



INFLUÊNCIA DA TAXA DE RESFRIAMENTO NA MICROESTRUTURA E MICRODUREZA DE LIGAS Al-Cu SUPERAQUECIDAS

Silva, D.S.^{1*}; Castro, W. B. de²

¹*Departamento de Engenharia de Materiais – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Lagoa Nova, CEP 59078970, Natal, Rio Grande do Norte, Brasil.*

daylla.souto.060@ufrn.edu.br.

²*Departamento de Engenharia Mecânica – Universidade Federal de Campina Grande, Av. Aprígio Veloso, 882, CEP 58429-900, Campina Grande, Paraíba, Brazil.*

walman.castro@ufcg.edu.br.

RESUMO

Neste trabalho, foram produzidas e caracterizadas ligas Al-Cu, superaquecidas à 200°C acima da temperatura de fusão da liga, vazadas em cadinho de cerâmica e de cobre, um termopar acoplado à um sistema de aquisição de dados mediu as taxas de resfriamento que foram entre 20°C/min e 24°C/min. Neste trabalho avaliou-se a influência dessas taxas de resfriamento e do superaquecimento da liga na microestrutura e microdureza. As medições de dureza Vickers foram realizadas na seção transversal da amostra com área de 0,8 cm². As amostras foram caracterizadas microscopicamente, para avaliar a formação microestrutural. Os resultados indicaram que as amostras solidificadas usando o superaquecimento de 200°C acima da temperatura de fusão e resfriadas a uma taxa de 24°C/min obteve maiores valores de microdureza. As ligas apresentaram microestruturas mais refinadas, com grãos alongados, direções de crescimento desordenadas e espaçamento dendrítico curto, provocando uma transição na microestrutura colunar para equiaxial.

Palavras-chave: ligas Al-Cu, solidificação, superaquecimento, microdureza, microestrutura.

INTRODUÇÃO

Ligas de Al-Cu são amplamente utilizadas como materiais estruturais devido à combinação única de propriedades, como boa resistência à corrosão, plasticidade,

maleabilidade, condutividade térmica e condutividade elétrica(1). Tais propriedades podem ser modificadas sensivelmente, durante a solidificação, em função dos parâmetros de processamento, tais como: alteração do teor dos elementos e controle das taxas de resfriamento. A eficiência da extração de calor, durante o processo de solidificação, depende de algumas variáveis, entre elas destacam-se as propriedades térmicas da liga e as características do molde(2). A busca por ligas de alta qualidade exige o conhecimento de informações quantitativas, sobre a influência das variáveis de processamento durante a fundição(3). O método mais eficaz para adquirir esse conhecimento, é por meio de experimentos que avaliem os efeitos das variáveis de processamento nas macro e microestruturas das ligas.

Estudos(4) realizados acerca do efeito da composição de ligas Al-xCu (x = 30, 40, 45, 50, fração de massa) e da taxa de resfriamento sobre a morfologia e comportamento do crescimento de fases, verificou-se que as morfologias da fase Al₂Cu sofreram transformações com o aumento do teor de Cu. Enquanto, a taxa de resfriamento influenciou diretamente na forma regular da fase Al₂Cu, alterando sua forma para dendrítica com o aumento da taxa de resfriamento. Discussões(5) diante do superaquecimento do fundido com resfriamento subsequente até a temperatura de vazamento da liga Al-Mg-Si, mostraram que houve uma mudança significativa na dispersão e morfologia dos componentes estruturais. Além do aumento significativo na microdureza de 38,21 para 56,5 HV da solução sólida de alumínio.

Para que haja diminuição dos defeitos gerados pelo processo de solidificação, e otimização das propriedades mecânicas dos materiais, busca-se constantemente moldes, que ofereçam as melhores e mais viáveis condições de solidificação para as ligas metálicas. O molde é responsável por conferir a forma final desejada, à peça, e converter calor em energia térmica produzida pela transformação líquido/sólido, esta última que influencia diretamente na taxa de resfriamento da liga(6)(7).

Desta forma, o objetivo deste trabalho é estudar a influência da taxa de resfriamento e do superaquecimento na microestrutura e na microdureza, durante o processo de solidificação de ligas Al-Cu. Com isso, será possível avaliar a melhor condição de solidificação das ligas, e os melhores resultados quanto a relação metal/molde.

