

Evolução Microestrutural Durante a Homogeneização da Liga de Alumínio AA 7108

*

Felipe Gianiselle¹
Ricardo do Carmo Fernandes²
Angelo Fernando Padilha³

Resumo

A liga de alumínio AA 7108 é uma liga endurecível por precipitação do sistema Al-Zn-Mg. Componentes da liga 7108 obtidos por extrusão têm sido crescentemente utilizados na fabricação de veículos de transporte terrestre. No presente trabalho foram estudadas as modificações microestruturais que ocorrem durante o tratamento térmico industrial de homogeneização, que precede a extrusão a quente desta liga. Foram utilizadas várias técnicas complementares de caracterização microestrutural, tais como microscopia óptica de luz polarizada, microscopia eletrônica de varredura eletrônica (MEV), espectroscopia de raios X por dispersão de energia (EDS), e medidas de dureza e de condutividade elétrica. Durante a homogeneização ocorreu dissolução parcial de compostos intermetálicos contendo Al, Fe, Zn, Mg e Si, enquanto as partículas de $Al_3(Zr,Ti)$ permaneceram inalteradas..

Palavras-chave: Liga de alumínio AA 7108; Homogeneização; Análise microestrutural..

Microstructural Evolution During Homogenization of Aluminum Alloy AA 7108

Abstract

The aluminum alloy AA 7108 is a precipitation hardening alloy of the Al-Zn-Mg system. Components of the alloy 7108 obtained by extrusion have been increasingly used in the manufacture of land transport vehicles. In the present work were studied the microstructural modifications that occur during the industrial heat treatment of homogenization, which precedes the hot extrusion of this alloy. Several complementary techniques of microstructural characterization were used, such as polarized light optical microscopy, electronic scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive X-ray spectrometry (EDS), hardness and electrical conductivity measurements. During homogenization, partial dissolution of intermetallic compounds containing Al, Fe, Zn, Mg and Si occurred, while the $Al_3(Zr,Ti)$ particles remained unchanged.

Keywords: Aluminum alloy AA 7108; Homogenization; Microstructural analysis..

¹ Engenheiro de Materiais, Mestrando, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (EPUSP), São Paulo, SP, Brasil.

² Engenheiro Metalurgista, Mestre e Doutor em Engenharia, Companhia Brasileira de Alumínio (CBA), Alumínio, SP, Brasil.

³ Engenheiro de Materiais, Professor Titular, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (EPUSP), São Paulo, SP, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

A utilização de ligas de alumínio na área de transporte rodoviário, ferroviário e naval teve início ainda no final do século XIX. Na indústria automobilística, as ligas fundidas tiveram predomínio inicial (exemplos: A356 e AlSi7Mg) sobre as trabalhadas. Em seguida, passaram a ser utilizados componentes forjados e extrudados de ligas de alta conformabilidade das séries 5xxx (exemplo: AA 5454) e 6xxx (exemplos: AA 6008, AA 6060 e AA 6082). Mais recentemente, as ligas da série 7xxx, de resistência mecânica mais elevada (exemplos: AA 7003, AA 7108 e AA 7020) ganharam espaço na construção de veículos para transporte rodoviário e ferroviário [1]. A liga AA 7108, objeto deste trabalho, é uma liga de alumínio do sistema Al-Zn-Mg com baixo teor de cobre (“copper lean”) e com teores típicos de zinco por volta de 5,5% e de magnésio por volta de 1%. Além dos dois elementos de liga mencionados (Zn e Mg), pequenos teores de Si, Fe, Cu, Mn, Cr, Ti e Zr também podem estar presentes na sua composição química. De uma maneira ampla, pode-se afirmar que a liga AA 7108 apresenta propriedades mecânicas intermediárias entre as apresentadas pelas ligas da série 6xxx (Al-Mg-Si) e a liga AA 7075 contendo cobre (Al-Zn-Cu-Mg) [2,3]. Por exemplo, na condição envelhecida (T6), a liga AA 7108 apresenta limite de escoamento por volta de 300 MPa, ou seja, acima do limite de escoamento da liga AA 6061 (275 MPa) e bem abaixo do limite de escoamento da liga aeronáutica de alta resistência mecânica AA 7075 (505 MPa) [4]. Para as ligas de alumínio endurecíveis por precipitação [5], também vale a regra prática que preceitua que à medida que a resistência mecânica aumenta, a ductilidade, a conformabilidade e a resistência à corrosão sob tensão diminuem. Componentes extrudados da liga AA 7108 oferecem um bom compromisso de propriedades para aplicações na fabricação de veículos, especialmente para os utilizados em transporte terrestre. Esta liga oferece também boa soldabilidade, frequentemente necessária para esta aplicação. O processamento de produtos extrudados da liga se inicia com a fundição de tarugos de cerca de 200 mm de diâmetro. Em seguida, esses tarugos são homogeneizados durante 10 horas por volta de 490°C e finalmente extrudados a quente. Antes do uso, são aplicados tratamentos térmicos finais e eventualmente tratamentos de superfície. O objetivo deste trabalho é estudar as modificações microestruturais que ocorrem na etapa de homogeneização, que precede a extrusão desta liga, com auxílio de várias técnicas complementares de análise microestrutural.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O material utilizado nesta pesquisa foi produzido em escala industrial pela Companhia Brasileira de Alumínio (CBA) e foi disponibilizado na forma de discos com cerca de 12,50 mm de espessura, seccionados de tarugos de diâmetro de 200 mm. A composição química da corrida pesquisada neste trabalho é apresentada na Tabela 1, em seguida.

