



CENTRO UNIVERSITÁRIO DA FEI
PAULO MONTEIRO DA CUNHA NETO

**CARACTERIZAÇÃO DA CINÉTICA DE CRESCIMENTO DE GRÃO EM
LIGAS 6000 DURANTE O ENVELHECIMENTO ARTIFICIAL**

São Bernardo do Campo

2016

PAULO MONTEIRO DA CUNHA NETO

**CARACTERIZAÇÃO DA CINÉTICA DE CRESCIMENTO DE GRÃO EM
LIGAS 6000 DURANTE O ENVELHECIMENTO ARTIFICIAL**

Relatório final apresentado ao programa de
iniciação científica do Centro Universitário da FEI

Orientador: Prof. Dr. Júlio César Dutra

São Bernardo do Campo

2016

AGRADECIMENTOS

Ao Centro Universitário da FEI, pelo financiamento do projeto de iniciação científica e bolsa de estudos assim como ao laboratório de materiais pelo seu pessoal e equipamentos para a execução desse projeto, e ao orientador Júlio César Dutra por todo o apoio e ensinamentos.

RESUMO

O crescimento de grão pode ser afetado pela distribuição de partículas de segunda fase. Geralmente, distribuições mais homogêneas e finas provocam um retardamento substancial na sua cinética. Eventual crescimento dessas partículas ocorre de maneira heterogênea, ensejando a ocorrência do crescimento anormal de grãos, um dos tipos de crescimento. O objetivo deste trabalho foi dar continuidade ao projeto iniciado pelo aluno Jonathan Genzo Hara e verificar se este tipo de crescimento ocorre nas faixas de temperaturas típicas do envelhecimento artificial em uma liga de Al da família 6000 através da caracterização do tamanho de grão por microscopia óptica. As amostras, as quais foram preparadas pelo aluno Jonathan, foram caracterizadas por ensaios de dureza Vickers, sendo cabível nesse trabalho a caracterização por estereologia quantitativa. Naquele trabalho, foram realizados tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial em sete diferentes tempos de tratamento em amostras de 12,7 mm de diâmetro da liga 6351. As amostras foram caracterizadas por ensaios de dureza Vickers. Os resultados dos ensaios de dureza referentes à temperatura de solubilização de 560°C por 1 hora e em seguida envelhecidas nas temperaturas de 170, 200 e 400°C por 3, 9, 27, 81, 243, 729 e 2187 minutos foram obtidos e mapeados mostrando a evolução dessa propriedade.

Após o mapeamento da dureza, foi realizado o procedimento de preparação metalográfica das amostras de alumínio; a partir de inúmeras tentativas, conseguiu-se um procedimento eficaz de lixamento e polimento da liga a ser estudada. Após a preparação, foram realizados testes de ataques para revelar contornos de grão: foram realizados ataque eletrolítico com ácido fluorbórico, ataque químico por imersão com reagente de Keller, com solução contendo reagente de Poulton e solução contendo NaOH e $K_4[Fe(CN)_6]$, o qual apenas esse último foi capaz de revelar os contornos de grão nessa liga. Isso feito, iniciou-se a etapa de medição do tamanho médio dos grãos, conseguindo poucos resultados devido à fase final do período proposto para o projeto, obtendo resultados de amostras de 200°C e de 400°C. Como os resultados de tamanho médio de grão das amostras envelhecidas na temperatura de 400°C, por diversos tempos, foi possível estimar uma relação entre o tamanho médio de grão e o tempo de envelhecimento de acordo com a equação proposta por Burke.

Foi possível perceber-se um aumento no tamanho de grão com o aumento no tempo de envelhecimento nas amostras investigadas na temperatura de 400°C. Os valores de K e n da equação de Burke são, respectivamente, iguais a $39,24 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-0,3041}$ e 0,0341. Em novo projeto de iniciação científica, deve-se continuar a preparação e subsequente medição dos tamanhos de grãos para todas as amostras e assim finalizar a caracterização do crescimento de grãos durante o envelhecimento artificial dessa liga de alumínio.

Palavras-chave:

1. Crescimento de grão
2. Reozimento
3. Endurecimento por envelhecimento

Sumário

Lista de Tabelas.....	7
Lista de Figuras	8
1. Introdução	11
2. Objetivos.....	14
2.1. Objetivo geral.....	14
2.2. Objetivos específicos	14
3. Revisão Bibliográfica.....	15
3.1. Alumínio e suas ligas	15
3.2. Solubilização.....	17
3.3. Nucleação.....	17
3.4. Crescimento de grão	19
3.5. Difusão das partículas na matriz sólida	23
3.6 A sequência de precipitação na liga de alumínio da família 6000.....	25
3.7 A influência das partícula de segunda fase no crescimento de grão.....	26
4. Materiais e Métodos.....	28
5. Resultados e Discussão	38
6. Conclusões	46
7. Referências Bibliográficas	47

Lista de Tabelas

Denominação	página
Tabela 1: Nomenclatura para liga de alumínio.	16
Tabela 2: Resultados da análise química da amostra de alumínio 6061. Análise química feita através de espectroscopia de emissão atômica (plasma acoplado indutivamente). Procedimentos internos utilizados CMP 41.033 rev. 1. (ASTM E 1097). CERTIFICADO N° 59.120/13. PEDIDO DE SERVIÇO DO IPEI: N° 63165. Limite de detecção: <0,001%.	29
Tabela 3: Procedimento do lixamento e polimento realizados nas amostras na politriz automática Struers Abramim (SiC), (dia(e SiO ₂ representam os tipos de abrasivos utilizados (carbeto de silício, diamante e óxido de silício, respectivamente.	34
Tabela 4: Dados coletados através do método de intercepto circular para as amostras envelhecidas a 400°C.	43
Tabela 5: Dados coletados através do método de intercepto circular para as amostras envelhecidas a 200°C.	43

Lista de Figuras

Denominação	página
Figura 1: Diagrama esquemático mostrando a resistência e a dureza como uma função do logaritmo do tempo de envelhecimento a uma temperatura constante durante o tratamento térmico de precipitação.	11
Figura 2: Gráfico esquemático da energia livre de um precipitado em função do raio. O pico de energia livre da partícula representa o raio crítico para a formação de um núcleo homogêneo. O valor de energia lido neste ponto é a própria energia de ativação para nucleação homogênea.	18
Figura 3: Crescimento de células de sabão em um recipiente plano.	19
Figura 4: Comportamento da distribuição de tamanhos de grão ao longo do tempo para uma dada temperatura de recozimento T , quando da ocorrência do crescimento anormal de grãos. A situação em t_1 corresponde àquela no início do tratamento; a situação em t_2 é correspondente a algum tempo intermediário, onde o crescimento anormal está ocorrendo. Finalmente, a situação em t_3 é aquela na qual o crescimento anormal ocorreu completamente, restando apenas os grãos grandes que tiveram crescimento preferencial.	21
Figura 5: Desenho esquemático do comportamento das amostras submetidas ao tratamento de envelhecimento artificial nas temperaturas T_1 , T_2 e T_3 nos tempos t_1 , t_2 t_3 , tais que $T_3 > T_2 > T_1$ e $t_3 > t_2 > t_1$ e o comportamento provável do crescimento de grão.	23
Figura 6: Mecanismos de (a, b) difusão substitucional e (c, d) intersticial.	24
Figura 7: Sequência de precipitação das partículas de segunda fase em ligas de alumínio da família 6000.	25

Figura 8: Equipamentos utilizados nos tratamentos de solubilização (a) forno TUBULAR 54453 e no processo de envelhecimento artificial (b) estufa 520.	28
Figura 9: Durômetro eletrônico universal WOLPERT UH930 da Wilson [®] Hardness.	30
Figura 10: (a) Cortadeira automática TECHCUT 5 TM , da Allied High Tech Products Inc. [®] e (b) prensa de embutimento TECHPRESS 2 TM da Allied High Tech Products Inc. [®] .	30
Figura 11: Politriz automática STRUERS [®] ABRAMIM (a) para a preparação da amostra e microscópio óptico OLYMPUS CS30 LEICA DMLM [®] (b) para visualização micrográfica.	32
Figura 12: Sequência de preparação mecânica adotada no trabalho para caracterização por microscopia óptica. Os ataques foram realizados para evidenciar os contornos de grão.	33
Figura 13: Micrografia sem ataque da amostra envelhecida a 400°C por 729 minutos em 500x.	33
Figura 14: Micrografia sem ataque e polida da amostra envelhecida a 170°C por 9 minutos.	35
Figura 15: Micrografia com ataque da amostra envelhecida a 200°C por 2187 minutos.	35
Figura 16: Exemplo de círculo teste para a utilização do método do intercepto circular.	36
Figura 17: Micrografia da amostra, a qual sofreu o arrancamento das partículas durante a preparação.	38
Figura 18: Micrografia após o ataque eletrolítico com reagente de Barker.	39
Figura 19: Micrografia após o ataque por imersão utilizando o reagente de Keller.	40

Figura 20: Micrografia revelando contornos de grão após o ataque químico com uma solução de NaOH e $K_4[Fe(CN)_6]$.	41
Figura 21: Evolução de dureza (HV10) em função do tempo de envelhecimento, em minutos, para as temperaturas de 170 (quadrados), 200 (círculos) e 400°C (triângulos).	42
Figura 22: Curva da relação entre os logaritmos naturais do tamanho de grão D , em μm , e do tempo t , em s, do tratamento de envelhecimento a 400°C.	44
Figura 23: Modelo proposto por Burke e Turnbull (1952) e os resultados experimentais desse trabalho onde D é o tamanho de grão em μm , e t o tempo em s, para o tratamento de envelhecimento a 400°C.	45

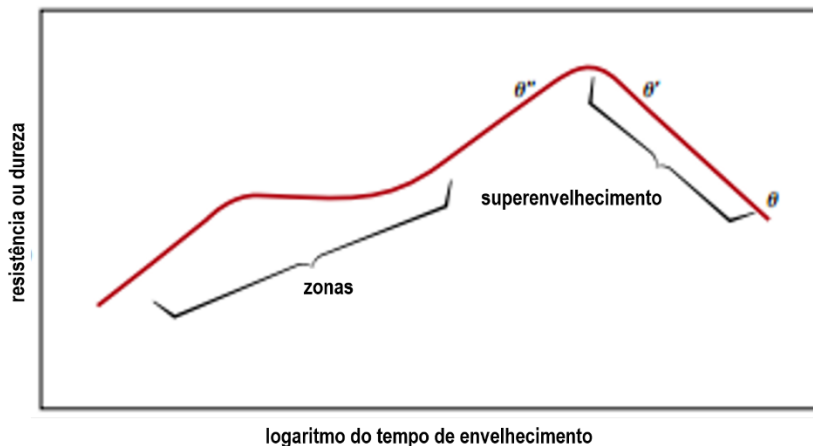
1. Introdução

Um dos processos térmicos utilizados em ligas metálicas é o endurecimento por precipitação, ou por envelhecimento, também chamado de endurecimento por partículas de segunda fase. Esse tipo de tratamento térmico está relacionado com a resistência mecânica e a dureza da liga metálica (CALLISTER, 2002).

