinética de recristalização.

A análise da taxa média de crescimento de grão mostrou seguir a relação $\bar{G} = \alpha.t^{-1}$, em que α é dependente da redução em área, da temperatura de tratamento e do teor de magnésio e a taxa de nucleação ajustada seguiu a relação $\dot{N}(t).K_v = \zeta.t^{-1}$, sendo que o parâmetro ζ é função da redução em área e da temperatura de tratamento térmico.

A cinética de nucleação indica ocorrência de nucleação devido a presença de bandas de deformação presentes.

“STUDIES OF THE EFFECT OF THE CHEMICAL COMPOSITION AND OF MECHANICAL PROCESSING IN THE RECRYSTALLIZATION KINETICS OF Al-Mg-Zr ALLOY”

Sidnei José Buso

ABSTRACT

In the last decade, light materials have been studied thoroughly and used in components in the industries: automobile, naval and aerospace. Their application makes possible: mass reduction, increase of the speed of the vehicle and, when there is possibility, improve the mechanical properties. Among these materials the Al-Mg-X alloys, where X is an alloying element, they have been studied due to the fact that were in the class of the alloys “not thermal treated”, i.e., they don't alter their physical properties, for thermal treatment.

The alloys produced by powder metallurgy generated products that has as main characteristics: homogeneity in the microstructure and chemical composition besides low size of grains. In these processes it is possible to elevate the amounts of elements, that have low solubility, as the zirconium in the Al-Mg alloys which are around 5 times their maximum liquid solubility.

In relation to ternary Al-XMg-YZr alloys, where X and Y are amounts in weight, with values for Y above the solid solubility as in liquid, it is verified that their physical-chemistries characteristics are unknown and recovery/recrystallization kinetics parameters are not found in literature.

The objectives of this work are: production of Al-2Mg-0,6Zr and Al-4Mg-0,6Zr alloys by powder metallurgy; studies of the theoretical conditions of growth of grains for materials, through the analysis of the condition of the recrystallization kinetics in function of the conditions of mechanical processing (cold rolling) imposed previously for the alloys in study; to analyse the effects of the addition of 0,6% in weight of zirconium and the variation of the amount of magnesium in the recrystallization kinetics.

The study of the production of the Al-2Mg-0,6Zr and Al-4Mg-0,6Zr alloys, lead to the optimization of the process of obtaining of the alloys in laboratory scale.

The chemical analyses indicate a homogeneous distribution of the alloying elements and the presence of a phase Zr_5Al_4Mg not found in literature.

Were observed transmission electron microscopy, precipitate distributions interacting with dislocations, annihilation of dislocation and the evolution in the form and size of the grains, indicating the processes of recovery and/or recrystallization of the alloys in study.

Related to the medium size of final grain after thermal treatments, it was observed that these are on mean values of 2,3 μm .

The hardness showed decrease of the values of hardness with the increase of the treatment temperature, and the experimental curves evidence a final hardness after treatments in temperature of 823 K around 180 HV₂₅.

Of the curves DSC, were obtained the values of the activation energies, of 90 kJ/mol for the alloys in study.

The theoretical and experimental densities found showed a good agreement, and their values around 2,65 g/cm³ for Al-2Mg-0,6Zr and 2,62 g/cm³ for Al-4Mg-0,6Zr.

The alloys in study, in relation to the thermal treatments, behaved in agreement with the equation of Avrami of the recrystallization kinetics.

The analysis of the medium grain growth rate follow the $\bar{G} = \alpha.t^{-1}$ relationship, in that α is dependent of the area reduction, of the treatment temperature and of the magnesium amount and the rate of nucleation adjusted followed the $\dot{N}(t).Kv = \zeta.t^{-1}$ relationship and the parameter ζ function of the reduction in area and of the temperature of thermal treatment.

The nucleation kinetics indicates the occurrence due to presence of present deformation bands.

SUMÁRIO

DEDICATÓRIA	i
AGRADECIMENTOS	ii
RESUMO	iii
ABSTRACT	v
SUMÁRIO DE SÍMBOLOS UTILIZADOS EM EQUAÇÕES	ix
1.INTRODUÇÃO	01
2.REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	04
2.1. Ligas alumínio-magnésio	04
2.2. Ligas Al-Mg produzidas por metalurgia do pó	07
2.3. Materiais em estado deformado	08
2.3.1. Energia armazenada na deformação a frio	08
2.3.2. Relação entre energia armazenada e microestrutura	10
2.3.2.1. A energia em contornos	10
2.3.2.1.1. Contornos de baixo ângulo	10
2.3.2.1.2. Contornos de alto ângulo	11
2.3.3. Interação de segundas fases com contornos	12
2.3.3.1. Força de arrasto devido a uma partícula	12
2.3.3.2. Pressão de arraste para uma distribuição de partículas	13
2.3.4. Mobilidade e migração de contornos	14
2.3.4.1. Micromecanismos de migração de contornos	14
2.3.4.2. Estruturas compactas	15
2.3.4.3. Conceito de mobilidade em contorno de grão	17
2.3.4.3.1. Mobilidade de contornos de baixo ângulo	18
2.3.4.3.2. Mobilidade de contornos de alto ângulo	20
2.3.5. Conformação mecânica e tratamentos térmicos	22
2.3.5.1. Processos de recuperação e recristalização de metais puros	24
2.3.5.2. Cinética de recristalização	25
2.3.5.3. Recristalização de ligas com presença de segundas fases	26
2.3.6. Processos quantitativos de análise da cinética de recristalização	27
2.3.6.1. Fração de volume recristalizado	28
2.3.6.2. Tamanho médio de grão	29
2.3.6.2.1. Grão deformado	29
2.3.6.2.2. Grão recristalizado e não-recristalizado	30
2.3.6.2.3. Área de superfície por unidade de volume	31
2.3.6.2.4. Taxa de nucleação e de crescimento de grão	32
2.3.6.2.5. Análise da cinética de nucleação	34
2.3.6.3. Determinação da energia de ativação por meio da análise da curva de calorimetria exploratória diferencial	35
3.PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	36
3.1. Preparação da liga	37
3.2. Conformação mecânica (Laminação)	41
3.3. Tratamentos térmicos	42
3.3.1. Amostras compactadas e extrudadas	42
3.3.2. Amostras compactadas e extrudadas que passaram por processo de conformação mecânica (laminação) e tratamentos térmicos	42

3.4. Preparação de amostras para observação por microscopia eletrônica de transmissão	43
3.4.1. Observação <i>In Situ</i> da variação da microestrutura durante tratamentos térmicos	43
3.5. Caracterização química	44
3.5.1. Caracterização química do material de base	44
3.5.2. Análise da composição química de precipitados presentes	44
3.6. Análise do tamanho de grão	44
3.7. Medidas de dureza Vickers	45
3.8. Calorimetria exploratória diferencial (DSC - Differential Scanning Calorimetry)	45
3.9. Medida da densidade das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr	45
3.10. Medidas da fração recristalizada Xv e determinação de parâmetros de cinética de recristalização das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr que passaram por conformação mecânica e tratamentos térmicos	46
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	47
4.1. Análises feitas por microscopia eletrônica de transmissão	47
4.1.1. Análise do material previamente tratado termicamente	47
4.1.2. Análise do material tratado termicamente <i>in situ</i>	56
4.1.2.1. Análise durante isoterma de 623 K de amostra da liga Al-2Mg-0,6Zr laminada e sem tratamento térmico prévio	56
4.1.2.2. Análise <i>in situ</i> seguindo curva de DSC em amostra das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr laminada e sem tratamento térmico prévio	58
4.1.3. Padrão de difração característico de material de base para amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr	61
4.2. Análise da composição química	62
4.2.1. Análise da composição química do material de base	62
4.3. Análise dos precipitados presentes	64
4.3.1. Análise da composição química dos precipitados presentes	64
4.3.2. Análise dos precipitados presentes por microscopia eletrônica de transmissão	65
4.4. Análise do tamanho de grão	66
4.5. Dureza Vickers	69
4.6. Calorimetria exploratória diferencial (DSC)	75
4.7. Densidade das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr	77
4.8. Análise da fração volumétrica recristalizada	77
4.9. Análise da taxa média de crescimento de grão	87
4.10. Taxa de nucleação em relação a fração volumétrica	93
4.11. Análise da cinética da taxa de nucleação	98
5. CONCLUSÕES	99
BIBLIOGRAFIA	102

SUMÁRIO DE SÍMBOLOS UTILIZADOS EM EQUAÇÕES

b	vetor de Burgers
ϵ	deformação verdadeira
ρ	densidade de discordâncias
l	distância média medida num eixo de referência
r	redução em área (%)
h	espaçamento entre discordância num contorno de baixo ou alto ângulo
θ	diferença de orientação entre cristais num contorno de baixo ou de alto ângulo
γ_s	energia do contorno
γ_θ	função que relaciona o módulo de cisalhamento, vetor de Burgers e fatores geométricos em relação a linha de contornos de baixo ou de alto ângulo
G	módulo de cisalhamento
v	fator geométrico em relação a linha de contorno
A	função que relaciona o vetor de Burgers e o raio do núcleo de discordâncias
r_0	raio do núcleo de discordâncias
r	raio de uma partícula (supostamente esférica)
F	força retardadora de interação entre contorno de grão e partícula
β	ângulo de interação entre um contorno de grão e uma partícula (supostamente esférica)
N_V	número de partículas (supostamente esféricas) por unidade de volume
F_V	fração volumétrica
N_S	número de partículas que interceptam uma unidade de área de contorno planar
P_Z	<i>pressão de ancoramento Zenner</i>
F_S	força na unidade de área do contorno
H	parâmetro adimensional que relaciona energia superficial de falha de empilhamento, espaçamento de discordâncias, módulo de cisalhamento e vetor de Burgers
γ	energia superficial de falha de empilhamento
c	espaçamento de discordâncias
v	velocidade de contorno de grão
P	pressão líquida exercida no contorno
M	mobilidade do contorno
k_B	constante de Boltzmann
T	temperatura (K)
K'	produto da mobilidade do contorno e da energia de contorno
γ_c	energia de contorno
Λ	constante de ajuste para equação da mobilidade de contorno em função da temperatura
D_S	coeficiente de autodifusão
R	raio de curvatura de um contorno de grão
F_L	força por unidade de comprimento
v_D	velocidade de escalada de uma discordância sob influência de uma força
c_j	concentração de jogs
Q	energia aparente de ativação
R	constante dos gases
F_C	força total no contorno
c	concentração de soluto
U	energia
N	número de núcleos por unidade de volume
t	tempo de tratamento
V	volume ordenado

X_V	fração volumétrica recristalizada
$\dot{N}$	número de núcleos por unidade de volume que deverão aumentar com o tempo
t_i	tempo característico de recristalização
d_i	tamanho médio de grão
σ_{XV}	erro relativo a fração recristalizada
n_r	número de pontos que interceptam grãos recristalizados
$\bar{d}_u$	tamanho médio de grão deformado
L	comprimento linear que atravessa contornos entre grãos não recristalizados numa dada direção
N^{uu}	número de contornos entre grãos não recristalizados
$\sigma_{\bar{d}}$	erro associado ao tamanho médio de grão
N^{ru}	número de contornos entre grãos não recristalizados e recristalizados
N^{rr}	número de contornos entre grãos recristalizados
N^r	número de grãos por unidade de comprimento para grãos recristalizados
N^u	número de grãos por unidade de comprimento para grãos não-recristalizados
σ_N	erro associado ao número de grão por unidade de comprimento
N	número total de contornos de um determinado tipo
S^{mig}	área de contorno em migração
S^u	área de contorno de grãos não-recristalizados
S_V	área de superfície por unidade de volume
X_{VEX}	fração volumétrica estendida
S_{VEX}	área de superfície estendida
B	número de núcleos no volume que deverão crescer com o tempo
C	taxa superficial por unidade de tempo
k	parâmetros de ajuste adimensional
m	parâmetros de ajuste adimensional
P^*	parâmetro de análise função de B , C , k e m
Γ	função Gama
q	parâmetro adimensional que relaciona o tipo de nucleação e a condição limite para a recristalização
ϕ	taxa de aquecimento (K/s)
$\bar{G}$	taxa média do crescimento de grão
τ	teor de magnésio
α	função de ajuste para taxa de crescimento de grão teórico
ζ	função de ajuste para taxa de nucleação ajustada

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: reduzir a massa, aumentar a capacidade de carga, aumento da velocidade e, quando há possibilidade, melhorar as 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 leve [1]. 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, em 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 corrosão, com temperatura de recuperação entre 400 e 500 K e de recristalização entre 600 e 700 K [1, 6-10, 12].

A adição de magnésio, nas ligas Al-Mg, 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 utiliza-se Be, que, entretanto, causa um aumento do tamanho de grão. Este pode ser prevenido pela adição de Ti ou Zr. 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, 5,11], sendo sua solubilidade nestas ligas baixa (solubilidade máxima em líquido é de aproximadamente 0,11% em peso e a solubilidade máxima em solução sólida está em torno de 0,28% em peso para ligas fabricadas por metalurgia convencional) [5]. Trabalhos anteriores mostram que a adição de 0,1% em

peso numa liga Al-10Mg, auxilia também nas propriedades mecânicas, sendo pronunciada a superplasticidade neste tipo de liga[12-15].

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, em temperaturas na faixa de 673 a 723 K. O produto gerado tem como características principais: homogeneidade na microestrutura, apesar de complexa; composição química também homogênea além de baixo tamanho médio de grão (da ordem de alguns micrômetros). Neste tipo de processo é possível, ainda, elevar as quantidades de elementos, que têm solubilidade baixa, em torno de 5 vezes a sua solubilidade máxima em líquido. Entretanto muito das propriedades físicas das ligas produzidas por metalurgia do pó provêm de mecanismos não perfeitamente estabelecidos[5].

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 como o material é deformado[16].

Em relação a ligas ternárias Al-XMg-YZr, onde X e Y são quantidades em peso, com valores para Y acima da solubilidade em sólido como em líquido, verifica-se que suas características físico-químicas são pouco conhecidas e parâmetros como os da cinética de recuperação/recristalização não constam em literatura.

Assim, segundo o exposto, o presente trabalho tem como objetivos:

- a) produção de ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr por metalurgia do pó em escala de laboratório;
- b) caracterização microestrutural;

- c) estudo da cinética de recristalização e determinação dos parâmetros da equação de Avrami para ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr em função das condições de conformação mecânica previamente impostas;
- d) analisar os efeitos da adição de 0,6% em peso de zircônio e a variação da quantidade de magnésio na cinética de recristalização nas ligas Al-Mg;
- e) estudo e determinação das equações gerais da taxa de crescimento de grãos e da taxa de nucleação para ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr que passaram por processos de conformação mecânica e tratamentos térmicos.

De acordo com os objetivos acima propostos, investigou-se os seguintes aspectos:

- a) padronização na produção de ligas supersaturadas e microligantes através de processos de compactação e extrusão à quente em temperaturas próximas a temperatura de recristalização em escala de laboratório;
- b) estudo da influência do aumento da quantidade de magnésio na cinética de recristalização em sistemas ternários Al-XMg-0,6Zr e
- c) estudo da influência do grau de deformação comparativamente a diferentes quantidades de magnésio na cinética de recristalização em sistemas ternários Al-XMg-0,6Zr;

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”, i.e., que não alteram suas propriedades físicas, por tratamento térmico. Contudo, em 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 corrosão, com temperatura de recuperação entre 400 e 500 K e de recristalização entre 600 e 700 K[1, 6-10, 12]. Devido a estes fatos, utilizam-se métodos puramente mecânicos (deformação plástica) para aumentar a resistência mecânica dessas ligas[5].

No caso do encruamento, verifica-se que o magnésio como elemento de liga tem aplicações limitadas em vista da perda da ductilidade sendo que tais ligas normalmente são utilizadas no estado de recozido. As temperaturas usuais para o recozimento estão numa faixa entre 623 e 693 K. Altas concentrações de magnésio implicam em concentrações maiores da fase Mg_2Al_3 , incrementando a resistência mecânica de 110 MPa (Al-5Mg) a 340 MPa (Al-6Mg), porém é notado um decréscimo na elongação relativa entre 20-28%. O magnésio, nessas ligas, faz com que o metal fique suscetível a 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, utiliza-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, 11]. A inclusão de magnésio nas ligas de alumínio torna mais acentuado o efeito dos vazios na formação de suas estruturas, contribuindo para formação de densidades diferenciadas de discordâncias que, numa estrutura deformada, poderá ser geradora de núcleos e/ou células que formarão novos grãos[12]

A solubilidade do zircônio nas ligas de alumínio é baixa, sendo que a solubilidade máxima em líquido é de aproximadamente 0,11% em peso e a solubilidade máxima em sólido (solução sólida) está em torno de 0,28% em peso para ligas fabricadas por metalurgia convencional[5]. Trabalhos anteriores mostram que a adição de 0,1% de zircônio em peso numa liga Al-10Mg, auxilia também nas propriedades mecânicas, sendo pronunciada a superplasticidade neste tipo de liga [12-23].

A Figura 2.1.a. e 2.1.b. mostram respectivamente os diagramas binários para os sistemas Al-Mg e Al-Zr [24], enquanto a Figura 2.2. mostra o diagrama ternário das ligas Al-xMg-Zr para a temperatura de 973 K[25].

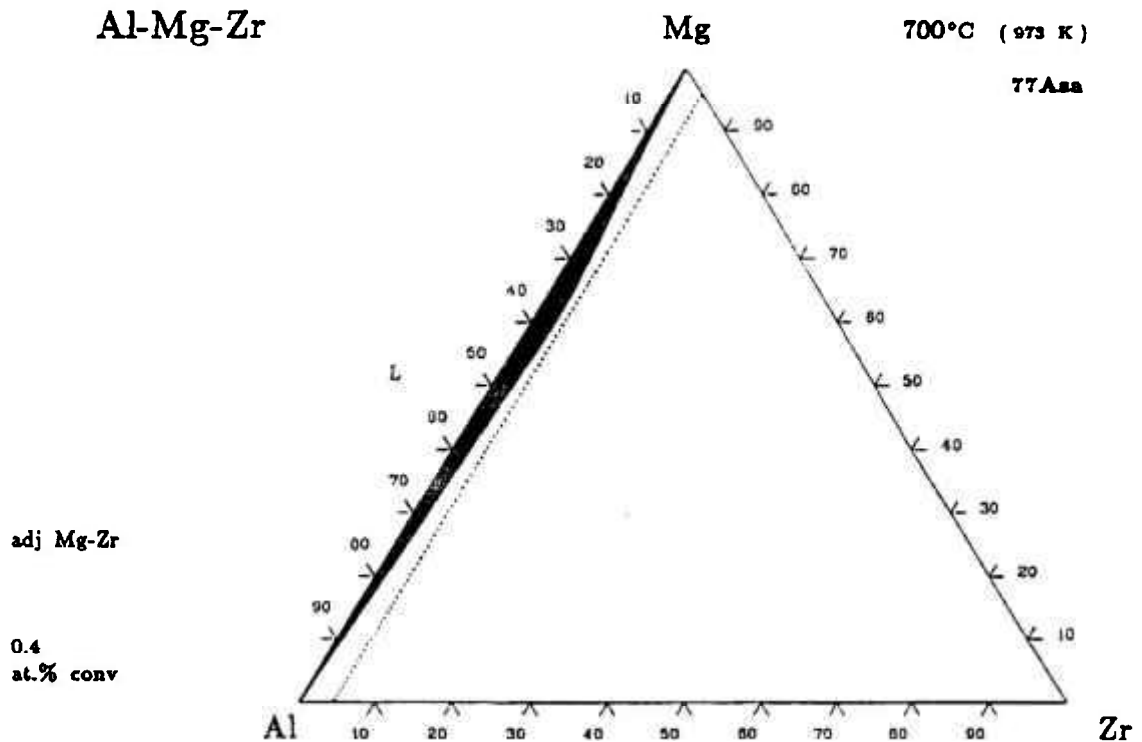


Figura 2.2. Corte do diagrama ternário das ligas Al-Mg-Zr para temperatura de 973 K [25].

Em ligas Al-Mg supersaturadas, os processos de precipitação são, particularmente, mais importantes que outras transformações de fase, sendo que os processos de decomposição ocorrem continuamente. Fases β' forma-se em temperaturas em torno de 373 K, enquanto a temperaturas mais baixas, além da formação de fases α , podem formar-se zonas de Guinier-Preston. [26] Entretanto, tem-se como principal segunda fase nestas ligas a fase β , que é solubilizada a temperatura de 638 K, enquanto que a temperatura do eutético nestas ligas é de 724 K.

2.2.Ligas Al-Mg produzidas por metalurgia do pó

As 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 no caso das ligas Al-Mg em temperaturas na faixa de 673 a 723 K. 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 baixos 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 ($ZrAl_3$, por exemplo), durante a etapa de compactação, ocupa, em geral, um lugar de destaque sobre todas as outras transformações de fase pois proporcionam ligas com propriedades físicas diferenciadas tais como: aumento da temperatura de recristalização e da resistência mecânica da liga a temperaturas usuais e elevadas, por exemplo [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 a corrosão; resistência mecânica no mínimo igual, comparando-se, a muitas ligas de ferro à meia densidade ou densidade em verde: menor energia para produção, considerando que o processo de sinterização ocorre a menores temperaturas e mais rapidamente[2].

2.3. Materiais em estado deformado

2.3.1. 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 1%) 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 em temperaturas muito baixas, os defeitos puntiformes não contribuirão significativamente para a energia armazenada na deformação. No caso de deformação em temperatura ambiente, praticamente toda a energia armazenada deriva-se do acúmulo de discordâncias, sendo a diferença entre o estado deformado e o recozido somente o número de discordâncias e seu tipo de arranjo. Devido a isto, a discussão referente a microestrutura de deformação, durante os processos de recuperação e recristalização, pode ser baseado na densidade, distribuição e arranjo das discordâncias[26].

O aumento da densidade de discordâncias é devido ao contínuo aprisionamento de novas discordâncias e 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 em proporções macroscópicas, resultando no aumento da área do contorno de grão[27].

A retenção das adjacências requer que esta nova área de contorno de grão seja continuamente criada durante a deformação e isto é feito pela incorporação de discordâncias geradas durante a própria deformação. A energia associada com o aumento de área, representa uma parte significativa da energia armazenada durante o processo de deformação a frio e será maior para pequenos tamanhos de grão e aplicação de grandes tensões[28].

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[28].

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. Muitos das novas discordâncias geradas são localizadas nesses contornos internos[26].

Uma outra fonte de discordâncias e, portanto, de energia armazenada esta associada a partículas de segunda fase que irão deformar menos, ou nada, se comparado à deformação do material de base. Esta incompatibilidade resulta na formação de discordâncias adicionais[26].

Num metal pouco deformado a energia armazenada é aproximadamente 10^5 J/m^3 , o que é um valor extremamente 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. 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[29-30].

Trabalhos anteriores mostram que deformação verdadeira ϵ relaciona-se com a redução em área e/ou espessura através da relação:

$$\epsilon = 2/\sqrt{3} \ln(r) \quad \text{equação 2.2.}$$

sendo **r** o valor da redução em porcentagem[31].

2.3.2. Relação entre energia armazenada e microestrutura

2.3.2.1. A energia em contornos

2.3.2.1.1. 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. Se o espaçamento das discordâncias de vetor de Burgers **b** no contorno é **h**, então os cristais de cada lado do contorno tem uma diferença de orientação dada por [32]

$$\theta = b/h \quad \text{equação 2.3.}$$

A energia do contorno γ_s será, então:

$$\gamma_s = \gamma_\theta \cdot \theta \cdot [A - \ln(\theta)] \quad \text{equação 2.4.}$$

onde

$$\gamma_{\theta} = G.b/[4\pi(1-\nu)]$$

equação 2.5.

$$A = 1 + \ln(b/2\pi.r_0)$$

equação 2.6.

sendo r_0 o raio do núcleo de discordâncias (geralmente entre b e $5.b$)

ν = fator geométrico em relação a linha de contorno.

De acordo com esta equação, 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[26].

2.3.2.1.2. Contornos de alto ângulo

De acordo com modelos estruturais, poderia esperar-se 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 acomodamento de discordâncias. Entretanto verifica-se que esta correlação entre a geometria e energia de um contorno possui mais variáveis a analisar-se, criando um sistema de difícil solução[33].

Desta forma, é necessária alguma precaução na interpretação de medidas experimentais da energia de contornos, tanto em seu estado deformado recozido. Neste último caso, as medidas são normalmente feitas a temperaturas homologas muito altas, quando o equilíbrio é 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[33].

2.3.3. Interação de segundas fases com contornos

A dispersão de partículas exerce uma força retardadora em contornos de baixo e alto ângulo, influenciando nos processos de recuperação, recristalização e crescimento de grão. Este efeito é conhecido como arrasto Zener[34].

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[34].

2.3.3.1. Força de arrasto devido a uma partícula

Considerando a interação de um contorno de energia específica γ_s 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 2.3., então a força retardadora no contorno é:

$$F = 2\pi \cdot r \cdot \gamma_s \cdot \cos(\beta) \cdot \sin(\beta) \quad \text{equação 2.7.}$$

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

$$F_{\text{máx}} = \pi \cdot r \cdot \gamma_s \quad \text{equação 2.8.}$$

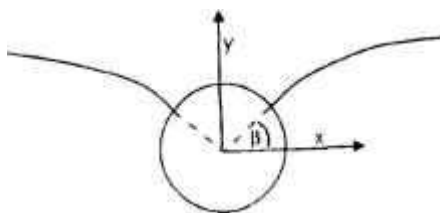


Figura 2.3. Interação entre um contorno de grão e uma partícula esférica.

Observa-se que, quando um contorno intercepta uma partícula, esta, efetivamente, remove uma região do contorno igual a área de interseção e portanto, a energia do sistema diminui. Desta forma, os contornos são atratores para partículas[22].

Verifica-se que a forma das partículas tem influência na força, bem como na interação de contornos com partículas coerentes, já que a energia encontrada numa superfície incoerente é maior que numa coerente[22, 35].

Pesquisas mostram que pequenas partículas coerentes podem ser dissolvidas por um contorno em movimento e, seguindo a dissolução, as partículas podem reprecipitar coerentemente ou, alternativamente, pode ocorrer uma precipitação descontínua no contorno[36].

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[36].

2.3.3.2. Pressão de arraste para uma distribuição de partículas

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

$$N_V = \frac{3 \cdot F_V}{4 \cdot \pi \cdot r^3} \quad \text{equação 2.9.}$$

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:

$$N_S = 2 \cdot r \cdot N_V \quad \text{equação 2.10.}$$

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

$$P_Z = N_S \cdot F_{\text{máx.}} \quad \text{equação 2.11.}$$

Esta relação é conhecida como pressão de ancoramento Zener[34].

Nesse caso, efeitos tais como correlação partículas-contorno e de distribuição mais homogênea das partículas levarão a alteração na relação de Zener [35].

2.3.4. 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 ocorrem tanto durante quanto após a recristalização primária. Devido a migração de contornos envolver processos atomísticos, que ocorrem rapidamente em 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 influencia na mobilidade de contornos[26].

2.3.4.1. 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[26, 37].

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 processos 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)[26].

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 se move com o contorno e impede sua migração (a velocidades baixas)[26, 33, 37].

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[26].

2.3.4.2. 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 sequência de empilhamento dos planos $\{111\}$. Na estrutura CFC as posições ocupadas na sequência de planos compactos na direção $\langle 111 \rangle$ estão na ordem ABCABC, enquanto na HC é ABABAB. Um deslocamento em um plano $\{111\}$ por um vetor $a/6 \cdot \langle 1112 \rangle$ produz uma falha de empilhamento “intrínseca” na estrutura CFC, i.e., uma camada HC com um átomo de espessura ABCAC $\perp$ ABCABC. Uma falha de empilhamento é produzida na estrutura HC de

maneira análoga á ABAB⊥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[37].

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[38].

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.

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

$$H = \gamma.c/G.b \quad \text{equação 2.12.}$$

onde γ energia superficial de falha de empilhamento, c é o espaçamento de discordâncias e G o módulo de cisalhamento[39].

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[37].

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 Figura 2.4. mostra um sistema em movimento.

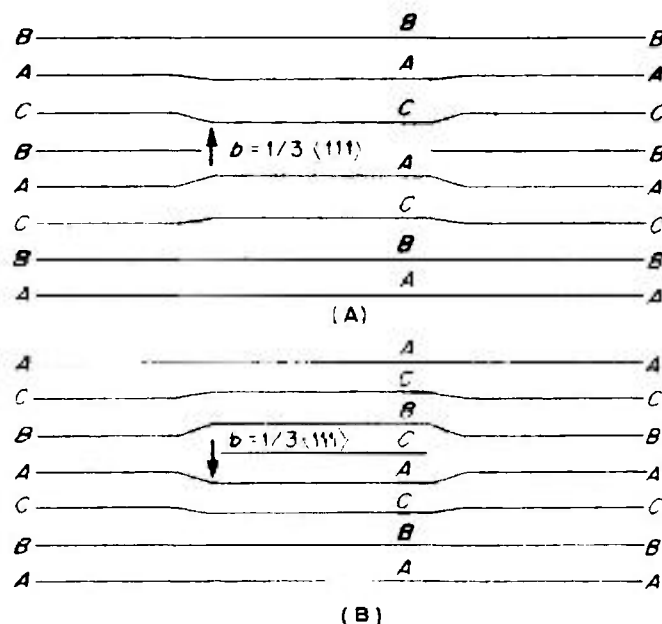


Figura 2.4. Falha de empilhamento em cristal CFC: a) intrínseca e b) extrínseca[37].

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 b da discordância[37].

2.3.4.3. 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:

$$M = v/P \quad \text{equação 2.13.}$$

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

migração do contorno. Resultados experimentais mostram que para o alumínio $v \propto P^n$ com $n \gg 1$ [26].

2.3.4.3.1. Mobilidade de contornos de baixo ângulo

Verifica-se 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. Trabalhos recentes mostram que 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[42].

Pesquisas utilizando uma técnica para um tipo de bi-cristal (NaCl) verificou que as energias 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 é dada por[40-41].

$$K' = 2 \cdot \gamma_C \cdot M \quad \text{equação 2.14.}$$

Devido à 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 é dada por:

$$M = \Lambda \cdot D_S \cdot b / k_B \cdot T \quad \text{equação 2.15.}$$

onde Λ é uma constante da ordem de 1 e D_S é o coeficiente de autodifusão [42].

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 se considerarmos um contorno curvando para um raio R , a pressão P no contorno devido a curvatura é:

$$P = 2\gamma_S / R \quad \text{equação 2.16.}$$

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[42].

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

$$v_B = dR/dt = 2 \cdot M \cdot \gamma_S / R = 2 \cdot c_1 \cdot M \cdot G \cdot b \cdot \theta / R \quad \text{equação 2.17.}$$

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:

$$F_L = G \cdot b^2 / 2 \cdot R \quad \text{equação 2.18.}$$

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

$$v_D = D_S \cdot c_j \cdot F_L \cdot b / k_B \cdot T \quad \text{equação 2.19.}$$

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

$$v_D = D_S \cdot c_j \cdot \frac{G \cdot b^2 \cdot b}{2 \cdot R \cdot k_B \cdot T} \quad \text{equação 2.20.}$$

igualando v_B a v_D :

$$2 \cdot c_l \cdot M \cdot \frac{G \cdot b \cdot \theta}{R} = D_S \cdot c_j \cdot \frac{G \cdot b^2 \cdot b}{2 \cdot R \cdot k_B \cdot T} \quad \text{equação 2.21.}$$

$$M = \frac{D_S \cdot c_j \cdot b^2}{4 \cdot c_l \cdot k_B \cdot T \cdot \theta} \quad \text{equação 2.22.}$$

Neste caso limite $v = M \cdot P$ 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 é inversamente proporcional a θ pode significar que o escalar torna-se mais rápido quanto θ aumenta[42].

2.3.4.3.2. 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:

$$M = M_0 \cdot e^{-Q/RT} \quad \text{equação 2.23.}$$

onde Q é a energia aparente de ativação[26].

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 soluto[43].

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 crescem, 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[44].

O modelo mais utilizado para explicar a mobilidade de contornos de grão em materiais cuja composição com o soluto tomam 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 positivo ou negativo, dependendo se é soluto ou solvente[44-45].

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:

$$c = c_0 e^{(-U/kT)} \quad \text{equação 2.24.}$$

onde c_0 é a concentração de soluto do equilíbrio.

A Figura 2.5. mostra a interação entre a energia U , força F_C , concentração c e o coeficiente de difusão em função da distância para um contorno estacionário e sujos solutos são atraídos para o contorno.

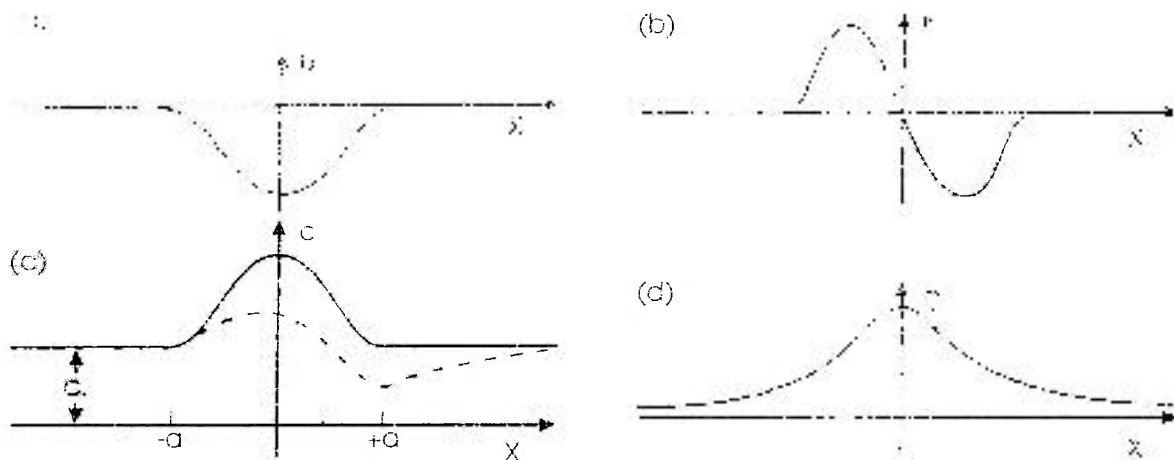


Figura 2.5. Diagramas esquemáticos da interação entre soluto e contorno: a) o potencial $U(x)$, b) a força de interação $F(x)$ entre um átomo soluto e o contorno, c) a distribuição resultante de átomos solutos para um contorno estacionário (linha cheia) e para um contorno movendo-se da esquerda para a direita (linha tracejada), d) Difusividade $D(x)$ na região de contorno[26].

