### UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM MATERIAIS PARA ENGENHARIA

# EFEITO DAS TAXAS DE RESFRIAMENTO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E ELÉTRICAS DA LIGA AA2024

ALINE DA SILVA

Itajubá, Fevereiro de 2017

### UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM MATERIAIS PARA ENGENHARIA

Aline da Silva

# EFEITO DAS TAXAS DE RESFRIAMENTO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E ELÉTRICAS DA LIGA AA2024

Tese submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais como parte dos requisitos para obtenção do Título de Doutor em Ciências em Materiais para Engenharia.

Área de Concentração: Metais

**Orientadora:** Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a.</sup> Mírian de Lourdes Noronha Motta Melo **Co-Orientador**: Dr. Carlos Alberto Rodrigues

### UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM MATERIAIS PARA ENGENHARIA

Aline da Silva

## EFEITO DAS TAXAS DE RESFRIAMENTO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E ELÉTRICAS DA LIGA AA2024

Tese aprovada por banca examinadora em 21 de Fevereiro de 2017, conferindo ao autor o título *Doutor em Ciências em Materiais para Engenharia* 

Área de Concentração: Metais

Banca examinadora:

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Mírian de Lourdes Noronha Motta Melo (Orientadora) Dr. Carlos Alberto Rodrigues (Co-Orientador) Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Neide Aparecida Mariano Prof. Dr. Peterson Luiz Ferrandini Prof. Dr. Gilbert Silva Prof. Dr. Antônio Augusto Araújo Pinto da Silva

## DEDICATÓRIA

Ao meu filho Henrique

#### AGRADECIMENTOS

A minha orientadora, Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup>. Mírian de Lourdes Noronha Motta Melo pela oportunidade, amizade, paciência e apoio.

Ao meu co-rientador, Dr. Carlos Alberto Rodrigues, pelo apoio e amizade.

Ao Prof. Dr. José Henrique de Freitas Gomes pela ajuda com o Planejamento de Experimentos.

A Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Daniela Sachs pelo apoio.

Aos funcionários do Laboratório de Metalurgia e Materiais do IEM da UNIFEI: Toninho, Jonas, Marcos e Claudemiro pela ajuda prestada.

Aos funcionários da PRPPG pela paciência e boa vontade em ajudar.

Aos colegas da pós-graduação, em especial, Jonas e Edwin, pela disponibilidade em ajudar sempre que preciso.

Aos meus pais que estiveram sempre do meu lado, incondicionalmente.

Aos meus irmãos Weslei, Lícia e Juninho pelo incentivo.

Ao Maurício, pelo carinho, companheirismo e pelo suporte nos momentos difíceis.

A CAPES, através do Programa de bolsas, pelo apoio financeiro.

E a todos que direta ou indiretamente me auxiliaram neste trabalho.

#### RESUMO

SILVA, A. EFEITO DAS TAXS DE RESFRIAMENTO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E ELÉTRICAS DA LIGA AA2024. 2017. 113p. Tese (Doutorado em Materiais Para Engenharia). Universidade Federal de Itajubá, Itajubá – MG, 2017.

Ligas de alumínio tratáveis termicamente são de grande importância industrial. Pesquisas envolvendo a inter-relação entre a liga (composição), a rota de fabricação e as propriedades são de interesse acadêmico e de aplicação industrial, pois visam a engenharia reversa, ou seja, a partir da propriedade desejada prever as possíveis condições/parâmetros que devem ser utilizadas no processamento da liga. Uma etapa de grande importância na rota de fabricação dessas ligas é a homogeneização, pois a microestrutura bruta de solidificação apresenta grandes gradientes de concentração, presença de fases intermetálicas interdendríticas e presença de eutéticos de baixo ponto de fusão, conferindo ao material baixa trabalhabilidade, não sendo possível submetê-lo ao processamento direto. Além disso, os elementos responsáveis pela formação dos precipitados endurecedores estão presos em eutéticos interdendríticos e distribuídos de forma heterogênea, de maneira que não possam contribuir para o aumento das propriedades mecânicas durante o tratamento térmico de envelhecimento realizado no produto final. Portanto, a liga bruta de solidificação necessita ser submetida ao tratamento térmico de homogeneização antes da extrusão ou laminação. Este trabalho visou avaliar a influência das taxas de resfriamento após a solidificação e após a homogeneização nas propriedades depois do envelhecimento da liga AA2024. Com auxílio da técnica de planejamento de experimentos a combinação tempo e temperatura de encharque mais eficiente da etapa de homogeneização para diferentes taxas de resfriamento após a solidificação, foi definida. Para avaliar a influência da taxa de resfriamento após a homogeneização a liga foi temperada em diferentes meios e a sensibilidade ao quench da liga de alumínio AA2024 foi avaliada através das curvas tempotemperatura-propriedades. Para as condições estudas neste trabalho pode-se concluir que o aumento da taxa de têmpera aumenta a microdureza e diminuiu a condutividade elétrica da liga. Também pode-se concluir que o método de têmpera interrompida, se mostrou adequado para determinação das curvas das curvas tempo-temperatura-propriedades e que o uso da técnica não destrutiva de medidas de condutividade elétrica por correntes parasitas é viável para determinação da curva das curvas tempo-temperatura-propriedades.

**Palavras-chave:** liga AA204, homogeneização, envelhecimento, taxa de resfriamento, planejamento de experimentos, curvas tempo-temperatura-propriedade.

### ABSTRACT

SILVA, A. EFFECT OF COOLING RATES ON MECHANICAL AND ELECTRICAL **PROPERTIES OF ALLOY AA2024.** 2017 113p. Thesis (Doctorate in Materials for Engineering). Universidade Federal de Itajubá, Itajubá – MG, 2017.

Heat treatable aluminum alloys are of great industrial interest. Research involving the relation between the alloy (composition), the manufacturing process and properties are of academic and industrial interest, because they aim at reverse engineering. In other words, allow from the desired property to determine the conditions/parameters to be used in alloy processing. One important step in the manufacturing process of these alloys is the homogenization, since the microstructure as cast presents large concentration gradients, presence of interdendritic intermetallic phases and presence of eutectic of low melting point, giving the material low workability, and it can not be submitted to direct processing. In addition, the elements responsible for the formation of the hardening precipitates are retained in eutectic interdendritics and distributed in heterogeneous form, so that they can not contribute to the increase of the mechanical properties during the thermal treatment of aging carried out in the final product. Therefore, the cast alloy needs to be subjected to the homogenization heat treatment prior to extrusion or rolling. This work aimed to evaluate the influence of the cooling rates after the solidification and after the homogenization in the properties after the aging of the AA2024. Through of the design of experiments the combination of the time and the most efficient soaking temperature of the homogenization step for different cooling rates after solidification was defined. To evaluate the influence of the cooling rate after homogenization the alloy was tempered in different means and the quench sensitivity of the AA2024 aluminum alloy was evaluated through time-temperature-properties curves. For the conditions studied in this work it can be concluded that the increase of the quenching rate increases the microhardness and decreased the electrical conductivity of the alloy. It can also be concluded that the quenched quenching method was suitable for determination of time-temperature-properties curves and that the use of the non-destructive technique of electrical conductivity measurements by parasitic currents is feasible to determine the time-temperature-properties curve.

**Keywords:** AA2024 alloy, homogenization, aging, rate cooling, design of experiments, the time-temperature-properties curve.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 – Fluxograma do processo de produção típico das ligas de alumínio da série	10
$\Sigma$	19
Figura 2.2 – Representação esquemática da estrutura bruta de fusão de uma liga	21
Figura 2.3 – Parte do diagrama de fases Al-Cu evidenciando as faixas de temepratura para	1
tratamnentos térmicos de uma liga com 4,1%Cu	24
Figura 2.4 – Variação do perfil de concentração de soluto na homogeneização	28
Figura 2.5 – Cisalhamento de uma partícula causada pela passagem de uma	
discordância	33
Figura 2.6 – Precipitados sendo contornados pela passagem de uma discordância (Mecani	smo
de Orowan);	33
Figura 2.7 – Tensão em função do tamanho do precipitado	34
Figura 2.8 – Formação das correntes parasitas: (a) campo magnético gerado na sonda;	
(b) correntes parasitas são formadas no material; (c) campo magnético	
secundário gerados pelas correntes parasitas	36
Figura 2.9 – Perfil de dureza e condutividade elétrica da liga de alumínio AA7010 em	
diferentes fases do tratamento térmico de envelhecimento	37
Figura 3.1 – Esquema representativo da medida do espacamento dendrítico primário	
utilizando o método do triângulo	49
Figura 3.2 – Placa de aquisição de dados da marca National Instruments, modelo NI9213.	51
Figura 3.3 – Fluxograma do procedimento experimental do 1º grupo de experimentos	52
Figura 3.4 – Molde utilizado para solidificar a liga de alumínio AA2024 refundida	54
Figura 3.5 – Representação esquemática do lingote obtido e do corte das amostras.	
Figura 3.6 – Dimensão das amostras obtidas do lingote.	
Figura 3 7 – Fluxograma do procedimento experimental do $2^{\circ}$ grupo de experimentos	59
Figura 3.8 – Esquema do procedimento experimental realizado para obtenção das taxas	
de têmpera detalhando as temperaturas e tempos utilizados	60
Figura 3.9 – Representação do método de têmpera interrompida detalhando os tempos e a	s
temperaturas utilizadas	61
Figura 4.1 – Microestrutura da liga A A 2024 T351 conforme recebida com corte longitudi	nal a
direção de laminação. Ataque Keller 10s	63
Figura 4.2 – (a) Microestrutura da liga de alumínio A A 2024 T351 conforme recebida con	0 <i>5</i> າ
corte longitudinal a direção de laminação (b) Destaque para a região varrida	no
line scan	64
Figure $4.3 - (a)$ Perfil de distribuição dos principais elementos da liga $\Lambda \Lambda 2024$ T351	07
conforme recebida (b) Ampliação da linha do varredura	64
Figure 4.4 Microestruture do alumínio comercialmente puro (A1 CP) conforme recebido	0 <del>4</del>
Ataque Keller 10s	). 65
Figure 4.5 Termograme de DSC de empetre de lige de elumínio AA2024 brute de	05
rigura 4.5 – Termograma de DSC da amostra da liga de alumino AA2024 bruta de	67
Solidificação.	0/
Figura 4.6 – Microgranas oblidas por MO da liga de alumínio AA2024 bruta de solicitica more os condicões: (a) $\Lambda$ (b) D o (a) C	çao
para as condições: (a) A, (b) B e (c) C	/0
Figura 4. / – Micrografias obtidas por MEV da liga de aluminio AA2024 bruta de	71
solidificação para as condições: (a) A, (b) B e (c) C	/1
Figura 4.8 – Mapeamento dos principais elementos (cobre, magnésio, manganês, ferro e	
silicio) da liga de alumínio AA2024 bruta de solidificação solidificada nas	
condição A, B e C	/3
Figura 4.9 – Analise de EDS (line scan) da liga de alumínio AA2024 solidificada nas	
condições A, B e C mostrando o perfil de distribuição dos elementos: alumí	nıo,

	cobre, magnésios, ferro silício e manganês	4
Figura 4.10 -	- Micrografia obtida por MEV/EDS dos precipitados encontrados na liga de	
	alumínio AA2024 bruta de solidificação75	5
Figura 4.11 -	<ul> <li>Representação esquemática da sequência da homogeneização utilizando DOE</li></ul>	7
Figura 4.12 -	- Microestrutura da liga de alumínio AA2024 bruta de solidificação, solidificada na condição A ( $\lambda_1 = 72.0 \pm 19.1 \text{ µm}$ )	2
Figura 4.13 -	<ul> <li>Microestrutura da liga de alumínio AA2024 bruta de solidificação, solidificada na condição A e homogeneizada nas condições: (a) à 498°C por 10 horas;</li> <li>(b) à 498°C por 30 horas; (c) à 486°C por 10 horas; (d) à 486°C por 30 horas e restriadas ao ar</li> </ul>	, ,
Figura 4.14 -	- Representação da sequência dos processos de fabricação detalhando as	n
Figura 4.15 -	<ul> <li>Microestrutura da liga de alumínio AA2024 após homogeneização à 498°C por 10 horas: (a) condição de solidificação A. (b) condição de solidificação C8</li> </ul>	1
Figura 4.16 -	<ul> <li>Microestrutura da liga de alumínio AA2024 solidificada na condição A, após homogeneização à 486°C por 10 horas</li> </ul>	1
Figura 4.17 -	<ul> <li>Microestrutura da liga de alumínio AA2024 solidificada na condição A, após homogeneização à 498°C por 10 horas</li> </ul>	2
Figura 4.18 -	<ul> <li>Microestrutura da liga de alumínio AA2024 solidificada na condição C, após homogeneização à 486°C por 30 horas</li></ul>	2
Figura 4.19 -	<ul> <li>Microestrutura da liga de alumínio AA2024 solidificada na condição C, após homogeneização a 498°C por 10 horas</li></ul>	3
Figura 4.20 -	- Parâmetros da otimização	9
Figura 4.21 -	- Cinética de homogeneização da liga de alumínio AA2024 para diferentes	0
Figura 4.22 -	- Curvas de resfriamento após a homogeneização da liga de alumínio AA2024 para diferentes meios	3
Figura 4.23 -	- Taxas de resfriamento após a homogeneização da liga de alumínio AA2024 para diferentes meios	3
Figura 4.24 -	- Microdureza Vickers da liga de alumínio AA2024 homogeneizada a 498°C por 22 horas, temperada em diferentes meios e envelhecida a 190°C por 8 horas	5
Figura 4.25 -	<ul> <li>Condutividade elétrica da liga de alumínio AA2024 homogeneizada a 498°C por 22 horas, temperada em diferentes meios e envelhecida a 190°C por 8 horas.</li> </ul>	6
Figura 4.26 -	- Microdureza (HV) e condutividade elétrica da liga AA2024 homogeneizada a 498°C por 22 horas, temperada em diferentes meios e envelhecida a 190°C por 8 horas	6
Figura 4.27 -	Influência do tempo de tratamento isotérmico na microdureza Vickers da liga de alumínio AA2024 a diferentes temperaturas	7
Figura 4.28 -	Influência do tempo de tratamento isotérmico na condutividade elétrica (%IACS) da liga de alumínio AA2024 a diferentes temperaturas	9
Figura 4.29 -	- Curva TTP para 85% da microdureza máxima da liga AA2024 após o tratamento isotérmico	9
Figura 4.30 -	- Curva TTP para 33,6 %IACS da liga AA2024 após o tratamento isotérmico	9
Figura 4.31 -	- Curva TTP ajustada para 85% da microdureza máxima da liga AA2024 após o tratamento isotérmico	l
Figura 4.32 -	- Curva TTP ajustada para ajustada para 33,6 % IACS da liga AA2024 após o	

tratamento isotérmico	
Figura 4.33 – Curvas TTP da condutividade elétricas pa	ra a liga AA2024102

### LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Composição química nominal da liga 2024 (% em peso)	19
Tabela 2.2 – Principais partículas primarias encontradas na liga AA2024 bruta de	
solidificação	26
Tabela 2.3 – Características das principais técnicas utilizadas DOE	40
Tabela 3.1 – Composição química da liga comercial Al 2024 T351 utilizada (% peso)	45
Tabela 3.2 – Composição química do Al-CP utilizado (% peso)	46
Tabela 3.3 - Fatores selecionados como variáveis de entrada e níveis de trabalho	55
Tabela 3.4 – Matriz de experimentos gerada pelo Minitab 17	57
Tabela 4.1 – Microdureza (HV) e Dureza (HB) da liga de alumínio AA2024 T351 e do	
Al-CP (bruto de solidificação) comparado com dados da literatura	66
Tabela 4.2 – Composição química por espectroscopia óptica da liga de alumínio AA2024 em diferentes condições	66
Tabela 4 3 – Taxas de resfriamento da solidificação $(\dot{T})$ tamanhos de grãos (TG)	
tamanhos de $\lambda_1$ e $\lambda_2$ e fração volumétrica de precipitados da liga de alumínio	(0)
AA2024 bruta de solidificação, solidificada nas condições A, B e C	68
Tabela 4.4 – Taxa de Restriamento durante a solidificação, espaçamento dendrítico	
primário, dureza (HB) e microdureza (HV) da liga AA2024 bruta de	
solidificação para as condições A, B e C	76
Tabela 4.5 – Precipitados encontrados na liga de alumínio AA2024 para diferentes condições	83
Tabela 4.6 – Fração volumétrica dos precipitados da liga de alumínio AA2024 bruta de	
solidificação com diferentes taxas de resfriamento da solidificação e	
diferentes tratamentos térmicos de homogeneização	84
Tabela 4 7 – Microdureza (HV) da liga de alumínio AA2024 bruta de solidificação com	
diferentes taxas de resfriamento da solidificação e diferentes tratamentos	
térmicos de homogeneização	85
Tabela 4.8 Condutividade elétrica da liga de alumínio A A 2024 e do A1 CP (bruto de	
solidificação) comparados com dados da literatura	85
Tabela 4.9 Condutividade elétrica (%IACS) da liga de alumínio AA2024 bruta de	
alidificação com diferentes taxas de resfriemente de solidificação e diferentes	20
solidificação com diferentes taxas de resinamento da solidificação e diferente	-06
tratamentos termicos de nomogeneização	80
Tabela 4.10 – Matriz de experimentos gerada atraves do software Minitab 1 / com os	07
resultados experimentais.	8/
Tabela 4.11 – Resultado da análise de variância.	88
Tabela 4.12 – Coeficientes de difusão dos principais componentes da liga AA 2024	90
Tabela 4.13 – Tempos de homogeneização da liga de alumínio AA2024 para diferentes condições	91
Tabela 4.14 – Taxas de resfriamento após a homogeneização da liga de alumínio AA2024	
para diferentes meios de resfriamento	94
Tabela 4.15 – Microdureza Vickers e condutividade elétrica da liga de alumínio AA2024	
homogeneizada a 498°C por 22 horas, temperada em diferentes meios e	
envelhecida a 190°C por 8 horas	94
Tabela 4.16 – Coeficientes da equação (2.15) determinados para a TTP da microdureza	100
Tabela 4.17 – Coeficientes da equação (2.15) determinados para a curva TTP da	101
Tabala 4.19 Estan de Ouerel O nore diferentes tous de marchimente en é	101
Tabela 4.16 – Falor de Quench Q para diferentes taxas de resiriamento apos a	102
Homogeneização	103
1 abeia 4.19 – Condutividade eletrica previstas pelo fator de <i>Quench</i> Q	.103

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Al-CP	Alumínio comercialmente puro
BSE	Back scattering electron (elétron retroespalhado)
CCD	Central Composite Design (Arranjo composto central)
CCC	Arranjo circunscrito
CCI	Arranjo inscrito
CCF	Arranjo de face centrada
DOE	Design of Experiments (Planejamento de Experimentos)
DSC	Differential scanning calorimetry (Calorimetria Exploratória Diferencial)
EDS	<i>Energy Dispersive x-ray Spectrometer</i> (Energia Dispersiva de Raios-x por Espectroscopia)
HB	Hardness Brinell (Dureza Brinell)
HV	Hardness Vickers (Dureza Vickers)
IMBEL	Indústria de Material Bélico do Brasil
LCE	Laboratório de Caracterização Estrutural
LMM	Laboratório de Metalurgia e Materiais
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MO	Microscopia ótica
MSR	Metodologia de superfícies de resposta
QFA	Quench Factor Analysis (Análise do Fator de Quench)
TG	Tamanho de grão
TTP	Tempo-temperatura-propriedade

# LISTA DE SÍMBOLOS

$\Delta t$	Intervalo de tempo determinado pela taxa de aquisição de dados
$A_0$	Amplitude inicial do perfil de concentração de soluto
$A_t$	Amplitude do perfil de concentração no tempo t
Ē	Concentração média de soluto
$C_M^0$	Concentração inicial máxima
$C_M^t$	Concentração máxima no tempo t
$C_m^0$	Concentração inicial mínima
$C_m^t$	Concentração mínima no tempo t
$C_0$	Concentração nominal da liga
Ст	é o tempo crítico necessário para formar uma quantidade constante de uma nova fase ou reduzir a resistência por uma quantidade específica
D	Coeficiente de difusão
$D_0$	Constante
E	Espaçamento dendrítico
е	Carga de um elétron
μ	Mobilidade dos elétrons
п	Número de transportadores de cargas por unidade de volume
σ	Condutividade elétrica
ρ	Resistividade elétrica
К	Constante dependente do tipo da liga
kı	Logaritmo natural da fração não precipitada, ou a taxa da propriedade correspondente à curva C em particular
$k_2$	Constante relativa ao número de sitios de nucleação
k3	Constante relativa à energia necessária para formar um núcleo
<i>k</i> 4	Constante relativa à temperatura solvus
<i>k</i> 5	Constante relativa à energia de ativação da difusão
Pp	Propriedade prevista
Pmáx	Propriedade máxima
q	Fator de <i>quench</i>
Q	Fator de quench cumulativo
Q	Energia de ativação para difusão
R	Constante dos gases
t	Tempo
Т	Temperatura
Ť	Taxa de resfriamento ou taxa de solidificação
$\lambda_1$	Espaçamento dendrítico primário
$\lambda_2$	Espaçamento dendrítico secundário

# SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	16
1.1	Motivação.	17
1.2	Objetivo	18
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	19
2.1	Liga 2024	19
2.2	Segregações de soluto na solidificação	.20
2.3	Homogeneização	23
2.3.1	Evolução da microestrutura na homogeneização	25
2.3.2	Cinética da Homogeneização	27
2.4	Endurecimentos por precipitação	30
2.5	Condutividade e resistividade elétrica em metais	34
2.6	Planejamentos de experimentos	39
2.6.1	Metodologia de superfície de resposta	40
2.7	Fator de Quench	42
3	MATERIAIS E MÉTODOS	.45
3.1	Materiais	.45
3.1.1	Liga de alumínio AA2024 T351	45
3.1.2	Alumínio comercialmente puro	.45
3.2	Métodos	46
3.2.1	Técnicas de caracterização	46
3.2.1.1	Microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura	46
3.2.1.2	Análise química da liga AA2024	47
3.2.1.3	Análise de calorimetria exploratória diferencial	47
3.2.1.4	Medidas de condutividade elétrica	48
3.2.1.5	Ensaio de microdureza Vickers de dureza Brinell	48
3.2.1.6	Metalografia quantitativa	48
3.2.1.6.1	Determinação do tamanho de grão	48
3.2.1.6.2	Determinação dos espaçamentos dendríticos	49
3.2.1.6.3	Determinação da fração volumétrica dos precipitados	50
3.2.1.7	Aquisição dos perfis de temperatura	50
3.2.2	Caracterização da liga AA2024 e do alumínio comercialmente puro conforme	<b>7</b> 1
2 2 2	receptions.	
3.2.3	Procedimento experimental do 1º Grupo de Experimentos	
3.2.3.1 2.2.2.2	Corte o obtanção das amostras	
3.2.3.2	Dianajamento de experimentos	
3.2.3.3	Praeedimento de experimental de 2º grupe de experimentas	دد 50
3.2.4	Procedimento experimental do 2- grupo de experimentos	
J.2.4.1	experimentos	50
3242	Corte e obtenção das amostras	
3243	Têmpera em diferentes mejos	
3.2.7.3	Método de têmpera interrompida	.00
<u>J</u> . <u>2</u> . <u></u> . <u></u>	RESULTADOS E DISCUSSÃO	
4.1	Condições conforme recebido: caracterização da liga de alumínio A A 2024	
101	e do alumínio comercialmente	.62
4.1.1	Análise Microestrutural	
4.1.2	Microdureza Vickers (HV)	.64
	$\sim$ /	

4.2	Primeiro grupo de experimentos	66
4.2.1	Análise química	66
4.2.2	Calorimetria exploratória diferencial (DSC)	67
4.2.3	Caracterização da liga AA2024 na condição bruta de solidificação	67
4.2.3.1	Metalografía quantitativa	67
4.2.3.2	Análise Microestrutural	69
4.2.3.3	Dureza Brinell (HB) e Microdureza Vickers (HV)	76
4.2.4	Caracterização da liga AA20224 na condição homogeneizada	77
4.2.4.1	Análise microestrutural	76
4.2.4.2	Fração volumétrica de precipitados	
4.2.4.3	Microdureza Vickers (HV).	
4.2.5	Condutividade elétrica	85
4.2.6	Resultado do planejamento de experimentos (DOE)	
4.2.7	Estudo da cinética de homogeneização	89
4.3	Segundo grupo de experimentos	
4.3.1	Influência das taxas resfriamento na microdureza e na condutividade elét	rica da
	liga de alumínio AA2024	
4.3.2	Determinação das curvas Tempo-Temperatura-Propriedade	97
5	CONCLUSÃO	104
6	REFERÊNCIAS	106

# 1 INTRODUÇÃO

A indústria habitualmente associa o alumínio a outros metais de engenharia, como o cobre, o zinco e o manganês, para gerar as chamadas ligas. De acordo com os elementos associados, as ligas possuem vantagens sobre o alumínio puro, como maior resistência mecânica, menor resistência à corrosão, maior fluidez no preenchimento de moldes etc. (HATCH, 1993; ASM Handbook, 1990). Uma das principais ligas da atualidade é a liga AA2024. Estas ligas são produzidas a partir de lingotes cujas estruturas são muito alteradas, durante o processamento, pelas várias operações e tratamentos térmicos aos quais elas são submetidas (POLMEAR, 2006; SHEPPARD, 1993; LI, 1993). A rota de processamento dessas ligas, segundo Schloth, (2015), pode ser descrita por duas etapas principais: o processo primário e o secundário. O processamento primário controla a composição química das ligas e a estrutura de grãos e envolve os processos de fundição, homogeneização, trabalho a quente e a frio. O secundário envolve o tratamento de endurecimento por precipitação (SCHLOTH, 2015). Sendo que a etapa de endurecimento, que melhora as propriedades mecânicas da liga, é fortemente dependente do processamento primário.