O endurecimento por partículas de segunda fase provoca o aumento das propriedades de resistência e dureza através do aquecimento do material até certa temperatura mais baixa que seu ponto de fusão por determinado tempo, possibilitando a formação de precipitados no chamado período de envelhecimento.

A temperatura a qual o material sofrerá o envelhecimento depende exclusivamente do próprio material, assim como o tempo de exposição do mesmo na faixa de temperatura solicitada para determinada liga. Deve-se notar a partir da Figura 1, que o excesso no tempo de exposição ao envelhecimento gera um resultado contrário ao almejado, diminuindo as propriedades de dureza e resistência na região denominada de superenvelhecimento.

Figura 1: Diagrama esquemático mostrando a resistência e a dureza como uma função do logaritmo do tempo de envelhecimento a uma temperatura constante durante o tratamento térmico de precipitação.



Fonte: Callister, 2008.

Partículas de segunda fase nas ligas de alumínio podem inibir o crescimento de grão, além de serem relativamente fáceis de ser caracterizadas por microscopia óptica e as temperaturas de tratamento térmico serem menores que a dos aços, de modo geral. Contudo, ainda é necessário inúmeras experiências em diversas temperaturas de trabalho a fim de obter resultados que proporcionem confiança como há muito é sugerido por Hu apud Dutra (1997).

O aumento formidável no tamanho médio de grão, caracterizado pelo crescimento anormal de grãos, potencializados pela presença de partículas de segunda fase de $MnAl_3$, foi estudado por Beck, Holzworth e Sperry (1948) no seu estudo sobre o crescimento de grão em ligas de Al-Mn, em que a inibição do crescimento de grão foi caracterizada pelo tamanho médio de grão. Dutra (1994) explicitou a dificuldade em se caracterizar o crescimento de grãos, mesmo através de cálculos estatísticos de hipóteses, como o de Kolmogorov-Smirnov e o teste do χ -quadrado (COSTA NETO, 1985) a partir de uma distribuição de comprimentos de corda utilizando o método planimétrico de Jeffries (AMERICAN SOCIETY FOR METALS, 2004) e considerável número de campos (HARA; DUTRA, 2014).

Como o alumínio é um metal muito mole e muito pouco resistente (REED-HILL; ABBASCHIAN, 1994), ele necessita da presença de elementos de liga para aumentar sua resistência e assim ser útil para as aplicações práticas da engenharia, já que ele é muito requisitado por apresentar baixa densidade, muito interessante para trabalhos que procuram minimizar a massa do projeto, e por apresentar um processo de reciclagem com baixa pegada de carbono (CALLISTER; RETHWISCH, 2012).

As partículas de segunda fase têm como uma de suas funções a otimização de mecanismos típicos de endurecimento em ligas metálicas, sendo obtido por meio da sequência de tratamentos térmicos de solubilização, têmpera e envelhecimento, o qual pode ser realizado a temperatura ambiente, chamado de envelhecimento natural, ou em forno industrial, chamado de envelhecimento artificial, sendo necessário o prévio conhecimento do comportamento das partículas de segunda fase em relação à temperatura e o tempo de tratamento para que ocorra o envelhecimento e então o estudo do efeito das partículas de segunda fase no crescimento de grão.

Há três distintas etapas que podem ser observadas no envelhecimento: a mudança da natureza de interface das partículas de segunda fase; a mudança na fração volumétrica das partículas de segunda fase e conseqüentemente, a mudança do tamanho médio das partículas de segunda fase, sendo de extrema importância conhecer a liga a ser estudada e, por fim, as temperaturas e tempo de recozimento para o determinado fator a ser estudado.

O presente trabalho consistiu na caracterização da cinética de crescimento de grão de uma liga de Al 6061 durante o envelhecimento artificial, dando continuidade à pesquisa cujas amostras foram submetidas ao envelhecimento e caracterização por dureza Vickers.

2. Objetivos

A seguir são apresentados os objetivos almejados nesse trabalho. Parte desses objetivos foram atingidos; houve dificuldades, no entanto, no método de preparação da amostra e ataque consecutivo de modo que ele obtivesse êxito na sua plenitude.

2.1. Objetivo geral

Este projeto teve como objetivo dar continuidade ao projeto iniciado pelo aluno Jonathan Genzo Hara, orientado pelo Prof. Dr. Júlio César Dutra, analisando o comportamento da liga de alumínio da família 6000 durante o tratamento térmico de envelhecimento por precipitação, o qual é um processo conhecido para o aumento nas propriedades de dureza e resistência do material, observando as suas consequências no crescimento de grão.

2.2. Objetivos específicos

O tamanho médio de grão deve ser determinado por meio da caracterização metalográfica com base nas normas preconizadas pela Sociedade Americana para Testes e Materiais (ASTM – American Society for Testing and Materials), mais especificamente a ASTM-E112 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 1982) ou ainda a ASTM-E1181 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 1993).

É de difícil caracterização experimental o papel das partículas de segunda fase no crescimento de grão. Há apenas teorias (HILLERT, 1965; GLADMAN, 1966; RIOS, 1987) sobre o assunto, mas que carecem de uma comprovação experimental inequívoca. Dessa forma, o estudo minucioso desse efeito pode contribuir para um entendimento mais aprofundado desse fenômeno. Além disso, o mapeamento da evolução de dureza na liga estudada acaba sendo condição relevante para o estudo do crescimento de grão posto que essas partículas promovem o aumento na resistência das ligas de alumínio.

3. Revisão Bibliográfica

O capítulo a seguir descreve, de modo breve, os principais trabalhos que procuram servir de base para o desenvolvimento do trabalho experimental e cujos conceitos serão utilizados na discussão dos resultados.

3.1. Alumínio e suas ligas

O alumínio é um dos elementos metálicos mais importantes e utilizados na sociedade humana, estando presente em cerca de aproximadamente 8% da crosta terrestre (PADILHA, 2000). Sua importância se deve às suas propriedades como material altamente resistente à corrosão, baixa densidade devido a sua pequena massa atômica, estrutura cristalina e tamanho atômico, com valores expressivos de limite de resistência e dureza, tendo alta resistência mecânica quando apresentado na forma de ligas metálicas, apresentando valores econômicos de mercado muito interessantes, o que explica o fato dele e suas ligas estarem presentes em nossas vidas no século XXI (FERRARI, 2008; CUNHA, 2012).

As ligas de alumínio são caracterizadas por um código de quatro dígitos numéricos – ao menos as trabalháveis mecanicamente ou tratáveis termicamente, sendo o primeiro dígito representante dos elementos mais importantes adicionados, o segundo relacionado com o limite de pureza enquanto o terceiro e quarto números identificam a liga de alumínio (CUNHA, 2012). As características e significado de cada série de liga de alumínio podem ser observados por meio da Tabela 1, mostrada a seguir.

Tabela 1: Nomenclatura para liga de alumínio.

Tipo de liga (Série de 4 dígitos)	Principal elemento de liga	Propriedades
1XXX	Pureza > 99,00% de Al	Excelente resistência à corrosão Alta condutividade térmica e elétrica Baixas propriedades mecânicas
2XXX	Cobre (Cu)	Requer trabalho térmico para otimização das propriedades Propriedades mecânicas parecidas com as do aço doce Baixa resistência à corrosão
3XXX	Manganês (Mn)	Não tratável termicamente Possuem 20% mais resistência mecânica que 1XXX
4XXX	Silício (Si)	Não tratável termicamente
5XXX	Magnésio (Mg)	Não tratável termicamente De moderada a alta resistência mecânica
6XXX	Magnésio e Silício	Boa maleabilidade, soldabilidade e resistência mecânica e de corrosão 7XXX com excelente resistência mecânica
7XXX	Zinco	
8XXX	Outros elementos	-----
9XXX	Não Utilizado	-----

Fonte: Adaptado de Ferrari (2008).

3.2. Solubilização

Para que o tratamento térmico de envelhecimento seja conduzido com êxito, ou seja, promovendo o endurecimento ou aumento da resistência da liga metálica de alumínio, os átomos de soluto devem estar em solução sólida para que o material esteja em um estado de solução sólida supersaturada resultado de um tratamento térmico de solubilização seguido de têmpera ou resfriamento rápido. Para o caso da liga estudada, o tratamento de solubilização consiste em dissolver totalmente a segunda fase β , no caso Mg_2Si , na fase α , sendo que a liga nesse momento apresenta apenas a fase α com a composição da liga. A partir da total dissolução dessas partículas, o material é submetido a um resfriamento rápido ou têmpera até a temperatura ambiente evitando a formação da segunda fase β . Assim, tem-se o estado metaestável de solução sólida supersaturada na qual há somente fase α em solução sólida supersaturada com átomos formadores da fase β . Deve-se evitar, contudo, a liquação que se caracteriza pela fusão parcial de fases oriundas do eutético por conta da segregação típica da fundição (CALLISTER, 2008; REED-HILL; ABBASCHIAN, 1994).

O resfriamento rápido da liga de alumínio, normalmente feito em água, para alcançar o estado metaestável de solução sólida supersaturada é importante pelo fato de que nesse estado potencializa-se a precipitação das partículas de segunda fase além do aumento na quantidade de lacunas em relação à de equilíbrio; a migração de lacunas aumenta a cinética de precipitação que é fortemente dependente da difusão. Ter uma quantidade de lacunas em excesso é um dos mais importantes mecanismos da difusão que potencializam o envelhecimento artificial ou natural (PORTER; EASTERLING, 2004; CALLISTER, 2008).

3.3. Nucleação

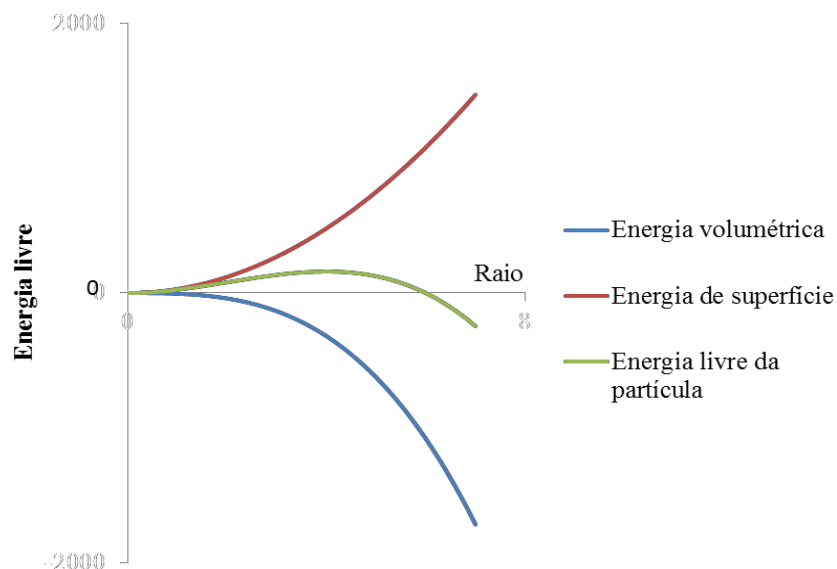
Como o presente fenômeno envolvendo a transformação de fase depende da difusão, a nucleação de uma partícula de segunda fase pode ser dada de maneira homogênea ou heterogênea havendo a formação de núcleos que podem eventualmente ser capazes de crescer (REED-HILL; ABBASCHIAN, 1994; CALLISTER, 2008).