Se contornos em movimento têm um maior volume livre que contornos estáticos, então espera-se que a solubilidade num contorno em movimento e ser maior que num contorno estático[26].

2.3.5. Conformação mecânica e tratamentos térmicos

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, em 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). Verifica-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[1, 4, 12].

As deformações plásticas introduzidas durante os processos de conformação mecânica promovem tanto alterações dimensionais, como modificações nas propriedades mecânicas do material. Durante a deformação, células geradoras de grãos são subdivididos em sistemas de pouco escorregamento como aqueles especificados pelo critério de Taylor para acomodação da deformação, sendo que estudos da microestrutura de metais que foram muito deformados mostram que os resultados finais são muito similares a estruturas celulares e de discordâncias. Essas propriedades também são influenciadas pela temperatura, pela taxa de deformação no processamento e como o material é deformado[43].

Metais deformados ao passar por processos de tratamentos térmicos de recozimento podem ter suas propriedades mecânicas e físicas completamente restauradas. Durante os processos de recozimento podem ocorrer os processos de recuperação, recristalização e crescimento de grãos, sendo que as duas primeiras são dirigidas conforme o grau de energia armazenado durante o processo de deformação. A Figura 2.6. representa esquematicamente um diagrama de recristalização como função do grau de deformação e temperatura de recozimento[5, 46-50].

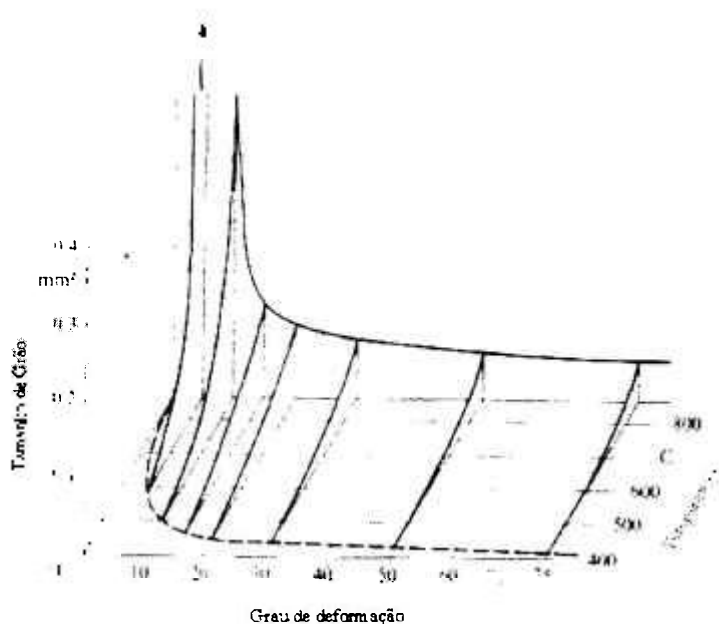


Figura 2.6. Diagrama de recristalização como função do grau de deformação e temperatura de recozimento[37].

Verifica-se que a cinética de solução e precipitação de segundas fases é fortemente dependente da temperatura e do tempo e é 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 recuperação e recristalização[51-52].

2.3.5.1. Processos de recuperação e recristalização de metais puros

Após processos de deformação a frio, verifica-se que, aproximadamente, cerca de 1% da energia utilizada na deformação é armazenada no metal, sendo grande parte desta energia, na forma de defeitos cristalinos (pontiformes e discordâncias). Sendo assim, os metais, quando deformados a frio, são termodinamicamente instáveis em relação ao estado de recozido[1, 4].

Pode-se, por recozimento, eliminar parte dos defeitos, abaixando a energia interna, através dos processos de recristalização e recuperação. Nos processos de recuperação podem-se ter: recombinação de interstícios 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 recristalização, 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, já, o crescimento de regiões livres, se dá pela migração de contornos de alto ângulo eliminando defeitos cristalinos[49, 53-55].

Durante o processo de recuperação há uma queda no valor da dureza de cerca de 7% do valor inicial[56] o que pode ser observado nas curvas de dureza. Pode-se observar nas curvas isotônicas, comparando-se com a microestrutura do material recozido, que regiões que podem ser associadas a recuperação, recristalização e crescimento de grão. A Figura 2.7. mostra este aspecto[57].

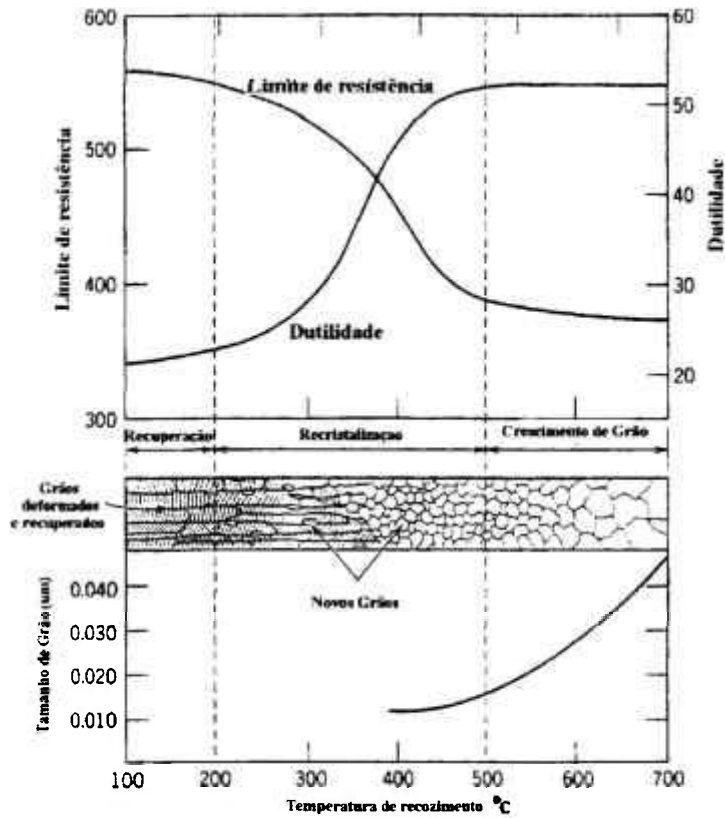


Figura 2.7. Relação entre propriedades mecânicas e microestrutura durante os processos de recuperação, recristalização e crescimento de grão[57].

2.3.5.2. 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 (que pode ser expressa em como a velocidade do aumento das fronteiras), até que os domínios entrem em contato uns com os outros. Entre o tempo t e $t + dt$ cada domínio cresce um diferencial de volume:

$$dV = 4\pi v^3 t^2 dt \quad \text{equação 2.25.}$$

e a fração de volume ordenado X_V aumenta pelo crescimento por:

$$dX = 4\pi v^3 N t^2 dt (1 - X_V) \quad \text{equação 2.26.}$$

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

$$-\ln(1 - X_v) = \frac{4}{3} \pi v^3 N t^3 \quad \text{equação 2.27.}$$

ou

$$X_v = 1 - e^{-\frac{4}{3} \pi v^3 N t^3} \quad \text{equação 2.28.}$$

O número N de núcleos por unidade de volume que deverão 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_v segue uma curva com um tempo característico de recristalização:

$$t_i \approx \left(\dot{N} v^3 \right)^{-1/4} \quad \text{equação 2.29.}$$

Durante este tempo, o tamanho médio de grão obtido pode ser dado por:

$$d_i \approx v t_i = \left(\frac{v}{\dot{N}} \right)^{1/4} \quad \text{equação 2.30.}$$

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 [52-54, 58-61].

2.3.5.3. 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 alta[53,61].

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 consequentemente o núcleo de recristalização não poderá crescer, impedindo a recristalização[46-60].

Trabalhos recentes mostram que a adição de zircônio em ligas Al-Mg atua ativamente nestes processos. Em ligas supersaturadas e com defeitos cristalinos, partículas de segunda fase (tais como nas ligas Al-Mg-X, onde X é um microalimento) 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[14, 16].

2.3.6. Processos quantitativos de análise da cinética de recristalização

Vários são os processos quantitativos para a análise da cinética de recristalização em metais e ligas. O processo baseado na análise de imagens obtidas por microscopia desenvolvido por Rossi e Sellars é descrito a seguir[62].

Quando ocorrem os processos de deformação e subsequente recozimento, podem ocorrer os processos de recuperação, recristalização e crescimento de grão, sendo assim pode-se relatar três áreas de diferentes estruturas de interesse básico:

- a) a estrutura como deformada;
- b) a estrutura recristalizando e
- c) a estrutura recristalizada.

Durante processos de laminação as alterações microestruturais ocorrem em três dimensões sendo:

- a) na direção de laminação;
- b) na direção transversa a direção de laminação e
- c) na direção da espessura.

O que leva ao conceito da análise da cinética nestas três dimensões. O processo em discussão utiliza uma aproximação semiquantitativa que se feitas medidas numa determinada dimensão irá fornecer uma medida derivada para as outras duas.

2.3.6.1. Fração de volume recristalizado

Dos métodos conhecidos para a medida da fração volumétrica de material recristalizado o mais recomendado é a medida por contagem de pontos que é feita fazendo-se basicamente a contagem do:

- a) número de pontos que interceptam um grão recristalizado;
- b) número de pontos que interceptam grãos não recristalizados.

A fração de volume recristalizado é então determinado desta contagem numa base de direção, sendo os valores limites para o erro relativo σ_{x_v} dados por: [62-66]

$$\left(\frac{\sigma_{X_v}}{X_v} \right)^2 = \frac{1 - X_v}{n_r} \quad \text{equação 2.31.}$$

onde: X_v corresponde a fração de volume recristalizado e

n_r corresponde ao número de pontos que interceptam grãos recristalizados.[67]

Usualmente mantém-se n_r constante de forma a reduzir a variação na construção do gráfico de Avrami que relaciona $\log[\ln(1/(1-X_v))]$ x $\log t$.

Os parâmetros de estrutura recristalizada são medidas apenas entram em $0,1 \leq X_v \leq 0,9$ pois para medidas abaixo de $0,1 X_v$ é necessária uma contagem muito extensa de forma a manter uma precisão razoável e para medidas acima de $0,9 X_v$ torna-se difícil identificar um grão não recristalizado de um recristalizado[66].

2.3.6.2. Tamanho médio de grão

2.3.6.2.1. Grão deformado

Para a medida do tamanho médio de grão deformado utiliza-se a seguinte relação:

$$\bar{d}_u = \frac{L}{N^{uu}} \quad \text{equação 2.32.}$$

onde: $\bar{d}_u$ corresponde ao tamanho médio de grão deformado,

L corresponde ao comprimento linear que atravessa N^{uu} contornos entre grãos não recristalizados numa dada direção.

Assim sendo, a medida do tamanho médio de grão deformado é uma medida da média linear de interceptos de contornos de grãos e o erro associado dado por:[62-65]

$$\frac{\sigma_{\bar{d}}}{\bar{d}_u} = \frac{0,65}{\sqrt{N^{uu}}} \quad \text{equação 2.33.}$$

2.3.6.2.2. Grão recristalizado e não-recristalizado

Após a determinação da fração de volume recristalizada para uma determinada dimensão procede-se a contagem dos contornos conforme mostra a Figura 2.8.

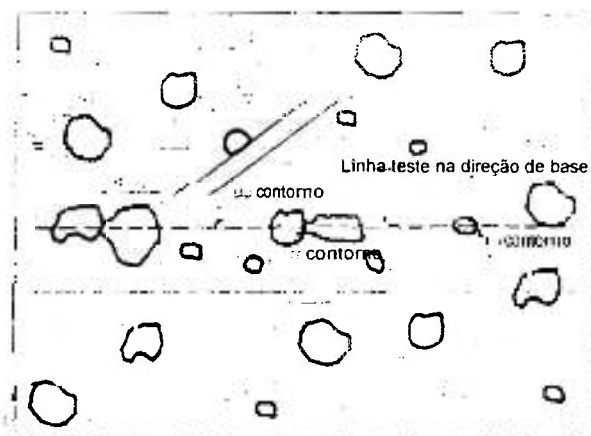


Figura 2.8. Diagrama esquemático dos tipos de grãos em análise na cinética de recristalização[62].

Na Figura observa-se que basicamente três tipos de contornos deverão ser contados de forma a proceder a análise de grãos recristalizados, são eles:

- o número de contornos entre grãos não recristalizados (N^{uu});
- o número de contornos entre grãos não recristalizados e recristalizados (N^{ru}) e
- o número de contornos entre grãos recristalizados (N^{rr}).

Para a direção de base os seguintes valores são obtidos para o tamanho médio de grãos recristalizados e não-recristalizados, respectivamente:

$$\bar{d}_r = \frac{X_v}{N^r} \quad \text{equação 2.33.}$$

$$\bar{d}_u = \frac{1 - X_v}{N^u} \quad \text{equação 2.34.}$$

onde:

$$N^r = \frac{N^{\pi} + 0,5N^u}{L} \quad \text{equação 2.35.}$$

e

$$N^u = \frac{N^u + 0,5N^r}{L} \quad \text{equação 2.36.}$$

são os números de grãos por unidade de comprimento para grãos recristalizados (N^r) e não-recristalizados (N^u), sendo o erro associado:

$$\frac{\sigma_N}{N} = \frac{0,65}{\sqrt{N}} \quad \text{equação 2.37.}$$

onde N é o número total de contornos de um determinado tipo.[62]

2.3.6.2.3. Área de superfície por unidade de volume

Há duas áreas de interface por unidade de volume, cujo cálculo torna-se importante durante a análise da cinética de recristalização, sendo:

- a) área de contorno em migração (S^{mig}), que é necessário para o cálculo da taxa de crescimento de grãos recristalizados e
- b) área de contorno de grãos não-recristalizados (S^u), que é de interesse para determinar as regiões de contorno de grãos de relativa importância nos processos de recristalização.[66]

Determinam-se estes parâmetros fazendo-se os seguintes cálculos para uma dada direção:

$$S^{\text{mig}} = 2.N^u \quad \text{equação 2.38.}$$

e

$$S^u = 2.N^u(1 - X_v) \quad \text{equação 2.39.}$$

2.3.6.2.4. Taxa de nucleação e de crescimento de grão

Para a determinação da taxa de nucleação e de crescimento de grão são necessárias várias análises de secções de material o que se torna muito dispendioso. Entretanto relações estereológicas podem também ser utilizadas se nas medidas utilizadas assumir-se uma padronização no formato dos grãos. Gokhale e DeHoff desenvolveram um método matemático que permite obter-se tanto a taxa de nucleação quanto de crescimento, que baseia-se nos parâmetros de estrutura estendida (fração volumétrica estendida X_{VEX} e área de superfície estendida S_{VEX}) e requer que o procedimento de interceptos seja determinado por uma distribuição espacial de núcleos. Também as equações utilizadas para as propriedades globais da estrutura estendida são estritamente válidas para uma nucleação randôminca, o que é crítica já que tal fato é praticamente inexistente na prática.

As expressões a seguir são obtidas impondo-se a condição de que o crescimento local de um grão recristalizado independe da nucleação e do crescimento de outros grãos recristalizados e que ocorre de forma aleatória: [68]

$$X_{VEX} = \ln \left(\frac{1}{1 - X_v} \right) \quad \text{equação 2.40.}$$

$$S_{VEX} = \left(\frac{S_v}{1 - X_v} \right) \quad \text{equação 2.41.}$$

Resultados experimentais mostram que:

$$X_{VEX} = B.t^k \quad \text{equação 2.42.}$$

$$S_{VEX} = C.t^n \quad \text{equação 2.43.}$$

Sendo B o número de núcleos no volume que deverão crescer com o tempo e parâmetro da taxa de recristalização volumétrica por unidade de tempo e C da taxa superficial por unidade de tempo k e m parâmetros de ajuste adimensionais.

Além destes parâmetros para o cálculo da taxa de nucleação após um tempo de recozimento é necessário um parâmetro P' relativo ao tamanho do maior grão crescido durante a recristalização neste instante de tempo, que pode ser expresso por:

$$d_t = P'.t^u \quad \text{equação 2.44.}$$

Tal parâmetro pode ser obtido por meio da análise da taxa média do crescimento de grão $\bar{G}$, que a princípio é dada em função dos parâmetros B, C, k e m obtido nas equações 2.42. e 2.43.:

$$\bar{G} = \frac{B}{C}.k.t^{k-m-1} \quad \text{equação 2.45.}$$

Como $\bar{G}$ também pode ser expresso em termos da variação por:

$$\bar{G} = 0,5.P.u.t^{u-1} \quad \text{equação 2.46.}$$

Por comparação, temos:

$$P = 2.\frac{B}{C}\left(\frac{k}{k-m}\right) \quad \text{equação 2.47.}$$

c

$$u = k - m \quad \text{equação 2.48.}$$

Tais parâmetros são utilizados para determinação da taxa de nucleação que pode ser tanto expressa em relação a fração volumétrica:

$$\dot{N}(t) = \frac{8.B}{K_v.P'^3} \left[\frac{\Gamma(k+1)}{\Gamma(3u+1).\Gamma(k-3.u)} \right].t^{k-3.u-1} \quad \text{equação 2.49.}$$

quanto da fração superficial por:

$$\dot{N}(t)=\frac{4.C}{K_s.J^{2u+2}}\left[\frac{\Gamma(m+1)}{\Gamma(2u+1).\Gamma(m-2.u)}\right].t^{m-2u-1} \tag{equação 2.50.}$$

onde K_v e K_s são parâmetros dependentes da geometria do grão, sendo que $\dot{N}(t).K_v$ e $\dot{N}(t).K_s$ correspondem a taxa de nucleação real e Γ a função matemática Gama[62, 68].

2.3.6.2.5. Análise da cinética de nucleação

Segundo Vandermeer [63] a cinética de nucleação pode ser estudada analisando-se a relação entre S_{VEX} e X_{VEX} através do parâmetro q da equação:

$$S_{VEX} = C_1.X_{VEX}^q \tag{equação 2.51.}$$

A Tabela 2.1. mostra a relação entre o valor de q , o tipo de nucleação e a condição limitante [69]:

Tabela 2.1. Condição limitante de nucleação e tipo de nucleação em relação ao parâmetro q

Condição limitante	Nucleação por Contorno de Grão q	Nucleação por Bandas de Deformação q
Saturação local	0	0,5
Alta saturação	0,67	0,67
Baixa saturação	0,75	0,75

Se ocorrer a saturação local, os respectivos valores serão 0 e 0,5 que são mais baixos do que aqueles para reação de nucleação aleatória com grãos de forma preservada na qual a taxa de migração de contornos é constante e a taxa de nucleação é ou constante ou existe um

número de núcleos preexistentes que está em torno de 0,67. Observa-se ainda que para grãos obtidos por bandas de deformação com taxa variável os valores limites estão próximos a 0,75.

Sabe-se que a equação de Avrami para a análise da fração recristalizada segundo o método proposto baseia-se nos parâmetros B e k determinados [67], assim por meio do modelo proposto, fica:

$$X_v = 1 - e^{-B.t^k} \quad \text{equação 2.52.}$$

2.3.6.3. Determinação da energia de ativação por meio da análise da curva de calorimetria exploratória diferencial

Calorimetria exploratória diferencial (Differential Scanning Calorimetry) 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, enquanto outros são submetidos a uma programação controlada de temperatura [70]. Segundo a expressão de Avrami, do tipo da equação 2.20., é possível a determinação da energia de ativação que é função do número de núcleos em formação e da taxa de crescimento destes núcleos. Trabalhos anteriores [71] mostram que é possível a medida da energia de ativação aparente de um sistema através da relação desenvolvida por Kissinger

$$\ln\left(\frac{\phi}{T_{\text{máx}}^2}\right) \cong -\frac{Q}{R.T_{\text{máx}}} \quad \text{equação 2.53.}$$

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

$T_{\text{máx}}$ é a temperatura máxima do pico exotérmico anterior ao de fusão do DSC;

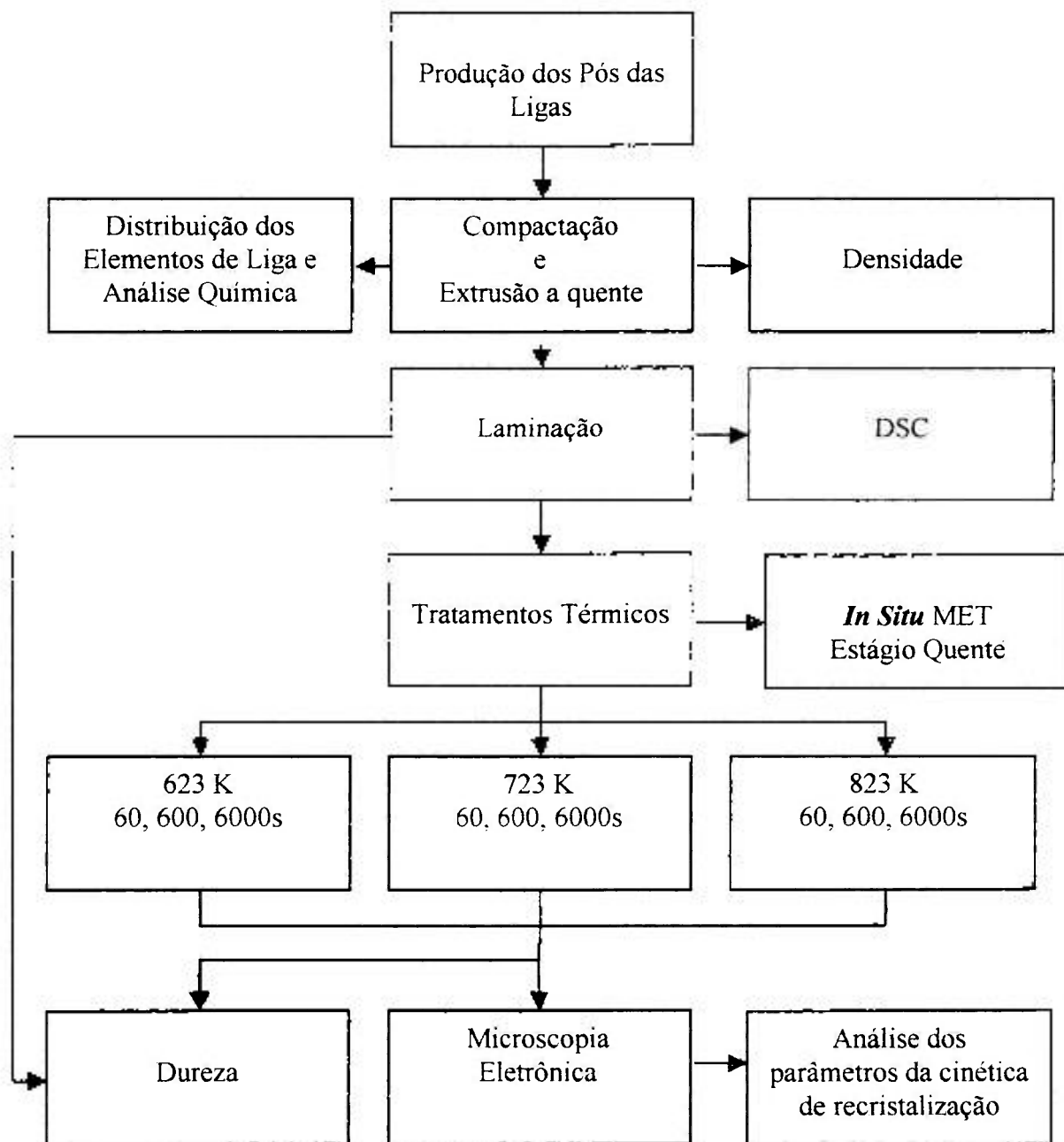
Q é a energia de ativação e

R = 8,3 J/mol.K que é a constante dos gases.

Resultados anteriores mostram valores em média de 204 KJ/mol para a energia de ativação em ligas Al-Mg com alto grau de pureza[71].

3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O fluxograma a seguir mostra as etapas desenvolvidas durante o processo de fabricação e análise das ligas em estudo.



3.1.Preparação da liga

Para a confecção das ligas em estudo optou-se pela produção via metalurgia do pó, visto não ser possível a formação de uma solução sólida supersaturada em 0,6% em peso de zircônio pela metalurgia convencional. Verificou-se inicialmente a possibilidade de fornecimento de ligas “mãe” com composição química encontrada em literatura (Al-10Mg ou Al-10Mg-0,1Zr, por exemplo). Entretanto, comprovado que essas ligas não eram encontradas no Brasil e que a importação seria impraticável (pedidos mínimos de 200 ton.), partiu-se pela procura dos elementos de liga na forma de pó, sendo que o pó de alumínio foi fornecido gentilmente pela Alcoa e o magnésio e o zircônio foram fornecidos pelo Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais (CCTM) do IPEN.

Como magnésio estava em forma de farpas grosseiras (cavacos de 5 a 10 mm), foi necessário um processamento mecânico prévio, para diminuir o tamanho médio, sendo a granulometria média obtida por métodos ópticos (microscopia óptica), análise de imagens e por Fisher (Fisher Subsieve Sizer).

É importante ressaltar que o zircônio estava em forma de esponja, sendo necessário, portanto, a preparação prévia do pó, que foi feita pela quebra subsequente do material (processamento mecânico que iniciou com a clivagem da esponja e terminou no moinho de alta energia) até atingir a forma de um pó, para a subsequente adição na forma de liga. A granulometria média do zircônio foi obtida por MEV e análise de imagens.

A granulometria dos elementos de liga são mostrados na Tabela 3.1.

TABELA 3.1. Granulometria média dos elementos de liga

Elemento	Medida do tamanho médio de partícula (μm)
Al	25 ± 3
Mg	3250 ± 167
Zr	35 ± 4

O fato de o tamanho médio de partícula de magnésio ser da ordem de 3 mm reside no fator segurança, visto a propensão do magnésio à auto-ignição quando em forma de pó fino (abaixo de 100 µm para metais).

O grau de pureza química dos elementos de liga, em todos os casos é superior a 99%, conforme especificação dos fornecedores (Alcoa e IPEN) conforme mostram as Tabelas 3.2, 3.3 e 3.4, sendo portanto factível a preparação de ligas ternárias, também, com alto grau de pureza.

**Tabela 3.2. Composição química do alumínio
em pó (Alcoa)**

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

**Tabela 3.3. 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 3.4. Composição química do zircônio em forma de esponja (IPEN)

Elemento	ppm	% em peso
B	<10	<0,01
P	≤40	<0,01
Fe	275	<0,01
Cr	188	<0,01
Ni	257	<0,01
Zn	≤20	<0,01
Si	215	<0,01
Al	≤200	<0,01
Mn	132	<0,01
Mg	910	0,02
Sn	≤50	<0,01
Bi	≤2,5	<0,01
Cu	≤10	<0,01
Na	≤30	<0,01
O	151	<0,01
N	475	0,01
H	93	<0,01
Hf	28600	0,6
C	150	<0,01
Zr	Bal.	Bal.

Mesmo com tal grau de pureza foi necessário, em específico para o magnésio, é preciso realizar uma decapagem para retirar uma camada fina de óxido, quase que imperceptível, mas, presente e que poderia prejudicar as etapas futuras de preparo da liga. No processo de decapagem utilizou-se uma solução de 90% H₂O + 10% HNO₃ com tempo de imersão de 1 a 2 s.

Partiu-se, então, para a análise do processo mais adequado para a preparação da mistura, sendo que se optou, primeiramente pelo 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 3.1.

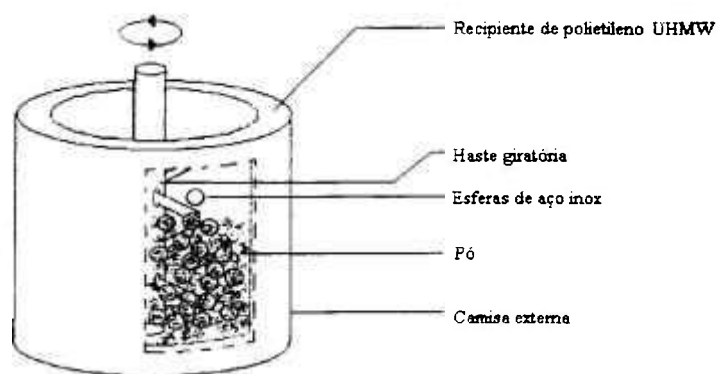


Figura 3.1. Representação esquemática de um moinho de alta energia

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-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr (valores em peso) em estudo.

Para obtenção final da liga optou-se pelo processo de compactação uniaxial a quente e em vácuo e extrusão a quente de forma a minimizar os problemas normalmente encontrados na metalurgia do pó (poros e densidade relativa baixa, por exemplo). No processo de compactação a quente, utilizou-se um copo de alumínio (1100) de alta pureza, 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 673 K.

As massas utilizadas para a preparação das liga Al-XMg-0,6Zr encontram-se na Tabela 3.5. e as pressões de compactação e de extrusão na Tabela 3.6.

TABELA 3.5. Massas utilizadas na preparação das ligas Al-XMg-0,6Zr

Elemento	Al	Mg	Zr
Al-2Mg-0,6Zr	48,7	1,0	0,3
Massa (g)			
Al-4Mg-0,6Zr	47,7	2,0	0,3
Massa (g)			

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

Processo	Pressão (MPa)
Compactação	400
Extrusão	60

O produto obtido deste processo, foi uma barra de diâmetro $\phi \approx 15$ mm e comprimento $l \approx 20$ cm, desconsiderando-se cerca de 4 cm, referentes ao final da barra que fica deformada sem ter passado pelo processo de extrusão (final do processo de extrusão).

Para obter-se 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.

3.2. Conformação mecânica (Laminação)

As amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr, 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 posteriores. O processo de conformação mecânica foi o de laminação em laminador de ourives, disponível no Centro de Tecnologia de Materiais do IPEN.

Após este procedimento inicial, as amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr passaram por processo de laminação, sendo obtidos diferentes reduções em área, conforme a Tabela 3.7.

Tabela 3.7. Identificação das amostras deformadas a frio por processo de laminação e correspondentes redução em área

Identificação da amostra	Redução em área (%)
Al-2Mg-0,6Zr 79% e Al-4Mg-0,6Zr 79%	79%
Al-2Mg-0,6Zr 90% e Al-4Mg-0,6Zr 90%	90%

3.3. Tratamentos térmicos

3.3.1. Amostras compactadas e extrudadas

Foram feitos tratamentos térmicos (Tabela 3.8.), em amostras da liga Al-2Mg-0,6Zr compactadas e extrudadas. para verificar a formação de precipitados e comparar com resultados da literatura[14].

TABELA 3.8. Tratamentos térmicos feitos em amostras da liga Al-2Mg-0,6Zr

Amostra	Temperatura (K)	Tempo (segundos)
1	673	3600
2	673	54000
3	673	108000

3.3.2. Amostras compactadas e extrudadas que passaram por processo de conformação mecânica (laminação) e tratamentos térmicos

Amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr após processo conformação mecânica (laminação) conforme Tabela 3.7., passaram por tratamentos térmicos. Os tempos de tratamento e temperatura utilizada são descritos na Tabela 3.9.

TABELA 3.9. Tempos de tratamento e temperaturas utilizadas nos tratamentos térmicos de amostras da liga Al-2Mg-0,6Zr

Identificação da amostra	Tempo de tratamento (s)	Temperatura (K)	Temperatura (K)	Temperatura (K)
Al-2Mg-0,6Zr 79 e 90%, Al-4Mg-0,6Zr 79 e 90%	0	S/tratamento	S/tratamento	S/tratamento
Al-2Mg-0,6Zr 79 e 90%, Al-4Mg-0,6Zr 79 e 90%	60	623	723	823
Al-2Mg-0,6Zr 79 e 90%, Al-4Mg-0,6Zr 79 e 90%	600	623	723	823
Al-2Mg-0,6Zr 79 e 90%, Al-4Mg-0,6Zr 79 e 90%	6000	623	723	823

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

Foram preparadas amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr, após processo 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 Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais do IPEN.

3.4.1. Observação *In Situ* da variação da microestrutura durante tratamentos térmicos

Foram preparadas amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr, laminadas a 79% de redução em área e sem tratamento térmico prévio, para observação por microscopia eletrônica de transmissão, da variação da microestrutura durante tratamentos térmicos em estágio quente acoplado ao microscópio JEOL JEM200C disponível no Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais do IPEN. As amostras foram analisadas e quanto a sequência da curva da calorimetria exploratório diferencial descrito no item 3.10.

3.5. Análise da composição química

3.5.1. Análise da composição química do material de base

Para a análise da composição química de base das amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr, utilizaram-se técnicas de espectroscopia de dispersão de energia (EDS) sendo a análise semiquantitativa.

No processo foram obtidos espectros de amostras como um todo e de dez pontos distribuídos aleatoriamente pela amostra de forma a criar uma dispersão estatística que levou a uma média de valores que conduziu à composição química final das amostras em estudo.

3.5.2. Análise da composição química de precipitados presentes

Analisaram-se, quanto a composição química, os precipitados observados nas amostras que passaram por processos de compactação e extrusão e posteriormente a tratamentos térmicos (item 3.3.1.) seguindo técnicas de espectroscopia de dispersão de energia (EDS) sendo a análise semiquantitativa.

Tanto as análises feitas no item 3.6.1 quanto no item 3.6.2, foram feitas em equipamento EDAX acoplado ao microscópio eletrônico de varredura Phillips XL30 SEM disponível no Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais do IPEN.

3.6. Análise do tamanho de grão

Analisaram-se as imagens obtidas das caracterizações feitas nos item 3.5, quanto ao tamanho médio de grão através de processo digital em software Adobe Photoshop® 4.0, e planificação desenvolvida em plataforma Microsoft Excel 97®.

Para a análise do tamanho médio de grão seguiu-se o método como mostrado na Figura 3.2, sendo o tamanho médio determinado após a análise de, em média, cento e cinquenta grãos.

