

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO  
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL  
Escola de Engenharia

Departamento de Metalurgia

CARACTERIZAÇÃO DA INFLUÊNCIA DO TEMPO DE SOLUBILIZAÇÃO NA  
CURVA DE ENVELHECIMENTO DA LIGA AA2618 COM ADIÇÃO DE CÉRIO

**Nicoli Dos Santos Simões**

Trabalho de Diplomação

Orientador: Professor Dr. Afonso Reguly  
Coorientador: Dr. André Ronaldo Froehlich

Porto Alegre  
2016

“Algo só é impossível até que alguém duvide e acabe provando o contrario.”

Albert Einstein

## **Agradecimentos**

Quero agradecer aos meus pais pelo apoio nas horas mais difíceis e pela companhia nas horas alegres, obrigada por toda a dedicação e por todo esforço para que eu consiga estudar e ter uma profissão, vocês são o alicerce da minha vida e a Deus por todas as oportunidades que tenho na vida. Quero agradecer ao meu namorado Thiago Mugica pela paciência e pelo apoio ao longo do curso, pelo companheirismo e pelo carinho.

Agradeço ao Laboratório de Metalurgia Física da UFRGS, onde tive a oportunidade de aprender e realizar este trabalho, principalmente aos professores Dr. Afonso Reguly e ao professor Dr. Telmo Roberto Strohaecker pelos conselhos e pelos ensinamentos ao longo do tempo em que estive no laboratório como bolsista de iniciação científica e na execução deste trabalho. Aos colegas Marcio L. Krammer de Macedo, Antônio Stadtland, Leticia Pegoraro Leal e Marcelo Macedo pelo apoio na execução de ensaios e conhecimentos passados.

Agradeço também ao Dr André Ronaldo Froehlich pelo conhecimento e parceria com a empresa Borghetti Turbos e Sistemas Automotivos Ltda ter tornado este trabalho possível.

## SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	VI
LISTA DE TABELAS.....	IX
LISTA DE ABREVEATURAS.....	X
RESUMO.....	XI
ABSTRACT.....	XIII
<b>1.0 INTRODUÇÃO.....</b>	<b>13</b>
<b>2.0 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>15</b>
2.1 Alumínio.....	15
2.1.1 Elementos de liga.....	16
2.1.2 Terras raras como elementos de liga.....	18
2.2 Tratamento térmico.....	19
2.2.1 Solubilização.....	20
2.2.2 Envelhecimento artificial.....	21
<b>3.0 MATERIAIS E METODOS.....</b>	<b>23</b>
3.1 Materiais.....	24
3.2 Tratamento térmico.....	25
3.3 Dureza Brinell.....	25
3.4 Preparação metalográfica.....	26
<b>4.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>27</b>
4.1 Curva do tratamento térmico.....	27
4.2 Análise microestrutural.....	29

4.3 Microscopia eletrônica de varredura.....	31
<b>5.0 CONCLUSÕES.....</b>	<b>35</b>
<b>6.0 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....</b>	<b>36</b>
<b>7.0 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>37</b>

## LISTA DE FIGURAS

- Figura 2.1 Estrutura bruta de fusão apresentando a influência das diferentes concentrações no tamanho de grão, (a) Al5Mg; (b) Al-5Mg-0.1Zr; (c) Al-5Mg-0.2Sc; (d) Al-5Mg-0.6Sc; (e) Al-5Mg-0.2Sc-0.1Zr (Adaptada Yim et al.,2000).....17
- Figura 2.2 Variação de dureza pelo tempo de envelhecimento para liga Al-0,55%Sc envelhecida em diferentes temperaturas (ZAKHAROV et al. 2007).....18
- Figura 2.3 Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura demonstrando o refino de grão para diferentes concentrações (a) 2519A, (b) 2519A-0.2Ce, (c) 2519A-0.4Ce (Adaptada WANG et al.,2010).....18
- Figura 2.4 Variação da dureza ao longo do envelhecimento artificial a 185 °C na escala Vickers (VHN): Liga 1 com 0,0%Ce; Liga 2 com 0,2%Ce ; Liga 3 com 0,45%Ce (Adaptado XIAO et al, 2003.....19
- Figura 2.5 Diagrama de fases AlCu, em corte para mostrar o campo monofásico e as temperaturas de tratamento térmico. Faixas de temperatura de (1) solubilização, (2) recozimento e (3) envelhecimento artificial (Adaptado ASM Metals Handbook v4,1991).....20
- Figura 2.6 Sequência de precipitação a partir do envelhecimento (Adaptado ASM Metals Handbook v4,1991).....21
- Figura 2.7 Variação da dureza no envelhecimento artificial de ligas Al-Cu apresentando diferentes teores de cobre e indicando onde na curva se tem a precipitação da zona GP,  $\Theta''$ ,  $\Theta'$ . Envelhecido a 130 °C (Adaptado Porter,1992).....22
- Figura 2.8 Micrografia feita em MET apresentando a variação dos precipitados  $\Theta'$  formados no maior pico de dureza do envelhecimento para (a) 0,0%Ce, (b) 0,2%Ce e (c) 0,4%Ce ( Adaptada WANG et al.,2010).....22

Figura 3.1	Fluxograma da metodologia adotada para o trabalho.....	23
Figura 3.2	Peça forjada da liga AA2618 no estado em que vai para o tratamento térmico. Vista superior.....	24
Figura 3.3	Amostras amarradas por um fio de aço para serem submetidas a têmpera.....	25
Figura 4.1	Variação de dureza ao longo do tratamento térmico para a mostra solubilizada por 4 horas e envelhecida a 220 °C.....	27
Figura 4.2	Variação da dureza ao longo do tratamento térmico para a mostra solubilizada por 6 horas e envelhecida a 220 °C.....	28
Figura 4.3	Metalografia da liga AA2618 como recebida, sem tratamento térmico. A imagem apresenta microestrutura dendrítica com segregação indicada pela seta Ataque reagente Keller.....	29
Figura 4.4	Metalografia da liga AA2618 após 4 horas de solubilização, indicando que a segregação interdendrítica foi difundida Ataque reagente Keller.....	29
Figura 4.5	Metalografia da liga AA2618 após 6 horas de solubilização, indicando que a segregação interdendrítica foi difundida. Ataque reagente Keller.....	30
Figura 4.6	Metalografia da liga AA2618 solubilizada por 4 horas e envelhecida por 8 horas a 220 °C. Ataque reagente Keller.....	30
Figura 4.7	Metalografia da liga AA2618 solubilizada por 6 horas e envelhecida por 8 horas a 220 °C. Ataque reagente Keller.....	31
Figura 4.8	Metalografia da amostra no pico de dureza do envelhecimento para 4 horas de solubilização e 6 horas de envelhecimento a 220 °C. Ataque reagente Keller. Aumento 200x e 500x.....	31
Figura 4.9	Imagem feita em microscopia eletrônica de varredura mostra os intermetálicos presentes. Amostra solubilizada por 4h. As setas indicam os locais onde foram feitas as análises de EDS. À esquerda o EDS do ponto (a) e à direita o EDS do ponto (b).....	32

- Figura 4.10 Imagem feita em microscopia eletrônica de varredura mostra os intermetálicos presentes. Amostra solubilizada por 4h. A seta indica o local onde foi feita a análise de EDS apresentada.....33
- Figura 4.11 Imagem feita em microscopia eletrônica de varredura mostra os intermetálicos presentes. Amostra solubilizada por 6h. A seta indica o local onde foi feita a análise de EDS. À esquerda o EDS do ponto (a) e à direita o do ponto (b).....33
- Figura 4.12 Imagem feita em microscopia eletrônica de varredura mostra os intermetálicos presentes. Amostra solubilizada por 4h e envelhecida por 8 horas. A seta indica o local onde foi feita a análise de EDS apresentada.....34
- Figura 4.13 Imagem feita em microscopia eletrônica de varredura mostra os intermetálicos presentes. Amostra solubilizada por 6h e envelhecida por 8 horas. A seta indica o local onde foi feita a análise de EDS.....34

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1	Composição limite da liga AA2618 (Adaptada ASM Metals Handbook v2,1992).....	16
Tabela 3.1	Composição química da liga de alumínio obtida por espectrometria de emissão ótica.....	24

## LISTA DE ABREVEATURAS

AA	Aluminum Association	
ABNT	Associação Brasileira de Norma Técnicas	
AISI	American Iron and Steel Institute	
ASTM	ASTM International, originalmente conhecida como American Society for Testing and Materials	
CFC	Estrutura Cristalina Cúbica de Face Centrada	
HB	Dureza Brinell	HB
HRF	Dureza Rockwell F	HRF
HF	Ácido Fluorídrico	
H2ODI	Água Deionizada	
LAMEF	Laboratório de Metalurgia Física	
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura	
NBR	Norma Brasileira	
TEA	Tratamento de Envelhecimento Artificial	
Tf	Temperatura de Fusão	°C
Tr	Taxa de Resfriamento	°C/s
TTS	Tratamento Térmico de Solubilização	
GP	Zona de Guiner Preston	

## RESUMO

A liga de alumínio AA2618 é amplamente utilizada na fabricação de rotores de turbo-compressores empregados em motores a Diesel. Atualmente estes rotores operam em temperatura próxima a 200 °C, sendo a liga utilizada com tratamento térmico de solubilização e envelhecimento artificial. Estudos recentes mostraram que o emprego de escândio e zircônio como elementos de liga podem aumentar a temperatura de trabalho de ligas de alumínio. Entretanto, o escândio é um elemento de alto custo encarecendo à liga e, por este motivo, existe a busca por elementos alternativos como o caso do cério em associação ao zircônio. Neste estudo foi utilizada a liga AA2618 com adição de 0,1% em massa de cério e o mesmo teor de zircônio, estando às amostras no estado forjado, caracterizando a aplicação uma vez que o componente é forjado. O objetivo do presente trabalho é caracterizar a influência do tempo de solubilização nas curvas de envelhecimento da liga de alumínio. Foram utilizados dois parâmetros de tempo de solubilização, sendo 4 (quatro) e 6 (seis) horas à temperatura de 535 °C. Foram utilizadas as técnicas de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura para verificar se alterações de fase morfologia dos precipitados com os diferentes tempos de solubilização. Após a solubilização as amostras foram submetidas ao tratamento de envelhecimento artificial com temperatura de 220 °C de 1 (uma) até 8 (oito) horas com incrementos de uma hora. A curva de dureza dos tratamentos foi levantada na escala de dureza Brinell (esfera de 2,5 mm e carga de 61,5 Kgf), mostrando que para o maior tempo de solubilização o pico de dureza é alcançado com seis horas de solubilização, sendo alcançada a maior dureza com 8 horas de envelhecimento. Com o menor tempo de solubilização, observou-se uma queda de dureza após 7 horas de envelhecimento. Logo, para os tempos analisados o melhor tempo é o de seis horas que resultou em maior dureza máxima e menor perda de dureza por superenvelhecimento quando comparada a amostras solubilizadas por menor tempo.

