

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS**  
**Escola de Engenharia**  
**Programa de Pós-graduação em Engenharia Química**

Frederico Dias Silveira

**CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE LIGAS DE ALUMÍNIO AA5052-  
H32 E AA6082-T6**

Belo Horizonte  
2024

Frederico Dias Silveira

**CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE LIGAS DE ALUMÍNIO AA5052-  
H32 E AA6082-T6**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Engenharia Química.

Linha de Pesquisa: Tecnologias Limpas, Materiais e Nanotecnologia.

Orientador (a): Vanessa de Freitas Cunha Lins.

Coorientador (a): Rosa Maria Rabelo Junqueira.

Belo Horizonte  
2024

S587c	<p>Silveira, Frederico Dias. Caracterização microestrutural de ligas de alumínio AA5052- H32 e AA6082-T6 [recurso eletrônico] / Frederico Dias Silveira. - 2024. 1 recurso online (92 f. : il., color.) : pdf.</p> <p>Orientadora: Vanessa de Freitas Cunha Lins. Coorientadora: Rosa Maria Rabelo Junqueira.</p> <p>Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.</p> <p>Bibliografia: f. 82-92.</p> <p>1. Engenharia química - Teses. 2. Ligas de alumínio - Teses. 3. Agricultura - Teses. 4. Microestrutura - Teses. I. Lins, Vanessa de Freitas Cunha. II. Junqueira, Rosa Maria Rabelo. III. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. IV. Título.</p> <p style="text-align: right;">CDU: 66.0(043)</p>
-------	----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------



UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS  
ESCOLA DE ENGENHARIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

### FOLHA DE APROVAÇÃO

**"CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE LIGAS DE ALUMÍNIO AA5052-H32 E AA6082-T6"**

**Frederico Dias Silveira**

Dissertação submetida à Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, como parte dos requisitos à obtenção do título de **MESTRE EM ENGENHARIA QUÍMICA**.

#### 315ª DISSERTAÇÃO APROVADA EM 2 DE ABRIL DE 2024 POR:



Documento assinado eletronicamente por **Vanessa de Freitas Cunha Lins, Professora do Magistério Superior**, em 02/07/2024, às 15:02, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Rosa Maria Rabelo Junqueira, Professora do Magistério Superior - Visitante**, em 02/07/2024, às 18:11, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Isolda Costa, Usuário Externo**, em 05/07/2024, às 21:40, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Caio Palumbo de Abreu, Usuário Externo**, em 10/07/2024, às 11:20, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site [https://sei.ufmg.br/sei/controlador\\_externo.php?acao=documento\\_conferir&id\\_orgao\\_acesso\\_externo=0](https://sei.ufmg.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0), informando o código verificador **3128542** e o código CRC **9B9E299D**.

Dedico este trabalho à minha família, em especial a Marilene Dias Silveira, minha mãe, Antônio Silveira, meu pai, Arthur Dias Silveira, meu irmão, e a minha amada Helena Cotofsk. Obrigado por estarem ao meu lado durante todo este ciclo e me auxiliarem a construir este sonho.

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente, gostaria de agradecer à Deus, meu pai Antônio Silveira, minha mãe Marilene Dias Silveira, meu irmão Arthur Dias Silveira, a minha amada Helena Cotofsk e a toda minha família, por todo amor e compreensão durante este percurso.

Às professoras Dra. Vanessa de Freitas e Dra. Rosa Maria, respectivamente orientadora e coorientadora deste trabalho, meus sinceros agradecimentos por toda orientação, amizade e paciência durante todo este curso. Este trabalho não aconteceria sem o suporte e ajuda de vocês.

Aos amigos de projeto Dr. Caio Palumbo e Dra. Isolda Costa, pelo acolhimento inicial e pelos valiosos conselhos oferecidos durante toda a construção deste trabalho.

Às agências de pesquisa brasileiras CNPq e CAPES pelo apoio e suporte durante a execução deste trabalho.

À Companhia Brasileira de Alumínio (CBA), especialmente ao Heber Otomar, pelo fornecimento das amostras das ligas de alumínio.

Aos professores doutores Andréa, Daniel, Esly, Fernando, Glaura, Gustavo, Luiz Orlando, Manuel e Túlio do curso de Pós-graduação em Engenharia Química da UFMG por todo o conhecimento transmitido da melhor maneira possível.

Aos colaboradores do Centro de Microscopia da UFMG, em especial ao Marcelo, César, Breno e Rodrigo, que além de demonstrarem um enorme conhecimento na área e me assistirem na realização dos testes de caracterização microestrutural, foram parceiros e amigos durante etapas cruciais deste trabalho.

Aos colegas de curso Guilherme, Leonardo e Matheus por auxiliarem em momentos difíceis e por serem verdadeiros companheiros durante esta caminhada.

Aos colegas e técnicos do Laboratório de Corrosão e Engenharia de Superfície da UFMG, especialmente a Paula, pelo auxílio e mentoria na realização de diversos ensaios.

Aos colegas de profissão e colaboradores das empresas Brandt Meio Ambiente e W. Amaral que me ensinaram e ensinam, a cada dia de trabalho ao vosso lado, a me tornar uma pessoa e um profissional muito mais responsável na vida.

Por fim, a todos que contribuíram seja de maneira direta ou indireta a este trabalho, o meu mais sincero obrigado.

*“Educação não transforma o mundo. Educação muda as pessoas. Pessoas transformam o mundo.” (Paulo Freire)*

## RESUMO

A utilização do alumínio e de suas ligas em diversos setores industriais, como por exemplo o setor agrícola, não é isenta de problemas, sendo muitos destes ligados a processos corrosivos. A caracterização microestrutural das ligas de alumínio é fundamental já que a microestrutura influencia as propriedades mecânicas e químicas das ligas. O presente trabalho objetivou caracterizar microestruturalmente as ligas de alumínio AA5052-H32 e AA6082-T6, comumente utilizadas no setor agrícola. Em síntese, os resultados dos ensaios de caracterização microestrutural demonstraram que, no geral, os precipitados da liga AA5052-H32 apresentaram áreas superficiais maiores e bem mais heterogêneas do que os da liga AA6082-T6. Foi perceptível que a liga AA5052-H32 apresentou ranhuras/trincas e a liga AA6082-T6 apresentou variações de espessuras, características inerentes ao tipo de tratamento utilizado e a influência da temperatura no processo. Os ensaios de microscopia eletrônica de transmissão (MET) e o mapeamento químico foram utilizados para poder observar as fases de precipitados intermetálicos mais comuns citadas na literatura. A liga AA5052-H32 apresentou área média dos precipitados de  $30.53 \mu\text{m}^2 \pm 25.52 \mu\text{m}^2$  e a liga AA6082-T6 apresentou uma área média das inclusões de  $6.37 \mu\text{m}^2 \pm 2.42 \mu\text{m}^2$  calculada a partir das micrografias de microscopia eletrônica de varredura utilizado. A liga AA5052-H32 apresentou área média dos precipitados de  $0.0232 \mu\text{m}^2 \pm 0.0184 \mu\text{m}^2$  e a liga AA6082-T6 apresentou uma área média das inclusões de  $0.0064 \mu\text{m}^2 \pm 0.0046 \mu\text{m}^2$  calculada a partir das micrografias de microscopia eletrônica de transmissão. As fases  $\text{Mg}_2\text{Si}$  e  $\text{Mg}_2\text{Al}_3$  em forma de bastonete foram identificadas na liga AA5052-H32 por meio de microscopia eletrônica de transmissão. Na liga AA6082-T6 foram identificadas inclusões de Al-Fe-Mn-Si de forma poligonal que ficou ainda mais evidente no mapeamento química da superfície da liga. A fase  $\text{Mg}_2\text{Si}$  foi observada em morfologia de rede e agulha. Em geral, inferiu-se que a escala utilizada no mapeamento não foi a adequada para observar os precipitados que continham Mg em sua composição, visto que o Mg se apresentou bastante disperso na matriz para ambas as ligas.

**Palavras-chave:** ligas de alumínio; caracterização microestrutural; setor agrícola.



## ABSTRACT

The use of aluminum and its alloys in various industrial sectors, such as the agricultural sector, is not without problems, many of which are linked to corrosive processes. The microstructural characterization of aluminum alloys is fundamental as the microstructure influences the mechanical and chemical properties of the alloys. The present work aimed to microstructurally characterize the aluminum alloys AA5052-H32 and AA6082-T6, commonly used in the agricultural sector. In summary, the results of the microstructural characterization tests demonstrated that, in general, the precipitates from the AA5052-H32 alloy presented larger and much more heterogeneous surface areas than those from the AA6082-T6 alloy. It was noticeable that the AA5052-H32 alloy presented grooves/cracks and the AA6082-T6 alloy presented variations in thickness, characteristics inherent to the type of treatment used and the influence of temperature on the process. Transmission electron microscopy (TEM) tests and chemical mapping were used to observe the most common intermetallic precipitate phases mentioned in the literature. The AA5052-H32 alloy presented an average precipitate area of  $30.53 \mu\text{m}^2 \pm 25.52 \mu\text{m}^2$  and the AA6082-T6 alloy presented an average inclusion area of  $6.37 \mu\text{m}^2 \pm 2.42 \mu\text{m}^2$  calculated from electron microscopy micrographs scan. used. The alloy AA5052-H32 presented an average area of precipitates of  $0.0232 \mu\text{m}^2 \pm 0.0184 \mu\text{m}^2$  and the alloy AA6082-T6 presented an average area of inclusions of  $0.0064 \mu\text{m}^2 \pm 0.0046 \mu\text{m}^2$  calculated from electron microscopy micrographs transmission. The rod-shaped  $\text{Mg}_2\text{Si}$  and  $\text{Mg}_2\text{Al}_3$  phases were identified in the AA5052-H32 alloy using transmission electron microscopy. In the AA6082-T6 alloy, polygonal Al-Fe-Mn-Si inclusions were identified, which became even more evident in the chemical mapping of the alloy surface. The  $\text{Mg}_2\text{Si}$  phase was observed in network and needle morphology. In general, it was inferred that the scale used in the mapping was not adequate to observe the precipitates that contained Mg in their composition, since Mg was quite dispersed in the matrix for both alloys.

**Keywords:** aluminum alloys; microstructural characterization; agricultural sector.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

<b>Figura 1</b> – Representação esquemática da nomenclatura utilizada para descrever os tratamentos térmicos e mecânicos aplicados às ligas de alumínio. ....	22
<b>Figura 2</b> – Diagrama de <i>Pourbaix</i> do Alumínio, potencial (V, EPH) versus pH à 25°C, com o domínio termodinâmico de estabilidade da água apresentado pelas linhas pontilhadas. ....	29
<b>Figura 3</b> – Representação esquemática da corrosão por pites (A) e as diversas formas de pites que podem ser gerados (B). ....	32
<b>Figura 4</b> – Representação esquemática de uma célula eletroquímica de ação local (A) e o processo de corrosão por pites em ligas de alumínio (B). ....	33
<b>Figura 5</b> – Representação esquemática da corrosão intergranular (A) e imagem microscópica de tal corrosão (B). ....	36
<b>Figura 6</b> – Ilustração esquemática mostrando as características típicas nas nanocamadas de um grão de liga de alumínio com dimensão quadrada de tunelamento (x) e espaçamento (d) entre nanocamadas sucessivas. ....	41
<b>Figura 7</b> – Amostras das ligas AA6082-T6 (à esquerda) e AA5052-H32 (à direita) fornecidas pela CBA. ....	44
<b>Figura 8</b> – Representação esquemática da organização do preparo das amostras para ensaios de caracterização microestrutural. ....	46
<b>Figura 9</b> – Imagens de microscopia óptica da liga de alumínio AA5052-H32 após ataque químico com solução de Keller. ....	50
<b>Figura 10</b> – Imagens de microscopia óptica da liga de alumínio AA6082-T6 após ataque químico com solução de Keller. ....	52
<b>Figura 11</b> – Imagens de micrografia eletrônica de varredura da liga de alumínio AA5052-H32 após ataque químico com solução de Keller. ....	56
<b>Figura 12</b> – Imagens de micrografia eletrônica de varredura da liga de alumínio AA6082-T6 após ataque químico com solução de Keller. ....	61
<b>Figura 13</b> – Análise de espectrometria de raios-X dispersiva em energia (EDS) realizada nas amostras de ligas de alumínio AA5052-H32 (A) e AA6082-T6 (B), após o preparo das amostras e serem submetidas ao ataque químico para análise em microscópio eletrônico de varredura (MEV). Fonte: Autor. ....	63

<b>Figura 14</b> – Imagens de microscopia eletrônica de transmissão de amostra da liga AA5052-H32.....	67
<b>Figura 15</b> – Imagens de microscopia eletrônica de transmissão de amostra da liga AA6082-T6. ....	67
<b>Figura 16</b> – Apresentação de defeitos encontrados em imagens de microscopia eletrônica de transmissão de amostra da liga AA5082-H32.....	69
<b>Figura 17</b> – Apresentação de defeitos encontrados em imagens de microscopia eletrônica de transmissão de amostra da liga AA6082-T6. ....	70
<b>Figura 18</b> – Exemplos de precipitados encontrados nas imagens de microscopia eletrônica de transmissão de amostra da liga AA5052-H32.....	72
<b>Figura 19</b> – Exemplos de precipitados encontrados nas imagens de microscopia eletrônica de transmissão de amostra da liga AA6082-T6. ....	72
<b>Figura 20</b> – Mapa químico realizado em microscópio eletrônico de transmissão de amostra da liga AA5052-H32 – Parte 1.....	73
<b>Figura 21</b> – Mapa químico realizado em microscópio eletrônico de transmissão de amostra da liga AA5052-H32 – Parte 2.....	73
<b>Figura 22</b> – Mapa químico realizado em microscópio eletrônico de transmissão de amostra da liga AA5052-H32 – Parte 3.....	74
<b>Figura 23</b> – Mapa químico realizado em microscópio eletrônico de transmissão de amostra da liga AA6082-T6 – Parte 1. ....	77
<b>Figura 24</b> – Mapa químico realizado em microscópio eletrônico de transmissão de amostra da liga AA6082-T6 – Parte 2. ....	77
<b>Figura 25</b> – Mapa químico realizado em microscópio eletrônico de transmissão de amostra da liga AA6082-T6 – Parte 3. ....	78

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1</b> – Propriedades físicas típicas do alumínio.....	19
<b>Tabela 2</b> – Limites de composição química (% em massa) .....	25
<b>Tabela 3</b> – Potencial de corrosão de partículas intermetálicas em água do mar.....	39
<b>Tabela 4</b> – Limites de composição química para ligas AA5052 e AA6082 (% em massa) .....	45
<b>Tabela 5</b> – Tabela comparativa entre as áreas amostrais de dendritas presentes nas superfícies amostrais das ligas AA5052-H32 e AA6082-T6 (MO).....	53
<b>Tabela 6</b> – Tabela comparativa entre as áreas amostrais dos precipitados presentes nas superfícies amostrais das ligas AA5052-H32 e AA6082-T6 (MEV).....	58
<b>Tabela 7</b> – Tabela de dados dos resultados da análise de espectrometria de raios-X dispersiva em energia (EDS) realizada na amostra AA5052-H32, comparado aos limites de composição química (% em massa).....	64
<b>Tabela 8</b> – Tabela de dados dos resultados da análise de espectrometria de raios-X dispersiva em energia (EDS) realizada na amostra AA6082-T6, comparado aos limites de composição química (% em massa).....	64
<b>Tabela 9</b> – Tabela comparativa entre as áreas amostrais dos precipitados presentes nas superfícies amostrais das ligas AA5052-H32 e AA6082-T6 (MET). .....	68
<b>Tabela 10</b> – Tabela comparativa dos resultados realizados no ImageJ entre os ensaios de caracterização microestrutural do estudo. ....	79

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AA – *Aluminum Association*

ABAL – Associação Brasileira do Alumínio

Al – Alumínio

CA – Camada anodizada

CB – Camada de barreira

CBA – Companhia Brasileira do Alumínio

CE – Contra eletrodo

CM – Centro de Microscopia

CP – Camada porosa

Cr – Cromo

Cu – Cobre

DDP – Diferença de potencial eletroquímico

ECS – Eletrodo de Calomelano Saturado

EDS – *Energy-dispersive X-ray Spectroscopy* (Espectroscopia de raios-X por energia dispersiva)

EIS – *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (Espectroscopia de impedância eletroquímica)

$E_p$  – Potencial de pite

EPH – Eletrodo Padrão de Hidrogênio

ER – Eletrodo de Referência

ET – Eletrodo de Trabalho

Fe – Ferro

FSW – *Friction Stir Welding* (Soldagem por fricção com mistura mecânica)

Ga – Gálio

IPEN – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares

MET – Microscopia Eletrônica de Transmissão

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

MIG – *Metal Inert Gas* (Soldagem por gás inerte metálico)

Mg – Magnésio

Mn – Manganês

MO – Microscopia Óptica

N – Nitrogênio

O – Oxigênio

OCP – *Open Circuit Potential* (Potencial de circuito aberto)

SCC – *Stress-Corrosion Cracking* (Trincamento de corrosão sob tensão)

Si – Silício

SVET – *Scanning Vibrating Electrode Technique* (Técnica de eletrodo vibratório de varredura)

Ti – Titânio

UFMG – Universidade Federal de Minas Gerais

USP – Universidade de São Paulo

V – Vanádio

Zn – Zinco

Zr – Zircônio

## LISTA DE SÍMBOLOS

$E_{CORR}$	Potencial de corrosão	[V ou mV]
$E_{OXI}$	Potencial de oxidação	[V ou mV]
$E_{RED}$	Potencial de redução	[V ou mV]
$\Delta E$	Varição de potencial (ddp)	[V ou mV]
$E_P$	Potencial de pite	[V ou mV]
$\rho$	Peso específico	[g/cm <sup>3</sup> ]
$T_F$	Temperatura de fusão	[°C]
$E$	Módulo de elasticidade	[MPa]
X	Eixo das ordenadas	-
Y	Eixo das abscissas	-
Z	Eixo de cotas	-

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	<b>16</b>
<b>2. OBJETIVO</b> .....	<b>18</b>
2.1 Objetivo Geral .....	18
2.2 Objetivo Específico.....	18
<b>3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>19</b>
3.1 Alumínio e suas Ligas .....	19
3.2 Corrosão em Alumínio.....	28
3.2.1 Corrosão por Pites .....	31
3.2.2 Corrosão Intergranular .....	35
3.2.3 Corrosão Galvânica.....	38
3.3 Caracterização Microestrutural .....	39
<b>4. METODOLOGIA</b> .....	<b>44</b>
4.1 Caracterização Microestrutural .....	45
4.1.1 Microscopia Óptica (MO).....	46
4.1.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV/EDS) .....	47
4.1.3 Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) .....	47
4.1.4 <i>Software</i> ImageJ .....	48
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>49</b>
5.1 Microscopia Óptica (MO).....	49
5.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) .....	54
5.3 Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) .....	66
<b>6. CONCLUSÃO</b> .....	<b>79</b>
<b>7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....	<b>81</b>
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	<b>82</b>



## 1. INTRODUÇÃO

Atualmente, é possível elencar as diversas utilidades que o alumínio e suas ligas possuem no cotidiano de gigantes setores industriais, tais como o automobilístico, o aeronáutico e o agrícola, muito por conta de suas características físico-químicas versáteis que promovem uma vasta utilização dele. Segundo RAHIMI *et al.* (2015; *apud* CARDOSO, 2021), o alumínio é o terceiro elemento químico mais abundante na crosta terrestre e suas ligas formam o segundo grupo de materiais metálicos mais utilizados.

Característica essencial na indústria de transportes, a leveza do alumínio representa menor consumo de combustível, menor desgaste, maior eficiência e capacidade de carga. Para o setor de alimentos, traz funcionalidade e praticidade às embalagens por seu peso reduzido em relação a outros materiais (ABAL, 2022a). Em contrapartida, este material apresenta certas peculiaridades que tornam sua soldagem difícil quando comparado ao aço e dependendo do processo e procedimento utilizados, os resultados atingidos podem não atender os requisitos e especificações (SAVI, 2014).

O alumínio puro possui boas propriedades de resistência à corrosão, porém baixa resistência mecânica para aplicações estruturais. SCARABOTTO (2018) relata que a adição de elementos de liga é utilizada, principalmente para aumentar a resistência mecânica desse material, sendo esse processo utilizado para a preparação de diversas ligas, dependendo da aplicação desejada. Todavia, a inclusão de outros elementos químicos na matriz do alumínio pode ter efeito adverso na resistência à corrosão do metal.

CAPELARI e MAZZAFERRO (2009) citam que o baixo peso específico, aliado à alta resistência mecânica de algumas ligas, faz com que o alumínio seja a primeira escolha em termos de material para atender às exigências de determinadas aplicações. Ainda comentam que merece ser destacada a reciclagem deste metal, onde cerca de 90% do mesmo, presente em veículos, por exemplo, é recuperado e reciclado, com enormes vantagens ambientais e econômicas.

Assim como a maioria dos metais, o alumínio e suas ligas não estão imunes ao processo de corrosão. Dessa maneira, métodos de prevenção contra a corrosão tornam-se extremamente necessários para garantir uma maior vida útil ao material.

ARAÚJO e seus colaboradores (2021) retratam alguns destes métodos de prevenção, tais como: proteção catódica, proteção anódica, uso de inibidores de corrosão, eletrodeposição, uso de revestimentos metálicos, revestimentos orgânicos, revestimentos cerâmicos e revestimentos não metálicos, sendo que para o último destaca-se o processo de anodização, que nos últimos anos tem sido amplamente usado para proteção contra a corrosão do alumínio e de suas ligas.

As propriedades de resistência à corrosão em metais que apresentam camada de passivação, como no caso do alumínio, devem-se primordialmente a uma formação natural de uma camada de óxido com espessura nanométrica que isola o metal do meio. (ASM HANDBOOK, 1987; KAWAI, 2002; ARAUJO *et al.*, 2020; *apud* ARAUJO *et al.*, 2021).

Segundo abordado por JOUTSENVAARA e VIERELÄ (2013), baseado em experiências de equipamentos de transporte na indústria agrícola, a utilização do alumínio não é isenta de problemas, sendo muitos destes ligados a processos corrosivos, bem como manchas que conseguiram ser resolvidas por meio da aplicação de revestimentos extras. Todavia, isto pode encarecer o custo do equipamento, além de diminuir a vida útil do mesmo. Então, é perceptível a importância de se entender melhor as características microestruturais e os processos corrosivos que ocorrem nas ligas utilizadas neste setor, com o intuito de promover uma melhoria no equipamento agrícola relacionado.

Aliado ao que foi descrito anteriormente, o presente trabalho objetiva estudar a caracterização microestrutural de ligas de alumínio de séries 5XXX e 6XXX, comumente utilizadas no setor agrícola. O trabalho faz parte de um projeto maior intitulado "Anodização e pós-tratamentos ecológicos para proteção de ligas de alumínio", financiado pelo CNPq, que envolve outras instituições como a USP e o IPEN, onde serão estudadas as ligas de alumínio que são objeto deste estudo. Um dos objetivos do projeto foi avaliar o efeito da microestrutura das ligas na sua resistência à corrosão em determinados meios. Assim, o presente trabalho cumpriu uma das etapas do projeto de pesquisa proposto.

## **2. OBJETIVO**

### **2.1 Objetivo Geral**

O presente trabalho tem como objetivo geral caracterizar microestruturalmente as ligas de alumínio AA5052-H32 e AA6082-T6.

### **2.2 Objetivo Específico**

Em termos específicos, o presente trabalho tem como objetivo específico identificar os precipitados/inclusões presentes nas ligas, comparando-as em termos da distribuição, tamanho, e área dos precipitados de maneira a auxiliar a investigação à corrosão dessas ligas.

### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Alumínio e suas Ligas

Segundo ABAL (2022b), as características físico-químicas do alumínio conferem ao mesmo uma extrema versatilidade nos ramos da engenharia, como a agrícola, da arquitetura e da indústria em geral. Além das propriedades físicas especificadas na Tabela 1, é importante também citar outras propriedades interessantes como: antimagnetismo, conferindo ao material utilizações como proteção em equipamentos eletrônicos, além de não produzir faíscas, importante para garantir sua utilização na estocagem de substâncias inflamáveis ou explosivas.

O alumínio é um importante elemento de barreira à luz e impermeável à ação da umidade e do oxigênio (mercado de embalagens). Possui ainda as características de ser altamente reciclável e de possuir uma elevada resistência à corrosão (ABAL, 2022b). MORETO (2012) complementa ainda outras vantagens como a ausência de toxicidade e boa condutibilidade elétrica, que com uma combinação de propriedades, consegue explicar ainda mais esta enorme variedade de aplicações das ligas de alumínio na atualidade.

**Tabela 1** – Propriedades físicas típicas do alumínio

Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	2.70
Temperatura de fusão (°C)	660
Módulo de elasticidade (MPa)	70000
Coefficiente de dilatação térmica (L/°C)	23 x 10 <sup>-6</sup>
Condutibilidade térmica a 25°C (Cal/cm/°C)	0,53
Condutibilidade elétrica (%IACS)	61
Refletividade (%)	>80

Fonte: Adaptado de ABAL (2022b).

Apesar das ótimas características que este material possui, uma das principais limitações de sua utilização quando puro é a sua baixa resistência mecânica (90MPa), que torna a sua utilização inviável para estruturas de qualquer tipo. De acordo com DAVIS (1993; *apud* ABREU, 2016; BUGARIN, 2017; MORETO, 2012), a solução

encontrada para tal foi o desenvolvimento das ligas, empregando mecanismos de endurecimento através da adição de um ou mais elementos químicos à sua composição. A elaboração das ligas visa exatamente aumentar ou otimizar suas propriedades mecânicas, porém com a vantagem de não aumentar a sua densidade.

Conforme ASSIS (2017), as ligas de alumínio são classificadas conforme registro da *The Aluminum Association (AA)* (2018), onde são utilizados os principais elementos de liga e o processo empregado para obtenção do produto semiacabado como parâmetros, podendo ser classificadas como:

- *Cast Alloys*: Ligas destinadas à fabricação de componentes fundidos;
- *Wrought Alloys*: ligas destinadas à fabricação de produtos acabados.

DAVIS (1993; *apud* BUGARIN, 2017) complementa que existem duas formas de se conseguir obter um aumento na resistência mecânica da liga, para essas últimas (*Wrought alloys*) também denominadas de ligas trabalháveis, sendo elas: por deformação à frio (encruamento) ou por tratamento térmico.

No Brasil, a norma ABNT NBR ISO 209 especifica as designações que indicam a composição química do alumínio e de suas ligas, que são expressas em porcentagem, abrangendo sistemas de classificação das ligas trabalháveis mecanicamente e para fundição (ABNT, 2010; ASSIS, 2017).