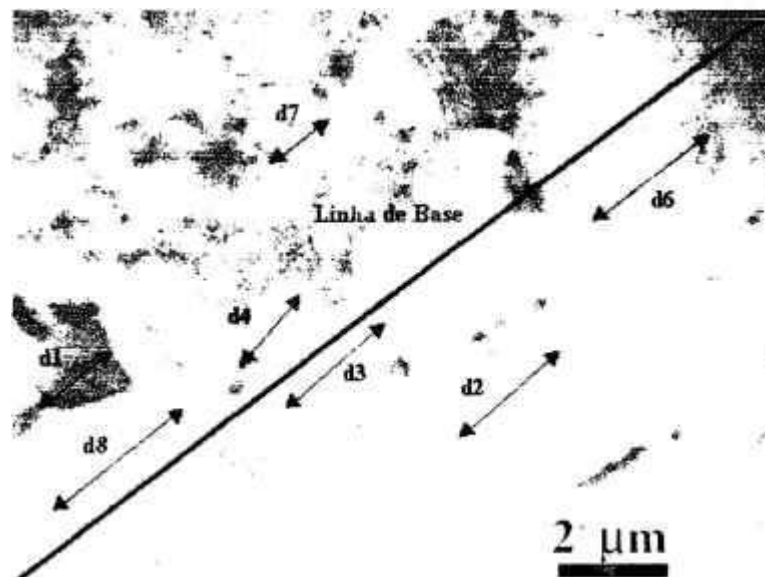


Figura 3.2. Micrografia ilustrativa do método utilizado para medida do tamanho médio de grão.

3.7. Medidas de dureza Vickers

Foram feitas análises da dureza Vickers em amostras deformadas a frio por processo de laminação e que passaram por tratamentos térmicos, descritas no item 3.3.2., em equipamento SHIMADZU tipo H do Núcleo de Pesquisas Tecnológicas da Universidade de Mogi das Cruzes. No processo foram utilizadas cinco amostras de cada uma das descritas no item 3.3.2. sendo obtidas dez pontos de dureza para carga de 25 g em cada amostra e em seguida determinou-se seu valor médio em planilha eletrônica Microsoft Excel 97®.

3.8. Calorimetria exploratória diferencial (DSC - Differential Scanning Calorimetry)

As amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr, laminadas a 79% de redução em área e sem tratamento térmico prévio foram submetidas à DSC em equipamento SHIMADZU (modelo DSC50) disponível no Laboratório de Análises Térmicas do Instituto de Química da Universidade de São Paulo.

O ensaio por DSC foi feito com o intuito principal da determinação da energia de ativação envolvida na recristalização para as amostras em estudo. A curva foi obtida com razão de aquecimento de 0,17 K/s, cobrindo uma faixa de temperatura entre 298 e 873 K, sob atmosfera dinâmica de nitrogênio, empregando cadinho de alumínio. Antes do ensaio foram verificados os parâmetros de calibração da instrumentação que indicou os seguintes valores para os metais In, $T_{\text{fusão}} = 429,6 \text{ K}$, $\Delta H_{\text{fusão}} = 28,6 \text{ J/g}$, confirmando o bom estado e calibração da célula DSC.

3.9. Medida da Densidade das Ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr

Foram analisadas amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr quanto a densidade final por medidas de densidade hidrostática e comparadas com valores teóricos (Densidade de Veghard).

No processo experimental foram cortados amostras das barras obtidas após extrusão e sem tratamentos térmicos posteriores, medidas as respectivas massas e volumes por diferença

de volume hidrostático conforme norma ASTM B311-86.

3.10. Medidas da fração recristalizada Xv e determinação de parâmetros de cinética de recristalização das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr que passaram por conformação mecânica e tratamentos térmicos

Foram analisadas micrografias obtidas por MET das amostras descritas no item 3.3.2. quanto às quantidades relativas a fração recristalizada Xv.

No processo experimental utilizaram-se recursos computacionais, através de processo digital em software Photoshop® 4.0., planificação desenvolvida em plataforma Microsoft Excel 97® e análises de regressões lineares para determinação das funções específicas e gerais para cinética de recristalização foram obtidas com auxílio de software Advanced Grapher 2.08®.

Para caracterizar e diferenciar o grão recristalizado do não recristalizado, utilizaram-se diversos métodos comparativos, tais como análise do tamanho médio de grão em relação a dureza e análise das curvas isotônicas.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Análises feitas por microscopia eletrônica de transmissão

4.1.1. Análise do material previamente tratado termicamente

Foram analisadas amostras das ligas em estudo que passaram por processos de conformação mecânica e tratamentos térmicos e descritos nas Tabelas 3.7 e 3.9, no item 3. Procedimento Experimental.

Em relação às análises feitas por microscopia eletrônica de transmissão de amostras das liga Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr, de um modo geral, observam-se grãos com possíveis precipitados próximos a contorno de grão e dentro de grão, nas amostras sem tratamento térmico, isto se deve ao fato de que o material foi produzido por processo de compactação e extrusão a quente, que propicia o processo de precipitação.

Tomando-se como base uma temperatura fixa e variando-se o tempo de registro, observa-se uma evolução na microestrutura em todas as amostras em estudos. As micrografias com tempo de tratamento de 60 s, mostram uma grande quantidade de precipitados, tais como as apresentadas nas micrografias das amostras sem tratamento térmico, e uma forte interação entre discordâncias e estes. Este processo é característico da recuperação da estrutura do material.

Nas amostras que passaram por tratamentos térmicos com tempos maiores que 60 s, observa-se grãos de tamanho médio próximo, uma quantidade grande de precipitados tanto dentro com em contorno de grão e reduzida quantidade de discordâncias indicando que, possivelmente, ocorre nestas amostras o processo de recristalização do material.

A presença de precipitados finos em região de contorno de grão, demonstra que estes devem ser os responsáveis pelo não crescimento aparente dos grãos [72-74]. Entretanto, como

já exposto, observa-se., pequenas diferenças, principalmente relativas ao tamanho médio de grão e distribuição para as diferentes amostras das ligas em estudo. Tais diferenças devem ser atribuídas às condições de produção, variações das quantidades dos elementos de liga e da conformação mecânica imposta previamente ao material.

O fato que levou a análise da microestrutura das ligas em estudo ter sido feita por meio de microscopia eletrônica de transmissão foi a impossibilidade da obtenção de micrografias por microscopia óptica e eletrônica de varredura devido ao tamanho médio de grão ser muito pequeno, da ordem de 2,39 μm , e da falta de um ataque químico apropriado, após diversas tentativas de obtenção deste, visto a complexidade das ligas em relação ao processo de fabricação, via metalurgia do pó.

A evolução da microestrutura pode ser observada através das Figuras de 4.1. a 4.12. A sequência de micrografias apresentadas na Figura 4.1. mostra em (a) uma estrutura típica de deformação com alta densidade de defeitos cristalinos e possíveis células que serão geradoras de novos grãos, em (b) tais células começam a apresentar forma mais próxima do grão final e que pode ser observado nas Figuras (c) e (d) da mesma sequência. Pode-se observar em (b) uma densidade de precipitação dentro de grãos que diminui em (c) e em (d). Entretanto a precipitação em contorno de grão nestas duas últimas parece ser maior que em (b), fato que pode ser atribuído ao fato de que parte destas partículas podem ter sido dissolvidas durante interações com discordâncias em movimento e reprecipitado em contorno de grão que pode ser ativado por pequenas flutuações térmicas que podem ter ocorrido durante o tempo de tratamento .

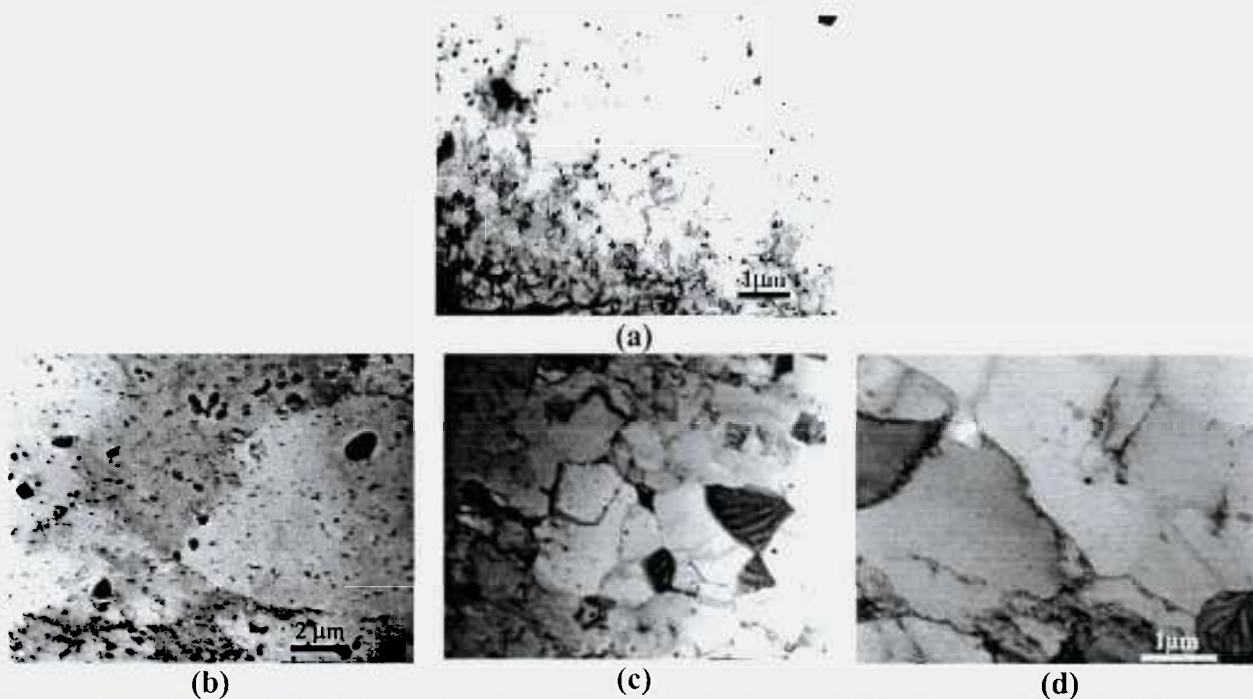


Figura 4.1. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de transmissão da liga Al-2Mg-0,6Zr das amostras que passaram por processo de conformação mecânica (79% de redução em área) das amostras: a) sem tratamento, b) 623 K, 60 s e c) 623 K, 600 e d) 623 K, 6000 s.

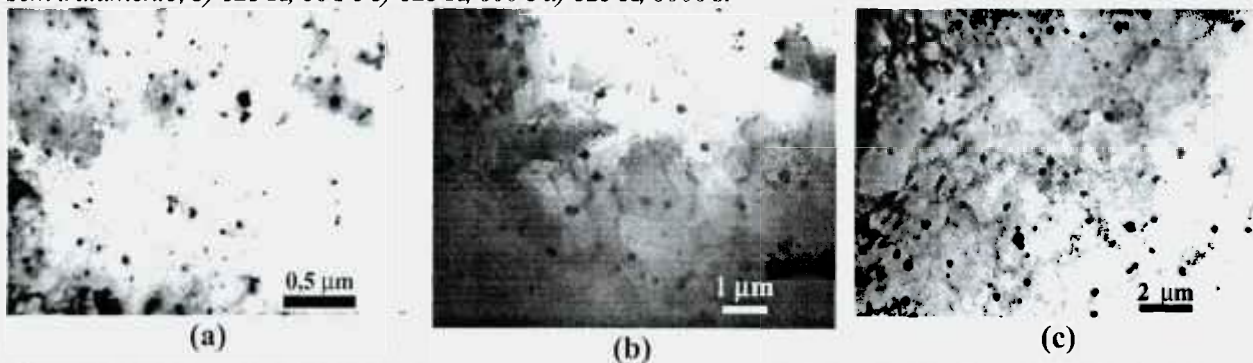


Figura 4.2. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de transmissão da liga Al-2Mg-0,6Zr das amostras que passaram por processo de conformação mecânica (79% de redução em área) das amostras: a) 723 K, 60 s, b) 723 K, 600 e c) 723 K, 6000 s.

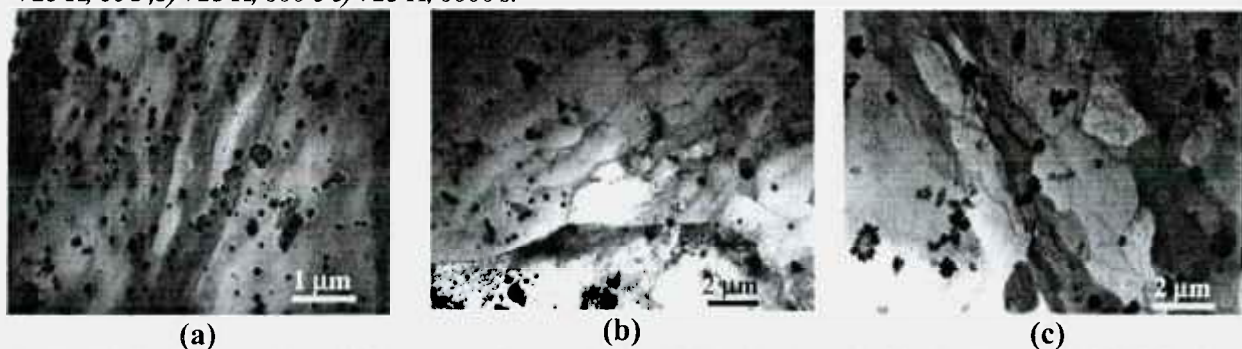


Figura 4.3. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de transmissão da liga Al-2Mg-0,6Zr das amostras que passaram por processo de conformação mecânica (79% de redução em área) das amostras: a) 823 K, 60 s, b) 823 K, 600 e c) 823 K, 6000 s.

Na sequência de imagens da Figura 4.2. apresenta-se em (a) uma distribuição de precipitados finos dentro de grão interagindo com defeitos cristalinos muito parecida com as observadas nas Figura 4.1.(a) e (b), em (b) observa-se a formação de células mais próximas ao formato de grão final, porém em algumas com alta concentração de subgrãos e interação entre precipitados e estes. Em (c) observa-se uma formação de grãos finos com tamanho médio da ordem de 2 μm com precipitados distribuídos na matriz.

A sequência de micrografias da Figura 4.3. apresenta inicialmente em (a) algumas bandas de deformação interagindo com precipitados, pode-se observar em algumas destas bandas pequenas células que serão geradoras de futuros grãos como aqueles observados em (b) e em (c). Em (b) pode-se observar células mais próximas do grão final, alta densidade de precipitação e algumas células com subgrãos. Por último, em (c) pode-se observar a estrutura final após tratamento térmico com grãos ainda pouco alongados e alguma dispersão de pequenas “ilhas” de precipitados que pode estar ocorrendo devido a supersaturação de zircônio na liga. Além desses pode-se observar ainda em alguns grãos a presença de defeitos cristalinos.

A sequência de micrografias da Figura 4.4. mostra inicialmente em (a) e em (b) uma alta densidade de discordâncias interagindo com precipitados, formando aparentes bandas de deformação que mostram-se características nas ligas em estudo. Em (b) observa-se, também, uma formação de células geradoras do grão final observadas em (c) e em (d). Em (c) muito da precipitação observada em (b) e em (a) parece ter passado por processo de dissolução, sendo, entretanto, notadas algumas regiões com “ilhas” de precipitados já discutidos anteriormente. Muito destes precipitados, da mesma forma que o observado nas amostras da liga Al-2Mg-0,6Zr laminadas a 79% de redução em área e discutidas na sequência de fotos 4.1. a 4.3., parecem ter reprecipitado em contorno de grão, seguindo o mesmo tipo de processo que o ocorrido naquelas ligas.

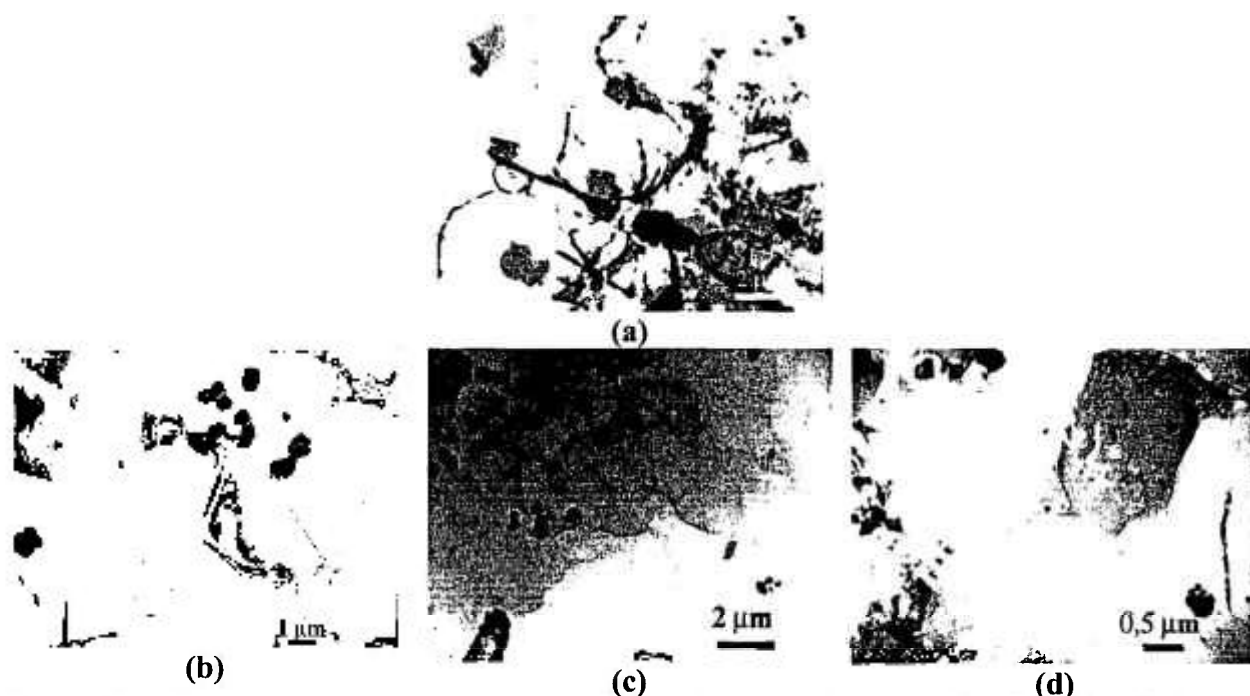


Figura 4.4. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de transmissão da liga Al-2Mg-0,6Zr das amostras que passaram por processo de conformação mecânica (90% de redução em área) das amostras: a) sem tratamento, b) 623 K, 60 s e c) 623 K, 600 e d) 623 K, 6000 s.

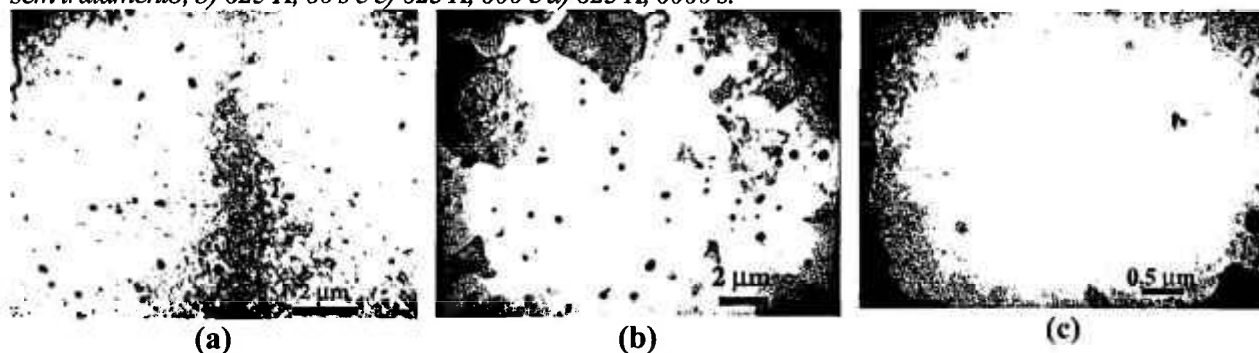


Figura 4.5. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de transmissão da liga Al-2Mg-0,6Zr das amostras que passaram por processo de conformação mecânica (90% de redução em área) das amostras: a) 723 K, 60 s, b) 723 K, 600 e c) 723 K, 6000 s.

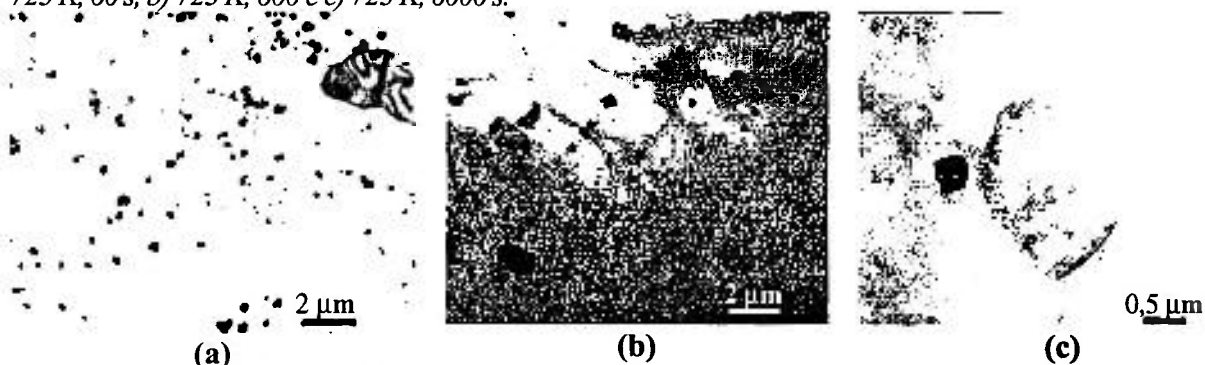


Figura 4.6. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de transmissão da liga Al-2Mg-0,6Zr das amostras que passaram por processo de conformação mecânica (79% de redução em área) das amostras: a) 823 K, 60 s, b) 823 K, 600 e c) 823 K, 6000 s.

Na sequência 4.5., em (a) observa-se, assim como em 4.4.(a) uma alta densidade de discordâncias em bandas de deformação interagindo com precipitados dispersos na matriz. O formato de células nesta micrografia ainda não estão definidas como as observadas na subsequente (b) que apresenta baixa quantidade de precipitados dentro de grão e grão com pequena variação na orientação cristalográfica demonstrada pela variação no contraste entre grãos (grãos escuros e claros). Em (c) observa-se ainda dentro de grãos a formação de algumas subestruturas e poucos precipitados dispersos nesta.

A sequência de micrografias 4.6. mostra inicialmente em (a) o mesmo tipo de estrutura com alta densidade de defeitos cristalinos interagindo com precipitados observado nas sequências 4.4. e 4.5. Em (b) pode-se observar células com formato mais próximo do grão final e precipitados interagindo dentro e em contorno de grão. A presença destes precipitados em contorno de grão neste estágio do processo de recozimento da liga reforça a idéia de que a presença destes está intimamente ligada ao não crescimento de grão observado durante os processos de tratamento térmico das ligas em estudo. Na micrografia (c) desta sequência observa-se o formato do grão final, com tamanho médio da ordem de 2,4 μm e quase nenhum precipitado aparente dentro de grão.

A sequência de micrografias apresentadas na Figura 4.7. mostra em (a) uma estrutura de deformação com alta densidade de defeitos cristalinos e possíveis células que serão geradoras de novos grãos, em (b) observa-se mais nitidamente a formação de células do mesmo tipo do observado em (a) porém com uma estrutura ainda apresentando alguma característica de bandas de deformação, visto a disposição das células e da quantidade de defeitos cristalinos. Observa-se também em (b) que tais células começam a apresentar forma mais próxima do grão final e que pode ser observado nas Figuras (c) e (d) da mesma sequência. Observar em (c) uma densidade de precipitação dentro de grãos que diminui em relação a (b). Em (d) observa-se a forma do grão final com pequenas “ilhas” de precipitados distribuídas na matriz e precipitados muito finos em contorno de grão.

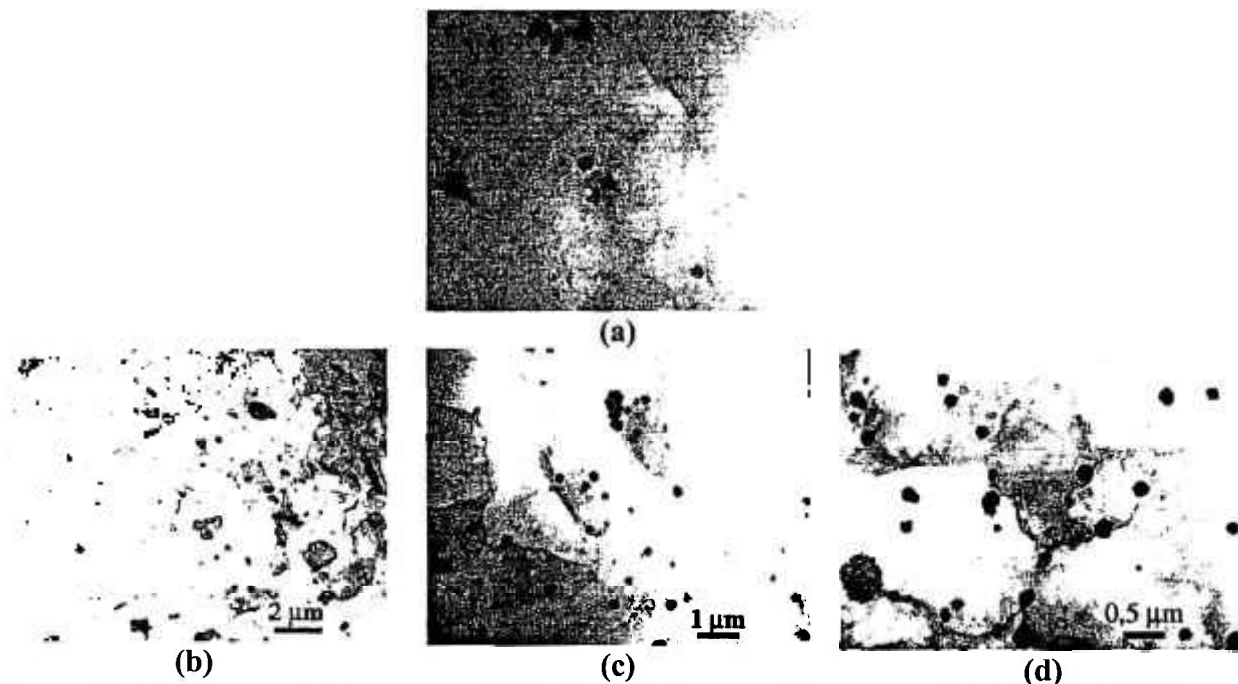


Figura 4.7. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de transmissão da liga Al-4Mg-0,6Zr das amostras que passaram por processo de conformação mecânica (79% de redução em área) das amostras: a) sem tratamento, b) 623 K, 60 s e c) 623 K, 600 e d) 623 K, 6000 s.

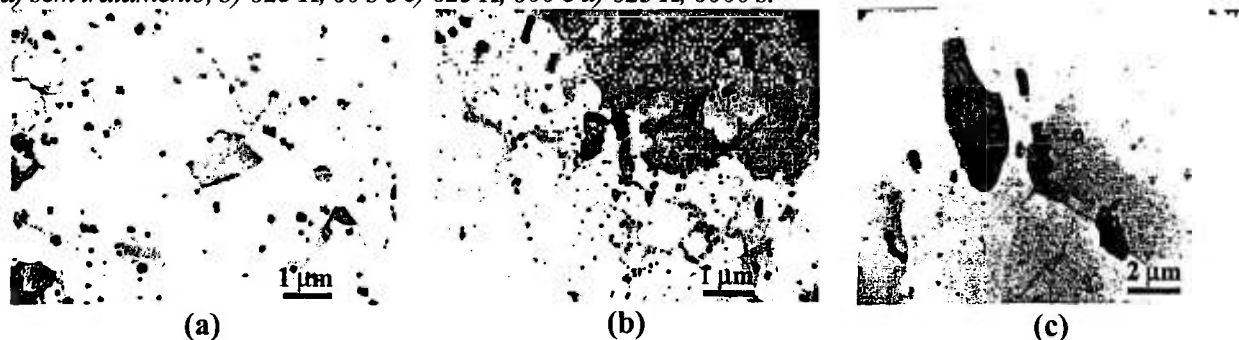


Figura 4.8. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de transmissão da liga Al-4Mg-0,6Zr das amostras que passaram por processo de conformação mecânica (79% de redução em área) das amostras: a) 723 K, 60 s, b) 723 K, 600 e c) 723 K, 6000 s.

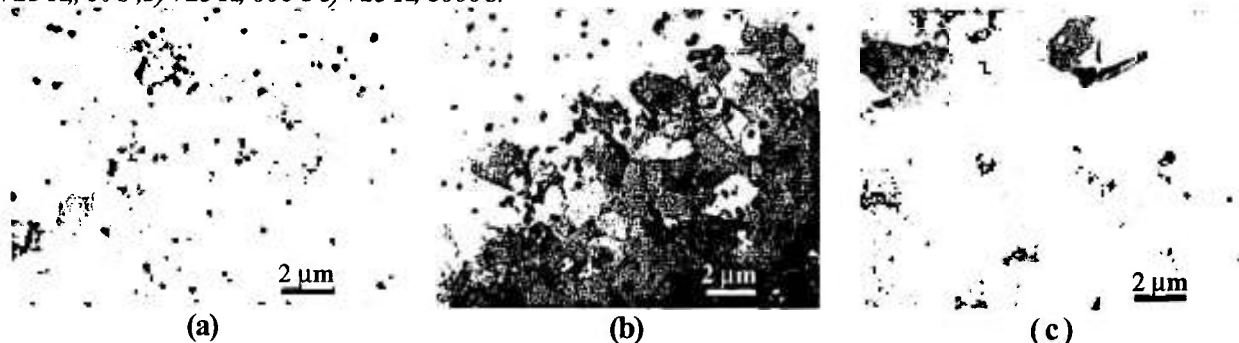


Figura 4.9. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de transmissão da liga Al-4Mg-0,6Zr das amostras que passaram por processo de conformação mecânica (79% de redução em área) das amostras: a) 823 K, 60 s, b) 823 K, 600 e c) 823 K, 6000 s.

As micrografias da sequência 4.8. apresentam inicialmente em (a) o mesmo tipo de estrutura observado em 4.7. (b), porém com uma característica de grãos mais bem formados indicando que a temperatura e tempo de tratamento neste caso, aparentemente, já passaram pelo processo de recuperação e observa-se parte do processo de recristalização. A sequência (b) e (c) mostram o mesmo tipo de formação de grãos sendo, porém, mais pronunciada a precipitação dispersa dentro de grão em (b) do que em (c), o que leva ao mesmo tipo de análise feita anteriormente em relação a dissolução e reprecipitação nas ligas em estudo.

A sequência de micrografias 4.9. mostra, em muitos aspectos, as mesmas características da sequência 4.8., sendo que na micrografia (c) observa-se muito pouca precipitação, sendo ainda menor do que a observada na micrografia 4.7. (c) indicando que a temperatura de tratamento térmico auxiliou o processo de dissolução e reprecipitação em contorno de grão.

Nas sequência de micrografias 4.10. observa-se em (a) a estrutura característica de bandas de deformação que apresentou-se, conforme previamente analisado, característica das ligas em estudo. Observa-se também uma grande quantidade de defeitos interagindo com precipitados. Em (b) observa-se a formação de núcleos de células que mostram-se os geradores dos grãos apresentados nas Figuras (c) e (d), sendo que estes núcleos ainda apresentam-se numa disposição das células muito próximo a bandas como as apresentadas na micrografia 4.7.(a). Em (c) observa-se grãos com precipitação dentro de grão e precipitados finos em contorno podendo, ainda, observar-se grãos com diferentes orientações cristalográficas caracterizadas pelas diferenças de contraste entre grãos. Em (d) observa-se ainda alguma precipitação em forma de “ilhas” dispersa pela matriz .

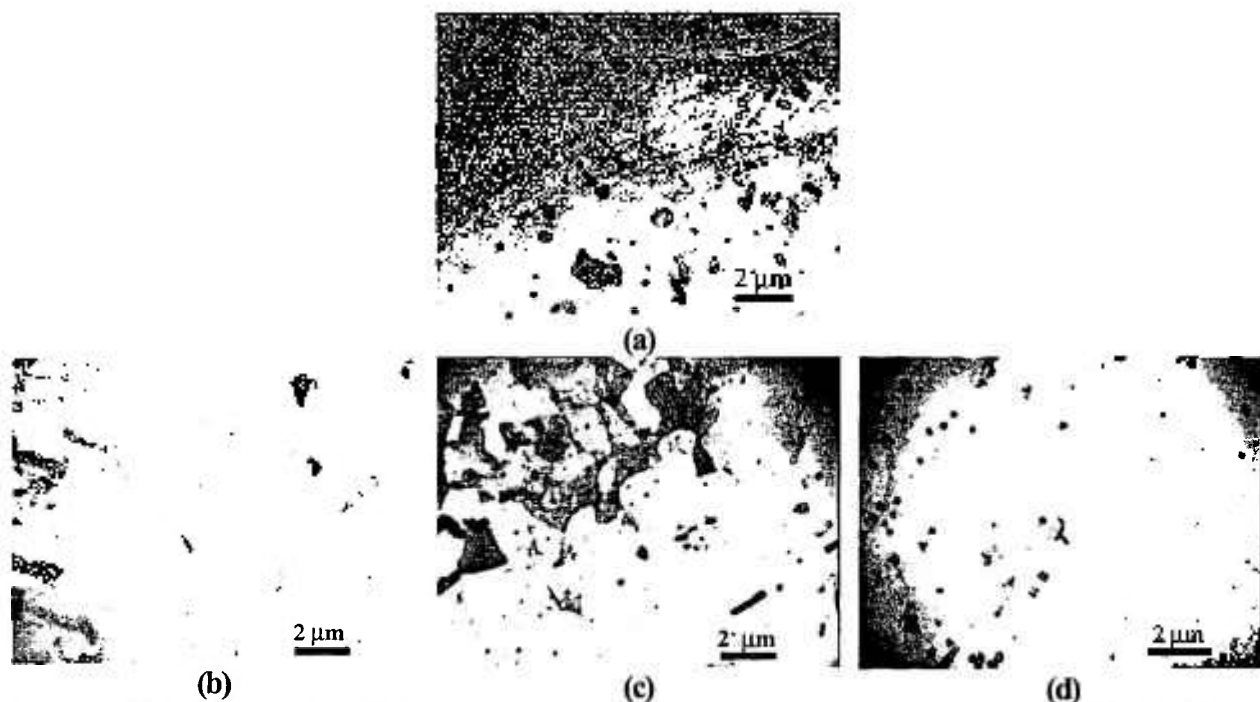


Figura 4.10. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de transmissão da liga Al-4Mg-0,6Zr das amostras que passaram por processo de conformação mecânica (90% de redução em área) das amostras: a) sem tratamento, b) 623 K, 60 s e c) 623 K, 600 e d) 623 K, 6000 s.

