

4 Resultados e Discussão

4.1 Ensaio de Tração Uniaxial

Para os ensaios de tração utilizaram-se amostras da liga nas condições de como recebida (estado metalúrgico T3) e nas condições de como solubilizada e envelhecida em diferentes tempos a temperaturas baixas, T_1 e T_2 , que pudessem reproduzir o comportamento durante o envelhecimento natural, temperaturas estas abaixo dos 100°C sendo T_2 superior a T_1 . Em conformidade com trabalhos anteriores, foi constatada a ocorrência do efeito Portevin-Le Chatelier caracterizado pelo surgimento de serrilhados nas curvas de tensão-deformação, como apresentado na figura 4.1. [20,50,54] No entanto, a constatação deste efeito foi restrita a amostras da liga nas condições de como recebida e como solubilizada e envelhecidas por curtos intervalos de tempo. Este fenômeno representa um comportamento dinâmico, que resulta de deformações localizadas devido a cisalhamento de precipitados δ' coerentes com a matriz bem como ao tipo clássico Portevin-Le Chatelier. Este último, que representa um comportamento dinâmico de envelhecimento por deformação, resulta essencialmente da interação de discordâncias com atmosferas de átomos de soluto tais como Cu e Mg.

Com o prosseguimento do tratamento de envelhecimento por tempos prolongados, os átomos de soluto de Cu e Mg se precipitam na matriz na forma das fases T_1 e S, além disso, fases já precipitadas tendem a perder a coerência com a matriz levando ao desaparecimento dos serrilhados e a curva de escoamento passa a ser contínua.

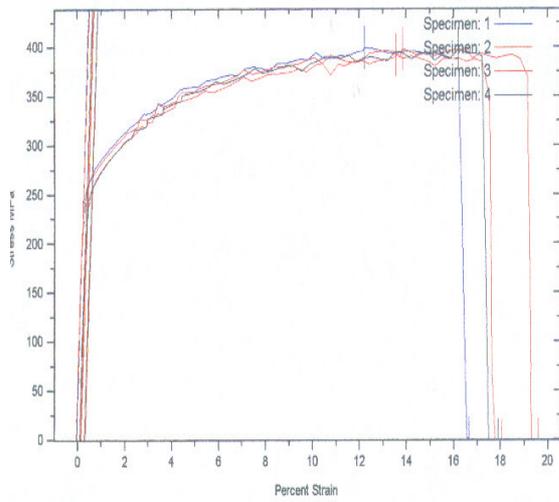
Os valores do limite de escoamento σ_0 , limite de resistência mecânica σ_r e a porcentagem de alongamento ε_f estão listados na tabela 4.1 para as diferentes condições microestruturais da liga. Estes valores representam uma média dos resultados de 4 ensaios para cada condição microestrutural. Observa-se um aumento progressivo nos limites de escoamento e de resistência mecânica com o aumento do tempo de envelhecimento. Este comportamento é considerado

coerente, pois o aumento na resistência ocorre devido à precipitação de fases endurecedoras na matriz, que dificultam o movimento das discordâncias durante a deformação.

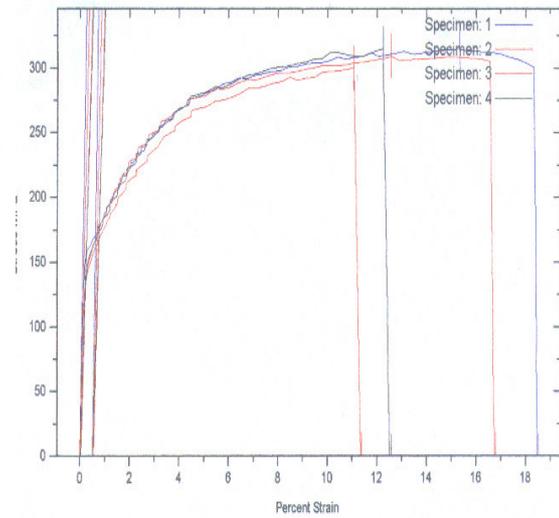
A partir da figura 4.2 e 4.3 observa-se também que, para um dado tempo de envelhecimento, os níveis de resistência mecânica são maiores para a temperatura mais alta. Isto se deve ao fato que a cinética de precipitação se torna mais acentuada, e isto por sua vez, reflete em maior resistência ao movimento das discordâncias.

Observa-se também que para tempos de envelhecimento acima de 100 minutos, o limite de escoamento da liga envelhecida ultrapassa o correspondente à condição de como recebida. Tendo em vista o fato que a liga como recebida tem sido envelhecida naturalmente por aproximadamente 15 anos, é esperado que seu limite de escoamento, sendo menor que os valores encontrados para a liga solubilizada e envelhecida em T_1 e T_2 (condições de subenvelhecimento), corresponda a condição após o pico de envelhecimento. [54]

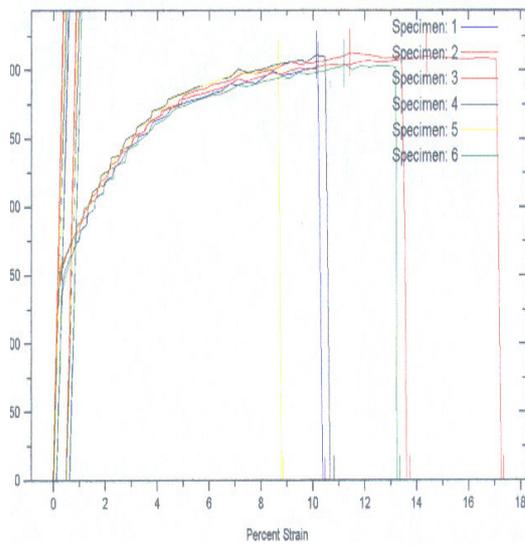
Por outro lado a ductilidade da liga, expressa pela porcentagem de alongamento, decresce à medida que o tempo de envelhecimento aumenta, atingindo um valor da ordem de 40% em relação a deformação da liga como recebida, indicando mais uma vez que esta condição microestrutural corresponde a um estado após o pico de envelhecimento.



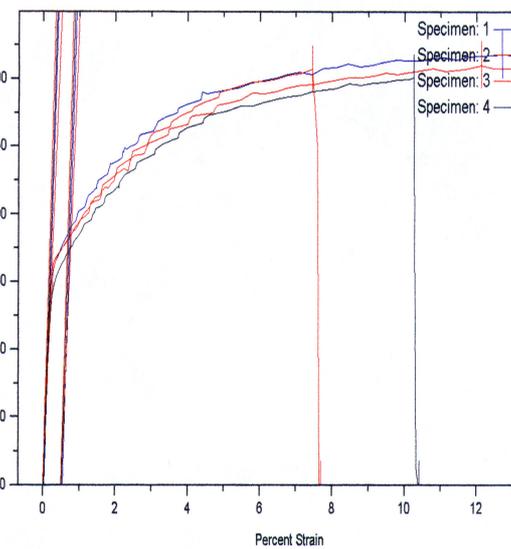
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.1 - Curvas de tensão-deformação para a liga 8090 nas condições (a) como recebida; (b) solubilizada e envelhecida a T_1 durante 10 minutos; (c) solubilizada e envelhecida a T_2 durante 10 minutos e (d) solubilizada e envelhecida a T_1 durante 100 minutos.

4.1.1

Modelagem das curvas de escoamento

As curvas de escoamento das diferentes condições microestruturais foram modeladas de acordo com a expressão: [60]

$$\sigma = k\varepsilon^n \quad \text{equação 4.1}$$

onde σ , ε são respectivamente a tensão real e a deformação real, n o expoente de encruamento e k a tensão correspondente a 100% de deformação.

Os valores de σ e ε foram calculados a partir da tensão de engenharia, σ_e e do componente plástico da deformação de engenharia ε_e , de acordo com as expressões [60]:

$$\sigma = \sigma_e (1 + \varepsilon_e) \quad \text{equação 4.2}$$

$$\varepsilon = \ln(1 + \varepsilon_e) \quad \text{equação 4.3}$$

Exemplos desses cálculos são apresentados no apêndice 1.

A variação observada nos valores de k e n se deve a mudanças microestruturais acarretadas pela precipitação de partículas de segunda fase durante o tempo de envelhecimento. Assim sendo, o encruamento da liga durante o carregamento, deve levar em conta a sua natureza multifásica, uma vez que a matriz se deforma plasticamente mais que as fases endurecedoras.

De acordo com Ashby [57], este encruamento deve levar a criação de gradientes de deformação cuja distância média (comprimento de onda) deve corresponder aproximadamente ao espaçamento entre as fases. Tais ligas são consideradas plasticamente não homogêneas. Esses gradientes de deformação requerem que discordâncias sejam estocadas na matriz a fim de permitir a compatibilidade da deformação entre as fases. Estas discordâncias que contribuem ao encruamento da liga durante a deformação, são denominadas como discordâncias geometricamente necessárias a fim de distingui-las das estatisticamente estocadas que acumulam em materiais monofásicos.

De acordo com Nabaro, Basinski e Holt [57], a tensão de escoamento τ pode ser expressa em função da densidade total de discordâncias ρ^T como:

$$\tau = \tau_0 + C\mu b\sqrt{\rho^T} \quad \text{equação 4.4}$$

onde τ_0 inclui outras contribuições a tensão de escoamento (por exemplo endurecimento por solução sólida), μ é o módulo de cisalhamento, b a magnitude do vetor de Burgers e C uma constante aproximadamente igual a 0,3. A densidade total de discordâncias, ρ^T é simplesmente igual à soma da densidade de discordâncias geometricamente necessárias, ρ^G e a de discordâncias estatisticamente estocadas, ρ^S .

Para as partículas equiaxiais de segunda fase dispersas pela matriz, os cálculos realizados por Ashby levam a um valor de ρ^G definido pela expressão:

$$\rho^G = \left(\frac{f}{r}\right)\frac{4\gamma}{b} \quad \text{equação 4.5}$$

onde f e r representam respectivamente a fração volumétrica e o raio das partículas consideradas esféricas. γ na expressão acima se refere a deformação cisalhante sofrida pela amostra.

Esta expressão pode ser reescrita em função do comprimento de onda referente aos gradientes de deformação. ρ^G pode ser estimado aproximadamente pela distância de cisalhamento geométrica que por sua vez corresponde ao espaçamento entre as partículas de segunda fase. Deste modo, ρ^G será dada por:

$$\rho^G = \frac{1}{\lambda^G} \frac{4\gamma}{b} \quad \text{equação 4.6}$$

A expressão acima indica que ρ^G aumenta à medida que o espaçamento entre as partículas (λ^G) diminui, ao ponto que, para valores de λ^G inferiores a 2 μm , ρ^G domina a densidade total de discordâncias para todos os níveis de deformação e a tensão cisalhante τ pode ser expressa como:

$$\tau = \tau_0 + C\mu b \sqrt{\rho^G} \quad \text{equação 4.7}$$

Substituindo ρ^G a partir da equação 4.6, obtém-se:

$$\tau = \tau_0 + 2C\mu b \sqrt{\frac{\gamma}{b\lambda^G}} \quad \text{equação 4.8}$$

A partir dessa equação, a taxa de encruamento $\frac{d\tau}{d\gamma}$ pode ser expressa para qualquer nível de deformação γ como:

$$\frac{d\tau}{d\gamma} = C\mu \sqrt{\frac{b}{\gamma\lambda^G}} \quad \text{equação 4.9}$$

Cabe anotar que a taxa acima referida é simplesmente proporcional a taxa $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ levantada a partir da curva de escoamento σ x ε uma vez que σ é proporcional a τ e ε proporcional a γ .

A partir da equação 4.1, a taxa $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ pode ser expressa como:

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = \frac{kn}{\varepsilon^{1-n}} \quad \text{equação 4.10}$$

o que significa que de posse dos valores de k e n a referida taxa pode ser calculada para qualquer deformação.

A análise microestrutural por microscopia eletrônica de transmissão da liga envelhecida a T_1 indicou o espaçamento médio entre partículas de segunda fase da ordem de 103 nm para tempo de envelhecimento de 100 minutos. De acordo com Ashby [57], este espaçamento que é muito pequeno significa uma total predominância da densidade total de discordâncias por parte de ρ^G e, deste modo, a taxa de encruamento, $\frac{d\tau}{d\gamma}$ pode ser corretamente avaliada para qualquer nível de deformação de acordo com a equação 4.9.

Assim sendo, $\frac{d\tau}{d\gamma}$ é considerada proporcional a $\frac{1}{\lambda^G}$, o que significa que a taxa de encruamento aumenta a medida que o espaçamento entre as partículas endurecedoras diminui.

Na tabela 4.2, encontram-se listados os valores da taxa média de encruamento $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$, calculada a partir dos limites de resistência mecânica e de escoamento para as condições microestruturais $T_1/10$, $T_1/100$, $T_2/10$ além da condição como recebida. Encontram-se também listado na mesma tabela, os valores de n , k e do coeficiente de correlação, r^2 , envolvido na linearização da relação $\log \sigma - \log \varepsilon$. Observa-se a partir dessa tabela que k e n variam de forma significativa com a condição microestrutural da liga. Mais especificamente, o expoente de encruamento n aumenta de forma relevante a medida que a temperatura de envelhecimento aumenta de T_1 para T_2 , mantendo o tempo de envelhecimento em 10 minutos. As três condições de envelhecimento apresentadas na referida tabela indicam valores de n superiores ao correspondente a condição da liga como recebida. As observações anteriores estão compatíveis com as taxas média de encruamento constantes na tabela. As colocações mencionadas são consideradas coerentes com as variações microestruturais acarretadas pelo envelhecimento da liga que, deve implicar uma diminuição no espaçamento entre as partículas de segunda fase com aumento da temperatura e/ou tempo de envelhecimento até o pico de endurecimento. Observa-se, no entanto, que para a temperatura T_1 o aumento do tempo de 10 para 100 minutos não tem sido acompanhado por um aumento do valor de n , embora a taxa média de encruamento tenha aumentado significativamente.