Tabela 1. Composição química (% em massa) da liga AA 7108 utilizada neste trabalho.

Elemento	Ti	Mn	Si	Cr	Fe	Cu	Mg	Zn	Al
% massa	0,03	ND	0,05	ND	0,10	ND	0,97	4,83	93,70

ND = Não detectado

Foram analisadas amostras em duas condições: bruta de solidificação (BS) e após tratamento térmico de homogeneização (HO). O ciclo térmico de homogeneização, realizado em escala industrial na CBA, é apresentado na Figura 1, em seguida.

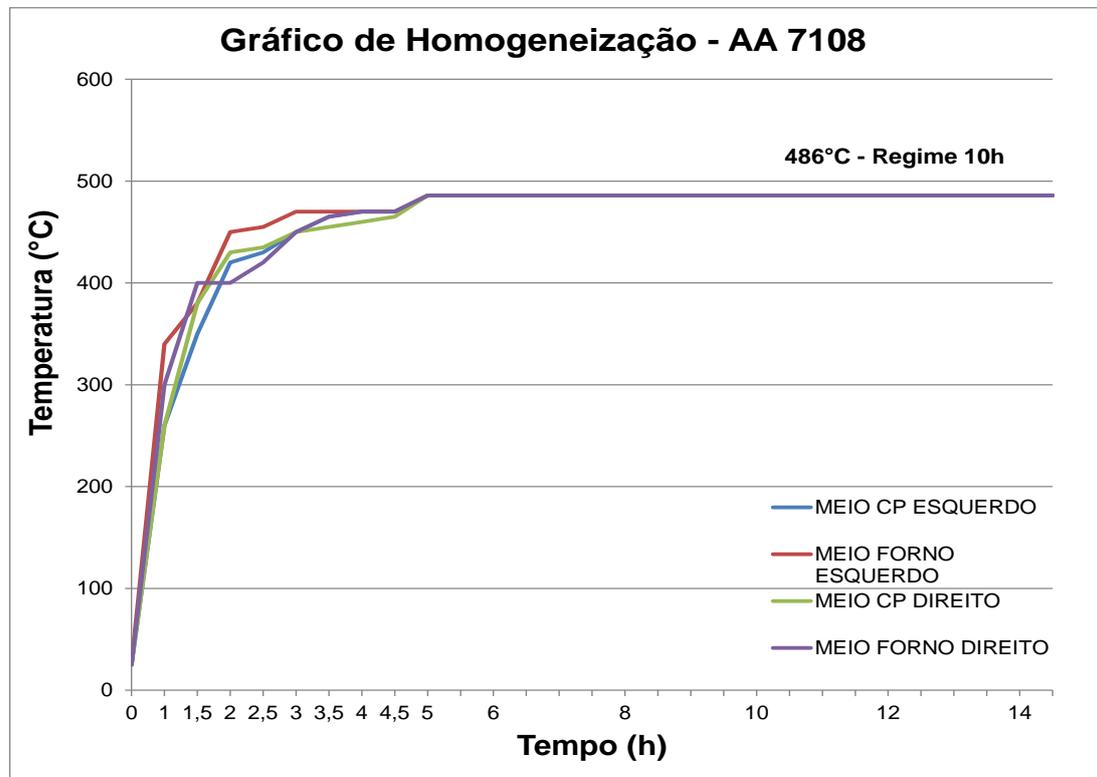


Figura 1. Ciclo térmico utilizado no tratamento térmico de homogeneização.