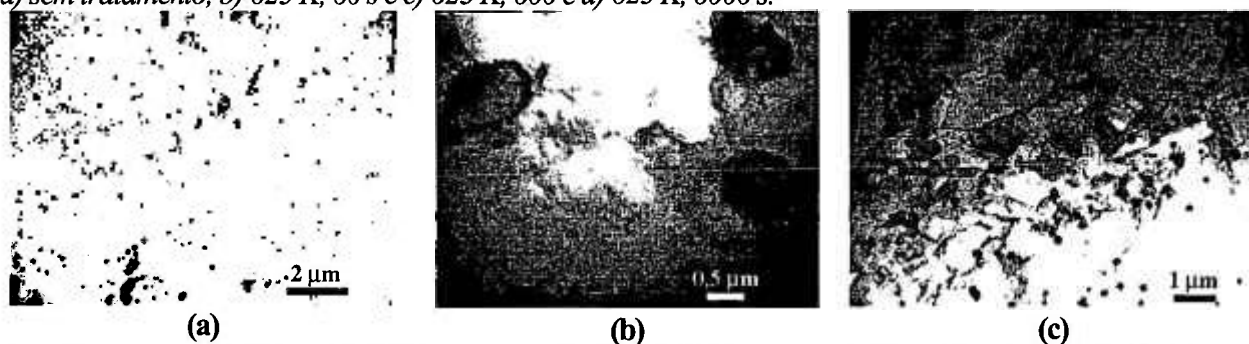


Figura 4.11. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de transmissão da liga Al-4Mg-0,6Zr das amostras que passaram por processo de conformação mecânica (90% de redução em área) das amostras: a) 723 K, 60 s, b) 723 K, 600 e c) 723 K, 6000 s.

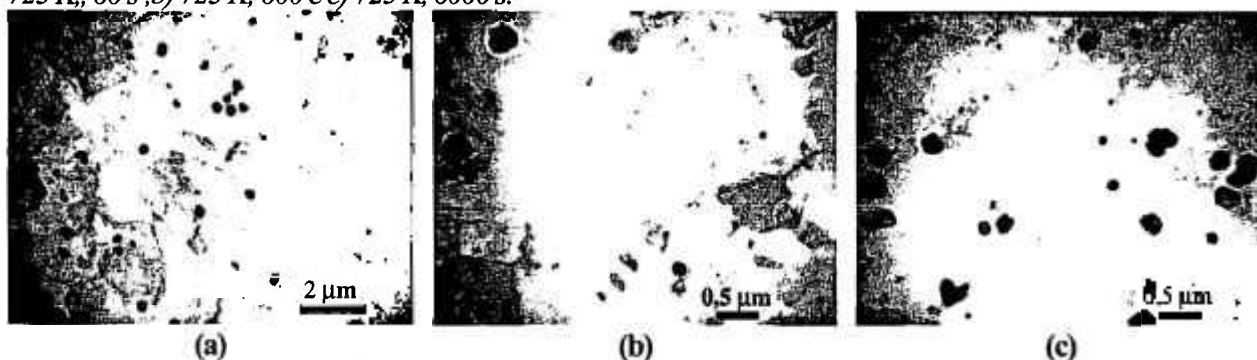


Figura 4.12. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de transmissão da liga Al-4Mg-0,6Zr das amostras que passaram por processo de conformação mecânica (90% de redução em área) das amostras: a) 823 K, 60 s, b) 823 K, 600 e c) 823 K, 6000 s.

As micrografias da sequência 4.11. apresentam inicialmente em uma estrutura característica de grãos mais bem formados, indicando que a temperatura e tempo de tratamento neste caso também auxiliaram mais ativamente no processo de rearranjo microestrutural da liga e observa-se parte do processo de recristalização. A sequência (b) e (c) mostram o mesmo tipo de formação de grãos sendo que em ambas as micrografias observa-se grãos com variações nas orientações marcadas pelas diferenças nos contrastes observados entre os diversos grãos.

A sequência de micrografias 4.12. apresenta em muitos aspectos, as mesmas características da sequência 4.11. Observa-se na sequência de micrografias uma dispersão de precipitados dentro de grão mais pronunciada em (a) do que em (b) e/ou (c). Pode-se observar em (c) uma subestrutura dentro de grão.

4.1.2. Análise do material tratado termicamente *in situ*

4.1.2.1. Análise durante isoterma de 623 K de amostra da liga Al-2Mg-0,6Zr laminada e sem tratamento térmico prévio

Foram feitas análises da liga Al-2Mg-0,6Zr com 79% de redução em área, sem tratamento térmico prévio, em sistema de estágio quente, acoplado ao microscópio eletrônico de transmissão JEOL JEM 200C, disponível no CCTM do IPEN/USP.

As análises da interação entre precipitados e discordâncias auxiliaram a interpretar os fenômenos que ocorrem durante o processo de recuperação, recristalização e crescimento de grão nas ligas em estudo. A Figura 4.13. mostra uma sequência de interações locais entre discordâncias e precipitados, seguindo o mesmo tempo de tratamento em 623 K.

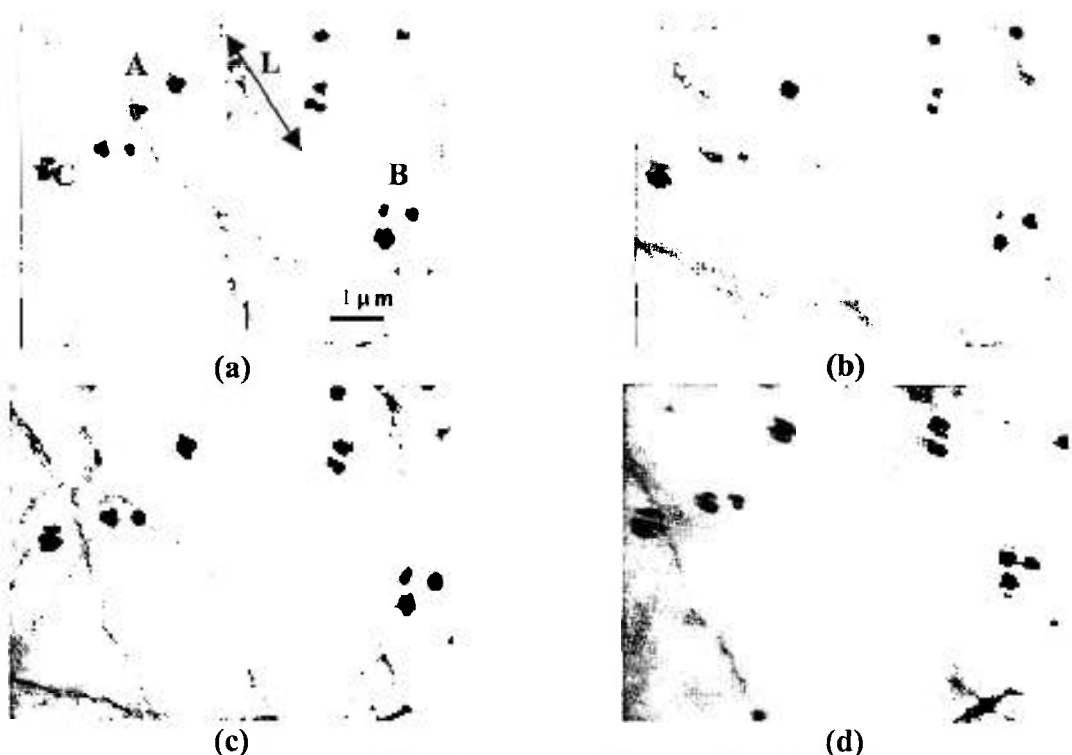


Figura 4.13. *Análise da liga Al-2Mg-0,6Zr com 79% de redução em área, sem tratamento térmico prévio, in situ a temperatura fixa de 623 K: a) 0 s, b) 60 s, c) 600 s e d) 6000 s.*

A figura 4.13.a mostra três regiões principais de análise as quais serão comparadas quanto à evolução microestrutural nas figuras 4.13.b a 4.13.d. Na região A observa-se um precipitado que interage com uma frente de discordâncias L que se movimenta em sua direção entre os instantes de tempo 0 e 60 s de tratamento térmico. No entanto, a mesma frente de discordâncias mostra-se estacionada, ou no termo comum, “ancorada” na partícula entre o intervalo de 60 a 600 s, sendo que somente pouco após este tempo observou-se a passagem desta, que já não se mostra visível após 6000 s de tempo de tratamento térmico.

Já, observando-se em torno de cada precipitado do conjunto de B um ancoramento de discordâncias após 6000 S, indicando uma alta energia de ancoramento local devido a este.

Em relação à partícula C, observa-se que ao longo do tempo de tratamento, parece ter passado por um processo de dissolução na matriz mais pronunciado que as demais partículas, iniciando-se pelas regiões periféricas, sendo que após 6000 s de isoterma indica a dissolução, também, de regiões internas.

4.1.2.2. Análise *in situ* seguindo curva DSC em amostra das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr laminada e sem tratamento térmico prévio

Foram feitas análises das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr, laminadas a 79% de redução em área e sem tratamento térmico prévio, em sistema de estágio quente, acoplado ao microscópio eletrônico de transmissão JEOL JEM 200C, disponível no CCTM do IPEN/USP seguindo a mesma curva de tratamento térmico da análise do DSC descrita no item 3.10. sendo que as curvas referentes a estas análises são apresentadas no item 4.6.

As análises auxiliaram a interpretar os fenômenos e verificar as alterações microestruturais numa mesma região de análise que ocorrem durante o processo de tratamento térmico imposto, partindo de temperaturas próximas ao do ambiente até temperaturas que passam pela temperatura de recuperação e recristalização inclusive.

A Figura 4.14. mostra a sequência de mudanças microestruturais numa mesma região de análise de amostra da liga Al-2Mg-0,6Zr, enquanto que a Figura 4.15. mostra a sequência relativa a liga Al-4Mg-0,6Zr.

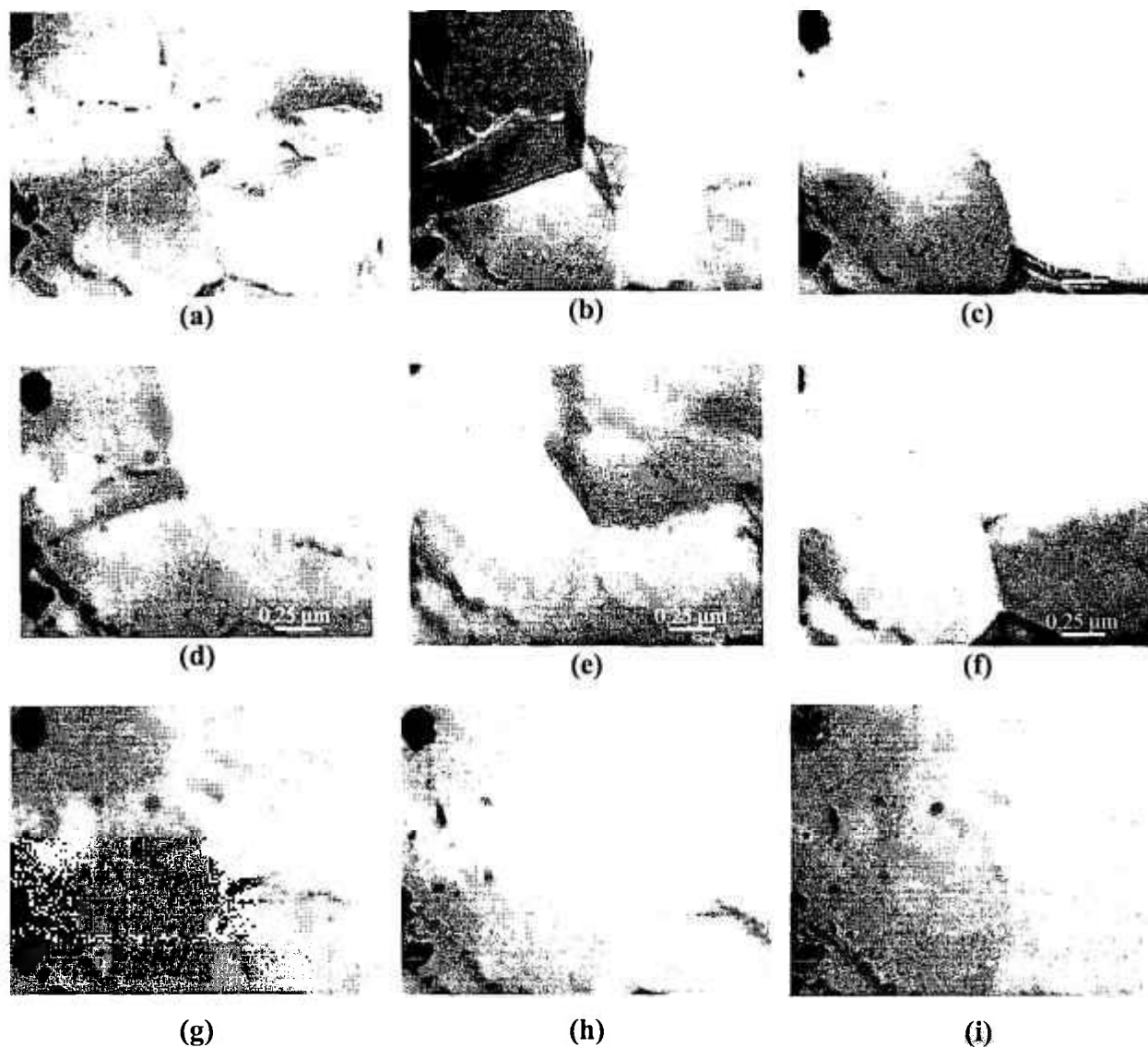


Figura 4.14. Análise da liga Al-2Mg-0,6Zr, 79% de redução em área, por MET, *in situ* a temperatura de: a) 273 K, b) 373 K, c) 423 K, d) 473 K, e) 523 K, f) 573 K, g) 673 K, h) 723 K e i) 773 K.

Observa-se na sequência de micrografias 4.14. a interação entre discordâncias e precipitados muito finos em (a), tais contornos podem ser melhor observados na Figura (b) devido a uma pequena variação no eixo de observação que levou a diferença de contraste dos grãos em relação às micrografias anterior e seguintes. Pode-se notar, assim como na sequência da Figura 4.13., a movimentação de discordâncias, seu ancoramento em alguns precipitados nas micrografias de (d) a (i). Na mesma sequência observa-se a formação de uma precipitação fina no canto inferior esquerdo das micrografias e a partir de (g) a formação de um contorno mais pronunciado nesta região, indicando que a precipitação está ancorando discordâncias que está formando um contorno de grão. Pouco ou quase nenhum defeito cristalino é observado na micrografia (i) desta sequência.

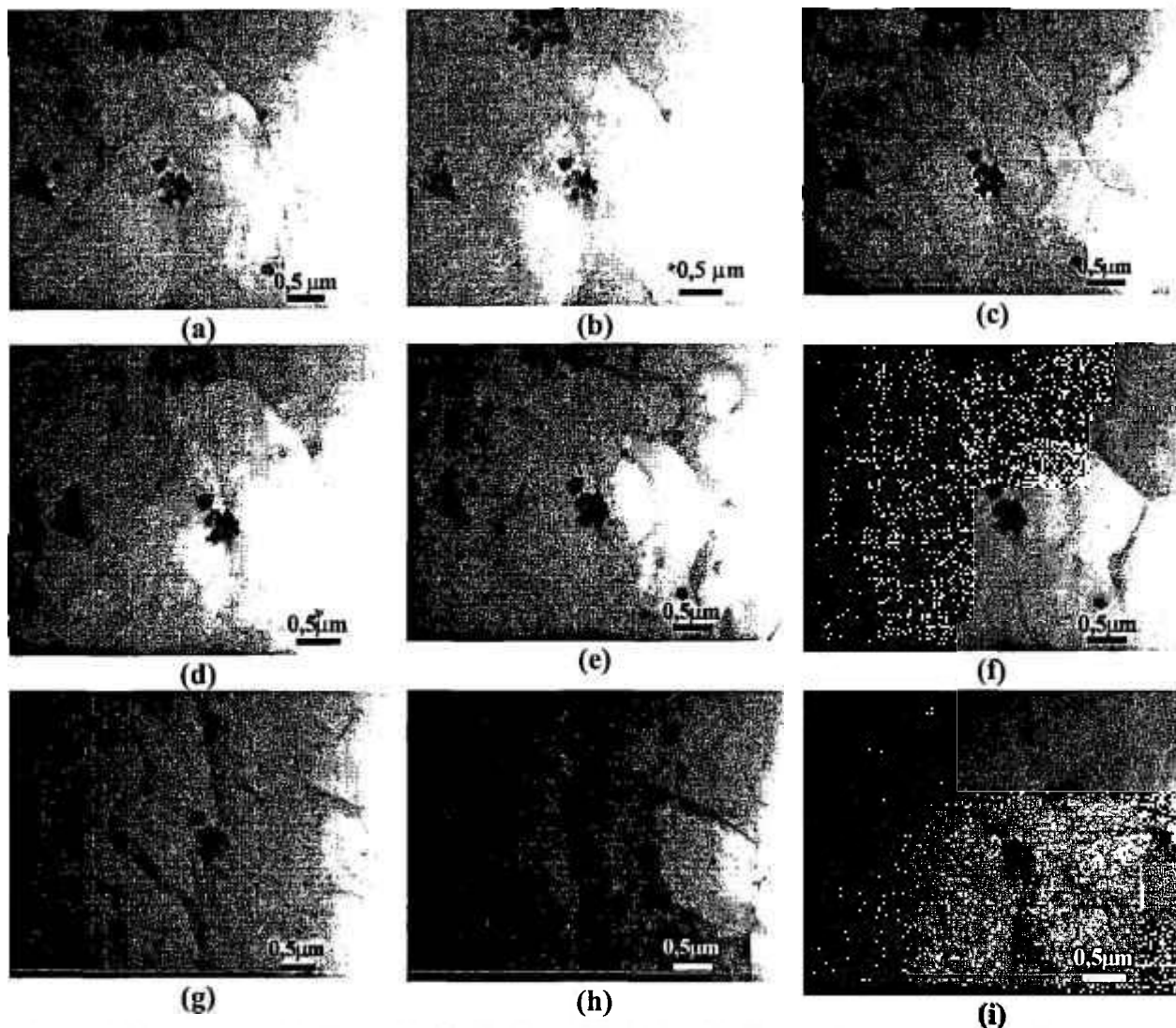


Figura 4.15. *Análise da liga Al-4Mg-0,6Zr, 79% de redução em área, por MET, in situ a temperatura de: a) 293 K, b) 373 K, c) 423 K, d) 473 K, e) 523 K, f) 573 K, g) 673 K, h) 723 K e i) 773 K.*

Observa-se na seqüência de micrografias 4.15., da mesma maneira que na seqüência de micrografias 4.14., a interação entre discordâncias e precipitados muito finos em (a), além da presença de precipitados em formato de “ilhas”. Os contornos podem ser melhor observados na Figura (b) devido ao melhor contraste conseguido. Pode-se notar, também, como na seqüência da Figura 4.13. e 4.14., a movimentação de defeitos cristalinos do tipo discordâncias e seu ancoramento em alguns precipitados nas micrografias (d) e (g) principalmente. Em (h) e (i) devido a pequenas variações na rotação do eixo de alinhamento do feixe o contraste ficou aquém do desejado, porém pode-se registrar a formação de células muito pequenas da ordem de 0,5 μm a 1 μm dentro de grãos. Estas células, aparentemente, formaram-se devido ao alto grau de densidade de discordâncias apresentado nas amostras desta liga, que levaram a formação da estrutura observada nas micrografias 4.7. a 4.12.

Observa-se, de forma geral, nas micrografias obtidas das amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr tratadas termicamente *in situ* que na sequência de (a) até (f) uma competição entre deslocamento de contornos de grão e precipitados muito finos em contorno, indicando que nesta até a temperatura indicada para a micrografia (f), que é de 573 K, está ocorrendo, principalmente o processo de recuperação. A partir da micrografia (g) parece ocorrer o aumento das fronteiras dos grãos, sendo estas mais pronunciadas a partir dos grãos maiores em detrimento dos menores, indicando que nesta temperatura está ocorrendo mais ativamente o fenômeno de recristalização.

4.1.3. Padrão de difração característico de material de base para amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr

Foram obtidos os padrões de difração eletrônica de amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr em estudo sem tratamento térmico prévio. As Figuras 4.16. e 4.17. mostram respectivamente as micrografias de material de base e seu respectivo padrão de difração.

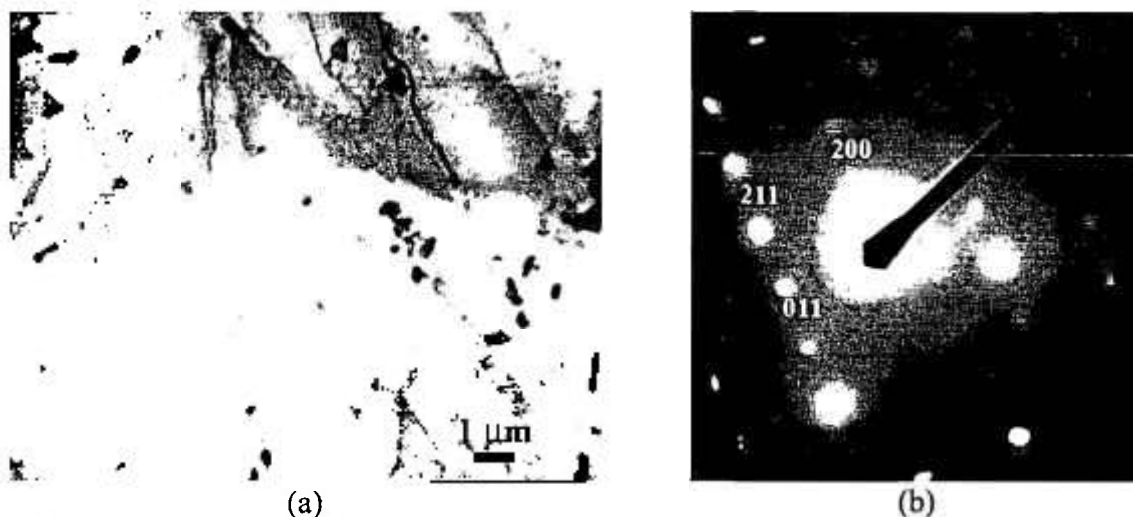


Figura 4.16. (a) Micrografia obtida por microscopia eletrônica de transmissão de amostra da liga Al-2Mg-0,6Zr e (b) padrão de difração da região.

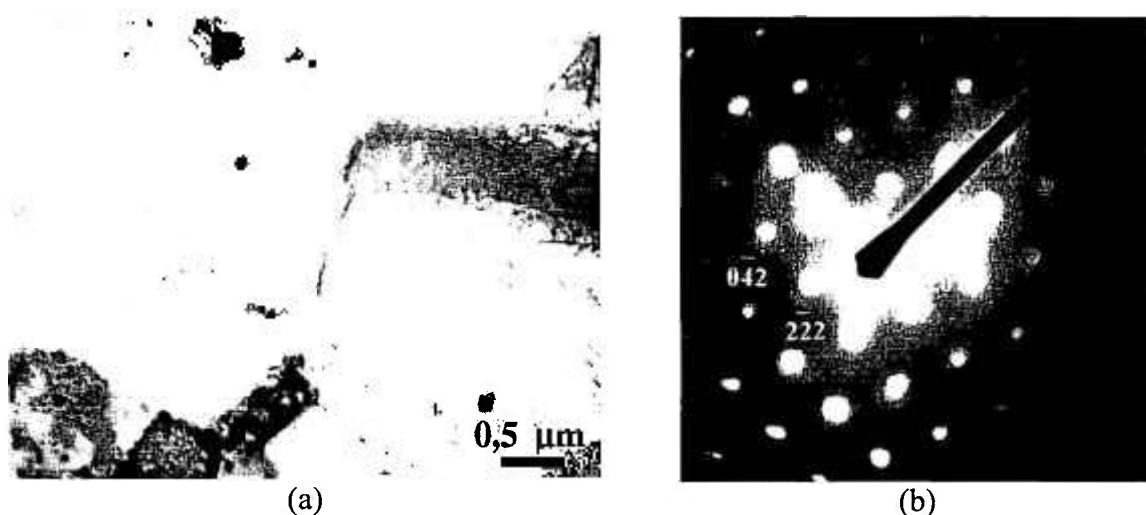


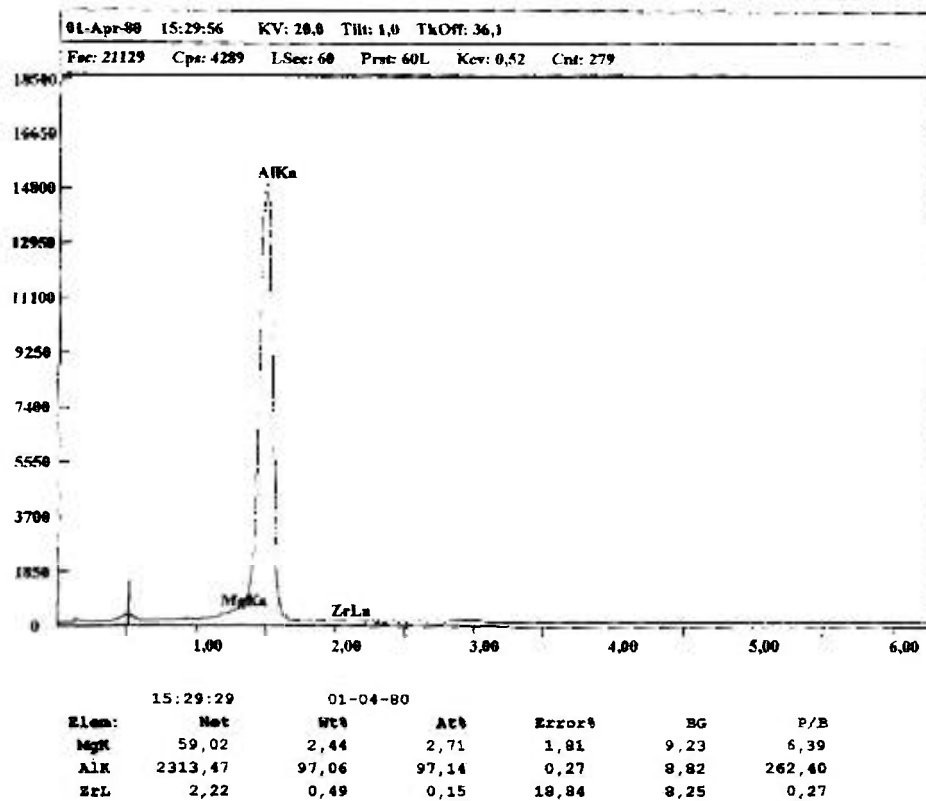
Figura 4.17. (a) Micrografia obtida por microscopia eletrônica de transmissão de amostra da liga Al-4Mg-0,6Zr e (b) padrão de difração da região.

Observa-se na Figura 4.16.a células alongadas com dispersão de precipitados finos por toda a matriz, sendo o padrão de difração, na Figura 4.16.b., correspondente à direção [011]. Já na Figura 4.17.a é possível observar uma quantidade grande de defeitos cristalinos (discordâncias) dentro de células e dispersão de precipitados pela matriz sendo o padrão de difração, na Figura 4.17.b correspondente próximo à direção $[\bar{1}12]$.

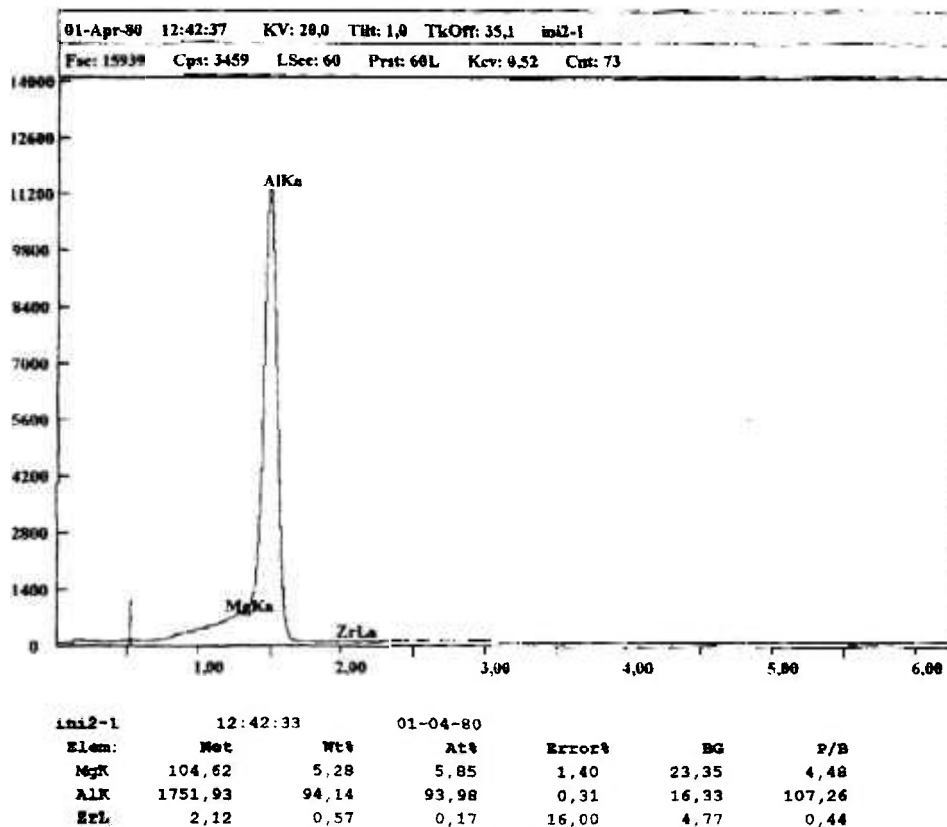
4.2. Análise da composição química

4.2.1. Análise da composição química do material de base

A Figura 4.18. mostra a caracterização química obtida por espectroscopia de dispersão de energia (EDS), das amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr compactadas e extrudadas.



(a)



(b)

Figura 4.18. Caracterização química obtida por espectroscopia de dispersão de energia (EDS), das amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr compactadas e extrudadas.

As análises químicas das amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr mostram uma boa dispersão dos componentes de liga e microligantes na matriz para os materiais compactados e extrudados bem como a proximidade dos valores em peso utilizados.

4.3. Análise dos precipitados presentes

4.3.1. Análise da composição química dos precipitados presentes

Utilizaram-se técnicas de espectroscopia de dispersão de energia (EDS) para a identificação dos precipitados presentes nas amostras da liga amostras da liga Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr preparadas para a caracterização microestrutural. As Figuras 4.18. e 4.19. mostram os dois tipos de precipitados encontrados e seu espectro de dispersão de energia característico.

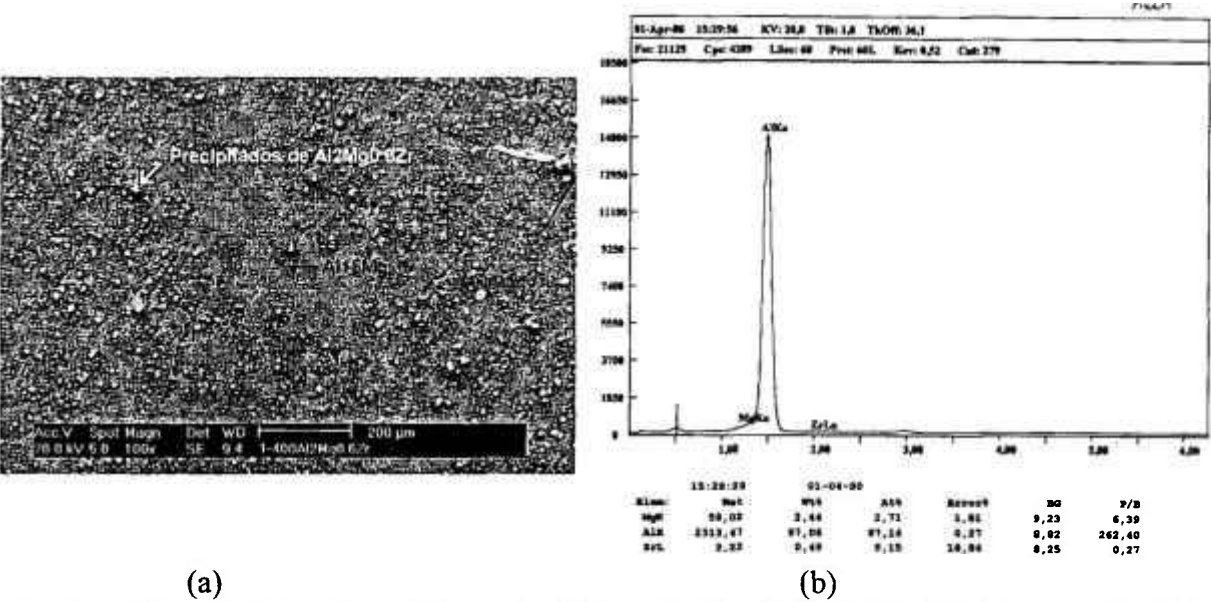


Figura 4.18.(a) Micrografia obtida por MEV de precipitado de mesma composição da matriz e (b) espectro por dispersão de energia.