O tratamento térmico de homogeneização é de extrema importância uma vez que a microestrutura bruta de solidificação dessas ligas apresenta grandes gradientes de concentração, presença de fases intermetálicas interdendríticas e presença de eutético de baixo ponto de fusão, conferindo ao material baixa trabalhabilidade, não sendo possível submetê-lo ao processamento direto. Além disso, os elementos Cu e Mg responsáveis pela formação dos precipitados endurecedores estão presos em eutéticos interdendríticos e distribuídos de forma heterogênea, de maneira que não possam contribuir para o aumento das propriedades mecânicas durante o tratamento térmico de envelhecimento realizado no produto final. Portanto, a liga bruta de solidificação necessita ser submetida ao tratamento térmico de homogeneização antes da extrusão ou laminação (SHEPPARD, 1993; SHABESTARI et al., 2014; PAREL et al., 2010).

O fato da homogeneização depender essencialmente da difusão de átomos, que por sua vez é um fenômeno ativado termicamente, sugere que a otimização do processo de homogeneização é obtida com tratamentos em temperaturas mais altas possíveis. Mas existe o risco de se atingir a temperatura em que ocorra a fusão local devido a presença de eutéticos, o que pode induzir vazios, rachaduras e bolhas durante a extrusão (GOLDENSTEIN et al., 2000).

Além da temperatura, o grau de homogeneização também está relacionado com o tamanho do espaçamento dendritico e com a difusividade dos elementos e a sua capacidade para difundir na matriz (GUPTA et al., 2005). Em geral, quanto mais grosseira a estrutura

dendrítica, maior a segregação e mais difícil será a homogeneização, uma vez que as distâncias para a difusão dos átomos, tornam-se maiores (HATCH, 1993).

Geralmente, quanto maior o tempo de encharque melhor a homogeneização da microestrutura, porém tempos demasiadamente longos não são desejáveis pois envolvem maiores gastos de energia. Por muito tempo a duração da homogeneização era determinada pelo método de tentativa e erro ou por regras empíricas muito simples. No entanto, a fabricação de ligas com qualidade, com menor consumo de energia, requer uma determinação mais precisa do tempo de homogeneização (HATCH, 1993; NAYAN et al., 2010). A previsão do tempo de homogeneização tem sido feita através de equações disponíveis na literatura (GUPTA et al., 2005; LIU et al., 2009; DENG et al., 2012; JIANG et al, 2013; LI et al., 2014; LIU et al., 2014; ZHANG et al., 2015; QING et al., 2016).

A etapa de resfriamento da homogeneização também é de grande importância, pois a taxa de resfriamento controla a precipitação dos elementos de liga que estão em solução sólida.

### 1.1 Motivação

A homogeneização promove a liberação dos elementos endurecedores que estão segregados nos contornos de grão e nos precipitados de segunda fase, assim propriedades mecânicas superiores, como limite de elasticidade e resistência à tração, são alcançadas após o envelhecimento.

Como se trata de difusão, ou seja, de uma condição termodinâmica, as formas mais imediatas seriam aumentar a temperatura e o tempo. Mas aumentar a temperatura pode ocorrer fusão local devido a presença de fases de baixo ponto de fusão, e aumentar o tempo significa mais gastos de energia e de tempo uso dos fornos.

Embora muitos estudos tem sido realizados sobre a homogeneização de ligas de alumínio (HUANG et al., 2008; ENGLER et al., 2013; WEISS e KVAPILOVA, 2013; ASENSIO-LOZANO et al., 2014; LIU et al., 2014; WANG et al., 2014), informações sobre a otimização dos parâmetros de processo como: tempo, temperatura e taxa de resfriamento após a homogeneização ainda são escassos. Além disso, a influência da taxa de resfriamento da solidificação (que reflete no tamanho dos espaçamentos dendríticos e na espessura dos precipitados) no tempo e na temperatura de encharque não está bem definida.

Outro grande problema que ainda existe é quanto ao controle das propriedades mecânicas, tanto durante a produção quanto durante o uso. Pois em se tratando de mecanismos que são dependentes da temperatura, com o uso pode haver variações.

As técnicas usuais para acompanhar as mudanças microestruturais em função dos tratamentos térmicos de ligas de alumínio como MEV, TEM e Raios X são destrutivas, caras e demoradas. Neste sentido, há necessidade de usar algumas técnicas não destrutivas. Dentre elas uma de destaque é a de condutividade por correntes parasitas. No entanto, existe contestações, alguns autores afirmam que há uma boa relação linear entre a condutividade elétrica e as propriedades mecânicas, para situações específicas. Outros autores já não encontraram relação entre a condutividade elétrica e as propriedades mecânicas, para situações para monitoramento de tratamentos térmicos de ligas de alumínio são voltados para o tratamento de envelhecimento. A informação disponível sobre os efeitos do tratamento de homogeneização na resistividade/condutividade elétrica é escassa na literatura, especialmente no caso de ligas de alumínio da série 2XXX.

### 1.2 Objetivo

- Avaliar a influência das taxas de resfriamento após a solidificação e após a homogeneização nas propriedades depois do envelhecimento.

- Obter a previsão/otimização do conjunto temperatura e tempo para maior eficiência do processo de homogeneização.

- Obter a curva tempo-temperatura-propriedade (TTP) para a liga AA2024 usando a condutividade elétrica por correntes parasitas.

# 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

## 2.1 Liga 2024

A liga de alumínio AA2024 tem sido uma das ligas mais amplamente utilizadas na construção da fuselagem de aviões devido a sua excelente tolerância ao dano e alta resistência à propagação de trincas em fadiga. A composição química nominal da liga 2024 é mostrada na Tabela 2.1 (VERLINDEN et al., 1990; SHEPPARD, 1993; ASM Handbook, 1990).

	Cu	Mg	Mn	Si	Fe	Cr	Zn
Min.	3,80	1,20	0,30				
Máx.	4,90	1,80	0,90	0,50	0,50	0,10	0,25

Tabela 2.1 - Composição química nominal da liga 2024 (% em peso).

Fonte: Adaptado de (ASM Handbook, 1990)

Estas ligas são produzidas a partir de lingotes cujas estruturas são muito alteradas, durante o processo de produção, pelas várias operações de trabalho e tratamentos térmicos aos quais elas são submetidas (POLMEAR, 2006; SHEPPARD, 1993; LI, 1993). Segundo Schloth, (2015) a rota de processamento dessas ligas pode ser descrita por duas etapas principais: o processo primário e o tratamento de endurecimento por precipitação, como mostrado na Figura 2.1 (SCHLOTH, 2015).



Figura 2.1 – Fluxograma do processo de produção típico das ligas de alumínio da série 2xxx.

Fonte: Adaptado de (Schloth, 2015)

O processamento primário envolve os processos de fundição, homogeneização e trabalho a quente e a frio. Estas etapas do processamento controlam a composição das ligas e a estrutura dos grãos (SCHLOTH, 2015). O endurecimento por precipitação é o tratamento térmico utilizado para melhorar as propriedades mecânicas das ligas de alumínio. Ele é composto por: tratamento térmico de solubilização, resfriamento rápido (têmpera) e tratamento térmico de envelhecimento (SCHLOTH, 2015; HATCH, 1993).

O tratamento térmico de homogeneização dessas ligas é de extrema importância, uma vez que a microestrutura bruta de solidificação apresenta grandes gradientes de concentração de soluto, presença de fases intermetálicas interdendríticas e presença de eutéticos de baixo ponto de fusão, conferindo ao material baixa trabalhabilidade, não sendo adequado submetê-lo ao processamento direto. Além disso, os elementos Cu e Mg responsáveis pela formação dos precipitados endurecedores estão parcialmente retidos em eutéticos interdendríticos e distribuídos de forma heterogênea, de maneira que não possam contribuir para o aumento das propriedades mecânicas durante o tratamento térmico de envelhecimento realizado no produto final. Consequentemente o material bruto de solidificação necessita ser submetido ao tratamento térmico de homogeneização antes da extrusão ou laminação (SHEPPARD, 1993; PAREL et al., 2010; SHABESTARI et al., 2014).

## 2.2 Segregação de soluto na solidificação

A maioria dos produtos metálicos passa em algum estágio de sua fabricação, pela transformação do estado líquido para o estado sólido. A estrutura que se forma imediatamente após a solidificação determina as propriedades do produto final, não somente no caso de peças de fundição que já apresentam essencialmente a forma definitiva, mas também naqueles produtos que serão trabalhados para a produção de chapas, fios ou forjados (PORTER e EASTERLING, 1992; GARCIA, 2007).

A solidificação de ligas metálicas corresponde na prática a um fenômeno de não equilíbrio. Durante o resfriamento de uma liga que atravessa o intervalo entre as temperaturas *solidus* e *liquidus*, o diagrama de fases indica que as composições de equilíbrio entre o sólido e o líquido variam a cada instante. Nos processos usuais de solidificação não há tempo suficiente para que toda a extensão das fases acompanhe estas variações de composições. Nota-se então que amostras brutas de fundição observadas a temperatura ambiente possuem variações de

composição ao longo de sua estrutura (GARCIA, 2007; HATCH, 1993; MARTORANO e CAPOCCHI, 2000).

Os tipos de microestruturas presentes em uma liga estão fortemente relacionados com a evolução da forma da interface entre o sólido e o líquido durante o processo de solidificação. O crescimento dendrítico é a forma mais comum encontrada de formação microestrutural em materiais fundidos e é a microestrutura encontrada na maioria das ligas de alumínio na condição bruta de fusão (HATCH, 1993).

Nos processos onde a solidificação ocorre através de uma interface sólido líquido dendrítica, a variação na composição pode ser aplicada a interface de apenas um braço dendrítico. Isso significa que a composição deste braço pode variar do seu eixo até a região entre braços dendríticos vizinhos. Este tipo de variação de composição química que ocorre dentro dos limites dos contornos de grão, ou seja, entre ramificações celulares ou dendríticas, é conhecida como microssegregação, segregação dendrítica ou zoneamento – *coring* (MARTORANO e CAPOCCHI, 2000).

Ligas formadas com estruturas completamente dendríticas apresentam no interior de cada grão uma rede de ramificações dendríticas, caracterizadas por espaçamentos interdendríticos primários, secundários e terciários que, juntamente com produtos segregados, porosidade e contornos de grão (Figura 2.2), caracterizam um arranjo estrutural responsável pelas características mecânicas resultantes (GARCIA, 2007). As dendritas são um tipo de estrutura ramificada semelhante a uma árvore (*dendrida*, em grego, significa árvore) (CAMPOS e DAVIES, 1978).



Figura 2.2 - Representação esquemática da estrutura bruta de fusão de uma liga.

Fonte: Adaptado de (GARCIA, 2007).

A taxa de resfriamento da solidificação determina a fração, o tamanho e a distribuição das fases intermetálicas formadas durante a solidificação (MOHAMED e SAMUEL, 2012)

Anyalebechi, 2003 investigou os efeitos da taxa de solidificação nas características das fases constituintes formadas durante a solidificação da liga de alumínio A356. Para tanto utilizou lingotes refrigerados unidirecionalmente com taxas de resfriamento de 0,2 - 7,5 K/s. Ele observou que tanto o tamanho da célula dendrítica como o tamanho das fases constituintes diminuíram exponencialmente com o aumento da taxa de solidificação. Também observou que o aumento da taxa de solidificação diminuiu as quantidades relativas das fases Mg<sub>2</sub>Si e  $\beta$ -Al<sub>9</sub>Fe<sub>2</sub>Si<sub>2</sub> mas aumentou a quantidade relativa da fase  $\pi$ -Al<sub>8</sub>Si<sub>6</sub>Mg<sub>3</sub>Fe formada durante a solidificação da liga de alumínio A356.

A influência da taxa de solidificação na microestrutura e nos parâmetros da solidificação da liga AA2024 foi estudada por Ghoncheh, 2014. Com seus resultados ele concluiu que o aumento da taxa de resfriamento refina todos os compostos intermetálicos e cria uma distribuição uniforme deles na microestrutura. Segundo o autor, o refinamento da estrutura dendrítica se deve a dois fatores: (1) a medida que a taxa de resfriamento aumenta, a quantidade de sítios potenciais para nucleação da fase Al- $\alpha$  primária é aumentada. Por conseguinte, a fração de dendritas primárias nucleadas aumenta para um volume constante de material fundido. Este evento leva ao refinamento da estrutura dendrítica e à redução do espaçamento dendrítico; (2) para taxas de resfriamento elevadas, o tempo de solidificação é pequeno assim não há tempo para a dendrita crescer. Esta condição de solidificação resulta em uma estrutura dendrítica fina.

O grau de refinamento das dendritas influência diretamente nos tratamentos térmicos posteriores dos produtos fundidos. Estas estruturas formam-se com um teor de soluto muito diferente da média da liga. Esta característica tem efeito direto nos tempos de homogeneização (MELO, 2005).

A microssegregação pode ser quantificada de diferentes maneiras: medida de fração volumétrica de segunda fase; levantamento de perfis de concentração através de braços dendríticos; levantamento de perfis de concentração em função da fração volumétrica acumulada de amostra e mapeamento bidimensional do campo de concentrações em uma estrutura dendrítica. A partir destes procedimentos alguns coeficientes são calculados para fornecer um número indicador da severidade de microssegregação (MARTORANO e CAPOCCHI, 2000).

## 2.3 Homogeneização

O tratamento térmico de homogeneização é uma parte integral da rota de processamento de muitas ligas de alumínio e tem como objetivo principal aumentar a trabalhabilidade da liga. Consiste das etapas de aquecimento, manutenção da liga a temperatura elevada (encharque) e resfriamento (HATCH, 1993; DONS, 2001; RINDERER, 2011; TOTTEN e MACKENZIE, 2003).

Na etapa de aquecimento do tratamento térmico de homogeneização eutéticos, que possuem baixa temperatura de fusão, presentes na microestrutura do fundido podem ser dissolvidas por difusão. Se a taxa de aquecimento é muito rápida, o eutético funde ao invés de se dissolver, o que, posteriormente conduz a defeitos na superfície do material após a extrusão. Nesta etapa também pode ocorrer precipitação de dispersóides, que terão nucleação e crescimento mais homogêneo se a taxa de aquecimento for lenta (DONS, 2001; LEŚNIAK e WOŹNICKI, 2012; RINDERER, 2011; POLMEAR, 2006).

A etapa de manutenção da liga a temperatura elevada (encharque) é a etapa chave para o desenvolvimento das partículas intermetálicas. A mudança da forma da partícula intermetálica é favorecida pelo maior tempo e temperatura de homogeneização (RINDERER, 2011).

O fato da homogeneização depender essencialmente da difusão de átomos, que por sua vez é um fenômeno ativado termicamente, sugere que a otimização do processo de homogeneização é conseguida com tratamentos feitos à temperaturas mais altas possíveis. Contudo existe o risco de se atingir a temperatura em que ocorra a fusão local devido a presença de eutético, que possuiu baixo ponto de fusão, o que pode induzir vazios, rachaduras e bolhas durante a extrusão (GOLDENSTEIN et al., 2000). No caso das ligas de alumínio da série 2XXX a faixa de trabalho é bastante estreita, como mostrado na Figura 2.3.



Figura 2.3 – Parte do diagrama de fases Al-Cu evidenciando as faixas de temepratura para tratamnentos térmicos de uma liga com 4,1%Cu.

Fonte: Adaptado de (ASM Handbook, 1991).

Geralmente, quanto maior o tempo de encharque maior a homogeneização da microestrutura, porém tempos demasiadamente longos não são desejáveis pois envolvem maiores gastos de energia. Até recentemente, a duração da homogeneização era determinada pelo método de tentativa e erro ou por regras empíricas muito simples. No entanto, a fabricação de ligas de qualidade com menor consumo de energia requer uma determinação mais precisa do tempo de homogeneização (HATCH, 1993; NAYAN et al., 2010). A previsão do tempo de homogeneização tem sido feita através de equações disponíveis na literatura por diversos autores (GUPTA et al., 2005; LIU et al., 2009; DENG et al., 2012; JIANG et al, 2013; LI et al., 2014; LIU et al., 2014; ZHANG et al., 2014; SHI et al., 2015; QING et al., 2016).

A etapa de resfriamento da homogeneização também é de grande importância, pois nesta etapa ocorre precipitação dos elementos de liga que estão em solução sólida. O objetivo é fazer as partículas pequenas o suficiente para serem dissolvidas durante o processamento posterior (extrusão/laminação) de modo que o endurecimento máximo possa ser alcançado no tratamento final de envelhecimento. Precipitados muito grandes devem ser evitados, pois são mais difíceis de serem redissolvidos durante a operação de extrusão. O tamanho e a distribuição desses precipitados depende da taxa de resfriamento. (STEINACHER, 2011; RINDERER, 2011).

A influência da taxa de resfriamento após homogeneização na microestrutura de lingotes da liga 2017A, destinados a extrusão, foi analisada por Woźnicki et al. (2016). O lingote foi resfriado com três taxas distintas após a homogeneização: na água, a 160°C/h e a 40°C/h. O autor concluiu que a taxa de resfriamento após homogeneização a 160°C/h é suficiente para a precipitação de partículas finas de fase  $\theta$ , enquanto o resfriamento a 40°C h provoca a precipitação de uma fração considerável de fase  $\theta$  na forma de partículas grandes nos limites dos grãos. As partículas finas de fase  $\theta$ , precipitadas durante o resfriamento a 160°C/h, dissolvem-se durante o aquecimento rápido subsequente. Segundo o autor, pode esperar-se que, no caso da aplicação desta taxa de resfriamento em condições industriais, a dissolução das partículas também ocorra durante o subsequente reaquecimento e extrusão dos tarugos.

Além dos parâmetros de processo como tempo e temperatura, o grau de homogeneização da liga também depende da sua microestrutura inicial (GUPTA et al., 2005; NAYAN et al., 2010). Segundo LIU (2014) e QING (2016), um pequeno aumento na espessura da região interdendritica leva a significativo aumento no tempo de dissolução.

Ensaios industriais geralmente mostram que propriedades mecânicas superiores, como limite de elasticidade e resistência à tração, são alcançadas após o envelhecimento ao usar tarugos homogeneizados em comparação com tarugo bruto de solidificação que foram simplesmente reaquecidos até à temperatura de extrusão (RINDERER, 2011). O acabamento superficial do material extrudado, redução da pressão de extrusão e maior velocidade de extrusão são outras vantagens da utilização de um material homogeneizado (RINDERER, 2011; HATCH, 1993; TOTTEN e MACKENZIE, 2003).

### 2.3.1 Evolução da microestrutura na homogeneização

A microestrutura da liga na condição bruta de solidificação, antes do tratamento térmico de homogeneização apresenta partículas intermetálicas que se formaram no final do processo de solidificação chamadas de partículas primárias ou constituintes. Em ligas comerciais de alumínio são encontrados dois tipos de partículas primárias: um grupo é geralmente insolúvel durante os tratamentos térmicos seguintes e o outro é geralmente solúvel desde que a quantidade de elementos de liga seja mantida abaixo dos limites de solubilidade (WANG e STARINK, 2005). As fases insolúveis surgem principalmente a partir de impurezas de Fe e/ou Si, que, nas ligas comerciais para aplicações estruturais, estão muitas vezes presentes devido ao elevado custo da redução dos níveis de impurezas (WANG e STARINK, 2005). Estes elementos de impurezas têm geralmente uma baixa solubilidade em alumínio (no caso do Fe cerca de 0,05% a 650°C) e precipitam como compostos intermetálicos grosseiros na matriz de Al durante a solidificação (SHABESTARI et al., 2014; ZHAO et al., 2015).

A microestrutura da liga de alumínio AA2024 bruta de solidificação é geralmente complexa devido a presença de muitos elementos de liga usados para melhorar as propriedades mecânicas (MRÓWKA-NOWOTNIK E SIENIAWSKI, 2013). Apesar dessas ligas terem sido descobertas há quase um século e a sua microestrutura já ter sido bastante estudada ainda há divergências na literatura sobre as fases que a compõe (GOLDENSTEIN et al., 2000; WANG e STARINK, 2005). As principais partículas primárias ou constituintes encontradas na microestrutura bruta de solidificação da liga AA2024 estão apresentadas na Tabela 2.2.

Partículas primárias	Referências			
θ-Al <sub>2</sub> Cu	(SHEPPARD, 1993; WANG E STARINK, 2005; MRÓWKA-NOWOTNIK e SIENIAWSKI, 2013; SHABESTARI et al., 2014)			
S-Al <sub>2</sub> CuMg	(SHEPPARD, 1993; WANG e STARINK, 2005; MRÓWKA-NOWOTNIK e SIENIAWSKI, 2013; SHABESTARI et al., 2014)			
AlCu <sub>2</sub> Fe	(WANG e STARINK, 2005)			
Al <sub>7</sub> Cu <sub>2</sub> Fe	(MRÓWKA-NOWOTNIK e SIENIAWSKI, 2013)			
AlCuFeMnSi	(MRÓWKA-NOWOTNIK e SIENIAWSKI, 2013)			
Al <sub>15</sub> (CuFeMn) <sub>3</sub> Si <sub>2</sub>	(SHABESTARI et al., 2014)			
Al <sub>12</sub> (Fe, Mn) <sub>3</sub> Si	(WANG e STARINK, 2005)			
Al <sub>20</sub> Cu <sub>2</sub> Mn <sub>3</sub>	(SHABESTARI et al., 2014)			
Al <sub>6</sub> MnFeCu	(SHEPPARD, 1993)			
Al <sub>5</sub> Si <sub>6</sub> Mg <sub>8</sub> Cu <sub>2</sub>	(SHEPPARD, 1993)			
Al <sub>3</sub> Cu <sub>2</sub> Mg <sub>8</sub> Si <sub>7</sub>	(MRÓWKA-NOWOTNIK e SIENIAWSKI, 2013)			
β-Mg <sub>2</sub> Si	(WANG e STARINK, 2005; MRÓWKA-NOWOTNIK e SIENIAWSKI, 2013; SHABESTARI et al., 2014)			

Tabela2.2 - Principais partículas primarias encontradas na liga AA2024 bruta de solidificação.