Os discos seccionados dos tarugos nas duas condições (BS e HO) foram subdivididos em quatro setores circulares idênticos para realização de análise macrográfica e micrográfica. A preparação da superfície para macrografia consistiu no lixamento com as lixas 100, 220, 320, 400, 600 e 1200. O ataque foi feito com o reagente de Tucker: 450 ml de HCl; 150 ml de HNO₃; 150 ml de HF e 250 ml de H₂O. O reagente foi preparado alguns minutos antes do ataque, que teve a duração de 12 segundos.

Amostras menores, para realização de análise microestrutural, foram retiradas nos respectivos setores. Os cortes para retirada de amostras foram realizados com jato de água pressurizada ("jet-cutting") para evitar aquecimento. Este equipamento de corte está localizado no Laboratório de Mecânica de Rochas do Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo (PMI) da Escola Politécnica da USP (EPUSP).

A preparação metalográfica consistiu de lixamento com lixas de granulometrias 100, 180, 360, 400, 600, 1200 e 2000 e polimento com pasta de diamante 6 µm, 3 µm e 1 µm, respectivamente. O ataque metalográfico foi realizado com o reagente Keller: 2 ml de HF; 3 ml de HCl; 5 ml HNO₃ e 190 ml de H₂O. Para observação sob luz polarizada, amostras polidas foram anodizadas com solução aquosa de HBF₄ 1,8% (reagente de Barker), utilizando fonte 20 V.

As análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram realizadas tanto em amostras atacadas como em amostras não atacadas. O microscópio utilizado está localizado no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (PMT)

da EPUSP. O MEV utilizado possui acoplado um analisador de raios X por dispersão de energia (EDS), que permitiu a realização de microanálise química (semiquantitativa) dos elementos metálicos.

As determinações de tamanho de grão foram realizadas de acordo com a norma ASTM E112.

As medidas de dureza das amostras foram realizadas em posições aleatórias com auxílio do durômetro de marca Zwick, localizado no PMT-EPUSP. A carga utilizada foi de 10 kg, aplicada por 12 segundos. Foram tomadas 10 medidas por amostra.

A condutividade das amostras foi medida com emprego do condutímetro Zappi, Modelo DC – 11M, localizado no PMT-EPUSP. A calibração utilizada foi de 40,6% IACS. Todas as medidas foram realizadas na temperatura de 25°C.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A caracterização da liga na condição bruta de solidificação (BS) foi iniciada com a análise macrográfica. Na Figura 2 é apresentada uma macrografia da liga na condição BS, podendo-se observar uma macroestrutura homogênea e isenta de defeitos.