Tabela 4.1 - Resultados do ensaio de tração para amostras solubilizadas + temperadas + envelhecidas a diferentes tempos.

| Condição da amostra | Limite de escoamento σ_0 (MPa) | Limite de resistência σ_r (MPa) | Alongamento ϵ_f (%) |
|----------------------------|---|--|--|
| como recebida | 260 ± 4 | 397 ± 3 | 14 ± 2 |
| T ₁ /10min | 172 ± 5 | 310 ± 7 | 13 ± 2 |
| T ₁ /100min | 183 ± 7 | 309 ± 7 | 11 ± 2 |
| T ₁ /1000min | 281 ± 15 | 379 ± 6 | 7 ± 3 |
| T ₁ /5000min | 328 ± 11 | 417 ± 7 | 4 ± 1 |
| T ₂ /10min | 175 ± 2 | 308 ± 4 | 11 ± 2 |
| T ₂ /100min | 291 ± 8 | 379 ± 6 | 6 ± 3 |
| T ₂ /1000min | 362 ± 18 | 433 ± 6 | 4 ± 1 |
| T ₂ /5000min | 373 ± 20 | 449 ± 8 | 5 ± 4 |

Tabela 4.2 – Resultados dos cálculos da taxa média de encruamento, n, k e r².

| Condição da amostra | Taxa média de encruamento (MPa) | n | k(MPa) | r² |
|----------------------------|--|----------|---------------|----------------------|
| como recebida | 830 | 0,1264 | 541,4 | 0,743 |
| T ₁ /10min | 1062 | 0,1742 | 483,5 | 0,987 |
| T ₁ /100min | 1146 | 0,1710 | 499 | 0,996 |
| T ₂ /10min | 1147 | 0,2175 | 594,5 | 0,995 |

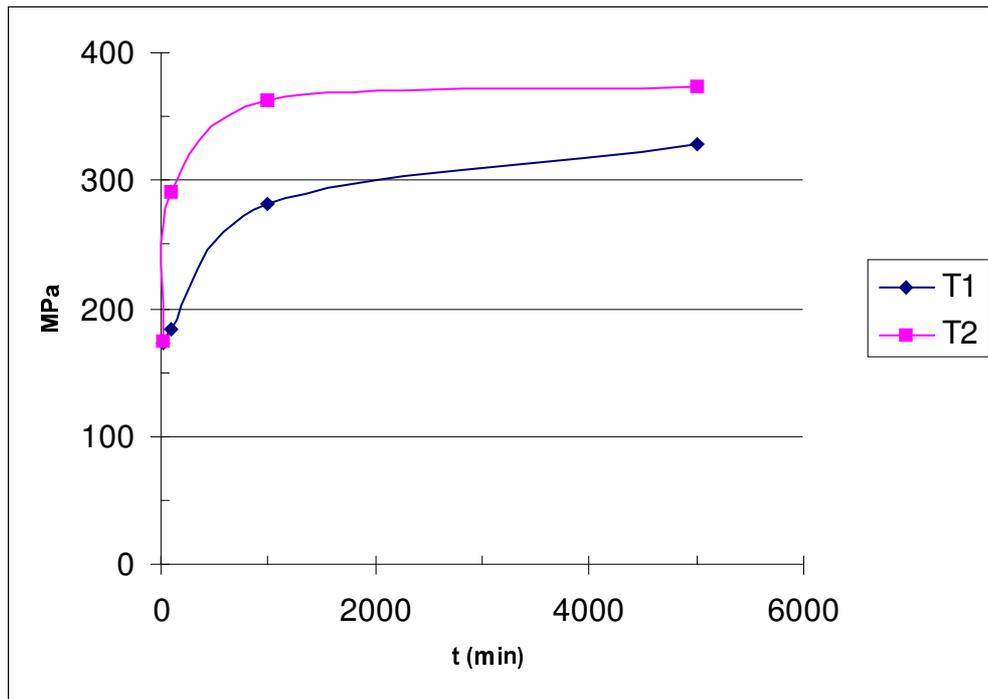


Figura 4.2 – Variação do limite de escoamento em função dos diferentes tempos de envelhecimento para T₁ e T₂.

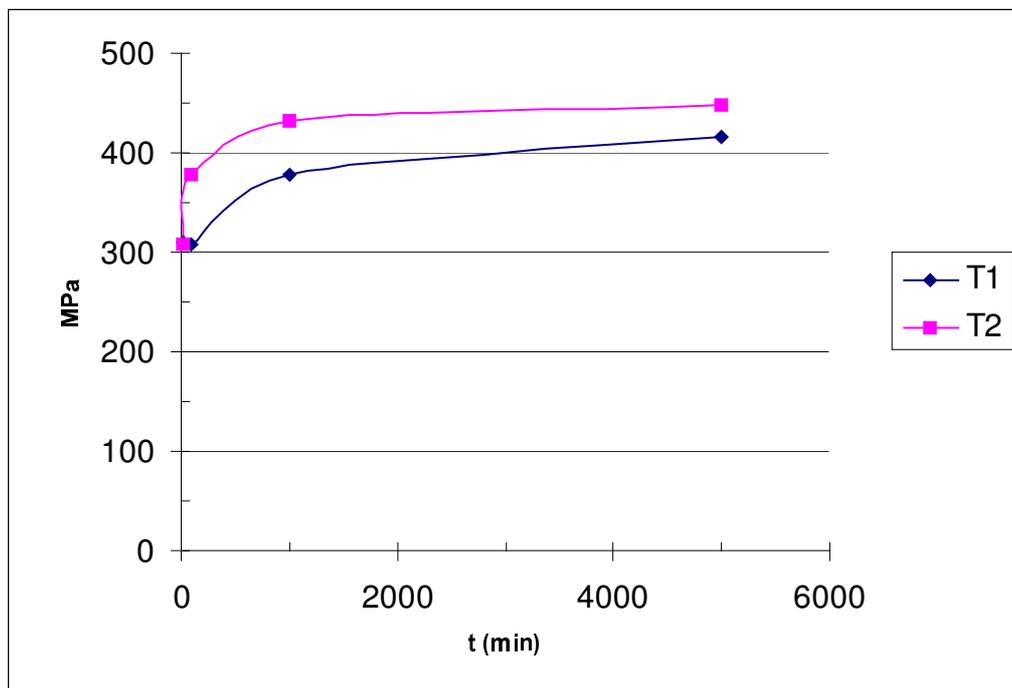


Figura 4.3 – Variação do limite de resistência em função dos diferentes tempos de envelhecimento para T₁ e T₂.

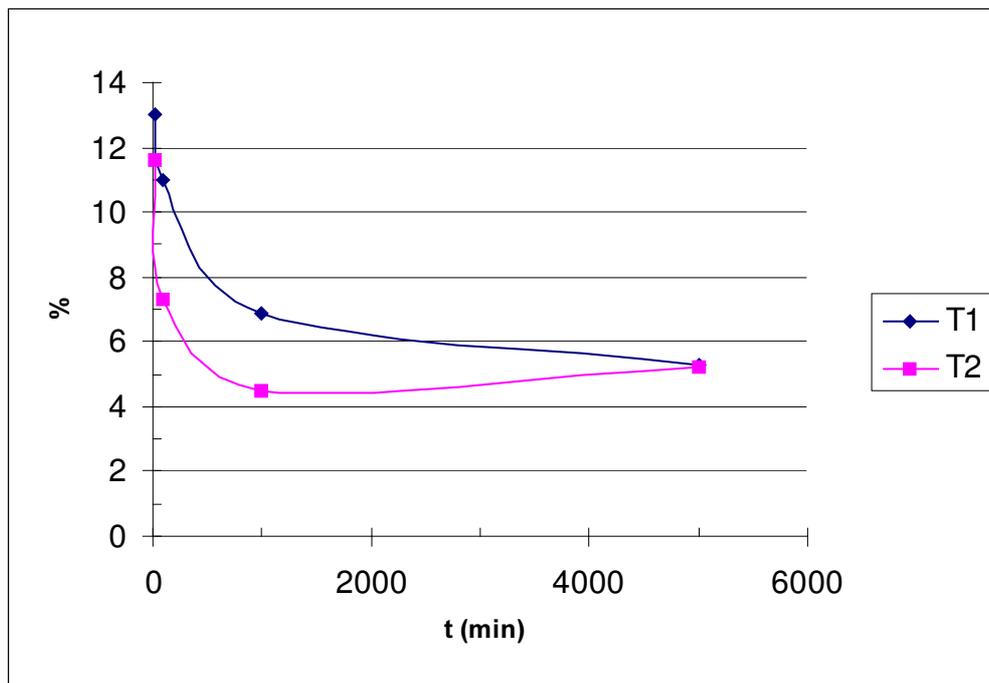


Figura 4.4 – Variação do alongamento em função dos diferentes tempos de envelhecimento para T_1 e T_2 .

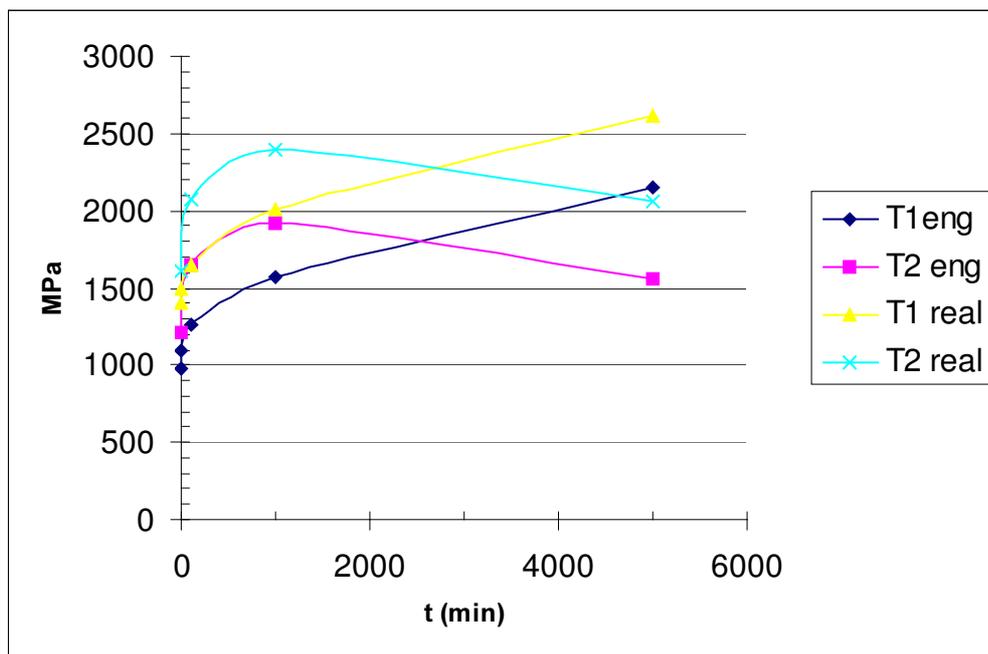


Figura 4.5 – Variação da taxa de alongamento calculada para os diferentes tempos de envelhecimento utilizando valores de engenharia e valores reais.

4.2 Ensaio de Microdureza

As ligas Al-Li-Cu-Mg-Zr apresentam uma resposta ao endurecimento por precipitação quando submetidas a tratamentos de envelhecimento artificial entre 150 e 200⁰C [10-13]. A figura 4.6 apresenta as medidas de microdureza em função do tempo de envelhecimento para as duas temperaturas utilizadas. É observada uma diminuição na microdureza após o tratamento de retrogressão em virtude da dissolução da maior parte dos precipitados na matriz de alumínio. Mais especificamente, a queda na microdureza da liga como recebida pelo tratamento de solubilização foi de aproximadamente 20%. No que se refere ao efeito do tratamento de envelhecimento, a figura 4.6 indica como era esperado um aumento na microdureza com o aumento do tempo de envelhecimento para as duas temperaturas. Por volta de 100 minutos de tratamento a liga apresenta máxima dureza, sendo esta máxima dureza maior para a temperatura de envelhecimento mais baixa. No entanto, de acordo com a literatura, a dureza máxima associada à temperatura mais alta deve de fato ser atingida num intervalo de tempo menor que 100 minutos em virtude da cinética de precipitação, que é um processo termicamente ativado, ser mais rápida para temperaturas mais altas. Os resultados citados no entanto, indicam uma ligeira diferença no que se refere ao tempo necessário para envelhecimento de pico. Uma determinação mais precisa do tempo necessário para se atingir o envelhecimento de pico exigiria maior número de amostras.

O observado endurecimento da liga com o prosseguimento do envelhecimento se deve a uma copiosa precipitação homogênea observada em trabalhos anteriores [47-50] onde foram identificadas a presença da fase δ' (Al₃Li) e do composto formado pelas fases Al₃Li e Al₃Zr. O tamanho destes precipitados encontra-se na faixa entre 20 e 80 nm [52-55]. Com o aumento do tempo de envelhecimento além de 100 minutos verifica-se uma queda na microdureza para ambas as temperaturas de envelhecimento, conforme figura 4.6. Esta gradual queda é atribuída à perda de coerência na interface dos precipitados com a matriz em virtude do aumento do tamanho dos mesmos.

Pode -se dizer que de um modo geral, o aumento de dureza é sinônimo de uma maior dificuldade de movimentação das discordâncias. Em sua trajetória,

uma discordância deve cortar os precipitados ou se encurvar por entre as partículas. Em qualquer um dos casos, pode-se demonstrar que deve haver um aumento de tensão para que as discordâncias se movimentem em um reticulado que contenha partículas precipitadas. O mecanismo foi proposto por Orowan, supondo que a discordância tenha se curvado, formando anéis em torno dos precipitados. Quando os anéis adjacentes se encontram, eles se cancelam da mesma maneira que em uma fonte Frank-Read. Esta ocorrência permite que a discordância continue a movimentar-se, mas deixa um anel de discordâncias em torno do precipitado, cujo campo de tensões irá aumentar a resistência à movimentação da próxima discordância. Um fator importante na interação de partículas precipitadas e discordâncias é a presença dos campos de tensões em torno do precipitado, o que é especialmente verdadeiro quando o precipitado é coerente com a matriz. [12-13]

O superenvelhecimento, ou envelhecimento prolongado após a condição de pico, leva ao amolecimento da liga. Em algumas ligas endurecidas por precipitação, ele ocorre simultaneamente com a perda de coerência dos precipitados. Pode-se afirmar também que a queda na dureza está intimamente ligada ao crescimento contínuo do precipitado que ocorre se a liga for mantida na temperatura de tratamento. Com o progresso do envelhecimento, o tamanho médio de partículas aumenta com conseqüente diminuição do número de partículas. Isto é conhecido como coalescimento e definido pela equação 1.6. Assim, o máximo endurecimento está associado a um pequeno tamanho de precipitado e um grande número de partículas, enquanto que o superenvelhecimento está associado a poucos precipitados relativamente grandes [12,13].

A presença da fase T_1 , observado em condições da liga como recebida e envelhecidas a 200°C durante 100 e 1000 minutos, também pode ter contribuído para o aumento de microdureza. Esta conclusão é consistente com os resultados obtidos por Huang e Ardell [61] que demonstraram que estes precipitados nas ligas Al-Li-Cu podem ser mais eficientes do que a fase δ' no aumento de resistência do material, mesmo que sua fração volumétrica seja pequena.

Medidas de microdureza feitas em amostras envelhecidas da liga como recebida (isto é, sem o tratamento prévio de solubilização) indicaram uma queda na microdureza com o aumento do tempo de envelhecimento para ambas as

temperaturas consideradas neste trabalho. Isto confirma mais uma vez que a liga na condição como recebida corresponde a um estado após o pico de envelhecimento. [53]

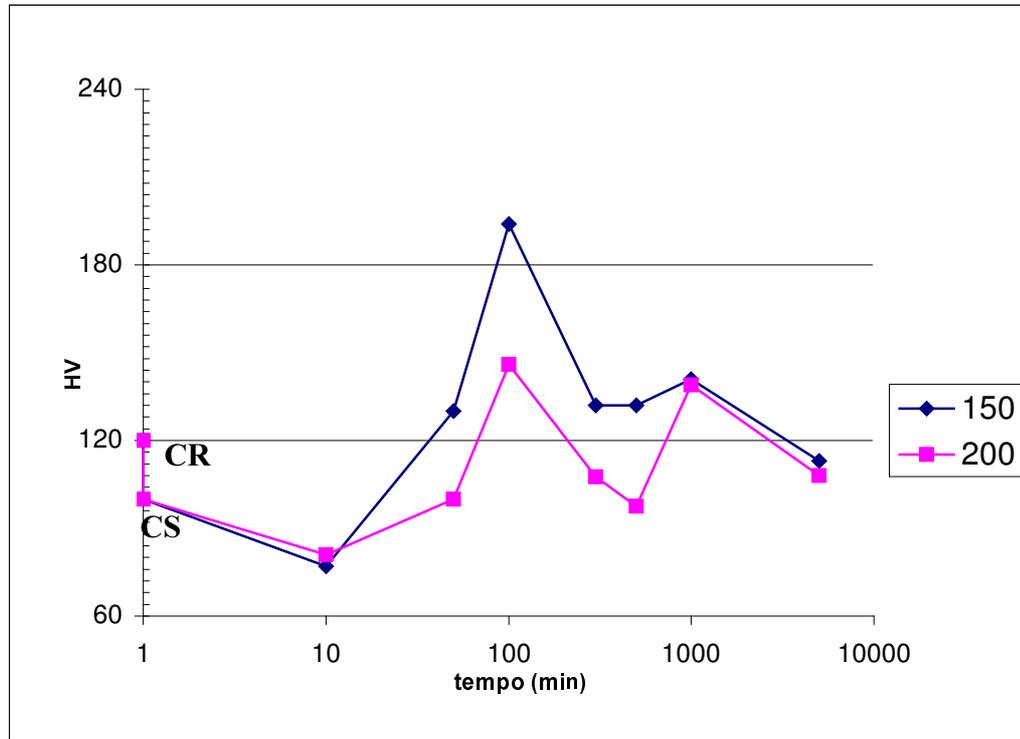


Figura 4.6 - Microdureza das amostras solubilizadas + temperadas + envelhecidas a temperaturas de 150 e 200°C.