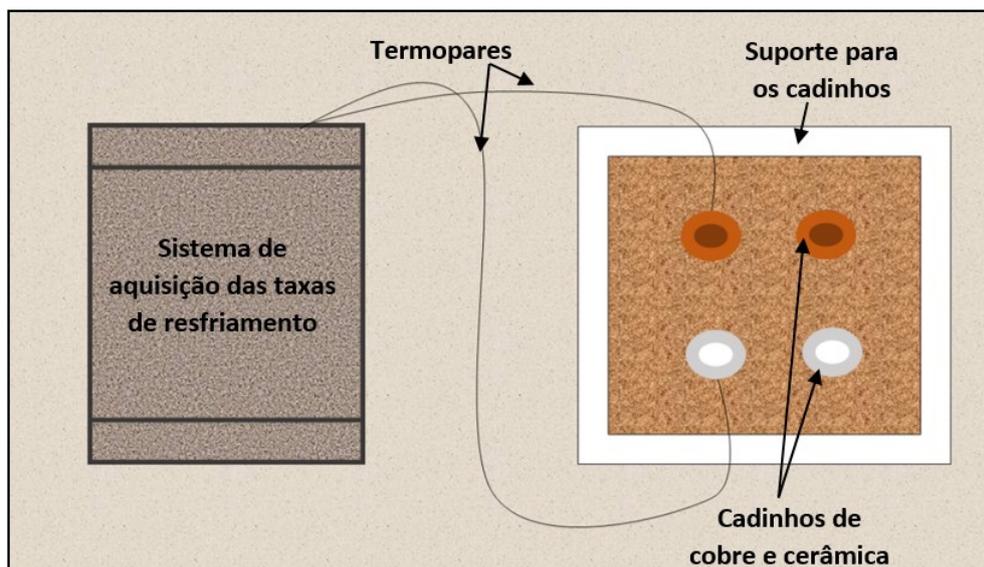
MATERIAIS E MÉTODOS

As massas elementares das ligas Al-Cu (tab. 1) foram pesadas e fabricadas a partir dos metais Al (99,9%) e Cu (99,9%). Inicialmente, colocou-se parte da carga em um cadinho de grafite para fundição, que foi submetida a aquecimento de 20°C/min, em um forno F1700-I da EDG Equipamentos, por 5 minutos ou até que o metal apresentasse coloração rubro. O restante da carga foi colocado em seguida, no mesmo recipiente, e submetido a aquecimento térmico até aproximadamente 900°C ou completa homogeneização da temperatura em toda a amostra. Ao retirar as amostras do forno, verificou-se a temperatura com uma pistola térmica. Quando as amostras atingiram 200°C acima da temperatura de fusão (TF) da liga, foram vazadas em cadinhos fixados em uma caixa com areia (fig. 1), ao ar livre. Um termopar tipo K (Cromel-Alumel) foi fixado na parede externa do molde, com auxílio de um fio de cobre, para monitorar a taxa de aquecimento e resfriamento dos moldes.

Tabela 1 – Composição química quantitativa por EDX

| LIGA | Al | Cu |
|---------|------|------|
| Al-15Cu | 84.3 | 15.7 |
| Al-33Cu | 65.2 | 34.8 |
| Al-40Cu | 58.5 | 41.5 |

Figura 1 – Sistema para aquisição das taxas de resfriamento



A temperatura atingida, pelos cadinhos, durante a aquisição dos dados variou para as amostras nas diferentes temperaturas de aquecimento. As taxas de resfriamento obtidas foram muito próximas dos valores esperados, confirmando as propriedades de absorção de calor para cada molde.