As transformações estruturais que ocorrem durante o tratamento de homogeneização, para o alumínio e as ligas de alumínio são: redistribuição de soluto por difusão (eliminação da microssegregação), formação de pequenos dispersóides e mudanças tanto na forma das partículas intermetálicas primárias, que tornam-se mais arredondadas e discretas, quanto na sua composição, que tende a se deslocar para as fases de equilíbrio (RINDERER, 2011).

Sheppard, (1993) observou a transformação das partículas primárias presentes na estrutura bruta de solidificação Al(CuSiMnFe) e Al<sub>6</sub>MnFeCu em Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe e FeMnAl<sub>6</sub> e a precipitação de Mn, da solução sólida supersaturada, na fase Al<sub>20</sub>Mn<sub>3</sub>Cu<sub>2</sub> após a homogeneização da liga de alumínio AA2024, tratado a 500°C por 24 horas e resfriada no forno com uma taxa de 0,054 °C/s.

A mudança na forma e composição química das partículas primárias foram observadas por Li e Arnberg (2003) em seu trabalho sobre a evolução das partículas primárias na liga AA3003 durante o aquecimento e a homogeneização a 600 °C. Por meio de medidas da fração por área e do diâmetro das partículas concluíram que durante a homogeneização as partículas primárias são engrossadas e esferoidizadas. As principais partículas primárias encontradas pelos autores na estrutura bruta de fusão foram Al<sub>6</sub>(Mn, Fe) e uma pequena fração de partículas primárias  $\alpha$ -Al (Mn, Fe) Si. Eles observaram que durante o tratamento térmico ocorreu transformação das partículas de Al<sub>6</sub>(Mn, Fe) em partículas de  $\alpha$ -Al(Mn, Fe)Si.

Eivani et al. (2009a) também observaram a ocorrência do arredondamento das partículas primarias ao estudarem o efeito do tratamento da homogeneização na evolução das partículas primarias localizadas nos contornos de grão da liga de alumínio AA7020. Eles observaram que a evolução das fases intermetálicas durante a homogeneização é largamente dependente da temperatura, que varia de esferoidização com dissolução insignificante a baixas temperaturas para a dissolução total durante a homogeneização a altas temperaturas.

Os dispersóides são formadas por uma reação sólido-sólido durante tratamento térmico de homogeneização. Muitas vezes têm uma composição semelhante à das partículas primárias, mas são muito menores, com tamanhos na faixa de 0,02-0,5 µm. O principal papel de tais dispersóides é controlar o tamanho de grão e retardar o processo de recristalização (RINDERER, 2011; WANG e STARINK, 2005).

### 2.3.2 Cinética da Homogeneização

Em estruturas dendríticas, geralmente, a microssegregação de solutos ocorre em torno de braços dendríticos, o que leva o perfil de concentração de soluto a apresentar uma variação senoidal, conforme mostra a Figura 2.4 (GARCIA, 2007; BISHOP e FLETCHER, 1972; PORTER e EASTERLING, 1992).



Fonte: Adaptado de (BISHOP e FLETCHER, 1972).

A concentração inicial de soluto (t=0), nessas condições, é dada por (GARCIA, 2007; PORTER e EASTERLING, 1992):

$$C_x^0 = \bar{C} + A_0 sen\left(\frac{\pi x}{\lambda}\right) \tag{2.1}$$

Onde  $\overline{C}$  é a concentração média de soluto e é igual a concentração nominal da liga  $C_0$  e  $A_0$  é a amplitude inicial do perfil de concentração de soluto (GARCIA, 2007).

A medida que o processo de difusão atua, a amplitude da onda senoidal (concentração máxima de soluto) diminui, enquanto o comprimento de onda (tamanho do espaçamento dendrítico) permanece o mesmo (GARCIA, 2007; BISHOP e FLETCHER, 1972). Como consequência pode–se estabelecer duas condições de contorno para o decaimento do perfil de concentração (GARCIA, 2007):

- i) A composição permanece constante e igual a  $C_0$  na posição x=0 ( $C_{x=0}^0 = C_0$ );
- ii) O pico da onda senoidal permanece no centro da região interdendrítica;

As mudanças que ocorrem no perfil de concentração de soluto em função do tempo podem ser analisadas pela segunda lei de Fick (GARCIA, 2007, BISHOP e FLETCHER, 1972; PORTER e EASTERLING, 1992):

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D\left(\frac{\partial^2 C}{\partial x^2}\right) \tag{2.2}$$

Utilizando a as condições de contorno e a equação (1) tem-se a seguinte solução para a segunda lei de Fick:

$$C_x^0 = C_0 + (C_M^0 - C_0) sen\left(\frac{\pi x}{\lambda}\right) exp\left(-\frac{4\pi^2 Dt}{\lambda^2}\right)$$
(2.3)

Em  $x = \frac{\lambda}{2}$  (região interdendritica) a concentração é máxima, assim:

$$C_{M}^{t} = C_{0} + (C_{M}^{0} - C_{0})exp\left(-\frac{4\pi^{2}Dt}{\lambda^{2}}\right)$$
(2.4)

$$\frac{C_M^t - C_0}{C_M^0 - C_0} = \exp\left(-\frac{4\pi^2 Dt}{\lambda^2}\right)$$
(2.5)

Sendo  $C_M^0 - C_0 = A_0$  (amplitude inicial) e  $C_M^t - C_0 = A_t$  (amplitude no tempo t), tem-

$$\frac{A_t}{A_0} = exp\left(-\frac{4\pi^2 Dt}{\lambda^2}\right) \tag{2.6}$$

D é o coeficiente de difusão e é dado por:

se:

$$D = D_0 exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \tag{2.7}$$

Onde:  $D_0$  é uma constante, Q é a energia de ativação para difusão, R é a constante dos gases e T é a temperatura.

Substituindo a Eq.(7) na Eq. (6), tem-se:

$$tempo = -\left(\frac{\lambda^2 \ln\left(\frac{A_t}{A_0}\right)}{4\pi^2 D_0 e^{\left(-\frac{Q}{RT}\right)}}\right)$$
(2.8)

A Equação (2.8) é bastante utilizada na estimativa de tempos e temperaturas para o tratamento térmico de homogeneização. A relação  $\frac{A_t}{A_0}$  é comumente chamada de índice de microssegregação residual (CAMPOS e DAVIES, 1978; GARCIA, 2007).

Estudos recentes descritos na literatura utilizaram a Equação 2.8 para estudar a cinética de homogeneização de diferentes ligas: (DENG et al., 2012; LIU et al., 2014; JIANG et al., 2013; LIU et al., 2009; LI et al., 2014). Para um índice de microssegregação residual de 1%, esses autores encontraram boa concordância entre os dados experimentais e teóricos.

## 2.4 Endurecimento por precipitação

O fenômeno foi observado pela primeira vez por um pesquisador alemão Dr. Alfred WiIm em 1906. Ele notou que uma liga de alumínio-cobre, que tinha sido temperada em água a partir de uma temperatura de cerca de 500°C, endureceu naturalmente, à temperatura ambiente após alguns dias. A resistência aumentada, desta forma, atingindo um máximo valor em apenas uma semana, foi posteriormente conhecido como o endurecimento por envelhecimento ou endurecimento por precipitação. Cerca de quatro anos depois WiIm transferiu os direitos exclusivos de sua patente para os *Diirener Metal Works*, na Alemanha, e a liga produzida foi nomeada duralumínio (TOTTEN e MACKENZIE, 2003).

O endurecimento por precipitação é o método mais eficaz para aumentar a resistência das ligas de alumínio. O tratamento térmico envolve normalmente os seguintes estágios (ASM Handbook, 1991; TOTTEN e MACKENZIE, 2003; POLMEAR, 2006):

1. Solubilização a uma temperatura relativamente elevada dentro da região de fase única do diagrama de fases, para dissolver os elementos de liga.

 Resfriamento rápido (têmpera), para se obter uma solução sólida supersaturada (SSSS) destes elementos na matriz de alumínio.

3. Decomposição controlada da SSSS para formar precipitados nanométricos coerentes com a matriz.

A solubilização consiste no aquecimento da liga a uma temperatura elevada, em geral próximo do ponto de fusão da mesma e manutenção a esta temperatura durante certo período de tempo. Como os coeficientes de difusão dos elementos de liga no alumínio aumentam com a temperatura, em altas temperaturas a difusão destes elementos é facilitada proporcionando a dissolução das fases secundárias, inicialmente presentes na liga, (COBEN, 1994; POLMEAR, 2006).

Por causa das temperaturas de tratamento térmico de solubilização estarem tão próximas da temperatura de fusão eutética, o controle da temperatura é parâmetro crítico na solubilização. Isto é especialmente verdadeiro para as ligas da série 2xxx. Neste grupo de ligas, a temperatura inicial de fusão eutética fica a apenas alguns graus acima da temperatura máxima recomendada, como mostrado na Figura 2.3. A temperatura eutética pode ser reduzida, devido à concentração de soluto localizada, causando fusão localizada. Esse fenômeno é comumente chamado de fusão incipiente. Quando isso ocorre, há uma diminuição significativa nas propriedades causando fusão localizada. Esse fenômeno é comumente. Quando isso ocorre, há uma diminuição significativa nas propriedades causando fusão localizada. Esse fenômeno é fusão incipiente. Quando isso ocorre, há uma diminuição significativa nas propriedades causando fusão localizada.

Uma temperatura de tratamento baixa, não permite que soluto suficiente entre em solução sólida. Isso significa que menos soluto estará disponível durante o endurecimento por precipitação subsequente (TOTTEN e MACKENZIE, 2003).

O tempo do tratamento térmico de solubilização necessário para efetuar um grau satisfatório de solubilização e para obter uma boa homogeneidade da solução sólida é uma função da microestrutura antes do tratamento térmico. Este requisito de tempo pode variar de menos de um minuto para chapas finas até 20 horas para fundidos em molde de areia ou molde de gesso (ASM Handbook, 1991).

Em seguida ao tratamento de solubilização a liga é resfriada rapidamente (desde a temperatura de solubilização até a temperatura ambiente) para reter tanto elementos de liga em solução quanto possível e assim produzir uma solução sólida supersaturada (COBEN, 1994). O resfriamento rápido é uma etapa crítica do tratamento porque é fundamental para manter em baixas temperatura a solução sólida supersaturada obtida em alta temperatura. Além disso, o resfriamento rápido permite manter a temperatura ambiente a mesma a concentração de lacunas existente em alta temperatura, e estas lacunas são muito importantes para acelerar o processo de difusão dos átomos de soluto que ocorre no envelhecimento (ASM Handbook, 1991; POLMEAR, 2006).

Geralmente, as melhores propriedades, como resistência e tenacidade são alcançadas com maiores taxas de resfriamento. Se o processo de resfriamento for demasiado lento, os elementos de liga irão difundir através da solução sólida e concentrar-se nos limites de grão, em vazios, partículas não dissolvidas ou outros locais de "defeito". (KAVALCO e CANALE, 2009). Porém taxas de resfriamento muito altas podem provocar distorções no material e gerar tensões residuais. O grau de distorção que ocorre durante a têmpera e a magnitude da tensão residual que se desenvolve nos produtos tende a aumentar com a taxa de resfriamento. Além

disso, máxima a taxa de resfriamento alcançável diminui à medida que a espessura do produto aumenta (LI, 1993).

Quando a liga está solubilizada, existe um período de tempo em que essa situação se mantém, antes que os elementos de liga comecem a precipitar. Em geral esse período de incubação dura de algumas horas a alguns dias (dependendo da quantidade e do tipo de elemento de liga dissolvido). No caso das ligas da série 2xxx, esse tempo é de apenas alguns minutos, por isso essas ligas são mantidas em baixa temperatura (-20 a -15°C) entre os tratamentos de solubilização e envelhecimento (TOTTEN e MACKENZIE, 2003).

A total solubilização da liga é fundamental para garantir que o envelhecimento realizado posteriormente, seja completamente controlado, de maneira que o tamanho, a forma dos precipitados e a sua distribuição na matriz de alumínio seja a mais adequada para obter a resistência máxima da liga (POLMEAR, 2006).

Após a solubilização e o resfriamento rápido inicia-se a última etapa do processo de endurecimento por precipitação, chamada envelhecimento ou precipitação. O envelhecimento poderá ocorrer de forma natural ou artificial, considerando-se natural a precipitação espontânea a temperatura ambiente e artificial realizada sob aquecimento (ASM Handbook, 1991).

O tratamento térmico de envelhecimento consiste na precipitação de outra fase, na forma de partículas extremamente pequenas e uniformemente distribuídas. Modernas técnicas experimentais mostraram que os processos de envelhecimento na maioria das ligas de alumínio são complexos e podem envolver várias etapas. No início do tratamento de envelhecimento, a reorganização dos átomos de soluto na matriz leva à formação das zonas de Guinier-Preston (GP). Essas zonas favorecem a formação de regiões com tensões coerentes que dificultam a movimentação das discordâncias e, portanto, conferem à liga o efeito de endurecimento. No decorrer do tratamento, as zonas GP são substituídas por precipitados semi-coerentes com a matriz. Esses precipitados favorecem o efeito de endurecimento da liga devido à distorção que causam na rede. O prolongamento do tempo de tratamento provoca o crescimento desses precipitados até a condição de estabilidade e incoerência com a matriz (HATCH, 1983).

A eficiência dos precipitados em barrar o movimento das discordâncias e aumentar a resistência mecânica da liga depende do seu tamanho e sua coerência com a matriz. Precipitados pequenos e coerentes com a matriz são cortados (cisalhados) pelas discordâncias. Precipitados grandes e incoerentes são contornados pelas discordâncias, esse fenômeno é conhecido como Mecanismo de Orowan (TOTTEN e MACKENZIE, 2003). Uma representação esquemática do cisalhamento dos precipitados e do Mecanismo de Orowan pode ser vistos nas Figuras 2.5 e 2.6 respectivamente.



Figura 2.5 – Cisalhamento de uma partícula causada pela passagem de uma discordância.

Fonte: Adaptado de (ASHBY, 1998).





Fonte: Adaptado de (Padilha, 1997).

Do início do tratamento até o pico de dureza, o mecanismo predominante é o de "corte de precipitados". Como o número de precipitados por unidade de volume aumenta e eles estão muito próximos, a tensão para as discordâncias curvarem os precipitados é maior do que para cortá-los. Com o aumento da fração de precipitados ocorrerá um endurecimento progressivo, até que a maior parte dos elementos de liga esteja combinada na forma de precipitados (TOTTEN e MACKENZIE, 2003). Do pico de dureza em diante ocorre a formação de precipitados não-coerentes em função da dissolução dos coerentes. Nesse ponto passa a predominar o mecanismo de Orowan. Esse mecanismo passa a ser predominante, e como nesse estágio do tratamento a distância entre precipitados aumenta, progressivamente, ocorre o amolecimento do material (superenvelhecimento). A Figura 2.7 apresenta a variação da tensão em função do tamanho dos precipitados. Dentre os mecanismos de endurecimento mencionados, o mais efetivo é o endurecimento por precipitação coerente, onde os precipitados são cortados pelas discordâncias (HATCH, 1983; COBEN, 1994; POLMEAR, 2006).



## 2.5 Condutividade e resistividade elétrica em metais

Os metais são classificados como materiais condutores e apresentam elevada condutividade elétrica, devido a facilidade com que elétrons se movimentam através da rede cristalina (SMALLMAN e BISHOP, 1999; PADILHA e SICILIANO, 2005). A condutividade elétrica de um metal ( $\sigma$ ) pode ser expressa como um produto do número de transportadores de cargas por unidade de volume (n), da carga de um elétron (e) e da mobilidade dos elétrons ( $\mu$ ). A equação resultante é dada por (KITTEL, 2005):

$$\sigma = n * e * \mu \tag{2.9}$$

Apesar de os metais serem excelentes condutores de eletricidade, eles não oferecem liberdade total à passagem dos elétrons pelo seu interior, pois sua microestrutura possui características que podem ou não favorecer a movimentação dos elétrons livres. Essa resistência a movimentação dos elétrons resulta do espalhamento dos elétrons por imperfeições da rede cristalina, incluindo átomos de impureza, vacâncias, átomos intersticiais, discordâncias, e mesmo as vibrações térmicas dos próprios átomos. Cada ocorrência de espalhamento faz com que o elétron perca energia cinética e mude a sua direção de movimento. A resistividade elétrica é definida como o inverso da condutividade e é resultado do espalhamento dos elétrons causado pelas imperfeições da rede cristalina (SMALLMAN e BISHOP, 1999; PADILHA e SICILIANO, 2005; HUMEL, 2004).

De acordo com a regra de *Matthiessen*, a resistividade total de um metal ( $\rho$ ) é a soma dessas contribuições (GRIMVALL, 1999; HUMMEL, 2004):

$$\rho = \rho_{th} + \rho_{imp} + \rho_{def} \tag{2.10}$$

Onde:  $\rho_{th}$  é a resistividade devido as vibrações térmicas da rede,  $\rho_{imp}$  é a resistividade devido aos átomos de impureza (átomos de soluto em solução sólida) e  $\rho_{def}$  é a resitividade referente aos defeitos cristalinos (contornos de grão, discordâncias, lacunas etc.)

As mudanças microestruturais que ocorrem no material durante os tratamentos térmicos provocam mudanças nas propriedades elétricas do mesmo. Neste sentido muitos estudos têm utilizado medidas de condutividade e de resistividade elétrica no monitoramento de tratamentos térmicos (como envelhecimento e homogeneização) de ligas de alumínio (SHIH et al., 1996; LI e ARNBERG, 2003; NIE et al., 2007; BIROL, 2009; ENGLER et al., 2013; DEHMAS et al., 2013; BIROL, 2013; PENG et al., 2015; ZHAO et al., 2015; PRABHU, 2016).

Entre as técnicas utilizadas para medidas de condutividade elétrica, o ensaio por correntes parasitas ou correntes de *Foucault*, tem sido amplamente utilizado em indústrias aeronáuticas, petroquímica e outras por ser um ensaio não-destrutivo, barato e de fácil execução (pode dar resultados imediatos, equipamentos portáteis, preparação mínima da peça a ser analisada). Esta técnica é utilizada para detecção de fissuras (trincas) superficiais, danos sub-superficiais e para monitoramento de tratamento térmico de ligas metálicas (RAO, 2011; GRIMBERG, 2011).

A medida de condutividade elétrica por correntes parasitas funciona com base nos princípios da indução eletromagnética. Nesta técnica, uma bobina (também chamada sonda ou sensor) é excitada com uma corrente alternada. Seguindo a lei de Ampère, esta corrente gera o campo magnético preliminar na vizinhança da bobina. Quando um material eletricamente condutor é trazido perto desta bobina, correntes parasitas são induzidas no material. Estas correntes parasitas geram um campo magnético secundário, mas na direção oposta ao campo magnético primário seguindo. A interação entre os campos magnéticos muda a impedância da bobina. A presença de trincas, vazios, inclusões, átomos de impureza e tensões localizadas

alteram a condutividade elétrica causando distorção das correntes parasitas e assim alteram a impedância da bobina (CATTANI e VANNUCCI 2014; RAO, 2011). Uma representação da geração de correntes parasitas em um material condutor está apresentado na Figura 2.8.



Figura 2.8 - Formação das correntes parasitas: (a) campo magnético gerado na sonda; (b) correntes parasitas são formadas no material; (c) campo magnético secundário gerados pelas correntes parasitas.

Fonte: Adaptado de (Cattani e Vannucci, 2014).

Na inspeção por correntes de Foucault, frequentemente faz-se uso da medição com base no Padrão Internacional de Cobre Recozido (*International Annealed Copper Standard – IACS*). Neste sistema, a condutividade do cobre puro recozido é classificado em 100%, e as condutividades de outros metais e ligas metálicas são expressos como uma percentagem deste padrão. Assim, a condutividade do alumínio não ligado, por exemplo, é 61% IACS, ou 61% do cobre puro (ASM Handbook, 1989).

A medida de condutividade elétrica por correntes parasitas tem sido utilizada, já há algum tempo, para acompanhar os tratamentos térmicos de envelhecimento em ligas de alumínio (ROSEN et al., 1982; SALAZAR-GUAPURICHE, 2006; ABBASIAN et al., 2015; PRABHU, 2016)

A influência da cinética de precipitação durante o envelhecimento da liga de alumínio AA2024 na condutividade elétrica, medida por correntes de Foucault, e na dureza foi investigada por Rosen et al. (1989). Eles utilizaram temperaturas de envelhecimento entre a temperatura ambiente e 190°C e realizaram-se medições em amostras não deformadas e deformadas plasticamente (3% de deformação permanente). Os seus resultados mostraram que uma determinada propriedade mecânica, tal como dureza, pode ser associada com uma ampla
variedade de valores de condutividade na condição de envelhecimento final. Segundo os autores estas diferentes condutividades são um reflexo das diferenças na microestrutura do material. Eles concluíram que um único teste, tal como dureza ou condutividade elétrica, não determina por si só o estado do material.

Salazar-Guapuriche et al., (2006) investigaram a resistência à tração, a dureza e condutividade elétrica da liga de alumínio AA7010 em diferentes fases do tratamento térmico de envelhecimento com o objetivo de correlacionar a resistência com a dureza e com a condutividade elétrica de modo que a resistência da liga pudesse ser determinada de forma não destrutiva. A Figura 2.9 mostra o perfil de envelhecimento da liga de alumínio AA7010, obtida pelos autores, onde a dureza e a condutividade elétrica variam progressivamente com o envelhecimento natural, com o envelhecimento artificial e com o superenvelhecimento. Embora a relação nas condições de envelhecimento natural e superenvelhecimento mostrem um comportamento quase linear, a relação geral entre a dureza e a condutividade elétrica não é linear. Logo, os autores concluíram que não é possível que qualquer uma destas variáveis seja prevista a partir de outra sem alguma informação adicional.



Figura 2.9 - Perfil de dureza e condutividade elétrica da liga de alumínio AA7010 em diferentes fases do tratamento térmico de envelhecimento

Fonte: Adaptado de (Salazar-Guapuriche et al., 2006).

Oppenheim et al. (2007) estudaram a influência da variação dos parâmetros de processamento térmico sobre as propriedades físicas e mecânicas das ligas de alumínio AA6061 e AA7249. Eles variaram as temperaturas de solubilização, meios de têmpera e condições de envelhecimento e avaliaram a influência da variação destes parâmetros na resistência à tração, na resistividade elétrica e na dureza da liga. Com os resultados obtidos os autores não

encontraram uma correlação significativa entre a tensão de escoamento, a tensão máxima e a condutividade elétrica para as duas ligas estudadas.

A caracterização das propriedades das ligas de alumínio da série 2xxx (AA2014, AA2024 e AA2219) pelos ensaios não destrutivos corrente de Foucault e técnicas ultrassônicas, foi realizada por Tariq et al. (2012). Eles propuseram estabelecer uma correlação entre a dureza e as microestruturas das ligas com a condutividade elétrica e parâmetros acústicos, com o intuito de forma não destrutiva, a dureza (ou resistência). As três ligas foram solubilizadas e envelhecidas a temperaturas específicas nos tempos de 1 a 16 h. Nas condições estudas os autores encontraram uma boa relação (usando ajuste polinomial) entre a dureza e a condutividade elétrica para as ligas AA2014 e AA2024.