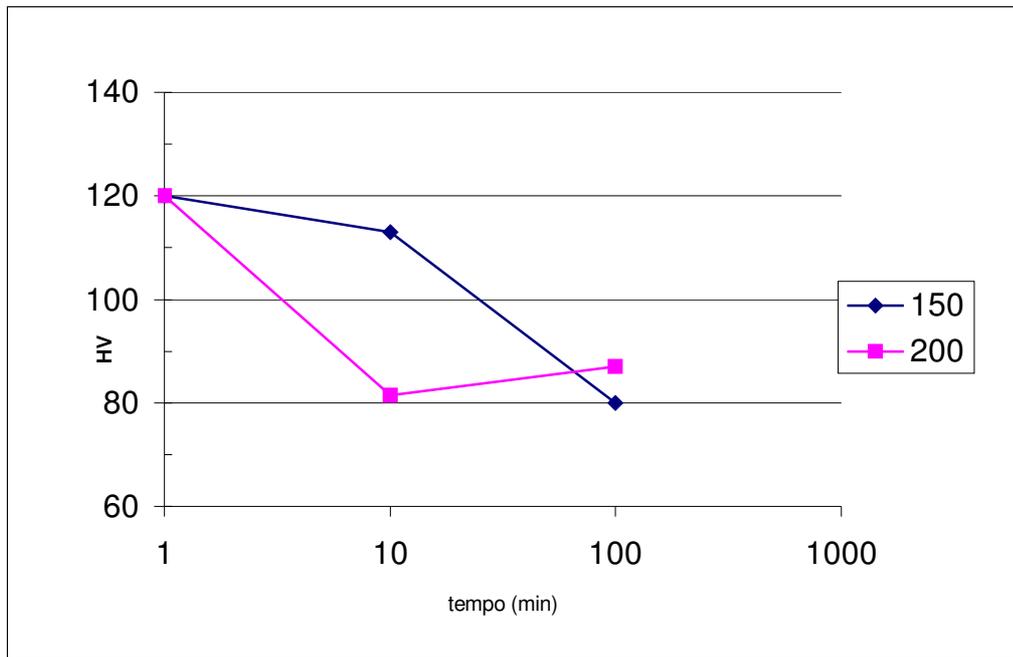


Figura 4.7 - Curvas de microdureza para as amostras envelhecidas diretamente a temperaturas de 150 e 200°C.

4.3 Microscopia Ótica

O estudo por microscopia ótica utilizada neste trabalho permite apenas determinar algumas características microestruturais tais como, tamanho, distribuição dos grãos e a presença de inclusões.

Devido à utilização de vários ataques recomendados para as ligas Al-Li não terem revelado com nitidez os contornos de grãos, foi utilizado o ataque químico Bakers seguido do ataque Keller diluído para a análise por microscopia ótica.

As micrografias das figuras 4.8 e 4.9 apresentam a liga na condição como recebida na seção de topo. É observado que esse material é composto por grãos equiaxiais com tamanho variando entre 20 e 40 μm . Um dos fatores para o pequeno tamanho de grão observado na liga 8090 é a presença de Zr na matriz, como já é sabido, formando partículas estáveis que ancoram os contornos de grão e, portanto dificultam o crescimento do grão. A microestrutura da liga 8090, na condição como recebida é caracterizada por uma certa textura cristalográfica, tendo seus grãos deformados no sentido da laminação. Isto é melhor definido na seção transversal, figura 4.11, onde é observado um alongamento acentuado dos grãos em relação aos mesmos da seção de topo, figura 4.10. [10]

Os resultados das amostras solubilizadas, ou seja, tratadas a 550⁰C durante 1 hora, não puderam revelar os contornos de grão, com o ataque acima referido, mas pode-se verificar a textura fibrosa bastante pronunciada no sentido da laminação sem, porém, definir os grãos, como observado na figura 4.12. Esta micrografia foi revelada apenas com o reagente Keller.

A figura 4.13 apresenta uma micrografia da amostra solubilizada e envelhecida a 200⁰C durante 1000 minutos. É observada uma região de grãos equiaxiais bem definidos e de tamanho relativamente pequeno. Uma certa tendência de textura também é observada embora não se possa obter maiores informações a respeito de textura por microscopia ótica.

Na micrografia da figura 4.14 pode-se observar a microestrutura geral de uma amostra preparada para MET na condição solubilizada e envelhecida a 200⁰C durante 500 minutos. A estrutura de grãos equiaxiais com tamanhos entre 20 e 40 μm é confirmada.

Comparando as micrografias da figura 4.10 e 4.13, poderia-se interpretar que houve uma diminuição do tamanho de grão após o tratamento térmico de reenvelhecimento. A explicação está na eficiência do ataque e na estrutura dos contornos de grão nesta liga após o tratamento termo-mecânico. Enquanto que na micrografia da figura 4.13 a maioria dos contornos de grão estão bem definidos dando a impressão de um menor tamanho de grão, na micrografia da figura 4.10 somente aqueles contornos de grão de alto ângulo foram suficientemente atacados. Os contornos de grão com uma desorientação pequena e, conseqüentemente, baixa energia, não são revelados. Esta observação é importante, pois, como será visto mais adiante, esta liga apresenta inclusive subgrãos, estes revelados melhor no MEV (EBSD) e no MET.

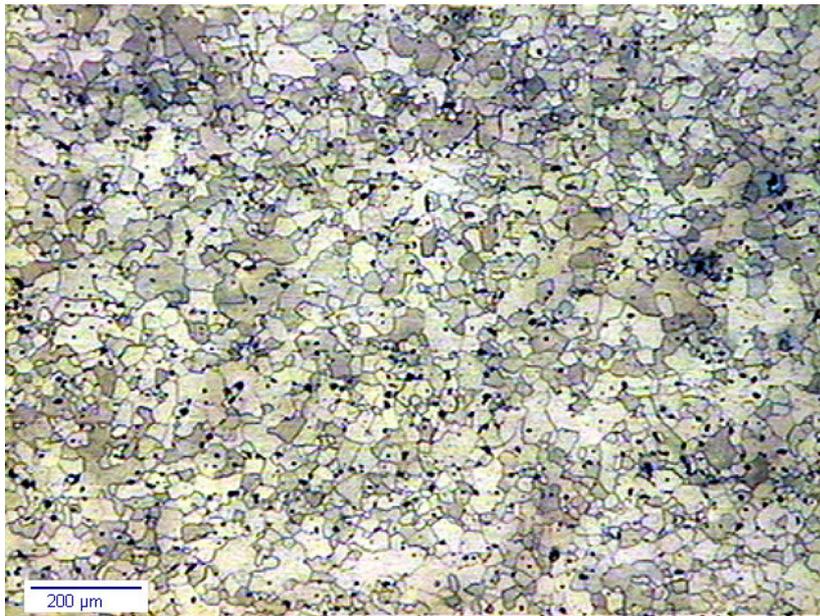


Figura 4.8 – Micrografia da liga 8090 como recebida – Seção de topo. Aumento de 50X.

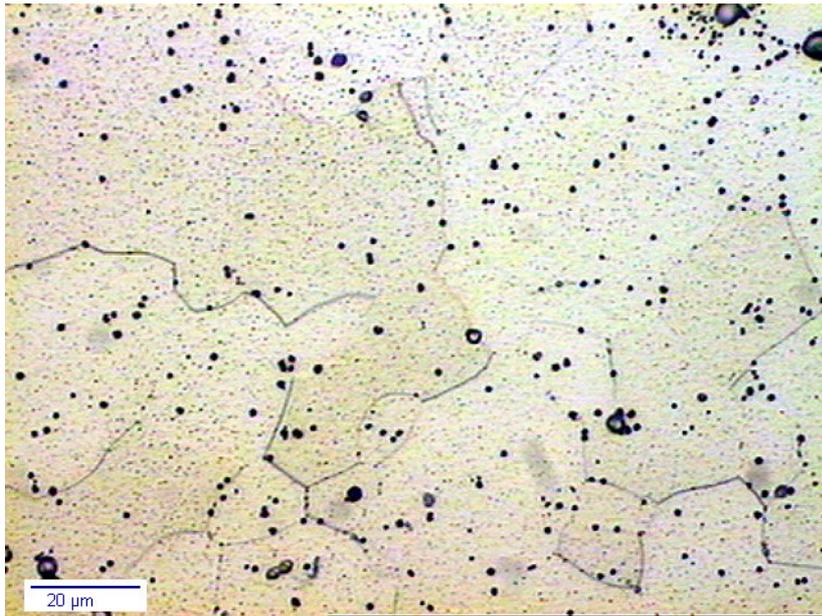


Figura 4.9 – Micrografia da liga 8090 como recebida – Seção de topo. Aumento de 500X.

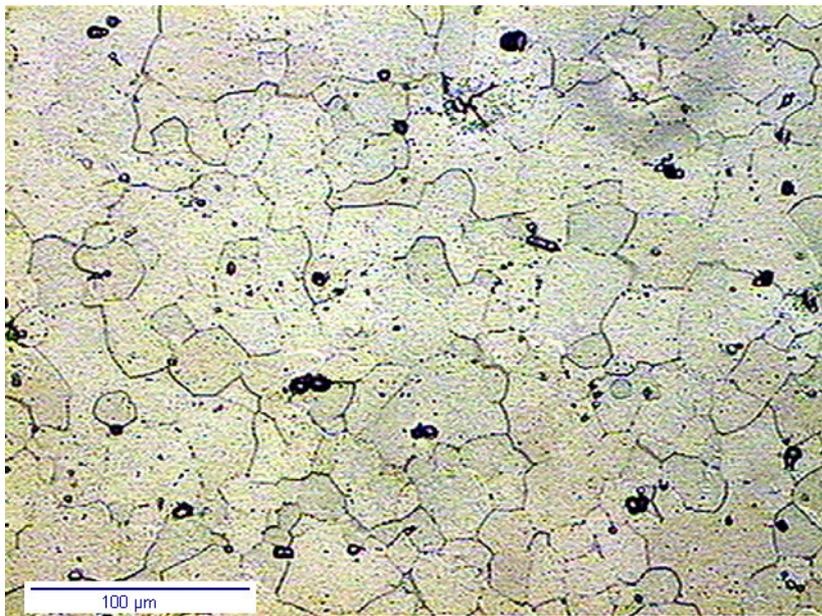


Figura 4.10 – Micrografia da liga 8090 como recebida – Seção de topo. Aumento de 200X.



Figura 4.11 – Micrografia da liga 8090 como recebida – Seção transversal.
Aumento de 100X.



Figura 4.12 – Micrografia da liga 8090 como solubilizada – Seção de topo.
Aumento de 100X.

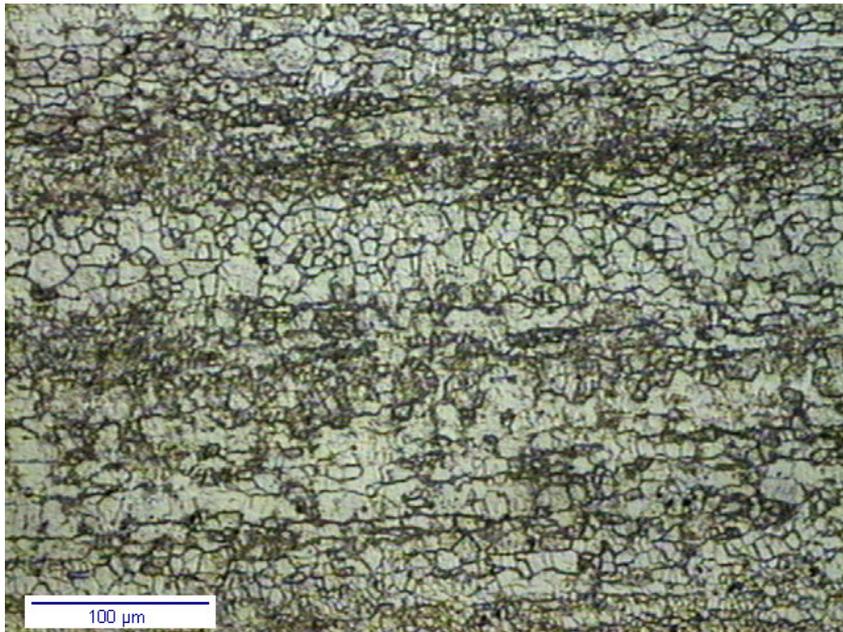


Figura 4.13 – Micrografia da liga 8090 tratada a 200^oC durante 1000 minutos – Seção de topo. Aumento de 200X.

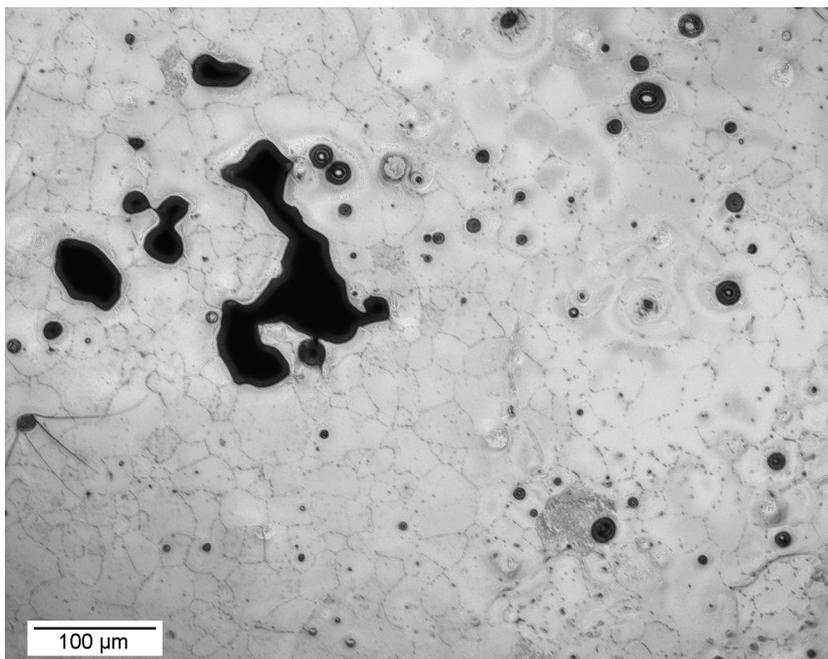


Figura 4.14 – Micrografia da liga 8090 solubilizada a 550^oC durante 1 hora e envelhecida a 200^oC durante 500 minutos – Aumento de 200X.

4.4 Microscopia Eletrônica

4.4.1 Microscopia Eletrônica de Varredura

(a) MEV convencional

Para o estudo no MEV, as amostras foram analisadas apenas na seção de topo nas condições solubilizadas e envelhecidas a 200⁰C durante diferentes tempos.

Os resultados no MEV complementam os resultados obtidos por microscopia ótica em termos da microestrutura da liga estudada. Posterior à realização dos tratamentos térmicos de envelhecimento, nota-se que o tamanho de grão cresceu para os diferentes tempos de envelhecimento, crescimento este auxiliado pela dissolução parcial de fases presentes nos contornos de grão. [8,54]

É confirmado nessas micrografias a presença de subgrãos e do tamanho relativamente pequeno dos grãos, em torno de 30 μm . O contraste observado nos contornos de grãos não é necessariamente oriundo de uma precipitação heterogênea grosseira mas incorpora efeitos topológicos em virtude do ataque químico que afeta prioritariamente os próprios contornos de grão.

