

ENVELHECIMENTO NATURAL DA LIGA AL-1%CU-1%MG SOLIDIFICADA EM REGIME TRANSIENTE: MICROESTRUTURA E MICRODUREZA VICKERS

Clarissa Barros da Cruz

Departamento de Engenharia de Manufatura e Materiais, Universidade Estadual de Campinas, 13083-860 - Campinas, SP, Brasil
clarissabc@fem.unicamp.br

Rafael Kakitani

Departamento de Engenharia de Manufatura e Materiais, Universidade Estadual de Campinas, 13083-860 - Campinas, SP, Brasil
rkakitani@fem.unicamp.br

Camila Yuri Negrão Konno

Departamento de Engenharia de Manufatura e Materiais, Universidade Estadual de Campinas, 13083-860 - Campinas, SP, Brasil
camilankonno@gmail.com

Amauri Garcia

Departamento de Engenharia de Manufatura e Materiais, Universidade Estadual de Campinas, 13083-860 - Campinas, SP, Brasil
amaurig@fem.unicamp.br

Noé Cheung

Departamento de Engenharia de Manufatura e Materiais, Universidade Estadual de Campinas, 13083-860 - Campinas, SP, Brasil
cheung@fem.unicamp.br

Resumo. O tratamento térmico T4 consiste em submeter a liga a uma solubilização seguida de um envelhecimento natural, objetivando o endurecimento por precipitação quando aplicado em ligas tratáveis a base de alumínio, como a Al-1%Cu-1%Mg. Dessa forma, o presente trabalho teve como objetivo estudar esta liga, solidificando-a direcionalmente (DS) sob regime transiente, analisando a microestrutura obtida, e correlacionando o espaçamento dendrítico primário (λ_1) com os parâmetros térmicos ($\dot{T}$ e V_L) e microdureza Vickers (HV) ao longo do lingote. Além disso, aplicou-se o T4 nestas mesmas amostras solidificadas e a microdureza foi monitorada com o passar do tempo, a partir do momento em que foi realizada a solubilização (SB). Sendo assim, para amostras brutas de fusão (BF) a correlação entre λ_1 e os parâmetros térmicos $\dot{T}$ e V_L resultou em leis de crescimento que apresentaram expoentes -0,55 e -1,1, respectivamente. A correlação microestrutural com HV foi traduzida por uma equação do tipo Hall-Petch. As amostras apenas solubilizadas apresentaram menores valores de HV, seguidas das mostras BF e as envelhecidas naturalmente (EN). O comportamento das amostras EN mostrou aumento de HV com o tempo e, assim como as BF, maiores valores de HV para a região mais próxima da base.

Palavras chave: Solidificação. Tratamento Térmico. Microestrutura. Microdureza Vickers.

1. INTRODUÇÃO

O tratamento térmico de endurecimento por precipitação em ligas de Al é rotineiramente empregado na indústria aeronáutica para a fabricação de componentes estruturais, como a asa e fuselagem (Zhang, *et al.*, 2014; Lin, *et al.*, 2013), e ao conhecer a influência das condições de solubilização e precipitação sobre o comportamento mecânico do material, permite-se ter o domínio sobre a fabricação das peças, otimizando o processamento e reduzindo custos. Além do diagrama de fases, determinar o arranjo dos intermetálicos na microestrutura também é fundamental para estipular o tempo e a temperatura dos tratamentos térmicos. Nesse sentido, estudar a solidificação de ligas sobre diferentes taxas de resfriamento é de grande valia, já que os parâmetros térmicos empregados durante a solidificação determinam a distribuição, morfologia e tamanho das fases presentes na microestrutura (Santos, *et al.*, 2015).