Abbasian et al. (2015) investigaram a aplicabilidade do método não-destrutivo de corrente de Foucault para avaliar o processo de envelhecimento da liga de alumínio AA7075. A liga foi solubilizada a 480°C por 1 hora, resfriada em água e envelhecida a 200, 170, 140, 110 e 80°C durante 8 h. As medidas de condutividade, por corrente de Foucault, foram realizadas na liga envelhecida. Os autores demonstraram que o método de correntes de Foucault é efetivamente capaz de separar amostras com diferentes graus de envelhecimento devido à mudança de condutividade elétrica durante o processo de envelhecimento.

Prabhu (2016) em seu estudo a respeito dos efeitos do tempo de envelhecimento sobre as propriedades mecânicas de barras cilíndricas da liga de alumínio AA2219 com diferentes diâmetros (25, 50, 75 e 120 mm), também investigou a correlação entre a condutividade elétrica das barras cilíndricas com as propriedades mecânicas. Com os resultados obtidos o autor concluiu que existe uma relação quase linear entre os valores de resistência/dureza e condutividade elétrica para os seguintes parâmetros de tratamento térmico: temperatura de solubilização de 535°C, temperatura de envelhecimento de 191°C e tempo de envelhecimento de 23 horas.

Essa técnica também tem sido utilizada para monitorar os tratamentos térmicos de homogeneização em ligas de alumínio.

Eivani et al. (2009b) avaliaram os efeitos da composição química e do tratamento térmico de homogeneização sobre a evolução da resistividade elétrica da liga de alumínio AA7020. Os autores propuseram utilizar a medida de resistividade elétrica como meio indireto de otimização do tratamento de homogeneização. Para tanto, estabeleceram a correlação entre resistividade elétrica, formação de dispersóides e dissolução de partículas. A homogeneização a 550°C por 24 horas foi o tratamento ótimo proposto pelos autores para a liga AA7020, baseado na observação da resistividade elétrica. Para estes parâmetros de tratamento eles

observaram o menor valor de condutividade elétrica o que resulta na maior fração volumétrica de dispersóides. Os autores também observaram que a resistividade elétrica da liga diminuiu à medida que o tempo de homogeneização aumentou, por causa da diminuição de Zr e Cr na estrutura devido a formação de pequenos dispersóides contendo Zr e Cr a baixas temperaturas.

Gaosong et al. (2014) estudaram o efeito do tratamento térmico de homogeneização na microestrutura e condutividade elétrica da liga de alumínio AA7075 preparada por fundição eletromagnética de baixa frequência (LFEC) e por fundição direta convencional (DC). A liga foi submetida a homogeneização em uma única etapa a 465°C para diferentes tempos de encharque e homogeneização em três etapas. Os seus resultados mostraram que a amostra na condição bruta de solidificação apresenta a condutividade elétrica mais baixa e que a condutividade das amostras aumenta com o prolongamento do tempo de homogeneização, o eutético de não equilíbrio é dissolvido, e durante o resfriamento essa fase é precipitada na matriz, o que reduz a distorção da rede e melhora a condutividade das ligas.

Como exposto, medidas de condutividade elétrica por meio de correntes parasitas têm sido utilizada para avaliar tratamentos térmicos de envelhecimento e, em geral, utilizada em conjunto com técnicas destrutivas, como ensaio de dureza e/ou tração. No entanto, ainda não existe um consenso, existem autores que afirmam que não há uma relação linear entre a condutividade elétrica e as propriedades mecânicas. Já outros encontraram uma boa relação entre a condutividade elétrica e as propriedades mecânicas, para situações específicas.

Além disso a informação disponível sobre os efeitos do tratamento de homogeneização na resistividade/condutividade elétrica é escassa na literatura, especialmente no caso de ligas de alumínio da série 2XXX (muitos elementos de liga) a maioria é para baixa concentração de elementos de liga.

## 2.6 Planejamento de experimentos

Experimentos são realizados por pesquisadores em praticamente todos os campos de pesquisa, geralmente para descobrir algo sobre um determinado processo ou sistema. Um experimento pode ser definido como um teste ou uma série de testes em que mudanças intencionais são feitas nas variáveis de entrada de um processo ou sistema, para que se possa observar e identificar como essas alterações influenciam as respostas desse processo (MONTEGOMERY, 2001).

O Projeto e Análise de Experimentos (*Design of Experiments – DOE*) pode ser definido como um processo de planejamento dos experimentos para que os dados apropriados possam ser coletados e depois analisados por métodos estatísticos, resultando em conclusões válidas e objetivas. Desta forma, qualquer problema experimental tem dois aspectos: o projeto dos experimentos e a análise estatística dos dados (MONTGOMERY, 2001).

Técnicas de planejamento de experimentos vêm sendo utilizadas como uma ferramenta para verificar o funcionamento de sistemas ou processos produtivos, permitindo a melhorias destes, como a redução na variabilidade e conformidade próximas do resultado desejado, além de diminuição no tempo de processo e, consequentemente, nos custos operacionais (MONTGOMERY, 2001).

A Tabela 2.3, apresentada por Nilo Junior (2003), reúne, resumidamente, as características das principais técnicas utilizadas no projeto e análise de experimentos.

TÉCNICA	APLICAÇÕES
Fatorial Completo 2 <sup>k</sup>	Em processos onde já se tem um prévio domínio e onde a realização das corridas não demanda alto tempo ou custo.
Fatorial Fracionado 2 <sup>(k-1)</sup>	Em processos onde se deseja um pré-conhecimento e onde a literatura é limitada ou para corridas que demandam maior tempo ou custo.
Taguchi	Em processos onde há pouco ou quase nenhum conhecimento prévio de comportamento, para processos com alta dispersão ou que as corridas demandem alto custo ou tempo.
MSR	Otimização de processos, principalmente bem conhecidos e com baixa dispersão.

Tabela 2.3 - Características das principais técnicas utilizadas no DOE.

Fonte: Adaptado de Nilo Júnior (2003).

Entre as técnicas citadas anteriormente, a metodologia da superfície de resposta foi a técnica utilizada neste trabalho, já que se procura otimização de um processo com os níveis de variação dos parâmetros de entrada previamente conhecidos. Sendo assim, esta técnica será discutida com maiores detalhes no item seguinte.

## 2.6.1 Metodologia de superfície de resposta

A metodologia de superfícies de resposta (MSR) é uma técnica de otimização baseada no emprego de planejamentos fatoriais, introduzida por G.E.P. Box na década de 1950, e que desde então têm sido usada com grande sucesso na modelagem de diversos processos industriais (NETO et al., 1995).

O arranjo experimental mais utilizado para a coleta de dados na Metodologia de Superfícies de Resposta é o arranjo composto central (*Central Composite Design – CCD*). Outro arranjo que também pode ser utilizado é o arranjo de Box-Behnken, porém pouco aplicado em comparação ao emprego do CCD (GOMES, 2010).

O arranjo central composto (*CCD*) é uma matriz formada por três grupos distintos de elementos experimentais: um fatorial completo ou fracionado, um conjunto de pontos centrais e, adicionalmente, um grupo de níveis extras denominados *Pontos Axiais*. O número de pontos axiais em um CCD é igual ao dobro do número de fatores e representam seus valores extremos. Em função da localização dos pontos axiais, o CCD pode ser circunscrito, inscrito ou de face centrada. (PAIVA, 2006)

O arranjo circunscrito (CCC) é o CCD original. Nele, os pontos axiais estão a uma distância  $\alpha$  dos pontos centrais, baseado nas propriedades desejadas do projeto. Este arranjo requer cinco níveis para cada fator. O arranjo inscrito (CCI) é adequado para situações nas quais os limites especificados não podem ser extrapolados (por medida de segurança ou por incapacidade física de realização). Neste caso, o CCI utiliza os níveis dos fatores como pontos axiais e cria um fatorial completo ou fracionado dentro desses limites. Um CCI requer cinco níveis. O arranjo de face centrada (CCF) caracteriza-se por dispor os pontos axiais sobre o centro de cada face do espaço fatorial, ou seja,  $\alpha = +1$  ou -1. Requer três níveis para cada fator (PAIVA, 2006).

Na maioria dos problemas, observa-se que a relação entre a resposta e as variáveis independentes são desconhecidas. Assim, o primeiro passo na MSR é encontrar uma aproximação conveniente para representar a resposta de interesse em função das variáveis do processo. Geralmente, funções polinomiais são empregadas para descrever tais relações. Se a resposta for bem modelada por uma função linear, a relação de aproximação pode ser representada por um modelo de primeira ordem conforme a Equação 2.11 (MONTEGOMERY, 2001):

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_k x_k + \varepsilon$$
 (2.11)

Onde: *y* – Resposta de interesse, xi – Variáveis independentes,  $\beta i$  – Coeficientes a serem estimados, *k* – Número de variáveis independentes,  $\varepsilon$  – Erro experimental.

Se o sistema apresentar curvatura, então um polinômio de maior grau deve ser usado, como o modelo de segunda ordem descrito pela Equação (2.12) (MONTEGOMERY, 2001):

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_{ii}^2 + \sum_{i < j} \sum \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon$$
(2.12)

Quase todos os problemas de superfície de resposta utilizam um ou ambos os modelos acima. Além disso, é improvável que o modelo polinomial se comporte como uma aproximação adequada para todo o espaço experimental coberto pelas variáveis independentes. Entretanto, para uma região específica, tais modelos tem se mostrado eficientes (GOMES, 2010).

## 2.7 Fator de Quench

As ligas de alumínio endurecíveis por precipitação perdem progressivamente a sua capacidade de alcançar a máxima resistência possível após o envelhecimento quando a taxa de têmpera é lenta. Esta sensibilidade a têmpera é atribuída principalmente à perda de soluto por nucleação heterogênea e crescimento de precipitados, geralmente das fases de equilíbrio, durante o resfriamento. Do ponto de vista metalúrgico, é desejável resfriar as peças a partir da temperatura de encharque até à temperatura ambiente à maior taxa de resfriamento possível. No entanto, na prática, altas taxas de resfriamento geralmente não são utilizadas devido à tendência para produtos com pequena espessura em distorcer e para peças mais espessas desenvolverem níveis elevados de tensão residual. Portanto, o resfriamento durante a têmpera deve ser realizado de maneira que haja um equilíbrio entre as propriedades desejadas e as distorções e tensão residual geradas no material. Para isso foi desenvolvida a "análise do fator de tempera" (*Quench Factor Analysis – QFA*) que descreve a relação entre a taxa de resfriamento e as propriedades mecânicas das ligas de alumínio endurecíveis por envelhecimento (STALEY e TIRYAKIOĞLU, 2001; SCHLOTH, 2015; TIRYAKIOĞLU e SHUEY, 2010).

O fator de *quench* (Q) é tipicamente calculado a partir da curva de resfriamento e da curva Tempo-Temperatura-Propriedade (TTP) de uma liga.

Experimentalmente, as curvas de resfriamento são geradas pela aquisição de dados de tempo-temperatura durante intervalos de tempos ( $\Delta t$ ) que são determinados pela taxa de aquisição de dados. A temperatura média entre cada intervalo de tempo é então calculada. O valor de  $C_T$  é então calculado para cada temperatura média. O intervalo de tempo ( $\Delta t$ ) é dividido

pelo valor de  $C_T$  a essa temperatura para proporcionar um fator de *quench* incremental - q (OTERO et al., 2014; TOTTEN et al., 1997):

$$q = \frac{\Delta t}{c_T} \tag{2.13}$$

Os valores incrementais do fator de *quench*, *q*, são somados em toda a faixa de temperatura crítica, produzindo o fator de *quench* cumulativo *Q*, de acordo com a Equação 2.14 (STALEY e TIRYAKIOĞLU, 2001; DOLAN e ROBINSON,2004):

$$Q = \sum \frac{\Delta t}{c_T}$$
(2.14)

A função *C*<sup>*T*</sup> descreve a curva TTP através da Equação (2.15) (EVANCHO e STALEY, 1974 apud CANALE e KAVALCO, 2009):

$$C_T = -k_1 * k_2 * exp\left[\frac{k_3 * k_4^2}{R * T(k_4 - T)^2}\right] * exp\left[\frac{k_5}{R * T}\right]$$
(2.15)

Onde:

 $C_T$  é o tempo crítico necessário para formar uma quantidade constante de uma nova fase ou reduzir a resistência por uma quantidade específica,

 $k_1$  - logaritmo natural da fração não precipitada, ou a taxa da propriedade correspondente à curva C em particular,

- $k_2$  constante relativa ao número de sítios de nucleação;
- k3 constante relativa à energia necessária para formar um núcleo;
- $k_4$  constante relativa à temperatura solvus;
- k5 constante relativa à energia de ativação da difusão;
- *R* 8,3143 J K-1 mol-1;
- T temperatura (K).

As constantes  $k_1$ ,  $k_2$ ,  $k_3$ ,  $k_4$  e  $k_5$  definem a forma da curva TTP. Os valores de  $k_2$ - $k_5$  geralmente não são conhecidos. Na prática, esses valores são calculado a partir das curvas TTP, geradas experimentalmente, por análises de regressão não linear. As propriedades mecânicas

da liga podem então ser previstas a partir do fator de *quench* utilizando a Equação (2.16) (KAVALCO e CANALE, 2009):

$$P_p = P_{max} exp(k_1 Q) \tag{2.16}$$

Onde Pp é a propriedade prevista; Pmáx a propriedade máxima após um resfriamento rápido.

Valores baixos de Q estão associados a altas taxas de têmpera, ou seja, pouca precipitação durante o resfriamento e melhores propriedades mecânicas após o envelhecimento. Inversamente, fatores de quench elevados correspondem a taxas mais baixas de têmpera, e propriedades mecânicas mais baixas após o envelhecimento (FLYNN e ROBINSON, 2004; DOLAN e ROBINSON, 2004; TOTTEN et al., 1997).

Há mais de 55 anos que Fink e Willey introduziram as primeiras curvas de TTP para ligas de alumínio e mais de 35 anos que Staley e Evancho desenvolveram a análise do fator de *quench* (QFA). Essas ferramentas tem sido aplicadas com sucesso para prever propriedades de ligas de alumínio termicamente tratáveis (STALEY e TIRYAKIOĞLU, 2001).

As curvas TTP geralmente são construídas para propriedades (dureza, tensão, resistividade) que tem uma relação direta com a taxa de resfriamento após a homogeneização, ou seja, o aumento da taxa de resfriamento produza melhores propriedades (FLYNN e ROBINSON, 2004; LIU et al., 2008; LI et al, 2013; ZHANG et al., 2016; WANG et al., 2017). No entanto as curvas TTP para medidas como a condutividade elétrica, que tem uma relação inversa com as taxas de resfriamento após a homogeneização necessitam ser melhores estabelecidas.

## **3 MATERIAIS E MÉTODOS**

## 3.1 Materiais

Neste trabalho foram utilizados dois materiais: a liga endurecível por precipitação AA2024 e o alumínio comercialmente puro (Al-CP). A liga de alumínio AA2024 foi utilizada como material de partida por se tratar de uma liga muito importante tanto na indústria aeronáutica como automobilística (DURSUN e SOUTIS, 2014). E por isto mesmo ser muito estudada, com uma vasta quantidade de dados na literatura (TIRYAKIOĞLU e SHUEY, 2010; WANG et al., 2011; KUMARAN, 2011; MOY et al., 2012; ZHAO et al, 2013; MRÓWKA-NOWOTNIK e SIENIAWSKI, 2013; SHABESTARI et al., 2014; GHONCHEH e SHABESTARI; 2015). O Al-CP foi utilizado como referência em algumas etapas procedimento experimental.

## 3.1.1 Liga de alumínio AA2024 T351

O material de partida utilizado neste trabalho foi a liga comercial de alumínio 2024 T351 adquirida da empresa ALCOA na condição conforme recebida: laminada e envelhecida naturalmente cuja composição química fornecida pela empresa é dada na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Composição química fornecida pela empresa da liga comercial Al 2024 T351 utilizada (% peso).

Cu	Mg	Mn	Si	Fe	Zn	Ti
4,10	1,30	0,46	0,08	0,16	0,22	0,03

## 3.1.2 Alumínio comercialmente puro

O Al-CP utilizado neste trabalho, como referência, foi adquirido da empresa INBRA METAIS na condição bruta de solidificação cuja composição química fornecida pela empresa está apresentada na Tabela 3.2.

Al	Cu	Mg	Mn	Si	Fe	Zn	Ti
99,633	0,013	<0,005	<0,010	0,101	0,174	0,018	0,0194

Tabela 3.2 - Composição química fornecida pela empresa do Al-CP utilizado (% peso).

## 3.2 Métodos

Neste trabalho a liga de alumínio AA2024 foi estudada em diferentes etapas do processamento, para facilitar a exposição dos resultados o procedimento experimental foi dividido em dois grupos de experimentos:

 No primeiro grupo de experimentos foi realizado um planejamento de experimentos (DOE) para otimização do tratamento térmico de homogeneização após a solidificação, visando definir a combinação tempo e temperatura de encharque mais eficiente. Nesta etapa também foi realizado um estudo da cinética de homogeneização.

 No segundo grupo de experimentos foi realizado um estudo da influência da taxa de resfriamento após o tratamento térmico de homogeneização nas propriedades mecânicas e elétricas da liga de alumínio AA2024.

O procedimento experimental dos dois grupos de experimentos e as técnicas de caracterização utilizadas no desenvolvimento do trabalho serão detalhados a seguir.

## 3.2.1 Técnicas de caracterização

No presente trabalho foram utilizadas técnicas de caracterização microestrutural, mecânica e elétrica. Essas técnicas serão apresentadas a seguir.

#### 3.2.1.1 Microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura

A caracterização microestrutural das amostras foi realizada com auxílio das técnicas de microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) com microanálise química por dispersão de energia (EDS).

A preparação metalográfica das amostras para a caracterização microestrutural incluiu as etapas de lixamento com lixas de #220, #400, #600, #800 e #1000 e polimento com alumina 0,05 micra seguido de polimento com sílica coloidal (OPU).

Após preparação metalográfica, sem ataque, as amostras foram observadas no MEV. As imagens das microestruturas foram feitas no modo de elétrons retroespalhados. A partir das imagens obtidas no MEV foram feitas as medidas de fração volumétrica das fases e análise das mudanças morfológicas das fases durante o tratamento de homogeneização. A técnica de espectroscopia por dispersão de energia EDS, acoplada ao MEV, foi utilizada para a determinação qualitativa das composições químicas das fases presentes na amostra. Foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura da marca Carl Zeiss, modelo EVO MA15, com espectrômetro de energia dispersiva (EDS) acoplado, da marca Bruker, modelo XFlash, instalado no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) da UNIFEI.

Para análise por microscopia ótica após preparação metalográfica as amostras foram atacadas com reagente Keller (ácido nítrico, ácido clorídrico, ácido fluorídrico e água), por aproximadamente 2 segundos. A partir das imagens obtidas por MO foram calculados o tamanho de grão e os tamanhos dos espaçamentos dendríticos primários e secundários. Foi utilizado um microscópio ótico da marca Zeiss, modelo Jenavert, associado ao acessório para aquisição de imagens marca Olympus, modelo TVO.5XC-3o, estes equipamentos estão instalados no Laboratório de Metalurgia e Materiais (LMM) da UNIFEI.

## 3.2.1.2 Análise química da liga AA2024

A análise química foi realizada na liga AA2024 T351 como recebida e na liga AA 2024 refundida para verificar se houve mudança na composição química do material após refusão. A análise foi realizada pela técnica de espectroscopia de emissão ótica, utilizando um espectrômetro marca Spectro, modelo SpectroMaxx, na Indústria de Material Bélico do Brasil - IMBEL.

## 3.2.1.3 Análise de Calorimetria Exploratória Diferencial

A análise Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) foi realizada na amostra bruta de solidificação da liga AA2024 para confirmar a temperatura de fusão do eutético, e assim guiar o tratamento de homogeneização. As medidas foram realizadas em um Calorímetro Diferencial exploratório marca Shimadzu modelo DSC-60 do laboratório de análises térmicas da UNIFEI. Foi utilizada taxa de aquecimento de 10°C/min e atmosfera de nitrogênio.

### 3.2.1.4 Medidas de Condutividade elétrica

Utilizou-se essa técnica com a finalidade de estudar a relação entre a condutividade elétrica e as alterações microestruturais ocorridas na liga de alumínio AA2024 durante as etapas de processamento. As medidas de condutividade foram realizadas em conformidade com a norma ASTM E1004–09 utilizando um condutivímetro digital de contato da marca Zappi modelo DC-11M, no Laboratório de Metalurgia e Materiais (LMM) da UNIFEI. O condutivímetro foi calibrado com padrão de alumínio de 34,6 % IACS para fornecer valores de condutividade a 20°C. Foram realizadas 5 medidas para cada amostra, sendo que no final obteve-se a média dos valores.

## 3.2.1.5 Ensaio de microdureza Vickers e dureza Brinell

As amostras foram submetidas a ensaios de microdureza Vickers e dureza Brinell, visando avaliar a influência das alterações microestruturais nas propriedades mecânicas da liga AA2024 em cada etapa do processamento, após a preparação metalográfica, mas sem o ataque químico. Para as medidas de microdureza utilizou-se um Microdurômetro da marca TIME modelo TH 712, com carga de 1Kg, realizando-se 10 medidas em cada amostra. Para as medidas de dureza foi utilizado um durômetro marca Durograf modelo RSB N° 80 com carga de 62,5 Kg por 15 segundos, realizando-se pelo menos seis medidas em cada amostra. Ambos equipamentos pertencem ao Laboratório de Metalurgia e Materiais (LMM) da UNIFEI.

#### 3.2.1.6 Metalografia quantitativa

A metalografia quantitativa foi utilizada para determinação do tamanho de grão, do tamanho dos espaçamentos dendríticos e para determinação das frações volumétricas de precipitados.

## 3.2.1.6.1 Determinação do tamanho de grão

O tamanho de grão foi determinado a partir de imagens obtidas por Microscopia Ótica pelo método de contagem de interceptos, conforme a norma ASTM E112. Este método é conhecido como procedimento de *Heyn* ou como método do intercepto linear médio.

## 3.2.1.6.2 Determinação dos espaçamentos dendríticos

O espaçamento dendrítico primário ( $\lambda_1$ ) foi medido utilizando o método do triângulo (GÜNDÜZ e ÇARDILI, 2002) esquematizado na Figura 3.1. O método consiste na união de centros dendríticos vizinhos (formando um triângulo) onde os lados do triângulo correspondem a  $\lambda_1$ .

Figura 3.1 – Esquema representativo da medida do espaçamento dendrítico primário utilizando o método do triângulo.



Fonte: Adaptado de (GÜNDÜZ e ÇARDILI, 2002)

A medida do espaçamento dendrítico secundário foi realizada por meio do método da intercepção onde  $\lambda_2 = L/(n-1)$ , sendo L o comprimento da reta e n o número de intercepções.

As medidas tanto do  $\lambda_1$  quanto do  $\lambda_2$  foram realizadas a partir de imagens obtidas por microscopia ótica com o auxílio do programa de análise de imagens *Motic Images Plus 2.0*. Foram selecionadas dez regiões em cada amostra e foram executadas no mínimo trinta medidas para cada região selecionada, sendo que, ao final, obteve-se a média dos valores.

## 3.2.1.6.3 Determinação da fração volumétrica dos precipitados

Com o intuito de acompanhar a dissolução dos precipitados durante o tratamento térmico de homogeneização da liga de alumínio AA2024, foi realizada análise da porcentagem em área dos precipitados na condição bruta de solidificação e na condição homogeneizada.