(b) EBSD

Os mapas de orientação obtidos por EBSD apresentam uma imagem na qual uma cor é atribuída ao plano paralelo àquele da amostra em cada ponto de coleta segundo o triângulo unitário de referência. Estes mapas permitem a rápida constatação da presença de textura, possibilitando a associação imediata com a morfologia. [52,56]

A liga 8090 é submetida a uma considerável deformação plástica a elevadas temperaturas via laminação e subseqüentemente tratamentos térmicos. Estes processos conduzem a formação de uma forte textura cristalográfica. Também é observado em ligas endurecíveis por precipitação uma textura

morfológica, manifestada pelo alongamento dos grãos como pode ser observado no mapa de orientação da seção transversal na amostra como recebida. [44, 59]

A amostra como recebida (seção de topo) apresenta uma marcante estrutura de subgrãos. Esses subgrãos foram assim classificados através da diferença de orientação. Definiu-se como contornos de baixo ângulo os grãos com diferença de orientação menor que 15° . Para esses subgrãos foi realizada uma medida do tamanho médio e foi obtido um valor de $9,68 \mu\text{m}$. O tamanho de grão é maior para as amostras que sofreram tratamento térmico como pode ser observado no diagrama de barras, entretanto esses valores representam uma média dos grãos e subgrãos e não é muito representativo. [56]

Através dos mapas de orientação obtidos por EBSD na amostra solubilizada e solubilizada e envelhecida a 200° durante 5000 minutos pode-se notar uma mudança acentuada na textura do material, apresentando após o tratamento de envelhecimento uma textura preferencial $\langle 101 \rangle$.

Com relação à avaliação da estabilidade da textura em amostras após tratamentos térmicos, este assunto não foi contemplado no início do presente estudo. Todavia, em decorrência das incursões feitas por EBSD e tendo em vista o potencial desta técnica, considera-se oportuno quantificar este aspecto. Entretanto, este estudo requer a comparação sistemática entre as seções transversal e longitudinal das chapas da liga. Em virtude do tempo disponível para apresentação da dissertação, incompatível com o tempo de investimento para preparação de novas amostras, esta informação não se encontra disponível neste documento, mas pretende-se esclarecer no futuro próximo.

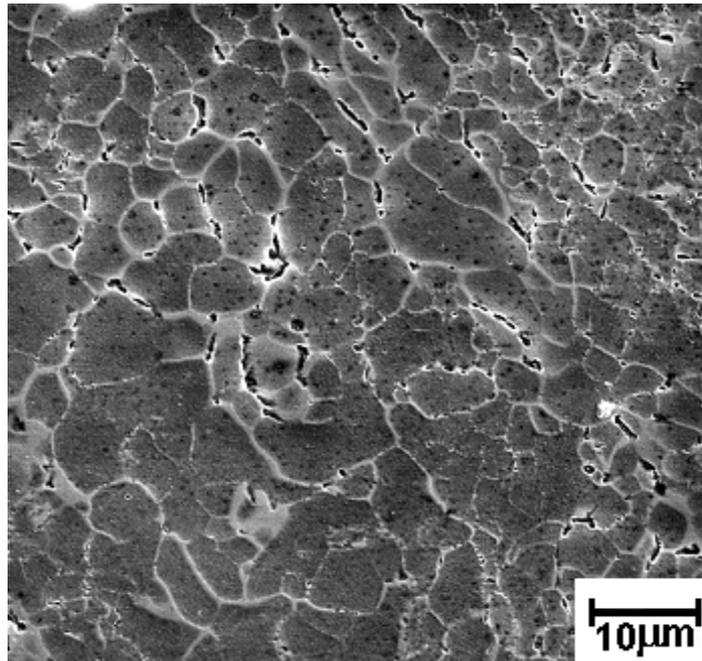


Figura 4.15 – MEV. Amostra tratada 200°C durante 100 minutos. Elétrons secundários. Seção de topo. Aumento 1000X.

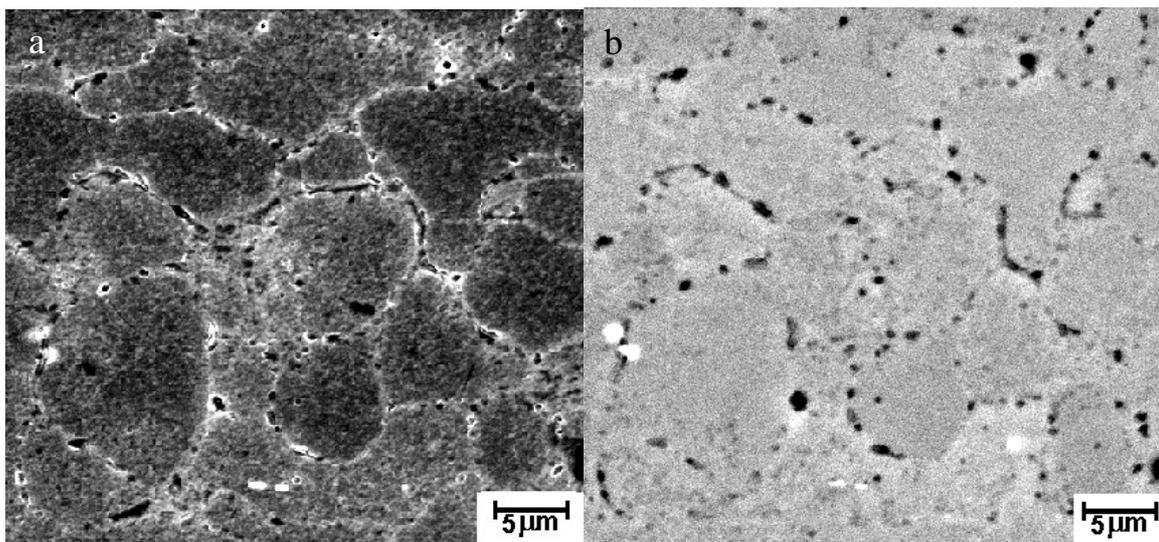


Figura 4.16 - MEV. Amostra tratada 200°C durante 1000 minutos mostrando a presença de precipitação grosseira nos contornos de grão. Seção de topo. Aumento 2000X. (a) Elétrons secundários e (b) elétrons retroespalhados.

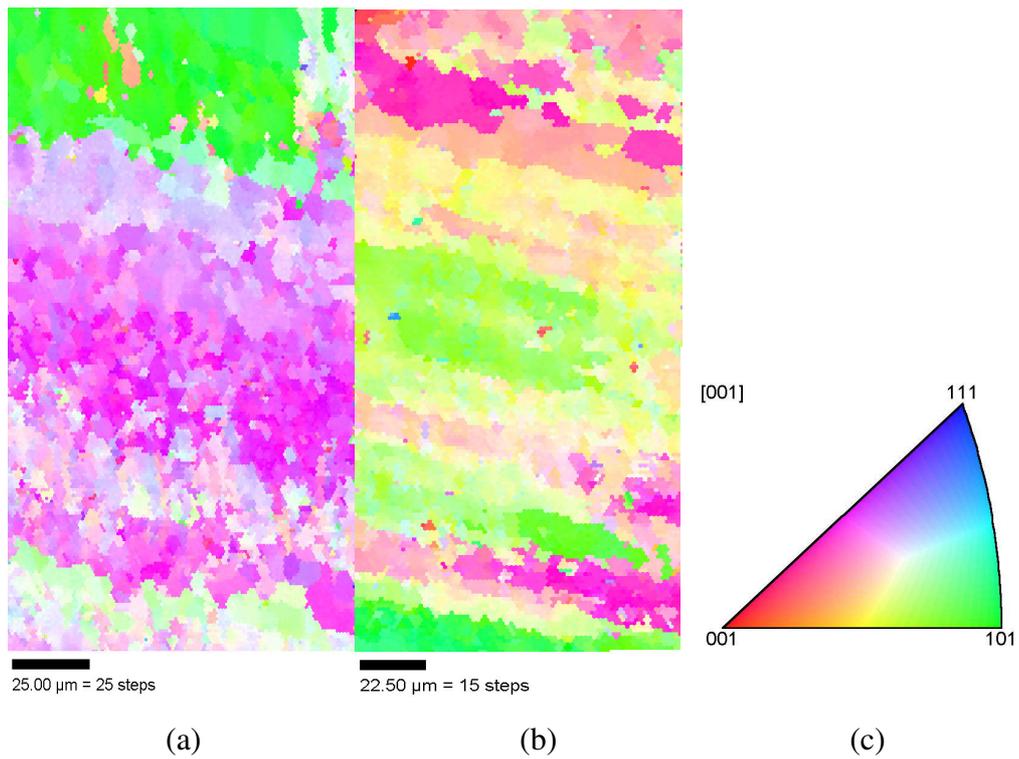


Figura 4.17 – Mapa de orientação da amostra como recebida (a) seção de topo; (b) seção transversal e (c) triângulo unitário de referência das cores utilizadas.

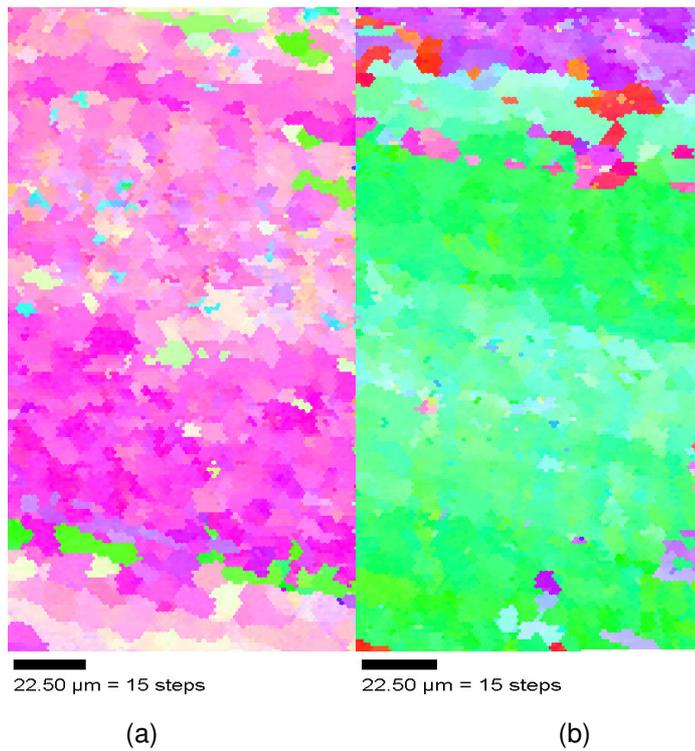


Figura 4.18 – Mapa de orientação da amostra nas condições (a) solubilizada; (b) solubilizada e envelhecida a 200°C durante 5000 minutos. Utilizar triângulo unitário da figura 4.17.

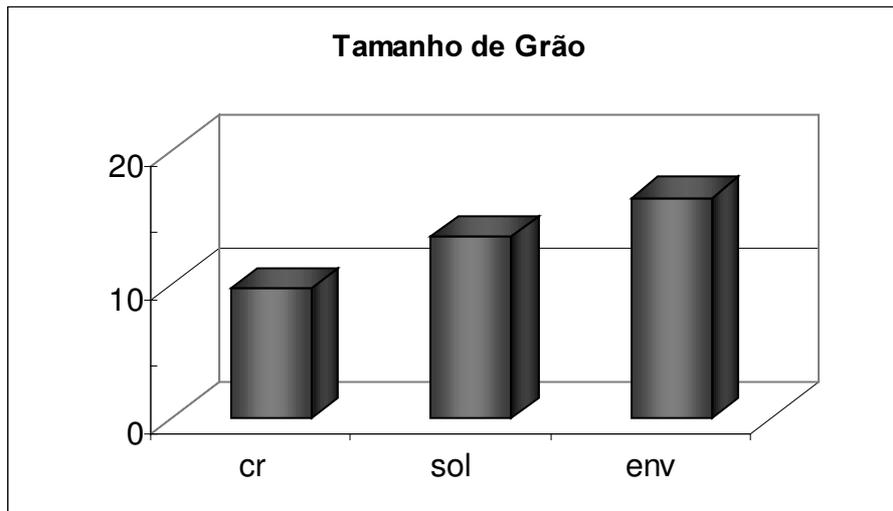


Figura 4.19 – Diagrama de barras mostrando o tamanho de grão calculado para a liga 8090 nas condições como recebida, solubilizada e solubilizada e envelhecida a 200⁰C durante 5000 minutos.

4.4.2

Microscopia Eletrônica de Transmissão

Nesta seção são apresentados aspectos microestruturais da liga 8090 reveladas ao MET no estado como recebido e nas diversas condições de envelhecimento utilizadas neste trabalho.

A microestrutura da liga 8090 é caracterizada por ser constituída de grãos alongados que permanecem após os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento. Também são observados subgrãos bem definidos e limitados por arranjos de discordâncias de baixa energia como pode ser observado na Figura 4.20. A estrutura de subgrãos é comum no alumínio devido a alta energia de falha de empilhamento.



Figura 4.20 - Imagem em campo claro em baixo aumento da liga 8090 apresentando a microestrutura de pequenos grãos alongados e subgrãos.

As amostras na condição como recebida apresentam precipitados de formato esférico distribuído de forma homogênea na matriz e nos contornos de grão. Devido à baixa fração volumétrica, distribuição não uniforme e o tamanho desses precipitados em torno de 20 nm, pode-se interpretar como se tratando da fase β'

(Al_3Zr), figura 4.21. Esta fase é formada no início do resfriamento, devido à baixa solubilidade do zircônio no alumínio. [1-5]

Também é observado na condição de como recebida a presença de precipitados com morfologia de plaquetas finas de aproximadamente 100 nm de comprimento com uma distribuição uniforme (Figura. 4.22). Esses precipitados alongados foram identificados como sendo a fase hexagonal T_1 (Al_2CuLi) que, segundo a literatura é formada nos planos (111) da matriz de alumínio e pode ser precipitado nos contornos de grão, nos subcontornos de subgrão e no interior do grão. [48]

Nesta condição, devido à deformação de 1 a 2 % sofrida antes do envelhecimento, foram formadas discordâncias as quais são observadas na figura 4.23. Estas discordâncias são sítios preferenciais a precipitação durante o envelhecimento devido à energia de deformação em precipitados coerentes. A figura de difração correspondente indica a presença de reflexões relacionadas a matriz e outras associadas as fases precipitadas nesta condição.

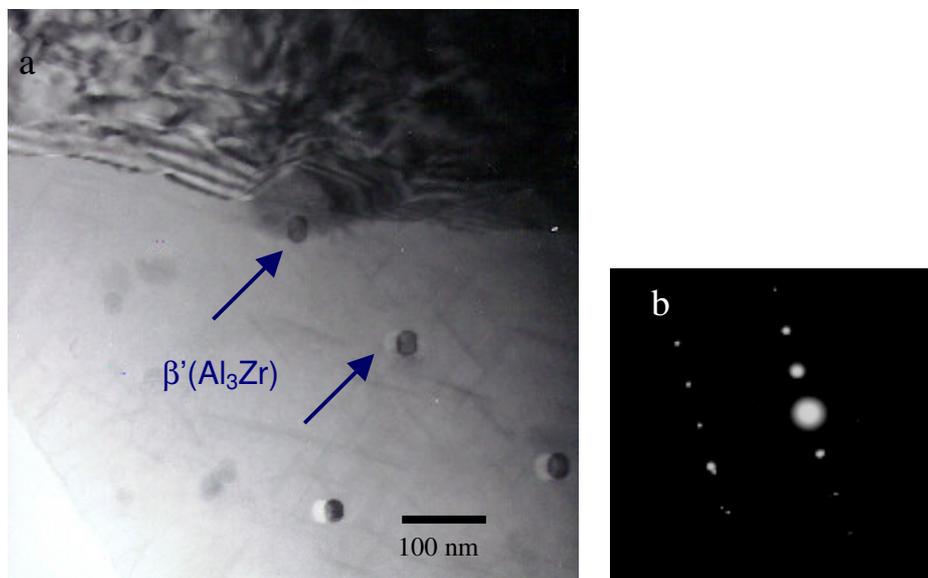


Figura 4.21 - Micrografia da liga como recebida condição metalúrgica T3. (a) Imagem em campo claro mostrando alguns precipitados β' e (b) figura de difração.