Portanto, este trabalho visa estudar a liga Al-1%Cu-1%Mg (base de algumas ligas da série 2xxx, como 2010 e 2038), solidificada em regime transiente de extração de calor, submetê-la ao tratamento térmico de solubilização, e em seguida, realizar envelhecimento natural (tratamento T4). A caracterização da microestrutura será via microscopia óptica e a evolução do comportamento mecânico será averiguada através de ensaios de microdureza Vickers. A partir do experimento de solidificação obtêm-se amostras solidificadas em uma ampla faixa de taxas de resfriamento, permitindo verificar a influência do tratamento T4 sobre microestruturas com diferentes graus de refino.

2. METODOLOGIA

O lingote da liga Al-1%Cu-1%Mg foi elaborado por meio de um dispositivo de solidificação unidirecional ascendente refrigerado a água, em regime transitório, utilizando-se um superaquecimento de 10% acima da temperatura *liquidus*. Os dados térmicos, obtidos através de termopares acoplados à lingoteira, foram utilizados para o cálculo da taxa de resfriamento ($\dot{T}$) e velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L) (Cruz, *et al.*, 2018). Inicialmente, a microestrutura foi revelada com reagente Kroll e a análise microestrutural foi realizada a partir da microscopia óptica (Olympus, GX51) de amostras seccionadas transversalmente em relação à direção de extração de calor em posições (P), específicas ao longo do lingote no estado bruto de fusão (BF). O crescimento microestrutural foi quantificado pelo método do triângulo (Gunduz e Cadirli, 2002) e correlacionado tanto com as variáveis térmicas de solidificação quanto com a microdureza Vickers (HV). Este último ensaio foi realizado com carga de 0,5 kgf e tempo de aplicação de 15 s (Shimadzu, HMV-2) de acordo com a norma ASTM E384 (Standard, 2011). Posteriormente, realizou-se o tratamento térmico de solubilização (SB) a 475°C por 4h em amostras cúbicas com arestas de 10 mm, avaliando-se o envelhecimento natural (EN) através de medições de microdureza (HV) em diferentes tempos a partir do momento em que foi feita a solubilização.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A liga estudada neste trabalho foi elaborada com base no diagrama de fases do sistema Al-1%Cu-xMg (Fig. 1), calculado pelo *software* ThermoCalc, tendo a composição pretendida (Al-1%Cu-1%Mg) indicada pela linha vertical, apresentando a temperatura *liquidus* (T_L), e a temperatura de solubilização (T_{SB}) utilizada para o tratamento térmico.

