

# INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO CRIOGÊNICO PROFUNDO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA Al-3,5%Cu-6%Zn<sup>1</sup>

Daniel Monteiro Rosa<sup>2</sup>  
José Alexander Araújo<sup>3</sup>  
Edgar Sobral Ashiuchi<sup>4</sup>

## Resumo

Os tratamentos térmicos promovem modificações microestruturais nos materiais possibilitando a manipulação de propriedades mecânicas associadas a estas microestruturas. Para materiais metálicos, estes tratamentos são geralmente aplicados com temperaturas acima da temperatura ambiente. O uso do tratamento térmico criogênico é recente e tem objetivo comum aos tratamentos a quente. Este tratamento consiste no resfriamento controlado do material a uma temperatura próxima de 196°C negativos (77K) por tempo suficiente para ocorrerem mudanças na estrutura dos materiais. É apresentado na literatura que o tratamento criogênico em ligas ferrosas provoca mudanças significativas nas propriedades mecânicas, mas raros são os estudos para ligas não-ferrosas. Este trabalho tem como objetivo analisar o efeito do tratamento criogênico nas propriedades mecânicas de uma liga de alumínio com 3,5% de cobre e 6% de zinco como solutos. Esta liga foi fabricada em laboratório utilizando-se metais comercialmente puros e foi solidificada em um dispositivo de solidificação unidirecional transitória. Foram fabricados corpos de prova para ensaio de tração a partir dos lingotes solidificados para posições pré-definidas ao longo do lingote. Os resultados mostram a comparação das curvas de tensão-deformação para os corpos-de-prova como fundidos e os tratados termicamente.

**Palavras-chave:** Ligas de alumínio; Solidificação transitória; Tratamento térmico criogênico; Ensaio de tração uniaxial.

## INFLUENCE OF DEEP CRYOGENIC TREATMENT IN MECHANICAL PROPERTIES OF Al-3.5wt%Cu-6.0wt%Zn ALLOY

### Abstract

The thermal treatments change the microstructure of materials making possible the manipulation of the mechanical properties associates to these microstructures. In general, these treatments for metallic materials are above the room temperature. The use of the cryogenic thermal treatment is recent and has objective common to the hot treatments one. This treatment consists in the controlled cooling of the material to a temperature about 196°C negative (77K) for enough time to change the structures of the materials. The cryogenic treatment in steel alloys is presented in literature with significant changes in the mechanical properties, but papers presented for non-steel alloys materials are rare. This work intents to analyze the effect of this treatment in the mechanical properties in the aluminum alloy with 3,5wt% of copper and 6wt% of zinc as solutes. This alloy was manufactured in laboratory having used metals commercially pure and solidified in a device of transitory unidirectional solidification. It was made test specimen for test tensile with ingots manufacture in predefined positions. At last, the results have been compared the stress-strain curves with the as-cast and the treatments test specimen.

**Key words:** Aluminum alloy; Transitory solidification; Cryogenic Treatment; Uniaxial tension test.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 64º Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.

<sup>2</sup> Professor da Faculdade UnB Gama da Universidade de Brasília.

<sup>3</sup> Professor do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade de Brasília.

<sup>4</sup> Mestrando do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade de Brasília.

# 1 INTRODUÇÃO

As ligas classificadas pela *Aluminum Association* da série 7000 contêm o zinco em sua composição química como o principal elemento de liga. Estas ligas são utilizadas, dentre outras aplicações, em componentes estruturais de aeronaves, blocos e/ou peças de motores automotivos, cabos de transmissão de energia elétrica termo-resistentes e outras aplicações que necessitam de elevados requisitos de resistência mecânica e/ou térmica, sendo estas ligas, as que possuem a maior resistência mecânica dentre as ligas de alumínio.