A quantidade das fases presentes na microestrutura é geralmente dada pelas suas frações volumétricas. A fração volumétrica (*Vv*) das fases presentes em uma microestruturas pode ser

estimada pela medida da fração em área ( $A_A$ ) ou da fração em pontos ( $P_P$ ), desde que as medidas sejam realizadas de maneira aleatória (PADILHA, 1997; COLPAERT, 2008):

$$Vv = A_A = P_P$$

Onde Vv = fração volumétrica,  $A_A =$  fração de área,  $P_P =$  fração de pontos.

Neste trabalho foram realizadas medidas da fração em área de maneira automatizada, com auxílio do programa de análise de imagens *Image J* seguindo as recomendações da norma ASTM E1245.

As imagens utilizadas foram obtidas no MEV, com ampliação de 500x, no modo de elétrons retroespalhados, para se conseguir o contraste necessário entre as fases (precipitados) e a matriz. Foram realizadas medidas em 10 regiões de cada amostra.

As imagens obtidas no MEV, como a mostrada na Figura 3.4(a) foram então processadas no software *Image J*. Primeiro foi selecionada a área a ser analisada (Figura 3.4(b)), em seguida as imagens foram binarizadas utilizando a ferramenta *thresholud* (Figura 3.4(c)). Com a imagem binária obtida foi possível executar a medida da fração em área que como mencionado anteriormente equivale a fração volumétrica de precipitados.

## 3.2.1.7 Aquisição dos perfis de temperatura

No 1º grupo de experimentos a aquisição dos perfis de temperatura foi realizada durante a solidificação da liga de alumínio AA2024, para calcular as taxas de resfriamento na solidificação que influenciam o tamanho dos espaçamentos dendríticos.

No  $2^{\circ}$  grupo de experimentos foi obtida as curvas de resfriamento após a homogeneização, para investigar a sensibilidade ao *quench* da liga de alumínio AA2024.

Para registro dos perfis de temperaturas durante os resfriamentos, foram utilizados termopares, do tipo K, acoplados a uma placa de aquisição de dados térmicos da marca National Instruments, modelo NI9213 (Figura 3.2). Os sinais captados pela placa foram enviados ao microcomputador com o software LABTRIX instalado, fornecido pelo fabricante do registrador, que digitaliza as medidas do termopar feitas em tempo real pelo sistema de aquisição de dados.



Figura 3.2 - Placa de aquisição de dados da marca National Instruments, modelo NI9213

Fonte: Próprio autor.

## 3.2.2 Caracterização da liga AA2024 e do alumínio comercialmente puro conforme recebidos

A liga de alumínio AA2024 T351 e o alumínio comercialmente puro (Al-CP) foram caracterizados na condição conforme recebidos para fins comparativos. Foi realizada caracterização microestrutural através das técnicas de microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) com microanálise química por dispersão de energia (EDS). As propriedades mecânicas foram avaliadas através do ensaio de microdureza Vickers (HV) e as propriedades elétricas foram avaliadas por meio de medidas de condutividade elétrica (%ICAS).

## 3.2.3 Procedimento experimental do 1º grupo de experimentos

Visando definir a combinação tempo e temperatura de encharque mais eficiente da etapa de homogeneização após a solidificação, neste grupo de experimentos foi empregado o projeto e análise de experimentos (*Design of Experiments -* DOE). Como descrito no capítulo 2, entre as técnicas utilizadas no projeto e análise de experimentos foi utilizada a metodologia de superfície de resposta (MSR).

Também foi realizado um estudo da cinética de homogeneização, através de equações disponíveis na literatura, visando a previsão do tempo ótimo de encharque. A Figura 3.3 apresenta o fluxograma do procedimento experimental desenvolvido no 1º grupo de experimentos.



Figura 3.3 - Fluxograma do procedimento experimental do 1º grupo de experimentos

Fonte: Próprio autor.

Incialmente, a liga comercial de alumínio AA2024 T351 na forma de placa, foi cortada em pedaços de aproximadamente 3cm x 3cm e refundida num cadinho de carbeto de silício a 770°C. Para a refusão foi utilizado um forno elétrico da marca Brasimet do tipo câmara, modelo K-250 do Laboratório de Metalurgia e Materiais (LMM) da UNIFEI.

Após a refusão a liga foi vazada em um molde de aço 1020 com cavidade de 120 mm de comprimento, 40 mm de largura e 14 mm de espessura (Figura 3.4). Visando obter diferentes taxas de resfriamento foram usadas condições distintas:

✓ Condição A: o molde foi mantido à temperatura ambiente;

✓ Condição B: o molde foi aquecido até 560°C;

✓ Condição C: o molde foi isolado por areia num recipiente e o conjunto foi aquecido até 610°C.

Diferentes taxas de resfriamento durante a solidificação fornecem diferentes tamanhos de espaçamentos dendríticos. A proposta é averiguar a influência do tamanho dos espaçamentos na homogeneização.

Com a curva de resfriamento obtida, conforme descrito no item *3.2.1.7*, calculou-se o valor da taxa de resfriamento para a condição A. Para as condições B e C a taxa de resfriamento foi calculada através da Equação (3.1) (FLEMINGS, 1974; KURZ e FISHER, 1989):

$$\lambda_1 = K. \dot{T}^{-0,5} \tag{3.1}$$

Onde  $\lambda_1$  = espaçamento dendrítico primário,  $\dot{T}$  é a taxa de resfriamento e K é uma constante que depende do tipo de liga.

A constante K foi determinada substituindo o valor da taxa de resfriamento calculada e do tamanho do espaçamento dendrítico medido para a condição A, na Equação 3.1. Com a constante K determinada, calculou-se as taxas de resfriamento durante a solidificação para as condições de solidificação B e C.



Figura 3.4 - Molde utilizado para solidificar a liga de alumínio AA2024 refundida.





Fonte: Próprio autor.

Das três condições de solidificação descritas anteriormente foram obtidos lingotes como mostrado na Figura 3.4 de onde foram retiradas as amostras para o 1º grupo de experimentos (Figura 3.5 e 3.6).





Fonte: Próprio autor.



Figura 3.6 – Dimensão das amostras obtidas do lingote.

Fonte: Próprio autor.

## 3.2.3.3 Planejamento de Experimentos

Visando definir a combinação tempo e temperatura de encharque mais eficiente da etapa de homogeneização após a solidificação foi empregado o projeto e análise de experimentos (*Design of Experiments -* DOE), com o auxílio do programa Minitab 17. Como descrito no capítulo 2, entre as técnicas disponíveis no projeto e análise de experimentos, neste trabalho foi utilizada a metodologia de superfície de resposta (MSR), que pode ser dividida nas seguintes etapas: definição dos parâmetros e fixação dos níveis de trabalho, escolha das respostas de

interesse, definição da matriz experimental, execução dos experimentos, registro das respostas, modelagem matemática das respostas e otimização.

#### - Definição dos parâmetros, fixação dos níveis de trabalho e escolha das respostas

Primeiro foi realizada a definição dos parâmetros de entrada e dos níveis de trabalho. O tamanho do espaçamento dendrítico, o tempo e a temperatura, são descritos na literatura, como visto no capitulo 2, como fatores significativos no tratamento térmico de homogeneização, por isso foram escolhidos como parâmetros de entrada do processo. A fixação dos níveis de trabalho foi feita através da análise das pesquisas anteriores e da execução de testes preliminares. A Tabela 3.3 apresenta os fatores analisados juntamente com os níveis de trabalho definidos. A fração volumétrica de precipitados foi escolhida como resposta.

	Níveis				
	Baixo	Médio	Alto		
λ (μm)	72,0 ± 19,1 (Condição A)	141,1 ± 41,9 (Condição B)	255,4 ± 59,2 (Condição C)		
Tempo (horas)	10	20	30		
Temperatura (°C)	486	492	498		

Tabela 3.3 – Fatores selecionados como variáveis de entrada e níveis de trabalho.

Fonte: Próprio autor.

## - Definição da matriz experimental

A matriz experimental adotada foi o arranjo composto central de face centrada (CCF), contendo três fatores em três níveis, cinco pontos axiais e cinco pontos centrais totalizando 19 experimentos. O valor adotado para  $\alpha$  foi 1,0. A matriz de delineamento dos experimentos com os níveis de cada fator, bem como suas combinações, conforme designadas pelo arranjo CCF foi criada no software Minitab 17 e é apresentada na Tabela 3.4. Para a confecção da matriz de experimentos, os espaçamentos dendríticos foram arredondados de 72 µm para 70 µm, de 141,1µm para 140 µm e de 255,4 µm para 210 µm.

Experimento	Espaçamento (µm)	Temperatura (°C)	Tempo (horas)
1	70 (A)	486	10
2	210 (C)	486	10
3	70 (A)	498	10
4	210 (C)	498	10
5	70 (A)	486	30
6	210 (C)	486	30
7	70 (A)	498	30
8	210 (C)	498	30
9	70 (A)	492	20
10	210 (C)	492	20
11	140 (B)	486	20
12	140 (B)	498	20
13	140 (B)	492	10
14	140 (B)	492	30
15	140 (B)	492	20
16	140 (B)	492	20
17	140 (B)	492	20
18	140 (B)	492	20
19	140 (B)	492	20

Tabela 3.4 – Matriz de experimentos gerada pelo Minitab 17.

Fonte: Próprio autor.

#### - Execução dos experimentos e registro das respostas

Os experimentos foram realizados em um forno elétrico da marca EDG modelo 3000 no Laboratório de Metalurgia e Materiais (LMM) da UNIFEI. A medida da fração volumétrica das fases foi realizada conforme descrito no item 3.2.1.6.3.

## - Modelagem matemática das respostas e otimização

Após a medição da reposta de interesse foi possível, através do software Minitab 17, estabelecer relações matemáticas entre a resposta analisada e os parâmetros do processo. Também através do software Minitab 17, foi realizada a otimização do processo.

#### 3.2.4 Procedimento experimental do 2º grupo de experimentos

O objetivo desse grupo de experimentos foi investigar a influência da têmpera nas propriedades mecânicas e elétricas da liga AA2024, visto que o resfriamento posterior à homogeneização, ou seja, a taxa de resfriamento da temperatura de encharque até a temperatura ambiente, conhecida como "rampa de resfriamento", é crítico pois impacta fortemente em todas as propriedades posteriores. Para tanto, primeiro a taxa de resfriamento foi variada através da têmpera em diferentes meios. E em seguida a sensibilidade ao quench da liga de alumínio AA2024 foi avaliada através das curvas tempo-temperatura-propriedades (TTP), determinadas pelo método de quench interrompido para as propriedades microdureza Vickers e condutividade elétrica (%IACS).



Figura 3.7 – Fluxograma do procedimento experimental do 2º grupo de experimentos.

Fonte: Próprio autor..

3.2.4.1 Refusão e solidificação da liga AA2024 T351 para o 2º grupo de experimentos

Para realização dos experimentos do  $2^{\circ}$  grupo a liga de alumínio AA2024 T351 foi refundida e solidificada na condição A, descrita no item 3.2.3.1

O corte e a obtenção das amostras foi realizado como descrito no item 3.2.3.2

## 3.2.4.3 Têmpera em diferentes meios

A liga de alumínio AA2024 bruta de solidificação foi homogeneizada a 498°C por 22 horas (condições de tratamento otimizadas com o DOE) e resfriada em diferentes meios: água a -10°C, água a 60°C; água a 100°C; ar e forno. A Figura 3.8 apresenta um esquema do procedimento experimental realizado detalhando as temperaturas e tempos utilizadas. A utilização de distintos meios de têmpera tiveram o objetivo de variar a taxa de resfriamento. O registro de temperaturas durante o resfriamento foi realizado como descrito no item 3.2.1.7. As taxas de resfriamento foram determinadas, por derivada, a partir das curvas de resfriamento obtidas. Após as têmperas as amostras foram envelhecidas a 190°C por 8 horas. Foram realizadas medidas de microdureza Vickers (HV) e de condutividade elétrica (%IACS) após as têmperas e após o envelhecimento. Os tratamentos térmicos de homogeneização e envelhecimento foram realizados em um forno elétrico da marca EDG modelo 3000 do Laboratório de Metalurgia e Materiais (LMM) da UNIFEI.



Figura 3.8 - Esquema do procedimento experimental realizado para obtenção das taxas de têmpera detalhando as temperaturas e tempos utilizados.

Tempo (horas) Fonte: Próprio autor.

### 3.2.4.4 Método de tempera interrompida

Após tratamento térmico de homogeneização a 498°C durante 22 horas, as amostras foram imediatamente transferidas (em menos de 3 segundos) para um forno com temperatura variando de 250°C a 410°C, e mantidas isotermicamente por tempos de 60 a 1500 segundos. Em seguida foram temperadas em água fria à temperatura ambiente (menos de 20°C) e depois envelhecidas artificialmente a 190°C por 8 horas. Para os tratamentos isotérmicos e para o envelhecimento foi utilizado um forno elétrico da marca EDG modelo 3000 e para o tratamento térmico de homogeneização foi utilizado um forno resistivo Mufla Digital Microprocessado marca CIENLAB modelo CE-800, ambos do Laboratório de Metalurgia e Materiais (LMM) da UNIFEI. Após o envelhecimento foram realizadas medidas de microdureza Vickers e de condutividade elétrica para a construção das curvas TTP. A Figura 3.9 apresenta um esquema do método de têmpera interrompida detalhando os tempos e as temperaturas utilizadas.



Figura 3.9 - Representação do método de têmpera interrompida detalhando os tempos e as temperaturas

## **4 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

Os resultados e discussão serão apresentados na seguinte sequência:

- Caracterização microestrutural e mecânica (ensaio de dureza e microdureza) da liga de alumínio AA2024 e do alumínio comercialmente como recebidos;

- Resultados do primeiro grupo de experimentos onde:
  - Serão analisadas e comparadas as microestruturas e as propriedades mecânicas da liga AA2024 na condição bruta de solidificação e homogeneizada,
  - Serão apresentadas e comparadas as medidas de condutividade elétrica da liga AA2024 na condição como recebida, bruta de solidificação; homogeneizada e do alumínio comercialmente puro na condição bruto de solidificação durante;
  - Serão apresentados os resultados do planejamento de experimentos e o estudo da cinética de homogeneização;

- Resultados do segundo grupo de experimentos onde serão apresentadas e discutidas as taxas de resfriamento após a homogeneização e as curvas TTP.

# 4.1. Condição conforme recebido: caracterização da liga de alumínio AA2024 e do alumínio comercialmente puro

## 4.1.1 Análise microestrutural

Uma micrografia típica obtida por MO da liga de alumínio AA2024 T351 está apresentada na Figura 4.1, onde nota-se grãos com contornos definidos e alongados no sentido da laminação (textura de laminação).



Figura 4.1 – Microestrutura da liga AA2024 T351 conforme recebida com corte longitudinal a direção de laminação. Ataque Keller 10s.

Fonte: Próprio autor.

A Figura 4.2(a) apresenta a microestrutura da liga de alumínio AA2024 T351. Nota-se que os compostos intermetálicos (pontos claros) estão alinhados na direção da laminação, como observado na MO. A análise composicional dos compostos intermetálicos foi realizada através de análise por EDS tipo *line scan*. A região da amostra varrida pelo *line scan* está mostrada na Figura 4.2(b). Analisando o perfil de distribuição dos elementos, apresentado na Figura 4.3 nota-se a presença dos elementos Al, Cu e Mg no ponto 2 e dos elementos Al, Cu, Mn, Fe e Si nos pontos 1 e 3, indicando, de acordo com Queiroz (2008) se tratar dos compostos intermetálicos Al<sub>2</sub>CuMg e AlCuMnFe(Si).

Figura 4.2 (a) – Microestrutura da liga de alumínio AA2024 T351 conforme recebida com corte longitudinal a direção de laminação. (b) Destaque para a região varrida no *line scan*.



Fonte: Próprio autor.

Figura 4.3 – (a) Perfil de distribuição dos principais elementos da liga AA2024 T351 conforme recebida. (b) Ampliação da linha do varredura



Fonte: Próprio autor.

Uma micrografia típica, obtida por MO, do Al-CP conforme recebido no estado bruto de solidificação está apresentada na Figura 4.4. Nota-se grãos equiaxiais com contornos definidos e a presença de fases dispersas ao longo da matriz de alumínio. Como o ferro e o silício são as impurezas mais comuns no alumínio de pureza comercial e a solubilidade sólida do ferro no alumínio é muito baixa (cerca de 0,05% a 650°C), as fases observadas na Figura 4.4 podem ser fases de alumínio-ferro do tipo FeAl<sub>3</sub> ou fases de alumínio-ferro-silício do tipo Fe<sub>3</sub>SiAl<sub>12</sub> ou Fe<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>Al<sub>9</sub> (HATCH, 1993). A média do tamanho do espaçamento dendrítico primário das amostras do Al-CP, foi de  $101 \pm 12 \mu m$ .





Fonte: Próprio autor.

## 4.1.2 Microdureza Vickers (HV)

A Tabela 4.1 apresenta o resultado do ensaio de microdureza Vickers (HV) para a liga de alumínio AA2024 T351 conforme recebida e para o Al-CP bruto de solidificação conforme recebido. A alta dureza encontrada para a liga AA2024 na condição T351 deve-se ao fato da presença de precipitados nanométricos distribuídos de maneira uniforme na matriz. Esses precipitados agem como barreiras para movimentação das discordâncias durante a deformação plástica, aumentando assim a resistência mecânica da liga. No Al-CP o mecanismo de endurecimento responsável pela dureza é a barreira de discordâncias devido aos contornos de grão. Segundo Padilha (1997) a resistência mecânica de um material aumenta com a diminuição

do tamanho de grão, ou seja, grãos pequenos resultam em maiores propriedades mecânicas. Como o Al-CP possui grãos grandes  $(101 \pm 12 \ \mu m)$  a sua microdureza é baixa.

O baixo desvio padrão das medidas indica que as amostras tanto do Al-CP quanto da liga de alumínio AA2024 T351 são homogêneas.

Dureza (HB) Microdureza (HV) Referência 1060 - O 19 ASM Handbook, 1990 Al-CP  $19 \pm 1$  $19,8 \pm 1,3$ Dados do autor AA2024 - O 47 \_\_\_\_ ASM Handbook, 1990 AA2024 T351 120 137 ASM Handbook, 1990 Dados do autor AA2024 T351 133  $142,22 \pm 2,14$ 

Tabela 4.1 – Microdureza (HV) e Dureza (HB) da liga de alumínio AA2024 T351 e do Al-CP (bruto de solidificação) comparado com dados da literatura

Fonte: Próprio autor.

## 4.2 Primeiro grupo de experimentos

Estes experimentos visam definir a combinação tempo e temperatura de encharque mais eficiente da etapa de homogeneização para diferentes taxas de resfriamento após a solidificação.

## 4.2.1 Análise química

O resultado da análise química está apresentado na Tabela 4.2, onde verificou-se que não houve mudanças na composição química da liga após a refusão.

Tabela 4.2 - Composição química por espectroscopia óptica da liga de alumínio AA2024 em diferentes condições

	Elemento (% peso)						
Condição da liga	Al	Cu	Mn	Mg	Fe	Si	Zn
T351 (como recebida)	93,50	4,05	0,43	1,45	0,16	0,08	0,21
Bruta de solidificação	93,30	4,21	0,43	1,50	0,17	0,09	0,22

Fonte: Próprio autor.

## 4.2.2 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

A Figura 4.5 apresenta o termograma de DSC da amostra bruta de solidificação. O pico observado na curva, por volta de 502°C, indica o ponto de fusão do eutético. Portanto, a temperatura do tratamento térmico de homogeneização não pode exceder 502°C, a fim de evitar a fusão do eutético.

Figura 4.5 - Termograma de DSC da amostra da liga de alumínio AA2024 bruta de solidificação.



Fonte: Próprio autor.

## 4.2.3 Caracterização da liga AA2024 na condição bruta de solidificação

## 4.2.3.1 Metalografia quantitativa

As médias dos tamanhos de grão (TG) e dos espaçamentos dendríticos primários ( $\lambda_1$ ) e secundários ( $\lambda_2$ ), as taxas de resfriamento da solidificação ( $\dot{T}$ ) e a fração volumétrica dos precipitados da liga de alumínio AA2024 bruta de solidificação, solidificada nas condições A, B e C estão apresentadas na Tabela 4.3. O alto desvio padrão das medidas dos espaçamentos é típico de estruturas fundidas, que apresentam microestrutura bastante heterogênea.

	Condição de solidificação					
	Condição A Condição B Condição					
<i>Τ</i> (°C/s)	5,57	1,45	0,44			
TG (µm)	75,5	151,0	254,0			
λı (μm)	72,0 ± 19,1	141,1 ± 41,9	255,4 ± 59,2			
λ₂ (μm)	51,1 ± 8,8	$104,9 \pm 21,1$	$160,2 \pm 44,3$			
Fração de precipitados (%)	$8,34 \pm 0,73$	6,19 ± 0,99	$5,92 \pm 0,97$			

Tabela 4.3 – Taxas de resfriamento da solidificação (*İ*), tamanhos de grãos (TG), tamanhos de λ<sub>1</sub> e λ<sub>2</sub> e fração volumétrica de precipitados da liga de alumínio AA2024 bruta de solidificação, solidificada nas condições A, B e C

Fonte: Próprio autor.

Os resultados apresentados na Tabela 4.3 demonstram que as condiçoes A, B e C impostas durante a solidificação da liga de alumínio AA2024 foi efetiva para a obtenção de diferentes taxas de resfriamento na solidificação: alta (5,57 °C/s); média (1,45 °C/s) e baixa (0,44 °C/s). Estas taxas de resfriamento geraram espaçamentos dendríticos com uma grande variação (de 72 a 255 cerca de 200%) que serão usados para avaliar a influência da taxa de resfriamento da solidificação no tempo e na temperatura de homogeneização.

Nota-se que a diferentes taxas de resfriamento durante a solidificação também alteram a fração volumétrica dos precipitados. Em altas taxas, há quantidade suficiente de subresfriamento que provoca o aumento de locais potenciais adequados para a nucleação heterogênea de fase sólida, assim a fração volumétrica de precipitados aumenta com o aumento da taxa de resfriamento. O mesmo foi observado por Ghoncheh e Shabestari (2015) e Dehnavi (2015). Com a variação da taxa de resfriamento na solidificação a fração volumétrica e o tamanho dos precipitados (partículas constituintes) oriundos da solidificação também variam. Estes precipitados são formados pelos átomos de Cu e Mg que são responsáveis pela formação dos precipitados endurecedores durante o envelhecimento da liga. Quanto mais fácil for a dissolução dos precipitados durante a homogeneização, mais Cu e Mg ficam disponíveis para contribuir com o endurecimento final da liga. O tamanho dos espaçamentos dendríticos, assim como o tamanho e a distribuição dos precipitados formados na solidificação influenciam diretamente na eficiência da homogeneização. Espaçamentos dendríticos menores e precipitados menores distribuídos de maneira mais homogênea na matriz são mais fáceis de serem dissolvidos.

