

**Influência dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial na dureza de uma liga de al com 5,5% de cu produzida via metalurgia do pó**

**Influence of solution treating and artificial aging heat treatments in the hardness of an al alloy with 5.5% of cu manufactured by powder metallurgy**

DOI:10.34115/basrv5n2-041

Recebimento dos originais: 19/03/2021

Aceitação para publicação: 19/04/2021

**Tarsila Tenório Luna da Silva**

Mestre em Engenharia Mecânica

Universidade Federal de Pernambuco - UFPE

Endereço: Departamento de Engenharia Mecânica - Av. da Arquitetura, s/n, Cidade

Universitária – Recife - Pe

E-mail: tarsilatls@gmail.com1

**Cezar Henrique Gonzalez**

Doutor em Ciências

Universidade Federal de Pernambuco – UFPE

Endereço: Instituto Nacional de Tecnologia em União e Revestimento de Materiais –

INTM, Cidade Universitária, Recife – PE, 50740 – 540

E-mail: cezarchg@yahoo.com1

**Michelle Maria Perez Lott**

Graduada em Engenharia de Produção

Universidade Federal de Pernambuco – UFPE

Endereço: Instituto Nacional de Tecnologia em União e Revestimento de Materiais –

INTM, Cidade Universitária, Recife – PE, 50740-540

E-mail: michelle.lott@ufpe.br1

**Sandra Torres Zarzar**

Formação: Mestre em Engenharia Mecânica

Universidade Federal de Pernambuco

Endereço: Departamento de Eng. Mecânica - Av. da Arquitetura, s/n, Cidade

Universitária – Recife - Pe

Email: sandrazarzar@gmail.com1

**Oscar Olimpio de Araujo Filho**

Formação: Doutor em Tecnologia do Tecnologia Nuclear - Materiais

Universidade Federal de Pernambuco – UFPE

Endereço: Departamento de Eng. Mecânica - Av. da Arquitetura, s/n, Cidade

Universitária – Recife - Pe

E-mail: oscar.oaraujo@ufpe.br

## RESUMO

Este trabalho apresenta o estudo dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial realizados em uma liga de alumínio com 5,5 % de cobre produzida via metalurgia do pó e a influência destes tratamentos no aumento da dureza do material. Os pós elementares de alumínio e cobre foram inicialmente processados em um moinho de alta energia tipo SPEX por 2h, em seguida seis amostras foram compactados uniaxialmente a frio em uma prensa hidráulica, a carga de compressão utilizada foi de 14 toneladas por um tempo de 15 minutos, posteriormente as amostras foram sinterizadas em um forno a vácuo por 5h à uma temperatura de 515°C. Após sinterização, três das amostras sofreram os seguintes tratamentos térmicos: solubilização à 180°C por 2h, seguido de resfriamento por têmpera em água e envelhecimento artificial à 515°C por 7h seguido de resfriamento à temperatura ambiente. As amostras foram submetidas ao ensaio de microdureza Vickers onde foi verificado um aumento na dureza do material de 69,22% na liga após tratamento térmico. Foram realizados experimentos de microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura com espectroscopia de baixa energia dispersiva associada para caracterização microestrutural da liga, além de difração de raios-X que determinou as fases presentes na liga.

**Palavras-Chave:** Metalurgia do Pó, Ligas de Al-Cu, Microdureza Vickers, Solubilização, Envelhecimento Artificial.

## ABSTRACT

This work presents the study of the heat treatments of solution treating and artificial aging made in an aluminum alloy with 5.5% of copper produced by powder metallurgy and the influence of these treatments in increasing the hardness of the material. The aluminum and copper raw powders were initially processed in a SPEX type high energy mill for 2 h, then uniaxially cold compacted in a hydraulic press, the compression load used was 14 tons for a time of 15 minutes the samples were sintered in a vacuum furnace for 5h at a temperature of 515 ° C. After sintering, three of the samples underwent the following thermal treatments: solubilization at 180 ° C for 2 h, followed by quenching with water and artificial aging at 515 ° C for 7 h followed by cooling to room temperature. The samples were submitted to the Vickers microhardness test where an increase in the material hardness of 69.22% was observed in the alloy after heat treatment. Experiments of optical microscopy and scanning electron microscopy with associated low dispersive energy spectroscopy for microstructural characterization of the alloy, besides X-ray diffraction that verified the phases in the alloy.

