

INFLUÊNCIA DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS DE SOLUBILIZAÇÃO E ENVELHECIMENTO ARTIFICIAL NA DUREZA DE UMA LIGA DE AL COM 5,5% DE CU PRODUZIDA VIA METALURGIA DO PÓ

T.T.L.Silva, tarsilatls@gmail.com¹

C.H. Gonzalez, cezarchg@yahoo.com¹

E.R. Araújo, rodrigues.everthon@gmail.com¹

O.O. Araujo Filho, oscarof98@hotmail.com¹

¹Universidade Federal de Pernambuco, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Recife-PE, Brasil,

Resumo: Este trabalho apresenta o estudo dos tratamentos térmicos de solubilização e endurecimento artificial realizados em uma liga de alumínio com 5,5 % de cobre produzida via metalurgia do pó e a influência destes tratamentos no aumento da dureza do material. Os pós essenciais de alumínio e cobre foram inicialmente processados em um moinho de alta energia tipo SPEX por 2h, em seguida foram compactados uniaxialmente a frio em uma prensa hidráulica, a carga de compressão utilizada foi de 14 toneladas por um tempo de 15 minutos, posteriormente as amostras foram sinterizadas em um forno tipo mufla por 5h à uma temperatura de 515°C. Após sinterização, uma das amostras sofreu os seguintes tratamentos térmicos: solubilização à 180°C por 2h, seguido de resfriamento por têmpera à água e envelhecimento artificial à 515°C por 7h seguido de resfriamento à temperatura ambiente. As amostras foram submetidas ao ensaio de microdureza Vickers onde foi verificado um aumento na dureza do material de 69,22% na liga após tratamento térmico. Foram realizados experimentos de microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura com espectroscopia de baixa energia dispersiva associada para caracterização microestrutural da liga, além de difração de raios-X que verificou as fases existentes na liga.

Palavras-chave: metalurgia do pó, ligas de Al-Cu, microdureza Vickers, solubilização, envelhecimento artificial

1. INTRODUÇÃO

A metalurgia do pó é uma técnica metalúrgica que produz peças próximas ou na forma final de uso, onde os componentes estão inicialmente em formato de pós. Os pós essenciais são processados em moinhos de alta energia, que podem ser vibratórios, planetários ou atritores, por uma técnica denominada *mechanical alloying*, na segunda etapa os pós processados são compactados em prensas uni ou biaxiais de ação simples ou dupla e por último são sinterizadas, todas as etapas são realizadas no estado sólido. Em casos onde a peça é próxima da forma final de uso a etapa de sinterização é a última, quando necessita-se obter peça na forma final de uso, são requeridas operações de acabamento. Os materiais produzidos por essa técnica apresentam bom controle dimensional, porosidade e microestrutura controladas, além de proporcionarem pouco desperdício de material (Chiaverini, 2001).

As ligas de alumínio da série 2XXX, são chamadas de Duralumínio e possuem quantidades de cobre entre 4-6%, estas ligas são tratáveis termicamente e apresentam teores de dureza relativamente altos devido ao fenômeno denominado endurecimento por precipitação. Este fenômeno ocorre na região rica em alumínio do diagrama de fases Al-Cu mesma região de formação das ligas da série 2XXX. Ele é obtido através dos tratamentos térmicos de solubilização seguindo de envelhecimento artificial da liga com temperatura e tempo controlados (Barbosa, 2014 e Callister, 2002).

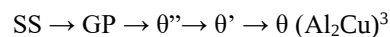
O mecanismo de endurecimento por precipitação se realiza nas fases α e θ . A fase α consiste numa solução sólida substancial do cobre no alumínio e a fase θ trata-se de um composto intermetálico Al_2Cu . A Figura 1 apresenta as fases de transição necessárias para chegar ao composto Al_2Cu (fase θ), essas fases ocorrem durante o tratamento térmico de envelhecimento e influenciam nas propriedades mecânicas do material final. No estágio inicial átomos de cobre se aglomeram formando discos muito pequenos e delgados no interior da fase α , esses discos são também denominados de zona de Guinier-Preston (GP), com a difusão ocorrida após passado algum tempo de tratamento térmico estas zonas aumentam de tamanho e tornam-se partículas. Estas partículas passam por duas fases de transição, são elas θ''

(concorrente) e a fase θ' (semiconcorrente), até formar a fase de equilíbrio θ . Quando o tempo do tratamento térmico é aumentado ocorre o superenvelhecimento que é um fenômeno resultante quando há continuidade de crescimento das partículas das fases θ' e θ (Barbosa, 2014; Dieter, 1961 e Coutinho, 1980).



