Correlação entre parâmetros térmicos de solidificação, microestrutura e dureza para uma liga Al5%Cu0,8%Mg antes e após o tratamento térmico T6

Carlos Maranhão Piorski Júnior¹ Rafael Kakitani² Noé Cheung² Felipe Bertelli^{1,3*}

Resumo

O objetivo deste trabalho foi realizar a solidificação da liga Al5%Cu0,8%Mg em peso com um aparato de solidificação direcional ascendente, a fim de determinar a correlação entre a taxa de resfriamento e os espaçamentos dendríticos primários - EDP (λ_1) e a dureza Rockwell B antes e após um tratamento térmico de solubilização e precipitação. A partir de amostras com diferentes escalas microestruturais, foi analisado o efeito de um tratamento térmico (TT) artificial T6 e o efeito do λ_1 na efetividade do TT. Técnicas de caracterização por microscopia óptica e eletrônica de varredura foram utilizadas e as microestruturas observadas mostram uma matriz dendrítica rica em Al (α -Al) e θ -(Al₂Cu), além de fases intermetálicas S (Al₂CuMg) dentro das regiões interdendríticas. A maior dureza foi observada sempre para estruturas mais refinadas, mesmo após o envelhecimento da liga. O tempo médio de tratamento ideal para obtenção dos maiores valores de dureza ficou entre 2 e 3 horas de precipitação. Os percentuais de dureza aumentaram em torno de 11% no ponto máximo, com valores de 62-70 HRB para os λ_1 s analisados.

Palavras-chave: Tratamento térmico; Liga AlCuMg; Dureza; Microestrutura.

Correlation between thermal parameters of solidification, microstructure and hardness for an Al5%Cu0,8%Mg alloy before and after T6 heat treatment

Abstract

The aim of this paper was to investigate the solidification of Al5%Cu0.8%Mg alloy using an upward directional solidification apparatus. The study aimed to explore the relationship between cooling rate, primary dendritic spacings (λ_1) , and Rockwell B hardness, both before and after solubilization and precipitation heat treatment. By examining samples with varying microstructural scales, the effect of a T6 artificial heat treatment (TT) and the influence of λ_1 on the treatment's effectiveness were analyzed. Optical and scanning electron microscopy were employed to characterize the microstructures, which revealed a dendritic matrix rich in α -Al and θ -(Al₂Cu), as well as intermetallic phases S (Al₂CuMg) in the interdendritic regions. The results indicated that higher hardness was consistently associated with more refined microstructures, even after aging. The optimal treatment duration for achieving the highest hardness values was between 2 and 3 hours of precipitation. Hardness improved by approximately 11% at its peak, with Rockwell C hardness values ranging from 62 to 70 for the analyzed λ_1 spacings.

Keywords: Heat treatment; AlCuMg alloy; Hardness; Microstructure.

^{*}Autor correspondente: bertelli@unisanta.br



^{2176-1523 © 2024.} Piorski Júnior et al. Publicado pela ABM. Este é um artigo publicado em acesso aberto (Open Access) sob a licença Creative Commons Attribution, que permite uso, distribuição e reprodução em qualquer meio, sem restrições desde que o trabalho original seia corretamente citado.

¹Universidade Santa Cecilia, UNISANTA, Santos, SP, Brasil.

²Universidade Estadual de Campinas, UNICAMP, Campinas, SP, Brasil.

³Universidade Federal de São Paulo, UNIFESP, Santos, SP, Brasil.

1 Introdução

A indústria aeronáutica comumente emprega ligas de alumínio em componentes estruturais críticos, como fuselagens, asas e partes internas de aeronaves, devido à alta resistência e baixo peso específico que essas ligas podem atingir no processo de fabricação [1].

É sabido que a adição de elementos químicos, como reforço por solução sólida à matriz rica em alumínio, permite atingir níveis limitados de resistência mecânica, em comparação aos tratamentos térmicos. A disposição dos elementos de soluto nas regiões interdendríticas é pouco efetiva em comparação com a precipitação finamente dispersa na matriz do solvente, quando se trata de bloqueio ao livre movimento das discordâncias durante a deformação plástica [2].