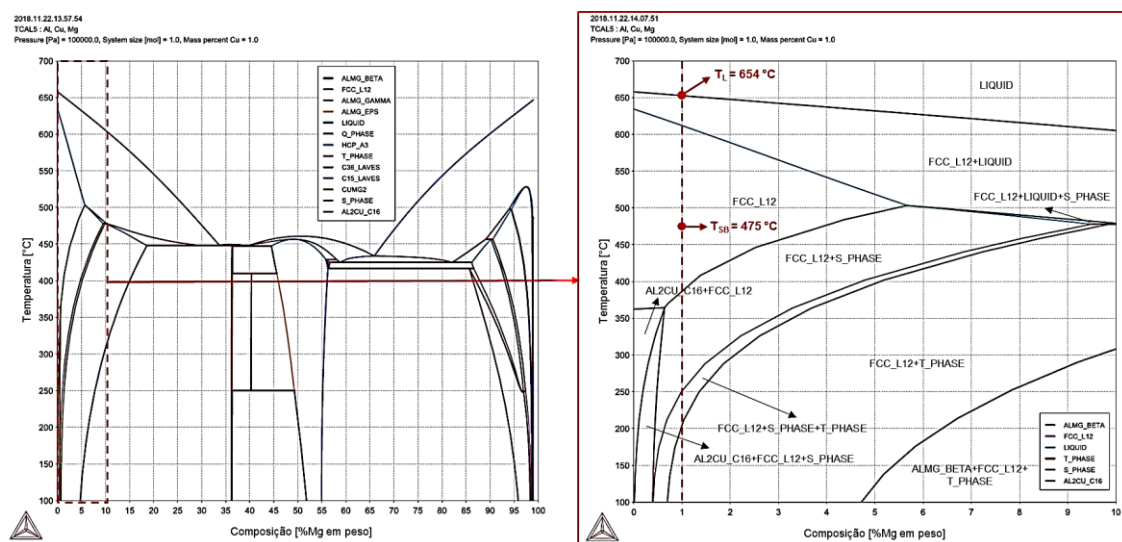


Figura 1. Diagrama de fases do sistema Al-1%Cu-xMg determinado pelo *software* ThermoCalc.

A Figura 2.a mostra o registro térmico do processo de solidificação da liga Al-1%Cu-1%Mg, evidenciando a T_L em 654 °C. A macroestrutura resultante apresentou grãos colunares, atestando a ocorrência de extração de calor direcional pela base refrigerada (Fig. 2.b). O perfil térmico adquirido pelos termopares ao longo do lingote foi utilizado para determinação das variáveis térmicas de solidificação ($\dot{T}$ e V_L) em função da posição, apresentadas na Fig. 2.c, sendo que a faixa de $\dot{T}$ que abrange as posições analisadas situa-se entre 1 e 23 °C/s.

A Figura 3 mostra a morfologia microestrutural obtida no processo de solidificação, apresentando dendritas de α -Al e em seu contorno os intermetálicos Al_2Cu (θ) e Al_2CuMg (S), previstos pelo diagrama de fases (Fig. 1) e conhecidos na literatura (Barros, *et al.*, no prelo). A evolução da morfologia em função da taxa de resfriamento comprova a mudança na escala microestrutural, evidenciando maior refinamento à medida que se aproxima da interface metal/molde. Uma microestrutura mais refinada traduz-se em intermetálicos menores e melhores distribuídos na região interdendrítica.

A microestrutura dendrítica foi quantificada e correlacionada com os parâmetros térmicos de solidificação ($\dot{T}$ e V_L), sendo propostas leis experimentais de crescimento, seguindo expoentes encontrados na literatura (Donadoni, *et al.*, 2018; Brito, *et al.*, 2015): $\lambda_1 = 187,1 (\dot{T})^{-0,55}$ e $\lambda_1 = 68,3 (V_L)^{-1,1}$ (Fig. 3.a). Posteriormente, o espaçamento dendrítico foi correlacionado com a microdureza Vickers, onde apresentou valores próximos de 66 HV na região mais próxima da chapa molde (5 mm < P < 20 mm), e um decaimento da dureza à medida que se afasta da interface metal/molde, sendo proposta a equação $HV = 48 + 137 (\lambda_1)^{-1/2}$, em concordância com a equação de Hall-Petch (Hall, 1951; Petch, 1953), (Fig. 3.b).

A estabilidade da microdureza até 20 mm ($\lambda_1 = 71 \mu m$) pode sugerir que o principal reforço nessa região são os intermetálicos Al_2Cu e Al_2CuMg , já que ao longo do lingote, o espaçamento dendrítico apresenta uma variação muito mais significativa ($26 \mu m < \lambda_1 < 219 \mu m$) do que o tamanho dos intermetálicos, cuja variação é na ordem de poucas

dezenas de micrômetros. Como a resposta à deformação plástica de um material é intrinsecamente vinculada com a dificuldade com que as discordâncias se movimentam, com um maior valor de λ_1 , os intermetálicos já não são barreiras eficientes à movimentação das discordâncias, resultando no decréscimo da microdureza.