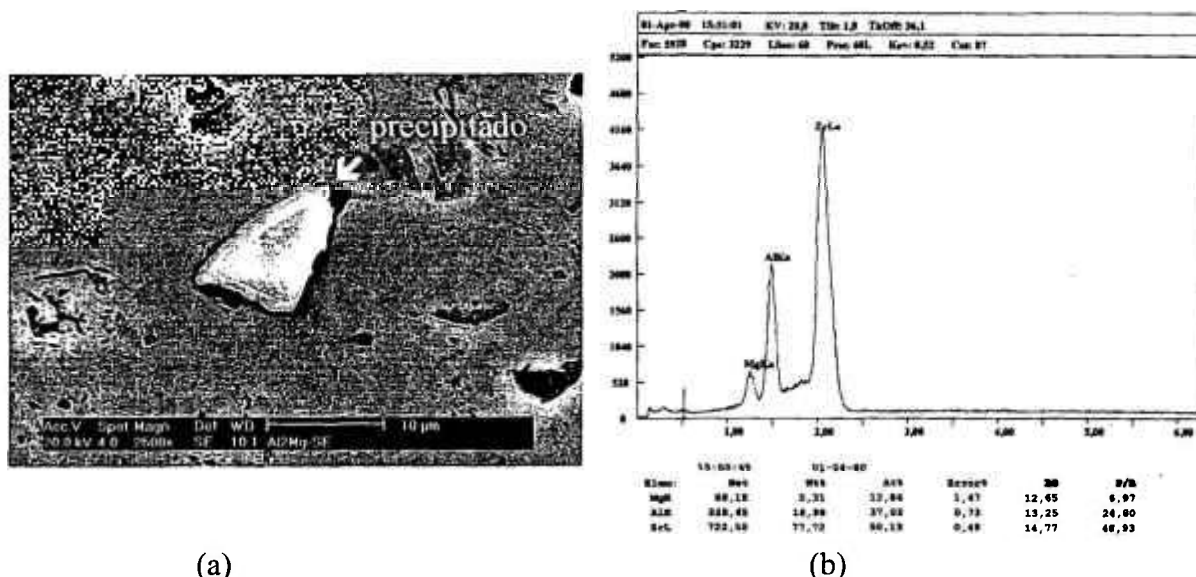


Figura 4.19. (a) Micrografia obtida por MEV de precipitado Zr_5Al_4Mg e (b) espectro por dispersão de energia.

As análises por EDS mostraram precipitados de mesma composição química da matriz nas amostras da liga Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr, após compactação e extrusão a quente e tratamentos térmicos.

Verificou-se também, a princípio, a presença de um segundo precipitado com base no elemento zircônio, com uma estequiometria Zr_5Al_4Mg não encontrada na literatura disponível.

4.3.2. Análise dos precipitados presentes por microscopia eletrônica de transmissão

Utilizaram-se técnicas de microscopia eletrônica de transmissão (campo claro, campo escuro e padrão de difração) para a identificação dos precipitados presentes nas amostras da liga amostras da liga Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr preparadas para a caracterização microestrutural. A Figura 4.20.. mostra um tipo de precipitado ($ZrAl_3$) e seu padrão de difração característico.

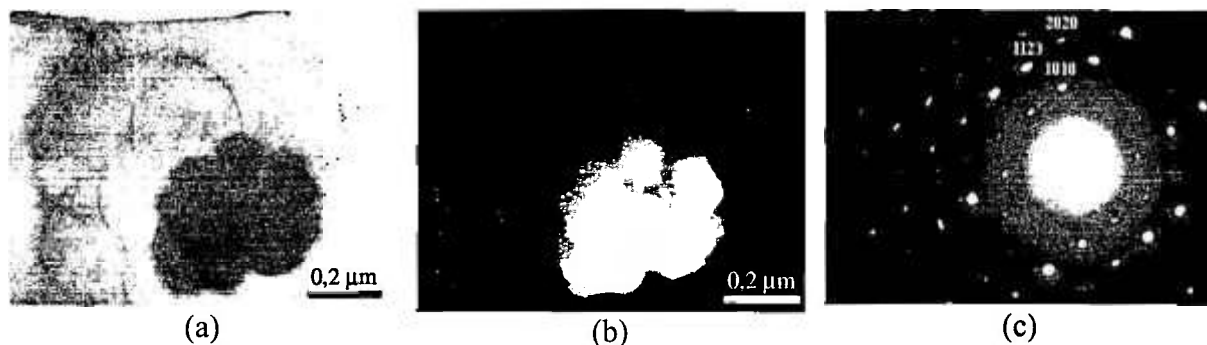


Figura 4.20. *Análise dos precipitados presentes por microscopia eletrônica de transmissão dos precipitados presentes em amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr. Micrografia de precipitado $ZrAl_4$ em (a) campo claro; (b) campo escuro e (c) padrão de difração do precipitado.*

Observa-se a presença deste tipo de precipitado em todas as amostras em estudo, tanto dentro de grão quanto em contorno de grão e, em muitos pontos, em forma de pequenas “ilhas” de precipitados que parecem ser devidas a supersaturação de zircônio nas ligas em estudo.

4.4. Análise do tamanho de grão

As Figuras 4.21 a 4.24. mostra a análise da evolução do tamanho médio de grão para as amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr por conformação mecânica e tratamentos térmicos. Os tamanhos médios obtidos para as amostras com tempo de tratamento de 60 s são relativos às células que representam a estrutura deformada (grãos alongados), que devidos a presença de defeitos cristalinos internos aos grãos acabam por gerar novos grãos recristalizados (com menores tamanhos médios).

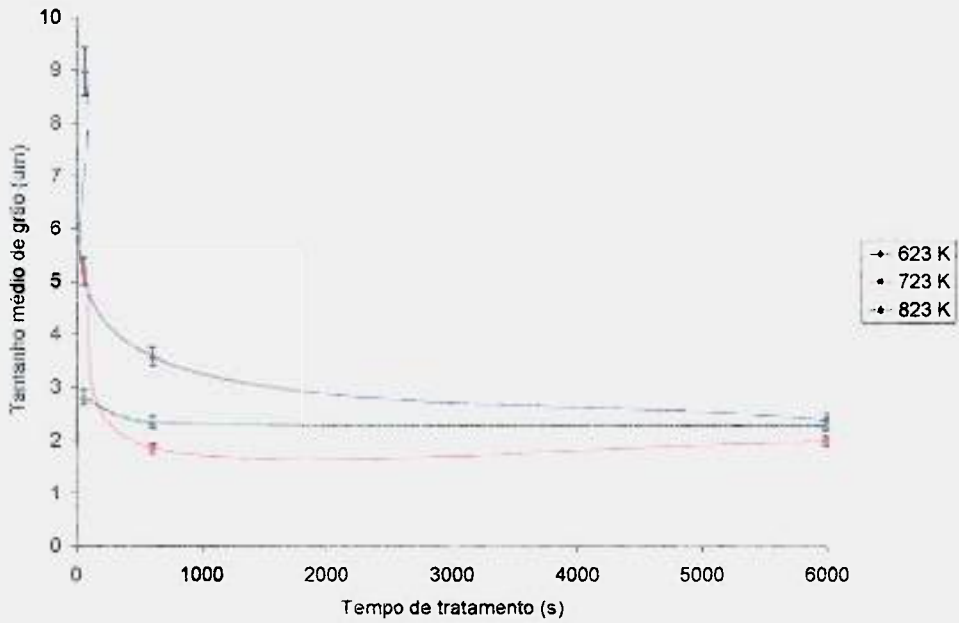


Figura 4.21. Perfil da evolução do tamanho médio de grão para as amostras de Al-2Mg-0,6Zr que passaram por processos de conformação mecânica (79% de redução em área) e tratamentos térmicos a 623, 723 e 823 K.

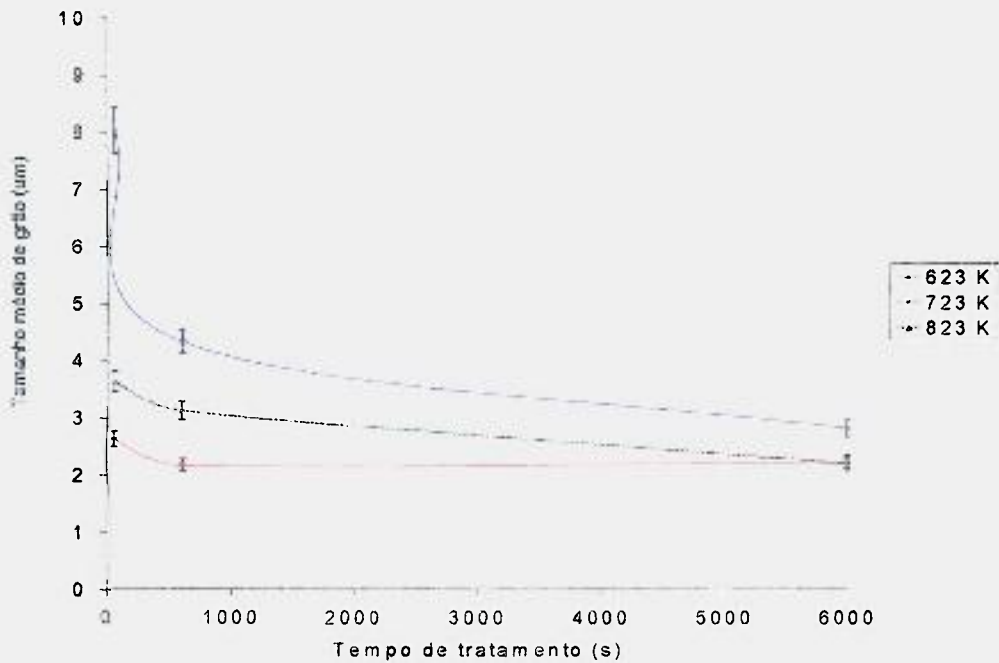


Figura 4.22. Perfil da evolução do tamanho médio de grão para as amostras de Al-2Mg-0,6Zr que passaram por processos de conformação mecânica (90% de redução em área) e tratamentos térmicos a 623 K, 723 K. e 823 K.

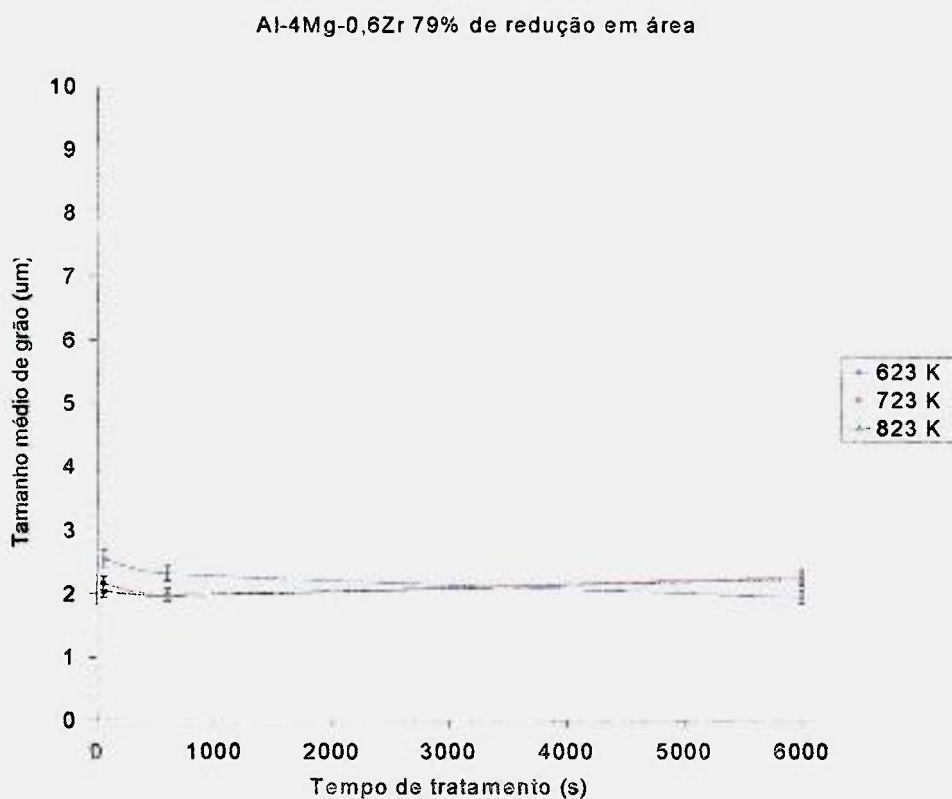


Figura 4.23. Perfil da evolução do tamanho médio de grão para as amostras de Al-4Mg-0,6Zr que passaram por processos de conformação mecânica (79% de redução em área) e tratamentos térmicos a 623, 723 e 823 K.

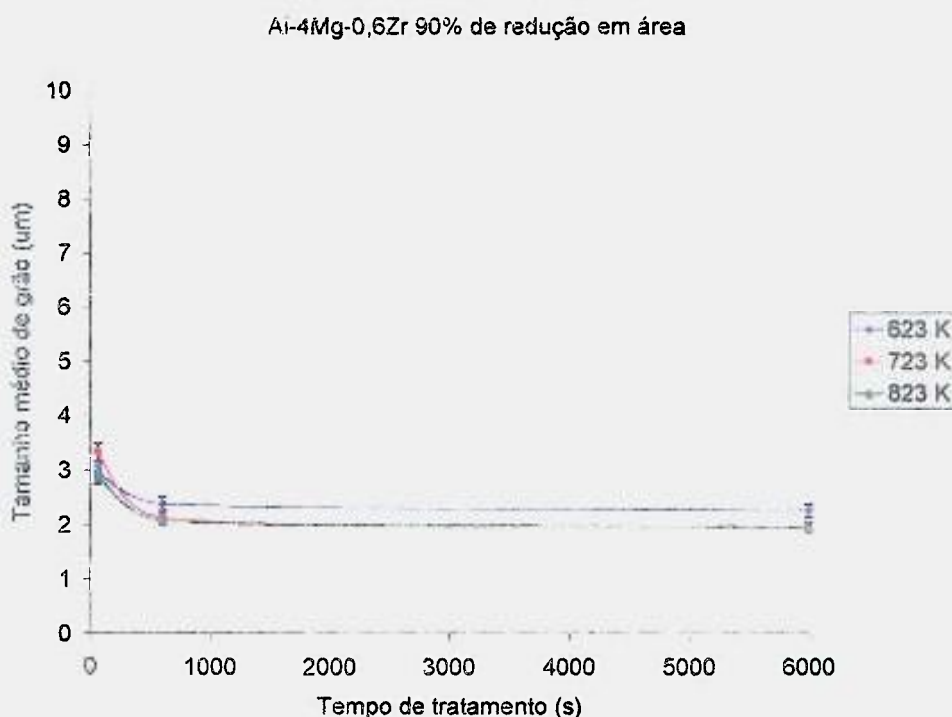


Figura 4.24. Perfil da evolução do tamanho médio de grão para as amostras de Al-4Mg-0,6Zr que passaram por processos de conformação mecânica (90% de redução em área) e tratamentos térmicos a 623, 723 e 823 K.

As análises do tamanho médio de grão para as ligas Al-2Mg-0,6Zr com redução de 79 e 90% em área mostram que houve uma diminuição inicial do tamanho de grão menor para as temperaturas de tratamento de 623 K e 723 K do que aquelas das amostras de Al-4Mg-0,6Zr nas mesmas condições de deformação impostas para tempos inferiores a 600 s. Observa-se, entretanto, que para a temperatura de 723 K e tempos superiores a 600 s praticamente não houve variação do tamanho médio de grão entre os pontos estando estes em média de $2,39 \pm 0,01 \mu\text{m}$. Tais valores são citados na literatura para diferentes ligas obtidas por metalurgia do pó[6].

O menor tamanho médio de grão medido das amostras Al-4Mg-0,6Zr com tempo de tratamento térmico de 60 s se comparado com os das amostras Al-2Mg-0,6Zr com mesmo tempo de tratamento térmico, pode ser atribuído ao fato de que a maior quantidade de magnésio gera uma densidade de discordâncias inicial maior[5], gerando assim uma maior densidade de núcleos menores para iniciar o processo de recuperação e recristalização.

4.5. Dureza Vickers

A análise da dureza Vickers, mostra uma pequena diminuição no valor da dureza das amostras Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr com redução 79% e 90 em área tratadas termicamente, à temperatura de 623 K e 723 K por 0, 60, 600 e 6000 s, conforme mostram as Figura 4.25. a 4.28..

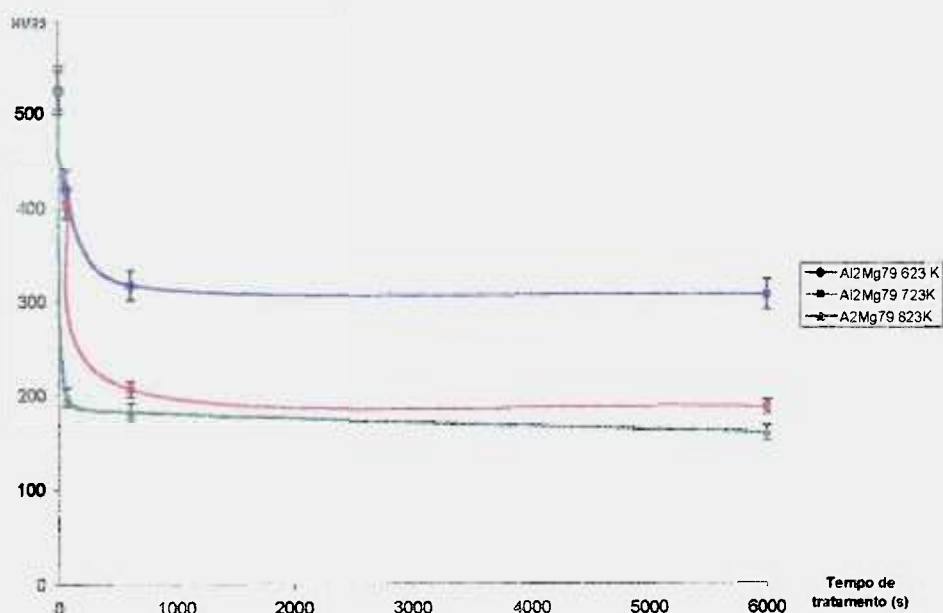


Figura 4.25. Perfil de Dureza Vickers das amostras Al-2Mg-0,6Zr com 79% de redução em área e que passaram por tratamentos térmicos

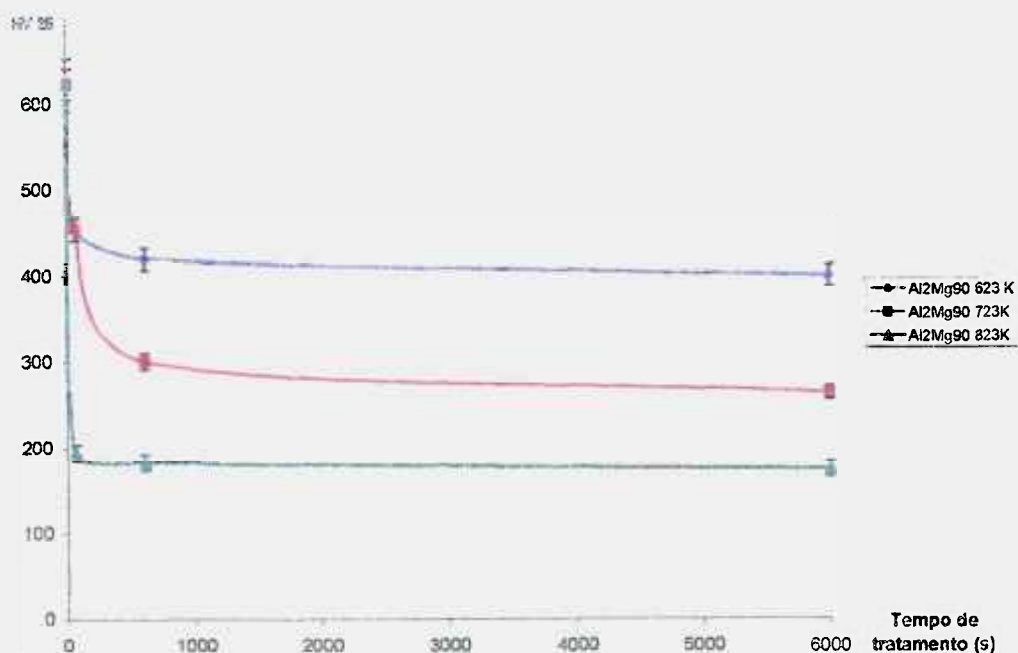


Figura 4.26. Perfil de Dureza Vickers das amostras Al-2Mg-0,6Zr com 90% de redução em área e que passaram por tratamentos térmicos.

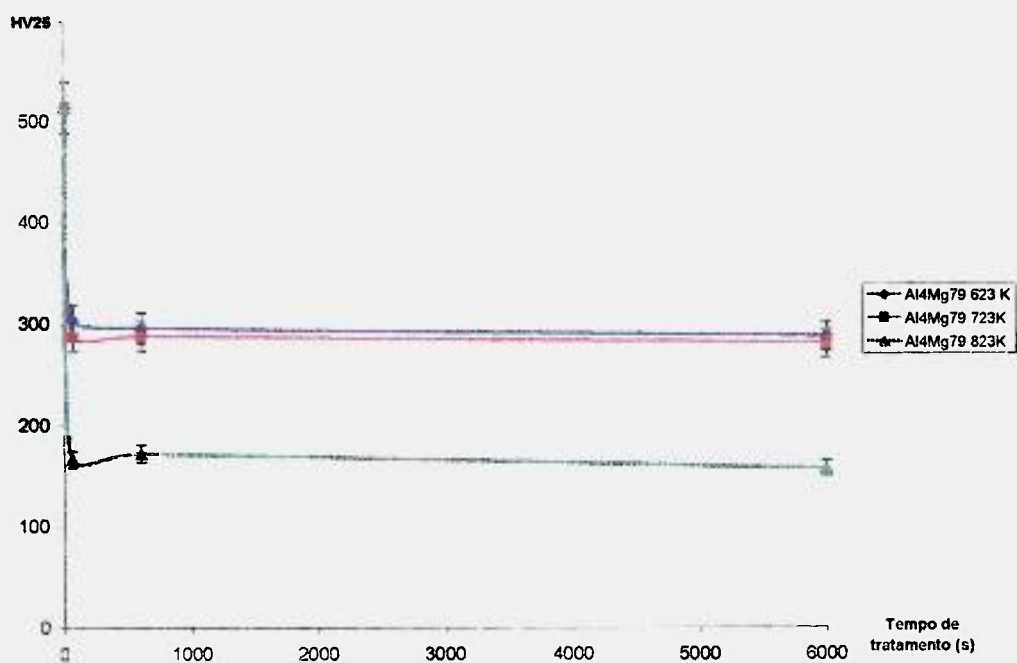


Figura 4.27. Perfil de Dureza Vickers das amostras Al-4Mg-0,6Zr com 79% de redução em área e que passaram por tratamentos térmicos

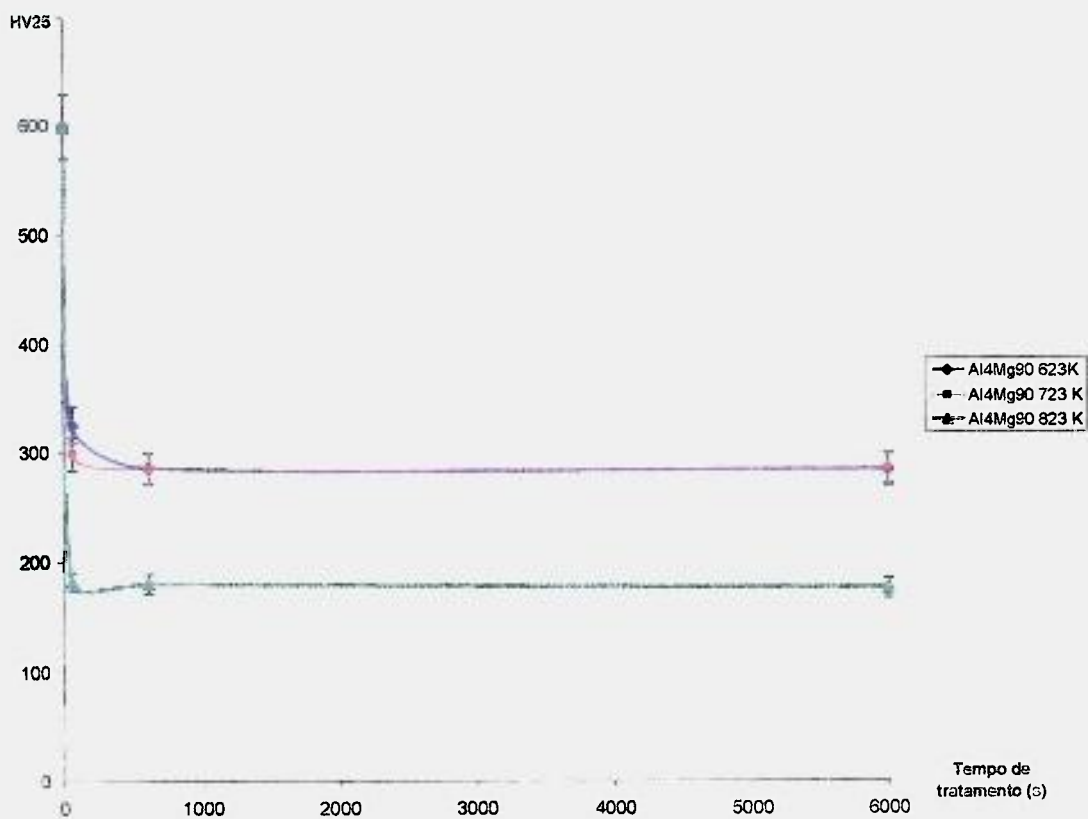


Figura 4.28. Perfil de Dureza Vickers das amostras Al-4Mg-0,6Zr com 90% de redução em área e que passaram por tratamentos térmicos.

Observa-se em todos os perfis de dureza uma queda dos valores com o aumento da temperatura de tratamento. Em relação ao tempo de tratamento, verifica-se que a partir de um tempo de 600 s de tratamento térmico os valores de dureza, para cada curva, estabilizam, indicando que a temperatura de tratamento não é suficiente para gerar nenhum novo alívio de tensão. Comparativamente às curvas da liga Al-2Mg-0,6 Zr, as relativas a liga Al-4Mg-0,6Zr, mostram que com o aumento da temperatura de 623 K para 723 K praticamente os valores de dureza permaneceram constantes, a não ser por aqueles de tempo de 60 s de tratamento, o que sugere que o aumento nas quantidades de magnésio associado com a supersaturação em zircônio está influenciando na cinética de recuperação/recristalização. Verifica-se para todas as curvas de temperatura de tratamento 823 K uma dureza final após tratamentos em torno de 180 HV₂₅.

As Figuras 4.29. a 4.32. mostram as curvas isotônicas referentes as amostras das ligas em estudo. Estas curvas foram obtidas para auxiliar a determinação das regiões em que ocorre a recuperação e a recristalização no material, seguindo o proposto pela literatura que analisa a relação entre a resistência mecânica e temperatura de recozimento, como se pode relacionar a dureza com resistência mecânica.[57, 68]

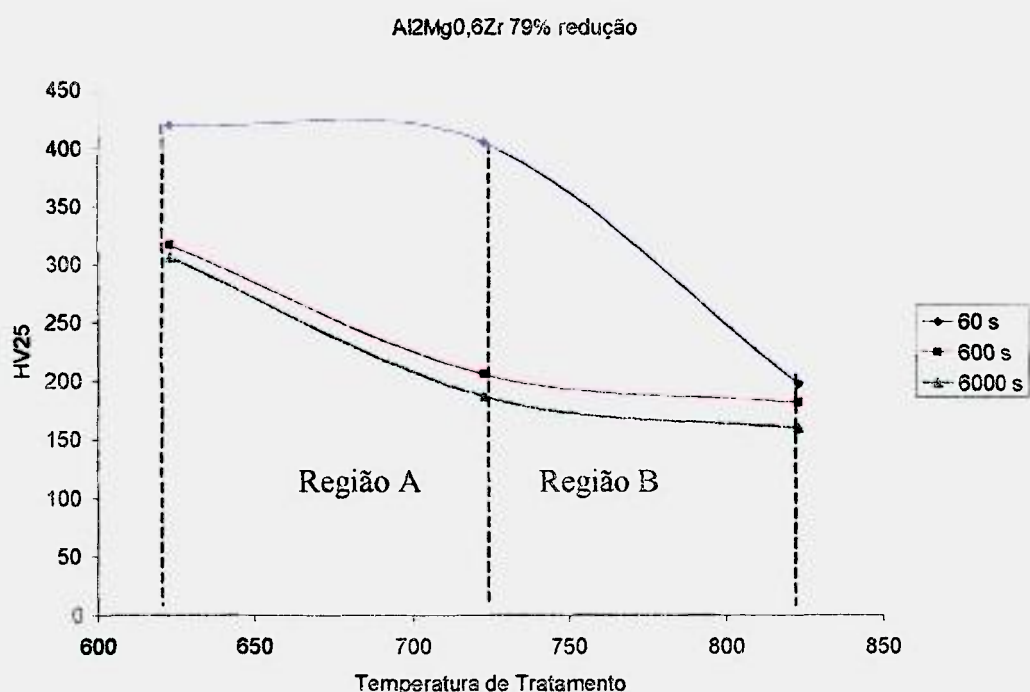


Figura 4.29. Curvas isotônicas para liga Al-2Mg-0,6Zr 79% de redução em área.

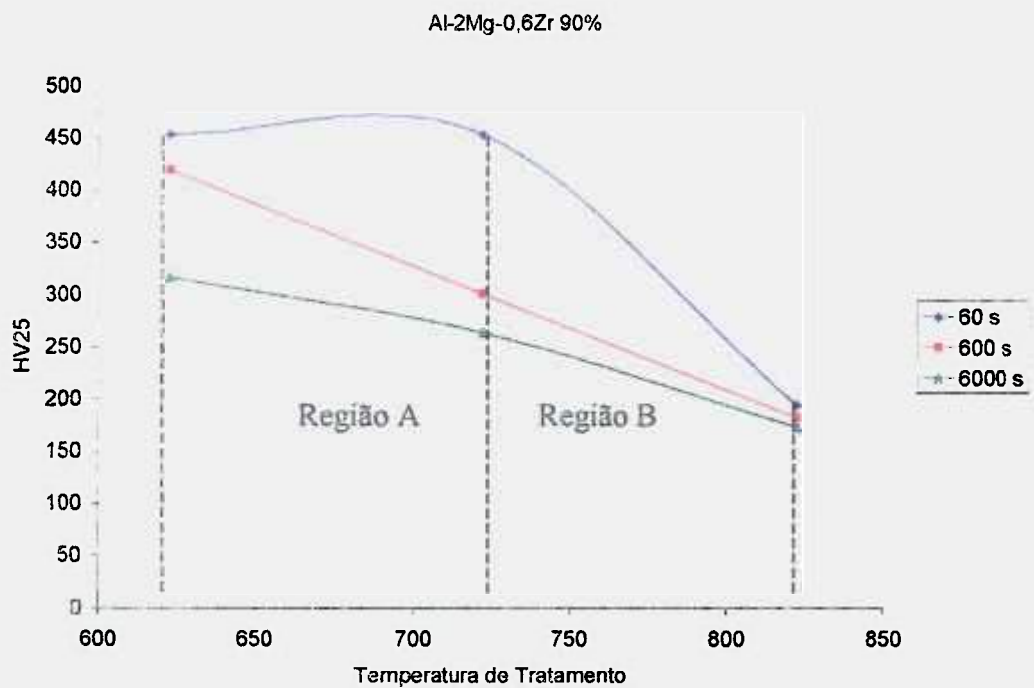


Figura 4.30. *Curvas isotônicas para liga Al-2Mg-0,6Zr 90% de redução em área.*

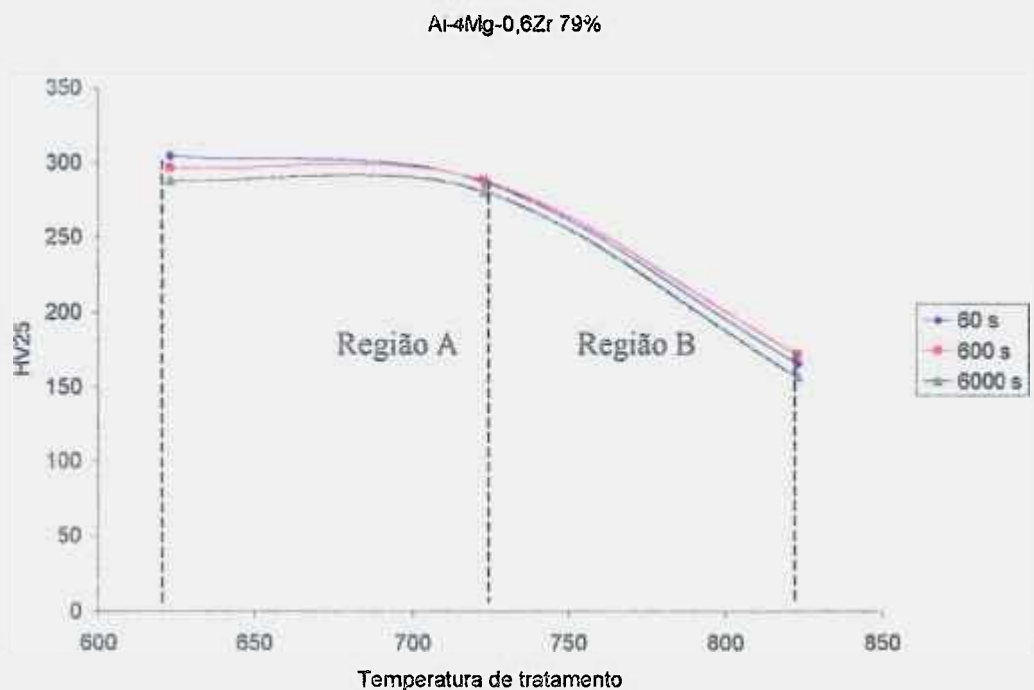


Figura 4.31. *Curvas isotônicas para liga Al-4Mg-0,6Zr 79% de redução em área.*

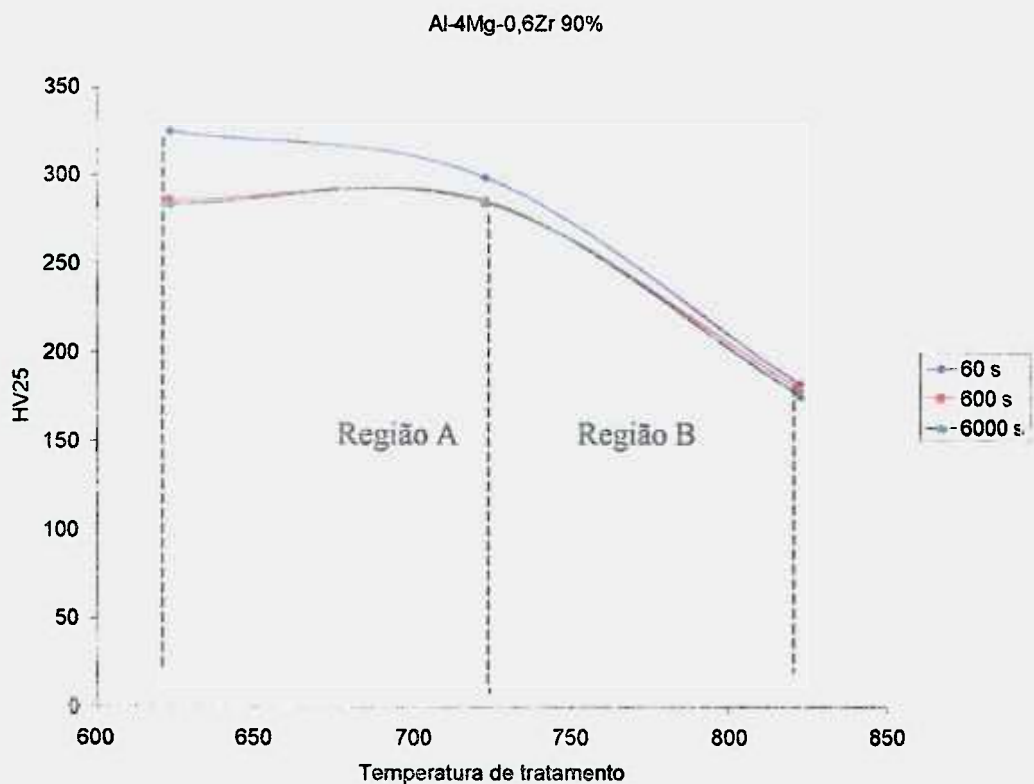


Figura 4.32. *Curvas isotônicas para liga Al-4Mg-0,6Zr 90% de redução em área*

As Figuras 4.29. e 4.30. mostram que para a isotônica de 60 s, na região A (entre 623 K e 723 K) ocorre principalmente a recuperação, e na região B para a mesma tem-se a recrystalização. Nas isotônicas de 600 e 6000 s indicam a recrystalização.