Algumas famílias comerciais, como as 2XXX (Al-Cu), são termicamente tratáveis e podem atingir altíssimos valores de resistência mecânica e dureza, de acordo com os precipitados de segundas fases. O endurecimento em ligas de AlCuMg, por exemplo, pode se dar pela formação dos intermetálicos θ -Al₂Cu e S-Al₂CuMg [3,4]. Outros intermetálicos típicos das ligas do sistema ternário AlCuMg que podem se formar, a depender do tempo de permanência em cada etapa do tratamento, são: Mg₂Al₄, MgAl e Mg₇Al₁₂ [5-7].

Antes de um tratamento térmico, invariavelmente, toda liga metálica passa, ao menos, uma vez pelo processo de fundição. As propriedades finais dependerão das estruturas brutas de solidificação, governadas pelos parâmetros térmicos velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L), taxa de resfriamento (\hat{T}) e gradiente térmico (G) [8]. Além disso, tanto da composição química quanto da escala microestrutural interferem no ganho das propriedades mecânicas finais após o tratamento térmico [9].

A liga analisada foi a Al5%Cu0,8%Mg, por ser de interesse e aplicação comercial e dada a possibilidade de aumentar sua dureza por meio de tratamento térmico. As investigações foram conduzidas em um mesmo lingote obtido por solidificação direcional transiente, o que permite quantificar um grande intervalo de variação microestrutural e realizar as correlações com o perfil dureza em um mesmo experimento. Inicialmente, foi feita a caracterização da morfologia microestrutural, estabeleceu-se sua correlação com os parâmetros térmicos \dot{T} e V₁ e foi proposta uma lei de crescimento dendrítico. Para um tratamento térmico T6 de solubilização e precipitação, as temperaturas foram mantidas nos valores de limites máximos de 495 °C, para solubilização, e de 195 °C, para precipitação, considerando a variação deste tratamento na literatura e de acordo com a limitação da transformação eutética. Foram selecionadas amostras com diferentes microestruturas brutas de solidificação, para mostrar a influência no aumento da dureza a partir de diferentes escalas morfológicas em um mesmo fundido.

2 Materiais e métodos

Um aparato de solidificação direcional ascendente foi utilizado para a obtenção da liga proposta, sendo constituído de: um forno de resistências (controladas por uma caixa de comando); uma lingoteira bipartida feita em aço 310, acoplada a um molde de aço SAE 1020 lixado até 600 *mesh*; e um sistema de refrigeração com água na parte inferior, a fim de promover uma solidificação transiente unidirecional vertical ascendente.

O processo de obtenção da liga é constituído pelas seguintes etapas: primeiro, o alumínio é fundido em um cadinho de carbeto de silício, revestido com cimento refratário QF-180, dentro de um forno do tipo mufla a 850 °C, a fim de evitar a solidificação durante as etapas de vazamento e homogeneização.

Após a fusão, são inseridos os elementos cobre e magnésio, homogeneizando mecanicamente com uma vareta, e o metal líquido é desgaseificado com inserção de argônio por 2 minutos.

Uma vez que a liga foi homogeneizada, ela é vertida dentro da lingoteira, que se encontra posicionada dentro do forno direcional e pré-aquecida a 600 °C, a fim de evitar a solidificação dentro do sistema. Por fim, as resistências do forno direcional são controladas para se obter um superaquecimento de 5%. Ao atingir esta temperatura requerida, o sistema de refrigeração é acionado, dando início a solidificação e armazenamento de dados térmicos.

É visto o detalhamento do aparato de solidificação, vazamento da liga dentro da lingoteira e controle de resistências na Figura 1. Os termopares inseridos internamente, para registro in situ da temperatura permitem a determinação dos parâmetros térmicos deslocamento da isoterma liquidus, velocidade de solidificação (V_{I}) e taxa de solidificação (\dot{T}). O posicionamento de um maior número de termopares próximo à superfície refrigerada permite ajustar com maior precisão os parâmetros térmicos onde a troca térmica é mais intensa, ao passo que em posições mais afastadas, esta variação é mais lenta. Além disso, a extrapolação dos parâmetros para todo o lingote a partir de algumas posições fixas permite a realização das correlações com a microestrutura desejada, independentemente do local da obtenção de amostras para metalografia. Os metais comercialmente puros foram utilizados na preparação da liga, com a análise química detalhada na Tabela 1. A composição da liga foi 5% em peso de cobre e 0,8% em peso de magnésio. A temperatura liquidus considerada foi de 645 °C, podendo ser vista na linha tracejada em vermelho no diagrama pseudobinário da Figura 2, com composição fixa em 0,8% em peso de magnésio e teor de cobre variando [10].

