

EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DA LIGA Al-3%Cu-0,5%Mg DURANTE A SOLIDIFICAÇÃO TRANSIENTE E CORRELAÇÃO COM MICRODUREZA VICKERS

André dos Santos Barros

Clarissa Barros da Cruz

Amauri Garcia

Noé Cheung

Departamento de Engenharia de Manufatura e Materiais, Universidade Estadual de Campinas, 13083-860, Campinas - SP, Brasil

a212042@dac.unicamp.br; clarissabc@fem.unicamp.br; amaurig@fem.unicamp.br; cheung@fem.unicamp.br

Crystopher Brito

Campus Experimental de São João da Boa Vista, Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita", 13876-750, São João da Boa Vista - SP, Brasil

brito87@fem.unicamp.br

Resumo. A ampla utilização de ligas do sistema Al-Cu-Mg na fabricação de peças estruturais de aeronaves deve-se principalmente às interessantes propriedades que estas ligas apresentam, tais como elevada resistência mecânica específica e alta resistência à fadiga. Apesar da grande importância tecnológica dessa classe de ligas de Al, observam-se, ainda, poucos estudos que visem à proposição de correlações que prevejam níveis requeridos de propriedades mecânicas em função de parâmetros microestruturais. Assim, este trabalho objetiva investigar os efeitos de variáveis térmicas da solidificação de uma liga ternária Al-3%Cu-0,5%Mg sobre parâmetros da microestrutura (espaçamentos dendríticos primários (λ_1) e secundários (λ_2)), e destes sobre a microdureza resultante. Para tanto, a referida liga foi solidificada direcionalmente em um dispositivo vertical ascendente sob uma ampla faixa de valores de velocidade de avanço da isoterma liquidus (V_L) e de taxa de resfriamento (T_R). Técnicas tradicionais de metalografia, microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura (MEV) associada com espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS) foram aplicadas na caracterização microestrutural. Observou-se que as leis de crescimento de λ_1 e de λ_2 em função de V_L e T_R podem ser representadas por equações do tipo potência. Finalmente, equações do tipo Hall-Petch foram propostas para correlacionar a variação da microdureza em função de λ_1 e de λ_2 .

Palavras chave: Ligas Al-Cu-Mg. Solidificação Transiente. Microestrutura. Microdureza.

1. INTRODUÇÃO

Ligas Al-Cu-Mg possuem uma vasta aplicação na indústria aeroespacial principalmente na fabricação de componentes que exigem baixa densidade, alta resistência mecânica e elevada resistência à fadiga (Nie *et al.*, 2018). Bordos de ataque e peças estruturais da fuselagem de aeronaves são exemplos de componentes que podem ser fabricados a partir dessas ligas (Wang *et al.*, 2013). Essa importância industrial é um dos principais fatores que justifica o desenvolvimento de estudos relacionados à análise da solidificação dessas ligas, uma vez que as propriedades do produto final dependerão essencialmente do arranjo estrutural que se forma imediatamente após a mudança do estado líquido para o sólido (Berkdemir e Gündüz, 2009).

Para um valor da relação Cu/Mg entre 4 e 8, tanto as fases θ'' e θ' (precursoras da fase θ -Al₂Cu) quanto as fases S'' e S' (precursoras da fase S-Al₂CuMg) atuam no endurecimento durante o tratamento térmico de envelhecimento de ligas Al-Cu-Mg (Li *et al.*, 2014). Assim, a adição de 0,5%Mg à liga Al-3%Cu, que é uma liga binária muito utilizada como base para a elaboração de outras ligas multicomponentes, permite analisar a solidificação de uma liga de relação Cu/Mg = 6, isto é, o valor central do intervalo no qual ocorre o efeito combinado destes intermetálicos precursoros.