A nucleação homogênea ocorre quando há agrupamento dos átomos de soluto na matriz de forma que o raio do embrião de partícula exceda determinado valor de raio, conhecido

como raio crítico (r^*), como pode ser visto na Figura 2, para a formação do núcleo estável, dada certa flutuação de temperatura. O embrião se torna um núcleo estável a partir do processo de nucleação o qual é ativado energeticamente quando a partícula ultrapassa o raio crítico que representa o pico de energia livre no processo de nucleação homogênea; esse necessita de um campo sem defeitos estruturais que eventualmente reduza a energia livre necessária para a formação do núcleo estável.

Contudo, o que ocorre na maioria das situações práticas em metais ou ligas metálicas no estado sólido quando submetidas ao envelhecimento é a nucleação heterogênea, já que é muito comum a presença de defeitos como contornos de grãos, discordâncias, defeitos esses que servem como regiões favoráveis para a nucleação de partículas de segunda fase porque já há energia livre de superfície à disposição nos contornos de grão, necessitando-se de menor energia para que ocorra a nucleação heterogênea em superfícies ou interfaces e favorecendo a formação de núcleos estáveis em regiões como contornos de grão, subcontornos e discordâncias (PORTER; EASTERLING, 2004; CALLISTER, 2008).

Figura 2: Gráfico esquemático da energia livre de um precipitado em função do raio. O pico de energia livre da partícula representa o raio crítico para a formação de um núcleo homogêneo. O valor de energia lido neste ponto é a própria energia de ativação para nucleação homogênea.

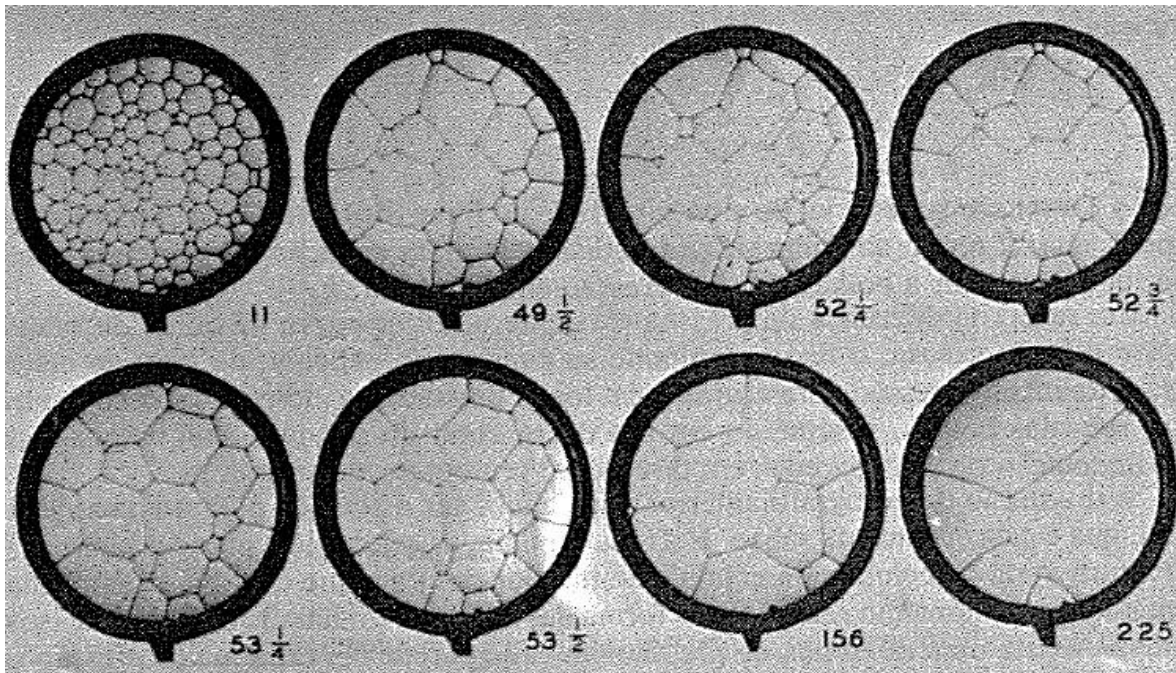


Fonte: adaptado de Reed-Hill e Abbaschian (1994).

3.4. Crescimento de grão

O crescimento de grão ocorre por intermédio da difusão de átomos através do contorno de grão de modo que a energia de superfície dos contornos de grão seja diminuída. Isso termina por diminuir a área superficial de contornos de grão por unidade de volume e, conseqüentemente, um aumento no tamanho médio de grão. Do ponto de vista topológico (DUTRA, 1994), grãos maiores possuem paredes com curvatura negativa e, portanto, tendem a crescer por meio da transferência líquida maior de matéria dos grãos menores que geralmente possuem contornos convexos. Na Figura 3, podem-se observar as características dos grãos menores e maiores através do comportamento similar ao crescimento de células de sabão (PORTER; EASTERLING, 2004).

Figura 3: Crescimento de células de sabão em um recipiente plano.



Fonte: Smith apud (PORTER; EASTERLING, 2004).

O tamanho do grão é dado pela relação com a temperatura e o tempo, de acordo com a equação devida a Burke e Turnbull (1952):

$$D = Kt^n \quad (1)$$

Onde D é o tamanho de grão, em μm , K é uma constante que depende da temperatura e do material, t é o tempo, em s, e n é uma constante, geralmente atribuída com o valor igual a 0,5, daí o termo crescimento parabólico ou, ainda, crescimento ideal de grão (CAHN, 1970).

Na prática, valores inferiores a 0,5 são obtidos por diversos fatores (CAHN, 1962) entre eles as restrições impostas por partículas de segunda fase (BECK et al., 1948). Burke e Turnbull (1952) propuseram uma nova equação levando em conta o tamanho inicial de grão, passando para a forma:

$$D^n - D_0^n = Kt \quad (2)$$

Onde D_0 é o tamanho inicial de grão, em μm . Desse modo, tal equação poderia ser utilizada quando o valor do tamanho final D é próximo do valor de D_0 .

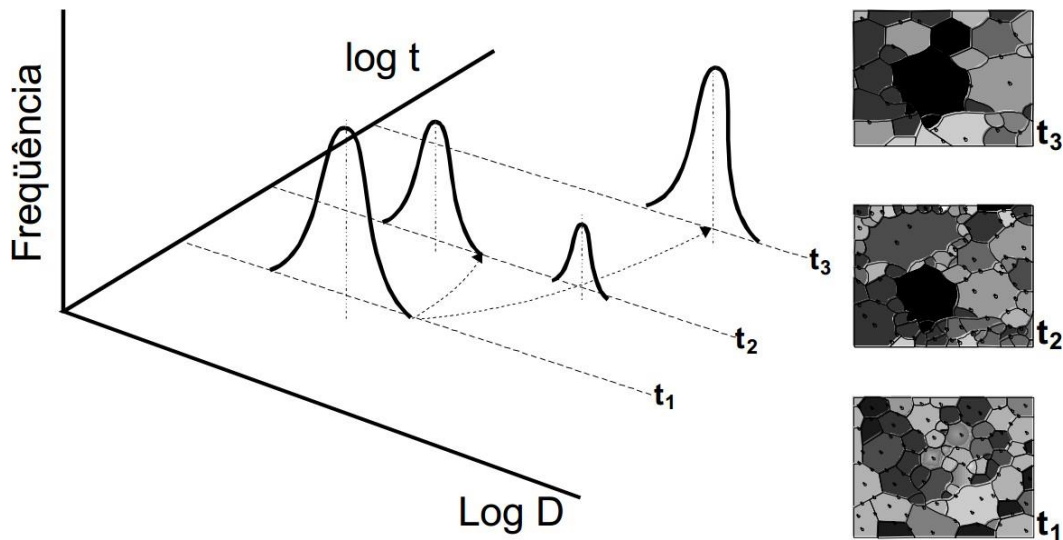
O crescimento de grão pode ocorrer de duas maneiras distintas: normal ou anormal (DUTRA, 1994). Quando o crescimento de grãos se dá de forma normal, isso significa que não ocorreu qualquer mecanismo que possa ter gerado certa restrição no crescimento de grão, dependendo o crescimento normal apenas da temperatura e do tempo de recozimento, como pode ser visto nas Equações (1) ou (2). Já no crescimento anormal de grãos, alguns grãos têm maior capacidade de crescer em relação aos demais, passando de uma distribuição inicial homogênea no tempo t_1 para uma bimodal, no instante t_2 tal que $t_2 > t_1$ como pode ser observado na Figura 4, do seu lado direito (DUTRA, 1997). A estrutura final no tempo t_3 pode ser novamente homogênea, mas com um tamanho médio de grão maior, sendo que $t_3 > t_2 > t_1$.

Para que ocorra o crescimento anormal de grãos, deve haver algum mecanismo inibidor que impeça o crescimento normal de grãos. Esse mecanismo pode ser conseguido pela presença de partículas de segunda fase (BECK; HOLZWORTH; SPERRY, 1948), as quais

podem reduzir a área de contornos de grão, e portanto, dificultar ou restringir o crescimento de grão ou sulcos térmicos (MULLINS, 1958).

Um fator potencializador de crescimento anormal de grãos (DUNN; WALTER, 1996) também pode ocorrer, permitindo que certos contorno de grãos sejam mais hábeis para migrar em relação aos demais da estrutura, ensejando o crescimento anormal de grãos (CAHN, 1970; COTTERILL; MOULD, 1976). As menores partículas de segunda fase tendem a se dissolver, enquanto as partículas maiores normalmente são mais estáveis (PORTER; EASTERLING, 2004); tal dissolução das partículas de segunda fase é um desses fatores potencializadores do crescimento anormal de grãos (GLADMAN, 1966), já que a dissolução localizada proporciona a migração de alguns contornos de grão.

Figura 4: Comportamento da distribuição de tamanhos de grão ao longo do tempo para uma dada temperatura de recozimento T , quando da ocorrência do crescimento anormal de grãos. A situação em t_1 corresponde àquela no início do tratamento; a situação em t_2 é correspondente a algum tempo intermediário, onde o crescimento anormal está ocorrendo. Finalmente, a situação em t_3 é aquela na qual o crescimento anormal ocorreu completamente, restando apenas os grãos grandes que tiveram crescimento preferencial.



