

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

**Análise da microestrutura, formação de fases e variação
de dureza de ligas Al-Cu-Li nas condições consolidada por
fricção e tratada termicamente por envelhecimento**

FELLIPE MARTINEZ

SÃO CARLOS -SP
2024

Análise da microestrutura, formação de fases e variação de dureza de ligas Al-Cu-Li nas condições consolidada por fricção e tratada termicamente por envelhecimento

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos, como requisito para obtenção do título de bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. José Eduardo Spinelli



ATA DE DEFESA DE TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO (TCC)

NOME: Fellipe Martinez

RA: 760492

TÍTULO: Análise da microestrutura, formação de fases e variação de dureza de ligas Al-Cu-Li nas condições consolidada por fricção e tratada termicamente por envelhecimento

ORIENTADOR(A): Prof. Dr. José Eduardo Spinelli

CO-ORIENTADOR(A): Prof. Dr. Piter Gargarella

DATA/HORÁRIO: 01/02/2024, 09h

BANCA – NOTAS:

	Monografia	Defesa
Prof. Dr. José Eduardo Spinelli	8	10
Prof. Dr. Guilherme Zepon	7	10
Média	7,5	10

BANCA – ASSINATURAS:

Prof. Dr. José Eduardo Spinelli

Documento assinado digitalmente
gov.br JOSE EDUARDO SPINELLI
Data: 01/02/2024 10:40:30-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Guilherme Zepon

Documento assinado digitalmente
gov.br GUILHERME ZEPON
Data: 01/02/2024 11:54:49-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à minha família, que, mesmo nos momentos mais difíceis, sempre me deu todo o apoio e amor de que precisei ao longo de minha vida.

AGRADECIMENTO

Eu agradeço a Deus pela oportunidade dada a mim de poder trabalhar com o que gosto.

Eu agradeço minha família por todos os ensinamentos, amor, e apoio durante a minha trajetória.

Eu agradeço aos meus professores, Prof. Dr. José Eduardo Spinelli, Prof. Dr. Guilherme Zepon e Prof. Dr. Piter Gargarella pela orientação e confiança no trabalho realizado por mim.

Eu agradeço aos meus orientadores Uceu Suhuddin e Chang Yin-Cheng Chan pelos ensinamentos e apoio durante minha estadia no Helmholtz-Zentrum Hereon.

Eu agradeço ao Prof. Dr-Ing Benjamin Klusemann pela oportunidade de trabalhar como assistente de pesquisa e escrever o meu trabalho de conclusão de curso no Helmholtz-Zentrum Hereon.

Eu agradeço aos meus colegas de trabalho do Helmholtz-Zentrum Hereon por proporcionarem um ambiente de trabalho tão saudável e acolhedor.

Eu agradeço aos amigos que fiz durante minha estada na Alemanha, pois seu companheirismo e amizade foram fundamentais para meu desenvolvimento pessoal e profissional.

RESUMO

O processamento de materiais no estado sólido é uma técnica que une a deformação plástica severa com a geração de calor, de forma a produzir um material com propriedades mecânicas avançadas, como é o caso de ligas de Al-Cu-Li para aplicações aeronáuticas, a um custo energético baixo. Um desses processos é a consolidação por fricção, que consiste na produção de discos consolidados de pó ou cavaco metálico, os quais servem de matéria-prima para outras técnicas, como a extrusão por fricção ou a superfície por fricção. No processo, uma matriz é pressionada contra um container giratório contendo pó metálico, gerando calor decorrente do atrito, ocorrendo deformação plástica severa em decorrência da rotação. Neste contexto, o presente trabalho visou estudar discos de uma liga Al6CuXLi, com X = 2, 4 e 6% em peso de lítio, consolidados via consolidação por fricção com diferentes tempos de processo: 20 s, 40 s e 60 s. Primeiro, realizou-se uma análise microestrutural via microscopia óptica de três amostras de uma liga Al6Cu2Li variando o tempo de processo entre 20 s, 40 s e 60 s. Posteriormente, fixou-se o tempo de processo em 60 s, porém variando o teor de lítio das ligas em 3 teores 2%, 4% e 6%, e foram analisadas as microestruturas das amostras resultantes, também via microscopia óptica. Foi observado que as seis amostras produzidas possuíam microestrutura heterogênea, mostrando uma parte consolidada, uma parte parcialmente consolidada e uma parte somente compactada, indicando variações de gradiente de temperatura e de deformação plástica com a altura da amostra. Então, as 6 amostras foram submetidas a ensaios de microdureza Vickers, resultando em 6 mapas diferentes que mostraram que a dureza seguia a mesma tendência da microestrutura, onde as partes totalmente consolidadas do disco apresentavam maiores valores de dureza, mostrando heterogeneidade nas propriedades mecânicas. Isso ocorreu devido à maior influência de mecanismos de endurecimento de precipitação e de refino de grão nas regiões com maior consolidação. Posteriormente, foi realizado um tratamento térmico em uma das amostras para se estudar o perfil de envelhecimento e determinar o tempo de envelhecimento aproximado correspondente ao pico da microdureza. Por fim, foi realizada uma análise por difração de raios-x para verificar a presença dos precipitados endurecedores nas três ligas, indicando a formação dos precipitados δ' e T_1 nas três.

Palavras-chave: Processamento em Estado Sólido. Consolidação por Fricção. Ligas Al-Cu-Li. Microestrutura. Propriedades Mecânicas. Tratamento Térmico. Difração de Raios-X

ABSTRACT

Solid state materials processing is a technique that combines severe plastic deformation with heat generation in order to produce a material with advanced mechanical properties, such as Al-Cu-Li alloys for aeronautical applications, at a low energy cost. One of these processes is friction consolidation, which consists of producing consolidated disks of metal powder or chips, which serve as raw material for other techniques, such as friction extrusion or friction surfacing. In the process, a die is pressed against a rotating container containing metal powder, generating heat due to friction, and severe plastic deformation occurs due to the rotation. In this regard, this work aimed to study Al₆CuXLi alloy disks, with X = 2, 4 and 6 wt% of lithium, consolidated via friction consolidation with different process times: 20 s, 40 s and 60 s. First, a microstructural analysis was carried out via optical microscopy of three samples of an Al₆Cu₂Li alloy, varying the process time between 20 s, 40 s and 60 s. Subsequently, the process time was fixed at 60 s, but the lithium content of the alloys was varied by three levels: 2%, 4% and 6%, and the microstructures of the resulting samples were analyzed, also via optical microscopy. It was observed that the six samples produced had a heterogeneous microstructure, showing a consolidated part, a partially consolidated part and a part that was only compacted, indicating variations in the temperature gradient and plastic deformation with the height of the sample. All samples were then subjected to Vickers microhardness tests, resulting in six different maps, which showed that the hardness followed the same trend as the microstructure, where the fully consolidated parts of the disk had higher hardness values, showing heterogeneity in the mechanical properties. This was due to the greater influence of precipitation hardening and grain refining mechanisms in the regions with greater consolidation. Subsequently, a heat treatment was carried out on one of the samples, in order to study the aging profile and determine the approximate aging time corresponding to the microhardness peak. Finally, an X-ray diffraction analysis was carried out to verify the presence of hardening precipitates in the three alloys, indicating the formation of δ' and T1 precipitates in all three.

Keywords: Solid State Materials Processing. Friction Consolidation. Al-Cu-Li alloys. Microstructure. Mechanical Properties. Heat Treatment. X-Ray Diffraction.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Emissão de gases estufa no mundo por setor de atividade industrial.	01
Figura 2 - Distribuição da extração de metais em escala mundial.	04
Figura 3 - Efeito da adição de diferentes solutos na densidade de ligas de alumínio.	06
Figura 4 - Efeito da adição de diferentes solutos no módulo elástico de ligas de alumínio.	07
Figura 5 - Cada estágio do mecanismo de endurecimento por precipitação ilustrado por uma curva de resistência mecânica x tempo de tratamento térmico.	09
Figura 6 - Esquematização do processo de consolidação por fricção, desde a aproximação da matriz, passando pela plasticização da liga e terminando com o disco consolidado.	12
Figura 7 - Microestruturas de um extrudado AA7075-T651 extrudadas a uma força constante de 16kN variando a angulação da matriz de 90° até 45° e com velocidade de rotação constante de 300 min ⁻¹ .	14
Figura 8 - Microestruturas de um extrudado AA7075-T651 a partir de uma matriz de 90° variando a força de extrusão de 16kN até 20kN e com velocidade de rotação constante de 300 min ⁻¹ .	14
Figura 9 - Microestruturas de um extrudado AA7075-T651 a partir de uma matriz de 60° variando a força de extrusão de 16kN até 22kN e com velocidade de rotação constante de 300 min ⁻¹ .	15
Figura 10 - Micrografias de seções longitudinais de discos consolidados de AA6061 (Al-1.0Mg-0.6Si-0.6Fe-0.25Cr-0.2Cu) com uma velocidade de rotação de 300 rpm, 17,8 kN de força compressiva e variando o tempo de processo de (a) até (f), respectivamente, em: 6,1 s, 12,5 s, 19,2 s, 30,9 s, 42,3 s e 45,1 s.	16
Figura 11 - Microestrutura em detalhes de um disco totalmente consolidado da liga AA6061.	16
Figura 12 - Identificação das partes da máquina FE100.	18
Figura 13 - (1) O container vazio; (2) A matriz de perfil; (3) e (4) Exemplos de matrizes com 1 sulco (4) e com 5 sulcos (3).	19

Figura 14 - Exemplo de amostra produzida via consolidação por fricção, projetada no SolidWorks.	19
Figura 15 - Representação do corte do disco consolidado e da amostra cortada.	20
Figura 16 - Exemplos de amostras consolidadas embutidas.	21
Figura 17 - Exemplo de um mapa de dureza gerado no Software Origin para um consolidado da liga Al-6Cu-2Li, onde A representa o eixo horizontal da amostra de 0 a 25 mm e B representa o eixo vertical da amostra de 0 a 12 mm.	23
Figura 18 - Diagrama de fases de uma liga Al-Cu-Li com fração em peso de Cu fixa em 6%.	23
Figura 19 - Diagrama de fração mássica das fases em relação à temperatura para a liga Al-6Cu-2Li (% em peso).	24
Figura 20 - Diagrama de fração mássica das fases em relação à temperatura para a liga Al-6Cu-4Li (% em peso).	24
Figura 21 - Diagrama de fração mássica das fases em relação à temperatura para a liga Al-6Cu-6Li (% em peso).	25
Figura 22 - Evolução das zonas afetadas pelo processo conforme o tempo de processamento aumenta, onde a amostra 250 foi processada por 20 s, a amostra 287 por 40 s e a amostra 290 por 60 s (liga Al6Cu2Li).	28
Figura 23 - Evolução da microestrutura e das zonas consolidadas e não consolidadas conforme o teor de Lítio aumenta para as ligas Al6CuXLi.	30
Figura 24 - Micrografias das regiões (a) não consolidada ou compactada; (b) parcialmente consolidada; (c) totalmente consolidada, da amostra 290 (liga Al6Cu2Li).	32
Figura 25 - Mapas de microdureza Vickers para as amostras de Al-6%Cu-2%Li com 20s, 40s e 60s de tempo de processo.	33
Figura 26 - Mapas de microdureza Vickers para as amostras de Al-6%Cu-X%Li com X = 2%, 4% e 6% em peso de Li e 60s de tempo de processo.	33
Figura 27 - Evolução da microdureza Vickers conforme o tratamento térmico da amostra 250 (Al6Cu2Li), onde cada letra de cada mapa representa um tempo de envelhecimento, isto é: (a) = amostra como processada (0 s de tratamento) , (b) = 1 min, (c) = 5 min, (d) = 10 min, (e) = 20 min, (f) = 100 min, (g) = 500 min, (h) = 1000 min, (i) = 2000 min, (j) = 5000 min, (k) = 10000 min.	35

Figura 28 - Resposta ao envelhecimento para o canto superior esquerdo (a) e para a extremidade superior central (b) da liga Al6Cu2Li tratada termicamente por 10000 minutos.	37
Figura 29 - Difratoogramas de raios-x obtidos ao longo dos 3 mm superiores da amostra 290 Al6Cu2Li/60 s.	39
Figura 30 - Difratoogramas de raios-x obtidos ao longo dos 3 mm superiores da amostra 288 Al6Cu4Li/60 s.	39
Figura 31 - Difratoogramas de raios-x obtidos ao longo dos 3 mm superiores da amostra 289 Al6Cu6Li/60 s.	40
Figura 32 - Ampliação do pico em $2\theta = 1,74$ observado na amostra 290 (Al6Cu2Li/60 s).	40
Figura 33 - Ampliação do pico em $2\theta = 2,22$ observado na amostra 288 (Al6Cu4Li/60 s).	41
Figura 34 - Ampliação do pico em $2\theta = 2,3$ observado na amostra 289 (Al6Cu6Li/60 s).	41
Figura 35 - Comparação entre os difratogramas de raios-x contendo as diferentes tendências notadas em 290, 288 e 289 para as ligas Al6Cu2Li, Al6Cu4Li e Al6Cu6Li respectivamente.	43

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Matérias-primas utilizadas para produção dos pós de Al-6Cu-2Li, Al-6Cu-4Li e Al-6Cu-6Li.	17
Tabela 2 - Amostras das ligas consolidadas Al-Cu-Li produzidas para o presente trabalho	20
Tabela 3 - Medições relativas de altura consolidada realizadas nas amostras 250, 287, 290 (liga Al6Cu2Li)	29
Tabela 4 - Medições realizadas nas amostras 290, 288, 289 para as ligas Al6Cu2Li, Al6Cu4Li e Al6Cu6Li respectivamente	30

LISTA DE SIGLAS

DPS - Deformação Plástica Severa
FC - Consolidação por Fricção
FE - Extrusão por Fricção
PES - Processamento no Estado Sólido
Al - Alumínio
Cu - Cobre
Li - Lítio
CO₂ - Gás Carbônico
CH₄ - Metano
N₂O - Óxido Nitroso
LaB₆ - Hexaboreto de lantânio
AA - Liga de Alumínio
GP - Guinier-Preston
HV - Unidade de Microdureza Vickers
FSW - Soldagem por Fricção
FSSW - Soldagem por Fricção e Mistura Mecânica
MEV - Microscopia Eletrônica de Varredura
MET - Microscopia Eletrônica de Transmissão
PDF - Arquivos de Difração de Pó
ICDD - Centro Internacional de Dados de Difração

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	01
2	FUNDAMENTOS TEÓRICOS	03
2.1	LIGAS DE ALUMÍNIO	03
2.2	LIGAS AL-CU-LI	05
2.3	EFEITO DO ENDURECIMENTO POR PRECIPITAÇÃO	08
2.4	REFINO DE GRÃO E RECRISTALIZAÇÃO DINÂMICA	10
2.5	PROCESSAMENTO NO ESTADO SÓLIDO	11
2.6	CONSOLIDAÇÃO POR FRICÇÃO	12
2.6.1	Parâmetros De Processo e Características Microestruturais	13
3	MATERIAIS E MÉTODOS	17
3.1	MATÉRIA-PRIMA	17
3.2	PROCESSO DE CONSOLIDAÇÃO POR FRICÇÃO	18
3.2.1	Parâmetros Do Processo	19
3.3	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	20
3.4	MICROSCOPIA ÓPTICA	21
3.5	ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS	22
3.6	TERMODINÂMICA COMPUTACIONAL	23
3.7	DIFRAÇÃO DE RAIOS X DE ALTA ENERGIA	25
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	27
4.1	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	27
4.2	ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS	32
4.3	TRATAMENTO TÉRMICO	35
4.4	DIFRAÇÃO DE RAIOS X DE ALTA ENERGIA	38
5	CONCLUSÕES	45
6	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	47

1 INTRODUÇÃO

É fato que, nos últimos anos, a emissão abusiva de gases estufa na atmosfera como por exemplo o CO₂, CH₄ e o N₂O, e o consumo desenfreado dos recursos naturais está levando a um futuro incerto, pois as crescentes mudanças climáticas geradas em decorrência desses atos afetam negativamente a vida humana e a biosfera terrestre de uma maneira geral. Por conta disso, faz-se necessário cada vez mais o desenvolvimento de processos cada vez mais eficientes energeticamente e de alternativas que auxiliem na diminuição exponencial da emissão de gases estufa na atmosfera.

No mundo, em 2016, foram emitidas cerca de 50 bilhões de toneladas de gases estufa, conforme apontado por [1]. Além disso, a figura 1 mostra os setores que são responsáveis pela maior parte das emissões, e, nota-se que os setores de produção de energia elétrica e aquecimento, seja para a indústria ou para uso doméstico, e transporte são responsáveis pela maior parte das emissões.

Global greenhouse gas emissions by sector

This is shown for the year 2016 – global greenhouse gas emissions were 49.4 billion tonnes CO₂eq.

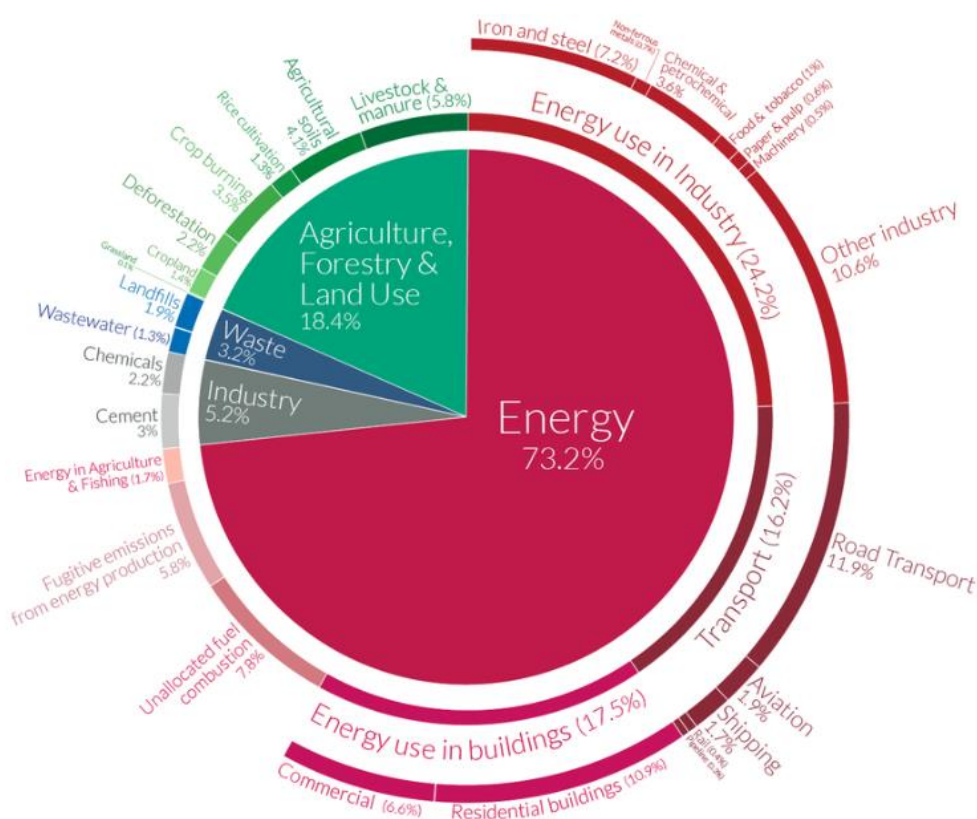


Figura 1: Emissão de gases estufa no mundo por setor de atividade industrial [1].

Uma das maneiras de se diminuir de emissão de gases estufa de maneira substancial a algum setor crítico apontado pela estatística vista na figura 1, é justamente desenvolver e aplicar cada vez mais materiais leves, por exemplo, para os componentes estruturais de aeronaves e veículos, reduzindo consideravelmente seu peso, o que melhora a eficiência no uso de combustível, reduzindo emissões.

Nesse âmbito, um dos materiais mais comumente utilizados são as ligas de alumínio, pois possuem boa tenacidade e elevada resistência específica aliadas a uma baixa densidade e ótima reciclabilidade [2] [3]. Além disso, a utilização de materiais com propriedades mecânicas cada vez melhores e mais otimizadas implica na utilização de uma menor quantidade de material por componente estrutural, também reduzindo emissões. Em outras palavras, para atingir resultados similares, um componente estrutural composto de um material com desempenho inferior seria construído com muito mais quantidade de material, gerando inevitavelmente maior queima de combustível, pois o veículo ficaria mais pesado.