O processo de solidificação e as características do material a ser solidificado interferem diretamente na formação da estrutura bruta de solidificação. Estas determinam as propriedades mecânicas do produto final, não somente no caso dos fundidos que já apresentam uma forma definida, mas também nos produtos que serão posteriormente trabalhados e/ou tratados termicamente como no caso de fabricação de fios, chapas e forjados. Essas peças, portanto, apresentam características mecânicas que dependem de aspectos inerentes à sua solidificação, como tamanho de grão, espaçamentos dendríticos, heterogeneidades de composição química, de tamanho, forma e distribuição das inclusões e porosidade.<sup>(1)</sup>

Goulard *et al.*<sup>(2)</sup> em experiências com ligas de Al-Fe; Osorio e Garcia<sup>(3)</sup> e Osório *et al.*<sup>(4)</sup> com ligas Zn-Al; Quaresma, Santos e Garcia<sup>(5)</sup> com ligas Al-Cu e Rooy<sup>(6)</sup> com uma liga Al-Si (A356) demonstraram que as tensões de escoamento e de resistência à tração podem ser correlacionadas com os espaçamentos dendríticos e que aumentam com a diminuição destes parâmetros estruturais. As microestruturas com menores espaçamentos interdendríticos permitem uma distribuição mais homogênea de produtos segregados, de inclusões e de poros, que não puderam ser completamente eliminados antes da solidificação. A literatura mostra que os espaçamentos celulares e dendríticos diminuem com o aumento da velocidade de solidificação e da taxa de resfriamento.<sup>(7-11)</sup> Desta forma, sistemas de solidificação que favoreçam essas condições devem, em princípio, contribuir para a obtenção de produtos de melhor resistência mecânica.

São consolidados na literatura os efeitos dos tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas dos metais. Entretanto, estes tratamentos geralmente são executados em temperaturas superiores a temperaturas ambiente. São escassos os estudos com tratamentos térmicos em temperaturas inferiores a temperatura ambiente, principalmente para ligas de alumínio. O tratamento criogênico profundo submete o material a uma temperatura de até 197<sup>o</sup>C negativos (77K) e o mantém a esta temperatura por um período de tempo relativamente longo, reaquecendo-o lentamente até a temperatura ambiente novamente. O tempo de permanência em temperatura criogênica é o que difere este tratamento do tratamento sub-zero tradicional. A literatura indica que quando aplicado o tratamento criogênico profundo em produtos metálicos após a fabricação, este tem a capacidade de aliviar tensões residuais e reduzir o desgaste natural das peças.

Barron<sup>(12)</sup> experimentou o tratamento criogênico profundo em aços-ferramentas e observou uma redução de até 718% na taxa de desgaste. Singh, Guha e Achar<sup>(13)</sup> e Singh *et al.*<sup>(14)</sup> mostraram que o início da propagação da fratura por fadiga em soldas de aço inoxidável (AISI 304L) tratados criogenicamente é duas vezes maior quando comparado com o mesmo aço não tratado. Estes autores propõem que o tratamento criogênico alivia as tensões residuais geradas pelo processo de solda. Lulay, Khan e Chaaya,<sup>(15)</sup> utilizando uma liga de alumínio aeronáutico 7075, realizaram ensaios mecânicos de impacto (*Charpy*), e

encontraram um aumento de 12% na energia absorvida pelo material que sofreu tratamento criogênico profundo (48h) em relação ao mesmo material com tratamento criogênico de curta duração (2h). Os fenômenos envolvidos no tratamento criogênico ainda não são plenamente conhecidos e as teorias propostas explicam os resultados apenas de forma satisfatória. É importante destacar que o tratamento criogênico profundo impõe mudanças na estrutura integralmente à peça tratada, o que o difere dos tratamentos superficiais.

O presente trabalho tem como objetivo principal avaliar a influência da microestrutura e do tratamento criogênico profundo nas propriedades mecânicas de uma liga de alumínio com 3,5 % de cobre e 6% de zinco para condições de solidificação em regime transitório de extração de calor. Para tanto, foi utilizado um dispositivo de solidificação unidirecional horizontal para a solidificação da liga proposta fabricada em laboratório. Após a solidificação foram retiradas amostras dos lingotes solidificados. Partes destas amostras foram submetidas ao tratamento criogênico por um período de 48h. As amostras tratadas e as como fundidas (não tratadas) foram ensaiadas mecanicamente. Os resultados das propriedades mecânicas da tensão de escoamento e do limite de resistência à tração foram comparados e também correlacionados com o refinamento da microestrutura.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