Palavras-chave: propriedades mecânicas; alumínio; solubilização; envelhecimento artificial.

## ABSTRACT

The aluminum alloy AA 2618 is widely used in manufacturing compressor wheels for turbochargers used in diesel engines. Currently these wheels operate in temperature to 200 °C, and the alloy used with heat treatment of solubilization and artificial aging. Recent studies have shown that the use of scandium and zirconium as alloying elements can increase the aluminum alloy working temperature, however, the scandium is a high cost element further urge the alloy and for this reason there is a search for alternative elements as case of cerium in association with zirconium. In this study it was used AA2618 alloy with addition of 0.1% by weight of cerium and zirconium content of the same, with the samples in the wrought state, characterizing the application once the component is forged. The objective of this study is to characterize the influence of the solubilization time in the aging curves of aluminum alloy. Solubilizing two time parameters were used: four (4) and six (6) hours at 535 °C. The techniques of optical microscopy and scanning electron microscopy were used to verify that phase changes or growth of precipitates with different solubilization times. After solubilization of the samples were subjected to artificial aging treatment at a temperature of 220 °C for one (1) to eight (8) hours. Hardness curve of the treatments were raised in the Brinell hardness scale (ball of 2.5 mm and 62.5 kgf load), showing that for the longer solubilization peak hardness is achieved by six hours of solubilization being achieved the highest hardness with 8 hours of aging. With the lowest solubilization time, there was a decrease of hardness after 7 hours of aging. Therefore, at the times considered the best time is six hours resulted in higher hardness and lower maximum loss of hardness by overaging as compared to a lower temperature solubilized samples.

Key words: mechanical properties; aluminum; solubilization; artificial aging

## 1.0 INTRODUÇÃO

Todo desenvolvimento tecnológico tem um propósito, neste trabalho o estudo dos parâmetros no desenvolvimento de uma nova liga vem da necessidade das empresas automobilísticas de atender legislações ambientais e com isso alcançar melhores desempenhos reduzindo custos no projeto e aumentando a resistência mecânica de seus componentes.

A cada dia leis ambientais são modificadas para que haja uma redução das emissões gasosas dos motores à combustão. No Brasil o IBAMA tem programa de controle de poluição do ar por veículos automotores- PROCONVE - que dita os limites de emissões que tem de ser alcançados e o período de tempo para a adequação a essas leis. Na categoria dos motores a diesel desde a fase P3, que teve sua implementação entre 1994 e 1997, fez-se necessário o uso de turbos compressores para alcançar os limites estipulados.

O turbo compressor aumenta potência do motor e diminui as emissões gasosas, pois fornece mais oxigênio para que a combustão do diesel seja mais eficiente, mas para que esse aumento de potência seja possível temos que trabalhar com materiais cada vez mais resistentes para produzir as turbinas do sistema. Os rotores que compõem o turbo estão expostos a altas rotações e ao calor, eles estão dispostos em duas partes a quente que trabalha com temperaturas próximas a 900 °C, por onde são expelidos os gases do escapamento, e tem seu rotor fabricado em Inconel e a parte fria que trabalha a temperaturas próximas a 200 °C. A parte fria do rotor capta ar atmosférico que é comprimido é enviado ao motor. Para que seja possível aumentar o giro dos rotores se faz necessário o uso de materiais que tenham melhores propriedades mecânicas como maior dureza, maior vida em fadiga e o principal que não perca essas propriedades quando for exposta a altas temperaturas.

O desenvolvimento de novas ligas vem com intenção de atender aos requisitos mecânicos do componente, a parte fria do turbo compressor que trabalha com a captação do ar e tem alta rotação é produzido em alumínio por este motivo o interesse em melhorar

o comportamento da liga AA2618 com a adição do elemento cério que visa aumentar as propriedades mecânicas para que a turbina resista a um ciclo de trabalho maior.

O objetivo geral deste trabalho é a adição do elemento Ce na liga para a melhoria de resultado no tratamento térmico de envelhecimento artificial da liga, e o objetivo específico é caracterizar a influência que o tempo de solubilização tem sobre o tratamento térmico da liga. Nunca se esquecendo de aliar tempos e temperaturas que tornem o processo menos custoso.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRAFICA

### 2.1 Alumínio

O alumínio tem temperatura de fusão em torno de 660 °C, uma temperatura relativamente baixa quando comparado ao aço que é entorno de 1500 °C, dependendo do teor de carbono, porém esta baixa temperatura de fusão limita as aplicações para altas temperaturas.

As ligas de alumínio são amplamente utilizadas, em setores distintos que vão de embalagens de alimentos a componentes automotivos, devido as suas propriedades como baixa densidade, alta condutividade térmica, resistência à corrosão entre outras, além de ser um material totalmente reciclável. A alta condutividade térmica faz com que ele seja utilizado em aplicações que necessitem de troca de calor, como bloco de motor de carros. Por possuir todas as qualidades citadas o alumínio vem sendo cada vez mais utilizado na fabricação de peças automotivas com o intuito de diminuir o peso da lataria e um aumento de potência aliado à diminuição das emissões (Coutinho,1980).

.Para atender a demanda da indústria aeronáutica e automobilística foram desenvolvidas ligas de alumínio com baixa resistência a corrosão e baixa condutibilidade elétrica, mas que por outro lado possuem ótimas propriedades mecânicas como resistência à tração, com o devido processamento e tratamento térmico. Os elementos de liga mais utilizados são Cu, Mg, Si, Mn, Fe, Ti e outros, formando sistemas binários ou ternários com o alumínio (Coutinho,1980)

A nomenclatura das ligas de alumínio é dada pela Aluminium Association e cada família tem um elemento de liga majoritário que a caracteriza. A série 2xxx tem como elemento de liga majoritário o cobre que forma um sistema binário, AlCu<sub>2</sub>, estas ligas são para trabalho a frio e podem ser tratadas termicamente o que permite um acréscimo de dureza e resistência mecânica. Desta série temos a liga AA2618 Al-Cu-Fe-Mg-Ni que é de uso do setor automobilístico e aeronáutico, dois setores que estão sempre em busca de aumento de desempenho das ligas que serão utilizadas, justificando que novas ligas sejam

estudadas para melhora de propriedades mecânicas. A liga é aplicada em pistões e partes rotativas de motor de aeronaves que operam em temperaturas elevadas, possui composição química limite segundo a tabela 2.1.

Tabela 2.1 Composição limite da liga AA2618 (Adaptada ASM Metals Handbook v2,1992).

Elemento de liga	Cu	Si	Fe	Mg	Ni	Zn	Ti	Outros	Al
% em massa	1,9 a 2,7	0,10 a 0,25	0,9 a 1,3	1,3 a 1,8	0,9 a 1,2	0,10 máx.	0,04 a 0,1	0,15 máx.	Balanço

A adição de Fe e Ni fazem com que a liga possa ser utilizada em aplicações até 300 °C devido à estabilidade das fases formadas e dos intermetálicos (Wang, 2008).

### 2.1.1 Elementos de liga

A adição de novos elementos de liga no alumínio vem sendo cada vez mais estudada, pois se percebeu que as propriedades mecânicas após o tratamento térmico são mais elevadas e possuem maior estabilidade para componentes que são submetidos a altas temperaturas (XIAO et. al,2003).

O escândio foi estudado como elemento de liga para o alumínio. Yim et al, 2000, comprovaram que pequenas adições de Sc em uma liga fundida de Al5Mg provocaram um desaparecimento das estruturas dendríticas na amostra. Já uma pequena adição de Zircônio provocou uma diminuição no tamanho de grão da liga. E quando escândio e zircônio foram adicionados juntos a diminuição do tamanho de grão foi mais atenuada como se pode observar na figura 2.1. O próprio refino de grão já é uma demonstração de que a adição conjunta de Sc e Zr aumenta as propriedades mecânicas. O aumento das propriedades mecânicas é justificado ao se observar que o refino de grão é um dos cinco mecanismos de endurecimento de uma liga (Yim et al, 2000).

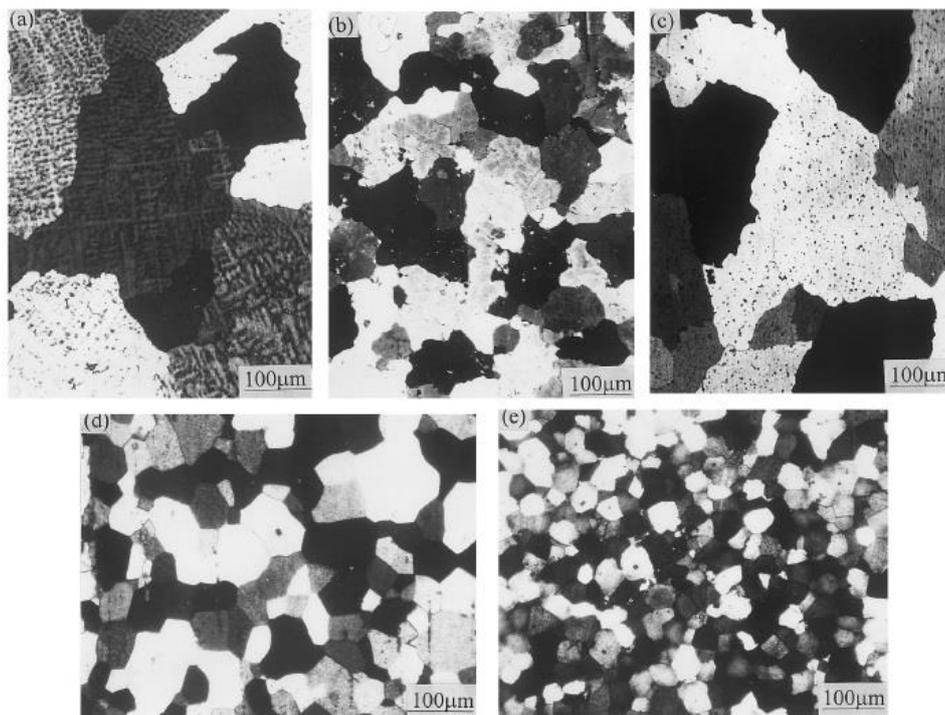


Figura 2.1 Estrutura bruta de fusão apresentando a influência das diferentes concentrações no tamanho de grão, (a) Al-5Mg; (b) Al-5Mg-0.1Zr; (c) Al-5Mg-0.2Sc; (d) Al-5Mg-0.6Sc; (e) Al-5Mg-0.2Sc-0.1Zr (Adaptada Yim et al.,2000).

