

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS  
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E  
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À FADIGA E CARACTERIZAÇÃO  
MICROESTRUTURAL DE FIOS EXTRUDADOS E FORJADOS DA LIGA  
AA7050 RECICLADA POR CONFORMAÇÃO POR SPRAY**

João Guilherme Jacon de Salvo

São Carlos  
2016



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS  
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E  
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À FADIGA E CARACTERIZAÇÃO  
MICROESTRUTURAL DE FIOS EXTRUDADOS E FORJADOS DA LIGA  
AA7050 RECICLADA POR CONFORMAÇÃO POR SPRAY**

João Guilherme Jacon de Salvo

Dissertação apresentada ao  
Programa de Pós-Graduação em Ciência e  
Engenharia de Materiais como requisito  
parcial à obtenção do título de MESTRE EM  
CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Orientador: Dr. Conrado Ramos Moreira Afonso

Agência Financiadora: Capes

São Carlos

2016



## **DEDICATÓRIA**

À minha família, Sérgio, Maria José, Paola e Ana, com carinho.

## **VITAE DO CANDIDATO**

Engenheiro de Materiais pela UFSCar (2012)





**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS**

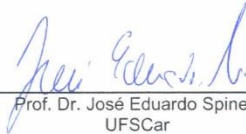
Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia  
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

---

**Folha de Aprovação**

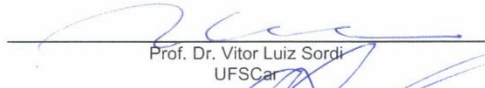
---

Assinaturas dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a Defesa de Dissertação de Mestrado do candidato João Guilherme Jacon de Salvo, realizada em 19/12/2016:



---

Prof. Dr. José Eduardo Spinelli  
UFSCar



---

Prof. Dr. Vitor Luiz Sordi  
UFSCar



---

Prof. Dr. Emílio José Giordano  
CENIC





## AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Conrado R. M. Afonso pela orientação, incentivo, paciência, atenção, e pelos importantes ensinamentos em MET e outras técnicas de caracterização.

Ao Prof. Claudemiro Bolfarini pela acolhida no grupo e orientação inicial, além dos valiosos ensinamentos desde as aulas da graduação.

Ao Prof. Paulo Sérgio C. P. da Silva pela enriquecedora discussão sobre fadiga na qualificação deste trabalho.

Ao Eric Mazzer e ao Guilherme Zepon pela amizade, apoio e auxílio na etapa experimental do trabalho e pelas valiosas sugestões.

Ao Leonardo Campanelli, à Ana Guerra e ao pessoal do CCDM pela ajuda com parte dos ensaios mecânicos. E aos alunos de iniciação científica Fernando Henrique de Almeida e André Henrique pela ajuda com as análises de DSC.

Ao DCTA e a todo pessoal da Divisão de Materiais do Instituto de Aeronáutica e Espaço, especialmente aos Drs. Carlos Alberto Cairo, Mário Lima, Olivério Macedo Silva, Vinícius Henriques, Nicélio Lourenço e Christian Von Dollinger pelo apoio, paciência e incentivo ao desenvolvimento deste projeto.

Aos técnicos João Fernandes, Ronaldo Rodrigues, José Luís de Oliveira, Edevaldo Diniz, João Batista e João Kruszynski pela inestimável ajuda na parte experimental do trabalho. Agradeço também à Miriam Laurindo pelo suporte de RH, e à Luciana Baptista pela ajuda com as referências bibliográficas.

Ao pessoal da Divisão de Sistemas Aeronáuticos, especialmente aos profissionais Vanderlei Gonçalves, Elizeu Nascimento Filho, Kledermon Garcia e Douglas Costa pela atenção e ajuda com os ensaios de fadiga.

Aos amigos Anderson Nunes, Matheus Piva, Mário Barroso, André Cunha e Lucas Assirati pelo incentivo e pela amizade inspiradora.

À minha família, Sérgio, Maria José, Paola e Ana, pelo carinho e apoio em todas as minhas conquistas.

À minha namorada Jessica Lopes pelo apoio, carinho e paciência.

Ao PPG-CEM e ao DEMa pela estrutura e suporte necessários para o desenvolvimento deste projeto de mestrado.

À CAPES pelo auxílio financeiro.



## RESUMO

Ligas de alumínio da série 7XXX encontram ampla aplicação em componentes estruturais de aeronaves. A usinagem envolvida na fabricação destes componentes é um processo de baixa eficiência no aproveitamento de material, gerando um resíduo sólido composto por uma grande quantidade de cavacos de uma liga nobre e com grande potencial de aplicação. No entanto, esse material é vendido como sucata para indústrias secundárias de alumínio, que a utilizam para produzir bens de baixo valor agregado. Esta dissertação é uma continuidade do trabalho iniciado por outros pesquisadores do grupo, que têm buscado uma destinação de maior valor agregado a essa sucata através da reintrodução da liga como um produto final com propriedades mecânicas elevadas e compatíveis com sua composição química original. Todavia, a reciclagem por rotas convencionais de fundição não é adequada para esse propósito. Dessa forma, a rota de processamento que serviu de base para este trabalho envolveu a refusão de cavacos da liga 7050 por conformação por spray, seguida por extrusão e forjamento rotativo; resultando num fio com diâmetro de 2,7mm. A microestrutura do fio foi caracterizada por uma combinação de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e transmissão (MET), aliadas à difração de raios-X (DRX) e à calorimetria diferencial de varredura (DSC). As propriedades mecânicas foram avaliadas através de ensaios de tração e fadiga. A análise das superfícies de fratura foi realizada por MEV. Os resultados permitiram relacionar a microestrutura, através da caracterização dos intermetálicos presentes na liga, com as propriedades mecânicas estáticas e cíclicas do fio. Foi possível verificar a influência da microestrutura no comportamento de fratura do fio. O fio de liga AA7050 produzido a partir de sucata apresentou alta resistência à tração e à fadiga de alto ciclo, com possibilidade de aplicação na fabricação de cabos de transmissão ou, até mesmo, de reintrodução no setor aeroespacial.

**Palavras-chave:** Al-Zn-Mg-Cu; Conformação por spray; Processamento termomecânico; Microestrutura; Fadiga.



**FATIGUE STRENGTH EVALUATION AND MICROSTRUCTURAL  
CHARACTERIZATION OF EXTRUDED AND ROTARY SWAGED AA7050  
WIRES RECLYCLED BY SPRAY FORMING**

**ABSTRACT**

High strength 7XXX precipitation hardened aluminum alloys are widely used in aircraft structural components. The machining process applied in the fabrication of these components is a low efficiency process regarding material utilization, generating a solid waste composed by noble alloy machining chips with great potential of application. However, this material is usually sold as scrap for the secondary aluminum industries, which use it for low performance applications. The present work is a continuation of the effort provided by others researchers, who have been searching a higher value-added destination for this material through its reintroduction as a high quality and high strength final product, whose proprieties are compatible with those provided by the original alloy. Although, traditional foundry practices are unsuitable for this purpose, resulting in a poor quality material. Hence, this study aims to characterize a wire produced by a process route comprising AA7050 machining chips spray forming remelting, followed by extrusion and swaging; resulting in a 2.7 mm diameter wire. The microstructural characterization was carried out by scanning electronic microscope (SEM), transmission electronic microscope (TEM), x-ray diffraction (XRD) and differential scanning calorimetry (DSC). The mechanical properties were evaluated by tensile and fatigue tests. Fracture surface analyses were carried out by SEM. The results allowed correlating wire microstructure, through alloy intermetallics characterization, with its monotonic and cyclic mechanical properties. It was possible to verify the microstructural effects in fracture behavior of the tested wires. The AA7050 alloy wires showed high tensile and fatigue (HCF) strength, with possible applications in power transmission cables and, even, their reintroduction in the aerospace industry.

**Keywords:** Al-Zn-Mg-Cu; Spray Forming; Thermomechanical processing; Microstructure; Fatigue.



## PUBLICAÇÕES

### Trabalhos submetidos para publicação:

1. **SALVO, J. G. J.**; AFONSO, C. R. M. Fatigue strength and microstructure evaluation of Al 7050 alloy wires recycled by spray forming, extrusion and rotary swaging. Submetido na revista Materials & Design.





## SUMÁRIO

FOLHA DE APROVAÇÃO.....	i
AGRADECIMENTOS.....	iii
RESUMO.....	v
ABSTRACT .....	vii
PUBLICAÇÕES.....	ix
SUMÁRIO.....	xi
ÍNDICE DE TABELAS .....	xv
ÍNDICE DE FIGURAS.....	xvii
LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIACÕES .....	xxiii
1 INTRODUÇÃO.....	1
2 OBJETIVO .....	5
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	7
3.1 Ligas de alumínio.....	7
3.2 Precipitação em ligas de alumínio.....	8
3.3 Precipitação em ligas do sistema Al-Zn-Mg-Cu .....	12
3.4 Comportamento mecânico das ligas 7XXX.....	16
3.4.1 Influência dos tratamentos térmicos .....	16
3.4.2 Mecanismos de endurecimento por precipitação.....	18
3.4.3 Aspectos microestruturais .....	20
3.5 Resistência à fadiga das ligas 7XXX.....	22
3.5.1 Influência das condições de envelhecimento .....	25
3.5.2 Influência do tamanho de grão.....	27
3.5.3 Influência da PFZ e dos dispersóides.....	28
3.5.4 Influência das partículas constituintes .....	28
3.5.5 Influência das condições superficiais.....	30
3.6 Conformação por Spray.....	30
3.6.1 Descrição do processo .....	30
3.6.2 Conformação por spray de ligas de Al.....	34
3.7 Extrusão.....	35
3.8 Forjamento rotativo ( <i>rotary swaging</i> ).....	38
4 MATERIAIS E MÉTODOS .....	43

4.1	Material.....	43
4.2	Tratamentos térmicos.....	46
4.3	Caracterização Microestrutural.....	47
4.4	Ensaio mecânicos.....	49
4.4.1	Ensaio de tração.....	49
4.4.2	Ensaio de fadiga.....	50
4.4.2.1	Estimativa estatística das propriedades de fadiga.....	50
4.4.2.2	Ensaio simulado do carregamento de cabos em serviço.....	52
4.4.3	Ensaio de microdureza Vickers.....	53
4.5	Estimativas de tenacidade à fratura.....	53
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	55
5.1	Análise Química.....	55
5.2	Análise microestrutural do fio.....	55
5.2.1	Fio como recebido (FR).....	55
5.2.2	Fio solubilizado.....	61
5.2.3	Fio envelhecido (TT).....	63
5.2.4	Análises de Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET).....	65
5.3	Análise térmica dos precipitados.....	75
5.4	Caracterização Mecânica.....	80
5.4.1	Ensaio de Microdureza Vickers.....	80
5.4.2	Ensaio de Tração.....	82
5.5	Ensaio de Fadiga.....	85
5.5.1	Método Escada.....	85
5.5.2	Ensaio simulado do carregamento de cabos em serviço.....	92
5.6	Análise da condição superficial do fio.....	94
5.7	Análise das fraturas de fadiga.....	96
5.8	Considerações e estimativas quanto à tenacidade do fio.....	108
6	CONCLUSÕES.....	111
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	113
8	BIBLIOGRAFIA.....	115
	APÊNDICE A.....	125
A.1	Análise estatística dos dados do Método Escada.....	125

A.2	Estimando o limite inferior da resistência à fadiga .....	126
APÊNDICE B.....		128
B.1	Estimando a tenacidade à fratura .....	128
B.2	Tamanho de defeito e propagação de trinca de fadiga .....	130



## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 4.1 Composição química da liga AA7050 [65].....	43
Tabela 4.2 Valores de razão de extrusão, redução de área e deformação verdadeira impostos nas etapas de conformação mecânica do material.....	44
Tabela 5.1 Análise química do fio de liga AA7050 reciclada.....	55
Tabela 5.2 EDS dos intermetálicos presentes no fio após o forjamento rotativo .....	58
Tabela 5.3 Análise química das fases presentes no fio solubilizado.....	62
Tabela 5.4 Resultado dos ensaios de tração do fio nas condições FR e TT....	82
Tabela 5.5 Dados do ensaio de fadiga pelo método escada para os corpos de prova na condição FR (X – fratura; O – <i>run-out</i> ).....	86
Tabela 5.6 Dados do ensaio de fadiga pelo método escada para os corpos de prova na condição TT (X – fratura; O – <i>run-out</i> ).....	89
Tabela 5.7 Resultados do método escada para $10^6$ ciclos.....	91
Tabela 5.8 Resultado dos ensaios de fadiga em tração alternada (100-150 MPa) para as condições FR e TT.....	92
Tabela 5.9 Medidas de tamanho do defeito inicial ( $a_0$ ), profundidade da trinca em crescimento estável ( $a_e$ ), razão de aspecto ( $a/c$ ), área de crescimento estável ( $A_e$ ) e razão entre a área de crescimento estável e a área de seção transversal do fio ( $A_e/A_s$ ) .....	99
Tabela 5.10 Quadro comparativo de micrografias das superfícies de fratura de fadiga; MEV-SE.....	107
Tabela 5.11 Valores estimados de $K_{Ic}$ do fio utilizando o modelo de Bo e Zuhan com base nos dados dos ensaios de tração.....	108
Tabela 5.12 Valores de $a_{th}$ calculados para o fio sob fadiga com carregamento trativo cíclico de 100-150MPa; $\Delta K_{th} = 1,0 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ .....	109



## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 3.1 Diagrama de fases hipotético para uma composição dada pela linha tracejada vertical mostrando a linha de equilíbrio solvus e a linha solvus da zona GP. A faixa $\Delta T_1$ representa a região de solubilização; a faixa $\Delta T_2$ é a região de envelhecimento para formação de zonas GP [7].....	09
Figura 3.2 Diferentes tipos de interfaces: a) e b) coerentes; c) e d) semicoerentes; e) e f) incoerentes [8].....	10
Figura 3.3 Micrografia de MET mostrando uma PFZ formada após o envelhecimento por 24h a 150 °C da liga Al-4Zn-3Mg [1].....	12
Figura 3.4 Evolução da densidade de clusters durante o envelhecimento a 121 °C da liga 7050 [10].....	15
Figura 3.5 Representação esquemática da interação discordância-precipitado para (a) uma partícula de pequeno diâmetro que é cortada pela discordância; e (b) partículas maiores e mais espaçadas para as quais atua o mecanismo de Orowan [1].....	19
Figura 3.6 Micrografia de MET mostrando a ausência de precipitados em uma banda de deslizamento persistente formada por fadiga em liga Al-Zn-Mg [1].....	23
Figura 3.7 (a) Iniciação de microtrincas devido ao escorregamento de planos alternados e à formação de intrusões e extrusões na superfície; (b) formação e propagação da trinca principal a partir de uma microtrinca [30].....	24
Figura 3.8 Nucleação de trinca de fadiga em partícula constituinte [42].....	29
Figura 3.9 Desenhos esquemáticos (a) do processo de conformação por spray e (b) da etapa de deposição [50].....	32
Figura 3.10 Desenho esquemático do processo de extrusão [58].....	36
Figura 3.11 Desenho esquemático do processo de forjamento rotativo [61].....	39
Figura 3.12 Desenho esquemático do cabeçote de forjamento rotativo mostrando seus componentes [61].....	39
Figura 4.1 Figura 4.1 Sequência do processamento termomecânico utilizada para a obtenção da liga 7050 reciclada na forma de fio a partir da refusão por conformação por spray. Após a etapa de forjamento rotativo, o produto final (fio Ø 2,7mm) foi cedido para a realização do presente trabalho, no qual foi caracterizado na condição recebida (condição FR) e também na condição submetida aos tratamento térmicos de solubilização e envelhecimento	

artificial (condição TT).....	45
Figura 4.2 Condições avaliadas no presente trabalho; fio recebido após a etapa de forjamento rotativo (condição FR); e após os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial (condição TT).....	45
Figura 4.3 Termograma (DSC) do fio na condição obtida após o forjamento rotativo (condição FR) mostrando a fusão de uma fase secundária a partir de 480°C e da matriz de alumínio com pico em 630°C; com varredura a uma taxa de 20°C/min.....	47
Figura 4.4 Diagrama esquemático da rota de processamento da liga 7050 reciclada a partir do cavaco de usinagem, e a metodologia resumida aplicada ao estudo de caracterização microestrutural e mecânica do fio.....	48
Figura 5.1 Micrografia de MEV em sinal BSE da seção transversal do fio recebido (FR) mostrando grãos uniformes, refinados e não recristalizados; e partículas de segundas fases; região de ½ raio.....	56
Figura 5.2 Micrografia de MEV em sinal BSE representativa da seção longitudinal do fio recebido (FR) mostrando grãos não recristalizados e alongados na direção longitudinal do fio e partículas constituintes, além de poros e partículas arrancadas; região de ½ raio.....	57
Figura 5.3 Micrografias de MEV da seção longitudinal do fio recebido mostrando as partículas constituintes grosseiras; a) BSE; b) SE.....	59
Figura 5.4 Difratoograma de raios-X (DRX) do fio extrudado e forjado tal como recebido (FR), mostrando a fase Al-cfc e os intermetálicos identificados.....	60
Figura 5.5 Micrografias de MEV em modo BSE a) e b) da seção longitudinal e c) da seção transversal do fio na condição solubilizada mostrando grãos completamente recristalizados e presença de partículas constituintes não solubilizadas.....	62
Figura 5.6 Micrografias de MEV em modo BSE a) e c) da seção transversal e b) seção longitudinal do fio na condição TT mostrando grãos equiaxiais com diâmetro médio de 9µm e presença de partículas constituintes (Al <sub>7</sub> Cu <sub>2</sub> Fe).....	64
Figura 5.7 Difratoograma de raios-X (DRX) dos fios tratados (TT) em azul e solubilizados em preto, mostrando fases adicionais e picos bem mais intensos relativo às fases intermetálicas para a amostra TT.....	65
Figura 5.8 Micrografia de TEM em campo claro (BF) da amostra TT mostrando os precipitados presentes a) na matriz e b) nos contornos de grão (STEM-BF).....	67



- Figura 5.9 Difração de elétrons de área selecionada (SAD) da amostra TT nos eixos de zona (a)  $\langle 0\ 0\ 1 \rangle_{Al}$ ; (b)  $\langle 1\ 1\ 2 \rangle_{Al}$ ; (c)  $\langle 1\ 1\ 1 \rangle_{Al}$ , mostrando efeito de difração dupla e relação de orientação entre a matriz e os precipitados nanométricos  $\eta'$  e  $\eta$ , zonas GP-I e o intermetálico  $Al_3Zr$ ..... 68
- Figura 5.10 Micrografia de (a) STEM em campo escuro anelar (ADF) da amostra TT mostrando precipitado nanométrico alongado de centenas de nm e (b) respectivo espectro de EDS mostrando elementos Al, Mg, Cu e Zn na composição, indicando precipitado do tipo intermetálico  $Al_2CuMg$ ..... 70
- Figura 5.11 Micrografia de (a) STEM em campo claro (BF) da amostra TT mostrando precipitado de 500 nm no contorno de grão e (b) respectivo espectro de EDS mostrando elementos Al, Fe, Cu e Zn na composição, indicando precipitado do tipo intermetálico  $Al_7Cu_2Fe$ ..... 71
- Figura 5.12 Imagem de STEM campo claro (BF) em baixa magnificação e mapeamento de raios-X (Spectral Imaging – SI, 30x30 pixels) através de EDS dos elementos Zn-K, Cu-K, Al-K e Zr-L, nas respectivas camadas de energia. .... 72
- Figura 5.13 Imagem de STEM campo escuro anelar (ADF – “anular dark field”) em baixa magnificação e mapeamento de raios-X (Spectral Imaging – SI, 30x30 pixels) através de EDS dos elementos Zn-K, Cu-K, Al-K e Zr-L.....73
- Figura 5.14 Termograma (DSC) do fio solubilizado, com varredura a uma taxa de 20°C/min, mostrando picos endotérmicos/exotérmicos de transformações de fase (dissolução/formação de precipitados nanométricos e outras fases) no estado sólido e início de pico de fusão ( $T_{fi}$ ) endotérmico em torno de 525°C..... 77
- Figura 5.15 Termograma (DSC) das amostras de fios nas condições recebida (FR) e tratada (TT), com varredura a uma taxa de 20°C/min, mostrando picos endotérmicos/exotérmicos de transformações de fase (dissolução/formação de precipitados nanométricos e outras fases) no estado sólido..... 78
- Figura 5.16 Microdureza Vickers medida na seção transversal dos fios nas diferentes condições analisadas..... 80
- Figura 5.17 Curva de envelhecimento do fio a 120 °C (solubilização prévia a 470°C por 30 minutos)..... 81
- Figura 5.18 Comparativo das propriedades de resistência à tração obtidas para os fios nas condições estudadas e os requisitos das normas AMS-4050 [65] e ASTM-B398 [68].....83
- Figura 5.19 Comparativo do alongamento percentual em tração do fio nas

condições estudadas e os requisitos das normas AMS-4050 [65] e ASTM-B398 [68].....	84
Figura 5.20 Micrografias das superfícies de fratura dos corpos de prova de tração a) e b) na condição FR; e c) e d) na condição TT; MEV-SE.....	85
Figura 5.21 Sequência de corpos de prova ensaiados na condição FR. ....	87
Figura 5.22 Gráfico do ensaio de estimativa da resistência à fadiga para $10^6$ ciclos pelo método escada para o fio recebido (FR).....	88
Figura 5.23 Sequência de corpos de prova ensaiados na condição TT.....	89
Figura 5.24 Gráfico do ensaio de estimativa da resistência à fadiga para $10^6$ ciclos pelo método escada para o fio tratado (TT).....	90
Figura 5.25 Visualização em um diagrama S x N dos resultados gerados após a realização de ambos os ensaios de fadiga para o fio recebido (FR).....	93
Figura 5.26 Visualização em um diagrama S x N dos resultados gerados após a realização dos ensaios de fadiga para o fio tratado (TT).....	93
Figura 5.27 Micrografia de MEV em sinal SE mostrando os defeitos superficiais do fio FR; notam-se sulcos e riscos na direção longitudinal.....	94
Figura 5.28 Micrografia de MO mostrando a extensão dos defeitos de superfície do fio nas seções a) longitudinal (FR) e b) transversal (TT); Keller; 200x. O perfil dos defeitos indica descontinuidades geradas pela dobra de superfícies ocorrida durante o forjamento rotativo a frio.....	95
Figura 5.29 Micrografia de MO mostrando o ataque não uniforme de uma camada superficial com profundidade média de 300 $\mu\text{m}$ na seção longitudinal de uma amostra do fio recebido (FR); Keller; 200x.....	96
Figura 5.30 Micrografias de microscopia estereoscópica mostrando as superfícies de fratura de CPs ensaiados em fadiga; a) condição FR (CP R7: 180 MPa, 572.880 ciclos); b) condição TT (CP T3: 200 MPa, 610.678 ciclos). As setas brancas indicam o local de início da trinca; as setas pretas indicam a direção de crescimento da trinca; e a linha pontilhada delimita a região de propagação estável da trinca, a partir do qual observam-se evidências de crescimento rápido e fratura final.....	97
Figura 5.31 Micrografias de MEV (SE) mostrando regiões específicas da	

superfícies de fratura de um CP na condição FR (R7: 180 MPa, 572.880 ciclos); a) região de iniciação da trinca em defeito de forjamento; b) início do crescimento da trinca; c) região de propagação estável da trinca.....101

Figura 5.32 Micrografias de MEV (SE) mostrando regiões específicas da superfícies de fratura de um CP na condição TT (CP T3: 200 MPa, 610.678 ciclos); a) região de iniciação da trinca em defeito de forjamento; b) início do crescimento da trinca na ponta do defeito.....102

Figura 5.33 Micrografias de MEV (SE) mostrando a região de crescimento estável da trinca de fadiga na superfícies de fratura de um CP na condição TT (CP T3: 200 MPa, 610.678 ciclos); a) região de propagação estável de trinca com presença de estrias; b) presença de trincas secundárias indicando ramificação de trinca; c) MEV-BSE mostrando partículas constituintes no caminho da trinca..... 104

Figura 5.34 Micrografias de MEV mostrando a fase terminal de propagação de trinca de fadiga (estágio III) de superfícies de fratura de fios da condição TT; a) MEV-SE de região na qual há transição de crescimento estável para crescimento rápido da trinca; b) MEV-BSE indicando nucleação de vazios em partículas constituintes..... 105



**LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIações**

3DAP	<i>3 Dimensional Atom Probe</i>
AA	<i>Aluminum Alloy</i> (Liga de Alumínio)
ADF	<i>Annular Dark Field</i> (Campo Escuro Anular)
AMS	<i>Aerospace Material Specifications</i>
AL	Alongamento
ASTM	<i>American Standard for Testing of Materials</i>
BF	<i>Brigth Field</i> (Campo Claro)
BSE	<i>Backscattered Electrons</i> (Elétrons Retroespalhados)
CFC	Cúbica de Faces Centradas
CP	Corpo de Prova
CS	Conformação por Spray
DF	<i>Dark Field</i> (Campo Escuro)
DRX	Difração de Raios-X
DSC	<i>Differential Scanning Calorimetry</i> (Calorimetria Diferencial de Varredura)
EBSD	<i>Electron Backscattered Diffraction</i> (Difração de Elétrons Retroespalhados)
EDS	<i>Energy Dispersive Spectrometry</i> (Espectrometria por Dispersão de Energia)
ECAP	<i>Equal-Channel Angular Pressing</i>
EFTEM	<i>Energy Filtered Transmission Electron Microscopy</i> (Microscopia Eletrônica de Transmissão por Energia Filtrada)
FR	Forjamento Rotativo
G/M	Razão entre as taxas de fluxo mássico do gás e do metal
GP	<i>Guinier-Preston zones</i> (Zonas de Guinier-Preston)
HRTEM	<i>High Resolution Transmission Electron Microscopy</i> (Microscopia Eletrônica de Transmissão de Alta Resolução)
HPT	<i>High Pressure Torsion</i> (Torção à Alta Pressão)
ISO	<i>International Standards Organization</i>
K	Fator de Intensidade de Tensão

LE	Limite de escoamento
LEFM	<i>Linear Elastic Fracture Mechanics</i> (Mecânica da Fratura Linear Elástica)
LRT	Limite de Resistência à Tração
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
MO	Microscopia Ótica
OES	<i>Optical Emission Spectrometry</i> (Espectrometria de Emissão Ótica)
PFZ	<i>Precipitate-Free Zone</i> (Zona Livre de Precipitação)
RA	Redução de Área
SAD	<i>Selected Area Diffraction</i> (Difração de Área Seleccionada)
SE	<i>Secondary Electron</i> (Elétrons Secundários)
SI	<i>Spectral Imaging</i> (Imagem Espectral)
SPD	<i>Severe Plastic Deformation</i> (Deformação Plástica Severa)
SSS	Solução Sólida Supersaturadas
STEM	<i>Scanning Transmission Electron Microscopy</i> (Microscopia Eletrônica de Transmissão por Varredura)
VRC	<i>Vacancy Rich Clusters</i> (Regiões Ricas em Vacâncias)
TT	Tratamento Térmico
UFG	<i>Ultrafine Grained</i> (Grãos Ultra-Finos)
ZL	<i>Zero Loss</i> (Perda Zero)
% AL	Alongamento Percentual
% at.	Porcentagem Atômica
% wt.	Porcentagem em Massa
$\eta'$	Fase metaestável $MgZn_2$ originária de tratamento térmico de envelhecimento na liga AA7050.
$\eta$	Fase de equilíbrio $MgZn_2$ originária de tratamento térmico de envelhecimento na liga AA7050.

## 1 INTRODUÇÃO

As ligas de alumínio da série 7XXX possuem altos teores de elementos de liga, especificamente, Zn, Mg e Cu, e são endurecíveis por precipitação de fases secundárias nanométricas. O endurecimento por precipitação é conhecido como o mais antigo representante da nanotecnologia e tem tornando possível o desenvolvimento de microestruturas refinadas em uma ampla gama de ligas através do uso de novos métodos de processamento termomecânico [1]. Nas ligas 7XXX, esse fenômeno confere as maiores resistências mecânicas dentre todas as ligas de alumínio, o que, aliado a baixa densidade, faz com que encontrem ampla aplicação na indústria aeronáutica.

Um dos principais processos utilizados na fabricação de componentes aeronáuticos é a usinagem, um processo de alta flexibilidade e baixo custo, porém com baixa eficiência do ponto de vista de aproveitamento de material. Em casos mais críticos esse aproveitamento é de apenas 10% em peso [2]. Como resultado, ao final do processo de fabricação tem-se um resíduo composto por uma grande quantidade de cavacos de uma liga nobre e com grande potencial para aplicação em componentes estruturais, e que idealmente poderia até mesmo ser reincorporada na cadeia produtiva. No entanto, esse material é vendido a menos de 10% de seu valor de compra para indústrias secundárias de alumínio, que o utilizam para produzir bens de baixo valor agregado [2].

O objetivo geral do projeto, no qual o presente trabalho está inserido, é oferecer uma destinação de maior valor agregado a essa sucata através da reintrodução da liga na forma de um produto final com propriedades mecânicas elevadas e compatíveis com sua composição química original. No entanto, a reciclagem dessa liga através de rotas convencionais de fundição resulta em um material com alto nível de segregação e grãos grosseiros, e, portanto, com propriedades mecânicas muito inferiores ao potencial da liga. Para contornar esse problema foi proposta a utilização do processo de conformação por spray para refundir a sucata, uma vez que esta técnica alia as vantagens da fundição convencional com as de

solidificação rápida, e com isso são obtidos produtos com baixos níveis de segregação, refino microestrutural e elevada resistência mecânica.

Hyodo [2] estudou a viabilidade tecnológica de uma rota de processamento em escala laboratorial para a reutilização de cavacos de usinagem da liga 7050-T7451 buscando minimizar o número de etapas de processamento. Utilizando a rota de conformação por spray seguida de extrusão a quente e tratamentos térmicos, obteve um material cuja microestrutura e propriedades mecânicas se mostraram compatíveis com os requisitos de normas aeronáuticas permitindo, em teoria, a reintrodução desse material na fabricação de componentes aeronáuticos. Dando sequência ao trabalho desenvolvido por Hyodo, Mazzer [3] e Guerra [4] realizaram a caracterização microestrutural e mecânica da liga obtida após otimizações do processamento termomecânico. Os resultados obtidos foram muito positivos e abriram perspectivas de aplicações de maior valor agregado da liga reciclada. Uma delas é a possível utilização deste material na fabricação de cabos de transmissão de energia elétrica substituindo a alma de aço que normalmente compõe o interior desses componentes. Isso levaria a uma redução de peso de aproximadamente 30%, com desempenho mecânico similar ou até mesmo superior, uma vez que traria vantagens associadas a redução de peso, tais como, maior razão resistência/peso, resultando em menor esforço mecânico nas estruturas de sustentação da linha de transmissão. Permitindo assim maior vão entre torres com menor flecha do cabo. Além disso, cabos condutores com alma de liga de alumínio estão associados a maiores capacidade de corrente, ampacidade e resistência à corrosão.

Considerando essa possível aplicação, foi produzido um fio de 2,7mm de diâmetro processado por conformação por spray de cavacos da liga 7050, seguido de extrusão e forjamento rotativo para estudo microestrutural e de propriedades de fadiga. Esse fio foi processado dentro do escopo do projeto: FINEP/CTENERG: Convenio 01.09.0485.00: Utilização de Liga de Alumínio Aeronáutica Reciclada para Fabricação de Produtos/Componentes Ligados a Distribuição e Transmissão de Energia Elétrica e cedido para o



estudo desenvolvido nessa dissertação.

A avaliação da resistência desse material às solicitações cíclicas é de fundamental importância para a aplicação em cabos condutores, pois a maioria das falhas observadas nesses componentes envolve a fadiga do material que compõe o fio devido à ação de forças eólicas [5]. Nesse contexto, o presente trabalho busca caracterizar a microestrutura e as propriedades mecânicas do fio procurando relacioná-las, com ênfase na resistência à fadiga e comportamento da fratura.



## 2 OBJETIVO

O objetivo geral deste trabalho é avaliar a resistência à fadiga e realizar a caracterização microestrutural de fios da liga de alumínio aeronáutica AA 7050 obtida pela reciclagem de cavacos de usinagem utilizando conformação por spray seguida de extrusão e forjamento rotativo (*rotary swaging*) e tratamentos térmicos.

Como objetivos específicos deste trabalho têm-se:

- 1- Avaliar a resistência à fadiga de fios de 2,7 mm de diâmetro obtidos através de extrusão e forjamento rotativo na condição como fabricada e após os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento;
- 2- A caracterização microestrutural através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia eletrônica de transmissão (MET) e técnicas acessórias (SAD, STEM, EDS);
- 3- A caracterização térmica pela técnica de calorimetria diferencial de varredura (DSC).
- 4- Analisar o comportamento de fratura do fio sob carregamento cíclico por meio da análise das superfícies de fratura e de conceitos de mecânica da fratura (LEFM).



### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Ligas de alumínio

As ligas de alumínio são convenientemente divididas em ligas fundidas e ligas forjadas. A *Aluminum Association* estabeleceu um sistema amplamente aceito de nomenclatura e classificação que divide as ligas em famílias com base no principal elemento de liga da composição. Para ligas forjadas é utilizado um sistema numérico de quatro dígitos e a classificação é feita da seguinte maneira [6]:

- 1XXX: alumínio puro ( $Al \geq 99,0\%$ ), usado principalmente nas indústrias elétrica e química.
- 2XXX: ligas nas quais o Cu é o principal elemento de liga, no entanto outros elementos, principalmente Mg, podem ser especificados. São amplamente utilizadas na indústria aeronáutica.
- 3XXX: ligas nas quais o Mn é o principal elemento de liga. São ligas de aplicação geral, usadas desde embalagens a aplicações arquitetônicas.
- 4XXX: ligas nas quais o Si é o principal elemento de liga. Usadas em varetas de solda e chapas de brasagem.
- 5XXX: ligas nas quais o Mg é o principal elemento de liga. Usadas em componentes expostos ao ambiente marinho.
- 6XXX: ligas nas quais o Mg e o Si são os principais elementos de liga. Usadas principalmente em aplicações que requerem produtos extrudados.
- 7XXX: ligas nas quais o Zn é o principal elemento de liga, podendo conter outros elementos como Cu, Mg, Cr e Zr. Usadas em componentes estruturais de aeronaves e outras aplicações de alta resistência.
- 8XXX: ligas com Sn e Li de composições e aplicações diversas.

Nas famílias 2XXX a 8XXX o segundo dígito, quando diferente de zero, indica modificação na composição da liga original. Os últimos dois

dígitos não têm um significado especial, servindo apenas para diferenciar as ligas.

Existe ainda uma subclassificação para as ligas de alumínio, quer sejam forjadas ou fundidas, baseada na resposta aos tratamentos térmicos de solubilização seguido de resfriamento rápido e envelhecimento. As ligas que apresentam endurecimento devido à precipitação de segundas fases após estes tratamentos térmicos são denominadas ligas tratáveis termicamente. Esse grupo é representado pelas ligas das famílias 2XXX, 6XXX e 7XXX, que compreendem as ligas que atingem as maiores resistências mecânicas dentre todas as ligas de alumínio. Ademais, essas ligas podem ser conformadas a frio complementando a resistência obtida após os tratamentos. As ligas não tratáveis termicamente são as ligas das séries 1XXX, 3XXX, 4XXX e 5XXX, que têm sua resistência mecânica inicial dada pelos elementos em solução sólida e com aumentos de resistência obtidos mediante trabalho a frio [6].

### **3.2 Precipitação em ligas de alumínio**

As ligas tratáveis termicamente contêm elementos de liga, principalmente, Cu, Zn, Mg e Li, cuja solubilidade diminui com o decréscimo da temperatura e cujas concentrações excedem o limite de solubilidade a temperatura ambiente e mesmo a temperaturas moderadamente elevadas. Essas ligas respondem com aumento de resistência mecânica quando submetidas a um ciclo usual de tratamentos térmicos, que consiste em solubilização dos elementos de liga a uma temperatura elevada seguida de um resfriamento rápido a baixas temperaturas para obter uma solução sólida supersaturada de solutos e vacâncias. A etapa final consiste no tratamento de envelhecimento que pode ser realizado a temperatura ambiente (envelhecimento natural) ou a temperaturas intermediárias (envelhecimento artificial). Durante essa etapa os átomos de soluto se agrupam formando precipitados nanométricos coerentes com a matriz, conhecidos como zonas de Guinier-Preston (zonas GP), e precipitados incoerentes se o tempo de tratamento for prolongado [7]. A decomposição

de uma solução sólida supersaturada (SSS) normalmente obedece à seguinte sequência:

SSS  $\rightarrow$  clusters  $\rightarrow$  estrutura de transição  $\rightarrow$  estrutura final

A maneira como se dá a decomposição depende se o envelhecimento é efetuado acima ou abaixo da temperatura crítica definida por uma linha solvus metaestável, conforme Figura 3.1. A formação de zonas GP só é possível para temperaturas de tratamento inferiores à temperatura crítica, resultando em uma solução sólida metaestável. A difusão associada à formação de zonas GP envolve a movimentação de átomos através de distâncias relativamente curtas e é facilitada pela presença de vacâncias retidas durante o resfriamento rápido, que possibilitam taxas de difusão mais elevadas do que a esperada em condições de equilíbrio [1,6]. Portanto, a temperatura crítica pode ser deslocada para temperaturas maiores quando existe uma alta concentração de vacâncias, uma vez que elas aceleram a formação de clusters de soluto facilitando a nucleação de zonas GP [7].

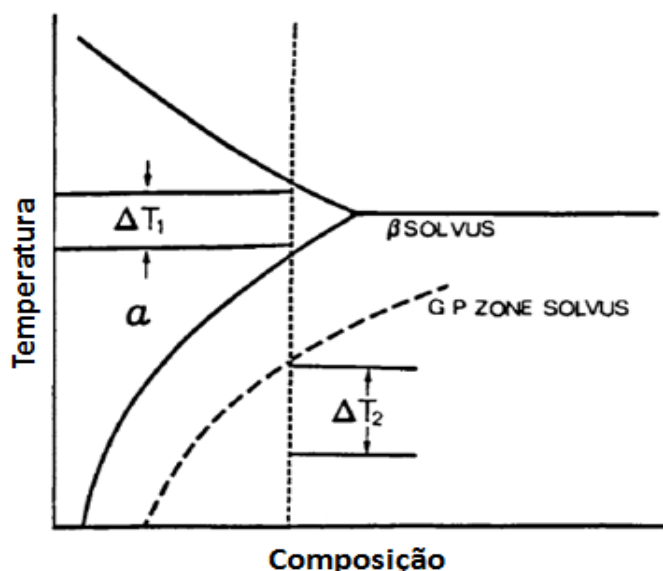


Figura 3.1 Diagrama de fases hipotético para uma composição dada pela linha tracejada vertical mostrando a linha de equilíbrio solvus e a linha solvus da zona GP. A faixa  $\Delta T_1$  representa a região de solubilização; a faixa  $\Delta T_2$  é a região de envelhecimento para formação de zonas GP [7].

A nucleação dos precipitados pode ocorrer de maneira homogênea (uniforme e não preferencial) ou de maneira heterogênea (preferencial), em locais específicos como contornos de grão, contornos de subgrão, precipitados preexistentes, discordâncias e vacâncias. A maioria dos precipitados requer a presença de sítios preferenciais para a nucleação heterogênea, no entanto zonas GP e outros precipitados totalmente coerentes nucleiam de maneira homogênea [8]. Durante a nucleação o precipitado pode assumir diferentes tipos de interfaces com a matriz, conforme ilustrado na Figura 3.2. A precipitação coerente ocorre quando é mantida a continuidade entre a rede cristalina do precipitado e a rede da matriz, ou seja, ocorre perfeita concordância entre elas [8]. Quando as distâncias entre os átomos não são idênticas, ainda é possível manter a coerência, porém distorções são introduzidas na rede de um ou de ambos os cristais. Estas distorções geram um aumento da energia total do sistema. Para acomodar distorções maiores são introduzidas discordâncias dando origem à interface semicoerente. As interfaces incoerentes por sua vez são caracterizadas pela quebra total da continuidade da rede cristalina, ou seja, quando o precipitado e a matriz possuem estruturas cristalinas diferentes [9].