As micrografías, obtidas por MO e MEV, da liga de alumínio AA2024 no estado bruto de solidificação, para as condições A, B e C são mostradas na Figura 4.6 e 4.7, respectivamente. A microestrutura observada consiste em dendritas primárias de uma matriz rica em alumínio com uma rede interdendrítica de compostos intermetálicos nos contornos de grãos. Pode-se observar o "coring", isto é, o centro dos grãos, composto de uma fase primária rica em alumínio (parte clara), e a medida que se aproxima dos contornos ocorre um sombreamento indicando enriquecimento de soluto (parte cinza). Observa-se também que a amostra solidificada com a maior taxa de resfriamento (condição de solidificação A) apresenta uma estrutura dendrita mais refinada e homogênea. O mesmo foi observado por Ghoncheh (2014) e Anyalebechi (2003). As menores taxas de resfriamento (condições de solidificação B e C) proporcionaram uma microestrutura mais heterogênea, com maior tamanho de precipitados e maior espessura da região interdendrítica, porém apresentam menor fração de precipitados, como foi visto na Tabela 4.4. Isto ocorre, pois com a redução da taxa de solidificação há um tempo maior para que a liga se solidifique, e consequentemente, há menor rejeição de soluto para os contornos de grão. Com isto ocorre a formação da zona ou "coring", com regiões cada vez mais ricas de soluto. Assim, para espaçamentos maiores resta menor quantidade de soluto para precipitar nas regiões interdendríticas (contornos de grãos).



Figura 4.6 – Micrografías obtidas por MO da liga de alumínio AA2024 bruta de solidificação para as condições: (a) A, (b) B e (c) C

Fonte: Próprio autor.



Figura 4.7 - Micrografías obtidas por MEV da liga de alumínio AA2024 bruta de solidificação para as condições: (a) A, (b) B e (c) C

(a)

20 µm

**(b)** 

20 µm

EHT = 20.00 kV WD = 8.5 mm



Fonte: Próprio autor.

A Figura 4.8 apresenta o mapeamento dos elementos Al, Cu, Mg, Mn, Fe e Si na estrutura bruta de solidificação da liga de alumínio AA2024 solidificada nas condições A, B e C. Notase que a segregação do elemento Cu, na região interdendrítica é mais severa do que dos outros elementos. Nota-se também que na liga solidificada na condição C a segregação do cobre é mais intensa do que nas outras condições de solidificação. Como foi discutido anteriormente menores taxas de resfriamento na solidificação promovem uma microestrutura mais heterogênea.

A Figura 4.9 apresenta o perfil da distribuição dos elementos Al, Cu, Mg, Mn, Fe e Si na estrutura bruta de solidificação da liga de alumínio AA2024 solidificada nas condições A, B e C, obtido via análise qualitativa de EDS do tipo *line-scan*. Nota-se que a distribuição do Al e do Cu ao longo da microestrutura varia periodicamente e que a microestrutura das liga solidificadas nas condições B e C apresenta maior heterogeneidade.


Figura 4.8 – Mapeamento dos principais elementos (cobre, magnésio, manganês, ferro e silício) da liga de alumínio AA2024 bruta de solidificação solidificada nas condição A, B e C

Fonte: Próprio autor.



Figura 4.9 – Análise de EDS (line scan) da liga de alumínio AA2024 solidificada nas condições A, B e C mostrando o perfil de distribuição dos elementos: alumínio, cobre, magnésios, ferro silício e manganês

A Figura 4.10 apresenta a microestrutura bruta de solidificação da liga AA2024. Notase que nos pontos 2 e 5 foram encontrados os elementos Al, Cu e Mg, indicando, de acordo com Sheppard (1993) e Wang e Starink (2005) se tratar do eutético  $\alpha$  + S-Al<sub>2</sub>CuMg. Nos pontos 6 e 7 foram encontrados os elementos Al e Cu, que segundo Sheppard (1993) e Wang e Starink (2005) corresponde a fase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu. Os pontos 1, 3, 4 e 7, segundo Mrówka-Nowotnik e Sieniawski, (2013) e Shabestari et al., 2014, correspondem a compostos intermetálicos do tipo AlCuFe (Mn, Mg, Si) e AlCuMgSi.

A fase θ-Al<sub>2</sub>Cu foi encontrada em maior quantidade e com tamanho maior nas amostras solidificadas nas condições B e C. Quantidades diferentes de fases em função das diferentes taxas de resfriamento da solidificação também foram encontradas por Anyalebechi (2003), em

seu estudo sobre a liga A356. Segundo Mohamed e Samuel (2012) a fase Al<sub>2</sub>Cu em "blocos" são difíceis de dissolver durante o tratamento térmico de homogeneização, ao contrário das finas partículas de fase Al<sub>2</sub>Cu que podem dissolver-se dentro de 2 horas de tratamento. A fase  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Si só foi encontrada na condição de solidificação C. Goldenstein et al (2000), também encontrou pouca quantidade da fase  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Si em seu estudo sobre a liga AA2014.





Fonte: Próprio autor.

Na Tabela 4.4 estão apresentados os valores da dureza Brinell (HB) e da microdureza Vickers (HV) da liga de alumínio AA2024 bruta de solidificação para as condições A, B e C.

Condição de Solidificação	Τ̈́ (°C/s)	λ <sub>1</sub> (μm)	Microdureza (HV)	Dureza (HB)
Condição A	5,57	72,0 ± 19,1	$102,62 \pm 4,44$	96 ± 1
Condição B	1,45	141,1 ± 41,9	103,35 ± 9,08	94 ± 1
Condição C	0,44	255,4 ± 59,2	105,48 ± 8,59	96 ± 2

Tabela 4.4 – Taxa de Resfriamento durante a solidificação, espaçamento dendrítico primário, dureza (HB) e microdureza (HV) da liga AA2024 bruta de solidificação para as condições A, B e C

Fonte: Próprio autor.

Os valores de microdureza observados na Tabela 4.4 para diferentes espacamentos não tiveram variação significativa. Este resultado não concorda com a definição da literatura para o aumento de dureza em função da redução do tamanho de grão e do espaçamento dendrítico, ou seja, do refino da microestrutura. Resultados semelhantes foram encontrados por Faria (2015) e Dias Filho (2013). A microestrutura mais refinada possui maior número de contornos de grão, ou seja, possui uma quantidade maior de barreiras para a movimentação das discordâncias, logo esperava-se que a liga nessa condição apresentasse uma microdureza e dureza mais elevadas. No entanto não foi observada variação significativa entre os valores da dureza e da microdureza para as diferentes condições de solidificação. Possivelmente porque nas ligas estudas, além do mecanismo de endurecimento por refino de grão pode estar atuando também o endurecimento por solução sólida. Segundo Rauta (2015) baixas taxas de resfriamento levam a pequenas quantidades de solutos retidos em solução sólida. No caso das ligas solidificadas nas condições B e C, que foram solidificadas com menores taxas de resfriamento, o endurecimento por contornos de grão não é efetivo, visto que o número de contornos, no entanto nessas ligas pode estar atuando o mecanismo de endurecimento por solução sólida. Assim a perda de dureza devido ao amento do tamanho de espaçamento é compensada pelo ganho de dureza devido ao endurecimento por solução sólida.

### 4.2.4 Caracterização da liga AA2024 na condição homogeneizada

#### 4.2.4.1 Análise microestrutural

Como visto no Capitulo 3, os tratamentos de homogeneização foram elaborados através do DOE, visando definir a combinação tempo e temperatura de encharque mais eficiente.

Para avaliar a influência do tempo e da temperatura do tratamento térmico de homogeneização na microestrutura da liga de alumínio AA2024 foi fixado o espaçamento de  $72,0 \pm 19,1\mu m$  (condição de solidificação A), e foram analisados os resultados obtidos nos seguintes experimentos gerados pelo DOE:

(a) Experimento 3 - 498°C por 10 horas,

(b) Experimento 7 - 498°C por 30 horas,

(c) Experimento 1 - 486°C por 10 horas e

(d) Experimento 5 - 486°C por 30 horas.

O resfriamento após a homogeneização foi realizado ao ar. Uma representação esquemática da sequência dos tratamentos realizados está apresentada na Figura 4.11.



Figura 4.11 - Representação esquemática da sequência da homogeneização utilizando DOE

Fonte: Próprio autor.

A Figura 4.12 apresentam a microestrutura da liga de alumínio AA2024 bruta de solidificação e a Figura 4.13 apresenta as microestruturas da liga de alumínio AA2024 para as condições de tratamento de homogeneização a, b, c e d descritas anteriormente. Nota-se, para todas as condições, uma matriz de alumínio com menor volume de precipitados nos contornos de grãos do que na condição bruta de solidificação. Pode-se observar que grande parte dos precipitados, em especial, o microconstituinte eutético (lamelas) foram dissolvidas na matriz. Analisando as microestruturas apresentadas na Figura 4.13(a) e 4.13(c) que, para o mesmo tempo de encharque, um pequeno aumento na temperatura de tratamento, de 2,5%, a dissolução foi mais efetiva. Observando as Figuras 4.13(c) e 4.13(d), para a menor temperatura (486°C), nota-se que houve maior dissolução quando o tempo de encharque foi aumentado de 10 para 30 horas, no entanto isto implica em maior tempo de uso de forno e maior gasto energético. Comparando os resultados das 4 condições (a, b, c e d) pode-se concluir que o aumento de 2,5% na temperatura é mais efetivo do que aumentar em 300% o tempo de encharque. Onde se conclui que a melhor condição de tratamento de homogeneização, para as condições analisadas, é de 498°C por 10 horas.



Figura 4.12 – Microestrutura da liga de alumínio AA2024 bruta de solidificação, solidificada na condição A ( $\lambda_1 = 72.0 \pm 19.1 \mu m$ ).

Fonte: Próprio autor.

Figura 4.13 – Microestrutura da liga de alumínio AA2024 bruta de solidificação, solidificada na condição A e homogeneizada nas condições: (a) à 498°C por 10 horas; (b) à 498°C por 30 horas; (c) à 486°C por 10 horas; (d) à 486°C por 30 horas e resfriadas ao ar.



Fonte: Próprio autor.

Visando analisar a influência da taxa de resfriamento da solidificação (que reflete nos espaçamentos dendríticos e na microssegregação) no tratamento térmico de homogeneização, foram analisados os resultados dos seguintes experimentos gerados pelo DOE:

- experimento 3:  $\lambda_1 = 72,0 \pm 19,1 \mu m$  (condição de solidificação A) – 498°C por 10 horas; - experimento 4:  $\lambda_1 = 255,4 \pm 59,2 \mu m$  (condição de solidificação C) – 498°C por 10 horas.

A Figura 4.14 apresenta um esquema da sequência dos processos de fabricação detalhando as temperaturas e tempos utilizados na execução dos experimentos 3 e 4.



Figura 4.14 - Representação da sequência dos processos de fabricação detalhando as temperaturas e tempos utilizados na execução dos experimentos 3 e 4.

Fonte: Próprio autor.

Pode ser observado na Figura 4.15, que após o mesmo tempo a mesma temperatura de tratamento a liga solidificada na condição C (menor taxa de resfriamento), que possuía maior tamanho de espaçamento dendrítico e consequentemente maior espessura da região interdendrítica (contornos de grãos), ainda apresenta precipitados grosseiros, enquanto a liga solidificada na condição A apresenta precipitados bem finos e quase que completamente dissolvidos. Ou seja, para alcançar a mesma dissolução, o tempo de tratamento da amostra com maior espessura da região interdendrítica teria que ser maior. Liu et al (2014) e Qing et al (2016), também concluíram que um pequeno aumento na espessura da região interdendrítica leva a significativo aumento no tempo de dissolução.

Mesmo apresentando maior quantidade de precipitados na condição bruta de solidificação a liga solidificada com maior taxa de resfriamento (condição A) apresentou melhor homogeneização do que a liga solidificada com menor taxa (condição C), pois os precipitado presentes na liga na condição A eram precipitados menores e menos espessos, portanto mais fáceis de dissolver.



Figura 4.15 – Microestrutura da liga de alumínio AA2024 após homogeneização à 498°C por 10 horas: (a) condição de solidificação A. (b) condição de solidificação C.

Fonte: Próprio autor.

Na liga solidificada na condição A ( $\lambda_1 = 72,0 \pm 19,1\mu$ m) e homogeneizada a 486°C por 10 e 30 horas (experimentos 1 e 5), foi observada a presença dos eutéticos S-Al<sub>2</sub>CuMg ,  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu, e de compostos intermetálicos do tipo AlCuFe(MnMgSi) oriundos da estrutura bruta de solidificação. Porém observou-se uma mudança na morfologia do eutético S-Al<sub>2</sub>CuMg e  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu que com o tratamento térmico de homogeneização tornaram-se esferoidizadas (Figura 4.16). No entanto, quando homogeneizada a 498°C por 10 e 30 horas não foi observado eutético, somente os compostos intermetálicos do tipo AlCuFe(MnMgSi) como mostrado na Figura 4.17.



Figura 4.16 - Microestrutura da liga de alumínio AA2024 solidificada na condição A, após homogeneização à 486°C por 10 horas.

Fonte: Próprio autor.



Figura 4.17 - Microestrutura da liga de alumínio AA2024 solidificada na condição A, após homogeneização à 498°C por 10 horas.

Fonte: Próprio autor.

Para a liga solidificada na condição C ( $\lambda_1 = 255, 4 \pm 59, 2\mu m$ ), nas amostras homogeneizadas a 486°C por 10 e 30 horas (experimentos 2 e 6), foi observada a presença dos eutéticos S-Al<sub>2</sub>CuMg,  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu e dos compostos intermetálicos do tipo AlCuFe(MnMgSi). Nessas condições de tratamento também foi observada a esferoidização das fases S-Al<sub>2</sub>CuMg,  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu, como mostrado na Figura 4.18.

Na amostra homogeneizada a 498°C por 10 horas (experimento 4) foram encontradas eutéticos (esferoidizadas) e compostos intermetálicos, como mostrado na Figura 4.19. Na amostra homogeneizada a 498°C por 30 horas (experimento 8) só foram encontrados os compostos intermetálicos.



Figura 4.18 - Microestrutura da liga de alumínio AA2024 solidificada na condição C, após homogeneização à 486°C por 30 horas.

Fonte: Próprio autor.



Figura 4.19 - Microestrutura da liga de alumínio AA2024 solidificada na condição C, após homogeneização a 498°C por 10 horas.

Fonte: Próprio autor.

A Tabela 4.5 sumariza os precipitados encontradas após os tratamentos térmicos de homogeneização para as amostras tratadas nas condições de homogeneização dos experimentos de 1 a 8 gerados pelo DOE.

	Tem	pos e temperatur	as de homogenei	zação
Condição de	480	5°C	49	8°C
solidificação	10 horas	30 horas	10 horas	30 horas
Condição A	S-Al <sub>2</sub> CuMg θ-Al <sub>2</sub> Cu CI	S-Al <sub>2</sub> CuMg θ-Al <sub>2</sub> Cu CI	CI	CI
Condição C	S-Al <sub>2</sub> CuMg θ-Al <sub>2</sub> Cu CI	S-Al <sub>2</sub> CuMg θ-Al <sub>2</sub> Cu CI	S-Al <sub>2</sub> CuMg θ-Al <sub>2</sub> Cu CI	CI

Tabela 4.5 - Precipitados encontrados na liga de alumínio AA2024 para diferentes condições.

\*CI = composto intermetálico AlCuFe(MnMgSi) Fonte: Próprio autor.

Nota-se que para a menor taxa de resfriamento da solidificação (espaçamentos maiores) a dissolução do eutético só foi possível com a temperatura mais alta durante um tempo longo. Já para a maior taxa de resfriamento da solidificação (espaçamentos menores) com um pequeno aumento da temperatura houve a dissolução do eutético. Estes resultados concordam com a literatura, que em geral, quanto mais grosseira a estrutura dendrítica, maior a segregação e mais difícil será a homogeneização, uma vez que as distâncias para a difusão dos átomos, tornam-se maiores (HATCH, 1993).

Os compostos intermetálicos (CI) que ainda existem na microestrutura após o tratamento térmico de homogeneização são formados por Fe e/ou Si. Esses compostos são insolúveis devido à baixa solubilidade desses elementos no alumínio (no caso do Fe cerca de 0,05% a 650°C).

#### 4.2.4.2 Fração volumétrica de precipitados

A Tabela 4.6 apresenta a fração volumétrica dos precipitados da liga de alumínio AA2024 bruta de solidificação, solidificada nas condições A, B e C e homogeneizadas a 486°C e 498°C por 10 e 30 horas (condições dos experimentos de 1 a 8 gerados pelo DOE).

Assim como observado na análise microestrutural nota-se que um pequeno aumento na temperatura, para os dois tamanhos de espaçamento, é mais eficiente do que o prolongamento do tempo.

	Fração de precipitados (%)					
		Homogeneizada				
Condição de solidificação	Bruta de solidificação	486	486°C		3°C	
		10 horas	30 horas	10 horas	30 horas	
Condição A	$8,34 \pm 0,73$	2,31 ± 0,20	1,81 ± 0,24	1,87 ± 0,33	1,66 ± 0,24	
Condição C	$5,92 \pm 0,97$	2,36 ± 0,63	2,16 ± 0,41	$1,95 \pm 0,44$	1,83 ± 0,76	

Tabela 4.6 – Fração volumétrica dos precipitados da liga de alumínio AA2024 bruta de solidificação com diferentes taxas de resfriamento da solidificação e diferentes tratamentos térmicos de homogeneização.

Fonte: Próprio autor.

#### 4.2.4.3 Microdureza Vickers (HV)

A Tabela 4.7 apresenta a microdureza Vickers da liga de alumínio AA2024 bruta de solidificação, solidificada nas condições A, B e C e homogeneizadas a 486°C e 498°C por 10 e 30 horas (condições de homogeneização dos experimentos de 1 a 8 gerados pelo DOE).

Em geral, após tratamento de homogeneização espera-se que a dureza diminua, mas isto varia em função da taxa de resfriamento após a homogeneização (RINDERER, 2011; STALEY e TIRYAKIOGLU, 2001). Neste caso, como o resfriamento foi ao ar, houve a formação de precipitados já durante o resfriamento, acarretando um aumento da dureza com relação ao estado bruto de solidificação.

Tabela 4.7 – Microdureza (HV) da liga de alumínio AA2024 bruta de solidificação com diferentes ta:	xas de
resfriamento da solidificação e diferentes tratamentos térmicos de homogeneização.	

	Microdureza (HV)						
Condição		Homogeneizada					
de	Bruta de solidificação	Bruta de 486°C		498	3°C		
solidificação	sonanion și o	10 horas	30 horas	10 horas	30 horas		
Condição A	$102,62 \pm 4,44$	136,83 ± 4,02	135,21 ± 5,26	$139,12 \pm 4,73$	141,69 ± 3,21		
Condição C	105,48 ± 8,59	135,94 ± 6,38	139,98 ± 5,20	$141,30 \pm 6,87$	143,98 ± 4,26		

Fonte: Próprio autor.

# 4.2.5 Condutividade elétrica

Na Tabela 4.8 são apresentados os valores de condutividade elétrica da liga de alumínio AA2024 T351 e do Al-CP bruto de solidificação (BS).

Tabela 4.8 – Condutividade elétrica da liga de alumínio AA2024 e do Al-CP (bruto de solidificação) comparados com dados da literatura.

Condutividade elétrica (%IACS)	Referências	
62	ASM Handbook, 1990	
$56,4 \pm 0,2$	Autor	
50	ASM Handbook, 1990	
38	ASM Handbook, 1990	
30	ASM Handbook, 1990	
$30,0 \pm 0,1$	Autor	
	Condutividade elétrica   (%IACS)   62   56,4 $\pm$ 0,2   50   38   30   30,0 $\pm$ 0,1	

Fonte: Próprio autor.

Nota-se que a condutividade do Al-CP é menor do que a condutividade do Al-puro. Essa diminuição da condutividade elétrica ocorre devido a presença de átomos de impureza na microestrutura do Al-CP. Segundo Smallman e Bishop (1999) a presença de impurezas na estrutura cristalina do material provoca o espalhamento dos elétrons o consequentemente diminuição da condutividade elétrica do mesmo. No caso da liga AA2024, pode-se notar que diferentes tratamentos térmicos também alteram a condutividade, pois estes modificam a forma, o tamanho e a distribuição dos precipitados presentes na liga, o que influencia diretamente a condutividade. Na Tabela 4.9 estão apresentados os valores da condutividade elétrica da liga de alumínio AA2024 bruta de solidificação, solidificada nas condições A, B e C e homogeneizadas a 486°C e 498°C por 10 e 30 horas (condições de homogeneização dos experimentos de 1 a 8 gerados pelo DOE).

Condutividade elétrica (%IACS)							
		Homogeneizada					
Condição de	Bruta de	486°C		498°C			
sonunicação	sonunicação	10 horas	30 horas	10 horas	30 horas		
Condição A	$29,3 \pm 0,1$	30,6 ± 0,2	30,7 ± 0,2	$30,2 \pm 0,2$	$30,5 \pm 0,2$		
Condição C	$29,4 \pm 0,1$	$29,7 \pm 0,1$	$29,2 \pm 0,2$	28,5 ± 0,3	29,3 ± 0,1		

Tabela 4.9 – Condutividade elétrica (%IACS) da liga de alumínio AA2024 bruta de solidificação com diferentes taxas de resfriamento da solidificação e diferentes tratamentos térmicos de homogeneização.

Fonte: Próprio autor.

Segundo Bloch (1928 apud RAUTA, 2015) o refinamento de grãos em ligas de alumínio resulta em tamanhos de grãos menores e num maior número de limites de grãos. Portanto, espera-se uma menor condutividade elétrica para a liga solidificada na condição A. mas notase, pelos valores apresentados na Tabela 4.9 que a condutividade das ligas solidificadas nas condições A e C não apresentaram mudanças. Uma possível explicação para esse comportamento é:

- Segundo Rauta (2015) baixas taxas de resfriamento levam a pequenas quantidades de solutos retidos em solução sólida. As ligas solidificadas nas condições B e C, que foram solidificadas com menores taxas de resfriamento, apresentam baixa quantidade de contornos de grão, e comparadas com a liga solidificada na condição A, apresentariam maior condutividade elétrica. Porém, nessas ligas há possivelmente uma quantidade de soluto retida em solução sólida que provoca o espalhamento dos elétrons diminuindo assim a condutividade;

Para a liga solidificada na condição A, houve um pequeno aumento na condutividade após a homogeneização. Durante a homogeneização as partículas constituintes oriundas da solidificação foram dissolvidas colocando os elementos de liga em solução sólida. Como após a homogeneização a liga foi resfriada ao ar, houve a formação de precipitados, que tira os elementos de liga da matriz diminuindo assim o espalhamento dos elétrons, com isso há um aumento na condutividade.

# 4.2.6 Resultado do planejamento de experimentos (DOE)

Os resultados experimentais obtidos bem como a análise dos parâmetros de entrada (temperatura, tempo e espaçamento) e suas interações na resposta de interesse (% precipitados), além do desenvolvimento de um modelo matemático com aplicação da Análise de Variância (ANOVA) serão discutidos a seguir.

A Tabela 4.10 mostra a matriz de experimentos gerada através do software Minitab 17, onde pode ser visto os parâmetros de entrada com os níveis de cada parâmetro, suas combinações e o resultado experimental obtido para a resposta de interesse para cada combinação.

EXP	Espaçamento (µm)	Temperatura (°C)	Tempo (horas)	Fração de precipitados (%)
1	70	486	10	2,31
2	210	486	10	2,36
3	70	498	10	1,87
4	210	498	10	1,94
5	70	486	30	1,81
6	210	486	30	2,16
7	70	498	30	1,66
8	210	498	30	1,83
9	70	492	20	1,66
10	210	492	20	1,95
11	140	486	20	2,60
12	140	498	20	1,70
13	140	492	10	2,81
14	140	492	30	1,90
15	140	492	20	2,42
16	140	492	20	2,20
17	140	492	20	2,22
18	140	492	20	2,39
19	140	492	20	2,36

Tabela 4.10 – Matriz de experimentos gerada através do software Minitab 17 com os resultados experimentais.

Fonte: Próprio autor.

