

Efeito do Ni e da taxa de resfriamento no tratamento térmico de uma liga Al-Cu aeronáutica contaminada com Ferro

Palavras-Chave: Tratamento Térmico, Liga Aeronáutica, Reciclagem

Autores:

Eduardo Rodrigues Manzano, FEM – Unicamp
Prof. Dr. Noé Cheung (orientador), FEM – Unicamp
Dr. Rafael Kakitani (coorientador), FEM – Unicamp

INTRODUÇÃO

O Fe possui efeito deletério nas ligas aeronáuticas de Al-Cu devido à formação de intermetálicos que prejudicam suas propriedades mecânicas. O principal intermetálico que contribui negativamente nas propriedades mecânicas da liga é a fase β -Al₇Cu₂Fe, que possui morfologia na forma de placas e promove tanto a redução da ductilidade do material quanto o aumento da porosidade [1]. Isso é um fator prejudicial ao processo de reciclagem dessas ligas, uma vez que contaminação por Fe, oriunda de outros materiais, está inerentemente associada ao processo de manuseio da sucata [2].

Pensando em mitigar os efeitos deletérios do Fe nas ligas de Al-Cu, alguns elementos de liga, como Ni e Mn, são adicionados para, entre outros fatores, melhorar as propriedades mecânicas. A adição de Mn pode levar à formação das fases T-Al₂₀Cu₂Mn₃ e α -Al₁₅(Fe,Mn)₃Cu, cujas morfologias tipo escrita chinesa são mais arredondadas e compactas do que as placas de β -Al₇Cu₂Fe [3]. Com isso, as regiões com concentração de tensão são reduzidas, melhorando a plasticidade do material. Além do Mn, a adição de Ni também se mostrou eficaz na redução da fase β . Estudos anteriores mostraram que a adição de 0,5% Ni em uma liga Al-Cu contaminada com Fe reduziu a proporção da fase β -Al₇Cu₂Fe e contribuiu para a formação de novas fases contendo Ni e de uma microestrutura mais refinada [4].

Dessa forma, a adição de elementos de liga, com o intuito de melhorar as propriedades mecânicas das ligas de Al-Cu contaminadas com Fe, torna-se uma solução que pode contribuir no aumento de possíveis produtos de Al, obtidos a partir da reciclagem de componentes aeronáuticos. Porém, atualmente é pouco abordado na literatura qual a influência dessa adição na dureza da liga, após os tratamentos térmicos. Portanto, procurando fomentar a reciclabilidade das ligas Al-Cu, o presente projeto realizou os tratamentos térmicos de solubilização e precipitação nas ligas Al-5%Cu (liga de referência), Al-5%Cu-0,5%Fe (liga contaminada) e Al-5%Cu-0,5%Fe-0,5%Ni e analisou o comportamento mecânico das mesmas.

METODOLOGIA

Para a obtenção dos lingotes, foram solidificadas as ligas Al-5%Cu, Al-5%Cu-0,5%Fe e Al-5%Cu-0,5%Fe-0,5%Ni com a utilização de um dispositivo de solidificação direcional, cujo procedimento experimental foi descrito anteriormente por Rosa e colaboradores [5]. Este equipamento permite o acoplamento de uma lingoteira cilíndrica (Figura 1), que foi revestida lateralmente com cimento refratário à base de alumina e instrumentada com termopares, para registrar a variação da temperatura no tempo. A base da lingoteira é uma chapa de aço SAE-1020, lixada até #1200 *mesh*, visando otimizar a transferência de calor nesta região.

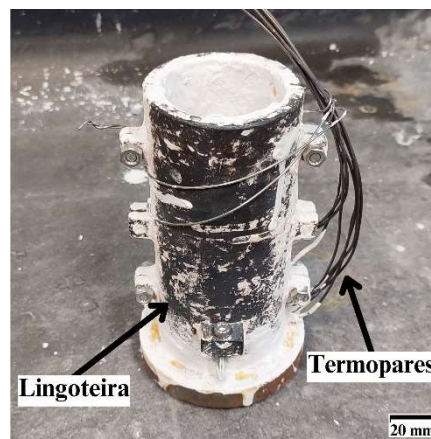


Figura 1 – Lingoteira com termopares

A partir dos dados da variação da temperatura no tempo do processo de resfriamento do lingote, foi possível calcular os parâmetros térmicos de taxa e velocidade de solidificação das ligas (\dot{T} e v respectivamente), para posteriormente serem correlacionados com a dureza. Após a solidificação, os lingotes fundidos foram seccionados em posições específicas (P), em relação à base da lingoteira, com o auxílio de uma serra de precisão, para a caracterização da macro e microestrutura. As amostras obtidas tiveram as superfícies submetidas ao lixamento até #1200 *mesh*, seguido de polimento com pasta diamantada de 3 a 1 μm . Para a caracterização da macroestrutura, as amostras selecionadas tiveram sua superfície atacada quimicamente com a solução de água régia (3 partes de HCl e uma parte de HNO₃). A microestrutura foi caracterizada utilizando técnicas de microscopias óptica e eletrônica de varredura. Com isso, foi possível determinar o espaçamento dendrítico secundário (λ_2), medido a partir do método do intercepto [6], e correlacionar com a velocidade de resfriamento das ligas. Neste caso, é esperado que a correlação possa ser aproximada pela equação descrita anteriormente por Bouchard e Kirkaldy [7], $\lambda_2 = C \cdot v^{-2/3}$; em que C é um coeficiente.