**Keywords:** Powder Metallurgy, Al-Cu Alloys, Vickers Microhardness, Solution Treating, Artificial Aging.

## 1 INTRODUÇÃO

A metalurgia do pó é uma técnica metalúrgica que produz peças próximas ou na forma final de uso, onde os componentes estão inicialmente na forma de pós. Os pós elementares são processados em moinhos de alta energia, que podem ser vibratórios, planetários ou atritores, por uma técnica denominada mechanical alloying. Numa segunda etapa os pós processados são compactados em prensas uni ou biaxiais de ação simples ou

dupla e por último são sinterizadas, todas as etapas são realizadas no estado sólido. Em casos onde a peça é próxima da forma final de utilização a etapa de sinterização é a última, quando necessita-se obter peça na forma final de utilização, são requeridas operações de acabamento. Os materiais produzidos por essa técnica apresentam bom controle dimensional, porosidade e microestrutura controladas, além de proporcionarem pouco desperdício de material (Chiaverini, 2001).

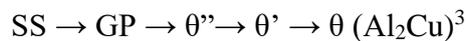
As ligas de alumínio da série 2XXX, são chamadas de Duralumínio e possuem quantidades de cobre entre 4-6%, estas ligas são tratáveis termicamente e apresentam teores de dureza relativamente altos devido ao fenômeno denominado endurecimento por precipitação. Este fenômeno ocorre na região rica em alumínio do diagrama de fases Al-Cu mesma região de formação das ligas da série 2XXX. Ele é obtido através dos tratamentos térmicos de solubilização seguindo de envelhecimento artificial da liga com temperatura e tempo controlados (Barbosa, 2014 e Callister, 2002).

O mecanismo de endurecimento por precipitação se realiza nas fases  $\alpha$  e  $\theta$ . A fase  $\alpha$  consiste numa solução sólida substancial do cobre no alumínio e a fase  $\theta$  trata-se de um composto intermetálico  $Al_2Cu$ . A Figura 1 apresenta as fases de transição necessárias para chegar ao composto  $Al_2Cu$  (fase  $\theta$ ), essas fases ocorrem durante o tratamento térmico de envelhecimento e influenciam nas propriedades mecânicas do material final. No estágio inicial átomos de cobre se aglomeram formando discos muito pequenos e delgados no interior da fase  $\alpha$ , esses discos são também denominados de zona de Guinier-Preston (GP), com a difusão ocorrida após passado algum tempo de tratamento térmico, estas zonas aumentam de tamanho e tornam-se partículas. Estas partículas passam por duas fases de transição, são elas  $\theta''$  (concorrente) e a fase  $\theta'$  (semiconcorrente), até formar a fase de equilíbrio  $\theta$ . Quando o tempo do tratamento térmico é aumentado ocorre o superenvelhecimento que é um fenômeno resultante quando há continuidade de crescimento das partículas das fases  $\theta'$  e  $\theta$  (Barbosa, 2014; Dieter, 1961 e Coutinho, 1980).

Figura 1. Variação da tensão de escoamento com o tempo de envelhecimento (Dieter, 1961).



A sequência de precipitação das ligas Al-Cu é:



Onde:

SS = solução sólida supersaturada;

GP = zonas de Guinier-Preston.

No Brasil, a fabricação de peças via MP começou na década de 40 quando Chiaverini et al. (2001) produziram em pequena escala buchas de bronze auto-lubrificantes, materiais de ferro e aço e ferramentas de corte.