Por meio da técnica de solidificação direcional transiente é possível analisar a evolução microestrutural de ligas multicomponentes à base de alumínio em função de parâmetros térmicos de solidificação, quais sejam: gradiente de temperatura à frente da interface sólido/líquido (G_L), velocidade de avanço da isoterma liquidus (V_L) e taxa de resfriamento ($T_R = G_L \cdot V_L$) (Brito *et al.*, 2016). Convém salientar, que o crescimento dendrítico é talvez o fenômeno mais observado durante a transformação líquido/sólido e a morfologia microestrutural pode ser caracterizada quantitativamente pela medida dos espaçamentos dendríticos primário (λ_1), secundário (λ_2) ou de maior ordem (Acer *et al.*, 2016).

Considerando a importância tecnológica das ligas Al-Cu-Mg para o setor aeroespacial, este estudo tem como objetivo analisar a influência dos parâmetros térmicos de solidificação sobre os espaçamentos dendríticos primários (λ_1) e secundários (λ_2) estabelecendo correlação com a microdureza Vickers de um lingote da liga Al-3%Cu-0,5%Mg obtido via solidificação direcional, sob condições transientes de extração de calor, na direção vertical e sentido ascendente.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

As quantidades dos metais comercialmente puros (Al e Cu) e da liga base Mg-7%Al, estequiometricamente calculadas para formar a liga Al-3%Cu-0,5%Mg (em peso), foram pesadas em uma balança eletrônica. O alumínio foi introduzido em um cadinho de carbetto de silício revestido internamente por uma camada de tinta à base de alumina e conduzido até um forno tipo mufla. Após a fusão do alumínio, o cadinho foi retirado do forno sendo então o cobre adicionado ao alumínio líquido, tendo o cadinho sido novamente introduzido no forno mufla durante 60 min. Em seguida, o cadinho foi novamente retirado do forno e a quantidade calculada da liga Mg-7%Al foi adicionada ao metal líquido. Para homogeneizar a mistura, foi utilizada uma vareta de aço recoberta com uma camada de alumina.

A liga contida no cadinho foi então vertida em uma lingoteira de aço inoxidável 310 posicionada dentro de um dispositivo de solidificação direcional vertical ascendente. Maiores detalhes do experimento de solidificação direcional bem como os equipamentos necessários para a execução podem ser encontrados no estudo apresentado por Spinelli *et al.* (2012). O monitoramento das variações de temperatura durante o resfriamento foi realizado por meio de termopares do tipo K posicionados no interior da lingoteira em sete diferentes posições a partir da base refrigerada. Os termopares foram conectados a um sistema de aquisição de dados ligado a um computador. Quando o líquido atingiu o nível de superaquecimento de 6% acima da temperatura *liquidus* (T_L) o sistema de resfriamento foi acionado para que então a solidificação direcional vertical ascendente ocorresse. Os dados de variação de temperatura foram armazenados na memória de um computador e utilizados posteriormente no cálculo dos valores da velocidade de avanço da isoterma *liquidus* (V_L) e da taxa de resfriamento (T_R).

O lingote obtido foi então seccionado longitudinalmente ao meio. Uma metade foi utilizada para a revelação macroestrutural, enquanto a outra foi destinada à caracterização microestrutural. As microestruturas foram analisadas tanto por microscopia óptica quanto por microscopia eletrônica de varredura (MEV) associada com espectroscopia de energia dispersiva (EDS). As medidas dos espaçamentos dendríticos para diversas posições ao longo do lingote foram realizadas utilizando-se o software ImageJ. Maiores detalhes dos procedimentos de medição de λ_1 e λ_2 podem ser encontrados no estudo apresentado por Acer *et al.* (2016). Os ensaios de microindentação foram realizados com aplicação de uma carga de 0,5 kgf durante 10 segundos sendo efetuadas 15 medidas para cada amostra transversal.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1a mostra as curvas de resfriamento registradas durante a solidificação direcional vertical ascendente da liga Al-3%Cu-0,5%Mg indicando a posição de cada termopar em relação à interface de resfriamento. Estes dados térmicos foram utilizados para calcular V_L e T_R . Na Figura 1b, podem ser observados valores elevados de V_L e T_R nas posições mais próximas à base refrigerada. No entanto, ao longo do processo ocorre uma diminuição progressiva destas variáveis térmicas em consequência tanto do aumento da resistência térmica na interface metal/molde quanto do aumento da resistência térmica imposta pela formação gradativa da camada de metal solidificado. O grau de ajuste entre a equação gerada e os valores experimentais é parametrizado em termos do coeficiente de determinação (R^2).