Figura 1. Variação da tensão de escoamento com o tempo de envelhecimento (Dieter, 1961).

A sequência de precipitação das ligas Al-Cu é:



Onde:

SS = solução sólida supersaturada;

GP = zonas de Guinier-Preston.

No Brasil, a fabricação de peças via MP começou na década de 40 quando Chiaverini *et al.* (2001) produziram em pequena escala buchas de bronze auto-lubrificantes, materiais de ferro e aço e ferramentas de corte.

Entretanto, as aplicações de peças de alumínio fabricadas via MP só se consolidaram na indústria em 1993 quando a GM começou a produzir casquilhos de mancais deste material na sua linha de Northstar. O uso do alumínio obteve êxito principalmente em peças do sistema de suspensão pela alta capacidade de absorver choques. A adição de elementos como o cobre nas ligas de alumínio contribui para aumentar o endurecimento destas (Delarbre, 2000).

2. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Para esse trabalho foram fabricadas duas amostras com os pós essenciais de alumínio AA1100 da Alcoa Inc. e de cobre fabricado pela Dinâmica Química Contemporânea Ltda. As amostras foram processadas em um moinho de alta energia do tipo SPEX por 2h, para a carga foram usadas 9,45g de pó de alumínio, 0,55g de pó de cobre e 100g de esferas metálicas. Na segunda etapa do experimento, as amostras foram compactadas em uma prensa hidráulica, a carga utilizada foi de 14 toneladas por 15 minutos.

2.1. Tratamentos térmicos

Após compactadas, ambas as amostras foram sinterizadas, porém apenas uma foi também tratada termicamente. A sinterização e os tratamentos térmicos da liga foram realizados em um forno tipo Mufla da marca JUNG, as condições destes experimentos são apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1. Condições de Sinterização e Tratamentos Térmicos.

	Temperatura (°C)	Tempo (h)	Resfriamento
Sinterização	515	5	Ao forno
Solubilização	180	2	Têmpera a água
Envelhecimento artificial	515	7	Ao ar (temperatura ambiente)

2.2. Microscopia Ótica

A captura de imagens de MO foi feita no Microscópio Ótico da marca Olympus e modelo BX51M, as imagens foram capturadas pelo software Analysis. As amostras foram embutidas em resina a frio para evitar mudanças de fase, em seguida lixadas em lixas d'água de 220, 320, 440 e 1000 e polidas em pano de polimento com paste de diamante. O ataque químico utilizado foi o ácido fluorídrico (0,5%) (Coutinho, 1980).

Estes equipamentos são pertencentes ao Laboratório de Microscopia e Análise Macroestrutural (LAMAM) do Departamento de Engenharia Mecânica (DEMEC) da UFPE.

2.3. Microscopia Eletrônica de Varredura com Espectroscopia de Baixa Energia Dispersiva associada

Para realização da Microscopia Eletrônica de Varredura foi utilizado o MEV da marca Hitachi modelo TM3000 com EDS acoplado, elétrons retroespalhados, filamento de tungstênio, voltagem de 15kV e capacidade de aumento de até 30.000 $\times$, pertencente ao Laboratório de Microscopia e Análise Macroestrutural (LAMAM) do Departamento de Engenharia Mecânica (DEMEC) da Universidade Federal de Pernambuco (UFPE).

Os tamanhos de grãos foram estimados utilizando como base a escala de medição das imagens onde foi identificado o tamanho aproximado da maior partícula encontrada. A Espectroscopia de Baixa Energia Dispersiva fornece de maneira qualitativa e semi-quantitativa as composições químicas das amostras e detecta se houve contaminação durante o processo de moagem (Prabhu, 2006).

2.4. Difração de Raios-X

O difratômetro utilizado neste trabalho foi o Shimadzu modelo XRD-7000, pertencente ao Laboratório de Materiais Compósitos e Integridade Estrutural (COMPOLAB) que faz parte do Departamento de Engenharia Mecânica (DEMEC) da Universidade Federal de Pernambuco (UFPE). As fases foram identificadas pelo método de Hanawalt (Rodrigues, 2005).