Já para a liga 2618 em diversos estudos foi comprovado que a adição do escândio provocou um ganho de dureza no material e também foi analisada a associação com o Zr, onde se percebeu que em adições iguais dos elementos os ganhos nas propriedades mecânicas eram mais significativos do que quando tínhamos apenas um dos elementos de liga. A formação do  $Al_3(Sc, Zr)$  possibilitou os ganhos de dureza, pois na fase de formação primária age como núcleo para a cristalização heterogênea, e na fase secundária é coerente com a matriz e faz com que a fase S, precipite de forma mais homogênea, aumentando a resistência à tração da liga tanto na temperatura ambiente como em temperaturas mais elevadas (YU, Kun et al.,2004).

FULLER et al. concluíram que a liga Al-0,14Sc-0,012Zr, quando envelhecida artificialmente, manteve sua dureza de pico de tratamento por 144h a 300 °C. Além de ter alcançado uma dureza duas vezes maior que a liga Al-0,07Sc a condição de superenvelhecimento ocorre tardiamente quando se tem a adição de Zr, fato que se atribui ao menor crescimento dos precipitados associado a adição de zircônio.

Na figura 2.2 apresenta a variação dos resultados do envelhecimento artificial para uma liga Al-0,55%Sc em várias temperaturas. Observa-se que houve um maior ganho de dureza para uma temperatura de 300 °C (ZAKHAROV et al., 2007).

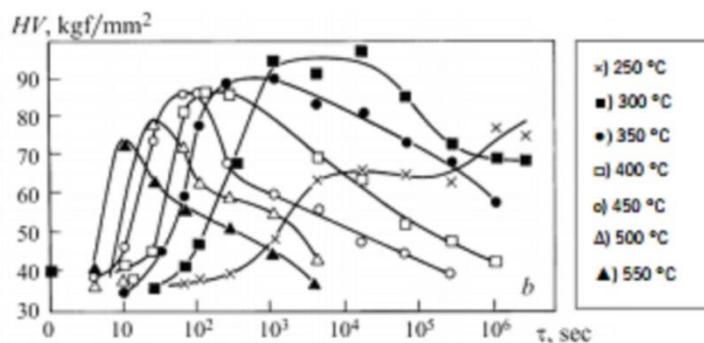


Figura 2.2 Variação de dureza pelo tempo de envelhecimento para liga Al-0,55%Sc envelhecida em diferentes temperaturas ( ZAKHAROV et al. 2007).

Contudo o uso do escândio encontra algumas barreiras e a principal é o seu custo, pois é um material de difícil obtenção. Com o custo alto outros elementos começaram a ser investigados.

### 2.1.2 Terras raras como elemento de liga

A adição de terras raras em alumínio tem sido estudada como possibilidade de substituição do escândio. WANG et al. 2010 concluíram que a adição do elemento cério provoca um refino microestrutural já no fundido que pode ser observado na figura 2.3.

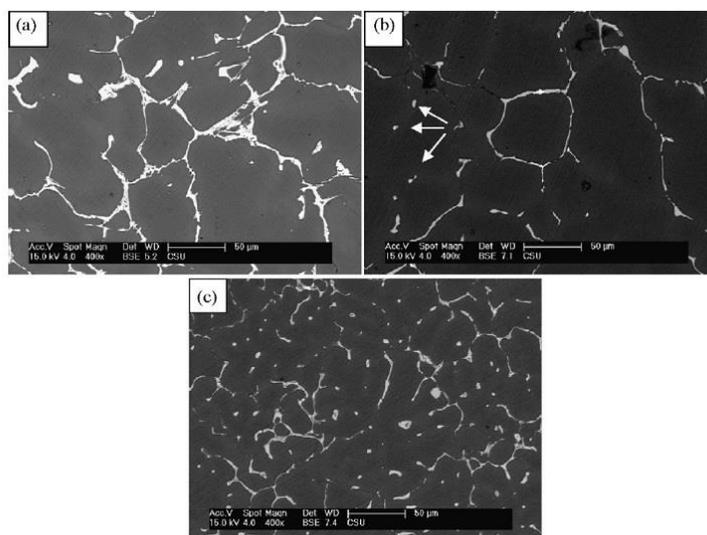


Figura 2.3 Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura demonstrando o refino de grão para diferentes concentrações (a) 2519A, (b) 2519A-0.2Ce, (c) 2519A-0.4Ce (Adaptada WANG et al.,2010).

Já XIAO et al. 2003 estudaram a influência da adição de várias concentrações de cério em uma liga Al-Cu-Mg-Ag e qual seria a influência no envelhecimento artificial da liga. A figura 2.4 mostra a variação da dureza pelo tempo de envelhecimento em

temperatura de 185 °C, para três condições 0,0%Ce , 0,2%Ce e 0,45% Ce. A maior dureza foi alcançada com a adição de 0,2%Ce, o que também foi visto por WANG et al. 2010, comprovando que adições maiores de cério comprometem o desempenho do tratamento.

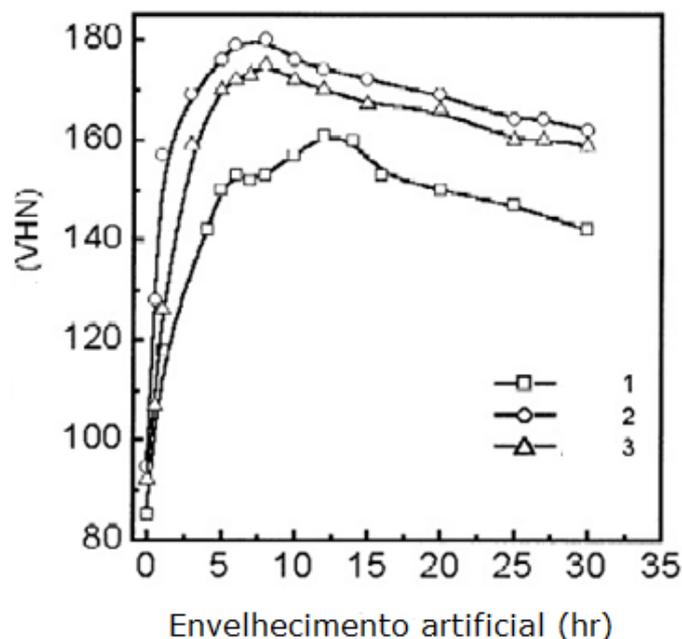


Figura 2.4 Variação da dureza ao longo do envelhecimento artificial a 185 °C na escala Vickers (VHN): Liga 1 com 0,0%Ce; Liga 2 com 0,2%Ce ; Liga 3 com 0,45%Ce (Adaptado XIAO et al, 2003).....

## 2.2 Tratamento térmico

As séries de ligas de alumínio para trabalho a frio 2xxx, 6xxx, 7xxx são endurecíveis por precipitação. O endurecimento ocorre devido à formação de finos precipitados que distorcem o reticulado cristalino e dificultam o movimento das discordâncias. O tratamento térmico é realizado para que um componente tenha a resistência mecânica necessária exigida pelo projeto. Antes do tratamento térmico, uma liga fundida apresenta dureza de aproximadamente 75HRF e após o tratamento o valor atingido está em torno de 99HRF um ganho de dureza que é ainda maior quando se pensa em resistência específica, o ganho de propriedade mecânica torna o alumínio mais competitivo para operações que necessitem de componentes que não percam a resistência mecânica quando expostos a temperatura (SHEN, P ey al., 2013).

### 2.2.1 Solubilização

A solubilização é o tratamento térmico que antecede o envelhecimento artificial. Nesse passo a liga é aquecida até a região do campo monofásico do diagrama de fases sendo a solubilidade máxima do cobre no alumínio de 5,6% em solução sólida (ASM Metals Handbook v4,1991).

O tratamento é feito por um tempo determinado e o componente é resfriado em água para que a condição de solução sólida supersaturada seja obtida. Este procedimento é feito para que tenhamos uma matriz de fase alpha com o elemento cobre em solução sólida, pois este cobre em solução sólida irá sofrer difusão novamente no envelhecimento e formará os precipitados responsáveis pelo endurecimento. Na figura 2.5 podemos observar que o campo de temperatura hachurado para a solubilização mostra que temos que trabalhar com temperaturas próximas a isoterma do ponto eutético. O tempo é necessário para que a difusão dos elementos ocorra e eles se encontrem em solução sólida é função da microestrutura inicial da liga e do tamanho do componente e pode variar de pouco mais de um minuto para folhas finas a 20 horas para peças fundidas (ASM Metals Handbook v4,1991). O desafio é encontrar o tempo e a temperatura para novas ligas pois diferentes combinações resultam em propriedades distintas (LIN, Y et al. 2014).

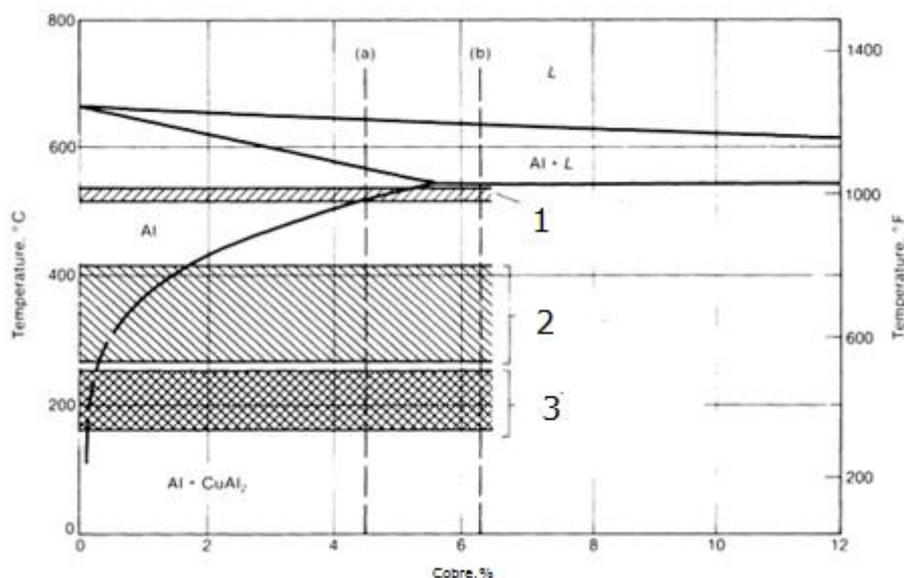


Figura 2.5 Diagrama de fases AlCu, em corte para mostrar o campo monofásico e as temperaturas de tratamento térmico. Faixas de temperatura de (1) solubilização, (2) recozimento e (3) envelhecimento artificial (Adaptado ASM Metals Handbook v4,1991).