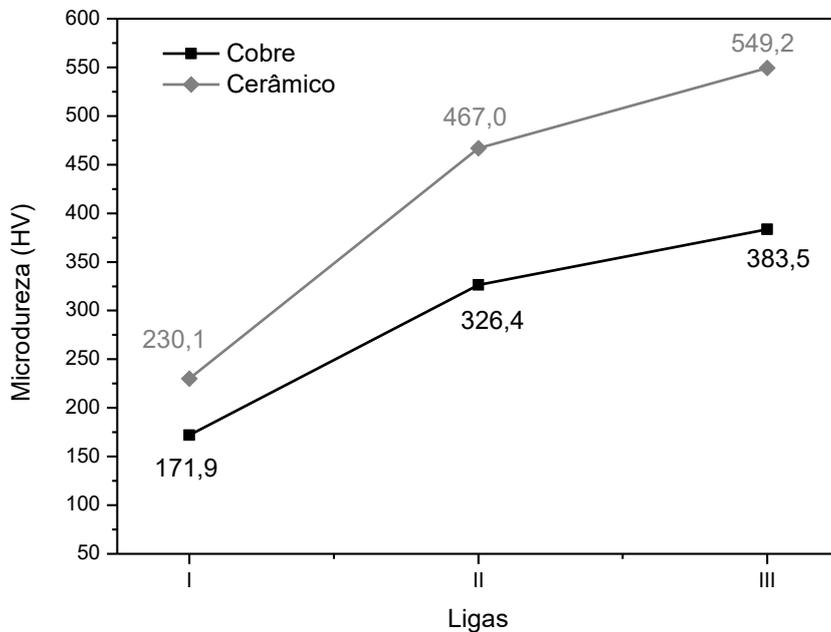
A escolha das variáveis foi baseada em autores(4)(8) que mostraram o aumento da taxa de resfriamento proporcional ao aumento de propriedades como a dureza e o grau de cristalização das fases, e inversamente proporcional ao tamanho dessas fases, com formatos tendencialmente facetados e dendríticos. Também baseou-se em trabalhos(5)(9) onde a massa fundida foi superaquecida em 750, 800, 850 e 900°C, mostrando que os melhores parâmetros estruturais e morfológicos das ligas processadas foram alcançados na temperatura de superaquecimento de 900°C.

Para análise de microdureza, as amostras foram cortadas, em seções transversais, pelo método de corte eletroerosivo. Para isso, foi utilizada uma máquina de corte especializada com eletrodo de arame móvel de molibdênio. Em seguida foram embutidas em baquelite e lixadas com lixas de granulometria entre 400 à 1200. As medições de dureza Vickers foram realizadas por toda a base da amostra, cortada em sentido transversal à altura da peça cilíndrica. O ensaio é realizado através da resistência que o material oferece à penetração de uma pirâmide de diamante de base quadrada e ângulo entre faces de 136°. A carga utilizada foi de 25gf por 15 segundos. Foram feitas 9 endentações em cada amostra, com localização na extremidade e no centro, então feito uma média dos resultados para cada amostra.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os valores de microdureza Vickers obtidos em cada condição experimental são mostrados na Fig. 2. Observa-se que houve uma variação quanto aos valores de microdureza das ligas, obtidos para cada tipo de taxa de resfriamento. Para a liga I (Al-15Cu) os valores obtidos foram 171,9HV (taxa de resfriamento: 20°C/min) e 230,1HV (taxa de resfriamento: 24°C/min). A liga II (Al-33Cu) sendo a liga mais próxima do eutético, confirmado pelos resultados de EDX, apresentou microdureza 326,4HV (20°C/min) e 467,0HV (24°C/min). A liga III (Al-40Cu) hipereutética tem os valores mais elevados da tabela, com microdureza de 383,5HV (20°C/min) e 549,2HV (24°C/min).

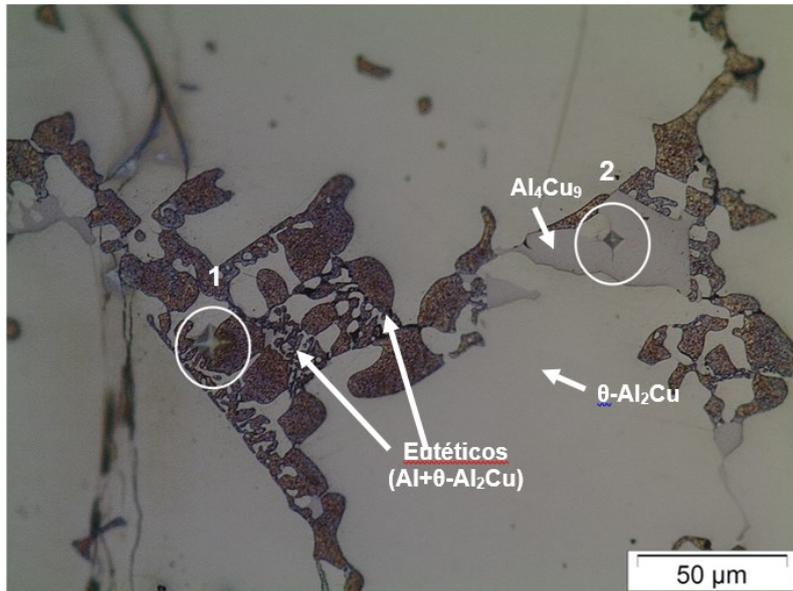
Figura 2 – Gráfico da microdureza Vickers das ligas Al-Xwt%Cu (X=15, 33 e 40) para as diferentes taxas de resfriamento