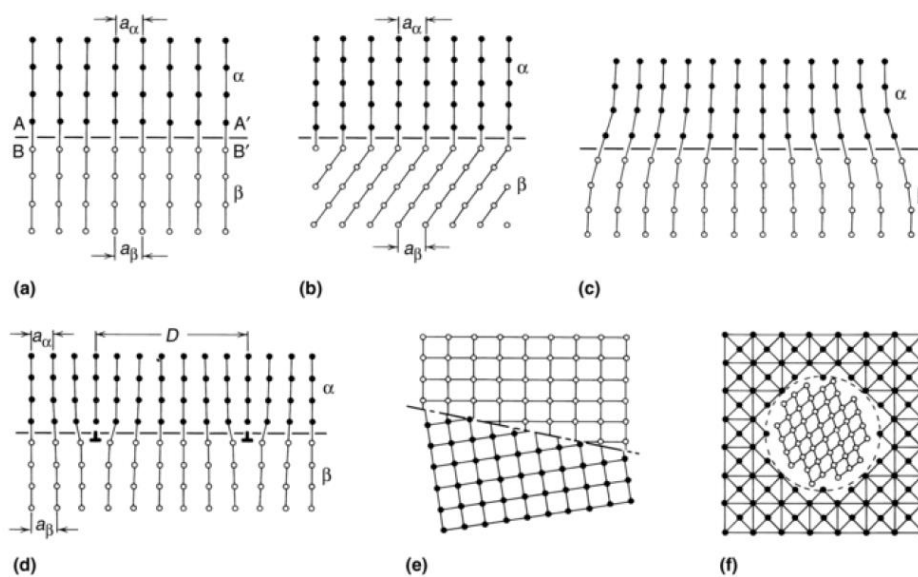


Figura 3.2 Diferentes tipos de interfaces: a) e b) coerentes; c) e d) semicoerentes; e) e f) incoerentes [8].



Precipitados menores têm maior energia livre devido à elevada área superficial em relação ao volume total de precipitados. Portanto, tendem a crescer com o passar do tempo tendo sua cinética determinada por: (i) temperatura, que governa a taxa de difusão; (ii) solubilidade do soluto na matriz; e (iii) energia interfacial, que está relacionada com o tipo de interface precipitado-matriz.

A estrutura de transição pode nuclear a partir de sítios de zonas GP estáveis preexistentes ou heterogeneamente em defeitos de rede como discordâncias e pode envolver um ou mais precipitados intermediários. Essa fase intermediária é semicoerente e geralmente muito maior que as zonas GP. A formação da estrutura final ou precipitado em equilíbrio envolve perda total de coerência com a matriz e ocorre apenas a temperaturas relativamente elevadas ou após tempos prolongados de envelhecimento [1].

Ligas envelhecidas geralmente apresentam regiões adjacentes aos contornos de grão de alto ângulo nas quais não ocorre precipitação de segundas fases (Figura 3.3). Essas regiões são conhecidas como zona livre de precipitação (*precipitate-free zone* - PFZ) e se formam por dois motivos. Primeiramente, devido ao empobrecimento de átomos de soluto nessas regiões, que migram para os precipitados maiores e mais estáveis formados nos contornos. Segundo, devido à diminuição da concentração de vacâncias, que são perdidas para os contornos, atingindo concentrações inferiores à necessária para promover a nucleação homogênea de precipitados nessas regiões. A espessura da PFZ pode ser controlada pelas condições de tratamentos térmicos. Em ambos os casos, temperaturas de envelhecimento mais baixas minimizam a PFZ, pois aumentam a supersaturação de soluto e, com isso, a nucleação homogênea é favorecida [1,7]. Temperaturas maiores de solubilização e altas taxas de resfriamento também são benéficas, uma vez que a concentração de vacâncias depende da temperatura e é essencial reter um número significativo delas após o resfriamento.

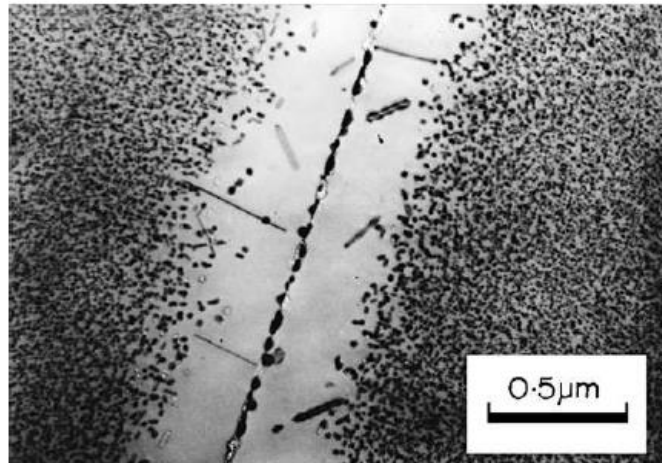


Figura 3.3 Micrografia de MET mostrando uma PFZ formada após o envelhecimento por 24h a 150 °C da liga Al-4Zn-3Mg [1].

Elementos de liga presentes em menores quantidades como impurezas ou adicionados de forma intencional também influenciam o processo de precipitação. Embora a influência desses elementos dependa do sistema de liga em questão, eles geralmente alteram a cinética de precipitação e os precipitados formados. E, desse modo, afetam também o comportamento mecânico das ligas.

### 3.3 Precipitação em ligas do sistema Al-Zn-Mg-Cu

A série 7XXX é baseada em dois sistemas de ligas endurecíveis por precipitação, Al-Zn-Mg e Al-Zn-Mg-Cu. As ligas de alumínio do sistema Al-Zn-Mg-Cu contêm Zn, Mg, Cu como principais elementos de adição e são amplamente utilizadas em componentes estruturais de aeronaves devido à excelente combinação de propriedade mecânicas estáticas e cíclicas, e de resistência à corrosão aliadas à baixa densidade [7]. O processo de precipitação dessas ligas é complexo e dependente das condições de envelhecimento e dos tratamentos térmicos anteriores. No entanto, a sequência de precipitação usual e simplificada pode ser resumida da seguinte maneira [10-11]:

SSS → Zonas GP →  $\eta'$  metaestável →  $\eta$  estável ( $MgZn_2$ )

As zonas GP e a fase  $\eta'$  são formadas nos estágios iniciais de

precipitação e o controle desse estágio em relação ao tamanho e densidade desses precipitados é fundamental para a otimização das propriedades mecânicas.

Dois tipos de zonas GP com diferentes estruturas são reportadas na literatura com base em análises por HRTEM e SAD; zonas GP-I e GP-II. As zonas GP-I são zonas esféricas com diâmetro entre 2 e 3 nm ricas em átomos de Mg e Zn, totalmente coerentes e com ordenamento interno nos planos {001} da matriz. São formadas durante o envelhecimento a partir da temperatura ambiente até 150 °C, independentemente da temperatura de solubilização [10-12]. As zonas GP-II são regiões com espessura de poucos átomos compostas por camadas ricas em Zn nos planos {111} da matriz. Formam-se apenas no envelhecimento acima de 70 °C e para temperaturas de solubilização acima de 450 °C [11,13] e são observadas como clusters ricos em vacâncias, indicando que sua formação depende de uma alta concentração de vacâncias [12].

Ambos os tipos de zonas GP podem atuar como precursores da fase  $\eta'$ , que é reportada como a principal responsável pelo máximo endurecimento em ligas 7XXX. Quando isso acontece, observa-se que no decorrer do envelhecimento alguns precipitados esféricos se alongam na forma de placas nos planos {111} da matriz dando origem a fase metaestável  $\eta'$ , que apresenta estrutura hexagonal com parâmetros de rede  $a = 0,496$  nm e  $c = 1,402$  nm [12,14]. Os planos basais da fase  $\eta'$  são coerentes com os planos (111) da matriz, mas a interface ao longo da direção  $c$  do precipitado é incoerente com a matriz, caracterizando-o, portanto, como um precipitado semicoerente [1].

O precipitado de equilíbrio,  $\eta$ , possui estrutura hexagonal com parâmetros de rede  $a = 0,5221$  e  $c = 0,8567$  e pode assumir diferentes orientações em relação à matriz. Vale ressaltar que tanto a fase  $\eta'$  quanto a fase de equilíbrio  $\eta$  podem se formar diretamente a partir da solução sólida durante o resfriamento e envelhecimento [12,14].

A razão Mg:Zn para o intermetálico intermediário  $\eta'$  difere consideravelmente do precipitado de equilíbrio  $\eta$  ( $\text{MgZn}_2$ ), pois encontra-se

na faixa de 1:1 a 1:1,15 ao invés do esperado 1:2. O que sugere que a composição do  $\eta'$  está mais ligada às zonas GP preexistentes do que ao precipitado de equilíbrio, e indica que  $\eta'$  pode nuclear diretamente dessas zonas [1].

Sha e Cerezo [10] e Fan et al. [11] estudaram a evolução dos precipitados durante o envelhecimento das ligas 7050 e 7150, respectivamente. Apesar de serem ligas distintas, ambas as composições analisadas são muito próximas. Além disso, as condições utilizadas nos tratamentos térmicos foram idênticas. Quando envelhecidas a 121 °C a evolução da precipitação de segundas fases nessas ligas é descrita da seguinte maneira. Ao longo da primeira hora a precipitação é dominada pela formação de zonas GP-I, as quais atingem o pico de densidade após cerca de 30 minutos de envelhecimento (Figura 3.4) e apresentam-se com formato predominantemente esférico de tamanho 1-2 nm e uniformemente distribuídas na matriz, sugerindo que estas estruturas nucleiam de maneira homogênea. Análises de 3DAP indicaram que essas regiões são compostas por átomos de Al, Zn e Mg, com razão Mg:Zn de 1:0,91 sendo portanto mais ricas em Mg, provavelmente devido à forte interação Mg-vacância; e que crescem principalmente devido à incorporação de átomos de Zn, resultando em uma razão Mg:Zn de 1:1 nas zonas maiores. Decorridos 60 minutos a fração volumétrica de zonas GP-I aumenta significativamente e a fase  $\eta'$  começa a se formar. E a partir de 4 horas de envelhecimento a fração volumétrica desse intermetálico intermediário aumenta bastante. Esses precipitados são maiores e mais alongados e apresentam-se como placas de 1,2-2,5 nm de espessura e 4,5-6,0 nm de comprimento nos planos {111} da matriz. Após 24 horas de tratamento a microestrutura é composta pelas zonas GP-I, fase  $\eta'$  e  $\eta$ . Mazzer et al. [15] reportou a presença da fase  $\eta$  nos contornos de grão da liga 7050 após 16 horas de envelhecimento à 121 °C. A fase  $\eta$  formada em ligas do sistema Al-Zn-Mg-Cu geralmente contém átomos de Al e Cu incorporados em sua estrutura e, portanto, a razão Mg:Zn acaba sendo menor do que o valor teórico esperado 1:2. Valores de 1:1,10 a 1:1,82 são relatados na literatura [16].

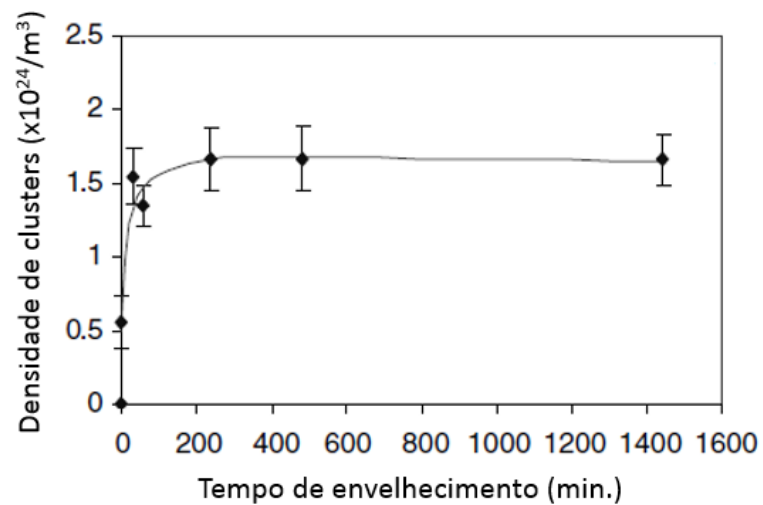


Figura 3.4 Evolução da densidade de clusters durante o envelhecimento a 121 °C da liga 7050 [10].

As zonas GP-II não são claramente identificadas nessas condições de tratamentos, o que sugere que as zonas GP-I tem um papel mais significativo na precipitação a 121 °C das ligas 7050 e 7150 [10-11]. E para tempos de envelhecimento entre 2 e 8 horas, os precipitados predominantes são zonas GP-I e fase  $\eta'$ . O mecanismo dominante de formação da fase  $\eta'$  nessas condições ocorre pela transformação das zonas GP-I menores em clusters alongados, e não pela nucleação nas zonas GP-I maiores [16].

O envelhecimento natural é observado em ligas 7XXX mantidas à temperatura ambiente após a solubilização e resulta na formação de zonas GP-I [10]. No entanto, embora essas ligas respondam ao envelhecimento natural elas geralmente não são utilizadas nessa condição, pois envelhecem indefinidamente e, portanto, são instáveis [7].

Conforme mencionado anteriormente, os elementos presentes como adições ou microadições alteram a cinética de precipitação e os precipitados formados nas ligas 7XXX. O Cu, por exemplo, além de ser adicionado para reduzir a suscetibilidade da liga à corrosão sob tensão, tem sido reportado como um elemento com forte efeito na promoção do rápido endurecimento nos estágios iniciais do envelhecimento. Assim como o Zn e o Mg, o Cu também está presente na composição das primeiras zonas GP-I (~12%at.), retardando a dissolução e o crescimento dessas regiões [10-11,13].

Adicionalmente, o Cu aumenta a temperatura crítica para a decomposição homogênea, o que resulta em menores PFZs para as ligas do sistema Al-Zn-Mg-Cu em comparação com as do sistema Al-Zn-Mg [17].

O metal de transição Zr é geralmente adicionado à composição das ligas 7XXX em teores que variam de 0,08 a 0,25% [1]. Devido a sua baixa solubilidade sólida no alumínio, quase todo o Zr encontra-se incorporado em pequenos dispersóides  $Al_3Zr$  de estrutura cúbica, coerentes, esféricos e de aproximadamente 20nm de diâmetro, finamente distribuídos na matriz após o envelhecimento [11-12,18-19]. Apesar de presente em pequena quantidade, esse elemento tem um papel importante na otimização das propriedades mecânicas dessas ligas, conforme será discutido em seguida.

### **3.4 Comportamento mecânico das ligas 7XXX**

As propriedades mecânicas, tais como, resistência, ductilidade, tenacidade e resistência à fadiga das ligas 7XXX dependem primeiramente da composição química, dos tratamentos térmicos e do processamento termomecânico. Estes fatores irão determinar as características microestruturais das ligas e conseqüentemente, as respostas às solicitações mecânicas estáticas e cíclicas.

#### **3.4.1 Influência dos tratamentos térmicos**

O controle e a obtenção de melhorias nas propriedades mecânicas de ligas de alumínio endurecidas por precipitação é atingido através da imposição de tratamentos térmicos adequados. A temperatura de solubilização é uma condição muito importante no tratamento térmico dessas ligas. Temperaturas próximas à linha solidus ou à temperatura eutética, onde a solubilidade é máxima e a taxa de difusão é elevada, promovem uma dissolução mais eficiente das segundas fases presentes e, com isso, a disponibilidade de solutos em solução sólida é aumentada, favorecendo a etapa posterior de precipitação. No entanto, é necessário cuidado para evitar fusão incipiente de fases eutéticas e fases presentes

nos contornos de grão [6]. Além disso, a fração de grãos recristalizados e o tamanho de subgrão aumentam significativamente com o aumento da temperatura de solubilização, levando a um maior tamanho médio de grão, reduzindo a contribuição desse fator na resistência mecânica da liga [20]. Portanto, a máxima resistência depende de um balanço entre dissolução de segundas fases e crescimento de grão na solubilização.

A obtenção de uma solução supersaturada a temperatura ambiente depende ainda da taxa de resfriamento imposta após o término do tratamento de solubilização. Baixas taxas de resfriamento favorecem a nucleação heterogênea de precipitados nos contornos de grão reduzindo a disponibilidade de elementos de liga em solução para a formação de precipitados endurecedores durante a etapa seguinte de envelhecimento. Esse fenômeno resulta em uma liga menos resistente e com menores tenacidade e ductilidade [7].

Na etapa final, a temperatura e o tempo de envelhecimento definem os tipos, a fração volumétrica, o tamanho e a distribuição dos precipitados formados. A máxima resistência mecânica é obtida no ponto de máxima dureza em uma curva de envelhecimento. Essa condição, também conhecida como T6, é chamada envelhecida no pico de dureza e é caracterizada pela presença de zonas GP e fase  $\eta'$  finamente dispersas na matriz. Um possível superenvelhecimento aumenta o tamanho das partículas, porém aumenta também o espaçamento entre elas, fazendo com que a resistência mecânica diminua. A condição subenvelhecida, por sua vez, resulta de um tempo de envelhecimento inferior ao necessário para atingir o pico de dureza. Nessa condição predominam os precipitados menores e coerentes. Embora alguma perda de resistência seja esperada em relação a T6, existem evidências de que em condições de carregamento envolvendo fluência ou fadiga podem ocorrer alterações dinâmicas que resultam em uma maior vida útil para as ligas subenvelhecidas [21]. A influência das condições de envelhecimento na resistência à fadiga será abordada posteriormente.

### 3.4.2 Mecanismos de endurecimento por precipitação

O endurecimento por precipitação é o resultado da resistência à deformação plástica devido às interações entre as linhas de discordâncias e os precipitados formados na matriz, e refere-se ao aumento do limite de escoamento e do limite de resistência observado em ligas submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento.

Dependendo do tamanho, espaçamento e grau de coerência, os precipitados são cortados ou contornados pelas discordâncias durante a deformação plástica. Em ambos os casos, a presença desses precipitados dificulta o movimento das discordâncias exigindo uma maior tensão de cisalhamento para promover o deslizamento, ou seja, há um acréscimo no valor do limite de escoamento da liga. O mecanismo de deformação controla a distribuição da deformação plástica e afeta também as propriedades de fratura dessas ligas. Quando as partículas são cortadas pelas discordâncias (Figura 3.5a), o que geralmente é observado para precipitados coerentes de pequeno diâmetro, o limite de escoamento aumenta de maneira proporcional ao raio da partícula. A área da partícula no plano de escorregamento fica reduzida na passagem das discordâncias subsequentes, resultando em uma sucessiva redução localizada da resistência ao movimento das próximas discordâncias e na formação de bandas de deslizamento e, portanto, em menor encruamento durante a deformação. A concentração da deformação nessas bandas pode levar a nucleação prematura de trincas nesses locais, tanto em carregamento monotônico quanto cíclico [7]. Entretanto, as bandas de deslizamento e a deformação localizada associada ao corte das partículas podem ser benéficas para a resistência à propagação de trincas por fadiga, como será visto mais adiante.

As partículas de diâmetros maiores e mais espaçadas resistem ao cisalhamento pelas discordâncias. Nesse caso, a interação precipitado/discordância se dá pelo mecanismo proposto por Orowan (Figura 3.5b).



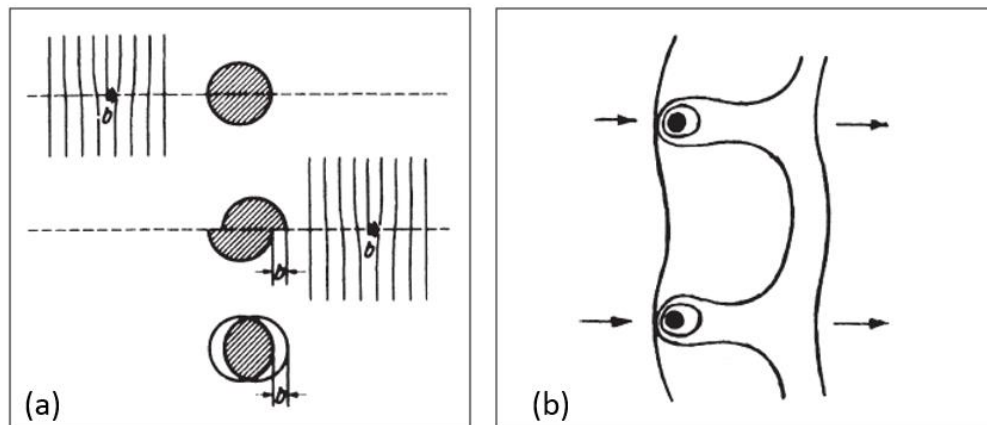


Figura 3.5 Representação esquemática da interação discordância-precipitado para (a) uma partícula de pequeno diâmetro que é cortada pela discordância; e (b) partículas maiores e mais espaçadas para as quais atua o mecanismo de Orowan [1].

Segundo esse mecanismo, as discordâncias ao passarem por um precipitado se dobras ao redor desta fase, formando anéis em volta das partículas. Quando anéis de discordâncias das partículas adjacentes se interceptam, ocorre um cancelamento destes defeitos, formando outro anel, como uma fonte de Frank-Read. Com isso, é dificultado o movimento da discordância seguinte, que enfrentará um maior campo de forças para se locomover [22]. A tensão de escoamento é menor em comparação com o corte das partículas, porém o encruamento é maior. Com o crescimento exagerado das partículas e a perda de coerência, há um aumento do espaçamento entre os precipitados na matriz, ocasionando diminuição da dureza, caracterizando o superenvelhecimento. Precipitados incoerentes para os quais se observa o mecanismo de Orowan promovem uma deformação mais homogênea favorecendo a ductilidade. Em contrapartida, diminuem a tenacidade à fratura e a resistência à propagação de trincas de fadiga [7].

Conforme detalhado acima, o principal mecanismo responsável pelo acentuado aumento de resistência observado em ligas tratáveis é a precipitação de segundas fases. No entanto, mecanismos de endurecimento devido à solução sólida de elementos de liga, trabalho a frio e refino de grão

também contribuem para a melhoria das propriedades mecânicas obtidas após os tratamentos térmicos.

### 3.4.3 Aspectos microestruturais

As principais características microestruturais que influenciam as propriedades mecânicas das ligas de alumínio 7XXX são apresentadas a seguir:

- Partículas endurecedoras: os finos precipitados que se formam durante o envelhecimento são de longe os principais responsáveis pelo aumento de resistência nessas ligas. Dixit et al. [23] reportou, com base em modelagem da resistência mecânica e mapas microestrutura/propriedade, que a máxima resistência da liga 7050 envelhecida a 120 °C é atingida para precipitados da ordem de 2,25 a 2,75 nm e para uma fração volumétrica de 0,03 a 0,058. A morfologia desses precipitados também influencia a resistência mecânica. Precipitados na forma de placas são mais efetivos como barreiras ao movimento de discordâncias do que precipitados cilíndricos ou esféricos. Além disso, o aumento de resistência promovido por placas nos planos {111} da matriz é maior do que o produzido por placas nos planos {100}, e para ambas as orientações, esse incremento na resistência se torna progressivamente maior conforme se aumenta a razão de aspecto (comprimento/espessura) [1].

- Partículas constituintes: são compostos intermetálicos grosseiros (>1µm) que se formam interdendriticamente durante a solidificação devido à segregação de impurezas, principalmente Fe e Si, ou devido ao excesso de elementos de liga. Podem ser solúveis, como as fases Al<sub>2</sub>CuMg e Mg<sub>2</sub>Si, ou insolúveis, como a fase Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe. Estes últimos, por não se dissolverem na matriz durante o tratamento de homogeneização, são deformados ou fraturados durante as etapas de processamento e ao final apresentam-se com tamanhos da ordem de 0,5-10 µm alinhados na direção de conformação [1]. E resultam em um significativo decréscimo na ductilidade, pois fraturam a baixas deformações plásticas e geram vazios que coalescem levando à fratura prematura. Dessa forma, reduzem também a

tenacidade e favorecem a nucleação e a propagação de trincas de fadiga.

- Dispersóides: são partículas intermetálicas formadas a partir de elementos de transição que apresentam baixíssima solubilidade no alumínio, como Cr, Mn e Zr. A influência dessas partículas nas propriedades mecânicas está relacionada principalmente ao efeito de ancoramento dos contornos de grão que inibe a recristalização e o crescimento de grão durante o processamento termomecânico e o tratamento de solubilização [18,23]. O Zr é utilizado como substituto ao Cr e ao Mn nas ligas 7050, 7150 e 7055 em teores que variam de 0,08 a 0,25%p. [1]. Devido à formação do dispersóide coerente  $Al_3Zr$ , o Zr é considerado mais eficiente para inibir a recristalização nessas ligas. Além do mais, a presença de Cr e Mn resulta na formação dos dispersóides  $Al_{12}Mg_2Cr$  e  $Al_{20}Cu_2Mn_3$ , respectivamente. A formação desses compostos reduz a quantidade de Mg e Cu em solução. E por serem incoerentes atuam como sítios preferenciais para a nucleação de precipitados de equilíbrio durante o resfriamento após a solubilização, o que reduz ainda mais a quantidade de soluto disponível para a sequência de precipitação a baixa temperatura. O dispersóide coerente  $Al_3Zr$ , por outro lado, minimiza esse efeito de precipitação durante o resfriamento [7].

- Tamanho de grão: está relacionado ao grau de recristalização da liga. Grãos finos não recristalizados, além de resultarem em maior resistência mecânica conforme a relação de Hall-Petch, também favorecem uma fratura transgranular de alta absorção de energia resultando em maior ductilidade e tenacidade [1]. Materiais com grãos ultrafinos (UFG) e resistência mecânica superior têm sido obtidos por técnicas de deformação plástica severa (SPD), como ECAP e HPT. O processamento da liga 7050 por ECAP pode levar a aumentos de 30% na resistência à tração, sem que haja perda de ductilidade [24].

- Zona livre de precipitação (PFZ): em geral, tem efeito deletério nas propriedades mecânicas da liga, pois são regiões mais macias que a matriz e, portanto, tendem a acumular a deformação plástica [7]. Podem levar à falha prematura sob carregamentos cíclicos ou estáticos e a uma maior suscetibilidade à corrosão sob tensão e à corrosão por pites devido a

diferenças composicionais localizadas.

### **3.5 Resistência à fadiga das ligas 7XXX**

A fadiga é um processo de alteração estrutural progressivo, permanente e localizado que ocorre em um material submetido a condições de carregamento que produzem tensões e deformações flutuantes que podem resultar em trincas ou fratura completa após um determinado número de flutuações [25]. Cerca de 90% das falhas observadas em componentes estruturais envolve fadiga. Esse tipo de falha ocorre para tensões cíclicas significativamente inferiores à tensão necessária para causar uma falha sob carregamento estático. Sendo assim, o desenvolvimento e a aplicação de métodos de avaliação das propriedades de fadiga dos materiais são imprescindíveis. Estas propriedades estão associadas ao acúmulo de dano durante carregamentos cíclicos, e a resistência à fadiga depende da dificuldade com que as trincas se iniciam e propagam no material.

As ligas de alumínio endurecíveis por precipitação, apesar de sua elevada resistência à tração, apresentam baixas razões de fadiga (limite de fadiga/resistência à tração) em comparação com os demais materiais metálicos. Como regra geral, quanto maior a contribuição do endurecimento por precipitação na resistência à tração, menor é a razão de fadiga [1]. Esse fenômeno tem sido atribuído à instabilidade da microestrutura metaestável dessas ligas durante solicitações cíclicas [1,17,26], conforme será discutido mais adiante. Nestes casos as características microestruturais tem uma influência muito maior nas propriedades de fadiga do que os valores de resistência à tração. E o limite de fadiga geralmente não aumenta de maneira proporcional ao aumento da resistência ao escoamento [27].

Os fenômenos de iniciação e crescimento de trincas de fadiga são controlados pela concentração de tensão/deformação e pela deformação plástica localizada na ponta da trinca, respectivamente. Conforme descrito anteriormente, a distribuição da deformação plástica depende do tipo, tamanho e espaçamento dos precipitados formados. O corte de precipitados pequenos e coerentes pelas discordâncias favorece a formação de bandas de deslizamento

que concentram a deformação, dando origem a bandas de deslizamento persistentes (grosseiras) que estão associadas à nucleação de trincas de fadiga [7]. Essa distribuição não homogênea de deformação plástica é particularmente prejudicial, pois os precipitados podem ser removidos de algumas bandas de deslizamento (Figura 3.6) gerando regiões mais macias e levando a uma posterior concentração de tensões e, dessa forma, o processo de formação de trinca é acelerado [1,28]. Foi proposto que a eliminação dos precipitados se dá por redissolução devido ao corte destas partículas pelas discordâncias tornando-as menores que o tamanho crítico para a estabilidade termodinâmica [1].

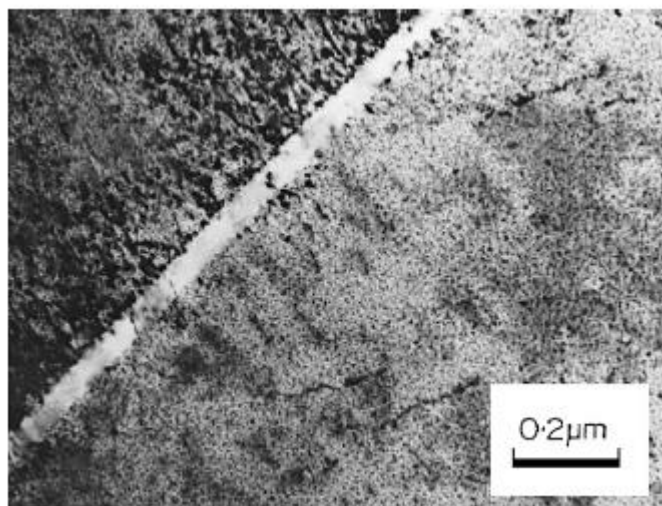


Figura 3.6 Micrografia de MET mostrando a ausência de precipitados em uma banda de deslizamento persistente formada por fadiga em liga Al-Zn-Mg [1].

As bandas de deslizamento que emergem e modificam o relevo da superfície são geralmente o primeiro estágio da nucleação de uma trinca de fadiga [29]. Elas criam um entalhe superficial, seja por intrusão ou extrusão, devido ao movimento de material nos planos de deslizamento. Esses pequenos degraus na superfície atuam como concentradores de tensão e, conseqüentemente, como sítios para a nucleação de trincas [26]. A Figura 3.7a ilustra esse efeito.

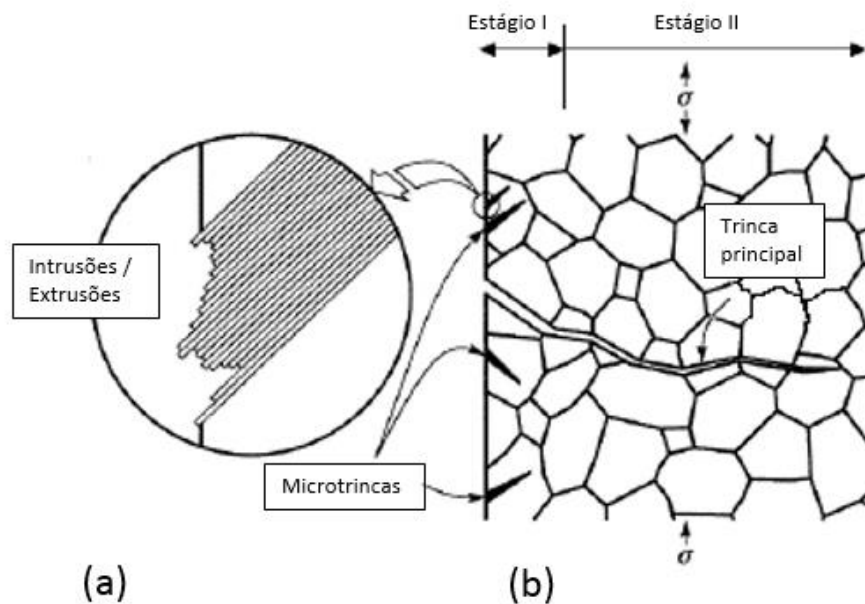


Figura 3.7 (a) Iniciação de microtrincas devido ao escorregamento de planos alternados e à formação de intrusões e extrusões na superfície; (b) formação e propagação da trinca principal a partir de uma microtrinca [30].

Entretanto, as bandas de deslizamento e a deformação localizada associada ao corte das partículas são benéficas para a resistência à propagação de trincas por fadiga, uma vez que o deslizamento planar associado às bandas de deslizamento geralmente favorece um crescimento tortuoso da trinca (zig-zag) e a sua ramificação, ambos aumentam o caminho total da trinca e reduzem a intensidade da tensão na ponta da trinca principal. Esses fatores, aliados a um alto grau de reversibilidade do deslizamento, resultam em menores taxas de crescimento de trinca para ligas contendo precipitados cisalháveis [7,31].

Os aspectos microestruturais que afetam a resistência à propagação de trincas também devem ser considerados na avaliação da resistência à fadiga de um material, uma vez que, mesmo em componentes de alta qualidade metalúrgica, sempre existem defeitos superficiais, porosidade ou inclusões que favorecem a iniciação da trinca e reduzem o percentual do número de ciclos necessários para iniciar uma trinca em relação ao total de ciclos suportados pelo material. Além disso, especificamente quando se trata de fadiga de baixo ciclo, uma trinca pode se formar antes que tenha decorrido

10% da vida total da amostra [27] e, considerando que o período de propagação instável de trinca é menor que 5% da vida total, é possível afirmar que o crescimento estável de trinca geralmente ocupa a maior parcela da vida em fadiga em condições de baixo ciclo [32].

As trincas de fadiga uma vez formadas tendem a se propagar inicialmente ao longo dos planos de escorregamento (estágio I), embora em seguida passem a se propagar ao longo dos planos perpendiculares à direção de máxima tensão de tração aplicada (estágio II) (Figura 3.7b). A propagação da trinca de fadiga é normalmente transgranular com danos na superfície de fratura caracterizados por estrias [27,31]. No entanto, a presença de precipitados de equilíbrio e de outras segundas fases nos contornos de grão e, também, de PFZ pode levar a localização da deformação ao longo dos contornos e a uma propagação intergranular da trinca [33]. A fratura intergranular está relacionada com a resistência do contorno e com a concentração de tensão nessas regiões. A concentração de tensão é controlada pelo tamanho de grão e pela natureza dos precipitados da matriz, a resistência do contorno de grão é influenciada pelo tamanho e espaçamento dos precipitados presentes nos contornos [17].

### **3.5.1 Influência das condições de envelhecimento**

A distribuição da deformação plástica é dependente das características dos precipitados formados e, portanto, é fortemente afetada pelas condições do tratamento de envelhecimento. A condição subenvelhecida, por exemplo, embora resulte em menor resistência à tração pode levar a melhorias significativas na resistência à fadiga de ligas de alumínio de alta resistência [21,34]. Há evidências de que o excesso de soluto não utilizado na precipitação atua reduzindo o movimento das discordâncias durante a fadiga.

Polmear [21] conduziu experimentos para comparar o comportamento em fadiga em condições de alto ciclo (baixas tensões) e carregamento axial de uma liga 7XXX nas condições T6 e subenvelhecida. As curvas S-N geradas indicaram um aumento de 18% na resistência à fadiga para  $10^7$

ciclos e uma vida em fadiga 10 vezes maior (a 175 MPa) para a liga subenvelhecida. As análises de MET sugeriram que a degradação microestrutural normalmente causada pelas discordâncias geradas pelas tensões cíclicas foi anulada, pois os átomos de soluto remanescentes na matriz promoveram precipitação dinâmica, imobilizando as discordâncias. Ademais, a condição subenvelhecida favorece o deslizamento planar associado à ramificação da trinca e promove maior grau de reversibilidade do deslizamento [26,35]. Este último fator está associado a parcela reversível da deformação plástica no descarregamento, e se dá pelo movimento das discordâncias no sentido contrário ao deslizamento.

Em contrapartida, a homogeneização da deformação observada para as condições mais envelhecidas evita concentrações de deformação e pode resultar em aumento de resistência à fadiga [27], principalmente por retardar a iniciação de trincas [26,32]. A homogeneização da deformação também é favorecida pela presença de dispersóides finos e, também, por emaranhados de discordâncias resultantes de trabalho a frio [36]. O aumento da densidade de discordâncias devido à conformação mecânica pode ser relacionado com a melhoria do desempenho em fadiga de certas ligas [1].

No final da década de 70, Sanders e Starke [17,26,37] desenvolveram uma série de estudos correlacionando a microestrutura e as propriedades de fadiga de ligas 7XXX. E chegaram à conclusão de que a presença de uma maior densidade de precipitados semicoerentes e incoerentes, característica das condições de envelhecimento no pico de resistência e superenvelhecimento, favorece a homogeneização da deformação. Em estudos realizados com uma liga Al-Zn-Mg com adições de 0,11% de Zr, a maior resistência à fadiga em condições de baixo ciclo e alta amplitude de deformação foi associada à microestrutura superenvelhecida por 24 horas a 150 °C e composta por grandes precipitados  $\eta'$  e  $\eta$ . Analogamente, o envelhecimento da liga 7050 por 24 horas a 120 °C (condição T6) resultou na maior vida em fadiga no regime de baixo ciclo. Esses resultados foram atribuídos a maior homogeneidade do deslizamento causado por esses



precipitados maiores para os quais atua o mecanismo de deformação de Orowan ao invés do corte de precipitados. A menor vida em fadiga de baixo ciclo foi observada para a liga na condição subenvelhecida. Nessa condição as pequenas zonas GP são cortadas pelas discordâncias levando ao deslizamento em bandas relacionado com a iniciação acelerada de trincas. No entanto, para condições de alto ciclo ( $> 10^5$  ciclos) a liga subenvelhecida (4 horas a 120 °C) apresentou maior vida em fadiga. A condição subenvelhecida favoreceu o deslizamento planar e a dissolução de precipitados induzida pela fadiga ao longo das bandas de deslizamento persistentes. Amostras da liga 7050 envelhecidas a 120 °C exibiram localização da deformação em bandas paralelas aos planos {111}, o que está associado à perda de resistência localizada devido ao corte dos precipitados nesses planos [17].

Uma combinação de mecanismos de deformação pode ser necessária para garantir resistência à fadiga em ambas as condições de carregamento, alto ciclo e baixo ciclo, simultaneamente. Uma microestrutura duplex com precipitados maiores não deformáveis para homogeneizar a deformação plástica retardando a iniciação de trincas; e precipitados pequenos e cisalháveis para conferir alta resistência, reversibilidade de deslizamento e ramificação da trinca, retardando a propagação.

### **3.5.2 Influência do tamanho de grão**

A influência do tamanho de grão na resistência à fadiga não é tão bem definida quanto é para a resistência à tração. A literatura apresenta resultados pouco consistentes e por vezes contraditórios [24,38]. De modo geral, grãos finos tendem a homogeneizar a deformação e parecem retardar a iniciação de trincas [26,29,33]. Os contornos de grão atuam como barreiras a propagação da trinca ao favorecerem sua deflexão. Esse fenômeno é mais acentuado no estágio I de crescimento de trinca, estágio mais dependente da microestrutura. Portanto, o refino de grão pode estar relacionado com uma maior vida em fadiga no regime de baixa tensão e alto ciclo em ligas 7XXX [24,39]. Todavia, materiais com grãos grosseiros e,

consequentemente, com menos contornos de grão para restringir as discordâncias experimentam deslizamento sob condições de maior reversibilidade. Lindigkeit et al. [38] estudou o efeito do tamanho de grão na propagação de trincas de fadiga em uma liga Al-Zn-Mg-Cu subenvelhecida e reportou que o aumento do tamanho de grão (200  $\mu\text{m}$ ) resulta em menores taxas de propagação de trincas em relação à amostra com grãos finos (46  $\mu\text{m}$ ). Gysler et al. [29] também obteve resultados similares com a liga 7075.

### **3.5.3 Influência da PFZ e dos dispersóides**

A PFZ é uma região mais macia que a matriz e, portanto, promove a deformação localizada, o que resulta em alta concentração de tensão nas junções triplas dos contornos de grão atuando como sítios de nucleação de trincas [28-29,33]. A presença dos dispersóides coerentes  $\text{Al}_3\text{Zr}$  minimiza o efeito da PFZ, pois estes últimos promovem maior homogeneização da deformação distribuindo o deslizamento e inibindo a formação de bandas de deslizamento persistentes [21,33,40]. Todavia, aumentam a taxa de propagação de trinca, pois vazios são nucleados mais prontamente nas partículas de dispersóides que estão dentro da zona plástica de avanço da trinca [1,21,40].