2.5. Microdureza Vickers

Os ensaios de Microdureza Vickers foram realizados no microdurômetro da marca Insize modelo ISH-TDV1000 pertence ao Laboratório de Microscopia e Análise Macroestrutural (LAMAM) do Departamento de Engenharia Mecânica (DEMEC) da Universidade Federal de Pernambuco (UFPE). A carga utilizada foi 300g (0,03kgf) com tempo de aplicação de 10s.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Essa secção apresenta e explica os resultados dos experimentos de Microscopia Ótica, Microscopia Eletrônica de Varredura com Espectroscopia de Baixa Energia Dispersiva associada, Difração de Raios-X e Microdureza Vickers.

3.1. Microscopia Ótica

As Figuras 2, 3, 4 e 5 apresentam as imagens de Microscopia Ótica das amostras apenas sinterizada (figs. 2 e 3) e tratada termicamente (figs. 4 e 5). Nas Figuras 2 e 4 as amostras estão sem ataque químico, já as figs. 3 e 5 foram atacadas termicamente com ácido fluorídrico (0,5%), que melhorou a visualização das microestruturas.

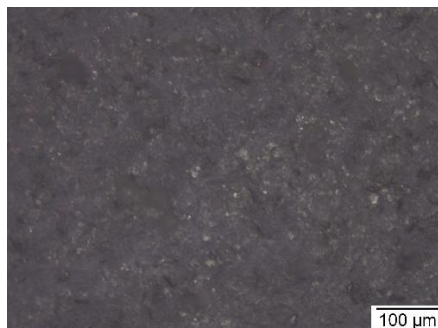


Figura 2. MO da amostra somente sinterizada, aumento de 200 $\times$, secção superficial, sem ataque químico.

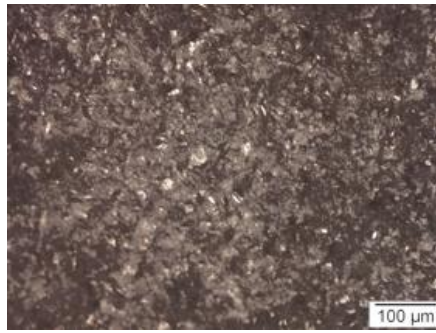


Figura 3. MO da amostra somente sinterizada, aumento de 200×, secção superficial, atacada quimicamente.

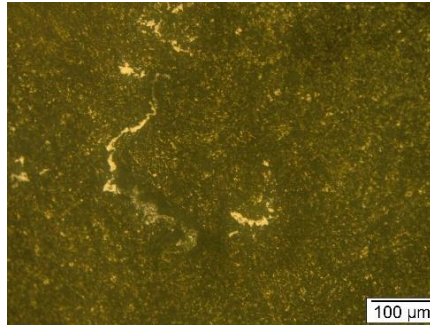


Figura 4. MO da amostra tratada termicamente, aumento de 200×, secção superficial, sem ataque.

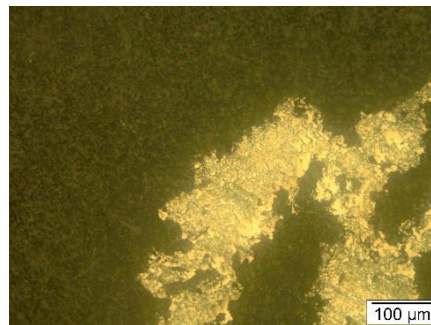


Figura 5. MO da amostra tratada termicamente, aumento de 200×, secção superficial, atacada quimicamente.

As imagens de MO para as duas amostras apresentaram morfologia de grãos aproximadamente equiaxial, os contornos de grãos não ficaram muito bem evidenciados e definidos devido ao processo de moagem de alta energia que introduziu deformações e distorções no material. Nas imagens de MO também se verificou uma boa densificação e não apresentaram aspectos marmorizados, mostrando que não houve amorfização da liga. Nelas também há indícios da formação do composto Al_2Cu , identificados no ensaio de Difração de Raios-X (secção 3.3). As análises de EDS para as amostras (secção 3.2) identificou que as áreas mais claras têm maiores quantidades de cobre em relação às áreas mais escuras (Barbosa, 2014; Chiaverini, 2001; Coutinho, 1980; Durmus, 2006; Silva, 2017; Totik, 2003 e Zhou, 1999).