As ligas resfriadas em maiores taxas de resfriamento mostraram um aumento de dureza quando comparadas às amostras resfriadas em menores taxas de resfriamento, pois a termodinâmica envolvida no processo de solidificação, afeta diretamente a redistribuição de soluto, fazendo com que a alta transferência de massa e calor produza lamelas mais finas e, conseqüentemente, maiores valores de microdureza(10).

A microdureza aumenta proporcionalmente ao teor de cobre. Aparentemente as ligas hipereutéticas (com maiores teores de cobre) mostraram um aumento de dureza quando comparadas às amostras hipoeutéticas. As medidas de dureza são sensíveis a concentração de átomos de soluto em solução sólida, e também à concentração de defeitos cristalinos, especialmente de discordâncias. Precipitados dispersos na matriz alteram as propriedades mecânicas do alumínio, pois se comportam como barreiras à movimentação de discordâncias, endurecendo o material. Sendo assim, materiais com um menor número de soluto e precipitados na matriz, estando eles solubilizados ou não, tendem a ser menos resistentes quando comparados com materiais com um maior número de precipitados(11)(12).

Figura 3 – Análise de microdureza nas diferentes fases de uma liga Al-Cu

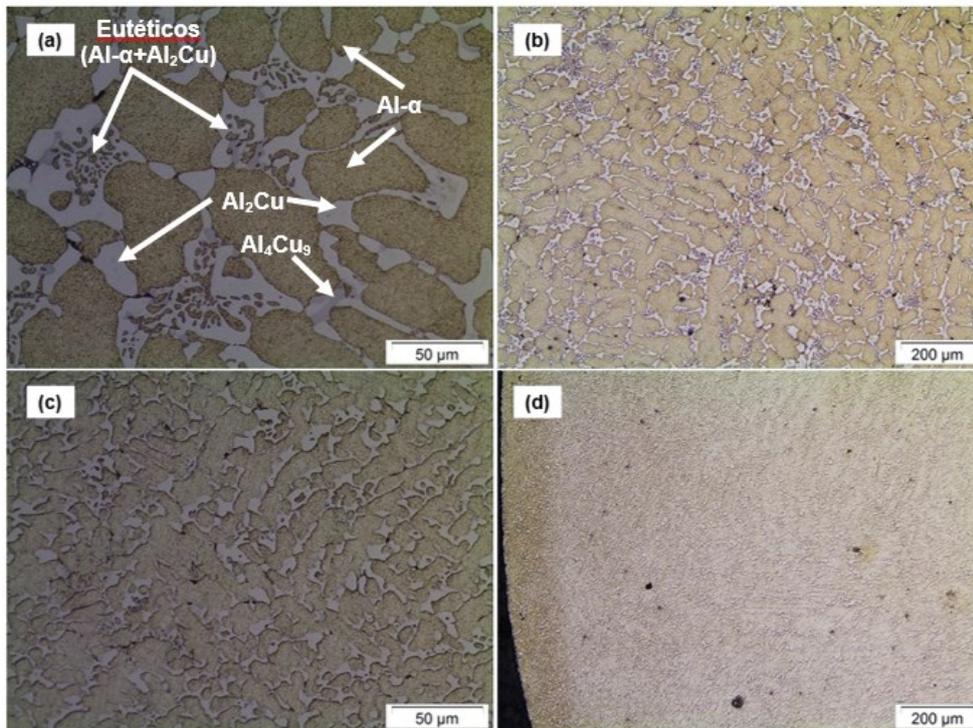


De acordo com a fig. 3, no ponto indicado por 1, uma endentação com maiores dimensões da pirâmide indica menor microdureza. O ponto indicado por 2, mostra uma endentação com dimensões menores, indicando maiores valores de microdureza. A fase de coloração mais escura é provavelmente α -Al, a fase de coloração mais clara é provavelmente Al_4Cu_9 originada pela imposição do regime transitório de solidificação, isto é, fora do equilíbrio(13)(14).