Após os processos de caracterização macro e microestrutural, foi aferida a dureza Vickers das amostras, com o auxílio de um durômetro. Os valores de dureza das ligas fundidas foram correlacionados com o inverso da raiz quadrada do espaçamento dendrítico secundário. É esperado que a curva obtida siga a equação do tipo Hall-Petch. Originalmente a equação de Hall-Petch foi proposta para demonstrar a relação entre o limite de escoamento e o tamanho médio dos grãos. Recentemente, outras propriedades, como a resistência à tração e a dureza, tiveram sua correlação baseada em equações do tipo Hall-Petch, em função de características microestruturais, como o espaçamento dendrítico secundário [8]. Após a medição da dureza das ligas fundidas, as amostras foram submetidas aos tratamentos térmicos de solubilização e precipitação. A solubilização ocorreu a uma temperatura de 545 °C e, após 8 horas, as amostras foram resfriadas em água a 25 °C. Após esse processo, foi aferida a dureza de um grupo de amostras, correspondentes às amostras solubilizadas. As demais amostras foram reaquecidas a uma temperatura de 130 °C e mantidos nesta temperatura por 30 min, 1, 2, 4 e 8 horas para o processo de precipitação. Ao final de cada período, as amostras foram resfriadas em água a 25 °C e tiveram sua dureza aferida.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A partir da análise da macroestrutura, foi possível observar grãos predominantemente colunares, paralelos à direção de extração de calor, nas 3 ligas analisadas, como mostrado na Figura 2. Esta estrutura é resultado do processo de extração de calor que ocorreu na base da lingoteira de forma direcional.

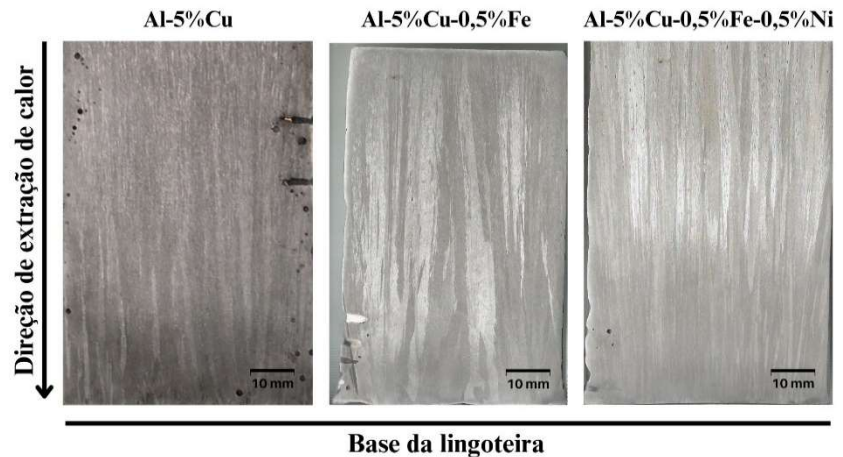


Figura 2 – Macroestruturas obtidas no processo de solidificação direcional.

Com o registro da variação da temperatura em função do tempo pelos termopares, foi possível calcular os parâmetros térmicos das ligas. A Figura 3 apresenta o perfil de velocidade de solidificação em função da posição do lingote. Foi possível constatar que as posições mais próximas da base dos lingotes apresentaram maiores valores de velocidade de solidificação, pois estão mais próximas à superfície de extração de calor. Correlacionando a velocidade de solidificação com o espaçamento dendrítico secundário, obtido a partir da análise da microestrutura, verifica-se que as 3 ligas se comportaram obedecendo à equação experimental $\lambda_2 = 13 \cdot v^{-2/3}$ (Figura 4), com coeficiente de determinação (R^2) igual a 0,7, correspondendo a uma correlação satisfatória.