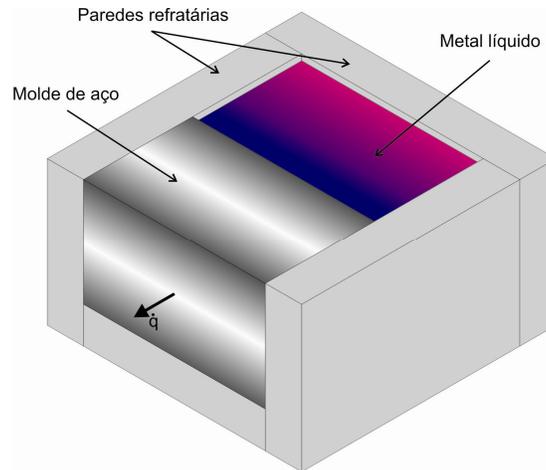
Para este estudo foi utilizada uma liga ternária de alumínio com 3,5% de cobre e 6% de zinco fabricada em laboratório utilizando-se metais comercialmente puros. Após o cálculo estequiométrico, os metais puros foram fundidos e homogeneizados em um forno elétrico tipo mufla dentro de um cadinho de carvão de silício. Com o auxílio de um termopar tipo K (bainha de inox com 1,5 mm de diâmetro), foi registrada a temperatura *liquidus* e *solidus* da liga por meio da solidificação lenta da liga preparada dentro do cadinho. Com base nestes dados, a temperatura de vazamento do metal líquido no dispositivo de solidificação foi parametrizada em 10% acima da linha *liquidus*. O processo de degaseificação foi realizado imediatamente antes do vazamento da liga na cavidade do dispositivo de solidificação com a injeção gás argônio no metal líquido durante três minutos.

A confirmação da composição da liga foi realizada pela empresa Alubar localizada em Barcarena/PA utilizando um analisador de fluorescência de raios-X. A Tabela 1 mostra a média dos valores obtidos para três análises de composição química realizadas.

**Tabela 1.** Composição química dos elementos encontrados na liga de Al-3,5%Cu-6%Zn preparada em laboratório (% peso)

Al	Cu	Zn	Fe	Si	Sn	Outros
89,67	3,71	6,28	0,20	0,08	0,01	0,05

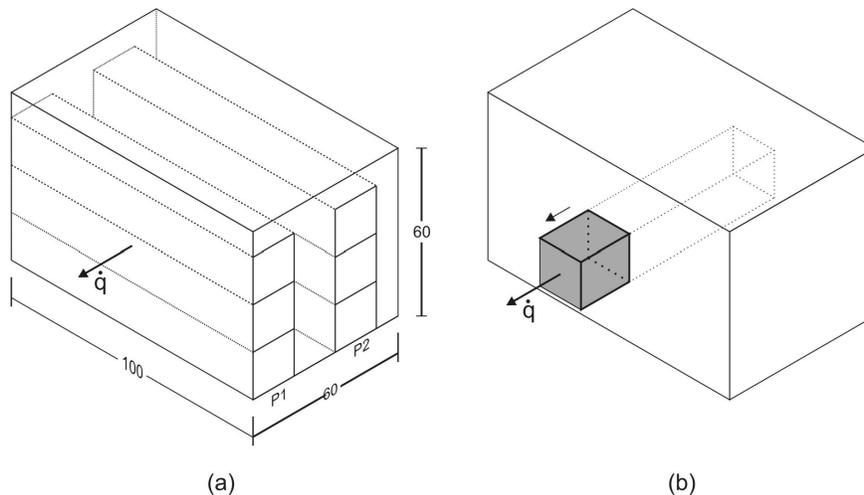
Posteriormente, esta liga foi solidificada num dispositivo de solidificação unidirecional composto por um molde de aço SAE1010 de perfil quadrado com 60 mm e 100 mm de comprimento. As paredes e a base do dispositivo foram fabricadas com material refratário, garantindo assim, a extração de calor somente na direção do molde metálico (Figura 1).