Levando em consideração os mecanismos dominadores do processo de endurecimento das ligas, é possível observar que diferentes fases apresentam diferentes valores de microdureza, em uma mesma amostra, submetida as mesmas condições de processamento. No entanto, as fases mais resistentes atuam como precipitados, causando um endurecimento no material como um todo. Por isso, as medidas de microdureza permitem a sensibilidade necessária para o acompanhamento adequado dos fenômenos que ocorrem em toda a liga.

Observa-se nas fig. 4, 5 e 6, de maneira geral, a presença clara das estruturas típicas de ligas Al-Cu, entre elas estão: α -Al, θ -Al₂Cu, eutético (Al+ θ -Al₂Cu) e presente em menor quantidade a precipitação da fase intermetálica Al_4Cu_9 . Estudos semelhantes(13)(14)(15) indicam a presença dessas fases em compostos binários de Al-Cu.

Figura 4 – Microscopia ótica da liga I: (a) e (b) taxa de resfriamento 20°C/min (c) e (d) taxa de resfriamento 24°C/min



A microestrutura apresentada na fig. 4, da liga I, é constituída basicamente de uma solução sólida de Alumínio-Alfa ($Al-\alpha$), como matriz, e uma fase intermediária de fase Tetha ($\theta-Al_2Cu$), com regiões bem definidas de crescimento do eutético irregular. É possível perceber também que a fase mais escura, menos densa, define a matriz, ou seja, exibe a fase de $Al-\alpha$ logo a mais clara a presença de fase θ . De acordo com o diagrama de fases $Al-Cu$, em ligas hipoeutéticas as fases primárias de $Al-\alpha$ precipitam-se primeiro no derretimento com a diminuição da temperatura e depois cresce o $Al-Al_2Cu$ eutético(15)(16).

Observa-se na fig. 5, a microestrutura da liga II, solidificada nas mesmas condições que a liga anterior. Nela observa-se algumas diferenças, a presença de estruturas dendríticas de morfologia fina e alongada (ver fig. 5b e 5d), e uma fase intergranular formada por eutético ($Al+Al_2Cu$) irregular. É possível observar que a fase mais escura, trata-se do Al +eutético, logo a mais clara a presença de fase θ .

Figura 5 – Microscopia ótica da liga II: (a) e (b) taxa de resfriamento 20°C/min (c) e (d) taxa de resfriamento 24°C/min