### 2.2.2 Envelhecimento artificial

O tratamento térmico de envelhecimento artificial ocorre após a solubilização, onde a liga é submetida a uma temperatura normalmente de 200 °C e depois passa por têmpera em água. Inicialmente uma curva de dureza pelo tempo de tratamento é traçada onde se tem a condição de tratamento mais adequada para alcançar a dureza esperado no projeto. A temperatura de envelhecimento limita a temperatura de operação do componente tratado, portanto quanto maior a temperatura de envelhecimento maior será a temperatura que o componente poderá trabalhar (ASM Metals Handbook v4,1991).

O envelhecimento artificial é o responsável por precipitar a fase  $\Theta$  a partir da solução sólida supersaturada formada na solubilização. Nos tempos iniciais de tratamento corre a formação da zona de GP, mas a dureza é elevada quando precipita a fase  $\Theta''$  que é coerente com a rede cristalina da matriz, sendo uma barreira mais eficiente para o travamento de discordâncias e efetivo incremento nas propriedades mecânicas (ASM Metals Handbook v4,1991).

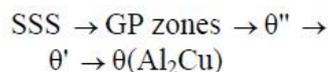


Figura 2.6 Sequência de precipitação a partir do envelhecimento (Adaptado ASM Metals Handbook v4,1991).

A figura 2.6 traz a sequência de precipitação ao longo do envelhecimento da liga. A solução sólida supersaturada forma uma zona instável, a zona GP, onde o ganho de dureza não é tão acentuado e, após, temos as fases  $\Theta''$  onde se tem um maior ganho de dureza. Ao atingirmos  $\Theta'$  onde já teremos uma queda da dureza e em  $\Theta$  temos a formação da fase estável  $\text{Al}_2\text{Cu}$  e o consequente superenvelhecimento da liga proveniente do coalescimento dos precipitados. A figura 2.7 mostra a sequência de precipitação no envelhecimento de ligas Al-Cu com diferentes concentrações de Cu (Porter,1992).

Para que possamos comprovar a formação dos precipitados responsáveis pelo endurecimento é preciso utilizar técnicas como difração de raios-x ou microscopia eletrônica de transmissão (MET) devido ao pequeno tamanho que estes apresentam. Alterações microestruturais em escala de microscopia ótica não são vistas. A figura 2.8 é uma imagem de MET que apresenta a diferença na densidade formação de precipitados para três teores de Ce.

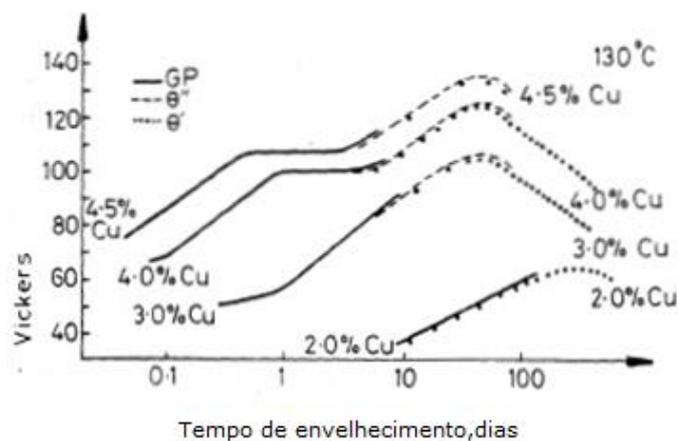


Figura 2.7 Variação da dureza no envelhecimento artificial de ligas Al-Cu apresentando diferentes teores de cobre e indicando onde na curva se tem a precipitação da zona GP,  $\Theta''$ ,  $\Theta'$ . Envelhecido a 130 °C (Adaptado Porter,1992).

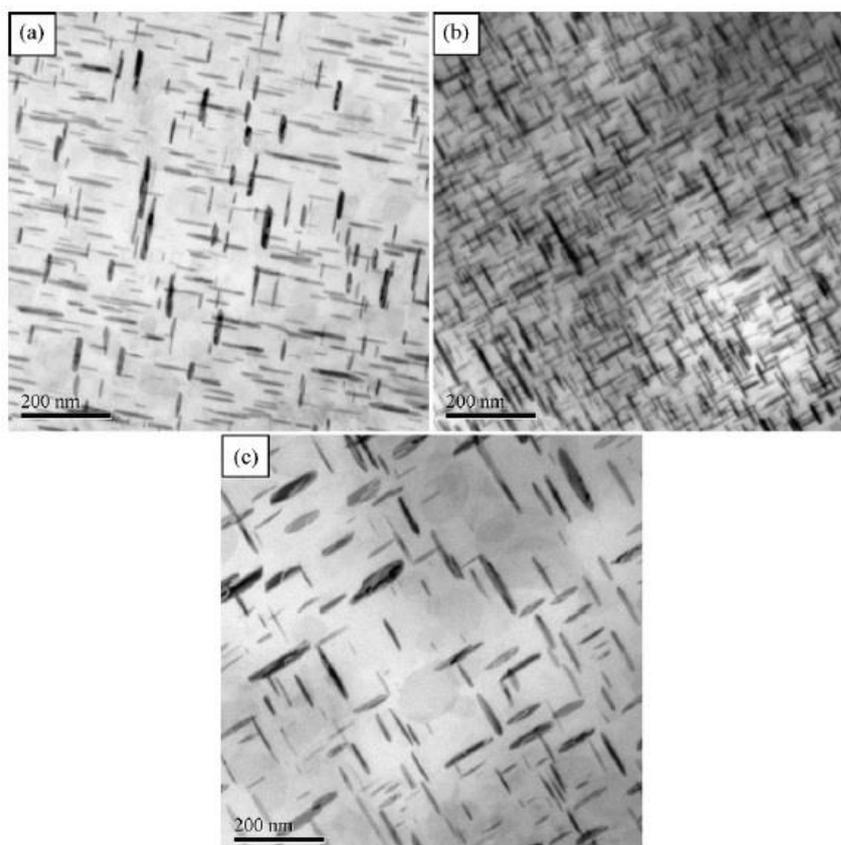


Figura 2.8 Micrografia feita em MET apresentando a variação dos precipitados  $\Theta'$  formados no maior pico de dureza do envelhecimento para (a) 0,0%Ce, (b) 0,2%Ce e (c) 0,4%Ce ( Adaptada WANG et al.,2010).

### 3.0 MATERIAIS E MÉTODOS

A metodologia utilizada no trabalho é apresentada na figura 3.1 em forma de fluxograma.

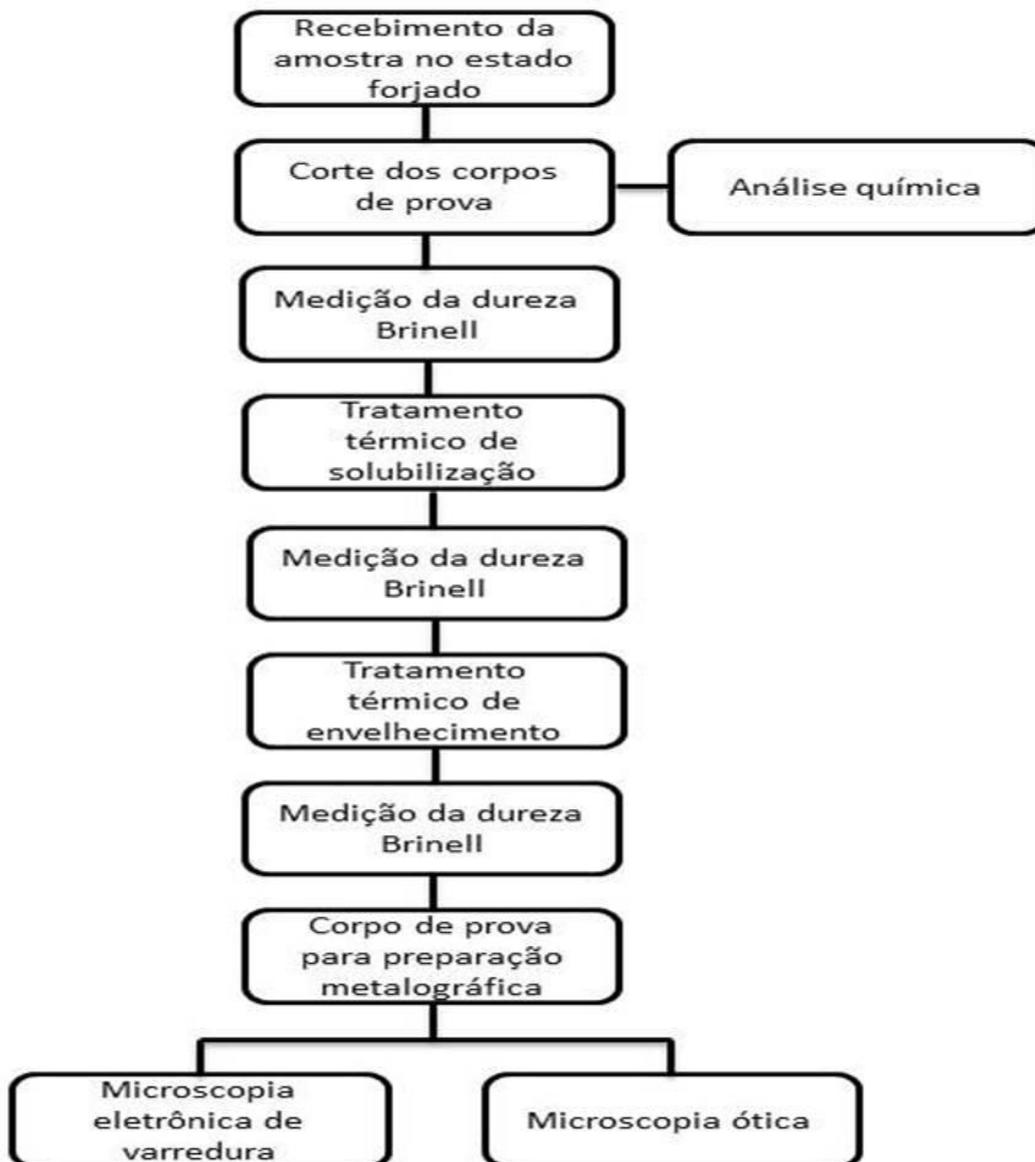


Figura 3.1 Fluxograma da metodologia adotada para o trabalho.