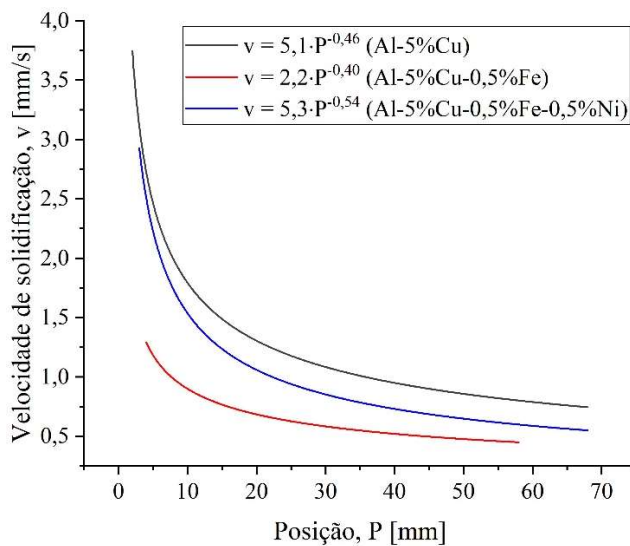


Figura 3: Curvas de Velocidade de solidificação vs Posição.

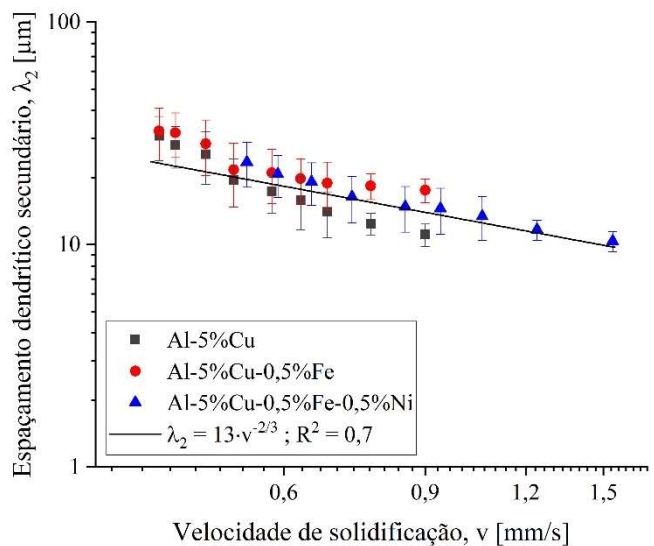


Figura 4: Espaçamento dendrítico secundário em função da velocidade de solidificação.

A Figura 5 apresenta a dureza Vickers correlacionada com o espaçamento dendrítico secundário elevado ao expoente $-1/2$, para as ligas fundidas. É possível observar que os valores de dureza seguiram a equação do tipo Hall-Petch, aumentando com a redução de λ_2 (aumento de $\lambda_2^{-1/2}$) nas três ligas. Com isso, pode-se concluir que a dureza aumentou conforme a estrutura ficou mais refinada. Além disso, constatou-se que a liga Al-5%Cu-0,5%Fe apresentou a maior dureza dentre as 3 ligas; fato que possivelmente está associado a maior fração do intermetálico β -Al₇Cu₂Fe [4]. A menor dureza da liga contendo Ni, em relação à liga contaminada com Fe, sugere uma redução da fragilidade e, conseqüentemente, aumento da ductilidade.

A Figura 6 apresenta os valores de dureza das ligas após a realização dos tratamentos térmicos de solubilização e precipitação. Neste caso, o tempo de precipitação igual a zero apresenta valores referentes ao tratamento de solubilização. Foi possível observar que a liga Al-5%Cu-0,5%Fe-0,5%Ni sofreu pequenas variações na dureza com o aumento do tempo de precipitação. Fato que possivelmente está associada ao aumento da estabilidade térmica da liga, gerada pela adição do Ni. As demais ligas tiveram uma elevação no valor da dureza até o tempo de precipitação de 4 horas. Isso pode estar relacionado com a formação das zonas Guinier-Preston (GP), em que ocorrem os primeiros movimentos de agrupamento dos átomos de Al e Cu, antes de formar a fase Al₂Cu, gerando pequenas fases intermetálicas metaestáveis que aumentam a dureza [9]. Após esse período é provável que a fase Al₂Cu já tenha sido formada, iniciando o processo de superenvelhecimento da liga.

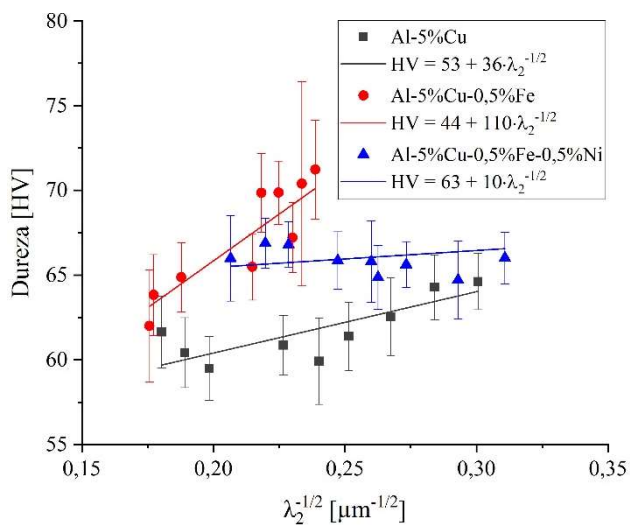


Figura 5: Dureza em função de $\lambda_2^{-1/2}$ das ligas fundidas.