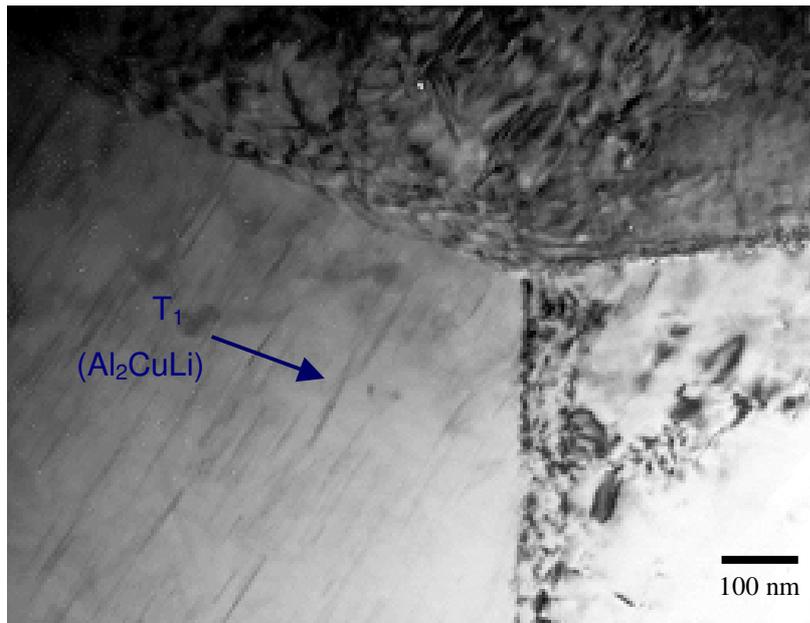


Figura 4.22 - Micrografia em campo claro da liga como recebida mostrando finas plaquetas correspondentes à fase T_1 (Al_2CuLi).

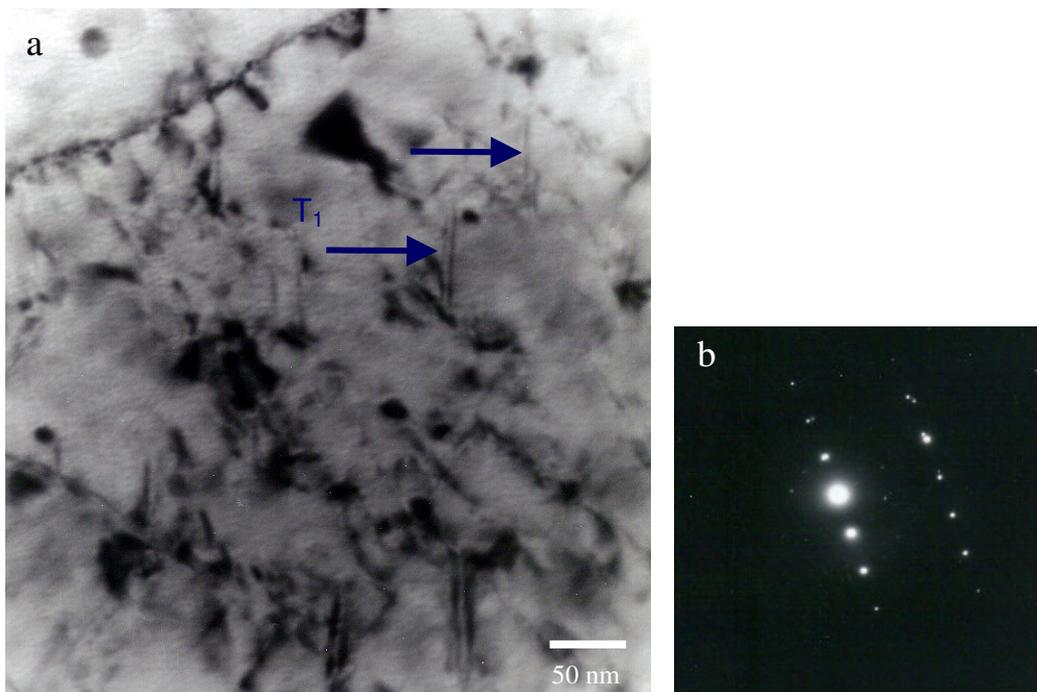


Figura 4.23 – (a) Micrografia em campo claro da amostra como recebida apresentando discordâncias e precipitação das fases T_1 e β' e (b) figura de difração.

Após tratamento de solubilização a 550⁰C durante 1 hora é observado que houve alguma dissolução, embora ainda possa ser detectada a presença da fase β' . A figura 4.24 apresenta uma visão geral da amostra como solubilizada, com subcontornos de grãos formados por arranjos de discordâncias. Apenas partículas correspondentes à fase β' permanecem nesta condição devido ao fato de serem bastante resistentes mesmo a elevadas temperaturas, como pode se visto na figura 4.25.

O primeiro e principal processo ocorrido durante o tratamento de retrogressão é a dissolução das partículas δ' . Esta dissolução resulta no aumento de lítio, que dissolvido na matriz de alumínio, pode vir a formar outras fases num processo de reenvelhecimento. [47,48]



Figura 4.24 – Micrografia em campo claro da amostra na condição como solubilizada apresentando contornos de grão de baixo e alto ângulo e precipitados β' de tamanho nanométrico.

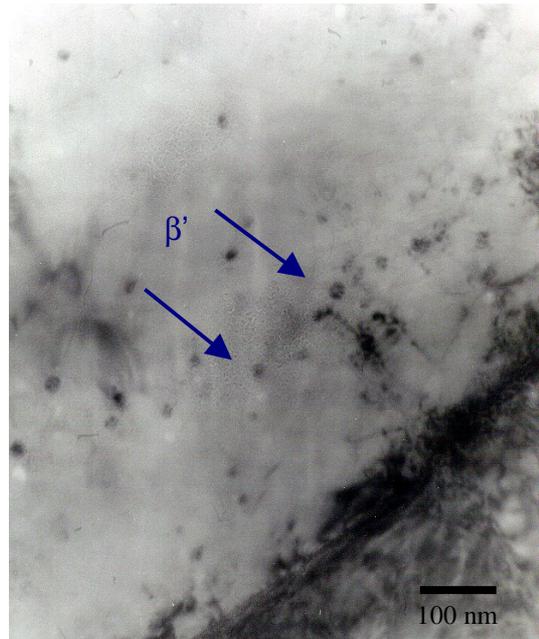


Figura 4.25 – Micrografia em campo claro da amostra após tratamento de retrogressão. Pode-se notar que a fase β' não é dissolvida após o tratamento de 60 minutos a 550°C .

Resultados do reenvelhecimento a 150°C durante 10 minutos indicam a presença da fase β' (Figura 4.26) com o mesmo tamanho desses precipitados encontrados na condição como recebida. A figura 4.27 apresenta uma região do interior do grão onde se observa um emaranhado de discordâncias e também partículas de β' visíveis em maior quantidade em virtude das condições de contraste por difração serem favorecidas ao longo dos “contornos de dobramento” da lâmina fina com relação ao feixe de elétrons.

A figura 4.28 apresenta um par de micrografias campo claro e campo escuro da amostra envelhecida ainda durante 10 minutos. Em campo escuro são melhor definidos os subcontornos formados por arranjos de discordâncias e também discordâncias no interior do grão.

A fase δ' (Al_3Li) não aparece nesta condição de envelhecimento artificial porque a amostra não está orientada numa adequada condição de difração embora se saiba pela literatura que ela pode ser formada nesse estágio inicial de envelhecimento. [5-8,47] A visualização desta fase é dificultada ainda pelo tamanho de ordem nanométrica. Porém, as reflexões de super-rede confirmam a presença de δ' como pode ser observado na figura de difração 4.28c.

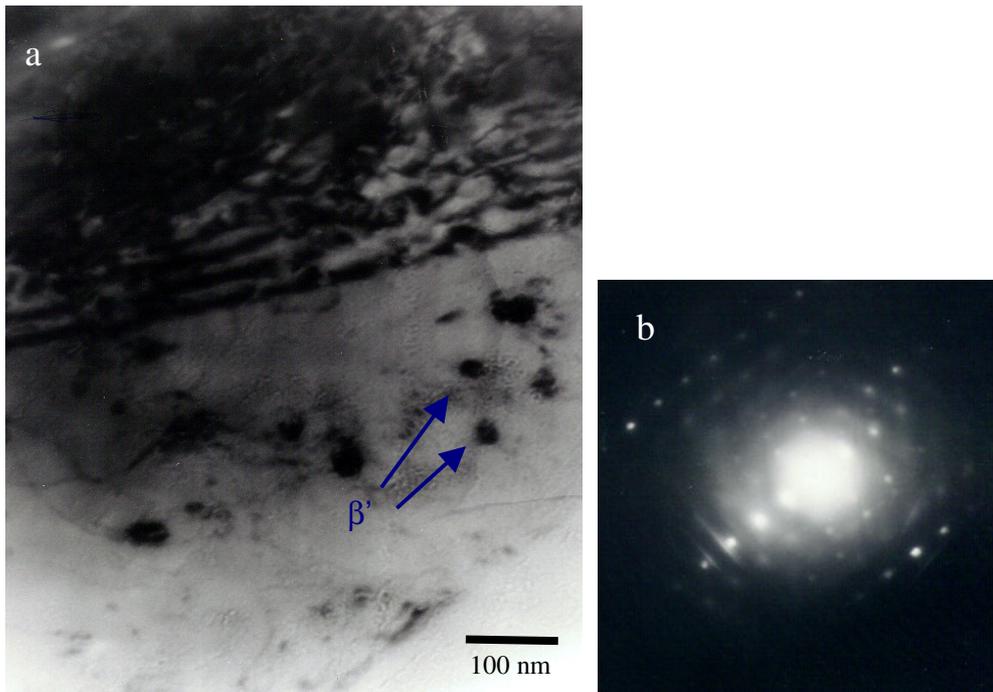


Figura 4.26 – (a) Micrografia em campo claro da liga solubilizada e envelhecida a 150°C durante 10 minutos apresentando a fase β' e (b) figura de difração.

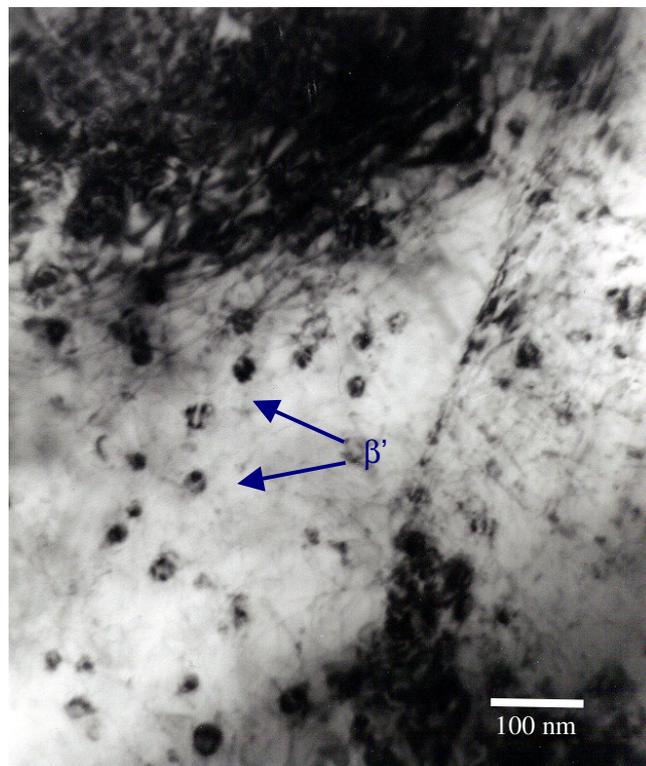


Figura 4.27 – Micrografia em campo claro da liga solubilizada e envelhecida a 150°C durante 10 minutos apresentando alta densidade de discordâncias e precipitação de β' .

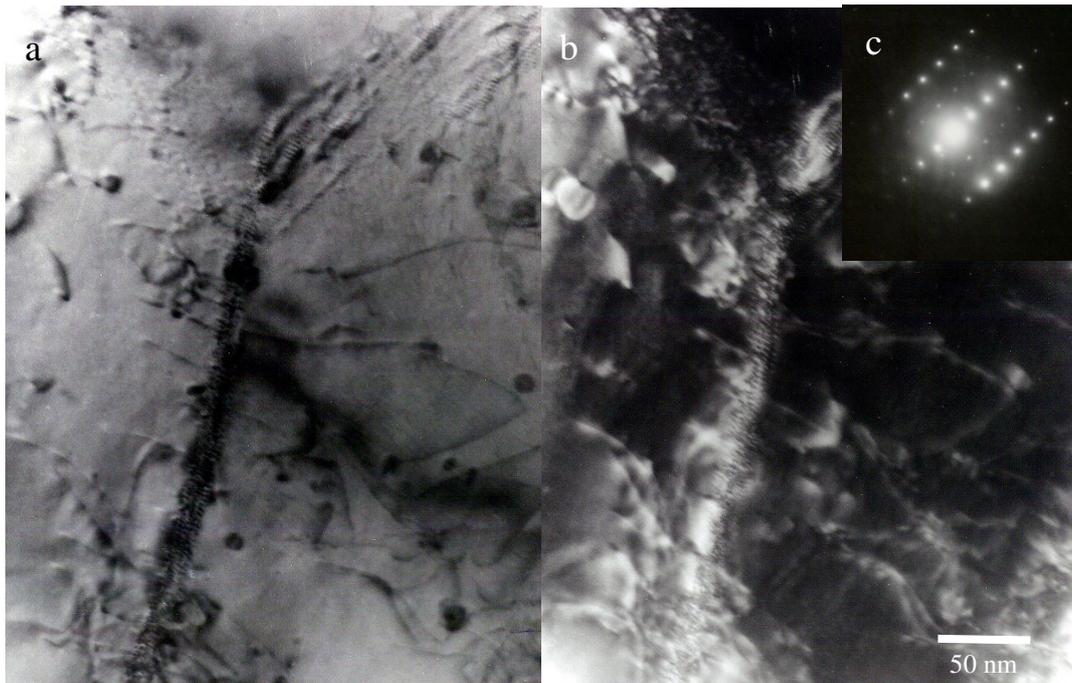


Figura 4.28 – Micrografia da liga solubilizada e envelhecida a 150°C durante 10 minutos apresentando arranjos de discordâncias e discordâncias no interior do grão.
(a) campo claro, (b) campo escuro e (c) figura de difração.

Nas amostras envelhecidas a 200°C durante 10 minutos observou-se a precipitação da fase β' (Al_3Zr), que correspondem aos precipitados esféricos maiores e δ' (Al_3Li) em granulação mais fina. Essas fases como já dito anteriormente, podem ser diferenciadas pela distribuição volumétrica e tamanho dos precipitados, como pode ser observado na figura 4.29.

A observação da fase metaestável δ' (Al_3Li) só pode ser feita mediante microscopia eletrônica de transmissão devido ao seu tamanho de aproximadamente 10 nm, o que impossibilita a sua observação em microscopia ótica e de varredura. Todavia, em MET devido à coerência desses precipitados com a matriz, é conveniente a observação em condições de campo escuro com um feixe difratado pela matriz para obtenção de melhor contraste.