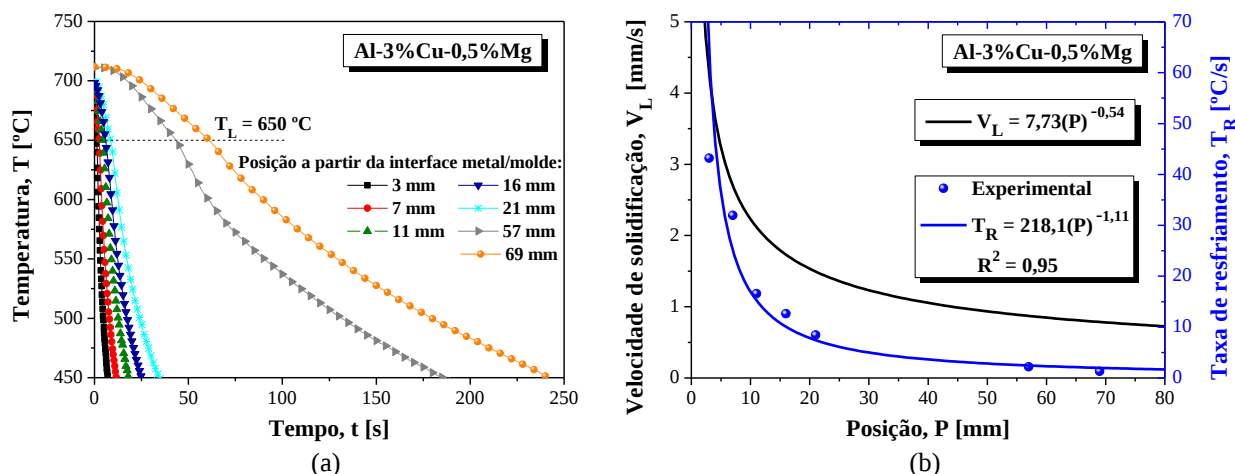


Figura 1. (a) Curvas de resfriamento durante a solidificação direcional ascendente da liga Al-3%Cu-0,5%Mg; (b) Perfis de V_L e T_R ao longo do comprimento do lingote.

A macroestrutura da liga Al-3%Cu-0,5%Mg solidificada, conforme as condições assumidas neste trabalho, é apresentada na Fig. 2a na qual se verifica o crescimento de grãos colunares paralelamente à direção do fluxo de calor evidenciando-se, portanto, a direcionalidade da extração de calor. Ainda na Fig. 2a, são também apresentadas micrografias representativas obtidas das seções longitudinais e transversais de 2 diferentes posições do lingote.

Na Figura 2b é apresentada uma micrografia típica obtida por MEV com análise pontual por EDS na amostra retirada da posição P = 70 mm. Os pontos 1, 2, 3 e 4 representam as análises pontuais realizadas nas regiões interdendríticas indicando a provável formação de fases intermetálicas constituídas de Al, Cu, Mg e Fe.