Uma outra maneira de mitigar as emissões de gases estufa é o desenvolvimento e otimização de processamentos que consumam menos energia e que ao mesmo tempo produzam materiais com desempenho satisfatório. Nesse sentido, é interessante pensar na utilização de processamentos no estado sólido, os quais são amplamente estudados no Instituto Helmholtz-Zentrum Hereon, na Alemanha. Tais processos se beneficiam dos efeitos de uma deformação plástica severa para extrudar, consolidar e até soldar materiais, sem a necessidade de consumir grandes quantidades de energia levando a matéria-prima até a temperatura de fusão, como é geralmente feito em processos tradicionais de soldagem, fundição e extrusão de materiais metálicos. Por conta disso, processamentos no estado sólido no geral possuem uma significativa eficiência energética quando comparados a processos convencionais.

No presente trabalho, os processamentos no estado sólido que serão abordados são a extrusão por fricção e a consolidação por fricção, onde uma matriz feita de aço ferramenta é pressionada contra um container podendo conter tarugos, cavacos, ou até pó metálico. Posteriormente, é aplicada uma rotação ao container, que, aliada à pressão exercida pela matriz, provoca uma deformação plástica severa no material, que une metalurgicamente as partículas, consolidando-as, e, no caso da extrusão, além da consolidação das partículas, há um orifício na matriz por onde é

produzido um extrudado.

O objetivo do trabalho é realizar a análise do comportamento de uma liga Al-6%Cu-X%Li (% em peso) durante um processo de consolidação por fricção, com ênfase no entendimento da influência do teor de lítio, do tempo de processo e, além disso, conseguir correlacionar a melhora das propriedades mecânicas dos discos consolidados com a presença de precipitados. Vale a pena mencionar que o presente trabalho é uma complementação de outra monografia [28] também realizada dentro do Helmholtz-Zentrum Hereon, onde foram abordados tópicos similares sobre consolidação por fricção. Por conta disso, ambos os trabalhos se complementam ao mesmo tempo que se aprofundam em temas diferentes, de forma a proporcionar uma base científica mais forte para o tópico. Para atingir os objetivos, foram estabelecidas certas metas, sendo elas:

- Produção de discos das ligas Al-6Cu-XLi, com o teor de Lítio variando entre 2%, 4% e 6%, em peso, através da consolidação por fricção;
- Produção de discos da liga Al-6Cu-2Li, com o tempo de processo variando entre 20s, 40s e 60s;
- Caracterização metalográfica das amostras somada à realização de ensaios de microdureza Vickers, com o intuito de relacionar microestrutura, morfologia e fases presentes com as propriedades mecânicas observadas;
- Separação de uma amostra da liga Al-6Cu-2Li para realização de tratamento térmico a fim de correlacionar a nucleação de precipitados com o aumento da dureza;
- Realização de um estudo comparativo entre as durezas determinadas para as amostras com diferentes teores de Lítio, de forma a investigar a sua influência;

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 Ligas de Alumínio

O elemento alumínio é o terceiro mais abundante na crosta terrestre, com cerca de 8,23% (% em peso), perdendo somente para o oxigênio com 46,1% e o silício com 28,2% [4]. No entanto, foi somente no final do século XIX que as ligas de

alumínio ganharam relevância em aplicações de engenharia, como na indústria automotiva e aeroespacial, graças ao desenvolvimento do processo Hall-Héroult, o qual é descrito como a redução eletrolítica da alumina [5]. Em 2022, o alumínio foi o segundo metal mais extraído do mundo (ver figura 2) [6].

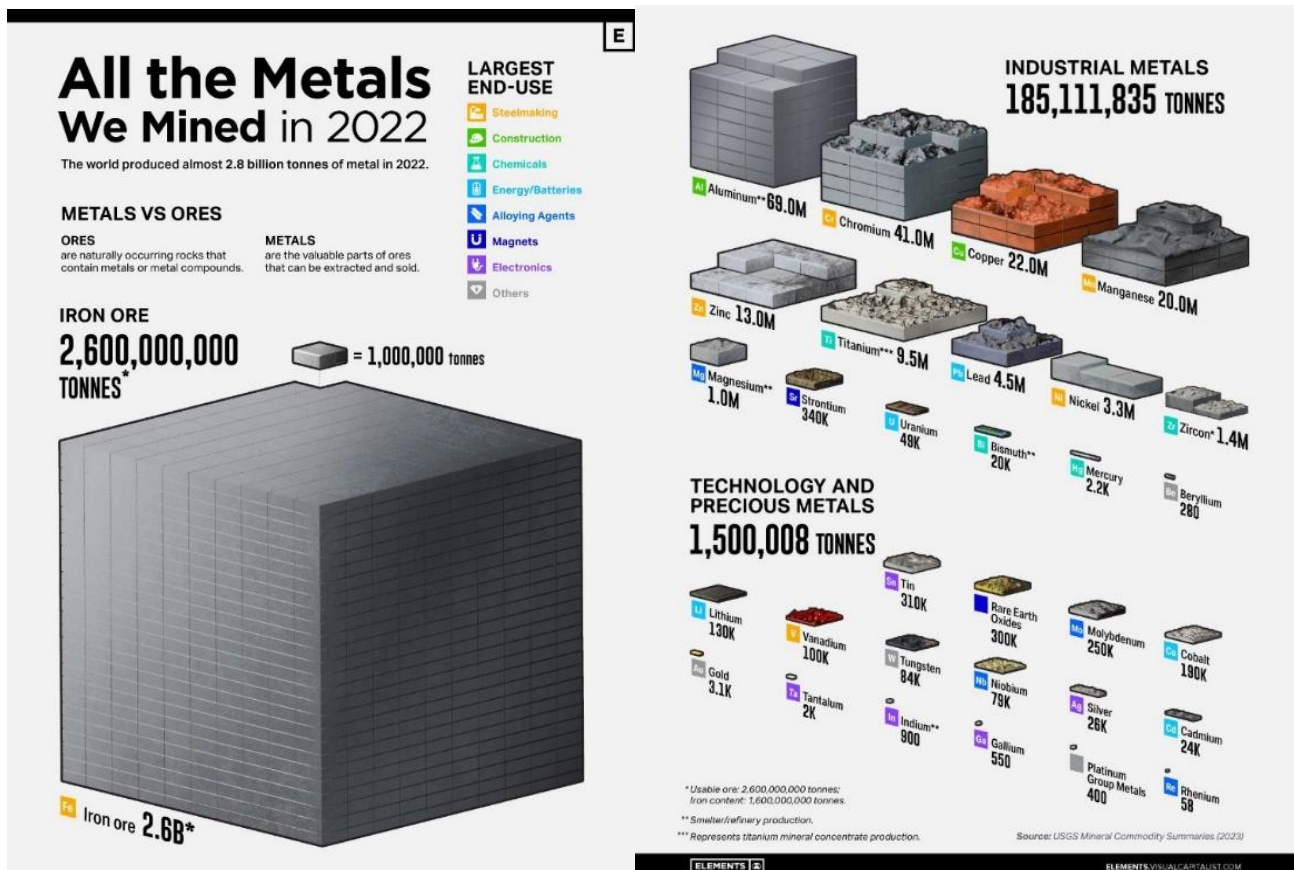


Figura 2: Distribuição da extração de metais em escala mundial [6].

Dentre as propriedades presentes nas ligas de alumínio, é interessante ressaltar que geralmente tais ligas possuem elevada resistência específica (razão entre a resistência do material e sua densidade aparente), devido a sua baixa densidade de 2,7g/cm³, o que gera uma ótima aplicabilidade para componentes estruturais na aviação e em veículos [2] [3]. Por conta disso, desde a década de 1930, ligas de alumínio são um importante pilar para aplicações na indústria aeroespacial e automotiva e constituem parte da construção de aeronaves e automóveis, tais como fuselagem, asas, estruturas de suporte de aviões comerciais, aplicações em veículos militares, design de carroceria de carros, entre outras aplicações [7].

Ademais, ligas de alumínio também possuem boa condutividade térmica e elétrica, o que também abre a possibilidade de aplicá-las em componentes elétricos e de dissipação de calor [2]. Por último, vale ainda citar a reciclabilidade desse

material, uma vez que como a produção via processo de Hall-Héroult é muito custosa energética e financeiramente, faz-se necessária a reciclagem, pois esse é um processo mais eficiente do que a sua produção primária [5].

Uma maneira conveniente de realizar a classificação de ligas de alumínio, é justamente separar em Ligas de Fundição e Ligas Trabalháveis Mecanicamente. Das ligas trabalháveis mecanicamente, pode-se ainda subdividi-las em endurecíveis via trabalho a frio ou precipitação, e também numera-las da seguinte maneira [5]:

- Família 1xxx: Alumínio comercialmente puro; Utilizada em componentes elétricos
- Família 2xxx: Tipicamente possuem cobre e/ou magnésio como elementos de liga principais. São utilizadas amplamente em aplicações aeronáuticas
- Família 3xxx: Possuem manganês e/ou magnésio como elementos de liga principais. Utilizadas na indústria alimentícia;
- Família 4xxx: Comumente possuem silício como elemento de liga principal. Utilizadas em soldagem;
- Família 5xxx: Possuem magnésio como elemento de liga e são aplicadas na indústria naval;
- Família 6xxx: Compostas de magnésio e silício como elementos de liga principais, tais ligas se aplicam a componentes automotivos e arquitetônicos;
- Família 7xxx: Ligas cujo zinco é o principal elemento de liga. São utilizadas também na indústria aeronáutica;
- Família 8xxx: Ligas com elementos diversos, como lítio e estanho. Possuem diversas aplicações em vários setores da engenharia, por ser um grupo mais variado de ligas.

No contexto do presente trabalho, a aplicação futura para o material em desenvolvimento é justamente a indústria aeronáutica, logo, é necessária uma liga que atenda às necessidades de elevada resistência específica, de elevada durabilidade, e que apresente resistência à fadiga e resistência à corrosão sob tensão, a fim de prevenir e retardar um dos principais problemas estruturais de aeronaves: a iniciação e propagação de trincas por fadiga [5] [7] [8]. Uma maneira possível de se atingir tais propriedades e melhorar o desempenho do material é aliar a escolha apropriada de composição com mecanismos de endurecimento por precipitação e também com a promoção de elevado refino de grão, como a

recristalização dinâmica.

2.2 Ligas Al-Cu-Li

Ligas de alumínio com teor de lítio são, ao lado de ligas Al-Cu-Zn, consideradas materiais avançados para a indústria aeronáutica principalmente devido a sua baixa densidade, toma-se como exemplo a liga Al-Cu-Li AA2090 (Al-2,1%Li-2,7%Cu) com 2,59 g/cm³, e também uma liga Al-Cu-Zn AA7050 (Al-6%Zn-2,3%Cu-2,25%Mg), com uma densidade variando de 2,60-2,80 g/cm³, ou até uma liga Al-Cu-Zn AA7178 (Al-6,8%Zn-2,7%Mg-2%Cu) com uma densidade de 2,82 g/cm³. Nota-se que a densidade da liga Al-Cu-Li é equivalente ou até mesmo mais baixa a materiais já utilizados amplamente na indústria [5] [9] [10] [11]. O elemento Li possui uma densidade de 0,534 g/cm³ [12], logo, quando este é adicionado a uma liga de alumínio, reduz ainda mais a densidade da liga como um todo, como se pode ver na figura 3 abaixo, o que gera um material com notável resistência específica. A adição de Li também causa um aumento no módulo elástico do material (ver figura 4) e abre a possibilidade de endurecimento da liga via precipitação. O aumento do módulo elástico é notado pois a presença de precipitados pode ser notada desde baixos teores de lítio (< 0,6% em peso) até em elevados teores de lítio (> 1,5% em peso), e, de um modo geral, tais fases contribuem para o aumento do módulo elástico, pois, devido a suas naturezas ordenadas ou semi-ordenadas, apresentam boa resistência à deformação, independentemente do tamanho ou distribuição dos precipitados [5] [13] [14].

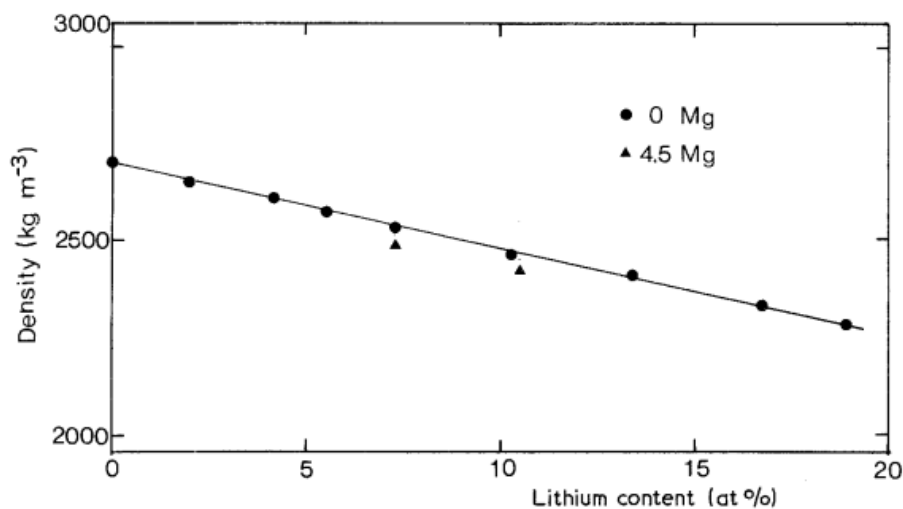


Figura 3: Efeito da adição de Li na densidade de ligas de alumínio-lítio [29].

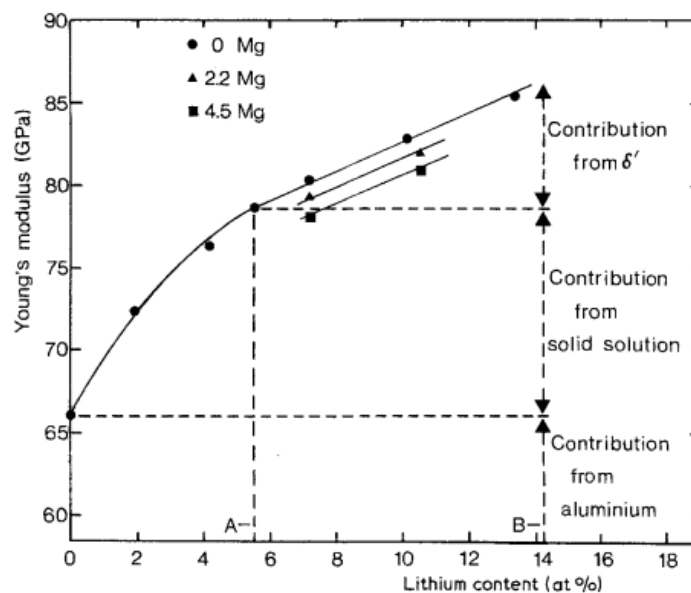


Figura 4: Efeito da adição de Li no módulo elástico de ligas de alumínio-lítio [29].

Por outro lado, a adição de lítio também pode gerar desvantagens, pois é observado que há uma queda brusca na ductilidade, na tenacidade à fratura e também o material passa a apresentar propriedades mecânicas anisotrópicas, o que pode vir a ser negativo em aplicações aeronáuticas. Portanto, conclui-se que uma liga binária Al-Li não apresenta propriedades suficientes para justificar a sua aplicação em larga escala na indústria aeroespacial. Para isso, é necessário adicionar Li em outras ligas endurecíveis por precipitação, tais como ligas Al-Cu ou Al-Cu-Mg, visando contornar os problemas citados e alcançar as propriedades desejadas [13] [15].

As primeiras gerações de ligas Al-Cu-Li comerciais, como a AA2020 (Al-1,2%Li-4,5%Cu) desenvolvida pela ALCOA, já eram aplicadas em estruturas de aeronaves, entretanto, ainda apresentavam limitações, pois ainda eram presentes problemas relacionados à baixa ductilidade e à elevada fragilidade, o que gerou dificuldade na produção em escala de peças com essa liga. As segundas gerações de ligas, como a AA2090 (Al-2,1%Li-2,7%Cu), por sua vez, apresentaram uma densidade suficientemente inferior (8-10% menor que as ligas tradicionais de estruturas de aviação da época), pois possuíam teor de lítio maior que as anteriores. As ligas de segunda geração, contudo, ainda apresentavam limitações com relação a alta anisotropia das propriedades mecânicas. Foi somente nas terceiras gerações de ligas de Al-Cu-Li que os problemas das ligas anteriores foram em grande parte solucionados, o teor de lítio foi regulado para valores < 2% (em peso) sem grandes detrimentos à densidade e os processos de fabricação da liga foram otimizados de

forma a gerar propriedades mecânicas satisfatórias e mais homogêneas ao longo da estrutura. Além disso, uma melhor utilização do mecanismo de endurecimento por precipitação foi essencial para garantir um melhor desempenho geral dessas ligas [13] [15].

2.3 Efeito de Endurecimento por Precipitação

O endurecimento por precipitação é um mecanismo, geralmente atingido via tratamento térmico, onde uma dispersão de precipitados finos na matriz da liga possibilita a limitação do movimento de discordâncias e, por consequência, a restrição da criação de bandas de deslizamento, aumentando a resistência mecânica da liga. Quanto a eficiência do endurecimento por precipitação, pode-se dizer que este mecanismo é um dos mais efetivos para elevar as propriedades mecânicas de uma liga; A título de exemplificação, pode-se conseguir mais de 300% de aumento na resistência mecânica de uma liga de alumínio dependendo do precipitado e da boa utilização do mecanismo [16].

Em detalhes, pode-se inferir que há três estágios no processo de endurecimento por precipitação. O primeiro é quando se inicia o tratamento térmico no material, onde a partir de uma solução sólida supersaturada é desencadeada a formação de zonas de Guinier-Preston (GP), uma vez que os átomos dos elementos de liga difundem através da rede da matriz formando pequenos aglomerados de soluto, chamados de zonas GP [16].

O segundo estágio, pode ser caracterizado pela formação de precipitados coerentes, onde as zonas GP crescem, se transformando em precipitados coerentes na matriz. Um precipitado se desenvolve quando a quantidade de elementos de liga dentro de uma região pequena se torna grande o suficiente para se transformar em partículas com uma composição que difere da matriz, como por exemplo a fase Al_2Cu em ligas Al-Cu, porém ainda coincidem com a estrutura cristalina da matriz, isto é, os planos cristalinos das partículas de precipitado coincidem com os planos da rede da matriz. Precipitados coerentes distorcem a matriz no seu entorno, limitando o escorregamento de discordâncias na região. Além disso, assim que o escorregamento consegue adentrar na matriz distorcida e chegar no precipitado, ele pode se mover através da partícula devido à coerência dos planos dela com os da

matriz. Contudo, os precipitados resistem ao escorregamento, promovendo o endurecimento [16].

O terceiro estágio compreende a última transformação no processo de crescimento de precipitados na matriz. Nesta fase, há a criação de partículas incoerentes com a matriz, uma vez que os precipitados já se tornaram grandes o suficiente para haver mudanças na estrutura cristalina tanto que os planos não são mais coincidentes com a matriz. Esses precipitados, agora chamados de precipitados incoerentes, são separados da matriz via interface bem definida e agem como ótimos obstáculos ao escorregamento, pois limitam o escorregamento não só pela distorção da matriz ao redor, como também pela sua incoerência, tornando impossível o escorregamento de discordâncias da matriz para dentro das partículas de precipitado, aglomerando-as nos arredores do precipitado e formando voltas nas partículas. Tal fenômeno é chamado de mecanismo de Orowan e é, aliado à deformação intensa da rede pelo precipitado incoerente, as principais razões pelas quais um precipitado incoerente é efetivo em promover o endurecimento [16].