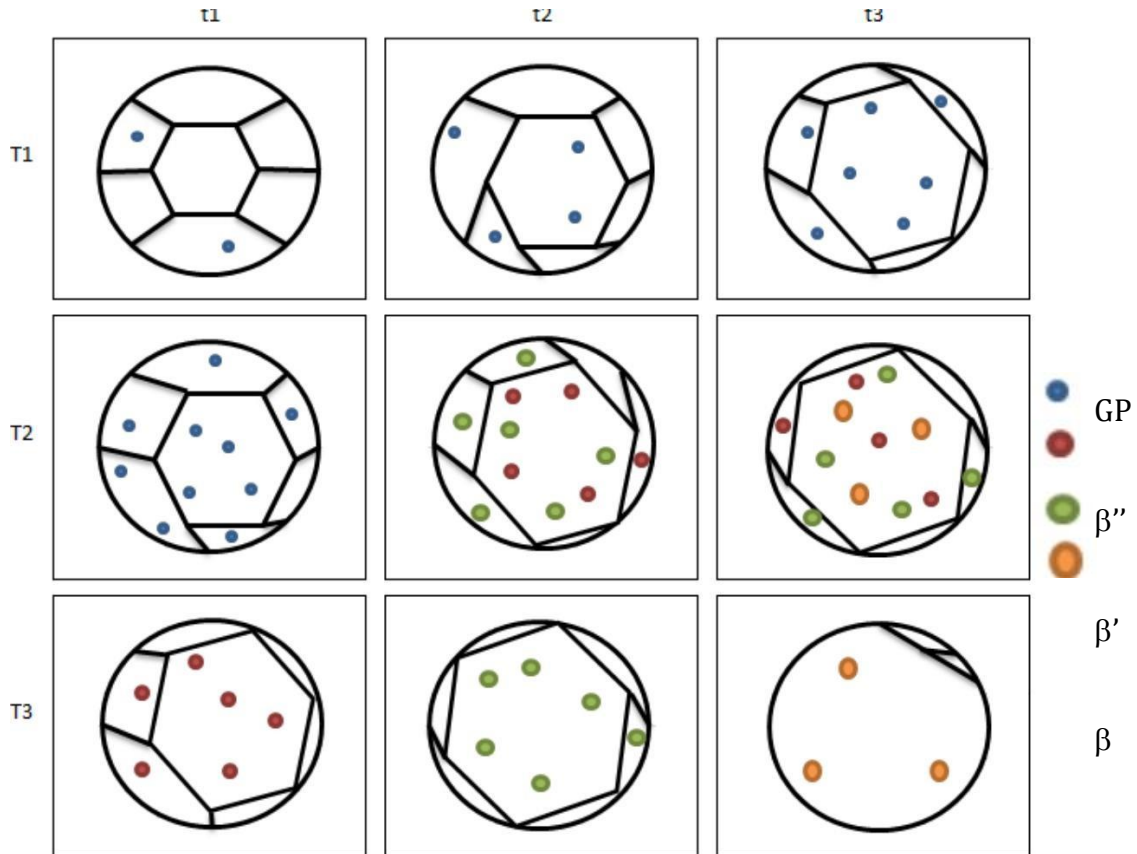
Fonte: adaptado de Hässner, 1978.

O tratamento térmico de envelhecimento artificial provoca o crescimento das partículas mais estáveis, sendo que as partículas menores tendem a serem dissolvidas (REED-HILL; ABBASCHIAN, 1994) heterogeneamente, o que gera o crescimento anormal de grãos, já que as regiões onde essas pequenas partículas foram dissolvidas, não haverá nenhum impedimento para o crescimento, ao contrário de regiões cujos contornos são impedidos de migrar, sendo esse efeito mais propício quanto maior for a temperatura ou o tempo de envelhecimento.

A diferença no tamanho e tipo de partículas de segunda fase deve, portanto, provocar mudanças microestruturais bastante distintas, como sugerida esquematicamente na Figura 5, a seguir. Nessa, três temperaturas, T_1 , T_2 e T_3 são consideradas tal que $T_3 > T_2 > T_1$ e três diferentes tempos, de modo que $t_3 > t_2 > t_1$. As partículas de segunda fase possuem diversas estruturas, composição química e tipos de interface. De maneira simplificada, dividiu-se em GP (menor e maior tamanho), β'' (com interface coerente), β' (com interface semicoerente) e finalmente β (com interface incoerente). Além disso, o tamanho aumenta quando as partículas modificam suas interfaces de coerente para semicoerente e finalmente incoerente. Finalmente, é importante mencionar que ao aumentar o tamanho, a fração volumétrica das partículas diminui; esses fatores são muito importantes para a análise da cinética e do tipo de crescimento de grão (HARA; DUTRA, 2014).

Na Figura 5, pode-se notar que o aumento na temperatura e no tempo gera a precipitação de partículas maiores e de interfaces semicoerente ou incoerente. Portanto, para temperaturas mais baixas que T_1 , espera-se que ocorra apenas a precipitação de GP havendo o crescimento normal de grãos, ou seja, não acontecendo nenhum impedimento no crescimento de grão. Já para a temperatura intermediária T_2 , espera-se que o crescimento de grão seja mais vantajoso devido ao aumento de temperatura, mesmo que haja partículas de maior tamanho e de diferentes tipos de interface. Em relação aos tempos, na temperatura mais alta, propõe-se o crescimento anormal de grãos em tempos mais longos, principalmente, sendo que para os tempos menores que t_1 e t_2 , acredita-se que apenas haja inibição do crescimento de grão por partículas de segunda fase (HARA; DUTRA, 2014).

Figura 5: Desenho esquemático do comportamento das amostras submetidas ao tratamento de envelhecimento artificial nas temperaturas T_1 , T_2 e T_3 nos tempos t_1 , t_2 e t_3 , tais que $T_3 > T_2 > T_1$ e $t_3 > t_2 > t_1$ e o comportamento provável do crescimento de grão.



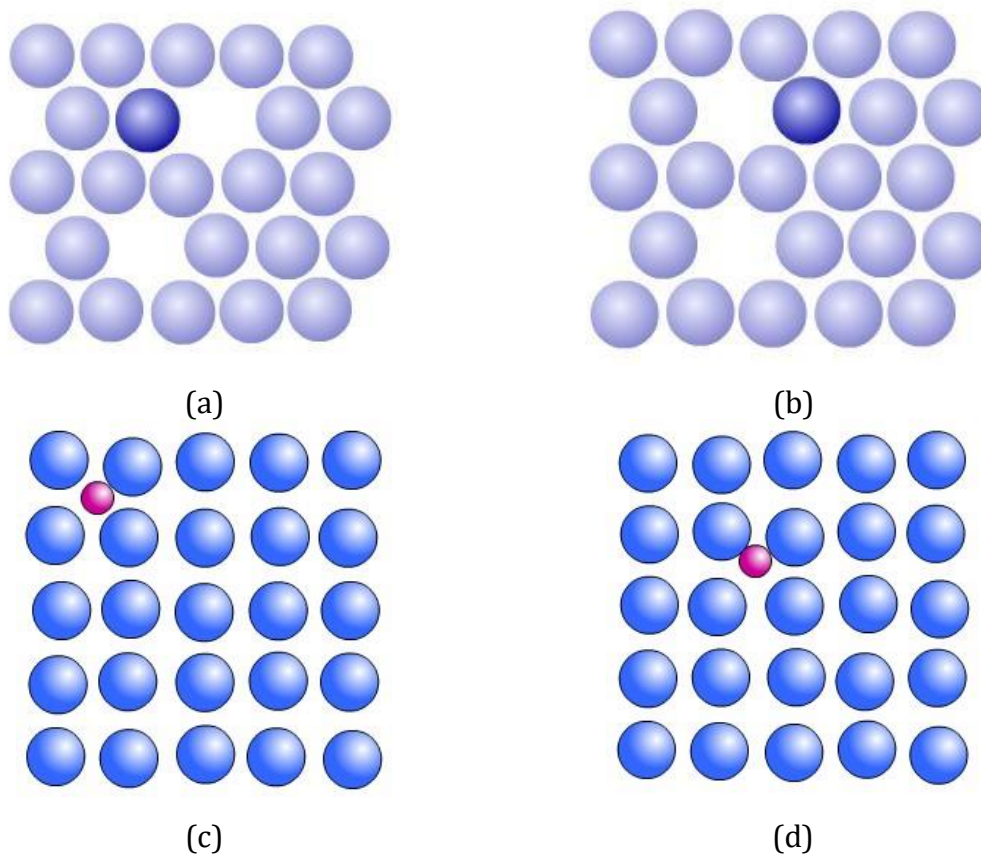
Fonte: Hara e Dutra (2014).

3.5. Difusão das partículas na matriz sólida

Os mecanismos de difusão, Figura 6, tanto de intersticiais, no qual os átomos migram de uma posição intersticial para outro interstício vizinho, quanto através de lacunas, no qual o átomo se desloca para uma posição vazia (uma lacuna), tomam lugar por conta do aquecimento do material. No estado sólido, os átomos necessitam comparativamente de uma quantidade de energia maior que aquela em meios líquidos e gasosos para se movimentar (BEKE; ERDÉLYI, 2005).

Essa dificuldade em meio sólido proporciona uma menor distância que deve ser percorrida pelos átomos, possibilitando, durante a solidificação, que precipitados específicos se formem nos locais em que átomos específicos se aglomerem. Portanto, a partir dessa aglomeração, haverá a formação de núcleos maiores dessas novas fases, do que comparado ao restante da matriz, a qual apresenta a formação de núcleos menores.

Figura 6: Mecanismos de (a, b) difusão substitucional e (c, d) intersticial.



Fonte: Cambridge, 2004.

A geometria dos precipitados é de extrema importância, influenciando diretamente todo o processo de envelhecimento por precipitação, já que no caso os precipitados que sofrerem menor atrito têm o seu movimento favorecido (BEKE; ERDÉLYI, 2005). Os núcleos grandes exercem a função de atrair núcleos menores específicos que estão à sua volta, visando o saturamento da situação, que ainda não apresenta equilíbrio. Durante o

envelhecimento artificial, a presença de grãos gigantes em dados locais, e locais com grãos minúsculos de uma mesma fase de precipitado.

Esses dois locais estão separados por uma grande distância, suficiente para que as interações, entre os locais com grãos gigantes e minúsculos, seja pequena o suficiente para não vencer as resistências encontrada em seu caminhos, sendo que, ao passar do tempo durante o tratamento térmico, a homogeneização da matriz será formada. Portanto, para que um precipitado específico seja formado, é necessário o estudo da situação mais favorável para a sua formação, assim como a sua sequência de precipitação específica da liga a qual será trabalhada.

3.6 A sequência de precipitação na liga de alumínio da família 6000

O processo de precipitação das partículas de segunda fase em uma liga é determinante para saber como as partículas de segunda fase interferem no crescimento de grão. A partir do estudo de uma liga de alumínio 6061 (EDWARDS et al., 1998), foi possível observar a seguinte sequência de precipitação na Figura 7.

Figura 7: Sequência de precipitação das partículas de segunda fase em ligas de alumínio da família 6000.



Fonte: autor.

Como pode ser observado nesse estudo, o precipitado responsável pelo endurecimento da liga é o β'' , presente no pico de dureza do 6061 após 4h a 175°C de envelhecimento, tendo sido solubilizado a 530°C por 1,5 h. Após 24h de envelhecimento a 200°C, eles observaram a formação de um precipitado β' e o ensaio de dureza correspondente ao superenvelhecimento da amostra. Logo, foi atribuído esse resultado ao precipitado β' . Apesar da sequência de precipitação mostrada anteriormente, é possível dizer que alguns precipitados nucleiam e cresçam no mesmo período de tempo e que não sigam uma ordem cronológica de aparecimento como obtido para temperaturas mais baixas (HARA; DUTRA, 2014).