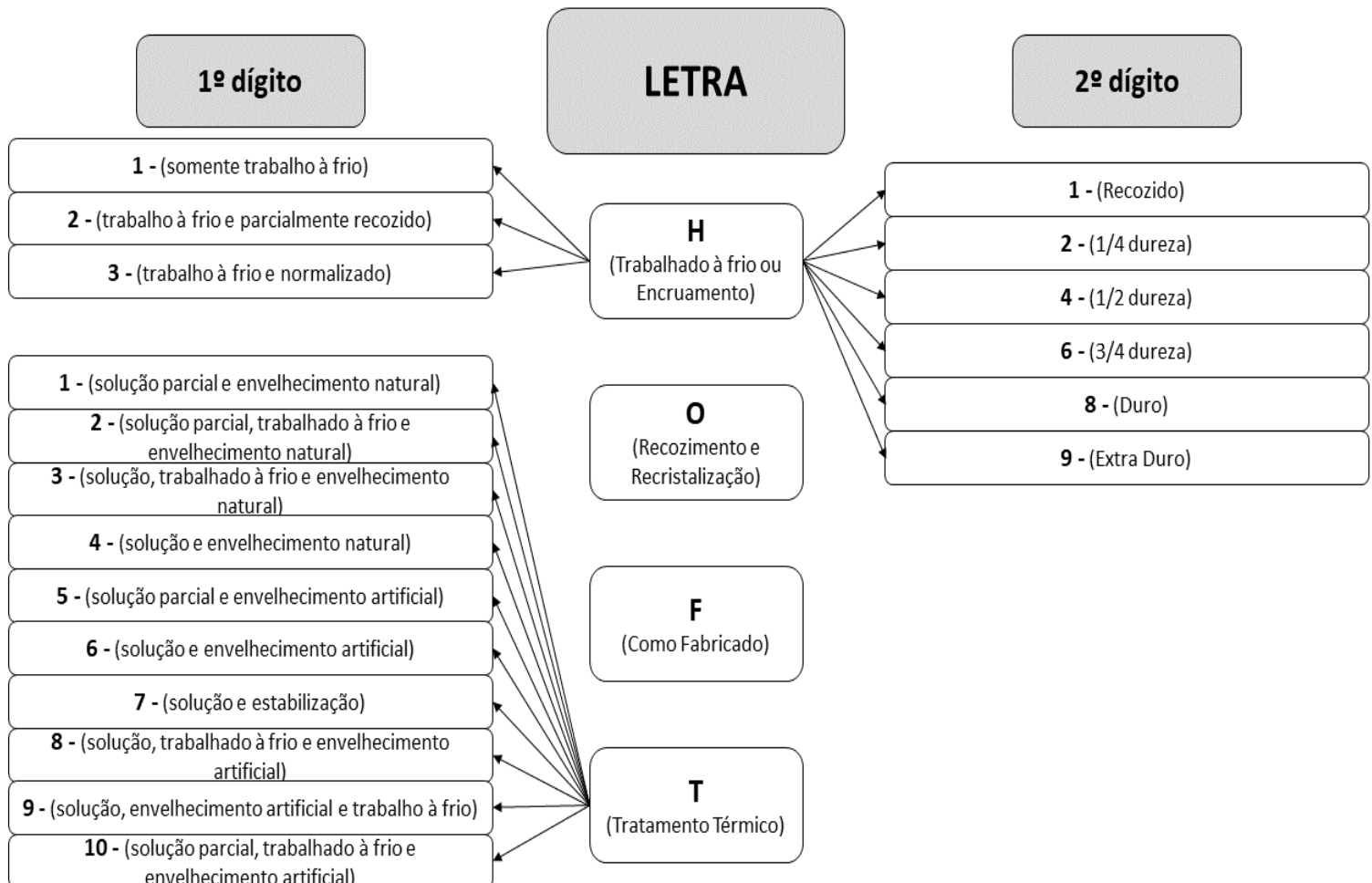
Para contextualização, as ligas de alumínio trabalháveis mecanicamente (*Wrought alloys*) possuem diferentes aplicações e características em diversas áreas industriais, as quais LIMA (2002; *apud* CARDOSO, 2021) as define de uma maneira simplificada a seguir, utilizando-se de uma série numérica composta por 4 dígitos segundo as normas da *The Aluminum Association* (2018):

- Série 1XXX (Al puro não ligado - mínimo 99% Al): Possui excelente resistência à corrosão, elevada condutividade térmica e elétrica, elevada ductilidade e baixa resistência mecânica. Utilizada em estruturas de tanques, tubulações industriais petroquímicas e condutores de eletricidade.

- Série 2XXX (Al-Cu): Possui boa usinabilidade, baixa soldabilidade e baixa resistência à corrosão comparada às demais ligas. Utilizada geralmente em estruturas aeroespaciais (fuselagem e componentes estruturais).
- Série 3XXX (Al-Mn): Possui moderada resistência mecânica, quando submetida à deformação mecânica sem prejuízo da resistência à corrosão. Utilizada como utensílios domésticos, trocadores de calor, placas de trânsito e latas de bebidas.
- Série 4XXX (Al-Si): Apresenta baixa temperatura de fusão, excelente fluidez e não apresenta problemas de formação de trincas. Utilizada principalmente como metal de adição em processos de soldagem por fusão (arames, varetas, eletrodos).
- Série 5XXX (Al-Mg): Possui boa soldabilidade e excelente resistência à corrosão (principalmente em atmosfera salina). Utilizada em navios, embarcações, tanques criogênicos, latas de bebidas e estruturas de automóveis.
- Série 6XXX (Al-Si-Mg): Possui elevada resistência à corrosão, boa soldabilidade e satisfatória usinabilidade. O silicato de magnésio, formado da combinação de magnésio e silício, confere boas características para o tratamento térmico. Utilizada para fins arquitetônicos, quadros de bicicletas e estruturas soldadas.
- Série 7XXX (Al-Zn): Possui propriedades de resistência à corrosão e soldabilidade baixas. Utilizada em aplicações estruturais na indústria aeronáutica que necessitam de elevados requisitos de resistência mecânica. Esta liga possui a maior resistência mecânica entre todas as ligas de alumínio.
- Série 8XXX (Al ligado a elementos como Sn, Li; geralmente possui uma composição mista): No geral, apesar de envolver um vasto número de composições químicas, esta liga possui ótima conformabilidade e boa resistência mecânica. Desenvolvida normalmente para uso espacial e de criogenia, em produtos laminados, como chapas, lâminas e folhas ultrafinas.

As ligas das séries 2XXX, 6XXX e 7XXX podem sofrer tratamentos térmicos, enquanto as ligas 1XXX, 3XXX, 4XXX e 5XXX são classificadas como não trabalháveis termicamente, podendo ser obtidas por diferentes graus de encruamento ou por deformação à frio (ASSIS, 2017; BUGARIN, 2017; CARDOSO, 2021; MARCO, 2014; SCARABOTTO, 2018).

Os tratamentos térmicos quando aplicados às ligas de alumínio, segundo ABAL (2007; *apud* ASSIS, 2017), visam melhorar a microestrutura ou também controlar algumas características metalúrgicas, como propriedades mecânicas, tamanhos de grãos, entre outras. A Figura 1 apresenta a nomenclatura utilizada para descrever os tratamentos térmicos e mecânicos que são aplicados às ligas de alumínio.



**Figura 1** – Representação esquemática da nomenclatura utilizada para descrever os tratamentos térmicos e mecânicos aplicados às ligas de alumínio.

Fonte: Adaptado de ABREU (2016) e ASSIS (2017).

Segundo CAPELARI (2006) e DAVIS (1990), a designação das têmperas, que possuem como significado ser uma sequência de tratamentos térmicos ou mecânicos ao qual ligas de alumínio são submetidas, é realizada por meio da combinação das letras e números, mostradas na Figura 1. A classificação das têmperas utilizadas nas ligas deste estudo são:

- H: Têmpera aplicada para ligas que possam passar por trabalho mecânico de encruamento ou deformação à frio. Confere aumento da resistência mecânica por meio do tratamento de encruamento ou por deformação à frio, podendo ou não apresentar tratamento térmico posterior. Na nomenclatura, o “H” é precedido de um ou dois números que representam se houve ou não a realização de um alívio de tensões e qual seria a proporção de redução sofrida.
- T: Têmpera aplicada para ligas que possam passar por tratamentos térmicos, visando o aumento da resistência mecânica do material. Com relação aos processos de tratamentos térmicos aplicados, as ligas de alumínio se estabilizam em um período de poucas semanas após realização de solubilização. Caso o processo ocorra em temperatura ambiente, o processo é denominado de envelhecimento natural. Caso o material seja submetido à certa temperatura que não seja a ambiente, o processo é denominado de envelhecimento artificial. Na nomenclatura, o “T” é precedido de um ou dois números que representam o tipo de tratamento termomecânico realizado.

Pela análise da Figura 1, consegue-se inferir que, para as ligas deste estudo, a liga de série 5XXX passou por um processo de tratamento ou deformação à frio e normalizado, apresentando  $\frac{1}{4}$  de dureza. Já a liga de série 6XXX, passou por um processo de tratamento térmico com solução e envelhecimento artificial. Entender inicialmente tais processos pode vir a ser de grande valia para analisar, posteriormente, a possível influência destes tratamentos sobre as ligas estudadas.

Além disto, GONÇALVES (2012) explica que a adição de elementos químicos a tais ligas influencia diretamente nas propriedades mecânicas do material, porém,



também ressalta que existe a dificuldade de se demonstrar a influência de cada elemento químico adicionado separadamente, pois a interação deles pode causar diferentes modificações no material base.

Para as ligas do estudo, GONÇALVES (2012) relata que:

- Magnésio (Mg) – Ligas 5XXX: Possui uma solubilidade sólida máxima de 17,4% no alumínio, mas o teor nas ligas conformadas atuais não é próximo de exceder tal limite. O magnésio precipita preferencialmente nos contornos de grão como uma fase altamente anódica ( $Mg_5Al_3$  ou  $Mg_5Al_8$ ), podendo ser suscetível à fratura intergranular e corrosão sob tensão. A adição de magnésio aumenta a resistência mecânica do alumínio sem diminuir a ductilidade. Possui resistência à corrosão e soldabilidade boas.
- Magnésio-Silício (Mg-Si) – Ligas 6XXX: Sua composição geralmente contém até 1,5% em massa de magnésio e silício aproximadamente na proporção 1.73:1, respectivamente, necessária para formar  $Mg_2Si$ . A máxima solubilidade do  $Mg_2Si$  é de 1,85%, e ela diminui com a temperatura. Geralmente precipitações no envelhecimento ocorrem pela formação de zonas de *Guinier* e *Preston* (conjunto de átomos que se aglomeram em uma região determinada e são coerentes com a matriz alumínio) e a precipitação é muito fina. A interação de tais elementos confere um aumento na resistência dessas ligas.

As ligas industriais da série 5XXX raramente contêm mais do que 5% de Mg, pois além deste limite a estabilidade destas ligas decresce, particularmente sob influência da temperatura. Possuem como propriedades de destaque: excelente soldabilidade, alta resistência à corrosão, mesmo nas regiões soldadas e boa conformabilidade a frio (SCARABOTTO, 2018). MARCO (2014) complementa que em sua maioria, as ligas desta série apresentam de média a alta resistência mecânica, além de serem comumente empregadas em diversas aplicações, como em navios, embarcações, latas e até estruturas automotivas.

Já as ligas industriais da série 6XXX, como citado por GONÇALVES (2012), possuem silício e magnésio nas proporções necessárias para a formação de  $Mg_2Si$ , que são precipitados coerentes com a matriz alumínio e tendem a se precipitar no interior da estrutura cristalina, assim tornando-as tratáveis termicamente. Apesar de não serem tão resistentes quanto as ligas de alumínio das séries 2XXX e 7XXX (setor aeronáutico), tais ligas possuem boa conformabilidade, soldabilidade, usinabilidade, resistência à corrosão, além de possuir uma média resistência mecânica.

A Tabela 2, adaptada de ASTM (2021), referencia os limites de composição química de algumas ligas de alumínio das séries 5XXX e 6XXX (objeto de estudo deste trabalho). Tais limites informados são dados em percentual em massa. A especificação padrão da ASTM B209/B209M informa que as análises das ligas estudadas devem ser realizadas para os elementos para os quais os limites são mostrados na Tabela 2. Para fins de determinação de conformidade, um valor observado ou um valor calculado obtido da análise deve ser arredondado para a unidade mais próxima no último lugar à direita dos algarismos usados para expressar o limite especificado, conforme método de arredondamento da própria especificação.

**Tabela 2** – Limites de composição química (% em massa)

Liga	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Outros elementos
5005	0.30	0.70	0.20	0.20	0.50-1.10	0.10	0.25	-	0.15
5010	0.40	0.70	0.25	0.10-0.30	0.20-0.60	0.15	0.30	0.10	0.15
5050	0.40	0.70	0.20	0.10	1.10-1.80	0.10	0.25	-	0.15
5052	0.25	0.40	0.10	0.10	2.20-2.80	0.15-0.35	0.10	-	0.15
5154	0.25	0.40	0.10	0.10	3.10-3.90	0.15-0.35	0.20	0.20	0.15
6006	0.20-0.60	0.35	0.15-0.30	0.05-0.20	0.45-0.90	0.10	0.10	0.10	0.15
6013	0.60-1.00	0.50	0.60-1.10	0.20-0.80	0.80-1.20	0.10	0.25	0.10	0.15
6061	0.40-0.80	0.70	0.15-0.40	0.15	0.80-1.20	0.04-0.35	0.25	0.15	0.15
6082	0.70-1.30	0.50	0.10	0.40-1.00	0.60-1.20	0.25	0.20	0.10	0.15
6091	0.40-0.80	0.70	0.15-0.40	0.15	0.80-1.20	0.15	0.25	0.15	0.15

Fonte: Adaptado de ASTM (2021).

Em adição ao exposto acima, entender e definir os termos que se referem a microestrutura da liga analisada é interessante para adotar tais conceitos nos estudos

de caracterização microestrutural com o intuito de melhor definir e entender as propriedades e o comportamento das ligas de alumínio estudadas. Abaixo estão descritas as principais diferenças entre precipitados, partículas intermetálicas, inclusões e dendritas, segundo CALLISTER e RETHWISCH (2016) termos estes que serão mencionados nas próximas seções deste trabalho.

1. **Precipitados:** São pequenos particulados sólidos que se formam na microestrutura da liga durante processos de tratamento. Tais precipitados podem melhorar suas propriedades mecânicas e também afetar sua resistência à corrosão. Geralmente, para as ligas de alumínio os precipitados são estruturas microscópicas, com tamanhos que variam de nanômetros (nm) a alguns micrômetros ( $\mu\text{m}$ ). Eles podem ter formatos diversos, como esferoides, placas ou agulhas, dependendo das condições de processamento e da composição da liga. Os precipitados são dispersos na matriz da liga e podem ser observados apenas com o auxílio de ensaios de microscopia de alta resolução.
2. **Partículas intermetálicas:** São compostos formados quando dois ou mais elementos químicos se combinam em uma liga metálica. Tais partículas podem ter uma estrutura cristalina diferente da matriz da liga e podem influenciar suas propriedades mecânicas, térmicas e elétricas. Nas ligas de alumínio, as partículas intermetálicas são geralmente maiores do que os precipitados, com tamanhos que variam de algumas dezenas a centenas de micrômetros ( $\mu\text{m}$ ). Sua morfologia será definida dependendo dos elementos presentes na liga e das condições de processamento. As partículas intermetálicas geralmente podem ser observadas nos ensaios de microscopia óptica ou microscopia eletrônica de varredura.
3. **Inclusões:** São partículas que não fazem parte da composição da liga de alumínio estudada. Geralmente, são definidas como partículas estranhas, tais como óxidos, sulfetos ou outros, que podem estar presentes na liga de alumínio. Tais inclusões podem ser introduzidas durante o processo de fabricação ou se formar durante processos de tratamento da liga. Geralmente afetam negativamente as propriedades mecânicas e a qualidade superficial da liga. Podem variar muito em tamanho e morfologia, desde pequenas partículas

microscópicas ( $\mu\text{m}$ ) até inclusões visíveis a olho nu, além de poder ter formatos irregulares e geralmente distinguíveis da matriz da liga devido a diferenças na composição química e na textura. Podem ser identificadas através de ensaios de microscopia e análise química.

4. Dendritas: As dendritas são estruturas ramificadas que se formam durante os processos de tratamentos de superfícies, tanto térmicos quanto mecânicos, que são aplicados as ligas. São compostas principalmente pela matriz da liga e podendo conter diferentes tipos de precipitados e partículas intermetálicas. As dendritas podem afetar a microestrutura e as propriedades mecânicas da liga, dependendo de como são formadas e distribuídas. Podem variar em tamanho, desde algumas dezenas de micrômetros ( $\mu\text{m}$ ) até vários milímetros (mm), dependendo das condições de solidificação e da composição da liga. Tais dendritas podem ser observadas através de ensaios metalográficos, que envolvam as etapas de polimento e ataque químico, podendo ser analisadas com os ensaios de microscopia óptica ou microscopia eletrônica de varredura.

Por fim, relacionando a utilização das ligas de alumínio na indústria agrícola (tema de estudo deste trabalho), JOUTSENVAARA & VIERELÄ (2013) citam que apesar da utilização do alumínio não ser isenta de problemas, sendo muitos destes ligados a processos corrosivos que reduzem a vida útil do maquinário, quando relacionamos aos equipamentos de transporte na indústria agrícola, existem bons motivos para continuar estudando melhores maneiras de se otimizar a utilização das ligas de alumínio neste setor. Por exemplo, atualmente, barras de pulverização com largura extrema que, normalmente atingem até 50 metros e são dobráveis para facilitar o transporte para o local, exigem estruturas de ligas de alumínio complexas que necessitam do melhor do material disponível para otimizar processos agrícolas e evitar perdas.

GUPTA *et al.* (2012) complementam que apesar do grande potencial, as possibilidades de se utilizar ligas de alumínio ainda não foram bastante exploradas na agricultura, onde diversos componentes dos maquinários, como rolos canelados, são convencionalmente fabricados com ligas comerciais comuns com composição e características não apropriadas para este setor. Além disso, é importante ressaltar os processos corrosivos e abrasivos que acontecem com maior frequência nestes

componentes agrícolas dos equipamentos. Visto isso, entender as propriedades do material, as características microestruturais e os processos corrosivos que possam ocorrer nestes maquinários, são de suma importância para promover uma melhoria no equipamento agrícola relacionado.

### 3.2 Corrosão em Alumínio

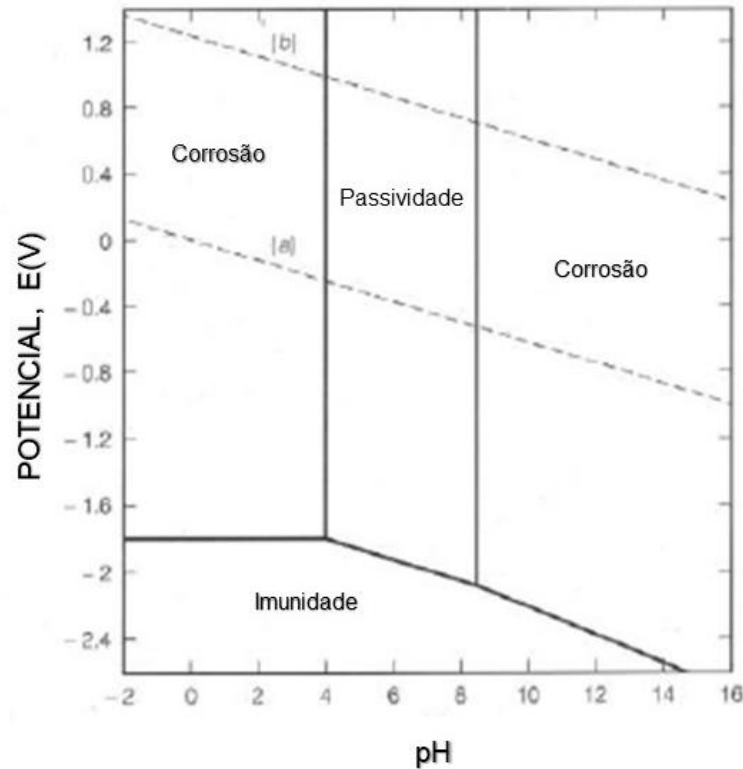
A corrosão é um conceito bastante conhecido atualmente e o seu entendimento traz uma ampla gama de possibilidades na literatura, como pesquisas, trabalhos, artigos e teses sobre como conseguir minimizar ou maximizar (dependendo da finalidade) os seus efeitos. Apesar do material de estudo para tal ser bastante vasto, diversos pesquisadores ainda trabalham para tentar otimizar a utilização de novos materiais e, conseqüentemente, a melhoria de processos industriais. Segundo CALLISTER e RETHWISCH (2016), o grande obstáculo da corrosão em ligas metálicas é de representar proporções significativas economicamente falando. Citam também que é estimado que cerca de 5% das receitas de um país industrializado são gastas na prevenção, manutenção ou substituição de peças ou máquinas.

Tal fenômeno pode ser definido como sendo uma deterioração de materiais pela ação química ou eletroquímica do meio estudado, podendo ou não ser associada a esforços mecânicos. SCARABOTTO (2018) ainda complementa que a corrosão produz alterações prejudiciais e indesejáveis nos elementos estruturais, gerando assim um produto diferente do material original, e muitas vezes, a liga acaba perdendo qualidades essenciais, como resistência mecânica, elasticidade, ductilidade e estética.

Em um contexto geral, o processo de corrosão pode ser considerado como espontâneo e, ao passar do tempo, vai degradando cada vez mais os materiais metálicos. Visto isso, este processo pode alterar propriedades como a durabilidade e o desempenho dos mesmos que, assim, deixam de contribuir para o seu destino final, o que pode remeter a problemas bastante significativos para vários setores industriais (JÚNIOR, 2010).

Na Figura 2 é mostrado o diagrama de *Pourbaix* em que são apresentadas as regiões onde ocorrem a passividade, a imunidade e a corrosão do alumínio puro. O diagrama de *Pourbaix* representa graficamente os equilíbrios das espécies estudadas

quando reagem com um meio aquoso ( $H_2O$ ) em função do pH e do potencial de eletrodo (BARDAL, 1933; *apud* ASSIS, 2017).



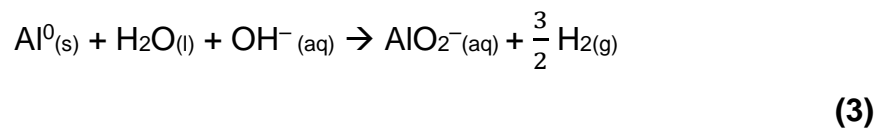
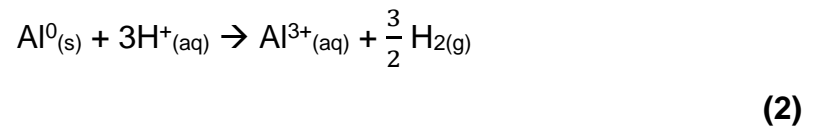
**Figura 2** – Diagrama de *Pourbaix* do Alumínio, potencial (V, EPH) versus pH à 25°C, com o domínio termodinâmico de estabilidade da água apresentado pelas linhas pontilhadas. Fonte: Adaptado de BARDAL (1933; *apud* ASSIS, 2017).

VARGEL (1999; *apud* ABREU, 2016) relata que o alumínio possui uma forte tendência a retornar a seu estado natural em virtude de sua alta instabilidade termodinâmica, e isso representa uma ótima capacidade de se oxidar. SCARABOTTO (2018) cita que pode ser observado que a região de passividade do alumínio puro em meios aquosos ocorre em um intervalo de pH que varia entre 4,0 e 8,5. Essa região corresponde à estabilidade da alumina ( $Al_2O_3$ ), que protege o metal contra corrosão. Nas regiões onde o pH está abaixo de 4,0 ou acima de 8,5, a camada de óxido perde o caráter protetor, em virtude da alta solubilidade do óxido em meios ácidos ou básicos, que expõe o metal base (alumínio) e o induz à oxidação. O alumínio é um metal anfótero, que sofre corrosão em meio ácido e meio básico (SOUZA *et al.*, 2016).

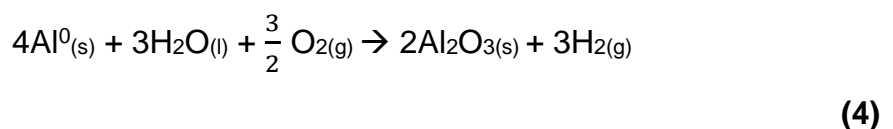
RAMANATHAN (1997; *apud* BUGARIN, 2017) cita que a reação anódica principal na corrosão do alumínio e de suas ligas corresponde à dissolução do metal, que pode ser observada em Eq. 1.



Na presença dos íons  $\text{H}^+$  e  $\text{OH}^-$  (meio aquoso), a oxidação irá ocorrer de acordo com as reações Eq. 2 (usualmente para meios com  $\text{pH} < 4$ ) e Eq. 3 (usualmente para meios com  $\text{pH} > 8,5$ ), explicitadas abaixo:



Conforme mencionado por POURBAIX (1963; *apud* BUGARIN, 2017; SCARABOTTO, 2018) e podendo ser percebível pela análise da Figura 2, a região de passividade do alumínio puro se situa em um intervalo entre os valores de pH de 4,0 e 8,5, e a mesma, vide ASSIS (2017), é determinada pela estabilidade do óxido ou hidróxido formado (Eq. 4), que dificulta a ocorrência das demais reações citadas (ver Equações 1, 2 e 3). Sendo assim, na ausência de espécies agressivas, o alumínio consegue resistir de modo adequado a corrosão.



ASSIS (2017) comenta também que o potencial de equilíbrio do metal, quando não está na sua forma de íon,  $\text{Al}^0$ , corresponde a valores de potenciais extremamente negativos ( $E^0 = -1,662\text{V/EPH}$ ), sendo assim, muito difícil de ser atingida em solução

aquosa. Visto isso, pode-se inferir que a utilização industrial do alumínio é bastante dependente da estabilidade da camada de óxido e de sua proteção por diferentes metodologias. Todavia, pode-se ressaltar que mesmo no domínio de passivação (região de pH entre 4,0 e 8,5), a autorregeneração da camada passiva sobre o alumínio pode não ocorrer, dependendo do meio no qual o material está inserido. FAVRE & LANDOLT (1993; *apud* ABREU, 2016) e FRANKEL (1998; *apud* ABREU, 2016) relatam que tal ação pode desencadear corrosão localizada no metal em questão, que pode ocorrer pelas heterogeneidades nas microestruturas das ligas de alumínio.