### **3.5.4 Influência das partículas constituintes**

Considerando que no regime de fadiga de alto ciclo grande parte da vida do material é gasta para nuclear a trinca [27], mecanismos que dificultem a iniciação de trincas serão mais efetivos no aumento da resistência à fadiga nessa condição [40]. Estudos detalhados do processo de fadiga em metais e ligas tem mostrado que a iniciação normalmente ocorre na superfície [1,27]. É nesse local que a deformação se torna localizada devido à presença de concentradores de tensão tais como entalhes, defeitos superficiais e pites de corrosão, bandas de deslizamento persistentes as quais geram intrusões e extrusões, ou em áreas relativamente mais macias como as PFZs adjacentes aos contornos de

grão. Nas raras ocasiões em que a trinca se inicia no interior do material, sempre existe uma interface envolvida.

Em ligas de alumínio de alta resistência as trincas de fadiga geralmente nucleiam em partículas grosseiras de segundas fases (~5  $\mu\text{m}$ ) próximas à superfície. Além disso, a presença dessas partículas acelera a taxa de propagação de trinca, pois durante a deformação essas regiões nucleiam vazios que contribuem para o avanço da trinca [36].

Partículas constituintes, geralmente as que contêm Fe, têm sido identificadas como os sítios mais prováveis para a iniciação de trincas em ligas 7XXX e 2XXX, encurtando a vida em fadiga de alto ciclo [17,29,41] e baixo ciclo [42]. Esse efeito se dá devido à perda de coesão entre a partícula e a matriz durante a deformação ou devido à propagação de trinca iniciada no interior da partícula. Payne et al. [42], através de ensaios de fadiga de baixo ciclo na liga 7075-T651, observou que nessas condições todas as trincas de fadiga se iniciaram em partículas constituintes, e que apenas as partículas duras a base de Fe ( $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ ) se mostraram sítios efetivos de iniciação de trinca. As trincas surgiram inicialmente nas partículas e se propagaram para o interior da matriz, como mostrado na Figura 3.8. Partículas macias, como  $\text{Mg}_2\text{Si}$ , não se mostraram sítios favoráveis à iniciação de trincas de fadiga.

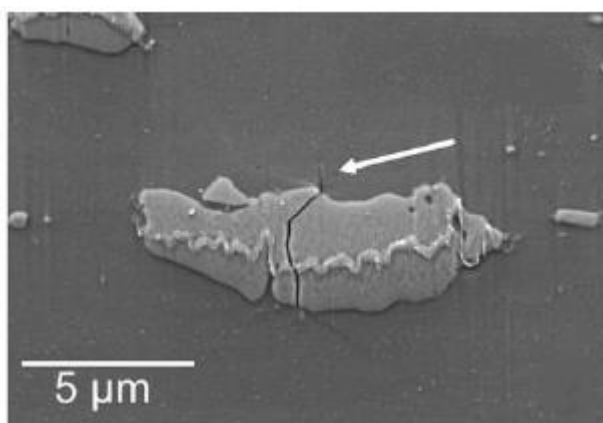


Figura 3.8 Nucleação de trinca de fadiga em partícula constituinte [42].

Trincas de fadiga também podem surgir a partir de poros e vazios presentes nessas ligas. A porosidade pode ser controlada através de processamento adequado [31].

Em suma, nota-se que a literatura a respeito da fadiga em ligas de alumínio de alta resistência mostra que existe uma interação complexa entre o comportamento mecânico cíclico das ligas 7XXX e suas microestruturas.

### **3.5.5 Influência das condições superficiais**

Conforme mencionado anteriormente, as trincas de fadiga geralmente se iniciam na superfície do material e, conseqüentemente a resistência à fadiga é muito sensível às condições de superfície, tais como acabamento superficial e tratamentos de superfície. A presença de concentradores de tensão introduzidos durante o projeto, fabricação e/ou utilização de um componente leva a um significativo decréscimo de suas propriedades de fadiga.

Nesse contexto, concentradores de tensão localizados, como entalhes e danos por fretting (mecanismo de falha devido ao movimento relativo entre superfícies em contato), também devem ser considerados na resistência à fadiga, pois influenciam fortemente a distribuição de tensão e facilitam a iniciação prematura de trincas. As condições de *fretting* dependem da pressão de contato e força friccional. Rahmat et al [43] estudou o efeito de entalhe e fretting na liga 7075-T6 e reportou redução de aproximadamente 80% na vida em fadiga sob condições de *fretting* e de 98% em corpos de prova entalhados. Ademais, as análises fractográficas indicaram a presença de trincas iniciadas a partir das regiões desgastadas devido ao fretting, particularmente para a fadiga de alto ciclo. Rossino [44] também relatou a iniciação de trincas nessas regiões ao avaliar a resistência à fadiga por *fretting* da liga 7050.

## **3.6 Conformação por Spray**

### **3.6.1 Descrição do processo**

O processo de conformação por spray, esquematizado na Figura 3.9a, consiste na atomização de um fluxo de metal líquido através da aplicação de um gás inerte (normalmente argônio ou nitrogênio) injetado a

alta pressão. Nesse processo, o metal líquido que é vazado através de um canal entre o distribuidor (*tundish*) e a câmara de atomização, ao entrar em contato com o gás, gera um feixe pulverizado de formato cônico, composto por gotas de diferentes tamanhos que são impulsionadas para a câmara de atomização. Devido à elevada energia cinética do gás, à diferença de temperatura entre o gás e o metal líquido e ao aumento da área superficial do líquido, são impostas altas taxas de resfriamento, da ordem de  $10^2$  a  $10^6$  K/s [45-47]. A trajetória das gotas é interrompida por um substrato metálico ou cerâmico que coleta e solidifica as gotas formando um depósito coeso e parcialmente denso, cuja geometria e propriedades dependem dos parâmetros do processo, os quais determinam o estado físico das partículas, e do movimento relativo entre o fluxo de partículas e o substrato [45,48].

O processo pode ser analisado em duas etapas fisicamente distintas: atomização e deposição [49]. Na atomização, o metal líquido é desintegrado pelo gás a alta pressão e toma a forma de um spray composto por pequenas gotas. Na deposição, ocorre a colisão das gotas sobre o substrato, em um primeiro momento, e, em seguida, sobre o depósito em formação. Portanto, o resfriamento e a solidificação de cada gota podem ser divididos em dois estágios: durante o voo e durante a deposição. Conforme esquematizado na Figura 3.9b existem três condições possíveis para uma gota no instante em que atinge o substrato (ou a superfície do material já depositado). Algumas gotas (geralmente as menores) completam sua solidificação durante o voo, e apresentam-se completamente sólidas na deposição. A maioria delas apresenta-se apenas parcialmente solidificada, de modo que a extensão da solidificação é função do tamanho da gota. Essas gotas semissólidas podem se deformar durante o impacto, assumindo um formato achatado, ou podem sofrer refusão no depósito. Finalmente, algumas gotas (geralmente as maiores) chegam ao depósito totalmente líquidas, preenchendo os poros formados entre as partículas sólidas. Na deposição, a solidificação se completa sob taxas de resfriamento menores, da ordem de  $10^0$  a  $10^{-1}$  K/s [45-46,48]. A parcela das gotas cuja trajetória

não intercepta o substrato ou a superfície do depósito é denominada *overspray*.

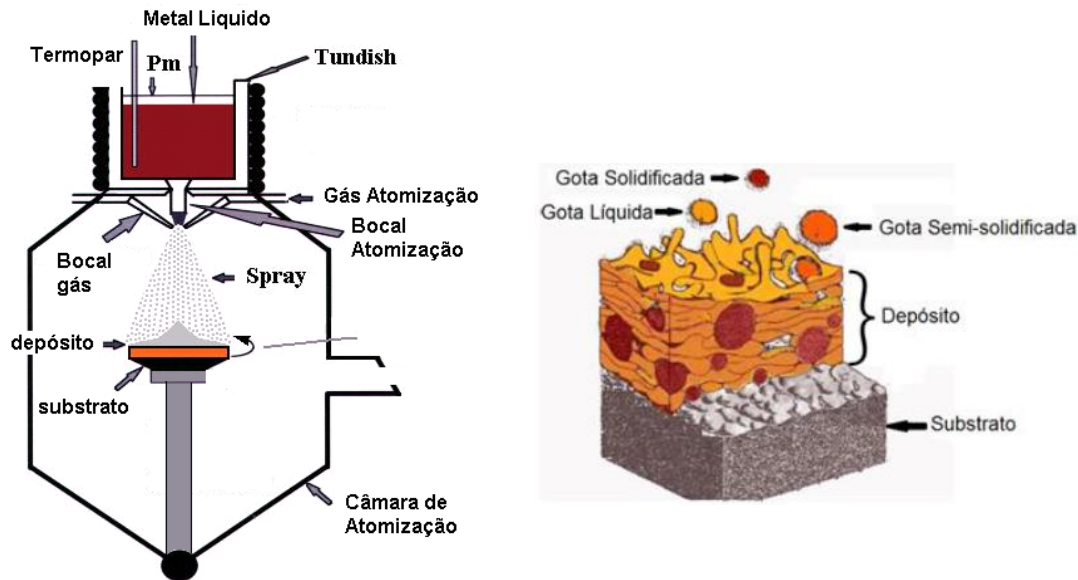


Figura 3.9 Desenhos esquemáticos (a) do processo de conformação por spray e (b) da etapa de deposição [50].

Devido às características do processo de conformação por spray, que possibilitam que pequenas gotas de metal líquido solidifiquem a altas taxas de resfriamento, os aspectos microestruturais de materiais submetidos a esse processo são excelentes. Microestruturas típicas apresentam grãos equiaxiais com diâmetro médio entre 10-100  $\mu\text{m}$ , baixíssima segregação, e refinamento dos precipitados, eutéticos e fases intermetálicas. Ademais, as ligas conformadas por spray podem apresentar fases metaestáveis e frequentemente exibem maior solubilidade na fase sólida, permitindo um aumento da supersaturação de elementos de ligas [1,46,48]. Portanto, tratamentos térmicos posteriores permitem um melhor controle da precipitação na matriz visando otimizar as propriedades mecânicas. Entretanto, níveis de porosidade da ordem de 1 a 10% e baixo rendimento (60-80%) são apontados como as principais desvantagens do processo [46,48]. Em vista disso, geralmente são empregadas etapas de conformação mecânica posteriores para garantir a densificação do material, tais como, extrusão, laminação e prensagem isostática a quente.

A proporção de fase líquida, sólida e semissólida, assim como, temperatura, velocidade, tamanho e distribuição das gotas, são fatores que determinam as condições de solidificação e, portanto, influenciam fortemente as características microestruturais dos materiais depositados [51]. A adequada manipulação dos parâmetros do processo de conformação por spray permite controlar esses fatores e, desse modo, modificar a microestrutura. Os principais parâmetros do processo são:

- Razão gás-metal (razão G/M): é a razão entre a vazão mássica de gás e a vazão mássica de metal. Esse parâmetro controla as trocas térmicas entre o metal líquido e o gás. Uma alta razão G/M favorece a formação de gotas de diâmetros menores e com maior velocidade, o que promove uma maior perda de calor por convecção e, portanto, resulta em taxas de resfriamento mais elevadas e aumento da fração de gotas solidificadas na deposição [46-47].
- Superaquecimento: é a diferença entre a temperatura de vazamento e a temperatura de fusão do metal; quanto maior o superaquecimento, maior a quantidade de calor contido no metal, o que gera uma fração mais elevada de gotas líquidas na deposição [45,47].
- Distância de atomização: é a distância entre o bocal de atomização e o substrato. Uma maior distância de atomização acarreta um tempo mais longo de interação entre as gotas e o gás, fazendo com que uma maior parcela das gotas chegue solidificada ao depósito.

Geralmente os depósitos exibem algum grau de porosidade devido à presença de pequenos vazios não preenchidos pelas gotas durante a deposição e/ou ao aprisionamento de gases no interior das gotas de metal líquido. A adequada manipulação dos parâmetros do processo permite controlar a fração de gotas sólidas, líquidas e semissólidas, de forma que elas não cheguem ao depósito completamente líquidas (gerando

microestrutura grosseira) ou completamente sólidas (gerando alta porosidade), possibilitando a obtenção de uma microestrutura refinada e com baixa porosidade [3].

### **3.6.2 Conformação por spray de ligas de Al**

Basicamente, as ligas de alumínio conformadas por spray são divididas em dois grupos: ligas de alta resistência mecânica aplicadas na indústria aeronáutica e de transportes, que são as ligas dos sistemas Al-Cu-Mg, Al-Zn-Mg-Cu e Al-Cu-Li; e ligas Al-Si aplicadas no setor automotivo [48]. Estudos mostram que a combinação de grãos refinados, ausência de intermetálicos grosseiros e aumento da solubilidade na fase sólida, resultaram em melhorias significativas nas propriedades mecânicas de ligas tradicionais e também no desenvolvimento de novas ligas de alumínio obtidas por conformação por spray [51]. O resfriamento rápido proporcionado pelo processo dificulta muito a segregação e a formação de intermetálicos grosseiros e fases fragilizantes, garantindo, assim, aumento de resistência mecânica sem perda de ductilidade, tenacidade e resistência à fadiga [1,51-52]. Vários autores utilizaram a CS para alterar a morfologia, o tamanho e a distribuição das fases secundárias intermetálicas em ligas de alumínio e, dessa forma, atingiram maiores valores de limite de resistência sem perda de alongamento percentual [46,48,51,53-55].

O aumento da supersaturação em materiais advindos da CS tornou possível a adição de maiores teores de elementos de liga, como por exemplo, teores de Zn superiores a 8% em ligas 7XXX gerando melhor resposta ao envelhecimento [48,53,56]. Também foi possível obter maior endurecimento por dispersão através da inclusão de elementos de transição, tais como, Fe, Ni, Zr, Cr e Mn na composição dessas ligas, uma vez que a CS resulta na precipitação de partículas endurecedoras finas, estáveis e homoganeamente distribuídas, em oposição às fases segregadas obtidas na fundição convencional. Estudos com a liga 7075 modificada com a adição de 1% Ni e 0,8% Zr mostraram que a obtenção de finos dispersóides do tipo  $Al_3Ni$  e  $Al_3Zr$  formados durante o resfriamento rápido



promoveu ganho de resistência mecânica, com valores de LRT superiores a 800 MPa [51].

Em relação ao tamanho médio de grão após a deposição dessas ligas, Mazzer et al. [19] reportou microestrutura homogênea com grãos equiaxiais de 40  $\mu\text{m}$  na região central do depósito da liga 7050 obtida a partir da reciclagem de sucata aeronáutica. Xu et al. [49] estudou a evolução microestrutural durante a deposição da liga 7150 e relatou microestrutura heterogênea na região mais próxima ao substrato. Contudo, a microestrutura da região central do depósito apresentou-se homogênea e com tamanho médio de grão de aproximadamente 40  $\mu\text{m}$ . Sharma [57] investigou a influência da razão G/M na microestrutura de uma liga Al-Zn-Mg-Cu conformada por spray e constatou que uma maior razão G/M (4,45) favorece o refino dos grãos e uma distribuição uniforme de segundas fases. Apesar do aumento da porosidade no depósito, as propriedades mecânicas da liga após extrusão e tratamentos térmicos foram superiores às obtidas com razões G/M menores. De Sanctis [53] também obteve resultados semelhantes.

Ligas da série 7000 conformadas por spray demonstraram maior resistência à iniciação e propagação de trincas por fadiga em comparação com as ligas obtidas por rotas convencionais ou por metalurgia do pó, nas quais a nucleação de trincas é facilitada pela presença de fases segregadas e óxidos deletérios inerentes aos respectivos processos [48,53].

### **3.7 Extrusão**

A extrusão é um processo de conformação mecânica que consiste em forçar a passagem de um bloco de metal (tarugo) através da abertura de uma matriz, reduzindo e dando forma a seção transversal do produto (Figura 3.10). É utilizado principalmente para produzir produtos longos com seção transversal constante, tais como, barras, tubos, fios e, também, perfis complexos.

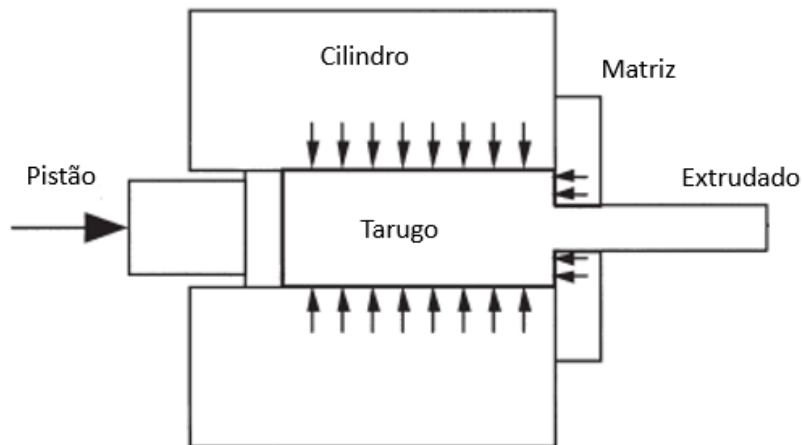


Figura 3.10 Desenho esquemático do processo de extrusão [58].

Durante a extrusão, é desenvolvido um estado de tensão compressivo no tarugo, permitindo grandes deformações sem risco de trincamento. Desse modo, é um processo adequado para quebrar a estrutura bruta de fusão e reduzir a porosidade em lingotes fundidos [2,58]. Os principais parâmetros de controle do processo são: razão de extrusão, temperatura de trabalho e taxa de extrusão. A razão de extrusão é a razão entre a área de seção do tarugo ( $A_0$ ) e a área de seção do extrudado ( $A_f$ ) e é dada por  $R = A_0/A_f$ . A redução de área é definida como  $r = 1 - A_f/A_0$ .

Temperaturas de trabalho muito elevadas podem gerar um extrudado com defeitos superficiais; por outro lado, baixas temperaturas requerem maior pressão de extrusão [6]. A combinação de alta temperatura, grande redução de área e elevada taxa de extrusão causa um aumento considerável de temperatura no material extrudado, especialmente nas regiões mais próximas à superfície, pois a maior parte da deformação plástica e da energia friccional é transformada em calor. Essa distribuição heterogênea de deformação e temperatura ao longo da seção transversal do material leva a variações no tamanho de grão. Geralmente resultando em grãos maiores e recristalizados nas regiões próximas à superfície e grãos não recristalizados nas regiões centrais [58].

De todos os materiais processados por extrusão, o alumínio é predominante em termos de valor e volume de produção [59]. Normalmente

a extrusão de ligas de alumínio é realizada a quente e a temperatura usual varia de 400 a 500 °C.

Durante a deformação a quente do alumínio, os grãos mudam de forma, subgrãos se formam, partículas constituintes fraturam, bandas de deformação se formam, precipitação pode ocorrer nos contornos de subgrãos, recristalização pode ocorrer, e textura é gerada. Todos esses fenômenos são influenciados por mudanças nos parâmetros de processo e impactam as propriedades do material. As variáveis de deformação a quente são: quantidade de deformação, taxa de deformação e temperatura [60].

O alumínio, devido a sua elevada energia de falha de empilhamento, sofre recuperação dinâmica durante a conformação a quente. Nesse processo algumas discordâncias são aniquiladas e outras se rearranjam formando uma rede de contornos de subgrãos bem definidos no interior dos grãos. O controle do tamanho de subgrão pelo processamento termomecânico é extremamente eficiente para conferir resistência mecânica ao alumínio. A distinção entre recuperação e recristalização na qual novos grãos livres de deformação são formados pode ser difícil de definir em ligas de alumínio deformadas a quente. Muitas vezes o que ocorre é um processo de recuperação estendida no qual o crescimento e coalescência dos subgrãos preexistentes ocorre até que contornos de alto ângulo são gerados [1]. Ainda assim, o aparecimento de novos grãos após a deformação a quente de ligas de alumínio é chamado de recristalização.

As ligas de alumínio são classificadas como fáceis, moderadas ou difíceis de extrudar, conforme o esforço exigido na extrusão [58-59]. No primeiro grupo estão as ligas Al-Mn, Al-Mg-Si e Al-Mg, além do alumínio puro. As ligas da série 6XXX (Al-Mg-Si), por exemplo, são selecionadas para cerca de 75% das aplicações de extrusão, e dentre estas ligas, as ligas 6063 e 6061 são as mais usadas. No segundo grupo estão as ligas Al-Mg com maiores teores de Mg. As ligas de alumínio mais difíceis de extrudar são as ligas Al-Cu-Mg e Al-Zn-Mg-Cu. A adição dos elementos de liga Mg e Cu e microadições de Mn e Cr aumentam significativamente a tensão de escoamento. A dificuldade é aumentada pela presença de fases de baixo

ponto de fusão, que limitam a temperatura de trabalho, e podem gerar defeitos quando a mesma é excedida.

Antes do processamento dessas ligas de extrusão mais difícil, os tarugos são usualmente homogeneizados visando melhorar a extrudabilidade e o acabamento superficial. Esse tratamento eleva o ponto de fusão do material em 70 a 90 °C devido à redução da segregação de fases de menor ponto de fusão [59]. O resfriamento rápido após a homogeneização é necessário para evitar a formação de fases grosseiras que podem resultar em trincas na superfície do extrudado. Ademais, defeitos superficiais são comuns nessas ligas e geralmente ocorrem para altas taxas de extrusão e/ou temperatura elevada; e estão relacionados ao agarramento do material à matriz devido ao aumento localizado de temperatura.

As ligas da série 7XXX apresentam uma estreita faixa de temperatura de trabalho devido à elevada resistência à deformação e à tendência à fusão incipiente. Em vista disso, exigem um controle mais rigoroso dos parâmetros de processo durante a conformação. A liga 7XXX mais utilizada na forma extrudada é a liga 7075, usada na fabricação de perfis extrudados na indústria aeronáutica [58].

### **3.8 Forjamento rotativo (*rotary swaging*)**

O forjamento rotativo é um processo de conformação a frio usado para reduzir a área de seção transversal de barras, tubos e fios. É um processo incremental no qual a conformação do material é realizada em pequenos passes pela ação oscilatória das matrizes devido a repetitivos golpes radiais (Figura 3.11).

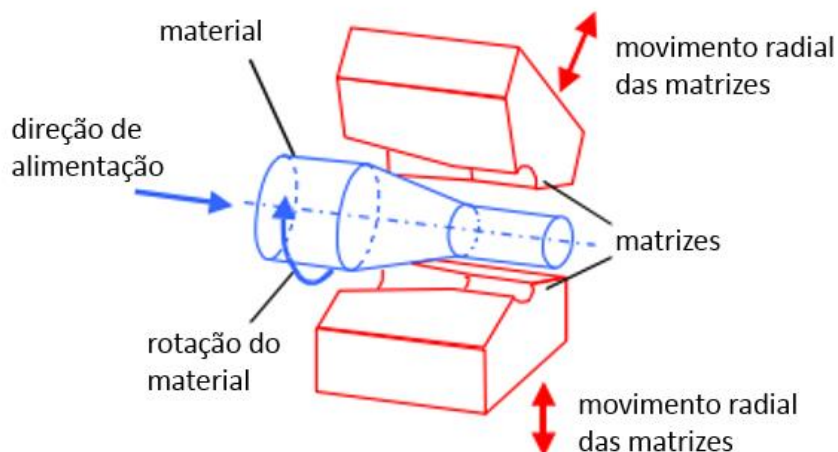


Figura 3.11 Desenho esquemático do processo de forjamento rotativo [61].

Durante o processo o material é conformado no cabeçote de forjamento rotativo (Figura 3.12). A ação radial das matrizes (1) é gerada pela rotação de um fuso (2) e é devida ao ressalto da base das sapatas (3). A rotação do cabeçote faz com que os roletes cilíndricos (4) pressionem as sapatas e movam as matrizes em direção ao centro simultaneamente. Desse modo, a seção transversal do material alimentado axialmente (5) é reduzida. A rotação das matrizes em relação ao material confere uma conformação circunferencial constante.

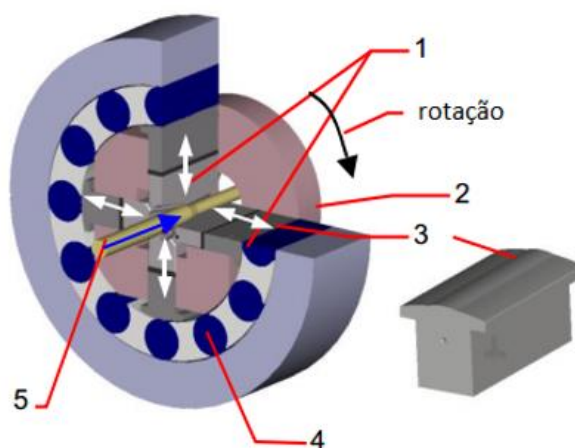


Figura 3.12 Desenho esquemático do cabeçote de forjamento rotativo mostrando seus componentes [61].

O interesse no forjamento rotativo tem crescido nos últimos anos com a sua introdução em aplicações da indústria automotiva. Isso se deve às vantagens específicas desse processo, tais como, bom acabamento superficial, precisão dimensional, encruamento do material forjado com ganho de resistência mecânica estática e cíclica, e aumento de espessura de parede observada na conformação de tubos [61-63].

As taxas de alimentação mais usuais variam de 250 a 5000 mm/min [64]. Em geral, altas taxas de alimentação têm efeito adverso na precisão dimensional e acabamento superficial. A formação de um padrão em espiral na superfície do forjado indica taxas excessivas. Maiores reduções favorecem um melhor acabamento superficial.

Por ser submetido a um processo de conformação a frio, o material forjado rotativamente armazena uma parte do trabalho na forma de defeitos cristalinos, pois os mecanismos de amaciamento, como a recuperação dinâmica, são inoperantes. O restante do trabalho, que corresponde a maior parte, é dissipado na forma de calor. A introdução contínua de discordâncias leva a um aumento da resistência mecânica do material, porém, há uma considerável perda da ductilidade visto que quanto maior a densidade de discordâncias mais difícil é a movimentação entre elas. Grande quantidade de deformação a temperatura ambiente resulta em textura cristalográfica. A deformação nas ligas de alumínio ocorre por deslizamento cristalográfico, normalmente, nos planos {111} e direções  $\langle 110 \rangle$ . Barras e fios de alumínio geralmente apresentam textura de fibra na qual a direção  $\langle 110 \rangle$  é paralela ao eixo longitudinal do produto, com orientação aleatória de direções perpendiculares ao eixo longitudinal [1].

A conformação por forjamento rotativo, assim como os processos ECAP (*equal channel angular pressing*) e o HPT (*high pressure torsion*), pode ser classificada como um processo de deformação plástica severa (SPD), levando a um substancial refino de grão. Abdulstaar et al. [62] estudou a evolução microestrutural e as propriedades mecânicas do alumínio puro (AA1050) submetido a vários graus de deformação verdadeira, dada por  $\varphi = \ln (A_0/A)$ , usando forjamento rotativo a partir de

barras extrudadas a quente. Conforme se aumenta o grau de deformação ocorre um aumento considerável da densidade de discordâncias e o surgimento de uma fina estrutura de subgrãos no interior dos grãos originais. A microestrutura resultante para deformações da ordem de 2 a 3 foi caracterizada por estruturas celulares de tamanho médio 0,75  $\mu\text{m}$  compostas por contornos de grão de baixo ângulo no interior de grãos maiores. O LE e o LRT do material extrudado aumentaram em fatores de 8 e 2,3, respectivamente, após o forjamento rotativo. Foi relatada também uma predominante textura de fibra  $\langle 110 \rangle$ . Em outro artigo do mesmo autor [63], foi obtida redução do tamanho de grão de 25  $\mu\text{m}$  para 2-3  $\mu\text{m}$  e melhoria da resistência à fadiga em 35% após forjamento rotativo da liga AA5083 extrudada a quente.





## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 Material

O material utilizado na presente dissertação é a liga AA7050 conformada na forma de fios de 2,7 mm de diâmetro obtidos a partir de cavacos de usinagem gerados como resíduo dos processos de fabricação de componentes aeronáuticos da Embraer. A Tabela 4.1 apresenta a especificação da composição química dessa liga.

Tabela 4.1 - Composição química da liga AA7050 [65].

AA7050	Zn	Mg	Cu	Zr	Fe	Si	Mn	Cr	Ti	Outros
máx.	6.7	2.6	2.6	0.15	0.15	0.12	0.10	0.04	0.06	0.15
mín.	5.7	1.9	2.0	0.08	-	-	-	-	-	-

Fios de 2,7 mm de diâmetro foram recebidos após processamento por conformação por spray de cavacos da liga 7050, seguido de extrusão a quente e forjamento rotativo a frio para estudo microestrutural e de propriedades de fadiga. Esse fio foi processado dentro do escopo do projeto: FINEP/CTENERG: Convênio 01.09.0485.00: Utilização de Liga de Alumínio Aeronáutica Reciclada para Fabricação de Produtos/Componentes Ligados à Distribuição e Transmissão de Energia Elétrica e cedido para o estudo desenvolvido neste trabalho. Detalhes e parâmetros da rota de processamento utilizada para a produção dos fios podem ser encontrados em [4]. Uma breve descrição desta rota é dada a seguir.

Cavacos da liga 7050 cedidos pela Embraer foram limpos e fundidos de forma convencional no Laboratório de Fundição do Departamento de Engenharia de Materiais da UFSCar. O lingote obtido foi enviado à Universidade de Bremen na Alemanha para ser submetido ao processo de conformação por spray em um equipamento de escala semi-industrial.

O depósito gerado após a atomização foi usinado para possibilitar a obtenção de um lingote cilíndrico adequado para a etapa posterior de extrusão a quente. Desse modo, um tarugo de 107 mm de diâmetro e 200 mm de comprimento foi obtido e, em seguida, homogeneizado e extrudado a

quente. A extrusão foi realizada com o objetivo de quebrar a microestrutura bruta de fusão, fechar os poros inerentes ao processo de conformação por spray, diminuir o tamanho médio de grão proporcionando melhores propriedades mecânicas, e conferir um formato favorável para a etapa seguinte de processamento. Ao passar pela matriz da extrusora, o tarugo aquecido à 420°C teve seu diâmetro reduzido de 107 mm para 8 mm em um único passe. A Tabela 4.2 apresenta os valores de razão de extrusão, redução de área e deformação verdadeira impostos nas etapas de conformação mecânica do material.

Tabela 4.2 - Valores de razão de extrusão, redução de área e deformação verdadeira impostos nas etapas de conformação mecânica do material.

Etapa	Passe	Diâmetro (mm)	Área (mm <sup>2</sup> )	Razão de extrusão	Redução de área	Deformação verdadeira
Extrusão	1	107,0	8991,8	179	0,99	5,19
		8,0	50,3			
Forj. Rotativo	1	5,7	25,5		0,49	
	2	4,0	12,6		0,51	2,17
	3	2,7	5,7		0,54	

Na sequência, o processo de forjamento rotativo a frio submeteu o material a sucessivas reduções de diâmetro. Foram realizados três passes com as seguintes reduções: 8,0 mm para 5,7 mm no primeiro passe; 5,7 mm para 4,0 mm no segundo; e, por fim, de 4,0 para 2,7 mm no último passe (vide Tabela 4.2). Esse diâmetro final é compatível com o diâmetro médio dos fios utilizados nas almas de aço dos cabos condutores mais comuns.

A Figura 4.1 mostra a sequência do processamento termomecânico utilizada para a obtenção da liga 7050 reciclada na forma de fio a partir da refusão do cavaco por conformação por spray. Após a etapa de forjamento rotativo, o produto final (fio Ø 2,7mm) foi cedido para a realização do presente trabalho, no qual foi caracterizado na condição como recebido (condição FR) e também na condição submetida aos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial (condição TT), conforme Figura 4.2.

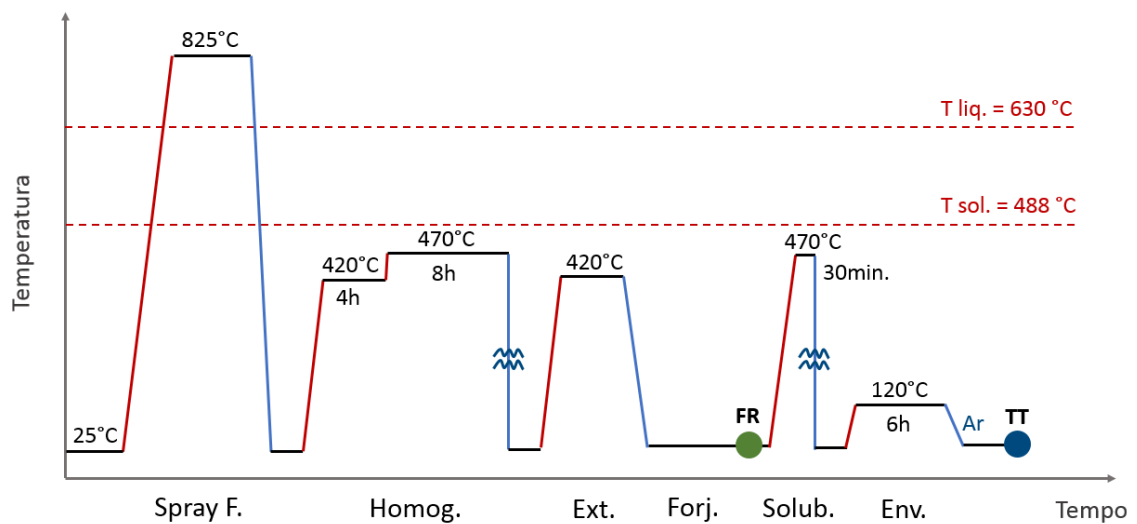


Figura 4.1 Sequência do processamento termomecânico utilizada para a obtenção da liga 7050 reciclada na forma de fio a partir da refusão por conformação por spray. Após a etapa de forjamento rotativo, o produto final (fio  $\varnothing$  2,7mm) foi cedido para a realização do presente trabalho, no qual foi caracterizado na condição recebida (condição FR) e também na condição submetida aos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial (condição TT).

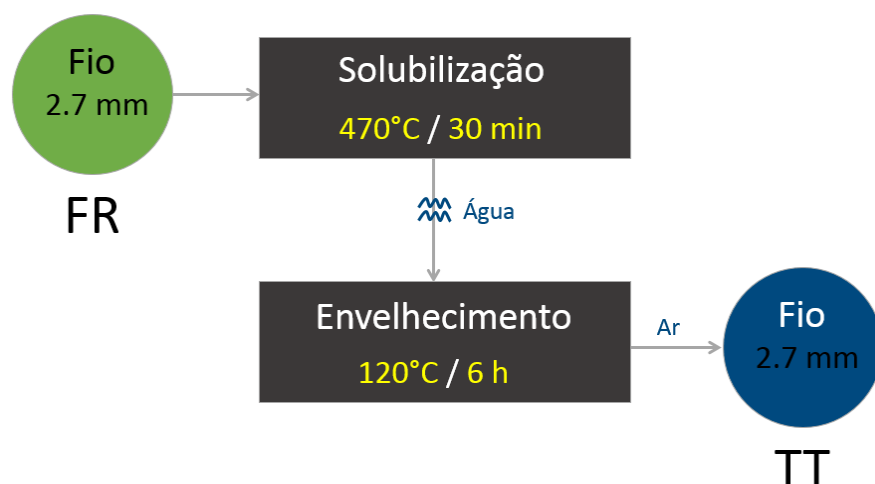


Figura 4.2 Condições avaliadas no presente trabalho; fio recebido após a etapa de forjamento rotativo (condição FR); e após os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial (condição TT).

## 4.2 Tratamentos térmicos

O tratamento de homogeneização foi realizado antes da extrusão com o objetivo de homogeneizar a microestrutura bruta de fusão e solubilizar as segundas fases segregadas durante a solidificação do depósito. Para isso, o tarugo foi submetido a um ciclo térmico de 4 horas a 420 °C seguido de 8 horas a 470 °C (vide Figura 4.1). Esse ciclo se mostrou efetivo na redução do percentual de fases segregadas conforme reportado em trabalhos anteriores com a mesma liga [2-4]. Guerra [4] caracterizou o depósito na condição homogeneizada e obteve valores de 3,6% de porosidade, 3,3% de quantidade de segundas fases e um tamanho médio de grão de 20µm.

Após as etapas de conformação mecânica, parte do material foi submetida aos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento com o intuito de verificar a influência do envelhecimento na microestrutura e nas propriedades mecânicas estáticas e cíclicas do fio. A solubilização foi realizada a 470 °C por 30 minutos. Essas condições foram estabelecidas com base em trabalhos anteriores realizados pelo grupo [2-4,66] e [20], os quais mostraram que esta temperatura é suficientemente elevada para garantir adequada solubilização dos elementos de liga sem que haja risco de fusão incipiente ou crescimento excessivo de grão. Ainda assim, para garantir que não haveria fusão de nenhuma fase durante o tratamento a 470 °C, foi feita uma análise térmica prévia por calorimetria diferencial de varredura (DSC) do fio na condição forjada. A Figura 4.3 mostra o resultado dessa análise. O termograma mostra que a primeira fusão de uma fase secundária ocorre a partir de 480 °C. Portanto, desde que seja realizada em um forno com bom controle e uniformidade de temperatura, a solubilização a 470 °C não traz risco de fusão incipiente ao material forjado (condição FR).

Após a solubilização, o material foi imediatamente resfriado em água, em um intervalo de tempo inferior a 10 segundos a contar da retirada do forno; e logo em seguida, submetido ao envelhecimento a 120°C por 6 horas, com resfriamento ao ar ao final do tratamento. Esta condição de envelhecimento foi reportada por Godinho et al. [66] como a que resultou em uma melhor relação entre resistência mecânica e ductilidade para a liga

7050 obtida por conformação por spray a partir de cavacos de usinagem.

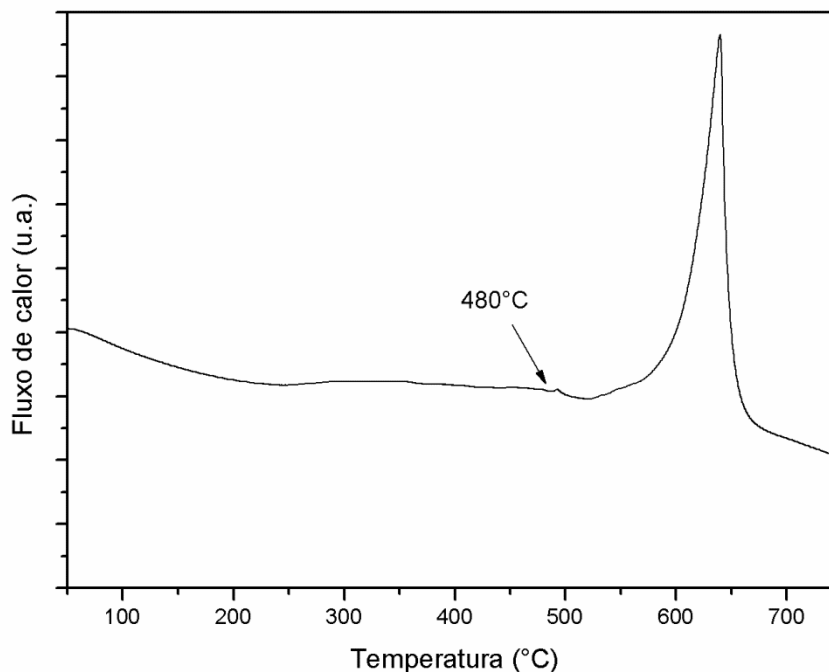


Figura 4.3 Termograma (DSC) do fio na condição obtida após o forjamento rotativo (condição FR) mostrando a fusão de uma fase secundária a partir de 480°C e da matriz de alumínio com pico em 630°C; com varredura a uma taxa de 20°C/min.

### 4.3 Caracterização Microestrutural

A caracterização microestrutural dos fios de liga 7050 nas condições FR (como recebido após forjamento rotativo) e TT (submetido a solubilização a 420°C por 30 minutos; resfriamento em água; envelhecimento artificial a 120°C por 6 horas; e resfriamento ao ar) foi realizada por difração de raios-X (DRX), microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV), microscopia eletrônica de transmissão (MET) e técnicas acessórias (SAD, STEM e EDS), e por análise térmica por calorimetria diferencial de varredura (DSC). Uma terceira condição, obtida logo após a solubilização do fio recebido (FR) a 420°C por 30 minutos seguida de resfriamento em água, doravante chamada “condição solubilizada”, também foi analisada por MO, MEV, DRX e DSC. As amostras

da condição solubilizada foram mantidas em um congelador convencional, por um período inferior a 24 horas, até a realização das análises mencionadas.