A análise das Figuras 4.31. e 4.32. indicam que na região A está ocorrendo, principalmente o processo de recuperação, e na região B o processo de recrystalização.

A convergência das curvas indica que o processo de recrystalização deve estar finalizando próximo a temperatura de 823 K e que a partir desta deve ocorrer o crescimento de grão.

Com o aumento do teor de magnésio, as curvas isotônicas mostram uma maior semelhança no comportamento. Sabe-se que o aumento do magnésio nas ligas Al-Mg gera uma maior densidade de discordâncias[5], que está intimamente relacionado com o aumento de dureza devido.

4.6. Calorimetria exploratória diferencia (DSC – Differential Scanning Calorimetry)

As Figuras 4.33. e 4.34. mostram as curva de DSC para amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr com redução em área de 79%, sem tratamento térmico prévio.

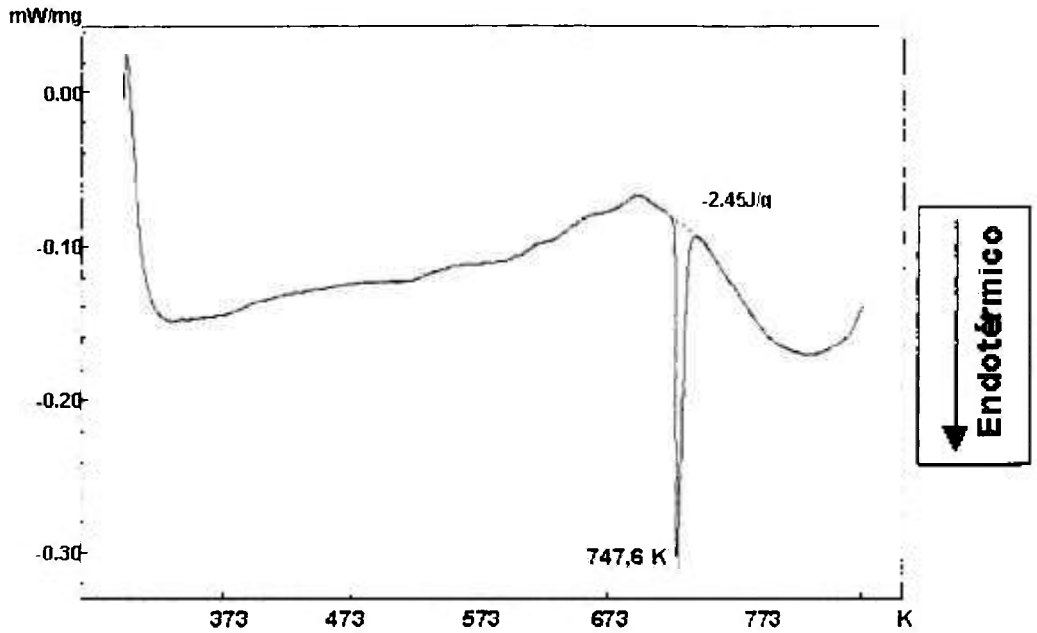


Figura 4.33. Curva de DSC para amostra identificada por Al-2Mg-0,6Zr obtida sob atmosfera dinâmica de N_2 (100 ml min.) e taxa de aquecimento de 0,17 K/s.

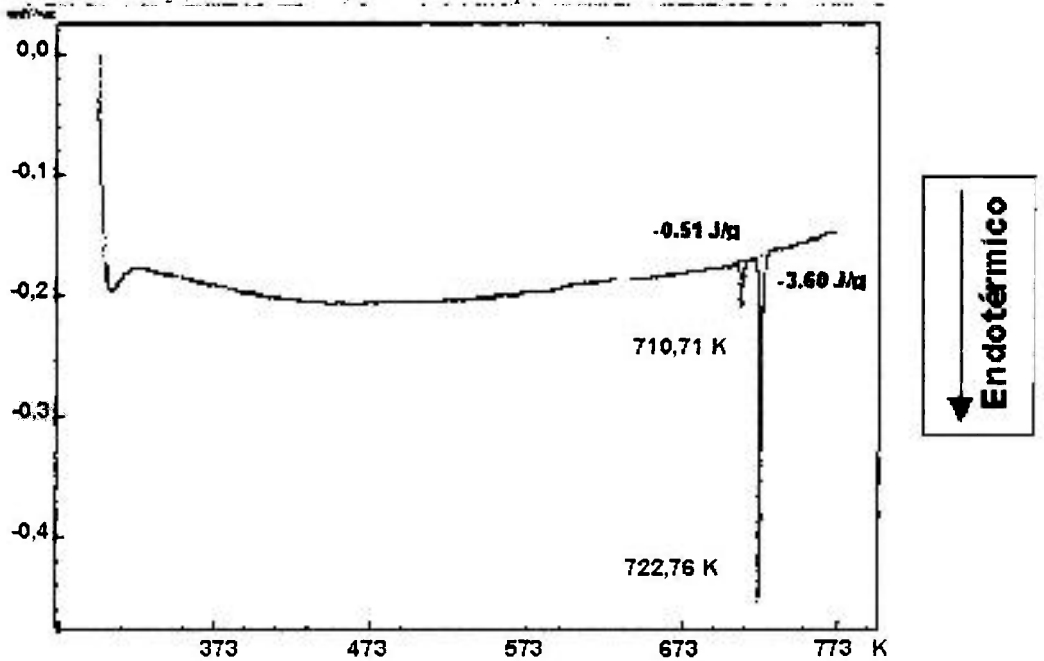


Figura 4.34. Curva de DSC para amostra identificada por Al-4Mg-0,6Zr. obtida sob atmosfera dinâmica de N_2 (100 ml min.) e taxa de aquecimento de 0,17 K/s.

As curvas de DSC para as amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr a 79% de redução em área mostram uma transformação de fase próximo da temperatura de 723 K, um pico endotérmico que pode estar associado a fusão do eutético Mg_5Al_8 [12].

Foi possível através da interpretação e análise das curvas e da utilização da equação 2.46. determinar as energias de ativação para as amostras em estudo.

Utilizando os valores dos picos do DSC exotérmicos máximos, da taxa de aquecimento de 0,17 K/s na equação 2.57., obteve-se os valores das energias de ativação listados na Tabela 4.1.

**Tabela 4.1. Energia de ativação para as amostras
Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr**

Discriminação da Amostra	Energia de Ativação (kJ/mol)
Al-2Mg-0,6Zr	90,1
Al-4Mg-0,6Zr	87,5

A causa da diferença de valores entre resultados e literatura [67] encontrados é, possivelmente, devido a inserção de 0,6% em peso de zircônio.

Este menor valor de energia encontrado em relação àqueles da literatura [67] deveria fazer com que o processo de recristalização ocorresse numa faixa de temperatura menor para altas taxas de deformação impostas, ou seja o processo de recristalização deveria ocorrer mais rapidamente. Entretanto, observa-se nas micrografias por microscopia eletrônica de transmissão, nas curvas isotônicas e nas curvas de tamanho médio de grão que tal não ocorre, sendo que ao contrário, há uma grande tendência dos grãos manterem sua forma e tamanho mesmo após longos tempos de tratamento térmico, o que está de acordo com a literatura [5], pois a inserção de zircônio que tem baixa difusão no alumínio, gera uma precipitação heterogênea de dispersóides muito finos, que estando nas fronteiras de grãos deve promover o retardamento do processo de recristalização. [69].

4.7. Densidade das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr

A Tabela 4.2. mostra os valores obtidos para as densidades das amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr.

Tabela 4.2. Densidade Téorica e Experimental das Ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr

Discriminação da Amostra	Valor Teórico (g/cm ³)	Valor Experimental (g/cm ³)
Al-2Mg-0,6Zr	2,736	2,649 ± 0,106
Al-4Mg-0,6Zr	2,684	2,629 ± 0,131

Os valores das densidades encontradas experimentalmente em relação a teórica mostram uma boa concordância de valores, sendo que as diferenças encontradas podem estar relacionadas tanto a possíveis poros, comuns em ligas preparadas por metalurgia do pó.

4.8. Análise da fração volumétrica recristalizada

Foram analisadas as frações volumétricas recristalizadas para amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr com redução de 79 e 90% em área que passaram por tratamentos térmicos de 623 , 723 e 823 K. As Figuras 4.35. a 4.38. mostram o resultado da análise e as Figuras 4.39. a 4.42. mostram a análise através de software Advanced Grapher dos valores obtidos experimentalmente.

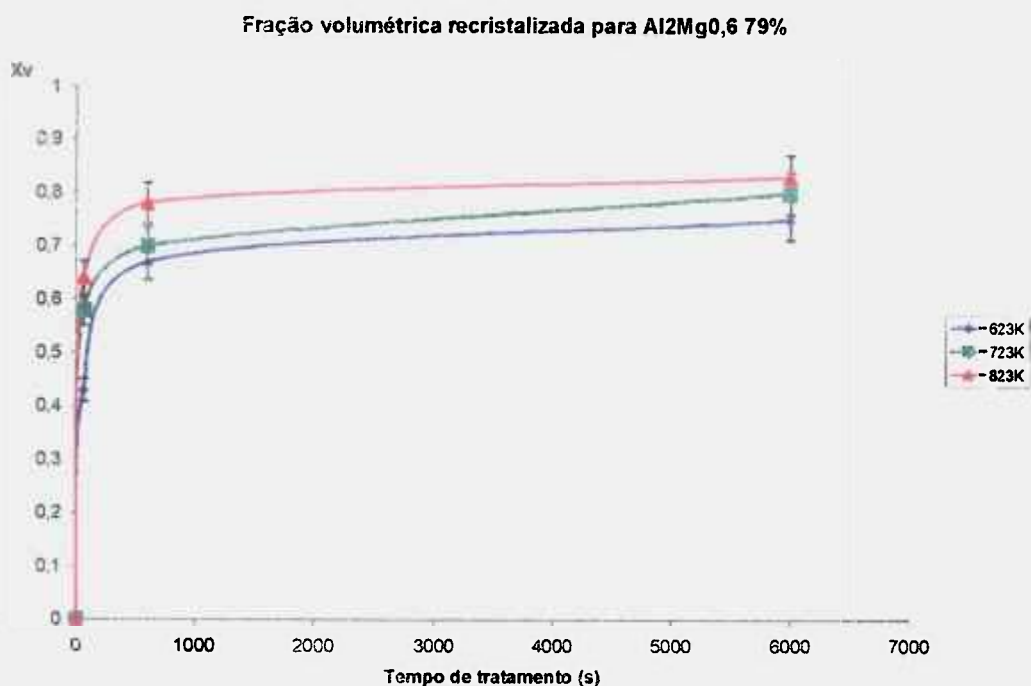


Figura 4.35. *Curvas da fração recristalizada X_v em função da temperatura e do tempo de tratamento para amostras da liga Al-2Mg-0,6Zr com 79% de redução em área.*



Figura 4.36. *Curvas da fração recristalizada X_v em função da temperatura e do tempo de tratamento para amostras da liga Al-2Mg-0,6Zr com 90% de redução em área.*

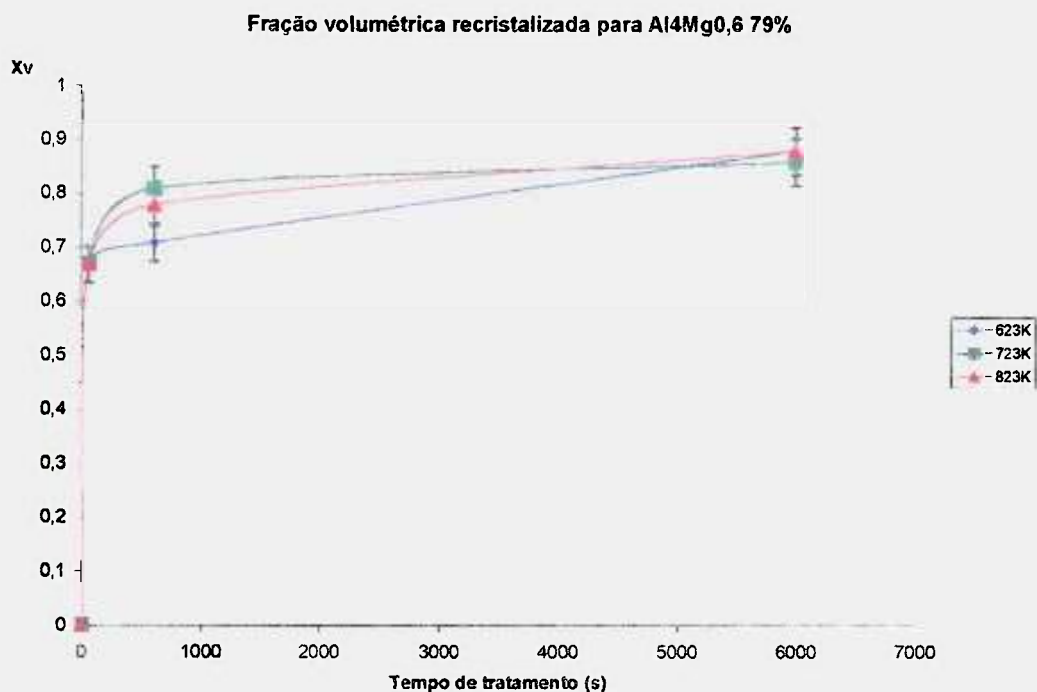


Figura 4.37. *Curvas da fração recristalizada X_v em função da temperatura e do tempo de tratamento para amostras da liga Al-4Mg-0,6Zr com 79% de redução em área.*

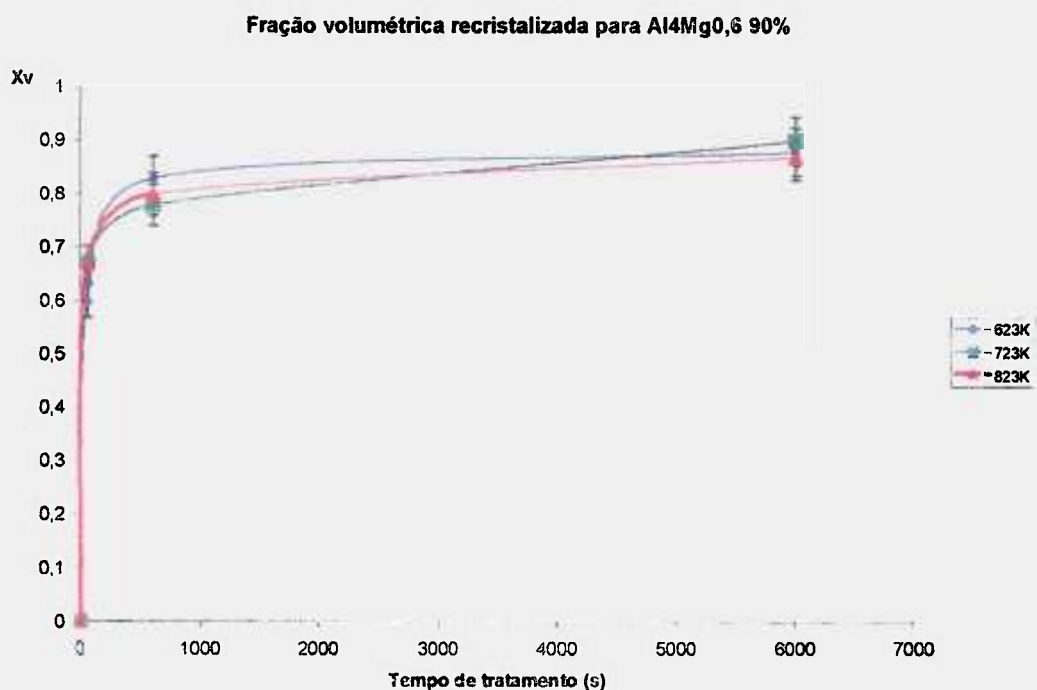


Figura 4.38. *Curvas da fração recristalizada X_v em função da temperatura e do tempo de tratamento para amostras da liga Al-4Mg-0,6Zr com 90% de redução em área.*

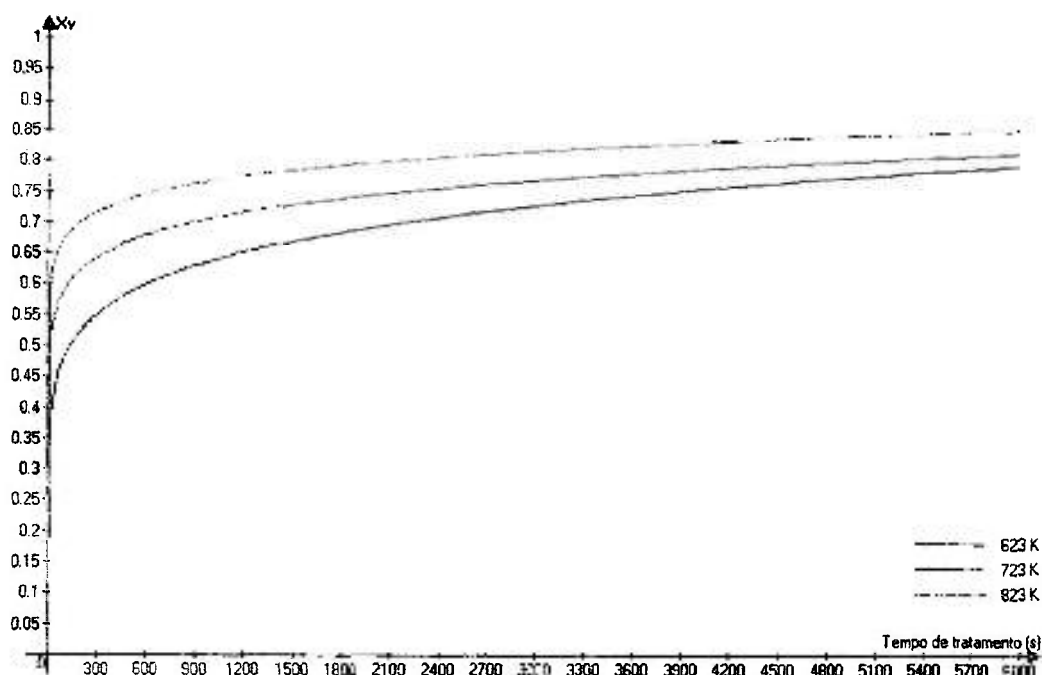


Figura 4.39. Curvas obtidas por software *Advanced Grapher* da fração recrystalizada X_v em função da temperatura e do tempo de tratamento para amostras da liga $Al-2Mg-0,6Zr$ com 79% de redução em área.

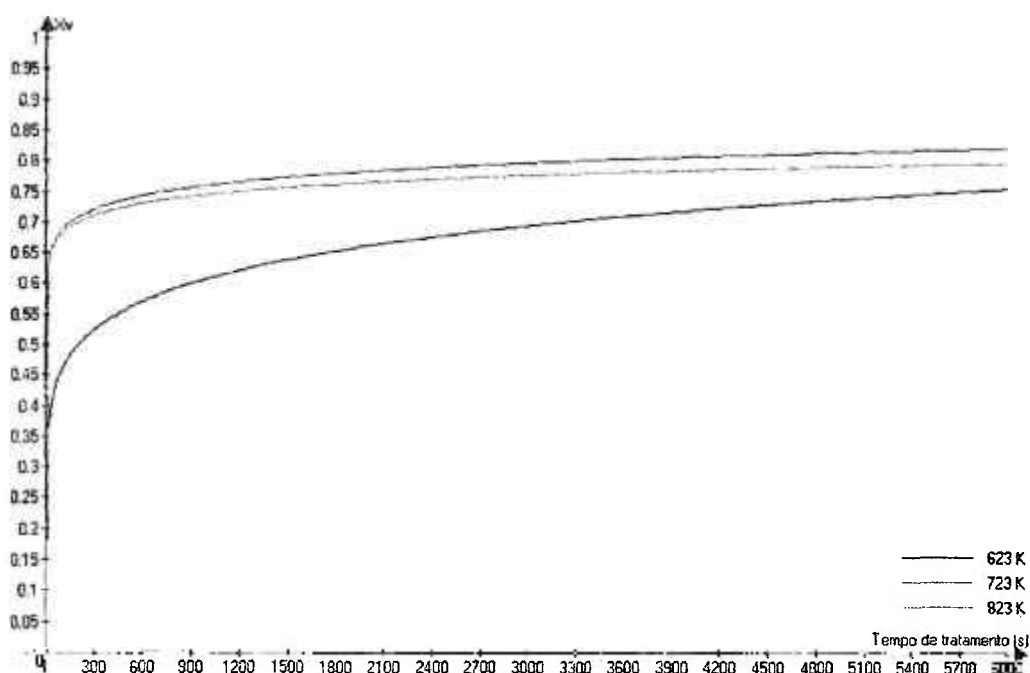


Figura 4.40. Curvas obtidas por software *Advanced Grapher* da fração recrystalizada X_v em função da temperatura e do tempo de tratamento para amostras da liga $Al-2Mg-0,6Zr$ com 90% de redução em área.

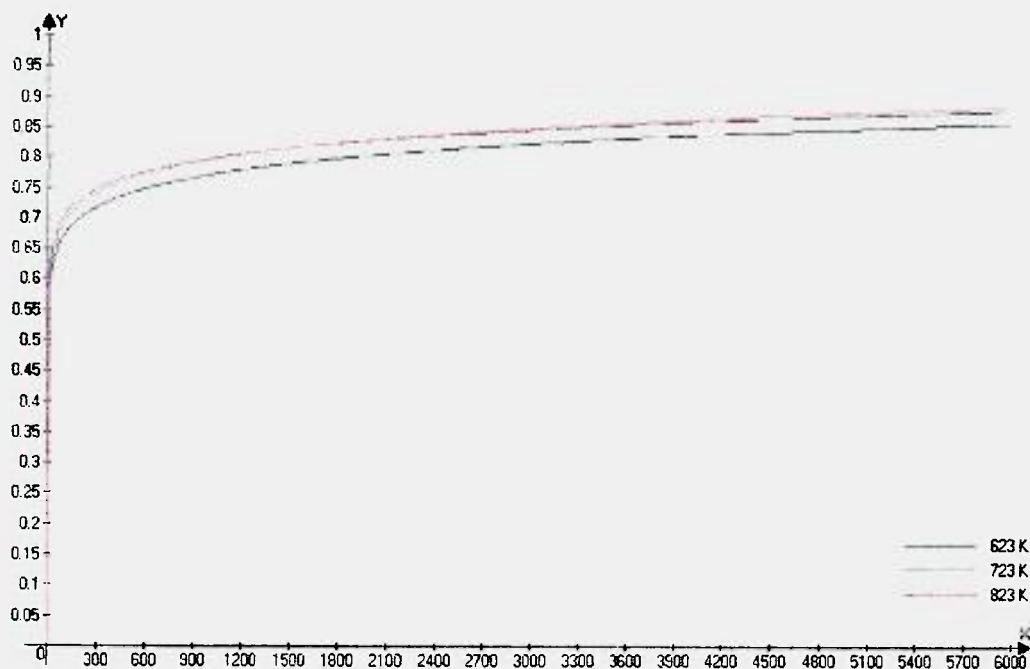


Figura 4.41. Curvas obtidas por software Advanced Grapher da fração recrystalizada X_v em função da temperatura e do tempo de tratamento para amostras da liga Al-4Mg-0,6Zr com 79% de redução em área.

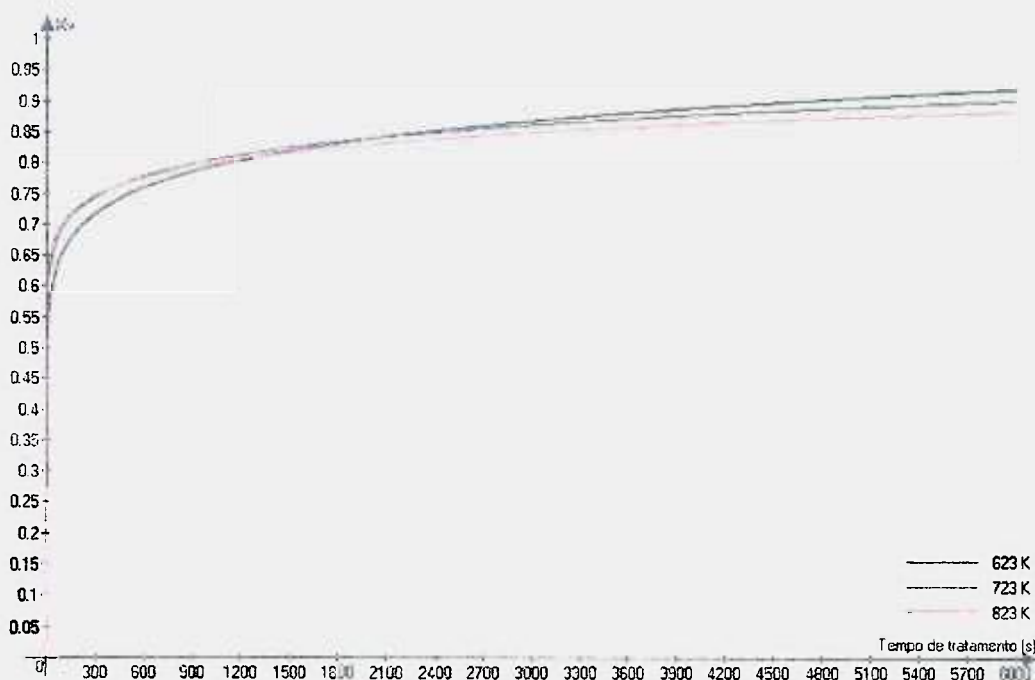


Figura 4.42. Curvas obtidas por software Advanced Grapher da fração recrystalizada X_v em função da temperatura e do tempo de tratamento para amostras da liga Al-2Mg-0,6Zr com 90% de redução em área.

A análise das curvas apresentadas nas Figuras 4.35., 4.36, 4.39. e 4.40. referentes a amostras da liga Al-2Mg-0,6Zr com redução em área de 79 e 90% respectivamente, mostram

uma tendência das curvas em atingirem após 6000 s de tratamento térmico a fração recristalizada em média de 75%. enquanto que as Figuras 4.37., 4.38., 4.41. e 4.42. referentes a amostras da liga Al-4Mg-0,6Zr com redução em área de 79 e 90% respectivamente, mostram uma tendência das curvas atingirem a fração recristalizada em média de 85%. Aparentemente, a maior concentração de magnésio na liga parece ser o fator desencadeador da diferença da fração recristalizada entre os diferentes tipos de amostra. Modelos teóricos e trabalhos citados na parte 2. Revisão Bibliográfica, indicam que em ligas Al-Mg, maiores concentrações de magnésio levam a maiores concentrações de densidades de discordâncias quando impostos graus de deformação nas mesmas. A diferença de 2% em peso entre as ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr em estudo parecem de fato ter contribuído com maiores concentrações de discordâncias e, estas, parecem ter gerado maior quantidade de núcleos e/ou células possíveis de, através dos processos de recozimento impostos, gerar uma maior quantidade de grãos recristalizados nas amostras da liga Al-4Mg-0,6Zr, para as mesmas condições de conformação mecânica e recozimento posterior.

Com base nos dados coletados, segundo o método de análise utilizado, foram obtidos os valores referentes à fração volumétrica estendida e da área de superfície por unidade de volume estendida. Com base nas equações 2.34. e 2.35. foram obtidos os valores utilizados para determinação das relações entre fração volumétrica estendida e área de superfície por unidade de volume estendida na Figura 4.43.. Das curvas observadas na Figura 4.43. foram obtidos os parâmetros B, k utilizados na determinação dos expoentes da equação de Avrami proposta no item 2.3.6.2.5., sendo estes parâmetros listados na Tabela 4.3.

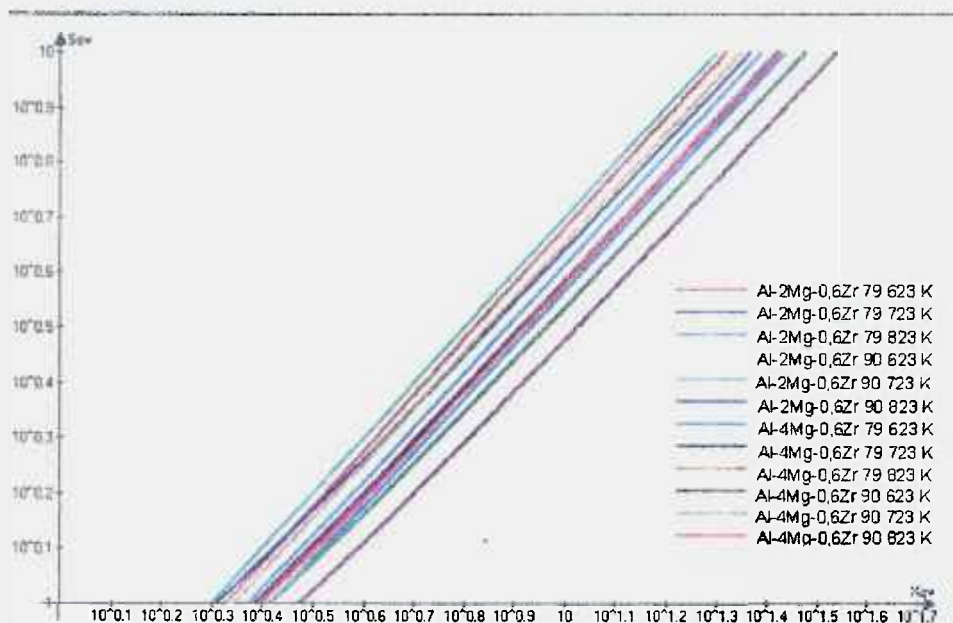


Figura 4.43. Relação entre fração volumétrica estendida e área de superfície por unidade de volume estendida.

Tabela 4.3. Valores obtidos para os parâmetros B, k, C, m, u e P através da análise da relação entre fração volumétrica estendida e área de superfície por unidade de volume estendida

Identificação da liga	B	k	C	m	u	P
Al-2Mg-0,6Zr 79% 623 K	0,27	0,20	0,14	0,18	0,02	35,81
Al-2Mg-0,6Zr 79% 723 K	0,51	0,13	0,25	0,12	0,01	42,48
Al-2Mg-0,6Zr 79% 823 K	0,65	0,12	0,30	0,12	0,002	265,56
Al-2Mg-0,6Zr 90% 623 K	0,26	0,19	0,14	0,17	0,02	41,27
Al-2Mg-0,6Zr 90% 723 K	0,76	0,09	0,39	0,09	0,003	110,26
Al-2Mg-0,6Zr 90% 823 K	0,79	0,08	0,46	0,07	0,01	27,47
Al-4Mg-0,6Zr 79% 623 K	0,58	0,14	0,25	0,13	0,01	64,15
Al-4Mg-0,6Zr 79% 723 K	0,69	0,12	0,35	0,10	0,03	17,30
Al-4Mg-0,6Zr 79% 823 K	0,62	0,14	0,29	0,14	0,01	109,91
Al-4Mg-0,6Zr 90% 623 K	0,47	0,18	0,25	0,13	0,05	13,74
Al-4Mg-0,6Zr 90% 723 K	0,57	0,16	0,23	0,15	0,01	101,08
Al-4Mg-0,6Zr 90% 823 K	0,66	0,13	0,30	0,12	0,01	48,83

Com os dados da Tabela 4.2. foram escritas as equações de Avrami para os sistemas em estudo, tomando como base a equação 2.45. previamente proposta.