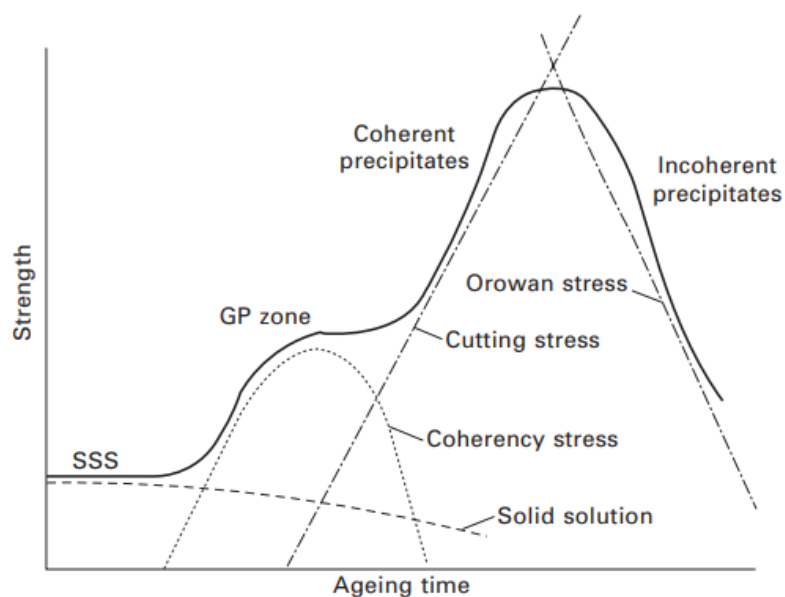


Figura 5: Cada estágio do mecanismo de endurecimento por precipitação ilustrado por uma curva de resistência mecânica x tempo de tratamento térmico [16].

Contudo, vale ressaltar que após o terceiro estágio, o efeito de endurecimento via Orowan tende a diminuir, pois este só é efetivo quando os precipitados estão perto um do outro, e, como a difusão de partículas tende a aumentar conforme o tempo de envelhecimento, as partículas de precipitado ficam cada vez mais afastadas e maiores, o que gera uma diminuição brusca no endurecimento via mecanismo de

Orowan, vide Figura 5. Logo, para garantir as propriedades mecânicas ótimas, é necessário parar o envelhecimento da liga no ponto ótimo, que seria quando os precipitados coerentes começam a formar precipitados incoerentes, porém ainda estão suficientemente pequenos e perto um do outro [16].

No caso de ligas Al-Cu-Li, o endurecimento é realizado em pequena parte via mecanismo de solução sólida e majoritariamente via precipitação e refino de grão. Os precipitados dessas ligas dependem da razão entre os teores de cobre e lítio presentes para serem formados, contudo, pode-se dizer que, de um modo geral, os principais precipitados finos que provocam o efeito de endurecimento por precipitação são as fases metaestáveis δ' (Al_3Li), θ' (Al_2Cu) e T_1 (Al_2CuLi), sendo este último precipitado muito comum em ligas Al-Cu-Li comerciais [17].

2.4 Refino de Grão e Recristalização Dinâmica

O refino de grão proporciona um aumento em resistência mecânica à temperatura ambiente, ao passo que torna o material superplástico a temperaturas elevadas. Ligas de alumínio com estruturas de grão ultra-refinadas produzidas via processos que envolvem deformação plástica severa (DPS) são materiais avançados para aplicações estruturais na indústria aeroespacial [18].

O aumento da resistência mecânica em materiais com microestrutura ultra-refinada se dá através da relação de Hall-Petch [18] [19]:

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-\frac{1}{2}} \quad (1)$$

Onde σ_y é a tensão de escoamento do material, σ_0 é uma constante de tensão do material via outros mecanismos, k_y é uma constante de endurecimento do material e d é o diâmetro médio dos grãos [18] [19].

Em ligas de alumínio, o endurecimento via Hall-Petch não é tão eficiente como em aços, devido ao baixo valor de k_y que ligas de alumínio apresentam (de 0,06 a 0,26 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$). Por conta disso, um refino de grão extremamente pronunciado ($< 1 \mu\text{m}$) é necessário para atingir significativa contribuição do endurecimento via relação de Hall-Petch [18].

Portanto, para se chegar em tamanhos de grão submicrométricos, é necessária a ocorrência da recristalização dinâmica na microestrutura da liga, pois processamentos termomecânicos convencionais só proporcionariam grãos da ordem

de 6 a 15 μm , o que é insuficiente para as propriedades desejadas [18].

Uma das maneiras de provocar a ocorrência da recristalização dinâmica, é combinando uma DPS com calor, pois é gerada uma grande densidade de defeitos e de escorregamento, que, por consequência, armazenam grande quantidade de energia, a qual serve de força motriz para o fenômeno da recristalização, isto é, pelo fato do material no estado deformado ser termodinamicamente instável, quando este é combinado ao calor gerado pelo atrito, tal energia armazenada é liberada para rearranjar e eliminar a grande densidade de defeitos presentes na região, levando o material a uma configuração muito mais estável [18] [19].

A recristalização então ocorre com a formação e migração dos contornos de grão de alto ângulo, que, somadas a eliminação de defeitos mudam a microestrutura para uma fina e equiaxial [18] [19].

2.5 Processamento no Estado Sólido

A fim de atingir a recristalização dinâmica e os efeitos de refino de grão via Hall-Petch podem ser utilizados processamentos no estado sólido (PES). Existem variados tipos de processamento no estado sólido, como a consolidação por fricção (FC), extrusão por fricção (FE), soldagem por fricção e mistura mecânica (FSW e FSSW), entre diversos outros processos.

Nessa categoria de processamentos, de um modo geral, o funcionamento se dá pela aplicação de uma força elevada no material, a qual gera DPS combinada ao calor resultante do atrito, ao mesmo tempo que a temperatura não ultrapassa a temperatura solidus do material em questão. A união dessas características provoca o fenômeno de recristalização dinâmica e consequente refino de grão via DPS, com o material final apresentando uma microestrutura ultra refinada.

Em um estudo recente sobre PES [20], foi mostrado que uma liga Al-Cu-Li, mais especificamente duas chapas da liga AA2198 (Al-3,2%Cu-1%Li, % em peso), foram soldadas por fricção com sucesso sob diferentes velocidades de soldagem (90-180 mm/min) e produziram um material final com propriedades mecânicas satisfatórias. Na microestrutura na zona de DPS foram observados grãos equiaxiais e refinados, provenientes da recristalização dinâmica.

Além disso, em outro estudo sobre PES [21], reportou que ligas Al-Cu-Li da terceira geração são materiais adequados para a ampla utilização na indústria aeronáutica após passarem por um PES, como por exemplo, a soldagem por fricção ou mistura mecânica. No estudo, foram soldadas mecanicamente amostras de uma liga AA2050 (Al-3,6Cu-0,98Li) para se comparar a influência de diferentes parâmetros de processo, como velocidade de solda, angulação da ferramenta e formato da ferramenta na rugosidade da superfície das amostras.

2.6 Consolidação por Fricção

A consolidação por fricção é um processo originado a partir da extrusão por fricção, onde uma ferramenta rotativa é utilizada para se produzir calor e deformação plástica severa através do atrito entre a ferramenta e o pó metálico, tarugo (somente no caso de extrusão) ou até mesmo cavaco por meio da compactação, mistura e extrusão do material. A diferença entre o processo de FE e o processo de FC é justamente o fim, pois, enquanto na FE há um orifício na matriz por onde o extrudado sai, na FC a matriz é totalmente fechada, mantendo todo o material dentro do container. Sob a ação do atrito e mistura da matriz, a fina camada de óxido nas partículas é quebrada e as partículas são unidas metalurgicamente [22].

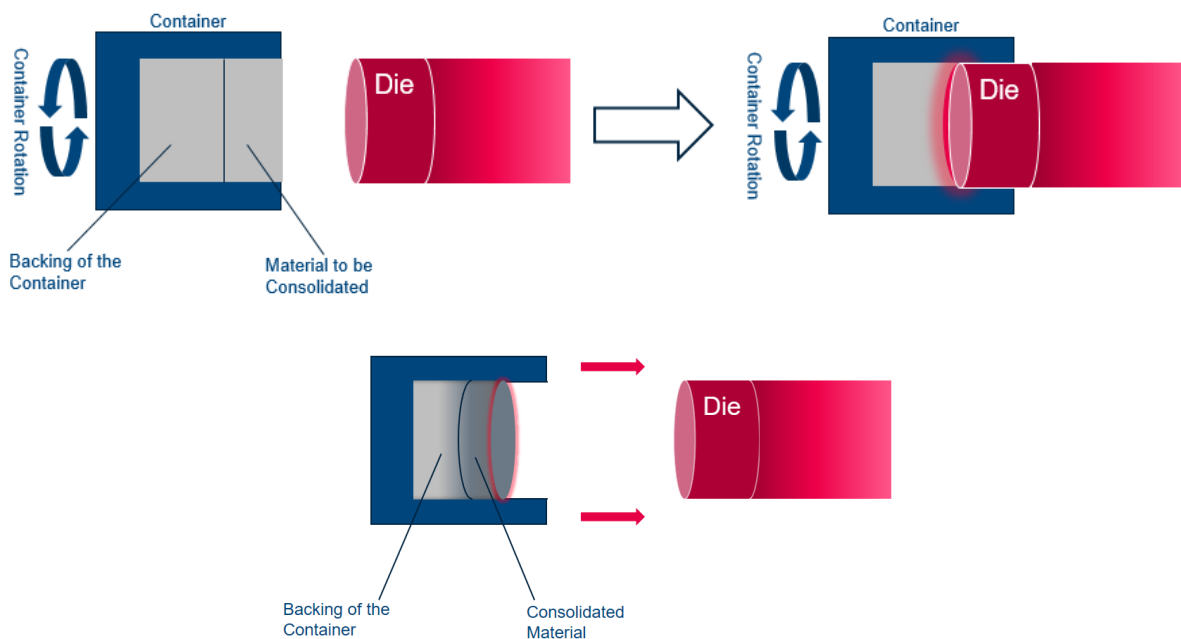


Figura 6: Esquemática do processo de consolidação por fricção, desde a aproximação da matriz, passando pela plasticização da liga e terminando com o disco consolidado.

Em um estudo recente [14], a consolidação de pós metálicos foi realizada para se investigar a influência dos elementos de liga na produção de extrudados de Al-Cu-Li. Foram utilizadas duas ligas com variados teores de lítio e cobre, sendo a primeira uma liga AA2060 (Al-4%Cu-0,75%Li) e a outra uma liga AA2196 (Al-3%Cu-1,75%Li). Concluiu-se, após a caracterização microestrutural que os extrudados de ligas 2060 obtiveram resultados satisfatórios, pois apresentaram uma microestrutura homogênea, com a presença de grãos recristalizados, e sem porosidade aparente, o que pode ser correlacionado diretamente com os benefícios de se utilizar o PES de FC unido ao processo de FE. Por outro lado, os extrudados da liga AA2196 não apresentaram os mesmos resultados, pois, embora a microestrutura ainda apresentasse alguns grãos refinados, ainda havia porosidade, o que pode ser relacionado à volatilização do lítio. Portanto, ressalta-se a importância de se utilizar uma composição adequada para o processo, ou adequar os parâmetros do processo à liga utilizada.

De um modo geral, a matéria-prima para a realização da consolidação por fricção são ligas de Alumínio e Magnésio em diversas formas, como por exemplo pós metálicos, cavacos ou até pequenos tarugos [23]. Um estudo recente sobre a aplicação do processo de FC e FE na reciclagem [22] mostrou que esses processos são mais eficientes energeticamente quando comparados aos métodos tradicionais, uma vez que a etapa de refusão dos materiais é evitada, e, além disso, há uma maior proteção contra as perdas e contaminações envolvidas na refusão tradicional de ligas de alumínio. Outros estudos também citam a viabilidade dos processos no ciclo das ligas de alumínio [23] [24] [25], enfatizando o ganho energético e redução de custo que o processo representa quando comparado aos processos convencionais.

2.6.1 Parâmetros de Processo e Características Microestruturais

Para se induzir corretamente o efeito de recristalização dinâmica através da combinação do atrito com o calor, refinando a microestrutura e promovendo o endurecimento da liga, é necessária uma combinação apropriada dos parâmetros do processo. No caso do processo de FE, os parâmetros mais relevantes são a força de extrusão, a rotação da ferramenta e o ângulo da matriz. A título de exemplificação, pode-se notar a influência de diferentes forças de extrusão na microestrutura de um

extrudado de AA7075-T651 (Al-5,8%Zn-2,3%Mg-2,0%Cu), a partir da variação do ângulo de uma matriz com mesma força de aplicação (Figura 7), bem como a influência da variação da força mantendo o ângulo constante (Figura 8) [23].

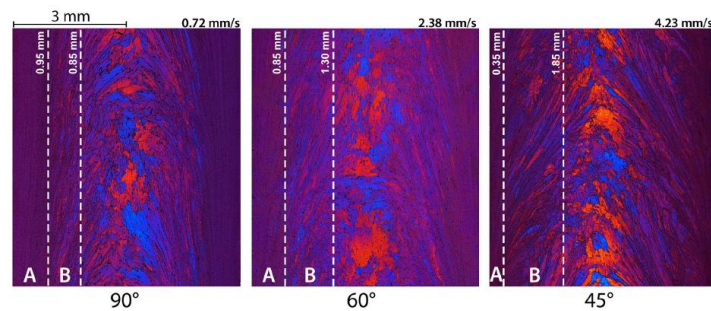


Figura 7: Microestruturas de um extrudado AA7075-T651 extrudadas a uma força constante de 16kN variando a angulação da matriz de 90° até 45° e com velocidade de rotação constante de 300 min⁻¹.

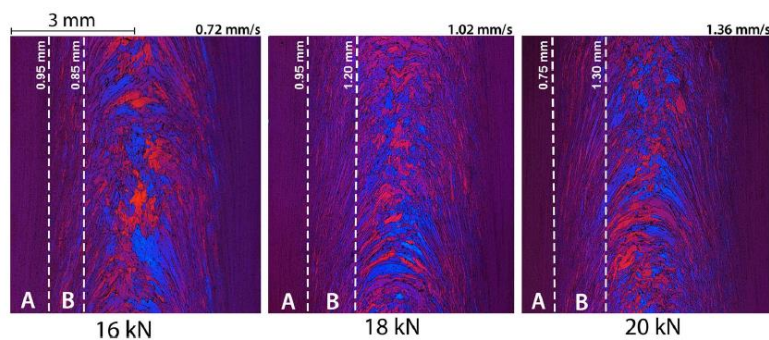


Figura 8: Microestruturas de um extrudado AA7075-T651 a partir de uma matriz de 90° variando a força de extrusão de 16kN até 20kN e com velocidade de rotação constante de 300 min⁻¹.

Analisando a Figura 7, pode-se notar que conforme o ângulo da matriz fica mais agudo, há uma tendência a ocorrer menos refino de grão nas extremidades da seção longitudinal do fio (regiões A e B), pois há menos deformação imposta ao material quando se utiliza uma matriz com um ângulo mais agudo ao extrudado, uma vez que, quanto menor o ângulo, mais suave é a entrada do material no orifício de extrusão, e, como uma das forças motrizes da recristalização é a energia armazenada nos defeitos cristalinos introduzidos por deformação, a recristalização tende a ser menos efetiva dessa maneira [23].

Analisando a Figura 8, é possível inferir que, para uma matriz de 90°, quanto maior a força aplicada pela extrusão, menor é o nível de refinamento da

microestrutura, principalmente nas extremidades da seção longitudinal do fio, uma vez que a aplicação de forças muito grandes no material base pode ser prejudicial à recristalização dinâmica, pois também leva a uma redução da energia armazenada na forma de defeitos cristalinos induzidos por deformação. Vale ressaltar que o tempo de processamento é bastante reduzido com uma força maior, pois a taxa de extrusão é maior [23].

Por conta disso, para se obter uma microestrutura ultra-refinada, o ideal é realizar uma combinação de parâmetros de forma a promover a recristalização dinâmica unindo uma força suficientemente grande com um ângulo suficientemente pequeno, conforme a Figura 9, onde os malefícios de utilizar-se uma força de extrusão grande podem ser contornados pela leve angulação da matriz, promovendo grande introdução de defeitos cristalinos provenientes de deformação conforme a força aumenta, os quais, por consequência, geram elevados níveis de recristalização dinâmica e, por fim, refino de grão [23].

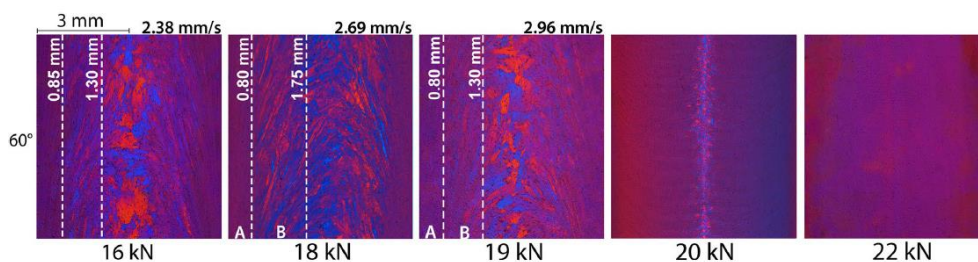


Figura 9: Microestruturas de um extrudado AA7075-T651 a partir de uma matriz de 60° variando a força de extrusão de 16kN até 22kN e com velocidade de rotação constante de 300 min⁻¹.

Por outro lado, para o caso do processo de FC, os parâmetros de processo relevantes são a força compressiva da matriz, a rotação da ferramenta e o tempo de consolidação. Similarmente aos parâmetros da FE, o ideal para se conseguir uma microestrutura consolidada ultra-refinada e homogênea é a combinação apropriada dos três parâmetros, pois, um tempo de processamento muito curto pode resultar em uma fração consolidada pequena, conforme a Figura 10, assim como uma força compressiva muito grande ou muito pequena pode prejudicar o mecanismo de recristalização dinâmica de maneira similar ao processo FE [24] [25].

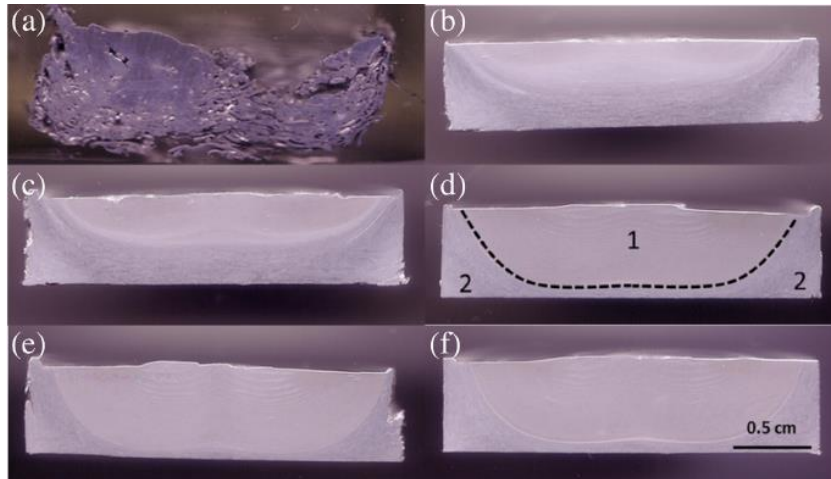


Figura 10: Micrografias de seções longitudinais de discos consolidados de AA6061 (Al-1.0Mg-0.6Si-0.6Fe-0.25Cr-0.2Cu) com uma velocidade de rotação de 300 rpm, 17,8 kN de força compressiva e variando o tempo de processo de (a) até (f), respectivamente, em: 6,1 s, 12,5 s, 19,2 s, 30,9 s, 42,3 s e 45,1 s [24].

A partir da análise feita nas amostras correspondentes a Figura 10, pode-se retirar mais micrografias de um disco consolidado, representado por 10(f), a fim de dividir uma microestrutura típica de um consolidado em algumas partes, representadas pela Figura 11 abaixo [24].