Entretanto, as aplicações de peças de alumínio fabricadas via MP só se consolidaram na indústria em 1993 quando a GM começou a produzir casquilhos de mancais deste material na sua linha de Northstar. O uso do alumínio obteve êxito principalmente em peças do sistema de suspensão pela alta capacidade de absorver choques. A adição de elementos como o cobre nas ligas de alumínio contribui para aumentar o endurecimento destas (Delarbre, 2000).

## 2 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Para esse trabalho foram fabricadas seis amostras com os pós elementares de alumínio AA1100 da Alcoa Inc. e de cobre fabricado pela Dinâmica Química Contemporânea Ltda. As amostras foram processadas em um moinho de alta energia do tipo SPEX por 2h, para a carga foram usadas 9,45g de pó de alumínio, 0,55g de pó de cobre e 100g de esferas metálicas. Na segunda etapa do experimento, as amostras foram compactadas em uma prensa hidráulica, a carga utilizada foi de 14 toneladas por 15 minutos.

### 2.1 TRATAMENTOS TÉRMICOS

Após compactadas, as amostras em número de seis foram sinterizadas, porém apenas três foram também tratadas termicamente. A sinterização e os tratamentos térmicos da liga foram realizados em um forno a vácuo da marca INOVATEC, as condições destes experimentos são apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1. Condições de Sinterização e Tratamentos Térmicos.

	Temperatura (°C)	Tempo (h)	Resfriamento
Sinterização	515	5	Ao forno
Solubilização	180	2	Têmpera em água
Envelhecimento artificial	515	7	Ao ar (temperatura ambiente)

## 2.2 MICROSCOPIA ÓTICA

A captura de imagens de MO foi feita no Microscópio Ótico da marca Olympus e modelo BX51M, as imagens foram capturadas pelo software Analysis. As amostras foram embutidas em resina a frio para evitar mudanças de fase, em seguida lixadas em lixas d'água de 220, 320, 440 e 1000 e polidas em pano de polimento com pasta de diamante 1µm. O ataque químico utilizado foi o ácido fluorídrico (0,5%) (Coutinho, 1980).

Estes equipamentos são pertencentes ao Laboratório de Microscopia e Análise Macroestrutural (LAMAM) do Departamento de Engenharia Mecânica (DEMEC) da UFPE.

## 2.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA COM ESPECTROSCOPIA DE BAIXA ENERGIA DISPERSIVA ASSOCIADA

Para realização da Microscopia Eletrônica de Varredura foi utilizado o MEV da marca Hitachi modelo TM3000 com EDS acoplado, detecção por elétrons retroespalhados, filamento de tungstênio, voltagem de 15kV e capacidade de aumento de até 30.000×, pertencente ao Laboratório de Microscopia e Análise Macroestrutural (LAMAM) do Departamento de Engenharia Mecânica (DEMEC) da Universidade Federal de Pernambuco (UFPE).

Os tamanhos de grãos foram estimados utilizando como base a escala de medição das imagens onde foi identificado o tamanho aproximado da maior partícula encontrada. A Espectroscopia de Baixa Energia Dispersiva fornece de maneira qualitativa e semi-quantitativa as composições químicas das amostras e detecta se houve contaminação durante o processo de moagem (Prabhu, 2006).

## 2.4 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

O difratômetro utilizado neste trabalho foi o Shimadzu modelo XRD-7000, pertencente ao Laboratório de Materiais Compósitos e Integridade Estrutural (COMPOLAB) que faz parte do Departamento de Engenharia Mecânica (DEMEC) da

Universidade Federal de Pernambuco (UFPE). As fases foram identificadas pelo método de Hanawalt (Rodrigues, 2005).

## 2.5 MICRODUREZA VICKERS

Os ensaios de Microdureza Vickers foram realizados no microdurômetro da marca Insize modelo ISH-TDV1000 pertence ao Laboratório de Microscopia e Análise Macroestrutural (LAMAM) do Departamento de Engenharia Mecânica (DEMEC) da Universidade Federal de Pernambuco (UFPE). A carga utilizada foi 300g (0,03kgf) com tempo de aplicação de 10s.