O conjunto de imagens e dados resultantes dessas análises serviu para avaliar as microestruturas resultantes da conformação mecânica e dos tratamentos térmicos aplicados, e, também, identificar e quantificar as fases secundárias presentes e caracterizar os precipitados. A técnica de MET permite a caracterização dos precipitados de dimensões nanométricas dificilmente observados por outras técnicas de microscopia. O uso da difração de elétrons (SAD) e microanálise (EDS) são fundamentais para complementar a caracterização dessas estruturas e confirmar a identificação dos precipitados.

A Figura 4.4 apresenta um diagrama esquemático da rota de processamento da liga 7050 reciclada a partir do cavaco de usinagem, e a metodologia resumida aplicada ao estudo de caracterização microestrutural e mecânica do fio.

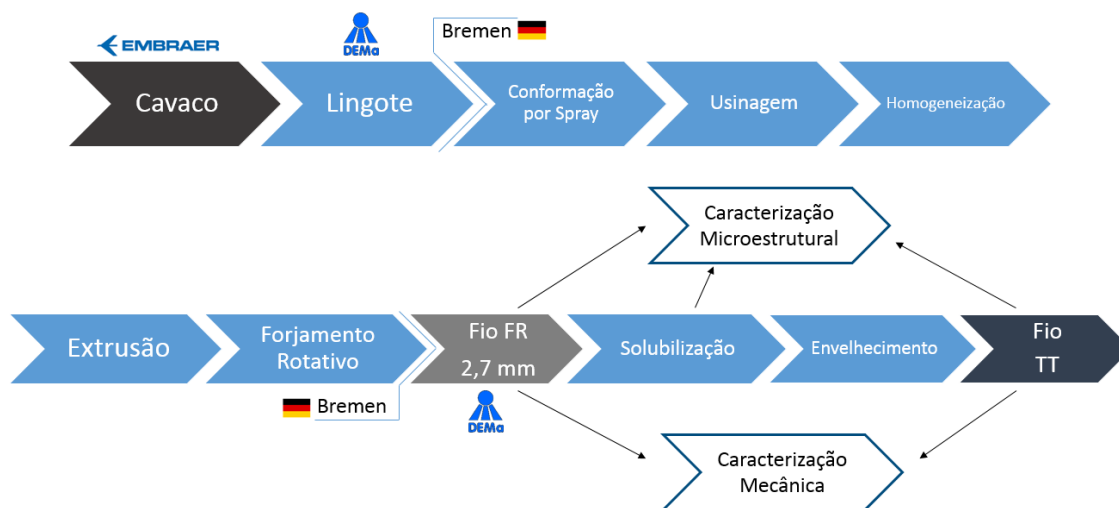


Figura 4.4 Diagrama esquemático da rota de processamento da liga 7050 reciclada a partir do cavaco de usinagem, e a metodologia resumida aplicada ao estudo de caracterização microestrutural e mecânica do fio.

A análise química geral do fio, realizada na condição FR, foi obtida por espectroscopia de emissão ótica com fonte de centelha (Spark-OES).

Análises químicas localizadas, ou microanálises, foram feitas por espectroscopia de energia dispersiva (EDS) e serviram para ajudar a identificar as diferentes fases presentes no material.

#### **4.4 Ensaios mecânicos**

Os ensaios mecânicos de tração e fadiga foram realizados para avaliar o comportamento mecânico estático e cíclico dos fios em duas condições distintas: a condição obtida logo após o forjamento rotativo (condição FR); e a condição tratada termicamente (condição TT), na qual o material forjado foi submetido aos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento, conforme descrito anteriormente. Também foram realizados ensaios de microdureza Vickers.

Os corpos de prova usados nos ensaios mecânicos de tração e fadiga foram obtidos mediante o corte de seções de aproximadamente 160 mm dos fios de 2,7 mm de diâmetro. Não foi realizado nenhum tipo de operação de acabamento superficial, uma vez que o objetivo foi avaliar o produto final obtido pela rota de processamento proposta. Portanto, os corpos de prova foram ensaiados com a superfície na condição resultante do forjamento rotativo.

##### **4.4.1 Ensaio de tração**

O ensaio de tração, realizado de acordo com a norma ASTM-E8/E8M [67], serviu para obter as seguintes propriedades mecânicas estáticas do fio: limite de escoamento (LE), limite de resistência à tração (LRT), alongamento percentual e redução de área. Para tanto, foram ensaiados 3 corpos de prova para cada condição. Os ensaios foram realizados a temperatura ambiente e com velocidade de deslocamento do travessão de 1,2 mm/min. Os valores médios encontrados foram comparados com as especificações das normas ASTM-B398 [68] e AMS 4050 [65], que apresentam os requisitos de propriedades mecânicas para fios de alumínio em almas de

cabos condutores e para materiais aeroespaciais, respectivamente. Foram feitas análises por MEV das superfícies de fratura desses corpos de prova.

#### **4.4.2 Ensaio de fadiga**

O propósito do ensaio de fadiga de amplitude de tensão controlada é estabelecer a influência de uma determinada tensão cíclica no comportamento de fadiga do material. Sob um nível de tensão suficientemente baixo, conhecido como limite de fadiga, alguns materiais podem ser submetidos a um número virtualmente infinito de ciclos. No entanto, esse não é o caso para o alumínio e suas ligas, que não apresentam limite de fadiga definido. Geralmente números de ciclos superiores a  $10^8$  ciclos são usados para definir um “limite” prático para as ligas de alumínio [33]. No entanto, ensaios dessa magnitude exigem equipamentos com capacidade de impor frequências na faixa de KHz, caso contrário tornam-se extremamente longos e inviáveis. No presente trabalho os ensaios foram limitados a números de ciclos da ordem de  $10^6$  ciclos. Procurou-se, portanto, determinar a resistência à fadiga do fio de liga 7050 reciclada para uma vida em fadiga da ordem de  $10^6$  ciclos.

Os ensaios de fadiga foram realizados a temperatura ambiente e ao ar, com carregamento uniaxial, amplitude de tensão constante e onda de carga senoidal tração-tração com frequência na faixa de 20 a 40 Hz. Para isso, foi utilizado um equipamento MTS servo-hidráulico com interface com um computador para controle e aquisição de dados. As superfícies de fratura dos corpos de prova fraturados foram analisadas por microscopia estereoscópica e microscopia eletrônica de varredura.

##### **4.4.2.1 Estimativa estatística das propriedades de fadiga**

A quantidade limitada de material disponível para confeccionar corpos de prova e as limitações de tempo de uso do equipamento de ensaio de fadiga impuseram a utilização de métodos capazes de prover dados estatisticamente significativos com um número reduzido de corpos de prova.



Desse modo, o ensaio proposto a seguir é baseado na norma ISO 12107 [70], que apresenta métodos para o planejamento estatístico de ensaios e tratamento dos dados de fadiga. O propósito é determinar as propriedades de fadiga do fio de liga 7050 com boa confiabilidade usando um número viável de corpos de prova.

### **Método Escada (*Staircase Method*)**

O método escada, mais conhecido por “*staircase method*” ou “*up-and-down method*”, consiste em ensaiar corpos de prova em condições de carregamento com amplitude de tensão constante para determinar o limite de fadiga do material. O ensaio é feito de maneira sequencial submetendo os corpos de prova a tensões que tendem a se aproximar do valor médio de resistência à fadiga procurado. O primeiro corpo de prova (CP) é ensaiado a um dado nível de tensão (de preferência próximo ao valor da resistência à fadiga estimada) para descobrir se ele falha ou não falha antes de atingir um número de ciclos pré-determinado. O nível de tensão escolhido para cada CP é definido com base no resultado do ensaio do CP imediatamente anterior. Se não houver falha, ou seja, se o CP atingir o número de ciclos estipulado (“*run-out*”), o ensaio seguinte será realizado com uma tensão máxima maior. Se houver falha, ou seja, se o CP fraturar antes de atingir o “*run-out*”, o próximo ensaio será realizado com uma tensão máxima menor, e assim por diante. O incremento de tensão entre um teste e outro é mantido constante (geralmente em torno de 5% do valor estimado para a resistência à fadiga). O teste segue até que todos os corpos de prova tenham sido ensaiados dessa maneira.

Para realizar o ensaio pelo método escada foram usados 10 corpos de prova para cada condição (FR e TT), conforme o número mínimo recomendado para testes exploratórios na norma ISO 12107. O critério de parada, ou *run-out*, do ensaio foi  $10^6$  ciclos. A tensão inicial e o degrau de tensão foram definidos com base na literatura e na realização de alguns ensaios exploratórios, que serão descritos na seção de resultados.

Para evitar a concentração de tensão na região do corpo de prova inserida na agarra do equipamento de ensaio de fadiga, foi utilizado um *tab* de material compósito colado ao fio com um adesivo aeronáutico de alta resistência ao cisalhamento para evitar o escorregamento do fio. Dessa forma, o perfil recartilhado da agarra deixava marcas apenas no material compósito do *tab*, não introduzindo nenhum entalhe ou local favorável à nucleação de trinca no fio.

O método de análise estatística dos dados e as equações utilizadas para estimar a resistência à fadiga e seu desvio padrão estão detalhados no Apêndice A ao final deste trabalho.

#### **4.4.2.2 Ensaio simulado do carregamento de cabos em serviço**

Com a finalidade de verificar o comportamento de fadiga do fio de liga 7050 em condições de serviço, corpos de prova nas condições FR e TT foram expostos a carregamentos que simularam as tensões cíclicas a que são submetidos em serviço os fios que compõem os cabos condutores. O propósito desse ensaio foi verificar se o fio se comportaria de acordo com os resultados estimados no ensaio pelo método escada. Os valores típicos de carga de pré-tensionamento dos cabos usados pelas empresas brasileiras variam de 18 a 20% da carga de ruptura do cabo [5]. Esse valor representa a tensão mecânica diária (*every day stress*) a que fica submetido um cabo em serviço. A ação dos ventos provoca vibrações e oscilações que resultam em sobrecarga média de 30% da carga de ruptura do cabo [69]. Desse modo, o ensaio foi realizado com tensão mínima de 100 MPa e máxima de 150 MPa, que correspondem aproximadamente a 20% e 30% do limite de resistência (~500MPa) obtido no ensaio de tração do fio, respectivamente. O que resultou numa razão de tensão R (razão entre as tensões mínima e máxima) de 0,67. A amplitude de tensão foi mantida constante ao longo de todo o ensaio. Foi ensaiado 01 corpo de prova para cada condição e o critério de parada do ensaio, ou *run-out*, foi estabelecido em  $5 \times 10^6$  ciclos.

#### 4.4.3 Ensaios de microdureza Vickers

A medida de microdureza é uma maneira rápida de estimar e comparar a resistência mecânica de um material em diferentes condições. Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados conforme a norma ASTM-E384 [71], e serviram para avaliar a dureza do material nas condições FR e TT, e também da condição solubilizada. Adicionalmente, foi levantada a curva de envelhecimento do fio com o objetivo de avaliar a evolução da dureza ao longo do tratamento térmico de envelhecimento artificial a 120°C.

As medidas de microdureza foram realizadas na região de  $\frac{1}{2}$  raio da seção transversal das amostras. O valor obtido representa a média de pelo menos 5 medidas; e a carga aplicada foi de 300gf por 12 segundos em cada uma delas.

#### 4.5 Estimativas de tenacidade à fratura

Os valores de resistência à tração determinam a resistência à fratura por sobrecarga mecânica, todavia na presença de trincas e outras descontinuidades, a tenacidade da liga, mais especificamente a tenacidade à fratura ( $K_{IC}$ ), torna-se um parâmetro muito significativo no design de um componente sujeito a solicitações mecânicas. Nesse contexto, as ferramentas da mecânica da fratura linear elástica (LEFM) foram muito úteis para se estimar a tolerância ao dano apresentada pelo fio, e comparar as condições FR e TT. No Apêndice B é feita uma breve explanação sobre algumas dessas ferramentas utilizadas, e também são apresentadas as equações e modelos usados para se estimar os valores de tenacidade dos fios.



## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 Análise Química

A Tabela 5.1 apresenta a composição química do fio obtida pela técnica de espectroscopia de emissão ótica com fonte de centelha (Spark-OES), e traz também a especificação segundo a norma AMS-4050 para fins de comparação. A composição química obtida para o fio encontra-se dentro das faixas composicionais especificadas para cada elemento.

Tabela 5.1 - Análise química do fio de liga AA7050 reciclada.

Elemento	Fio	Especificação [65]
Zinco	6,07	5,7-6,7
Cobre	2,15	2,0-2,6
Magnésio	1,93	1,9-2,6
Ferro	0,08	0,15 máx.
Zircônio	0,08	0,08-0,15
Silício	0,05	0,12 máx.
Titânio	0,03	0,06 máx.
Cromo	0,01	0,04 máx.
Manganês	0,01	0,10 máx.
Outros	0,03	0,15 máx.

O resultado da análise química indica que as refusões e as etapas de conformação mecânica, anteriores ao presente trabalho, não introduziram contaminações ou provocaram perdas de elementos para além dos limites das faixas composicionais especificadas para a liga AA7050.

### 5.2 Análise microestrutural do fio

#### 5.2.1 Fio como recebido (FR)

A caracterização da microestrutura por MEV do fio depois de forjado (condição FR) é mostrada nas Figuras 5.1 e 5.2. Nota-se uma microestrutura refinada composta por grãos achatados devido à grande quantidade de deformação plástica imposta no forjamento rotativo – a deformação

verdadeira acumulada nos três passes do forjamento foi de 2,17. Como esta deformação foi aplicada a frio, os grãos acomodaram sem que houvesse recristalização, resultando em um grande aumento na área total de contornos de grão, agora alongados na direção longitudinal do fio. A distribuição de tamanhos de grão ao longo da seção transversal do fio encontra-se aparentemente uniforme, sugerindo que não houve gradiente significativo de deformação da superfície para o centro do fio, ou seja, o forjamento rotativo a frio foi capaz de promover uma deformação homogênea ao longo da seção transversal.

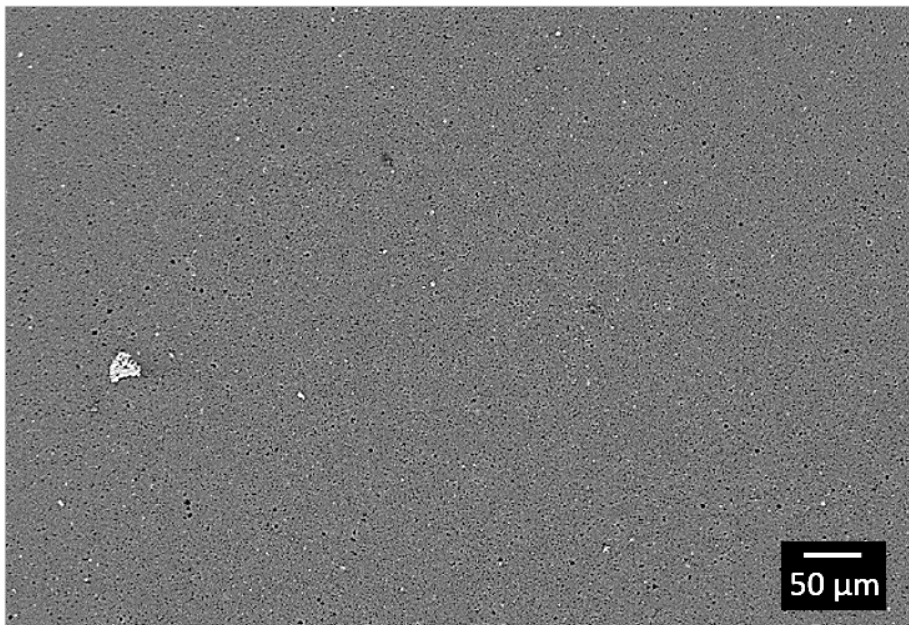


Figura 5.1 Micrografia de MEV em sinal BSE da seção transversal do fio recebido (FR) mostrando grãos uniformes, refinados e não recristalizados; e partículas de segundas fases; região de  $\frac{1}{2}$  raio.

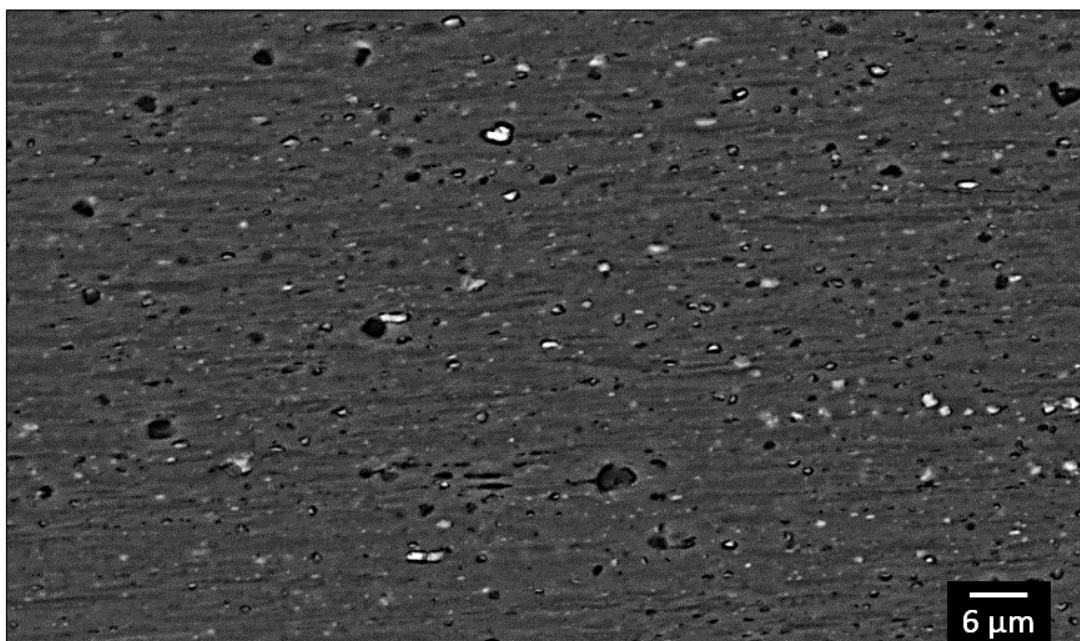


Figura 5.2 Micrografia de MEV em sinal BSE representativa da seção longitudinal do fio recebido (FR) mostrando grãos não recristalizados e alongados na direção longitudinal do fio e partículas constituintes, além de poros e partículas arrancadas; região de  $\frac{1}{2}$  raio.

As micrografias mostradas nas Figuras 5.1 e 5.2 foram obtidas pela detecção dos elétrons retroespalhados (BSE), técnica que permite a análise das diferentes fases devido ao contraste de tons de cinza causado pelo espalhamento proporcional aos números atômicos dos elementos presentes. Dessa forma, observa-se a presença de partículas de segunda fase com tamanhos de 0,5 a 3 µm distribuídas homoganeamente na matriz. Pontualmente, também foram observadas algumas partículas grosseiras com tamanhos entre 10 e 40 µm. A composição dessas partículas foi obtida por EDS e é apresentada na Tabela 5.2. O percentual atômico encontrado na análise das partículas maiores e pontuais, para as quais a interferência da matriz é menor, aproxima-se da estequiometria da fase intermetálica  $Al_7Cu_2Fe$ . O teor de Fe presente na liga (0,08%p.), mesmo atendendo à especificação do limite máximo para este elemento na composição da liga AA7050 (máx. 0,15%p.), resulta na formação de constituintes praticamente insolúveis, uma vez que a solubilidade sólida do Fe no Al é extremamente baixa (0,05%p. a 655°C). Portanto, a fase  $Al_7Cu_2Fe$  formada durante a solidificação da liga não

se dissolve completamente após a homogeneização do depósito, e continua presente na liga ao longo das etapas subsequentes de conformação mecânica e tratamentos térmicos. Mazzer [3] reportou a presença desse constituinte segregado no contorno de grão do depósito obtido após a conformação por spray da liga 7050, o qual continuou presente após a homogeneização do depósito.

Tabela 5.2 - EDS dos intermetálicos presentes no fio após o forjamento.

<b>Elementos (at.%)</b>	<b>Al</b>	<b>Zn</b>	<b>Mg</b>	<b>Cu</b>	<b>Fe</b>	<b>Si</b>
Matriz	94,1	2,5	2,2	1,1	--	--
Partículas finas	88,7	--	2,3	--	5,6	1,2
Partículas grosseiras	64,7	0,6	--	20,7	13,4	0,5

Nas etapas de conformação esse intermetálico rico em Fe é geralmente fraturado, como pode ser observado na Figura 5.3. As linhas do fluxo de deformação em torno da partícula mais dura que a matriz são evidentes na Figura 5.3-a. Estas partículas fraturam e acabam gerando vazios devido à perda de coesão na interface com a matriz (Figura 5.3-b). Esses defeitos podem atuar facilitando a iniciação e a propagação de trincas no material reduzindo sua tenacidade e resistência à fadiga. Sendo assim, a presença dessas partículas na microestrutura da liga é indesejável. No entanto, essas partículas constituintes são toleradas na maioria das composições comerciais, pois sua completa eliminação é impraticável, uma vez que resultaria num aumento considerável no custo de produção da liga.

A fração em área de segundas fases encontrada na matriz do fio forjado foi de aproximadamente 2,5%, determinada por software de análise de imagem. Com base nas micrografias, também foi possível notar a presença de poros advindos da conformação por spray, os quais não foram completamente fechados durante as etapas de conformação mecânica. A porcentagem de porosidade encontrada no fio foi de 0,4%. Guerra [04] reportou porosidade de 3,6% no depósito obtido após a conformação por spray. Logo, as etapas de extrusão e forjamento rotativo promoveram o fechamento de aproximadamente 90% dos poros advindos da conformação por spray.



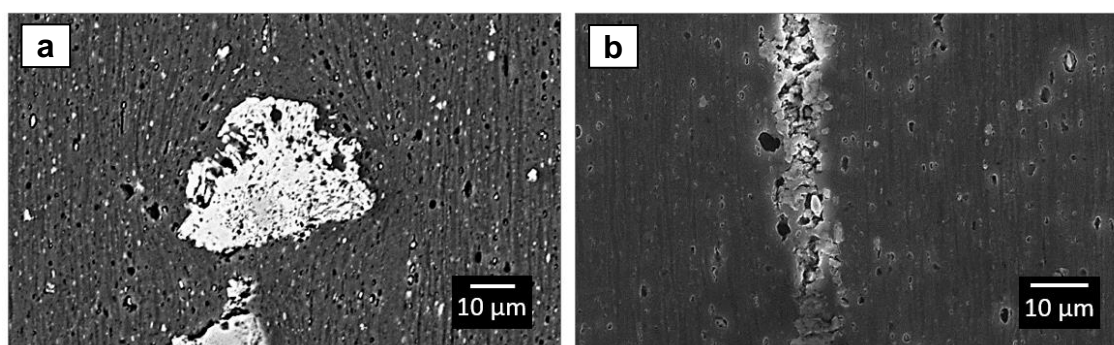


Figura 5.3 Micrografias de MEV da seção longitudinal do fio recebido mostrando as partículas constituintes grosseiras; a) BSE; b) SE.

A Figura 5.4 apresenta o difratograma do fio extrudado e forjado tal como recebido. Os picos de difração obtidos indicam a presença da matriz de  $Al_{cfcc}$  e das fases intermetálicas  $Al_7Cu_2Fe$ ,  $Al_2CuMg$  e  $MgZn_2$  (fase  $\eta$ ). A detecção de picos da fase  $Al_7Cu_2Fe$  corrobora a análise de EDS das partículas grosseiras. Já a fase  $Al_2CuMg$ , conhecida como fase S, é um intermetálico solúvel a altas temperaturas que geralmente se forma interdendriticamente de maneira grosseira por decomposição eutética durante a solidificação. Essa fase geralmente é dissolvida no tratamento de homogeneização. Sua presença após as etapas de conformação sugere que tenha precipitado durante a extrusão a quente.

Os picos da fase  $MgZn_2$  (fase  $\eta$ ), com intensidade similar à das fases  $Al_7Cu_2Fe$  e  $Al_2CuMg$ , indicam que a formação desse precipitado ocorreu, provavelmente, durante o resfriamento após a deformação a quente na extrusão à  $420^\circ C$ , uma vez que o tarugo foi homogeneizado a altas temperaturas ( $420^\circ C$  e  $470^\circ C$ ) antes da extrusão, solubilizando grande parte dos elementos de liga e gerando uma matriz supersaturada e instável. As condições de resfriamento lento a partir da temperatura de extrusão podem ter favorecido a formação do precipitado de equilíbrio (fase  $\eta$ ) de maneira heterogênea nos contornos de grão e discordâncias. Mazzer [3] relatou a presença desse intermetálico precipitado de forma grosseira na matriz e no contorno de grão, com até 30nm de comprimento por 15nm de largura, ao analisar uma barra extrudada da liga 7050 obtida por reciclagem via CS.

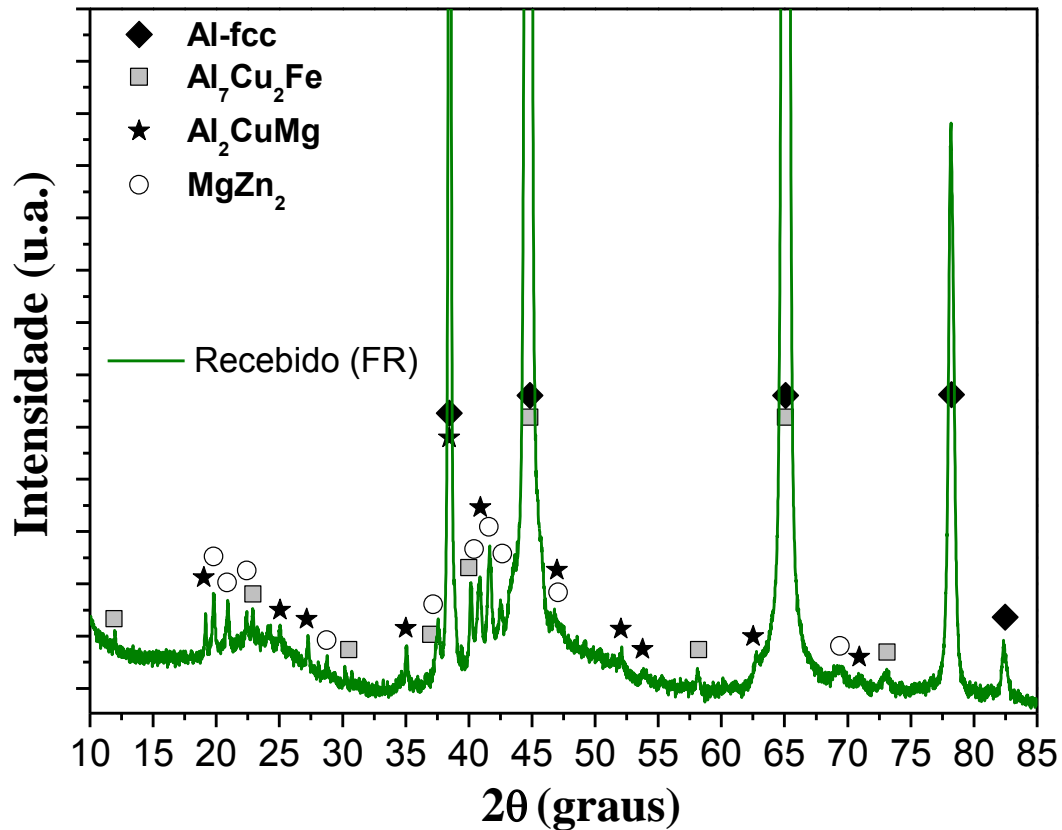


Figura 5.4 Difratoograma de raios-X (DRX) do fio extrudado e forjado tal como recebido (FR), mostrando a fase Al-fcc e os intermetálicos identificados.

As análises realizadas no fio recebido indicam que a etapa de extrusão a quente resultou na precipitação descontrolada de segundas fases formadas por elementos que haviam sido solubilizados durante a homogeneização anterior à extrusão. O forjamento rotativo a frio, mediante a imposição de uma grande quantidade de deformação, promoveu o refino da microestrutura e a fratura de partículas constituintes grosseiras ricas em Fe. Para se obter um fio com propriedades mecânicas compatíveis com o potencial da liga AA7050, torna-se necessário submeter o material a um tratamento térmico de solubilização para promover a dissolução das fases secundárias, gerando, dessa forma, uma solução sólida supersaturada, a qual possibilitará a formação de precipitados finos e dispersos na matriz após o tratamento térmico de envelhecimento sob condições controladas.

### 5.2.2 Fio solubilizado

A Figura 5.5 mostra as micrografias do fio após o tratamento térmico de solubilização por 30 minutos a 470°C seguido de resfriamento em água. Observa-se que os grãos apresentam-se equiaxiais e completamente recristalizados. A severa deformação imposta ao longo da seção transversal do fio durante o forjamento foi provavelmente muito superior à deformação crítica para a recristalização. Desse modo, a elevada energia armazenada na forma de defeitos cristalinos foi suficiente para promover a formação de novos grãos equiaxiais livres de deformação, que cresceram atingindo um diâmetro médio em torno de 9  $\mu\text{m}$ . Não houve diferença significativa de tamanho de grão entre as regiões centrais e superficiais do fio, ratificando o que foi observado para o fio recebido, no qual a deformação se mostrou homogênea ao longo da seção. Segundo Guerra [4], o tratamento de solubilização a 470°C aplicado por apenas 5 minutos no fio forjado é suficiente para que se obtenha uma microestrutura completamente recristalizada. Todavia, as condições cinéticas necessárias para uma adequada dissolução de fases secundárias envolvem tempos mais longos, o que justifica o tratamento por 30 minutos na solubilização.

Nota-se também que as condições utilizadas no tratamento de solubilização não foram suficientes para solubilizar as partículas do intermetálico  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ , as quais são evidenciadas pelos precipitados micrométricos mais claros nas imagens em sinal BSE e pela análise química por EDS (Tabela 5.3). Portanto, a temperatura de solubilização ideal dessa fase se mostra maior que 470°C; e há pouca margem para atuar na dissolução dessas partículas constituintes ricas em Fe durante a solubilização, uma vez que a temperatura solidus da liga é 488°C. Ademais, o aumento da temperatura de solubilização acentuaria os fenômenos de recristalização e crescimento de grão podendo gerar microestrutura grosseira. A literatura relata que, mesmo quando adequadamente solubilizadas, as ligas 7xxx ainda apresentam partículas constituintes grosseiras da fase  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  na microestrutura [1-4, 6-7]. Desta forma, verifica-se a importância de atuar na rota de processamento, mais especificamente na solidificação da liga, etapa na qual se dá a formação

desses intermetálicos. Nesse contexto, a conformação por spray é de fundamental importância, pois favorece o refino dos intermetálicos durante a solidificação e provê extensão da solubilidade dos elementos de liga na matriz.

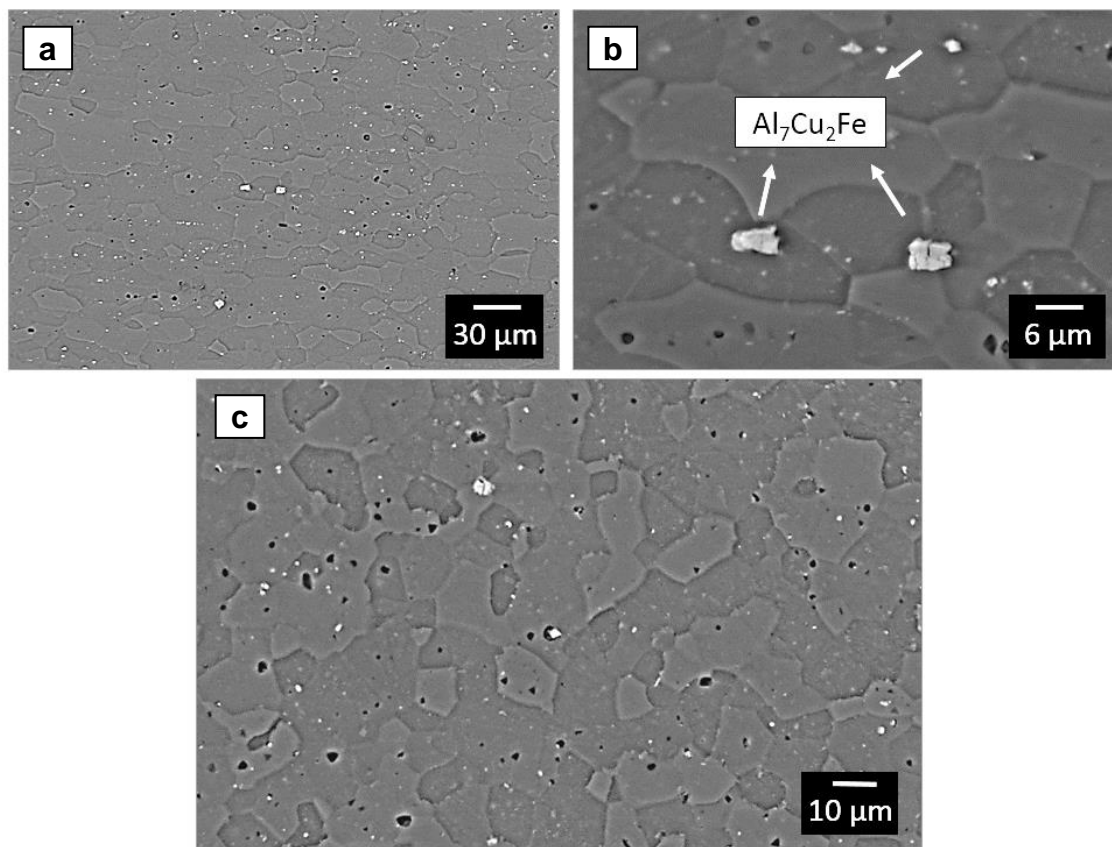


Figura 5.5 Micrografias de MEV em modo BSE a) e b) da seção longitudinal e c) da seção transversal do fio na condição solubilizada mostrando grãos completamente recristalizados e presença de partículas constituintes não solubilizadas.

Tabela 5.3 - Análise química das fases presentes no fio solubilizado.

Elementos (at%)	Al	Zn	Mg	Cu	Fe	Si
Geral (matriz)	93,9	2,5	2,4	1,2	--	--
Precipitados grosseiros	82,0	1,1	1,6	10,3	4,0	0,9
Precipitados menores	93,9	2,4	2,4	1,2	--	--

A fração volumétrica de segundas fases no fio solubilizado é de 1%, conforme determinado por análise de imagem. Isso significa que grande parte das fases secundárias presentes no fio recebido foi dissolvida. Esse percentual

remanescente é em sua maior parte composto pela fase rica em Fe. No entanto, a fase mais fina observada na Figura 5.5-b não parece conter Fe, conforme indicado na análise de EDS (Tabela 5.3). O que sugere se tratar de resquícios não dissolvidos da fase  $Al_2CuMg$ . Todavia, o EDS dessas fases de menor dimensão não é conclusivo, pois boa parte dos sinais captados são oriundos da matriz.

Um tratamento de solubilização apropriado é essencial para garantir boas propriedades na liga envelhecida, pois determina o balanço entre o endurecimento por precipitação e endurecimento por refino de grão, conforme explicado anteriormente. O tratamento a  $470^\circ C$  por 30 minutos aparentemente se mostrou capaz de promover a dissolução de grande parte das fases secundárias mantendo a microestrutura refinada e homogênea, com grãos equiaxiais de tamanho médio  $9 \mu m$ .

### **5.2.3 Fio envelhecido (TT)**

As micrografias do fio submetido aos tratamentos térmicos de solubilização a  $470^\circ C$  por 30 minutos seguido de envelhecimento a  $120^\circ C$  por 6 horas são apresentadas na Figura 5.6. A baixa temperatura do tratamento térmico de envelhecimento não foi suficiente para promover mudanças significativas na microestrutura do material solubilizado, até onde se observa com baixa ampliação por MEV. Assim, o tamanho médio de grão manteve-se em torno de  $9 \mu m$ . A observação dos finos precipitados advindos do envelhecimento só é possível com o uso de microscopia eletrônica de transmissão (MET), assunto a ser tratado no próximo tópico.

Na micrografia mostrada na Figura 5.6-b observa-se um intermetálico rico em Fe fraturado e alinhado na direção de conformação. Essa fase não foi dissolvida durante a solubilização e, portanto, continua presente no fio envelhecido.

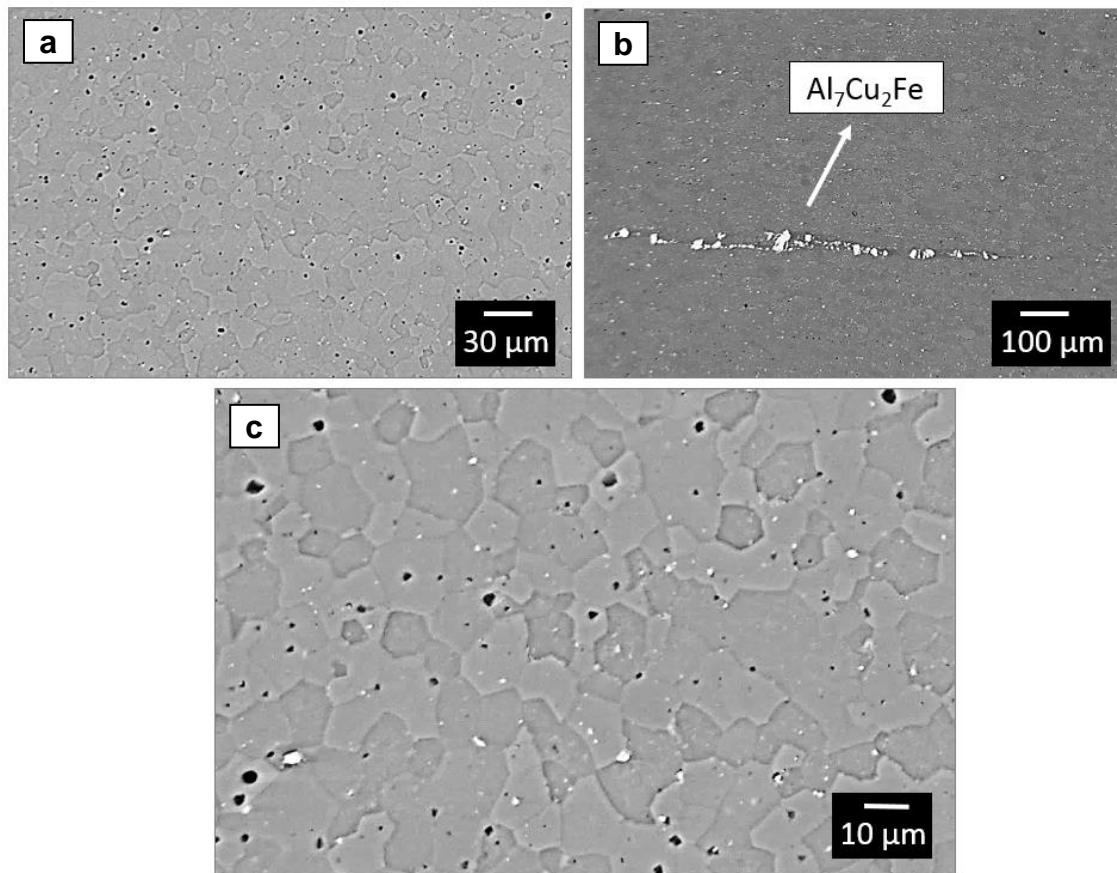


Figura 5.6 Micrografias de MEV em modo BSE a) e c) da seção transversal e b) seção longitudinal do fio na condição TT mostrando grãos equiaxiais com diâmetro médio de 9μm e presença de partículas constituintes (Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe).

A Figura 5.7 apresenta o difratograma da amostra tratada (TT), e traz também o difratograma da amostra solubilizada para fins de comparação. Nota-se que a amostra solubilizada apresenta picos de difração de menor intensidade, indicando que a solubilização promoveu a dissolução de grande parte das fases que haviam precipitado durante a conformação, principalmente das fases Al<sub>2</sub>CuMg e MgZn<sub>2</sub>. No entanto, a presença de picos associados a essas fases na liga solubilizada indica que existe uma parcela das mesmas que não foi totalmente dissolvida durante a solubilização. Todavia, a baixa intensidade desses picos sugere uma baixa fração volumétrica.