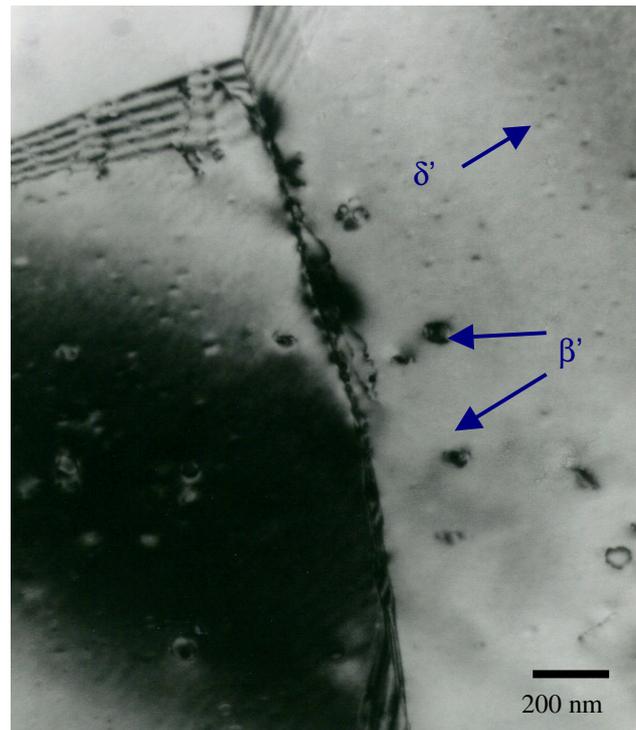


Figura 4.29 – Micrografia em campo claro da liga solubilizada e envelhecida a 200^oC durante 10 minutos apresentando a precipitação da fase β' e δ' .

Pode-se notar uma grande modificação na microestrutura do material envelhecido a 150^oC durante 100 minutos quando se compara com a microestrutura tratada a 150^oC por 10 minutos. Os precipitados β' apresentam tamanho um pouco superior à condição de envelhecimento por 10 minutos e a presença de δ' é mais uma vez detecta. (figura 4.30). Esta condição equivale a condição de pico de envelhecimento, entretanto não foi observado nessa condição a precipitação da fase S (Al_2CuMg). De acordo com estudos anteriores [34], a fase S só começa a ser precipitada a partir de um tratamento de envelhecimento de 360 minutos e em baixa fração volumétrica.

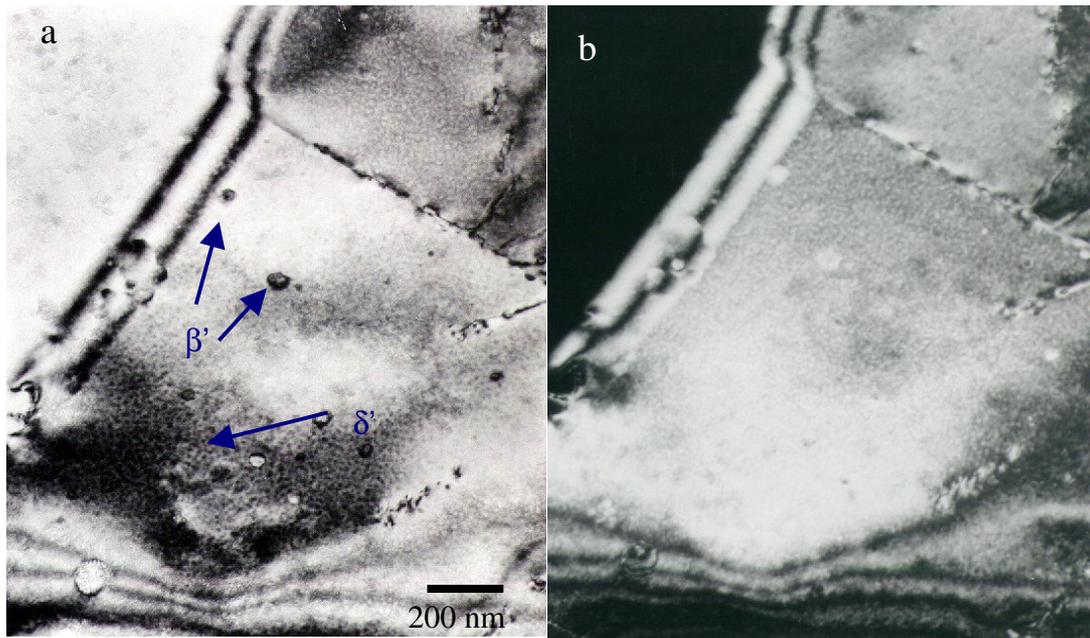


Figura 4.30 – Par de micrografias campo claro/ campo escuro da liga solubilizada e envelhecida a 150°C durante 100 minutos. Nota-se a presença da fase β' e em maior tamanho e a presença dos precipitados esféricos pequenos correspondentes à fase δ' .

O material solubilizado e envelhecido a 200°C durante 100 minutos também corresponde a uma condição próxima ao pico de envelhecimento para esta temperatura. Por isso, é observada a presença de diversos tipos de precipitados nesta condição de tratamento. É apresentado na figura 4.31a uma evidente precipitação fina e homogênea da fase δ' e também a presença de partículas correspondente a fase β' . Essas duas fases apresentam formato esférico, entretanto os precipitados da fase β' apresentam tamanho superior aos da fase δ' . Campos de deformação de coerência em torno desses precipitados esféricos aparecem como lóbulos de baixa intensidade com uma linha sem contraste perpendicular ao vetor g . As partículas coerentes apresentadas na figura 4.31b evidenciam este contraste, típico do mecanismo de Orowan. A micrografia da figura 4.31c apresenta discordâncias sendo presas pelos precipitados e a figura 4.31d apresenta as plaquetas correspondentes à fase T_1 cujos planos estão orientados em direção ao feixe. As discordâncias e os contornos de grão são os locais preferenciais para a nucleação de precipitados, pois são sítios energeticamente mais favoráveis para estas reações. Entretanto, nessa condição de envelhecimento também é observada a ocorrência de precipitados no interior dos grãos, como pode ser comprovado na figura 4.32.

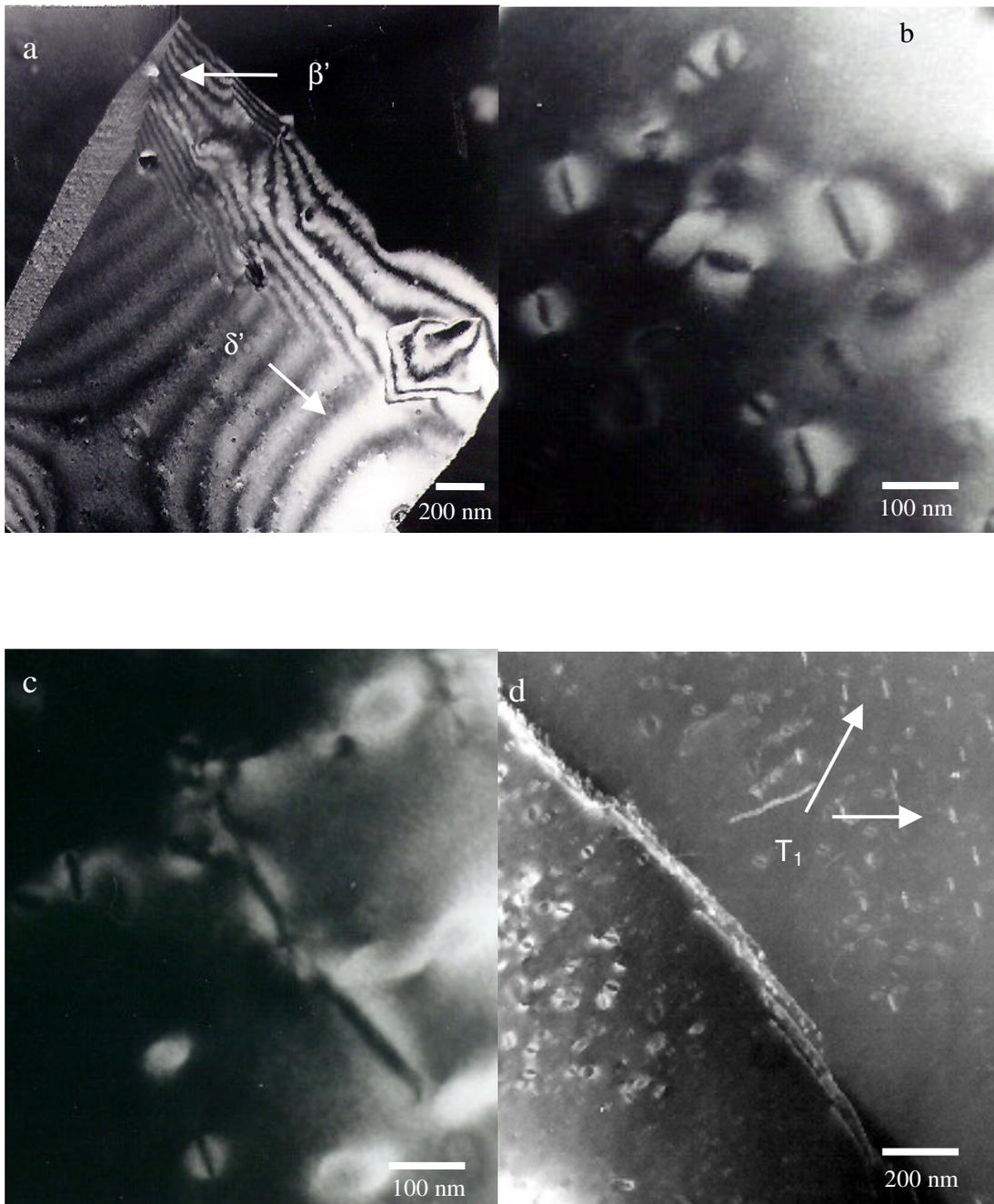


Figura 4.31 – Micrografias em campo escuro da liga solubilizada e envelhecida a 200°C durante 100 minutos apresentando: (a) precipitação das fases β' (Al_3Zr) e δ' (Al_3Li), (b) campos de deformação de coerência em torno dos precipitados, (c) precipitados ancorando discordâncias e (d) precipitados correspondentes à fase T_1 .

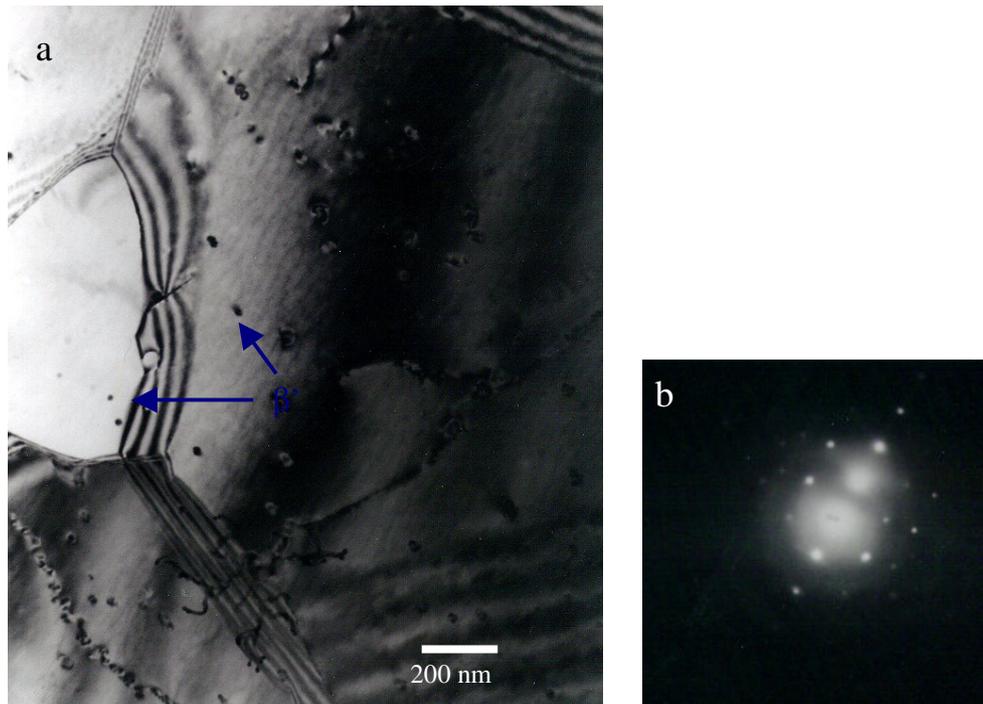


Figura 4.32 – Micrografia da liga solubilizada e envelhecida a 200°C durante 100 minutos. (a) imagem em campo claro apresentando precipitação homogênea e (b) figura de difração.

As observações nas amostras tratadas a 150°C por 1000 minutos confirmam a estrutura de grãos alongados, subgrãos e empilhamento de discordâncias como pode ser visto na figura 4.33. A presença do precipitado duplex de aproximadamente 50 nm, formado pela fase esférica β' (Al_3Zr) envolvida na fase δ' (Al_3Li) foi observada com mais nitidez nesta condição de tratamento, figura 4.33c. A interface de β' (Al_3Zr)/ matriz atua como sítio de nucleação para a precipitação da fase δ' (Al_3Li) durante o envelhecimento formando este precipitado composto (duplex). Nesta condição se observa ainda um crescimento discreto da fase precipitada δ' (figura 4.34), que pode ser confirmada através da figura de difração apresentando as reflexões de super-rede que sugerem ser correspondentes ao precipitado δ' e as reflexões da matriz, figura 4.34b. Deve-se ressaltar que esta situação de crescimento da fase δ' é possível uma vez que termodinamicamente existiria soluto de átomos de lítio disponível para participar do processo de precipitação difusional nesse tempo.

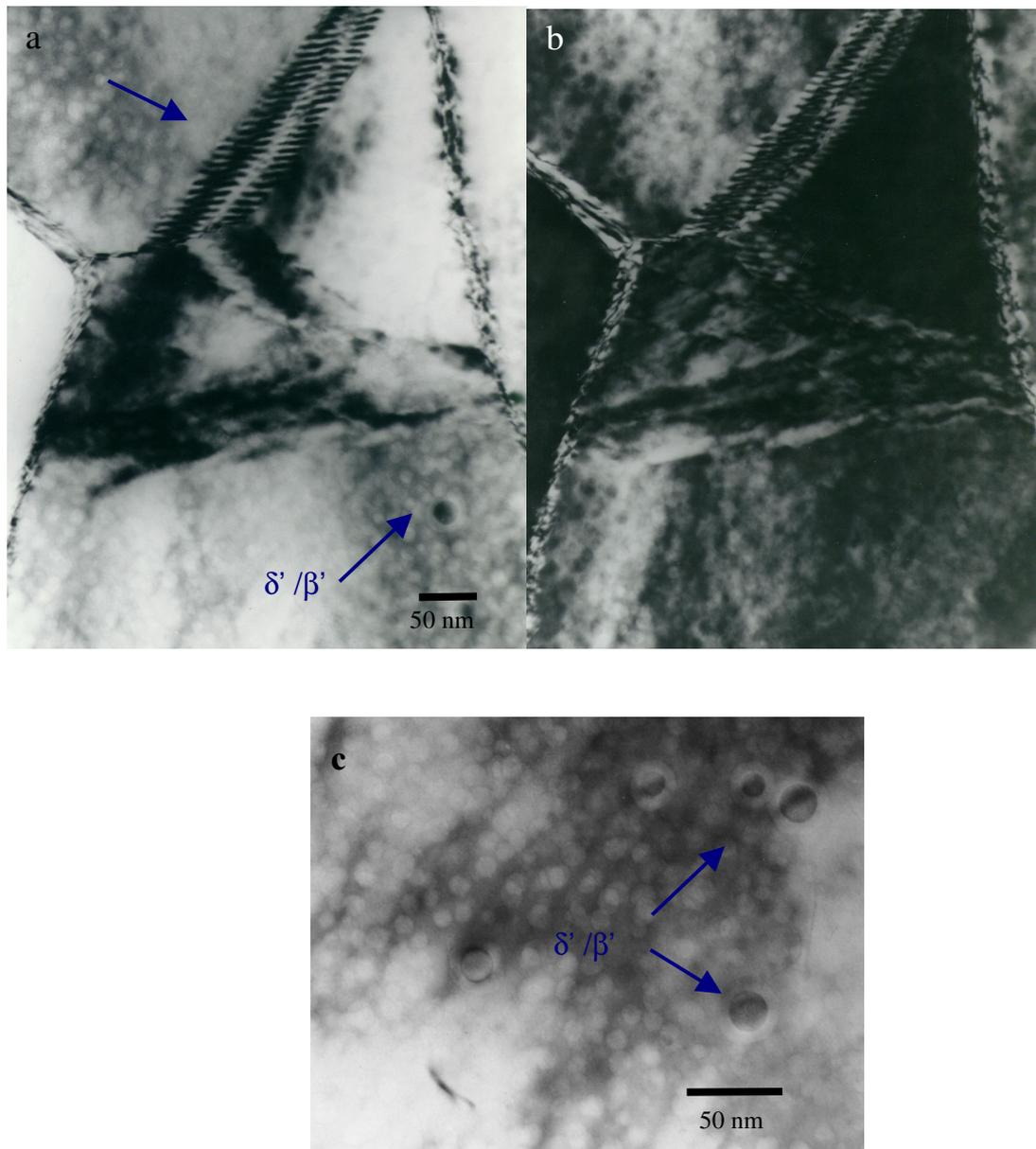


Figura 4.33 – Micrografia da liga solubilizada e envelhecida a 150°C durante 1000 minutos apresentando subgrãos limitados por empilhamento de discordâncias, precipitação da fase esférica δ' e dos precipitados duplex δ' / β' . (a) campo claro; (b) campo escuro e (c) ampliação apresentando os precipitados duplex δ' / β' .