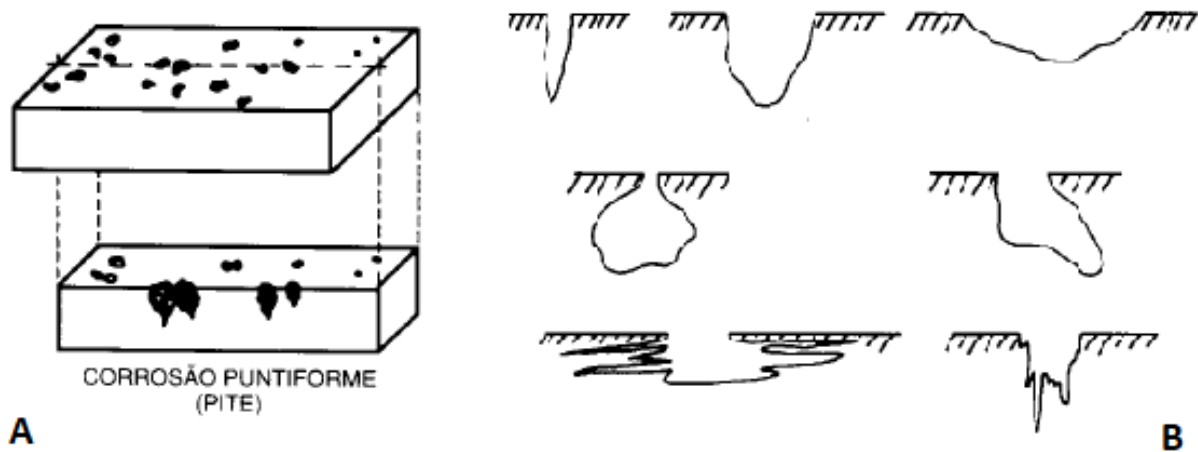
Segundo VIVEIROS (2020), as ligas de alumínio apresentam uma certa tendência a sofrer processos de corrosão localizada quando estão em contato com solução de íons agressivos. Isso por conta da formação de precipitados que possuem uma diferença considerável de potencial (mais nobres ou menos nobres) em relação à matriz, ocasionando a remoção seletiva de parte do material (RAMANATHAN, 1997; *apud* BUGARIN, 2017).

Na literatura atual, é possível encontrar uma grande variedade de material disponível para entender a respeito das diversas formas de corrosão localizada existentes. A seguir, serão descritos os três tipos mais comuns observados nas ligas de alumínio 5XXX e 6XXX, sendo eles os processos corrosivos de corrosão por pites, corrosão intergranular e corrosão galvânica.

### 3.2.1 Corrosão por Pites

A corrosão por pites é um tipo de corrosão localizada que ocorre em superfícies de materiais passivos. Pites são cavidades que apresentam o fundo em forma angulosa e profundidade geralmente maior do que seu diâmetro (GENTIL, 1996). WIPF (1994; *apud* VIVEIROS, 2020) e FRANKEL (1998; *apud* VIVEIROS, 2020) citam que tal corrosão ocorre pela remoção localizada da película de óxido da superfície metálica (alumina,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , para o caso do alumínio), em contato com íons agressivos. Em virtude de a superfície metálica de óxido ser heterogênea, ela pode apresentar inclusões, partículas ou danos mecânicos, resultando assim em diferentes valores de potenciais. A Figura 3 representa um esquema de como tal corrosão pode ser visualizada e as várias formas de pites que podem ser gerados.





**Figura 3** – Representação esquemática da corrosão por pites (A) e as diversas formas de pites que podem ser gerados (B).  
Fonte: Adaptado de GENTIL (1996).

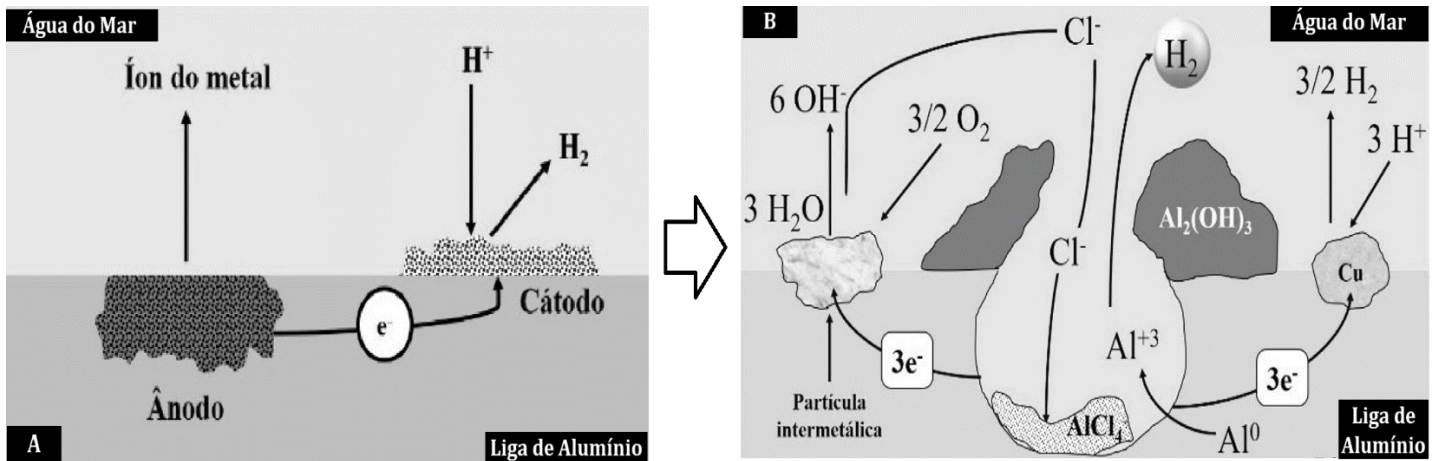
PANOSSIAN (1993; *apud* SCARABOTTO, 2018) retrata que algumas condições podem ser determinantes para que aconteça esse tipo de corrosão, sendo elas:

- contaminação concomitante da atmosfera com dióxido de enxofre ( $\text{SO}_2$ ) e material particulado;
- contaminação da atmosfera com cloreto de sódio ( $\text{NaCl}$ );
- presença em algumas ligas (com determinados tratamentos) de partículas de segunda fase e/ou precipitados catódicos ou anódicos em relação ao material base.

DAVIS (1999; *apud* ABREU, 2016) complementa que este tipo de corrosão, quando ocorrida em ligas de alumínio que contenham partículas intermetálicas com potenciais catódicos ou anódicos em relação à matriz, geralmente se inicia em volta das partículas intermetálicas presentes na superfície do material, o que ocasiona nas diferenças de potencial encontradas nessa região.

Os pites podem se iniciar pela dissolução do metal base no entorno de uma partícula intermetálica ou por uma dissolução completa de uma partícula intermetálica com caráter anódico em relação ao alumínio. GEMELLI (2001) e RAMANATHAN (1997; *apud* BUGARIN, 2017) citam que este é o ataque mais comum em ligas de

alumínio, com caráter prejudicial ao desempenho dos componentes metálicos. Isso porque podem ser pontos para o começo de trincas, diminuindo assim a resistência total, ou até mesmo penetrar a superfície metálica completamente e ocasionar fuga de gases ou líquidos contidos.



**Figura 4** – Representação esquemática de uma célula eletroquímica de ação local (A) e o processo de corrosão por pites em ligas de alumínio (B).

Fonte: Adaptado de DAVIS (1999; *apud* ARAUJO *et al.*, 2022).

A Figura 4 apresenta um esquema de uma célula eletroquímica de ação local, além de representar como ocorre o processo de corrosão por pites nas ligas de alumínio em contato com água do mar. RAMANATHAN (1997, *apud* ARAUJO *et al.*, 2022) aborda também que o desenvolvimento de células eletroquímicas locais (ocasionadas pela diferença de potencial na região) favorece para esse tipo de corrosão se propagar. Tal mecanismo de corrosão pode ser observado nas ligas de alumínio, em virtude da presença de segundas fases nestes materiais.

Acredita-se que a propagação dos pites envolva a dissolução do metal e a manutenção de um alto grau de acidez no fundo do pite pela hidrólise dos íons metálicos dissolvidos. Além disso, o aumento da concentração de íons metálicos da matriz dentro do pite resulta na migração de íons cloreto ( $Cl^-$ ) para manter a neutralidade do meio, vide Figura 4. Assim, o cloreto de metal formado, é hidrolisado pela água em hidróxido e ácido livre. Por fim, a geração deste ácido livre reduz os valores de pH no fundo do pite (pH aproximadamente 1,5 a 1,0, nesta região), enquanto o pH do meio permanece neutro (ASM Handbook, 1987).

Geralmente a resistência à formação de pites está relacionada ao alto grau de pureza da liga (maiores percentuais de alumínio) e aos baixos teores de cobre e ferro de seu material. FERRARI (2011) cita em seu trabalho que existem diversos estudos na literatura abordando os íons sulfato e cloreto como os mais importantes para tal corrosão, em virtude de provocarem forte desestabilização da camada passiva, levando à corrosão localizada.

Para alguns processos corrosivos, como no caso das ligas de alumínio, pode existir uma dificuldade em se determinar a formação das cavidades (pites). GENTIL (1996) aconselha que o principal objetivo para um maior entendimento do processo corrosivo é a caracterização das dimensões dos pites. Para tal, geralmente considera-se o diâmetro e a profundidade dos mesmos, além do número de pites por unidade de área. PEREIRA (2010) complementa que o tamanho e forma dos pites depende da estrutura cristalina do metal analisado, de sua composição química, do ambiente (meio corrosivo) e suas respectivas condições de concentração.

Conforme dito anteriormente, a corrosão por pites é caracterizada por um ataque localizado na superfície de metais que se apresentam passivados (como as ligas de alumínio). WOLYNEC (2003) aborda que tal corrosão somente ocorre em um meio corrosivo onde há presença de potenciais de eletrodo iguais ou superiores ao potencial de pite,  $E_P$ . O estudo de tal potencial vem se tornando um parâmetro de grande valia para poder investigar o mecanismo de corrosão localizada por pites, além de ser uma boa ferramenta para avaliar a resistência de uma liga a esta forma de corrosão.

Para detectar este tipo de corrosão localizada, técnicas como a inspeção visual e a perda de massa são pouco apropriadas para uma efetiva análise, muito por conta da existência de pites que crescem, preferencialmente, em profundidade e não aparentam tomar uma área relevante (PEREIRA, 2010). Atualmente, métodos que priorizam uma análise de imagens como alternativa para avaliar a corrosão por pites, como a perfilometria, estão sendo mais empregados. WOLYNEC (2003) cita que técnicas de polarização eletroquímica, como a técnica potenciodinâmica, são muito utilizadas para avaliação desta corrosão através da análise do potencial de pite.

Para as ligas utilizadas neste estudo, SCARABOTTO (2018) informa que o grupo das ligas Alumínio-Magnésio (série 5XXX) apresenta a menor possibilidade de formação e penetração de pites, em virtude de sua composição quando apresentam

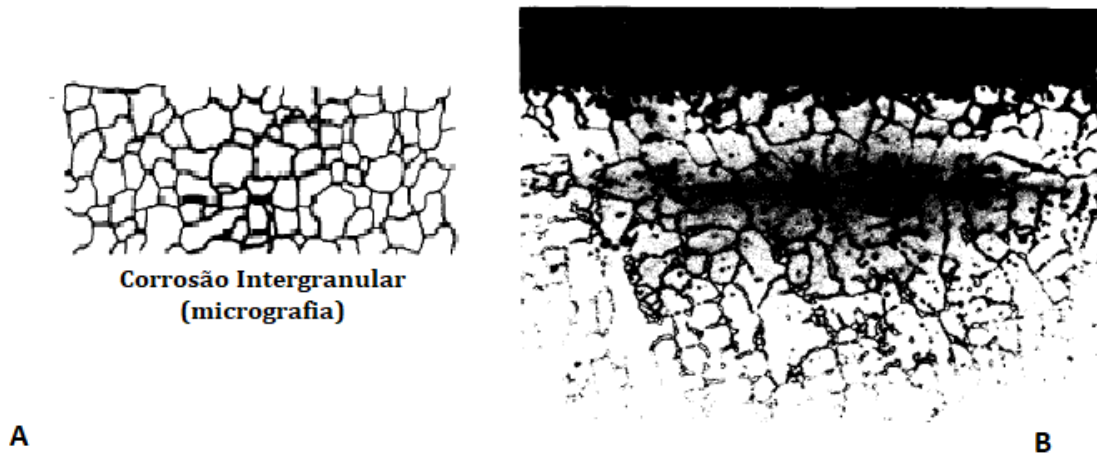
teor de Cu muito baixo, porém quando o teor de Cu atinge 0,15 %, a formação de pites é mais acentuada, especialmente em água do mar. VASCONCELLOS e seus colaboradores (2016) acrescentam que, apesar das ligas 5XXX possuírem essa menor possibilidade de sofrer corrosão por pites, tais ligas podem obter melhores resultados para resistir a este tipo de corrosão quando são revestidas por diferentes tipos de tratamento superficial com um maior ângulo de contato. Eles explicam que tal situação gera maiores valores de potencial de corrosão, menor valor de densidade de corrente e, conseqüentemente, maior resistência à corrosão por pites. Li *et al.* (2015) ainda complementam o resultado de sua pesquisa, onde obtiveram conclusões sobre as formas dos pites para ataques em diversos tempos de imersão em solução ácida, para ligas de série 5XXX. Eles identificaram a relação entre o tempo de contato e a profundidade do pite, onde quanto maior o tempo de ataque na liga Alumínio-Magnésio, maior seria o aumento na profundidade dos pites já existentes, atacando regiões mais internas do material.

Já as ligas Alumínio-Magnésio-Silício (série 6XXX), SCARABOTTO (2018) explica que elas podem apresentar uma maior probabilidade de sofrer a formação de pites e, ao mesmo tempo, uma corrosão intergranular devido aos precipitados  $Mg_2Si$  formados. GONÇALVES (2012) complementa que geralmente tais precipitações ocorrem pela formação de zonas de *Guinier e Preston*, ou seja, um conjunto de átomos que se aglomera em uma região determinada na estrutura cristalina da liga e são coerentes com a matriz alumínio, em virtude da proximidade nos tamanhos dos raios atômicos dos elementos químicos magnésio, alumínio e silício. REBOUL & DELLAVEY (1997; *apud* ABREU, 2016) e VARGEL (1999; *apud* ABREU, 2016) relatam em suas pesquisas que, em água do mar, o precipitado  $Mg_2Si$  ( $E_{corrMg_2Si} = -1190 \text{ mV}_{ECS}$ ) é menos nobre do que o alumínio puro ( $E_{corrAL} = -840 \text{ mV}_{ECS}$ ), o que demonstra a diferença de potencial nessa região e que pode vir a ser o fator chave para desencadear e iniciar a corrosão por pites nestas ligas.

### 3.2.2 Corrosão Intergranular

A corrosão intergranular é um tipo de corrosão localizada que se processa entre os grãos da rede cristalina de um material metálico (GENTIL, 1996). CALLISTER & RETHWISCH (2016) complementam que tal corrosão ocorre preferencialmente ao

longo dos contornos de grão para algumas ligas metálicas e em ambientes específicos. A Figura 5 demonstra uma representação esquemática de tal corrosão e uma imagem microscópica da mesma.



**Figura 5** – Representação esquemática da corrosão intergranular (A) e imagem microscópica de tal corrosão (B).

Fonte: Adaptado de GENTIL (1996).

VERRAN e seus colaboradores (2004) abordam que tal corrosão acontece quando há a existência de um caminho preferencial (região dos contornos de grão) onde, à medida que vai se propagando, os grãos vão sendo destacados. A diferença da composição química nas regiões da matriz (meio do grão) e do material vizinho ao contorno de grão é o principal ponto que atribui uma diferença entre a resistência à corrosão dessas regiões. MACHADO (2019) complementa que a força motriz para que possa ocorrer a corrosão intergranular é a diferença de potencial entre o interior do grão e os seus contornos, onde as fases intermetálicas estão precipitadas.

CAMPESTRINI (2002; *apud* BUGARIN, 2017) relata que existem fatores que podem contribuir para o aumento do ataque intergranular, sendo eles: o acúmulo de impurezas na estrutura do metal ou liga; o enriquecimento ou empobrecimento de um determinado elemento de liga na região do contorno de grão; e a precipitação de fases com diferentes atividades eletroquímicas. RIBEIRO e seus colaboradores (2018) acrescentam que a corrosão intergranular resulta geralmente em um desprendimento dos grãos da matriz. Citam também que algumas ligas de alumínio se tornam propícias a sofrer tal corrosão, quando passam por algum processo de aquecimento como os tratamentos térmicos. Isso pode ser explicado através do mecanismo eletroquímico

da corrosão intergranular, onde alguns elementos da liga se deslocam até o contorno de grão (durante o processo de difusão), formando precipitados intermetálicos, resultando assim no empobrecimento de algum elemento naquela região.

A corrosão intergranular ocorre devido à diferença de potencial eletroquímico entre o contorno e o interior do grão, além também de ser resultado de pequenas diferenças de composição nessas regiões. Sendo assim, processos mecânicos e tratamentos térmicos são relevantes para seu aparecimento, o que é geralmente causado pela precipitação preferencial nos contornos de grãos (RAMANATHAN, 1997; *apud* VIVEIROS, 2020).

Para que possa ocorrer a corrosão intergranular é necessário que ocorram de maneira mútua as três condições a seguir, explicitadas por VARGEL (1999; *apud* ABREU, 2016):

- material em contato com meio corrosivo;
- partículas intermetálicas e solução sólida possuírem uma diferença de potencial de pelo menos da ordem 100 mV;
- partículas metálicas em contínua precipitação.

Para as ligas utilizadas neste estudo, SCARABOTTO (2018) informa que o grupo das ligas Alumínio-Magnésio (série 5XXX) e das ligas Alumínio-Magnésio-Silício (série 6XXX), juntamente com as de séries 2XXX e 7XXX, são as mais propensas a poder apresentar uma corrosão intergranular. As ligas de série 5XXX, que contém quantidades consideráveis de magnésio, tendem a precipitar as fases com Mg principalmente nos contornos de grãos. Já para as ligas de série 6XXX, segundo VIVEIROS (2020), a corrosão intergranular pode ocorrer pela presença de um filme enriquecido com cobre ao longo dos contornos de grãos, além de uma zona adjacente com baixas quantidades de cobre e silício. VERRAN & MORAES (2008) adicionam que este tipo de corrosão em ligas de alumínio com a presença de cobre geralmente acontece por causa dos precipitados de  $\text{CuAl}_2$ , que são mais nobres do que a matriz (alumínio). Tais precipitados agem como cátodos e aceleram, assim, a corrosão da região vizinha ao contorno de grão, que é pobre em cobre dissolvido.

### 3.2.3 Corrosão Galvânica

A corrosão galvânica ocorre quando dois metais ou ligas com composições diferentes são acoplados eletricamente enquanto são expostos a um eletrólito (CALLISTER; RETHWISCH, 2016). O metal mais reativo (ânodo), naquele ambiente específico sofrerá corrosão e o metal menos reativo (cátodo), será protegido contra corrosão. GENTIL (1996) complementa que quando materiais metálicos com diferentes potenciais elétricos estão em contato, a corrosão do ânodo (material com menor potencial elétrico) é muito mais acentuada do que a corrosão isolada desse material sob a ação do mesmo meio corrosivo. Já a do cátodo (material com maior potencial elétrico) é exatamente o oposto, sendo sua corrosão menos acentuada do que a corrosão isolada.

MACHADO (2019) adiciona que tal corrosão acontece em virtude do surgimento da diferença de potencial, quando há um contato entre materiais dissimilares e eles são expostos a um meio corrosivo. Tal diferença produz um fluxo de corrente entre eles, ocasionando o aumento da corrosão do metal mais ativo, conforme expresso anteriormente por GENTIL (1996). Por outro lado, a corrosão no metal mais resistente diminui, comparado com seu comportamento quando isolado.

A corrosão galvânica nas ligas de alumínio pode ser um problema comum e relativamente mais sério, em virtude de o alumínio possuir menor potencial elétrico (menos nobre) do que a grande maioria dos metais mais comuns, exceto zinco, cádmio e magnésio. ABREU (2016) cita em sua pesquisa que a força motriz para iniciar o processo de corrosão localizada na forma de pites, intergranular ou outras são as diferenças entre os potenciais de corrosão das partículas intermetálicas e a matriz das ligas de alumínio. Alguns potenciais de corrosão de partículas intermetálicas/precipitados, que possam ser encontrados nas ligas deste estudo (AA5052-H32 e AA6082-T6), em relação ao alumínio puro podem ser visualizados na Tabela 3.

**Tabela 3** – Potencial de corrosão de partículas intermetálicas em água do mar.

	Partículas Intermetálicas	Potencial de Corrosão ( $E_{CORR}$ em mV <sub>ECS</sub> )
Partículas com caráter catódico (mais nobres)	Si	-170
	Al <sub>2</sub> Cu	-440
	Al <sub>3</sub> Fe	-470
-----	Al (metal base)	-840
Partículas com caráter anódico (menos nobres)	Al <sub>2</sub> CuMg	-910
	Al <sub>3</sub> Mg <sub>2</sub>	-1150
	Mg <sub>2</sub> Si	-1190

Fonte: Adaptado de REBOUL & DELLAVEY (1997; *apud* ABREU, 2016) e VARGEL (1999; *apud* ABREU, 2016).

### 3.3 Caracterização Microestrutural

Um dos diversos motivos para a vasta utilização dos materiais metálicos passa pelo controle e manejo existentes de suas propriedades mecânicas, como por exemplo a resistência mecânica, a dureza e a ductilidade. Atualmente, existem diversas técnicas, como o endurecimento por deformação à frio, o refino no tamanho do grão e o aumento da resistência pela formação de uma solução sólida; nas quais o comportamento mecânico de uma liga metálica, como por exemplo a do alumínio, é influenciado por sua microestrutura. O desenvolvimento da microestrutura em ligas tanto monofásicas quanto bifásicas envolve, normalmente, algum tipo de transformação de fase, que pode envolver uma mudança tanto no número quanto na natureza destas fases (CALLISTER & RETHWISCH, 2016).

PADILHA (2020) complementa que um processo desejável de caracterização microestrutural é composto por determinar a estrutura e a microestrutura cristalina, sua composição química, a quantidade, o tamanho e a forma das fases presentes, os defeitos (quantidade e distribuição) e, por fim, como as fases estão distribuídas. Também cita que características como a orientação preferencial de tais fases e a diferença da orientação entre elas, podem influenciar no comportamento do material estudado.



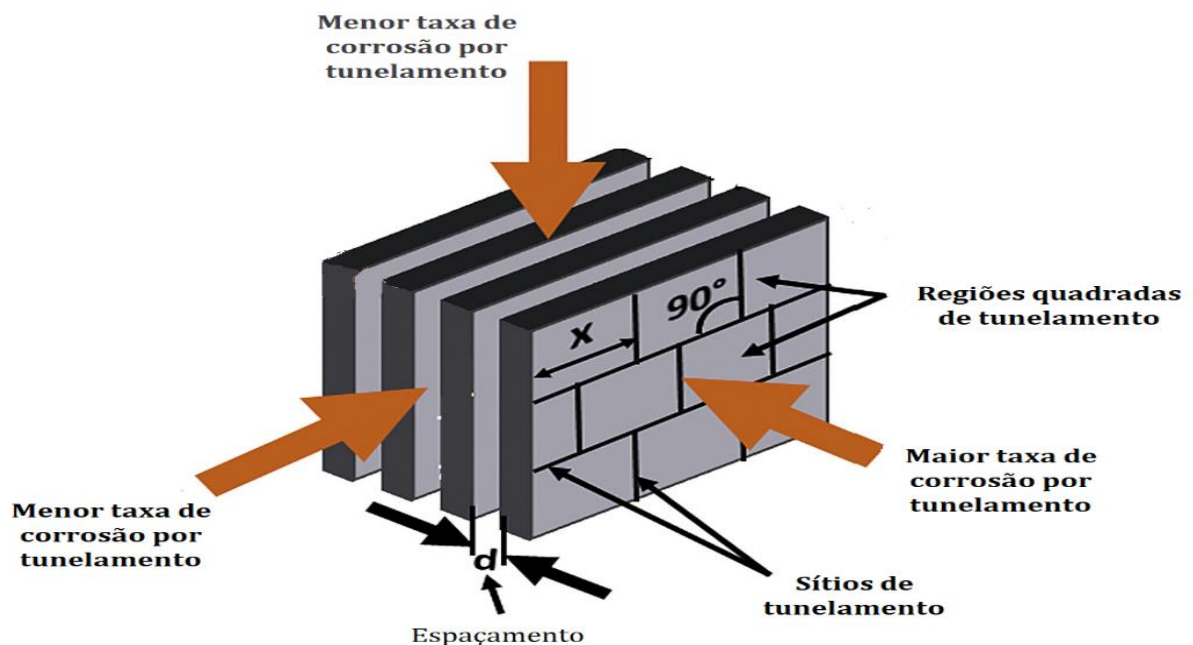
Visto isso, pode ser inferido que a avaliação da microestrutura das ligas de alumínio é de grande valia para um maior entendimento das diferentes resistências mecânica e à corrosão que suas ligas possuem. TOTEN *et al.* (2003; *apud* ALMEIDA, 2015) enfatiza que para aplicações estruturais onde é necessário se obter altas taxas de resistência mecânica, resistência a fadiga e a fratura, além de boa soldabilidade, ligas, como no caso das 5XXX e 6XXX tendem a ser mais utilizadas por causa de suas características microestruturais. Já quando a conformabilidade e o acabamento superficial são características críticas, ligas com baixo teor de magnésio são mais utilizadas em virtude das suas altas taxas de encruamento. ABREU (2016) ainda complementa que a caracterização microestrutural é muito útil para se obter maiores informações sobre os mecanismos de corrosão, em virtude das fases segregadas da solução sólida da matriz, que ocorre geralmente por causa da diferença de potenciais em relação à própria matriz.

Referente às ligas 5XXX e 6XXX (objetos de estudo deste trabalho), BRAUN (2010) estudou a microestrutura e comportamento corrosivo de ligas de alumínio de série 6XXX que passaram por diferentes tratamentos térmicos. Através de ensaios de imersão, conseguiu perceber que algumas ligas (AA6061 por exemplo) apresentaram corrosão por pites e intergranular. Já outras (AA6013 por exemplo), apresentaram apenas a corrosão intergranular e ele percebeu que o tipo de tratamento térmico pode influenciar. Para as ligas que passaram pelo tratamento de envelhecimento artificial, geralmente as ligas tendem a sofrer mais a corrosão intergranular, porém quando a liga passou pelo tratamento de envelhecimento natural, a liga tendeu a sofrer mais a corrosão por pites. Ele complementa que em seu estudo, todas as ligas utilizadas, de série 6XXX, foram resistentes à corrosão sob tensão.

Já na pesquisa de Krawiec *et al.* (2012) foi estudada a corrosão microestrutural em ligas de alumínio de série 5XXX em solução de NaCl. Em suas conclusões, os pesquisadores indicaram que o par galvânico formado entre o precipitado  $Al_3Fe$  e a matriz adjacente foram uma das possíveis causas para ocasionar o início da corrosão por pites e sua propagação, em virtude da diferença de potencial nessa região. Acrescentaram também que as ligas estudadas (AA5052 por exemplo) apresentaram outro tipo de corrosão que denominaram de “ataque estrutural”, onde a mesma ocorre sob potenciais elevados em defeitos (vacâncias e discordâncias) encontrados na rede

cristalina da matriz Al. Por fim, citam que tensões mecânicas são um ponto chave por interferirem no comportamento da liga estudada à corrosão.