O fluxograma de trabalho será detalhado nos itens seguintes para um melhor entendimento das técnicas utilizadas.

### 3.1 Materiais

O material utilizado nos ensaios foi a liga AA2618 que segue o sistema de classificação da The Aluminum Association Inc.. A liga tem o acréscimo de 0,1% em massa do elemento Cério, que tem por objetivo provocar uma melhora no tratamento térmico de envelhecimento artificial da liga.

Como o material é de aplicação industrial e este trabalho visa à melhoria das propriedades do produto final, as mesmas condições de fabricação estão sendo utilizadas. O alumínio é fundido em tarugos que passam por processo de conformação. As amostras são retiradas após o processo de forjamento (Figura 3.2). O material recebido é seccionado em dezesseis partes para a realização dos ensaios. Todos os ensaios foram realizados nas dependências do Grupo de Análise de Falhas do LAMEF (Laboratório de Metalurgia Física da UFRGS).



Figura 3.2 Peça forjada da liga AA2618 no estado em que vai para o tratamento térmico. Vista superior.

A análise química do material utilizado foi obtida através da técnica de espectroscopia de emissão ótica no espectrômetro da marca Bruker modelo Q2 ION. O resultado apresentado na tabela 3.1 representa todas as amostras do experimento.

Tabela 3.1 Composição química da liga de alumínio obtida por espectrometria de emissão ótica.

Elemento químico	%Al	%Ce	%Fe	%Cu	%Mg	%Ni	%Ti	%Zr	%V	%Si
Porcentagem em massa	94,30	0,11	1,09	1,93	1,46	0,69	0,06	0,16	0,02	0,16

### 3.2 Tratamento térmico

Com a amostra seccionada em 16 pedaços passamos para a parte do tratamento térmico de solubilização onde 8 amostras para cada parâmetro de tempo são colocadas um forno de resistência elétrica da marca Sanchis, com um termopar ligado a um multímetro para aferir a temperatura do forno que nesta etapa é 535 °C. A temperatura de solubilização foi escolhida a partir do diagrama de fase AlCu (Figura 2.1) e conforme estudos já feitos, foi utilizada a temperatura de campo monofásico da liga mais próxima a isoterma do eutético (WANG,2008). Foram utilizados dois tempos de solubilização um de quatro horas e outro de seis horas. As peças retiradas do forno, juntas, como mostra a figura 3.3 passam por um resfriamento rápido em água, têmpera, e então é feita a medição da dureza Brinell.



Figura 3.3 Amostras amarradas por um fio de aço para serem submetidas à têmpera.

No tratamento térmico de envelhecimento artificial, o forno é ajustado para uma temperatura de 220 °C e nessa etapa retira-se uma amostra a cada intervalo de uma hora totalizando oito horas de tratamento térmico. Quando a amostra é retirada é feita a têmpera e a medição da dureza Brinell com essas medidas um gráfico de dureza Brinell pelo tempo é traçado para que possamos acompanhar o comportamento do material ao longo do tempo. Por se tratar de um forno de resistência elétrica antes de começar os ensaios um termopar foi soldado em uma amostra do mesmo material e de mesmo tamanho para verificar se a temperatura desejada seria alcançada pelo com o uso do forno.

### 3.3 Dureza Brinell

O teste de dureza Brinell consiste na impressão de uma superfície metálica com uma esfera de WC. O diâmetro da impressão é medido e a média dos valores em mm é usada para consultar uma tabela com os valores (Dieter, 1986).

A amostra tem que estar bem plana e livre de óxidos, sendo assim após os tratamentos térmicos as amostras são preparadas em lixa d'água de granulometria 80 para garantir que a superfície esteja plana e sem os óxidos. Para a realização do ensaio foi utilizado um durômetro da marca WOLPERT modelo Dia Testor 2Rc com esfera de WC com 2,5mm de diâmetro e carga de 61,5kgf.

O valor de cinco endentações é anotado em um formulário onde é calculada a média de cada amostra, essa média será usada para construção da curva de dureza pelo tempo de tratamento utilizando Excel.

### 3.4 Preparação metalográfica

A amostra é seccionada novamente seguindo para a preparação metalográfica, o embutimento é feito com resina dentária jet acrílico autopolimerizante da Clássico e o lixamento em lixa d'água de granulometria 80 até a 1200 prosseguindo com o polimento onde são utilizadas duas granulometrias de pasta de diamante da marca JP e uma politriz marca Panambra modelo DP-10. Para o ataque químico é utilizado o reagente Keller que tem composição 10 ml de ácido fluorídrico, 15 ml de Ácido clorídrico concentrado, 25 ml de ácido nítrico concentrado e 50 ml de água destilada. As imagens são captadas com microscópio ótico (MO) marca Olympus modelo BX 51M, com as micrografias obtidas através de câmera digital acoplada ao microscópio.

O desembutimento é feito para que as amostras sejam levadas ao microscópio eletrônico de varredura MEV marca SHIMADZU modelo SSX-550, onde serão captadas imagens e realizado uma análise química localizada nos precipitados encontrados para avaliar a solubilização. Para a análise em MEV o ataque químico da microscopia ótica é mantido.

## 4.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Curva do tratamento térmico

A primeira amostra foi solubilizada por 4 horas e teve um tempo máximo de envelhecimento artificial de 8 horas. A figura 4.1 mostra os resultados de dureza obtidos no teste.

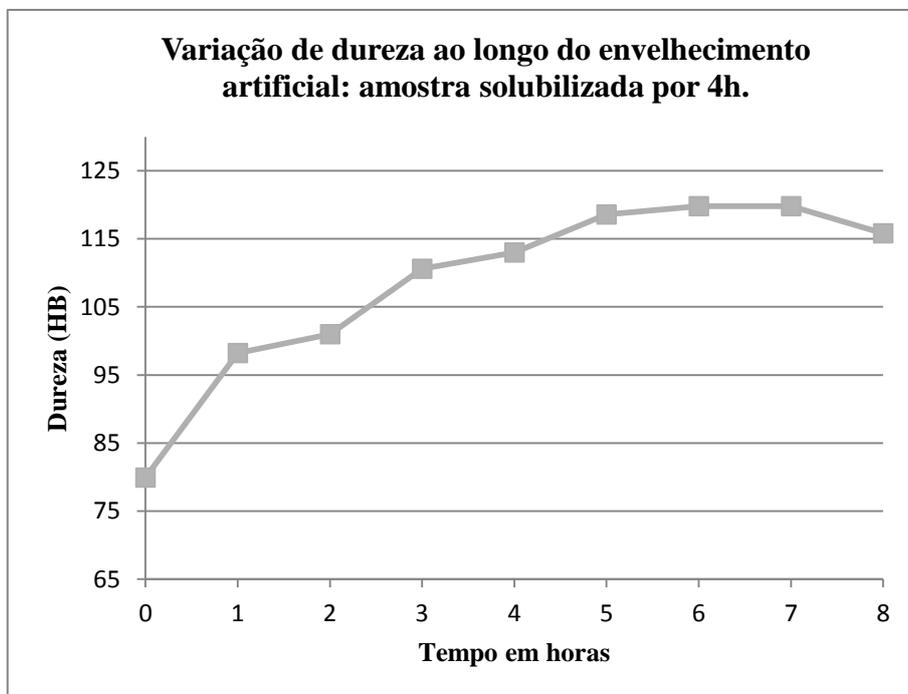


Figura 4.1 Variação de dureza ao longo do tratamento térmico para a mostra solubilizada por 4 horas e envelhecida a 220 °C.

Pode-se observar pela figura 4.1 que a máxima dureza é alcançada em seis horas de tratamento e na oitava hora já se observa uma leve queda. Em geral este fato ocorre devido à perda de coerência e crescimento de precipitados incoerentes com a matriz, representados por  $\Theta'$  como se pode ver na figura 2.7 (Porter, 1992). Seria interessante que o tratamento térmico fosse estendido para as duas condições, pois assim o comportamento da liga estaria melhor representado. Em um envelhecimento mais prolongado poderíamos ter o ponto de 8 horas como sendo um desvio e o pico de dureza do envelhecimento poderia ser encontrado com mais horas de tratamento, como foi encontrado no gráfico de XIAO et al,2003, em

um tempo próximo a 6 horas o ponto de dureza é levemente menor que seu anterior mas a curva volta a subir como pode ser observado na figura 2.4. O tempo curto utilizado no envelhecimento artificial se deve a aplicação industrial, visto que tempos muito longos agregariam custo à peça produzida. Contudo cientificamente é importante ter um estudo para tempos maiores.

A figura 4.2 apresenta a variação da dureza ao longo do tratamento da amostra solubilizada por seis horas, a figura mostra que em 8 horas de envelhecimento não foi encontrada queda na dureza o que leva a acreditar que seria necessário um envelhecimento por tempos maiores para poder avaliar com maior precisão qual é realmente o pico de dureza para cada condição de solubilização. Para a maioria dos estudos são utilizados tempos de envelhecimento superiores a 24 horas ( XIAO et al,2003,WANG et al.2010, ZAKHAROV et al. 2007).