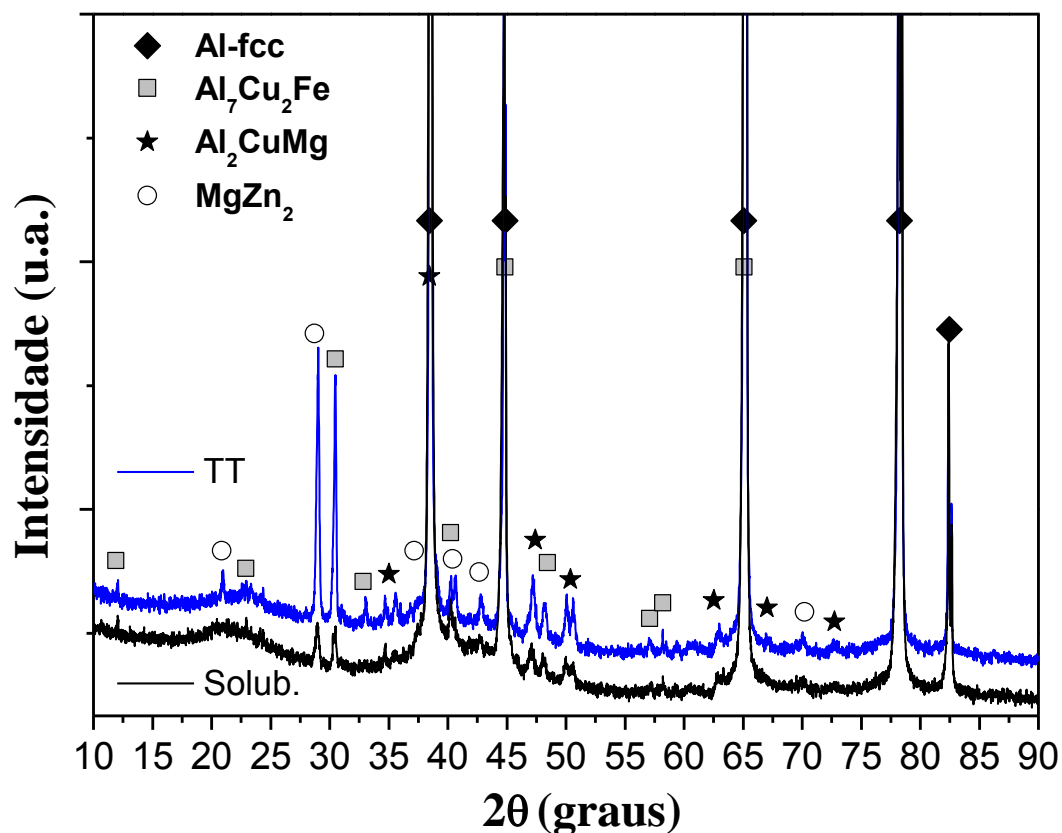


Figura 5.7 Difratoograma de raios-X (DRX) dos fios tratado (TT) em azul e solubilizado em preto, mostrando fases adicionais e picos bem mais intensos relativo às fases intermetálicas para a amostra TT.

De modo geral, a amostra TT apresenta picos de difração de maior intensidade, indicando um aumento na fração volumétrica de fases secundárias devido à precipitação durante o envelhecimento. O padrão de DRX indica também um aumento significativo da fração volumétrica do precipitado de equilíbrio MgZn<sub>2</sub>. Além disso, há indícios de que o envelhecimento promoveu a precipitação de uma parcela da fase Al<sub>2</sub>CuMg dissolvida na solubilização, pois houve aumento na intensidade dos picos referentes a essa fase.

#### 5.2.4 Análises de Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

A Figura 5.8 apresenta imagens gerais de microscopia eletrônica de transmissão (MET) de campos representativos da microestrutura do fio submetido ao tratamento térmico de envelhecimento a 120°C por 6 horas

(condição TT). A precipitação nanométrica no interior da matriz e no contorno de grão é mostrada nas Figuras 5.8-a e 5.8-b, respectivamente. Observa-se a presença de precipitados extremamente finos (<5nm) e dispersos na matriz, com morfologia predominantemente esférica. Na Figura. 5.8-b é possível ver um contorno de grão muito fino e pouco definido, com precipitados muito finos da ordem de ~5nm, não apresentando zona livre de precipitação (PFZ) nesta condição. A nucleação heterogênea nos contornos de grão favorece a formação do precipitado de equilíbrio  $\eta$  de maior dimensão. As finas estruturas do interior do grão, com tamanho da ordem de 5nm, são predominantemente zonas GP e a fase metaestável  $\eta'$ . Nota-se também a presença de precipitados alongados em forma de bastonetes com tamanho da ordem de ~80 x 400 nm, e precipitados esféricos de 10 a 40 nm. Os primeiros foram analisados por EDS e serão discutidos mais adiante. Os segundos são os dispersóides esféricos e coerentes  $\text{Al}_3\text{Zr}$ , distribuídos aleatoriamente, conforme será mostrado na análise de SAD.

Não se observa a presença de uma PFZ significativa ao longo dos contornos de grão. A elevada temperatura de solubilização e o subsequente resfriamento rápido foram capazes de gerar uma supersaturação de vacâncias [1,7,10]. Esse excesso de vacâncias favoreceu a nucleação homogênea das zonas GP em todo o interior do grão e nas regiões adjacentes aos contornos de grão. A baixa temperatura aplicada no envelhecimento também contribuiu para a nucleação das zonas GP de maneira homogênea. A presença de uma elevada densidade de finos precipitados uniformemente dispersos na matriz sugere que estas estruturas nuclearam de maneira homogênea no interior do grão.



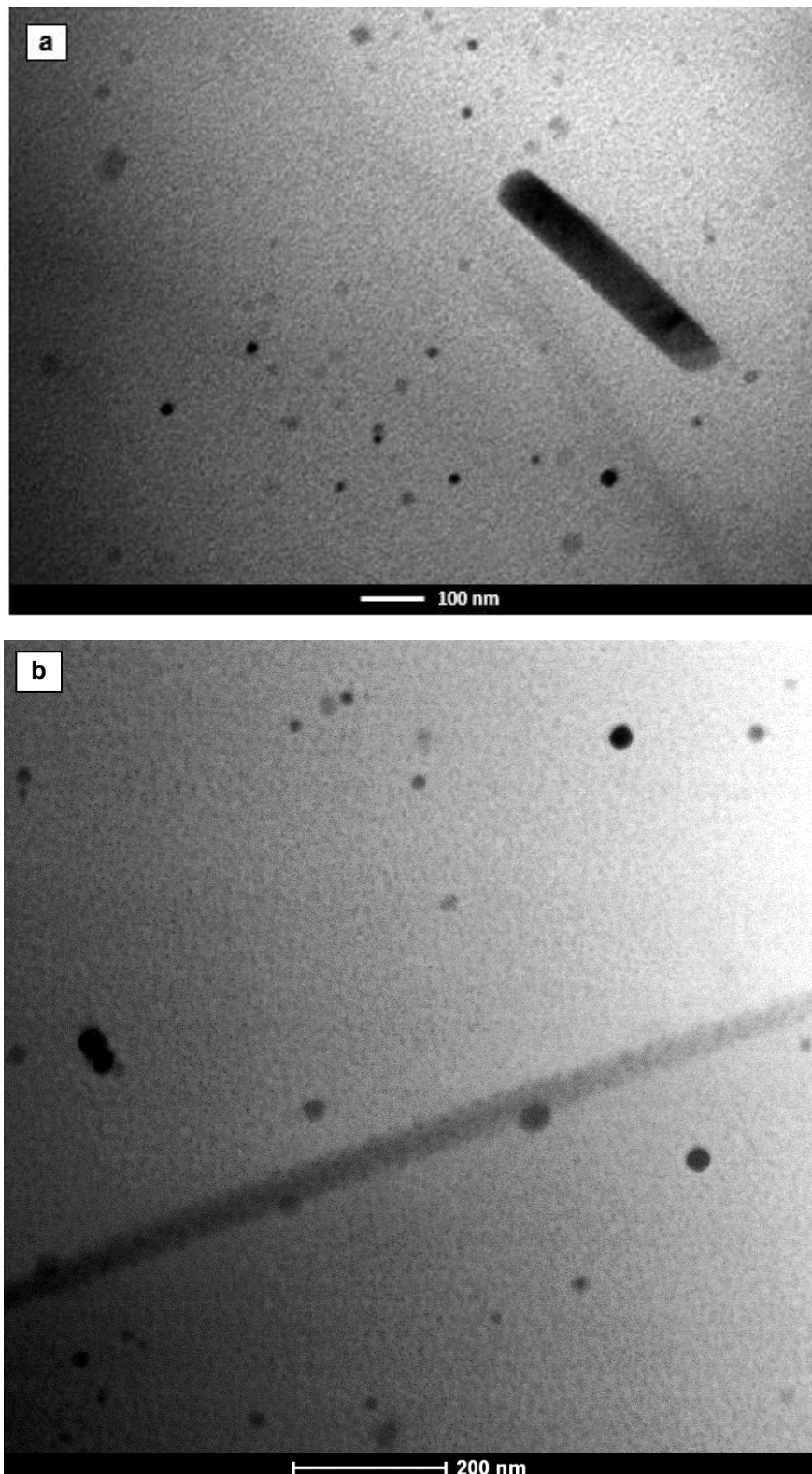


Figura 5.8 Micrografia de TEM em campo claro (BF) da amostra TT mostrando os precipitados presentes a) na matriz e b) nos contornos de grão (STEM-BF).

A análise dos precipitados nanométricos realizada com o uso da técnica de difração de elétrons de área selecionada (SAD) através de TEM foi baseada em estudos anteriores presentes na literatura [10-12,15]. A orientação de um grão da matriz de Al-cfc em um eixo de zona (figura simétrica da SAD) permite, caso haja alguma relação de orientação conhecida do crescimento dos precipitados (nanométricos) em um plano cristalino específico, que seja paralelo a um outro plano da matriz (Al-cfc), a identificação e confirmação da existência desta fase dispersa.

A Figura 5.9 mostra o padrão de difração de elétrons em três eixos de zona específicos  $\langle 001 \rangle_{Al}$ ,  $\langle 112 \rangle_{Al}$ ,  $\langle 111 \rangle_{Al}$ , nos quais é possível observar os precipitados do tipo zonas GP-I, fase metaestável  $\eta'$ , fase  $\eta$  e o dispersóide  $Al_3Zr$ .

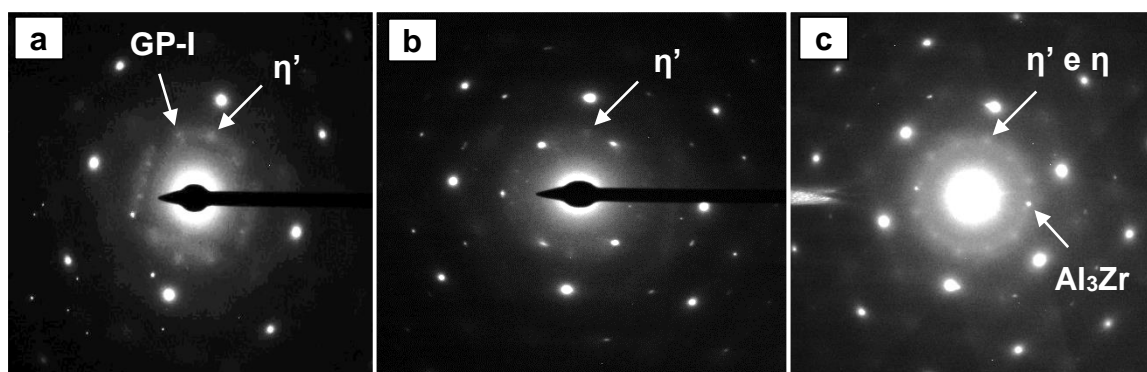


Figura 5.9 Difração de elétrons de área selecionada (SAD) da amostra TT nos eixos de zona (a)  $\langle 001 \rangle_{Al}$ ; (b)  $\langle 112 \rangle_{Al}$ ; (c)  $\langle 111 \rangle_{Al}$ , mostrando efeito de difração dupla e relação de orientação entre a matriz e os precipitados nanométricos  $\eta'$  e  $\eta$ , zonas GP-I e o intermetálico  $Al_3Zr$ .

As manchas (spots) principais e mais fortes são relativas à matriz de Al cúbico de faces centradas; foi dada atenção especial aos aspectos difusos que identificam os precipitados. As zonas GP-I são observadas na direção  $\langle 001 \rangle_{Al}$  como manchas fracas nas posições  $\{1, (2n+1)/4, 0\}$  [11-12]. Manchas nas regiões  $1/3$  e  $2/3$   $\{220\}$  dos eixos de zona  $\langle 001 \rangle_{Al}$  e  $\langle 112 \rangle_{Al}$  evidenciam a precipitação da fase metaestável  $\eta'$  [11]. As fases metaestável  $\eta'$  e em equilíbrio  $\eta$  são vistas na forma de estrias formadas no eixo de zona  $\langle 112 \rangle_{Al}$  e pontos na direção próxima ao  $\{220\}2/3$  no eixo de zona  $\langle 111 \rangle_{Al}$  [15]. As manchas de difração da fase  $\eta$  apresentam-se pouco definidas. Sendo assim, a

análise de SAD sugere que as zonas GP-I e o precipitado metaestável endurecedor  $\eta'$  são os precipitados predominantes nessa condição de envelhecimento. Ademais, não são claramente observadas manchas de zonas GP-II próximo à posição  $1/2 \{311\}$  no eixo  $\langle 112 \rangle_{\text{Al}}$ , indicando que as zonas GP-II não devem estar presentes nessa condição de envelhecimento [10]. As manchas pequenas porém definidas no eixo  $\langle 111 \rangle_{\text{Al}}$  são provavelmente o dispersóide esférico de estrutura cúbica  $\text{Al}_3\text{Zr}$ .

As Figuras 5.10 e 5.11 apresentam as microanálises de raios-x realizadas pontualmente sobre as partículas constituintes menores, ou seja, aquelas para as quais o MEV não foi capaz de resolver. O espectro resultante da análise das partículas alongadas de cerca de 500nm de comprimento por 100nm de largura, como a indicado na Figura 5.10-a na micrografia de STEM em campo escuro anelar (ADF) da amostra tratada, é apresentado na Figura 5.10-b. Observa-se a presença dos elementos Al, Mg, Cu e Zn na composição da partícula, e o espectro obtido sugere que se trata da fase  $\text{Al}_2\text{CuMg}$ . As partículas irregulares com diâmetro médio em torno de 0,5  $\mu\text{m}$ , como a mostrada na Figura 5.11-a, apresentam um espectro (Figura 5.11-b) que sugere que se trata da fase  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ .

No microscópio eletrônico de transmissão varredura (STEM), o feixe de elétrons varre a superfície da amostra ponto a ponto. A detecção de raios-x característicos emitidos de cada ponto associado à varredura permite a formação de mapas de distribuição dos elementos de interesse na amostra. As Figuras 5.12 e 5.13 mostram o mapeamento obtido para os dois tipos de partículas constituintes presentes na matriz. Nota-se que a partícula alongada apresenta maior concentração de Cu e Mg, indicando que se trata da fase S ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ).

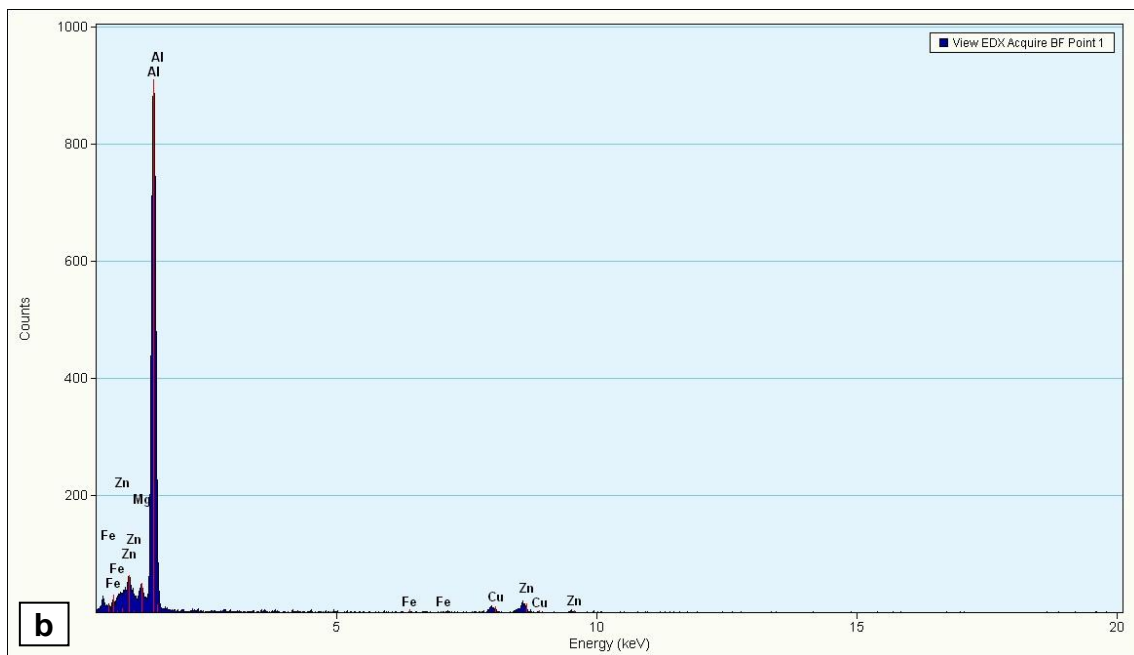
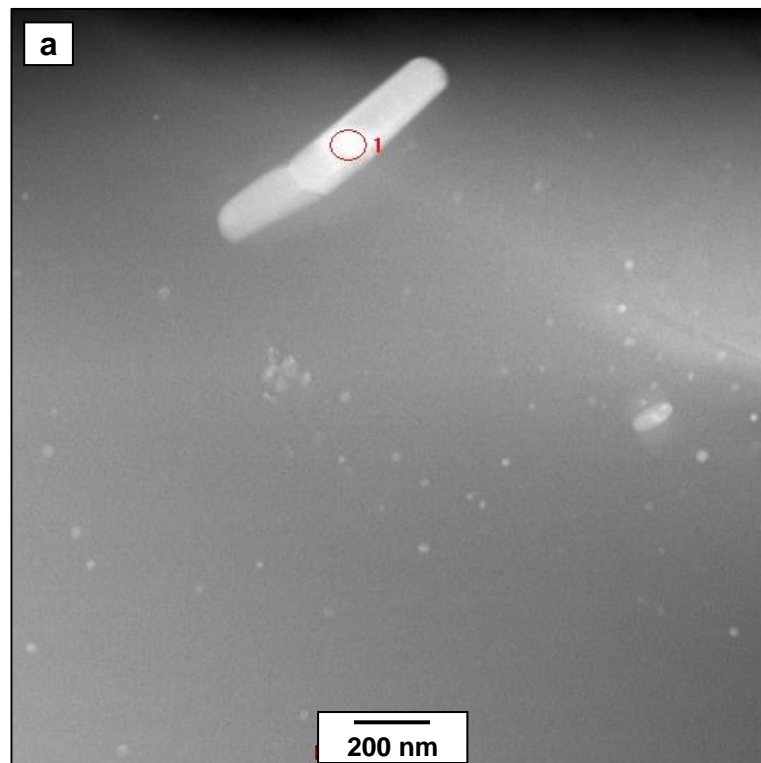


Figura 5.10 Micrografia de (a) STEM em campo escuro anelar (ADF) da amostra TT mostrando precipitado nanométrico alongado de centenas de nm e (b) respectivo espectro de EDS mostrando elementos Al, Mg, Cu e Zn na composição, indicando precipitado do tipo intermetálico  $\text{Al}_2\text{CuMg}$ .

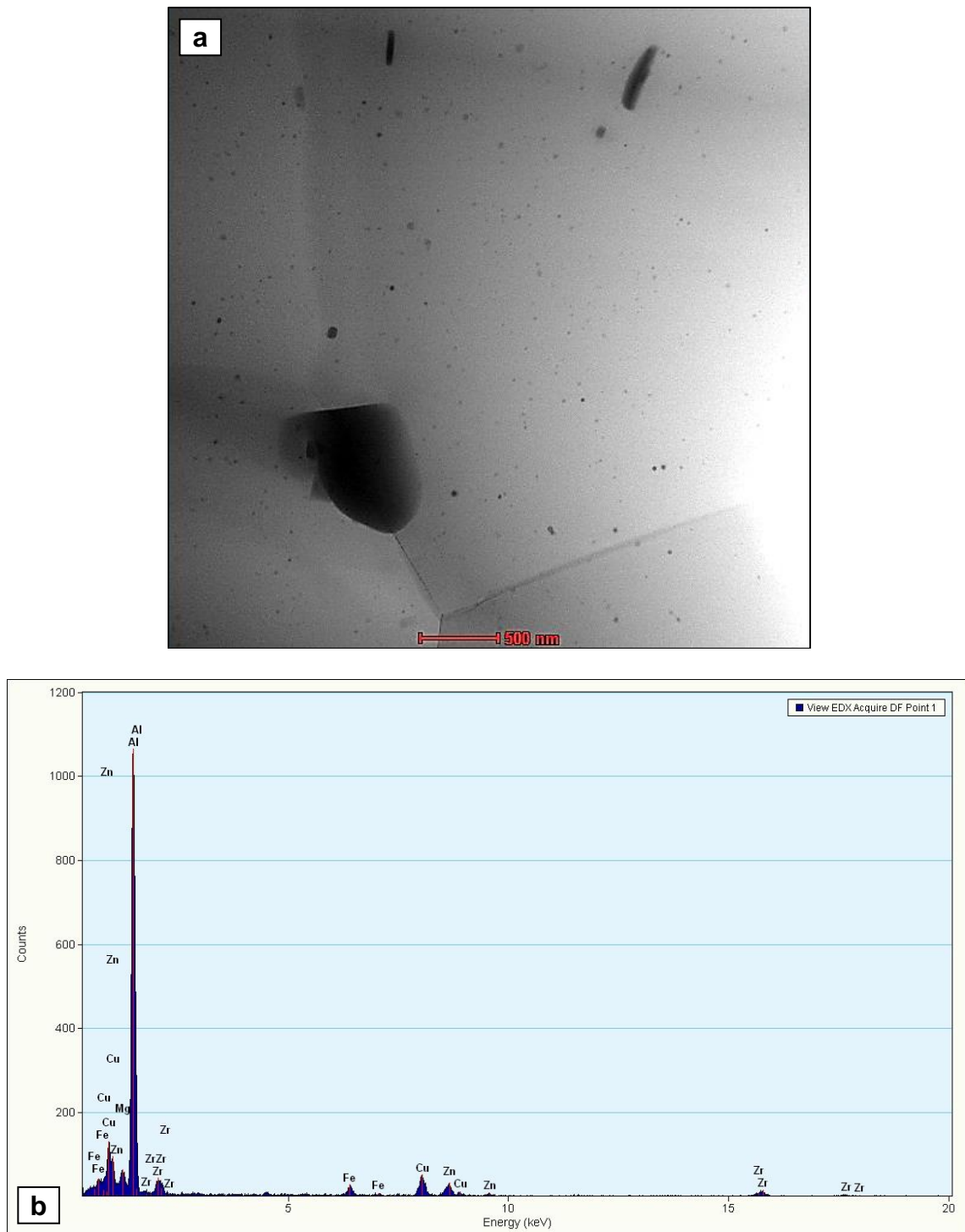


Figura 5.11 Micrografia de (a) STEM em campo claro (BF) da amostra TT mostrando precipitado de 500 nm no contorno de grão e (b) respectivo espectro de EDS mostrando elementos Al, Fe, Cu e Zn na composição, indicando precipitado do tipo intermetálico  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ .

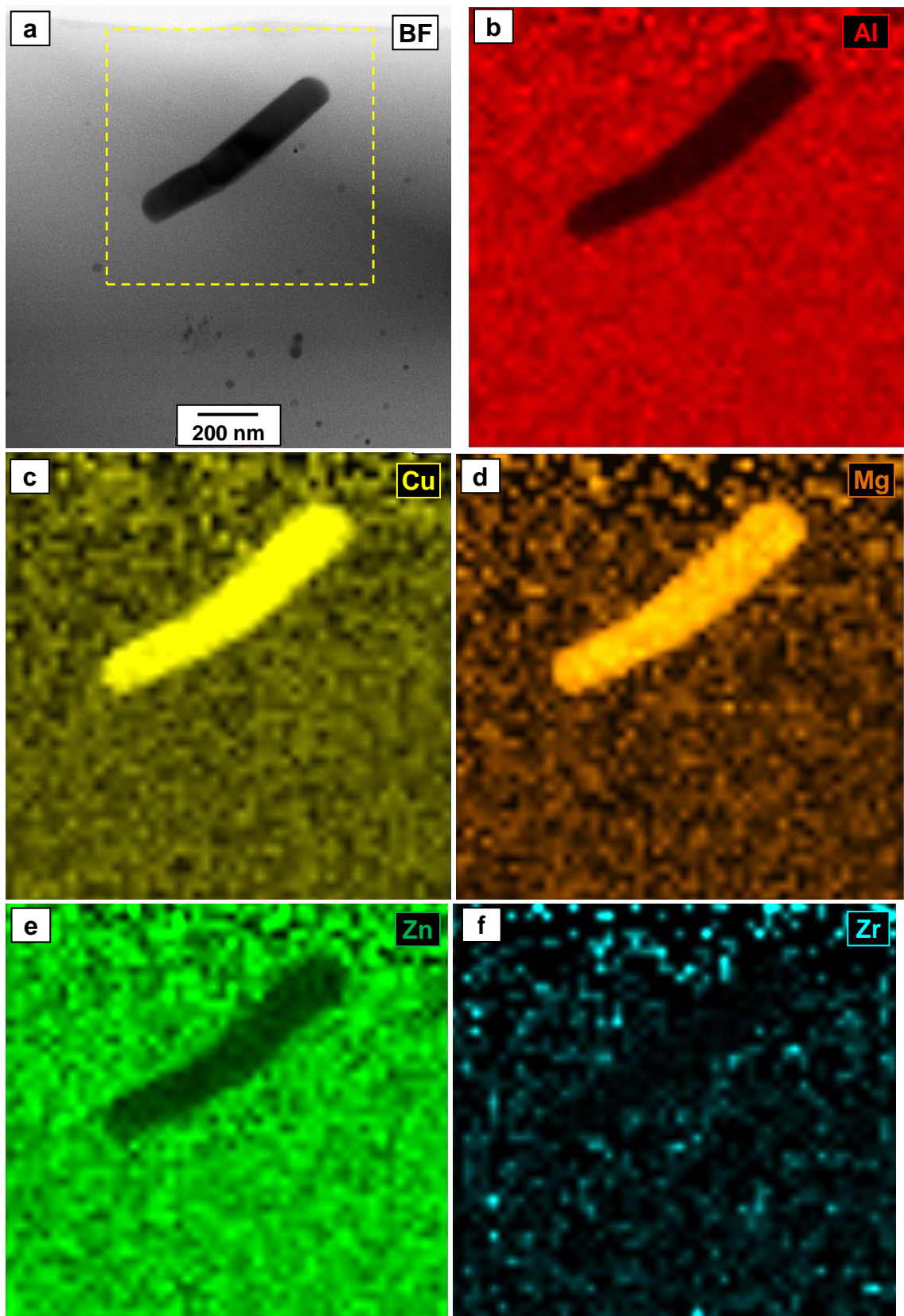


Figura 5.12 Imagem de STEM campo claro (BF) em baixa magnificação e mapeamento de raios-X (Spectral Imaging – SI, 30x30 pixels) através de EDS dos elementos Zn-K, Cu-K, Al-K e Zr-L, nas respectivas camadas de energia.

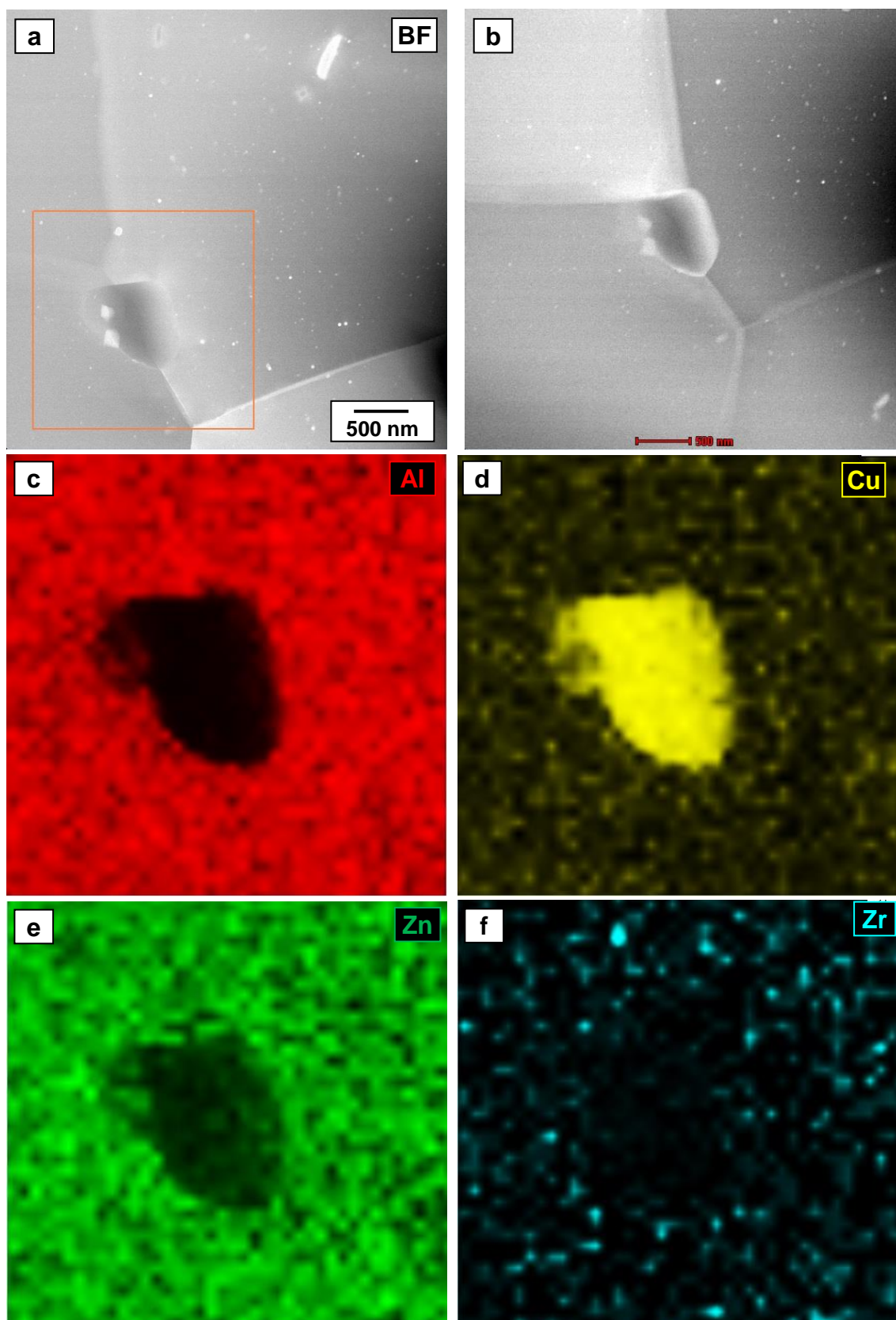


Figura 5.13 Imagem de STEM campo escuro anelar (ADF – “anular dark field”) em baixa magnificação e mapeamento de raios-X (Spectral Imaging – SI, 30x30 pixels) através de EDS dos elementos Zn-K, Cu-K, Al-K e Zr-L.

O mapeamento de raios-x da partícula constituinte mostrada na Figura 5.13 indica elevado teor de Cu em sua composição. Isso, associado à presença de picos intensos relativos ao Fe no espectro de EDS (Figura 5.11-b), indica que se trata do intermetálico  $Al_7Cu_2Fe$ . A morfologia dessas partículas constituintes menores sugere que a formação destas se deu durante o processamento do material. No caso específico das partículas alongadas da fase S ( $Al_2CuMg$ ), pode ter ocorrido precipitação durante o envelhecimento, uma vez que o respectivo padrão de DRX indica aumento da fração volumétrica dessa fase na condição envelhecida quando comparada com a amostra solubilizada (Figura 5.7).

O mapeamento dos elementos através de raios-x (EDS) indica também que houve precipitação grosseira e heterogênea de precipitados da fase  $\eta$  adjacentes à partícula constituinte rica em Fe, favorecidos pela interface incoerente desta com a matriz de Al-cfc.

A distribuição do metal de transição Zr pode ser observada no mapeamento desse elemento na Figura 5.12-f e Figura 5.13-f. Devido a sua baixa solubilidade sólida no alumínio, quase todo o Zr encontra-se incorporado em pequenos dispersóides  $Al_3Zr$  de estrutura cúbica, coerentes e esféricos. Uma vez formados, esses dispersóides resistem a dissolução ou coalescimento. O Zr observado no mapeamento por EDS corrobora a análise de SAD que identificou *spots* de difração referentes ao dispersóide  $Al_3Zr$ . Observa-se a presença de uma grande quantidade de partículas finas e aleatoriamente distribuídas desse dispersóide com tamanhos de 10 a 40 nm. A presença dessas partículas finas e próximas umas das outras tem forte efeito de ancoramento dos contornos de grão, inibindo a recristalização e o crescimento de grão durante o processamento termomecânico e o tratamento de solubilização [1,7,18]. Portanto, a obtenção de uma microestrutura refinada após a solubilização a alta temperatura está associada à presença desse dispersóide. A rota de conformação por spray seguida de extrusão a quente e forjamento rotativo a frio promoveu uma boa distribuição do Zr, o que favoreceu a formação homogênea dos dispersóides  $Al_3Zr$  na microestrutura do material após a solidificação.



Desse modo, a microestrutura do fio envelhecido a 120°C é composta por partículas constituintes e precipitados de diferentes tipos e tamanhos. Na escala nanométrica, a microestrutura no interior dos grãos é composta por finos precipitados coerentes do tipo zona GP-I e precipitados metaestáveis  $\eta'$ . O tamanho desses precipitados parece ser de aproximadamente 5nm. Os dispersóides esféricos e coerentes  $\text{Al}_3\text{Zr}$  de tamanhos entre 10 e 40 nm também compõem a microestrutura do material, e estão distribuídos de maneira homogênea na matriz. Os contornos de grão possuem precipitados maiores que provavelmente correspondem ao precipitado de equilíbrio  $\eta$  ( $\text{MgZn}_2$ ) que teve sua formação facilitada pela maior energia dessas regiões. Efeito similar foi observado em algumas partículas constituintes insolúveis do tipo  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ , as quais também atuaram como sítios preferenciais para a precipitação da fase  $\eta$ . As partículas constituintes com tamanho inferior a 1  $\mu\text{m}$  presentes na matriz são os intermetálicos  $\text{Al}_2\text{CuMg}$  e  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ . Há indícios de que o envelhecimento promoveu a precipitação de uma parcela da fase  $\text{Al}_2\text{CuMg}$  dissolvida na solubilização.

### 5.3 Análise térmica dos precipitados

A técnica de calorimetria diferencial de varredura (DSC) tem sido usada na caracterização das transformações em estado sólido que envolvem a dissolução e a formação de precipitados. Essa técnica em conjunto com MET representa uma maneira efetiva de estudo do processo de precipitação em ligas 7xxx. A análise dos termogramas gerados para amostras do fio em diferentes condições foram comparados com a literatura [72-77].

Durante o aquecimento no DSC, uma série de eventos exotérmicos e endotérmicos se sucedem conforme os precipitados se formam e dissolvem, respectivamente. A temperatura de pico de um determinado evento térmico é uma medida da temperatura em que a reação de precipitação ou dissolução está ocorrendo à taxa máxima. A área sob o pico é uma medida

do calor da reação, e esse calor é proporcional à fração volumétrica do precipitado que está se formando/dissolvendo.

O termograma obtido para a amostra na condição solubilizada – 470°C por 30 minutos seguido de resfriamento em água – é apresentado na Figura 5.14. A presença de um pequeno pico exotérmico (1) abaixo de 50°C está associado à formação das zonas GP-I [72-73]. O pico endotérmico 2 logo na sequência indica que houve dissolução de uma grande quantidade de zonas GP-I. A fração volumétrica dissolvida é consideravelmente maior do que a formada no início do aquecimento, indicando que a maior parte das zonas GP-I já estavam presentes no material solubilizado. Possivelmente esses precipitados se formaram logo após a solubilização, no resfriamento ou devido ao envelhecimento natural, durante o intervalo de tempo entre o resfriamento e a análise de DSC. Cerezo et. al. [10] reportaram a formação de uma elevada densidade de zonas GP-I na liga 7050 após apenas 40 minutos de envelhecimento à temperatura ambiente. O pico exotérmico 3 indica a formação de um tipo de precipitado mais estável em torno de 100°C, o que está relacionado às zonas GP-II [72]. E o pico exotérmico 4 (250°C) é relativo à precipitação das fases  $\eta'$  e  $\eta$ . A ausência de um pico endotérmico após o pico de formação das zonas GP-II sugere que as zonas GP se transformam diretamente nas fases  $\eta'$  ou  $\eta$  durante o aquecimento no DSC [72-75]. Os picos endotérmicos 5 e 6 podem ser formados por dois ou mais subpicos e representam a dissolução das demais fases presentes na matriz [75]. Em torno de 525°C observa-se o início do pico endotérmico relativo a fusão do material ( $T_{fi}$ ).

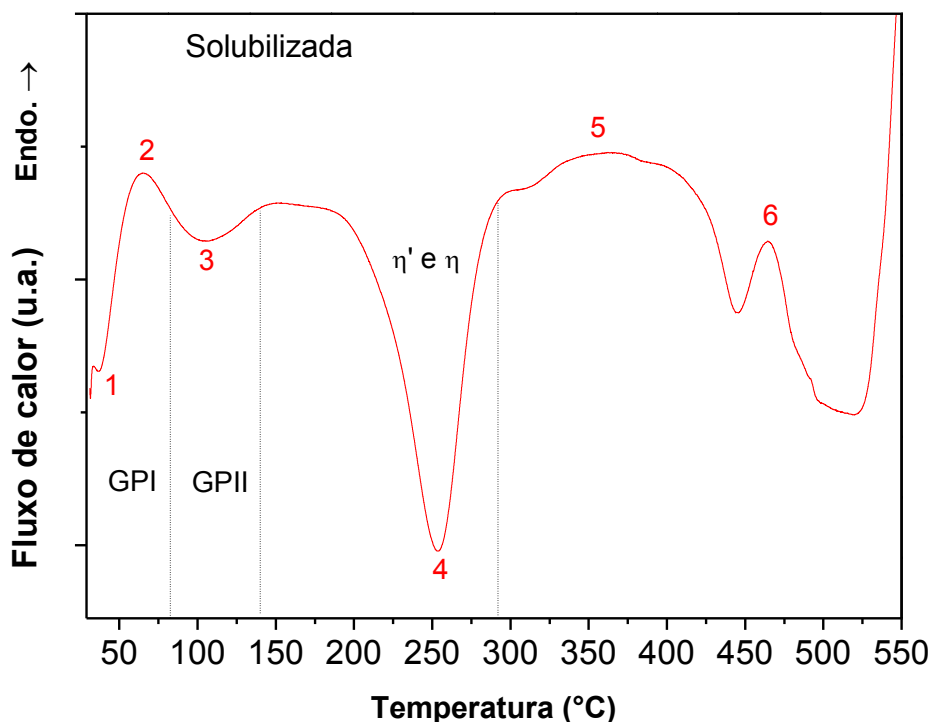


Figura 5.14 Termograma (DSC) do fio solubilizado, com varredura a uma taxa de 20°C/min, mostrando picos endotérmicos/exotérmicos de transformações de fase (dissolução/formação de precipitados nanométricos e outras fases) no estado sólido e início de pico de fusão ( $T_{fi}$ ) endotérmico em torno de 525°C.

Na análise do termograma da amostra na condição recebida (Figura 5.15) nota-se entre 60 e 180°C a existência de um largo pico endotérmico. Esse pico é a superposição dos picos marcados como 1 e 2, os quais são relativos à dissolução das zonas GP-I e GP-II, respectivamente. Isso indica que o fio obtido logo após as etapas de conformação mecânica ainda apresentava uma considerável quantidade de elementos de liga em solução, os quais precipitaram como uma elevada fração volumétrica de zonas GP devido ao envelhecimento natural da liga. Ambos os tipos de zonas GP estão presentes no fio oriundo do forjamento rotativo, e o fato de esse pico se apresentar espalhado por uma ampla faixa de temperatura, sugere que os precipitados presentes na microestrutura apresentam vários graus de

estabilidade, ou seja, há uma grande distribuição de tamanhos de precipitados.