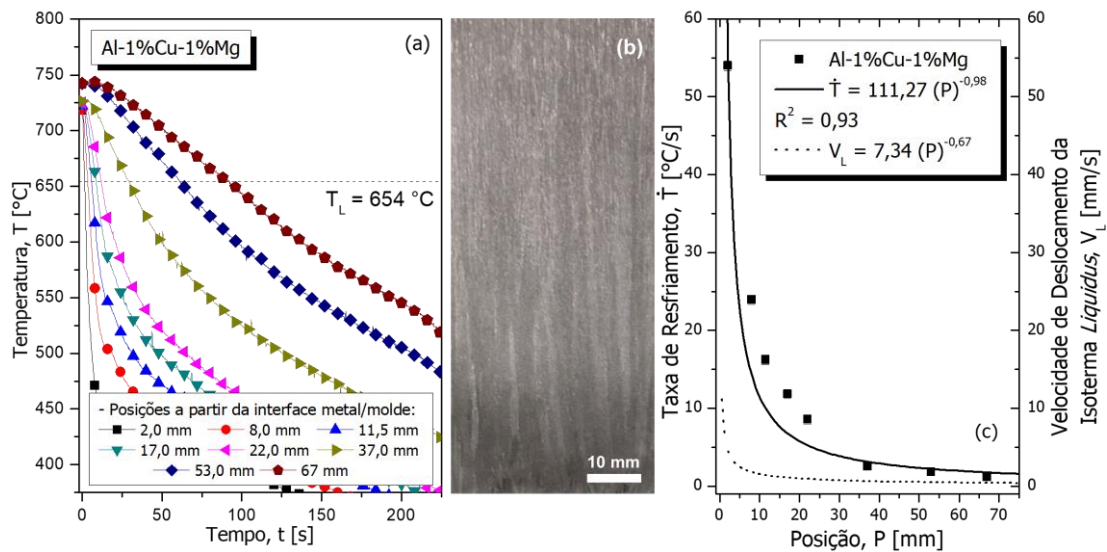


Figura 2. Curvas experimentais: (a) do processo de solidificação da liga Al-1%Cu-1%Mg para diferentes posições ao longo do lingote solidificado; (b) da taxa de resfriamento e da velocidade da isoterma *liquidus* em função da posição.

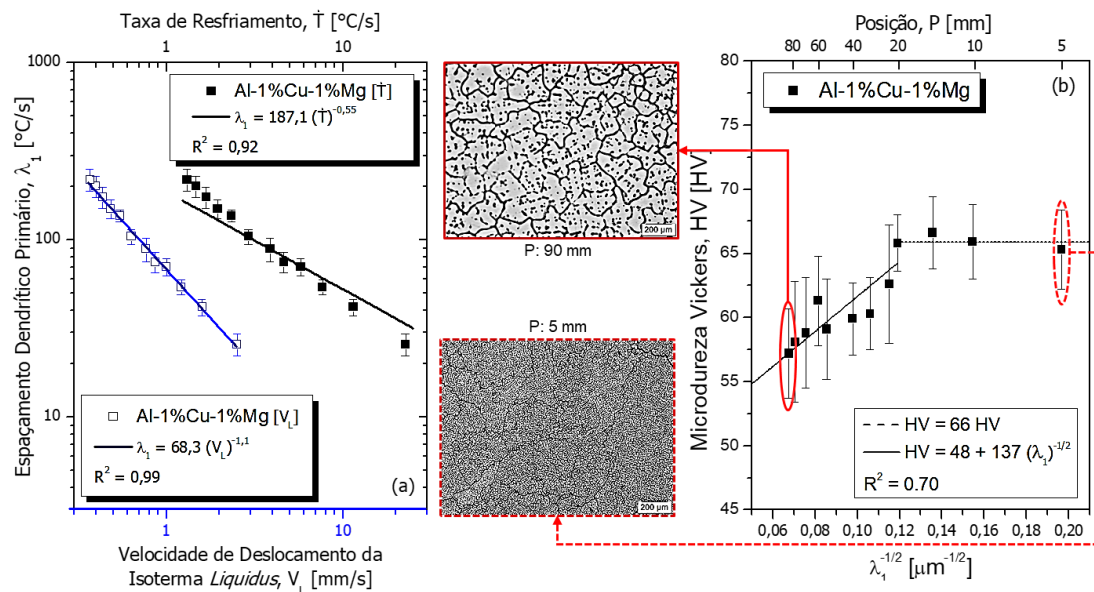


Figura 3. (a) Espaçamento dendrítico primário ao longo do lingote em função da taxa de resfriamento e da velocidade da isoterma *liquidus*. (b) Microdureza Vickers em função do espaçamento dendrítico primário.