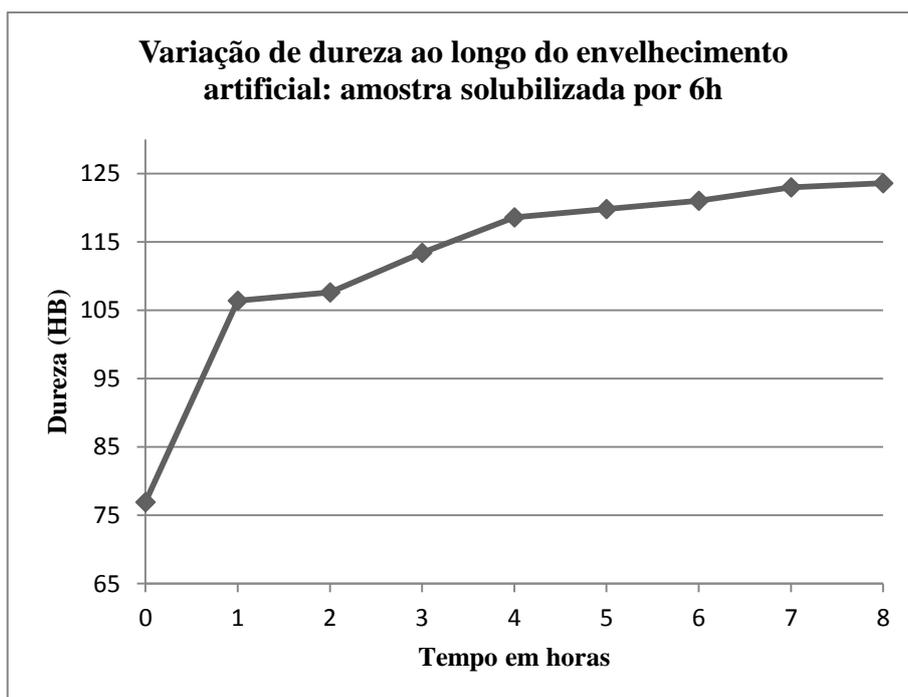


Figura 4.2 Variação da dureza ao longo do tratamento térmico para a mostra solubilizada por 6 horas e envelhecida a 220 °C.

Para a amostra solubilizada por 6 horas a maior dureza foi apresentada para 7 e 8 horas no valor de 123HB, já para a amostra solubilizada por 4 horas a maior dureza ocorreu em 6 e 7 horas de tratamento e apresentou o valor de 119HB.

## 4.2 Análise microestrutural

A microestrutura da liga sem tratamento térmico tem aspecto dendrítico, devido à adição de uma quantidade pequena de cério a microestrutura não esta muito refinada. A figura 4.3 trás a amostra sem tratamento térmico, onde se pode observar, na seta indicada, segregação interdendrítica.

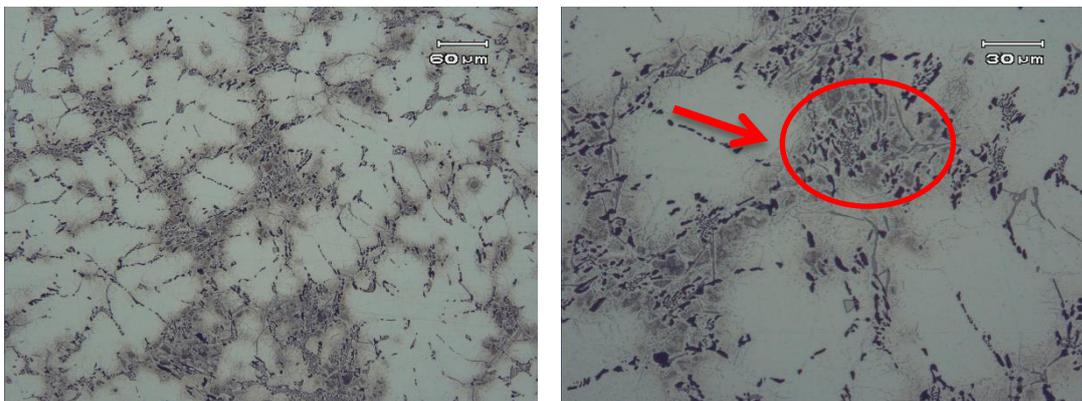


Figura 4.3 Metalografia da liga AA2618 como recebida, sem tratamento térmico. A imagem apresenta microestrutura dendrítica com segregação indicada pela seta Ataque reagente Keller.

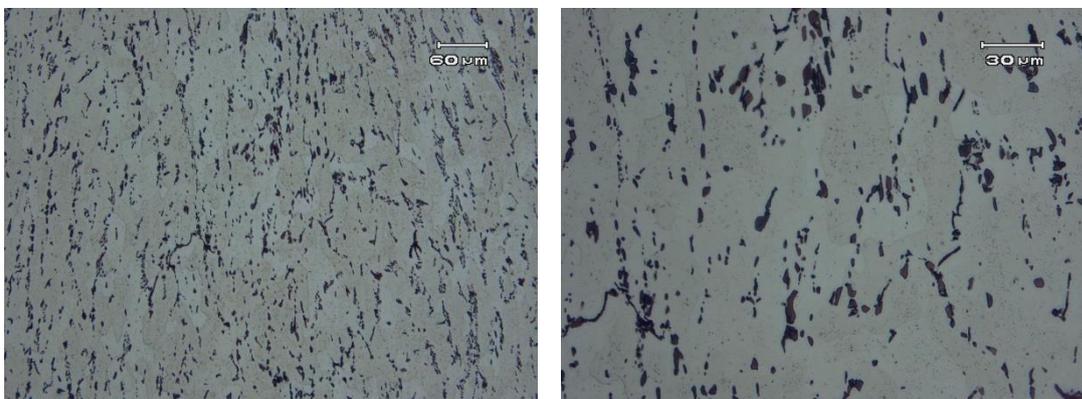


Figura 4.4 Metalografia da liga AA2618 após 4 horas de solubilização, indicando que a segregação interdendrítica foi difundida Ataque reagente Keller.

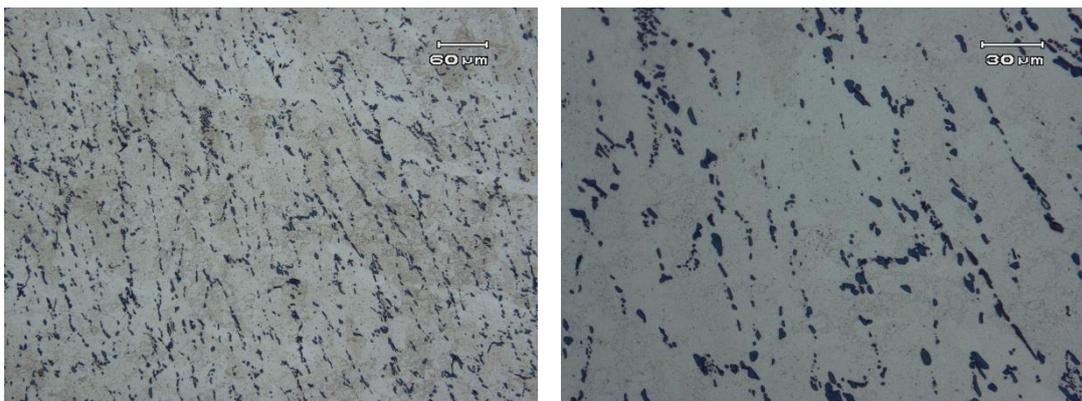


Figura 4.5 Metalografia da liga AA2618 após 6 horas de solubilização, indicando que a segregação interdendrítica foi difundida. Ataque reagente Keller.

Quando é feita uma comparação entre as figuras 4.3, 4.4 e 4.5 fica evidente que a solubilização obteve sucesso, pois se observa que a segregação apresentada na figura 4.3 foi minimizada para os dois tempos de solubilização. É perceptível ao olhar as metalografias que apesar de um resultado diferente nas curvas de envelhecimento, as duas condições apresentadas nas figuras 4.4 e 4.5 não apresentam diferença microestrutural no âmbito da microscopia ótica. O resultado já era esperado e se reproduz quando as metalografias do envelhecimento são analisadas, pois o aumento de resistência mecânica ocorre a níveis de estrutura cristalina o que pode ser observado somente com microscopia eletrônica de transmissão ou ensaios de raios-X. LIN, Y et al. 2014 em seu trabalho não encontraram variação microestrutural e WANG et al. 2010 apresentam imagens de microscopia eletrônica de transmissão para investigar a quantidade de precipitados formados com várias adições de Ce como pode ser visto na figura 2.8.

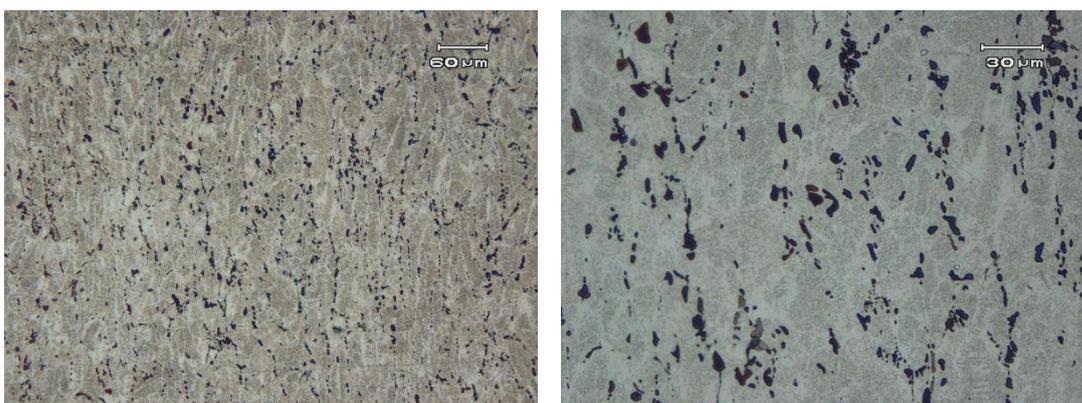


Figura 4.6 Metalografia da liga AA2618 solubilizada por 4 horas e envelhecida por 8 horas a 220 °C. Ataque reagente Keller.

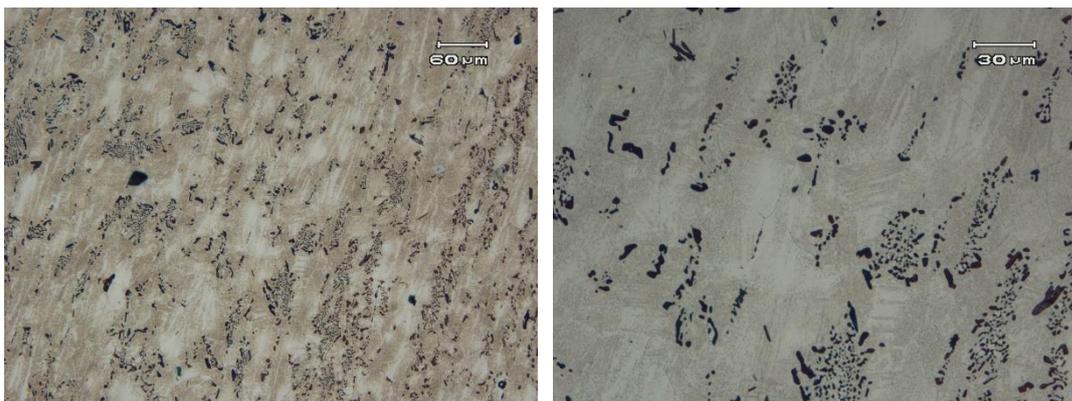


Figura 4.7 Metalografia da liga AA2618 solubilizada por 6 horas e envelhecida por 8 horas a 220 °C. Ataque reagente Keller.

