

# ESTUDO DA EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DE LIGAS DE ALUMÍNIO SUBMETIDAS A TRATAMENTOS TÉRMICOS DE SOLUBILIZAÇÃO<sup>1</sup>

Valmir Martins Monteiro<sup>2</sup>  
Saulo Brinco Diniz<sup>3</sup>  
Bruna Godoi Meirelles<sup>4</sup>  
Luis Celso da Silva<sup>5</sup>  
Andersan dos Santos Paula<sup>6</sup>

## Resumo

Com o intuito de produzir ligas de alumínio com características superplásticas, um meio de condicionamento da microestrutura está associado a tratamentos térmicos prévios (solubilização seguida ou não de envelhecimento). O presente trabalho estuda as características microestruturais e mecânicas de distintas ligas de alumínio (série 1XXX, 3XXX e 8XXX) na condição laminada a quente e submetidas a posterior tratamento térmico de solubilização, as ligas em estudo tem um percentual de soluto ligeiramente acima do limite máximo de solubilidade nas mesmas. Assim os tratamentos térmicos de solubilização permitiriam controlar a dimensão, dispersão e natureza dos precipitados presente modificando a condição laminada a quente, sem atingir a completa dissolução dos mesmos. A avaliação microestrutural/composicional e mecânica foi feita por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) / Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS), Difração de Raios-X (DRX) e ensaios de microdurezas.

**Palavras-chave:** Alumínio; Microestrutura; Laminação a quente; Solubilização.

## MICROSTRUCTURAL STUDY OF EVOLUTION OF ALUMINUM ALLOYS UNDER SOLUTION HEAT TREATMENT

### Abstract

With the intention of producing aluminium alloy with superplastic characteristics the means for conditioning the microstructure is associated with previous heat treatments (solution with or without subsequent aging). This work studies the microstructural characteristics and mechanical properties of different aluminum alloys (series 1XXX, 3XXX and 8XXX) in hot rolled condition and subjected to subsequent heat treatment of solubilization, the alloys under study has a solute fraction slightly above the maximum solubility limit. So, the solubilization heat treatments allow control the size, nature and dispersion of the precipitates modifying the hot rolling condition, without complete dissolution of this precipitates. The evaluation microstructural / compositional and mechanical was done by Scanning Electron Microscopy (SEM) / Energy Dispersive Spectroscopy X-ray (EDS), X-ray diffraction (XRD) and micro hardness tests.

**Keywords:** Aluminum, Microstructure, Hot Rolling, Solubilization

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 50º Seminário de Laminação – Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 18 a 21 de novembro de 2013, Ouro Preto, MG, Brasil.

<sup>2</sup> Graduando de Eng. Metalúrgica, UFF-EEIMVR-VMT, Volta Redonda, RJ, Brasil.

<sup>3</sup> M.Sc., Mestrando em Eng. Metalúrgica, UFF-EEIMVR-PPGEM, Volta Redonda, RJ, Brasil.

<sup>4</sup> Graduada em Eng. Metalúrgica, Votorantim Metais, Alumínio, SP, Brasil.

<sup>5</sup> M, Sc., Técnico do Lab. Microscopia Eletrônica UFF-EEIMVR, Volta Redonda, RJ, Brasil.

<sup>6</sup> D.Sc., Professora Adjunta, UFF/EEIMVR-VMT e PPGEM, Volta Redonda, RJ, Brasil.

# 1 INTRODUÇÃO

Dentre todos os metais o alumínio é o terceiro em abundância de seu minério na crosta terrestre, e por apresentar uma série de vantagens é o segundo metal mais produzido mundialmente.<sup>(1,2)</sup> e é o primeiro metal não ferroso mais consumido no mundo.<sup>(3)</sup> As propriedades mecânicas e a evolução microestrutural das ligas de alumínio dependem fortemente dos tratamentos térmicos/mecânicos que foram submetidas. Dentre os elementos mais utilizados em ligas de alumínio, o cobre, magnésio, manganês, silício e zinco são os elementos que proporcionam maior resistência, especialmente quando trabalhados a frio e tratados termicamente, pois estes elementos tem solubilidade significativa no alumínio, e em todos os casos, a solubilidade aumenta com o aumento da temperatura.<sup>(1,4)</sup> O alumínio e suas ligas tem como parte do processo de fabricação a laminação na forma de chapas.<sup>(3)</sup> A matéria-prima inicial para a laminação de alumínio é uma placa, produzida na refusão,<sup>(3)</sup> no qual são laminados a quente<sup>(2,3,5)</sup> geralmente em laminadores reversíveis duplos ou quádruplos.