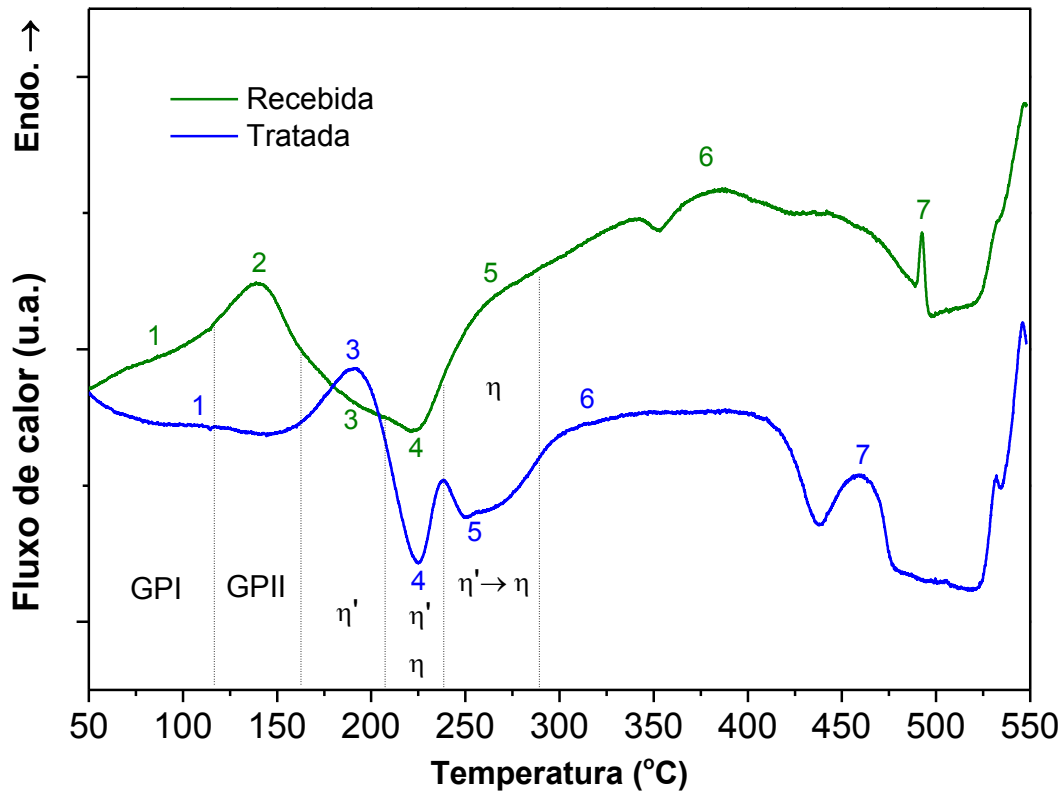


Figura 5.15 Termograma (DSC) das amostras de fios nas condições recebida (FR) e tratada (TT), com varredura a uma taxa de 20°C/min, mostrando picos endotérmicos/exotérmicos de transformações de fase (dissolução/formação de precipitados nanométricos e outras fases) no estado sólido.

O pico exotérmico 3 é relativo à formação da fase  $\eta'$  a partir das zonas GP; e o pico exotérmico 4 a 225 °C que está relacionado à formação das fases  $\eta'$  e  $\eta$  por nucleação heterogênea [74]. Em seguida o pico endotérmico (5) indica a dissolução desses mesmos precipitados. Os demais picos (6) seguintes estão associados à formação e dissolução das demais fases que podem estar presentes na liga 7050 sob as condições de aquecimento no DSC. Por fim, a 488°C observa-se um pico endotérmico estreito (7) indicando a primeira fusão de fase, em concordância com a temperatura solidus da liga. Este pico é referente a fusão da fase S ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ) [77].

O termograma da amostra tratada (envelhecida) (Figura 5.15) apresenta um largo e pouco intenso pico endotérmico (1) por volta de 120°C, e um pico endotérmico (3) intenso a 190°C. Esses picos indicam a dissolução das zonas GP-I e da fase  $\eta'$ , respectivamente, precipitadas durante o envelhecimento artificial. O intenso pico endotérmico 3 indica que entre 150 e 210°C a reação predominante é a dissolução dos precipitados  $\eta'$  preexistentes, ou seja, o envelhecimento artificial a 120°C por 6 horas resulta na precipitação de uma elevada densidade dessa fase, que é a principal responsável pela alta resistência mecânica das ligas 7xxx envelhecidas. O pico 2 relativo as zonas GP-II não é observado e, portanto, esse tipo de precipitado não é formado no envelhecimento artificial a 120°C por 6 horas. O pico exotérmico 4 indica a precipitação das fases  $\eta'$  e  $\eta$ . A transformação da fase  $\eta'$  no precipitado de equilíbrio  $\eta$  é indicada pelo pico 5.

Dessa forma, as zonas GP-I e a fase  $\eta'$  se mostraram as fases predominantes na condição envelhecida por 6 horas a 120°C, como era esperado com base na literatura dessa liga [10-11,15]. Essa interpretação é sustentada pelo que foi observado na difração de elétrons (SAD). As zonas GP-II não são claramente identificadas nessas condições de tratamentos. O mecanismo dominante de formação da fase  $\eta'$  parece ocorrer pela transformação a partir das zonas GP-I, o que está de acordo com o que é exposto em [16]. A ausência de pico relativo a zona GP-II indica que a zona GP-I tem papel mais significativo no envelhecimento artificial a 120°C por 6 horas da liga 7050. Desse modo, o resultado obtido corrobora com a análise de SAD, na qual apenas manchas da zona GP-I são identificados. No entanto, no caso do fio na condição como recebido e, portanto, sujeito ao envelhecimento natural, nota-se que a zona GP-II está presente e tem papel predominante na precipitação nessa condição.

As posições dos picos do DSC em conjunto com as evidências microestruturais de MET obtidas no presente trabalho estão de acordo com resultados similares obtidos por outros autores para as ligas 7xxx [3, 10-12, 15, 19, 72-77].

## 5.4 Caracterização Mecânica

### 5.4.1 Ensaio de Microdureza Vickers

Os valores obtidos nos ensaios de microdureza para as diferentes condições analisadas são apresentados na Figura 5.16. Observa-se que o fio na condição solubilizada apresenta dureza muito menor do que nas condições como forjado (FR) e envelhecido (TT), o que se deve à dissolução de grande parte das fases secundárias e à recristalização estática e ao crescimento de novos grãos livre de deformação durante o tratamento de solubilização. A condição de maior dureza é a do fio envelhecido, indicando que a formação dos precipitados nanométricos durante o envelhecimento por 6 horas resultou em um aumento significativo de resistência mecânica.

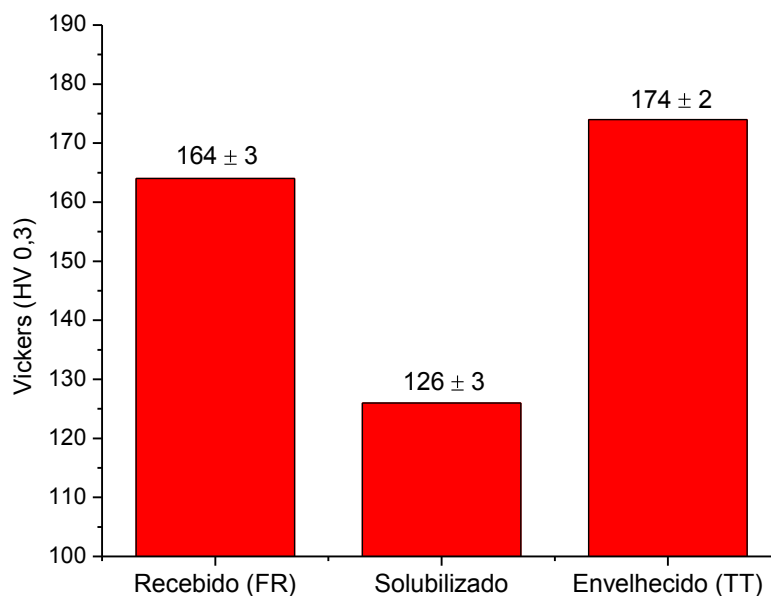


Figura 5.16 Microdureza Vickers medida na seção transversal dos fios nas diferentes condições analisadas.

Apesar da dureza da condição FR ser inferior à encontrada para a condição TT, os valores são próximos e sugerem que ambas apresentam elevada resistência à deformação plástica. O encruamento resultante da intensa deformação a frio a que foi submetido o fio durante o forjamento rotativo, e a formação de uma estrutura refinada de grãos e subgrãos

contribuem fortemente para dificultar a movimentação de discordâncias na matriz. Os valores de dureza medidos para as condições solubilizada, FR e TT, são 126, 164 e 174 HV, respectivamente.

Na Figura 5.17 é mostrada a curva de envelhecimento obtida para o material tratado a 120 °C. O levantamento dessa curva possibilita quantificar o nível de subenvelhecimento representado pelo tratamento escolhido de 6 horas, usando como referência a posição do pico de dureza do material. Nota-se que para o fio de liga 7050 tratado a 120 °C a condição de máxima dureza é obtida após 24 horas de envelhecimento, com respectiva dureza de 184 HV. E que para tempos prolongados há uma tendência de queda de dureza devido ao superenvelhecimento, o qual favorece o crescimento exagerado dos precipitados endurecedores. A condição subenvelhecida, por sua vez, resulta de um tempo de envelhecimento inferior ao necessário para atingir o pico de dureza. Nessa condição predominam os precipitados menores e coerentes, conforme mostrado na caracterização microestrutural.

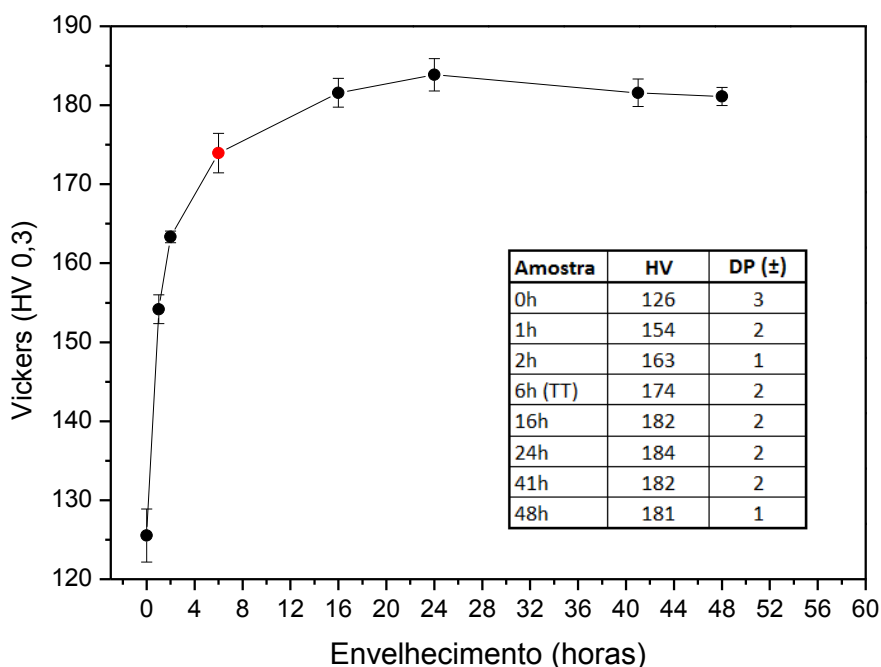


Figura 5.17 Curva de envelhecimento do fio a 120 °C (solubilização prévia a 470°C por 30 minutos).

Observa-se também um rápido aumento de dureza nas primeiras horas de envelhecimento. Essa acentuada inclinação sugere que as condições do tratamento térmico de solubilização foram suficientes para garantir uma adequada solubilização dos elementos de liga responsáveis pela formação dos precipitados endurecedores. Ademais, a baixa temperatura de envelhecimento utilizada favorece a nucleação homogênea de uma elevada densidade de zonas GP logo no início do tratamento [10].

#### 5.4.2 Ensaio de Tração

O ensaio de tração foi realizado com o intuito de comparar as propriedades mecânicas estáticas das condições FR e TT, e também para inferir algumas propriedades de fadiga e fratura dos fios. Os valores de LRT foram usados para determinar os níveis de tensão utilizados nos ensaios de fadiga. Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 5.4. A condição TT apresenta os maiores valores de LRT, alongamento percentual e redução de área, estes valores são, respectivamente, 9%, 14% e 32% maiores que os valores encontrados para a condição FR.

Tabela 5.4 - Resultado dos ensaios de tração do fio nas condições FR e TT.

Condição	LE (MPa)	LRT (MPa)	AL (%)	RA (%)
Recebido (FR)	476 ± 17	536 ± 24	14 ± 1	25 ± 5
Tratado (TT)	465 ± 6	586 ± 7	16 ± 1	33 ± 3

Com relação ao limite de escoamento, o valor obtido para a condição FR foi 2,5% maior que para a condição TT, sendo, portanto, praticamente iguais quando consideramos a dispersão dos resultados da condição FR.

Ambas as condições apresentam altos valores de alongamento percentual e redução de área, o que indica que os fios obtidos apresentam elevada ductilidade. A condição FR, mesmo apresentando-se altamente encruada, foi capaz de suportar uma extensa deformação plástica antes de fraturar. A estrutura extremamente refinada obtida após as severas deformações impostas durante o forjamento rotativo a frio pode ter sido



responsável por manter bons níveis de ductilidade nessa condição. No caso da condição TT, a microestrutura refinada aliada ao baixo encruamento resultante do corte de precipitados menores e coerentes, característicos da condição subenvelhecida, durante a deformação plástica favorece a ductilidade. A maior redução de área da condição TT pode estar associada à dissolução de parte das partículas constituintes e dos intermetálicos grosseiros durante a solubilização.

Nas Figuras 5.18 e 5.19 são apresentados os valores das propriedades mecânicas obtidas para as duas condições estudadas em comparação com as especificações das normas ASTM-B398 [68] e AMS 4050 [65], que apresentam os requisitos de propriedades mecânicas para fios de liga de alumínio em almas de cabos condutores e para a liga AA7050 original para aplicação aeroespacial, respectivamente.

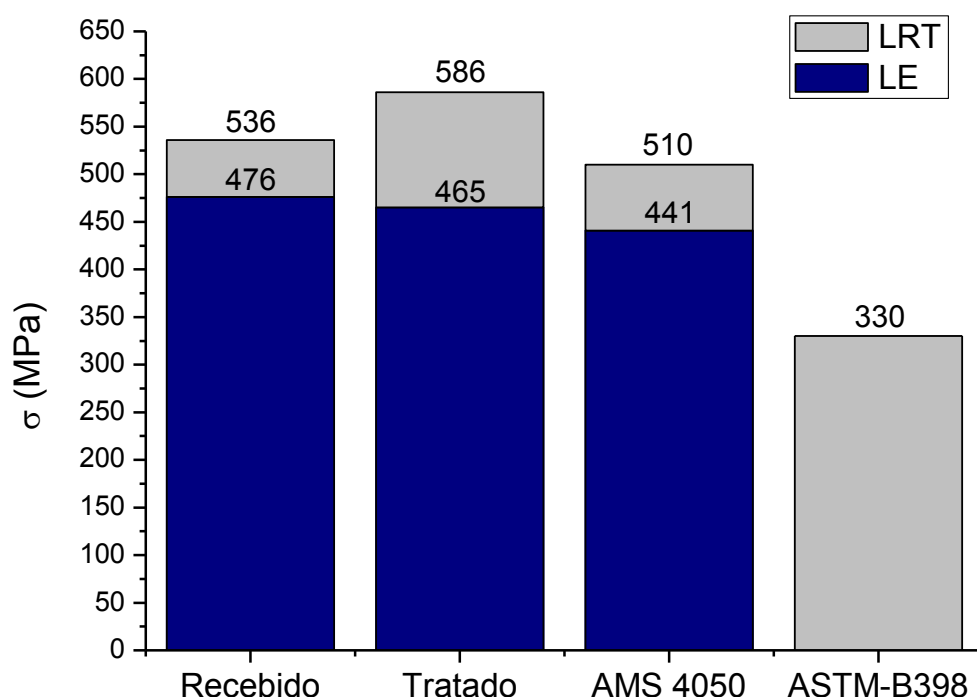


Figura 5.18 Comparativo das propriedades de resistência à tração obtidas para os fios nas condições estudadas e os requisitos das normas AMS-4050 [65] e ASTM-B398 [68].

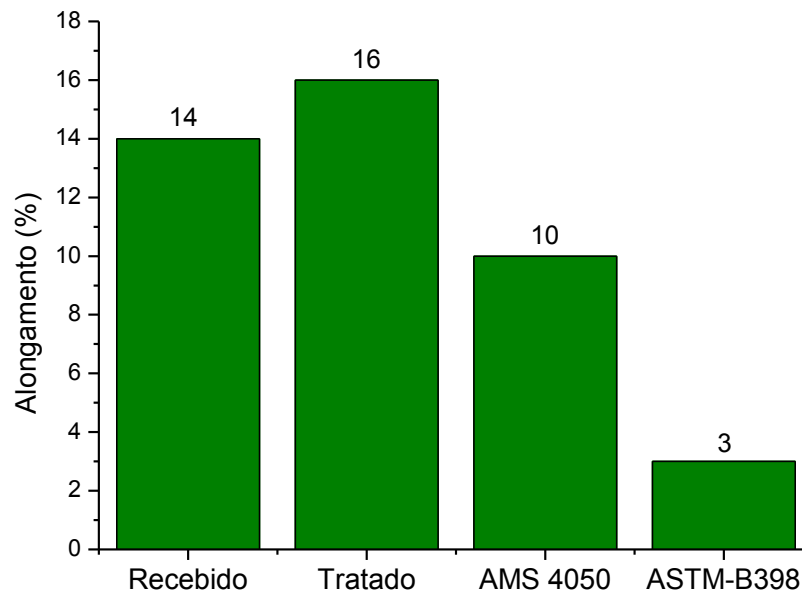


Figura 5.19 Comparativo do alongamento percentual em tração do fio nas condições estudadas e os requisitos das normas AMS-4050 [65] e ASTM-B398 [68].

Ambas as condições atendem aos requisitos das normas. A condição TT apresenta limite de escoamento, limite de resistência e alongamento, cerca de 6%, 15% e 60% acima dos valores especificados pela AMS 4050, respectivamente. Em relação à norma ASTM-B398, os limites de resistência obtidos para as condições FR e TT superam em mais de 60% o valor especificado.

Não foi observado o efeito de Portevin Le-Chatelier caracterizado por escoamento serrilhado em nenhum dos corpos de prova ensaiados. Guerra [4] reportou esse efeito durante o ensaio de tração da barra extrudada (8,0 mm de diâmetro) e dos fios de 2,0 mm de diâmetro, o qual aparenta estar relacionado com a textura resultante da conformação mecânica e, também, com a taxa de deformação do ensaio de tração.

As superfícies de fratura para ambas as condições apresentam morfologia típica de fratura transgranular dúctil com presença de alvéolos, comumente chamados de *dimples*, conforme mostrado na Figura 5.20. Observa-se que os *dimples* da amostra tratada são maiores e mais profundos que os da condição recebida, o que é um indicativo de maior ductilidade e

tenacidade da primeira.

O mecanismo de fratura é controlado pela quantidade de partículas de segundas fases e pela estrutura dos grãos. A amostra recebida apresenta *dimples* menores indicando que houve maior nucleação de vazios, em parte devido a maior fração volumétrica de segundas fases não dissolvidas (partículas constituintes). Estas influenciaram a fratura do material reduzindo sua ductilidade. Durante o tratamento de solubilização grande parte dessas partículas foi dissolvida, o que se refletiu em menor nucleação de *dimples* no fio envelhecido, os quais conseqüentemente mostraram-se maiores na superfície de fratura.

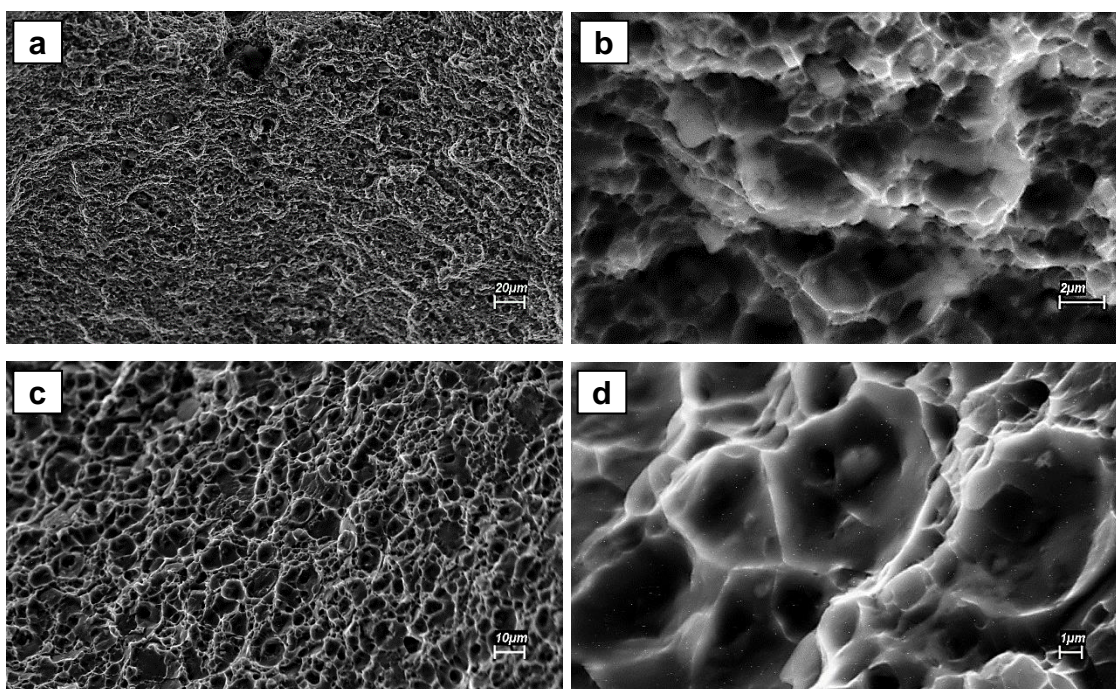


Figura 5.20 Micrografias das superfícies de fratura dos corpos de prova de tração a) e b) na condição FR; e c) e d) na condição TT; MEV-SE.

## 5.5 Ensaios de Fadiga

### 5.5.1 Método Escada

A seguir são apresentados os resultados do ensaio de fadiga para ambas as condições, FR e TT, pelo método escada. A finalidade deste ensaio foi investigar o comportamento em fadiga de alto ciclo do fio de liga

AA7050 reciclada a partir de cavacos de usinagem da indústria aeronáutica. O método escada foi utilizado para obter, com o uso de um número limitado de corpos de prova, o valor médio da resistência à fadiga correspondente a  $10^6$  ciclos. Assume-se que a resistência à fadiga é uma variável estatística. A literatura a respeito desse método mostra que amostragens tão pequenas quanto 5 a 10 amostras são suficientes para gerar estimativas confiáveis [78-80].

Foram ensaiados 10 corpos de prova para cada condição. Os dados gerados mostraram-se estatisticamente significativos para estimar a resistência à fadiga do fio. A Tabela 5.5 apresenta os dados dos ensaios dos corpos de prova na condição como recebido (FR). A tensão mínima foi mantida fixa em 100 MPa, desse modo, a coluna relativa à tensão representa a tensão máxima aplicada para cada um dos corpos de prova durante o ensaio com carregamento axial, amplitude constante e onda de carga senoidal tração-tração com frequência de 40 Hz.

Tabela 5.5 - Dados do ensaio de fadiga pelo método escada para os corpos de prova na condição FR (X – fratura; O – *run-out*).

Condição recebido - FR	Tensão máx.			X/O
	Nº CP	(MPa)	Nº ciclos	
	R1	240	117748	X
	R2	220	114924	X
	R3	180	663803	X
	R4	170	519854	X
	R5	160	1000000	O
	R6	170	1000000	O
	R7	180	572880	X
	R8	170	482666	X
	R9	160	950149	X
	R10	150	1000000	O

A Figura 5.21 apresenta a sequência de níveis de tensão dos ensaios dos corpos de prova do fio recebido (FR).

Tensão Si (MPa)	Sequência de corpos de prova ensaiados						
	1	2	3	4	5	6	7
240	X*						
220		X*					
180			X*		X		
170			X		O	X	
160				O			X
150							O
X fraturou							
O sobreviveu							
* não considerado							

Figura 5.21 Sequência de corpos de prova ensaiados na condição FR.

Os dados gerados ao final desse tipo de ensaio são compostos por falhas e *run-outs* em torno do valor de resistência à fadiga para  $10^6$  ciclos a ser estimado. A completa separação do CP em duas partes foi considerada como critério de falha.

O primeiro CP foi ensaiado a uma tensão máxima de 240MPa, a qual mostrou-se superestimada para uma vida de  $1 \times 10^6$  ciclos. Para esse nível de tensão o fio FR suportou aproximadamente  $1,2 \times 10^5$  ciclos antes de falhar. Entretanto, o ensaio pelo método escada envolve testar corpos de prova sequencialmente em carregamentos de amplitude constante buscando se aproximar do valor médio de resistência à fadiga. Dessa forma, os três primeiros níveis de tensão serviram como testes preliminares para esta aproximação. A partir do terceiro CP, ensaiado a 180 MPa e que atingiu cerca de 600.000 ciclos, o incremento de tensão foi fixado em 10 MPa.

A Figura 5.22 mostra o gráfico com os resultados considerados na análise estatística realizada por meio das equações do Apêndice A, conforme a norma ISO 12.107-2012 [70], baseada no método proposto por Dixon e Mood [78]. A estimativa da resistência à fadiga considerando uma probabilidade de falha de 50% para uma vida de  $10^6$  ciclos do material na condição como recebido foi de 165 MPa, com desvio padrão estimado de  $\pm 11,27$ .

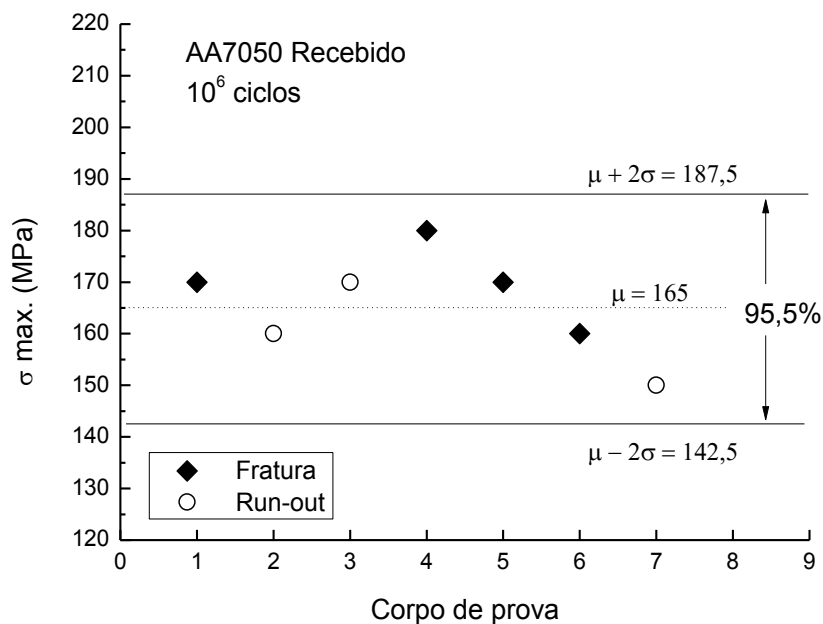


Figura 5.22 Gráfico do ensaio de estimativa da resistência à fadiga para 10<sup>6</sup> ciclos pelo método escada para o fio recebido (FR).

A dispersão dos dados obtidos é representada pela distribuição de valores de resistência à fadiga para 10<sup>6</sup> ciclos, a qual assume-se que segue uma distribuição normal ou gaussiana [70]. O intervalo de confiança de 95,5% foi obtido com base no desvio padrão estimado dos valores de resistência à fadiga. Devido às características do método e ao número limitado de corpos de prova, há uma inerente imprecisão no valor obtido para o desvio padrão. A vantagem do método escada é concentrar automaticamente os ensaios em torno do valor médio, reduzindo em 30-40% o número de corpos de prova necessários para fornecer um valor confiável [78]. E por esse mesmo motivo, o método não é adequado para fornecer informações precisas quanto à dispersão dos valores [79]. Todavia, no escopo do presente trabalho o interesse maior foi determinar o valor médio da resistência à fadiga do fio, sem maiores considerações acerca da dispersão dos valores.

A Tabela 5.6 apresenta os dados gerados para os corpos de prova na condição tratada. Nota-se que a maior parte dos corpos de prova tratados atingiu 1x10<sup>6</sup> ciclos, e aqueles que falharam atingiram pelo menos 6x10<sup>5</sup> ciclos. O CP T9 foi desconsiderado pois escorregou da agarra durante o ensaio.

Tabela 5.6 - Dados do ensaio de fadiga pelo método escada para os corpos de prova na condição TT (X – fratura; O – *run-out*).

Condição tratado (TT)	Tensão máx.			
	Nº CP	(MPa)	Nº ciclos	X/O
	T1	170	1000000	O
	T2	180	1000000	O
	T3	200	610678	X
	T4	190	1000000	O
	T5	200	1000000	O
	T6	210	734.239	X
	T7	200	896.548	X
	T8	190	1000000	O
	T9	200	-	-
	T10	200	1000000	O

A Figura 5.23 apresenta a sequência de níveis de tensão nos quais foram ensaiados os corpos de prova do fio tratado (TT).

Tensão Si (MPa)	Sequência de corpos de prova ensaiados						
	1	2	3	4	5	6	7
210				X			
200	X		O		X		O
190		O				O	
180	O*						
170	O*						

X fraturou  
O sobreviveu  
\* não considerado

Figura 5.23 Sequência de corpos de prova ensaiados na condição TT.

A Figura 5.24 mostra o gráfico com os resultados considerados na análise estatística dos dados. A estimativa do limite de fadiga P(50) para  $10^6$  ciclos do material na condição tratada foi de 198,3 MPa, com desvio padrão de  $\pm 4,07$ . Também foram realizados os cálculos para a estimativa de limites inferiores de resistência à fadiga, para uma probabilidade de falha de 10%, 1% e 0,1%, com nível de confiança  $(1 - \alpha)$  de 95%. Os valores encontrados foram 187, 179 e 173 MPa respectivamente. O desvio padrão estimado pelo método

escada foi corrigido pelo fator de correção linear proposto por Svensson-Lorén [79]. O valor do desvio padrão corrigido foi de  $\pm 7,12$ . A correção de Svensson-Lorén é função da amostragem, e tem o efeito de aumentar o desvio padrão estimado pela análise do método escada. Essa correção se fez necessária para atender a uma condição de aplicação do método, a qual exige que o valor do incremento de tensão esteja entre 0,5 e 2,0 vezes o valor do desvio padrão.

A dispersão estimada dos dados na condição tratada foi menor que a da condição recebida, com 95,5% desses dados dentro de  $\pm 14,3$  MPa em torno da média para uma distribuição normal. A menor dispersão também pode ser evidenciada pelo fato de que mesmo os corpos de prova tratados (TT) que falharam, suportaram uma maior vida em fadiga quando comparados com os da condição recebida (FR).

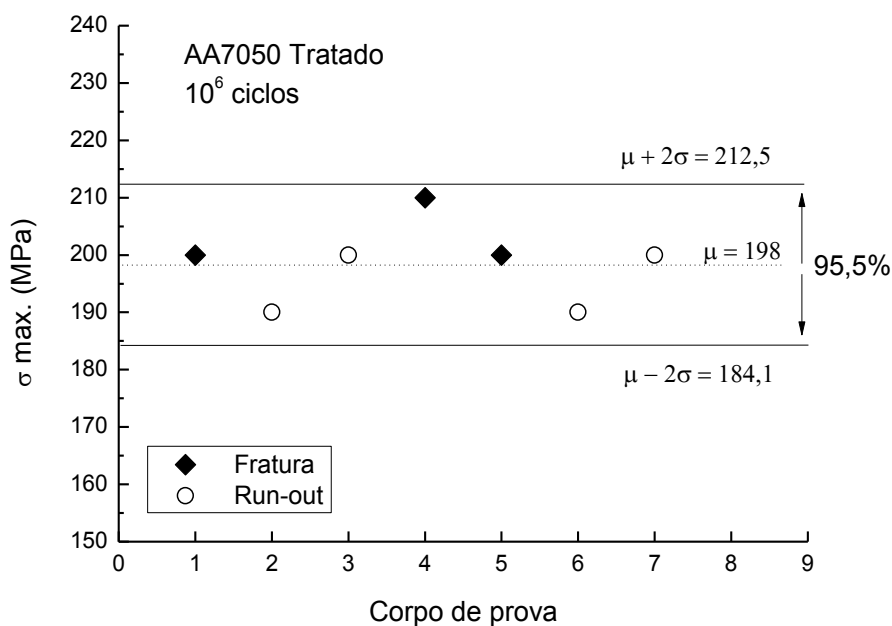


Figura 5.24 Gráfico do ensaio de estimativa da resistência à fadiga para  $10^6$  ciclos pelo método escada para o fio tratado (TT).

A Tabela 5.7 mostra os resultados do método escada para ambas as condições. A condição tratada apresentou resistência à fadiga 20% superior. O coeficiente de variação, que é a razão entre o desvio padrão e o valor médio, foi de 6,8% e 3,6% para as condições recebida e tratada, respectivamente.



Tabela 5.7 - Resultados do método escada para  $10^6$  ciclos.

Corpo de prova	Recebido (FR)		Tratado (TT)	
	$\sigma$ (MPa)	Ciclos	$\sigma$ (MPa)	Ciclos
1	170	$5,2 \times 10^5$	200	$6,1 \times 10^5$
2	160	$1,0 \times 10^6$	190	$1,0 \times 10^6$
3	170	$1,0 \times 10^6$	200	$1,0 \times 10^6$
4	180	$5,8 \times 10^5$	210	$7,3 \times 10^5$
5	170	$4,8 \times 10^5$	200	$9,0 \times 10^5$
6	160	$9,5 \times 10^5$	190	$1,0 \times 10^6$
7	150	$1,0 \times 10^6$	200	$1,0 \times 10^6$
<b>Resistência à fadiga (MPa)</b>	<b>165</b>		<b>198</b>	

### 5.5.2 Ensaio simulado do carregamento de cabos em serviço

A Tabela 5.8 mostra os resultados obtidos para a vida em fadiga dos fios ensaiados em tração alternada com tensão mínima de 100 MPa e máxima de 150 MPa, condições estas que compreendem as tensões cíclicas a que estão sujeitos os fios que compõem os cabos condutores comuns. Inicialmente, foram ensaiados 01 corpo de prova para cada condição e o critério de parada do ensaio, ou “run-out”, foi estabelecido em  $5 \times 10^6$  ciclos. Ao final do ensaio, os dois corpos de prova atingiram o critério de parada sem indicativo de falha. Em seguida, os corpos de prova foram submetidos a mais  $10^7$  ciclos para que fosse possível ter uma noção da ordem de grandeza do número de ciclos necessários para provocar uma falha no fio submetido ao nível de tensão proposto. Novamente os corpos de prova suportaram o número de ciclos estabelecidos. Devido à inviabilidade de prolongar ainda mais o uso do equipamento de fadiga, o ensaio foi encerrado.

Tabela 5.8 - Resultado dos ensaios de fadiga em tração alternada (100-150 MPa) para as condições FR e TT.

Condição	CP	Ciclos
FR	1	15.000.000*
TT	2	15.000.000*

\* Corpo de prova inicialmente ensaiado até 5.000.000 ciclos e submetido posteriormente a mais 10.000.000 ciclos.

As Figuras 5.25 e 5.26 apresentam os resultados gerados por ambos os ensaios de fadiga propostos para as condições FR e TT, respectivamente, visualizados em um diagrama S-N.

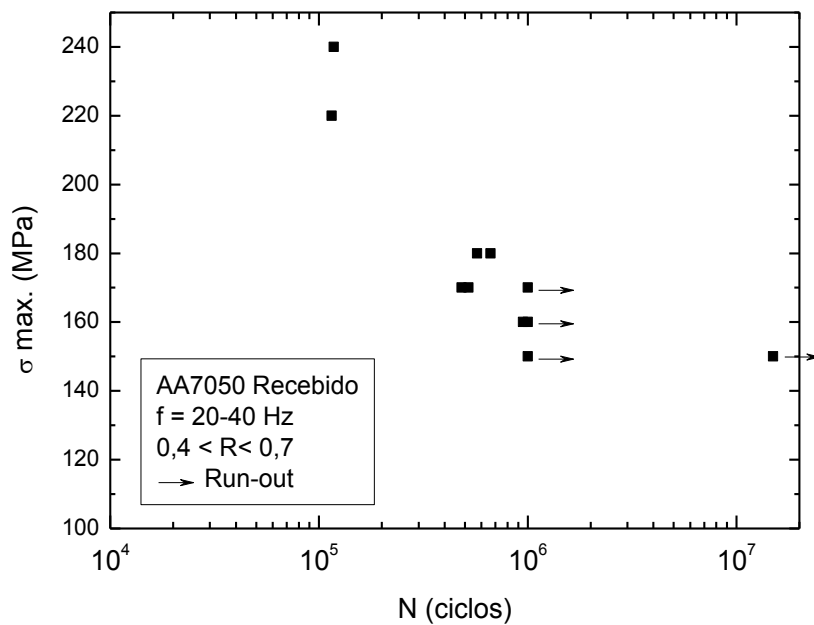


Figura 5.25 Visualização em um diagrama S x N dos resultados gerados após a realização de ambos os ensaios de fadiga para o fio recebido (FR).

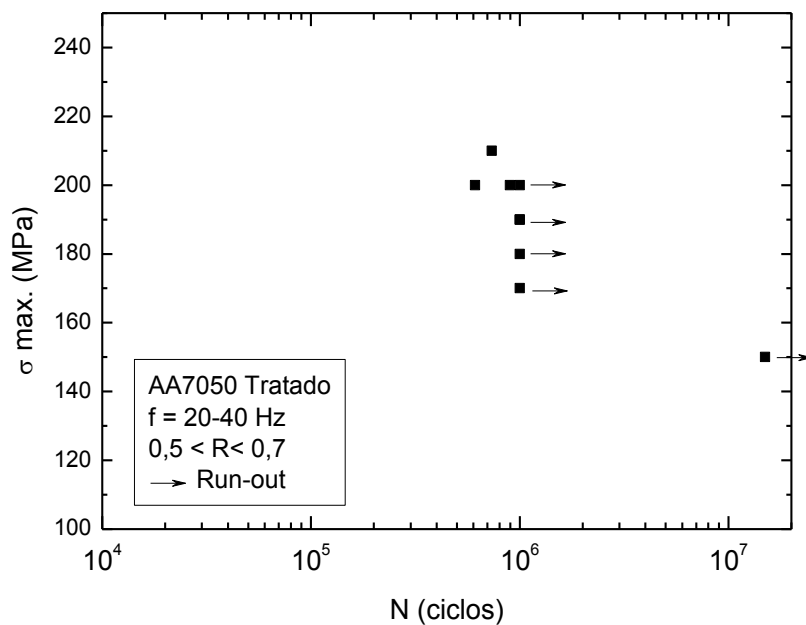


Figura 5.26 Visualização em um diagrama S x N dos resultados gerados após a realização dos ensaios de fadiga para o fio tratado (TT).

Os resultados obtidos revelaram a considerável capacidade de resistência à fadiga do fio em ambas as condições estudadas (FR e TT) no ciclo de tensão de serviço, ainda que sob o efeito deletério do acabamento superficial tal como forjado e das condições de carregamento relativamente severas (uniaxial tração-tração / tensão média trativa). Neste ponto, é válido destacar que a resistência à fadiga para carregamento uniaxial pode variar entre 0,75 e 0,9 do valor obtido para carregamento em flexão [30].

### 5.6 Análise da condição superficial do fio

A análise da superfície do fio revelou a presença de defeitos advindos do processo de conformação. Na micrografia da Figura 5.27 é possível observar sulcos e riscos orientados predominantemente na direção longitudinal do fio.