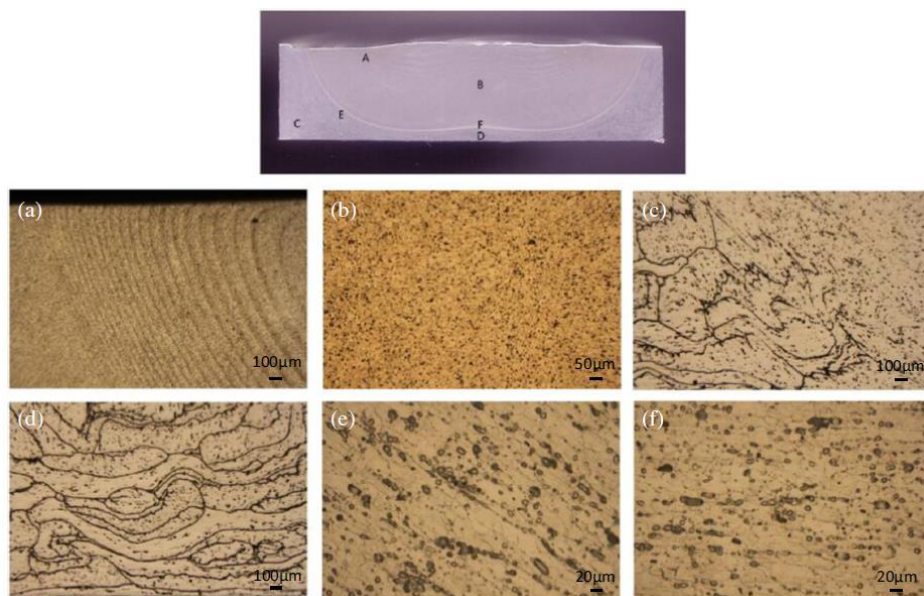


Figura 11: Microestrutura em detalhes de um disco totalmente consolidado da liga AA6061.

A região notada na Figura 11(a) representa os diferentes padrões de fluxo de material dentro da parte consolidada do disco, enquanto a região notada na Figura 11(b) representa de um modo geral como é a micrografia da região consolidada do

disco. Pode-se notar que nessa região o material tende a sofrer a maior taxa de deformação combinada a temperaturas elevadas, o que favorece a recristalização dinâmica, refinando os grãos e diminuindo a porosidade. Já a região notada pelas Figuras 11(c,d) mostram as partes do disco onde a deformação e a temperatura não foram suficientes para a recristalização dinâmica acontecer, o que resulta em uma microestrutura com elevada presença de poros e vacâncias. Por fim, observam-se as regiões representadas pelas Figuras 11(e,f), as quais mostram a região de transição entre a parte totalmente consolidada e a parte compactada. Geralmente, tais regiões possuem uma mistura de grãos alongados com grãos recristalizados, pois a recristalização nessas partes do disco foi parcial [23] [24] [25].

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Matéria-Prima

A produção dos consolidados de pós metálicos foi realizada a partir de três pós metálicos, sendo eles: Alumínio-Cobre, Alumínio-Lítio, e Cobre comercialmente puro, os quais estão dispostos na tabela 1 abaixo:

Liga	Composição (% em peso)	Tamanho da partícula	Fabricante
Al-Cu	Al-4,5Cu	< 63 μm	American Elements
Al-Li	Al-20Li	< 50 μm	Leibniz Institute for Materials Engineering
Cu	Cu	-	E. Merck KG – Darmstadt

Tabela 1: Matérias-primas utilizadas para produção dos pós de Al-6Cu-2Li, Al-6Cu-4Li e Al-6Cu-6Li.

Após a obtenção das matérias-primas, foi-se necessária a utilização de uma *Glove Box* (modelo UNILAB pro eco do fabricante Braun) com uma atmosfera controlada de argônio, tanto para armazenamento quanto para pesagem dos materiais, de forma a evitar contaminação. Primeiramente, cada tipo de pó foi pesado com o auxílio de uma balança de alta precisão e de um pote de plástico, de forma que a massa total do pó fosse 50g, a qual é a capacidade do container metálico da extrusora, e ao mesmo tempo respeitasse o teor das três composições desejadas: Al-6Cu-2Li, Al-6Cu-4Li e Al-6Cu-6Li (% em peso). Após a pesagem de cada liga, o container foi fechado e colocado em um misturador de laboratório (MIXOMAT mini)

durante 15 minutos. Com o pó misturado homogeneamente, pôde-se transferir a mistura para dentro do container metálico e realizar a compactação do pó dentro de uma prensa hidráulica (do fabricante P/O/WEBER) com uma carga de 100 N instalada dentro da *Glove Box*. Por fim, o compactado apresentou 50 mm de diâmetro e 30mm de altura.

Posteriormente a compactação do pó, retira-se o container metálico contendo o pó compactado da *Glove Box* através de uma câmara de vácuo e é realizada a instalação do container na extrusora.

3.2 Processo de Consolidação por Fricção

O processo foi realizado utilizando-se uma máquina de extrusão por fricção da fabricante Bond Technologies (modelo FE100). Vale ressaltar que a matriz utilizada na consolidação é a matriz sem orifícios. A máquina pode ser subdividida em duas partes principais alinhadas horizontalmente: o suporte para o container, onde o container contendo o pó compactado é colocado, e a matriz, onde é disposta a matriz apoiada em seu suporte. Tal disposição de peças é ilustrada pela imagem na figura 12.

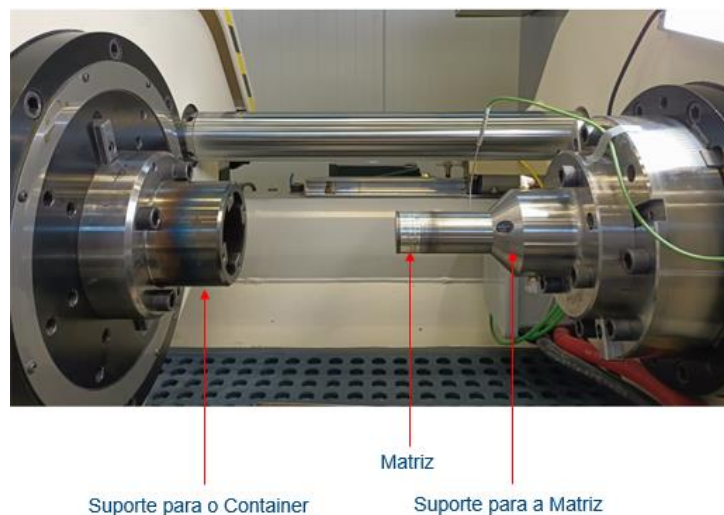


Figura 12: Identificação das partes da máquina FE100.

As peças individualmente são ilustradas na figura 13. Ressalta-se que o Container é fabricado em aço liga AISI 4140 e possui um diâmetro interno de 50 mm. A matriz, por sua vez, é feita de um aço ferramenta H13, com uma face com sulcos.

Na Figura 13, são dispostos exemplos de matrizes com 1 e 5 sulcos, entretanto, no presente trabalho, foram utilizadas somente as matrizes com 1 sulco, sendo que as matrizes de 5 sulcos serão estudadas em trabalhos futuros.

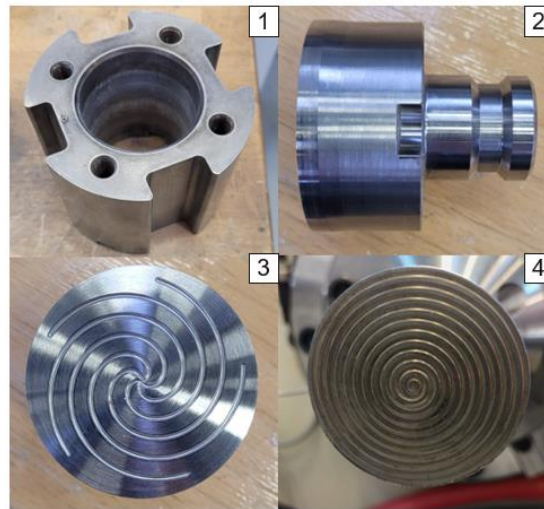


Figura 13: (1) O container vazio; (2) A matriz de perfil; (3) e (4) Exemplos de matrizes com 1 sulco (4) e com 5 sulcos (3).

Uma amostra típica produzida via consolidação por fricção pode ser vista na Figura 14 abaixo, com diâmetro de 50 mm e espessuras variando entre 8 mm e 12 mm.

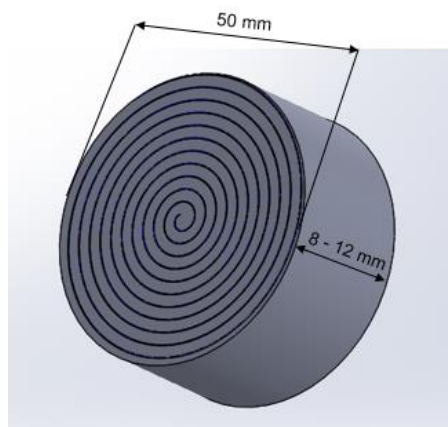


Figura 14: Exemplo de amostra produzida via consolidação por fricção, projetada no SolidWorks.

3.2.1 Parâmetros do Processo

Há diversos parâmetros importantes para o processo de FC: A composição química do pó a ser consolidado, a força axial da máquina, a velocidade de rotação da câmara do container e o tempo de processo. Na tabela 2 abaixo, são mostrados os parâmetros utilizados no presente trabalho. Ressalta-se que a força axial e a

velocidade de rotação foram mantidas constantes, sendo elas 200 kN e 200 rpm.

Amostra	Composição [% em peso]	Tempo [s]
250	Al6Cu2Li	20s
287	Al6Cu2Li	40s
288	Al6Cu4Li	60s
289	Al6Cu6Li	60s
290	Al6Cu2Li	60s

Tabela 2: Amostras das ligas consolidadas Al-Cu-Li produzidas para o presente trabalho.

3.3 Caracterização Microestrutural

Para realizar-se a caracterização microestrutural, primeiramente, foi realizado um corte transversal na direção do diâmetro do disco consolidado com uma máquina de corte Struers Secotom-50 utilizando uma serra 50S20, de forma a conseguir duas metades para cada disco, conforme a figura 15. O corte foi realizado com uma rotação média de 2000 rpm.

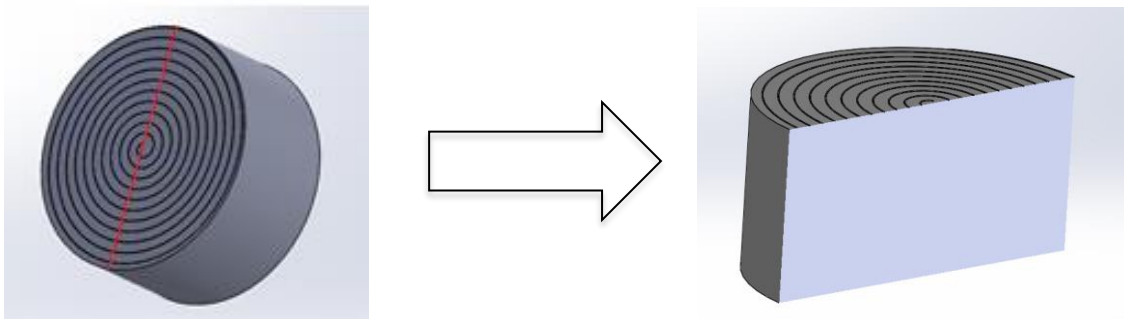


Figura 15: Representação do corte do disco consolidado e da amostra cortada.

É interessante analisar a parte interna do disco consolidado, pois é nesta seção onde é possível estudar a evolução e forma da microestrutura, além do perfil de dureza ao longo de diferentes pontos da amostra, e, por último, analisar a disposição da parte que foi consolidada com sucesso, e da parte que permaneceu porosa da amostra.

Após o corte, foram separadas as amostras em moldes de silicone e preparou-se uma resina ClaroCit da marca Struers, a qual é uma resina para embutimento a

frio que proporciona um embutimento transparente e de fácil desembutimento a partir de acetona, conforme mostra a Figura 16. Utilizou-se uma proporção de 5 partes de pó de resina para 3 partes de líquido da resina e o tempo de cura foi de 20 minutos sob pressão em uma panela. Em seguida do embutimento, as resinas foram furadas na parte de trás até o furo chegar na amostra, facilitando o ataque químico posteriormente.



Figura 16: Exemplos de amostras consolidadas embutidas.

Em seguida aos furos, iniciou-se o lixamento e polimento das amostras, seguindo os seguintes passos: lixamento com lixas de SiC com granulometria desde 80#, passando por 320#, 800#, 1200#, 2000# até 4000#. A partir daí, o polimento se iniciou com um pano MD-Dac que utiliza uma suspensão de diamante de 3 μm , seguido pelo polimento com o disco MD-Nap, que utiliza uma suspensão de diamante de 1 μm , e, por fim, o polimento foi finalizado com um disco MD-Chem, o qual utiliza OPS (Solução de sílica).

Para o ataque químico pós polimento, o reagente utilizado foi Barker (5 mL HBF_4 , 200 mL H_2O), sendo utilizado um equipamento Struers LectroPol-5, 15 V com 90 segundos de duração do ataque.

3.4 Microscopia Óptica

Após a metalografia, foi realizada a análise microestrutural via microscopia óptica em dois microscópios diferentes. Primeiramente, utilizou-se o microscópio Keyence VHX-6000 para capturar as imagens gerais das amostras, tanto em campo escuro quanto em campo claro, em magnificação de 50x. Além disso, um microscópio Leica Digital foi utilizado para visualizar as amostras atacadas quimicamente com mais clareza, a fim de obter imagens coloridas utilizando luz polarizada e deixar os contornos de grão mais evidentes na amostra. No Leica, foram utilizadas as

magnificações de 50x, 100x, 200x, 500x e 1000x.

A importância de realizar a microscopia óptica nessa etapa é justamente para assegurar que a amostra não seja contaminada, como também analisar a morfologia dos grãos, fluxo de material, área consolidada, formato do consolidado, e observação de defeitos. O tamanho da área consolidada foi medido através do software VHX presente no computador do microscópio VHX-6000, onde é possível traçar as medidas na amostra e calcular a área desejada.

3.5 Ensaio de Microdureza Vickers

É de suma importância para o estudo de precipitados a realização de um mapa de dureza nas amostras consolidadas, pois posteriormente pode-se correlacionar os valores diferentes de dureza (caso ocorram) apresentados ao longo da amostra com a concentração de precipitados em cada região, bem como correlacionar os valores de dureza das regiões e das diferentes ligas com o nível de refino de grão delas.

Para realizar o teste de microdureza Vickers, foi utilizada uma máquina Struers Durascan 70 G5 conforme a norma ISO 6507, onde um indentador em forma de pirâmide 136° é pressionado contra a amostra com um carregamento de 0,2 kg durante 10 segundos. Para a obtenção de um mapa de dureza, é configurado no programa do equipamento a região a ser mapeada e a quantidade de pontos, assim, quando a máquina termina os 10 segundos em um ponto, ela se move 0,5 mm para o próximo ponto, ou, caso seja o final de uma linha de impressões, volta para o começo e se move 0,5 mm para cima, possibilitando a varredura da área especificada da amostra. A área coberta pelo mapeamento corresponde à metade da amostra, uma vez que os resultados podem ser extrapolados para a outra metade, poupando tempo de ensaio. Após o fim da medição, é gerado um mapa de dureza, conforme a figura 17.

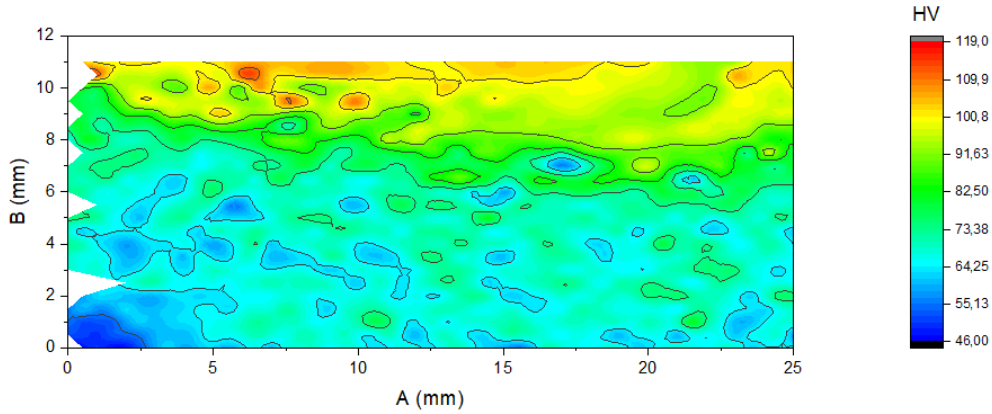


Figura 17: Exemplo de um mapa de dureza gerado no Software Origin para um consolidado da liga Al-6Cu-2Li, onde A representa o eixo horizontal da amostra de 0 a 25 mm e B representa o eixo vertical da amostra de 0 a 12 mm.

3.6 Termodinâmica Computacional

Além dos ensaios de dureza, foram realizadas computações da termodinâmica computacional para as três ligas. No software Pandat, o diagrama de fases para o sistema Al-Cu-Li com cobre fixo em 6% (em peso) foi calculado e disposto na Figura 18 abaixo. Além disso, também foram realizados os cálculos de variação da fração mássica em função da temperatura das ligas Al6%Cu-2%Li, Al6%Cu-4%Li, e Al6%Cu-6%Li, os quais estão dispostos nas Figuras 19, 20 e 21.

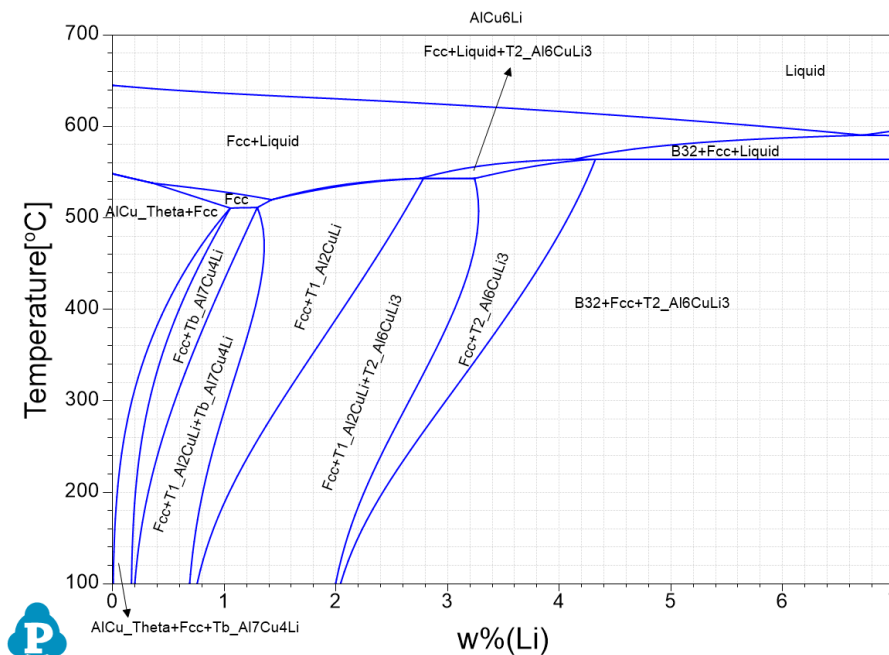


Figura 18: Diagrama de fases de uma liga Al-Cu-Li com fração em peso de Cu fixa em 6%.

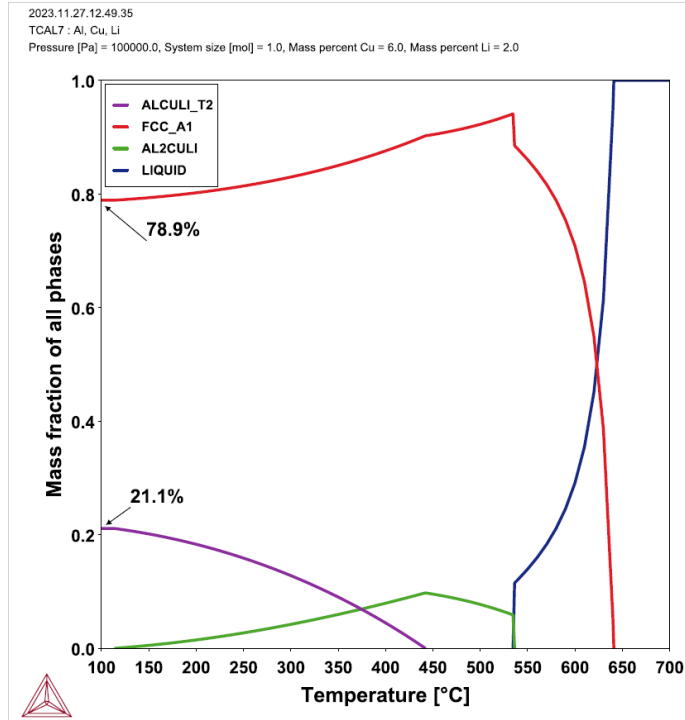


Figura 19: Diagrama de fração mássica das fases em relação à temperatura para a liga Al-6Cu-2Li (% em peso).