3.7 A influência das partícula de segunda fase no crescimento de grão

Zener propôs uma teoria em que uma partícula localizada frente a um grão em trajetória migratória tende a retardar o seu movimento sendo exercida sobre ele uma força de restrição ao movimento dos contornos de grão, e subsequentemente, ao crescimento de grão, demonstrando o papel que as partículas de segunda fase podem exercer na inibição do crescimento anormal de grãos (PORTER; EASTERLING, 2004).

O contorno de grão deve gerar nova superfície que foi diminuída por conta das partículas de segunda fase, aumentando a energia livre da situação, resultando em um movimento de arraste da partícula, até que a área do contorno de grão esteja livre da partícula de segunda fase. Deste modo, a força de restrição será maior em consequência de quanto maior for a área de contorno de grão diminuída pela presença de partículas de segunda fase, sendo que essa força pode propiciar o cessar do fenômeno de crescimento de grão. A partir desse momento, quando a temperatura do sistema é suficientemente alta, pode ocorrer a dissolução das partículas de segunda fase, as quais liberam os contornos de grão para crescerem, sendo que quanto maior for a área de contornos de grão, que apresentem maior número de partículas de segunda fase fixadas em seus contornos, maior será a capacidade de migração dos contornos.

O que se faz notar, pelo exposto, é que a condição inicial para o crescimento anormal de grãos, é a própria inibição do crescimento normal de grãos, lembrando que nas regiões com grãos maiores, haverá o crescimento preferencial dos mesmos, ensejando o crescimento

anormal de grãos, sabendo-se que a velocidade de crescimento de grão depende do tamanho de grão.

Quando se trata de ligas de alumínio, a faixa de temperatura das investigações são relativamente altas, entre 500 e 600°C, temperaturas nas quais normalmente ocorre o crescimento normal de grãos, no qual a distribuição de tamanhos de grão obedece uma curva tipo log-normal, que caracteriza o aumento do tamanho médio de grão. Porém, sabe-se que quando ocorre a precipitação de partículas de segunda fase, as quais tendem a restringir o movimento dos contornos de grão (BECK; HOLZWORTH; SPERRY, 1948), o crescimento normal de grãos é restringido e então pode ser substituído pelo crescimento anormal de grãos, no qual ocorre inicialmente a inibição do crescimento normal de grãos, inicialmente por um fator inibitório e em seguida por um fator de potencialização para o crescimento anormal.

Independentemente do fator motivador, sabe-se que o papel de partículas de segunda fase no crescimento anormal de grãos tem sido pouco estudado e quando o é, poucos trabalhos (RIOS, 1987) são bem sucedidos a ponto de explorar razoavelmente a profundidade teórica e os pontos importantes, mesmo que haja pesquisas que trouxeram resultados para aços cementados (DUTRA, 1994), cuja camada cementada estabelece a temperatura e tempo necessário de cementação para dada profundidade efetiva de cementação e temperatura, em que o crescimento de grão pode ser obtido, e portanto, reduzindo substancialmente a resistência à fadiga ou eventualmente provocando distorções consideráveis nas peças tratadas termicamente, dependendo do seu perfil e dimensões.

4. Materiais e Métodos

O material a ser estudado foi recebido na forma de tarugos de 12,7 mm de diâmetro com 500 mm de comprimento de uma liga de alumínio 6061, o qual foi submetido, no projeto anterior, pelo tratamento de solubilização a 560°C por 1 hora no forno Tubular 54453 da Lindberg®, Figura 8 (a), e posteriormente resfriado em água a fim de se obter uma solução sólida supersaturada. Após essa etapa, as amostras foram submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento artificial na estufa 520 da Fanem®, Figura 8 (b), cuja variação na distribuição e tipos de partícula de segunda fase foram obtidas a 170°C, 200°C e 400°C durante 3, 9, 27, 81, 243, 729 e 2187 minutos.

Figura 8: Equipamentos utilizados nos tratamentos de solubilização (a) forno TUBULAR 54453 e no processo de envelhecimento artificial (b) estufa 520.



(a)



(b)

Fonte: Hara e Dutra (2014).

A liga é constituída predominantemente de fase α (matriz) e partícula de segunda fase de Mg_2Si , a qual apresenta morfologia variando entre as zonas de Guinier-Preston, β e β' ; a composição química da liga pode ser vista na Tabela 2, a seguir.

Tabela 2: Resultados da análise química da amostra de alumínio 6061. Análise química feita através de espectroscopia de emissão atômica (plasma acoplado indutivamente). Procedimentos internos utilizados CMP 41.033 rev. 1. (ASTM E 1097). CERTIFICADO N° 59.120/13. PEDIDO DE SERVIÇO DO IPEI: N° 63165. Limite de detecção: <0,001%.

AMOSTRAS	ELEMENTOS EM (%) DE MASSA											
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Sn	Bi	Al*
Liga 6351	0,15	0,30	0,025	0,47	0,46	0,002	0,004	0,009	<0,001	<0,001	0,013	98,06

OBS: (*) O teor de alumínio foi calculado com base nos elementos pesquisados.

Fonte: Hara e Dutra (2014)

O material foi dividido em corpos de prova de 12,7 mm de diâmetro e 15 mm de altura que representam cada temperatura e tempo de envelhecimento, para que fossem submetidos ao ensaio de dureza Vickers com carga de 98,1 N (10kgf), HV10 no durômetro eletrônico universal Wolpert UH930 da Wilson® Hardness, visto na Figura 9.

Nesse trabalho, com a obtenção dos resultados do ensaio de dureza, foi necessário cortar, escolhendo a seção transversal, o tarugo de aço na cortadeira Techcut 5®, Figura 10 (a), a fim de se obter um material de estudo menor para realização das próximas etapas; o corte foi feito a baixa pressão, lentamente e com a presença de um fluido refrigerante para que não houvesse alterações microestruturais da peça na seção de corte. Então, com essa fração do tarugo, utilizou-se a prensa embutidora Techpress 2®, Figura 10 (b), com o objetivo de embutir a peça metálica em resina em pó a 160°C, temperatura na qual seria pouco viável alguma alteração significativa nas características microestruturais do material levando em conta os tratamentos anteriores.

Figura 9: Durômetro eletrônico universal WOLPERT UH930 da Wilson[®] Hardness.



Fonte: Hara e Dutra (2014).

Figura 10: (a) Cortadeira automática TECHCUT 5[™], da Allied High Tech Products Inc.[®] e (b) prensa de embutimento TECHPRESS 2[™] da Allied High Tech Products Inc.[®].



(a)



(b)

Fonte: autor.

O processo de lixamento foi fragmentado em três etapas: a primeira na qual o material foi lixado na lixadeira de grana 320¹, sendo utilizados movimentos repetitivos em um sentido até o instante em que os riscos da peça estivessem uniformemente alinhados. Então a peça foi girada em 90 graus e repetiu-se o processo, porém agora em uma lixa de grana 400 até que os novos riscos, perpendiculares aos anteriores, estivessem alinhados e os riscos da lixa anterior tivessem desaparecido. Para finalizar o processo de lixamento, a última etapa consistiu em lixar a peça com uma lixa de grana 600 riscando a peça perpendicularmente aos riscos feitos anteriormente até o total alinhamento dos riscos e total desaparecimento dos riscos da lixa anterior.

Após o processo de lixamento, a amostra, tanto quanto a mão do manuseador, foram lavadas em água com o intuito de não contaminar a amostra no processo subsequente, o polimento, ou seja, sem sujeira ou sobras de lixamento que poderiam ainda danificar o material de estudo, dessa forma polindo-a nas politrizes com pasta de diamante de 6 µm (polimento grosseiro) e em seguida na de 1 µm (polimento fino), finalizando o polimento com sílica coloidal. A movimentação da amostra durante o polimento é dada pela sua fixação em uma região do pano de polimento, mantendo-a pressionada contra o pano com força moderada.

Com a amostra devidamente polida, ela foi lavada com água e algodão, esborrifando-se álcool para aumentar a eficiência da secagem com ar quente, este último fornecido por um secador de cabelos ordinário, tomando-se o cuidado para que não houvesse fios de algodão retidos na superfície da amostra.

As tentativas de ataque para a visualização dos contornos de grão foram realizadas com o reativo de Barker (AMERICAN SOCIETY FOR METALS, 2004), constituído de ácido fluorbórico, para o ataque eletrolítico, no qual foram utilizados diversos tempos e densidades de correntes. Outras tentativas para revelar contornos de grão foram uma solução contendo 50 mL de Reagente de Poulton (12 mL de HCL conc., 6 mL de HNO₃ conc., 1 mL de HF (48%) e 1 mL de H₂O, assim como outra com 25 mL de HNO₃ concentrado com 40 mL de solução contendo 3 g de ácido crômico por 10 mL de H₂O (AMERICAN SOCIETY FOR METALS, 2004), e também, tentou-se com reagente de Keller (MANNHEIMER, 2002). As micrografias

¹ O número da lixa corresponde ao número de partículas por polegada quadrada; nesse caso, são 320 partículas por polegada quadrada. Quanto maior a grana, mais fina é a lixa e menores serão os riscos produzidos no lixamento mecânico.

foram obtidas pelo uso do microscópio óptico Olympus CS30 Leica®, Figura 11, no qual para os ataques eletrolíticos utilizou-se a luz polarizada. Todo o processo de preparação metalográfica está esquematizado na Figura 12.

Figura 11: Politriz automática STRUERS® ABRAMIM (a) para a preparação da amostra e microscópio óptico OLYMPUS CS30 LEICA DMLM® (b) para visualização micrográfica.



(a)

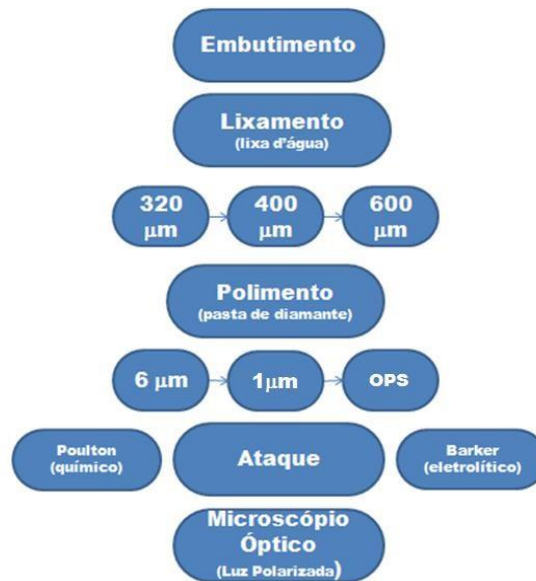


(b)

Fonte: autor.