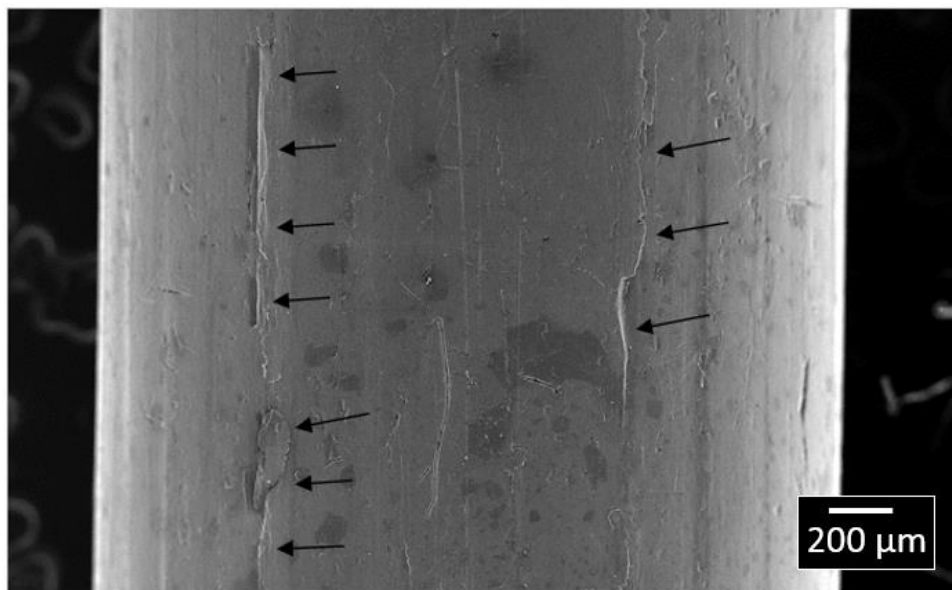


Figura 5.27 Micrografia de MEV em sinal SE mostrando os defeitos superficiais do fio FR; notam-se sulcos e riscos na direção longitudinal.

Com a finalidade de determinar a profundidade e extensão desses defeitos, foram realizadas análises de MO das seções longitudinais e transversais do fio, as quais são apresentadas nas Figura 5.28-a e 5.28-b, respectivamente. As imagens sugerem que os defeitos longitudinais, indicados pelas setas na Figura 5.27, são descontinuidades geradas pela

dobra de superfícies ocorrida durante o forjamento rotativo a frio. A profundidade desses defeitos varia de 20 a 60  $\mu\text{m}$ , com extensão ao longo do fio da ordem de milímetros. Dessa forma, não haveria utilidade em se avaliar a rugosidade superficial do fio, uma vez que esta análise não traria informações relevantes quanto a profundidade dos defeitos.

O ataque não uniforme, conforme mostrado na micrografia de MO da Figura 5.29, revelou uma região superficial com aproximadamente 300  $\mu\text{m}$  de profundidade na qual o ataque não foi tão eficiente, o que sugere a existência de orientação preferencial dos grãos (textura cristalográfica) nessa camada. Tal ocorrência só foi observada em amostras do fio na condição tal como recebido após o forjamento rotativo (FR), não sendo observada portanto nas amostras submetidas ao tratamento térmico (TT).

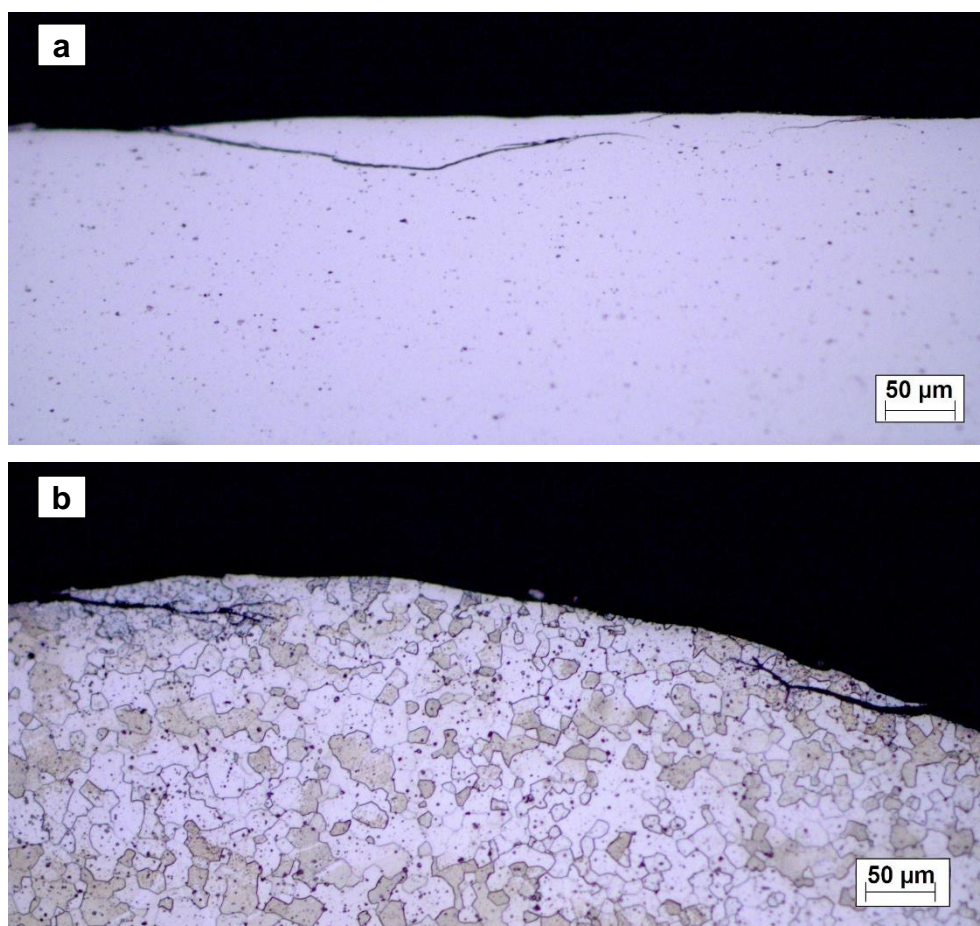


Figura 5.28 Micrografia de MO mostrando a extensão dos defeitos de superfície do fio nas seções a) longitudinal (FR) e b) transversal (TT); Keller; 200x. O perfil dos defeitos indica discontinuidades geradas pela dobra de superfícies ocorrida durante o forjamento rotativo a frio.

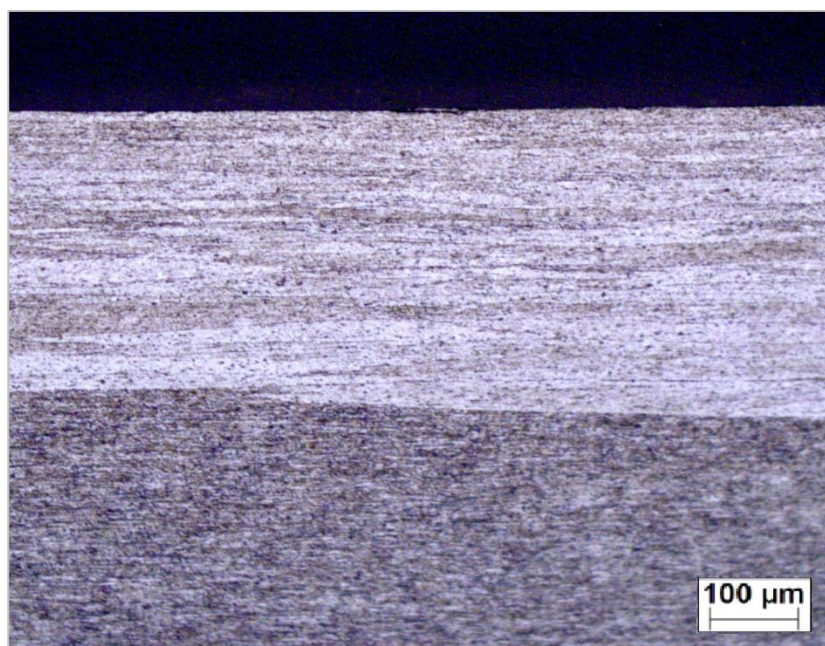


Figura 5.29 Micrografia de MO mostrando o ataque não uniforme de uma camada superficial com profundidade média de 300  $\mu\text{m}$  na seção longitudinal de uma amostra do fio recebido (FR); Keller; 200x.

### 5.7 Análise das fraturas de fadiga

As superfícies de fratura dos CPs que falharam durante o ensaio de fadiga foram investigadas por MO e MEV. O objetivo dessas análises foi determinar a origem da trinca, o modo predominante de fratura, e os mecanismos microestruturais de fratura desses corpos de prova. Adicionalmente, procurou-se entender e relacionar o efeito da microestrutura na resistência à fadiga do fio por meio das diferenças observadas nos aspectos de fratura das condições estudadas (FR e TT).

A Figura 5.30 apresenta imagens obtidas por microscopia estereoscópica do topo da superfície de fratura de CPs representativos das condições FR (Figura 5.30-a) e TT (Figura 5.30-b). As setas brancas indicam o local de início da trinca; as setas pretas indicam a direção de crescimento da trinca; e a linha pontilhada delimita a região de propagação estável da trinca, a partir da qual observam-se evidências de crescimento rápido e fratura final.

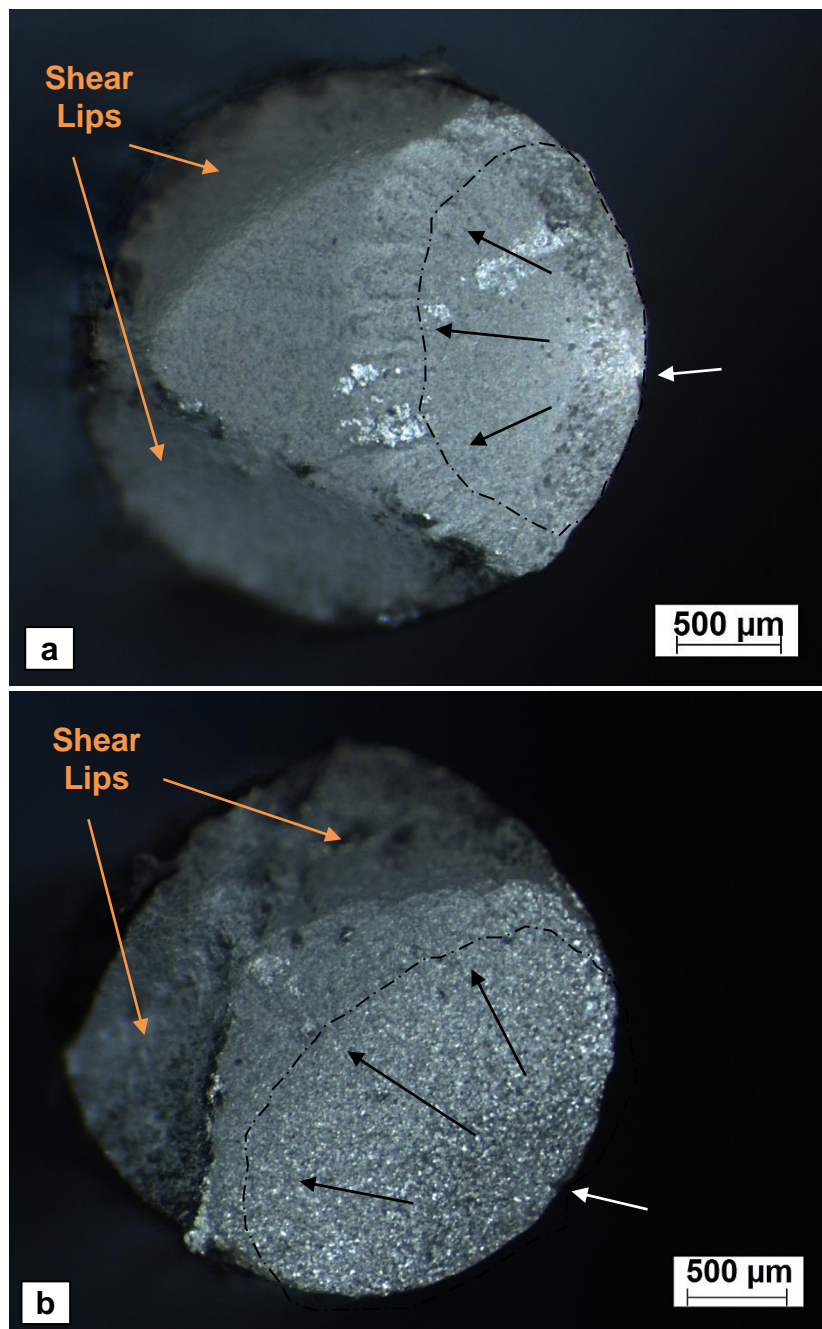


Figura 5.30 Micrografias de microscopia estereoscópica mostrando as superfícies de fratura de CPs ensaiados em fadiga; a) condição FR (CP R7: 180 MPa, 572.880 ciclos); b) condição TT (CP T3: 200 MPa, 610.678 ciclos). As setas brancas indicam o local de início da trinca; as setas pretas indicam a direção de crescimento da trinca; e a linha pontilhada delimita a região de propagação estável da trinca, a partir do qual observam-se evidências de crescimento rápido e fratura final.

Observa-se para ambas as condições uma fratura em forma de leque (*fan-shaped*), na qual uma única trinca circunferencial, nucleada a partir de

um defeito superficial, cresce de maneira estável assumindo geometria semicircular no plano de máxima tensão trativa, até provocar uma falha por sobrecarga em tração devido à redução da seção transversal do fio. O número de núcleos de trinca visíveis depende do carregamento de fadiga, e a existência de um único núcleo é comum quando se ensaia um material a baixas tensões, ou próximo de seu limite de fadiga [81].

As superfícies de fratura mostradas revelam diferentes áreas de fratura, as quais aparecem em diferentes tons de cinza, e algumas delas em planos distintos. Estas áreas podem ser divididas em áreas de fadiga e áreas de fratura final. A área delimitada pela linha tracejada representa a região de crescimento estável da trinca nucleada no defeito. Esta área engloba os estágios I e II de propagação de trinca. Nos CPs da condição recebida (FR) as marcas de “*chevron*” indicam o término do crescimento estável de trinca e início da propagação rápida que precede a fratura final [82]. Essa região de propagação instável, ou estágio III de propagação de trinca parece se estender inicialmente no plano perpendicular à direção de máxima tensão trativa e, em seguida, a sobrecarga resultante da drástica redução de seção provoca a fratura final por cisalhamento nos planos de máxima tensão cisalhante, resultando na formação de “*shear lips*” a 45°, conforme indicado na Figura 5.30.

Alguns aspectos quantitativos da geometria das trincas observadas em CPs fraturados nos ensaios de fadiga são apresentados na Tabela 5.9. Os valores de comprimento e área mostrados foram medidos a partir de imagens de MO e MEV com vista normal ao plano principal de propagação de trinca. Esses valores não levam em consideração a rugosidade da superfície de fratura, mas sim a projeção dessas dimensões numa superfície plana.

O tamanho médio dos defeitos superficiais que originaram as trincas de fadiga ( $a_0$ ) foi de aproximadamente 60  $\mu\text{m}$ . A extensão da trinca em propagação estável ( $a_e$ ) em direção ao centro do CP foi 30% maior na condição tratada (TT), o que se refletiu numa maior razão  $A_e/A_s$ , indicando uma maior tenacidade do fio nessa condição. A trinca nucleada no fio



tratado cresceu ocupando 39% da área de seção transversal antes de se tornar instável, contra 28% na condição FR. A delimitação das regiões de crescimento estável e crescimento instável da trinca foi feita com base em aspectos microscópicos indicativos dessa transição, como será mostrado nas análises de MEV.

Tabela 5.9 - Medidas de tamanho do defeito inicial ( $a_0$ ), profundidade da trinca em crescimento estável ( $a_e$ ), razão de aspecto ( $a/c$ ), área de crescimento estável ( $A_e$ ) e razão entre a área de crescimento estável e a área de seção transversal do fio ( $A_e/A_s$ ).

CP	$a_0$ ( $\mu\text{m}$ )	$a_e$ ( $\mu\text{m}$ )	$a/c$	$A_e$ ( $\text{mm}^2$ )	$A_e/A_s$
<b>R7</b>	55	1000	0,80	1,470	0,26
<b>R9</b>	65	1010	0,81	1,852	0,30
<b>T3</b>	62	1250	1,01	2,287	0,37
<b>T6</b>	53	1360	1,09	2,235	0,41
<b>Recebida</b>	60	1005	0,81	1,661	0,28
$\pm$	7	7	0,01	0,270	0,03
<b>Tratada</b>	58	1305	1,05	2,261	0,39
$\pm$	6	78	0,06	0,037	0,02

A razão de aspecto da trinca  $a/c$ , que é a razão entre a profundidade da trinca (no ponto mais profundo da frente da trinca estável) e a metade do comprimento da trinca circunferencial na superfície, descreve de maneira quantitativa o formato de uma trinca semicircular ou semielíptica [81,83]. A razão de aspecto encontrada para as condições FR e TT foi de cerca de 0,8 e 1,0, respectivamente. A literatura relata que, para carregamento puramente trativo, a razão  $a/c$  tende a 0,85 após suficiente crescimento da trinca [81]. No entanto, tensões residuais, tensão média e razão de tensão são fatores que podem influenciar o formato da trinca. A presença de textura também pode influenciar o formato da superfície da trinca durante a propagação, especialmente em ligas de alumínio extrudadas [81], podendo ser mais rasa ( $<a/c$ ) ou mais profunda ( $>a/c$ ), dependendo da relativa

resistência ao avanço da trinca na direção da superfície em comparação com a da direção da profundidade. O que pode justificar as diferenças entre as duas condições.

O perfil mais agudo da região de propagação instável, especialmente na condição FR, parece indicar que as regiões próximas à superfície apresentam maior resistência à propagação de trinca. Esse fenômeno pode estar associado à presença de textura nessa área, conforme sugerido na Figura 5.29. Nota-se também, na Figura 5.30-a, que o aspecto da superfície de fratura é distinto nas proximidades da superfície, até cerca de 300  $\mu\text{m}$  de profundidade, de maneira análoga ao observado na Figura 5.29.

A Figura 5.31 mostra detalhes da região de iniciação e propagação da trinca em um CP da condição FR. Nota-se a iniciação da trinca a partir da ponta de um defeito superficial com aspecto de dobra de material no forjamento. As marcas que irradiam do defeito indicam a direção do crescimento da frente da trinca. Este se dá praticamente como um processo regular contínuo, e a frente da trinca pode ser aproximada para uma linha contínua simples com geometria semicircular [81]. No início de propagação de trinca a velocidade de crescimento é lenta (Figura 5.31-b). Conforme a trinca se torna maior, a propagação para o interior do corpo de prova é mais pronunciada. Como a área efetiva de seção transversal diminui com o crescimento da trinca, a tensão efetiva na ponta da trinca aumenta, levando a uma maior taxa de propagação. Isso é combinado com uma maior deformação plástica como pode ser visto pelo aumento da rugosidade da superfície de fratura (Figura 5.31-c).

De modo geral, a superfície de fratura da condição FR revelou uma fratura predominantemente dúctil. Para um metal com elevada densidade de discordâncias, como é o caso da condição FR, a deformação cíclica na ponta da trinca promove um rearranjo da estrutura de discordâncias numa configuração na qual a resistência à deformação é menor, promovendo maior mobilidade de discordâncias, as quais são capazes de contornar barreiras microestruturais, como precipitados e contornos de grão [84].

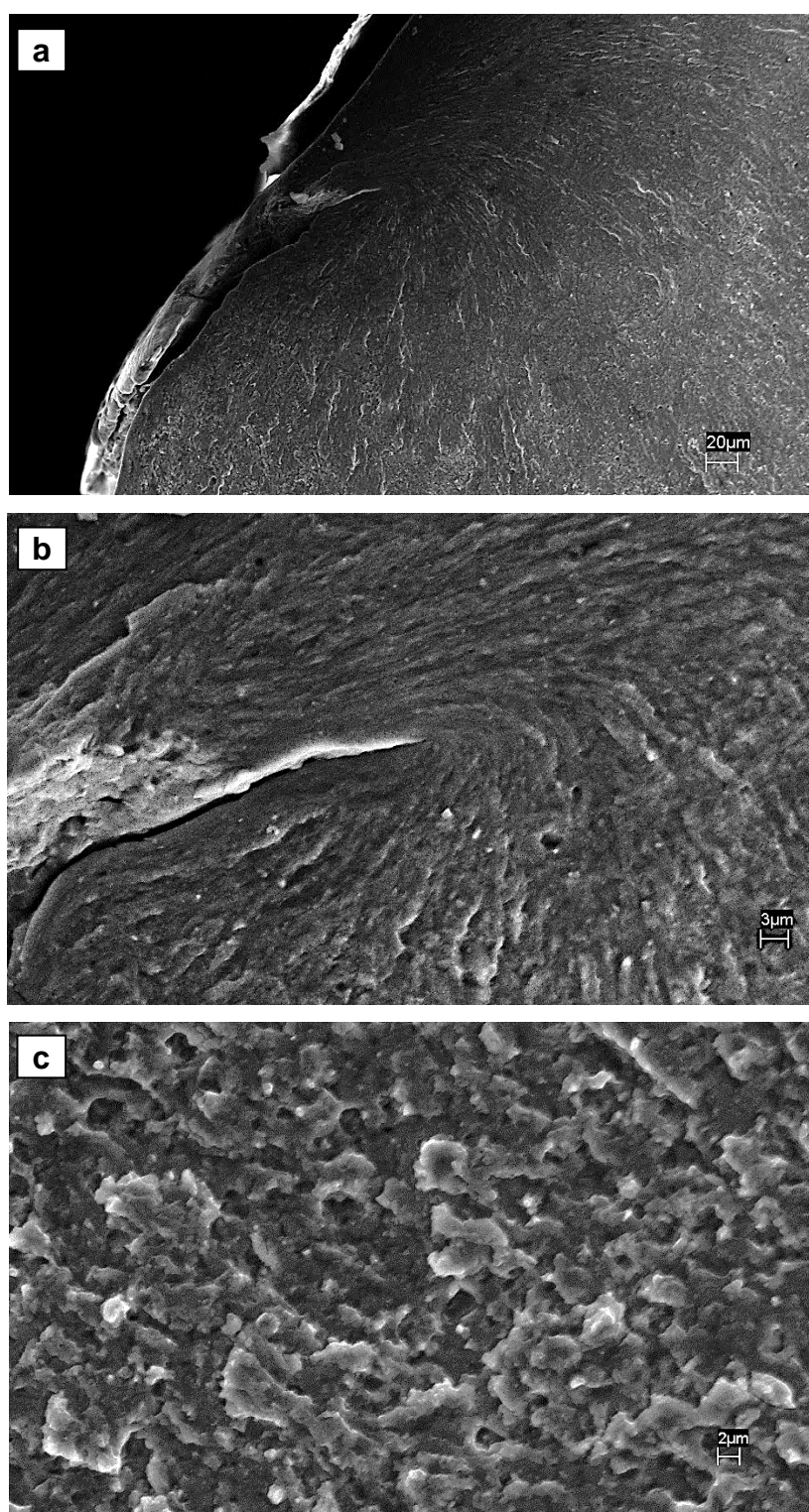


Figura 5.31 Micrografias de MEV (SE) mostrando regiões específicas da superfícies de fratura de um CP na condição FR (R7: 180 MPa, 572.880 ciclos); a) região de iniciação da trinca em defeito de forjamento; b) início do crescimento da trinca; c) região de propagação estável da trinca.

Não foram observadas estrias na superfície de fratura dos CPs da condição FR. A elevada razão área interfacial / volume de uma microestrutura refinada resulta em menores distâncias de escorregamento planar. Dessa forma, a formação de estrias em materiais com grãos finos torna-se mais difícil, e quando presentes são rasas e com espaçamento não uniforme [85].

A Figura 5.32 mostra detalhes da região de iniciação e crescimento inicial da trinca em um CP na condição TT. Nota-se a iniciação da trinca a partir da ponta de um defeito superficial com aspecto de dobra de material ocorrida no forjamento, assim como observado nos demais CPs fraturados.

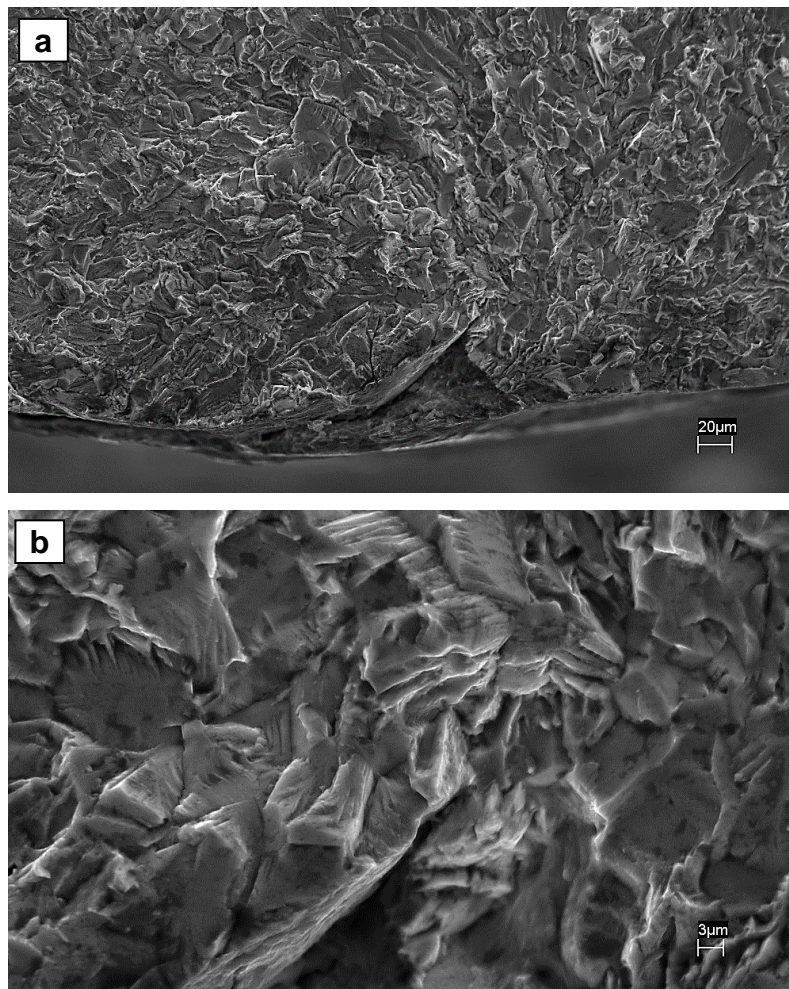


Figura 5.32 Micrografias de MEV (SE) mostrando regiões específicas das superfícies de fratura de um CP na condição TT (CP T3: 200 MPa, 610.678 ciclos); a) região de iniciação da trinca em defeito de forjamento; b) início do crescimento da trinca na ponta do defeito.

A iniciação da trinca a partir de um defeito ou entalhe ocorre devido à localização da deformação em bandas de deslizamento que emanam do defeito [81]. Na Figura 5.32-b observa-se a presença de regiões facetadas com formato e tamanho similar ao dos grãos do material nessa condição (9 $\mu$ m). Nota-se também que parece haver influência dos contornos de grão na propagação inicial da trinca. Os contornos de grão atuam como barreiras à propagação da trinca ao favorecerem sua deflexão. A trinca cresce no plano mais favoravelmente orientado de cada grão, sofrendo deflexão no contorno. Esse fenômeno é mais acentuado no estágio I de crescimento de trinca, estágio no qual o efeito da microestrutura é maior. Portanto, o refino de grão pode estar relacionado com uma maior vida em fadiga no regime de baixa tensão e alto ciclo em ligas 7XXX [24,39]. No estágio I a região de crescimento de trinca se estende por apenas alguns poucos diâmetros de grãos do material [81,84-85].

Como o crescimento inicial da trinca depende da plasticidade cíclica, barreiras ao escorregamento podem implicar em um limiar de crescimento de trinca. A taxa de crescimento diminui quando a ponta da trinca se aproxima do contorno de grão. Depois de atravessar alguns diâmetros de grão, a trinca continua a crescer com taxa cada vez maior (estágio II), e a microestrutura passam a ter pouca influência no crescimento [81]. A Figura 5.33 apresenta micrografias da região de propagação estável da trinca, que está relacionada com maiores taxas de crescimento e apresenta elementos de fratura dúctil, e algumas estrias de fadiga, indicadas na Figura 5.33-a. Nota-se que a trinca se propagou de maneira transgranular, assumindo direção normal a máxima tensão tratativa. A topografia da fratura é do tipo dente de serra (*sawtooth*), a qual é favorecida por baixas tensões compressivas na ponta da trinca [82].

Trincas secundárias são visíveis na Figura 5.33-b, indicando tendência à ramificação da trinca. A ramificação reduz a concentração de tensão na frente de trinca, retardando a propagação e aumentando o caminho da trinca. A trinca de fadiga com pronunciada morfologia tortuosa e ramificação está associada com maior tolerância ao dano [86].

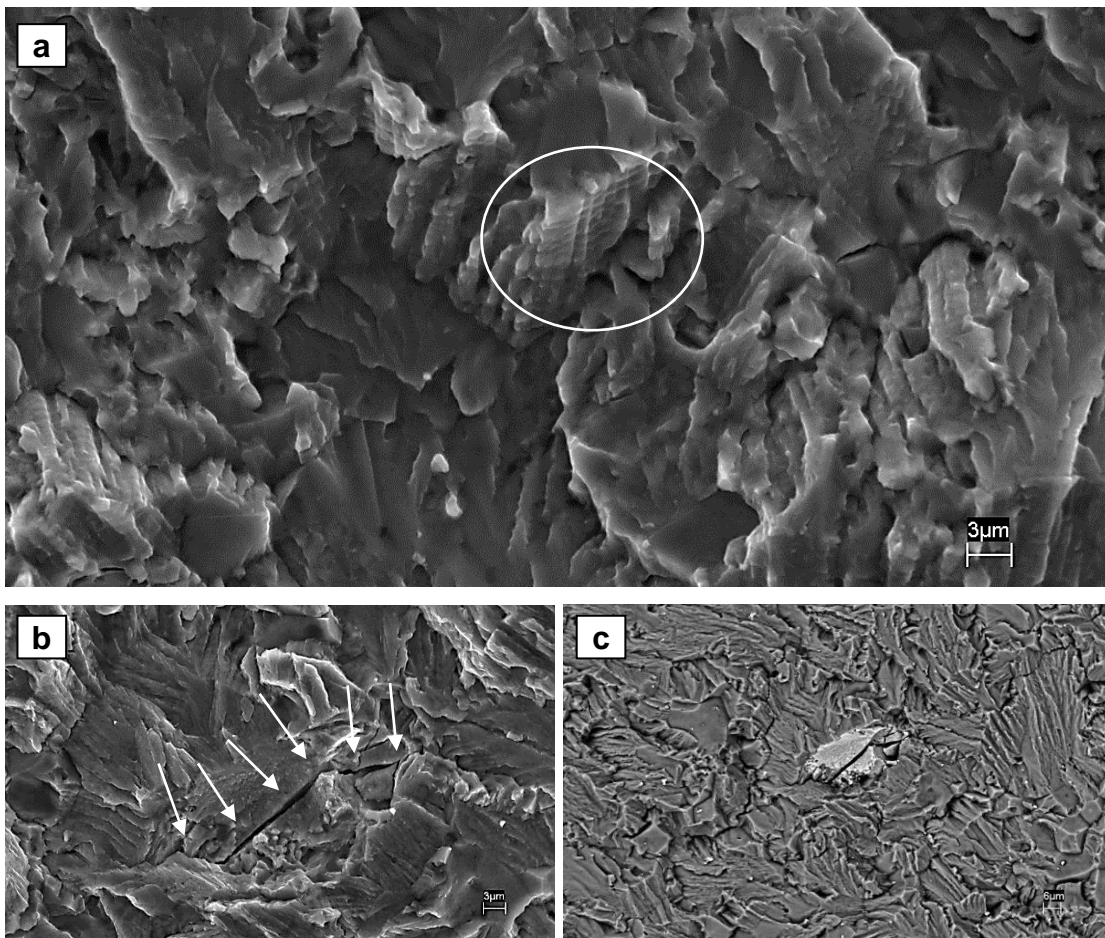


Figura 5.33 Micrografias de MEV (SE) mostrando a região de crescimento estável da trinca de fadiga na superfícies de fratura de um CP na condição TT (CP T3: 200 MPa, 610.678 ciclos); a) região de propagação estável de trinca com presença de estrias; b) presença de trincas secundárias indicando ramificação de trinca; c) MEV-BSE mostrando partículas constituintes no caminho da trinca.

A micrografia em sinal retroespalhado (BSE) apresentada na Figura 5.33-c mostra uma partícula constituinte do tipo  $Al_7Cu_2Fe$  com diâmetro médio de cerca de  $25\ \mu m$  e algumas partículas menores ( $<1\ \mu m$ ) no caminho da trinca. A partícula maior encontra-se fraturada, no entanto, não há indício de que estas partículas influenciem o comportamento da trinca durante a propagação de modo geral. No regime de fadiga de alto ciclo, o avanço da frente de trinca resultante da clivagem deste tipo de partícula tem efeito apenas pontual na taxa de propagação, pois a zona plástica na ponta da trinca é relativamente pequena [81].

A Figura 5.34 mostra a fase terminal de propagação de trinca de fadiga (estágio III), na qual a formação de estrias é progressivamente substituída por aspectos de fratura estática. A taxa de crescimento da trinca aumenta, o que é evidenciado pelo aumento do espaçamento entre as estrias, até que a trinca se torne instável e o fio falhe de maneira repentina [82]. A largura das estrias aumenta com o fator de intensidade de tensão  $\Delta K$  [81].

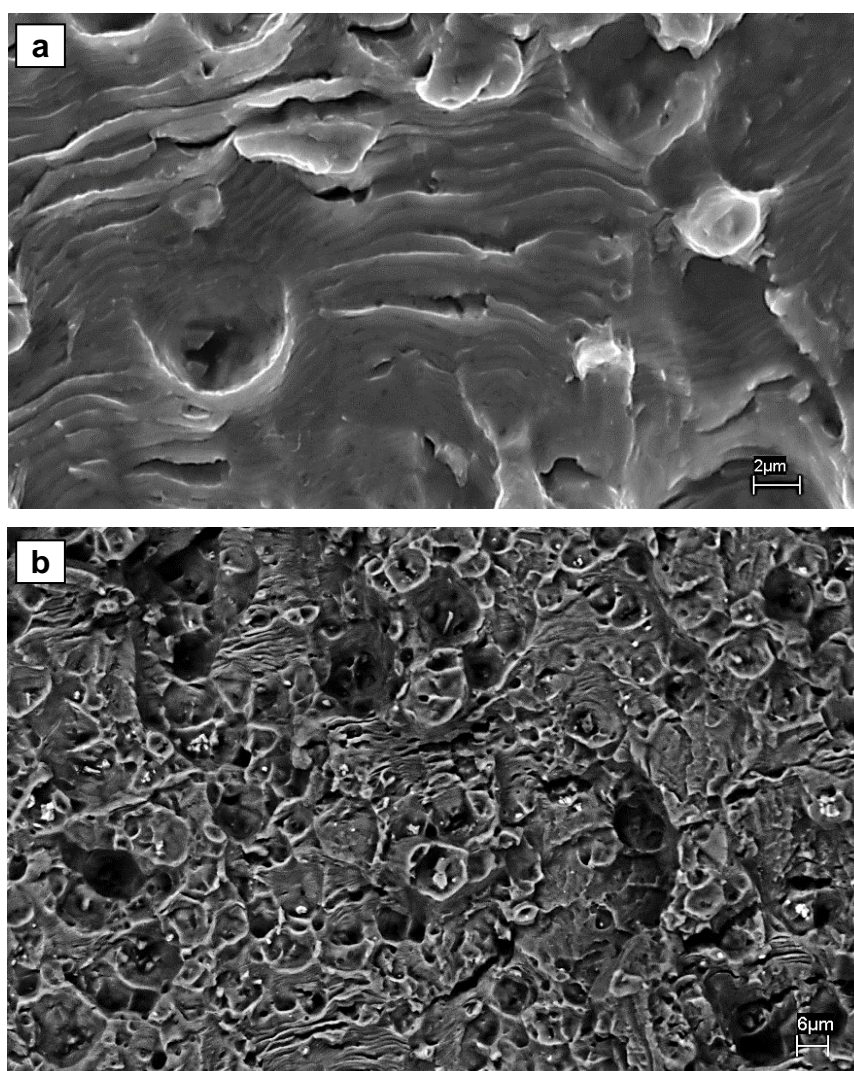


Figura 5.34 Micrografias de MEV mostrando a fase terminal de propagação de trinca de fadiga (estágio III) de superfícies de fratura de fios da condição TT; a) MEV-SE de região na qual há transição de crescimento estável para crescimento rápido da trinca; b) MEV-BSE indicando nucleação de vazios em partículas constituintes.

A Figura 5.34-b mostra uma alternância entre regiões com estrias e

regiões com *dimples* nucleados em partículas constituintes. Nessa etapa de transição para propagação instável de trinca, o aumento da tensão e o conseqüente aumento da zona plástica na ponta da trinca, provocam clivagem ou perda de coesão com a matriz de partículas constituintes que estão a uma distância significativa da frente de trinca, gerando vazios que fazem a frente de trinca avançar rapidamente [81].

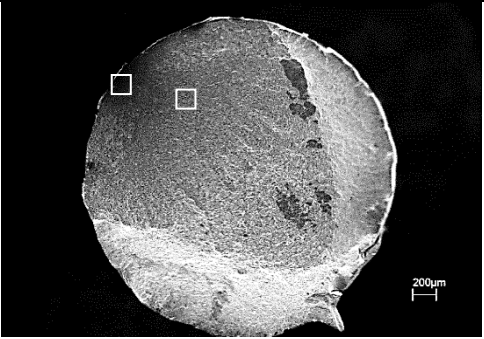
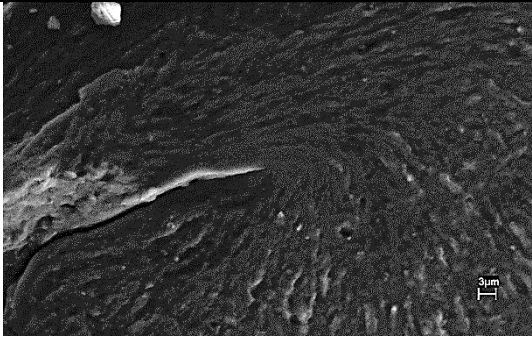
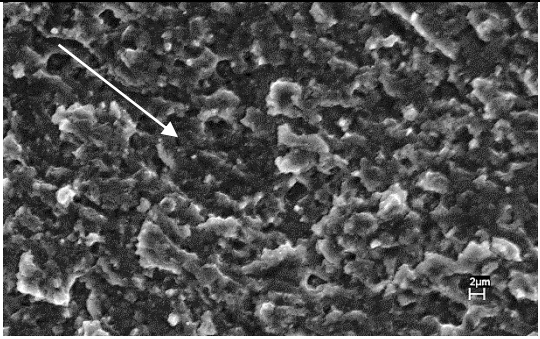
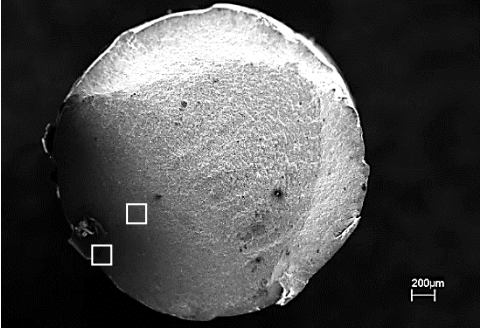
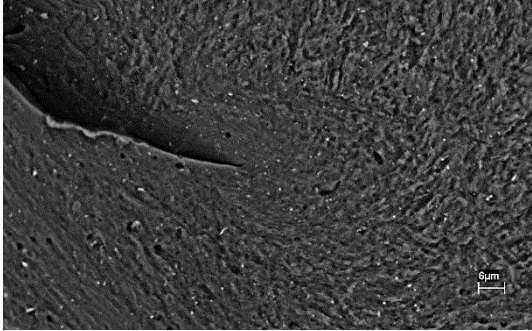
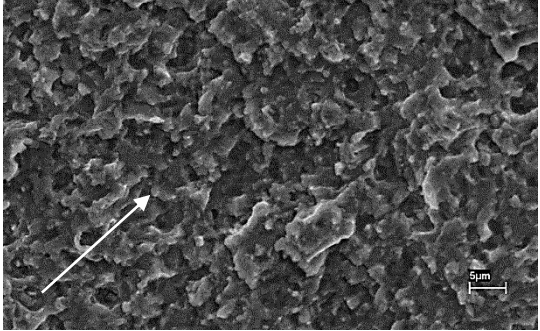
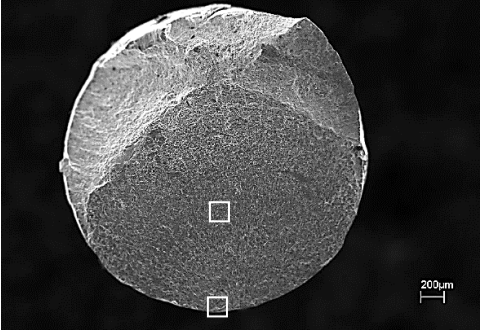
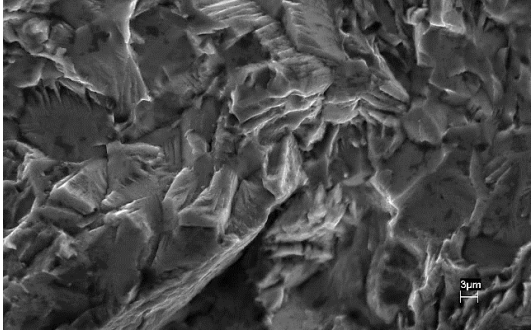
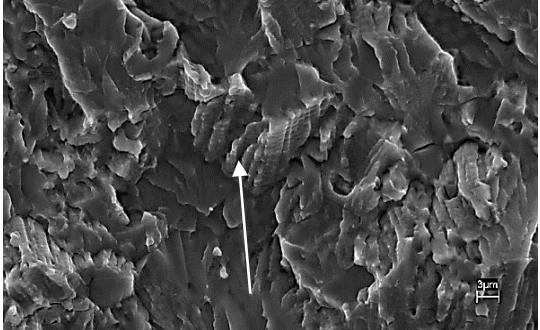
As regiões de fratura final apresentaram morfologia típica de sobrecarga em tração, com fratura transgranular dúctil caracterizada pela presença de alvéolos. Estes últimos, assim como nos CPs fraturados no ensaio de tração, mostraram-se menores para a condição FR. O tamanho e a densidade de alvéolos geralmente está relacionada ao espaçamento entre intermetálicos grosseiros onde eles nucleiam.