3.2. Microscopia Eletrônica de Varredura com Espectroscopia de Baixa Energia Dispersiva Associada

As figuras 6 e 7 apresentam imagens de MEV para a amostra apenas sinterizada e tratada termicamente, respectivamente.

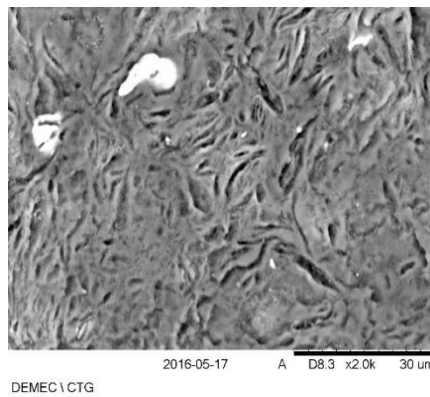


Figura 6. MEV da amostra sinterizada, aumento de 2000×, secção superficial.

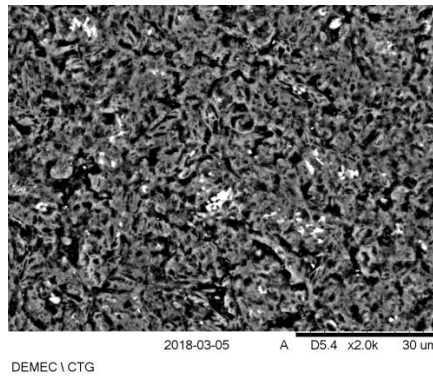


Figura 7. MEV da amostra tratada termicamente, aumento de 2000×, secção superficial.

Na amostra tratada termicamente se observou tamanho de grãos menores em relação à amostra somente sinterizada, porém ambas possuem tamanho de grãos menores que $30\mu\text{m}$, valor coerente com o estudado na literatura. As imagens de MEV das duas amostras apresentaram uma morfologia de grãos aproximadamente equiaxial, com contornos de grãos não muito bem evidenciados e definido devido ao processo de moagem, que introduziu distorções e deformações na liga (Chiaverini, 2001; Coutinho, 1980 e Silva, 2017).

As Figuras 8 e 9 apresentam os espectros de EDS das amostras apenas sinterizada e da tratada termicamente, respectivamente.

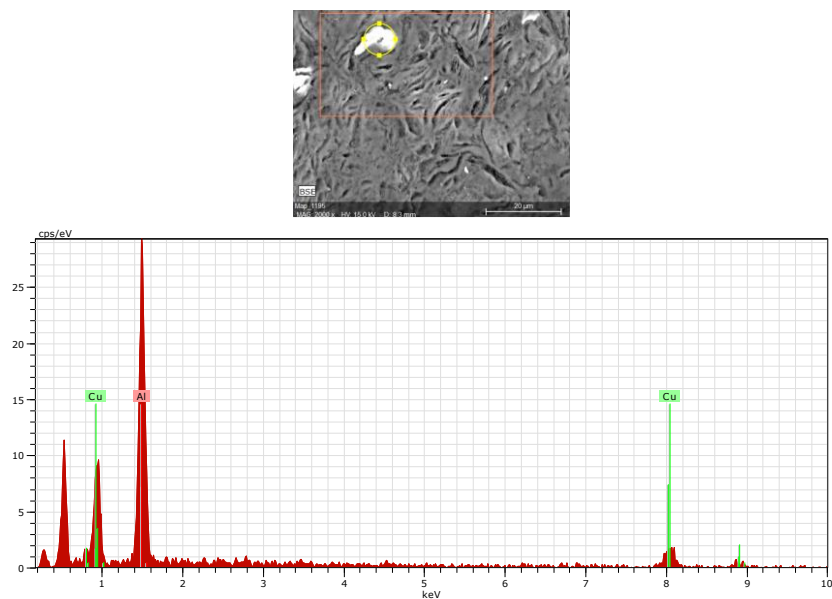


Figura 8. EDS da amostra sinterizada, área fotografada e espectro.