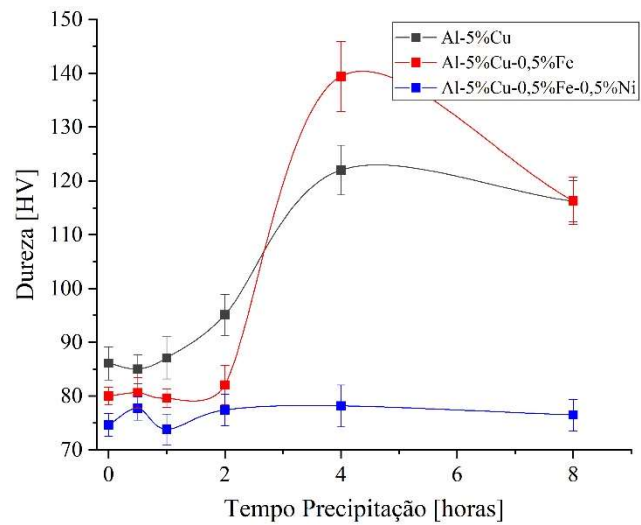


Figura 6: Dureza em função do tempo de precipitação.

CONCLUSÕES

A partir dos resultados apresentados, conclui-se que as ligas Al-5%Cu, Al-5%Cu-0,5%Fe e Al-5%Cu-0,5%Fe-0,5%Ni apresentaram macroestrutura com grãos colunares. A relação entre o espaçamento dendrítico secundário e a velocidade de solidificação das ligas apresentou expoente $-2/3$, coerentes com a aproximação da lei experimental determinada em estudos anteriores. A dureza das ligas fundidas aumentou conforme a microestrutura ficou mais refinada. Além disso, quando submetidas aos tratamentos térmicos de precipitação e solubilização, a presença do Ni na liga Al-Cu contaminada com Fe não proporcionou variações consideráveis de dureza. O mesmo fenômeno não ocorreu nas ligas Al-5%Cu e Al-5%Cu-0,5%Fe.

BIBLIOGRAFIA

- [1] Liu, K.; Cao, X.; Chen, C.-G. **Formation and phase selection of iron-rich intermetallics in Al-4.6Cu-0.5Fe Cast Alloys**, Metallurgical and Materials Transactions A, v. 44, p. 682-695, 2013.
- [2] Goulart, P.R.; Spinelli, J.E.; Cheung, N.; Garcia, A. **The effects of cell spacing and distribution of intermetallic fibers on the mechanical properties of hypoeutectic Al-Fe alloys**, Materials Chemistry and Physics, v. 119, p. 272-278, 2010.
- [3] Lin, B.; Zhang, W.; Zheng, X.; Zhao, Y.; Lou, Z.; Zhang, W. **Developing high performance mechanical properties at elevated temperature in squeeze cast Al-Cu-Mn-Fe-Ni alloys**, Materials Characterization, v. 150, p. 128-137, 2019.
- [4] Manzano, E. **Reciclagem de uma liga aeronáutica à base de alumínio: influência da adição de Ni e da taxa de resfriamento durante a solidificação**, PIBIC – Unicamp, 2023.
- [5] Rosa, D. M.; Spinelli J. E.; Ferreira, I. L.; Garcia, A. **Cellular-dendritic transition and microstructure evolution during transient directional solidification of Pb-Sn alloys**, Metallurgical and Materials Transactions A, v. 39, p. 2161-2174, 2008.
- [6] Böyük, U.; Engin, S.; Kaya, H.; Maraşlı, N. **Effect of solidification parameters on the microstructure of Sn-3.7Ag-0.9Zn solder**, Materials Characterization, v. 61, p. 1260-1267, 2010.
- [7] 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. 28, p. 651-663, 1997.
- [8] Osório, W.R.; Leiva, D.R.; Peixoto, L.C.; Garcia, L.R.; Garcia, A. **Mechanical properties of Sn-Ag lead-free solder alloys based on the dendritic array and Ag₃Sn morphology**, Journal of Alloys and Compounds, v. 562, p. 194-204, 2013.
- [9] Sha, G.; Marceau, R. K. W.; Ringer, S. P. **Precipitation and solute clustering in aluminium: advanced characterization techniques**, In: Fundamentals of Aluminium Metallurgy, Woodhead Publishing, 2011. p. 345-366.