O alumínio puro tem baixa resistência mecânica inviabilizando assim seu uso, por isso sua resistência pode ser aumentada através da adição de elementos de liga e por trabalho a frio. O aumento de resistência em ligas de alumínio tratáveis termicamente ocorre a partir de precipitados dispersos de segunda fase.<sup>(4)</sup> O tratamento térmico de solubilização é realizado para se obter uma matriz metálica supersaturada afim de, por exemplo, como controlar posteriormente a forma dimensão e dispersão dos precipitados em tratamentos de envelhecimento.

A superplasticidade é evidenciada em materiais com tamanho de grão refinado, associada ao deslizamento de contornos de grão proveniente de solicitações mecânicas com baixas taxas de carregamento nos campos de temperatura onde opera os fenômenos de fluência. Em materiais monofásicos com tamanho de grão muito finos a superplasticidade é limitada, devido ao fenomeno de crescimento do grão é muito rápido a estas temperaturas. Portanto, nestes materiais, para manter um tamanho de grão fino no intervalo de comportamento superplástico, a presença de uma segunda fase, ou de partículas nos contorno de grãos, é necessária. Por esta razão, muitos dos estudos iniciais sobre materiais superplásticos foram baseados no eutetóide (por exemplo, Fe-Fe<sub>3</sub>C), no eutético (por exemplo, Al-Ca), ou no monotetóide (por exemplo, Zn-Al). Todas estas classes de materiais podem ser processadas termomecanicamente para desenvolver estruturas finas, equiaxiais e duas fases. Um grande avanço para as ligas superplásticas de Al-Cu foi dado em 1969, no qual tornou uma liga de Al-6%Cu-0,5%Zr superplástica com a introdução de altos níveis de zircônio na solução por meio de técnicas especiais de fundição e subsequentes tratamento térmico para criar precipitados extremamente finos de ZrAl<sub>3</sub>.<sup>(6)</sup>

Há uma grande variedade de ligas de alumínio no seu sistema de classificação. As ligas de alumínio são classificadas como ligas fundidas ou trabalháveis.<sup>(1,3,4)</sup> A composição química para ambos os tipos é designada por um número de 4 dígitos, no qual o primeiro número indica o elemento de liga principal adicionado à liga e os outros em alguns casos, o nível de pureza. Para as ligas trabalháveis, as ligas da série 1XXX são as ligas comercialmente puras, que têm impurezas naturais.<sup>(6)</sup> as ligas da série 3XXX são as ligas em que o Manganês é o principal elemento de liga, as ligas da série 8XXX são as ligas que o Estanho e o Lítio são os principais elementos de liga.<sup>(4)</sup>

O presente trabalho envolve estudos das características microestruturais e mecânicas de distintas ligas (serie 1XXX, 3XXX e 8XXX), na condição laminada e submetidas a posterior tratamento térmico de solubilização será realizado a evolução microestrutural/composicional e mecânica que será realizado por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS), Difração de Raios-X (DRX) e ensaios de microdurezas com o intuito de definir e otimizar os parâmetros associados a este tratamento.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 Material

Para o presente trabalho foi-se utilizado como material chapas de ligas de alumínio de nomenclaturas 1100, 3104 e 8011 laminadas a quente com espessura de 6, 10, e 6,95 mm, respectivamente doadas pela Votorantim Metais. Tais chapas de alumínio apresentam as seguintes composições químicas descrita na Tabela 1.

**Tabela 1.** Composição química das ligas em estudo, em percentual

Liga	Elemento (%)									
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Li	Si+Fe	Ti+V	Mn+Cr	Outros
<b>1100</b>	0,152	0,540	0,1100	0,0100	-	-	0,690	0,030	0,0100	0,042
<b>3104</b>	0,270	0,690	0,0900	0,8200	0,8100	-	0,960	0,020	0,8600	0,130
<b>8011</b>	0,650	0,740	0,0310	0,0050	0,0003	0,0012	1,390	0,0250	0,0073	0,085