DONATUS e seus colaboradores (2017a) apresentaram resultados referentes às ligas AA6082-T6/T7 e AA5083-O submetidas a um ataque metalográfico em solução contendo óxido de cromo III ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ), ácido metafosfórico ( $\text{HPO}_3$ ) e água deionizada sob temperatura e tempo controlados. Em seus estudos, DONATUS e colaboradores (2017a) demonstraram que os grãos das ligas de alumínio que estudaram (5XXX,6XXX e outras) possuem nanocamadas repetidas e ordenadas. Eles citam que tais nanocamadas possuem regiões quadradas de tunelamento que determinam as morfologias de corrosão de tunelamento nessas ligas, conforme Figura 6.



**Figura 6** – Ilustração esquemática mostrando as características típicas nas nanocamadas de um grão de liga de alumínio com dimensão quadrada de tunelamento ( $x$ ) e espaçamento ( $d$ ) entre nanocamadas sucessivas.

Fonte: Adaptado de DONATUS *et al.* (2017a).

Outras informações interessantes são descritas no ASM HANDBOOK (1987) onde é citado que para ligas com baixos teores de magnésio da série 5XXX, como a 5052 (objeto de estudo deste trabalho), as mesmas podem ser consideradas como levemente supersaturadas, indicando que sua resistência ao SCC (*Stress-Corrosion Cracking* ou trincamento de corrosão sob tensão) não é afetada pela exposição a

temperaturas elevadas. Já para ligas 6XXX, em altas tensões e em soluções agressivas, o trincamento foi demonstrado em ligas contendo em sua composição silício em excesso em relação a razão  $Mg_2Si$  e/ou altas porcentagens de cobre.

Além disso, DONATUS e colaboradores (2017a) acrescentam que o grão que possui nanocamadas mais paralelas em relação à superfície corrosiva é o grão mais suscetível a sofrer uma corrosão por tunelamento. Ressaltam a provável influência na microdureza na liga 6XXX ocasionada por ranhuras quadradas encontradas em seu estudo e pelo espaçamento maior entre suas nanocamadas. Isso é explicado por que o tamanho de tais ranhuras aumentou mediante ao aumento da quantidade dos precipitados Mg-Si. Concluíram assim que o espaçamento entre as nanocamadas e as taxas de corrosão por tunelamento foram maiores nas ligas 5XXX do que nas ligas 6XXX.

No presente trabalho, as técnicas utilizadas para caracterizar as microestruturas e propriedades mecânicas das ligas AA5052-H32 e AA6082-T6 foram: Microscopia Ótica (MO), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET), que serão explicadas nos próximos parágrafos.

Quando abordado sobre a microscopia óptica (MO), é citado que é uma técnica bastante utilizada na investigação metalográfica das estruturas, em faixas que variam entre 50 até 2000 vezes de ampliação. (BRAMFITT; LAWRENCE, 2004; *apud* FUKUGAUCHI, 2010). Quando se comparam as técnicas de MEV e MO, a principal diferença entre elas se resume na utilização de um feixe de elétrons no lugar de fótons (para o MEV), o que permite solucionar problemas relacionados à resolução da imagem. Tal técnica tem como princípio fornecer informações sobre a caracterização microestrutural e identificação de elementos químicos de uma amostra analisada, usando a espectroscopia dispersiva em energia (EDS). Algumas vantagens de sua utilização quando comparada à outras técnicas são: a alta resolução que pode ser obtida das imagens; a aparência tridimensional da imagem das amostras (resultado direto da grande profundidade de campo); o exame em pequenos aumentos e com grande profundidade de foco, sendo uma característica essencial, porque a imagem eletrônica adiciona informações que não são visualizadas pela MO (DEDAVID *et al.*, 2007).

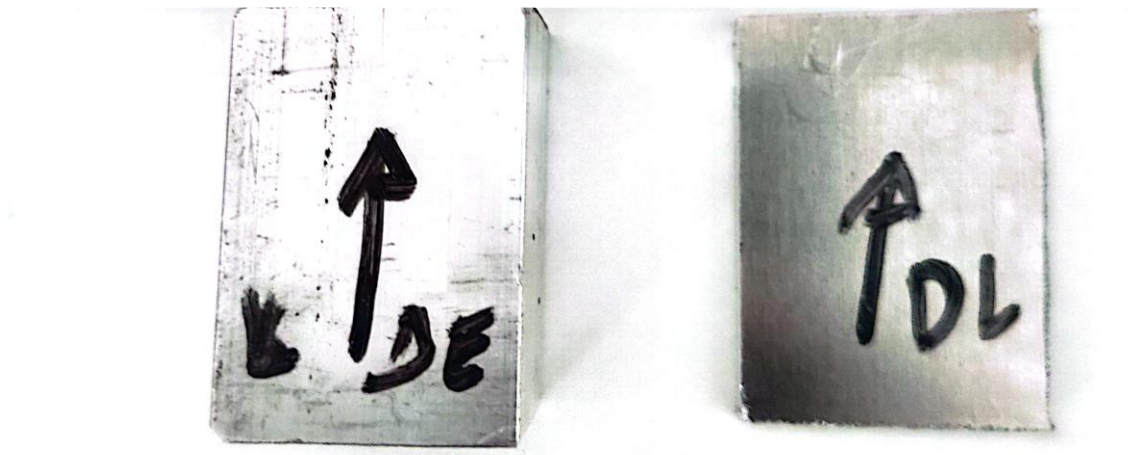
Por fim, retratando a respeito da técnica de MET, segundo PADILHA (2020), a principal característica que difere a microscopia eletrônica de transmissão (MET) de

outras técnicas de microscopia (ex: MO e MEV) é permitir analisar os defeitos e fases internas das amostras do material estudado, tais como: discordâncias, defeitos de empilhamento e pequenas partículas de segunda fase devido á maior grandeza da ampliação obtida. Outro ponto interessante de se utilizar tal técnica é conseguir observar e analisar precipitados muito finos (de tamanho nanométrico) dispersos em uma matriz de outra fase.

#### 4. METODOLOGIA

Os materiais utilizados para realização deste trabalho foram amostras de chapas de ligas de alumínio AA5052-H32 e AA6082-T6 fornecidas pela CBA – Companhia Brasileira de Alumínio. A Figura 7 apresenta uma fotografia das amostras recebidas da CBA, onde, a liga AA6082-T6 está representada à esquerda possuindo 380 mm de largura, 250 mm de comprimento e 20 mm de espessura, e a liga AA5052-H32 à direita com 400 mm de largura, 270mm de comprimento e 30 mm de espessura.

As expressões “DE” e “DL” descritas nas ligas são, respectivamente, direção de extrusão e direção de laminação. Tais expressões referenciam a direção na qual as técnicas de conformação extrusão e laminação, respectivamente, foram aplicadas em cada chapa.



**Figura 7** – Amostras das ligas AA6082-T6 (à esquerda) e AA5052-H32 (à direita) fornecidas pela CBA.  
Fonte: Autor.

Os limites de composição química dados em percentual em massa (%m/m) das ligas AA5052 e AA6082, segundo especificações citadas no documento *Teal Sheets* publicado pela *The Aluminum Association* (2018), podem ser conferidos na Tabela 4. É importante ressaltar que a porcentagem em massa de alumínio presente nessas ligas é o balanço para 100%.

**Tabela 4** – Limites de composição química para ligas AA5052 e AA6082 (% em massa)

Elementos Químicos	AA5052	AA6082
Silício (Si)	0.25	0.70-1.30
Ferro (Fe)	0.40	0.50
Cobre (Cu)	0.10	0.10
Manganês (Mn)	0.10	0.40-1.00
Magnésio (Mg)	2.20-2.80	0.60-1.20
Cromo (Cr)	0.15-0.35	0.25
Zinco (Zn)	0.10	0.20
Titânio (Ti)	-	0.10
Outros elementos (cada)	0.05	0.05
Outros elementos (total)	0.15	0.15
Alumínio	Restante	Restante

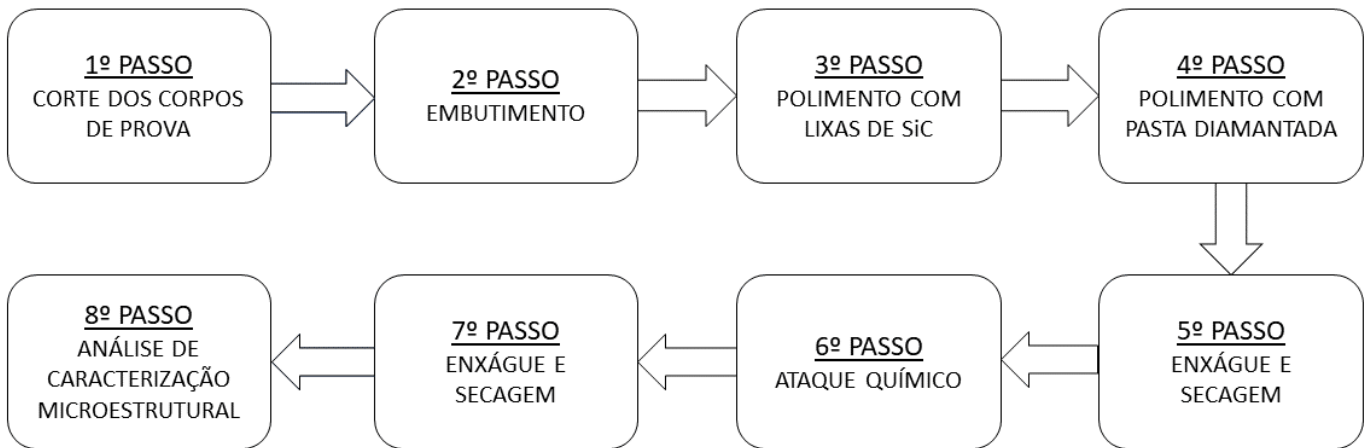
Fonte: Adaptado de The Aluminum Association (2018).

#### 4.1 Caracterização Microestrutural

As amostras foram preparadas conforme cada ensaio específico e a metodologia foi adaptada de ABREU (2016) e DONATUS e seus colaboradores (2017a). A pesquisa de DONATUS e seus colaboradores (2017a) abordou o ataque, principalmente superficial, em ligas de série 5XXX e 6XXX, a fim de revelar nanocamadas estratificadas nos grãos de tais ligas. Já o trabalho de ABREU (2016) utilizou das técnicas que serão retratadas neste estudo, para, no caso do autor, caracterizar a microestrutura de ligas de série 2XXX e 7XXX.

A Figura 8 apresenta uma representação esquemática da organização utilizada para o preparo das amostras para os ensaios de microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) deste trabalho. Todavia, as especificações referentes aos ensaios, inclusive a de microscopia eletrônica de transmissão ainda não citada, serão descritas nos próximos itens.

## PREPARO DAS AMOSTRAS PARA ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL



**Figura 8** – Representação esquemática da organização do preparo das amostras para ensaios de caracterização microestrutural.  
Fonte: Autor.

### 4.1.1 Microscopia Óptica (MO)

Inicialmente, para os ensaios de MO, as amostras foram cortadas no tamanho de área de superfície de 1,5 cm<sup>2</sup> e embutidas em baquelite, via processo de embutimento à frio. Em seguida, as amostras foram polidas sequencialmente até um acabamento superficial de 1 mm, através de uma politriz, utilizando lixas de carbeto de silício (SiC) na seguinte ordem #600, #800, #1200, #2400 e #4000, e polidas com uma pasta diamantada de 1 mm com lubrificante à base de álcool. As amostras foram enxaguadas em água destilada e secas em corrente de ar frio.

O ataque químico, também denominado de ataque metalográfico, tem como princípio facilitar a visualização dos contornos de grãos e as diferentes fases da microestrutura da amostra analisada. Assim, a visualização no microscópio será dada mediante às diferentes tonalidades das fases e os realces dos contornos de grão (ROHDE, 2010). O ataque químico foi realizado embebendo um algodão com uma solução de Keller e passando na superfície por 30 segundos. Depois, a superfície foi lavada com água destilada e seca ao ar antes de ser analisada no microscópio.

A solução de Keller foi preparada com reagentes de grau analítico de pureza e com composição química de: 10 mL de ácido fluorídrico (HF) + 15 mL de ácido clorídrico (HCl) + 25 mL de ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) + 50 mL de água destilada). A aquisição de imagens no MO foi realizada no Centro de Microscopia da UFMG, por meio de um microscópio óptico de luz transmitida e polarizada – Leica DM4500.

#### 4.1.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV/EDS)

Para este trabalho, as amostras foram preparadas conforme processo descrito na Microscopia Óptica (item 4.1.1) e a aquisição de imagens no MEV foi realizada no Centro de Microscopia da UFMG, por meio de um microscópio eletrônico de varredura FEG – Quanta 200 FEI acoplado a um espectrômetro de raios-X por dispersão em energia (EDS). A tensão de aceleração utilizada para obtenção das imagens foi de 15 a 20 keV. As imagens foram obtidas com elétrons retroespalhados e elétrons secundários.

#### 4.1.3 Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

Para este trabalho, diferente dos demais ensaios acima, as amostras não foram embutidas para a realização dos ensaios de MET. Inicialmente, as amostras foram lixadas, através de uma politriz (citada no item 4.1.1), em lixas de carbetto de silício (SiC) até atingirem a espessura de 100 µm. Em seguida, foram preparados discos por processo de eletroerosão, de diâmetro de 20 mm. Posteriormente, as amostras foram lixadas com lixas mais finas (#4000), para facilitar no polimento eletrolítico (próximo passo), com solução apropriada ao equipamento Tenupol 5 Struers. Após, a superfície foi lavada com água destilada e seca ao ar antes de ser analisada no microscópio.

A solução utilizada para a etapa de polimento eletrolítico foi preparada com reagentes de grau analítico de pureza e com composição química de: 20% v/v de ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) + 80% v/v de metanol (CH<sub>3</sub>OH), à temperatura de -30°C. A aquisição de imagens no MET foi realizada no Centro de Microscopia da UFMG, por meio de um microscópio eletrônico de transmissão Tecnai G2-20 – SuperTwin FEI – 200kV acoplado a um espectrômetro de raios X por dispersão em energia (EDS).



#### 4.1.4 *Software ImageJ*

Por meio da utilização do *software* ImageJ, foi realizada uma estimativa da média de tamanho de área superficial amostral de dendritas e precipitados das ligas AA5052-H32 e AA6082-T6. Tal ferramenta é um programa computacional de domínio público que possibilita analisar diferentes tipos de imagens, além de propiciar estimativas de áreas de demarcações específicas. Ele é executado como um miniaplicativo on-line ou como um aplicativo para download, sendo disponível para Windows, Mac OS, Mac OS X e Linux. O *software* pode exibir, editar, analisar, processar, salvar e imprimir imagens de 8, 16 e 32 bits. A vantagem de sua utilização se configura na leitura de diversos formatos de imagem, inclusive as que serão obtidas dos ensaios de MO, MET e MEV, como por exemplo TIFF, GIF, JPEG, BMP, DICOM, FITS, entre outros (FERREIRA and RASBAND, 2012). A versão do *software* utilizada foi a “ImageJ 1.54d”.

Para realizar as análises com o ImageJ, inicialmente para cada tipo de ensaio de caracterização microestrutural foram selecionadas imagens de cada uma das ligas AA5052-H32 e AA6082-T6 com escalas semelhantes. Posteriormente com as imagens já selecionadas, foram demarcadas áreas superficiais amostrais de vinte (20) dendritas/precipitados de diferentes dimensões de amostras e calculado a média e o desvio-padrão para cada ensaio. Os cálculos representativos serão apresentados na seção a seguir “Resultados e Discussão”.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Inicialmente, os resultados e discussões referentes aos ensaios realizados nas ligas de alumínio AA5052-H32 e AA6082-T6 serão apresentados pelas seções a seguir, separadas por metodologia utilizada. Posteriormente, serão abordadas discussões e análises sobre a interação dos ensaios realizados e as principais diferenças encontradas nas microestruturas que podem influenciar as resistências à corrosão das ligas do presente estudo.

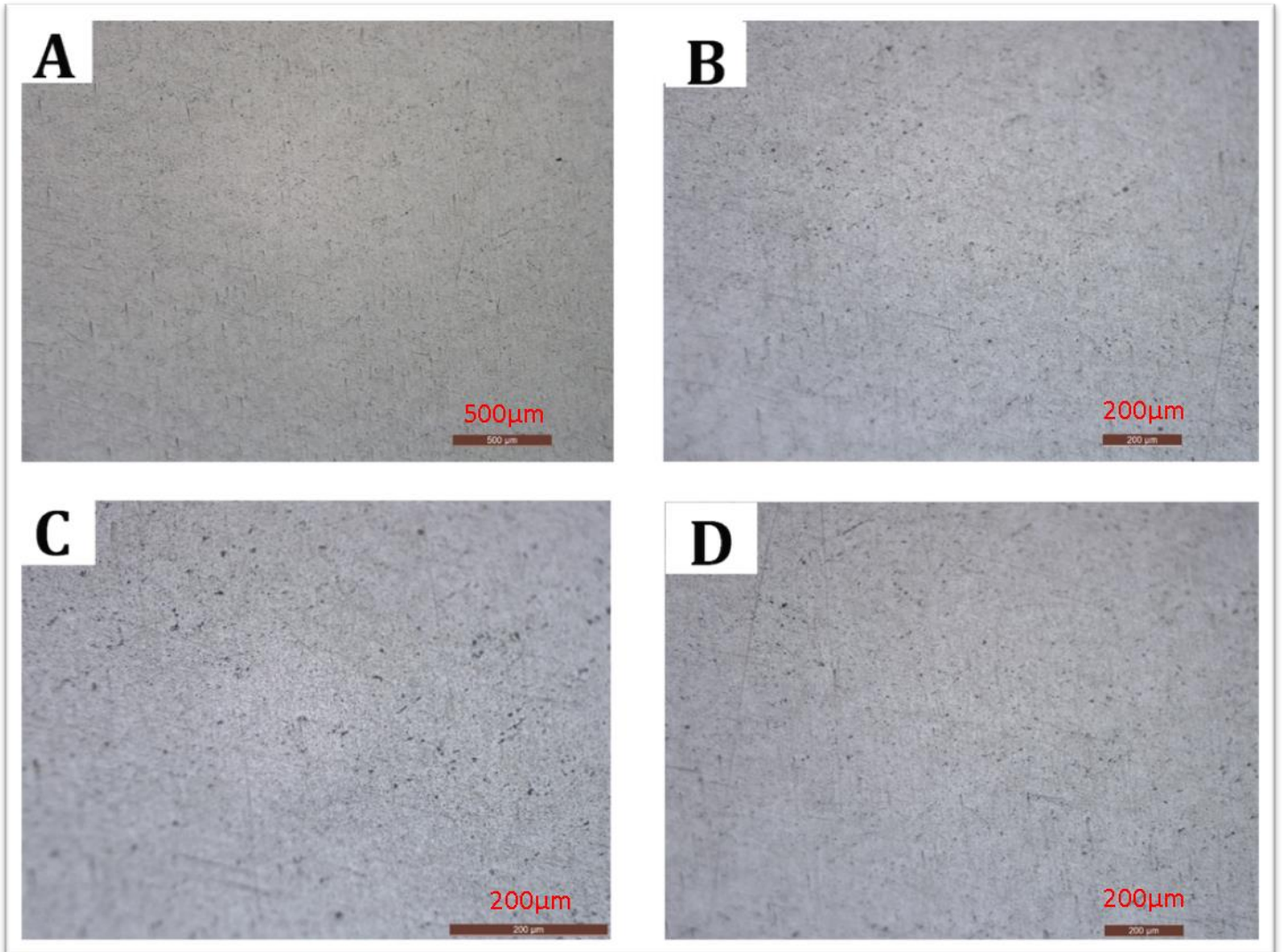
### 5.1 Microscopia Óptica (MO)

As Figuras 9 e 10 apresentam as imagens obtidas nos ensaios de microscopia óptica, respectivamente, nas ligas AA5052-H32 e AA6082-T6, em conjunto das escalas de resolução utilizadas. As amostras foram preparadas conforme seção 4.1.1 desta dissertação. Inicialmente, é visto que o ataque químico realizado com a solução de Keller não permitiu revelar ou visualizar os contornos de grãos de ambas as ligas, muito provavelmente por conta dos tipos de tratamento utilizados nas mesmas e devido também às suas pequenas dimensões.

Para a liga AA5052-H32, os resultados demonstram que é perceptível a presença de precipitados de segunda fase em contraste com a matriz Al, vide Figuras 9b e 9c. No artigo publicado por WANG *et al.* (2015), onde é abordado o tema sobre a influência de diferentes tratamentos de superfície na microestrutura e nas propriedades mecânicas da liga de alumínio AA5052, tanto fundidas (*Cast alloys*) quanto homogeneizadas (*Wrought Alloys*), é citado que tais ligas possuem uma estrutura dendrítica típica com a matriz Al, além de possuir uma grande quantidade de precipitados de segunda fase distribuídos ao longo dos limites dendríticos. OSORIO *et al.* (2009) explicam que tal tipo de estrutura recebe esta nomenclatura em virtude da semelhança existente com ramos de uma árvore, onde “*dendrus*”, do grego, possui tal significado.

REIS (2017; *apud* COUTINHO, 2018) e MELO *et al.* (2005; *apud* COUTINHO, 2018) acrescentam que este tipo de estrutura é bastante encontrado nas ligas metálicas, e os graus de refinamento das dendritas originadas influenciam diretamente as propriedades mecânicas, a resistência à corrosão e os tratamentos de superfície.

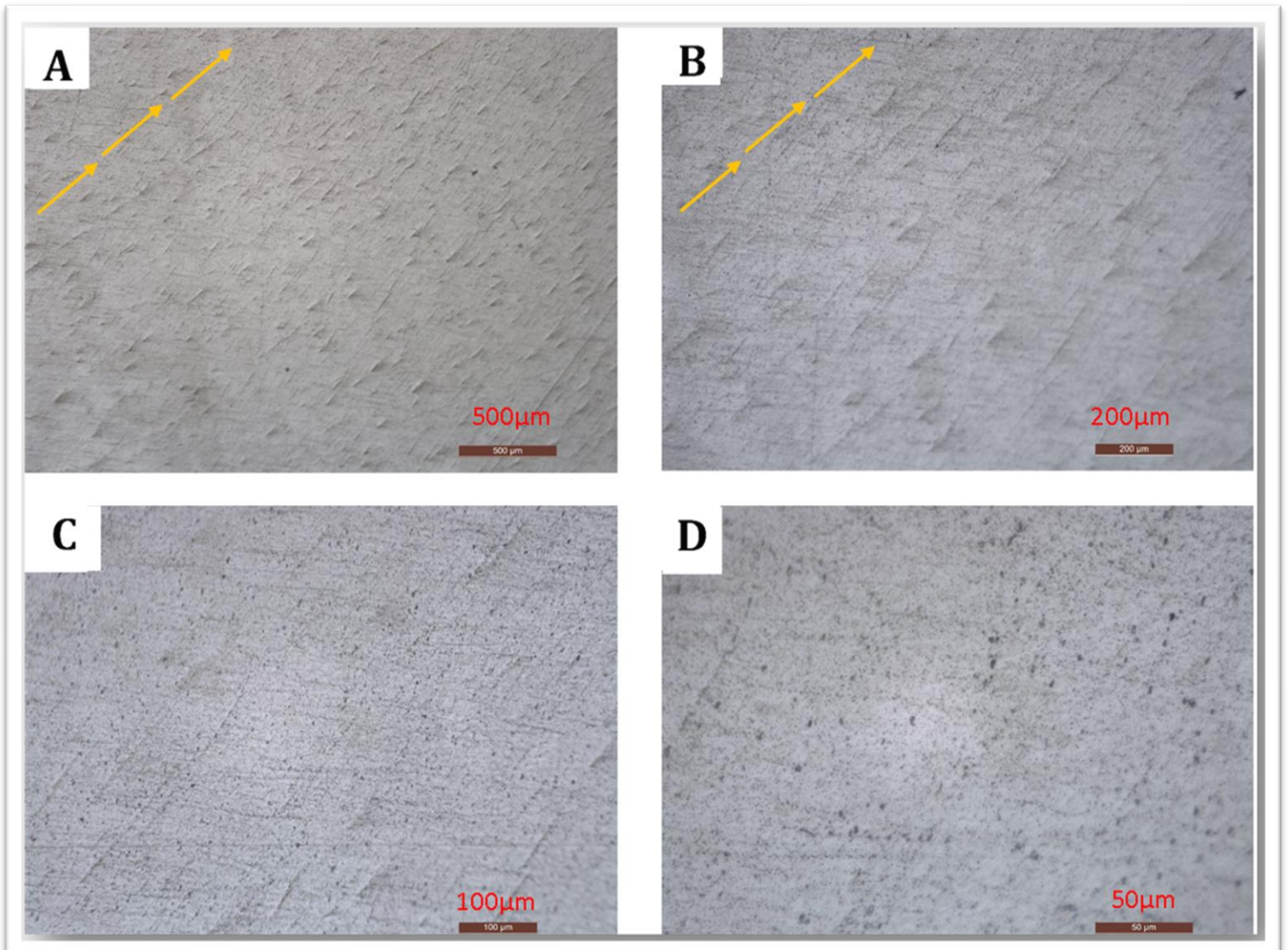
No estudo de WANG *et al.* (2015) também é citado que para o tipo de liga deste estudo, *Wrought Alloys*, ou ligas destinadas à fabricação de produtos acabados, algumas grandes partículas de segunda fase e a maioria dos dendritos são dissolvidos e desaparecem nas ligas, podendo ser percebido no ensaio realizado deste estudo, vide Figura 9c.



**Figura 9** – Imagens de microscopia óptica da liga de alumínio AA5052-H32 após ataque químico com solução de Keller.  
Fonte: Autor.

Assim como citado anteriormente para a liga AA5052-H32, os resultados encontrados para a liga AA6082-T6, apresentados na Figura 10, refletem que também é perceptível a presença de precipitados de segunda fase em contraste com a matriz

de Al, juntamente com a formação da estrutura dendrítica, vide Figuras 10c e 10d. Na pesquisa de GONÇALVES (2012), onde aborda o tema referente a usinabilidade das ligas de alumínio de série 6XXX, é citada esta formação dendrítica nas ligas desta série que ocorre dentro dos grãos. A formação de tal microestrutura depende das condições dos tratamentos de superfícies, tanto térmicos quanto mecânicos, que são aplicados a estas ligas. Conforme citado por ASSIS (2017), os tratamentos térmicos, como o processo com solução e envelhecimento artificial (T6) utilizado para a referida liga do estudo, quando aplicados às ligas de alumínio, visam melhorar a microestrutura ou a controlar algumas de suas características essenciais, como as propriedades mecânicas, os tamanhos de grãos, entre outras. GONÇALVES (2012) relata ainda que uma alta taxa de solidificação origina estruturas dendríticas finas, que por sua vez originam grãos pequenos e assim materiais mais duros e resistentes.