A Figura 4.a apresenta o comportamento da microdureza Vickers para as amostras tratadas termicamente (solubilizada e envelhecidas naturalmente). Para as amostras solubilizadas, os solutos oriundos dos intermetálicos que se encontravam entre as dendritas difundiram para o seu interior, culminando em uma redução média de 27% da microdureza, em relação às amostras solidificadas. Em relação às amostras que foram envelhecidas naturalmente, pode-se separar em três grupos, de acordo com o comportamento da dureza ao longo do tempo, proveniente da precipitação dos intermetálicos θ e S dentro da matriz dendrítica (Fig. 4.b).

No primeiro grupo, correspondente até a posição 20 mm e com alta taxa de resfriamento ($\dot{T} > 5,8$ °C/s), o aumento da microdureza até o dia 15 pode ser atribuído às zonas de Guinier-Preston; em seguida, a microdureza decai ligeiramente por conta do rearranjo dos átomos para a formação de θ'' e S'' ; e a partir do dia 29, a resistência aumenta pela formação de θ' e S' . Com taxas de resfriamento intermediárias ($2,5 < \dot{T} < 4$ °C/s), nas posições 30 e 40 não ficou evidente o decaimento da microdureza durante a formação de θ'' e S'' no período analisado. Nas demais posições, com baixa taxa de

resfriamento ($\dot{T} < 2,5 \text{ }^{\circ}\text{C/s}$), o comportamento foi semelhante às posições de alta $\dot{T}$, porém, com menor intensidade. Em todas as amostras, depois do 103º dia, os resultados apontam para o super-envelhecimento. Provavelmente, as diferenças entre os três grupos estão relacionadas com o λ_1 e tamanho e distribuição dos precipitados, implicando na eficácia da solubilização, e consequentemente, da formação dos precipitados no interior da matriz $\alpha\text{-Al}$, confirmado pelo decréscimo do perfil de dureza à medida que se afasta da base refrigerada (Fig. 4.b). Com o tratamento T4 aplicado na liga Al-1%Cu-1%Mg, foi possível obter um aumento de até 22%, em média, quando comparada com as amostras BF, na melhor condição de tempo (103 dias).