A caracterização macroestrutural foi feita na superfície longitudinal do lingote, conforme indicado na Figura 3, a qual foi lixada até uma lixa de 600 *mesh* e, posteriormente, atacada quimicamente com uma solução de HF 2%. Já as microestruturas de solidificação, foram obtidas com amostras

Tabela 1. Análise da composição química dos elementos de liga Al, Cu e Mg (% em peso)

	Mg	Al	Mn	Zn	Si	Cu	Fe	Cr
Al	0,01	Balanço	-	0,01	0,03	0,01	0,03	-
Mg-Al	90,19	8,60	0,14	0,65	0,20	0,20	-	-
Cu	-	-	-	-	0,08	Balanço	-	0,15



Figura 1. (a) Lingoteira bipartida com molde na parte inferior; (b) termopares inseridos na lingoteira; (c) homogeneização da liga; (d) vazamento da liga na lingoteira inserida no forno direcional; (e) e (f) controle da temperatura da liga vazada.

seccionadas a partir das posições 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60 mm, em relação à interface metal/molde refrigerada, transversalmente no sentido de solidificação (Figura 3). Esta escolha permite a obtenção de uma curva ajustada dos parâmetros microestruturais ao longo de todo o lingote. O ataque químico para secções transversais foi feito com uma solução de HF 0,5%, em superfícies polidas até 3 µm. Para a medição dos espaçamentos dendríticos primários - EDP (λ_1), utilizou-se o método do triângulo, que consiste em se traçar linhas de centro a centro de três dendritas adjacentes não alinhadas [11].

Para realização do tratamento térmico, foram selecionadas as posições 5, 10, 30 e 40 mm a partir da interface metal/molde, a fim de se observar a influência da escala microestrutural nos resultados obtidos para o envelhecimento artificial. Para a etapa de tratamento térmico, algumas amostras da caracterização metalográfica foram suprimidas devido à pouca variação morfológica entre amostras adjacentes. A etapa de solubilização foi realizada por duas horas a 495 °C, sendo interrompida e reiniciada após uma hora, para levantamento do perfil de dureza intermediário nesta etapa. Já a precipitação, foi feita de uma em uma hora, até atingir 4 horas de tratamento a 195 °C. Em cada interrupção, a amostra foi resfriada em água para medição da dureza intermediária no envelhecimento, e reaquecida novamente, conforme o gráfico apresentado na Figura 4.

Para o ensaio de dureza, foi utilizado um durômetro Rockwell B, com esfera de aço com 1,58 mm de diâmetro e carga de 100 kg, conforme a norma ASTM E18 [12].

3 Resultados

A Figura 5 apresenta a macroestrutura de solidificação obtida para a liga Al5%Cu0,8%Mg, indicando o posicionamento de 5 termopares a partir da interface metal/molde refrigerado, bem como as curvas de resfriamento desde a temperatura de vazamento (Tv) até 50 segundos de experimento. Observa-se a predominância de grãos colunares em todo o lingote, com a região próxima da base refrigerada composta por grãos refinados. Para regiões mais afastadas da base refrigerada, os grãos se tornaram cada vez mais grosseiros.