Tomando como base os dados coletados na Tabela 4.2. e a teoria proposta, foram obtidas as relações da cinética da fração volumétrica recristalizada, seguindo a equação:

$$X_v(r, T, \tau, t) = 1 - e^{-B \cdot A^{1/k}} \quad \text{equação 4.1.}$$

onde: X_V é a fração recristalizada;

r é a redução em área;

T é a temperatura em K

τ é o teor de magnésio em porcentagem;

t é o tempo de tratamentos em segundos;

O desenvolvimento das equações para os diversos ciclos de deformação e de tratamento térmico permitiu estimar o valor de B pela seguinte equação:

$$B(r, T, \tau) = 0,00406 \cdot \frac{T \cdot r}{\tau} - 0,90069 \cdot \frac{r}{10^{\tau-2}} \quad \text{equação 4.2.}$$

c

$$k(T) = 0,4392 - 4 \cdot 10^{-4} \cdot T \quad \text{equação 4.3.}$$

Para o cálculo de B assumiu-se relações não lineares entre os parâmetros envolvidos, sendo que o mesmo não ocorreu para a determinação de k .

Verifica-se pela equação de ajuste 4.2. que existe uma relação direta entre os parâmetros temperatura de tratamento e redução em área, enquanto que o aumento nas quantidades de magnésio age inversamente. Como o teor de zircônio permanece constante não é possível afirmar se este influencia ou não nos parâmetros da equação 4.1.

A Tabela 4.4. contém os valores dos parâmetros B e k obtidos pelas equações 4.2. e 4.3. propostas.

Tabela 4.4. Valores obtidos para os parâmetros B , k , através da análise das equações 4.2. e 4.3.

Identificação da liga	B	k
Al-2Mg-0,6Zr 79% 623 K	0,28	0,19
Al-2Mg-0,6Zr 79% 723 K	0,45	0,15
Al-2Mg-0,6Zr 79% 823 K	0,61	0,11
Al-2Mg-0,6Zr 90% 623 K	0,33	0,19
Al-2Mg-0,6Zr 90% 723 K	0,51	0,15
Al-2Mg-0,6Zr 90% 823 K	0,69	0,11
Al-4Mg-0,6Zr 79% 623 K	0,49	0,19
Al-4Mg-0,6Zr 79% 723 K	0,57	0,15
Al-4Mg-0,6Zr 79% 823 K	0,65	0,11
Al-4Mg-0,6Zr 90% 623 K	0,56	0,19
Al-4Mg-0,6Zr 90% 723 K	0,65	0,15
Al-4Mg-0,6Zr 90% 823 K	0,74	0,11

As Figuras 4.44. a 4.47. mostram as curvas de fração recristalizada em relação aos ciclos de tratamento, obtidos pelos parâmetros da Tabela 4.3. utilizados na equação 4.1.

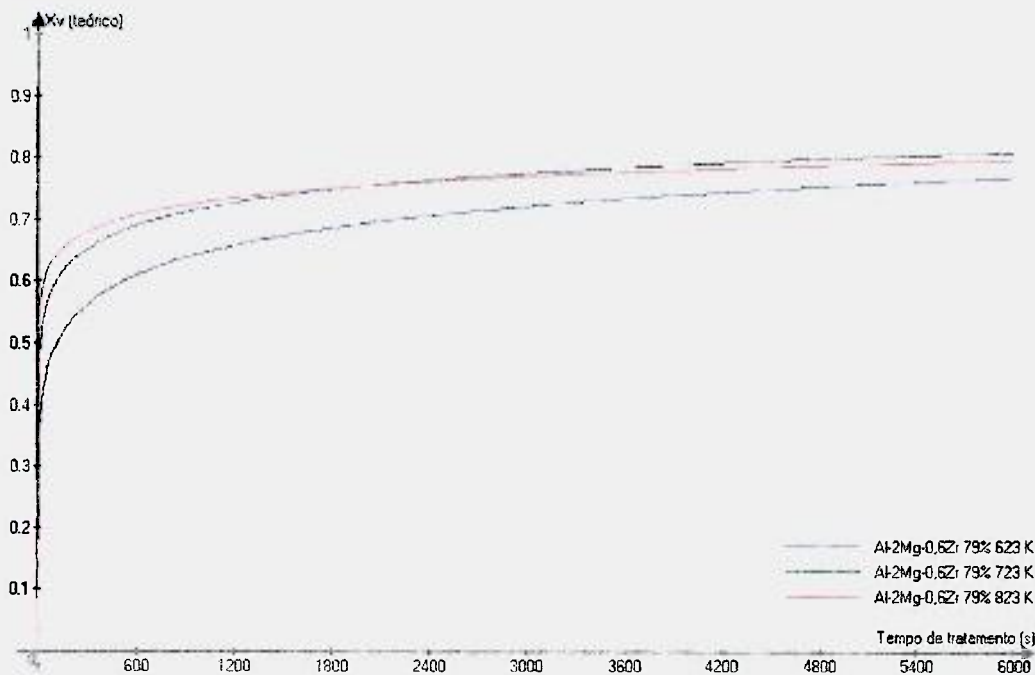


Figura 4.44. Curvas de fração recristalizada em relação aos ciclos de tratamento para amostra Al-2Mg-0,6Zr 79% de redução em área, obtidos pelos parâmetros da Tabela 4.2.

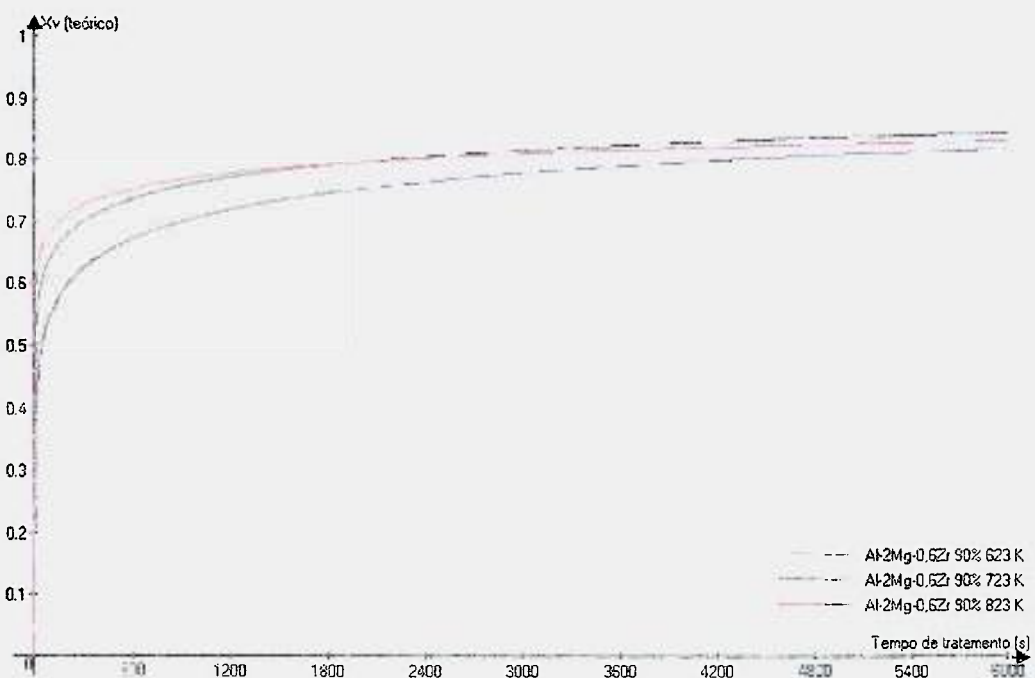


Figura 4.45. Curvas de fração recristalizada em relação aos ciclos de tratamento para amostra Al-2Mg-0,6Zr 90% de redução em área, obtidos pelos parâmetros da Tabela 4.2.

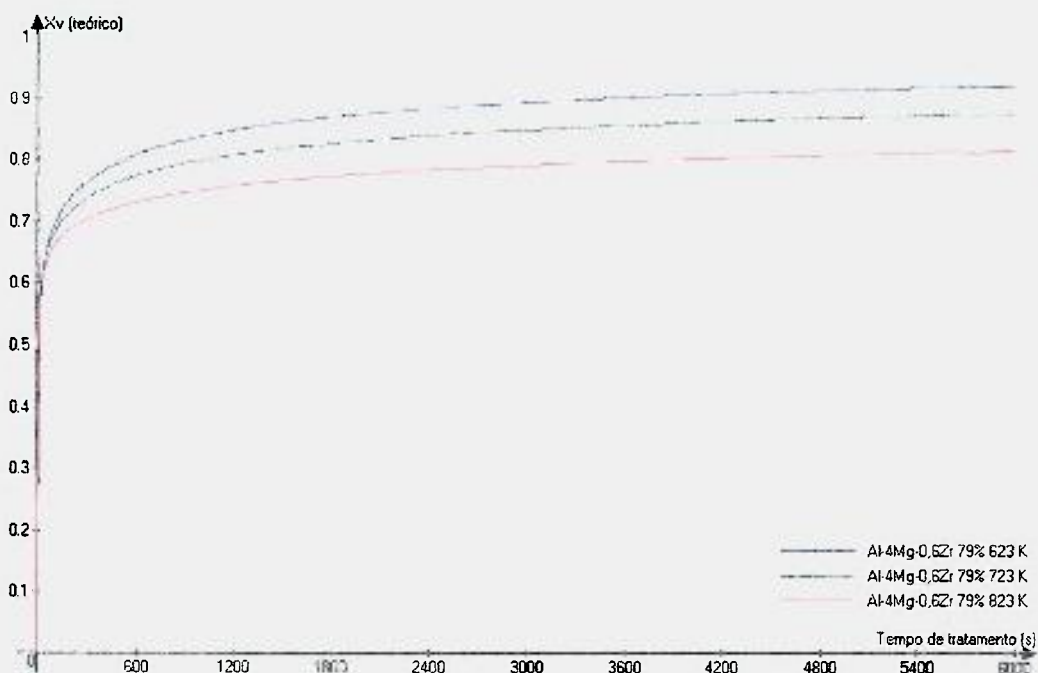


Figura 4.46. Curvas de fração recristalizada em relação aos ciclos de tratamento para amostra Al-4Mg-0,6Zr 79% de redução em área, obtidos pelos parâmetros da Tabela 4.2.

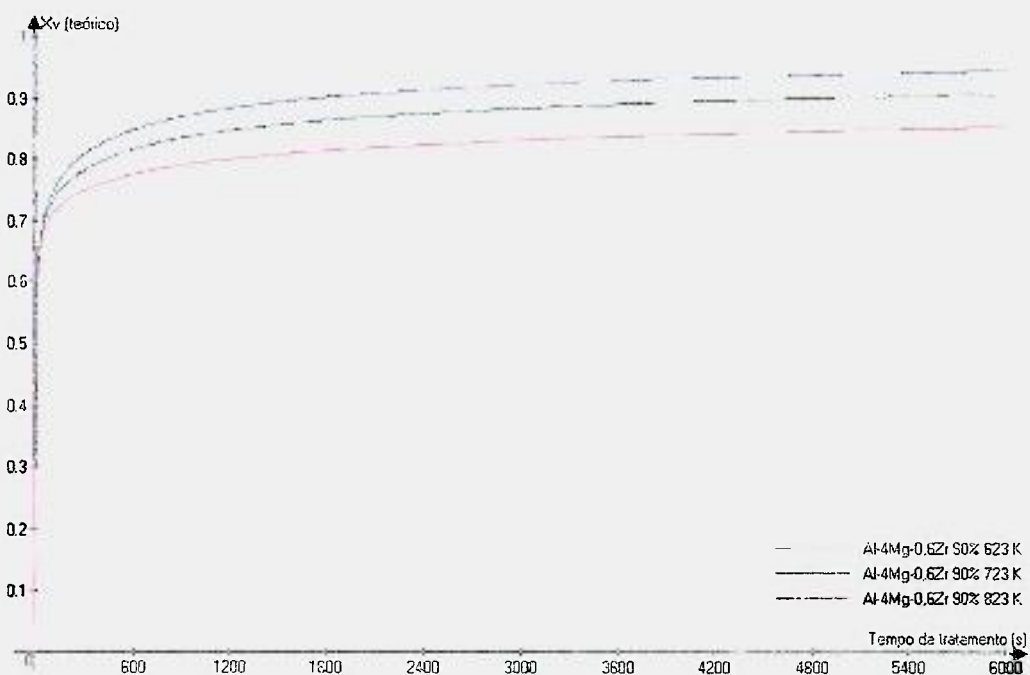


Figura 4.47. Curvas de fração recristalizada em relação aos ciclos de tratamento para amostra Al-4Mg-0,6Zr 90% de redução em área, obtidos pelos parâmetros da Tabela 4.2.

4.9. Análise da taxa média de crescimento de grão

Com base na Tabela 4.2. e utilizando-se a equação 2.39. foram obtidas as equações relativas a taxa média de crescimento de grão $\bar{G}$, listadas na Tabela 4.4.

Tabela 4.4. Equações das taxa de crescimento de grão $\bar{G}$ para as amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr

Identificação do tipo de amostra	Taxa de crescimento de grão $\bar{G}$
Al-2Mg-0,6Zr 79% 623 K	$0,386.t^{-0,98}$
Al-2Mg-0,6Zr 79% 723 K	$0,265.t^{-0,99}$
Al-2Mg-0,6Zr 79% 823 K	$0,260.t^{-1}$
Al-2Mg-0,6Zr 90% 623 K	$0,353.t^{-0,99}$
Al-2Mg-0,6Zr 90% 723 K	$0,175.t^{-1}$
Al-2Mg-0,6Zr 90% 823 K	$0,137.t^{-0,99}$
Al-4Mg-0,6Zr 79% 623 K	$0,325.t^{-0,99}$
Al-4Mg-0,6Zr 79% 723 K	$0,237.t^{-0,97}$
Al-4Mg-0,6Zr 79% 823 K	$0,299.t^{-0,97}$
Al-4Mg-0,6Zr 90% 623 K	$0,338.t^{-0,95}$
Al-4Mg-0,6Zr 90% 723 K	$0,456.t^{-0,99}$
Al-4Mg-0,6Zr 90% 823 K	$0,286.t^{-0,99}$

As Figuras 4.48. a 4.51. mostram as curvas referentes às equações listadas na Tabela 4.4.

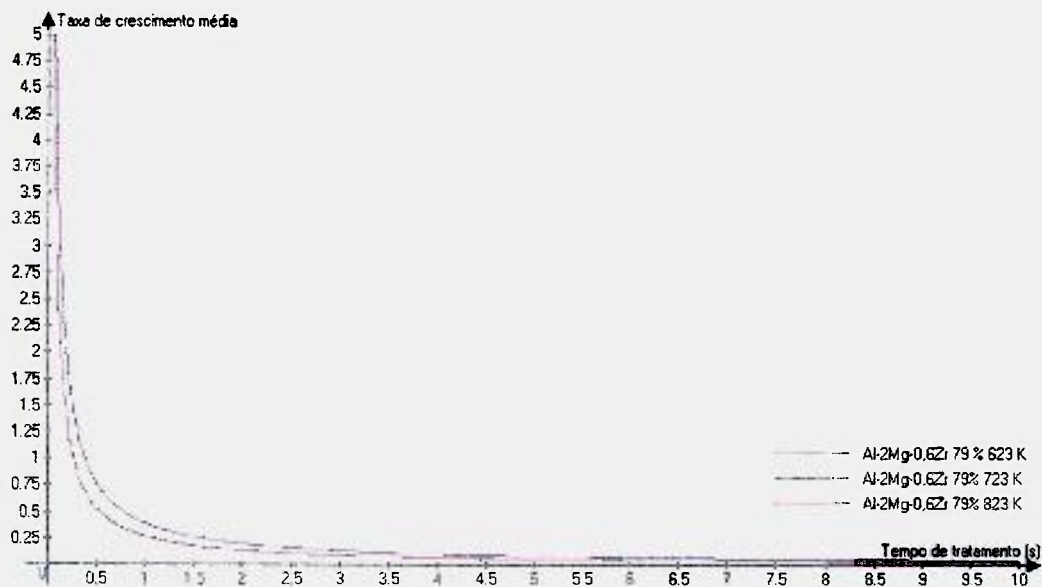


Figura 4.48. *Curvas taxa média de crescimento de grão em relação aos ciclos de tratamento para amostra Al-2Mg-0,6Zr 79% de redução em área, segundo equação listada na Tabela 4.4.*

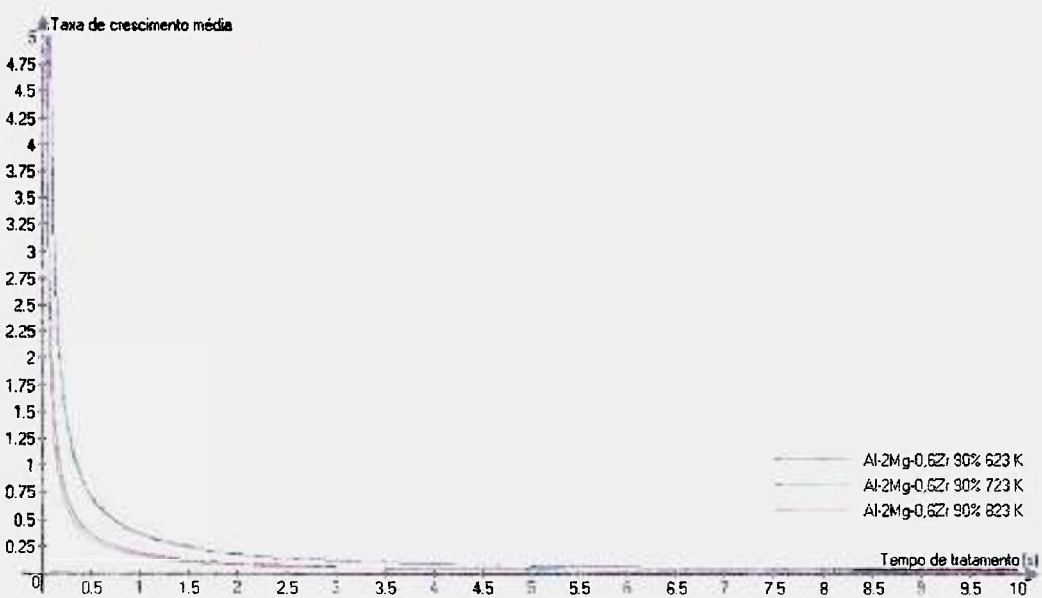


Figura 4.49. *Curvas taxa média de crescimento de grão em relação aos ciclos de tratamento para amostra Al-2Mg-0,6Zr 90% de redução em área, segundo equação listada na Tabela 4.4.*

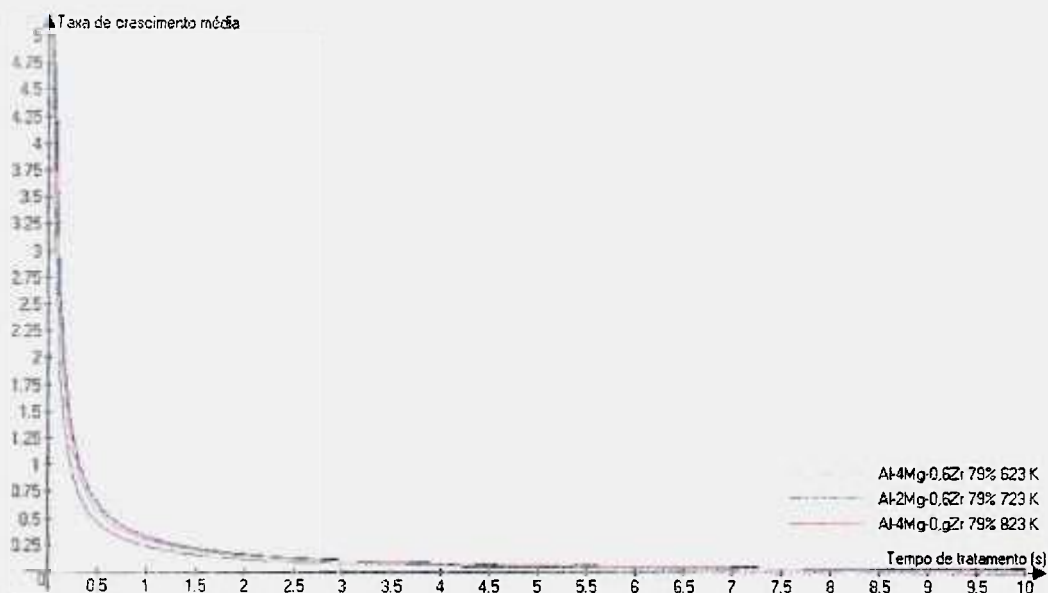


Figura 4.50. Curvas taxa média de crescimento de grão em relação aos ciclos de tratamento para amostra Al-4Mg-0,6Zr 79% de redução em área, segundo equação listada na Tabela 4.4.

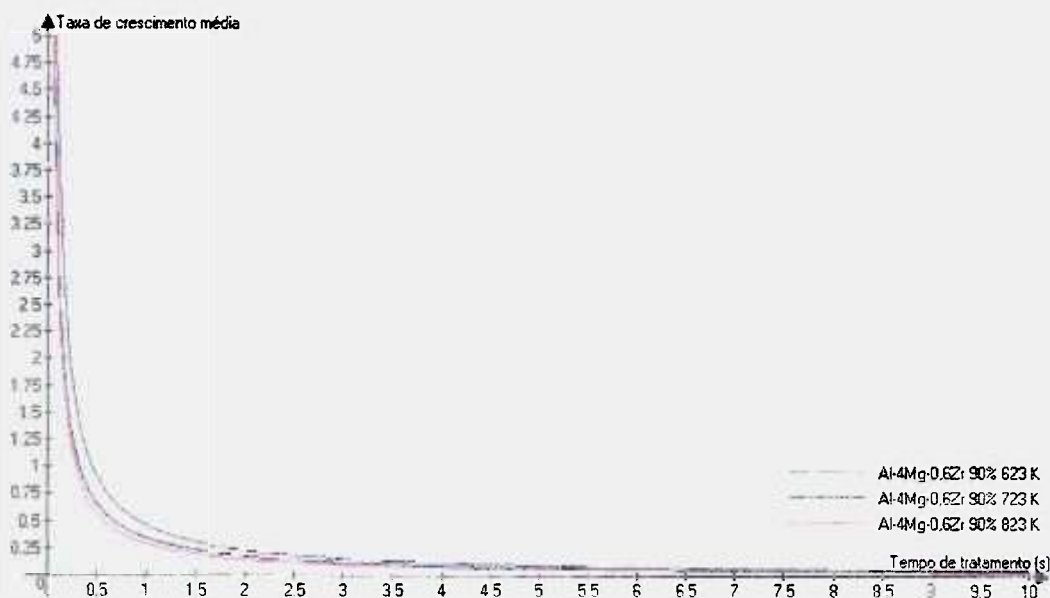


Figura 4.51. Curvas taxa média de crescimento de grão em relação aos ciclos de tratamento para amostra Al-4Mg-0,6Zr 90% de redução em área, segundo equação listada na Tabela 4.4.

As curvas da taxa média de crescimento de grão em relação aos ciclos de tratamento térmicos para as amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr com taxas de redução em área de 79 e 90% apresentadas nas Figuras 4.47. a 4.50. mostram uma tendência de os grãos

manterem seu tamanho de formação inicial. Este fato mostra concordância com a literatura quando relacionado com a presença do elemento zircônio nas ligas, cuja presença é diretamente ligada ao refino e manutenção de uma microestrutura de grãos com baixa taxa de crescimento relativo. Entretanto as variações observadas nas diversas curvas não podem ser atribuídas diretamente à presença deste elemento, já que esta permaneceu constante.

Tomando como base os dados coletados na Tabela 4.2. e a teoria proposta, foram obtidas as relações da taxa de crescimento de grão teórica $\bar{G}$, seguindo a equação na forma geral:

$$\bar{G} = \alpha \cdot t^{-1} \quad \text{equação 4.4.}$$

onde

$$\alpha(T, r, \tau) = -7,5 \cdot 10^{-3} \cdot \frac{T \cdot r^4}{\sqrt[4]{\tau^9}} + 2,44 \cdot \frac{r^2}{\tau} \quad \text{equação 4.5.}$$

Neste modelo proposto, assim como para os parâmetros da equação 4.1. discutidos anteriormente, o parâmetro α mostra-se diretamente proporcional a temperatura de tratamento e a redução em área, enquanto que inversamente proporcional ao teor de magnésio.

O magnésio presente parece criar uma certa dificuldade de movimentação do zircônio, devido a uma competição entre estes elementos pelas posições possíveis na rede cristalina.

Assim como na análise dos parâmetros da equação 4.1., a constância no valor de zircônio agregado às ligas em estudo não se pode afirmar ou não se esta influência nos parâmetros da equação 4.4. conforme previamente discutido.

Na Tabela 4.5. são mostrados os valores de α calculado para as amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr utilizando-se a equação 4.5.

Tabela 4.5. Valores de α calculados

Identificação do tipo de amostra	α
Al-2Mg-0,6Zr 79% 623	0,379
Al-2Mg-0,6Zr 79% 723	0,317
Al-2Mg-0,6Zr 79% 823	0,256
Al-2Mg-0,6Zr 90% 623	0,344
Al-2Mg-0,6Zr 90% 723	0,240
Al-2Mg-0,6Zr 90% 823	0,137
Al-4Mg-0,6Zr 79% 623	0,300
Al-4Mg-0,6Zr 79% 723	0,287
Al-4Mg-0,6Zr 79% 823	0,274
Al-4Mg-0,6Zr 90% 623	0,359
Al-4Mg-0,6Zr 90% 723	0,337
Al-4Mg-0,6Zr 90% 823	0,315

As Figuras 4.52. a 4.55. mostram as curvas utilizando-se α da Tabela 4.5. na equação

4.4.

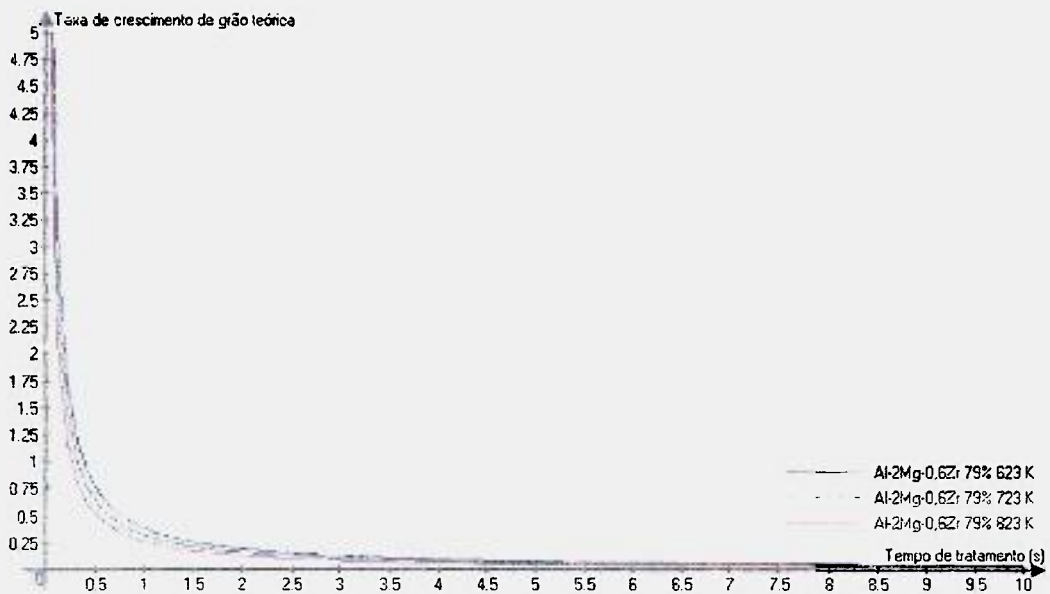


Figura 4.52. Curvas taxa média de crescimento de grão teórica em relação aos ciclos de tratamento para amostra Al-2Mg-0,6Zr 79% de redução em área, segundo equação 4.4. e α obtido da Tabela 4.5.

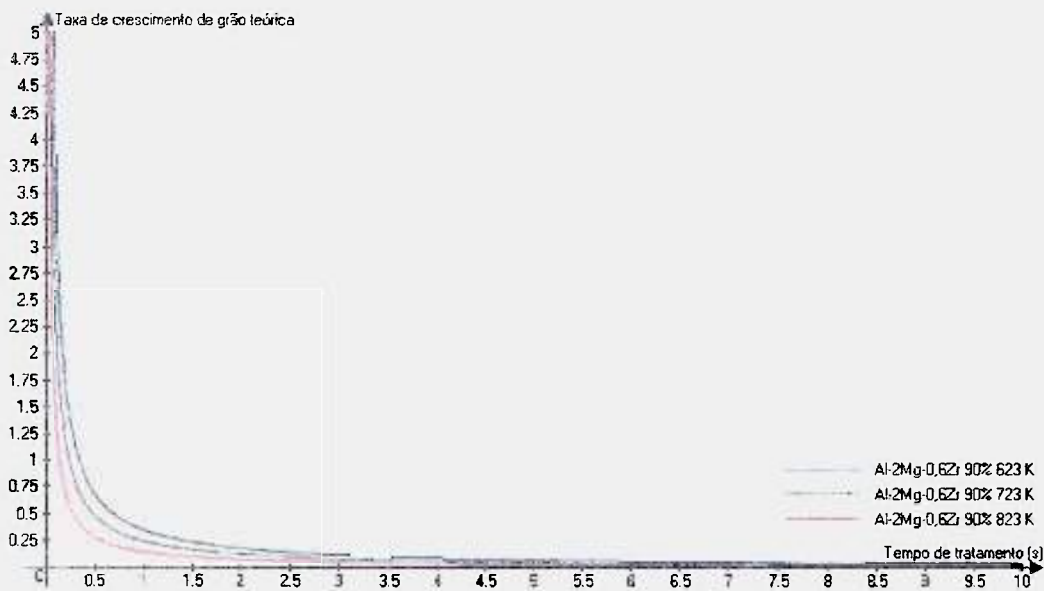


Figura 4.53. Curvas taxa média de crescimento de grão teórica em relação aos ciclos de tratamento para amostra Al-2Mg-0,6Zr 90% de redução em área, segundo equação 4.4. e α obtido da Tabela 4.5.

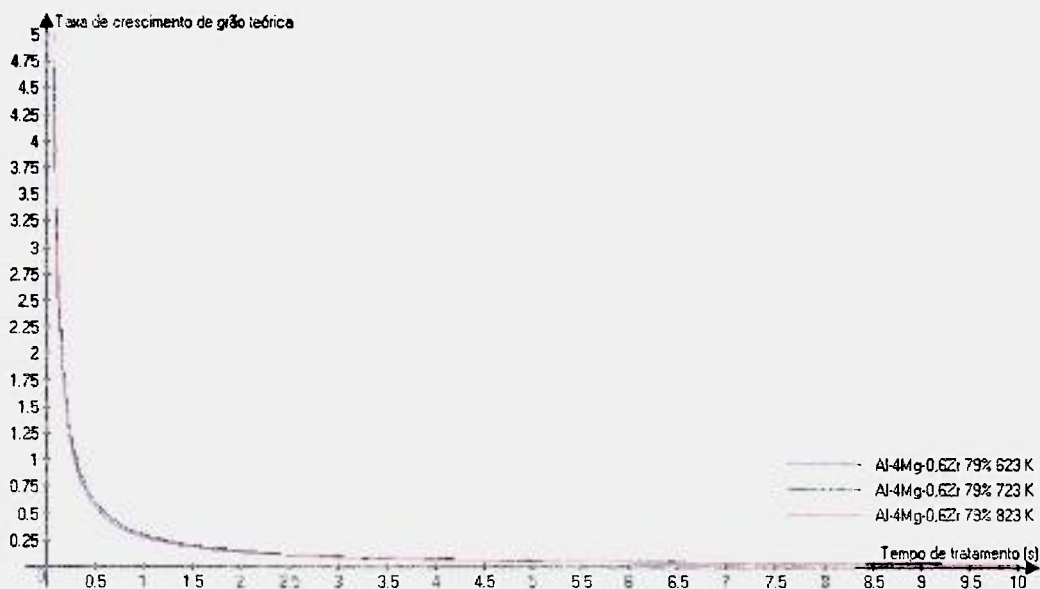


Figura 4.54. Curvas taxa média de crescimento de grão teórica em relação aos ciclos de tratamento para amostra Al-4Mg-0,6Zr 79% de redução em área, segundo equação 4.4. e α obtido da Tabela 4.5.

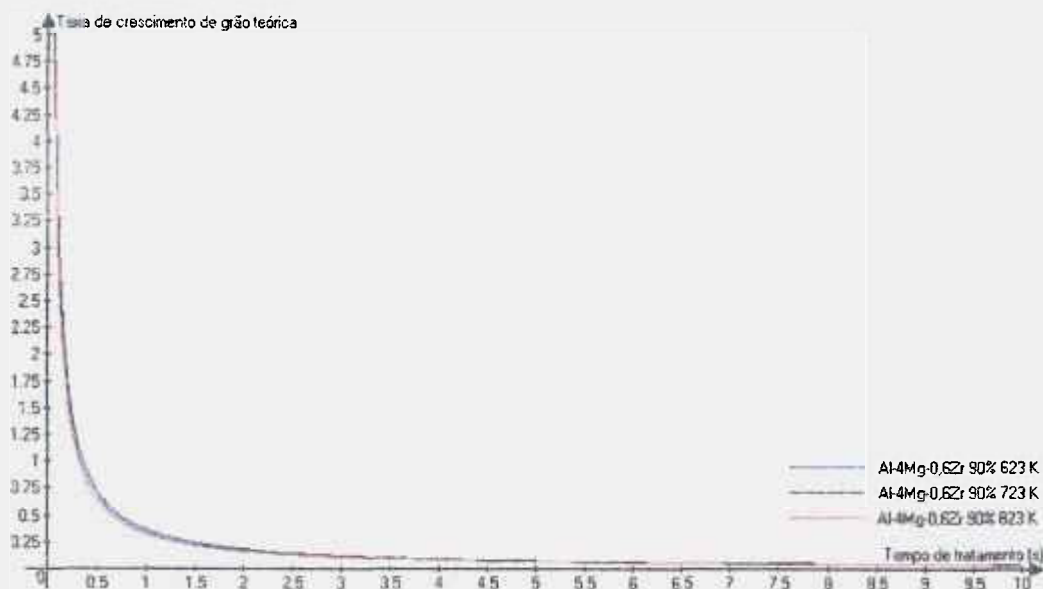


Figura 4.55. Curvas taxa média de crescimento de grão teórica em relação aos ciclos de tratamento para amostra Al-4Mg-0,6Zr 90% de redução em área, segundo equação 4.4. e α obtido da Tabela 4.5.