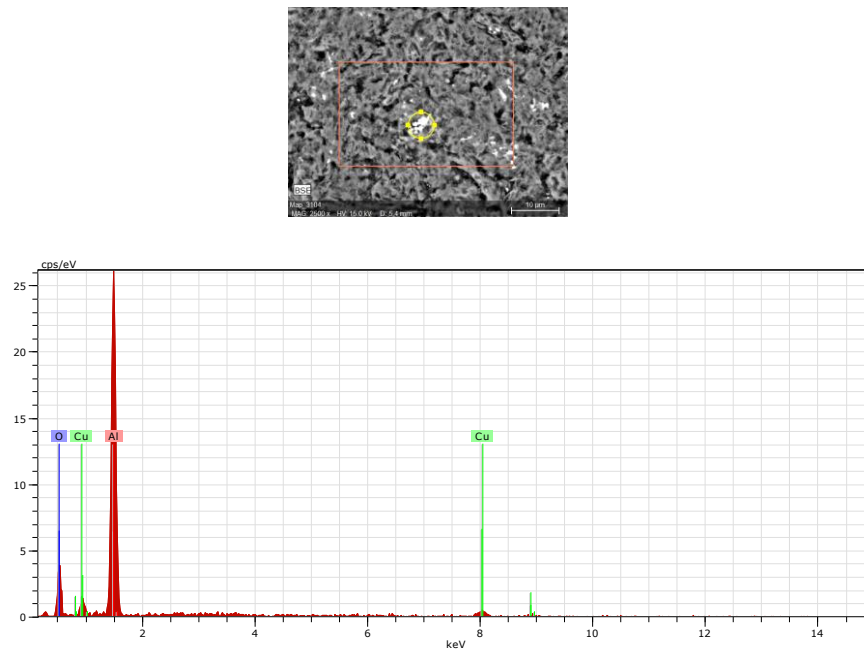


Figura 9. EDS da amostra tratada termicamente, área fotografada e espectro.

Em todos os espectros de EDS foram identificados apenas o alumínio e cobre (o Oxigênio surgiu provavelmente pela oxidação das amostras), demonstrando que não houve contaminação nas amostras durante o processo de moagem, nas partes claras foram identificadas maiores quantidades de cobre. Estes precipitados podem ter influenciado no endurecimento por precipitação da amostra influenciando nos altos valores de HV obtidos na secção 3.4.

3.3. Difração de Raios-X

A Figura 10 apresenta o espectrograma de DRX da amostra apenas sinterizada e a fig. 11 apresenta o espectrograma da amostra tratada termicamente.

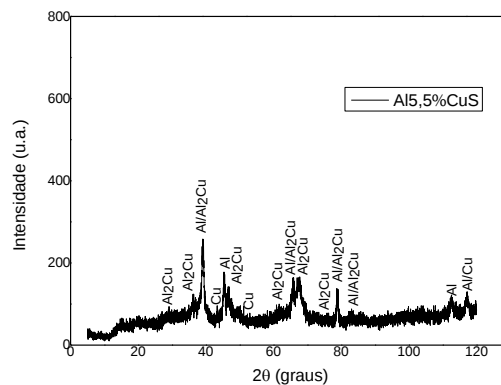


Figura 10. Difração de raios-X da amostra apenas sinterizada.

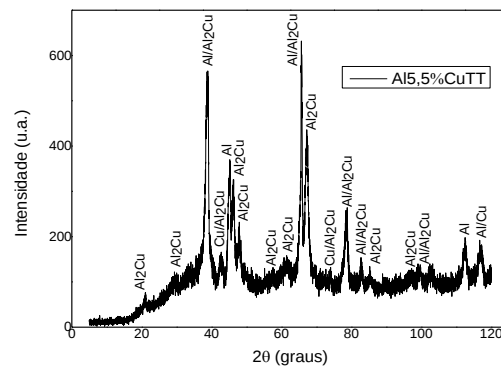


Figura 11. Difração de raios-X da amostra tratada termicamente.