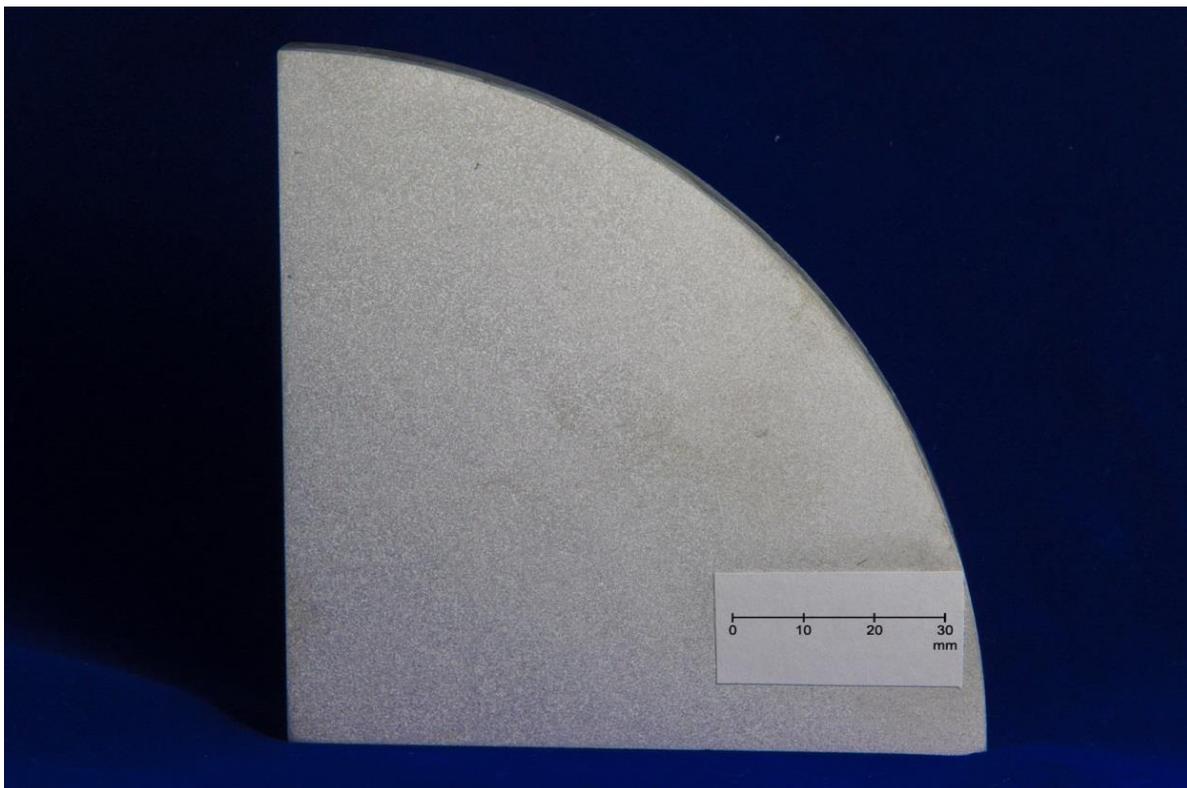


Figura 2. Macrografia da seção transversal do tarugo da liga AA 7108 na condição bruta de solidificação. Ataque com reagente de Tucker.

Na Figura 3 é apresentada uma micrografia da liga na condição BS, obtida com a técnica de microscopia óptica de luz polarizada.

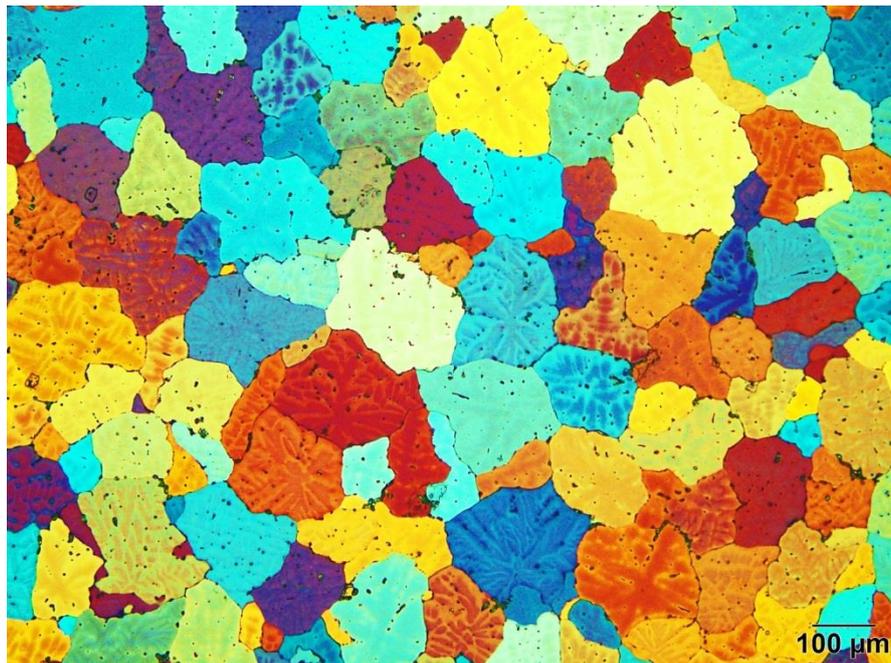


Figura 3. Microestrutura da liga AA 7108 na condição BS, obtida por microscopia óptica de luz polarizada, após anodização com reagente de Barker.

Na figura 4 é apresentada uma micrografia de uma região similar à da Figura 3, porém obtida por microscopia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados.



Figura 4. Microestrutura da liga AA 7108 na condição BS, obtida por microscopia eletrônica de varredura com elétrons retroespalhados. Ataque com reagente de Tucker.

Na figura 5 é apresentada uma micrografia da mesma região da Figura 4, porém obtida por microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários.