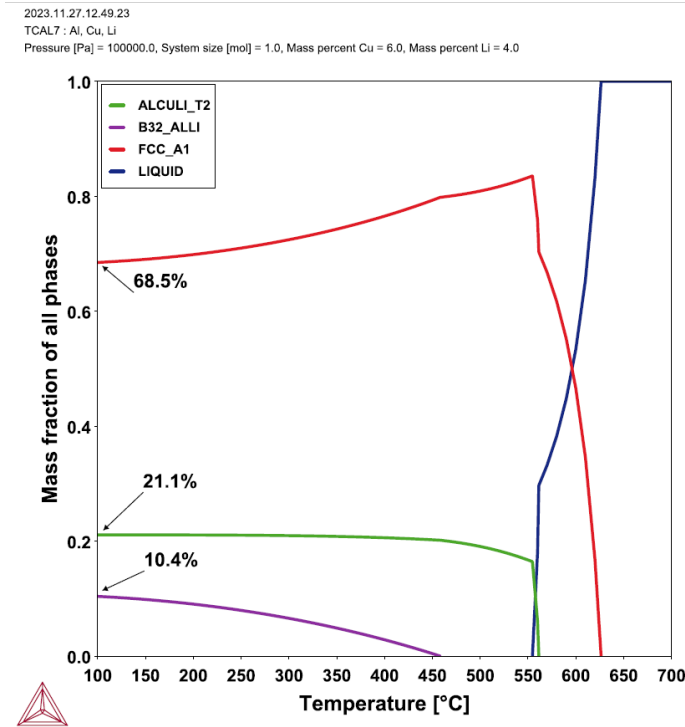


Figura 20: Diagrama de fração mássica das fases em relação à temperatura para a liga Al-6Cu-4Li (% em peso).

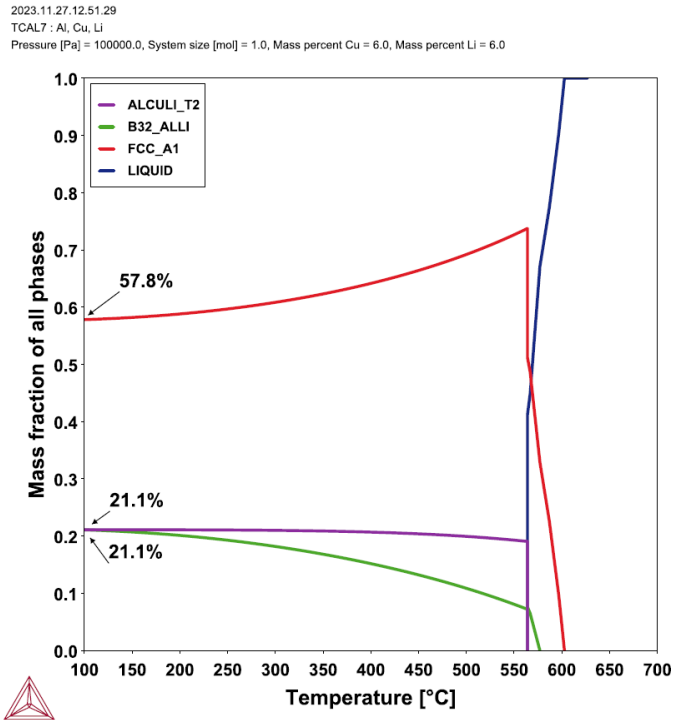


Figura 21: Diagrama de fração mássica das fases em relação à temperatura para a liga Al-6Cu-6Li (% em peso).

Foi realizada a análise dos gráficos obtidos, onde pôde-se simular a distribuição das fases esperada para cada liga. Foi notada a presença da fase T₂ (Al₆CuLi₃) com fração de 21,1% a temperatura de 100°C em todas as ligas. Além disso, nota-se que há a nucleação e posterior transformação da fase T₁ (Al₂CuLi) para a fase T₂ no caso da liga Al-6%Cu-2%Li, contudo, para as ligas com 4% e 6%, não há mais a presença da fase T₁, acontecendo a nucleação da fase T₂ diretamente para essas duas últimas ligas, o que é coerente ao analisarmos o diagrama pseudo-binário de fases do sistema. Pode-se comparar também a contínua diminuição da fração de fase FCC da matriz rica em alumínio, indicando uma diminuição significativa da densidade da liga conforme o teor de lítio aumenta. Por fim, nota-se a nucleação da fase B₃₂ aproximadamente a partir de teores de lítio > 2,05% em peso, sendo, a 100°C, 10,4% da fração em massa para a liga Al-6Cu-4Li e 21,1% da fração em massa para a liga Al-6Cu-6Li.

3.7 Difração de Raios X de Alta Energia

Foram separados três cortes das amostras 288, 289 e 290 para realização de ensaios de difração de raios X de alta energia. Para isso, primeiramente foram

cortados três pedaços dos discos 288, 289 e 290 em paralelepípedos com 25 mm de comprimento, 10 mm de altura e 2 mm de espessura. Posteriormente, as três amostras foram enviadas ao instituto DESY, em Hamburgo, Alemanha, onde foi conduzido um ensaio de difração de raios x de alta energia utilizando o feixe P07b PETRA III, com comprimento de onda de 0,14235 Å, ângulo máximo de difração 2θ igual a $10,2^\circ$ e calibração utilizando LaB_6 .

Após a medição, os dados obtidos foram tratados utilizando o software Fit2D, onde os valores foram integrados de maneira azimutal entre 0° e 360° , de forma que, com os valores integrados, foi possível obter os difratogramas convencionais (2θ versus Intensidade) para cada ponto analisado na amostra, com 0,5 mm de distância entre eles.

Por fim, nota-se que os picos de difração foram inferidos de acordo com os arquivos de difração de pó (PDF) retirados da base de dados do Centro Internacional de Dados de Difração (ICDD).

3.8 Tratamento Térmico

Para a realização do Tratamento térmico, foi separado o disco sobressalente da amostra 250, de forma a submetê-lo a ensaios de envelhecimento artificial em um forno elétrico modelo N330 do fabricante Nabertherm GmbH a 175°C . É importante notar que, em um primeiro momento, a ideia foi analisar como um disco de uma liga Al-Cu-Li se comporta com relação à sua dureza ao ser submetido a tratamento térmico.

Além disso, também era esperado correlacionar os mapas de distribuição obtidos após a realização de ensaios de microdureza Vickers na amostra tratada termicamente com a presença de precipitados endurecedores, isto é, as regiões mais duras dos mapas foram identificadas e, assim que a dureza parou de aumentar com o tratamento térmico, traçou-se uma curva de resposta ao envelhecimento com o tempo para tais regiões, a fim de determinar um tempo otimizado de envelhecimento para os prováveis precipitados presentes em tais regiões.

Por conta desses fatores, e por ser uma análise inicial, foi selecionada somente uma amostra do disco 250 para realização dos tratamentos de envelhecimento, os quais foram realizados a 175°C durante 1 min, 5 min, 10 min, 20 min, 100 min, 500 min, 1000 min, 2000 min, 5000 min e 10000 min, com cada intervalo de tempo sendo

imediatamente seguido de um resfriamento rápido da amostra em água. A temperatura utilizada foi baseada nos resultados conseguidos em [26], onde um pico de dureza foi observado no gráfico de resposta ao envelhecimento de uma liga Al-3,81%Cu-1,28%Li-0,4%Mg-0,4%Ag-0,4%Zn-0,3%Mn-0,1%Zr-0,05%Ti (% em peso) após 1200 minutos de tratamento.

Uma comparação de tratamentos térmicos realizados em discos consolidados com diferentes composições e tempos de processo será realizada em trabalhos futuros.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterização Microestrutural

Primeiramente, é interessante ressaltar o efeito do aumento do tempo de processamento na microestrutura das amostras consolidadas da liga Al6Cu2Li, ilustrado pela figura 22 abaixo. As setas ressaltam a profundidade da área consolidada, o tamanho da seção não-consolidada e a altura total de cada amostra. Além disso, o contorno pontilhado resalta visualmente os prováveis limites das zonas de processo em que o material foi totalmente consolidado e de onde o material só foi parcialmente consolidado, que também são influenciadas pelo tempo de processo.

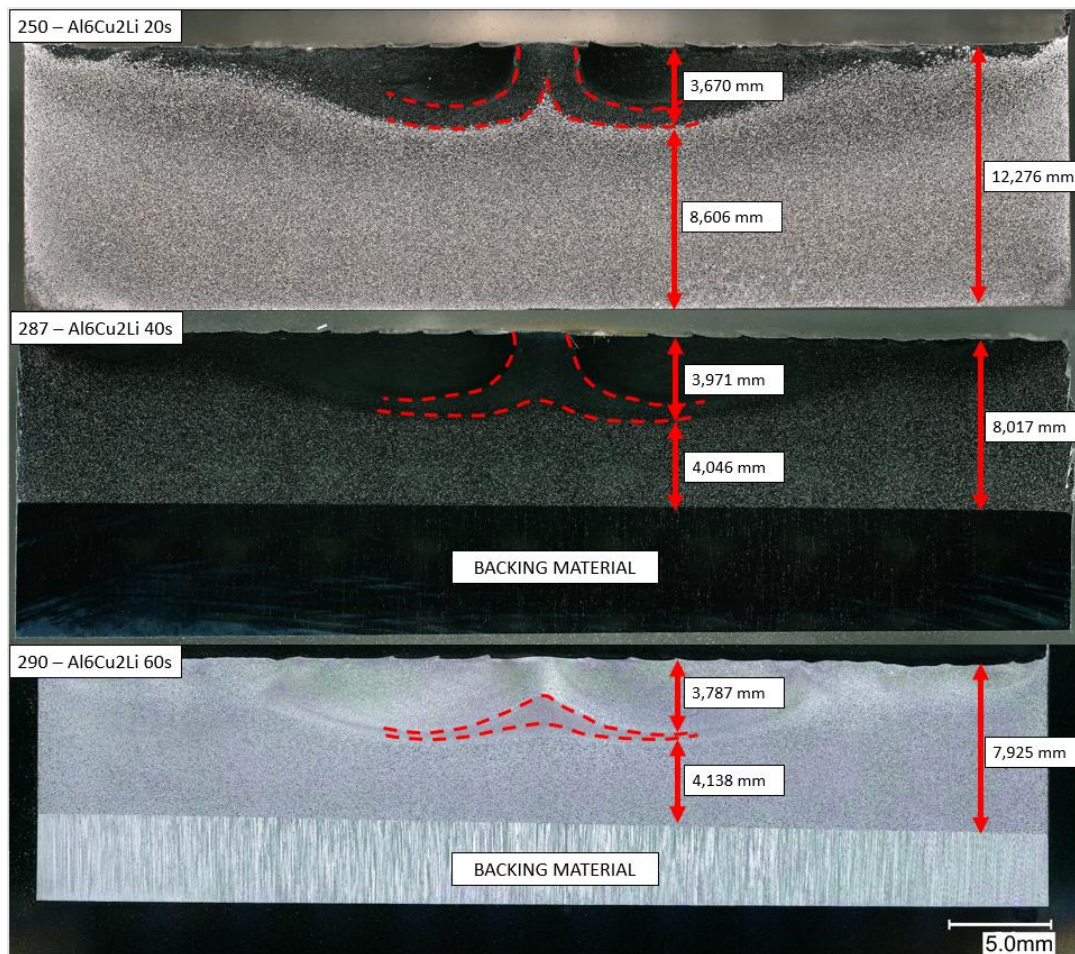


Figura 22: Evolução das zonas afetadas pelo processo conforme o tempo de processamento aumenta, onde a amostra 250 foi processada por 20 s, a amostra 287 por 40 s e a amostra 290 por 60 s (liga Al6Cu2Li).

Ao observar as regiões das três amostras, pode ser notado que o aumento do tempo de processo provoca um aumento na profundidade da área consolidada, ao passo que tende a unir as zonas consolidadas, uma vez que as regiões próximas à matriz da máquina tendem a ter a maior deformação e entrada de calor, e, ao aumentarmos o tempo de processo, a consolidação tende a se propagar de cima para baixo do disco. Além disso, em uma análise qualitativa, nota-se visualmente uma clara diferença na profundidade de consolidação entre a amostra 250 com 20 s de processo se comparada com as amostras 287 e 290 com 40 s e 60 s de tempo de processo, respectivamente.

Para se comparar as profundidades quantitativamente, é conveniente analisar as profundidades em termos de % em relação à altura total da amostra, uma vez que, como as alturas de cada amostra mudam de amostra para amostra, a comparação

entre os valores de profundidade em milímetros torna-se inviável. Por isso, foram dispostos na tabela 3 os valores de altura total da amostra, e de profundidade da parte consolidada, e as suas correspondentes porcentagens com relação à quantidade de altura que cada profundidade representa.

Amostra	Profundidade da área consolidada (mm)	Altura total da amostra (mm)	Porcentagem da altura total da amostra (%)
250	3,67	12,276	29,90
287	3,971	8,017	49,53
290	3,787	7,925	47,79

Tabela 3: Medições relativas de altura consolidada realizadas nas amostras 250, 287, 290 (liga Al6Cu2Li).

Analisando os resultados obtidos na tabela 3, nota-se que com um tempo de processo de 20 s, a parte consolidada da amostra representa somente 29,89 % da altura da amostra, enquanto para 40 s e 60 s essa porcentagem chega a quase 50 % em ambos os casos, sendo levemente maior para a amostra de 40 s. Sabendo disso, pode-se inferir que o aumento do tempo de processo provoca um aumento da profundidade de consolidação, contudo, esse aumento não segue uma proporção linear, isto é, em certo momento entre 40 s e 60 s de processo a profundidade de consolidação tende a parar de crescer e até mesmo diminuir um pouco. Além disso, no lugar do aumento da profundidade de consolidação observou-se na verdade um aumento na área das zonas de consolidação total, o que pode ser observado na figura 22, onde, para a amostra 287, ainda há uma clara fronteira entre duas zonas consolidadas totalmente separadas por uma zona de consolidação parcial, porém, para a amostra 290, as zonas de consolidação total já se mostram praticamente unidas, isto é, não há uma zona de consolidação parcial separando as regiões completamente consolidadas, há somente zona de consolidação parcial abaixo das zonas de consolidação total.

Analogamente ao que foi feito para a análise do tempo de processo, a figura 23 abaixo mostra a evolução da microestrutura com relação ao aumento do teor de lítio na composição da liga, dessa vez fixando o tempo de processo em 60 s. Novamente, as setas representam a profundidade da parte consolidada, o tamanho da área não consolidada e a altura das amostras, enquanto o pontilhado ainda ressalta as zonas de processo que foram totalmente consolidadas e parcialmente consolidadas.

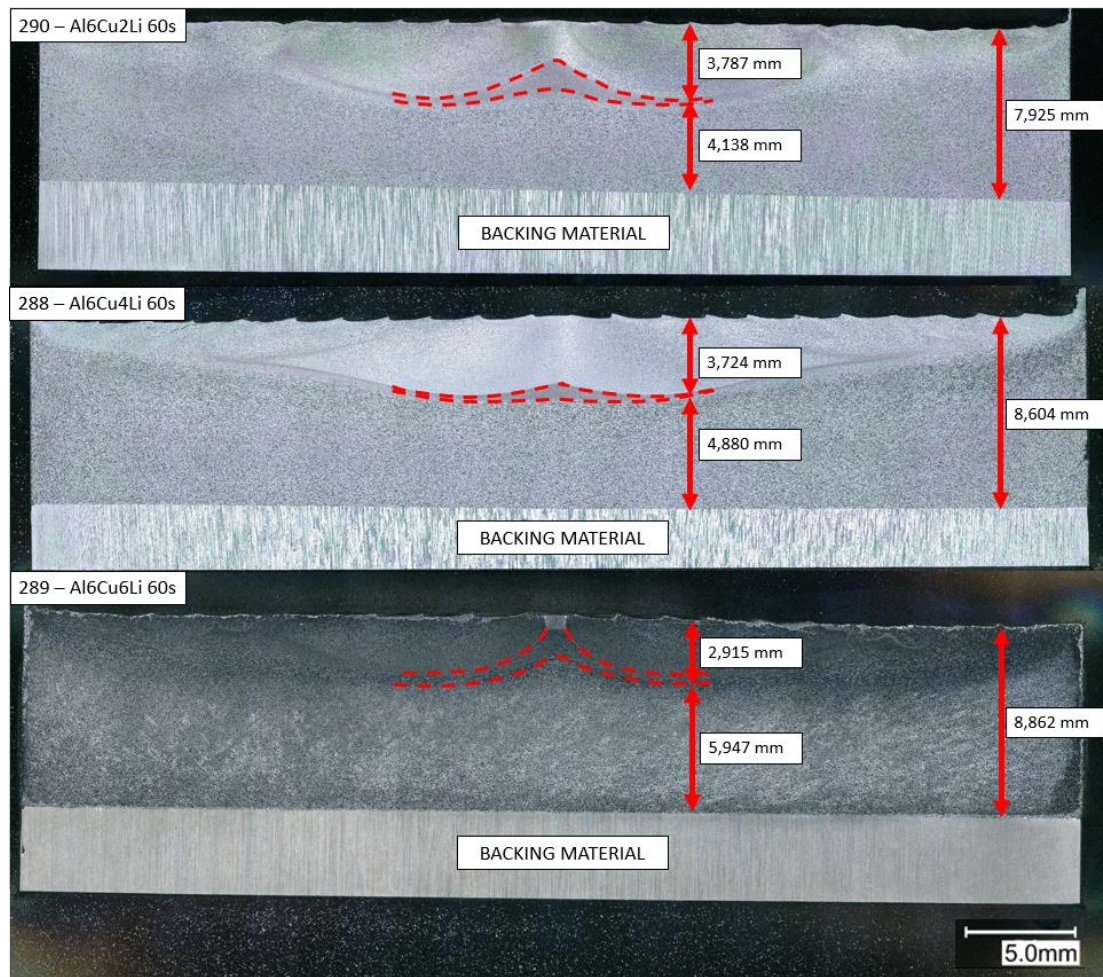


Figura 23: Evolução da microestrutura e das zonas consolidadas e não consolidadas conforme o teor de Lítio aumenta para as ligas Al6CuXLi.

Amostra	Profundidade da área consolidada (mm)	Altura total da amostra (mm)	Porcentagem da altura total da amostra (%)
290	3,787	7,925	47,79
288	3,724	8,604	43,28
289	2,915	8,862	32,89

Tabela 4: Medições realizadas nas amostras 290, 288, 289 para as ligas Al6Cu2Li, Al6Cu4Li e Al6Cu6Li respectivamente.

Analisando os resultados obtidos na tabela 4, nota-se que com um teor de Li de 2% em peso, a parte consolidada da amostra representa 47,79 % da altura da amostra, já para a amostra com 4% de Li, essa porcentagem diminui para 43,28 %, e, por fim, para a amostra com 6% de Li, essa porcentagem diminui ainda mais para 32,89 %. Portanto, pode-se inferir nesse caso que o aumento do teor de Lítio está dificultando a obtenção de uma área consolidada maior nos discos, ou seja, aumentar o teor de Li na composição diminui a profundidade da consolidação, caso o tempo de processamento seja mantido fixo. Além do mais, as zonas totalmente consolidadas

se mostraram unidas nas amostras contendo 2% e 4% de Li, porém com 6% de Li essa união já não foi mais notada, pois duas zonas de consolidação total distintas são observadas separadas por uma zona de consolidação parcial, conforme as linhas pontilhadas indicam.

A fim de ilustrar a diferença microestrutural entre uma zona de consolidação parcial, uma zona de consolidação total e uma zona somente compactada, isto é, não-consolidada, foram retiradas imagens com magnificação maior para as 3 regiões, como pode-se notar na figura 24, de forma a destacar a quantidade de grãos refinados nas três regiões. Como as diferenças entre as três regiões são similares para todas as ligas examinadas, foi considerada apenas o caso típico da amostra 290 para exemplificação, porém ressalta-se que o comportamento abaixo se repete para as regiões mencionadas em todas as amostras do presente trabalho.