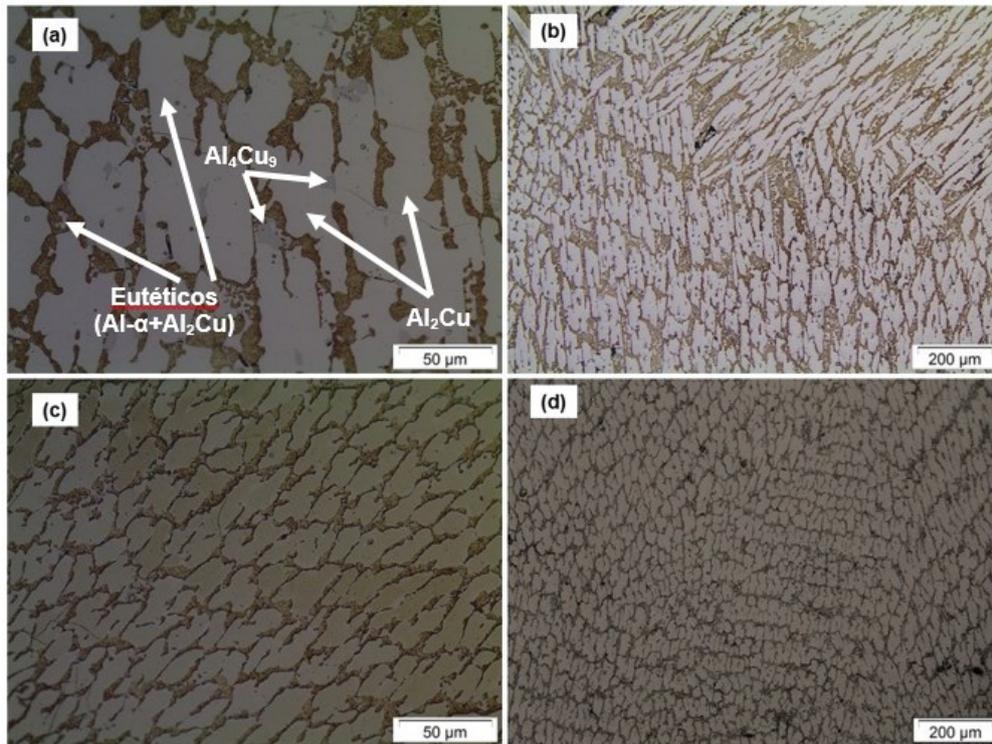
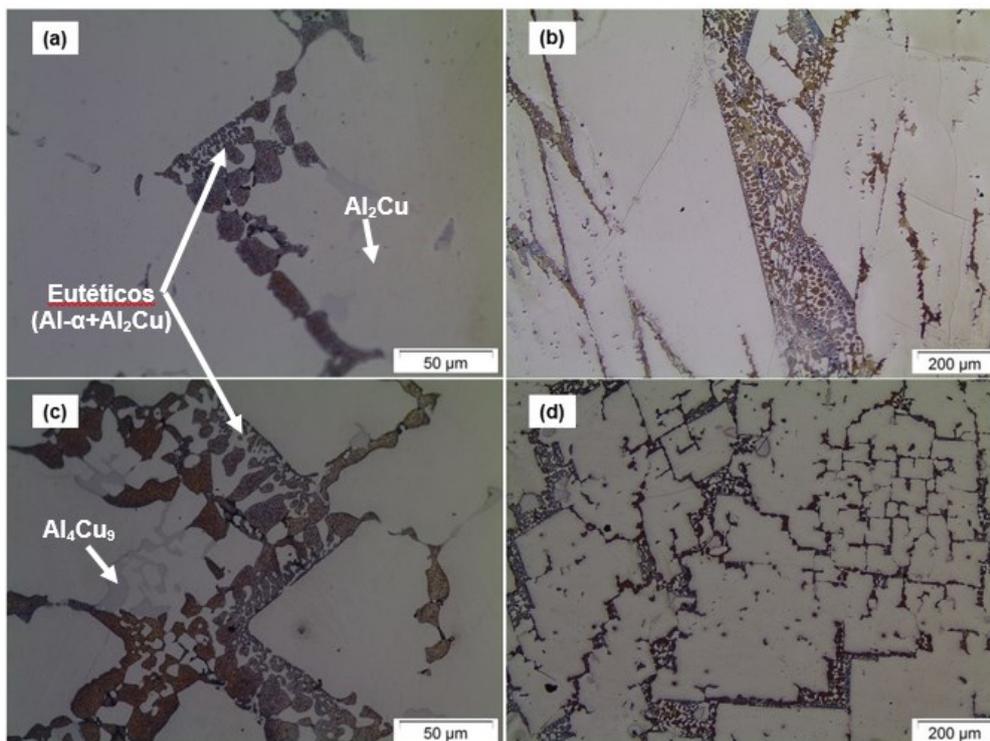


Figura 6 – Microscopia ótica da liga III: (a) e (b) taxa de resfriamento 20°C/min (c) e (d) taxa de resfriamento 24°C/min



Observa-se na fig. 6, as fases primárias de Al₂Cu (fase clara) e eutético, distribuídas desordenadamente. Observa-se também, as fases primárias de Al₂Cu na seção transversal da amostra, precipitadas sob a forma de um quadrado incompleto ou rhombus(15) (ver fig. 6d).