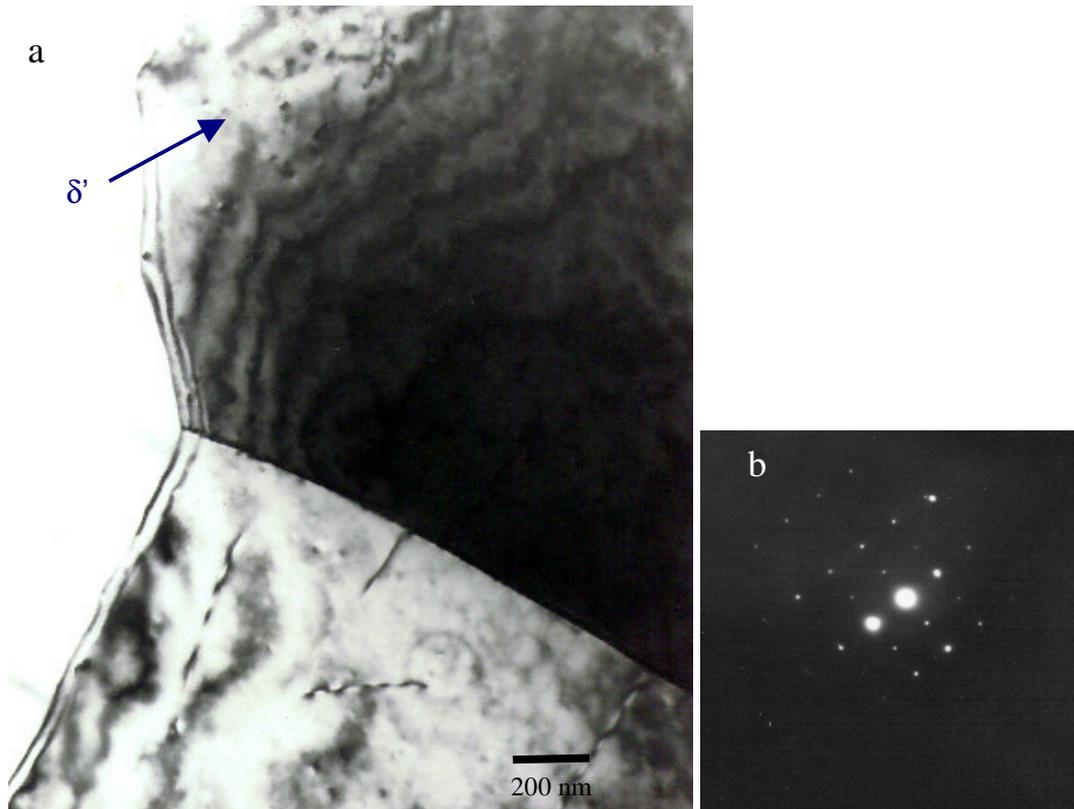


Figura 4.34 – Micrografia da liga solubilizada e envelhecida a 150^oC durante 1000 minutos onde é possível observar a presença da fase δ' . (a) campo claro e (b) figura de difração de área selecionada apresentado reflexões correspondentes a matriz e outras correspondentes as partículas de segunda fase.

Nas amostras envelhecidas a 200^oC também durante 1000 minutos foi observada uma microestrutura semelhante à da amostra tratada a 150^oC por 1000 minutos. A presença da fase δ' (Al_3Li) se torna ainda mais evidente mesmo em aumento baixos devido ao crescimento desses precipitados, como pode ser observado na figura 4.35. A fase β' (Al_3Zr) continua a ocorrer neste estágio de envelhecimento.

Nessas condições de tratamento, se detecta também a ocorrência de uma precipitação intergranular incipiente de uma fase que termodinamicamente corresponde à fase T_1 , figura 4.36. No entanto, esta micrografia apresenta este precipitado com morfologia atípica devido à orientação da amostra estar coincidindo com a direção de crescimento do precipitado.

Embora o contorno de grão da micrografia 4.36 corresponda a um contorno de baixa desorientação, o que explicaria o seu baixo poder catalítico para precipitação heterogênea, outras observações em contornos de grão nesta situação

de tratamento e também em outras condições não detectam significativa precipitação heterogênea. Esta parece ser uma característica da liga em virtude do tratamento termo mecânico bem sucedido a que foi submetida no processo de fabricação. Isto é, essa liga é caracterizada por apresentar precipitação homogênea e finamente dispersa, promovendo ótimo desempenho mecânico.

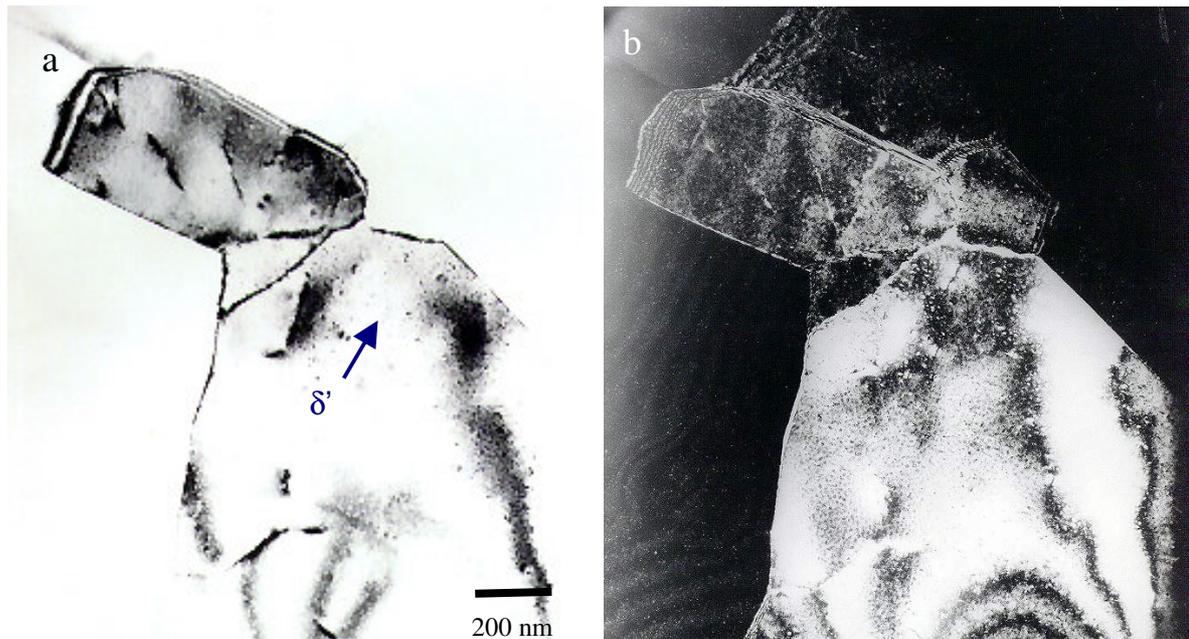


Figura 4.35 – Micrografia em baixo aumento da liga solubilizada e envelhecida a 200^oC durante 1000 minutos apresentando uma copiosa precipitação da fase δ' .

(a) campo claro e (b) campo escuro.

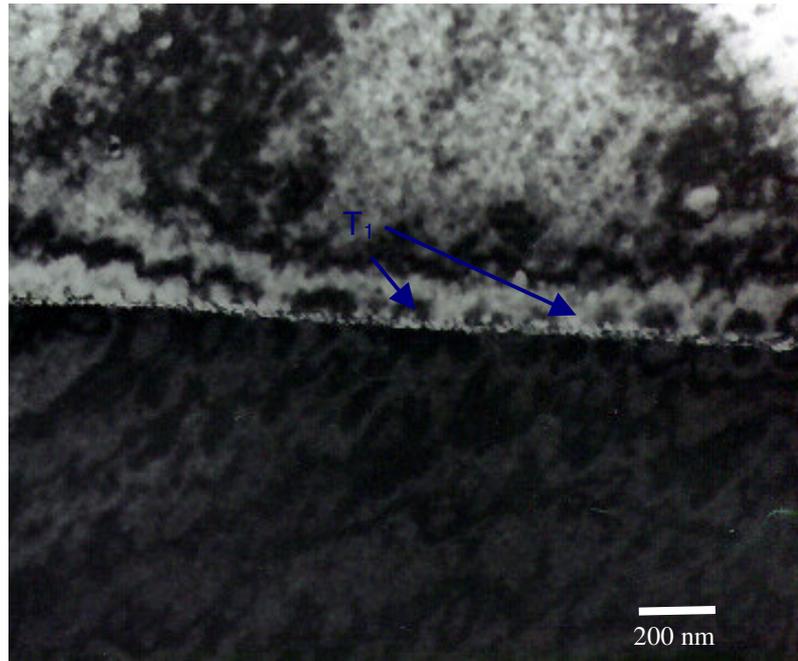


Figura 4.36 – Micrografia em campo escuro da liga solubilizada e envelhecida a 200°C durante 1000 minutos apresentando a fase T_1 alinhada no contorno de grão.

Nas amostras envelhecidas a 150°C durante 5000 minutos, além das fases δ' e β' observadas na micrografia da figura 4.37, também foi observada a existência de subgrãos bem definidos. Esses subgrãos tem energia interfacial suficiente para promover precipitação heterogênea da fase estável S, figura 4.38, de morfologia alongada e com comprimento de aproximadamente 800 nm.

Os precipitados β' podem interagir com contornos de subgrãos, figura 4.39. As discordâncias afundam nos contornos de subgrão, aumentando a desorientação dos contornos, um processo auxiliado pelo natural crescimento e coalescimento dos subgrãos. [58]

É observado que a fase β' permanece com o mesmo tamanho e morfologia durante os diferentes tratamentos de envelhecimento, desde a condição de subenvelhecimento até a condição de superenvelhecimento. Isto pode ser explicado devido ao zircônio apresentar baixa solubilidade e difusividade no alumínio, o que proporciona aos precipitados Al_3Zr uma alta estabilidade mesmo quando submetido a longos tempos de envelhecimento.[5,33]

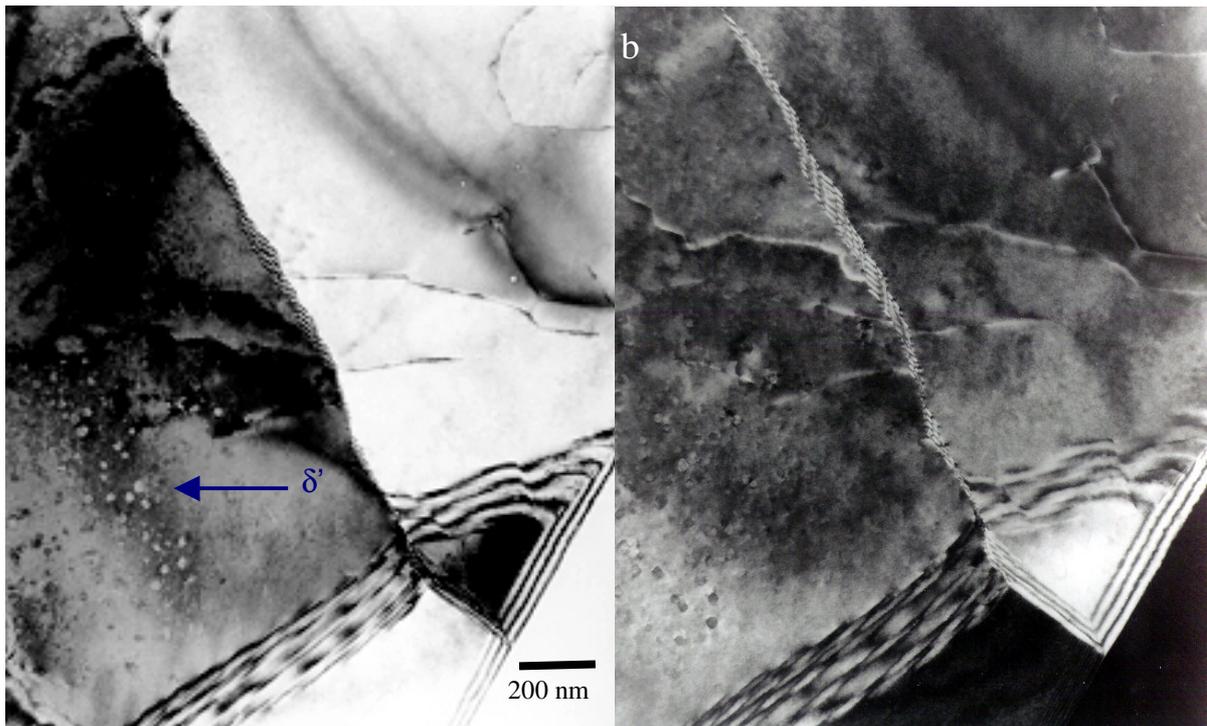


Figura 4.37 – Micrografia em baixo aumento da liga solubilizada e envelhecida a 150°C durante 5000 minutos apresentando contorno de grão de baixo ângulo uma copiosa precipitação da fase δ' . (a) campo claro e (b) campo escuro.

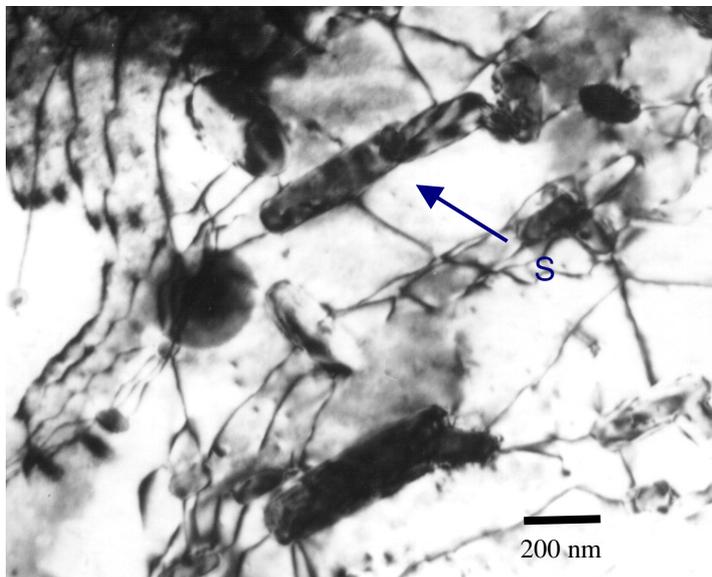


Figura 4.38 – Micrografia da liga solubilizada e envelhecida a 150°C durante 5000 minutos apresentando precipitação da fase S e discordâncias dissociadas.

