

## **3 Procedimento Experimental**

### **3.1 Liga Estudada**

A liga estudada neste trabalho foi produzida pela firma francesa Pechiney Recherche na forma de placas laminadas de dimensões 270 mm de comprimento por 210 mm de largura e espessura de 3,3 mm. O estudo foi realizado a partir do material na condição como recebido (estado metalúrgico T3) bem como em diferentes condições de tratamentos térmicos, variando a temperatura e o tempo de envelhecimento. A condição metalúrgica T3 corresponde a um tratamento térmico de solubilização a 527<sup>0</sup>C durante 15 minutos seguido de têmpera em água e deformação a frio entre 1 e 2%, e finalmente envelhecimento à temperatura ambiente no intuito de homogeneizar a microestrutura. Foram realizados tratamentos térmicos de homogeneização a 550<sup>0</sup>C durante 60 minutos previamente aos tratamentos de envelhecimento efetuados a duas temperaturas de envelhecimento de 150<sup>0</sup>C e 200<sup>0</sup>C. As condições metalúrgicas de estudo desta liga estão indicadas na tabela 3.1 e a composição química da liga 8090 é apresentada na tabela 3.2.

### **3.2 Tratamentos Térmicos**

Os tratamentos de retrogressão e reenvelhecimento foram realizados no laboratório de metalografia em um forno de câmara da marca Brasimet controlada por microprocessador e atmosfera ventilada. A têmpera foi realizada em água com gelo. Em todos os casos, as amostras foram envolvidas em papel alumínio para minimizar os efeitos de oxidação.

Para efeitos comparativos em relação a dureza, algumas amostras no estado como recebido foram submetidas a envelhecimento direto nas

temperaturas e tempos indicados na tabela 3.1 Cabe ser mencionado aqui que o estado como recebido para o nosso estudo já incorpora um envelhecimento natural, a temperatura ambiente à aproximadamente 25<sup>0</sup>C, por 15 anos. (7,88 x 10<sup>6</sup> minutos).

Tabela 3.1 - Tratamentos térmicos utilizados no estudo da liga 8090.

T(min) T(°C)		10	100	300	500	1000	5000
150	APÓS SOLUBILIZAÇÃO	S150-10	S150-100	S150-300	S150-500	S150-1000	S150-5000
200		S200-10	S200-100	S200-300	S200-500	S200-1000	S200-5000
150	ENVELHECIMENTO DIRETO	E150-10	E150-100				
200		E200-10	E200-100				

Tabela 3.2 - Composição química da liga 8090 (% em peso).

Li(%)	Cu(%)	Mg(%)	Zr(%)	Ti(%)	Fe(%)	Si(%)
2,4	1,2	0,6	0,12	0,04	0,04	0,02

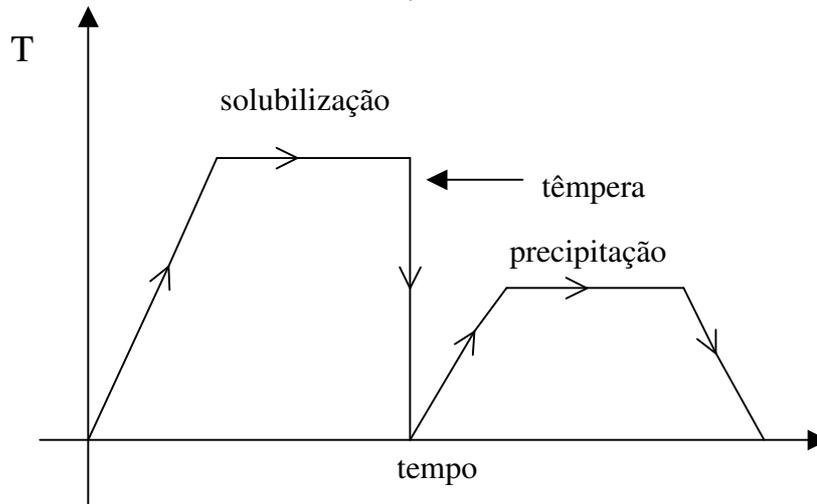


Figura 3.1 - Esquema do tratamento de solubilização + têmpera+ envelhecimento.

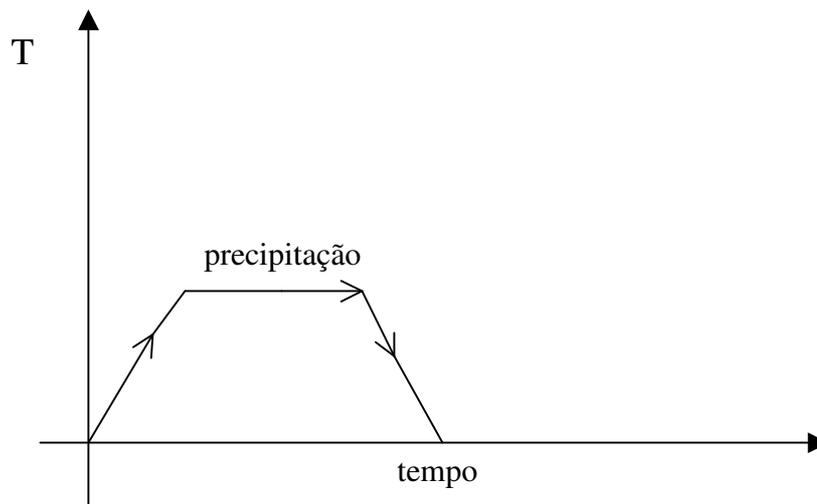


Figura 3.2 - Esquema do tratamento de envelhecimento direto.