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Essa secção apresenta e explica os resultados dos experimentos de Microscopia Ótica, Microscopia Eletrônica de Varredura com Espectroscopia de Baixa Energia Dispersiva associada, Difração de Raios-X e Microdureza Vickers.

### 3.1 MICROSCOPIA ÓTICA

As Figuras 2, 3, 4 e 5 apresentam as imagens de Microscopia Ótica das amostras apenas sinterizada (figs. 2 e 3) e tratada termicamente (figs. 4 e 5). Nas Figuras 2 e 4 as amostras estão sem ataque químico, já as figs. 3 e 5 foram atacadas termicamente com ácido fluorídrico (0,5%), que melhorou a visualização das microestruturas.

Figura 2. MO da amostra somente sinterizada, aumento de 200×, secção superficial, sem ataque químico.



Figura 3. MO da amostra somente sinterizada, aumento de 200×, secção superficial, atacada quimicamente.



Figura 4. MO da amostra tratada termicamente, aumento de 200×, secção superficial, sem ataque.

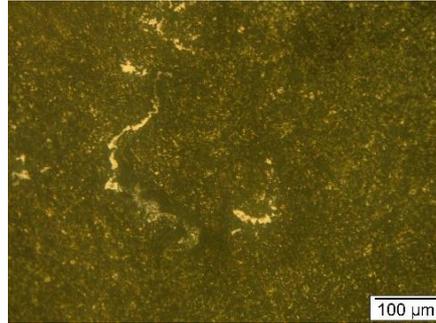
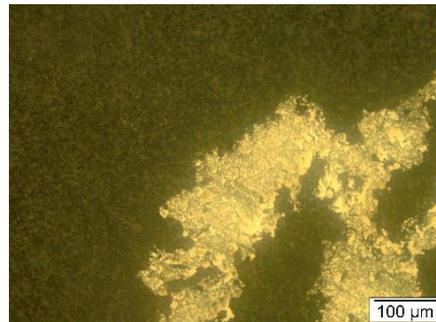


Figura 5. MO da amostra tratada termicamente, aumento de 200×, secção superficial, atacada quimicamente.



As imagens de MO para as seis amostras apresentaram morfologia de grãos aproximadamente equiaxiais, os contornos de grãos não ficaram muito bem evidenciados e definidos devido ao processo de moagem de alta energia que introduziu deformações e distorções no material. Nas imagens de MO também se verificou uma boa densificação e não apresentaram aspectos marmorizados, mostrando que não houve amorfização da liga. Nelas também há indícios da formação do composto  $Al_2Cu$ , identificados no ensaio de Difração de Raios-X (secção 3.3). As análises de EDS para as amostras (secção 3.2) identificou que as áreas mais claras têm maiores quantidades de cobre em relação às áreas mais escuras (Barbosa, 2014; Chiaverini, 2001; Coutinho, 1980; Durmus, 2006; Silva, 2017; Totik, 2003 e Zhou, 1999).

### 3.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA COM ESPECTROSCOPIA DE BAIXA ENERGIA DISPERSIVA ASSOCIADA

As figuras 6 e 7 apresentam imagens de MEV para as amostras apenas sinterizadas e tratadas termicamente, respectivamente.

Figura 6. MEV da amostra sinterizada, aumento de 2000 $\times$ , secção superficial.