A Tabela 5.10 apresenta um quadro comparativo das superfícies de fratura de ambas as condições, com a finalidade de facilitar a visualização das diferenças relatadas acima. Conforme descrito anteriormente, todas as falhas tiveram origem em defeitos superficiais advindos do forjamento rotativo. As setas brancas indicam a direção de propagação da trinca.

A relação entre a microestrutura e o comportamento de deformação plástica cíclica é complexa, especialmente para as ligas de alumínio comerciais de alta resistência [81]. Em materiais policristalinos a concentração de deformação é afetada pela relação entre o tamanho médio de grão e o tamanho da zona plástica cíclica na ponta da trinca. Se o grão é consideravelmente maior que a zona plástica, é possível que haja um extenso e localizado escorregamento em bandas para o subsequente avanço da trinca. A trinca cresce no plano mais favoravelmente orientado de cada grão. Como os grãos tem diferentes orientações, a aparência macroscópica da trinca será tortuosa (zig-zag), como a observada na condição TT. Quando a zona plástica é maior ou da mesma ordem do tamanho de grão, essa tendência é suprimida e o crescimento de trinca é quase planar [81], como é o caso da condição FR, na qual a propagação de trinca é facilitada pelo amolecimento cíclico.



Tabela 5.10 - Quadro comparativo de micrografias das superfícies de fratura de fadiga; MEV-SE.

CP	Geral (80x)	Iniciação (4kx)	Propagação (estágio II) (5kx)
R7			
R9			
T3			

### 5.8 Considerações e estimativas quanto à tenacidade do fio

O valor de  $K_{IC}$  do fio nas condições FR e TT foi estimado utilizando-se o modelo de Bo e Zuhan (conforme mostrado no Apêndice B), o qual, segundo Dixit et al. [23], é o modelo que melhor representa os valores experimentais obtidos para as ligas 7050 e 7055. Este modelo incorpora a influência da ductilidade do material a partir da redução de área no ensaio de tração; e também inclui o efeito das partículas constituintes na tenacidade à fratura. A Tabela 5.11 apresenta os valores estimados de  $K_{IC}$  do fio nas condições avaliadas.

Tabela 5.11 - Valores estimados de  $K_{IC}$  do fio utilizando o modelo de Bo e Zuhan com base nos dados dos ensaios de tração.

Condição	$K_{IC}$ (MPa $\sqrt{m}$ )
FR	20,2
TT	26,9

Os valores de  $K_{IC}$  podem ser bastante sensíveis às condições metalúrgicas do material, tais como orientação dos grãos e microestrutura. O caminho da trinca durante a fratura é geralmente controlado pela microestrutura, que envolve segundas fases, precipitados, tamanho de grão, e textura devido à conformação mecânica [84]. Um material com maior tenacidade à fratura apresenta maior resistência residual para um determinado tamanho de trinca ou descontinuidade, ou pode tolerar trincas maiores sob uma determinada tensão. O valor médio de  $K_{IC}$  varia entre 20 e 27 MPa $\sqrt{m}$  para as ligas de alumínio de alta resistência [88].

Os conceitos de LEFM também foram usados para entender as implicações das descontinuidades superficiais do fio na nucleação e propagação de trincas de fadiga iniciadas nestes locais. O valor de  $\Delta K_{th}$  para ligas de alumínio geralmente é inferior a 4 MPa $\sqrt{m}$  [84]. Os valores de  $\Delta K_{th}$  encontrados na literatura para as ligas de alumínio de alta resistência encontram-se na faixa entre 1,0 e 3,5 MPa $\sqrt{m}$  [35,81,86,88], com valor médio de 2,5 MPa $\sqrt{m}$  [88].

Considerando o fio de seção cilíndrica sob carregamento uniaxial de tração, com trinca com razão  $a/D$  de 0,35 e razão de aspecto  $a/c$  de 0,8 e 1,0, para as condições FR e TT, respectivamente, o fator geométrico  $f(a/D;a/c)$  calculado pelas equações propostas por Newman e Raju foi de 1,057 ( $Y=1,87$ ) e 0,956 ( $Y=1,69$ ). Baseado na literatura, considerando um  $\Delta K_{th}$  conservador de  $1,0 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , os valores de  $a_{th}$  calculados foram de 114 e  $140 \mu\text{m}$  para FR e TT, respectivamente (Tabela 5.12).

Tabela 5.12 - Valores de  $a_{th}$  calculados para o fio sob fadiga com carregamento trativo cíclico de 100-150MPa;  $\Delta K_{th} = 1,0 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ .

Condição	$a_{th} (\mu\text{m})$
FR	114
TT	140

Dessa forma, seria preciso que os defeitos iniciais fossem iguais ou maiores do que os valores encontrados para que a etapa de nucleação de trinca no fio sob fadiga com carregamento trativo cíclico de 100-150MPa fosse insignificante. Nesse caso, uma trinca seria prontamente propagada a partir do defeito superficial e, desse modo, o número de ciclos necessário para fraturar o material envolveria apenas o número de ciclos gastos para que a trinca crescesse até um tamanho crítico. No entanto, para o tamanho médio de defeitos que deram origem às trincas observadas ( $\sim 60\mu\text{m}$ ), pode-se afirmar que o processo de fadiga do fio envolve necessariamente uma etapa de nucleação de trinca, ou seja, uma determinada parcela do número de ciclos é gasta para gerar uma trinca propagável a partir da ponta do defeito.

Todavia, no caso de trincas microestruturalmente pequenas (*microstructurally small cracks*) o  $\Delta K_{th}$  determinado com base na LEFM pode não ser conservativo, ou seja, a taxa de crescimento pode ser significativamente maior em comparação com uma trinca longa para o mesmo  $K$  nominal [84]. A definição de uma trinca microestruturalmente pequena, como o próprio nome sugere, depende do tamanho dos elementos microestruturais (geralmente tamanho de grão). No entanto, trincas menores

de 100  $\mu\text{m}$  são sempre incluídas nessa categoria [84]. Estas trincas ou descontinuidades com aspecto de trinca podem se propagar mesmo sob valores de  $\Delta K$  inferiores ao  $\Delta K_{\text{th}}$  de trinca longa.

## 6 CONCLUSÕES

- A microestrutura do fio nas condições avaliadas apresentou-se homogênea, refinada e com baixíssima porosidade. Os intermetálicos e partículas constituintes encontram-se refinados e bem distribuídos na matriz, o que se deve em grande parte à técnica de conformação por spray aliada às etapas de conformação mecânica utilizadas na fabricação do fio.
- A técnica de DSC aliada à TEM e técnicas acessórias (SAD, STEM, EDS) indicaram que as zonas GP-I e a fase  $\eta'$  foram os precipitados predominantes após o envelhecimento a 120°C por 6 horas (condição TT). O fio na condição FR sofreu envelhecimento natural com formação de zonas GP-II, além da fase  $\eta$  precipitada durante a conformação.
- Os fios estudados apresentaram propriedades mecânicas (LE= 465 MPa; LRT= 586 MPa; %AL= 16) compatíveis com o potencial da liga original, atendendo às normas AMS-4050 (LE= 441 MPa; LRT= 510 MPa; %AL= 10) e ASTM-B398 (LRT= 330 MPa; %AL= 3).
- Ambas as condições estudadas (FR e TT) apresentaram boa resistência à fadiga de alto ciclo, mesmo sob o efeito deletério do acabamento superficial tal como forjado. A resistência à fadiga para  $10^6$  ciclos foi determinada pelo método escada, e os valores encontrados foram 165 (FR) e 198 MPa (TT).
- O ensaio em condições de serviço (100-150MPa) não foi capaz de provocar a falha do fio para uma vida em fadiga da ordem de  $1,5 \times 10^7$  ciclos, corroborando, portanto, o resultado obtido no ensaio de fadiga pelo método escada, o qual se mostrou confiável e conservativo.
- A nucleação das trincas de fadiga nas amostras fraturadas se deu a partir de defeitos superficiais com 50-60  $\mu\text{m}$  de profundidade. Estes defeitos apresentam características de dobras de material ocorridas durante o forjamento rotativo a frio; e se mostraram de tamanho inferior ao  $a_{th}$  calculado; 114  $\mu\text{m}$  (FR) e 140  $\mu\text{m}$  (TT).
- Os valores de  $K_{Ic}$  estimados foram 20,2 (FR) e 26,9 (TT)  $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ .



## **7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

- Utilizar a técnica de EBSD para avaliar a presença de textura cristalográfica induzida nas etapas de conformação do material.
- Avaliar a resistência à corrosão, corrosão-fadiga e corrosão sob tensão da liga 7050 reciclada pela rota proposta.
- Estudar a influência de diferentes condições de envelhecimento na resistência à fadiga da liga 7050 reciclada.
- Realizar simulação numérica do processo de forjamento rotativo a frio da liga 7050 procurando determinar parâmetros que promovam melhoria do acabamento superficial.
- Expandir o estudo para outras ligas de alumínio de alta resistência.





## 8 BIBLIOGRAFIA

- [1] POLMEAR, I. J. **Light Alloys: From Traditional Alloys to Nanocrystals**. 4. ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2006.
- [2] HYODO, A. **Reciclagem de cavacos de ligas de alumínio 7050-T7451 utilizando conformação por spray e tratamentos termomecânicos**. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2012.
- [3] MAZZER, E. M. **Caracterização microestrutural e mecânica da liga de Al AA7050 reciclada por conformação por spray e extrusão**. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2013.
- [4] GUERRA, A. P. B. **Caracterização microestrutural e mecânica da liga AA7050 reciclada por conformação por spray, extrusão e forjamento rotativo**. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2014.
- [5] HENRIQUES, A. M. D. **Bancada de ensaios mecânicos à fadiga de cabos condutores de energia**. 2006. 162 p. Tese (Doutorado em Estruturas e Construção Civil) – Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, 2006.
- [6] DAVIS, J. R. **Aluminum and Aluminum Alloys**. ASM Specialty Handbook. [S.l.]: ASM International, 1993.
- [7] STARKE, E. A. Heat-Treatable Aluminum Alloys. In: VASUDEVAN, A.K.; DOHERTY, R.D. **Aluminum Alloys – Contemporary research and applications**. Vol. 31. San Diego: Academic Press Inc., 1989. p.35-63.
- [8] EPLER, M. Structures by Precipitation from Solid Solution - Metallography and Microstructures. **ASM Handbook**, Vol 9, 2004.
- [9] PORTER, D. A.; EASTERLING, K. E. **Phase Transformations in Metals and Alloys**. [S.l.]: Chapman and Hall, 1996.

- [10] SHA, G.; CERESO, A. Early-stage precipitation in Al–Zn–Mg–Cu alloy (7050). **Acta Materialia**, 2004.
- [11] FAN, X. et al. Characterization of precipitation microstructure and properties of 7150 aluminium alloy. **Materials Science and Engineering A**, 2006. 130-135.
- [12] BERG, L. K. et al. GP-Zones in Al–Zn–Mg alloys and their role in artificial aging. **Acta Materialia**, n. 49, 2001.
- [13] ENGD AHL, T. et al. Investigation of fine scale precipitates in Al-Zn-Mg alloys after various heat treatments. **Materials Science and Engineering A**, 2002. 59-64
- [14] MONDOLFO, L. F. **Aluminum alloys: Structure and Properties**. [S.I.]: Butterworth, 1976.
- [15] MAZZER, E. M.; AFONSO, C. R. M.; BOLFARINI, C.; KIMINAMI, C. S. Microstructure study of Al 7050 alloy reprocessed by spray forming and hot-extrusion and aged at 121 °C. **Intermetallics**, 2013. 182-187.
- [16] SHA, G. et al. Precipitation and solute clustering in aluminium: advanced characterization techniques. In: LUMLEY, R. **Fundamentals of aluminium metallurgy: Production, processing and applications**. Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2011. p.345-366.
- [17] SANDERS, T. H.; STARKE, E. A. The Relationship of Microstructure to Monotonic and Cyclic Straining of Two Hardening Aluminum Alloys. **Metallurgical Transactions A**, 1976. 1407-1418.
- [18] SHA, G.; CERESO, A. Field ion microscopy and 3-D atom probe analysis of Al<sub>3</sub>Zr particles in 7050 Al alloy. **Ultramicroscopy**, 102, 2005. 151–159.
- [19] MAZZER, E. M.; AFONSO, C. R. M.; GALANO, M., KIMINAMI, C. S.; BOLFARINI, C., Microstructure evolution and mechanical properties of Al–Zn–Mg–Cu alloy reprocessed by spray-forming and heat treated at peak

aged condition, **Journal of Alloys and Compounds**, 579, 2013. 169–173.

[20] HAN, N. M. et al. Effect of solution treatment on the strength and fracture toughness of aluminum alloy 7050, **Journal of Alloys and Compounds**, 509, 2011. 4138–4145.

[21] POLMEAR, I. J. Solute partitioning to enhance mechanical properties of aged aluminium alloys. In: LUMLEY, R. **Fundamentals of aluminium metallurgy: Production, processing and applications**. Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2011. p.367-385.

[22] REED-HILL, R. E.; ABBASCHIAN, L.; ABBASCHIAN, R. **Physical Metallurgy Principles**. 4. ed. Stamford: Cengage Learning, 2009. 750p.

[23] DIXIT, M.; MISHRA, R. S.; SANKARAN, K. K. Structure–property correlations in Al 7050 and Al 7055 high-strength aluminum alloys. **Materials Science and Engineering A**, 478, 2008. 163–172.

[24] ESTRIN, Y.; MURASHIKN, M.; VALIEV, R. Ultrafine-grained aluminium alloys: processes, structural features and properties. In: LUMLEY, R. **Fundamentals of aluminium metallurgy: Production, processing and applications**. Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2011. p.468-503.

[25] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. E1823. **Standard Terminology Relating to Fatigue and Fracture Testing**, 2013.

[26] SANDERS, R. E.; STARKE, E. A. The Effect of Grain Refinement on the Low Cycle Fatigue Behavior of an Aluminum-Zinc-Magnesium-(Zirconium) Alloy. **Materials Science and Engineering**, 28, 1977. 53–68.

[27] DIETER, G. E. **Metalurgia Mecânica**. 2.ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1981. 653p.

[28] WEISMANN, S.; LU, M. C. The Influence of Aging and Thermomechanical Treatments on the Fatigue Properties of an Al-6.5 at.% Zn Alloy. **Materials Science and Engineering**, 32, 1978. 41-53.

[29] GYSLER, A.; LINDIGKEIT, J.; LUTJERING, G. Correlation Between

Microstructure and Fatigue Fracture. **Strength of Metals and Alloys** - Proceedings of the 5th International Conference, Aachen, Germany, 1979.

[30] BATHIAS, C.; PINEAU, A. **Fatigue of Materials and Structures**. London: John Wiley & Sons, 2010.

[31] FELTNER, C. E.; BEARDMORE, I. and P. Strengthening Mechanisms in Fatigue. In: **Achievement of High Fatigue Resistance in Metals and Alloys**, ASTM STP 467, American Society for Testing and Materials, 1970. p.77-112.

[32] LI, P.; MARCHAND, N. J.; ILSCHNER, B. Crack Initiation Mechanisms in Low Cycle Fatigue of Aluminium Alloy 7075 T6. **Materials Science and Engineering A**, 119, 1989. 41-50.

[33] SRIVATSAN, T. S.; ANAND, S.; SRIRAM, S.; VASUDEVAN, V. K. The high-cycle fatigue and fracture behavior of aluminum alloy 7055. **Materials Science and Engineering A**, 281, 2000. 292–304.

[34] LUMLEY, R. N. et al. Enhanced fatigue resistance by underageing an Al-Cu-Mg-Ag alloy. **Materials Forum**, v. 29, 2005. 256-261.

[35] VASUDEVAN, A. K.; DOHERTY, R. D.; SURESH, S. Fracture and Fatigue Characteristics in Aluminum Alloys. In: **Aluminum Alloys – Contemporary research and applications**. v. 31. San Diego: Academic Press Inc., 1989. p.445-462.

[36] WANHILL, R. J. H. Microstructural influences on fatigue and fracture resistance in high strength structural materials. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 10, 1978. 337-357.

[37] LIN, F.; STARKE, E. A. The Effect of Copper Content and Degree of Recrystallization on the Fatigue Resistance of 7XXX-type Aluminum Alloys. **Materials Science and Engineering**, 43, 1980. 65-76.

[38] LINDIGKEIT, J. et al. The effect of grain size on fatigue crack propagation behavior of age-hardened alloys in inert and corrosive

environment. **Acta Metallurgica**, v. 27, 1979. 1717-1726.

[39] DE, P.S.; MISHRA, R.S.; SMITH, C.B. Effect of microstructure on fatigue life and fracture morphology in an aluminum alloy. **Scripta Materialia**, 60, 2009. 500–503.

[40] LUTJERING, G. et al. The influence of soft, precipitate-free zones at grain boundaries in Ti and Al alloys on their fatigue and fracture behavior. **Materials Science and Engineering A**, 468-470, 2007. 201-209.

[41] AL-RUBAIE, K. S. et al. Effect of pre-strain on the fatigue life of 7050-T7451 aluminium alloy. **Materials Science and Engineering A**, 464, 2007. 141-150.

[42] PAYNE, J. et al. Observations of fatigue crack initiation in 7075-T651. **International Journal of Fatigue**, 32, 2010. 247–255.

[43] RAHMAT, M. A. et al. A study on the combined effect of notch and fretting on the fatigue life behaviour of Al 7075-T6. **Materials and Design**, 60, 2014. 136–145.

[44] ROSSINO, L. S. et al. Resistência à fadiga por fretting da liga AA7050-T7451. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, v. 6, n. 3, 2010. 167-173.

[45] AFONSO, C. R. M. **Conformação por spray de ligas amorfizáveis a base de ferro com característica de magnetos moles**. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2004.

[46] KIMINAMI, C. S.; BOTTA, W. J. e BOLFARINI, C. Processing of glass former alloys by spray forming. Herstellung von Legierungen für Glasformen durch Sprühkompaktieren. **Materialwissenschaft und Werkstofftechnik**, v. 41, n. 7, p. 513-523, 2010.

[47] CÁCERES, J. A. S. **Modelagem matemática da etapa de deposição do processo de conformação por spray para a liga Fe-6%Si**.

Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 1998.

[48] GRANT, P. S. Spray forming. **Progress in Materials Science**, v. 39, 1995, 497-545.

[49] Xu, Q.; LAVERNIA, E. J. Microstructural evolution during the initial stages of spray atomization and deposition. **Scripta Materialia**, vol. 41, n 5, 1999, 535-540.

[50] ZEPON, G. **Desenvolvimento do aço inoxidável supermartensítico resistente ao desgaste por conformação por spray para aplicação em “risers”**. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2013.

[51] LAVERNIA, E. J.; GRANT, N. J. Spray Deposition of Metals: a review. **Materials Science and Engineering**, 98, 1988.

[52] MACHLER, P.; UGGOWITZER, P. J.; SOLENTHALER, C. Structure, mechanical properties, and stress corrosion behaviour of high strength spray deposited 7000 series aluminium alloy. **Materials Science and Technology**, 7, 1991.

[53] DESANCTIS, M. Structure and properties of rapidly solidified ultrahigh strength Al-Zn-Mg-Cu alloys produced by spray deposition. **Materials Science and Engineering A**, 141, 1991.

[54] BERETA, L. A. et al. Microstructure and mechanical properties of spray deposited and extruded/heat treated hypoeutectic Al-Si alloy. **Materials Science and Engineering A**, 449-451, 2007, 850-853.

[55] FERRARINI, C. F. et al. Microstructure and mechanical properties of spray deposited hypoeutectic Al-Si alloy. **Materials Science and Engineering A**, 375-377, 2004, 577-580.

[56] GUO, S. et al. Microstructural evolution of spray-formed Al-11.5Zn-2.0-Mg-1.6Cu alloy during hot-extrusion and heat-treatment. **Transactions of**

**Nonferrous Metals Society of China**, 19, 2009, 343-348.

[57] SHARMA, M. M. Microstructural and mechanical characterization of various modified 7xxx series spray formed alloys. **Materials Characterization**, 59, 2008, 91-99.

[58] SAHA, P. K. **Aluminum Extrusion Technology**. [S.I.]: ASM International, 2000. 259p.

[59] BAUSER, M.; SAUER, G.; SIEGERT, K. **Extrusion**. 2 ed. Dusseldorf: ASM International, 2006. 592p.

[60] ZAIDI, M. A.; WERT, J. A. Thermomechanical Processing of Aluminum Alloys. In: VASUDEVAN, A.K.; DOHERTY, R.D. **Aluminum Alloys – Contemporary research and applications**. Vol. 31. San Diego: Academic Press Inc., 1989. p.137-170.

[61] PIWEK, V. et al. Light weight design of rotary swaged components and optimization of the swaging process. **International Journal of Material Forming**, v. 3, s. 1, 2010. 845-848.

[62] ABDULSTAAR, M. A. et al. Severe plastic deformation of commercial purity aluminum by rotary swaging: Microstructure evolution and mechanical properties. **Materials Science & Engineering A**, 565, 2013. 351–358.

[63] ABDULSTAAR, M. et al. Investigating the effects of bulk and surface severe plastic deformation on the fatigue, corrosion behaviour and corrosion fatigue of AA5083. **Surface & Coatings Technology**, 254, 2014. 244–251.

[64] HOFFMANN, A. L. Rotary Swaging of Bars and Tubes – Forming and Forging. **ASM Handbook**, Vol 14, 1996.

[65] SAE-AEROSPACE. **AMS 4050 H**: Aluminum Alloy, Plate 6.2Zn - 2.3Cu - 2.2Mg - 0.12Zr (7050-T7451). Solution Heat Treated, Stress Relieved, and Overaged. SAE Aerospace, 2003.

[66] GODINHO, H. A. et al. Microstructure and mechanical properties of a

spray formed and extruded AA7050 recycled alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, 586, 2014. S139–S142.

[67] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. E8/E8M. **Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials**. 2013.

[68] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. B398. **Standard Specification for Aluminum-Alloy 6201-T81 and 6201-T83 Wire for Electrical Purposes**. 2015.

[69] LAVANDOSCKI, R. **Estudo das propriedades mecânicas de cabos condutores elétricos do tipo CAA usados e sua adequação ao retracionamento**. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2005.

[70] International Organization for Standardization. ISO 12107. **Statistical Planning and Analysis of data for fatigue testing of metallic materials**. 2012.

[71] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. E384. **Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials**, 2011.

[72] JIANG, X. J. et al. Influence of Zirconium and Copper on the Early Stages of Aging in Al-Zn-Mg Alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, Vol. 32A, 2001. 1063-1073.

[73] JIANG, X. J. et al. Differential Scanning Calorimetry and Electron Diffraction Investigation on Low-Temperature Aging in Al-Zn-Mg Alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, Vol. 31A, 2000. 339-348.

[74] MUKHOPADHYAY, A. K. et al. The Influence of Zirconium on the Early Stages of Aging of a Ternary Al-Zn-Mg Alloy. **Acta Metallurgica et Materialia**, Vol. 42, No. 9, 1994. 3083-3091.

[75] GARCIA-CORDOVILLA, C.; LOUIS, E. A differential scanning calorimetry investigation of the effects of zinc and copper on solid state



reactions in Al-Zn-Mg-Cu alloys. **Materials Science & Engineering A**, 132, 1991. 135–141.

[76] MUKHOPADHYAY, A. K. et al. Role of Vacancies on the Precipitation Processes in Zr Modified Aluminum Based Alloys. **Scripta Metallurgica et Materialia**, Vol. 24, 1990. 307-312.

[77] FAN, X. et al. Evolution of eutectic structures in Al-Zn-Mg-Cu alloys during heat treatment. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, 16, 2006. 577-581.

[78] MORRISSEY, R.; NICHOLAS, T. Staircase testing of a titanium alloy in the gigacycle regime. **International Journal of Fatigue**, 28, 2006. 1577-1582.

[79] POLLAK, R. et al. A simulation-based investigation of the staircase method for fatigue strength testing. **Mechanics of Materials**, 38, 2006. 1170-1181.

[80] LEE, Y.-L. et al. Evaluation of the staircase and the accelerated test methods for fatigue limit distributions. **International Journal of Fatigue**, 23, 2001. 75-83.

[81] ASM Handbook, Fatigue and Fracture, Vol. 19, **ASM International**, Materials Park, OH, 2004.

[82]. ASM Handbook, Fractography, Vol. 12, **ASM International**, Materials Park, OH, 2004.

[83] RAJU, I. S.; NEWMAN, J. C. Stress-Intensity Factors for Circumferential Surface Cracks in Pipes and Rods under Tension and Bending Loads. **Fracture Mechanics: Vol. 17 ASTM, STP 905**. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1986. 789-805.

[84] STEPHENS, R. I. et al. **Metal Fatigue in Engineering**. 2. ed. New York: John Wiley & Sons, 2001. 472 p.

[85] MISHRA, R. S. et al. Effect of microstructure on fatigue life and fracture

morphology in an aluminum alloy. **Scripta Materialia**, 60, 2009. 500-503.

[86] MORETO, J. A. et al. Environmentally-assisted Fatigue Crack Growth in AA7050-T73511 Al Alloy and AA2050-T84 Al-Cu-Li Alloy. **Materials Research**, 18, 2015. 1291-1297.

[87] KAUFMAN, J. G. Tensile Properties as Indicators of Fracture Behavior. In: **Fracture Resistance of Aluminum Alloys: Notch Toughness, Tear Resistance, and Fracture Toughness**. ASM International, Materials Park, OH, 2001.

[88] FARAHMAND, B.; NIKBIN, K. Predicting fracture and fatigue crack growth properties using tensile properties. **Engineering Fracture Mechanics**, 75, 2008. 2144–2155.

## APÊNDICE A

### A.1 Análise estatística dos dados do Método Escada

O método escada é baseado na estimativa por máxima verossimilhança (*maximum likelihood estimation – MLE*) e fornece fórmulas aproximadas para o cálculo da média e do desvio padrão, considerando que o limite de fadiga segue uma distribuição gaussiana (normal).

Os dados dos ensaios devem ser arranjados de maneira a contar a frequência de falhas e *run-outs* dos corpos de prova ensaiados a diferentes níveis de tensão. A análise estatística é realizada apenas para os eventos “falha” ou “*run-out*”, aquele com o menor número de observações.

O cálculo da média ( $\mu_y$ ) e do desvio padrão ( $\sigma_y$ ) da resistência à fadiga é realizado através das seguintes equações:

$$\hat{\mu}_y = S_0 + d \left( \frac{A}{C} \pm \frac{1}{2} \right) \quad (\text{A.1})$$

$$\hat{\sigma}_y = 1,62d(D + 0,029) \quad (\text{A.2})$$

Onde,

$$A = \sum_{i=1}^l i f_i$$

$$B = \sum_{i=1}^l i^2 f_i$$

$$C = \sum_{i=1}^l f_i$$

$$D = \frac{BC - A^2}{C^2}$$

A equação do desvio padrão (A.2) é válida para  $D > 0,3$ .

Nas equações acima,  $d$  é o incremento de tensão, o parâmetro  $i$  é um inteiro que indica o nível de tensão. Os níveis de tensão são  $S_0 \leq S_1 \leq \dots \leq S_l$ , onde  $l$  corresponde ao nível máximo de tensão. Enquanto  $f_i$  é o número de corpos de prova fraturados (falha) ou não-fraturados (*run-out*) no nível  $i$ , dependendo se a maioria dos CPs foram não-fraturados ou fraturados, respectivamente. Se a maioria dos CPs foi fraturada,  $i = 0$  corresponde ao menor nível de tensão no qual um CP não fraturou. Por outro lado, se a maioria dos CPs não fraturou,  $i = 0$  corresponde ao nível de tensão mais baixo no qual um CP fraturou. O sinal de mais na equação A.1 é usado quando a análise é baseada nos “*run-outs*” (quando a maior parte dos CPs fraturou, ou seja, o evento mais frequente foi a falha), e o sinal de menos é usado quando a análise é baseada nas “falhas” (quando a maior parte dos CPs não fraturou, ou seja, quando o evento mais frequente foi o *run-out*). Para os casos em que o número de falhas é igual ao de *run-outs*, qualquer que seja a análise, os cálculos levarão ao mesmo resultado.

## A.2 Estimando o limite inferior da resistência à fadiga

É possível estimar o limite inferior da resistência à fadiga a uma probabilidade de falha  $P$  para a população a um nível de confiança  $1 - \alpha$ , se a suposição de distribuição normal para a resistência à fadiga for correta, a partir da equação:

$$\hat{y}_{(P, 1-\alpha)} = \hat{\mu}_y - k_{(P, 1-\alpha, v)} \hat{\sigma}_y \quad (\text{A.3})$$

Onde  $k_{(P, 1-\alpha, v)}$  é o limite de tolerância unilateral para uma distribuição normal, conforme dado na Tabela A.1. O valor  $v$  representa o número de graus de liberdade, e nesse caso, pode ser tomado como  $n - 1$ , onde  $n$  é o número de eventos analisados.

Tabela A.1 - Coeficiente  $k(P, 1 - \alpha, v)$  para o limite de tolerância unilateral para uma distribuição normal para  $P\%$ .

Number of degrees of freedom $v$	Probability, $P$ (%)							
	10		5		1		0,1	
	Confidence level, $1 - \alpha$ (%)							
	90	95	90	95	90	95	90	95
2	4,258	6,158	5,310	7,655	7,340	10,55	9,651	13,86
3	3,187	4,163	3,957	5,145	5,437	7,042	7,128	9,215
4	2,742	3,407	3,400	4,202	4,666	5,741	6,112	7,501
5	2,494	3,006	3,091	3,707	4,242	5,062	5,556	6,612
6	2,333	2,755	2,894	3,399	3,972	4,641	5,301	6,061
7	2,219	2,582	2,755	3,188	3,783	4,353	4,955	5,686
8	2,133	2,454	2,649	3,031	3,641	4,143	4,772	5,414
9	2,065	2,355	2,568	2,911	3,532	3,981	4,629	5,203
10	2,012	2,275	2,503	2,815	3,444	3,852	4,515	5,036
11	1,966	2,210	2,448	2,736	3,370	3,747	4,420	4,900
12	1,928	2,155	2,403	2,670	3,310	3,659	4,341	4,787
13	1,895	2,108	2,363	2,614	3,257	3,585	4,274	4,690
14	1,866	2,068	2,329	2,566	3,212	3,520	4,215	4,607
15	1,842	2,032	2,299	2,523	3,172	3,463	4,164	4,534
16	1,820	2,001	2,272	2,486	3,136	3,415	4,118	4,471
17	1,800	1,974	2,249	2,453	3,106	3,370	4,078	4,415
18	1,781	1,949	2,228	2,423	3,078	3,331	4,041	4,364
19	1,765	1,926	2,208	2,396	3,052	3,295	4,009	4,319
20	1,750	1,905	2,190	2,371	3,028	3,262	3,979	4,276
21	1,736	1,887	2,174	2,350	3,007	3,233	3,952	4,238
22	1,724	1,869	2,159	2,329	2,987	3,206	3,927	4,204
23	1,712	1,853	2,145	2,309	2,969	3,181	3,904	4,171
24	1,702	1,838	2,132	2,292	2,952	3,158	3,882	4,143
25	1,657	1,778	2,080	2,220	2,884	3,064	3,794	4,022

## APÊNDICE B

### B.1 Estimando a tenacidade à fratura

Os valores de resistência à tração determinam a resistência à fratura por sobrecarga mecânica, todavia na presença de trincas e outras descontinuidades, a tenacidade da liga, mais especificamente a tenacidade à fratura ( $K_C$ ), torna-se um parâmetro muito significativo no design de um componente sujeito a solicitações mecânicas. Nesse contexto, as ferramentas da mecânica da fratura linear elástica (LEFM) são muito úteis para se estimar a tolerância ao dano desse componente.

Para materiais cujo comportamento de fratura é tipicamente linear elástico – como é o caso para as ligas de alumínio endurecidas por precipitação – a magnitude das tensões elásticas na ponta da trinca depende inteiramente do fator de intensidade de tensão ( $K$ ). O valor crítico de  $K$ , ou  $K_C$ , refere-se à condição na qual a trinca passa a crescer de maneira rápida e instável sem que haja necessariamente um aumento do carregamento aplicado. Esse parâmetro é chamado de tenacidade à fratura e depende do material, taxa de deformação, temperatura, e espessura do componente [84]. O  $K_C$  também representa o fator de intensidade de tensão no último ciclo de uma fratura por fadiga. A tenacidade à fratura em condições de estado plano de deformação ( $K_{Ic}$ ) é considerada uma propriedade do material, pois é independente da espessura. O modo I, no qual a trinca cresce no plano de máxima tensão trativa, é típico de componentes carregados uniaxialmente e é o modo de crescimento de trinca mais comum em fadiga e, por isso, é o que mais tem sido alvo de investigações [84].

$K_C$  e  $K_{Ic}$  podem ser bastante sensíveis às condições metalúrgicas do material, tais como orientação dos grãos e microestrutura. O caminho da trinca durante a fratura é geralmente controlado pela microestrutura, que envolve segundas fases, precipitados, tamanho de grão, e textura devido à conformação mecânica [84]. Um material com maior tenacidade à fratura apresenta maior resistência residual para um determinado tamanho de

trinca ou descontinuidade, ou pode tolerar trincas maiores sob uma determinada tensão. O valor de  $K_{IC}$  proporciona uma relação direta entre tensão nominal e tamanho de descontinuidade. Ele permite determinar o menor nível de tensão no qual pode haver crescimento instável de trinca em um material de qualquer espessura sob carregamento estático ou cíclico, e, portanto, representa uma importante ferramenta conservativa no design [87]. O valor médio de  $K_{IC}$  varia entre 20 e 27 MPa $\sqrt{m}$  para as ligas de alumínio de alta resistência [88].

O ensaio de tração pode fornecer dados, tais como alongamento e redução de área, a partir dos quais se pode obter uma estimativa grosseira do comportamento da fratura do material [87]. Geralmente estes dados são indicadores qualitativos, que permitem apenas comparar diferentes lotes ou tratamentos térmicos de uma mesma liga, desde que os dados provenham de corpos de provas de dimensões iguais e ensaiados na mesma direção. Existem vários modelos disponíveis para se estimar a tenacidade à fratura de ligas de alumínio de alta resistência. Estes modelos predizem o valor de  $K_{IC}$  em função de aspectos microestruturais e das propriedades mecânicas. No presente trabalho o  $K_{IC}$  do fio nas condições FR e TT foi estimado utilizando-se o modelo de Bo e Zuhan, o qual, segundo Dixit et al. [23], é o modelo que melhor representa os valores experimentais obtidos para as ligas 7050 e 7055. Este modelo incorpora a influência da ductilidade do material a partir da redução de área no ensaio de tração; e também inclui o efeito das partículas constituintes na tenacidade à fratura. O modelo de Bo e Zuhan é apresentado a seguir,

$$K_{IC} = \left[ \left( \frac{\sigma_{ys}}{1 - 2\nu} \right) \left\{ \pi(1 + n)l_0 \left( \frac{\varepsilon_{yy}^p E}{\sigma_{ys}} \right)^{1+n} \right\}^{1/2} \right] \quad (B.1)$$

Onde,

$$\varepsilon_{yy}^p = (1/4)\varepsilon_f = (1/4) \ln(1/(1 - RA))$$

e,  $n$  é o parâmetro de encruamento,  $l_0$  é a distância média entre as

principais inclusões (tipicamente  $Al_7Cu_2Fe$ ),  $\epsilon_f$  é a deformação na fratura em tração e  $RA$  é a redução de área.

## B.2 Tamanho de defeito e propagação de trinca de fadiga

Os conceitos de LEFM também foram usados para entender as implicações das descontinuidades superficiais do fio na nucleação e propagação de trincas de fadiga. A LEFM aplicada ao estudo de crescimento de trinca de fadiga, estabelece que a taxa de crescimento de trinca é função do fator de intensidade de tensão ( $\Delta K$ ). Numa curva  $da/dN$  vs  $\Delta K$ , para baixos valores de  $\Delta K$ , existe uma região dependente da microestrutura chamada de região de limiar. Para valores de  $\Delta K$  abaixo do valor de limiar ( $\Delta K_{th}$ ) a trinca é considerada não propagável. O valor de  $\Delta K_{th}$  para ligas de alumínio geralmente é inferior a  $4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  [84]. Os valores de  $\Delta K_{th}$  encontrados na literatura para as ligas de alumínio de alta resistência encontram-se na faixa entre 1,0 e  $3,5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  [35,81,86,88], com valor médio de  $2,5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  [88]. O uso desse parâmetro pode ser apropriado no design de componentes sujeitos à alta frequência ou alto ciclo, como é o caso do fio em estudo. Com base no  $\Delta K_{th}$  pode-se determinar o tamanho mínimo de trinca propagável ( $a_{th}$ ) para um determinado intervalo de tensão cíclica ( $\Delta\sigma$ ),

$$\Delta K_{th} = Y \Delta\sigma \sqrt{\pi \cdot a_{th}} \quad (\text{B.2})$$

Equações teóricas e aproximações [83] foram utilizadas para determinar o fator de correção geométrica  $Y$  do fio de seção redonda. A literatura é repleta de informações sobre fatores geométricos em placas finitas e infinitas, porém há pouca informação para corpos de prova cilíndricos. Newman e Raju [83] apresentaram os fatores de intensidade de tensão calculados por FEM para uma ampla gama de trincas com superfície aproximadamente semi-elíptica em barras cilíndricas e tubos, para trincas com razão de aspecto entre 0,6 e 1,0.

Para a realização dos cálculos, as seguintes considerações forma



feitas: fio de seção cilíndrica sob carregamento uniaxial de tração, com trinca com razão  $a/D$  de 0,35 e razão de aspecto  $a/c$  de 0,8 e 1,0, para as condições FR e TT, respectivamente. Com base na literatura, foi considerado um  $\Delta K_{th}$  conservador de  $1,0 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . E o fator geométrico  $f(a/D;a/c)$  foi calculado pelas equações propostas por Newman e Raju, que podem ser consultadas detalhadamente em [83].