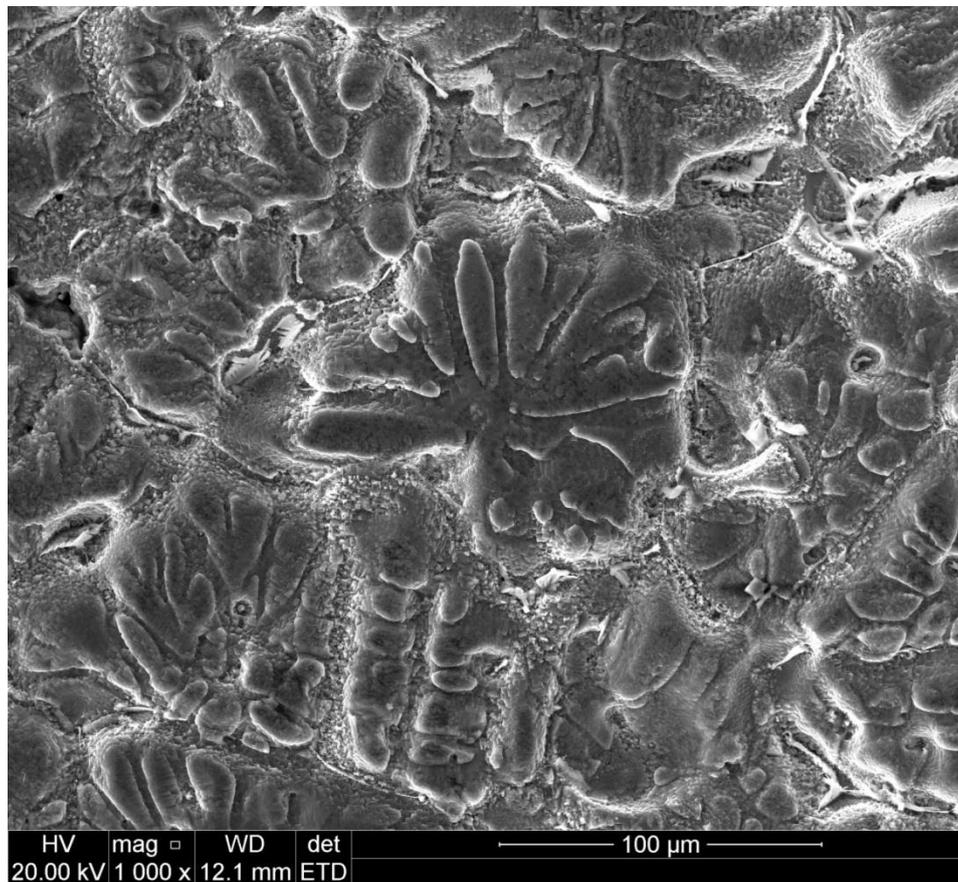


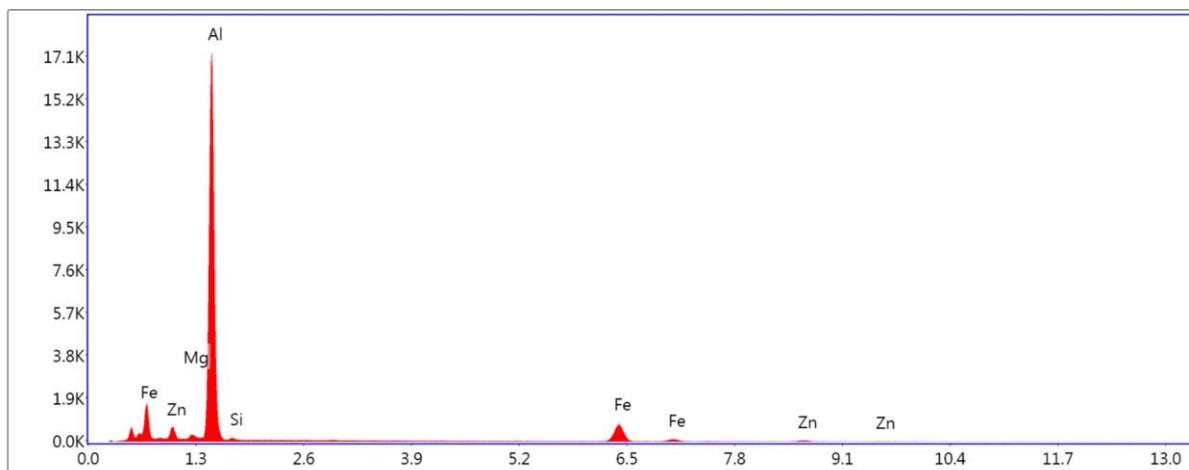
Figura 5. Microestrutura da liga AA 7108 na condição BS da mesma região da Figura 4, obtida por microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Ataque com reagente de Tucker.

A análise das micrografias das Figuras 3, 4 e 5 revela uma microestrutura relativamente homogênea com grãos relativamente equiaxiais, contendo dendritas nos seus interiores. O tamanho de grão foi medido em três regiões (próximo superfície, no meio raio e na região central do tarugo) e apresentou valores praticamente idênticos de diâmetro médio: 107 μm (Número ASTM 3,5).