### 2.2 Métodos

Amostras de 1 cm de largura (direção transversal – DT) e 2 cm (direção de laminação - DL) foram retiradas das distintas chapas através de uma máquina de corte com disco abrasivo de Carbetto de Silício, sob refrigeração. As amostras extraídas das chapas foram submetidas a um tratamento térmico de solubilização, no qual se procedeu a manutenção por uma hora na temperatura de 500°C. Após o tempo decorrido as amostras foram resfriadas em água com agitação das mesmas. Com o intuito de proceder as análises da evolução microestrutural as amostras foram embutidas a quente e resina fenolica. Posteriormente foram lixadas com lixas de carbetto de silicio (granulometria 220 a 4000 mesh) seguido de polimento com pastas de diamante de 6 µm, 3µm e 1µm. A caracterização microestrutural e composicional foi feita em um microscopio eletronico de varredura (MEV) da marca Carl Zeiss, modelo EVO MA 10, o qual tem um espectometro de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS) Para a realização da análise microestrutura e de composição química, o MEV foi ajustado com os seguintes parâmetros: tensão de aceleração de 12 kV) com detector de elétrons secundários (*spot size* de 500 e distância de trabalho de 11 mm. As análises de microdureza foi realizado em microdurometro da marca Ernst leitz. Todas observações /medidas foram feitas a ¼ e ½ espessura das chapas, e em particular as medidas de dureza foram procedidas 10 medições, e em cada região analisadas nas condições antes e após tratamento de solubilização nas ligas em estudo.

A análise de difração de raios-X foi efetuada com o objetivo de identificar as fases presentes nas amostras em estudo. Esta análise foi realizada com um difractometro com radiação CoK $\alpha$  e goniômetro padrão. Foi aplicada uma tensão de 30 kV e 30

mA de corrente durante as varreduras com acoplamento de  $\theta/2\theta$  no intervalo de  $20^\circ$  a  $110^\circ$  para  $2\theta$ , como intervalo de  $2\theta$  e velocidade de  $2^\circ$  por minuto (equivalente ao tempo de aquisição de 0,6 s por ponto). As fichas JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) utilizadas nestes trabalhos foram 89-4037 (fase  $\alpha$ ) e 89-1981 ( $\text{CuAl}_2$ ).

### 3 RESULTADOS

As Figuras 1 e 2 apresentam um comparativo entre as microdurezas do material como recebido e após - tratamento térmico de solubilização nas posições de  $\frac{1}{2}$  e  $\frac{1}{4}$  da espessura.