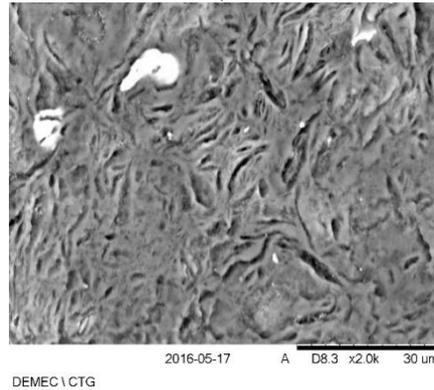
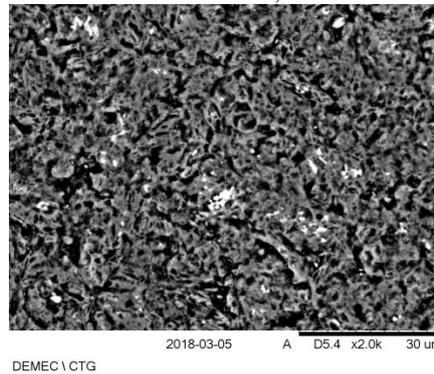


Figura 7. MEV da amostra tratada termicamente, aumento de 2000 $\times$ , secção superficial.



Nas amostras tratadas termicamente observou-se tamanhos de grãos menores em relação às amostras somente sinterizadas, porém possuem tamanhos de grãos menores que 30 $\mu\text{m}$ , valor coerente com o estudado na literatura. As imagens de MEV das amostras apresentaram uma morfologia de grãos aproximadamente equiaxiais, com contornos de grãos não muito bem evidenciados e definido devido ao processo de moagem, que introduziu distorções e deformações na liga (Chiaverini, 2001; Coutinho, 1980 e Silva, 2017).

As Figuras 8 e 9 apresentam os espectros de EDS das amostras apenas sinterizadas e das tratadas termicamente, respectivamente.

Figura 8. EDS da amostra sinterizada, área fotografada e espectro.

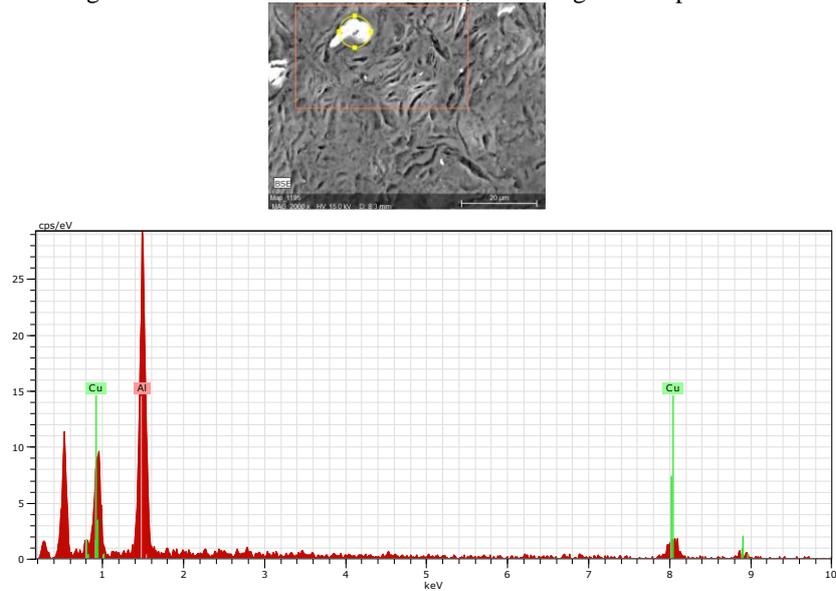
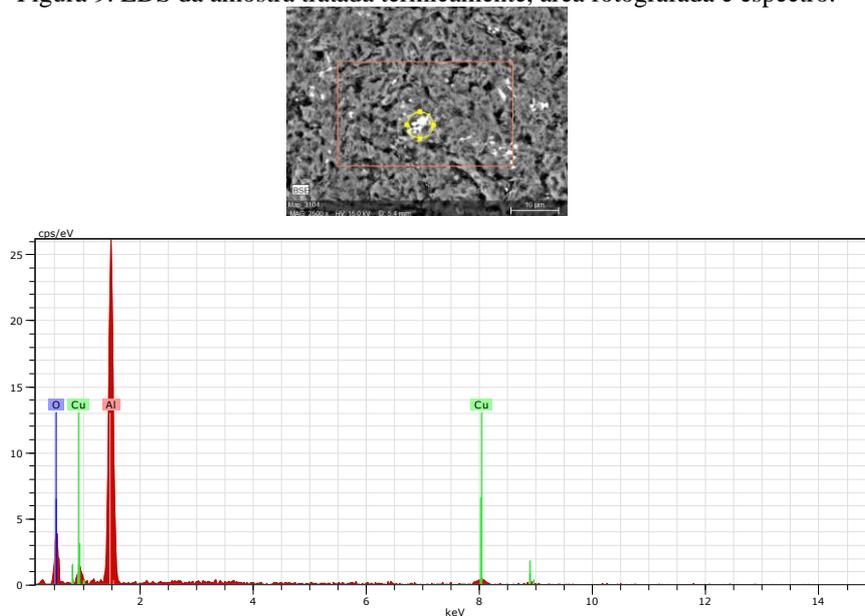


