

INFLUÊNCIA DO TEMPO E DA TAXA DE RESFRIAMENTO NA SOLUBILIZAÇÃO E ENVELHECIMENTO NAS LIGAS DE MAGNÉSIO Mg-Al-Zn e Mg-Al-Ca-La

S.L.T. Bartex¹
A.O. Encarnação¹
T. Bocorny¹
V.K. de Barcellos¹

¹UFRGS – Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Av. Bento Gonçalves, 9500, setor 4 – Centro de Tecnologia, Laboratório de Fundição. CEP 91501-970, Porto Alegre, RS, Brasil –e-mail: bartex@ufrgs.br

RESUMO

O objetivo desse trabalho é avaliar a influência do tempo e da taxa de resfriamento em ligas de magnésio contendo elemento Terras Raras. Para isso, corpos de prova extraídos de lingotes das ligas de Mg-Al-Ca-La e de uma liga comercial de AZ91 (Mg-Al-Zn) foram submetidos ao processo de solubilização em diversos tempos de processamento e após submetidos a resfriamento controlado em água, no ar e em forno. Após a solubilização, os corpos de prova foram submetidos ao tratamento de envelhecimento também variando-se os tempos de processamento. Os resultados mostraram que as ligas contendo elemento Terras Raras não apresentaram modificações microestruturais relevantes durante a solubilização, embora a dureza tenha sido reduzida significativamente. Na sequência de solubilização seguido de envelhecimento houve aumento na dureza da liga AZ91 e pequenas alterações microestruturais foram observadas na liga contendo lantânio.

Palavras-chave: *magnésio, solubilização, envelhecimento, elemento terras raras.*

INTRODUÇÃO

A indústria mundial vem buscando, nas últimas décadas, a adequação necessária às demandas da população sobre a necessidade de produtos mais sustentáveis e com maior eficiência. Nesse sentido, tem buscado cada vez mais a redução de peso nos produtos e também a análise da eficiência do ciclo de vida dos insumos empregados.

Nesse sentido, o magnésio aparece como uma das boas alternativas para a substituição de materiais considerados mais tradicionais como o aço e o alumínio.

Características como baixo peso, boa precisão dimensional e a possibilidade de processamento em larga escala explicam o aumento da demanda dessa liga no mercado mundial nos últimos anos ⁽¹⁾.

A liga de magnésio mais tradicional e difundida no mercado de transformação é a família AZ, contendo alumínio e zinco em sua composição. Já para a obtenção de peças diretamente pelo processo de fundição, utiliza-se normalmente as séries com teor maior de alumínio como a AZ91 ⁽²⁾.

A AZ91 apresenta uma ótima relação resistência/peso além de outras características interessantes como boa fluidez. Entretanto em aplicações em elevadas temperatura, tem seu uso restrito ⁽³⁾.

Vários autores ⁽⁴⁾, ⁽⁵⁾, ⁽⁶⁾ propõem a adição de elementos terras raras para o aprimoramento da liga em temperaturas mais elevadas além de modificações no seu processamento.

Bartex ⁽⁷⁾, analisou as características metalúrgicas e propriedades mecânicas de uma liga de Magnésio contendo Lantânio em sua composição. Os resultados com lingotes brutos de fusão mostraram-se promissores. Entretanto, os testes do desempenho dessa nova liga submetida à elevadas temperaturas nunca foi reportado na literatura. Assim, esse trabalho tem o objetivo de comparar uma nova liga de Magnésio contendo Lantânio em sua composição quando submetida aos tratamentos de Solubilização (T4) e de Solubilização e Envelhecimento (T6). Como elemento comparativo, será utilizada a liga AZ91, amplamente conhecida no mercado.

MATERIAIS E MÉTODOS

Na Tabela 1 é apresentada a sequência experimental dos tratamentos térmicos de solubilização e de envelhecimento utilizados nesse trabalho para as ligas analisadas.

Na Tabela 1, o Experimento 1 (E1) foi realizado com a finalidade de verificar a influência do meio de resfriamento na estrutura do material. Após, no Experimento 2 (E2) avaliou-se apenas o tempo de exposição, mantendo o resfriamento ao ar. Já no Experimento 3 (E3) avaliou-se a influência do tratamento de solubilização seguido de um envelhecimento. No E3 os corpos de prova foram solubilizados por 24 h, resfriados ao ar e após envelhecidos nos tempos indicados na tabela com

resfriamento ao ar.

Tabela 1 - Sequência experimental dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento realizados nas ligas analisadas.