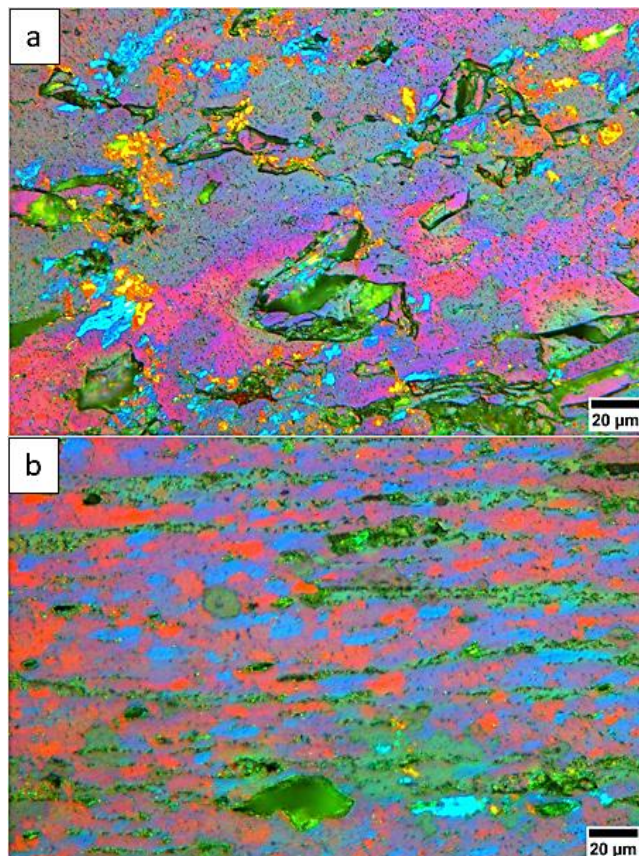




Figura 24: Micrografias das regiões (a) não consolidada ou compactada; (b) parcialmente consolidada; (c) totalmente consolidada, da amostra 290 (liga Al6Cu2Li).

Nota-se que a região consolidada (c) possui a maior densidade de grãos refinados e maior homogeneidade de microestrutura, além do mais, não são notadas as partículas de pó metálico, ainda presentes em certos lugares da região parcialmente consolidada (b), indicando que a deformação e o calor foram suficientes para unir metalurgicamente e provocar a formação de grãos em toda a região (c), mas foram insuficientes para unir a totalidade de partículas da região (b). Por fim, a região (a) possui uma densidade de pó remanescente bastante significativa, indicando que a deformação e o calor chegaram com uma intensidade muito baixa nessa região após o tempo de processo utilizado. Ainda é possível notar uma pequena nucleação de grãos, porém, ainda assim, essa é visualmente a região mais porosa dentre as três.

4.2 Resultados de microdureza

A figura 25 sintetiza os resultados de microdureza Vickers para três amostras com composição igual, no caso, Al6Cu2Li, porém com tempos de processamento diferentes, variando entre 20 s, 40 s e 60 s. Já a figura 26, por sua vez, sintetiza os resultados de microdureza Vickers para três amostras com tempo de processamento igual a 60 s para as ligas Al6Cu2, 4 e 6 Li. Vale ressaltar que há uma pequena diferença posicional das amostras nos gráficos devido à variação de altura das amostras e aos diferentes pontos escolhidos no momento do início do ensaio.

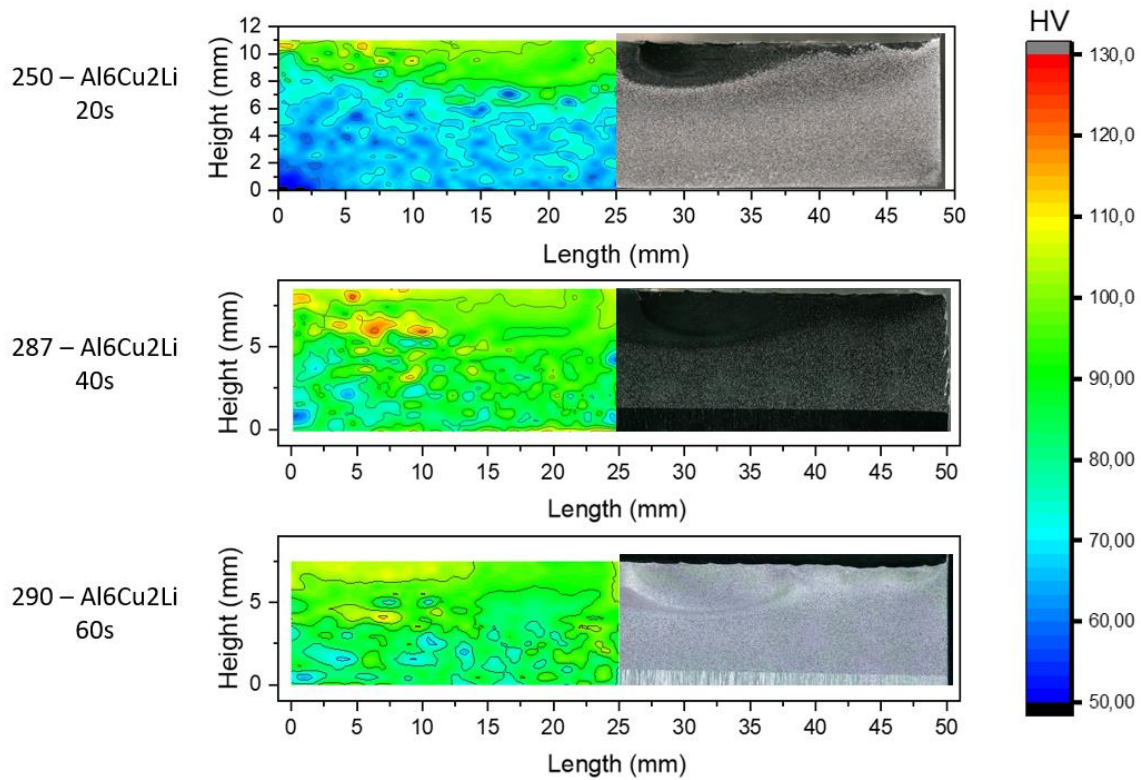


Figura 25: Mapas de microdureza Vickers para as amostras de Al-6%Cu-2%Li com 20s, 40s e 60s de tempo de processo.

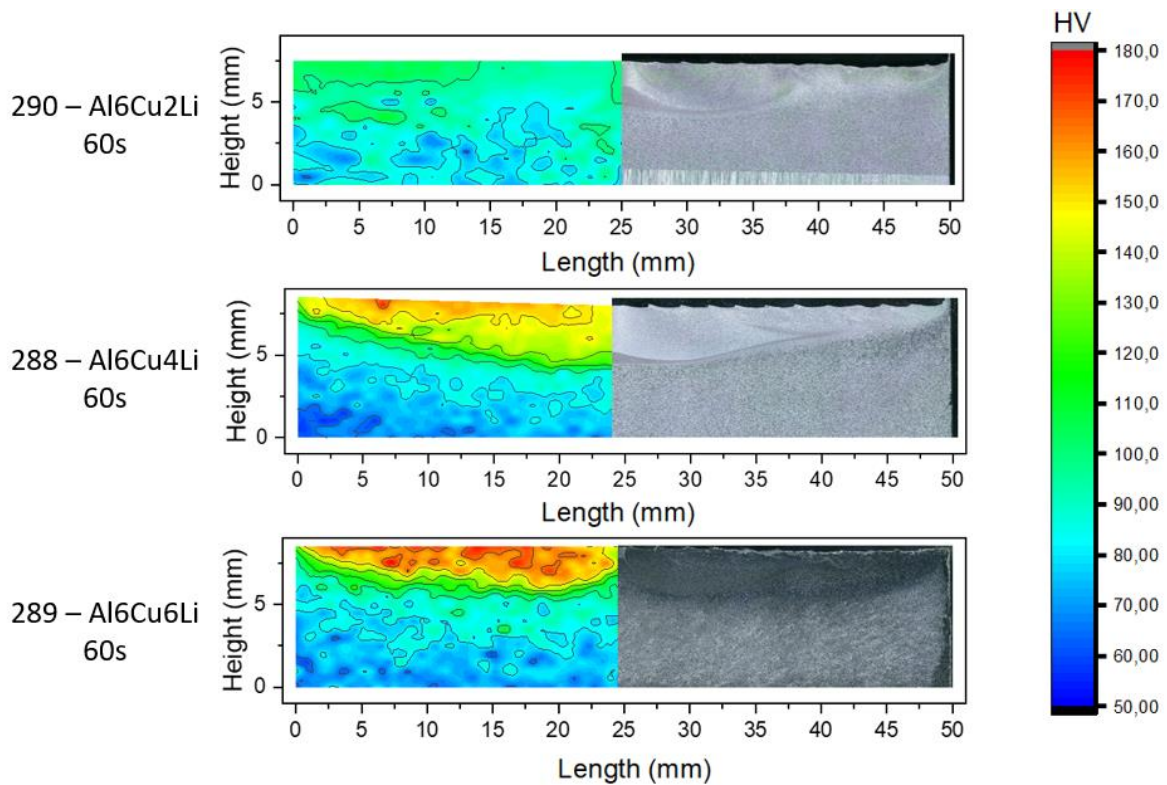


Figura 26: Mapas de microdureza Vickers para as amostras de Al-6%Cu-X%Li com X = 2%, 4% e 6% em peso de Li e 60s de tempo de processo.

Ao analisar as três amostras da Figura 25, nota-se um comportamento majoritariamente parecido entre elas quando se trata dos maiores valores de dureza presentes, com exceção de alguns pontos da amostra 287, que apresentaram valores acima do esperado. Contudo, embora não haja uma tendência clara de aumento da dureza com o tempo de processo, há uma tendência de aumentar a distribuição desses valores ao longo da amostra, tornando-a mais homogênea. A amostra 250 possui uma clara fronteira entre os valores da zona consolidada na parte superior e os valores das zonas mais inferiores da amostra, porém, esse padrão não se repete conforme o tempo de processo aumenta, ao passo que, nas amostras 287 e 290, as regiões azuis já são em boa parte substituídas por regiões verdes do mapa de calor, indicando aumento na dureza nessas áreas mesmo que não seja observada a consolidação total.

Além disso, nota-se que, com a exceção dos pontos vermelhos na amostra 287, que possuem valores de dureza entre 120-130 HV, é razoável dizer que, ao menos na zona consolidada totalmente, as três amostras apresentam uma média de microdureza Vickers em torno de 100-110 HV., o que é um valor médio de dureza levemente inferior, porém comparável ao de ligas Al-Cu-Li obtidas via processos tradicionais, como por exemplo a liga (Al-5%Cu-1%Li-0,6%Mg-0,5%Ag-0,5%Mn-0,13%Zr-0,1%CeLa) obtida via fundição por indução a vácuo em [27], que exibiu valores girando em torno de 125 HV na condição como fundida.

As amostras presentes na figura 26, por outro lado, demonstraram uma tendência de aumento da dureza máxima conforme aumenta-se o teor de lítio. A amostra 290 com 2% de Li em peso possui valores médios de dureza na região consolidada próximos a 110 HV. Ao aumentar-se o teor de Li para 4%, observou-se um aumento geral da microdureza na região consolidada para uma faixa de 150-160 HV, até 180 HV em certo ponto na parte superior esquerda da amostra. Ainda, ao aumentar o teor de Li para 6%, é plausível dizer que o valor médio de dureza dessa região consolidada girou em torno de 160-180 HV.

O aumento na microdureza ocorre para as amostras com 4% e 6% de Li pois, como foi visto na seção 3.6, Figuras 19, 20 e 21, enquanto a amostra com 2% não

apresenta precipitados endurecedores no equilíbrio, as amostras Al6Cu4Li e Al6Cu6Li apresentam a fase estável δ (B_{32} AlLi) com 10,4 % e 21,1% de fração mássica respectivamente, a qual é uma fase precursora da fase endurecedora δ' (Al_3Li), indicando que tal precipitado pode ter sido formado durante o processo de FC a a partir da formação da fase δ .

Contudo, vale mencionar que as amostras com teores de Li maiores tendem a deixar os mapas de dureza mais heterogêneos, pois conforme aumenta-se o teor de Li, é possível notar que a região consolidada se torna menor e os valores de microdureza se tornam cada vez mais concentrados somente na área consolidada totalmente, gerando uma amostra com elevada variação de microdureza ao longo da sua profundidade.

4.3 Tratamento Térmico

A figura 27 ilustra a evolução da microdureza da amostra consolidada 250 conforme um tratamento térmico a 175°C, realizado durante 1 min, 5 min, 10 min, 20 min, 100 min, 500 min, 1000 min, 2000 min, 5000 min e 10000 min.

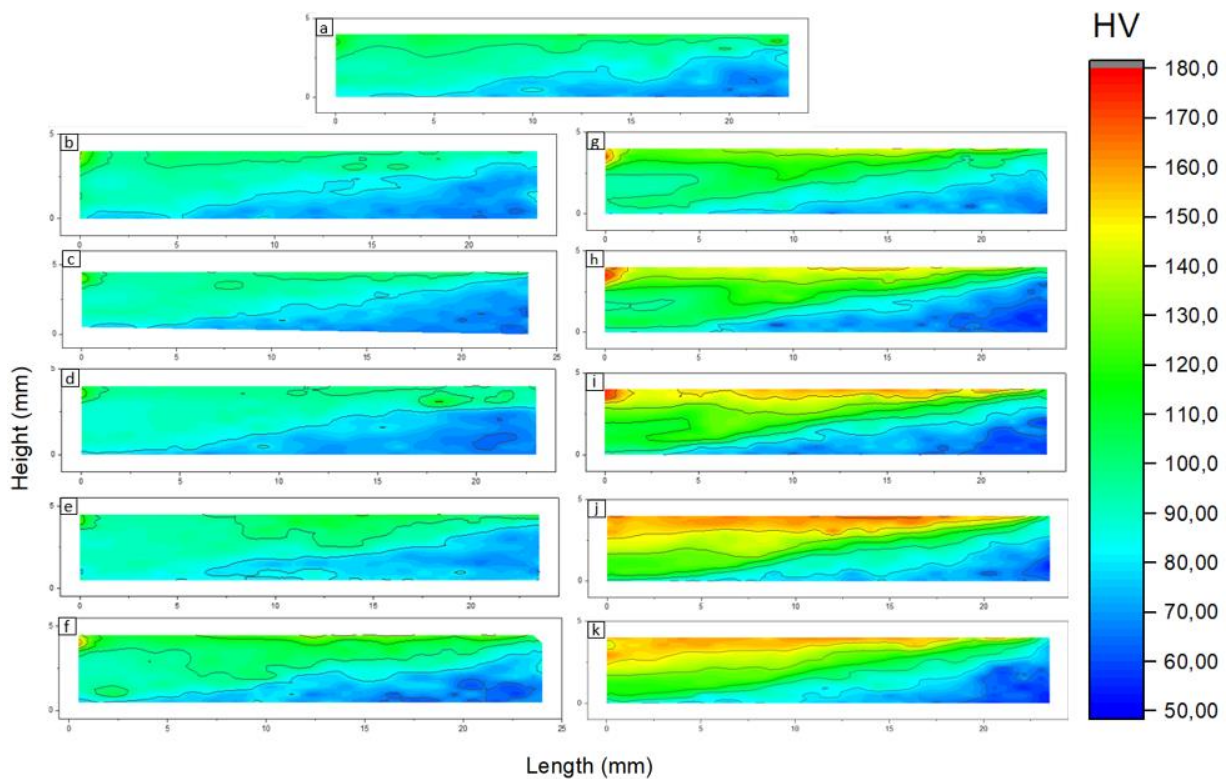


Figura 27: Evolução da microdureza Vickers conforme o tratamento térmico da amostra 250 (Al6Cu2Li), onde cada letra de cada mapa representa um tempo de envelhecimento, isto é: (a) = amostra como processada (0 s de tratamento) , (b) = 1 min, (c) = 5 min, (d) = 10 min,

(e) = 20 min, (f) = 100 min, (g) = 500 min, (h) = 1000 min, (i) = 2000 min, (j) = 5000 min, (k) = 10000 min.

Primeiramente, ao analisar a Figura 27, nota-se que o centro da amostra está posicionado à esquerda dos mapas de calor, enquanto a parte consolidada está localizada na parte superior, e, em maior parte, na seção superior esquerda. Além disso, vale ressaltar que a região azul no canto inferior direito dos mapas de calor corresponde à zona compactada, e, por conta disso, o tratamento térmico não foi efetivo nessa região, pois o nível de porosidade e defeitos é muito grande para que o envelhecimento possa melhorar as propriedades mecânicas de maneira significativa ali. Com essas informações, pode-se inferir que do minuto 0 (a) até a marca de 10 minutos de tratamento (d) houve pouca mudança na microdureza da parte consolidada do disco, pois há pouca mudança significativa de cor entre os mapas (a), (b), (c) e (d), com valores na parte consolidada girando em torno de 80-100 HV.

Por outro lado, a partir dos 20 minutos de envelhecimento (e), há um aumento na microdureza principalmente na parte consolidada da amostra que estava próxima à matriz, com valores já em torno de 100-110 HV, e, após 100 minutos de tratamento, é notada uma mudança significativa nas propriedades mecânicas, pois os valores de dureza dessa vez giram em torno de 110-130 HV na parte próxima à matriz. Adicionalmente, há um pequeno ponto no canto superior esquerdo cujo valores de dureza já atingem a marca de 150-160 HV, indicando que iniciou-se a precipitação de algum precipitado endurecedor nessa região a partir de cerca de 100 minutos de tratamento.

Entre 500 min (g) até 2000 min (h) observou-se um contínuo aumento na microdureza, com valores ao longo da parte superior da amostra crescendo de 130-140 HV em (g), para 150-160 HV em (i), o que também pode ser indicativo de precipitação, dessa vez ao longo da parte superior da amostra. Além do mais, foi observado um aumento de tamanho endurecido da região superior esquerda da amostra, bem como valores próximos a 180 HV nessa região.

Após 5000 minutos de tratamento (j), houve uma diminuição brusca de valores de dureza na seção superior esquerda da amostra, o que é um forte indicativo que o efeito de endurecimento promovido pelo precipitado formado ali foi superado pelo efeito do crescimento dos grãos, pois os valores da região em (j) giram em torno de 150-170 HV, contra 180 HV de (i). Por outro lado, em (j) é observada uma maior

homogeneização dos maiores de dureza ao longo da parte consolidada como um todo, pois é apresentada uma área considerável girando em torno de 160 HV, com pontos na região superior central chegando até mesmo a 180 HV, indicando que o efeito deste precipitado presente nesta região ainda não foi superado pelo crescimento dos grãos.

Por fim, a amostra após 10000 min (k), apresenta uma homogeneidade de propriedades similar à amostra anterior, porém com valores inferiores, da ordem de 150-160 HV, indicando que o efeito de crescimento de grão resulta em amostra mais dúctil em todos os pontos, isto é, não há mais precipitados endurecedores compensando o efeito de crescimento de grão, indicando que após 10000 minutos, o tratamento térmico não se torna mais benéfico para as propriedades mecânicas de uma liga Al6Cu2Li consolidada por fricção.

Abaixo, devido aos comportamentos notados nas regiões do canto superior esquerdo e da extremidade superior central, a figura 28 ilustra os gráficos de resposta ao envelhecimento artificial para tais regiões, os quais podem ser relacionados à resposta ao envelhecimento artificial dos precipitados endurecedores que foram formados nessas regiões.