Figura 9. EDS da amostra tratada termicamente, área fotografada e espectro.



Em todos os espectros de EDS foram identificados apenas o alumínio e cobre (o Oxigênio surgiu provavelmente pela oxidação das amostras), demonstrando que não houve contaminação nas amostras durante o processo de moagem, nas partes claras foram identificadas maiores quantidades de cobre. Estes precipitados podem ter influenciado no endurecimento por precipitação da amostra influenciando nos altos valores de HV obtidos na secção 3.4.

### 3.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

A Figura 10 apresenta o espectrograma de DRX da amostra apenas sinterizada e a fig. 11 apresenta o espectrograma da amostra tratada termicamente.

Figura 10. Difração de raios-X da amostra apenas sinterizada.

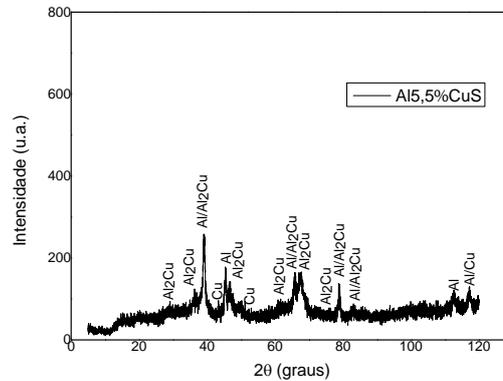
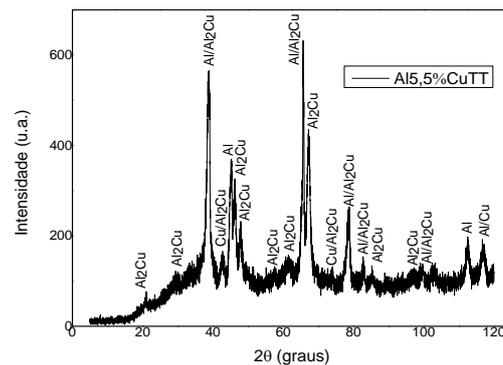


Figura 11. Difração de raios-X da amostra tratada termicamente.



Observa-se que houve um aumento na intensidade dos picos após os tratamentos térmicos de solubilização e endurecimento artificial, bem como maiores quantidades de picos identificados como a fase endurecedora Al<sub>2</sub>Cu o que provavelmente levou ao endurecimento da liga conforme resultados do ensaio de microdureza Vickers. Sadeler et al. (2003) identificou o aumento na intensidade dos picos em ligas de alumínio AA2014 tratadas termicamente em relação a ligas apenas sinterizadas e também identificou a presença da fase endurecedora Al<sub>2</sub>Cu. Silva (2017) realizou o ensaio de DRX para os pós da liga de alumínio com 5,5% de cobre processados em moinho de alta energia do tipo SPEX por 0,5; 1 e 2 horas e observou que a intensidade dos picos diminuiu com o aumento do tempo de processamento.