Uma observação mais atenta das Figuras 4 e 5 revela a presença de segunda fase nas regiões interdendríticas. Na imagem com elétrons retroespalhados (Figura 4) pode-se notar que a fase interdendrítica é mais clara que o interior das dendritas, sugerindo que as partículas interdendríticas sejam de um composto intermetálico contendo elementos de maior número atômico (em média) que o alumínio. Na Figura 6 é mostrada uma partícula intermetálica, enquanto o seu espectro de energia dispersiva é apresentado na Figura 7. O espectro da Figura 7 revela a presença no composto intermetálico de grande quantidade de alumínio e ferro e teores menores de zinco, silício e magnésio. A composição química (% em massa) determinada foi: Al = 77,4%; Fe = 18,7%; Zn = 1,9%; Si = 1,1%; Mg = 0,9%. Na mesma amostra, no centro da dendrita foi encontrada a seguinte composição química (em % em massa): Al = 96,0%; Zn = 2,7%; Mg = 1,3%.



Figura 6. Partícula de composto intermetálico encontrada em região interdendrítica da liga AA 7108 na condição BS. Microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Ataque com reagente de Tucker.



Lsec: 30.0 0 Cnts 0.000 keV Det: Octane Pro Det

Figura 7. Espectro de energia dispersiva da partícula da Figura 6.

Em seguida foram analisadas amostras do material na condição homogeneizada (BO). As análises com microscopia óptica de luz polarizada não revelaram diferenças significativas entre as duas condições (BS e HO). O tamanho de grão aumentou 6,5%, passando de 107 μm na condição BS para 114 μm após o tratamento térmico de homogeneização. Já as análises por microscopia eletrônica de varredura revelaram diferenças significativas. Na Figura 8 é apresentada uma micrografia obtida com o MEV na amostra HO. Comparando-se a micrografia da Figura 8, com as micrografias das Figuras 3, 4 e 5 pode-se concluir que o tratamento térmico de homogeneização causou a dissolução da maioria das partículas intermetálicas situadas nas regiões interdendríticas.

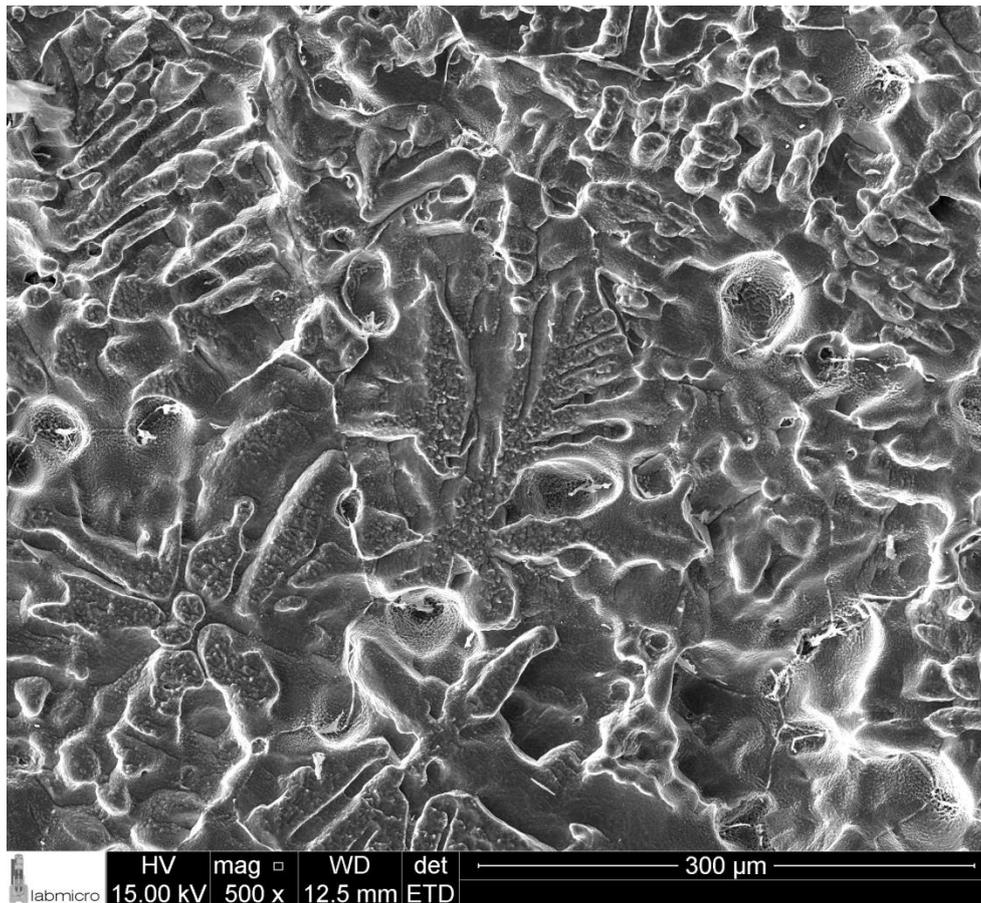


Figura 8. Microestrutura da liga AA 7108 na condição HO por microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Ataque com reagente de Tucker.