A partir do registro da curva de resfriamento ao longo da solidificação, para cada uma das 5 posições medidas, um ajuste polinomial foi feito em torno dos pontos próximos à T_L (+/- 10 °C acima e abaixo). Este ajuste foi diferenciado em relação ao tempo e cada valor encontrado se refere à taxa de



Figura 2. Diagrama de fases pseudobinário Al-X%Cu-0,8%Mg [10].

resfriamento local. Posteriormente, uma curva de decaimento potencial foi ajustada e o valor da taxa de resfriamento em função da posição é dada por $\dot{T}_{(P)} = 110.P^{0.77}$ e R²=0,87. A correlação entre a taxa determinada e o valor de λ_1 pode ser encontrada na Figura 6. A taxa correlacionada com os λ_1 remete à lei de crescimento dendrítico durante o processo de solidificação.

A influência da escala microestrutural, mais especificamente o λ_1 , no espectro de modificação da dureza ao longo de um tratamento térmico T6 foi analisado, e a Figura 7 apresenta esta correlação. As posições equivalentes avaliadas foram 5 mm, 10 mm, 30 mm e 40 mm, respectivamente às medições de $\lambda_1 = 21, 35, 81 \text{ e } 100 \text{ }\mu\text{m}$. Na Tabela 2, a microscopia eletrônica de varredura indica os contornos interdendríticos e a dispersão de segundas fases e intermetálicos nas condições como fundida e após 4 h de precipitação, sendo possível observar, através das cores de cada elemento (map scan), uma clara modificação na distribuição dos elementos. No estado bruto de fusão, o Cu e Mg estavam concentrados nas fases secundárias, mas após o envelhecimento, os elementos de liga estão distribuídos de forma mais homogênea em toda a matriz α-Al. A evolução da dureza, em relação ao tempo do tratamento de precipitação, indicou que, após uma hora de envelhecimento, já foi possível constatar um aumento da dureza, pela formação das zonas GPB [13,14]. Com o maior tempo de tratamento, as zonas GPB se desenvolvem para as partículas metaestáveis θ " e S" [15], implicando em um crescimento da dureza até atingir o valor máximo. No caso das amostras com microestrutura mais refinada ($\lambda_1 \leq 35 \mu m$), a dureza máxima foi alcançada em 2 horas, seguido de estabilização ou decréscimo na dureza, por conta da formação de fases (θ ' e S') de maior coerência com a matriz. Enquanto nas amostras com microestrutura mais grosseira ($\lambda_1 \ge 81 \ \mu m$), a cinética da precipitação foi mais lenta ou menos intensa, constatada pelo maior tempo – cerca de três horas – para atingir a dureza máxima. Após esse período, a dureza decaiu.

Por fim, considerando que ligas de alumínio, obtidas a partir de metais comercialmente puros, possuem



Figura 3. Esquema de obtenção de amostras para caracterização metalográfica, tratamento térmico e dureza.

intrinsecamente teores mínimos de ferro, foi identificado tal elemento nas amostras, conforme a análise de composição (Tabela 3). O teor de ferro calculado em área, apesar de mínimo, pode se concentrar nas regiões interdendríticas, formando precipitados e intermetálicos ricos em cobre e ferro, que podem modificar a dureza desejada em TTs comerciais. A Figura 8 apresenta esses intermetálicos.

4 Discussão

A partir das curvas de resfriamento indicadas na Figura 5, é possível observar que o termopar mais próximo da base refrigerada possui a curva com maior decaimento de temperatura, seguido dos termopares mais distantes sucessivamente. Com o avanço da interface líquido/sólido no



Figura 4. Representação esquemática das etapas de envelhecimento artificial.

sentido de solidificação (vertical ascendente), a resistência à troca térmica aumenta, impondo uma diminuição na taxa de resfriamento para posições mais afastadas da base refrigerada. Tanto as formações crescentes de camada sólida quanto a de um gap de ar na interface metal/molde, são responsáveis por este comportamento. A dureza medida em posições mais afastadas, devido ao refino microestrutural observado. Porém, na posição 30 mm e 40 mm, a média das medições ficou muito próxima na situação como fundidas e, durante o tratamento térmico, elas não apresentaram diferenças significativas nas etapas de solubilização e precipitação.