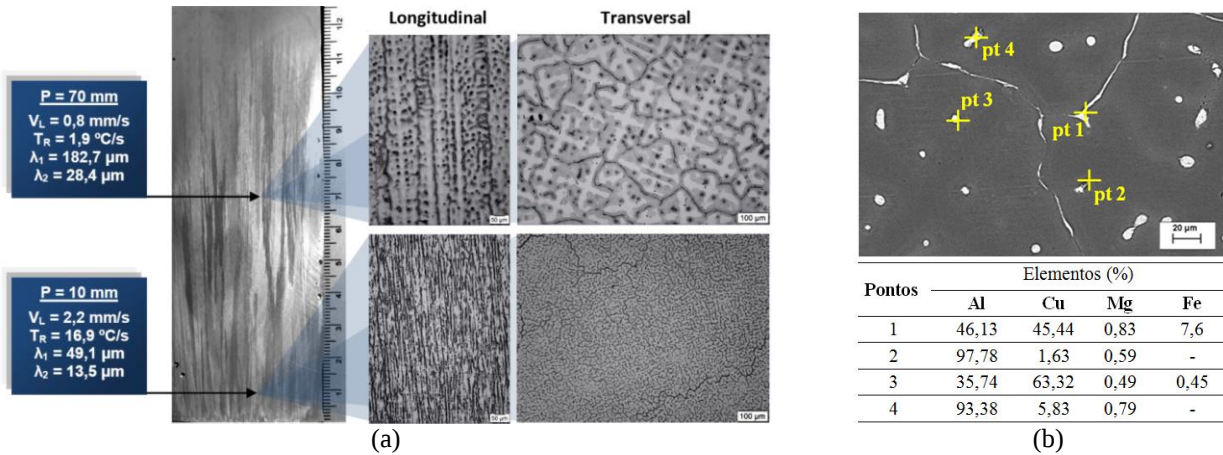


Figura 2. (a) Macrografia e micrografias da liga Al-3%Cu-0,5%Mg; (b) Análise pontual de EDS em uma micrografia obtida por MEV.

A Figura 3a mostra que a redução dos valores λ_1 com o aumento de V_L pode ser representada por uma equação experimental do tipo potência caracterizada pelo expoente -1,1, com valor de R^2 muito próximo de 1. Ainda na Fig. 3a, pode ser observado que uma equação na forma de potência dada por $\lambda_1 = \text{constante} (T_R)^{-0,55}$ caracteriza a correlação entre resultados experimentais de λ_1 e T_R . Na Figura 3b observa-se que uma equação de potência caracterizada pelo expoente -2/3 pode ser utilizada para representar a evolução de λ_2 em função de V_L . Similarmente, na Fig. 3b, os valores de λ_2 também diminuem para valores mais elevados de T_R , porém a equação experimental do tipo potência é caracterizada pelo expoente -1/3 ($R^2 > 0,9$).