Observa-se que houve um aumento na intensidade dos picos após os tratamentos térmicos de solubilização e endurecimento artificial, bem como maiores quantidades de picos identificados como a fase endurecedora Al_2Cu o que provavelmente levou ao endurecimento da liga conforme resultados do ensaio de microdureza Vickers. Sadeler *et al.* (2003) identificou o aumento na intensidade dos picos em ligas de alumínio AA2014 tratadas termicamente em relação a ligas apenas sinterizadas e também identificou a presença da fase endurecedora Al_2Cu . Silva (2017) realizou o ensaio de DRX para os pós da liga de alumínio com 5,5% de cobre processados em moinho de alta energia do tipo SPEX por 0,5; 1 e 2 horas e observou que a intensidade dos picos diminuiu com o aumento do tempo de processamento.

3.4. Microdureza Vickers

A Tabela 2 apresenta os resultados do ensaio de microdureza Vickers obtidos para as amostras na condição apenas sinterizada e tratada termicamente. A amostra apenas sinterizada apresentou uma dureza de 90,47HV, enquanto a tratada termicamente apresentou uma dureza de 153,10HV. Foi verificado que os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial endureceram a liga em 69,22%, mostrando que estes tratamentos térmicos, provavelmente devido ao mecanismo de endurecimento por precipitação, endurecem as ligas de alumínio da série 2XXX. Esse aumento de dureza é coerente com o encontrado na literatura.

Tabela 2. Resultados experimentais do ensaio de microdureza Vickers.

	Sem tratamento térmico	Solubilizado e envelhecido artificialmente
Dureza média	90,47HV	153,10HV
Percentual de endurecimento	0,00%	69,22%

Kent *et al.* (2005) submeteram ligas da série 2XXX ao tratamento térmico de envelhecimento natural e obtiveram valores de dureza próximos a 80HRB (147HV). Em tratamentos térmicos de envelhecimento artificial em ligas da série 2XXX, Tobias *et al.* (2012) obtiveram durezas próximas a 160HV. Durmus *et al.* (2006) concluíram que ligas de alumínio da série 2XXX podem aumentar sua dureza entre 40 e 80% mediante tratamento térmico de envelhecimento.

4. CONCLUSÃO

Os experimentos apresentados mostraram a influência dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial na dureza de uma liga de alumínio com 5,5% de cobre.

As imagens de MO apresentaram morfologia de grãos aproximadamente equiaxial, os contornos de grãos não ficaram muito bem evidenciados e definidos devido ao processo de moagem de alta energia que introduziu deformações e distorções no material, também foi identificada uma boa densificação e não apresentaram aspectos marmorizados, mostrando que não houve amorfização da liga.

Nas imagens de MEV a amostra tratada termicamente aparentou tamanho de grãos menores em relação à amostra apenas sinterizada. Ambas apresentaram tamanho de grãos menores que $30\mu\text{m}$.

Os espectros de EDS demonstraram que não houve contaminação nas amostras, pois foram identificados apenas o alumínio e cobre, e que as partes claras possuem maiores quantidades de cobre em relação as partes mais escuras.

Os espectrogramas de DRX mostraram o surgimento da fase endurecedora Al_2Cu , mais evidente na liga tratada termicamente, o que pode ter influenciado o endurecimento da liga comprovado pelos resultados do ensaio de microdureza Vickers. Estes resultados mostraram um aumento de dureza médio de 69,22%, com o endurecimento do material passando de 90,47HV para 153,10HV após sofrer tratamentos térmicos.

As temperaturas de sinterização e tratamentos térmicos das amostras e o aumento da dureza do material obtido pelo ensaio de microdureza Vickers contribuem para comprovar a formação do composto Al_2Cu .

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o apoio da FACEPE, da UFPE, do DEMEC e do PPGEM.