**Figura 1.** Esquema de montagem do dispositivo de solidificação unidirecional.

Foram fabricados três lingotes sendo que dois foram utilizados para a fabricação dos corpos de prova para os ensaios de tração uniaxial e um foi utilizado para os registros das microestruturas. Os lingotes solidificados foram seccionados em camadas no sentido transversal ao fluxo de calor e posteriormente cortados em tarugos. A fabricação dos corpos de prova a partir dos tarugos e os ensaios de tração foram realizados em conformidade com a norma NBR 6152.<sup>(16)</sup> Para a realização dos ensaios de tração utilizou-se um Sistema Universal de Ensaios Mecânicos, marca MTS, modelo 810, com sistema eletrônico de controle e aquisição de dados Test Star II. Os teste de resistência mecânica à tração dos corpos de prova foram conduzidos monotonicamente, a uma taxa de 1 mm/min (deslocamento prescrito). Para cada posição estudada foram ensaiados três amostras, tanto para as como fundidas como as tratadas criogenicamente.

A Figura 2(a) mostra o esquema de retirada dos tarugos dos lingotes solidificados usados para a fabricação dos corpos de prova para ensaio de tração e a Figura 2(b) o esquema para a obtenção da amostra usada para o registro das micrografias. A relação entre o posicionamento do centro dos corpos de prova e a distância relativa à interface metal/molde representas por P1 e P2 são de 8,5 mm e 42,5 mm, respectivamente. Após os cortes e fabricação dos corpos de prova, um dos conjuntos, oriundo de um mesmo lingote foi submetido ao tratamento térmico criogênico profundo por quarenta e oito horas. Este tratamento térmico foi realizado pela empresa Kryos Tecnologia que utilizou uma câmara criogênica com controle eletrônico dos parâmetros térmicos.

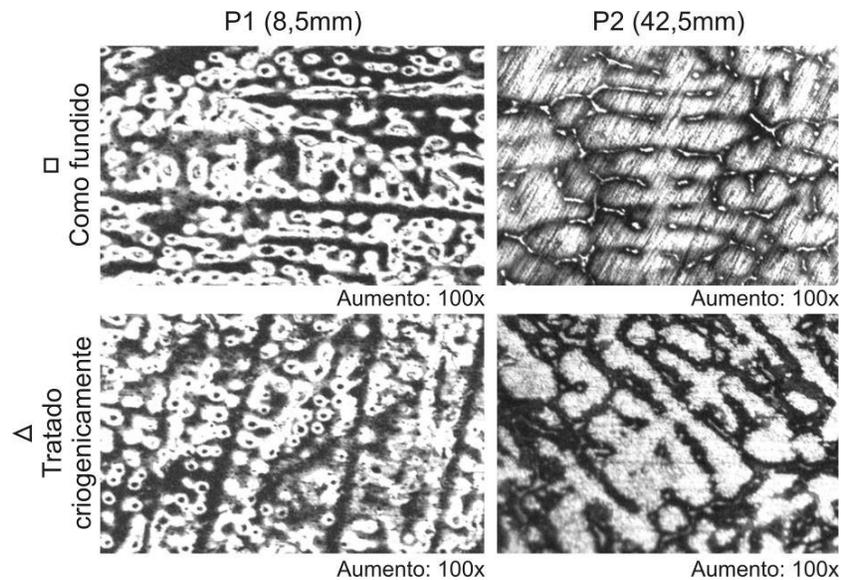


**Figura 2.** Esquema de retirada dos corpos de prova dos lingotes solidificados: (a) para os ensaios de tração e (b) para o registro das micrografias.

Para o registro micrográfico foram produzidas amostras nas mesmas posições P1, P2 relativas à interface metal/molde. Estas foram lixadas seqüencialmente por lixas de granulometrias crescente em lixadeiras rotativas arrefecidas a água e polidas com abrasivos. A revelação das microestruturas foi realizada utilizando-se o ataque químico com 0,5% HF diluído em água por aproximadamente 5 segundos. Em seguida, foram realizadas análises microscópicas com auxílio do microscópio OLYMPUS BX51 com capacidade de aumento de 50 vezes a 1.000 vezes. O equipamento possibilita análise visual em tempo real bem como o registro das micrografias em meio digital.