Tanto no estado bruto de solidificação como após o tratamento térmico de homogeneização foi detectada a presença de uma fase facetada (vide Figura 9) rica em alumínio e zircônio, contendo ainda titânio (vide Figura 10).

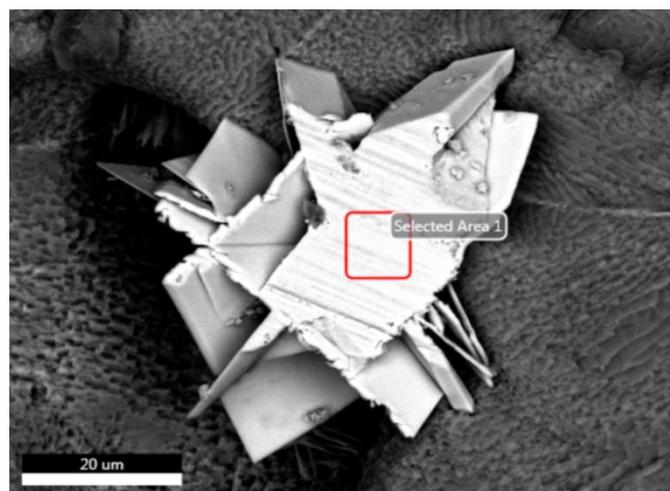


Figura 9. Partícula de composto intermetálico encontrado no interior das dendritas da liga AA 7108 na condição HO. Microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários. Ataque com reagente de Keller.

A composição química (em % em massa) desta fase era aproximadamente: Al = 53%; Zr = 45%; Ti = 2%. Esta composição corresponde à estequiometria $Al_3(Zr,Ti)$. Segundo o diagrama de fases Al-Zr, esta fase faz parte do peritético: $L + Al_3Zr \rightarrow Al$ (entenda-se Al = solução sólida Al-Zr). A sua formação no interior das dendritas causa empobrecimento de zircônio nos canais interdendríticos e insuficiência de dispersoides nessas regiões, causando uma zona livre de dispersoides (DFZ; Dispersoid Free Zone), com consequências negativas para a microestrutura e as propriedades do componente extrudado [6].

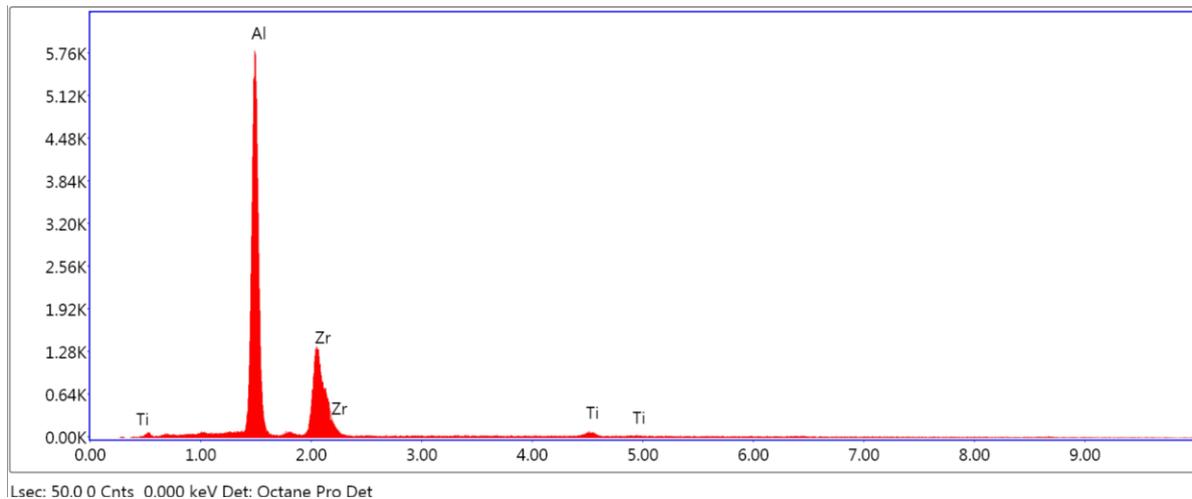


Figura 10. Espectro de energia dispersiva da partícula da Figura 9.