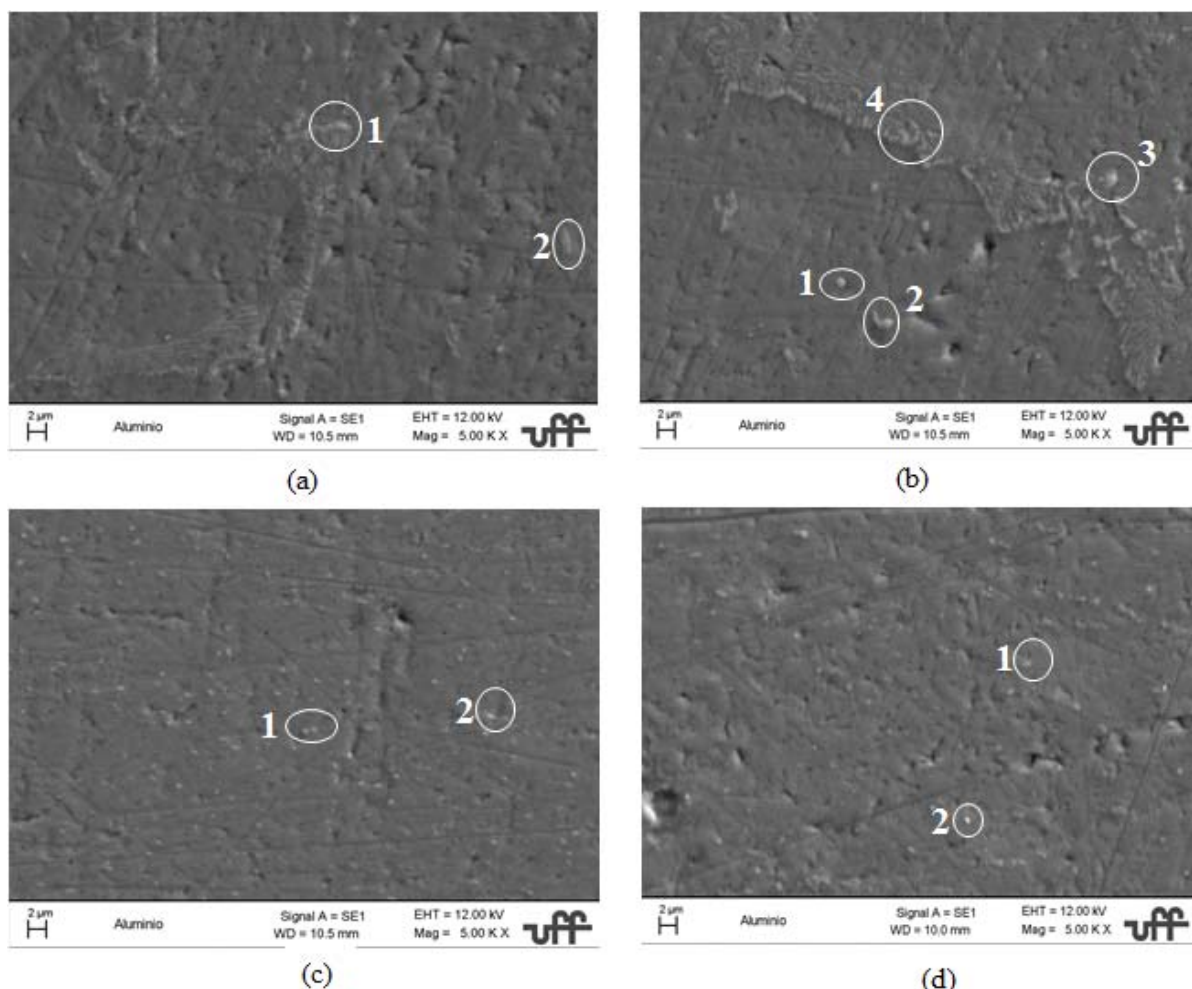


**Figura 1:** Microdureza a  $\frac{1}{4}$  espessura antes e após tratamento térmico.



**Figura 2:** Microdureza a  $\frac{1}{2}$  espessura antes e após tratamento térmico.

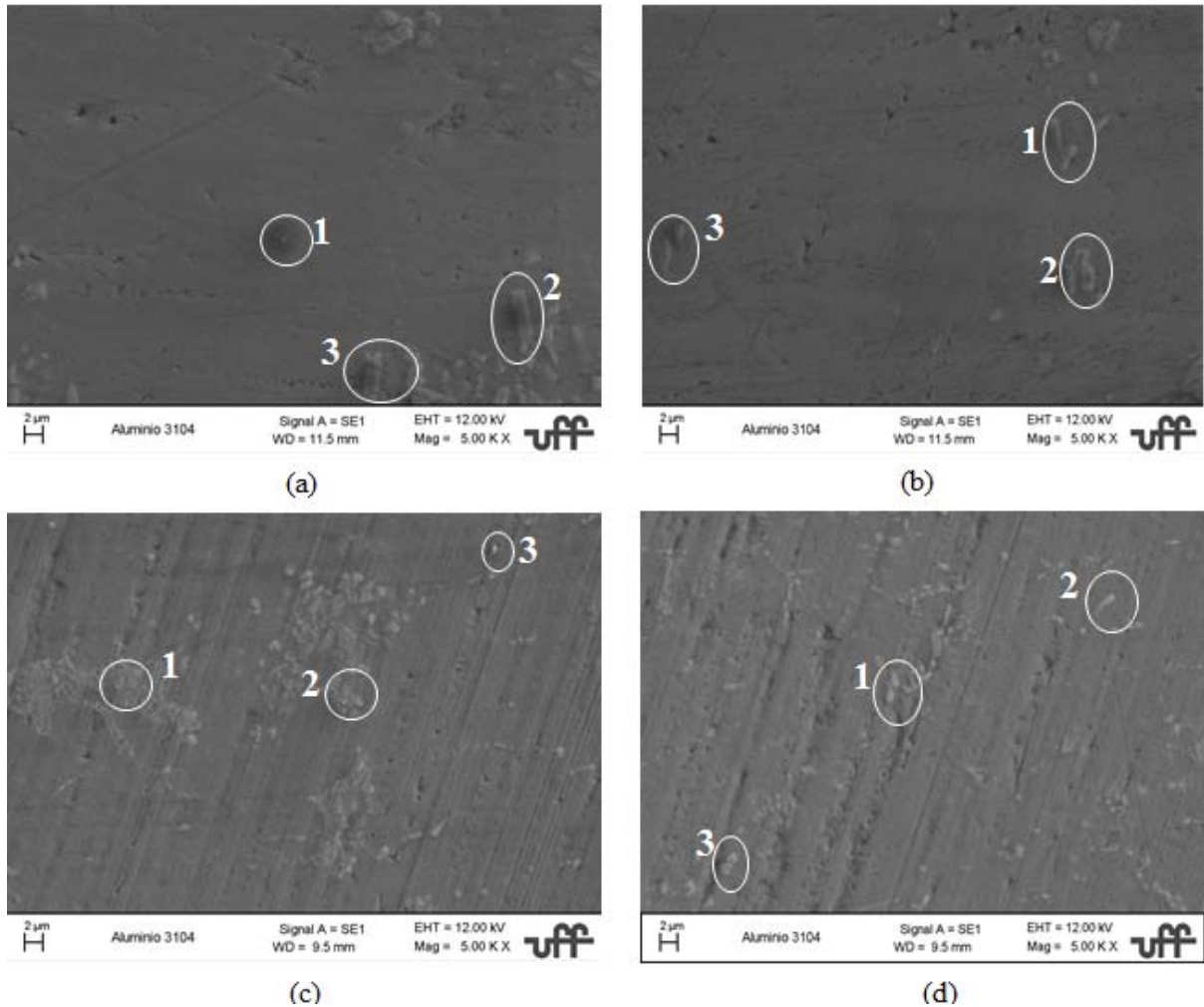
As Figuras 3, 4 e 5 apresentam a caracterização microestrutural referente às ligas 1100, 3104 e 8011, respectivamente, nas condições como recebida e após tratamento térmico nas regiões de  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{1}{2}$  espessura da direção de laminação. Cada uma das imagens do MEV, associadas ao detector de Elétrons Secundários, contidas nas referidas figuras apresentam as características morfológicas dos precipitados que se fazem presentes em cada uma das ligas nas distintas condições de processamento em análise. Os principais precipitados são apontados nas imagens por índices numéricos, os quais são referenciados pela sua composição química avaliada durante análise com a sonda de EDS e listados nas Tabelas 2, 3 e 4.