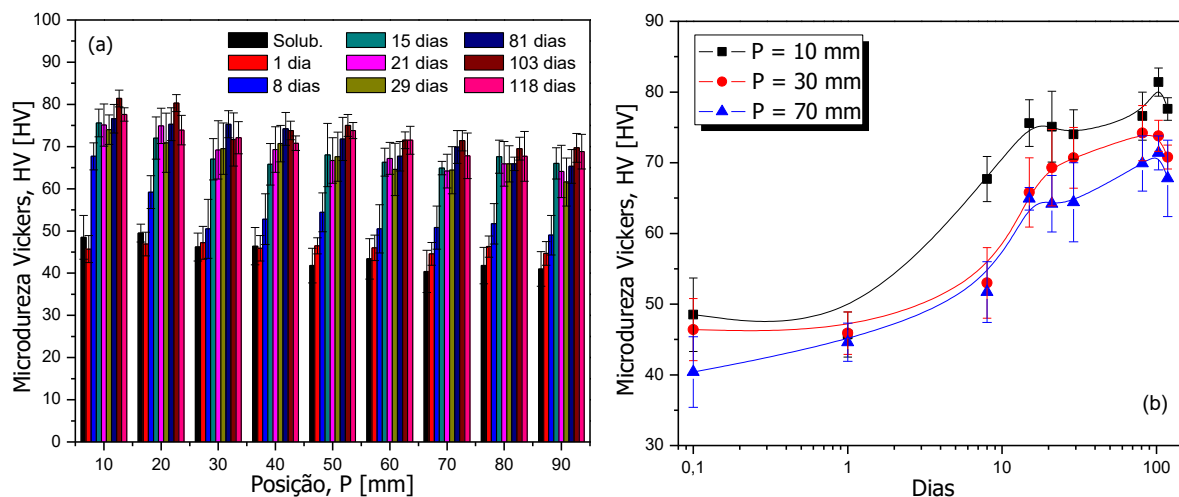


Figura 4. Microdureza Vickers das amostras envelhecidas naturalmente em função: (a) das posições ao longo do lingote e (b) dias transcorridos.

4. Conclusões

Os experimentos realizados na liga Al-1%Cu-1%Mg (em peso) evidenciaram que:

1. A solidificação unidirecional vertical ascendente propiciou macroestrutura colunar.
2. A microestrutura resultante do processo de solidificação da liga estudada apresentou uma morfologia dendrítica (fase rica em alumínio) e intermetálicos nos contornos interdendríticos.
3. O espaçamento microestrutural (λ_1) foi correlacionado $\dot{T}$ e V_L , sendo propostas leis de crescimento que apresentaram expoentes -0,55 e -1,1, respectivamente.
4. Para o ensaio de microdureza Vickers, a liga BF não apresentou variação de dureza nas posições iniciais, conferindo o valor médio de 66 HV, mas mostrou uma tendência de redução da microdureza à medida que o λ_1 se torna mais grosseiro, podendo ser correlacionada por meio de uma equação do tipo Hall-Petch: $HV = 48 + 137 (\lambda_1)^{-1/2}$.
5. As amostras SB tiveram um decréscimo da dureza quando comparadas com as amostras BF e EN. As amostras EN tiveram um aumento da dureza ao longo do tempo, tendo maiores valores de HV para a região mais próxima da base, sendo que no 103º dia, as amostras tratadas apresentaram, em média, uma microdureza 22% maior do que as amostras BF.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à CAPES e CNPq pelo apoio ao desenvolvimento deste trabalho.

6. REFERÊNCIAS

- Barros, A., Cruz, C., Silva, A. P., Cheung, N., Garcia, A., Rocha, O. e Moreira, A. "Horizontally Solidified Al-3wt%Cu-(0.5wt%Mg) Alloys: Tailoring Thermal Parameters, Microstructure, Microhardness, and Corrosion Behavior". *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, p. 1-15. No prelo.
- Brito, C., Reinhart, G., Nguyen-Thi, H., Manginck-Noël, N., Cheung, N., Spinelli, J. E. e Garcia, A., 2015. "High Cooling Rate Cells, Dendrites, Microstructural Spacings and Microhardness in a Directionally Solidified Al-Mg-Si Alloy". *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 636, p. 145-149.
- Cruz, C. B., Kakitani, R., Xavier, M. G. C., Silva, B. L., Garcia, A., Cheung, N. e Spinelli, J. E., 2018. "Transient Unidirectional Solidification, Microstructure and Intermetallics in Sn-Ni Alloys". *Materials Research*, Vol. 21.
- Donadoni, B. M. C., Gomes, L. F., Garcia, A. e Spinelli, J. E., 2018. "Tailoring of Microstructure and Tensile Properties in the Solidification of Al-11Si-(xCu) Brazing Alloys". *Metals*, Vol. 8, n. 10, p. 784-807.