As análises realizadas com EDS, embora não sejam quantitativas, sugerem a seguinte sequência de solidificação: formação da fase $Al_3(Zr,Ti)$; que em seguida é envolvida por dendritas contendo uma solução sólida de Al-Zn-Mg; e finalizando a solidificação com a formação de compostos intermetálicos contendo Al-Fe-Zn-Si-Mg nas regiões interdendríticas.

Foram também feitas medidas de dureza e de condutividade elétrica em setores circulares nas duas condições (BS e HO). O valor médio da dureza Vickers passou de $99,5 \pm 2,7$ na condição BS para $103,5 \pm 2,6$ na condição HO, ou seja, houve um aumento de cerca de 4%. O valor médio da condutividade elétrica passou de $38,52 \pm 0,07$ na condição BS para $41,14 \pm 0,06$ na condição HO, ou seja, houve um aumento de cerca de 7%.

4 CONCLUSÕES

Os experimentos e as análises realizados permitiram as seguintes conclusões:

- A microestrutura dos tarugos na condição bruta de solidificação consistia de grãos aproximadamente equiaxiais com diâmetro médio pouco acima de 100 μm , contendo dendritas, basicamente soluções sólidas Al-Zn-Mg, e compostos intermetálicos nas regiões interdendríticas.
- A microestrutura bruta de fundição mostrou-se bastante homogênea. O tamanho de grão e as características (tamanho, morfologia e distribuição) dos

compostos intermetálicos ricos em alumínio, ferro, zinco, magnésio e silício das regiões interdendríticas eram praticamente invariáveis ao longo do raio do tarugo.

- O tratamento térmico de homogeneização realizado a 486°C por 10 horas causou dissolução (acentuada, mas incompleta) de compostos intermetálicos ricos em alumínio, ferro, zinco, magnésio e silício. Houve aumentos de 6,5% no tamanho de grão, 4% na dureza e de 7% na condutividade elétrica, em comparação com a condição bruta de solidificação.
- Foram detectadas após a solidificação partículas primárias facetadas ricas em Zr e contendo Ti, provavelmente $Al_3(Zr,Ti)$. Estas partículas permaneceram praticamente inalteradas durante o tratamento térmico de homogeneização. Isto poderá acarretar a ocorrência de uma zona livre de dispersoides (DFZ; Dispersoid Free Zone) nas regiões interdendríticas.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Companhia Brasileira de Alumínio (CBA) e aos seus técnicos Miguel Borodiak e Viviane Serrão pela ajuda na preparação metalográfica das amostras, ao Departamento de Engenharia de Minas e Petróleo e ao técnico Jorge Sakamoto do Laboratório de Mecânica de Rochas pela ajuda no corte de amostras com jato de água (“jet-cutting”) e ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica e seus servidores técnicos e administrativos pela ajuda e infraestrutura fornecidas durante a realização deste trabalho.

REFERÊNCIAS

- 1 Miller WS, Zhang L, Botterna J, Wittebrood AJ, De Smet P, Haszler A. Recent development in aluminium alloys for the automotive industry. *Materials Science and Engineering A*. 2000; 280(1): 37-49.
- 2 Westermann I, Hopperstad OS, Marthinsen K, Holmedal B. Ageing and work-hardening behaviour of a commercial AA7108 aluminium alloy. *Materials Science and Engineering A*. 2009; 524(1): 151–157.
- 3 Paulisch C, Lentz M, Wemme H, Andrich A, Driehorstb I, Reimers W. The different dependencies of the mechanical properties and microstructures on hot extrusion and artificial aging processing in case of the alloys Al 7108 and Al 7175. *Journal of Materials Processing Technology*. 2016; 233: 68–78.
- 4 Davis JR: *ASM Handbook*. Vol. 4: Heat treating. Heat treating of aluminum alloys, Tenth edition. USA: ASM International; 1991: p. 841-879.
- 5 Werenskiold JC, Deschamps A, Bréchet Y. Characterization and modeling of precipitation kinetics in an Al–Zn–Mg alloy. *Materials Science and Engineering A*. 2000; 293(1): 267–274.
- 6 Eivani AR, Ahmeda H, Zhou J, Duszycyk J. An experimental and theoretical investigation of the formation of Zr-containing dispersoids in Al–4.5Zn–1Mg aluminum alloy. *Materials Science and Engineering A*. 2010; 527(9): 2418–2430..