As figuras 4.6 e 4.7 apresentam as amostras no maior tempo de envelhecimento e na figura 4.8 temos a metalografia do pico de dureza para condição de 4 horas de solubilização, como o pico de dureza da amostra solubilizada por 6 horas foi em 8 horas de tratamento, podemos observar a metalografia na figura 4.7.

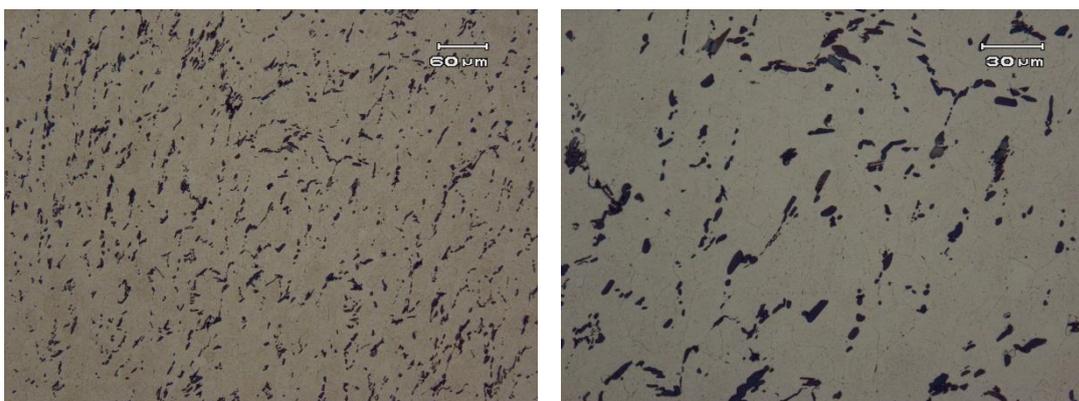


Figura 4.8 Metalografia da amostra no pico de dureza do envelhecimento para 4 horas de solubilização e 6 horas de envelhecimento a 220 °C. Ataque reagente Keller..

### 4.3 Microscopia eletrônica de varredura

As imagens foram obtidas das amostras com o mesmo ataque químico e preparação de MO, além das imagens foi realizada a análise química via EDS (energy dispersive spectroscopy EDS), um feixe de elétrons incide sobre amostra, os elétrons mais externos dos átomos e os íons constituintes são excitados, mudando de níveis energéticos. Ao retornarem para sua posição inicial, liberam a energia adquirida a qual é emitida em comprimento de onda no espectro de raios-X. Um detector instalado na câmara de vácuo

do MEV mede a energia associada a esse raio-X e assim podemos saber a composição química pontual dos intermetálicos por exemplo.

As figuras abaixo representam a morfologia dos intermetálicos encontrados na solubilização e envelhecimento, não houve mudança significativa de morfologia com a variação dos parâmetros. As análises feitas com EDS comprovam o que foi dito na literatura para esta liga como intermetálicos  $Al_9FeNi$  e  $Al_7Cu_2(Fe,Ni)$ . ( ELGALLAD, E et al., 2014; SHEN,P et al., 2013)

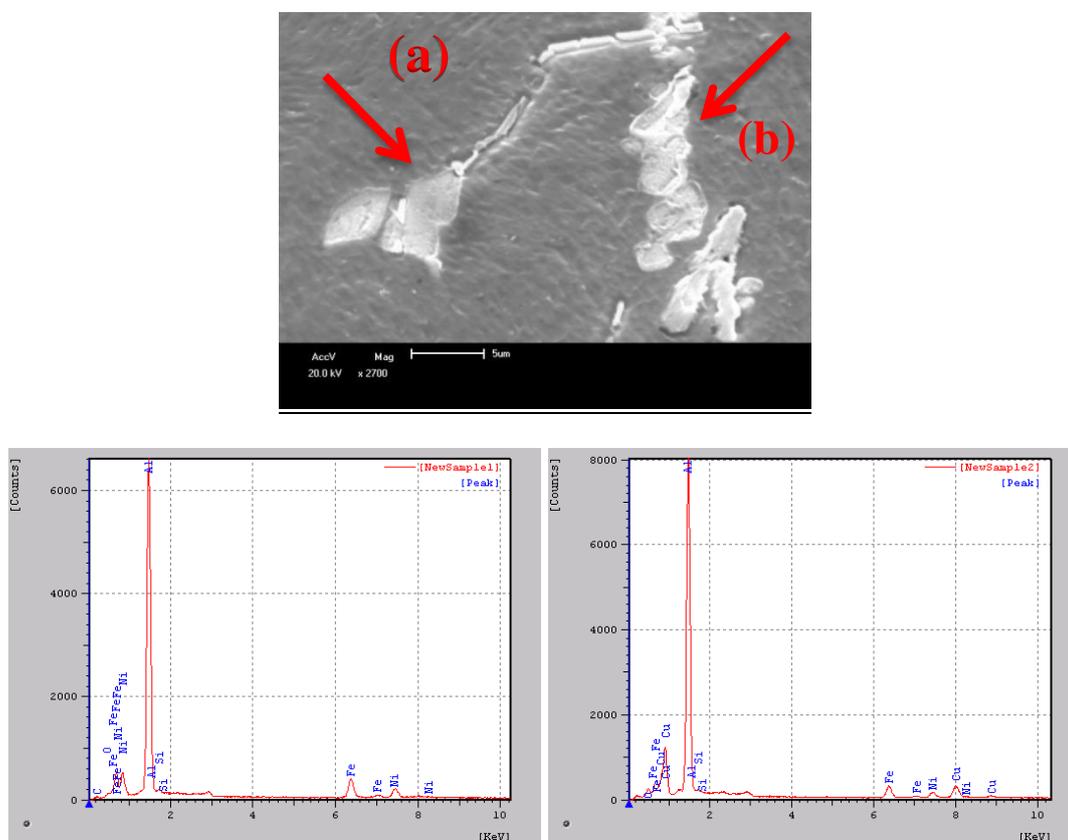


Figura 4.9 Imagem feita em microscopia eletrônica de varredura mostra os intermetálicos presentes. Amostra solubilizada por 4h. As setas indicam os locais onde foram feitas as análises de EDS. À esquerda o EDS do ponto (a) e à direita o EDS do ponto (b)

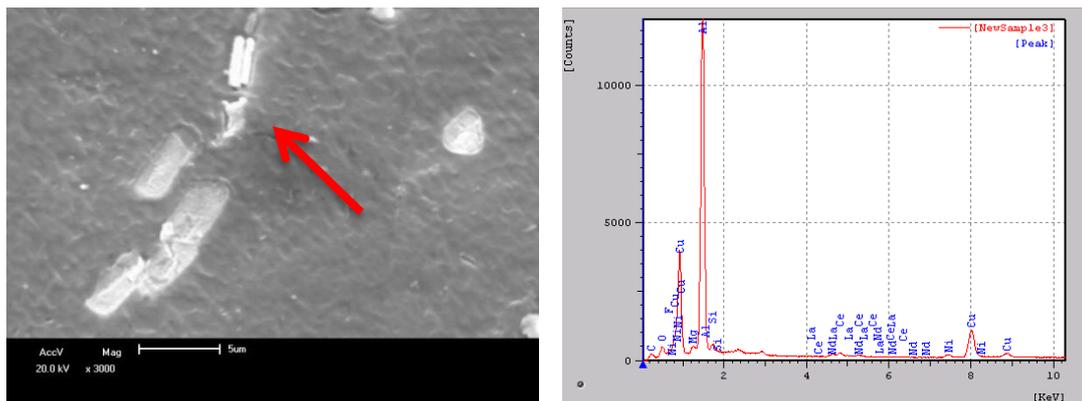


Figura 4.10 Imagem feita em microscopia eletrônica de varredura mostra os intermetálicos presentes. Amostra solubilizada por 4h. A seta indica o local onde foi feita a análise de EDS apresentada.

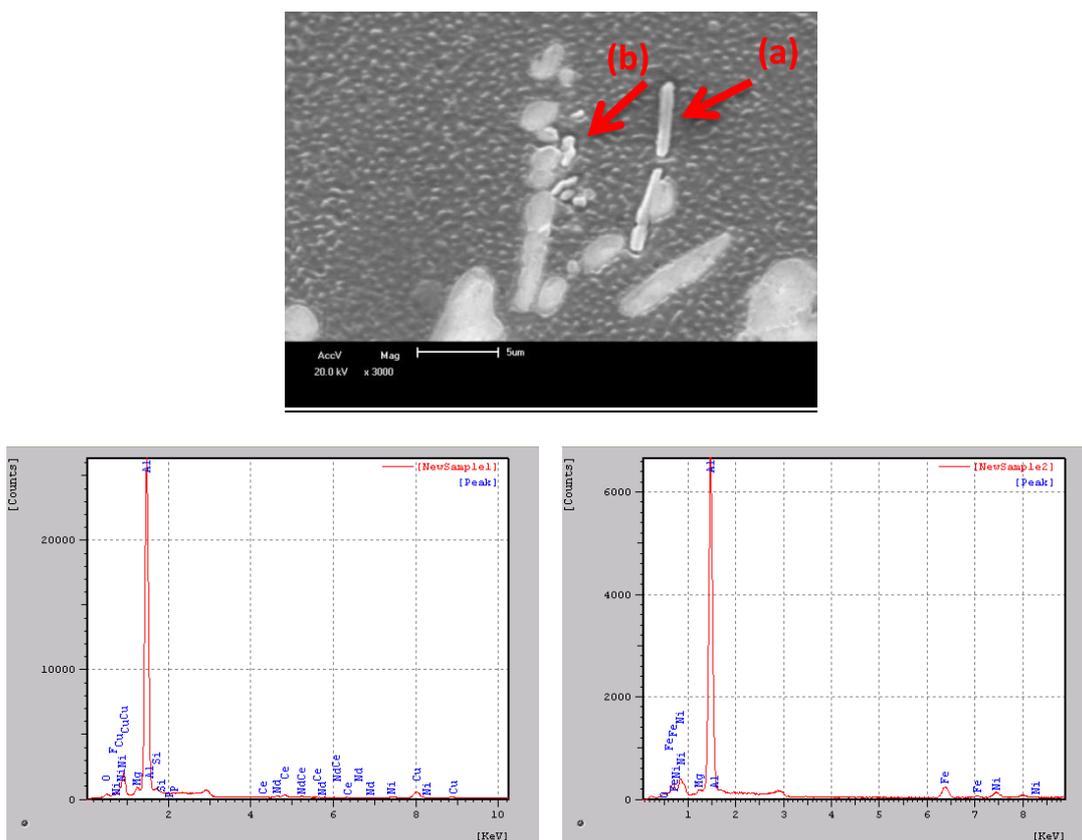


Figura 4.11 Imagem feita em microscopia eletrônica de varredura mostra os intermetálicos presentes. Amostra solubilizada por 6h. A seta indica o local onde foi feita a análise de EDS. À esquerda o EDS do ponto (a) e à direita o do ponto (b).