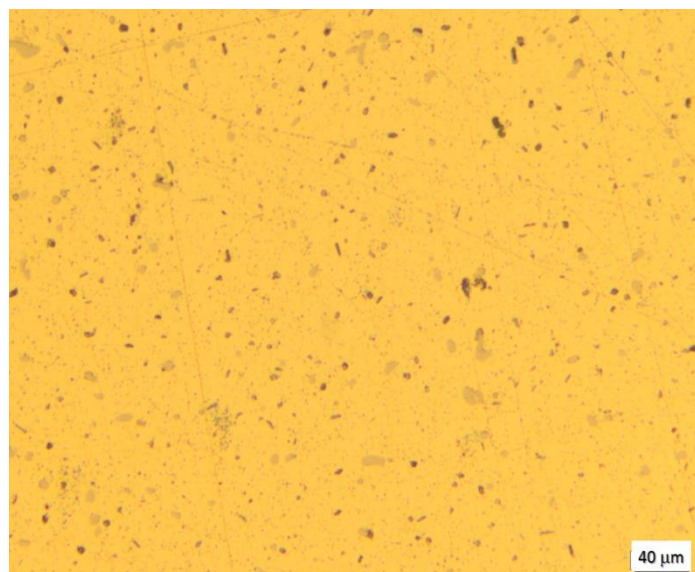
Como a preparação e o ataque não foram bem sucedidos, Figura 13, ou seja, não foi possível a revelação e observação dos contornos de grão, adotou-se novo método de preparação da amostra como pode ser observado na Tabela 3, com um bom polimento final; usou-se nesse caso uma politriz automática, Figura 12, e um reagente contendo 10 g de NaOH e 5 g de $K_4[Fe(CN)_6]$ em 100 mL de água destilada (AMERICAN SOCIETY FOR METALS, 2014), obtendo o resultado desejado no qual é possível a visualização de contornos de grão.

Figura 12: Sequência de preparação mecânica adotada no trabalho para caracterização por microscopia óptica. Os ataques foram realizados para evidenciar os contornos de grão.



Fonte: autor.

Figura 13: Micrografia sem ataque da amostra envelhecida a 400°C por 729 minutos em 500x.



Fonte: autor.

Tabela 3: Procedimento do lixamento e polimento realizados nas amostras na politriz automática Struers Abramim (SiC), (dia(e SiO2 representam os tipos de abrasivos utilizados (carbeto de silício, diamante e óxido de silício, respectivamente).

Material: Liga Al 6000						
Passo	Suporte	Tamanho Abrasivo	Lubrificante	Força {N}	Tempo (min)	Rotação (rpm)
1	Papel (SiC)	#220	Água	120	2	150
2	Papel (SiC)	#320	Água	200	3	150
3	Papel (SiC)	#400	Água	200	4	150
4	Papel (SiC)	#600	Água	200	4	150
5	Papel (SiC)	#800	Água	200	4	150
6	DP-MOL* (dia)	6 µm	Álcool	200	4	150
7	DP-MOL* (dia)	3 µm	Álcool	200	4	150
8	DP-MOL* (dia)	1 µm	Álcool	200	5	150
9	DP-MOL* (dia)	0,25 µm	Álcool	200	5	150
10	OP-NAP* (SiO2)	OPS*	Álcool	100	5	150

* Denominação comercial de Struers A/S, Denmark.

Fonte: Adaptado de Salerno (2005).

Com a utilização desse método de preparação das amostras, Tabela 3, foi possível preparar as amostras como mostra a Figura 14, notando a diferença em relação à Figura 13, em que nessa técnica de preparação evita-se o arrancamento das partículas durante o procedimento.

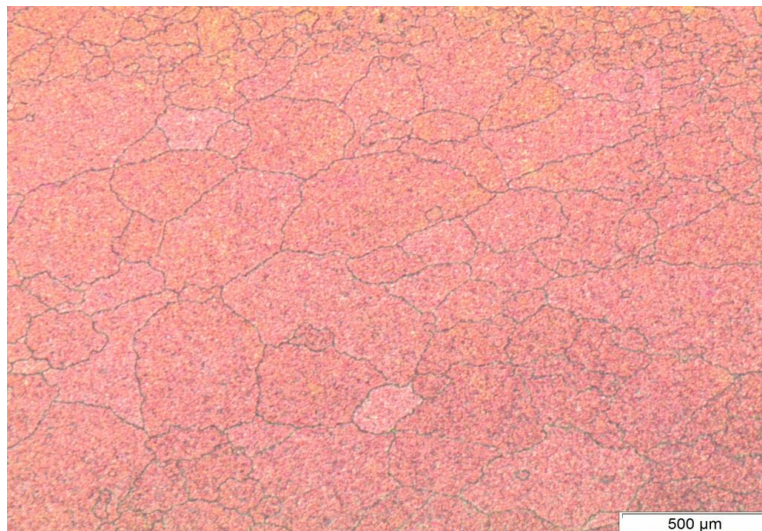
Figura 14: Micrografia sem ataque e polida da amostra envelhecida a 170°C por 9 minutos.



Fonte: autor.

Para o ataque, utilizou-se um reagente contendo 10 g de NaOH e 5 g de $K_4[Fe(CN)_6]$ em 100 mL de água destilada (AMERICAN SOCIETY FOR METALS, 2014), obtendo o resultado ensejado, o qual é a visualização de contornos de grão, Figura 15.

Figura 15: Micrografia com ataque da amostra envelhecida a 200°C por 2187 minutos.



Fonte: autor.

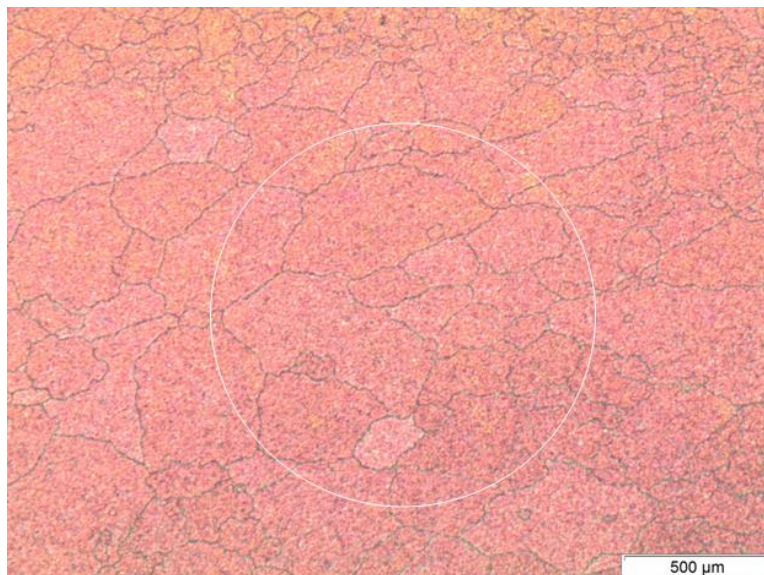
Com a micrografia devidamente atacada, através do método de medição do tamanho de grãos por intercepto circular, conseguiu-se obter alguns resultados, porém, devido às constantes tentativas falhas de preparação da amostra e de ataque para revelar contornos de grão, foi consumido um tempo que impossibilitou a coleta de muitos dados, apesar de se ter conseguido o método de preparação e ataque necessários para a finalização do projeto.

O Método do Intercepto Circular ou do Diâmetro Equivalente consiste em traçar um círculo sobreposto à micrografia, como na Figura 16, e por meio da Equação (3) obter o tamanho médio de grão TG:

$$\overline{TG} = \frac{l}{N_L} = \frac{\pi D}{n} \quad (3)$$

onde n é o número de interceptos entre os contornos e o círculo-teste e D é o diâmetro do círculo-teste, em μm .

Figura 16: Exemplo de círculo teste para a utilização do método do intercepto circular.



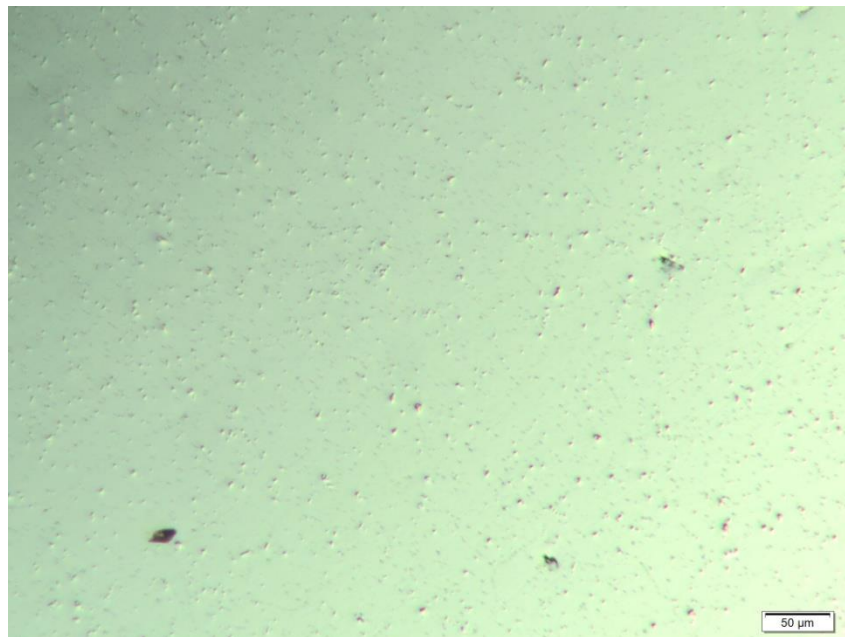
Fonte: autor.

Considera-se como intercepto toda vez que o círculo teste cruzar algum contorno de grão, e para maior validação desse método, é recomendável realizar-se 30 medições de tamanho de grão, obtendo, portanto, seu valor médio, cuja medição de cada círculo-teste deve conter entre aproximadamente 20 e 30 interceptos.

5. Resultados e Discussão

Neste relatório é importante relatar as tentativas de método de preparação das amostras e os diferentes ataques realizados. Em relação ao modo de preparo da amostra, constatou-se que durante o lixamento do alumínio, tanto manualmente como no preparo semiautomático, a força necessária para realizar uma excelente preparação deve ser mínima já que ela pode provocar o arrancamento das partículas de segunda fase, apresentando a imagem da Figura 17, na qual é notável o arrancamento das partículas demonstrando os relevos representados pelos prováveis buracos.

Figura 17: Micrografia da amostra, a qual sofreu o arrancamento das partículas durante a preparação.



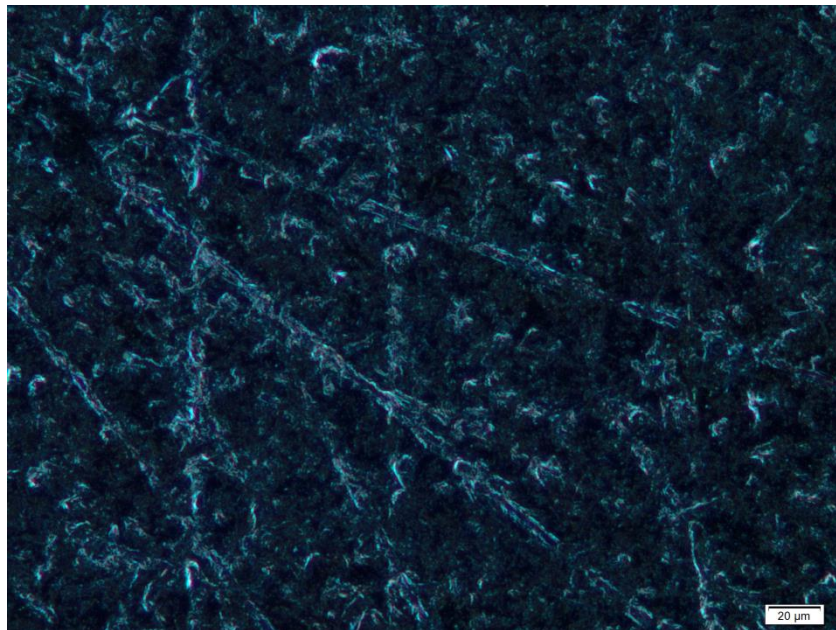
Fonte: autor.