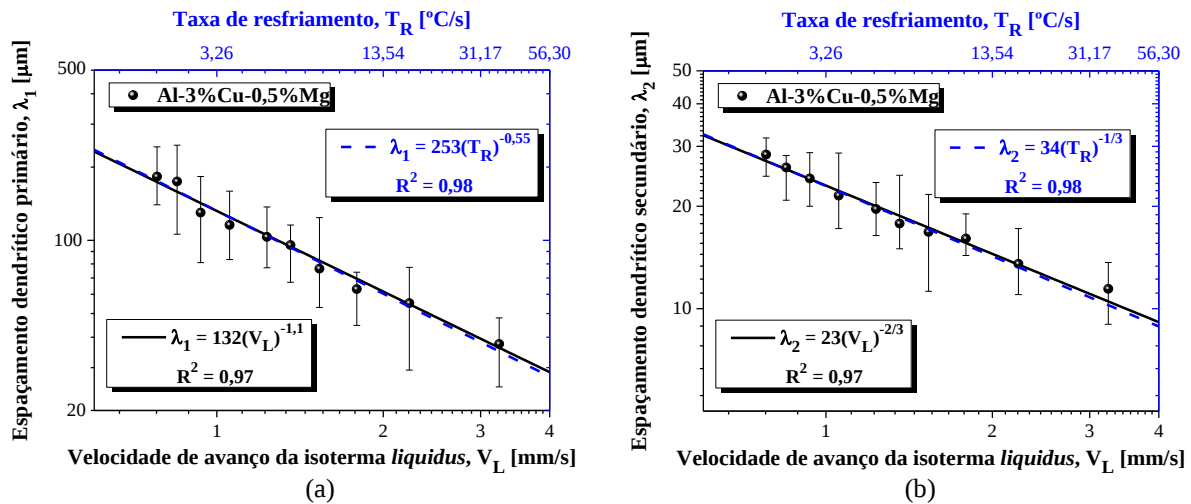


Figura 3. (a) Resultados experimentais de λ_1 em função de V_L e T_R ; (b) Valores de λ_2 em função de V_L e T_R .

Equações do formato $\lambda_1 = \text{constante} (V_L)^{-1,1}$, $\lambda_1 = \text{constante} (T_R)^{-0,55}$, $\lambda_2 = \text{constante} (V_L)^{-2/3}$ e $\lambda_2 = \text{constante} (T_R)^{-1/3}$ também foram obtidas em outros estudos envolvendo a solidificação de outras ligas ternárias à base de Al: Al-Cu-Si (Costa *et al.*, 2015), Al-Si-Mg (Brito *et al.*, 2015) e Al-Sn-(Si; Cu) (Bertelli *et al.*, 2015). Assim, os resultados obtidos reforçam que, apesar da complexidade envolvida na solidificação de ligas ternárias, tais como a formação de diferentes fases intermetálicas e ocorrência de reações eutéticas binárias e ternárias, equações experimentais de λ_1 e λ_2 em função de V_L e T_R podem ser representadas por expoentes característicos. A Figura 4 mostra os resultados de microdureza Vickers (HV) em função do inverso da raiz quadrada de λ_1 e de λ_2 sendo representados por equações do tipo Hall-Petch

($HV = HV_0 + \lambda_1^{-1/2}$). Verifica-se que o perfil de microdureza cresce em função de $\lambda_1^{-1/2}$ e $\lambda_2^{-1/2}$, ou seja, maiores valores de HV estão associados com menores espaçamentos dendríticos. Menores espaçamentos proporcionam uma distribuição mais homogênea dos intermetálicos constituídos de Al, Fe, Cu e Mg previamente observadas por MEV/EDS favorecendo, então, um maior índice de bloqueios à movimentação de discordâncias durante a deformação, justificando a obtenção dos maiores valores de microdureza. Faria *et al.* (2015) mostraram que uma liga Al-4%Cu solidificada sob condições semelhantes apresentou uma microdureza Vickers constante (~ 52 HV) em função da variação de $\lambda_2^{-1/2}$. Neste sentido, observou-se que a adição de 0,5%Mg em uma liga Al-3%Cu teve um significativo efeito sobre esta propriedade, aumentando o valor HV em torno de 50% em relação ao valor médio observado na liga Al-4%Cu. A adição de Mg alterou também a influência de λ_1 e λ_2 sobre HV.