**Figura 10** – Imagens de microscopia óptica da liga de alumínio AA6082-T6 após ataque químico com solução de Keller.

Por meio da utilização do *software* ImageJ, foi realizada uma estimativa da média de tamanho de área amostral de dendritas das ligas do presente estudo. Para efeito comparativo foram demarcadas as áreas amostrais de vinte (20) dendritas de diferentes dimensões de amostras de cada uma das ligas AA5052-H32 e AA6082-T6, e seus resultados estão apresentados na Tabela 5. Com as informações obtidas (Tabela 5), é possível citar que a microestrutura da liga AA5052-H32 é composta por dendritas com áreas superficiais maiores quando comparadas as dendritas observadas na liga AA6082-T6, para as amostras analisadas. Tais resultados podem ser inferidos avaliando a média amostral para tais ligas. Outro ponto a se descrever é

a maior discrepância entre as áreas superficiais amostrais das dendritas da liga AA5052-H32, visto o resultado apresentado para o parâmetro desvio-padrão. Conclui-se assim que a liga AA6082-T6, quando comparada a liga AA5052-H32, apresenta uma microestrutura composta por dendritas de menor área superficial, porém mais homogêneas, ou seja, que tendem a possuir o mesmo tamanho de área superficial, visto o desvio-padrão observado.

**Tabela 5** – Tabela comparativa entre as áreas amostrais de dendritas presentes nas superfícies amostrais das ligas AA5052-H32 e AA6082-T6 (MO).

Nº Amostra	Dendritas Amostrais AA5052-H32	Dendritas Amostrais AA6082-T6
	Área ( $\mu\text{m}^2$ )	Área ( $\mu\text{m}^2$ )
1	59.67	12.30
2	49.72	11.43
3	76.81	10.57
4	62.58	10.36
5	78.01	7.81
6	53.49	6.69
7	22.29	11.97
8	20.58	16.94
9	32.58	9.60
10	51.61	6.56
11	84.36	6.27
12	81.96	6.71
13	46.47	7.55
14	63.61	9.34
15	60.87	8.59
16	56.24	9.31
17	33.43	7.11
18	41.49	12.07
19	39.61	10.07
20	75.61	12.11
<b>MÉDIA</b>	<b>54.55 <math>\mu\text{m}^2</math></b>	<b>9.67 <math>\mu\text{m}^2</math></b>
<b>DESVIO-PADRÃO</b>	<b>19.14 <math>\mu\text{m}^2</math></b>	<b>2.68 <math>\mu\text{m}^2</math></b>

Fonte: Autor.

Um outro ponto interessante de discutir sobre os resultados obtidos da microscopia óptica da liga AA6082-T6, quando comparados aos resultados da liga AA5052-H32 é de que para aumentos menores de visualização no microscópio óptico (escala de 200 a 500  $\mu\text{m}$ ), são visualizados riscos na superfície amostral da liga

AA6082-T6, conforme Figuras 10a e 10b. Estas ranhuras podem estar atreladas a etapa de polimento com lixas de SiC ou também ao tratamento término de extrusão utilizado na liga.

Segundo SOARES (2009), o processo térmico de extrusão é um processo muito versátil industrialmente, pois permite a obtenção de perfis de alumínio com diversas seções ou formatos. Durante o processo, um bilete ou tarugo é pré-aquecido num forno sob altas temperaturas e depois é forçado a passar através de um molde que possui uma ou mais saídas com espessura menor e com a seção do perfil desejado. Visto que este processo é realizado através de uma pressão sob o tarugo da liga de alumínio, pode acontecer de ocasionar danos ou inclusões à peça moldada. Estas inclusões podem ser observadas nas Figuras 10a e 10b, visto que é perceptível o padrão das inclusões (setas amarelas) que seguem exatamente a direção do processo de extrusão realizado sobre a amostra da liga AA6082-T6. Todavia, as ranhuras observadas podem também estar atreladas ao excesso de força na etapa de lixamento com as lixas de SiC o que pode fazer com que as partículas sob a superfície risquem a amostra. Nas amostras analisadas da liga AA5052-H32, que sofreu um processo de laminação, não foram visualizadas tais inclusões.

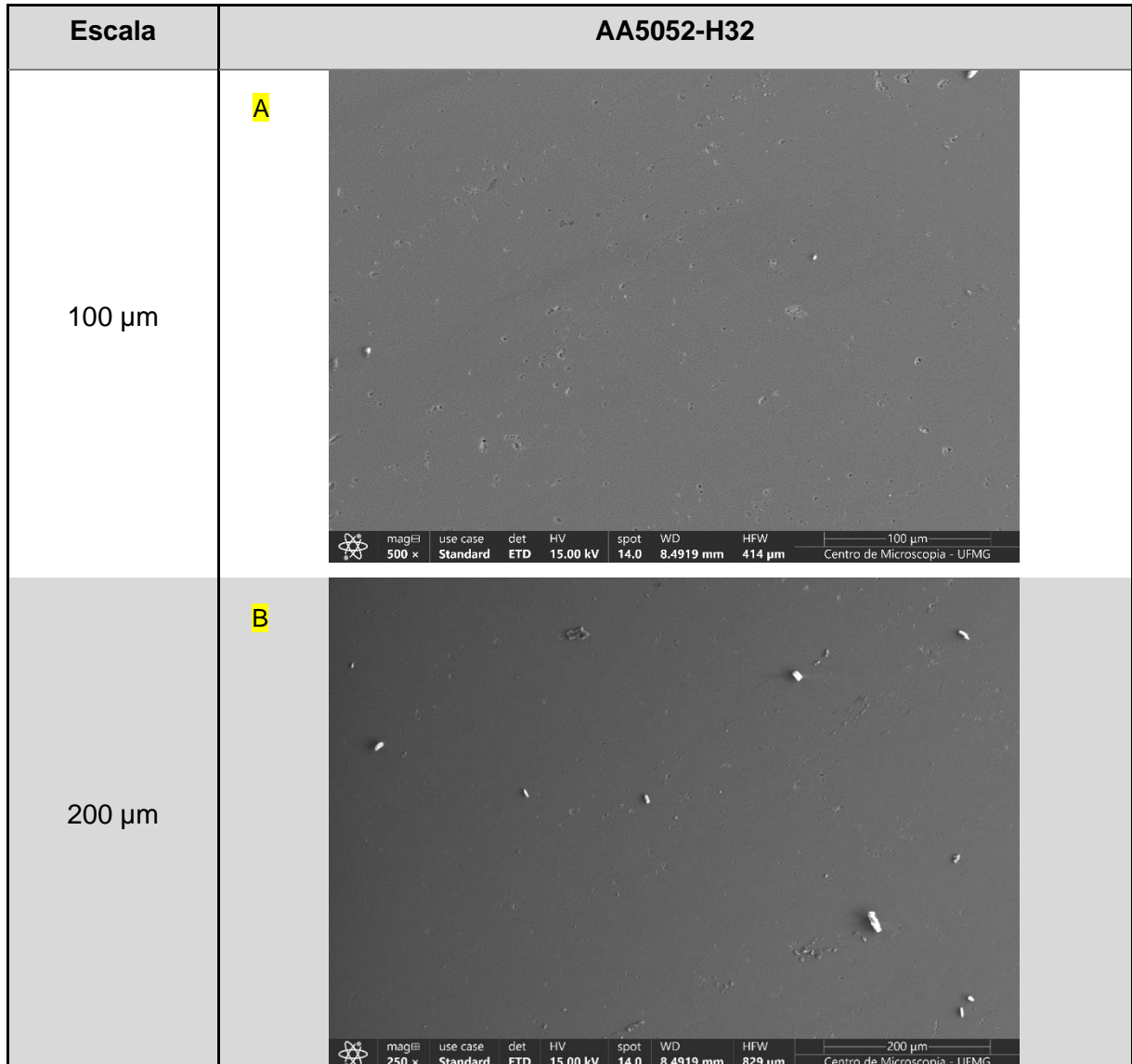
Para uma análise mais detalhada das partículas intermetálicas visualizadas em ambas as ligas deste estudo, o ensaio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi realizado. Conforme citado por DEDAVID *et al.* (2007) esta técnica auxilia a fornecer informações sobre a caracterização microestrutural, pois a imagem eletrônica acrescenta informações importantes na análise amostral que podem não ser visualizadas claramente pela análise no microscópio óptico (MO). Para a identificação de elementos químicos presentes nas superfícies amostrais das ligas, foram realizados ensaios em espectrômetro de raios-X por dispersão em energia (EDS) e seus resultados são expressos na seção a seguir.

## **5.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)**

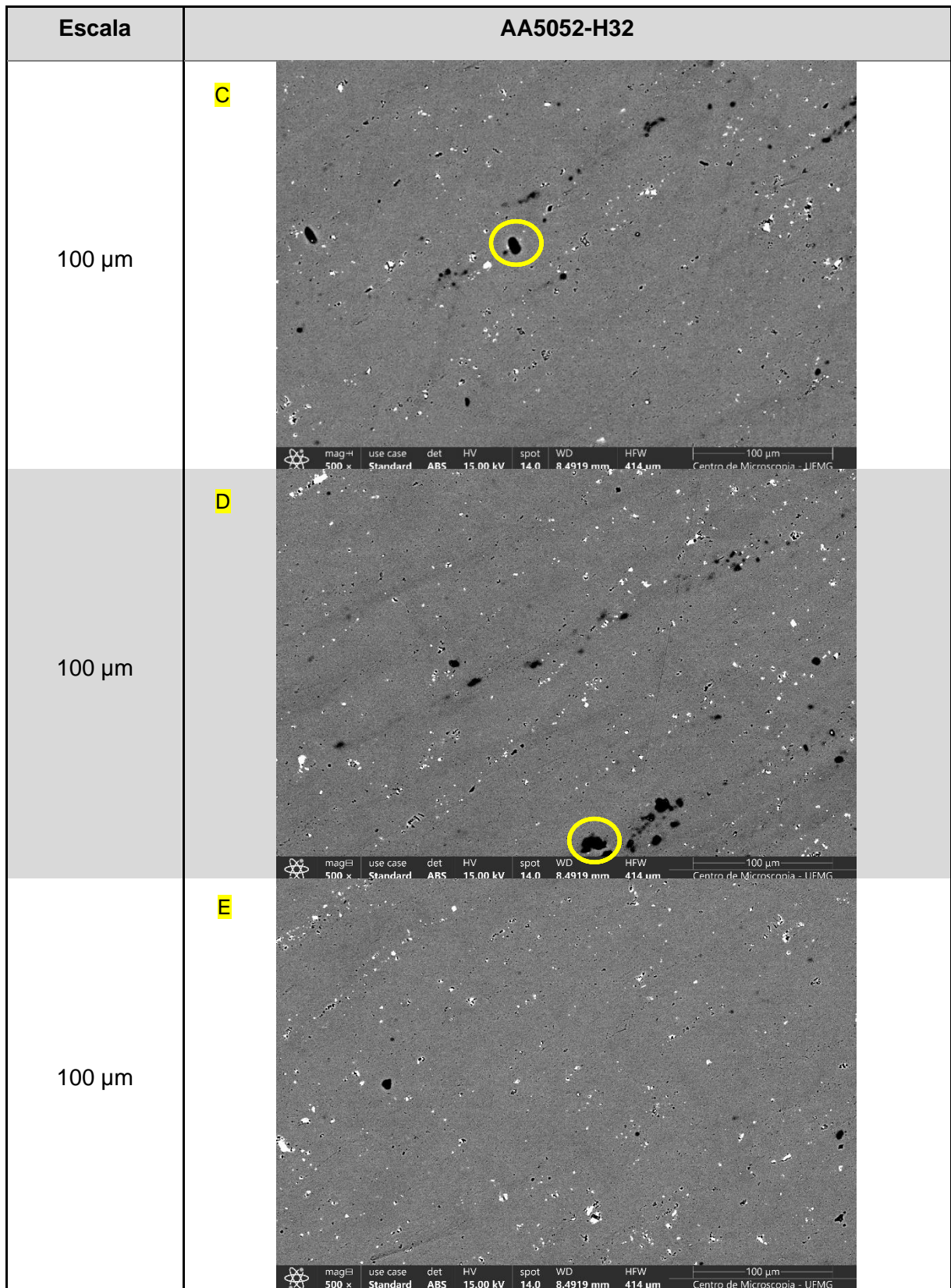
As Figuras 11 e 12 apresentam as imagens obtidas dos ensaios de microscopia eletrônica de varredura (MEV) nas amostras AA5052-H32 e AA6082-T6, juntamente com as escalas de resolução utilizadas. Tal informação é crucial para representar efetivamente a proporção entre as dimensões das partículas observadas e sua



representação gráfica. As amostras foram preparadas conforme seção 4.1.2 desta dissertação.







**Figura 11** – Imagens de micrografia eletrônica de varredura da liga de alumínio AA5052-H32 após ataque químico com solução de Keller.  
 Fonte: Autor.

Conforme citado na seção anterior, é possível perceber nos resultados obtidos de microscopia eletrônica de varredura, tanto para a liga AA5052-H32 (Figura 11) quanto para a liga AA6082-T6 (Figura 12), a vasta presença de partículas intermetálicas em contraste com a fase matriz (coloração acinzentada), uma fase composta por uma solução sólida de alumínio, presente em ambas as ligas. Comparando-se em termos quantitativos as amostras analisadas das ligas do presente estudo, inicialmente pode ser inferido que possuem uma quantidade equiparável de precipitados, entretanto, avaliando a escala de resolução utilizada em cada imagem os resultados apresentados indicam que a liga AA5052-H32 possui em sua microestrutura fases de alguns precipitados intermetálicos com dimensões superficiais maiores quando comparados aos precipitados observados na liga AA6082-T6 (Tabela 6).

**Tabela 6** – Tabela comparativa entre as áreas amostrais dos precipitados presentes nas superfícies amostrais das ligas AA5052-H32 e AA6082-T6 (MEV).

Nº Amostra	Precipitados Amostrais AA5052-H32	Precipitados Amostrais AA6082-T6
	Área ( $\mu\text{m}^2$ )	Área ( $\mu\text{m}^2$ )
1	82.86	14.69
2	11.36	5.39
3	34.96	9.54
4	70.79	6.81
5	22.01	6.26
6	14.15	4.37
7	49.65	5.73
8	12.79	6.23
9	15.22	4.79
10	7.76	6.08
11	7.57	8.74
12	11.65	5.99
13	24.43	5.64
14	16.68	6.46
15	37.23	3.99
16	70.13	3.97
17	29.28	6.04
18	76.32	5.13
19	7.14	4.49
20	8.54	7.06
<b>MÉDIA</b>	<b>30.53 <math>\mu\text{m}^2</math></b>	<b>6.37 <math>\mu\text{m}^2</math></b>
<b>DESVIO-PADRÃO</b>	<b>25.52 <math>\mu\text{m}^2</math></b>	<b>2.42 <math>\mu\text{m}^2</math></b>

Fonte: Autor.

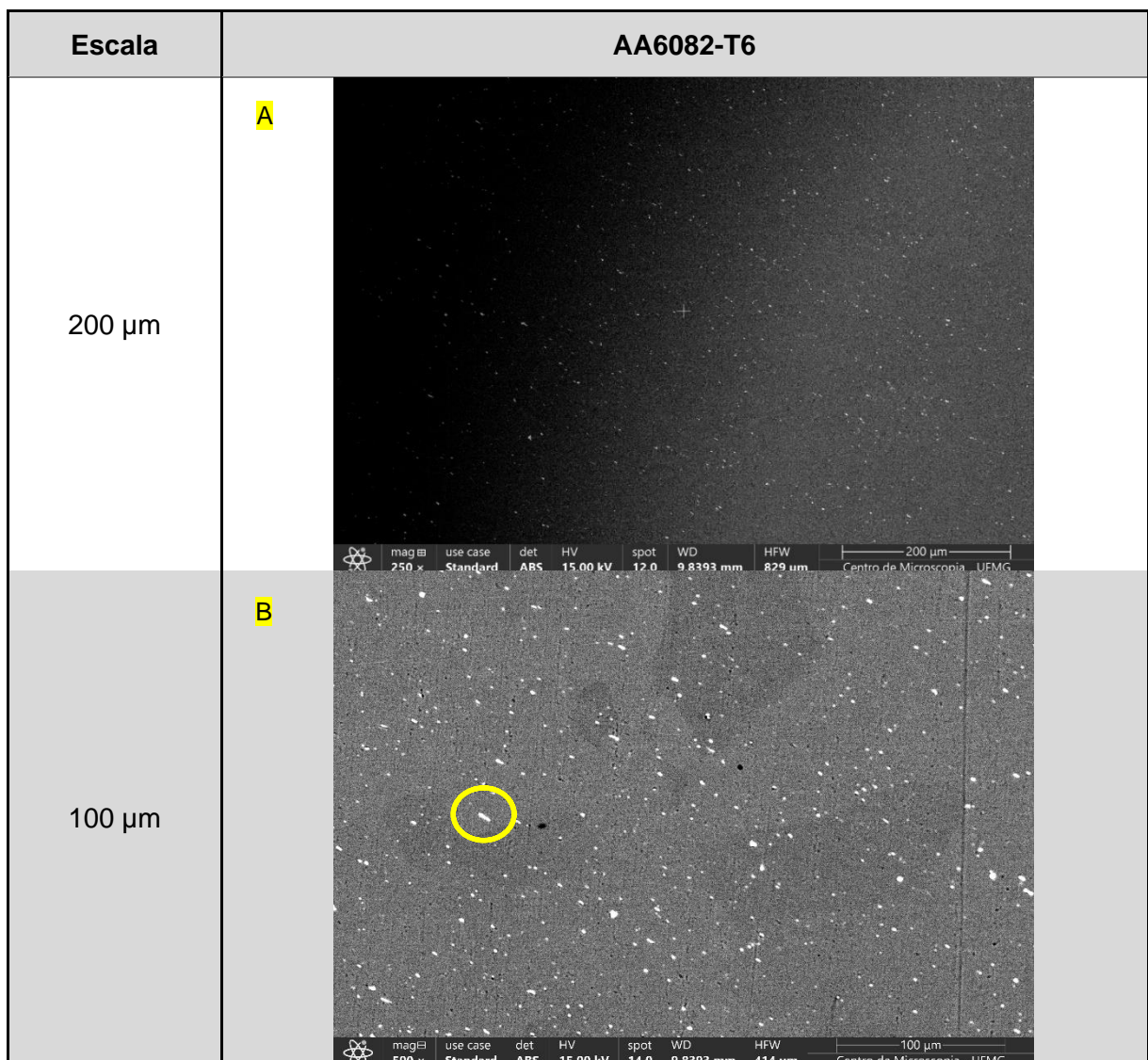
A avaliação citada anteriormente pode ser complementada quando se equiparam as imagens C e D apresentadas na Figura 11 com as imagens B e C apresentadas na Figura 12 (sinalizados por círculos amarelos), onde tais resultados foram obtidos utilizando escalas semelhantes de 100  $\mu\text{m}$ . Outro fator que corrobora para indicar que os precipitados encontrados nas amostras da liga AA5052-H32 possuem dimensões e áreas superficiais maiores do que na liga AA6082-T6 são os resultados apresentados na Tabela 6, na qual, através do auxílio do *software* ImageJ, são retratadas as informações referentes a realização de uma estimativa entre as áreas de vinte (20) precipitados presentes nas superfícies amostrais das ligas AA5052-H32 e AA6082-T6. Os resultados apresentados na Tabela 6 expressaram que os precipitados avaliados das amostras de liga AA5052-H32, em média possuem

uma área superficial maior do que os precipitados intermetálicos das amostras de liga AA6082-T6.

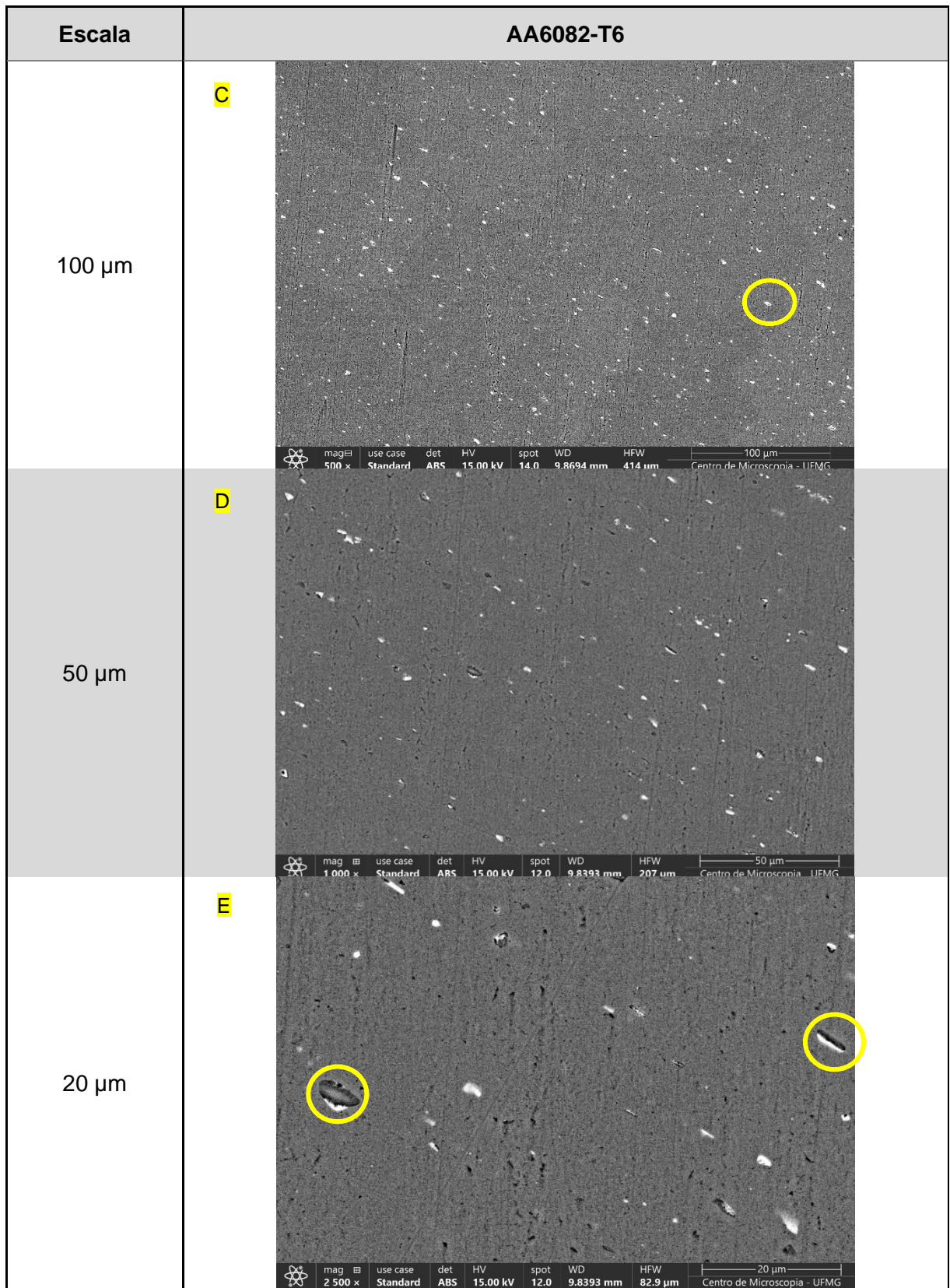
Em complemento, a liga AA5052-H32 apresenta uma discrepância perceptível com relação a diferentes tipos de morfologia e tamanhos dos precipitados, o que é visualizado em menor proporção nos resultados da liga AA6082-T6, que apresentam uma maior padronização das dimensões e morfologias das partículas intermetálicas. Como citado no subcapítulo anterior, tal inferência pode ser evidenciada quando se equiparam os resultados encontrados na Tabela 6 para desvio-padrão das áreas superficiais das amostras analisadas. Quanto mais próximo de zero for o desvio-padrão, mais padronizados ou homogêneos são os dados avaliados no estudo, o que corrobora para inferir que os precipitados intermetálicos das amostras da liga AA6082-T6 avaliadas neste estudo são mais homogêneos que os presentes nas amostras da liga AA5052-H32. Uma possível correlação pode ser feita sobre os diferentes tipos de tratamentos de superfície aplicados a estas ligas, a influência da temperatura em tais tratamentos e as diferenças encontradas anteriormente, visto que a liga AA5052-H32 foi submetida a um tratamento mecânico de laminação à frio que consiste em uma conformação mecânica do material sem a influência de temperatura. Já a liga AA6082-T6 passou por um processo térmico de extrusão, que também consiste em uma conformação mecânica do material, todavia, possui a influência da temperatura no processo. LIMA e seus colaboradores (2020) adicionam que o tratamento T6 de extrusão por solubilização ou por envelhecimento artificial, para ligas de alumínio, possui o objetivo de solubilizar todo o soluto da liga (precipitados de segunda fase) e obter uma microestrutura mais homogênea, com predomínio da fase matriz Al, que pode efetivamente ser percebido nos resultados obtidos, vide Figura 12.

Comentando sobre as fases de precipitados intermetálicos encontrados na liga AA5052-H32, o artigo apresentado por WANG *et al.* (2015) relata que normalmente nesta liga podem ser observados quatro tipos de fases, sendo elas, a matriz Al, além dos precipitados  $Mg_2Al_3$ ,  $Mg_2Si$  e  $Al_3Fe$ . O estudo ainda adiciona que conforme aumento da quantidade de Mg na liga, as fases mais propensas a aparecer serão a matriz Al e  $Mg_2Al_3$ , todavia, quando comparadas as fases de composições de amostras laminadas e recozidas, a fase  $Mg_2Al_3$  é mais induzida pela temperatura de tratamentos de recozimento, tendendo a precipitar mais nestes tipos de tratamentos superficiais, que é o caso do presente estudo. DONATUS *et al.* (2015) que estudaram

as ligas de série 5XXX e 6XXX, adicionam que os precipitados mais claros (na micrografia de elétrons retroespalhados) representam a fase  $Mg_2Al_3$ , vide Figura 11C, 11D e 11E. Estes precipitados, além de representar a segunda fase mais abundante depois da matriz Al, aparentemente distribuídos de forma heterogênea, se formam principalmente nos contornos de grão quando a liga passa por um aumento moderado de temperatura. Já os precipitados intermetálicos mais escuros (na micrografia de elétrons retroespalhados), quando comparados aos demais e à matriz Al, são as fases  $Mg_2Si$ , que representam a terceira fase mais abundante.