### 3.4 MICRODUREZA VICKERS

A Tabela 2 apresenta os resultados do ensaio de microdureza Vickers obtidos para as amostras na condição apenas sinterizada e tratada termicamente. A amostra apenas sinterizada apresentou uma dureza de 90,47HV, enquanto a tratada termicamente apresentou uma dureza de 153,10HV. Foi verificado que os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial endureceram a liga em 69,22%, mostrando que estes tratamentos térmicos, provavelmente devido ao mecanismo de endurecimento por precipitação, endurecem as ligas de alumínio da série 2XXX. Esse aumento de dureza é coerente com o encontrado na literatura.

Tabela 2. Resultados experimentais do ensaio de microdureza Vickers.

	Sem tratamento térmico	Solubilizado e envelhecido artificialmente
Dureza média	90,47 ± 6,35 HV	153,10 ± 9,72 HV
Percentual de endurecimento	0,00%	69,22%

Kent et al. (2005) submeteram ligas da série 2XXX ao tratamento térmico de envelhecimento natural e obtiveram valores de dureza próximos a 80HRB (147HV). Em tratamentos térmicos de envelhecimento artificial em ligas da série 2XXX, Tobias et al. (2012) obtiveram durezas próximas a 160HV. Durmus et al. (2006) concluíram que ligas de alumínio da série 2XXX podem aumentar sua dureza entre 40 e 80% mediante tratamento térmico de envelhecimento. Nos seus estudos de produção de compósitos de AA1100 reforçado com adição de 5% de carbetto de silício (SiC) ou alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) também pelo processo de metalurgia do pó, Araujo Filho et al. (2016) chegaram a valores de microdureza semelhantes, demonstrando assim a versatilidade deste tipo de processo para obtenção de materiais utilizados na engenharia.

Outras técnicas podem ser associadas ao processamento de pós elementares por moagem de alta energia com intuito de melhorar as propriedades mecânicas de ligas metálicas, cerâmicas e compósito. Araujo Filho et al. (2017) obteve aumento da dureza ligas de alumínio AA2124 reforçadas com carbetto de silício após submete-las ao processo de extrusão a quente.

## 4 CONCLUSÃO

Os experimentos apresentados mostraram a influência dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial na dureza de uma liga de alumínio com 5,5% de cobre.

As imagens de MO apresentaram morfologia de grãos aproximadamente equiaxiais, os contornos de grãos não ficaram muito bem evidenciados e definidos devido ao processo de moagem de alta energia que introduziu deformações e distorções no material, também foi identificada uma boa densificação e não apresentaram aspectos marmorizados, mostrando que não houve amorfização da liga.

Nas imagens de MEV as amostras tratadas termicamente aparentaram tamanho de grãos menores em relação às amostras apenas sinterizadas. Nas duas condições, as amostras apresentaram tamanhos de grãos menores que  $30\mu\text{m}$ .

Os espectros de EDS demonstraram que não houve contaminação nas amostras, pois foram identificados apenas o alumínio e cobre, e que as partes claras possuem maiores quantidades de cobre em relação as partes mais escuras.

Os espectrogramas de DRX mostraram o surgimento da fase endurecedora  $\text{Al}_2\text{Cu}$ , mais evidente nas ligas tratadas termicamente, o que pode ter influenciado o endurecimento das ligas comprovado pelos resultados do ensaio de microdureza Vickers. Estes resultados mostraram um aumento de dureza médio de 69,22%, com o endurecimento do material passando de 90,47HV para 153,10HV após sofrer tratamentos térmicos.

As temperaturas de sinterização e tratamentos térmicos das amostras e o aumento da dureza do material obtido pelo ensaio de microdureza Vickers contribuem para comprovar a formação do composto  $\text{Al}_2\text{Cu}$ .

### **AGRADECIMENTOS**

Os autores agradecem o apoio da FACEPE, da UFPE, do CNPq, da Capes, do DEMEC e do PPGEM.