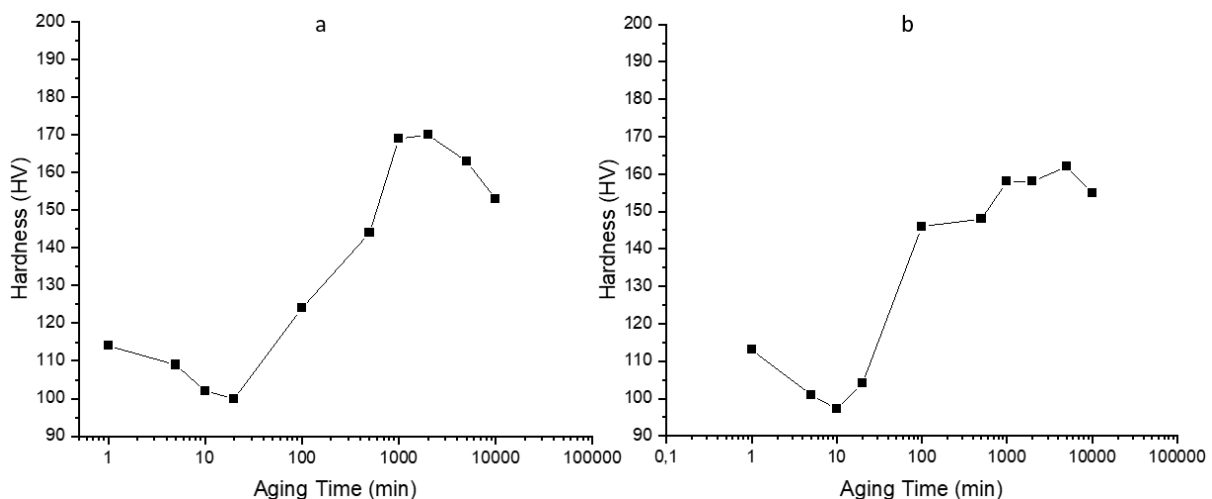


Figura 28: Resposta ao envelhecimento para o canto superior esquerdo (a) e para a extremidade superior central (b) da liga Al6Cu2Li tratada termicamente por 10000 minutos.

É interessante notar que, na Figura 28, nota-se um crescimento exponencial da dureza para a região do canto superior esquerdo da amostra a partir de 20 minutos até a marca de 2000 minutos de tratamento, após isso, há uma queda nas propriedades mecânicas da região. Contudo, para a região da extremidade superior central, o valor máximo de dureza é atingido após 5000 minutos, e passa a cair após

10000 minutos de tratamento.

Portanto, pode-se dizer que o pico de propriedades mecânicas da amostra com o tratamento térmico ocorre entre 2000 minutos e 5000 minutos, pois é nessa faixa que os precipitados endurecedores possuem o máximo de contribuição para a microdureza da amostra. A fim de realizar um comparativo, considerando a dureza média da parte consolidada em 0 min (109 HV) e em 5000 min (164 HV), houve um aumento da microdureza média da área consolidada de cerca de 50,46 %.

Após uma primeira análise do tratamento térmico, é possível inferir que, após a consolidação, os pós de Al-Li e Cu estavam completamente dissolvidos na matriz consolidada, e, com o tratamento térmico somado ao resfriamento rápido, foi possível precipitar as fases endurecedoras características de uma liga Al₆Cu₂Li, como por exemplo a fase T₁ (Al₂CuLi), a qual não é esperada em uma liga no equilíbrio e em temperatura ambiente, uma vez que, como foi visto na seção 3.6 Figuras 18 e 19, a transformação da fase T₁ em T₂ é o esperado para a liga no resfriamento em equilíbrio. Porém, realizando o resfriamento rápido, essa transformação foi mitigada, provavelmente mantendo a fase T₁ na liga, endurecendo-a.

4.4 Difração de Raios-x

As Figuras 29, 30 e 31 ilustram os resultados dos ensaios de difração de raios-x de alta energia para uma amostra de cada uma das três ligas consolidadas (sem tratamento térmico). Como o intuito desse ensaio era deduzir as fases presentes e indicar se o processo de FC por si só consegue induzir a formação de precipitados na amostra, tomou-se os 3 mm superiores de cada amostra para a realização do teste, a fim de analisar somente a área consolidada dos discos.

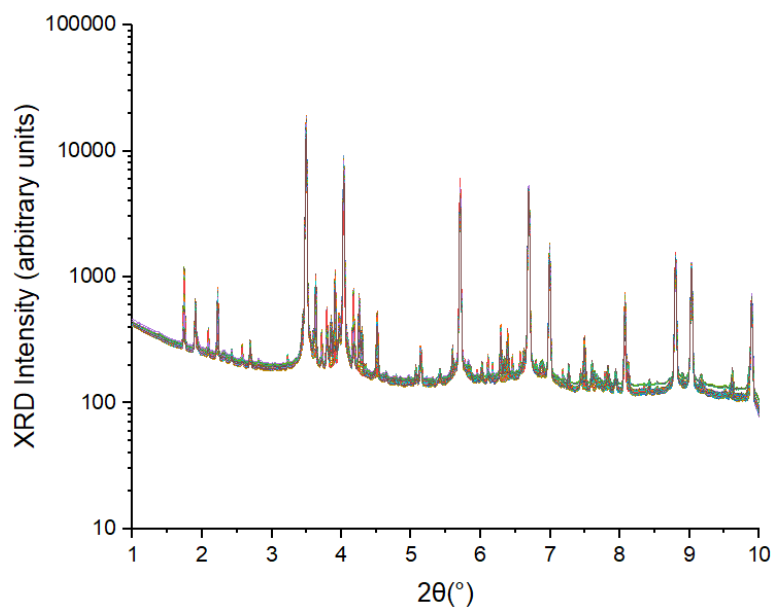


Figura 29: Difractogramas de raios-x obtidos ao longo dos 3 mm superiores da amostra 290
Al₆Cu₂Li/60 s.

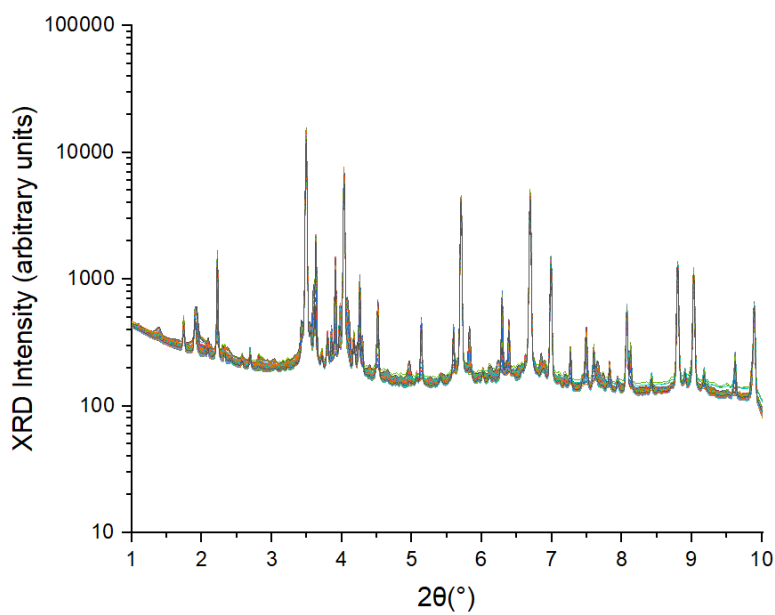


Figura 30: Difractogramas de raios-x obtidos ao longo dos 3 mm superiores da amostra 288
Al₆Cu₄Li/60 s.

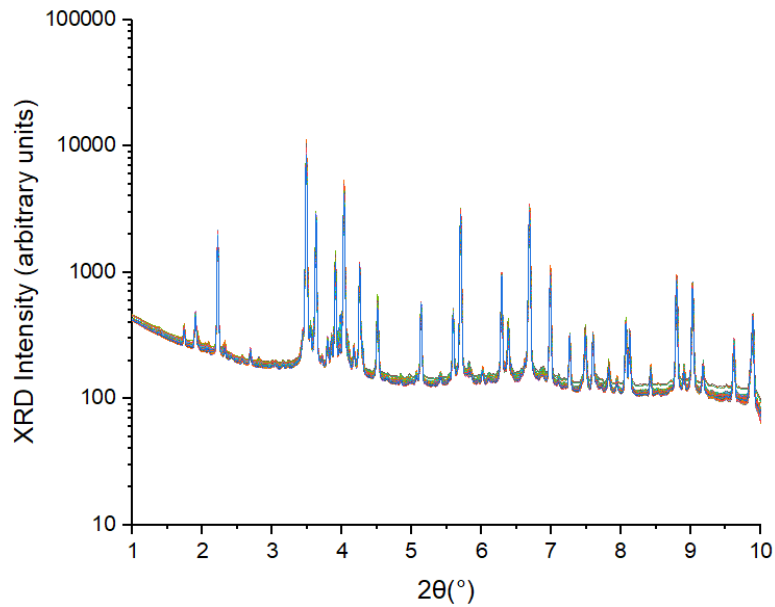


Figura 31: Difratomogramas de raios-x obtidos ao longo dos 3 mm superiores da amostra 289 Al6Cu6Li/60 s.

Com base nas Figuras 29, 30 e 31, e com o uso do software Origin, foi possível obter as figuras 32, 33 e 34, onde observa-se que os picos variam de intensidade para as amostras 290 e 288, mas permanecem traçando uma tendência razoavelmente contínua para a amostra 289.

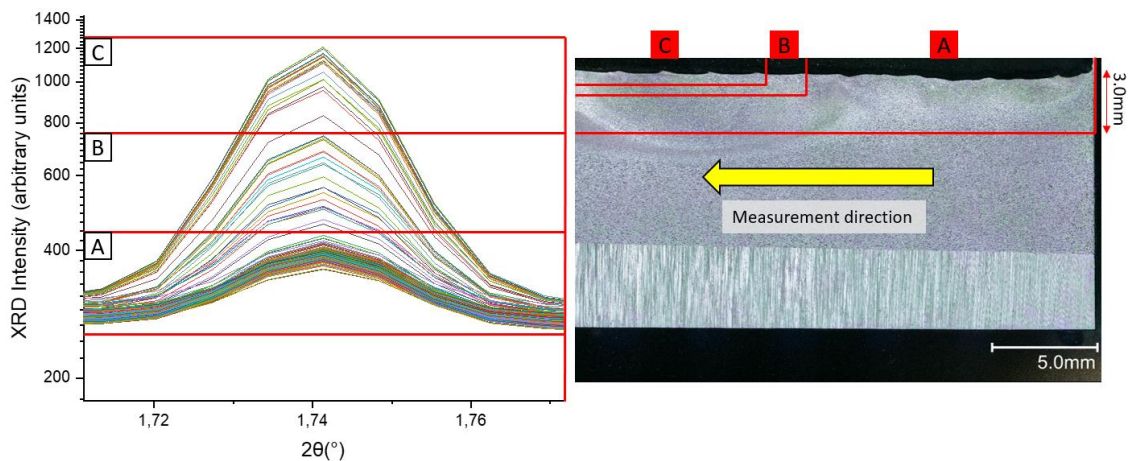


Figura 32: Ampliação do pico em $2\theta = 1,74$ observado na amostra 290 (Al6Cu2Li/60 s).

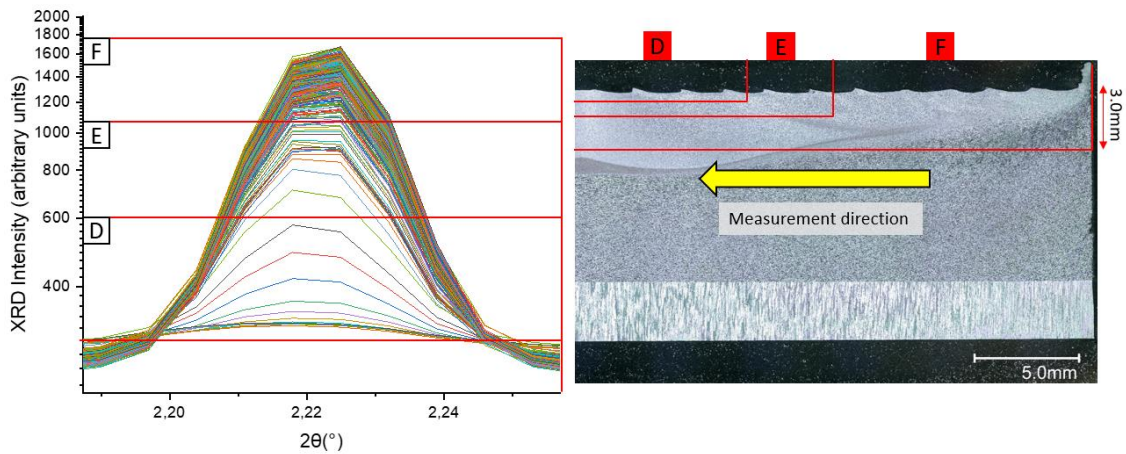


Figura 33: Ampliação do pico em $2\theta = 2,22$ observado na amostra 288 (Al6Cu4Li/60 s).

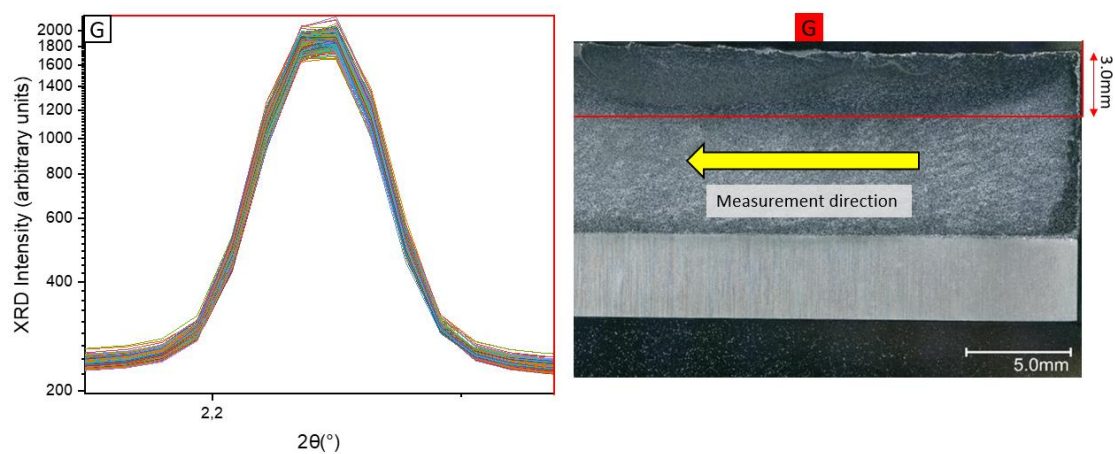


Figura 34: Ampliação do pico em $2\theta = 2,3$ observado na amostra 289 (Al6Cu6Li/60 s).

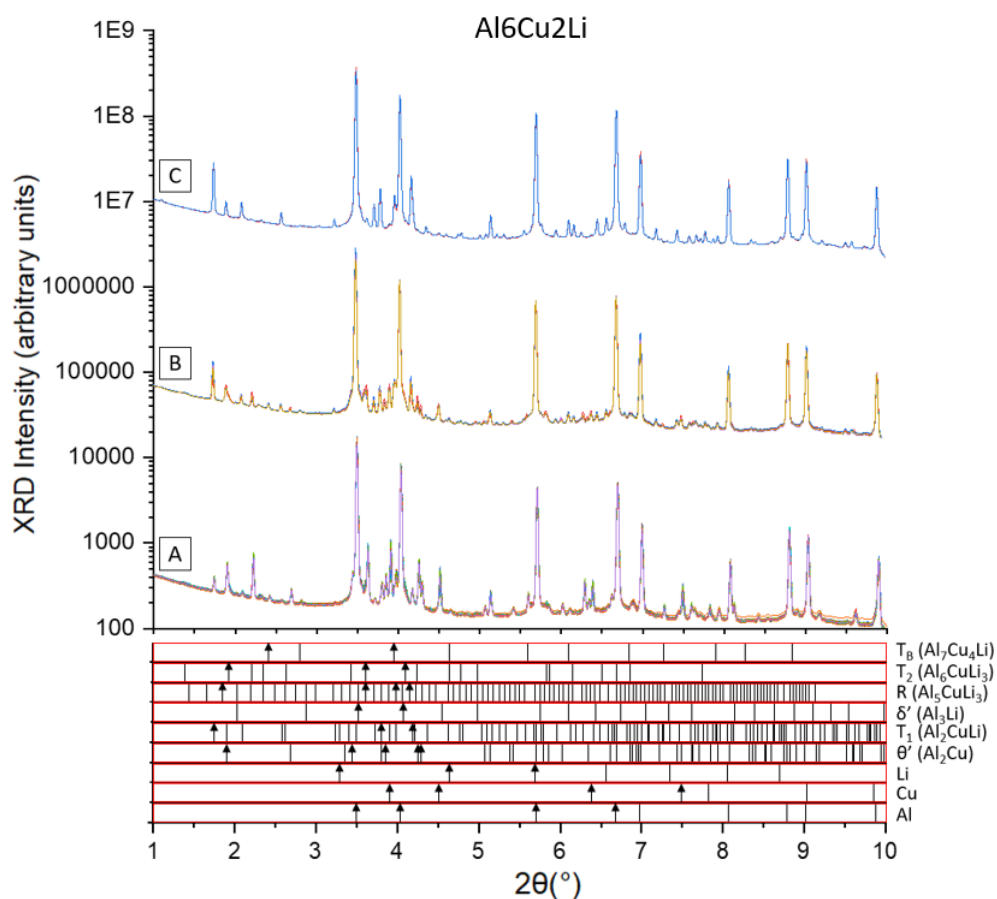
Primeiramente, a Figura 32 mostra a ampliação de um pico de referência dos difratogramas da amostra 290, visto na Fig. 29, e a sua variação conforme diferentes medições são realizadas ao longo da área consolidada. Nota-se que conforme a medição se aproxima da área próxima à matriz da extrusora [(B) e (C) na Figura 32], há um aumento brusco de intensidade do pico observado, indicando que o processo por si só está exercendo influência na formação de alguma fase na liga, pois há uma maior homogeneidade de intensidades dos picos na área consolidada.

A figura 33 mostra um pico de referência dos difratogramas da amostra 288, visto na Fig. 30. Há uma análise parecida com a que foi conduzida para a amostra 290, porém, dessa vez, o pico diminui de intensidade conforme a medição se aproxima da matriz da extrusora (D) e (E), indicando uma influência do processo na dissolução de fases.

Por fim, a Figura 34 ilustra um pico de referência da amostra 289, mostrando

que todas as medições seguem a mesma tendência, e, portanto, não houve interferência significativa do processo nas frações de fases neste caso. Vale ressaltar que todos os picos dos difratogramas da amostra 289 foram analisados, porém todos exibiram comportamento similar ao pico visto na Fig. 34.

Posteriormente, os difratogramas de raios-x foram analisados por meio da base de dados do ICDD para as fases de interesse δ' (Al_3Li), θ' (Al_2Cu) e T_1 (Al_2CuLi), bem como para os elementos de liga Cu e Li, para a fase $\alpha\text{-Al}$, e, por fim, para outras fases comuns em ligas de AlCuLi, como T_B ($\text{Al}_7\text{Cu}_4\text{Li}$), T_2 (Al_6CuLi_3) e R (Al_5CuLi_3). Ressalta-se que as amostras 290 e 288 foram divididas em três difratogramas, de maneira a representar as três tendências vistas nas Fig. 32 e 33, enquanto que para a amostra 289 foi utilizado apenas o difratograma inteiro. Os resultados da análise estão dispostos abaixo na Figura 35.