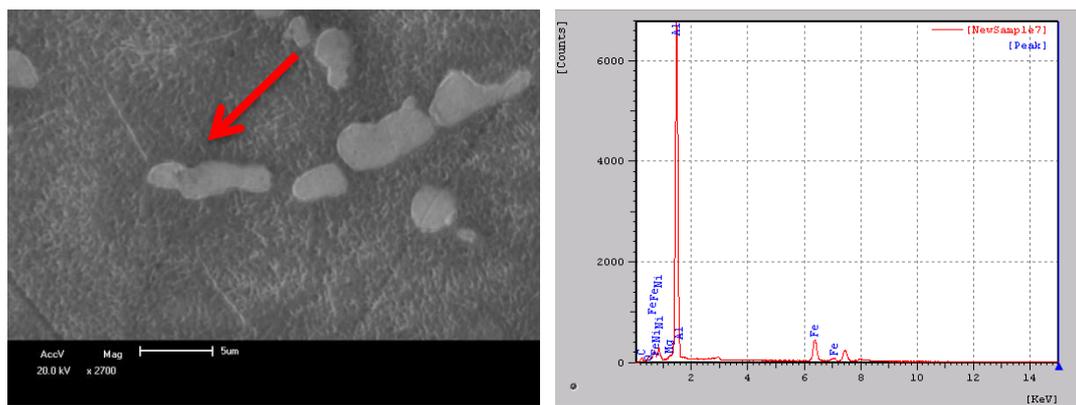


Figura 4.12 Imagem feita em microscopia eletrônica de varredura mostra os intermetálicos presentes. Amostra solubilizada por 4h e envelhecida por 8 horas. A seta indica o local onde foi feita a análise de EDS apresentada.

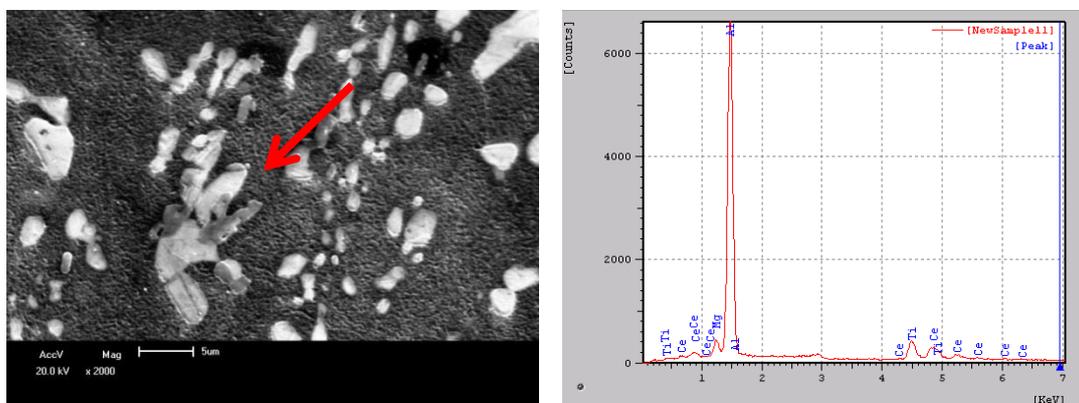


Figura 4.13 Imagem feita em microscopia eletrônica de varredura mostra os intermetálicos presentes. Amostra solubilizada por 6h e envelhecida por 8 horas. A seta indica o local onde foi feita a análise de EDS.

As imagens de MEV trazem informações sobre a morfologia dos intermetálicos e com o EDS foi avaliado quais elementos estão presentes. Pode-se observar que nas duas condições as composições e tamanhos dos intermetálicos não apresentaram diferenças significativas. Como era esperado conforme a literatura a maioria dos intermetálicos é de  $Al_9FeNi$ , em seu trabalho AGHAIE-KHAFRI et al.,2010 solubilizaram a liga 2618 por 24h e ainda assim não foram dissolvidos estes intermetálicos. Pode-se observar Al-Fe-Ni nas figuras 4.9, figura 4.11 ponto b e figura 4.12.

Já os precipitados que contêm Ce com Al, Cu e La que em sua maioria possuem morfologia de bastão como é visto na figura 4.10 e 4.11, também na figura 4.13 onde está associado a Al, Mg e Ti possuindo uma morfologia mais esférica.

## 5.0 CONCLUSÕES

Com base nos ensaios realizados e nos resultados obtidos neste estudo podemos chegar as seguintes conclusões:

- Para condições iguais de envelhecimento a condição de solubilização de 6 horas se mostrou mais indicada, pois no tratamento térmico foi alcançada uma maior dureza, 123HB, que com a condição de 4 horas de solubilização 119HB. Além do fato de em 8 horas de envelhecimento não haver queda na dureza.
- As metalografias das amostras comprovam que a solubilização ocorreu de forma eficiente para os dois parâmetros estudados.
- As imagens em MEV e o EDS comprovam a existência de precipitados Al-Fe-Ni esperados para a liga e também a existência de Ce formado precipitados com Al-Cu e Al-Ti tanto para as amostras solubilizadas como para as amostras envelhecidas.
- A morfologia dos precipitados formados condiz com o esperado pela literatura. Os precipitados contendo Ce possuem morfologia semelhante a um bastão .
- Dentre os parâmetros avaliados a condição de tratamento térmico que apresentou melhores resultados foi a combinação de solubilização por 6 horas seguida de envelhecimento por 8 horas.

## 6.0 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

Como sugestões este trabalho pode ser complementado com a realização dos seguintes trabalhos futuros:

- Realização de solubilização e envelhecimento em tempos maiores para observar o comportamento da liga e com isso escolher o tempo adequado de tratamento;
- Teste de tração, impacto e fluência para analisar qual condição apresenta um ganho mais eficiente em propriedades mecânicas;
- Análise de raios-X e microscopia eletrônica de transmissão para identificação da formação e quantificação de precipitados responsáveis pelo aumento de dureza

## 7.0 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] WANG, Wen-tao et al. Influences of Ce addition on the microstructures and mechanical properties of 2519A aluminum alloy plate. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 491, n. 1, p. 366-371, 2010.
- [2] DIETER, G. E. *Metalurgia Mecânica*. 2<sup>a</sup> ed. McGraw-Hill. 1976.
- [3] WANG, Jianhua et al. Influence of deformation ageing treatment on microstructure and properties of aluminum alloy 2618. *Materials Characterization*, v. 59, n. 7, p. 965-968, 2008.
- [4] YIN, Zhimin et al. Effect of minor Sc and Zr on the microstructure and mechanical properties of Al–Mg based alloys. *Materials Science and Engineering: A*, v. 280, n. 1, p. 151-155, 2000.
- [5] YU, Kun et al. Mechanical properties and microstructure of aluminum alloy 2618 with Al<sub>3</sub>(Sc, Zr) phases. *Materials Science and Engineering: A*, v. 368, n. 1, p. 88-93, 2004.
- [6] FULLER, Christian B.; SEIDMAN, David N.; DUNAND, David C. Mechanical properties of Al (Sc, Zr) alloys at ambient and elevated temperatures. *Acta Materialia*, v. 51, n. 16, p. 4803-4814, 2003.
- [7] ZAKHAROV, V. V.; ROSTOVA, T. D. Effect of scandium, transition metals, and admixtures on strengthening of aluminum alloys due to decomposition of the solid solution. *Metal Science and Heat Treatment*, v. 49, n. 9-10, p. 435-442, 2007.
- [8] XIAO, D. H. et al. Effect of rare earth Ce addition on the microstructure and mechanical properties of an Al–Cu–Mg–Ag alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 352, n. 1, p. 84-88, 2003.
- [9] ZHU, Man et al. Effects of T6 heat treatment on the microstructure, tensile properties, and fracture behavior of the modified A356 alloys. *Materials & Design*, v. 36, p. 243-249, 2012.

- [10] LIN, Y.; ZHENG, Z. Q.; LI, S. C. Effect of solution treatment on microstructures and mechanical properties of 2099 Al–Li alloy. *archives of civil and mechanical engineering*, v. 14, n. 1, p. 61-71, 2014.
- [11] PORTER, David A.; EASTERLING, Kenneth E.; SHERIF, Mohamed. *Phase Transformations in Metals and Alloys*,. CRC press, 1992.
- [12] DE AZEVEDO COUTINHO, Telmo. *Metalografia de não ferrosos: análise e prática*. Edgard Blucher, 1980.
- [13] ASM INTERNATIONAL; ASM INTERNATIONAL. HANDBOOK COMMITTEE; ASM INTERNATIONAL. ALLOY PHASE DIAGRAM COMMITTEE. *Metals Handbook: Properties and selection*. Asm International, 1990.
- [14] ASM INTERNATIONAL; ASM INTERNATIONAL. HANDBOOK COMMITTEE; ASM INTERNATIONAL. ALLOY PHASE DIAGRAM COMMITTEE. *Metals Handbook: Heat Treating*. Asm International, 1991.
- [15] DIETER, George Ellwood; BACON, David J. *Mechanical metallurgy*. New York: McGraw-Hill, 1986.
- [16] AGHAIE-KHAFRI, M.; ZARGARAN, A. Low-cycle fatigue behavior of AA2618-T61 forged disk. *Materials & Design*, v. 31, n. 9, p. 4104-4109, 2010.
- [17] SHEN, P.; ELGALLAD, E. M.; CHEN, X.-G. On the aging behavior of AA2618 DC cast alloy. *Light Metals 2013*, p. 373-377, 2013.
- [18] ELGALLAD, E. M. et al. Effects of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of AA2618 DC cast alloy. *Materials & Design*, v. 61, p. 133-140, 2014.