**Figura 3.** Imagens de Elétrons Secundários oriundas de análise de MEV da amostra da liga 1100, nas seqüências “a” e “b” amostras CR análise a  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{1}{2}$  espessura respectivamente “c” e “d” amostras pós-tratamento térmico análise a  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{1}{2}$  espessura respectivamente, os principais precipitados são apontados nas imagens por índices numéricos.

**Tabela 2.** Composição química das ligas em estudo, percentual em peso, realizado por EDS em diferentes pontos indicados na Figura 3

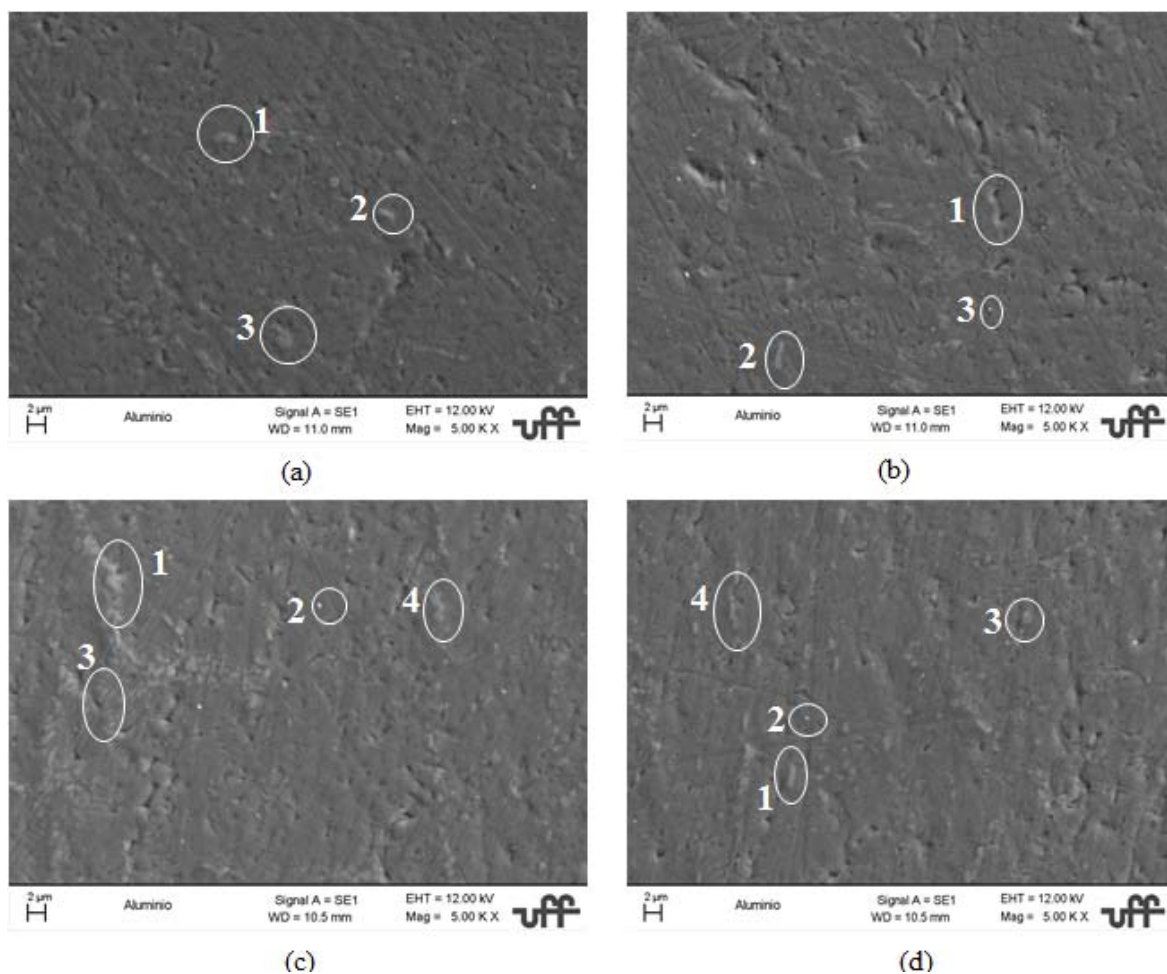
Amostra	Posição “Espessura”	Condição	Ponto	Elemento					
				Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Outros
1100	1/4	CR (a)	1	-	8,59	1,57	-	-	0,67
			2	-	4,31	1,37	-	-	0,74
		TT (c)	1	-	4,1	1,42	-	-	0,63
			2	-	4,25	1,38	-	-	0,69
	1/2	CR (b)	1	-	4,98	1,5	-	-	0,71
			2	-	7,28	1,73	-	-	0,73
			3	-	9,07	2,05	-	-	0,65
			4	-	11,74	1,84	-	-	0,58
		TT (d)	1	-	3,92	1,44	-	-	0,77
			2	-	3,78	1,4	-	-	0,73