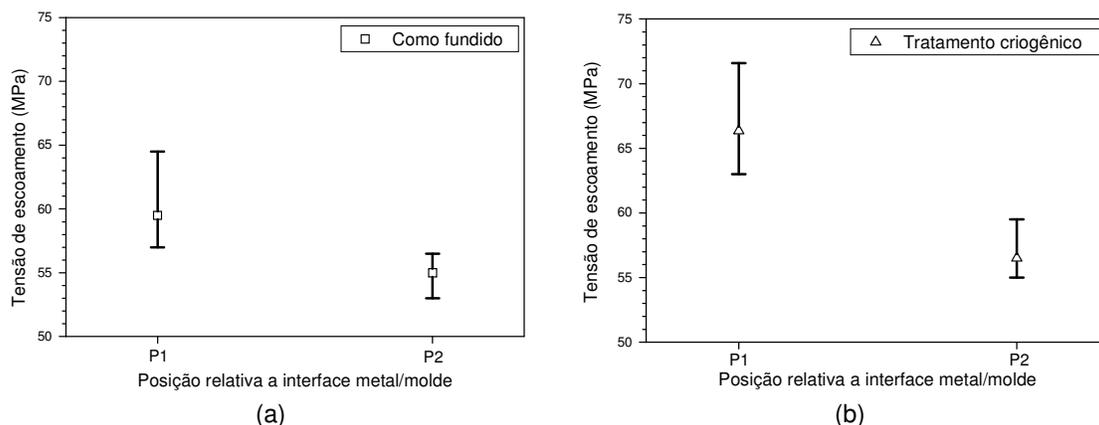
### 3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

As microestruturas típicas de solidificação observadas na seção longitudinal em relação ao fluxo de calor da liga Al-3,5%Cu-6%Zn são apresentadas na Figura 3. A observação visual indica que na posição P1 a microestrutura é mais refinada que na posição P2, tanto para a amostra como fundido quanto para a tratada criogenicamente. Este maior refinamento da estrutura na posição P1 é determinado pela taxa de resfriamento que no início da solidificação possui valores mais elevados seguindo um perfil decrescente ao se afastar da interface metal/molde. Isto se deve à crescente resistência térmica da camada solidificada, que ocorre à medida que a solidificação evolui.<sup>(2,7,9,17)</sup> As micrografias para a amostra como fundida e a tratada criogenicamente, quando comparadas nas mesmas posições em relação à interface metal/molde, são bem semelhantes, indicando que neste aspecto houve pouca ou nenhuma alteração sensível nas microestruturas.



**Figura 3.** Microestruturas características da liga Al 3,5%Cu6%Zn em relação às posições P1 e P2 relativas à interface metal/molde.