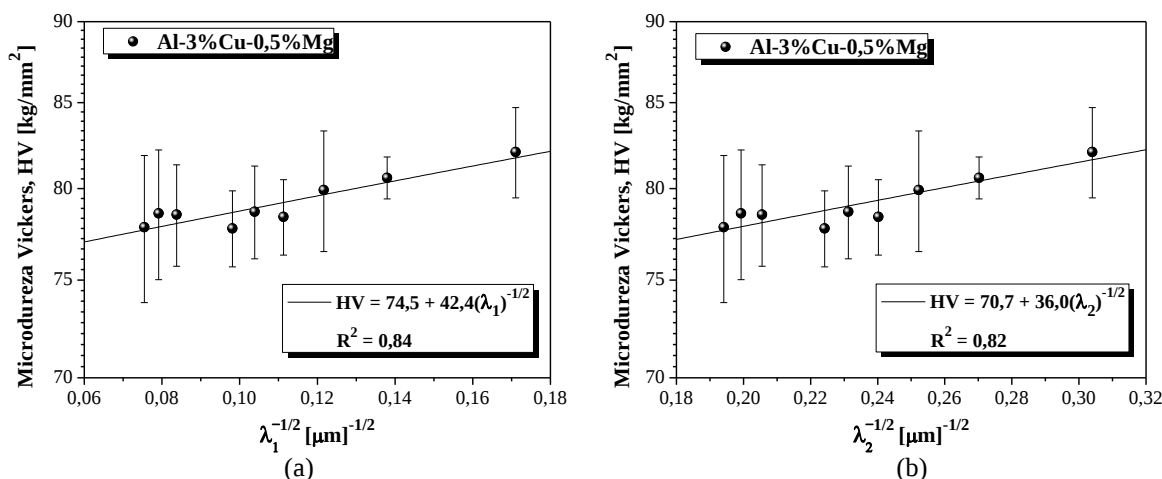


Figura 4. Microdureza em função do inverso da raiz quadrada de: (a) λ_1 e (b) λ_2 .

4. CONCLUSÕES

A análise dos resultados obtidos para a liga Al-3%Cu-0,5%Mg solidificada, conforme as condições operacionais adotadas neste trabalho, permite obter as seguintes conclusões:

- Os valores de λ_1 e λ_2 são menores próximo à interface metal/molde em virtude dos valores mais elevados de V_L e T_R . Desta forma, estes espaçamentos dendríticos aumentam progressivamente a partir da interface metal/molde para o interior do lingote, ou seja, λ_1 e λ_2 aumentam à medida que se diminui V_L e T_R .
- Equações do tipo potência representadas por expoentes característicos podem ser aplicadas para descrever a variação de λ_1 e λ_2 em função de V_L e T_R durante a solidificação vertical ascendente da liga ternária Al-3%Cu-0,5%Mg em regime transiente de fluxo de calor.
- O aumento da microdureza está diretamente associado com a interação entre a matriz rica em Al refinada (menores valores de λ_1 e λ_2) e a distribuição homogênea dos intermetálicos constituídos de Al, Cu, Mg e Fe observados nas regiões interdendríticas que atuam como partículas de reforço.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CNPq (Processos CNPq 407871/2018-7 e 140918/2018-3).

6. REFERÊNCIAS

- Acer, E., Çadırlı, E., Erol, H. e Gündüz, M., 2016. “Effect of growth rate on the microstructure and microhardness in a directionally solidified Al-Zn-Mg alloy”. *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 47, n. 6, p. 3040-3051.
- Berkdemir, A. e Gündüz, M., 2009. “Effect of growth rate and Mg content on dendrite tip characteristics of Al-Cu-Mg ternary alloys”. *Applied Physics A*, Vol. 96, p. 873-886.
- Bertelli, F., Brito, C., Ferreira, I. L., Reinhart, G., Nguyen-Thi, H., Mangelinck-Noël, N., Cheung, N. e Garcia, A., 2015. “Cooling thermal parameters, microstructure, segregation and hardness in directionally solidified Al-Sn-(Si;Cu) alloys”. *Materials & Design*, Vol. 72, p. 31-42.
- Brito, C., Costa, T.A., Vida, T.A., Bertelli, F., Cheung, N., Spinelli, J.E. e Garcia, A., 2015. “Characterization of dendritic microstructure, intermetallic phases, and hardness of directionally solidified Al-Mg and Al-Mg-Si alloys”. *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 46, p. 3342-3355.