**Figura 4.** Imagens de Elétrons Secundários oriundas de análise de MEV da amostra da liga 3104, nas seqüências “a” e “b” amostras CR análise a  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{1}{2}$  espessura respectivamente “c” e “d” amostras pós-tratamento térmico análise a  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{1}{2}$  espessura respectivamente, os principais precipitados são apontados nas imagens por índices numéricos.

**Tabela 3.** Composição química das ligas em estudo, percentual em peso, realizado por EDS em diferentes pontos indicados na Figura 4

Amostra	Posição “Espessura”	Condição	Ponto	Elemento					
				Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Outros
3104	1/4	CR (a)	1	-	-	-	1,9	1,37	11,66
			2	-	15,61	0,8	5,09	0,9	11,36
			3	3,33	12,83	0,62	6,54	-	18,38
		TT (c)	1	1,01	4,82	-	2,19	0,58	28,11
			2	1,85	10,96	-	2,38	0,55	47,35
			3	1,56	10,05	0,17	2,36	0,54	18,38
	1/2	CR (b)	1	4,09	17,47	0,45	7,97	0,47	23,12
			2	3,87	14,52	0,35	7,90	0,69	32,00
			3	3,24	13,36	0,26	6,53	0,76	34,71
		TT(d)	1	2,61	17,7	0,2	3,42	0,44	5,43
			2	8,52	15,92	0,41	5,05	0,49	8,89
			3	2,01	9,78	0,52	3,47	0,81	5,44