6. REFERÊNCIAS

- Barbosa, C., 2014, “Metais não-ferrosos e suas ligas – microestrutura, propriedades e aplicações”. Editora E-papers, pp.13-22.
- Callister, W.D., tradução Sérgio Murilo Stamile Soares, 2002, “Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução”. Rio de Janeiro. LTC, Brasil, pp. 258.
- Chiaverini, V., 2001, “Metalurgia do Pó”, ABM – Associação Brasileira de Metalurgia. São Paulo, SP, Brasil, pp.1-11.
- Coutinho, T.A., 1980, “Metalografia de não-ferrosos: análise e prática”. Editora Edgard Blücher, SP, pp. 80-91.
- Delarbre, P. e, Krehl, M., 2000, “Applications of P/M Aluminum Parts – Materials and Processing Schemes”. Proc. 2nd International Conference on Powder Metallurgy.
- Durmus, H.K. e Meriç, C., 2006, “Age-hardening behavior of powder metallurgy AA2014 alloy”. Materials and Design 28 (2007) 982-986.
- Dieter, G.E., 1961, “Metalurgia Mecânica”. Mellon University, 2ª edição, Pittsburgh, pp.191-195.
- Kent, D., Schaffer, G.B. e Drennam, J., 2005, “Age hardening of sintered Al-Cu-Mg-Si-(Sn) Alloy”. Materials Science and Engineering A 405 (2005) 65-73.
- Prabhu, B., Suryanarayana, C., An, L. e Vaidyanathan, R., 2006, “Synthesis and characterization of high volume fraction Al- Al_2O_3 nanocomposite powders by high-energy milling”. Material Science and Engineering A 425 (2006) 192-200.
- Rodrigues, J.A., 2005, “Raios X: difração e espectroscopia”. 51p. (Série apontamentos). ISBN 85-7600-061-X. São Carlos: EdUFSCar, Brasil.
- Sadeler, R., Totik, Y., Gavali, M. e Kaymaz I., 2003. “Improvements of fatigue behavior in 2014 alloy by solution heat treating and age-hardening”. Materials and Design 25 (2004) 439-445.
- Silva, T.T.L., 2017, “Manufatura e caracterização de ligas de alumínio-cobre (Duralumínio) fabricadas via técnicas de metalurgia do pó”, Dissertação. 129f. Universidade Federal de Pernambuco. Recife, PE, Brasil, pp. 30-31.
- Tobias, P.H.R., Silva, A. e Melo, M.L.N.M., 2012, “Influência da temperatura de envelhecimento na tenacidade ao impacto da liga AA2024”. VI Conferência Brasileira sobre Temas de Tratamento Térmico, Atibaia, SP, Brasil.
- Totik, Y., Sadeler, R., Kaymaz, I. e Gavali, M., 2003. “The effect of homogenization treatment on cold deformations of AA2014 and AA6063 alloys”. Journal of Materials Processing Technology 147 (2004) 60-64.
- Zhou, J. e Duszczek, J., 1999, “Liquid phase sintering of an AA2014-based composite prepared from an elemental powder mixture”. Journal of Materials Science 34 (1999) 545-550.

7. RESPONSABILIDADE AUTURAL

“Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo deste trabalho”.

INFLUENCE OF SOLUTION TREATING AND ARTIFICIAL AGING HEAT TREATMENTS IN THE HARDNESS OF AN AL ALLOY WITH 5.5% OF CU MANUFACTURED BY POWDER METALLURGY

T.T.L.Silva, tarsilatls@gmail.com¹

C.H. Gonzalez, cezarchg@yahoo.com¹

E.R. Araújo, rodrigues.everthon@gmail.com¹

O.O. Araujo Filho, oscarof98@hotmail.com¹

¹Federal of Pernambuco University, Mechanical Engineering Graduate Program, Recife-PE, Brazil,

Abstract. *This work presents the study of the heat treatments of solution treating and artificial hardening made in an aluminum alloy with 5.5% of copper produced by powder metallurgy and the influence of these treatments in increasing the hardness of the material. The aluminum and copper raw powders were initially processed in a SPEX type high energy mill for 2 h, then uniaxially cold compacted in a hydraulic press, the compression load used was 14 tons for a time of 15 minutes the samples were sintered in a muffle furnace for 5h at a temperature of 515 ° C. After sintering, one of the samples underwent the following thermal treatments: solubilization at 180 ° C for 2 h, followed by quenching with water and artificial aging at 515 ° C for 7 h followed by cooling to room temperature. The samples were submitted to the Vickers microhardness test where an increase in the material hardness of 69.22% was observed in the alloy after heat treatment. Experiments of optical microscopy and scanning electron microscopy with associated low dispersive energy spectroscopy for microstructural characterization of the alloy, besides X-ray diffraction that verified the phases in the alloy.*

Keywords: *powder metallurgy, Al-Cu alloys, Vickers microhardness, solution treating, artificial aging*