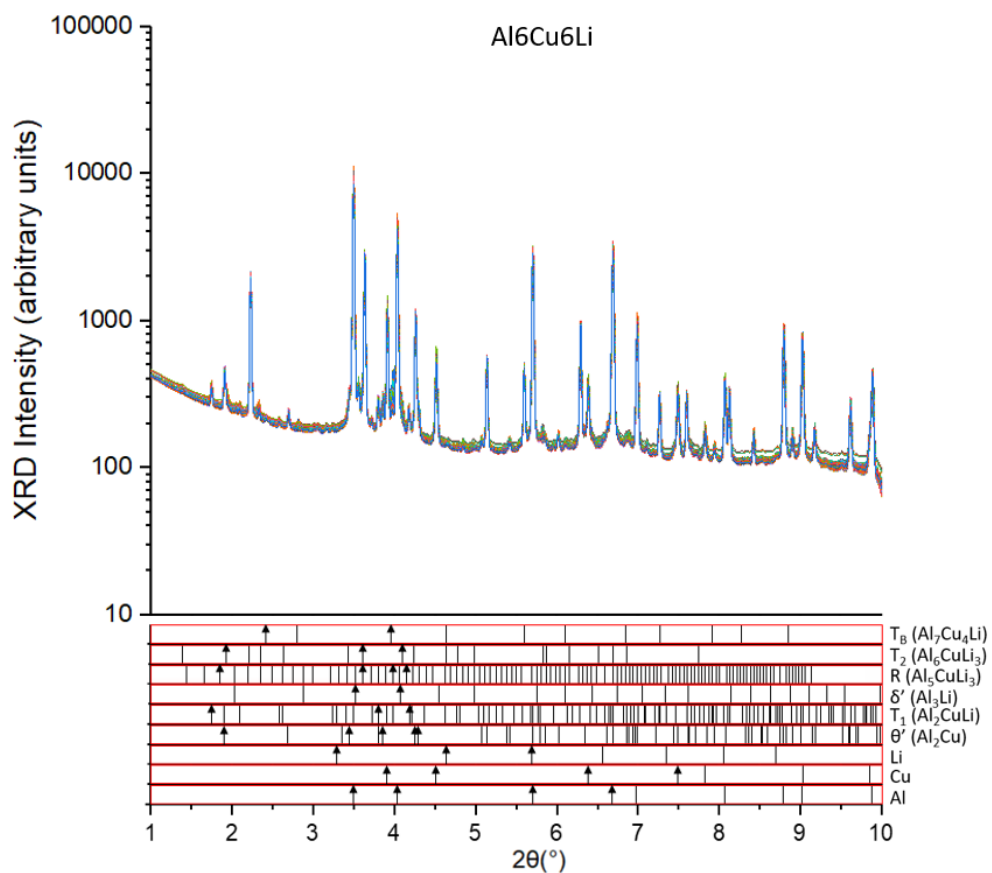
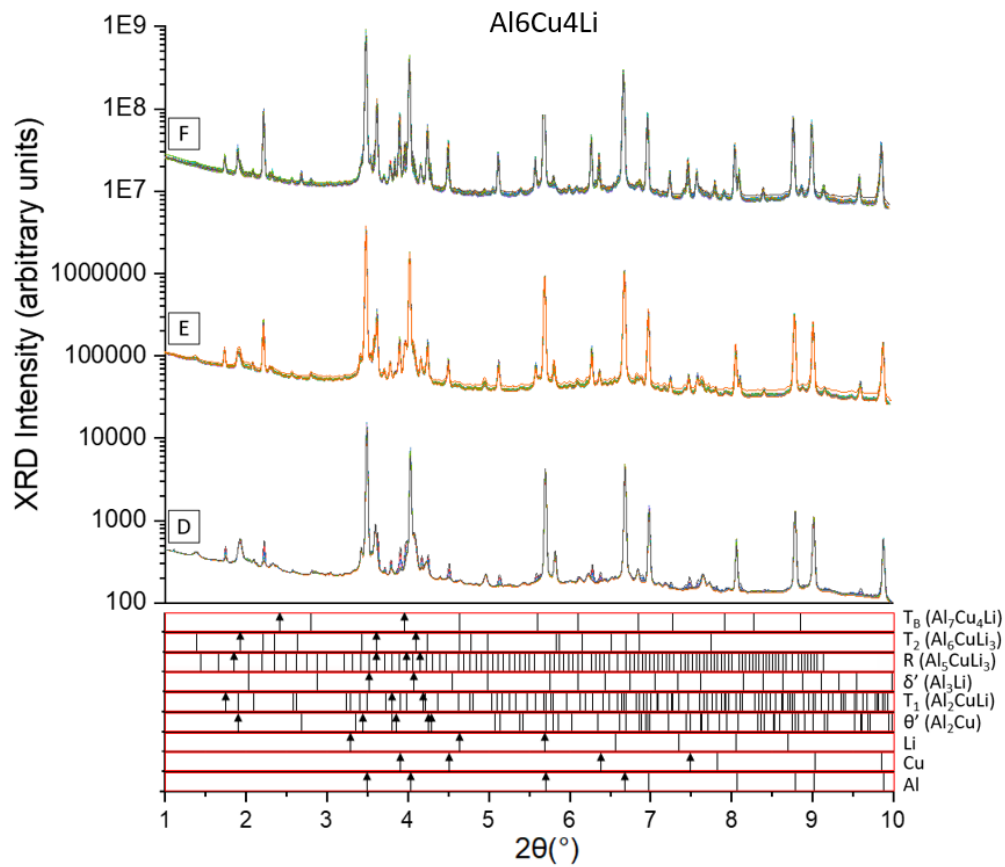


Figura 35: Comparação entre os difratogramas de raios-x contendo as diferentes tendências notadas em 290, 288 e 289 para as ligas Al6Cu2Li, Al6Cu4Li e Al6Cu6Li respectivamente.

Dentro do retângulo vermelho estão dispostas as posições dos picos dos difratogramas de cada fase mencionada. Para facilitar a análise, os picos de maior intensidade de cada fase foram representados por setas, uma vez que, caso os picos de maior intensidade não apareçam no difratograma da liga, é quase certo que aquela fase não está presente, limitando a análise a poucos picos do retângulo vermelho, ao invés de todos eles.

Analisando o difratograma da amostra de Al₆Cu₂Li presente na figura 35, nota-se que há a presença clara de três picos coincidentes aos três picos mais intensos de T₁, e, além do mais, é notado que há um crescimento desses mesmos três picos conforme a medição se aproxima das regiões próximas à matriz do processo, isto é, regiões (B) e (C), indicando que o processo possivelmente está promovendo a formação de T₁ na microestrutura. A fase θ' , por sua vez, apresentou picos coincidentes com o difratograma (A), porém eles se achataram em (B) e (C), indicando que o processo de FC possivelmente solubilizou o precipitado θ' . Outras fases que também foram reduzidas no difratograma foram as fases T₂ e R, mostrando seus picos já pequenos em (A) e cada vez menores em (B) e (C). Já para o precipitado δ' , é notada a sua presença, mas é difícil analisar sua quantidade, pois seus picos se sobrepõem aos picos da fase α -Al.

No caso da amostra da liga Al₆Cu₄Li, há novamente a incidência dos picos mais intensos de T₁, indicando novamente a possível presença dessa fase na microestrutura, contudo, desta vez, não há um aumento na intensidade do pico de T₁ conforme chega-se perto da extremidade da amostra (D). De maneira similar a amostra Al₆Cu₂Li, os picos de θ' se mostraram menores conforme se chegou perto de (D), porém dessa vez eles não se mostraram tão achatados quanto para a amostra 290. Similarmente à fase θ' , as fases T₂ e R foram detectadas, porém houve o achatamento dos seus picos perto da matriz. Por fim, o precipitado δ' foi notado, porém, novamente não foi possível identificá-lo com clareza somente baseado nos difratogramas.

Por fim, analisando a amostra Al₆Cu₆Li, observou-se que os picos de T₁, T₂ e δ' foram notados com mais clareza, corroborando com o diagrama de fração mássica mostrado na seção 3.6, figura 21. Além disso, pode-se inferir que a fase θ' está presente, mas sem quantificar, pois seus picos estão sobrepostos com outros picos.

Não houve evidência o suficiente para confirmar a presença da fase R. Vale ressaltar que em nenhuma amostra houve evidência suficiente para discutir sobre a presença da fase T_B , e, além do mais, vale dizer que a técnica de difração de raios-x sozinha é indicada para identificar a presença de fases, e se torna relativamente subjetiva quando é necessário quantificar as fases. Trabalhos futuros podem aliar os resultados obtidos nos difratogramas de raios-x deste trabalho com microestruturas das amostras em MEV ou até mesmo MET.

Após a realização da análise dos três difratogramas, foi possível inferir as fases dos picos de referência mencionados nas figuras 32, 33 e 34. Para a liga Al_6Cu_2Li , na Fig. 32, o pico de referência observado pode ser atribuído à fase T_1 , e está aumentando de intensidade conforme a medição se aproxima do canto superior esquerdo da amostra. O pico de referência tomado para a liga Al_6Cu_4Li , na Fig. 33, por sua vez, pode ser atribuído à fase T_2 , que está diminuindo em intensidade à medida que a medição se aproxima do canto superior esquerdo. Por último, o pico de referência correspondente à amostra de Al_6Cu_6Li , na Fig. 34, também pode ser atribuído à fase T_2 , embora dessa vez não haja diminuição de intensidade em nenhum momento.

5 CONCLUSÕES

No presente trabalho de conclusão de curso, discos consolidados via consolidação por fricção de ligas Al_6CuXLi (com $X = 2, 4$ e 6% de Li, % em peso) com diferentes tempos de processo foram caracterizados microestruturalmente. Além disso, as durezas das ligas foram analisadas e comparadas através da microdureza Vickers. Por fim, foi realizado um tratamento térmico em uma das ligas e aplicada a técnica de difração de raios-x de alta energia nas três ligas para se ter uma abordagem inicial no tocante a posicionamento, presença e evolução dos precipitados endurecedores nos discos consolidados.

O objetivo foi entender o comportamento da microestrutura e da microdureza dos discos consolidados conforme se muda o teor de lítio presente (2%, 4% ou 6%, em peso) e o tempo de processo (20 s, 40 s e 60 s), ao passo que se realiza um entendimento de como as propriedades mecânicas são influenciadas pela presença dos precipitados, quais são os prováveis precipitados presentes e como eles evoluem. Com base nisso, algumas conclusões puderam ser tiradas:

- As 5 amostras produzidas mostraram microestruturas heterogêneas, isto é, havia uma parte consolidada, uma parte parcialmente consolidada e uma parte somente compactada. Isso se deve ao fato de haver no processo uma variação tanto da deformação plástica severa quanto da propagação de calor para o interior da amostra. Tal característica microestrutural também se provou durante os ensaios de microdureza Vickers, pois os mapas de dureza foram heterogêneos, seguindo uma tendência análoga àquela demonstrada com a microestrutura.
- O tempo de processamento influenciou de maneira a aumentar a área consolidada para o interior do disco, mostrando uma área de microestrutura refinada maior conforme o tempo de processamento aumenta. Essa característica corrobora com o fato de que, conforme o tempo de processo aumenta, há por consequência, mais tempo para ocorrer a penetração da deformação plástica severa.
- O aumento no teor de lítio teve como consequência um aumento considerável da microdureza Vickers da parte consolidada do material, uma vez que conforme o teor de lítio aumenta, o efeito endurecedor de solução sólida somado à maior fração de fases endurecedoras gera um consolidado no geral mais duro. Por outro lado, o teor superior de Li levou as amostras a apresentarem uma menor área consolidada, pois há uma dificuldade maior em dissolver teores mais altos de lítio na matriz, necessitando-se de uma deformação plástica severa ainda maior do que a que foi aplicada, como também um tempo de processo maior, para obter-se uma microestrutura mais homogênea e com área consolidada maior.
- Os difratogramas de raios-x obtidos mostraram que possivelmente há a presença de precipitados metaestáveis endurecedores nas três ligas por conta da realização da consolidação por fricção, e, além disso, foi observada uma tendência maior de formação de precipitados na região próxima à interface entre a matriz e o disco para as amostras das ligas Al6Cu2Li e Al6Cu4Li.
- Após o tratamento térmico, pôde-se aumentar a dureza média da área consolidada em cerca de 50,46 % para a amostra de Al6Cu2Li. Além do mais, foi possível determinar o pico de dureza com o tempo de envelhecimento, ocorrendo em cerca de 5000 minutos.

6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] RITCHIE, H., ROSADO, P., ROSER, M. OUR WORLD IN DATA. **Emissions by sector:** where do greenhouse gases come from? Disponível em: <<https://ourworldindata.org/ghg-emissions-by-sector>>. Acesso em: 06 fev. 2024.
- [2] DAVIS, J. R. **Alloying:** Understanding the Basics. ASM International. 1. ed. Russell Township, OH, Estados Unidos da América: ASM International, 2001. 647 p.
- [3] SCIENCE DIRECT. **Mechanical Strength:** Hardness, or the mechanical strength, of materials is their ability to resist deformation under applied stress or force. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/topics/materials-science/mechanical-strength#:~:text=The%20specific%20strength%20is%20a,high%2Dstrength%20and%20lightweight%20materials>> Acesso em: 25 jan. 2024.
- [4] WORLD ECONOMIC FORUM. **Visualizing the abundance of elements in the Earth's crust.** Disponível em <<https://www.weforum.org/agenda/2021/12/abundance-elements-earth-crust/>>. Acesso em: 25 jan. 2024.
- [5] DAVIS, J. R. **ASM Specialty Handbook:** Aluminum and Aluminum Alloys. 6. ed. Russell Township, OH, Estados Unidos da América: ASM International, 2007. 706 p.
- [6] VENDITTI, B. Visual Capitalist. **All the Metals We Mined in One Visualization.** Disponível em: <<https://elements.visualcapitalist.com/all-the-metals-we-mined-in-one-visualization-2/>>. Acesso em: 25 jan. 2024.
- [7] STARKE, E.A., STALEY, J.T. Progress in Aerospace Sciences. **Application of Modern Aluminum Alloys to Aircraft**, Charlottesville, VA, Estados Unidos da América, v. 32, 1996, p. 131-172. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/0376-0421\(95\)00004-6](https://doi.org/10.1016/0376-0421(95)00004-6). Acesso em: 25 jan. 2024.
- [8] SANKARAN, K.K. Chapter 4: Aluminum Alloys. In: SANKARAN, K.K., MISHRA, R.S. **Metallurgy and Design of Alloys with Hierarchical Microstructures.** 1. ed. Estados Unidos da América: Elsevier, 2017. cap. 4, p. 57-176.
- [9] WIX STEEL INDUSTRIAL. **2090 Aluminum Alloy Plate.** Disponível em: <<https://www.wixsteel.com/products/aluminum-alloy/2000-series-aluminum-alloy/2090#:~:text=2090%20Aluminium%20alloy%20consists%20of,for%20high%20strength%20aerospace%20applications>> Acesso em: 25 jan. 2024.
- [10] AZO MATERIALS. **Aluminium / Aluminum 7178 Alloy (UNS A97178).** Disponível em <<https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=6645>>. Acesso em: 25

jan. 2024.

[11] AZO MATERIALS. **Aluminium / Aluminum 7050 Alloy (UNS A97050)**. Disponível em <<https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=6650>>. Acesso em: 25 jan. 2024.

[12] ROYAL SOCIETY OF CHEMISTRY. **Periodic Table**. Disponível em: <<https://www.rsc.org/periodic-table/element/3/lithium>> Acesso em: 25 jan. 2024.

[13] LAVERNIA, E.J., SRIVATSAN, T.S., MOHAMED, F.A. Journal of Materials Science. **Strength, deformation, fracture behaviour and ductility of aluminium-lithium alloys**, Estados Unidos da América, v. 25, fev. 1990, p. 1137-1158. Disponível em: <<https://doi.org/10.1007/BF00585420>>. Acesso em: 25 jan. 2024.

[14] RODRÍGUEZ-GONZÁLEZ, P., MONGE, M.A., GORDO, E., RUIZ-NAVAS, E.M. Materials Characterization. **Microstructural, chemical, and mechanical characterization of extruded Al-Cu-Li rods**, Leganés, Espanha, v. 203, sep. 2023, p. 113048. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2023.113048>>. Acesso em: 25 jan. 2024.

[15] ABD EL-ATY, A. XU, Y. GUO, X. ZHANG, S. MA, Y. CHEN, D. Journal of Advanced Research. **Strengthening mechanisms, deformation behavior, and anisotropic mechanical properties of Al-Li alloys: A review**, PR China, v. 10, mar. 2018, p. 49-67. Disponível em <<https://doi.org/10.1016/j.jare.2017.12.004>>. Acesso em: 25 jan. 2024.

[16] MOURITZ, A.P. Chapter 4: Strengthening of Metal Alloys. In: MOURITZ, A.P. **Introduction to Aerospace Materials**. 1. ed. Cambridge, Reino Unido: Woodhead Publishing, 2012. cap. 4, p. 57-90.

[17] PRASAD, K.S., PRASAD, N.E., GOKHALE, A.A. Chapter 4: Microstructure and Precipitate Characteristics of Aluminum-Lithium Alloys. In: **Aluminum-lithium Alloys: Processing, Properties, and Applications**. 1. ed. India: Butterworth-Heinemann, 2014. cap. 4, p. 99-137

[18] KAIBYSHEV, K., MALOPHEYEV, S. Materials Science Forum. **Mechanisms of dynamic recrystallization in aluminum alloys**, Belgorod, Rússia, v. 794-796, jun. 2014, p. 784-789. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.794-796.784>>. Acesso em: 25 jan. 2024.

[19] HUANG, K., LOGÉ, R.E. Materials & Design. **A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials**, Neuchâtel, Suíça, v. 794-796,

dez. 2016, p. 548-574. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.09.012>>. Acesso em: 25 jan. 2024.

[20] ZHANG, W., MAO, Y., YANG, P., LI, N., KE, L., CHEN, Y. *Materials*. **Effect of Welding Speed on Microstructure Evolution and Mechanical Properties of Friction Stir Welded 2198 Al-Cu-Li Alloy Joints**, Nanchang, China, v. 15, n. 3, fev. 2022, p. 969. Disponível em: <<https://doi.org/10.3390%2Fma15030969>>. Acesso em: 25 jan. 2024.

[21] KUMAR, S., SETHI, D., CHOUDHURY, S., DAS, R., SAHA, S., SARA ROY, B. *Journal of Mines, Metals and Fuels*. **Effect Of Tool Pin Profiles On Surface Roughness Of Friction Stir Welded 2050-T84 Al-Cu-Li Alloys**, India, v. 70, jul. 2022, p. 108-113. Disponível em: <<https://doi.org/10.18311/jmmf/2022/30677>>. Acesso em: 25 jan. 2024.

[22] BAFFARI D., BUFFA, G., INGARAO, G., MASNATA, A., FRATINI, L. *Procedia Manufacturing*. **Aluminium sheet metal scrap recycling through friction consolidation**, Palermo, Itália, v. 29, abr. 2019, p. 560-566. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.promfg.2019.02.134>>. Acesso em: 25 jan. 2024.

[23] HALAK, R.M., RATH, L. SUHUDDIN, U.F.H.R., DOS SANTOS, J.F., KLUSEMANN, B. *International Journal of Material Forming*. **Changes in processing characteristics and microstructural evolution during friction extrusion of aluminum**, Geesthacht, Alemanha, v. 15, n. 24, mar. 2022, Disponível em: <<https://doi.org/10.1007/s12289-022-01670-y>>. Acesso em: 25 jan. 2024.

[24] LI, X., BAFFARI, D., REYNOLDS, A.P. *The International Journal of Advanced Manufacturing*. **Friction stir consolidation of aluminum machining chips**, Columbia, Estados Unidos da América, v. 94, sep. 2017, p. 2031–2042. Disponível em: <<https://doi.org/10.1007/s00170-017-1016-4>>. Acesso em: 25 jan. 2024.

[25] BUFFA, G., BAFFARI, D., INGARAO, G., FRATINI, L. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing-Green Technology*. **Uncovering Technological and Environmental Potentials of Aluminum Alloy Scraps Recycling Through Friction Stir Consolidation**, Palermo, Itália, v. 7, jan. 2020, p. 955–964. Disponível em: < <https://doi.org/10.1007/s40684-019-00159-5>>. Acesso em: 25 jan. 2024.

[26] LIU, Q., ZHU, R.-H., LIU, D.-Y., XU, L., LI, J.-F., CHEN, Y.-L., ZHANG, X.-H., ZHENG, Z.-Q. *Materials and Corrosion*. **Correlation between artificial aging and intergranular corrosion sensitivity of a new Al-Cu-Li alloy sheet**, v. 68, jul. 2016,

p. 65-76. Disponível em: <<https://doi.org/10.1002/maco.201609090>>. Acesso em 25 jan. 2024.

[27] CHEN, W., ZHANG, W., DING, D., XIAO, D. Metals. **Microstructure of Al-5Cu-1Li-0.6Mg-0.5Ag-0.5Mn Alloys**, Shanghai, China, v. 11, dez. 2020, p. 37. Disponível em: <<https://doi.org/10.3390/met11010037>>. Acesso em 25 jan. 2024.

[28] CAMEIRÃO, A. **STRUCTURAL CHARACTERIZATION AND MECHANICAL PROPERTIES OF FRICTION CONSOLIDATED Al6CuXLi (X = 2, 4, AND 6) ALLOYS**. Tese (Bacharelado em Engenharia de Materiais) - Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos. São Carlos, p. 48. 2023.

[29] NOBLE, B., HARRIS, S.J., DINSDALE, K. Journal of Materials Science. **The elastic modulus of aluminium-lithium alloys**, University of Nottingham, Reino Unido, v. 17, fev. 1982, p. 461-468. Disponível em: <<https://doi.org/10.1007/BF00591481> >. Acesso em 06 fev. 2024