O aumento do superaquecimento provoca um refino de grãos das fases primárias em ligas hipoeutéticas(17). Pois, sabe-se que uma das maneiras de atingir o refino da microestrutura, é pela multiplicação dos sítios de nucleação no metal líquido. Durante o aquecimento, os grandes grupos de átomo são separados em pequenos ativadores(17) (clusters). Quando o líquido é aquecido acima da linha liquidus, formam-se muitos clusters de alto ponto de fusão, estes atuam como os núcleos durante a solidificação. No processamento convencional, o líquido é normalmente vertido a uma temperatura elevada, que é mais elevada em cerca de 50°C acima de ponto de fusão. Quanto mais alta for a temperatura, menor é a atividade do líquido(17). Portanto, a microestrutura de solidificação torna-se mais fina, este efeito pode ser comprovado pelos resultados de microscopia ótica.

Nota-se que as ligas superaquecidas em maiores temperaturas, apresentaram microestruturas mais refinadas, com grãos alongados e menores, direções de crescimento desordenadas e espaçamento dendrítico curto. O superaquecimento influencia diretamente no processo de solidificação, pois observa-se que maiores superaquecimentos provocam a transição de estrutura colunar para estrutura equiaxial em ligas Al-Cu(18), justificando substancialmente o aumento da microdureza. Pois, a termodinâmica envolvida no processo de solidificação, devido à alta entropia na liga aquecida sob altas temperaturas, afeta diretamente a redistribuição de soluto, fazendo com que a alta transferência de massa e calor produza lamelas mais finas e, conseqüentemente, maiores valores de microdureza(16).

CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos neste trabalho, o superaquecimento de 200°C acima da temperatura de fusão e a taxa de resfriamento de 25°C/min, oferecem a melhor condição para se obter maiores níveis de microdureza. As ligas superaquecidas em maiores temperaturas apresentaram microestruturas mais

refinadas, com grãos alongados e menores, direções de crescimento desordenadas e espaçamento dendrítico curto e com maiores valores de microdureza. Amostras com maiores porcentagens de cobre apresentam maiores valores de microdureza, comprovando que a resistência mecânica está relacionada não só com a taxa de resfriamento, mas também com a composição química das ligas.

REFERÊNCIAS

- (1) RZAEV, R.; CHULARIS, A.; SMIRNOV, V.; SEMYENOVA, L. The Influence of the Friction Stir Welding Parameters on the Formation of Welded Joint of Aluminum and Copper Alloys. *MATERIALS TODAY: PROCEEDINGS*. 2019. 11: 534–542.
<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.01.025>
- (2) CARSLAW, H. S; JAEGER, J. C. Heat conduction in solidus. Oxford University Press, 2^a ed. London, 1959.
- (3) MARTORANO M. A.; CAPOCCHI J. D. T. Dendrite structure control in directionally solidified bronze castings. *INTERNATIONAL JOURNAL OF CAST METALS RESEARCH*. 2000; 13.1:49-57.
<https://doi.org/10.1080/13640461.2000.11819387>
- (4) WANG, F.; LUO, L.; WANG, L.; ZHANG, D.; LI, X.; SU, Y.; GUO, J.; FU, H. Effect of alloy composition and cooling rate on the growth morphology of primary Al₂Cu phase in Al-Cu alloy during solidification. *ACTA METALLURGICA SINICA*. 2016. 52.3:361-368.
<http://doi.org/10.11900/0412.1961.2015.00326>
- (5) DEEV, V.; PRUSOV, E.; RI, E.; PRIHODKO, O.; SMETANYUK, S.; CHEN, X.; KONOVALOV, S. Effect of Melt Overheating on Structure and Mechanical Properties of Al-Mg-Si Cast Alloy. *METALS*. 2021, 11:1353.
<https://doi.org/10.3390/met11091353>
- (6) GARCIA, A. Solidificação: Fundamentos e aplicações. Editora da Unicamp. Campinas, SP, 2001.
- (7) NASCIMENTO, M.; FRAJUCA, C.; NAKAMOTO, F.; SANTOS, G.; COUTO, A. Correlation between solidification thermal variables, microstructure and mechanical strength of an Al-10wt%Si-2wt%Cu alloy. *REVISTA MATÉRIA*. 2017. 22:1.
<https://doi.org/10.1590/S1517-707620170001.0106>