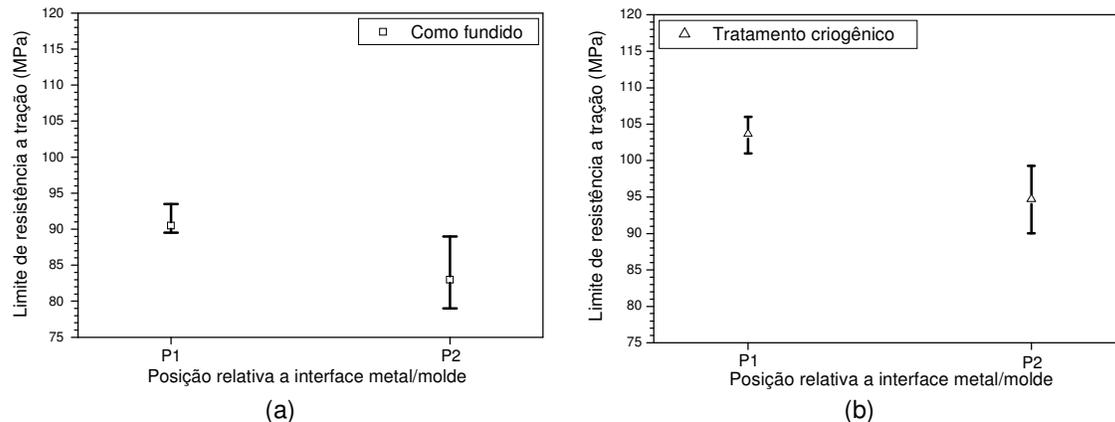
A Figura 4 apresenta os gráficos experimentais para a tensão de escoamento nas posições P1 e P2 relativas à interface metal/molde das amostras como fundida (a) e tratadas criogenicamente (b). São apresentados os valores médios com as respectivas barras indicativas de máximo e mínimo encontrados. Pode ser observado na Figura 4(a) que os valores médios da tensão de escoamento aumentam com a diminuição da distância da interface metal/molde. A mesma observação pode ser feita para a Figura 4(b). Os valores médios da tensão de escoamento tanto para as amostras como fundidas quanto para as tratadas criogenicamente parecem sofrer influência da microestrutura do material. A microestrutura mais refinada (posição P1) apresentou valores 8,2% e 17,4% maiores que a microestrutura mais grosseira (posição P2), respectivamente, para as amostras como fundidas e as tratadas criogenicamente.



**Figura 4.** Gráficos experimentais da tensão de escoamento versus posição relativa à interface metal/molde: (a) para os corpos de prova como fundidos e (b) para os corpos de prova tratados criogenicamente.

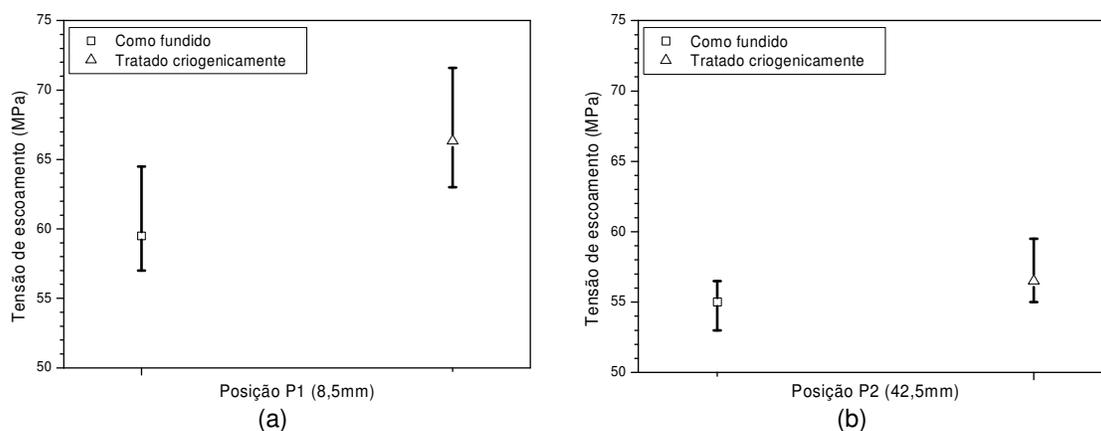
Os gráficos da Figura 5 mostram os valores médios experimentais e as barras que indicam o máximo e mínimo do limite de resistência a tração (LRT) nas posições

P1 e P2 relativas à interface metal/molde das amostras como fundidas (a) e tratadas criogenicamente (b). Os valores médios do LRT tanto para as amostras como fundidas quanto para as tratadas criogenicamente parecem também sofrer influência da microestrutura do material. A microestrutura mais refinada (posição P1) apresentou valores 9,0% e 9,5% maiores que a microestrutura mais grosseira (posição P2), respectivamente, para as amostras como fundidas e as tratadas criogenicamente.