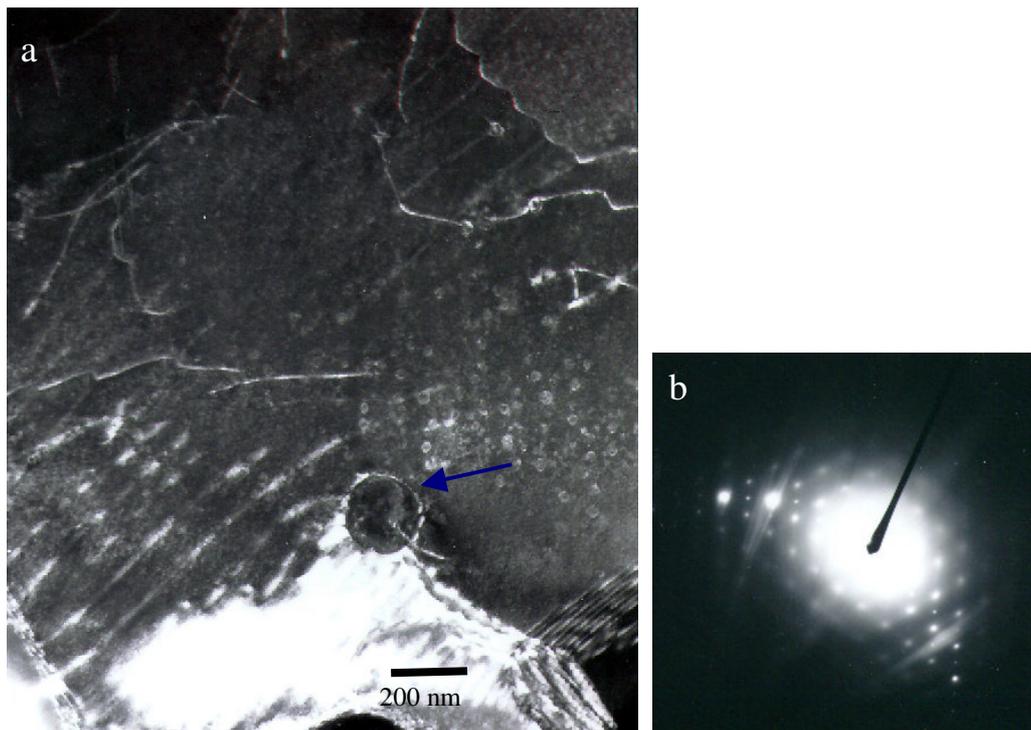


Figura 4.39 – Micrografia da liga solubilizada e envelhecida a 150^oC durante 5000 onde se observa a acomodação das discordâncias nos contorno de subgrão pelo precipitado. (a) campo escuro e (b) figura de difração de área selecionada.

Não é observada nenhuma mudança significativa para as amostras envelhecidas durante 5000 minutos nas diferentes temperaturas utilizadas nesse trabalho. Para a condição de tratamento a 200^oC é confirmado o crescimento das fases δ' e β' , entretanto já não ocorre mais a precipitação da fase duplex δ'/β' . (figuras 4.40 e 4.41).

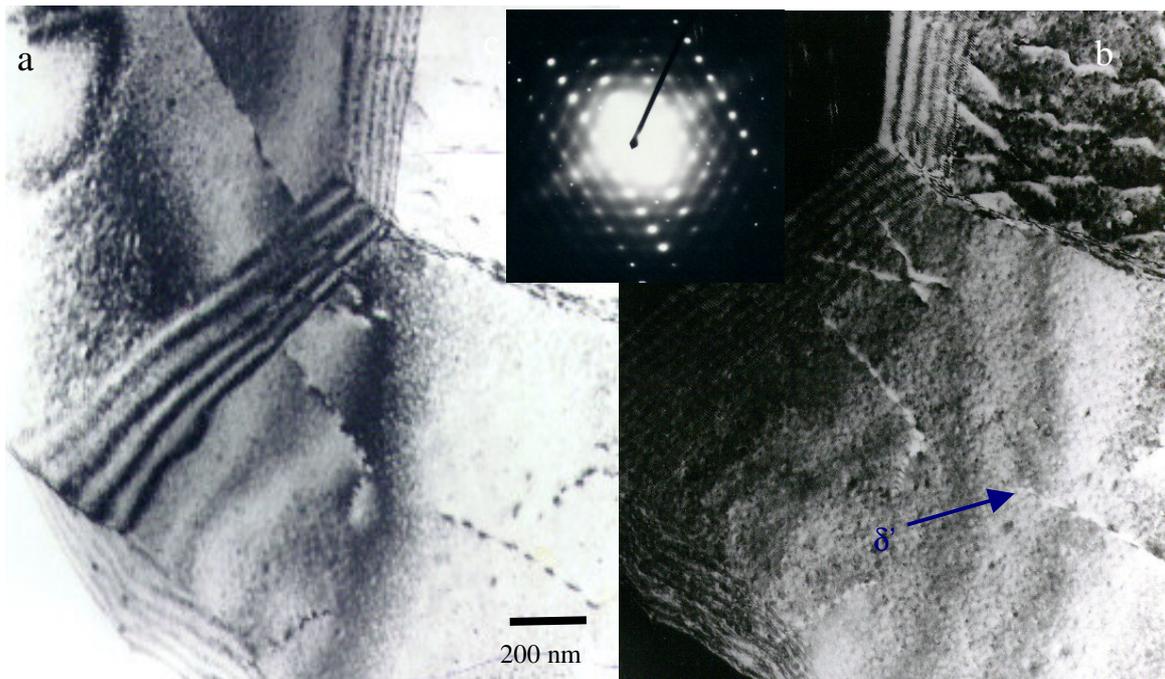


Figura 4.40 – Micrografia da liga solubilizada e envelhecida a 200°C durante 5000 onde se observa uma copiosa precipitação da fase δ' e (a) campo claro, (b) campo escuro e (c) figura de difração de área selecionada.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 0116462/CA

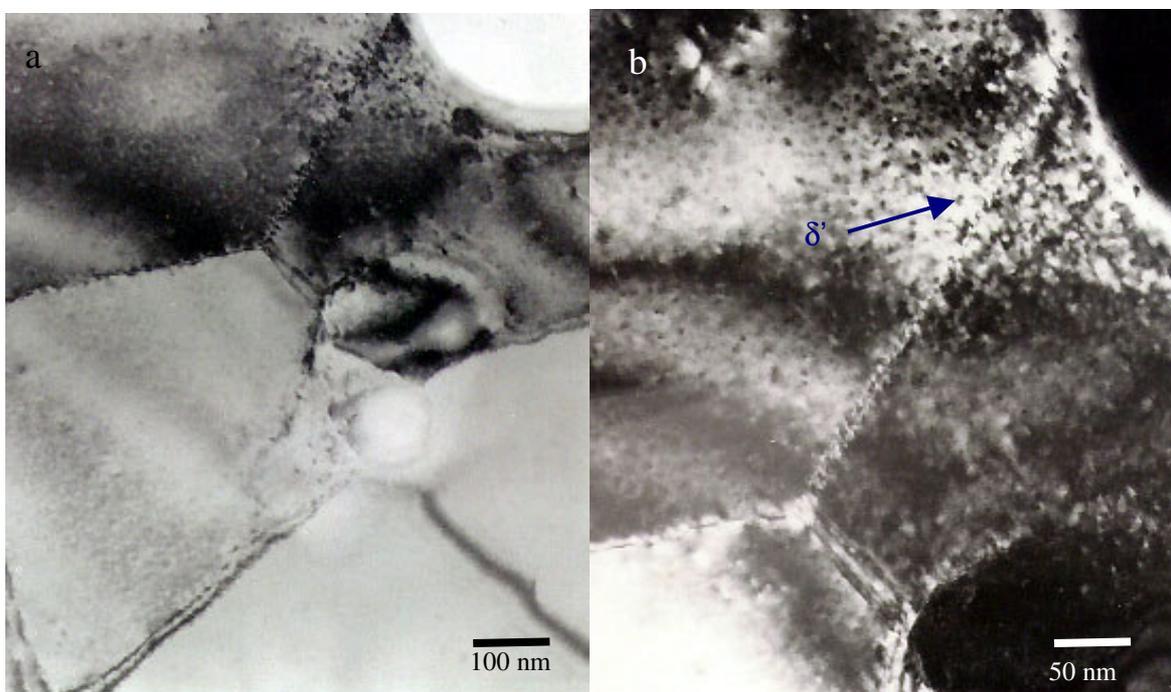


Figura 4.41 – Par de micrografias campo claro/ campo escuro da liga solubilizada e envelhecida a 200°C durante 5000 minutos apresentando o engrossamento dos precipitados.

Também é observada nesta liga, em todas as condições estudadas, a presença de algumas fases grosseiras com formatos irregulares, figura 4.42. Estas inclusões são provavelmente formadas durante a fabricação e sofrem cisalhamento pelas sucessivas operações de laminação, o que favorece a dissolução das mesmas durante o tratamento térmico de solubilização. Entretanto, uma quantidade significativa de inclusões permanece após o tratamento térmico de solubilização. Estudos por EDS indicam a presença de ferro como principal elemento químico encontrado nessas inclusões. (figura 4.43) [5,6,34]

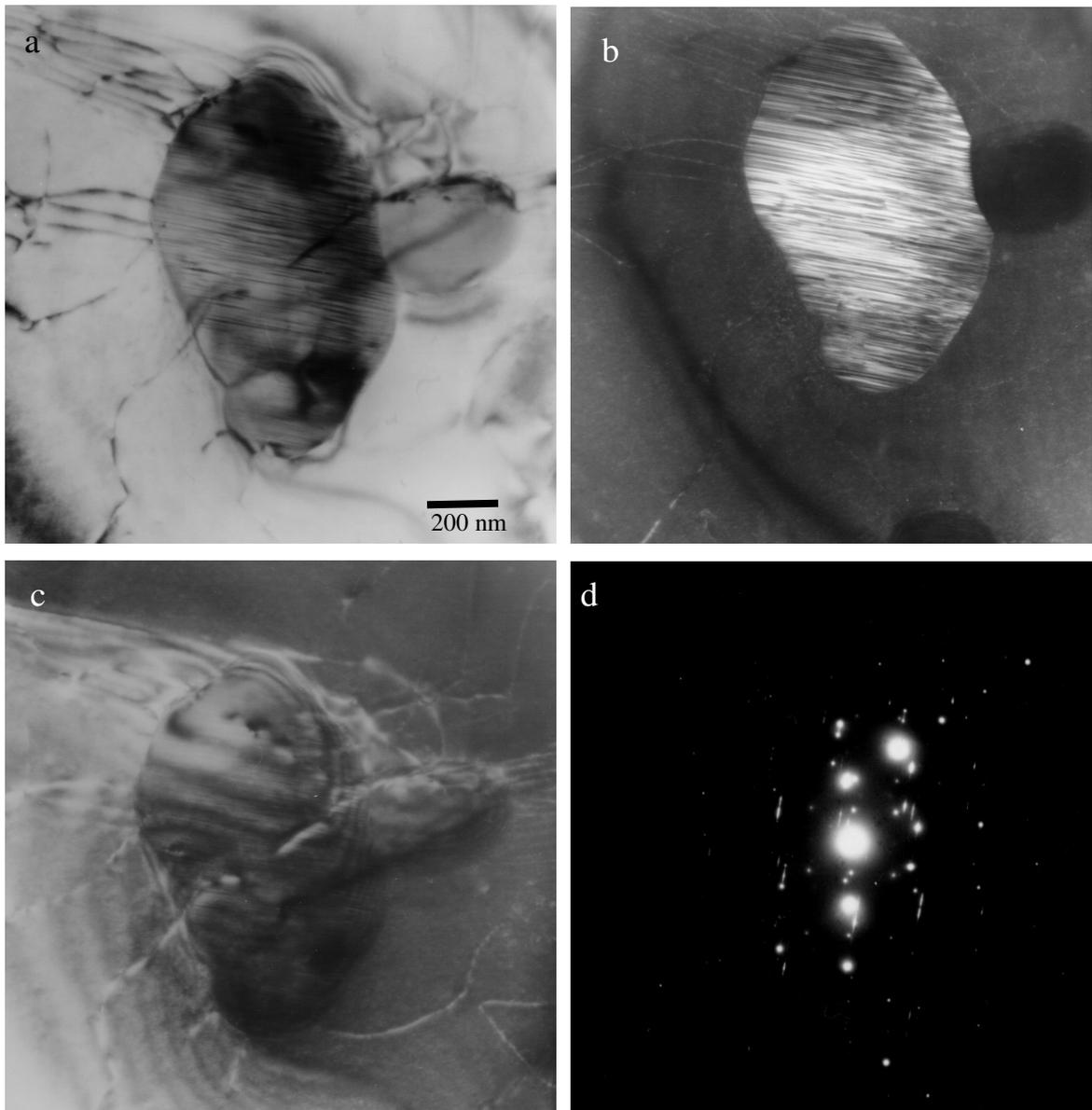


Figura 4.42 – Interação de uma discordância com uma inclusão na liga envelhecida a 150°C durante 5000 minutos. (a) campo claro, (b) campo escuro com reflexão do precipitado, (c) campo escuro com reflexão da matriz e (d) figura de difração de área selecionada.

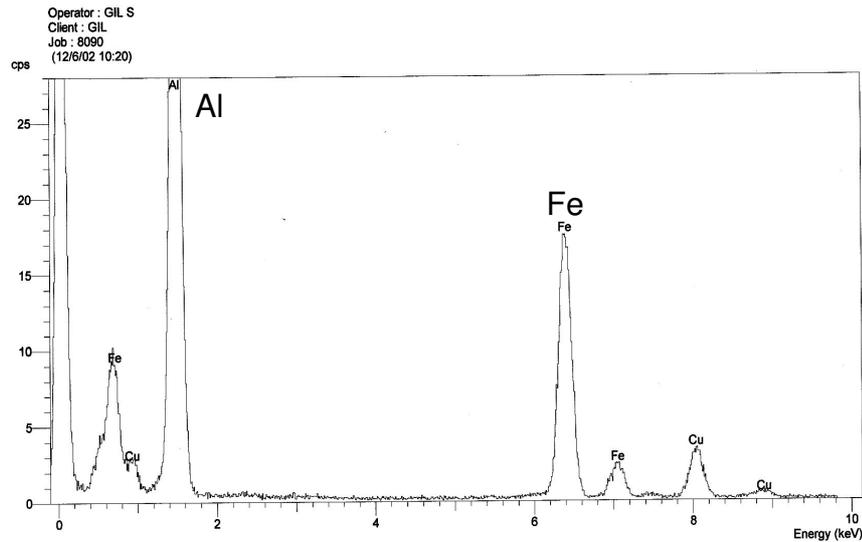


Figura 4.43 – Espectro EDS correspondente a inclusão da figura 4.42.

Analisando os resultados de todas as condições térmicas adotadas neste trabalho, pode-se observar claramente que a liga 8090, diferentemente da liga 2091 apresenta grande estabilidade estrutural, tanto na sua constituição policristalina quanto na sua subestrutura. Na primeira, o efeito de textura se mantém significativamente após a solubilização, conforme mostra o estudo por EBSD. Na segunda, a evolução dos estágios de precipitação é pouco perceptível pelo menos até o pico de endurecimento. Isto se deve, principalmente à estabilidade de β' e ao tamanho nanométrico e coerência da fase δ' . Mudanças significativas na estrutura de precipitados só são apreciadas após um prolongado envelhecimento (superenvelhecimento), quando se exauriu o fenômeno de perda de coerência das interfaces, transformando as discordâncias interfaciais em discordâncias estendidas na matriz e o concomitante engrossamento dos precipitados.(figura 4.38)