Sabe-se, para quem está acostumado com a prática metalográfica, que preparar materiais como o alumínio não é tarefa fácil; a preparação metalográfica desses materiais pode ser considerada uma arte para quem é do ramo. E como todo e qualquer estudante, a paciência e insistência são fatores decisivos. Para a que o ataque micrográfico seja possível, é necessário que a amostra esteja devidamente preparada, ou seja, sem riscos ou artefatos.

Como já citado no capítulo de materiais e métodos, utilizou-se o método de preparação da Tabela 3 para alcançar uma preparação impecável. Com as amostras devidamente preparadas, primeiramente testou-se o ataque eletrolítico com o reagente de Barker, contendo ácido fluorbórico, com uma voltagem de 24 V, taxa de corrente de 8 A/cm² com tempo estimado de 1 a 2 minutos (STRUERS, 2014).

O ataque não conseguiu revelar contornos de grão, como pode ser observado na Figura 18. A utilização do reagente de Barker foi descartada posteriormente, depois de terem sido realizados diferentes testes empregando variadas tensões, taxas de corrente e tempos de ataque, fatores esses que são determinantes para o ataque eletrolítico.

Figura 18: Micrografia após o ataque eletrolítico com reagente de Barker.



Fonte: autor.

Com o descarte do reagente de Barker com ácido fluorbórico e a partir de uma visita técnica no PMT (Departamento de Engenharia Metalúrgica e Materiais da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo) foi realizada a tentativa de ataque das amostras com o reagente de Keller; entretanto, não se conseguiu a revelação dos contornos de grão, Figura 19, sendo necessárias novas preparações e tentativa com outro reagente.

Figura 19: Micrografia após o ataque por imersão utilizando o reagente de Keller.

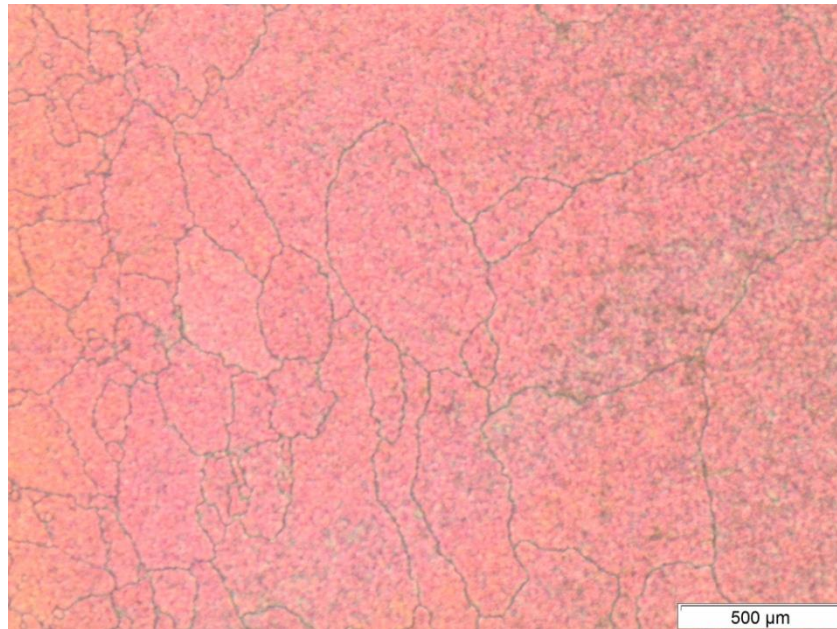


Fonte: autor.

O próximo reagente a ser utilizado foi uma solução contendo reagente de Poulton, porém essa solução, assim como o reagente de Barker e o reagente de Keller, não conseguiu atacar a amostra para os fins necessários, ou seja, também não revelou contornos de grãos.

Ao utilizar a solução de 10 g de NaOH e 5 g de $K_4[Fe(CN)_6]$ em 100 mL de água destilada (ASM HANDBOOK, 2014), foi possível obter micrografias como a da Figura 20, a qual, diferentemente das outras soluções e reagentes utilizados, foi capaz de revelar os contornos de grão e consequente medição do tamanho de grão.

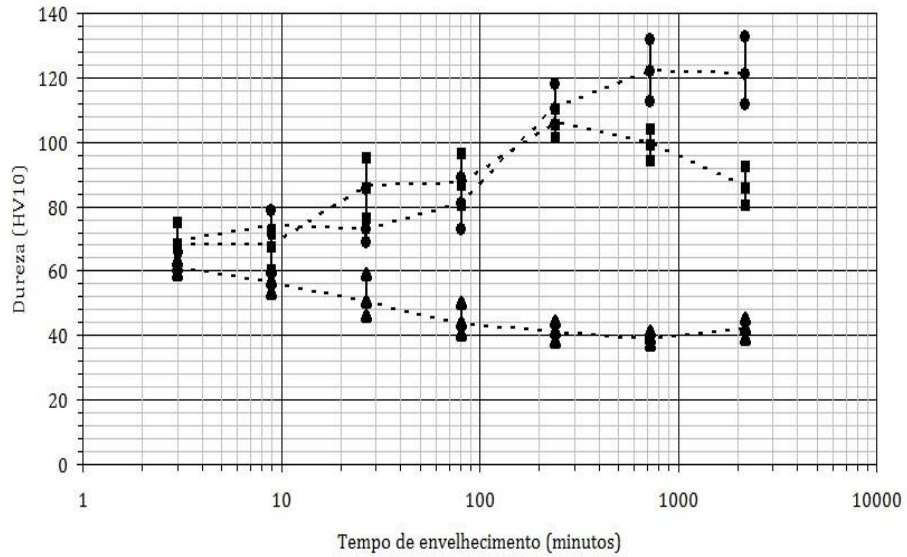
Figura 20: Micrografia revelando contornos de grão após o ataque químico com uma solução de NaOH e $K_4[Fe(CN)_6]$.



Fonte: autor.

Portanto, com esse ataque químico, a partir dos resultados de dureza, Figura 21, obtidos no ensaio de dureza Vickers do trabalho anterior de Haras e Dutra (2014) foi possível iniciar o procedimento de caracterização da cinética de crescimento de grãos da liga estudada. Sabendo-se que a amostra original apresentava dureza média de 104 HV10 e depois da solubilização apresentou dureza média de 56 HV10, foi possível observar que para as amostras envelhecidas a 170°C houve um aumento da sua dureza até o tempo de 2187 minutos, não sendo possível visualizar a faixa de superenvelhecimento do material nessa temperatura; a maior dureza obtida foi 133 HV10. Para as amostras envelhecidas a 200°C, foi observado que houve um aumento da dureza até 120 HV10 no tempo de 243 minutos; depois desse tempo, a amostra entrou em um estado de superenvelhecimento no qual há certa queda na dureza do material. Por fim, as amostras envelhecidas a 400°C apresentaram queda nos seus valores de dureza no decorrer do tempo, a última amostra envelhecida por 2187 minutos parece ter apresentado um singelo aumento de dureza.

Figura 21: Evolução de dureza (HV10) em função do tempo de envelhecimento, em minutos, para as temperaturas de 170 (quadrados), 200 (círculos) e 400°C (triângulos).



Fonte: Hara e Dutra, 2014.

O método de intercepto circular para a medição dos tamanhos de grão, possibilitou a coleta dos resultados, conforme as Tabelas 4 e 5; foram coletadas 10 medições para cada tipo de amostra e assim calculado uma média, a qual é o tamanho médio dos grãos da amostra.

Tabela 4: Dados coletados através do método de intercepto circular para as amostras envelhecidas a 400°C.

Tempo de Envelhecimento (min)	Diâmetro do intercepto (cm)	Tamanho Médio do Grão (μm)	Desvio Padrão (μm)
3	5,00	45,45	8,84
9*	5,00	-	-
27	5,00	53,50	4,45
81*	5,00	-	-
243	5,00	53,06	8,41
729*	5,00	-	-
2187	5,00	58,51	7,29

*Amostras não preparadas

Fonte: autor.

Tabela 5: Dados coletados através do método de intercepto circular para as amostras envelhecidas a 200°C.

Tempo de Envelhecimento (min)	Diâmetro do intercepto (cm)	Tamanho Médio do Grão (μm)	Desvio Padrão
3*	7,50	-	-
9*	7,50	-	-
27*	7,50	-	-
81*	7,50	-	-
243	7,50	149,43	60,80
729*	7,50	-	-
2187	7,50	269,69	59,05

*Amostras não preparadas

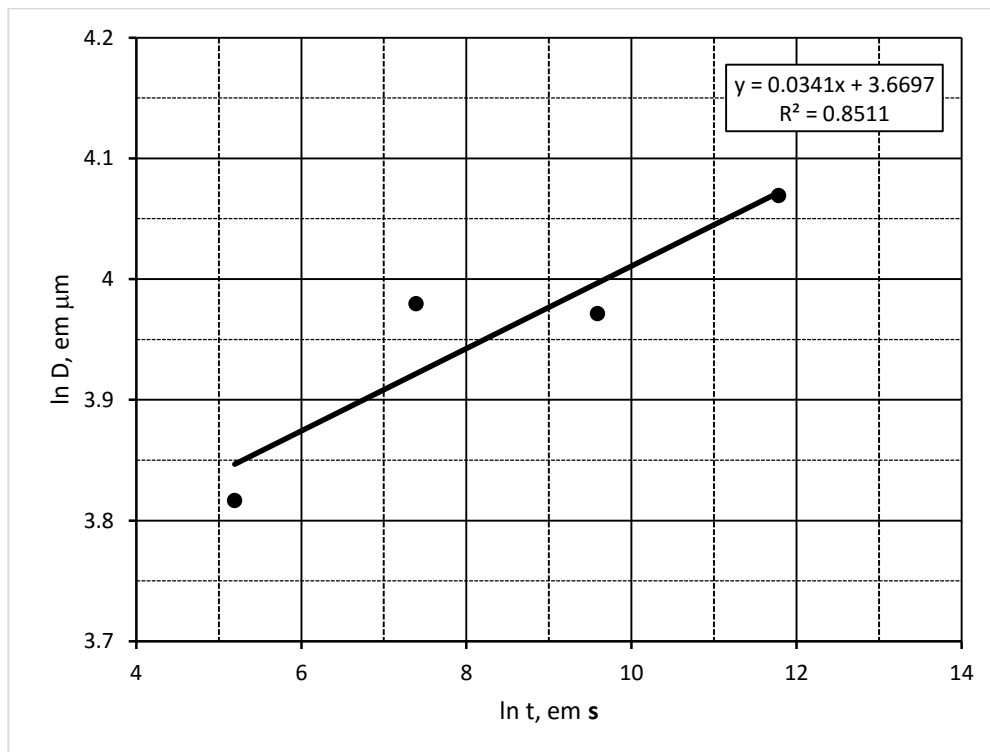
Fonte: autor.