- (8) RANJBAR, A.A.; EZZATI, M.; FAMOURI, M. Optimization of experimental design for an inverse estimation of the metal-mold heat transfer coefficient in the solidification of Sn–10% Pb. *JOURNAL OF MATERIALS PROCESSING TECHNOLOGY*. 2009. 209:5611-5617.
<https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2009.05.019>
- (9) BRODOVA, I.G.; POPEL, P.S.; ESKIN, G.I. *Liquid Metal. Processing. Application to Aluminium Alloy. Production*; Taylor and Francis: New York, NY, USA, 2002.
- (10) ANDRADE, R. B DE. Análise das influências da geometria e do material do molde na formação da microestrutura de ligas Alumínio-Cobre. 104f. Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP. 2003.
- (11) GIANISELLE, F. Evolução microestrutural durante o processamento da liga de alumínio AA7108. Dissertação (Mestrado) - Universidade de São Paulo, São Paulo, 2018.
- (12) OLIVEIRA, J. C. P. T. Evolução da microestrutura e da textura durante a laminação a frio e a recristalização de alumínio com diferentes níveis de pureza. 2009. 261 p. Tese (Doutorado) - Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.
- (13) OLIVEIRA, J. A. M. DE M. Caracterização microestrutural de ligas eutéicas de alumínio no estado bruto de fusão e tratadas termicamente por homogeneização. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN, 2017.
- (14) FARIA, J. D.; BRITO, C. C. DE; COSTA, T. A. P. DE S.; VERISSIMO, N. C.; SANTOS, W. L. R.; FILHO, J. M. DA S. D.; GARCIA, A.; CHEUNG, N. Influência na microestrutura e na microdureza decorrente da adição de 4%Ag na liga Al-4%Cu solidificada unidirecionalmente. *REVISTA MATÉRIA*, v. 20.4, p. 992-1007, 2015.
<https://doi.org/10.1590/S1517-707620150004.0103>
- (15) LI, C.; YANG, H.; REN, Z.; REN, W.; WU, Y. Application of differential thermal analysis to investigation of magnetic field effect on solidification of Al–Cu hypereutectic alloy. *JOURNAL OF ALLOYS AND COMPOUNDS*, v.505, p.108–112, 2010.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.06.056>
- (16) OKAMOTO, H.; MASSALKI, T.B. *Binary Alloy Phase Diagrams*. ASM International, Ohio, 1990.

(17) WANG, J.; HE, S.X.; SUN, B.D.; GUO, Q.X.; NISHIO, M. Grain refinement of Al–Si alloy (A356) by melt thermal treatment. *JOURNAL OF MATERIALS PROCESSING TECHNOLOGY*. 2003, 141, 29–34.

[https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(02\)01007-5](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(02)01007-5)

(18) GOMES, C.H.U.; KIKUCHI, R.H.L.; BARROS, A.S.; DA SILVA, J.N.S.; DA SILVA, M.A.P.S.; MOREIRA, A.L.S.; DA ROCHA, O.F.L. On the Natural Convection in the Columnar to Equiaxed Transition in Directionally Solidified Aluminum-based Binary and Multicomponent Alloys. *MATERIALS RESEARCH*. 2015, 18, 1362–1371.

<https://doi.org/10.1590/1516-1439.036315>

INFLUENCE OF COOLING RATE ON THE MICROSTRUCTURE AND MICROHARDNESS OF OVERHEATED Al-Cu ALLOYS

ABSTRACT

In this work, Al-Cu alloys were produced and characterized, overheated to 200°C above the melting temperature of the alloy, and cast in ceramic and copper crucibles. A thermocouple coupled to a data acquisition system measured the cooling rates, which were between 20°C/min and 24°C/min. This work evaluated the influence of these cooling rates and the overheating of the alloy on the microstructure and microhardness. Vickers hardness measurements were carried out on the cross-section of the sample with an area of 0.8 cm². The samples were characterized microscopically to assess the microstructural formation. The results indicated that the samples solidified using superheating of 200°C above the melting temperature and cooled at a rate of 24°C/min obtained higher microhardness values. The alloys showed more refined microstructures, with elongated grains, disordered growth directions and short dendritic spacing, causing a transition from columnar to equiaxial microstructure.

Keywords: Al-Cu alloys, solidification, overheating, microhardness, microstructure.