- Gündüz, M. e Çadirli, E., 2002. "Directional solidification of aluminium–copper alloys". *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 327, n. 2, p. 167-185.
- Hall, E. O., 1951. "The deformation and ageing of mild steel: III discussion of results". *Proceedings of the Physical Society. Section B*, Bristol, Vol. 64, n. 9, p. 747.
- Lin, Y. C., Xia, Y.-C., Jiang, Y.-Q., Zhou, H.-M. e Li, L.-T., 2013. "Precipitation Hardening of 2024-T3 aluminum alloy During Creep Aging". *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 565, p. 420-429.
- Petch, N. J., 1953. "The cleavage strength of polycrystals". *Journal of the Iron and Steel Institute*, Chuo-ku, Vol. 174, p. 25-28.
- Santos, W. L. R., Brito, C., Bertelli, F., Spinelli, J. E. e Garcia, A., 2015. "Microstructural Development of Hypoeutectic Zn-(10-40)wt%Sn Solder Alloys and Impacts of Interphase Spacing and Macroseggregation Pattern on Hardness". *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 647, p. 989-996.
- Standard, A. S. T. M. E384, 2011. "Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials". West Conshohocken, USA: ASTM International.
- Zhang, Z., Xiao, B. L. e Ma, Z. Y., 2014. "Hardness Recovery Mechanism in the Heat-affected Zone During Long-term Natural Aging and its Influence on the Mechanical Properties and Fracture Behavior of Friction Stir Welded 2024Al-T351 Joints". *Acta Materialia*, Vol. 73, p. 227-239.

7. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

Os autores são os únicos responsáveis pelas informações incluídas neste trabalho.

NATURAL AGING OF THE AL-1WT.%CU-1%WT.MG ALLOY SOLIDIFIED IN TRANSIENT REGIME: MICROSTRUCTURE AND VICKERS MICROHARDNESS

Clarissa Barros da Cruz

Department of Manufacturing and Materials Engineering, University of Campinas UNICAMP, 13083-860 - Campinas, SP, Brazil
clarissabc@fem.unicamp.br

Rafael Kakitani

Department of Manufacturing and Materials Engineering, University of Campinas UNICAMP, 13083-860 - Campinas, SP, Brazil
rkakitani@fem.unicamp.br

Camila Yuri Negrão Konno

Department of Manufacturing and Materials Engineering, University of Campinas UNICAMP, 13083-860 - Campinas, SP, Brazil
camila_konno@hotmail.com

Amauri Garcia

Department of Manufacturing and Materials Engineering, University of Campinas UNICAMP, 13083-860 - Campinas, SP, Brazil
amaurig@fem.unicamp.br

Noé Cheung

Department of Manufacturing and Materials Engineering, University of Campinas UNICAMP, 13083-860 - Campinas, SP, Brazil
cheung@fem.unicamp.br

Abstract. The T4 heat treatment consists in submit the alloy to a solubilization followed by a natural aging leading to a precipitation hardening when applied in treatable aluminum-based alloys, such as Al-1%Cu-1%Mg. Thus, the present work aim to study this alloy, directionally solidified (DS) under transient regime, analyzing the microstructure, and correlating the primary dendritic spacing (λ_1) with thermal parameters ($\dot{T}$ and V_L) and microhardness (HV) along the ingot. In addition, the T4 was applied into the same as-cast samples and the microhardness was monitored over the time, starting from solubilization (SB). Therefore, for as-cast samples (BF) the correlation between λ_1 and the thermal parameters $\dot{T}$ and V_L resulted in growth laws that presented exponents -0.55 and -1.1, respectively. The microstructural correlation with HV was translated by a Hall-Petch equation. The solubilized samples presented lower values of HV, followed by BF and naturally aged (EN) samples. The behavior of the EN samples showed increase of HV with the time and, like the BF ones, higher values of HV for the region closer to the base.

Keywords: Solidification. Heat Treatment. Microstructure. Vickers Microhardness.

RESPONSIBILITY NOTICE

The authors are the only responsible for the printed material included in this paper.