### 3.3 Ensaio Mecânicos

Os corpos de prova para o ensaio de tração uniaxial foram retirados paralelamente e perpendicularmente da direção de laminação, e usinados em conformidade com os requisitos do código ASME seção IX, tendo suas dimensões definidas de acordo com a especificação ASTM B 557-81.

Os ensaios foram realizados no laboratório de ensaios mecânicos do ITUC/ PUC-Rio, numa máquina Instron de capacidade de 100 kN, à temperatura ambiente com uma velocidade de mesa de 1 mm/mim, utilizando extensômetros de base de medida de 10 mm. Foram ensaiados 4 corpos de prova para cada condição microestrutural correspondente. Também foi realizado o ensaio em amostras da liga como recebida.

### **3.4 Ensaio de Microdureza**

Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados no Laboratório de Metalografia da PUC-Rio em um microdurômetro HMV – 2000 Shimadzu. Foram medidas as diagonais das impressões de um diamante piramidal, produzidas por uma carga de 100 g aplicada durante 30 s. Para cada condição foram realizados 8 medidas de microdureza e o resultado consiste da média dos valores obtidos.

### **3.5 Análise Metalográfica**

Para a análise das amostras no microscópio ótico (MO) e no microscópio eletrônico de varredura (MEV) foram realizados os três estágios básicos do ensaio metalográfico – a preparação da superfície, ataque químico e observação da microestrutura. A técnica de preparo de uma amostra metalográfica abrange basicamente três partes distintas:

- Corte das seções transversais e longitudinais;
- Preparação de uma superfície plana e polida (lixamento e polimento);
- Ataque químico para revelar a microestrutura.

A técnica de polimento consiste em lixar a amostra sucessivamente com lixas de granulometria cada vez menor, mudando-se de direção ( $90^0$ ) em cada lixa subsequente até desaparecerem os traços da lixa anterior. As

lixas são classificadas por números relacionados a sua granulometria de abrasivo. Foram usadas as lixas na seqüência 320, 400, 600 e 1000 mesh.

O polimento consiste na obtenção de uma superfície isenta de riscos, de modo a obter uma imagem clara e perfeita ao microscópio, da estrutura em observação. Foi utilizado pasta de diamante para o polimento das amostras, devido as suas características de granulometria, dureza, forma de grãos e poder de desbaste. Também foi realizado para estudo de textura no MEV - análise EBSD (“electron back scattering diffraction”) o polimento eletrolítico, com intuito de obter uma superfície mais espelhada e isenta de deformação. Utilizou-se uma solução química (ácido nítrico 30% em metanol) resfriada em gelo seco + álcool, de forma a atingir  $-20^{\circ}\text{C}$ . Uma placa metálica constantemente agitada foi utilizada como catodo enquanto que a própria amostra atuava como o ânodo.

Uma amostra lixada e polida está pronta para o exame macro ou microscópico desde que os seus elementos estruturais possam ser distinguidos uns dos outros, através da diferenciação de cor, relevo e falhas estruturais como trincas e poros. O processo mais comum de obter-se contraste é por meio do ataque químico. O reagente usado para o ataque químico foi o Keller diluído. Também foi realizado um ataque eletrolítico utilizando o reagente Barkers como eletrólito (água destilada 200ml e ácido fluobórico 10ml) para observações no microscópio ótico.

O microscópio eletrônico de varredura usado para análise morfológica foi um Zeiss DSM-960. Para o estudo pela técnica de EBSD, foi utilizado o microscópio Jeol JSM5800 LV do Instituto Militar de Engenharia-IME.

### 3.6

#### **Preparação de Amostras para Microscopia Eletrônica de Transmissão**

Para microscopia eletrônica de transmissão, a preparação de amostras é um pouco mais complexa. Inicialmente, são cortadas lâminas de aproximadamente 400  $\mu\text{m}$  no Miniton. Após esta etapa, lixa-se a amostra manualmente para conseguir uma espessura em torno de 200  $\mu\text{m}$  e então é feito um polimento eletrolítico como já explicado anteriormente, visando

uma maior redução da espessura, além de remover a camada deformada por efeito de corte e lixamento.

A corrente usada foi 1,1 mA, correspondente aproximadamente a 8V. Ao se obter a espessura desejada, a amostra deve ser lavada no álcool etílico e posteriormente com água destilada. Depois desta etapa são retirados discos de 3 mm de diâmetro com o auxílio de um pulsão, e então, é realizado o afinamento eletrolítico utilizando o Tenupol (Struers) que é um equipamento que aplica jatos do eletrólito  $\text{HNO}_3$  -30% metanol na amostra até que esta alcance transparência ao feixe de elétrons.

Foram utilizados os seguintes parâmetros para o afinamento eletrolítico:

- Densidade de corrente  $\approx 100$  a 150 mA
- Temperatura =  $-20^\circ\text{C}$  (é usado nitrogênio líquido para o resfriamento)
- Voltagem = 10V

Os estudos por microscopia eletrônica de transmissão foram realizados no microscópio Jeol-2010 operado a 200 kV.