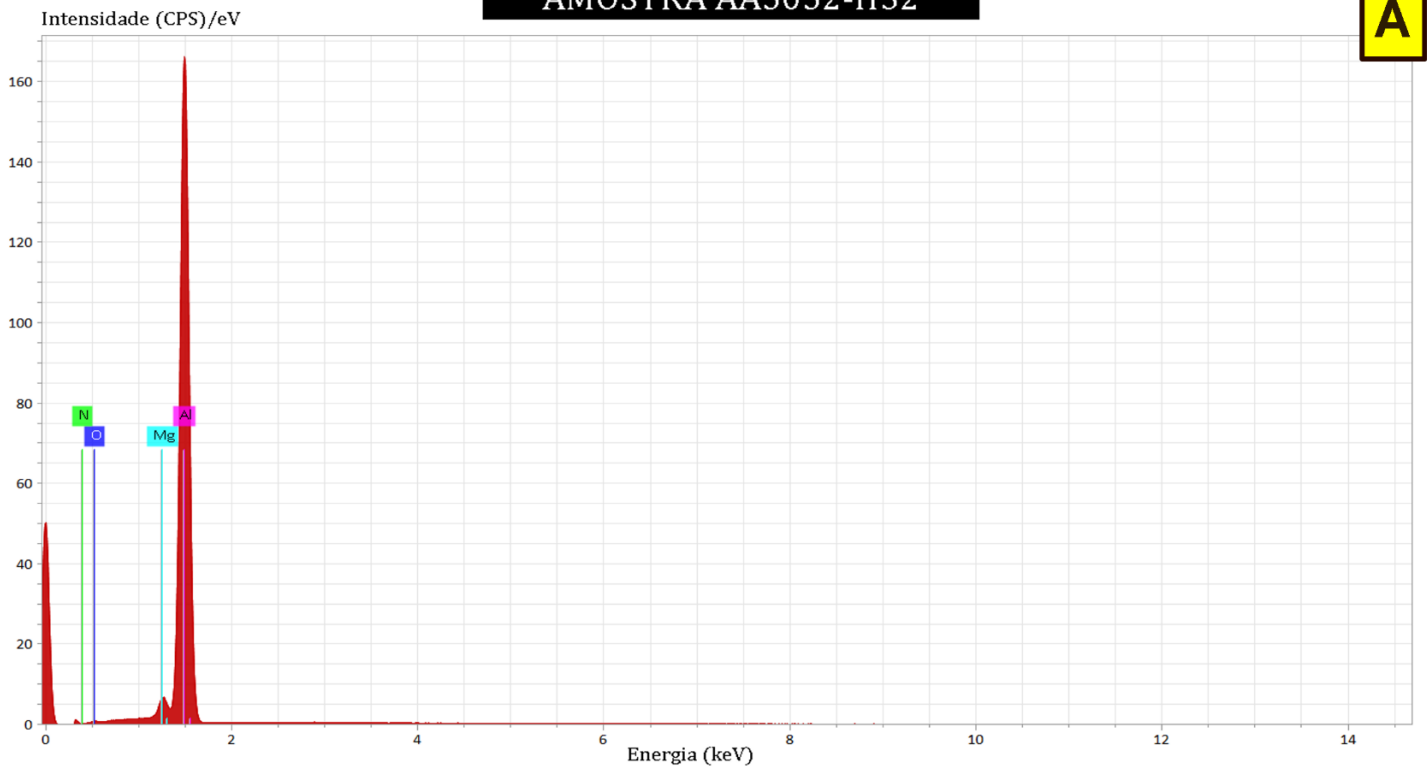
**Figura 12** – Imagens de micrografia eletrônica de varredura da liga de alumínio AA6082-T6 após ataque químico com solução de Keller.

Fonte: Autor.

Já para a liga AA6082-T6, DONATUS *et al.* (2015) citam que os precipitados mais comuns presentes nesta liga são Al-Fe-Mn-Si e Mg<sub>2</sub>Si, sendo que, diferentemente da liga AA5052-H32, a maioria das fases de Mg<sub>2</sub>Si são fases em rede e em formato de agulha, o que pode ser percebido nos resultados obtidos, vide Figura 12E, e que são distribuídas dentro da matriz Al e ao longo dos contornos de grão. Ainda complementam que os outros precipitados intermetálicos Al-Fe-Mn-Si são os mais abundantes (em microescala) e os maiores em tamanho, além de serem responsáveis pela maior parte das cavidades hemisféricas evidentes. Esta fase, representada pelos precipitados intermetálicos mais brilhantes, pode ser visualizada na Figura 12E (círculos em amarelo).

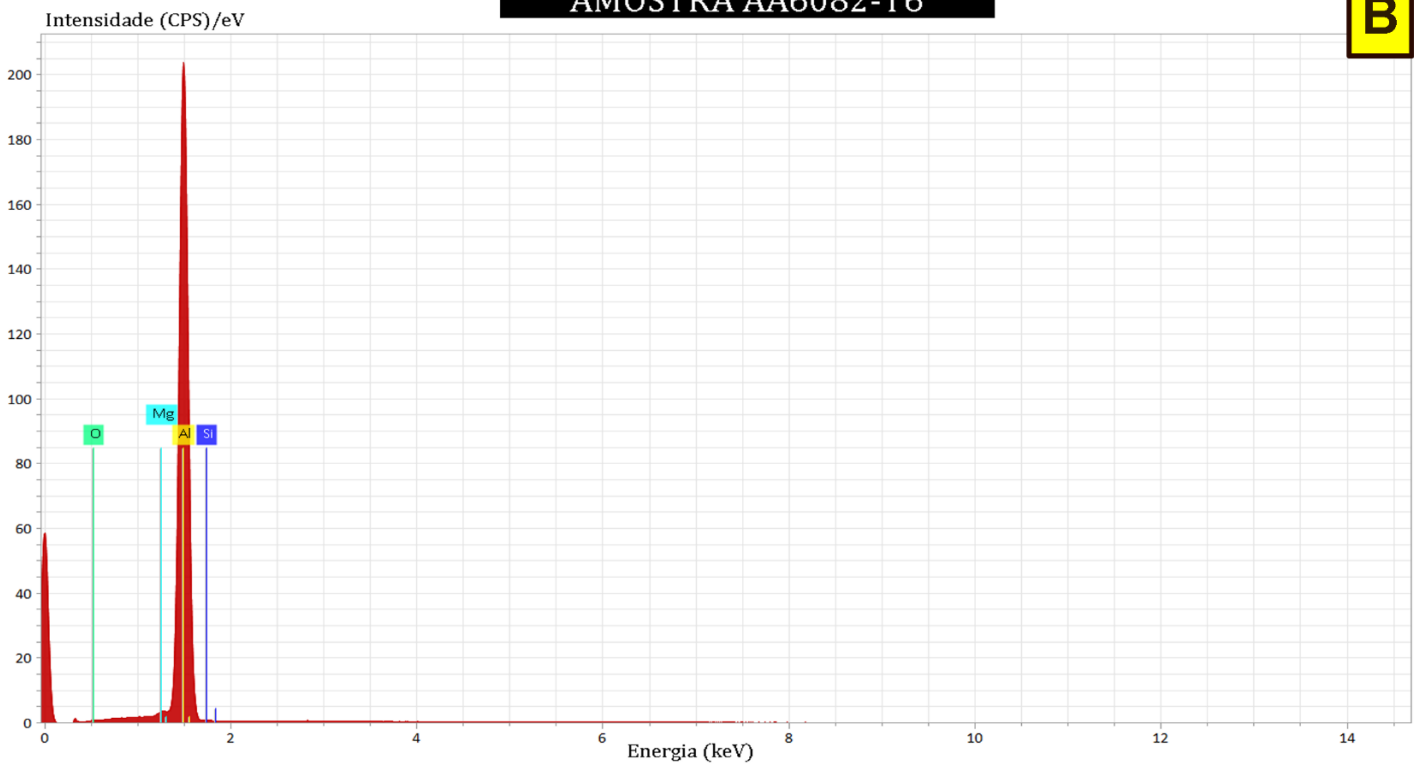
Por meio do auxílio do espectrômetro de raios-X por dispersão em energia (EDS) acoplado ao microscópio de varredura eletrônico (MEV), também foram obtidas imagens deste ensaio nas amostras de estudo para avaliar a composição química das amostras. As imagens foram obtidas após seguirem o mesmo preparo para ensaio de MEV, vide Figura 8. A Figura 13 apresenta os resultados obtidos da análise por EDS.

## AMOSTRA AA5052-H32



A

## AMOSTRA AA6082-T6



B

**Figura 13** – Análise de espectrometria de raios-X dispersiva em energia (EDS) realizada nas amostras de ligas de alumínio AA5052-H32 (A) e AA6082-T6 (B), após o preparo das amostras e serem submetidas ao ataque químico para análise em microscópio eletrônico de varredura (MEV). Fonte: Autor.



Em complementação aos resultados ilustrados na Figura 13, as Tabelas 7 e 8 abaixo retratam os valores encontrados no ensaio de EDS dos elementos químicos característicos nas superfícies das amostras estudadas, mediante a análise de composição química do volume de superfície amostral utilizado para o ensaio, à medida que foi excitado pela fonte de energia. Para efeito comparativo, foram citados também os limites de composição química para as ligas AA5052 e AA6082 (% em massa), especificados no documento *Teal Sheets* publicado pela *The Aluminum Association* (2018), vide Tabela 4.

**Tabela 7** – Tabela de dados dos resultados da análise de espectrometria de raios-X dispersiva em energia (EDS) realizada na amostra AA5052-H32, comparado aos limites de composição química (% em massa)

Elementos Químicos	Resultado EDS AA5052			The Aluminum Association AA5052 (% em Massa)
	% em Massa	Erro Absoluto [%] (1 sigma)	Erro Relativo [%] (1 sigma)	
Alumínio (Al)	92.92	4.78	5.14	Aprox. 95.75-96.55
Magnésio (Mg)	2.79	0.16	5.88	2.20-2.80
Oxigênio (O)	0.85	0.05	6.31	0.05
Nitrogênio (N)	2.29	0.14	6.16	0.05
Total	98.85	-	-	98.65-98.85

Fonte: Autor.

**Tabela 8** – Tabela de dados dos resultados da análise de espectrometria de raios-X dispersiva em energia (EDS) realizada na amostra AA6082-T6, comparado aos limites de composição química (% em massa)

Elementos Químicos	Resultado EDS AA6082			The Aluminum Association AA6082 (% em Massa)
	% em Massa	Erro Absoluto [%] (1 sigma)	Erro Relativo [%] (1 sigma)	
Alumínio (Al)	95.72	4.43	4.63	Aprox. 95.20-97.00
Magnésio (Mg)	0.89	0.05	5.84	0.60-1.20
Silício (Si)	0.07	0.02	23.99	0.70-1.30
Oxigênio (O)	0.78	0.05	5.83	0.05
Total	97.46	-	-	97.75-98.35

Fonte: Autor.

Os resultados acima revelaram que para a liga AA5052-H32, os elementos químicos encontrados em maior percentual em massa condizem com o especificado na *The Aluminum Association* (2018), onde as liga de série 5XXX são compostas basicamente pela matriz Al, em sua grande maioria, e o metal de adição Mg, vide Tabela 7. É importante citar também a necessidade da quantidade apresentada de  $2,79 \pm 0,16\%$  do elemento de adição da liga, Mg, corresponder ao especificado, onde tal quantia representa um valor abaixo dos 5% em massa, limite no qual SCARABOTTO (2018) cita que a estabilidade destas ligas costuma decrescer, particularmente sob influência da temperatura, ocasionando na redução ou perda de características essenciais para sua utilização.

Ainda sobre a liga AA5052-H32, é interessante comentar sobre o percentual de massa encontrado dos elementos nitrogênio e oxigênio, que provavelmente estão relacionados a solução utilizada no ataque metalográfico da amostra. A solução utilizada foi a solução de Keller que possui ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) em sua composição. O também chamado ataque metalográfico foi essencial para obtenção das imagens de microscopia eletrônica de varredura, visto que foi utilizado no intuito de facilitar a visualização das diferentes fases da microestrutura da amostra analisada. ROHDE (2010) ainda complementa que a superfície amostral depois de atacada quimicamente, passa por uma série de transformações eletroquímicas baseadas no processo de óxido-redução, cujo aumento do contraste observado nas imagens do microscópio se deve às diferenças de potencial eletroquímico. Tal fato pode ser percebido para as duas amostras do presente estudo, vide Figuras 11 e 12.

Comentando sobre a liga AA6082-T6, pode ser feita uma análise diferente da liga AA5052-H32 quando se observam os resultados da análise de EDS para tal, vide Tabela 8. Inicialmente, é importante citar que a composição química das ligas de série 6XXX incluem a matriz Al, em sua maioria, juntamente da interação entre os elementos Mg e Si. GONÇALVES (2012) comenta que geralmente as ligas desta série possuem uma proporção de 1.73:1, para Mg e Si respectivamente, sendo necessária para formar o precipitado  $\text{Mg}_2\text{Si}$ , responsável por conferir boas qualidades à liga, visto que tal precipitado é coerente com a matriz Al (formação de zonas de *Guinier e Preston*), o que confere a liga a propriedade de ser tratável termicamente. Desta forma, uma possível explicação para a baixa quantidade do elemento Si encontrada sobre a superfície amostral da liga AA6082-T6, quando comparada ao especificado

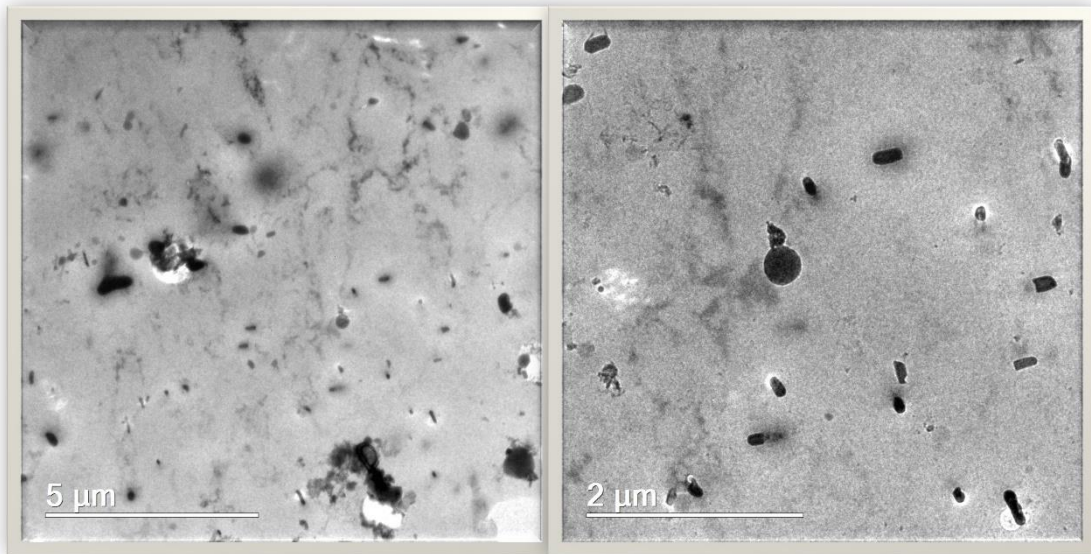
na *The Aluminum Association* (2018), é exatamente esta propriedade dos precipitados de  $Mg_2Si$  de serem coerentes com a matriz Al, ou seja, os mesmos tendem a ser precipitados no interior da estrutura cristalina da liga. Em contrapartida, segundo o *ASM Handbook* (1987), quando os teores de Mg e Si nas ligas 6XXX não são equilibrados (em proporção para formação do precipitado  $Mg_2Si$ ), a suscetibilidade à corrosão intergranular da liga aumenta.

Para complementar, como citado anteriormente para a liga AA5052-H32, o percentual de massa encontrado para o elemento O provavelmente está relacionado a solução de Keller utilizada no ataque metalográfico da amostra.

Na seção a seguir serão apresentadas as imagens obtidas dos ensaios de microscopia eletrônica de transmissão (MET) para contribuir com mais informações sobre as microestruturas das ligas deste estudo.

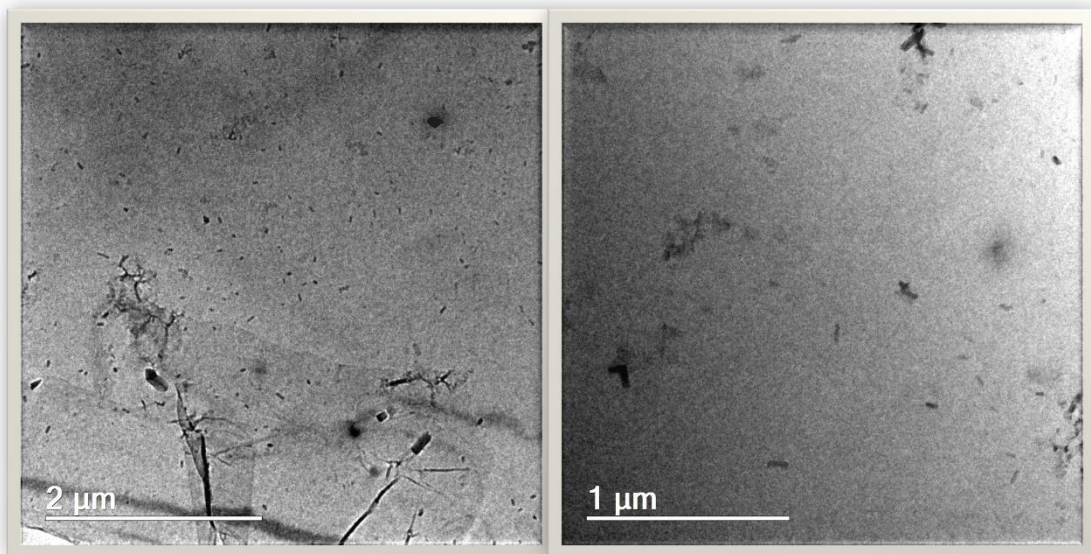
### **5.3 Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)**

As Figuras 14 e 15 apresentam as primeiras imagens obtidas nos ensaios de microscopia eletrônica de transmissão, respectivamente, nas ligas AA5052-H32 e AA6082-T6 em conjunto das escalas de resolução utilizadas e seu preparo foi realizado conforme seção 4.1.3 desta dissertação. O principal objetivo para a realização dos ensaios de microscopia eletrônica de transmissão (MET), em complementação aos resultados discutidos nas seções anteriores, é de que com esta técnica é possível analisar defeitos e fases internas das amostras do material estudado, como discordâncias, defeitos de empilhamento e precipitados, talvez não visualizados claramente nas técnicas citadas anteriormente, MET e MO (PADILHA, 2020). O ensaio de microscopia eletrônica de transmissão foi feito para complementar com novas análises sobre a microestrutura das ligas AA5052-H32 e AA6082-T6, referentes aos precipitados intermetálicos dispersos na matriz Al.



**Figura 14** – Imagens de microscopia eletrônica de transmissão de amostra da liga AA5052-H32.

Fonte: Autor.



**Figura 15** – Imagens de microscopia eletrônica de transmissão de amostra da liga AA6082-T6.

Fonte: Autor.

Inicialmente, conforme já citado nas seções 5.1 e 5.2, analisando os primeiros resultados evidenciados nas Figuras 14 e 15, é possível perceber a presença de diferentes precipitados contrastando com a fase matriz (coloração acinzentada) para ambas as ligas AA5052-H32 (Figura 14) e AA6082-T6 (Figura 15), sendo que avaliando a escala de resolução utilizada nas imagens pode-se inferir que os

resultados apresentados novamente indicam que a liga AA5052-H32 possui em sua microestrutura fases contendo precipitados intermetálicos de dimensões maiores do que os precipitados observados na liga AA6082-T6. A Tabela 9 abaixo corrobora a este argumento por meio da utilização do *software* ImageJ, onde são retratadas informações referentes a uma estimativa entre as áreas de vinte (20) precipitados presentes nas superfícies amostrais das ligas AA5052-H32 e AA6082-T6. As áreas amostrais dos precipitados observados foram estimadas das imagens com escala de 2  $\mu\text{m}$ , das Figuras 14 e 15.

**Tabela 9** – Tabela comparativa entre as áreas amostrais dos precipitados presentes nas superfícies amostrais das ligas AA5052-H32 e AA6082-T6 (MET).

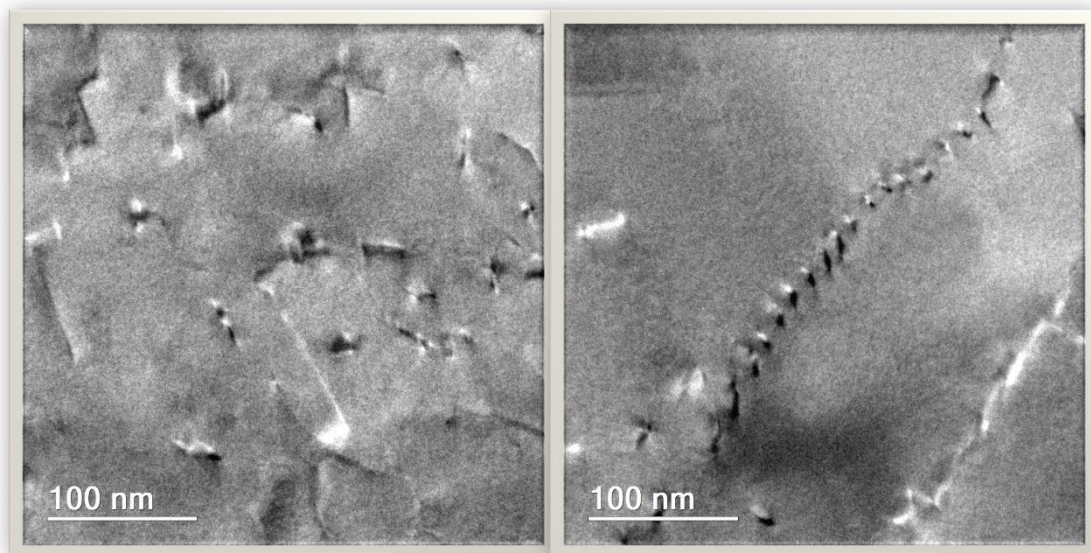
Nº Amostra	Precipitados Amostrais AA5052-H32	Precipitados Amostrais AA6082-T6
	Área ( $\mu\text{m}^2$ )	Área ( $\mu\text{m}^2$ )
1	0.0923	0.0021
2	0.0297	0.0068
3	0.0196	0.0092
4	0.0331	0.0079
5	0.0175	0.0029
6	0.0227	0.0028
7	0.0332	0.0056
8	0.0306	0.0218
9	0.0215	0.0023
10	0.0289	0.0033
11	0.0190	0.0036
12	0.0168	0.0104
13	0.0089	0.0026
14	0.0112	0.0092
15	0.0249	0.0089
16	0.0045	0.0095
17	0.0177	0.0062
18	0.0117	0.0043
19	0.0059	0.0027
20	0.0135	0.0057
<b>MÉDIA</b>	<b>0.0232 <math>\mu\text{m}^2</math></b>	<b>0.0064 <math>\mu\text{m}^2</math></b>
<b>DESVIO-PADRÃO</b>	<b>0.0184 <math>\mu\text{m}^2</math></b>	<b>0.0046 <math>\mu\text{m}^2</math></b>

Fonte: Autor.

Outro ponto de bastante relevância possível de ser analisado através das análises de microscopia eletrônica de transmissão é a avaliação de defeitos nas microestruturas de ligas de alumínio, fator de extrema importância que acrescenta

informações interessantes sobre a microestrutura do material estudado, visto que tais defeitos podem influenciar significativamente em algumas propriedades mecânicas e químicas da liga. Na literatura podem ser observados diversos exemplos que reforçam este argumento, como por exemplo na tese de SILVA (2004) onde é citado que devido ao fato da tenacidade à fratura da matriz ser um parâmetro fixo, ou seja, a resistência do material ser fixa, infere-se que quanto maior for um defeito observado na liga de estudo, menor a força necessária para se propagar a fratura ou trinca, ocasionando posteriormente em uma ruptura do material. É indicado também que o tipo de tratamento realizado na conformação e a complexidade da geometria da peça de alumínio são características que auxiliam a entender os possíveis defeitos que possam surgir na liga, além de auxiliar a classificar o tipo de defeito.

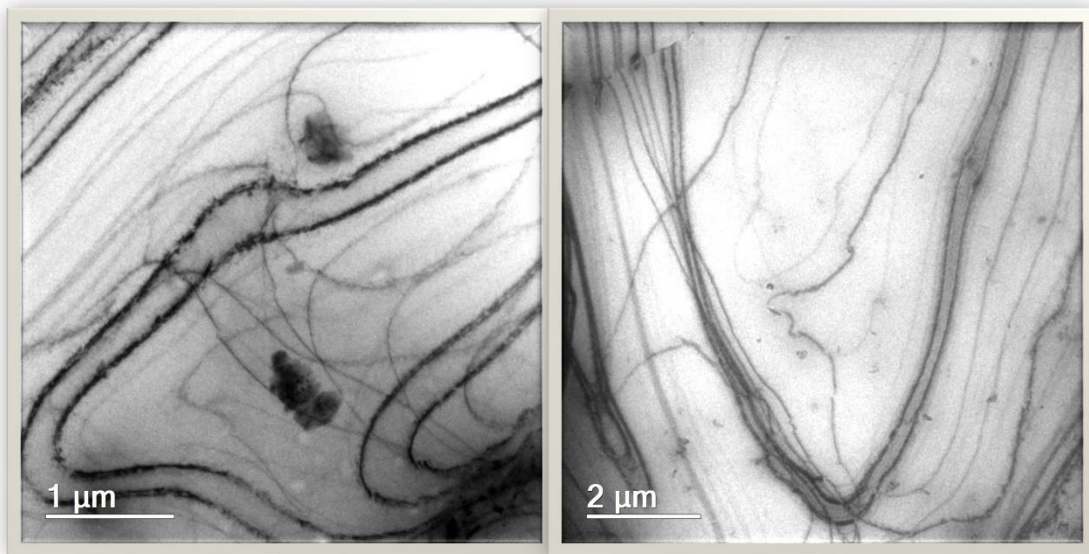
Para o caso do presente estudo, ambas as ligas foram disponibilizadas no formato de folhas ou lâminas de alumínio. A liga AA5052-H32 passou por um processo mecânico de laminação à frio e a liga AA6082-T6 por um processo térmico de extrusão. As Figuras 16 e 17 trazem abaixo resultados de defeitos observados na superfície amostral das ligas AA5052-H32 e AA6082-T6, respectivamente.



**Figura 16** – Apresentação de defeitos encontrados em imagens de microscopia eletrônica de transmissão de amostra da liga AA5082-H32.

Fonte: Autor.





**Figura 17** – Apresentação de defeitos encontrados em imagens de microscopia eletrônica de transmissão de amostra da liga AA6082-T6.  
Fonte: Autor.

Na liga AA5052-H32 podem ser observadas trincas ou ranhuras na superfície da amostra analisada, além de pequenos orifícios (Figura 16). Geralmente, as trincas ou ranhuras nas ligas que passam pelo tratamento mecânico de laminação à frio são geradas em virtude de possíveis marcas nos cilindros do equipamento utilizado no processo, pela presença de impurezas e/ou por conta das tensões que os cilindros ocasionam durante a conformação da peça de alumínio. DIETER (1981; *apud* COSTA, 2015) e ROBERTS (1978; *apud* COSTA, 2015) citam que neste tipo de tratamento mecânico o material é submetido a algumas tensões compressivas altas, em virtude da ação resultante da pressão que os cilindros realizam sob a peça, como por exemplo as tensões cisalhantes superficiais e de tração. No caso do presente estudo, foram observadas estas trincas (Figura 16), inferindo-se que o tratamento de laminação à frio da amostra analisada da liga AA5052-H32 pode ter apresentado algumas falhas em seu processo.