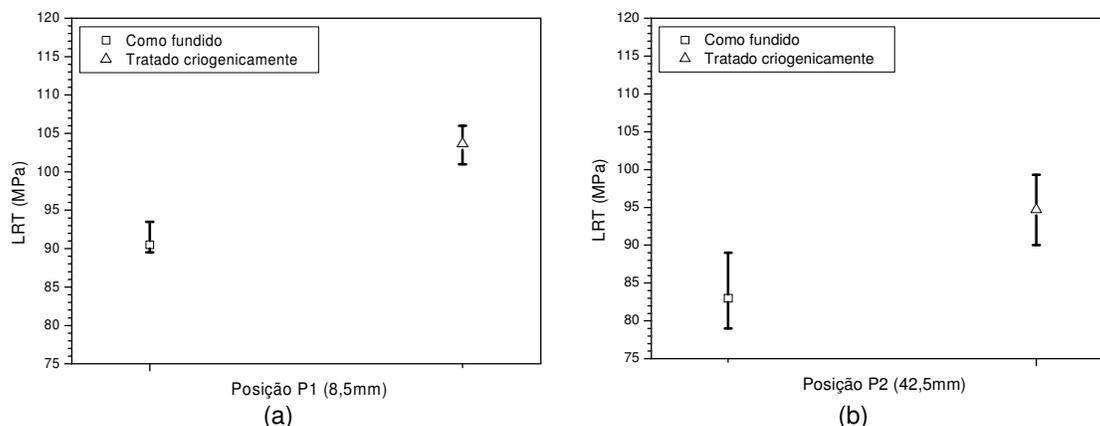
**Figura 5.** Gráficos experimentais do limite de resistência a tração (LRT) versus a posição relativa à interface metal/molde: (a) para os corpos de prova como fundidos e (b) para os corpos de prova tratados criogenicamente.

Os resultados consolidados da tensão de escoamento para as amostras como fundidas e tratadas criogenicamente em relação à posição P1 e P2 são mostrados, respectivamente, na Figura 6-a e Figura 6-b. Estes gráficos mostram que há um aumento da média das tensões de escoamento para as amostras tratadas criogenicamente em ambas as posições estudadas. Esse aumento é percebido mesmo se considerarmos as faixas de máximo e mínimo nas duas posições. Na posição P1 o aumento da média é de 11,5% e na posição P2 é de 2,7%. Os valores experimentais da tensão de escoamento indicam que a influência do tratamento criogênico na microestrutura mais refinada (posição P1) em relação à estrutura mais grosseira (posição P2) é aproximadamente 4x maior.



**Figura 6.** Gráficos consolidados da tensão de escoamento para as amostras como fundidas e tratadas criogenicamente: (a) para a posição P1 e (b) para a posição P2.

Para o LRT, os resultados consolidados para as amostras como fundidas e tratadas criogenicamente em relação à posição P1 e P2 são mostrados, respectivamente, na Figura 7-a e Figura 7-b. Pode ser observado que há um aumento da média dos limites de resistência a tração para as amostras tratadas criogenicamente em ambas as posições estudadas. Este aumento é de aproximadamente 14% para as posições P1 e P2. Os valores experimentais do LRT indicam que a influência do tratamento criogênico na microestrutura mais refinada (posição P1) é aproximadamente a mesma para a microestrutura é mais grosseira (Posição P2).



**Figura 7.** Gráficos consolidados do LRT para as amostras como fundidas e tratadas criogenicamente: (a) para a posição P1 e (b) para a posição P2.

## 5 CONCLUSÃO

Os resultados obtidos com a liga Al-3,5%Cu-6%Zn utilizada neste trabalho permitem que sejam extraídas as seguintes conclusões:

- a microestrutura mais refinada tende a apresentar valores médios de tensão de escoamento e de limite de resistência à tração superiores que as microestruturas mais grosseiras;
- o tratamento criogênico profundo elevou a tensão de escoamento em 11,5% onde a microestrutura é mais refinada (posição P1) e em 2,7% onde a microestrutura é mais grosseira (posição P2) em relação às amostras como fundidas; e
- para o limite de resistência a tração, o tratamento criogênico profundo elevou os valores médios em aproximadamente 14% em relação às amostras como fundidas, independentemente da microestrutura apresentada.

## Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio financeiro do CNPq e da CAPES, o apoio técnico-científico da empresa Kryos Tecnologia e ao Professor José Maria do Valle Quaresma (UFPa).