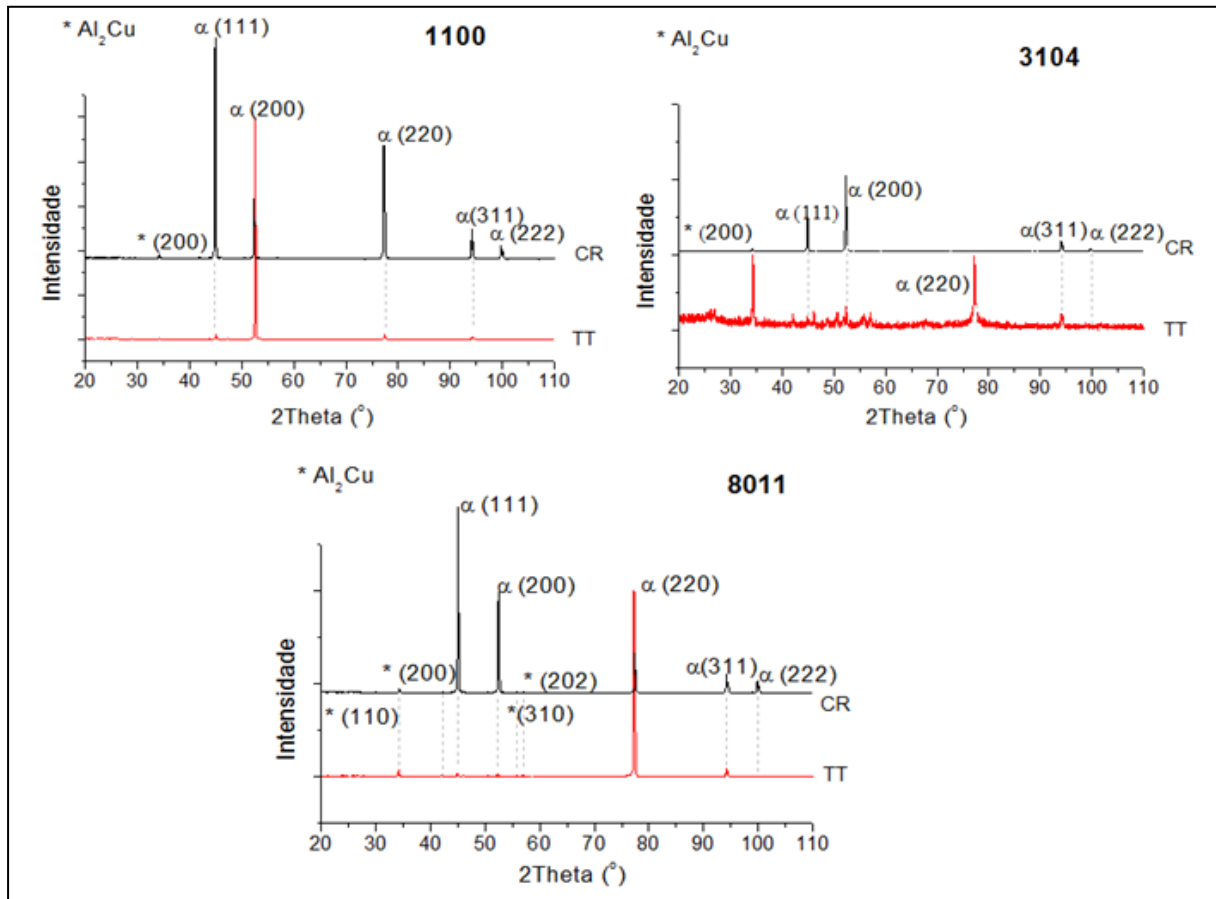


**Figura 5.** Imagens de Elétrons Secundários oriundas de análise de MEV da amostra da liga 8011, nas seqüências “a” e “b” amostras CR análise a  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{1}{2}$  espessura respectivamente “c” e “d” amostras pós-tratamento térmico análise a  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{1}{2}$  espessura respectivamente, os principais precipitados são apontados nas imagens por índices numéricos.

**Tabela 4.** Composição química das ligas em estudo, percentual em peso, realizado por EDS em diferentes pontos indicados na Figura 5

Amostra	Posição “Espessura”	Condição	Ponto	Elemento					
				Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Outros
8011	1/4	CR (a)	1	4,47	10,32	-	-	-	12,51
			2	3,76	11,35	-	-	-	14,41
			3	5,03	11,35	-	-	-	13,89
		TT (c)	1	6,75	13,22	-	-	-	15,88
			2	0,91	2,56	-	-	-	19,52
			3	1,69	2,66	-	-	-	18,84
	1/2	CR (b)	4	5,39	11,62	-	-	-	17,65
			1	8,46	3,16	-	-	-	11,62
			2	4,06	2,43	-	-	-	17,73
		TT (d)	3	1,7	5,6	-	-	-	13,18
			1	5,53	12,08	-	-	-	7,82
			2	0,48	2,09	-	-	-	11,7
			3	1,34	4,72	-	-	-	12,78
			4	3,07	5,44	-	-	-	13,48

As Tabelas 2, 3 e 4 apresentam os valores da composição química nos pontos selecionados nas imagens apresentadas nas Figuras 3, 4 e 5, respectivamente, referentes às regiões a  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{1}{2}$  espessura para as ligas 1100, 3104 e 8011 sem tratamento térmico e após o tratamento térmico de solubilização as análises foi realizado por Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS) no MEV. Estes pontos estão associados aos precipitados que se fazem presentes nas ligas em estudo nas condições de tratamento propostas. A Figura 6 apresenta os resultados da análise de DRX para as amostras das ligas em estudo nas condições como recebida e após tratamento térmico de solubilização.



**Figura 6.** Resultados das análises de difração de Raio-X para as ligas 1100, 3104 e 8011 nas condições de Como Recebida e Pós Tratamento Térmico de Solubilização. Na figura (\*) representa o precipitado  $Al_2Cu$ .