Para a liga AA6082-T6, podem ser observados na Figura 17 riscos mais escuros em contraste com a matriz, que representam variações de espessura da amostra. Este defeito pode ocorrer por conta do tratamento de extrusão que é um tratamento térmico que modifica a geometria do material, através da influência de temperatura e pressão. Para este tipo de defeito, normalmente a superfície vai afinando da borda externa para o centro, conforme direção do tratamento térmico de

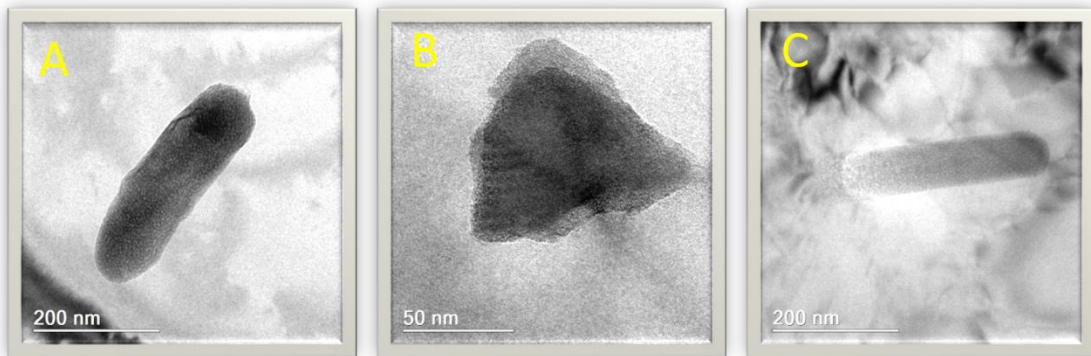
extrusão, ocasionando assim uma diferença de espessura observada na liga de alumínio (Figura 17). SILVA (2004) informa que devido às propriedades reológicas do estado semissólido em virtude da influência da temperatura no tratamento térmico, a quantidade de defeitos pode ser reduzida neste caso, visto a boa fluidez do material na matriz.

Trazendo uma visão sobre as fases de precipitados intermetálicos presentes nas amostras das ligas deste estudo, conforme mencionado na seção 5.2, WANG *et al.* (2015) relatam que para a liga AA5052-H32, geralmente é possível observar quatro tipos de fases mais comuns, sendo elas, a matriz Al, e os precipitados  $Mg_2Al_3$ ,  $Mg_2Si$  e  $Al_3Fe$ . Já para a liga AA6082-T6, DONATUS *et al.* (2015) citam que as fases mais comuns presentes nesta liga são a matriz Al e os precipitados Al-Fe-Mn-Si e  $Mg_2Si$ .

Comparando e avaliando resultados dos precipitados presentes nestas ligas, em imagens de microscopia eletrônica de transmissão de estudos encontrados na literatura, como por exemplo os artigos de WANG *et al.* (2015) e DONATUS *et al.* (2015), foi possível observar alguns dos precipitados citados anteriormente e as Figuras 18 e 19 apresentam alguns destes tipos de fases intermetálicas mais comuns nas ligas AA5082-H32 e AA6082-T6. São eles: Figura 18A –  $Mg_2Si$ ; Figura 18C –  $Mg_2Al_3$ ; Figura 19A – Al-Fe-Mn-Si. As demais imagens presentes nestas figuras apresentam outras fases de particulados intermetálicos também encontrados nestas ligas.

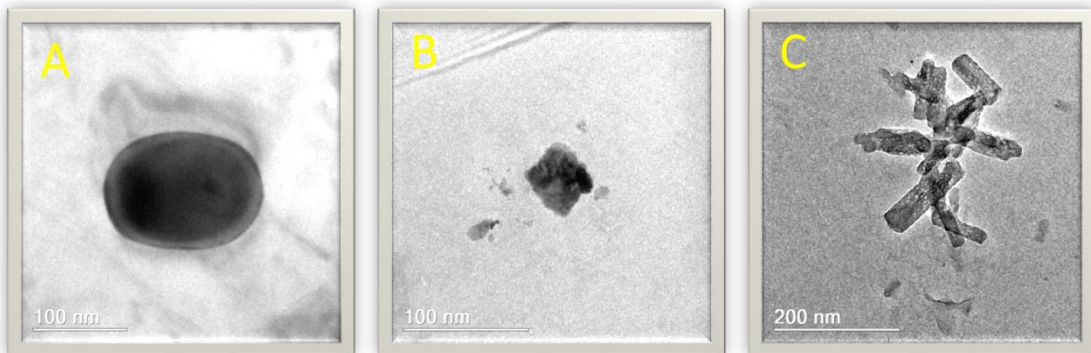
Para embasar este argumento, segundo DONATUS *et al.* (2015), para a liga AA5052-H32 a fase  $Mg_3Al_2$ , segunda mais abundante depois da matriz Al, é representada pelos precipitados mais claros em contraste com a matriz e os precipitados intermetálicos mais escuros são as fases  $Mg_2Si$ , sendo ela a terceira fase mais abundante. Ambas as fases possuem o formato de bastonetes. Já para a liga AA6082-T6, a fase Al-Fe-Mn-Si é a maior em escala de tamanho e a segunda mais abundante, depois da matriz Al, sendo representada por precipitados mais brilhantes e de formato poligonal. Já os precipitados mais escuros compõem a fase  $Mg_2Si$ , todavia, diferentemente da liga AA5052-H32, são fases em rede e em formato de agulha.





**Figura 18** – Exemplos de precipitados encontrados nas imagens de microscopia eletrônica de transmissão de amostra da liga AA5052-H32.

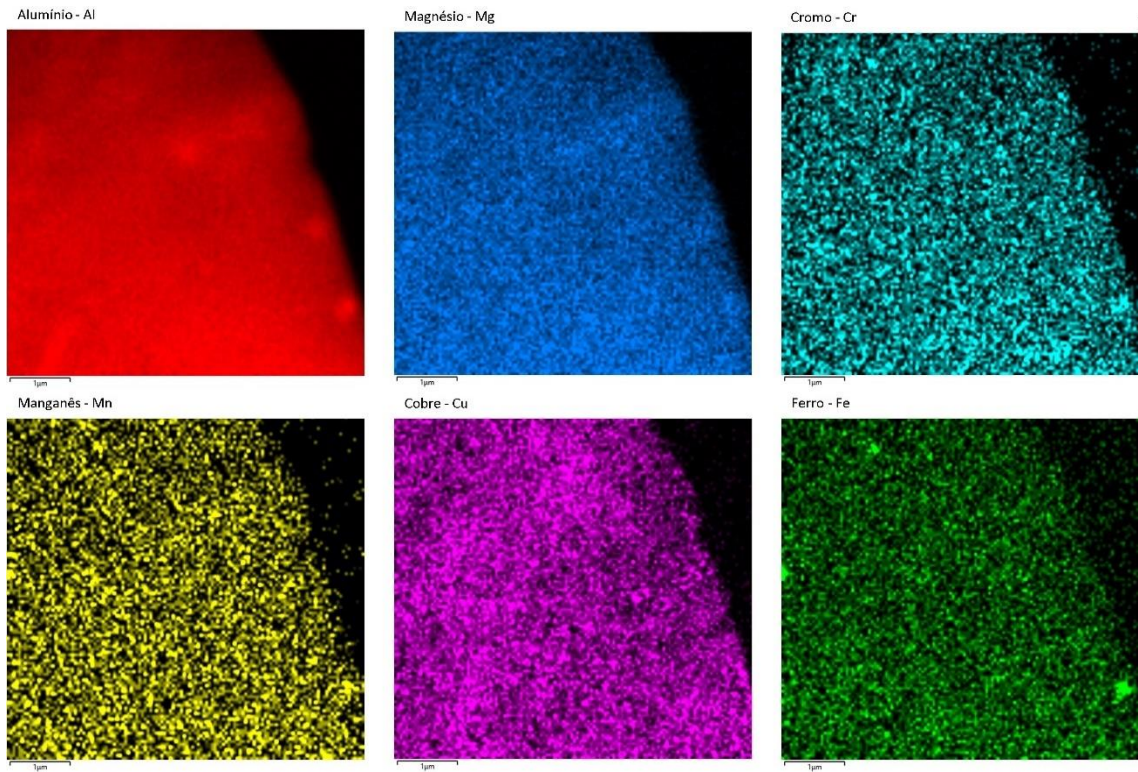
Fonte: Autor.



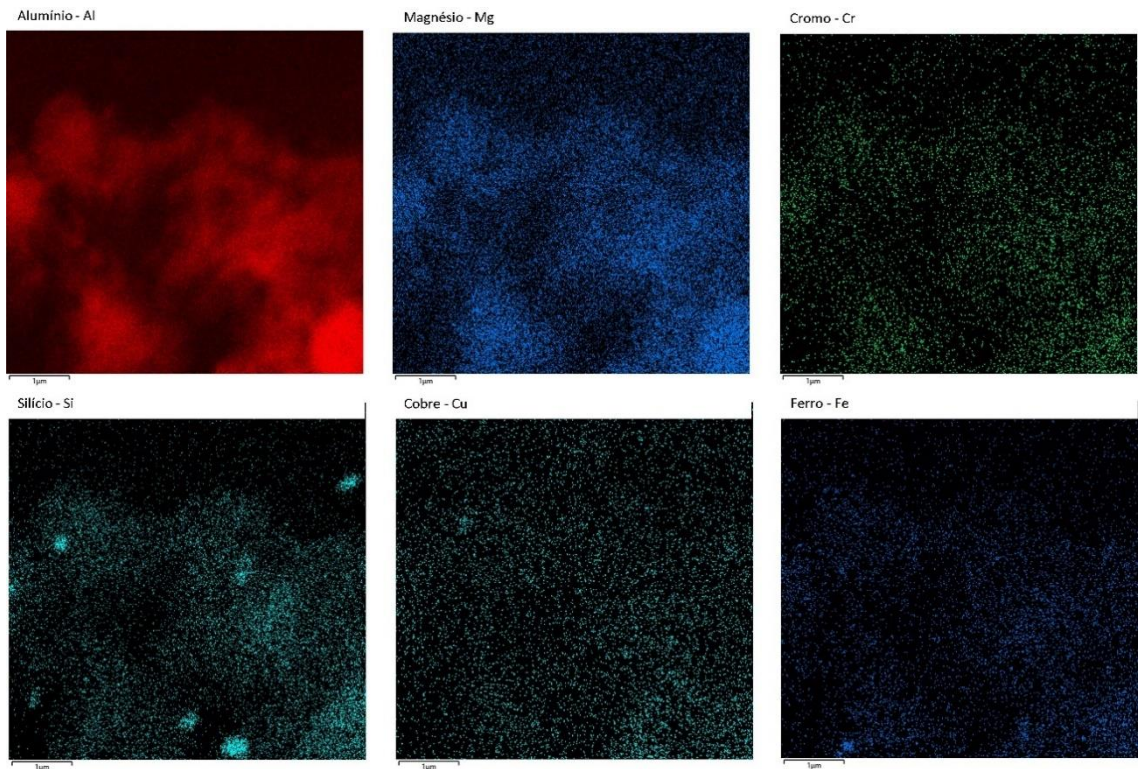
**Figura 19** – Exemplos de precipitados encontrados nas imagens de microscopia eletrônica de transmissão de amostra da liga AA6082-T6.

Fonte: Autor.

Nos resultados dos ensaios de MET realizados não foi possível observar todas as fases intermetálicas citadas na literatura como as mais comuns de serem encontradas, todavia para tal, foram realizados mapeamentos químicos em diferentes regiões da superfície amostral das ligas do presente estudo, para complementar estas análises. Seus resultados estão apresentados nas Figuras 20, 21 e 22 para a liga AA5052-H32 e nas Figuras 23, 24 e 25 para a liga AA6082-T6. O principal objetivo da realização do mapeamento químico foi avaliar como estão distribuídos na superfície amostral os principais elementos químicos de cada liga, segundo as especificações citadas no documento *Teal Sheets* publicado pela *The Aluminum Association* (2018), vide Tabela 4. Com o auxílio desta técnica foi possível acrescentar algumas observações sobre os precipitados de cada uma destas ligas.

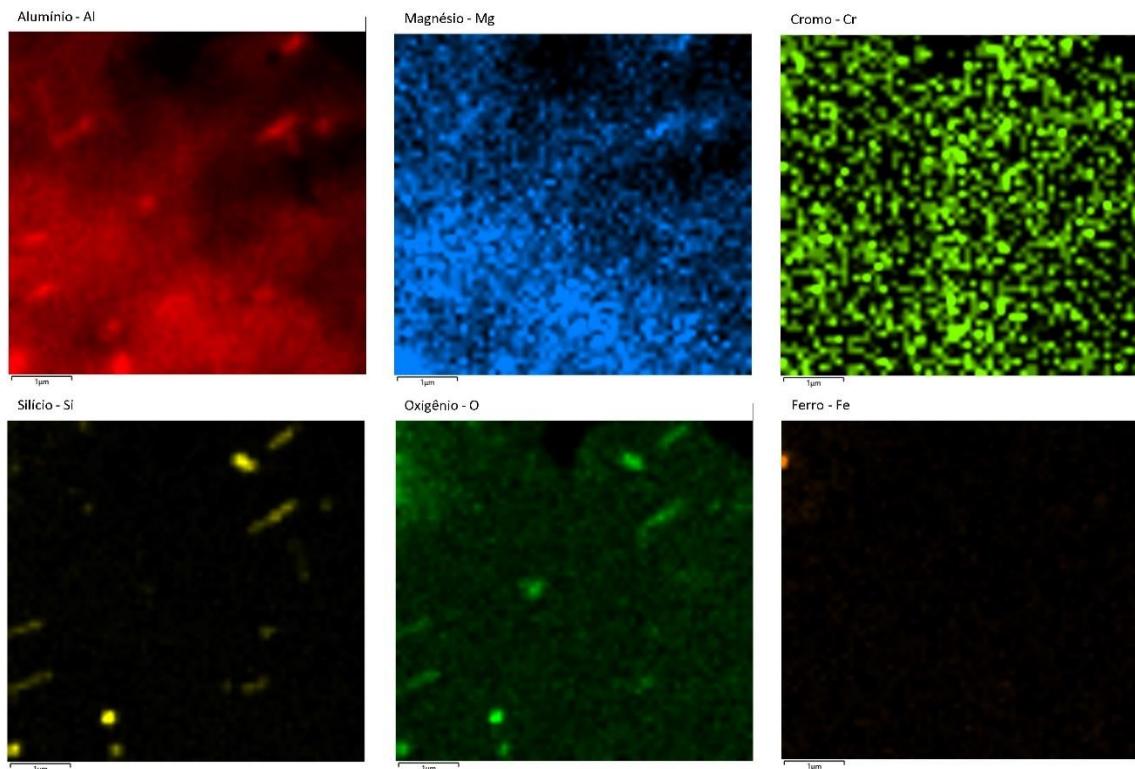


**Figura 20** – Mapa químico realizado em microscópio eletrônico de transmissão de amostra da liga AA5052-H32 – Parte 1. Fonte: Autor.



**Figura 21** – Mapa químico realizado em microscópio eletrônico de transmissão de amostra da liga AA5052-H32 – Parte 2. Fonte: Autor.





**Figura 22** – Mapa químico realizado em microscópio eletrônico de transmissão de amostra da liga AA5052-H32 – Parte 3.

Fonte: Autor.

Conforme citado anteriormente, as Figuras 20, 21 e 22 e as Figuras 23, 24 e 25 apresentam os resultados de mapeamentos químicos da superfície das amostras analisadas das ligas AA5052-H32 e AA6082-T6, respectivamente. Os ensaios foram realizados no mesmo microscópio eletrônico de transmissão do ensaio de MET e com uma escala de 1µm. A escolha dos elementos químicos demonstrados em cada figura apresentada foi feita baseada na especificação técnica de cada liga, vide Tabela 4, além dos elementos químicos que compõem os precipitados mais comuns descritos na literatura. Avaliando estas figuras foi possível realizar algumas considerações a respeito dos precipitados.

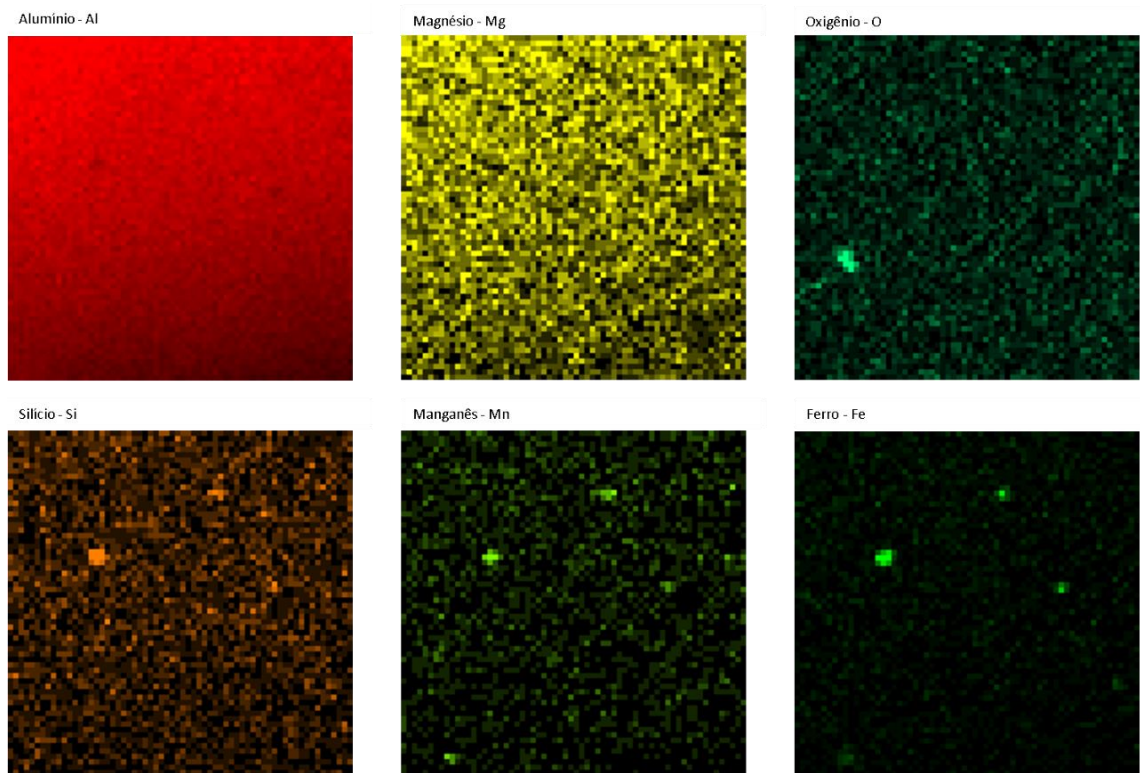
Para a liga AA5052-H32 como esperado, é possível constatar nas Figuras 20, 21 e 22 a vasta presença do elemento químico Mg e como ele está bem distribuído homogeneamente por toda a superfície amostral analisada. É importante frisar que em razão do Mg ser o principal elemento químico das ligas de série 5XXX e aquele que apresenta o maior percentual de composição química, após a matriz Al, é esperado que ele componha as fases dos precipitados intermetálicos mais comuns de

serem encontrados nas ligas desta série. Avaliando as imagens apresentadas nas Figuras 20, 21 e 22, em virtude do elemento Mg estar bem disperso na matriz Al, pode ser inferido que a escala de 1µm utilizada no ensaio de mapeamento químico não foi a adequada para possibilitar observar com clareza os precipitados  $Mg_2Al_3$  e  $Mg_2Si$ , apesar de serem percebidos vide Figura 18. Para este caso em específico, a utilização de uma escala menor (nanométrica) poderia ser mais eficaz para o ensaio realizado nesta liga. Em complemento, vide Figuras 21 e 22, é possível identificar fases intermetálicas compostas pelos elementos químicos Si e O.

Já para a liga AA6082-T6 como esperado, os elementos químicos Mg e Si apresentaram uma boa distribuição pela superfície amostral analisada, explicado pela composição química das ligas de série 6XXX. Para esta liga específica, o elemento Mn também possui um percentual de composição alto quando equiparado com os demais elementos e este ponto também pode ser observado nas Figuras 23, 24 e 25. Em adição, conforme mencionado anteriormente e na literatura, nas Figuras 24 e 25 foi possível constatar a presença da fase intermetálica composta pelo precipitado Al-Fe-Mn-Si, fase esta sendo a mais comum de estar presente na liga AA6082-T6. Referente ao precipitado  $Mg_2Si$ , a mesma análise realizada para a liga AA5052-H32 pode ser atribuída para a liga AA6082-T6 vide que o elemento Mg está também bem disperso na matriz.

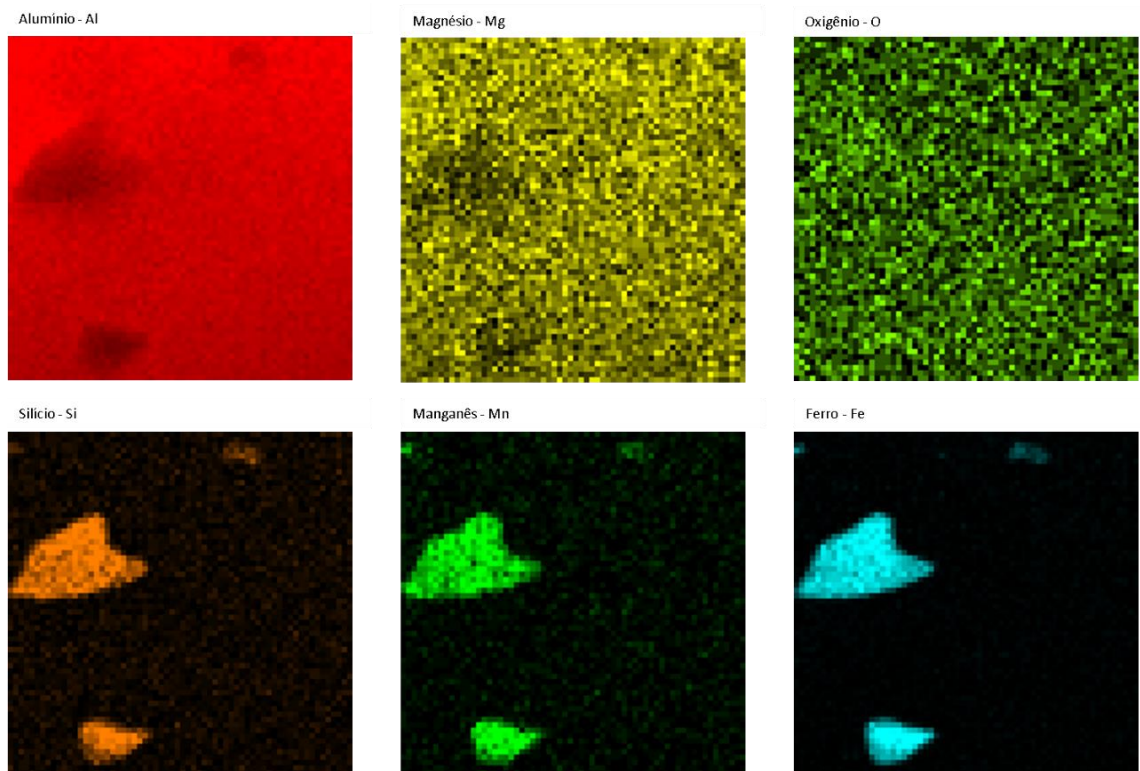
Um ponto que chamou a atenção no ensaio de mapeamento químico das ligas AA5052-H32 e AA6082-T6 foi a presença considerável do elemento químico O. Sua presença é devida à oxidação da superfície exposta da liga quando se encontra distribuído homogeneamente nas ligas, entretanto, pode estar relacionada ao óxido quando concentrado preferencialmente em alguns locais. Sua presença provavelmente está relacionada à solução utilizada no preparo das amostras para análise de microscopia eletrônica de transmissão. A etapa de polimento eletrolítico das amostras é uma etapa importante no preparo das amostras para MET, visto que com o auxílio de uma solução, o polimento é realizado para obtenção de uma superfície mais espelhada, removendo assim principalmente os riscos da superfície amostral e facilitando a visualização das imagens no microscópio. Para o polimento eletrolítico realizado nas amostras do presente estudo, a composição química da solução utilizada continha ácido nítrico ( $HNO_3$ ) e Metanol ( $CH_3OH$ ). Em adição, como citado anteriormente no item 5.2, ROHDE (2010) complementa que a superfície

amostral sofre uma série de transformações eletroquímicas baseadas no processo de óxido-redução, por conta da solução utilizada no preparo da amostra, cujo aumento do contraste observado nas imagens do microscópio se deve às diferenças de potencial eletroquímico.



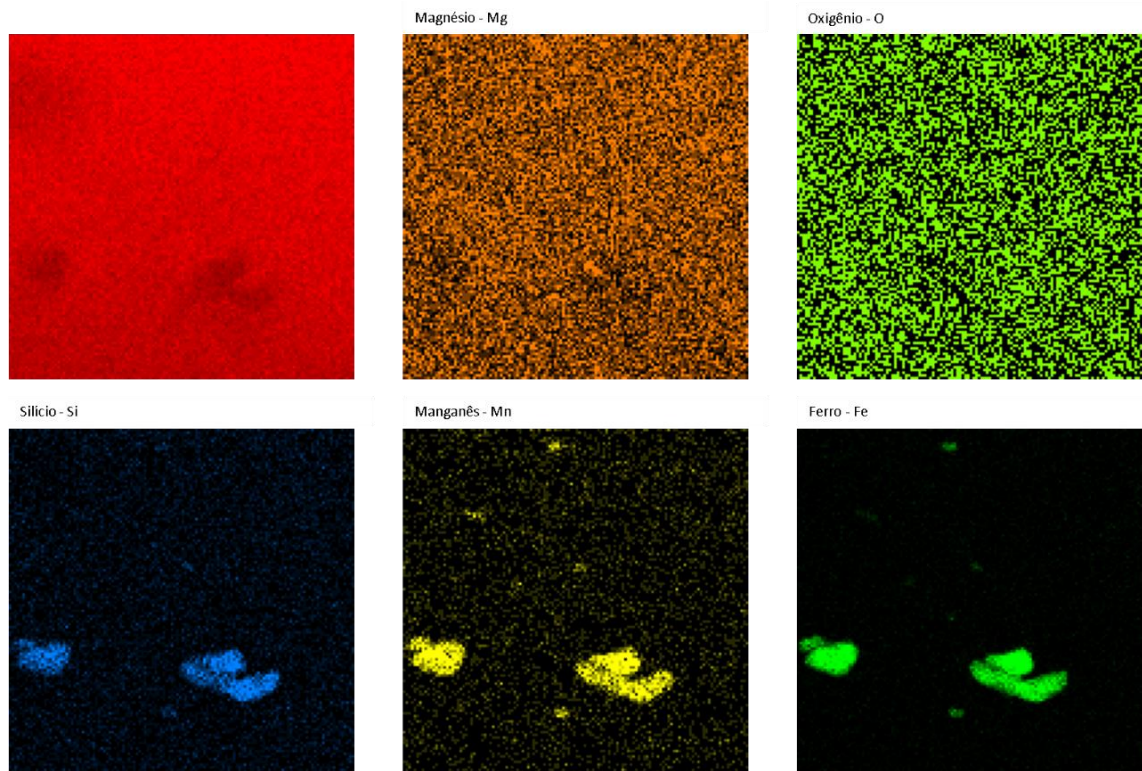
**Figura 23** – Mapa químico realizado em microscópio eletrônico de transmissão de amostra da liga AA6082-T6 – Parte 1.