## REFERÊNCIAS

- 1 GARCIA, A. Solidificação: Fundamentos e Aplicações. Campinas: Editora da Unicamp, 2001.
- 2 GOULART, P. R.; CRUZ, K. S.; SPINELLI, J. E.; FERREIRA, I. L.; CHEUNG, N.; GARCIA, A. Cellular growth during transient directional solidification of hypoeutectic Al Fe alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 470, p. 589-599, 2009.
- 3 OSORIO, W; GARCIA, A. Modeling dendritic structure and mechanical properties of Zn Al alloys as a function of solidification conditions. *Materials Science & Engineering. A, Structural Materials: properties, microstructure and processing*, v. 325, p. 103-111, 2002.
- 4 OSÓRIO, W; SANTOS, C. A.; QUARESMA, J. M. V.; GARCIA, A. Mechanical properties as a function of thermal parameters and microstructure of Zn Al castings. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 143-144, n. C, p. 703-709, 2003
- 5 QUARESMA, J. M.; SANTOS, C. A.; GARCIA, A. Correlation between Unsteady-State Solidification Conditions, Dendrite Spacings, and Mechanical Properties of Al-Cu Alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science*, v. 31A, p. 3167-3178, 2000.
- 6 ROOY, E. L. Aluminum and aluminum alloys. *ASM Casting - Metals Handbook*, v. 15, p. 743-770, 1988.
- 7 CANTÉ, M. V.; SPINELLI, J. E.; FERREIRA, I. L.; CHEUNG, N.; GARCIA, Amauri. Microstructural Development in Al-Ni Alloys Directionally Solidified under Unsteady-State Conditions. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 39, n. 7, p. 1712-1726, 2008.
- 8 CRUZ, K. S.; CHEUNG, N.; GARCIA, A. Parâmetros Térmicos, Macroestrutura e Microestrutura na Solidificação Direcional da Liga Al-20%Sn. *Tecnologia em Metalurgia e Materiais (São Paulo)*, v. 04, p. 21-26, 2008.
- 9 ROSA, D. M.; SPINELLI, J. E.; FERREIRA, I. L.; GARCIA, A. Cellular/Dendritic Transition and Microstructure Evolution during Transient Directional Solidification of Pb-Sb Alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A, Physical Metallurgy and Materials Science*, v. 39, p. 2161-2174, 2008.
- 10 HUNT, J. D.; LU, S. Z. Numerical Modeling of Cellular/Dendritic Array Growth: Spacing and Structure Predictions. *Metallurgical Transactions*, v. 27A, p. 611, 1996.
- 11 BOUCHARD, D.; KIRKALDY, J. S. Prediction of Dendrite Arm Spacings in Unsteady and Steady-state Heat Flow of Unidirectionally Solidified Binary Alloys. *Metallurgical and Materials Transactions B*, v. 28B, p. 651, 1997.
- 12 BARRON, R.F. Cryogenic treatment of metals to improve wear resistance. *Cryogenics*, v. 22, n. 8, p. 409-413, 1982.
- 13 SINGH, P. J.; GUHA, B.; ACHAR, D. R. G. Fatigue life improvement of AISI 304L cruciform welded joints by cryogenic treatment. *Engineering Failure Analysis*, v. 10, p. 1-12, 2003.
- 14 SINGH, P. J.; MANNAN, S. L.; JAYAKUMAR, T.; ACHAR, D. R. G. Fatigue life extension of notches in AISI 304L weldments using deep cryogenic treatment. *Engineering Failure Analysis*, v. 12, p. 263-271, 2005.
- 15 LULAY, K. E.; KHAN, K.; CHAAYA, D. The effect of cryogenic treatments on 7075 Aluminum Alloy. *J. of Mat. Eng. and Perform.*, v. 11, n. 5, p. 479-480, 2002.
- 16 NBR 6152. Materiais metálicos – Ensaio de tração a temperatura ambiente. ABNT, 2002.
- 17 QUARESMA, J.; CHEUNG, N.; GARCIA, A. The effect of solidification thermal variables on surface quality of Al Cu ingots. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 428, p. 130-138, 2007.