A Tabela 2 indica uma morfologia típica antes e após o tratamento para o sistema de liga AlCuMg investigado, indicando que houve coalescência parcial de dendritas, com a solubilização das fases secundárias e redistribuição das fases S e θ prevista pelo diagrama de fases, sendo estáveis à temperatura ambiente. Considerando que o tratamento proposto visa a diminuição do tempo nos tratamentos T6 de ligas de alumínio, aumentando-se a temperatura de precipitação e diminuindo-se o tempo, é possível observar remanescentes apreciáveis de intermetálicos ricos em Cu e Mg nas regiões intedendríticas.

A maior taxa de resfriamento nas amostras 5 e 10 mm ($\lambda_1 = 21 \text{ e } 35 \ \mu\text{m}$, respectivamente) proporcionou intermetálicos finos e com distribuição homogênea na região interdendrítica. Em contrapartida, as amostras 30 e 40 mm ($\lambda_1 = 81 \text{ e}$ 100 μm , respectivamente) foram solidificadas em menores T, apresentando θ e S grosseiros. Assim, na microestrutura refinada, a área de contato entre os intermetálicos e a matriz é mais extensa, permitindo uma difusão mais acentuada e, em consequência, beneficiando a solubilização de θ e S na matriz α -Al. Com alto nível de supersaturação de Cu e Mg, a formação de θ " e S", possivelmente, foi acelerada, encurtando o tempo de precipitação para atingir a dureza máxima.

A presença de Fe é invariável em ligas de alumínio como um elemento de impureza, conforme é observada



Figura 5. Macroestrutura de solidificação da liga Al5%Cu0,8%Mg e perfil térmico para 5 termopares em diferentes posições a partir da interface metal/molde.



Tabela 2. Análise map scan em MEV, indicando a redistribuição dos elementos de liga na condição como fundida e após o TT6



Tabela 3. Análise da composição química para posição 5 mm e 40 mm da interface metal/molde



Figura 6. Espaçamento dendrítico primário como função da Taxa de resfriamento (\dot{T}) .

na Tabela 3. Por ser próximo à superfície do molde refrigerado, que está em contato com a liga, pode haver dissolução para a liga em alta temperatura nas posições muito próximas, como a 5 mm analisada. Isso pode resultar na ocorrência de várias fases insolúveis de Fe, principalmente partículas de Al₇Cu₂Fe [3], ao longo da

Tecnol Metal Mater Min., São Paulo, 2024;21:e3082



Figura 7. Perfil de dureza antes e após o envelhecimento artificial.

solidificação. É possível notar na Figura 8 que a microestrutura resultante consiste principalmente na matriz rica em Al e uma mistura interdendrítica, contendo a fase α eutética e os intermetálicos Al₂Cu e Al₇Cu₂Fe e Al₂CuMg [16]. Apesar de não ter sido indicado a presença de Fe na posição 40 mm, isso não indica a ausência total de Fe na, pois há uma limitação conhecida deste sistema de detecção para valores menores de 0,1%.



Figura 8. Distribuição de intermetálicos após o tratamento térmico T6.

5 Conclusão

A liga proposta nesta investigação apresentou uma macrografia totalmente colunar, com grãos refinados nas posições mais perto da base, onde ocorre a extração de calor por refrigeração com água. Posições mais distantes apresentaram estrutura colunar mais grosseira.

A microestrutura de solidificação apresentou uma lei de crescimento como função da taxa de resfriamento com a equação $\dot{T} = 198$. $\lambda_1^{-0.55}$. Maiores valores de taxa resultaram no maior refino e, por consequência, maior dureza.

Na etapa de solubilização, as amostras apresentaram uma ligeira diminuição de dureza em quase todas as posições analisadas, evidenciado por uma solubilização parcial, vista através das imagens de MEV-EDS. Apenas na posição com λ_1 =100 µm não foi constatada. Considerando que o tratamento térmico proposto envolveu maior temperatura na fase de precipitação e, consequentemente, menor tempo de tratamento que o tratamento T6 convencional, houve uma dissolução parcial dos contornos interdendríticos.

A etapa de precipitação induziu um aumento de dureza em todas as posições de medidas do lingote. Um ganho médio de dureza na segunda e terceira hora da etapa de precipitação entre 9 e 13% na escala Rockwell B pode ser observado para os EDP analisados.