Com os resultados experimentais obtidos, realizou-se a análise de variância (ANOVA), para verificar o adequação do modelo matemático que possibilite avaliar a influência dos

parâmetros de entrada na fração volumétrica de precipitados. O resultado da análise de variância está apresentado na Tabela 4.11.

Fator	Efeito	Coeficiente	SEcoef	Т	P-value
Constante		2,2868	0,0382	59,87	0,000
Espaçamento	0,1873	0,0936	0,0305	3,07	0,015
Temperatura	-0.3510	-0.1755	0.0336	-5.23	0.001
Tempo	-0,2371	-0,1185	0,0336	-3,53	0,008
Espaçamento*Espaçamento	-0,8939	-0,4469	0,0669	-6,68	0,000
Temperatura*Temperatura	-0,6826	-0,3413	0,0803	-4,25	0,003
Tempo*Tempo	0,9660	0,4830	0,0803	6,01	0,000
Espaçamento*Tempo	0,0977	0,0488	0,0341	1,43	0,191
Temperatura*Tempo	0,0944	0,0472	0,0341	1,38	0,204

Tabela 4.11 – Resultado da análise de variância.

R<sup>2</sup>(adj.) = 91.27%

Fonte: Próprio autor.

Nota-se que os fatores espaçamento, temperatura e tempo e as interações espaçamento\*espaçamento, temperatura\*temperatura e tempo\*tempo apresentaram valores de P-values inferiores a 0,05 (5% de significância), fazendo destes fatores significativos. Já as interações espaçamento\*tempo e temperatura\*tempo apresentaram P-values maiores que 0,05, são significativos. Apesar das interações espaçamento\*tempo portanto não e temperatura\*tempo não serem significativas, não foi possível fazer uma redução do modelo, eliminando essas interações, pois isso levaria a uma diminuição do coeficiente de determinação ajustado R<sup>2</sup>(adj.) que possui valor de 91,27% indicando que o modelo já apresenta ótimo ajuste.

A Equação (4.1) apresenta o modelo matemático final obtido, através do qual, com conhecimento do espaçamento dendrítico, do tempo e da temperatura é possível prever a fração de precipitados:

Fração de precipitados (%) = 
$$-2270 + 0.02548E + 9.28T - 0.602t - 0.000091E^2$$
  
-  $0.00948T^2 + 0.004830t^2 + 0.000070Et + 0.000787Tt$  (4.1)

Onde: E = Espaçamento dendrítico, T = Temperatura e t = tempo.

A otimização do tratamento térmico de homogeneização foi obtida com auxílio da ferramenta do Minitab "*Response Optimize*r", e o resultado pode ser visto na Figura 4.20. As condições estabelecidas como ótimas foram: Temperatura: 498°C, espaçamento de 70 µm e tempo de 21,31 horas. Com esses parâmetros o programa estima a obtenção de uma fração volumétrica de precipitados de 1,22%.



Fonte: Próprio autor.

#### 4.2.7 Estudo da cinética de homogeneização

Outra proposta para prever as condições de homogeneização é a Equação 2.8, apresentada no capítulo 2. Neste trabalho ela foi utilizada/testada para prever o tempo necessário para a dissolução dos precipitados na liga AA2024 durante o tratamento térmico de homogeneização.

$$tempo = -\left(\frac{\lambda^2 \ln\left(\frac{A_t}{A_0}\right)}{4\pi^2 D_0 e^{\left(-\frac{Q}{RT}\right)}}\right)$$
(2.8)

Onde:  $D_0$  é uma constante, Q é a energia de ativação para difusão, R é a constante dos gases e T é a temperatura.  $A_0$  é a amplitude inicial do perfil de concentração de soluto $A_t$  (amplitude no tempo t)

Um parâmetro importante da Equação 2.8 é o coeficiente de difusão. A Tabela 4.12 apresenta os coeficientes de difusão dos principais componentes da liga de alumínio AA2024. Nota-se que o coeficiente de difusão do Cu no Al é muito inferior ao coeficiente de difusão do Mg e do Mn, à mesma temperatura, como resultado o processo de homogeneização da liga de alumínio AA2024 é controlado pela difusão do Cu (LI et al, 2014; LIU et al, 2009; DU et al, 2003). Ou seja, se foi constatado que o Cu dissolveu é porque o Mg e Mn já estão dissolvidos.

Elemento	<b>D</b> <sub>0</sub> (m <sup>2</sup> /s)	Energia de ativação (KJ/mol)
Cu	8,4.10-6	136,8
Mg	1,2.10-5	119,7
Mn	1,0.10-2	211,4
	Fonte: (DU et al.	2003)

Tabela 4.12 - Coeficientes de difusão dos principais componentes da liga AA2024.

Através da substituição de  $D_0(Cu) = 0,084cm^2/s$ , Q(Cu) = 136,8KJ/mol e R = 8,314J/molK na Equação 8 e considerando que o perfil de concentração de soluto tenha sido reduzido a 1% obteve-se a curva cinética de homogeneização para os espaçamentos dendríticos primários de 72,0 ± 19,1µm e 255,4 ± 59,2µm, apresentada na Figura 4.21.

Figura 4.21 – Cinética de homogeneização da liga de alumínio AA2024 para diferentes tamanhos de espaçamento dendrítico.



Fonte: Próprio autor.

Segundo a Equação 2.8, pode ser visto a partir da Figura 4.22 que para um mesmo espaçamento dendrítico, o tempo de homogeneização será muito menor aumentando-se a temperatura de homogeneização. Pois a taxa de difusão dos átomos é mais elevada em

temperaturas mais altas (DENG et al., 2012; LIU et al., 2014; JIANG et al., 2013; LIU et al., 2009; LI et al., 2014). No entanto, segundo a análise DSC realizada, para a liga de alumínio AA2024 a temperatura de homogeneização não deve exceder 502,6°C, para evitar fusão incipiente. Portanto de acordo com a equação seria inviável a homogeneização da liga com espaçamento de 255,4  $\pm$  59,2  $\mu$ m, porém como mostrado na análise microestrutural, com 30 horas de tratamento foi possível eliminar as fases solúveis (eutéticos) presentes na liga.

A Tabela 4.13 apresenta os tempos estimados pela Equação (2.8) para a homogeneização da liga de alumínio AA2024 em conjunto com os resultados experimentais.

Espaçamento (µm)	Temperatura (°C)	Tempo experimental (horas)	Tempo calculado pela equação 2.8 (horas)
72,0 ± 19,1	498	10	36
255,4 ± 59,2	498	30	454

Tabela 4.13 – Tempos de homogeneização da liga de alumínio AA2024 para diferentes condições.

Fonte: Próprio autor.

Nota-se que os tempos calculados pela equação são maiores do que os tempos obtidos experimentalmente. As possíveis razões para tal divergência são:

1- Os contornos de grãos oriundos da rejeição de soluto durante a solidificação da liga possuem uma quantidade enorme de defeitos (Belova e Murch, 2006). Portanto, os coeficientes de dissolução são muito maiores nos contornos de grão. Com isto o tempo necessário para a dissolução é muito menor na prática do que previsto pela equação teórica.

2 - A presença de vacâncias no material que ajudam no processo de difusão dos átomos de soluto, pois é mais fácil difundir com vazios do que entre átomos (Belova e Murch, 2006).

Portanto, para a previsão do tempo de homogeneização por equações de cinética necessita de parâmetros de ajuste mais realistas. Visto que os tempos previstos são muito maiores do que os obtidos experimentalmente, gerando gastos de energia desnecessários de tempo de encharque demasiadamente longos.

# 4.3 Segundo grupo de experimentos

Esses experimentos visam investigar a influência da têmpera nas propriedades mecânicas e elétricas da liga AA2024. Primeiro a taxa de resfriamento foi variada através da tempera em diferentes meios. E em seguida a sensibilidade ao quench da liga de alumínio AA2024 foi avaliada através das curvas tempo-temperatura-propriedades (TTP), determinadas pelo método de quench interrompido para as propriedades microdureza Vickers e condutividade elétrica (%IACS).

# 4.3.1 Influência das taxas resfriamento na microdureza e na condutividade elétrica da liga de alumínio AA2024

A Figura 4.22 apresenta as curvas de resfriamento experimentais após homogeneização a 498°C por 22 horas, ou seja, a melhor condição obtida por DOE, para diferentes meios de resfriamento (meios de têmpera).

As taxas de resfriamento foram calculadas a partir das curvas de resfriamento obtidas experimentalmente e estão apresentadas na Figura 4.23 e na Tabela 4.14.

Nota-se que as taxas de resfriamento no gelo e na água a temperatura ambiente (TA) são muito próximas. O mesmo acontece entre as taxas para as temperaturas de 60°C e 75°C e entre as taxas para as temperaturas de 85°C e 100°C. Possivelmente, o tamanho pequeno das amostras teve influência nestes resultados. Por isso para avaliar a influência da taxa de resfriamento no posterior tratamento térmico de envelhecimento foram escolhidos os seguintes meios de resfriamento: gelo, água a 60°C, água a 100°C, ar e forno.



Figura 4.22 – Curvas de resfriamento após a homogeneização da liga de alumínio AA2024 para diferentes meios de resfriamento.

Fonte: Próprio autor.

Figura 4.23 – Taxas de resfriamento após a homogeneização da liga de alumínio AA2024 para diferentes meios de resfriamento



Fonte: Próprio autor.

de restriamento				
Meio de resfriamento	Taxa (°C/s)			
Gelo	481,0			
Água TA	411,0			
Água a 60°C	220,0			
Água a 75°C	137,0			
Água a 85°C	104,0			
Água a 100°C	97,0			
Ar	1,0			
Forno	0,1			
Fonto: Drónrio o	ator			

Tabela 4.14 – Taxas de resfriamento após a homogeneização da liga de alumínio AA2024 para diferentes meios de resfriamento

Fonte: Próprio autor.

A Tabela 4.15 e as Figuras 4.24 e 4.25 apresentam os resultados da microdureza Vickers (HV) e da condutividade elétrica (%IACS) da liga de alumínio AA2024 homogeneizada a 498°C por 22 horas, temperada em diferentes meios e envelhecida a 190°C por 8 horas.

Tabela 4.15 – Microdureza Vickers e condutividade elétrica da liga de alumínio AA2024 homogeneizada a 498°C por 22 horas, temperada em diferentes meios e envelhecida a 190°C por 8 horas.

	Microd	lureza (HV)	Condutividade elétrica (%IACS)	
Taxa de resfriamento após a homogeneização (°C/s)	Após o resfriamento	Após o envelhecimento a 190°C por 8 horas	Após o resfriamento	Após o envelhecimento a 190°C por 8 horas
481,0	88,49 ± 3,14	$128,96 \pm 6,83$	31,4 ± 0,2	30,4 ± 0,1
220,0	107,60 ± 3,29	$121,90 \pm 2,35$	$30,9 \pm 0,3$	$30,7 \pm 0,3$
97,0	110,01 ± 2,15	122,67 ± 2,05	31,5 ± 0,2	31,4 ± 0,2
1,0	113,00 ± 3,36	126,98 ± 4,17	33,7 ± 0,3	$32,9 \pm 0,4$
0,1	72,94 ± 2,64	83,76 ± 3,98	39,7 ± 0,4	39,6 ± 0,8

Fonte: Próprio autor.

As propriedade mecânicas das ligas endurecíeis por precipitação são dependentes da velocidade de resfriamento após a homogeneização. Baixas taxas de resfriamento causam uma diminuição da supersaturação após têmpera e consequentemente a uma diminuição de precipitados endurecedores no tratamento de envelhecimento. Analisando a Figura 4.24 notase que a microdureza da liga AA2024 após o envelhecimento, é maior do que da liga homogeneizada para todas as condições de resfriamento, no entanto o ganho dureza é maior para a maior taxa de resfriamento (cerca de 45%) e para a menor taxa de resfriamento quase não houve diferença na microdureza. Nota-se também um alto valor de microdureza alcançado pela liga resfriada ao ar, o que não era esperado, pois ao ar as taxas de resfriamento geralmente

são lentas e geram propriedades mecânicas mais baixas. Possivelmente esse alto valor da microdureza encontrado ocorreu em função do tamanho da peça utilizada, que era pequena, assim a taxa de resfriamento foi maior do que o esperado. Outra razão é o fato da liga AA2024 envelhecer rápido a temperatura ambiente.



Figura 4.24 - Microdureza Vickers da liga de alumínio AA2024 homogeneizada a 498°C por 22 horas, temperada em diferentes meios e envelhecida a 190°C por 8 horas.

Fonte: Próprio autor.

A condutividade elétrica é influenciada pela quantidade de átomos presentes em solução sólida. Como discutido anteriormente se a taxa de resfriamento após a homogeneização for baixa, os átomos de soluto colocados em solução sólida durante a homogeneização formam precipitados grosseiros durante o resfriamento, resultando em menos átomos dissolvidos na matriz. Com isso a condutividade elétrica da liga é aumentado pois ocorre menos espalhamento dos elétrons. O aumento da taxa de resfriamento diminui a quantidade de precipitados grosseiros e preserva mais átomos de soluto em solução sólida, o que aumenta o espalhamento dos elétrons provocando uma diminuição da condutividade elétrica. Ou seja, a medida que a taxa de resfriamento após a homogeneização aumenta a condutividade elétrica diminui, como pode ser observado na Figura 4.25.





Na Figura 4.26 pode-se observar a relação entre a condutividade elétrica, a microdureza e a taxa de resfriamento após a homogeneização. Nota-se que o aumento da taxa de resfriamento resultou em uma diminuição da condutividade elétrica e no aumento da microdureza. Para as condições estudadas nota-se uma relação linear entre a condutividade elétrica e a microdureza da liga de alumínio AA2024.

Figura 4.26 – Microdureza (HV) e condutividade elétrica da liga AA2024 homogeneizada a 498°C por 22 horas, temperada em diferentes meios e envelhecida a 190°C por 8 horas.



#### 4.3.2 Determinação das curvas Tempo-Temperatura-Propriedade

A curva de TTP é uma das maneiras eficazes de avaliar a sensibilidade ao quench de uma liga. De acordo com o tempo para alcançar um determinado nível de propriedade máxima, a curva TTP pode ser criada. As curvas Tempo-Temperatura-Propriedade (TTP) foram obtidas através do método de têmpera interrompida. O resultado do tratamento isotérmico pode ser visto nas Figuras 4.27 e 4.28, para a microdureza Vickers e para a condutividade elétrica, respectivamente. Nota-se que o aumento do tempo de tratamento isotérmico resultou em uma diminuição da microdureza Vickers e um aumento da condutividade elétrica. Isto ocorre pois com a longa duração do tratamento isotérmico, precipitados grosseiros formam-se e crescem, o que conduz a uma diminuição da supersaturação após tempera e consequentemente a uma diminuição de precipitados endurecedores no tratamento de envelhecimento. A diminuição da quantidade de precipitados finos, endurecedores, provoca a queda da microdureza. Com precipitados grosseiros a condutividade elétrica aumenta, pois o livre caminho médio dos elétrons é maior. A microdureza máxima encontrada para aliga AA2024 foi de 132 HV, e a condutividade elétrica mínima encontrada foi de 28 %IACS.

Figura 4.27 - Influência do tempo de tratamento isotérmico na microdureza Vickers da liga de alumínio AA2024 a diferentes temperaturas.



Fonte: Próprio autor.



Figura 4.28 - Influência do tempo de tratamento isotérmico na condutividade elétrica (%IACS) da liga de alumínio AA2024 a diferentes temperaturas.

Fonte: Próprio autor.

A taxa de precipitação durante a têmpera depende da supersaturação e da taxa de difusão. Quando a temperatura do tratamento isotérmico é elevada, a taxa de difusão também é alta, mas a supersaturação é baixa, assim nessas temperaturas há pouca precipitação. No caso de baixas temperaturas, a taxa de nucleação é alta devido à grande supersaturação. Mas a transformação é lenta pois a taxa de difusão é baixa. Em temperaturas intermédias, tanto a supersaturação como a taxa de difusão são relativamente elevadas, de modo que a precipitação ocorre rapidamente (LIU et al, 2008; LI et al, 2013). Nessa faixa de temperatura crítica (nariz das curvas C) é necessário resfriar a liga com taxas de resfriamento elevadas para evitar que ocorra precipitação. Já em temperaturas mais altas a taxa de resfriamento pode ser mais lenta, diminuindo assim as tensões residuais no material.

Baseado nos dados dos tratamentos isotérmicos apresentados anteriormente as curvas TTP para a microdureza e para a condutividade elétrica foram determinadas. A Figura 4.29 apresenta a curva TTP experimental obtida para 85% da microdureza máxima de 132HV. Podese observar, na Figura 4.29 que o tempo crítico para a perda de 15% na microdureza da liga AA2024 estudada neste trabalho é de aproximadamente 200s na temperatura do nariz da curva, que se encontra próxima a 330°C.



Figura 4.29 - Curva TTP para 85% da microdureza máxima da liga AA2024 após o tratamento isotérmico.

Fonte: Próprio autor.

A curva TTP experimental para a condutividade elétrica, foi construída para o valor de condutividade de 33,6 %IACS (aumento de 20%da condutividade mínima), como mostrado na Figura 4.30. O nariz da curva TTP para a condutividade está em torno de 300°C.

Figura 4.30 - Curva TTP para 33,6 %IACS da liga AA2024 após o tratamento isotérmico.



Fonte: Próprio autor.

Como visto anteriormente, as curvas TTP podem ser descritas pela Equação(2.15), apresentada no capítulo 2:

$$C_T = -k_1 * k_2 * exp\left[\frac{k_3 * k_4^2}{R * T(k_4 - T)^2}\right] * exp\left[\frac{k_5}{R * T}\right]$$
(2.15)

Onde:

 $C_T$  - tempo crítico necessário para se atingir uma dada quantidade de precipitação ou dada propriedade, R - constante universal doa gases (8,314 J/molK), T - temperatura em Kelvin,  $k_1$  logaritmo natural da fração não precipitada, ou a taxa da propriedade correspondente à curva C em particular,  $k_2$  - constantes relacionadas ao número de sítios de nucleação,  $k_3$  - energia necessária para formar um núcleo,  $k_4$  - temperatura solvus e  $k_5$  - energia de ativação para difusão.

Através do método de ajuste não-linear os coeficientes da Equação 2.15 para as curvas TTP da microdureza e da condutividade elétrica foram estimados.

A Figura 4.31 e a Tabela 4.16 apresentam o resultado do ajuste não-linear para a curva TTP da microdureza Vickers. Analisando os dados da Figura 4.31 nota-se que o ajuste não linear para a curva TTP da microdureza apresentou baixo coeficiente de correlação,  $R^2 = 0,8372$ , ou seja, os parâmetros  $k_2$ - $k_5$  encontrados não descrevem a curva  $C_T$  da microdureza para a liga AA2024 estudada neste trabalho. Uma melhora no ajuste da curva TTP para a microdureza pode ser obtido aumentando o número de experimentos realizados e realizando tratamentos isotérmicos em tempos muito curtos. Por causa da dificuldade para controlar a temperatura do forno durante a etapa de tratamento isotérmico, isto não foi possível, dificultando/impossibilitando calcular o fator de *quench* para microdureza.

K1	K2 (s)	K3 (J/mol)	K4 (K)	K5 (J/mol)	
-0,16	7,56E-11	54757,48	1512,36	2412,24	
Fonte: Próprio autor					

Tabela 4.16 - Coeficientes da equação (2.15) determinados para a curva TTP da microdureza.

Fonte: Próprio autor.





Fonte: Próprio autor.

A Figura 4.32 e a Tabela 4.17 apresentam o resultado do ajuste não-linear para a curva TTP da condutividade elétrica. Nota-se na Figura 4.32 que o coeficiente R<sup>2</sup> apresentou um valor de 0,99254, indicando um bom ajuste entre os dados experimentais e a equação. Os valores na Tabela 4.17 foram substituídos na Equação (2.15) e as curvas de TTP da condutividade elétrica para 99,5, 90 e 80% de fração não transformada durante o resfriamento, foram construídas, como mostrado na Figura 4.33. De acordo com a curva TTP para 99,5% de fração não transformada (que corresponde a condição de melhor desempenho da liga) quando o tempo de transformação é de 5 segundos, a faixa de temperatura crítica é de 240°C a 425°C. Nessa faixa de temperatura crítica, a condutividade aumenta rapidamente com a extensão do tempo isotérmico.

Tabela 4.17 – Coeficientes da equação (2.15) determinados para a curva TTP da condutividade elétrica.

K1	K2 (s)	K3 (J/mol)	K4 (K)	K5 (J/mol)
1,61	5,95E7	96,21	483,66	2412,24

Fonte: Próprio autor.



Figura 4.32 – Curva TTP ajustada para 33,6 % IACS da liga AA2024 após o tratamento isotérmico.

Fonte: Próprio autor.



Figura 4.33 - Curvas TTP da condutividade elétricas para a liga AA2024.

Fonte: Próprio autor.

Através da combinação do *Cr* com as curvas de resfriamento da liga AA2024 após a homogeneização calculou-se o fator de *quench*, Q. Os valores de Q estão apresentados na Tabela 4.18.

Taxa de resfriamento após a homogeneização (°C/s)	Fator de Quench (Q)	
481 (gelo)	5,06E-2	
1 (ar)	16,1	
Fonte: Próprio autor.		

Tabela 4.18 - Fator de Quench Q para diferentes taxas de resfriamento após a homogeneização.

Nota-se que a taxa de resfriamento é inversamente proporcional ao Q, ou seja, quanto maior a taxa de resfriamento, menor o fator de *quench*, Q. O que que concorda com a literatura (OTERO et al, 2014; FONTECCHIO et al, 2002)

O fator Q, pode ser usado para prever a condutividade elétrica da liga através da Equação (2.16):

$$P_p = P_{max} exp(k_1 Q) \tag{2.16}$$

Onde:

 $P_P$  - propriedade prevista,  $P_{max}$  - propriedade máxima para a liga,  $k_1$  - logaritmo natural da fração não precipitada, ou a taxa da propriedade correspondente à curva C em particular e Q - fator de quench.

Para a previsão da condutividade elétrica da liga AA2024 através da Equação (2.16), o termo Pmáx, referente a propriedade máxima foi substituído por Pmín, referente a condutividade elétrica mínima. Pois, como discutido anteriormente, quando as propriedades mecânicas da liga aumentam, a condutividade diminui, ou seja, quando a propriedade mecânica for máxima (Pmáx) a condutividade elétrica será mínima (Pmín). Os valores da condutividade elétrica medidos experimentalmente e os previstos pela Equação (2.16) estão apresentados na Tabela 4.19.

Taxa de resfriamento após a homogeneização (°C/s)	Fator de Quench	Condutividade elétrica prevista pela equação (2.16)	Condutividade elétrica obtida experimentalmente	
481	5,06E-2	28	$30,4 \pm 0,1$	
1	16,1	30,4	32,9 ± 0,4	

Tabela 4.19 - Condutividade elétrica previstas pelo fator de Quench Q.

Fonte: Próprio autor.

# 5 CONCLUSÃO

Baseado nos resultados dos estudos teóricos e experimentais conduzidos ao longo deste trabalho e às comparações realizadas com os demais estudos da literatura no tema, podem ser extraídas as seguintes conclusões:

- A dureza e microdureza evidenciam a grande influência dos elementos de liga, e principalmente dos precipitados endurecedores (por exemplo: Al-puro para AA2024 T351 aumento de 630% da dureza).

- A forte influência dos elementos de liga é evidenciada pela condutividade elétrica (Al-puro para Al-CP redução de 10%); com aumento da quantidade de elementos de liga a redução aumenta (Al-puro para AA2024 - O a redução de 20%); mas com a formação de precipitados fica ainda mais evidente (Al-puro para AA2024 T351 a redução de 50%); Estes resultados confirmam o potencial desta técnica para avaliar o estado da liga.