## REFERÊNCIAS

Araujo Filho, O.O., Moura, A.D.A., Araujo, E.R., Santos, M.J., Gonzalez, C.H. e Silva, F.J., 2016, “Manufacturing and characterization of AA1100 aluminum alloy metal matrix composites reinforced by silicon carbide and alumina processed by powder metallurgy”. Materials Science Forum. ISSN: 1662-9752, vol. 869, pp 447-451.

Araujo Filho, O.O., Araujo, E.R., Lira, H.M., Gonzalez, C.H., Silva, N.D.G e Urtiga Filho, S.L, 2017, “Manufacturing of AA2124 Aluminum Alloy Metal Matrix Composites Reinforced by Silicon Carbide Processed by Powder Metallurgy Techniques of High Energy Ball Milling and Hot Extrusion”. Materials Science Forum, 899, 25–30.

Barbosa, C., 2014, “Metais não-ferrosos e suas ligas – microestrutura, propriedades e aplicações”. Editora E-papers, pp.13-22.

Callister, W.D., tradução Sérgio Murilo Stamile Soares, 2002, “Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução”. Rio de Janeiro. LTC, Brasil, pp. 258.

Chiaverini, V., 2001, “Metalurgia do Pó”, ABM – Associação Brasileira de Metalurgia. São Paulo, SP, Brasil, pp.1-11.

Coutinho, T.A., 1980, “Metalografia de não-ferrosos: análise e prática”. Editora Edgard Blücher, SP, pp. 80-91.

Delarbre, P. e Krehl, M., 2000, “Applications of P/M Aluminum Parts – Materials and Processing Schemes”. Proc. 2nd International Conference on Powder Metallurgy.

Durmus, H.K. e Meriç, C., 2006, “Age-hardening behavior of powder metallurgy AA2014 alloy”. Materials and Design 28 (2007) 982-986.

Dieter, G.E., 1961, “Metalurgia Mecânica”. Mellon University, 2ª edição, Pittsburgh, pp.191-195.

Kent, D., Schaffer, G.B. e Drennam, J., 2005, “Age hardening of sintered Al-Cu-Mg-Si-(Sn) Alloy”. Materials Science and Engineering A 405 (2005) 65-73.

Prabhu, B., Suryanarayana, C., An, L. e Vaidyanathan, R., 2006, “Synthesis and characterization of high volume fraction Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite powders by high-energy milling”. Material Science and Engineering A 425 (2006) 192-200.

Rodrigues, J.A., 2005, “Raios X: difração e espectroscopia”. 51p. (Série apontamentos). ISBN 85-7600-061-X. São Carlos: EdUFSCar, Brasil.

Sadeler, R., Totik, Y., Gavgali, M. e Kaymaz I., 2003. “Improvements of fatigue behavior in 2014 alloy by solution heat treating and age-hardening”. Materials and Design 25 (2004) 439-445.

Silva, T.T.L., 2017, “Manufatura e caracterização de ligas de alumínio-cobre (Duralumínio) fabricadas via técnicas de metalurgia do pod”, Dissertação. 129f. Universidade Federal de Pernambuco. Recife, PE, Brasil, pp. 30-31.

Tobias, P.H.R., Silva, A. e Melo, M.L.N.M., 2012, “Influência da temperatura de envelhecimento na tenacidade ao impacto da liga AA2024”. VI Conferência Brasileira sobre Temas de Tratamento Térmico, Atibaia, SP, Brasil.

Totik, Y., Sadeler, R., Kaymaz, I. e Gavgali, M., 2003. “The effect of homogenization treatment on cold deformations of AA2014 and AA6063 alloys”. *Journal of Materials Processing Technology* 147 (2004) 60-64.

Zhou, J. e Duszczyk, J., 1999, “Liquid phase sintering of an AA2014-based composite prepared from an elemental powder mixture”. *Journal of Materials Science* 34 (1999) 545-550.