Referências

- 1 Davis JR. Aluminium and aluminium alloys. 6th ed. Ohio: ASM International; 2007. 784 p.
- 2 Hunsicker HY. Metallurgy of heat treatment and general principles of precipitation hardening. In: American Society for Metals, editor. Aluminium: properties and physical metallurgy. Materials Park, OH: ASM International; 1984. p. 152-157.
- 3 Barros A, Cruz C, Silva AP, Cheung N, Garcia A, Rocha O, et al. Length scale of solidification microstructure tailoring corrosion resistance and microhardness in T6 heat treatment of an Al–Cu–Mg alloy. Corrosion Engineering, Science and Technology. 2020;55(6):471-479. http://doi.org/10.1080/1478422X.2020.1742410.
- 4 Li S, Zhang J, Yang J, Deng Y, Zhang X. Influence of Mg contents on aging precipitation behavior of Al-3.5 CuxMg Alloy. Acta Metallurgica Sinica. 2014;27(1):107-114.
- 5 Chen Z-T, Lin F, Li J, Wang F, Meng Q-S. Diffusion bonding between AZ31 magnesium alloy and 7075 aluminum alloy. Applied Mechanics and Materials. 2014;618:150-153. http://doi.org/10.4028/www.scientific.net/ AMM.618.150.
- 6 Hsiao T-J, Chiu P-H, Tai C-L, Tsao T-C, Tseng C-Y, Lin Y-X, et al. Effect of Cu additions on the evolution of Eta-prime precipitates in Aged AA 7075 Al–Zn–Mg–Cu alloys. Metals. 2022;12(12):2120. http://doi.org/10.3390/ met12122120.
- 7 Ralston KD, Birbilis N, Weyland M, Hutchinson CR. The effect of precipitate size on the yield strength-pitting corrosion correlation in Al–Cu–Mg alloys. Acta Materialia. 2010;58(18):5941-5948. http://doi.org/10.1016/j. actamat.2010.07.010.
- 8 Garcia A. Solidificação: fundamentos e aplicações. 2ª ed. São Paulo: Universidade Estadual de Campinas; 2007.
- 9 Chen R, Xu Q, Guo H, Xia Z, Wu Q, Liu B. Correlation of solidification microstructure refining scale, Mg composition and heat treatment conditions with mechanical properties in Al-7Si-Mg cast aluminum alloys. Materials Science and Engineering A. 2017;685:391-402. http://doi.org/10.1016/j.msea.2016.12.051.
- 10 Thermo-Calc Software [página da internet]. 2019 [acesso em 1 mar. 2024]. Disponível em: www.thermocalc.com

- 11 Gündüz M, Çadirli E. Directional solidification of aluminium-copper alloys. Materials Science and Engineering A. 2002;327(2):167-185. http://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01649-5.
- 12 American Society for Testing and Materials. ASTM E18-22: standard test methods for rockwell hardness of metallic materials. West Conshohocken: ASTM; 2022.
- 13 Zuiko I, Kaibyshev R. Aging behavior of an Al–Cu–Mg alloy. Journal of Alloys and Compounds. 2018;759:108-119. http://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.05.053.
- 14 Quan G, Ren L, Zhou M. Solutionizing and age hardening of aluminum alloys. Comprehensive Materials Finishing. 2017;2(2):372-397. http://doi.org/10.1016/B978-0-12-803581-8.09195-5.
- 15 Sunde JK, Johnstone DN, Wenner S, van Helvoort AT, Midgley PA, Holmestad R. Crystallographic relationships of T-/S-phase aggregates in an Al–Cu–Mg–Ag alloy. Acta Materialia. 2019;166:587-596. http://doi.org/10.1016/j. actamat.2018.12.036.
- 16 Barros A, Cruz C, Silva AP, Cheung N, Garcia A, Rocha O, et al. Length scale of solidification microstructure tailoring corrosion resistance and microhardness in T6 heat treatment of an Al–Cu–Mg alloy. Corrosion Engineering, Science and Technology. 2020;55(6):471-479. http://doi.org/10.1080/1478422X.2020.1742410.

Recebido em: 13 Fev. 2024 Aceito em: 4 Out. 2024