#### 4 DISCUSSÃO

Pode-se observar pelos resultados apresentados nas Figuras 1 e 2 que a análise das microdurezas realizada a partir de  $\frac{1}{2}$  e  $\frac{1}{4}$  da espessura de ambas as condições em estudo (como recebida (CR) e tratada termicamente (TT)) não houve uma expressiva variação nos valores médios. Ao se analisar os valores de antes e após tratamento térmico de solubilização constata-se um decréscimo de dureza tanto a  $\frac{1}{4}$  de espessura quanto a  $\frac{1}{2}$  de espessura dos materiais que pode ser visto nas “figuras 1 e 2” observou-se que a menor variação ocorreu na liga 1100 e a maior diferença pode ser observada na liga 8011. As adições de elementos como o Si, Fe, Mn, Cu aumentam a dureza em ligas de alumínio, tanto por solução sólida (menos pronunciada) com por precipitação (mais significativo em função da natureza



química e dimensão do precipitado). Com base na composição química das ligas fornecidas pela Votorantim Metais (Tabela 1) e nos resultados obtidos da composição química elementar via análise de EDS (Tabelas 2, 3 e 4) em diferentes pontos associados a precipitados presentes nas amostras em estudo nas regiões de  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{1}{2}$  espessura (Figuras 3, 4 e 5) antes e após tratamento térmico, pode-se constatar esta migração dos átomos do elemento de liga dos precipitados para a matriz. Evidencia esta que pode ser também confirmada pela mudança da morfologia dos precipitados presentes nas amostras em comparação das condições como recebida e após tratamento Térmico. A forma e a dispersão dos precipitados presentes nas amostras da liga 1100 revelam na condição como recebida (Figuras 3a e 3b) a presença de precipitados não homogêneos e de morfologia agulhada a  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{1}{2}$  espessura, enquanto após tratamento térmico de solubilização (Figuras 3c e 3d) os precipitados apresentam-se mais homogêneos e de morfologia esferoidal em ambas as regiões. Fator este que é evidenciado pela redução do percentual dos elementos presentes nos pontos juntos aos precipitados a partir dos resultados de EDS apresentados na Tabela 2. No entanto para as amostras da liga 3104 (Figura 4 e Tabela 3) e da liga 8011 (Figura 5 e Tabela 4) a redução na dimensão dos precipitados, por conseguinte migração de soluto para matriz da fase  $\alpha$  não se dá de maneira tão significativa, ou seja, após tratamento térmico os precipitados apresentam-se menores, porém em regiões associadas a estruturas eutética e outros de forma em agulhas.

Ao se observar os resultados da análise de Difração de Raios-X, mostrado na Figura 6, evidenciou-se a presença da fase  $\alpha$ , associada à matriz rica em alumínio, para as três ligas em estudo. Além disso, foi somente detectado a presença do precipitado associado à fase  $Al_2Cu$  pela evidencia do pico do plano (200) desta fase, além do pico do plano (110) para a liga 8011. A justificativa para a não detecção de precipitados associados a outras fases associados aos elementos Fe e Si, como aqueles detectados nas análises de EDS (Tabelas 2, 3 e 4) observados nas imagens de Eletro Secundário, observados no MEV (Figuras 3, 4 e 5), deve estar associado à dimensão destes precipitados e/ou fração volumétrica estar abaixo do limite de detecção pela análise de DRX associado ao equipamento que se fez uso no presente trabalho.

## 5 CONCLUSÃO

Com base nas evidências das análises químicas, realizadas por “EDS”, DRX e análise microestrutural das amostras das ligas 1100, 3104 e 8011 na condição como recebida e tratada termicamente, podemos concluir que, o tratamento térmico de solubilização, foi eficaz no que diz respeito a:

- ter resultado em precipitados esferoidais com uma maior dispersão;
- decréscimo da quantidade de precipitados na forma de agulha;
- decréscimo da dureza das amostras pela dissolução e/ou redução dimensional dos precipitados prévios e incorporação de soluto na solução sólida da matriz.

## Agradecimentos

Os autores agradecem à Votorantim Metais pelo fornecimento de materiais para execução deste trabalho, a Capes pela bolsa de mestrado (S.B.Diniz) e ao Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica (LMME) da Universidade Federal

Fluminense pela utilização do Microscópio Eletrônico de Varredura e equipamentos de preparação e análise de amostras.

## **REFERÊNCIAS**

- 1 CALLISTER, W. D. Ciência e Engenharia dos Materiais: Uma introdução. John Wiley & Sons, Inc. 2002.
- 2 CHIAVERINI V. Tecnologia Mecânica Materiais de Construção Mecânica Vol. 3, 2ª Edição, Mc Graw-Hill, 1986.
- 3 ABAL Fundamentos e Aplicações do Alumínio, São Paulo, Associação Brasileira do Alumínio (ABAL), 2004.
- 4 ASM Metals HandBook Volume 2 - Properties and Selection Nonferrous, ASM international, 1991
- 5 DIETER, G. E. Metalurgia Mecânica, 2º Edição, Guanabara Dois, 1981.
- 6 ASM Metals HandBook Volume 4 - Heat Treating, ASM international, 1991