- Brito, C., Vida, T., Freitas, E., Cheung, N., Spinelli, J. E. e Garcia, A., 2016. "Cellular/dendritic arrays and intermetallic phases affecting corrosion and mechanical resistances of an Al-Mg-Si alloy". *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 673, p. 220-230.
- Costa, T.A., Moreira, A.L., Moutinho, D.J., Dias, M., Ferreira, I.L., Spinelli, J.E., Rocha, O. e Garcia, A., 2015. "Growth direction and Si alloying affecting directionally solidified structures of Al-Cu-Si alloys". *Materials Science and Technology*, Vol. 31, p. 1103-112.
- Faria, J.D., Brito, C.C., Costa, T.A., Verissimo, N.C., Santos, W.L.R., Dias Filho, J.M., Garcia, A. e Cheung, N., 2015. "Influência na microestrutura e na microdureza decorrente da adição de 4% Ag na liga Al-4%Cu solidificada unidirecionalmente". *Matéria (Rio de Janeiro)*, Vol. 20(4), p. 992-1007.
- Li, S., Zhang, J., Yang, J., Deng, Y. e Zhang, X., 2014. "Influence of Mg contents on aging precipitation behavior of Al-3.5Cu-xMg alloy". *Acta Metallurgica Sinica*, Vol. 27, p. 107-114.
- Nie, X., Zhang, H., Zhu, H., Hu, Z., Ke, L. e Zeng, X., 2018. "Analysis of processing parameters and characteristics of selective laser melted high strength Al-Cu-Mg alloys: from single tracks to cubic samples". *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 256, p. 69-77.
- Spinelli, J.E., Cheung, N., Goulart, P.R., Quaresma, J.M. e Garcia, A., 2012. "Design of mechanical properties of Al-alloys chill castings based on the metal/mold interfacial heat transfer coefficient". *International Journal of Thermal Sciences*, Vol. 51, p.145-154.
- Wang, H., Li, C., Li, J., Wei, X. e Mei, R., 2013. "Effect of deformation and aging on properties of Al-4.1%Cu-1.4%Mg aluminum alloy". *International Scholarly Research Notices: Materials Science*, Vol. 2013, p. 902970-1-902970-8.

5. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

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

MICROSTRUCTURAL EVOLUTION OF Al-3wt.%Cu-0.5wt.%Mg ALLOY DURING TRANSIENT SOLIDIFICATION AND CORRELATION WITH VICKERS MICROHARDNESS

André dos Santos Barros

Clarissa Barros da Cruz

Amauri Garcia

Noé Cheung

Department of Manufacturing and Materials Engineering, University of Campinas, Campinas, SP 13083-860, Brazil
a212042@dac.unicamp.br; clarissabc@fem.unicamp.br; amaurig@fem.unicamp.br; cheung@fem.unicamp.br

Crystopher Brito

Experimental Campus of São João da Boa Vista, São Paulo State University "Júlio de Mesquita", São João da Boa Vista, SP 13876-750, Brazil
brito87@fem.unicamp.br

Abstract. The use of Al-Cu-Mg alloys in the manufacturing of aircraft structural parts is mainly due to the interesting properties that these alloys present, such as high specific mechanical strength and high fatigue resistance. Despite the great technological importance of this class of Al alloys, it is found only a few studies with a view to propose correlations that provide required levels of mechanical properties as function of the microstructural parameters. Thus, this paper aims to investigate the effects of solidification thermal variables on primary (λ_1) and secondary (λ_2) dendritic spacings of an Al-3wt.%Cu-0.5wt.%Mg alloy, establishing correlation with the resulting microhardness. For this purpose, the ternary alloy was directionally solidified vertically upwards under a wide range of both growth rate (V_L) and cooling rate (T_R). Traditional techniques of metallography, optical microscopy and scanning electron microscopy (SEM) associated with energy dispersive x-ray spectroscopy (EDS) were applied in the microstructural characterization. It was observed that the growth laws of λ_1 and λ_2 as a function of both V_L and T_R can be represented by power-type equations. Finally, Hall-Petch equations were proposed to correlate the microhardness variation with both λ_1 and λ_2 .

Keywords: Al-Cu-Mg alloys, transient solidification, microstructure, microhardness.

RESPONSIBILITY NOTICE

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