A partir da Tabela 4, a qual possui maior número de dados coletados que possibilitam realizar cálculos, e utilizando a Equação (1), foi possível encontrar uma equação que caracterize a cinética de crescimento de grãos para essa liga. Ao linearizá-la, obtém-se:

$$\ln D = \ln K + n \ln t \quad (4)$$

Tornando possível encontrar os valores das constantes K (coeficiente linear) e n (coeficiente angular), através da construção gráfica da Figura 22.

Figura 22: Curva da relação entre os logaritmos naturais do tamanho de grão D , em μm , e do tempo t , em s, do tratamento de envelhecimento a 400°C .



Fonte: autor.

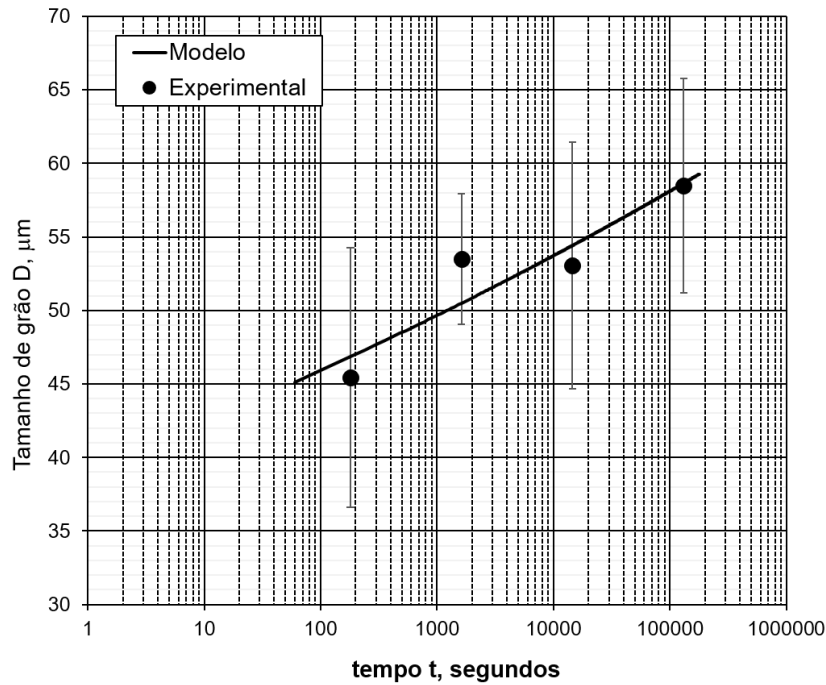
A partir do gráfico e da regressão linear nessas condições, obtém-se a expressão a seguir, capaz de estimar como se comporta o crescimento de grão devido ao envelhecimento a 400°C da liga estudada. O coeficiente de correlação obtido foi de 0,8511.

$$\ln D = 3,8093 + 0,0341 \ln t \quad (5)$$

Através dos poucos resultados obtidos, pode-se observar que para a temperatura e os tempos de envelhecimento investigados, maior será o tamanho médio dos grãos quanto maior o tempo de tratamento, o que pode ser comparado com a evolução da dureza apresentada na Figura 16, constatando-se que quanto maior o tamanho de grão da liga estudada, menor será sua dureza.

A Figura 23, por sua vez, apresenta os resultados experimentais e o proposto por Burke e Turnbull (1952).

Figura 23: Modelo proposto por Burke e Turnbull (1952) e os resultados experimentais desse trabalho onde D é o tamanho de grão em μm , e t o tempo em s, para o tratamento de envelhecimento a 400°C .



Fonte: autor.

6. Conclusões

A partir do trabalho anterior, sabe-se que o endurecimento por partículas de segunda fase obtidas a 170°C apresentou a máxima dureza do trabalho, de 133 HV10, sendo mais eficiente que o envelhecimento a 200°C, o qual apresentou um pico de dureza a 243 minutos até iniciar o processo de superenvelhecimento, condição a qual se apresentaram as amostras envelhecidas a 400°C já que sua taxa de difusão nessa temperatura é superior àquela estimada para o tratamento térmico, notando-se a queda nos seus valores de dureza.

Através dos resultados obtidos, pode-se observar que para a maior temperatura investigada, de 400°C, com o aumento no tempo de envelhecimento, menor é a dureza e maior o tamanho de grão.

Para etapas seguintes de um trabalho futuro consta a coleta de demais resultados através dos métodos contidos neste trabalho e a análise de resultados em comparação com as durezas obtidas no trabalho anterior a este. Vale ressaltar que o esperado para o envelhecimento a 200°C é que o tamanho dos grãos das amostras seja menor que os envelhecidos a 400°C, já que em maior temperatura os mecanismos de difusão são facilitados permitindo que os grãos apresentem tamanhos médio de grão maiores em temperaturas elevadas, sendo, portanto, importante a revisão dos dados coletados.

7. Referências Bibliográficas

AMERICAN SOCIETY FOR METALS. ASM International Handbook volume 9: **Metallography and Microstructures**. Vander Voort, G. (Ed.), 1184p., 2004.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Methods for Determining Average Grain Size (E112), **Annual Book of ASTM Standards**. Part 11: Metallography; Nondestructive Testing, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, Pa. p. 135-69, 1982.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test Methods for Characterizing Duplex Grain Sizes. (E1181-87) **Annual Book of ASTM Standards**. Section 3: Metals Test Methods and Analytical Procedures, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, Pa., v.03.01, p.867-80, 1993.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS. ASM International Handbook volume 9: **Metallography and Microstructures**. Vander Voort, G. (Ed.), 1184p., 2004.

BECK, P.A.; HOLZWORTH, M.L.; SPERRY, P.R. Effect of a Dispersed Phase on Grain Growth in Al-Mn Alloys. **Transactions of the American Institute for Metallurgical Engineers**. v.180, p.163-92, 1948.

BEKE, D. L.; ERDÉLYI, Z.; LANGER, G. A.; CSIK, A.; KATONA, G. L. Diffusion on the nanometer scale. **Vacuum**. v.80, p.87-91, 2005.

BURKE, J.E.; TURNBULL, D. Recrystallization and Grain Growth. **Progress in Metal Physics**. v. 3, p. 220-292, 1952.

CAHN, J.W. The Impurity Drag Effect in Grain Boundary Motion. **Acta Metallurgica**. v.10, n.9, p. 789-798, Set. 1962.

CAHN, R.W. **Physical Metallurgy**. North-Holland Publishing Co., American Elsevier Publishing Company, Amsterdam, 1970, Cap. 19, p.1129-97: Recovery and Recrystallization.

CALLISTER, William D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2002.

CALLISTER, William D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008. 705 p.

CALLISTER, William D.; RETHWISCH, David G. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 8. ed. Rio de Janeiro: LTC, c2012. 817 p.

CAMBRIDGE. Teaching and Learning Packages. Diffusion. Disponível em

<www.doitpoms.ac.uk>. Acesso em 30 de novembro de 2015.

COTTERILL, P.; MOULD, P.R. **Recrystallization and Grain Growth in Metals**. John Wiley & Sons., New York, 1976. Cap. 9, p.266-325: Grain Growth after Primary Recrystallization.

COSTA NETO, Pedro Luiz de Oliveira. **Estatística**. São Paulo: Edgard Blücher, 1985, c1977. 264 p.

CUNHA, R. P. Caracterização mecânica e metalográfica de uma liga de alumínio empregada para cabeçote de motor flex. **Dissertação**. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo. Orientador: Dr. Claudio Geraldo Schön. p.9-26, 2012.

DUNN, C.G.; WALTER, J.L. Secondary Recrystallization. In: **Recrystallization, Grain Growth and Textures**. Ohio, American Society for Metals, 1966. p.461-521.

DUTRA, J.C. Crescimento Anormal de Grãos em Aços para Cementação. **Dissertação**. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo. Orientador: Ferdinando Luiz Cavallante. 220p., 1994.

DUTRA, J.C. Cinética de Crescimento Anormal de Grãos em Aços Inoxidáveis Austeníticos Fe-15%Cr-15%Ni com e sem Partículas de Segunda Fase. **Tese**. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo. Orientador: Ângelo Fernando Padilha. 210p, 1997.

EDWARDS, G.A. et al. The Precipitation Sequence in Al-Mg-Si Alloys. **Acta Materialia**. v.46, n.11, p.3893-3904, 1998.

FERRARI, R. B. Caracterização de liga metálica a base de alumínio – magnésio obtida por método convencional após tratamentos termomecânicos visando estruturas microcristalinas. **Dissertação**. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo. Orientador: Dr. Waldemar Alfredo Monteiro, p.11-77, 2008.

GLADMAN, T. On the Theory of the Effect of the Precipitate Particles on Grain Growth in Metals. **Proceedings of the Royal Society**. v.194A, p.298-309, 1966.

HARA, J.G.; DUTRA. J.C. Cinética de crescimento de grão em ligas 6000 durante o envelhecimento artificial. **Relatório Final de Iniciação Científica**. Centro Universitário da FEI, 2014.

HÄSSNER, F. **Recrystallization of Metallic Materials**. In: DETERT, K. Secondary Recrystallization. Stuttgart, Dr. Riederer Verlag GmbH, 1978. p.97-109.

HILLERT, M. On the Theory of Normal and Abnormal Grain Growth. **Acta Metallurgica**. v.13, p.227-38, 1965.

MANNHEIMER, W. A. Microscopia dos Materiais: Uma Introdução, Sociedade Brasileira de Microscopia e Microanálise, Rio de Janeiro, p. XV.10, 2002

MULLINS, W.W. The Effect of Thermal Grooving on Grain Boundary Motion. **Acta Metallurgica**. v.6, p.414-27, Jun.1958.

PADILHA, A. F., **Materiais de Engenharia: Microestrutura e Propriedades**, 1. ed. p.223-235, Curitiba: Hemus, 2000.

PORTER, D.A.; EASTERLING, K. E. **Phase Transformations in Metals and Alloys**. Boca Raton: Taylor & Francis Group. 2004.

REED-HILL, R.E.; ABBASCHIAN, R. **Physical Metallurgy Principles**. Boston: Publishing Company. 3 ed., 926p., 1994.

RIOS, P.R. A Theory for Grain Boundary Pinning by Particles. **Acta Metallurgica**. v.35, n.12, p.2805-14, 1987.

SALERNO, G. Influência da Deformação Média na Previsão de Vida em Fadiga de Baixo Ciclo da Liga AA7175-T1. **Tese Mestrado**. Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, São Paulo. Orientadores: Dr. Carlos de Moura Neto e Dr. Rodrigo Magnabosco, p.84, 2005.

STRUERS A/S. Metallographic preparation of aluminium and aluminium alloys, **Struers Application Notes**, Dinamarca, 2014.