4.10. Taxa de nucleação em relação a fração volumétrica

Com base na Tabela 4.2. e utilizando-se a equação 2.43., ajustada de forma a conter o parâmetro geométrico K_V , foram obtidas as equações relativas a taxa de nucleação $\dot{N}(t).K_V$ em relação a fração volumétrica para as ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr, listadas na Tabela 4.6.

Tabela 4.6. Equações das taxa de nucleação ajustada $\dot{N}(t).K_V$ para as amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr

Identificação do tipo de amostra	Taxa de nucleação ajustada $\dot{N}(t).K_V$
Al-2Mg-0,6Zr 79% 623 K	$9.0175.10^{-7}.t^{-0.86}$
Al-2Mg-0,6Zr 79% 723 K	$5.1250.10^{-7}.t^{-0.99}$
Al-2Mg-0,6Zr 79% 823 K	$3.0593.10^{-8}.t^{-0.89}$
Al-2Mg-0,6Zr 90% 623 K	$3.0236.10^{-7}.t^{-0.99}$
Al-2Mg-0,6Zr 90% 723 K	$3.633.10^{-7}.t^{-0.92}$
Al-2Mg-0,6Zr 90% 823 K	$2.9106.10^{-6}.t^{-0.98}$
Al-4Mg-0,6Zr 79% 623 K	$1.943.10^{-6}.t^{-0.89}$
Al-4Mg-0,6Zr 79% 723 K	$3.2114.10^{-5}.t^{-0.97}$
Al-4Mg-0,6Zr 79% 823 K	$1.1253.10^{-7}.t^{-0.97}$
Al-4Mg-0,6Zr 90% 623 K	$4.3372.10^{-5}.t^{-0.97}$
Al-4Mg-0,6Zr 90% 723 K	$5.2814.10^{-7}.t^{-0.87}$
Al-4Mg-0,6Zr 90% 823 K	$3.9947.10^{-7}.t^{-0.9}$

As Figuras 4.56. a 4.59. mostram os gráficos relativos a taxa de nucleação para as ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr em estudo, construídos com base na Tabela nos dados da Tabela 4.6.

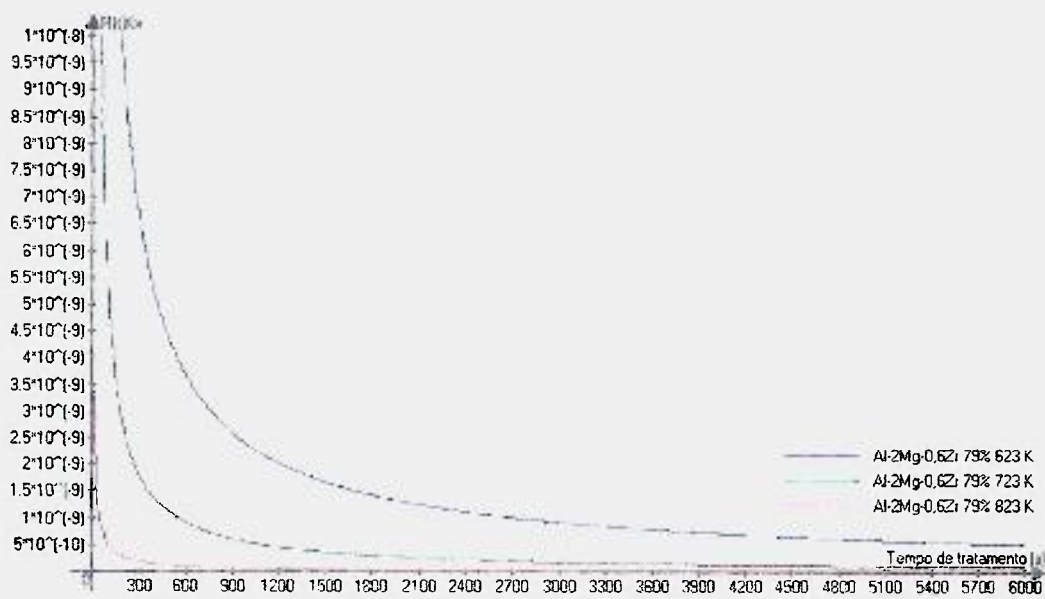


Figura 4.56. Curvas taxa de nucleação em relação aos ciclos de tratamento para amostras Al-2Mg-0,6Zr 79% de redução em área, segundo equações obtidas da Tabela 4.6.

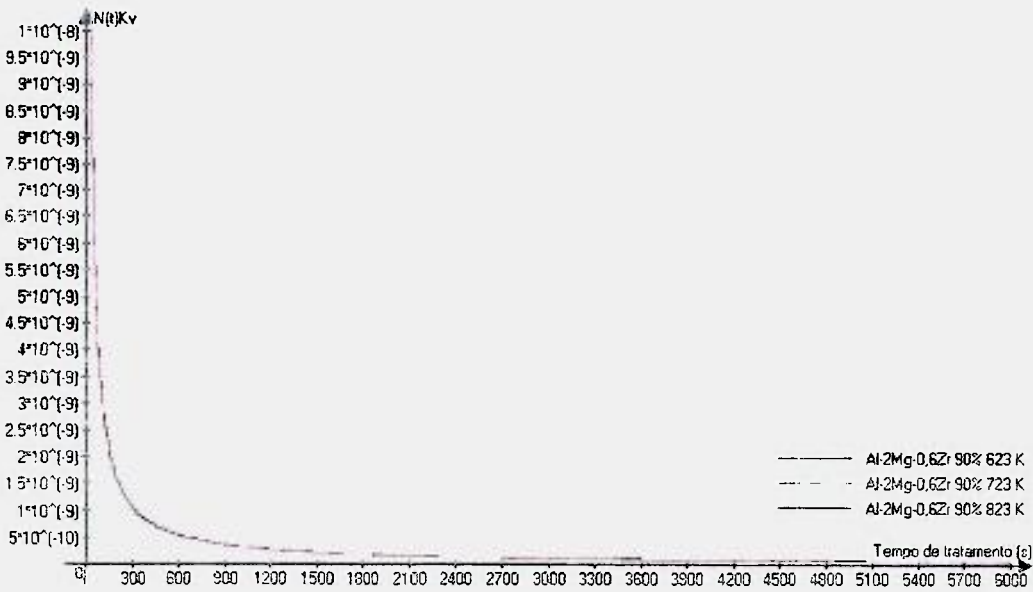


Figura 4.57. Curvas taxa de nucleação em relação aos ciclos de tratamento para amostras Al-2Mg-0,6Zr 90% de redução em área, segundo equações obtidas da Tabela 4.6..

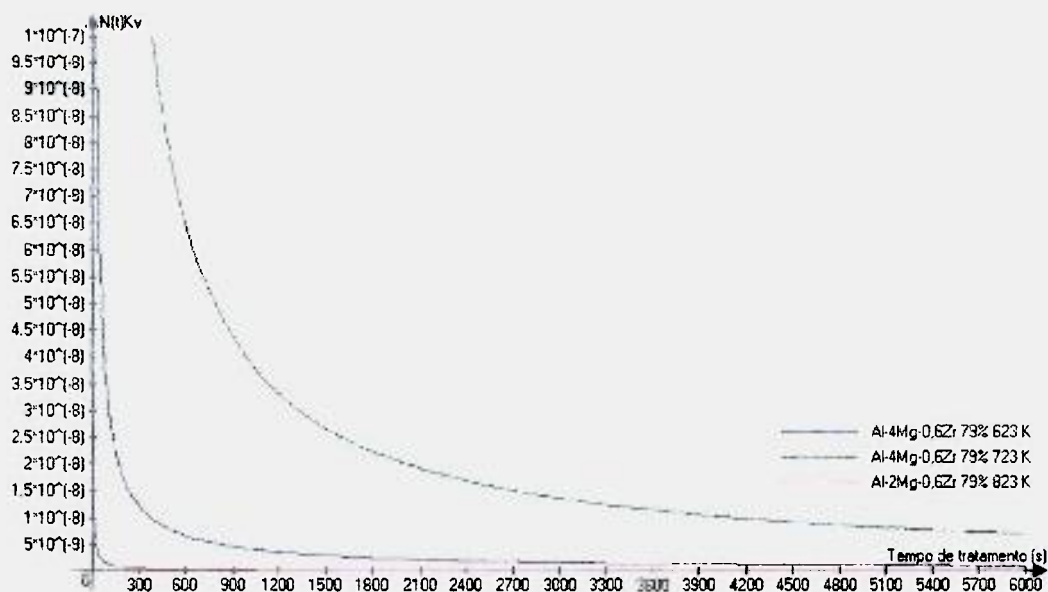


Figura 4.58. *Curvas taxa de nucleação em relação aos ciclos de tratamento para amostras Al-4Mg-0,6Zr 79% de redução em área, segundo equações obtidas da Tabela 4.6.*

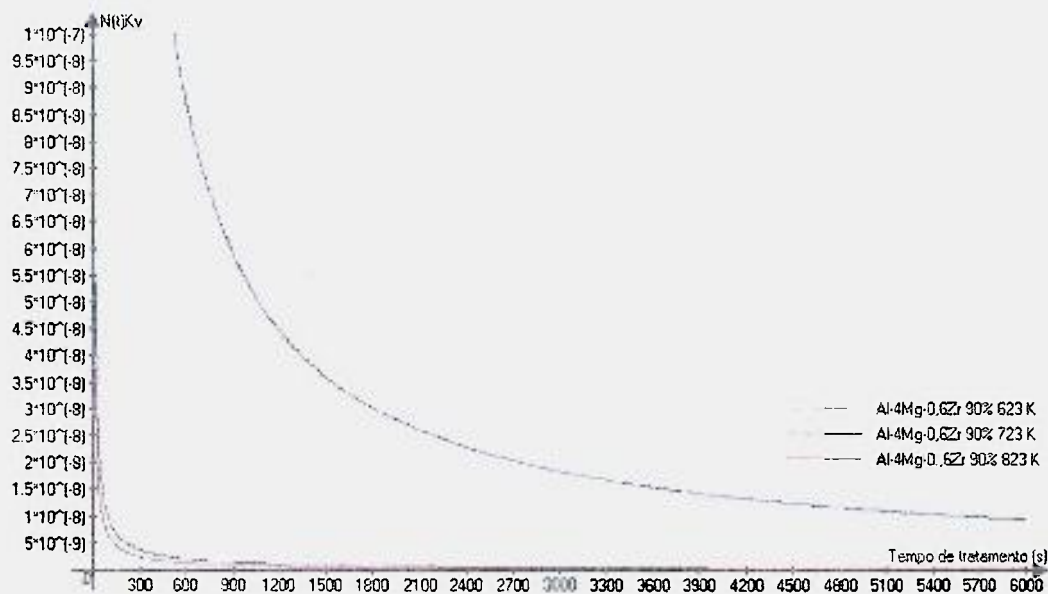


Figura 4.59. *Curvas taxa de nucleação em relação aos ciclos de tratamento para amostras Al-4Mg-0,6Zr 90% de redução em área, segundo equações obtidas da Tabela 4.6..*

Segundo a análise das equações da Tabela 4.6., dos gráficos apresentados nas Figuras 4.25. a 4.60. e a teoria proposta, verificou-se que as relações da taxa de nucleação teórica, segue a equação na forma geral:

$$\dot{N}(t).K_V = \zeta.t \quad \text{equação 4.6.}$$

onde:

$$\zeta = (20,25.r - 15,75).0,98^T \quad \text{equação 4.7.}$$

A Tabela 4.7. mostra as equações da taxa de nucleação teóricas seguindo as equações 4.6. e 4.7.

Tabela 4.7. Equações das taxa de nucleação ajustada $\dot{N}(t).K_V$ teórica para as amostras das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr

Identificação do tipo de amostra	Taxa de nucleação ajustada $\dot{N}(t).K_V$
Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-06Zr 79% 623 K	$8,46.10^{-7}.t^{-1}$
Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-06Zr 79% 723 K	$1,12.10^{-7}.t^{-1}$
Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-06Zr 79% 823 K	$1,45.10^{-8}.t^{-1}$
Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-06Zr 90% 623 K	$8,46.10^{-6}.t^{-1}$
Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-06Zr 90% 723 K	$1,12.10^{-6}.t^{-1}$
Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-06Zr 90% 823 K	$1,45.10^{-7}.t^{-1}$

O que mostra que a taxa de nucleação, aparentemente, independe das quantidades de magnésio e de zircônio presentes nas ligas em estudo, mas somente a taxa de deformação, a temperatura e o tempo de tratamento térmico.

As Figuras 4.60. e 4.61. mostram as curvas teóricas referentes a taxa de nucleação para as ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr em estudo.

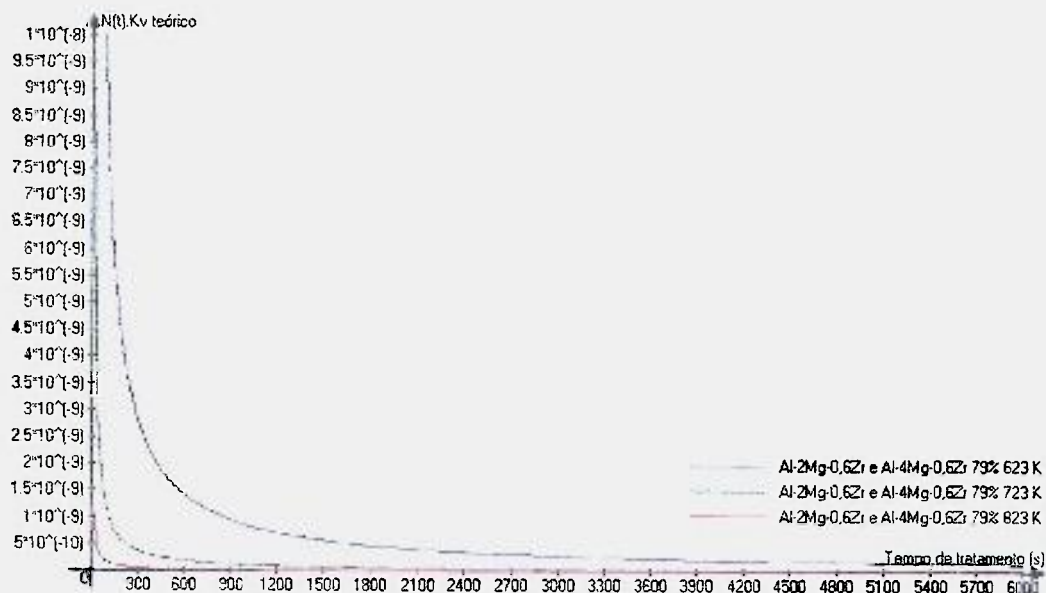


Figura 4.60. *Curvas taxa de nucleação teórica em relação aos ciclos de tratamento para amostras Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr 79% de redução em área, segundo equações 4.6. e 4.7.*

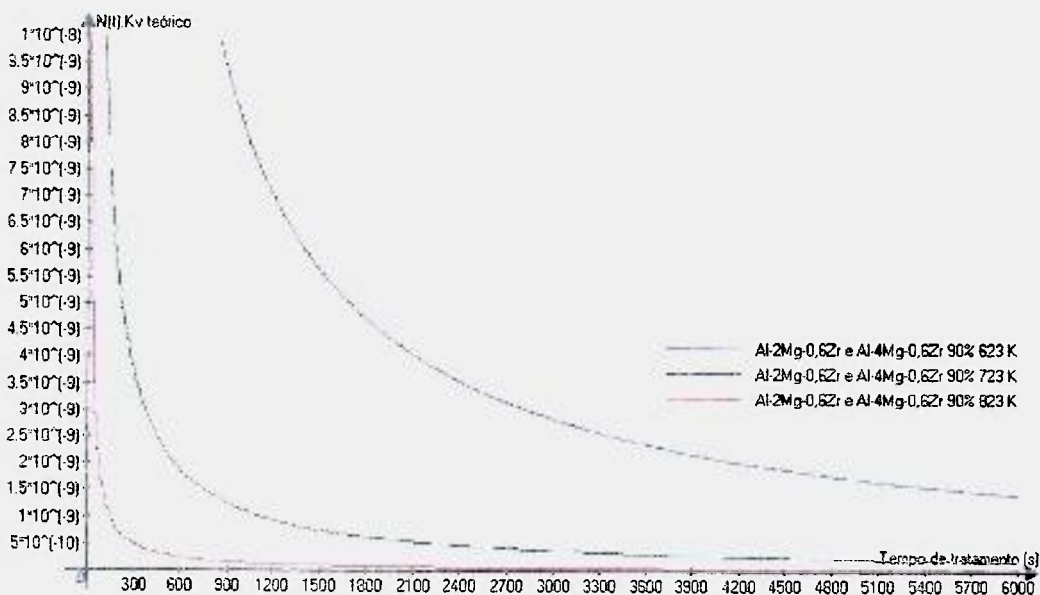


Figura 4.61. *Curvas taxa de nucleação teórica em relação aos ciclos de tratamento para amostras Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr 90% de redução em área, segundo equações 4.6. e 4.7.*

4.11. Análise da cinética da taxa de nucleação

A cinética de nucleação pode ser estudada analisando-se a relação entre S_{VEX} e X_{VEX} através do parâmetro q da equação 2.44. Para a análise dos processos em estudo utilizaram-se os dados colhidos dos gráficos de S_{VEX} em relação X_{VEX} , apresentados na Tabela 4.8. obtidos da regressão linear das curvas apresentadas na Figura 4.43.

Tabela 4.8. Valores dos parâmetros q

Identificação da Amostra	q
Al-2Mg-0,6Zr 79% 623 K	0,4
Al-2Mg-0,6Zr 79% 723 K	0,37
Al-2Mg-0,6Zr 79% 823 K	0,48
Al-2Mg-0,6Zr 90% 623 K	0,44
Al-2Mg-0,6Zr 90% 723 K	0,5
Al-2Mg-0,6Zr 90% 823 K	0,42
Al-4Mg-0,6Zr 79% 623 K	0,36
Al-4Mg-0,6Zr 79% 723 K	0,33
Al-4Mg-0,6Zr 79% 823 K	0,44
Al-4Mg-0,6Zr 90% 623 K	0,28
Al-4Mg-0,6Zr 90% 723 K	0,38
Al-4Mg-0,6Zr 90% 823 K	0,37

Da análise dos valores da Tabela 4.8. observa-se que os valores do parâmetro q estão muito próximos àqueles referentes a nucleação por bandas de nucleação, por saturação local, conforme indicação na Tabela 2.1.

O resultado da análise do parâmetro q vem de encontro com o observado nas micrografias obtidas por microscopia eletrônica de transmissão apresentadas no item 4.1. desta tese, confirmando, portanto a análise.

5. CONCLUSÕES

As análises para a produção das ligas Al-2Mg-0,6Zr e Al-4Mg-0,6Zr, levaram a uma otimização do processo de obtenção das ligas em escala de laboratório, podendo-se, assim, partir para o estudo em relação à recristalização, que também é escopo deste trabalho.

As análises químicas indicam uma distribuição homogênea dos elementos de liga.

Observaram-se mudanças na microestrutura por microscopia eletrônica de transmissão. As micrografias mostram distribuição de precipitados interagindo com discordâncias, aniquilação de discordâncias e a evolução na forma e tamanho dos grãos, indicando os processos de recuperação e/ou recristalização das ligas em estudo.

Segundo as análises das microestruturas das amostras tratadas termicamente em estágio quente acoplado ao microscópio eletrônico de transmissão e analisadas *in situ*, verificou-se uma mudança estrutural pronunciada próximo à temperatura de 723 K, fato que pode estar associado a dissolução da fase eutética presente nas ligas Al-Mg, cuja formação está próxima desta temperatura. Além disso observou-se na curva de calorimetria exploratória diferencial (DSC) um pico endotérmico, também próximo da temperatura de 723 K associado à fusão do eutético Mg_5Al_8 .

As análises por espectroscopia de dispersão de energia (EDS) mostraram precipitados com estequiometria Zr_5Al_4Mg não encontrado em literatura.

Em relação ao tamanho médio de grão, observou-se para temperaturas de 723 K e 823 K e tempos superiores a 600 s, que não houve variação significativa ficando em torno de $2,3 \pm 0,1 \mu m$.

Os perfis de dureza mostraram queda dos valores de dureza com o aumento da temperatura de tratamento, sendo que em relação ao tempo de tratamento, verificou-se que a partir de 600 s de tempo de tratamento térmico os valores de dureza, para cada curva, permanecem inalterados, indicando que a temperatura de tratamento não está sendo suficiente para gerar nenhum novo alívio de tensão.

As curvas da liga Al-4Mg-0,6Zr, comparadas às da liga Al-2Mg-0,6 Zr, mostram que com o aumento da temperatura de 623 K para 723 K praticamente os valores de dureza permaneceram constantes, a não ser para aqueles de tempo de 60 s de tratamento, o que sugere que o aumento nas quantidades de magnésio associado com a supersaturação em zircônio está influenciando na cinética de recuperação/recristalização. A supersaturação de zircônio deve influenciar a dispersão de precipitados finos em contornos de grão mantendo o tamanho destes inalterado, enquanto que a maior quantidade de magnésio aumenta a densidade de discordâncias no material deformado.

Verifica-se para todas as amostras tratadas em temperatura de 823 K, as curvas experimentais evidenciam uma dureza final após tratamentos em torno de 180 HV₂₅, que é compatível com o encontrado em literatura.

Das curvas de DSC realizadas, obteve-se os valores das energias de ativação, sendo 90,1 kJ/mol para Al-2Mg-0,6Zr e 87,5 kJ/mol para Al-4Mg-0,6Zr.

As densidades teórica e experimental encontradas mostram uma boa concordância em torno de 2,65 g/cm³ para Al-2Mg-0,6Zr e 2,62 g/cm³ para Al-4Mg-0,6Zr.

As ligas em estudo, em relação aos tratamentos térmicos, comportaram-se de acordo com a equação de Avrami da cinética de recristalização. Em relação aos parâmetros da equação, observou-se que estes são inter-relacionados com os parâmetros redução em área, temperatura de tratamento e teor de magnésio. Os ajustes para a equação de Avrami nas ligas em estudo mostram compatibilidade entre o modelo proposto e os resultados experimentais obtidos.

A análise da taxa média de crescimento de grão mostrou seguir a relação $\bar{G} = \alpha.t^{-1}$, em que α é dependente da redução em área, da temperatura de tratamento e do teor de magnésio, sendo que as curvas geradas seguem uma forma semelhante às curvas de taxa média de crescimento de grão experimental. Esta variação da taxa média de crescimento é, provavelmente, responsável pela variação não significativa no tamanho médio de grão para temperaturas de 723 K e 823 K e tempos superiores a 600 s.

Em relação à taxa de nucleação ajustada seguiu a relação $\dot{N}/(t.K_v) = \zeta.t^{-1}$, sendo que o parâmetro ζ é função da redução em área e da temperatura de tratamento térmico.

A análise da cinética de nucleação, confirmada pela observação microestrutural, indica ocorrência de nucleação devido a presença de bandas de deformação presentes.

As ligas em estudo, de uma maneira geral, apresentaram valores de dureza em estado deformado e após tratamentos térmicos e, também, energias médias de ativação condizentes com os encontrados em literatura, levando a uma conclusão preliminar de que tem-se ligas de mesmas características de ligas de alumínio convencionais.

Entretanto, os pequenos tamanhos de grãos obtidos conferem às ligas em estudo, produzidas por metalurgia do pó, características intrínsecas muito diferentes convencionais. Estas características estão mais intimamente ligadas às características superplásticas observadas em materiais com tamanhos de grão da ordem e/ou menores do que os encontrados neste trabalho.

Estas últimas características tornam o aspecto do desenvolvimento tecnológico destas ligas muito importante, já que maior plasticidade significa menor quantidade de energia introduzida no processo de fabricação de peças e estampos e aliado ao processo de metalurgia do pó que, em geral, também utiliza menores energias durante o processo de obtenção da liga, deverá ir de encontro com as necessidades de desenvolvimento de materiais com elevada aplicabilidade nas indústrias automobilística, aeronáutica e nuclear.

BIBLIOGRAFIA

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 Magnesio*, 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., *Aluminum Properties and Physical Metallurgy*, ASM, USA, 1984.
6. MAENG, D. Y.; LEE, J.H.; HONG, S.I.; CHUN, B.S., Materials Science & Eng. A311, pp 128, 2001.
7. HALES, S.J.; MCNELLEY, T.R.; MCQUEEN, H.J., Metal. Trans. A vol.22A, pp 1037, 1991.
8. HAMMAD, A-H.M.; RAMADAM, K. K., Z. Metallkd. Bd.80, H-3, pp 178, 1989.
9. ROHMANJ, E.; POPOVIC, M.; GLISIC, D.; MILENKOVIC, V., Journal of Mater. Science 33, pp 1037, 1998.
10. MATSUMOTO, K; TAMURA, N.; SHIBAYANAGI, T.; UMAKASHI, Y., Mater. Trans., JIM, vol.39, No. 3, pp 334, 1998.

11. BOURNAME, M.; NEDJAR, M.; SIRENKO, A.F., *Scripta Mater.*, vol.40, No. 3, pp 375, 1999.
12. MANDOLFO, L. F., *Aluminum alloys: structures and properties*, Butter Worths, 1976.
13. CHOI, I.; JIN, s.; KANG, S., *Scripta Mater.*, vol.38., No. 6, pp.887, 1998.
14. MCNELLEY, T.R.; CROOKS, R.; KALU, P.N.; ROGERS, S.A., *Materials Science & Eng.*, A166, pp 135, 1993.
15. WU, Y.; DEL CASTILHO, L.; LAVERNIA, E.J., *Scripta Mater.* , vol.34, No.8, pp 1243, 1996.
16. WANG, J. et Al. *Acta Mater.*, vol.44, No.7, pp 2973, 1997.
17. CAHN, R.W., *Recrystallization, Grain Growth and Textures*, Ed. H. Margolin, ASM, Metals Park, Ohio, 1966.
18. MCNELLEY, T.R., MCMAHOM, M.E.; HALES, S.J., *Scripta Mater.*, vol. 36, No.4, pp 369, 1997
19. OTSURA, M.; SHIBASAKI, S.; KIKUCHI, M., *Mater. Sc. Forum*, vol. 233-234, pp 193, 1997.
20. ZALIEV, R.Z. *Materials Science & Eng.* A234-236, pp 54, 1997.
21. GRACIO, J.J.; LOPES, A.B.; RAUCH, E.F., *Journal of Mat. Process. Techn.*, 103, pp 160, 2000.
22. WITTMANN, R.; SEXAVER, M.; GERTHSEN, D., *Materials Science & Eng.* A266, pp 183, 1999.

23. RABINOVICH, M.K.; MARKUSHEV, M.V., *Journal of Materials Science*, 30, pp 4692, 1995.
24. MOFFATT, W.G., *Handbook of Binary Alloy Phase Diagrams*, Genium Pub Corp; Ringbound edition, 1981.
25. PRINCE, A.; OKAMOTO, H.; VILLARS, P., *Handbook of Ternary Alloys Phase Diagrams*, pp. 3986, ASM, USA, 1995.
26. HUMPHREYS, F.J.; HATERLY, M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Elsevier, 1996.
27. ROSEN, G.I.; JOULJENSEN, D.; HUGHES, D.A.; HANSEN, N., *Acta Metall. et Mater.*, v.43, No.7, pp 2563, 1995.
28. GIL SEVILLANO, J.; VAN HOUTE, P.; AERNOUDT. *Progr. Mater. Science*, 25, pp 69, 1980.
29. ASHBY, M. F. *Phil. Mag.* 21, pp 399, 1970.
30. McELROY, R. J.; SZKOPIAK, Z. C. *Int. Met. Reviews* 17, pp 175, 1972.
31. VERDIER, M., et Al., *Scripta Metal. et Mater.*, v.27, pp 539, 1992.
32. READ, W. T.; SHOCKLEY, W. *Phys. Rev.* 78, pp 275, 1950.
33. GOODHEW, P. J. *Grain Boundary Structure and Kinetics*, ed. Balluffi, ASM, 1980.
34. SMITH, C. S. *Trans. Metall. Soc. AIME*, 175, pp 15, 1948.
35. NES, E.; RYUM, N.; HUNDERI, O. *Acta Metall.* 33, pp 11, 1985.
36. DOHERTY, R.D. *Metal Scr.* 16, pp 1, 1982.

37. HAASEN, P. *Physical Metallurgy*, Cambridge University Press, 1996.
38. REED-HILL, R. E. *Principios de Metalurgia Física*, ed. Guanabara Dois, 1982.
39. SEEGER, A.; SCHOECK, G. Acta Met. 1, pp 519, 1953.
40. SUN, R. C.; BAUER, C. L. Acta Metall. 18, pp 639, 1970.
41. VIWANATHAN, R.; BAUER, C. L. Acta Metall. 21, pp 1099, 1973.
42. ØRSUND, R.; NES, E. Scripta Metall. 23, pp 1187, 1989.
43. DIMITROV, O. *Recrystallization of Metallic Materials*, ed. Haessner, 1978.
44. CAHN, J. W. Acta Metall. 10, pp 789, 1962.
45. LÜCKE, K.; STÜWE, H. P. *Recovery and Recrystallization in Metals*, ed. L. Himmel, 1962.
46. DOHERTY, et. Al., Materials Science & Eng. A238, pp 219, 1997.
47. VERDIER, M.; BRECHET, Y.; GUYOT, P., Acta Mater. vol.47, pp 127, 1999.
48. ROSSI, P.L.O.; SELLAR, C.M., Materials Science & Tech., vol.35, pp 37, 1999.
49. HUMPHREYS, F.I., Materials Science & Tech., vol.35, pp 37, 1999.
50. ORSETTI, P/L/; SELLARS, C.M., Materials Science & Tech., Vol. 15, pp 185, 1999.
51. WATT, I, M.; *The principles and practice of electron microscopy*, Cambridge University Press, UK, 1997.

52. FLEWITT, P.E.J., WILD, R.K.; *Physical methods for materials characterisation*, Institute of Physics Publishing, 1994.
53. PADILHA, A.F. *Competição entre recuperação e recristalização em uma liga de alumínio contendo dispersão de precipitados*. Dissertação de Mestrado, 1977.
54. LISERRE JR., G. *Evolução microestrutural no processamento termomecânico de alumínio de pureza comercial. Uma avaliação quantitativa*. Dissertação de Mestrado, 1999.
55. JACKSON, P.J., Progress in Materials Science, vol. 29, pp 149, 1985.
56. VERHOEVEN, J. D., *Fundamentals of physical metallurgy*, J. Wiley & Sons, 1975.
57. CALLISTER, W. D., *Materials Science and Engineering*, J. Wiley & Sons, 1994.
58. SELLARS, C.M.; ROSSI, P.L.O., Materials Science & Tech. vol.15, pp 183, 1999.
59. GOETZ, R.L.; SEETHARAMAN, V., Metall. & Mater. Trans. A, vol.29A, pp 2307, 1997.
60. HUGHES, D.A., Acta Metall. et Mater., vol.41, pp 1421, 1993.
61. LIU, Y.; PATTERSON, B.R., Scripta Metall. et Mater. vol. 27, pp 539, 1992.
62. ROSSI, P.L.O.; SELLARS, C.M., Acta. Mater. vol.45, No.1, pp 137, 1997.
63. DRIVER, J.H.; THEYSSIER, M.C.; MAURICE, C., Materials Science & Tech. Vol.12, pp 851, 1996.
64. VANDERMEER, R.A.; RATH, B.B., Metall. Trans. A, vol.20A , pp 391, 1989.
65. VANDERMEER, R.A.; MASUMURA, R.A.; RATH, B.B., Acta Metall. et Mater, vol.39, No.3, pp 383, 1991.

66. RHINES, F.N., Metall. Trans. 8^A, pp 127, 1977.
67. GLADMAN, T.; WOODHEAD, J.H., Journal of Iron Steel Inst., 194, pp 189, 1960.
68. VANDERMEER, R.A., RATH, BB., *Recrystallization '90*, p.49. The Mineral, Metals and Materials Society, Warrendale, PA, 1990.
69. CAHN, J.W., Acta Metall. 4, pp 449, 1956.
70. IONASHIRO, m.; GIOLITO, I. Cerâmica, 26, 1980.
71. SCHOENITZ, M.; DREIZIN, E., J. Mater. Res. vol.18, pp 1827, 2003.
72. FINE, M.E., *Dispersion Strengthened Aluminum Alloys*, The Minerals, Metals & Materials Society, 1988.
73. BUSO, S.J., MONTEIRO, W.A. *Characterisation by TEM of a supersaturated P/M Al-Mg-Zr alloy after thermal treatments* In: International Conference on Processing & Manufacturing of Advanced Materials (Thermec'2003), 2003, Madrid, Proceedings of the International Conference on Processing & Manufacturing of Advanced Materials, 2003.
74. BUSO, S.J., MONTEIRO, W.A. *Microstructural characterisation of a P/M Al-Mg-Zr alloy after thermal treatmensts* In: International Conference on Advanced Materials Processing Technologies (AMPT'01), 2001, Madrid. Proceedings of the International Conference on Advanced Materials Processing Technologies. 2001.
75. BUSO, S.J., MONTEIRO, W.A. *Microstructural characterisation of a P/M Al-Mg-Zr alloy after thermal treatmensts* In: 7th Brazilian Congress on Microscopy of Materials, 2000, São Pedro. Acta Microscopica/ Proceedings of 7th Brazilian Congress on Microscopy of Materials. 2000. v.9 p.153-154.