Fonte: Autor.



**Figura 24** – Mapa químico realizado em microscópio eletrônico de transmissão de amostra da liga AA6082-T6 – Parte 2. Fonte: Autor.





**Figura 25** – Mapa químico realizado em microscópio eletrônico de transmissão de amostra da liga AA6082-T6 – Parte 3. Fonte: Autor.

## 6. CONCLUSÃO

Através dos resultados dos ensaios realizados neste trabalho foi possível analisar as principais diferenças que possam ser encontradas nas microestruturas dos metais bases das ligas AA5052-H32 e AA6082-T6.

Em síntese, os resultados dos ensaios de caracterização microestrutural demonstraram que, no geral, as partículas intermetálicas observadas na superfície amostral da liga AA5052-H32 apresentaram áreas superficiais maiores e bem mais heterogêneas do que as partículas intermetálicas da liga AA6082-T6, vide tabela abaixo. A liga AA5052-H32 apresentou área média dos precipitados de  $30.53 \mu\text{m}^2 \pm 25.52 \mu\text{m}^2$  e a liga AA6082-T6 apresentou uma área média das inclusões de  $6.37 \mu\text{m}^2 \pm 2.42 \mu\text{m}^2$  calculada a partir das micrografias de microscopia eletrônica de varredura. O tamanho do precipitado é um fator importante de ser avaliado, visto que propriedades mecânicas e químicas importantes do material (como a dureza e a resistência a corrosão) estão diretamente vinculadas a este parâmetro. No geral, o tipo de tratamento das duas ligas, mecânico (AA5082-H32) e térmico (AA6082-T6), também auxilia a entender esta diferença dos tamanhos dos precipitados observados.

**Tabela 10** – Tabela comparativa dos resultados realizados no ImageJ entre os ensaios de caracterização microestrutural do estudo.

PARÂMETRO	MO		MEV		MET	
	Dendritas Amostrais AA5052-H32	Dendritas Amostrais AA6082-T6	Precipitados Amostrais AA5052-H32	Precipitados Amostrais AA6082-T6	Precipitados Amostrais AA5052-H32	Precipitados Amostrais AA6082-T6
	Área ( $\mu\text{m}^2$ )	Área ( $\mu\text{m}^2$ )	Área ( $\mu\text{m}^2$ )	Área ( $\mu\text{m}^2$ )	Área ( $\mu\text{m}^2$ )	Área ( $\mu\text{m}^2$ )
<b>MÉDIA</b>	54.55 $\mu\text{m}^2$	9.67 $\mu\text{m}^2$	30.53 $\mu\text{m}^2$	6.37 $\mu\text{m}^2$	0.0232 $\mu\text{m}^2$	0.0064 $\mu\text{m}^2$
<b>DESVIO-PADRÃO</b>	19.14 $\mu\text{m}^2$	2.68 $\mu\text{m}^2$	25.52 $\mu\text{m}^2$	2.42 $\mu\text{m}^2$	0.0184 $\mu\text{m}^2$	0.0046 $\mu\text{m}^2$

Fonte: Autor.

Em adição, com o ensaio de microscopia eletrônica de transmissão foram observados defeitos característicos de cada processo de conformação nas ligas deste estudo. A liga AA5052-H32, que passou por um processo mecânico de laminação à frio, apresentou ranhuras/trincas características deste tratamento. Já a liga AA6082-T6, que passou por um processo térmico de extrusão, apresentou variações de



espessuras na amostra analisada, característica inerente ao tratamento utilizado. A liga AA5052-H32 apresentou área média dos precipitados de  $0.0232 \mu\text{m}^2 \pm 0.0184 \mu\text{m}^2$  e a liga AA6082-T6 apresentou uma área média das inclusões de  $0.0064 \mu\text{m}^2 \pm 0.0046 \mu\text{m}^2$  calculada a partir das micrografias de microscopia eletrônica de transmissão.

As fases  $\text{Mg}_2\text{Si}$  e  $\text{Mg}_2\text{Al}_3$  em forma de bastonete foram identificadas na liga AA5052-H32 por meio de microscopia eletrônica de transmissão. Na liga AA6082-T6 foram identificadas inclusões de Al-Fe-Mn-Si de forma poligonal que ficou ainda mais evidente no mapeamento química da superfície da liga. A fase  $\text{Mg}_2\text{Si}$  foi observada em morfologia de rede e agulha.

Para as duas ligas, através do ensaio de mapeamento químico foi possível inferir que a escala de  $1 \mu\text{m}$  utilizada pode não ter sido a adequada para possibilitar observar com clareza os precipitados contendo Mg em sua composição, como por exemplo  $\text{Mg}_2\text{Al}_3$  e  $\text{Mg}_2\text{Si}$ . Para este caso em específico, a utilização de uma escala menor (nanométrica) poderia ser mais eficaz, visto que o Mg se apresentou bastante disperso sobre a matriz nas duas ligas. Em complemento, algo que chamou a atenção para as duas ligas AA5052-H32 e AA6082-T6 foi a presença considerável do elemento químico oxigênio, que é devido à oxidação da superfície exposta da liga quando se encontra distribuído homogeneamente nas ligas. Pode também estar relacionado ao óxido quando concentrado preferencialmente em alguns locais.

## 7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Nesta seção serão abordadas sugestões para possíveis trabalhos futuros para pesquisa relacionada as ligas de alumínio comumente utilizadas no setor agrícola, e com o objetivo principal de aumentar o tempo de vida útil dos equipamentos deste setor.

Um ponto bastante importante e não comentado de maneira abrangente nesta dissertação se remete ao estudo de tratamentos de superfície para minimizar o processo de corrosão sofrido pela liga. Atualmente, o processo de anodização vêm sendo bastante utilizado por ser um tratamento de superfície eficiente e mais econômico, quando comparado a outros tratamentos existentes. Entretanto, diversas técnicas de anodização utilizadas nas indústrias na atualidade geram resíduos tóxicos pelo emprego de íons de cromo hexavalente. O desafio é propor uma técnica de anodização utilizando tecnologia verde, ou seja, que não gere resíduo tóxico ao meio ambiente, e ao mesmo tempo condizente às ligas utilizadas no setor agrícola, que possa minimizar ao máximo os processos corrosivos em tais ligas.

Por fim, outro ponto interessante de ser citado, que também não foi tema principal desta pesquisa, seria a interação entre as ligas das séries 5XXX e 6XXX, como metais dissimilares. O estudo das propriedades mecânicas e químicas das juntas soldadas destas ligas é um tema de pesquisa a ser desenvolvido. Um outro desafio seria o estudo da anodização das ligas soldadas.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABAL: Associação Brasileira do Alumínio. 2022a. Disponível em: <<http://abal.org.br/aluminio/vantagens-do-aluminio/#accordion1>>  
Acesso em: 11 de maio de 2022.

ABAL: Associação Brasileira do Alumínio. 2022b. Disponível em: <<http://abal.org.br/aluminio/caracteristicas-quimicas-e-fisicas/>>  
Acesso em: 19 de maio de 2022.

ABAL: Associação Brasileira do Alumínio. Fundamentos e aplicações do alumínio. São Paulo: ABAL. 2ª ed. 68 p. 2007.

ABNT NBR ISO 209. (14 de agosto de 2010). Alumínio e suas ligas – Composição química. p. 8.

ABREU, C. P. de. Caracterização da reatividade das ligas alumínio AA2024-T3 e AA7475-T651 soldadas por fricção (FSW). 181 p. **Tese (Doutorado em Ciências)**. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN). São Paulo/SP. 2016.

AGOSTINHO, S. M. L.; JAIMES, R. F. V. V.; BARBOSA, L. G. N. O que se pode aprender a partir de medidas de potencial de circuito aberto? 12 p. INTERCORR 2010 – Abraco. Fortaleza/CE. 2010.

ALMEIDA, D. T. de. Análise Microestrutural e avaliação mecânica de juntas soldadas por fricção e mistura mecânica (FSW) da liga de alumínio 5182-O. 120 p. **Dissertação (Mestrado em Engenharia)**. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre/RS. 2015.

ARAUJO, J. V. de S.; SILVA, R. M. P. da; VIVEIROS, B. V.; MILAGRE, M. X.; MACHADO, C. de S. C.; COSTA, I. Compreendendo os mecanismos de corrosão de

ligas de Al-Cu-Li: uma investigação através de técnicas eletroquímicas globais e locais. *Revista Química Nova*, Vol. 45, nº 6, p. 680-689. 2022.

ARAUJO, J. V. de S.; SILVA, R. M. P. da; VIVEIROS, B. V.; MILAGRE, M. X.; MACHADO, C. de S. C.; COSTA, I. Mecanismo de evolução do hidrogênio durante a corrosão da liga 2198-T8 em meio contendo cloreto: uma abordagem eletroquímica. *Revista Química Nova*, Vol. 43, nº 8, p. 1058-1065, 2020.

ARAUJO, J. V. de S.; SILVA, R. M. P. da; KLUMPP, R. E.; COSTA, I. O processo de anodização do alumínio e suas ligas: uma abordagem histórica e eletroquímica. *Revista Química Nova*, Vol. 44, nº 8, p. 999-1011. 2021.

*ASM Handbook – Corrosion. ASM International Handbook Comitee. Volume 13. p. 3455. 1987.*

ASSIS, C. M. de. Estudo do Comportamento de Corrosão de Ligas de Alumínio Soldadas por Fricção (FSW) utilizando Técnicas Eletroquímicas Globais e Locais. 165 p. **Tese (Doutorado em Ciências)**. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo/SP. 2017.

*ASTM: American Society for Testing Materials. Standard Specification for Aluminum and Aluminum-Alloy Sheet and Plate. 42 p. Designation: B209/B209M – 21a. 2021.*  
*BARDAL, E. Corrosion and protection. London: Springer. 1933.*

BATISTA, K. B. Caracterização de superfícies de aços galvanizados utilizando a técnica de espectrometria de impedância eletroquímica. 106 p. **Dissertação (Mestrado)**. Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte/MG. 2013.

*BRAMFITT, B. L.; LAWRENCE, S. J. Metallography and Microstructures of Carbon and Low-Alloy Steels. ASM Handbook - Metallography and Microstructures. Ohio: ASM International, 2004, v.9, p.608-627.*

*BRAUN, R. On the stress corrosion cracking behaviour of 6XXX series aluminium alloys. International journal of materials research. V. 101, n. 5, p. 657-668. 2010.*

BUGARIN, A. de F. S. Estudo da Resistência à Corrosão das Ligas de Alumínio 2024-T3 e 7475-T651 Soldadas por Fricção e Mistura (FSW). 119 p. **Dissertação (Mestrado em Ciências na área de Tecnologia Nuclear – Materiais)**. IPEN – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares. São Paulo/SP. 2017.

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. Ciência e Engenharia dos Materiais – Uma Introdução. 9ª edição. 910 p. LTC – Livros Técnicos e Científicos Editoria LTDA. Rio de Janeiro/RJ. 2016.

*CAMPESTRINI, P. Microstructure-related quality of conversion coating on aluminum alloys. 255 p. TuDelft, Holanda. 2002.*

CAPELARI, T. V. Avaliação da Geometria de Ferramenta e Parâmetros do Processo FSW na Soldagem da Liga de Alumínio AA 5052. 2006. 69 p. **Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica)**. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre/RS. 2006.

CAPELARI, T. V.; MAZZAFERRO, J. A. E. Avaliação da Geometria de Ferramenta e Parâmetros do Processo FSW na Soldagem da Liga de Alumínio AA5052. Soldagem Insp. São Paulo, Vol. 14, nº 3, p. 215-227, Jul/Set 2009.

CARDOSO, C. Caracterização microestrutural e mecânica da liga de alumínio AA8011 comercial soldada pelos processos de TIG e LASER visando o estudo dos mecanismos envolvidos. 2021. 150 p. **Tese (Doutorado em Tecnologia Nuclear)**, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN/SP, São Paulo.

CARVALHO, L. A. de; ANDRADE, A. R. de; BUENO, P. R. Espectroscopia de impedância eletroquímica aplicada ao estudo das reações heterogêneas em ânodos dimensionalmente estáveis. Química Nova. Vol. 29, No. 4, p. 796-804. 2006.

COSTA, A. F. Estudo do mecanismo de formação de lascamento em cilindros primeiro intermediários utilizados em laminadores sendzimir. 94 p. **Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas)**. Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte/MG. 2015.

COUTINHO, M. M. Correlação entre as propriedades mecânicas e microestruturais da liga AL 0,4% NB em diferentes condições de solidificação. 89 p. **Dissertação (Mestrado em Integridade de Materiais da Engenharia)**. Universidade de Brasília. Brasília/DF. 2018.

*DAVIS, J. R. ASM Handbook. v.2: Properties and Selection – Nonferrous alloys and Special-Purpose materials. Ohio: ASM International. 1328 p. 1990.*

*DAVIS, J. R. Aluminum and aluminum alloys. Materials Park, Ohio: ASM International, 784 p. 1993.*

*DAVIS, J. R. Corrosion of aluminum and aluminum alloys. ASM International Materials Park, OH, 313 p. ISBN: 0871706296. 1999.*

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. Microscopia Eletrônica de Varredura: Aplicações e preparação de amostras. Materiais poliméricos, metálicos e semicondutores. 60 p. EDIPUCRS. Edição do Centro de Microscopia Eletrônica e Microanálise (CEEM) do IDEA-PUCRS. Porto Alegre/RS. 2007.

DIETER, G. E. Metalurgia Mecânica. 660 p. 2ª ed. Ed. Guanabara Dois. Rio de Janeiro/RJ. 1981.

*DONATUS, U.; THOMPSON, G. E.; ZHOU, X.; WANG, J.; CASSELL, A.; BEAMISH, K. Corrosion susceptibility of dissimilar friction stir welds of AA5083 and AA6082 alloys. Materials Characterization. p. 85-97. v. 107. 2015.*

DONATUS, U.; THOMPSON, G. E.; ZHOU, X.; ALIAS, J.; TSAI, I. -L. *Grain distinct stratified nanolayers in aluminium alloys. Materials Chemistry and Physics. p. 109-114. v. 188. 2017a.*

DONATUS, U.; THOMPSON, G. E.; OMOTOYINBO, J. A.; ALANEME, K. K.; ARIBO, S.; AGBABIKA, O. G. *Corrosion pathways in aluminium alloys. Transactions of Nonferrous Metals Society of China 27. p. 55-62. 2017b.*

FAVRE, M.; LANDOLT, D. *The influence of gallic acid on the reduction of rust on painted steel surfaces, Corrosion Sci, v. 34, p. 1481. 1993.*

FERRARI, J. V. Estudo da corrosão localizada da liga de alumínio 7475-T761 por espectroscopia de impedância eletroquímica global e local em meio de sulfato de sódio. 209 p. **Tese (Doutorado em Engenharia Química)**. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo/SP. 2011.

FERREIRA, T.; RASBAND, W. *Image J User Guide. FIJI 1.46. Revised Edition. 198 p. 2012.*

FRANKEL, G. S. *Pitting corrosion of metals a review of the critical factors. Journal of the Electrochemical Society, v. 145. p. 2186-2198. 1998.*

FUKUGAUCHI, C. S. Metodologia para caracterização metalográfica de um aço trip por microscopia óptica. 123 p. **Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica)**. Faculdade de Engenharia do Campus Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista. Guaratinguetá/SP. 2010.

GEMELLI, E. *Corrosão de materiais metálicos e sua caracterização. 1 ed. 200 p. LTC – Livros Técnicos e Científicos. Rio de Janeiro/RJ. 2001.*

GENTIL, V. *Corrosão. 3ª ed. 345 p. LTC – Livros Técnicos e Científicos. Rio de Janeiro/RJ. 1996.*

GONÇALVES, R. A. Investigação da usinabilidade das ligas de alumínio de série 6XXX. 124 p. **Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica)**. Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia/MG. 2012.

GUPTA, A. K.; PRASAD, B. K.; PAJNOO, R. K.; DAS, S. *Effects of T6 heat treatment on mechanical, abrasive and erosive-corrosive wear properties of eutectic Al-Si alloy. Transactions of Nonferrous Metals Society of China. Science Direct. Elsevier. v. 22. p. 1041-1050. 2012.*

JOUTSENVAAARA, J.; VIERALÄ, R. *Future Materials in Agricultural Construction. 34 p. Publications of Kemi-Tornio University of Applied Science. Serie B. Reports 14/2013.*

JÚNIOR, P. A. de M. O comportamento da corrosão sob tensão da liga 7075-T6 para futuras utilizações em projetos mecânicos. 90 p. **Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica)**. Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais (PUCMG). Belo Horizonte/MG. 2010.

KAWAI, S.; *Anodizing and Coloring of Aluminum Alloys. 1ª ed. Finishing Publications: Michigan. 159 p. 2002.*

KRAWIEC, H.; SZKLARZ, Z.; VIGNAL, V. *Influence of applied strain on the microstructural corrosion of AlMg<sub>2</sub> as-cast aluminium alloy in sodium chloride solution. Corrosion Science. V. 65. p 387-396. 2012.*

LAMAKA, S. V.; SOUTO, R. M.; FERREIRA, M. G. S. *In-situ visualization of local corrosion by scanning ion-selective electrode technique (SIET). Microscopy: Science, Technology, Applications and Education, v. 3, n. 4, p. 2162-2173, 2010.*

LEE, W.; PARK, S. *Porous Anodic Aluminum Oxide: Anodization and Templated Synthesis of Functional Nanostructures. Chemical Reviews, v. 114, n. 15, p. 7487–7556. 2014.*



LI, X.; ZHANG, Q.; GUO, Z.; YU, J.; TANG, M.; HUANG, X. *Low-cost and large-scale fabrication of a superhydrophobic 5052 aluminum alloy surface with enhanced corrosion resistance. Royal Society of Chemistry. V. 5. p. 29639-29646. 2015.*

LIMA, E. P. R. Estudo da cinética de recristalização da liga de alumínio AA8011 na condição H18. 92 p. **Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica)**, Universidade Federal de Pernambuco. Recife/PB. 2002.

LIMA, H. R. M.; SILVA, L. M. da; SOUZA, P. P. de; SANTOS, J. S. dos; NASCIMENTO, N. R. do; MEDEIROS, S. R. A. de; RODRIGUES, R. de A.; NETO, J. C. de M. Efeito de Diferentes Tratamentos Térmicos na Microestrutura e Propriedades Mecânicas de Ligas Al-Si Fundidas por Gravidade. *Brazilian Journal of Development. v. 6, n. 4, p. 18681-18696. Curitiba/PR. 2020.*

MACHADO, C. de S. C. Estudo da corrosão localizada da liga de alumínio 2198-T8 soldada por fricção e mistura. 163 p. **Tese (Doutorado em Ciências na área de Tecnologia Nuclear – Materiais)**. IPEN-CNEN/SP – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares. São Paulo/SP. 2019.

MARCO, C. G. de. Caracterização de propriedades de uma junta soldada em liga de alumínio AA5083. 85 p. **Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica)**. Universidade de Passo Fundo. Passo Fundo/RS. 2014.

MELO, M. L. N. M.; RIZZO, E. M. S.; SANTOS, R. G. *Predicting dendrite arm spacing and their effect on microporosity formation in directionally solidified Al-Cu alloy. Journal of Materials Science. v. 40, p. 1599–1609, 2005.*

MOREIRA, E. F. Influência do pré-tratamento na ação anticorrosiva de revestimentos híbridos de sol-gel aplicados na liga EN AW-6063. 130 p. **Dissertação (Mestrado em Química Tecnológica)**. Universidade de Lisboa. Lisboa/Portugal. 2012.

MORETO, J. A. Estudo da corrosão e corrosão-fadiga em ligas de Al e Al-Li de alta resistência para aplicação aeronáutica. 198 p. **Tese (Doutorado em Ciência e**

**Engenharia de Materiais).** Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo. São Carlos/SP. 2012.

OSÓRIO, W. R.; PEIXOTO, L. C.; GARCIA, A. Efeitos da agitação mecânica e de adição de refinador de grão na microestrutura e propriedade mecânica de fundidos da liga Al-Sn. *Revista Matéria*. v. 14, n. 3, p. 906-917. Campinas/SP. 2009.

PADILHA, A. F. *Microscopia Eletrônica de Transmissão*. 13 p. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EPUSP. Porto Alegre/RS. 2020.

PANOSSIAN, Z. *Corrosão e proteção contra corrosão em equipamentos e estruturas metálicas*. 280 p. 2 v. São Paulo: IPT. 1993.

PANOSSIAN, Z.; SANTOS, C. A. L. dos; CARDOSO, J. L.; SILVA, A. L. N. da; CAMARGO, R. A. *Interpretação das curvas de polarização*. 28 p. INTERCORR 2014 – Abraco. Fortaleza/CE. 2014.

PEREIRA, M. C. *Estudo morfológico e cinético da corrosão por pites em liga de alumínio 1050*. 167 p. **Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica)**. Universidade Estadual Paulista. Guaratinguetá/SP. 2010.

PINHEIRO, J. S. *Proteção de liga AA7075-T6 por anodização tartárico-sulfúrica e pós-tratamento com ácido hexafluorozircônio*. 135 p. **Dissertação (Mestrado em Engenharia)**. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre/RS. 2019.

*POURBAIX, M. Atlas des équilibres électrochimiques. Gauthiers-Villa et Cie ed., Paris, France. 644 p. 1963.*

*RAHIMI, M.; FOJAN, P.; GUREVICH, L.; AFSHARI, A. Alluminum alloy 8011: Surface characteristics. In: Applied Mechanics and Materials. Trans Tech Publications. p. 29-37. 2015.*

RAMANATHAN, L. V. *Corrosão e Seu controle*. 1. ed. São Paulo: Hemus. 360 p. 1997.

REBOUL, M.; DELLAVEY, R. *Corrosion des alliages d'aluminium. Dans les Techniques de L'Ingénieur, v COR 325. Editions T. I. 1997.*

REIS, B. P. Endurecimento por precipitação em função das condições de solidificação em ligas leves de Al-Zn-Mg com variações de teor de zinco. 218 p. **Tese (Doutorado em Engenharia e Tecnologia de Materiais)**. Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul. Porto Alegre/RS. 2017.

RIBEIRO, M. P. S.; ABRAHAO, A. B. R. M; SILVA, L. L. G.; CINTRA, I. L. R.; SARTORI, A.; SANTOS, R. O. Avaliação da influência do aquecimento da liga de alumínio AA5083 na corrosão em ambiente salino. Anais do VCIMATech – V Congress of Industrial Management and Aeronautical Technology. 12 p. São José dos Campos/SP. 2018.

ROBERTS, W. L. *Cold Rolling of Steel. 799 p. 1ª ed. New York: Marcel Dekker. 1978.*

ROHDE, R. A. Metalografia: Preparação de amostras. Uma abordagem prática. Versão 3.0. 30 p. Laboratório de Ensaios Mecânicos e Materiais (LEMM). Faculdade Santo Ângelo. Santo Ângelo/RS. 2010.

SAVI, B. M. Desenvolvimento Tecnológico para Soldagem MIG de Ligas de Alumínio 5083 H116. 103 p. **Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais)**. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis/SC. 2014.

SCARABOTTO, M. Estudo da Corrosão nas Ligas de Alumínio 3105 e 5052. 111 p. **Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas, Metalurgia e Materiais)**. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre/RS. 2018.

SILVA, V. F. da. Comportamento da liga de alumínio A356-T6 fundida e tixoextrudada sob fadiga isotérmica e termomecânica. 200 p. **Tese (Doutorado em Ciências e Engenharia de Materiais)**. Universidade de São Paulo. Área de Interunidades em Ciência e Engenharia de Materiais. São Carlos/SP. 2004.

SOARES, M. R. N. Efeitos dos ciclos de envelhecimento no comportamento de ligas de alumínio. 114 p. **Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais)**. Universidade de Aveiro. Departamento de Engenharia Cerâmica e Vidro. Portugal. 2009.

SOUZA, T. V. F.; RODRIGUES, B. P.; BRITO, I. A. de M.; NASCIMENTO, L. MELNYK, A. A reatividade da cinética química na reação do ácido clorídrico com alumínio. *Revista Mangaio Acadêmico*, v. 1, n. 2. 6 p. João Pessoa/PB. 2016.

*SULKA, G. D. Highly Ordered Anodic Porous Alumina Formation by Self-Organized Anodizing. Nanostructured Materials in Electrochemistry. 116 p. Weinheim, Germany: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. 2008.*

*The Aluminum Association (AA): Teal Sheets. International Alloy Designations and Chemical Composition Limits for Wrought Aluminum and Wrought Aluminum Alloys. 45 p. 2018.*

*TOTEN, G. E.; MACKENZIE, D. S. Handbook of Aluminium: Physical Metallurgy and Process. 1309 p. Vol. 1. New York: Marcel Dekker, Inc. 2003.*

*VARGEL, C. Corrosion de l'aluminium. Dunod. 501 p. 1999.*

VASCONCELOS, L. R. R. B. de; VIEIRA, M. R. S.; ARAÚJO, E. G. de; SILVA, R. F. da; MALTA, M. I. C.; MONTOYA, M. FILHO, S. L. U. Influência do tempo de ataque ácido da liga de alumínio 5052 para obtenção de superfícies super-hidrofóbicas. 12 p. INTERCORR ABRACO 2016. *Atlântico Búzios Convention & Resort*. Búzios/RJ. 2016.

VERRAN, G. O.; MORAES, A. C. de. Corrosão intergranular em ligas de alumínio de fundição AlSiMg e AlCu. 10 p. INTERCORR 2008. 28º Congresso Brasileiro de Corrosão. Recife/PE. 2008.

VERRAN, G. O.; ROSSI, V. L.; VERRI, A. A.; PESCADOR, W. A. Corrosão intergranular em ligas de fundição AlSiMg – Influência dos elementos residuais e do acabamento superficial. *Revista Matéria*. v. 9, n. 4, p. 334-343. Joinville/SC. 2004.

VILLANOVA, R. L. Caracterização microestrutural e eletroquímica de ligas de alumínio anodizadas em meio sulfúrico. 169 p. **Tese (Doutorado em Engenharia)**. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre/RS. 2007.

VIVEIROS, B. V. G. d. Resistência à corrosão das ligas de alumínio AA2050-T84 e AA7050-T7451 soldadas por fricção e mistura. 2020. 122 p. **Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear)**, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN/SP, São Paulo.

WANG, B.; CHEN, X.; PAN, F.; MAO, J.; FANG, Y. *Effects of cold rolling and heat treatment on microstructure and mechanical properties of AA 5052 aluminum alloy. Science Direct. Trans. Nonferrous Met. Soc. China*. v. 25, p. 2481–2489, 2015.

WIPF, D. O. *Initiation and study of localized corrosion by scanning electrochemical microscopy. Elsevier*, v. 93, p. 251-261, 1994.

WOLYNEC, S. Técnicas eletroquímicas em corrosão. 163 p. EDUSP – Editora da Universidade de São Paulo. São Paulo/SP. 2003.