 As condições impostas durante a solidificação da liga AA2024 foram capazes de promover taxas de solidificação e, consequentemente uma grande variação nos espaçamentos dendríticos e na distribuição e fração de precipitados.

- Quanto a dissolução dos precipitados durante a homogeneização verificou-se que mesmo apresentando maior quantidade de precipitados na condição bruta de solidificação a liga solidificada com maior taxa de resfriamento (condição A) apresentou melhor homogeneização do que a liga solidificada com menor taxa (condição C), pois os precipitado presentes eram menores e menos espessos, portanto mais fáceis de dissolver.

- A otimização do tratamento térmico de homogeneização por DOE resultou nos parâmetros: temperatura de 498°C, espaçamento de 70 μm e tempo de 21,31 horas.

- A cinética de homogeneização demonstrou que a previsão do tempo de homogeneização por equações de cinética necessita de parâmetros mais realistas. Os tempos previstos são muito maiores do que os obtidos experimentalmente, gerando gastos de energia desnecessários com tempos de encharque demasiadamente longos. - O aumento da taxa de resfriamento de 0,1 para 481°C/s provocou um aumento na microdureza de 83,76  $\pm$  3,98 para 128,96  $\pm$  6,83 e uma diminuição na condutividade elétrica de 39,6  $\pm$  0,8 para 30,4  $\pm$  0,1.

- A condutividade elétrica apresentou uma relação proporcional inversa com a microdureza, em função da taxa de resfriamento na tempera;

- O método de *quench*, apesar das dificuldades experimentais, se mostrou adequado para determinação das curvas TTP;

- Finalmente o uso da técnica não destrutiva de medidas de condutividade elétrica por correntes parasitas é viável para determinação da curva TTP, que pode ser utilizada para prever as propriedades da liga em função da taxa de têmpera.

# 6 REFERÊNCIAS

ABBASIAN, A.; KASHEfi, M.; AHMADZADE-BEIRAKI, E. Quality control of precipitation hardened aluminium alloy parts evaluation. Iranian Journal of Materials Science & Engineering, v. 12, n. 3, 2015.

ANYALEBECHI, P. N. Effects of solidification rate, Fe, and Ca on the cast microstructure of aluminum alloy A356. In: **LIGHT METALS-WARRENDALE-PROCEEDINGS-**. TMS, 2003. p. 1005-1016.

ASM. **ASM Handbook: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**. ASM International, vol. 2, 1990.

ASM. ASM Handbook: Heat Teatment. ASM International, vol. 4, 1991.

ASM. ASM Handbook: Nondestructive Evaluation and Quality Control. ASM International, vol. 17, 1989.

ASENSIO-LOZANO, Juan; SUÁREZ-PEÑA, Beatriz; VANDER VOORT, George F. Effect of Processing Steps on the Mechanical Properties and Surface Appearance of 6063 Aluminium Extruded Products. **Materials**, v. 7, n. 6, p. 4224-4242, 2014.

ASHBY, M. F.; JONES, D. R. H. Engineering materials 2: an introduction to microstructures, processing & design. 2<sup>a</sup> ed. Oxford: Bitterworth Heinemann, 1998.

ASTM, E112-96. 112–96. Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. **ASTM International**, 2004.

ASTM, E1245-03. 1245-03. Standard Practice for Determining the Inclusion or Second-Phase Constituent Content of Metals by Automatic Image Analysis. **ASTM International**, 2016.

ASTM, E1004-09. 1004-09. Standard Test Method for Determining Electrical Conductivity Using the Electromagnetic (Eddy-Current) Method. **ASTM International**, 2009.

BELOVA, Irina V.; MURCH, Graeme E. Phenomenological Aspects of Grain Boundary Diffusion. In: **Defect and Diffusion Forum**. Trans Tech Publications, 2006. p. 483-490.

BIROL, Yucel. Precipitation during homogenization cooling in AlMgSi alloys. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 23, n. 7, p. 1875-1881, 2013.

BIROL, Yucel. Impact of homogenization on recrystallization of a supersaturated Al–Mn alloy. Scripta Materialia, v. 60, n. 1, p. 5-8, 2009.

BISHOP, M.; FLETCHER, K. E. **Diffusion in Aluminium**. International Metallurgical Reviews, v. 17, n. 1, p. 203-225, 1972.

BLOCH, Felix. Über die quantenmechanik der elektronen in kristallgittern. **Zeitschrift für physik**, v. 52, n. 7-8, p. 555-600, 1929 apud RAUTA, Veijo. On the effect of heat and metallurgical treatments on the thermal conductivity of cast aluminium alloys. 2015.

CAMPOS FILHO, Mauricio Prates; DAVIES, Graeme John. Solidificação e fundição de metais e suas ligas. Livros Tecnicos e Científicos, 1978.

CATTANI, M.; VANNUCCI, A. Correntes de Foucault: Aspectos básicos. **Revista Brasileira de Ensino de Fisica**, v. 36, n. 2, p. 2311, 2014.

COBDEN, R.; Aluminum: Physical Properties, Characteristics and Alloys; TALAT Lecture 1501; EAA - European Aluminum Association, 1994.

COLPAERT; Hubertus. Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns, 4ª Edição, Editora Edgarg Blücher Ltda, São Paulo – 2008

DENG, Y.; YIN, Z.; CONG, F. Intermetallic phase evolution of 7050 aluminum alloy during homogenization. Intermetallics, v. 26, p. 114-121, 2012.

DEHMAS, Moukrane et al. Interaction between eutectic intermetallic particles and dispersoids in the 3003 aluminum alloy during homogenization treatments. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 44, n. 2, p. 1059-1073, 2013.

DEHNAVI, M.; KUHESTANI, F.; HADDAD-SABZEVAR, M. Cooling curve analysis in binary Al-Cu alloys: Part I-Effect of cooling rate and copper content on the eutectic formation. **Metallurgical and Materials Engineering**, v. 21, n. 3, p. 195-206, 2015.

DIAS FILHO, José Marcelino da Silva et al. Análises térmica e microestrutural na solidificação de ligas monofásica e peritéticas do sistema Zn-Ag. 2013.

DOLAN, G. P.; ROBINSON, J. S. Residual stress reduction in 7175-T73, 6061-T6 and 2017A-T4 aluminium alloys using quench factor analysis. Journal of Materials Processing Technology, v. 153, p. 346-351, 2004.

DONS, Anne Lise. The Alstruc homogenization model for industrial aluminum alloys. **Journal of Light Metals**, v. 1, n. 2, p. 133-149, 2001.

DU, Yong et al. Diffusion coefficients of some solutes in fcc and liquid Al: critical evaluation and correlation. Materials Science and Engineering: A, v. 363, n. 1, p. 140-151, 2003.

DURSUN, Tolga; SOUTIS, Costas. Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys. **Materials & Design**, v. 56, p. 862-871, 2014.

EIVANI, A. R. et al Evolution of grain boundary phases during the homogenization of AA7020 aluminum alloy. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 40, n. 3, p. 717-728, 2009a.

EIVANI, A. R. et al Correlation between electrical resistivity, particle dissolution, precipitation of dispersoids, and recrystallization behavior of AA7020 aluminum alloy. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 40, n. 10, p. 2435-2446, 2009b.

ENGLER, Olaf; LAPTYEVA, Galyna; WANG, Ning. Impact of homogenization on microchemistry and recrystallization of the Al–Fe–Mn alloy AA 8006. Materials Characterization, v. 79, p. 60-75, 2013.

FARIA, Jonas Dias et al. Influência na microestrutura e na microdureza decorrente da adição de 4% Ag na liga Al-4% Cu solidificada unidirecionalmente. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 20, n. 4, p. 992-1007, 2015.

EVANCHO, J. W.; STALEY, J. T. Kinetics of precipitation in aluminum alloys during continuous cooling. **Metallurgical Transactions**, v. 5, n. 1, p. 43-47, 1974. – apud CANALE, Lauralice CF; KAVALCO, Patricia Mariane. Evolution of quench factor analysis: a review. **Journal of ASTM International**, v. 6, n. 5, p. 1-20, 2009.

FLEMINGS, M.C. Solidification processing. New York, McGraw-Hill Inc., 1974. – apud MARTORANO, M. A.; CAPOCCHI, J. D. T. Microssegregação em ligas metálicas binárias. EPUSP, 2000.

FLYNN, Robert J.; ROBINSON, J. S. The application of advances in quench factor analysis property prediction to the heat treatment of 7010 aluminium alloy. **Journal of materials processing Technology**, v. 153, p. 674-680, 2004.

FONTECCHIO, Marco; MANIRUZZAMAN, Mohammed; SISSON JR, Richard D. Quench Factor Analysis and Heat Transfer Coefficient Calculations for 6061 Aluminum Alloy Probes Quenched in Distilled Water. **Center for Heat Treating Excellence**, 2002.

GARCIA, A. Solidificação: fundamentos e aplicações. 2 ed. Campinas-SP: Editora da Unicamp, 2007.

GAOSONG, Wang et al Effect of homogenizing treatment on microstructure and conductivity of 7075 aluminum alloy prepared by low frequency electromagnetic casting. **Research & Development**, v. 11, n. 1, 2014.

GHONCHEH, M. H.; SHABESTARI, S. G.; ABBASI, M. H. Effect of cooling rate on the microstructure and solidification characteristics of Al2024 alloy using computer-aided thermal analysis technique. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, v. 117, n. 3, p. 1253-1261, 2014.

GHONCHEH, M. H.; SHABESTARI, S. G. Effect of Cooling Rate on the Dendrite Coherency Point During Solidification of Al2024 Alloy. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 46, n. 3, p. 1287-1299, 2015.

GOLDENSTEIN, H.; GONÇALVES, M.; MARTINS, M. G. Um estudo sobre homogeneização da liga de alumínio AA2014. In: 55 Congresso Anual da ABM, 2000, Rio de Janeiro RJ. 55 Congresso Anual da ABM, 2000. p. 2290-2299.

GOMES, José Henrique de Freitas. Análise e otimização da soldagem de revestimento de chapas de aço abnt 1020 com utilização de arame tubular inoxidável austenítico. 2010. Dissertação de Mestrado. UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ.

GRIMBERG, Raimond. Electromagnetic nondestructive evaluation: present and future. **Strojniški vestnik-Journal of Mechanical Engineering**, v. 57, n. 3, p. 204-217, 2011.

GRIMVALL, Göran. Thermophysical properties of materials. Elsevier, 1999.
GÜNDÜZ, M.; ÇADIRLI, E. Directional solidification of aluminium–copper alloys. **Materials** Science and Engineering: A, v. 327, n. 2, p. 167-185, 2002.

GUPTA, R. K.; NAYAN, N.; GHOSH, B. R. Computation of the homogenization regime for aluminum alloy AA2219 on the basis of diffusion theory. Metal science and heat treatment, v. 47, n. 11-12, p. 522-525, 2005.

HATCH, J. E. Aluminum: properties and physical metallurgy. 1 ed., Ohio: USA, 1993.

HUANG, Hsin-Wen; OU, Bin-Lung; TSAI, Cheng-Ting. Effect of homogenization on recrystallization and precipitation behavior of 3003 aluminum alloy. **Materials transactions**, v. 49, n. 2, p. 250-259, 2008.

HUMMEL, R. E. Understanding materials science: history, properties, applications. Springer Science & Business Media, 2004.

JIANG, Hai-chun et al **Intermetallic phase evolution of 5059 aluminum alloy during homogenization.** Transactions of Nonferrous Metals Society of China, v. 23, n. 12, p. 3553-3560, 2013.

KAVALCO, Patricia Mariane; CANALE, Lauralice CF. Evolution of quench factor analysis: a review. **Journal of ASTM International**, v. 6, n. 5, p. 1-20, 2009.

KITTEL, C. Introduction to Solid State Physics, 8th ed.; John Wiley & Sons, Inc.: New York, NY, USA, 2005.

KUMARAN, S. Muthu. Evaluation of precipitation reaction in 2024 Al–Cu alloy through ultrasonic parameters. **Materials Science and Engineering: A**, v. 528, n. 12, p. 4152-4158, 2011

KURZ, W.; FISHER, D.J. Fundamentals of solidification. Aedermannsdorf, Trans Tech Publications Ltd., 1989. – apud MARTORANO, M. A.; CAPOCCHI, J. D. T. Microssegregação em ligas metálicas binárias. EPUSP, 2000.

LEŚNIAK, D.; WOŹNICKI, A. Extrusion of AlCuMg alloys with simultaneous solution heat treatment. Archives of Metallurgy and Materials, v. 57, n. 1, p. 19-31, 2012.

LI, Hong-ying et al. Time-temperature-property curves for quench sensitivity of 6063 aluminum alloy. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 23, n. 1, p. 38-45, 2013.

LI, H. Z. et al Microstructural Evolution of High Purity Al-Cu-Mg Alloy during Homogenization. In: Materials Science Forum. 2014. p. 208-214.

LI, Xiao. The effects of thermal processing on the mechanical properties of AA2024, 2014 and 2618 aluminum alloys. 1993.

LI, Y. J.; ARNBERG, L. Evolution of eutectic intermetallic particles in DC-cast AA3003 alloy during heating and homogenization. **Materials Science and Engineering: A**, v. 347, n. 1, p. 130-135, 2003.

LIU, S. D. et al. TTP diagrams for 7055 aluminium alloy. **Materials Science and Technology**, v. 24, n. 12, p. 1419-1421, 2008.

LIU, Y. et al Solidification phases and their evolution during homogenization of a DC cast Al–8.35 Zn–2.5 Mg–2.25 Cu alloy. Materials Characterization, v. 93, p. 173-183, 2014.

LIU, X. Y. et al Microstructural evolution of Al–Cu–Mg–Ag alloy during homogenization. Journal of Alloys and Compounds, v. 484, n. 1, p. 790-794, 2009. MARTORANO, M. A.; CAPOCCHI, J. D. T. Microssegregação em ligas metálicas binárias. EPUSP, 2000.

MELO, M. L. N. M.; RIZZO, E. M. S.; SANTOS, R. G. **Prediction of Dendrite Arm Spacing and its Effect on Microporosity Formation in Directionally Solidified AlCu Alloy**. Journal Materials Science, v.40, p.111, 2005.

MOHAMED, A. M. A.; SAMUEL, F. H. A review on the heat treatment of Al-Si-Cu/Mg casting alloys. **Heat Treatment, Rijeka, Croatia, InTech Science**, p. 229-246, 2012.

MONTGOMERY, Douglas C. Design and analysis of experiments. John Wiley & Sons, 2001.

MRÓWKA-NOWOTNIK, G.; SIENIAWSKI, J. Analysis of Intermetallic Phases in 2024 Aluminium Alloy. In: Solid State Phenomena. 2013. p. 238-243.

MOY, Charles KS et al. Influence of heat treatment on the microstructure, texture and formability of 2024 aluminium alloy. **Materials Science and Engineering: A**, v. 552, p. 48-60, 2012.

NAYAN, Niraj et al Studies of homogenization of dc cast billets of aluminum alloy AA2014 by the methods of calorimetry and metallography. **Metal Science and Heat Treatment**, v. 52, n. 3-4, p. 171-178, 2010.

NETO, Benício Barros; SCARMINIO, Ieda Spacino; BRUNS, Roy Edward. Planejamento e otimização de experimentos. Ed. da UNICAMP, 1995.

NIE, Bo et al Effect of homogenization treatment on microstructure and properties of Al-Mg-Mn-Sc-Zr alloy. **Journal of Central South University of Technology**, v. 14, n. 4, p. 452-455, 2007.

NILO JÚNIOR, Luciano Pinho. Otimização de um processo de solda MIG/MAG para aplicação na indústria automobilística através da utilização da técnica do projeto e análise de experimentos. 2003. Dissertação de Mestrado. UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ.

OPPENHEIM, T. et al On the correlation of mechanical and physical properties of 6061-T6 and 7249-T76 aluminum alloys. **Engineering Failure Analysis**, v. 14, n. 1, p. 218-225, 2007.

OTERO, Rosa Lucia Simencio et al Quench Factor Characterization of Steel Hardening: A. Int. J. Mech. Eng. Autom, v. 1, n. 3, p. 119-128, 2014.

PADILHA, Angelo Fernando. Materiais de engenharia. Hemus, 1997.

PADILHA, A. F.; SICILIANO, Jr. F., Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura. 3<sup>rd</sup> ed. São Paulo, ABM. 2005.232p.

PAIVA, Anderson Paulo. **Metodologia de superfície de resposta e análise de componentes principais em otimização de processos de manufatura com múltiplas respostas correlacionadas**. 2006. Tese de Doutorado. UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ.

PAREL, T. S.; WANG, S. C.; STARINK, M. J. Hardening of an Al–Cu–Mg alloy containing Types I and II S phase precipitates. **Materials & Design**, v. 31, p. S2-S5, 2010.

PENG, Guosheng et al Evolution of the second phase particles during the heating-up process of solution treatment of Al–Zn–Mg–Cu alloy. **Materials Science and Engineering:** A, v. 641, p. 237-241, 2015.

POLMEAR, Ian; JOHN, David St. Light alloys: from traditional alloys to nanocrystals. Butterworth-Heinemann, 2006.

PORTER, D. A.; EASTERLING, K. E. Phase Transformations in Metals and Alloys, 2 ed., Chapman Hall, London, 1992.

PRABHU, T. Ram. Effects of ageing time on the mechanical and conductivity properties for various round bar diameters of AA 2219 Al alloy. **Engineering Science and Technology, an International Journal**, 2016.

QING, L. I. U. et al. Microstructural evolution of Mg, Ag and Zn micro-alloyed Al–Cu–Li alloy during homogenization. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 3, n. 26, p. 607-619, 2016.

QUEIROZ, Fernanda Martins. Estudo do comportamento de corrosão dos intermetálicos presentes na liga AA 2024-T3, por meio de técnicas de microscopia associada a técnicas eletroquímicas. 2008. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

RAO, B. P. C. Eddy Current Testing: Basics. Journal of Non Destructive Testing & Evaluation, v. 10, n. 3, p. 7-16, 2011.

RAUTA, Veijo. On the effect of heat and metallurgical treatments on the thermal conductivity of cast aluminium alloys. 2015.

RINDERER, B. The metallurgy of homogenisation. In: Materials Science Forum. 2011. p. 264-275.

ROSEN, M. et al. The aging process in aluminum alloy 2024 studied by means of eddy currents. **Materials Science and Engineering**, v. 53, n. 2, p. 191-198, 1982.

SALAZAR-GUAPURICHE, Manuel A. et al. Correlation of strength with hardness and electrical conductivity for aluminium alloy 7010. In: **Materials science forum**. Trans Tech Publications, 2006. p. 853-858.

SCHLOTH, Patrick. Precipitation in the high strength AA7449 aluminium alloy. 2015.

SHABESTARI, S. G.; GHONCHEH, M. H.; MOMENI, H. Evaluation of formation of intermetallic compounds in Al2024 alloy using thermal analysis technique. **Thermochimica Acta**, v. 589, p. 174-182, 2014.

SHEPPARD, T. Extrusion of AA 2024 alloy. Materials Science and Technology, v. 9, n. 5, p. 430-440, 1993.

SHI, Yun-jia et al. Microstructural evolution during homogenization of DC cast 7085 aluminum alloy. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 25, n. 11, p. 3560-3568, 2015.

SHIH, Han-Cheng; HO, New-Jin; HUANG, J. C. Precipitation behaviors in Al-Cu-Mg and 2024 aluminum alloys. **Metallurgical and materials transactions A**, v. 27, n. 9, p. 2479-2494, 1996.

SMALLMAN, Raymond E.; BISHOP, Ray J. Modern physical metallurgy and materials engineering. Butterworth-Heinemann, 1999.

STALEY, James T.; TIRYAKIOGLU, Murat. The use of TTP curves and quench factor analysis for property prediction in aluminum alloys. In: **Proceedings from Materials Solutions Conference**. 2001. p. 5-8.

STEINACHER, MATEJ; DRAGOJEVIĆ, VUKAŠIN; SMOLEJ, ANTON. Influence of the heat treatment and extrusion process on the mechanical and microstructural properties of the AISi1MgMn Alloy Vpliv toplotne obdelave in postopka iztiskanja na mehanske in mikrostrukturne lastnosti zlitine AISi1MgMn. **RMZ–Materials and Geoenvironment**, v. 58, n. 3, p. 329-338, 2011.

TARIQ, Fawad et al. Characterization of material properties of 2xxx series al-alloys by non destructive testing techniques. **Journal of Nondestructive Evaluation**, v. 31, n. 1, p. 17-33, 2012.

TIRYAKIOĞLU, Murat; SHUEY, Ralph T. Modeling quench sensitivity of aluminum alloys for multiple tempers and properties: application to AA2024. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 41, n. 11, p. 2984-2991, 2010.

TOTTEN, G. E.; MACKENZIE, D. S. (Ed.). Handbook of Aluminum: Vol. 1: Physical Metallurgy and Processes. CRC Press, 2003.

TOTTEN, G. E.; WEBSTER, G. M.; BATES, C. E, "Quench Factor Analysis: Step-By-Step Procedures for Experimental Determination", in **Proceedings of the 1st International Non-Ferrous Processing and Technology Conference**, Eds. T. Bains and D.S. MacKenzie, ASM International, Materials Park, OH, March 10-12, 1997, p. 305-312.

TSAI, Joseph Ming-Ju. A study of interrupted aging in Al-Cu-Mg alloys. 2007. Tese de Doutorado. Colorado School of Mines. Arthur Lakes Library.

VERLINDEN, Bert et al. Effect of different homogenization treatments on the hot workability of aluminium alloy AA2024. **Materials Science and Engineering: A**, v. 123, n. 2, p. 229-237, 1990.

ZHANG, Fei et al. Homogenization heat treatment of 2099 Al–Li alloy. **Rare Metals**, v. 33, n. 1, p. 28-36, 2014.

ZHANG, Yu-xun et al. Influence of quenching cooling rate on residual stress and tensile properties of 2A14 aluminum alloy forgings. **Materials Science and Engineering: A**, v. 674, p. 658-665, 2016.

ZHAO, Y. L. et al. Double-peak age strengthening of cold-worked 2024 aluminum alloy. Acta Materialia, v. 61, n. 5, p. 1624-1638, 2013.

ZHAO, Qingru et al. Optimizing microstructures of dilute Al–Fe–Si alloys designed with enhanced electrical conductivity and tensile strength. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 650, p. 768-776, 2015.

WANG, L. et al. Formability and failure mechanisms of AA2024 under hot forming conditions. Materials Science and Engineering: A, v. 528, n. 6, p. 2648-2656, 2011.

WANG, Haijun et al. Study on inhomogeneous characteristics and optimize homogenization treatment parameter for large size DC ingots of Al–Zn–Mg–Cu alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 585, p. 19-24, 2014.

WANG, S. C.; STARINK, M. J. Precipitates and intermetallic phases in precipitation hardening Al–Cu–Mg–(Li) based alloys. International Materials Reviews, v. 50, n. 4, p. 193-215, 2005

WANG, Huimin; YI, Youping; HUANG, Shiquan. Investigation of quench sensitivity of high strength 2219 aluminum alloy by TTP and TTT diagrams. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 690, p. 446-452, 2017.

WEISS, V.; KVAPILOVA, I. Evaluating the Effect of Homogenization Temperature and Time on the Microstructure of Alloy AlCu4MgMn by Electron Microscopy and x-Ray Fluorescence Analysis. **Metallurgist**, v. 57, n. 5-6, p. 560-566, 2013.

WOŹNICKI, A. et al. The effect of cooling rate after homogenization on the microstructure and properties of 2017a alloy billets for extrusion with solution heat treatment on The press. Archives of Metallurgy and Materials, v. 61, n. 3, p. 1663-1670, 2016.