Experimento 1		Experimento 2		Experimento 3		
Solubilização (T4)		Solubilização (T4)		Envelhecimento (T6)		
Temperatura (°C)	413	Temperatura (°C)	413	Temperatura (°C)	216	
Tempo (h)	24	Resfriamento	Ar	Tratamento anterior	T4, 24h, Ar	
				Resfriamento	Ar	
Resfriamento	Água	Tempo (h)	36	Tempo (h)	1	8
	Ar		48		2	16
	Forno		60		4	20

Os corpos de prova possuem dimensões de 15 mm x 10 mm x 10 mm e foram extraídos de lingote das ligas analisadas. A composição química dos lingotes utilizados é mostrado na Tabela 2.

Tabela 2 – Composição química dos lingotes das ligas de magnésio Mg-Al-Zn (AZ91) e Mg-Al-Ca-La, % em peso.

Liga	Composição química – Valores percentuais							
	Mg	Al	Zn	Mn	Si	Fe	Ca	La
AZ91	89,30	9,04	0,66	0,22	0,03	0,02	0,01	0,00
Modificada com La	90,60	5,90	0,03	0,30	0,02	0,01	0,98	2,77

Após usinados, os corpos de prova foram colocados em um forno resistivo na temperatura de 413°C para o tratamento de solubilização (T4). O forno tem controlador de temperatura com resolução de 1°C. Foram utilizados três meios de resfriamento: em água, no ar e no forno.

Para o resfriamento à água, foi utilizado um recipiente com 200 l de água e a temperatura da água foi monitorada e mantida a 25°C e a uma taxa de resfriamento de 190 °C/s. Já para o resfriamento ao ar as peças foram colocadas em uma bancada e resfriadas lentamente na temperatura ambiente de 25°C, promovendo uma taxa de extração de calor de 0,7 °C/s. Já o resfriamento dentro do forno foi realizado apenas desligando-o e a taxa de extração de calor foi de 0,1 °C/s.

Os testes de dureza foram realizados utilizando-se um Durômetro Universal na escala HB (Brinell) com carga de 62,5 kg e indentador de aço com diâmetro 2,5 mm, conforme a ABNT NBR NM ISO 6506-1:2010. Foram realizados seis medições em

cada corpo de prova e após retirados a média e o desvio padrão. Os ensaios metalográficos foram realizados de acordo com a norma ABNT NBR 13284:1995 e foi utilizado uma solução de Nital 3% para a revelação das estruturas metalográficas.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 mostra as micrografias dos lingotes brutos de fusão das ligas analisadas obtidas por microscopia óptica em aumento de 200X.

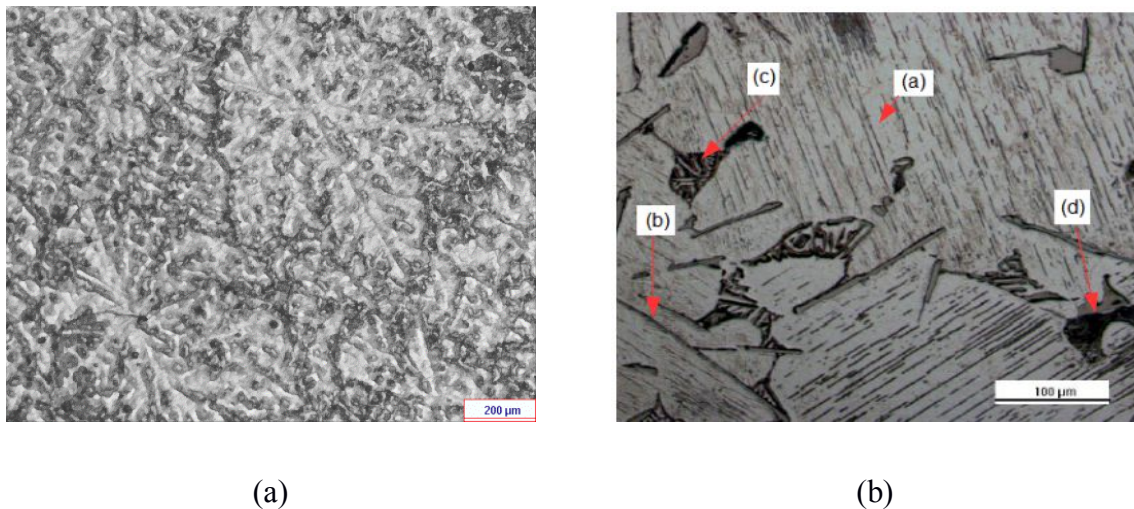


Figura 1 – Morfologia apresentada pelos lingotes brutos de fusão: (a) AZ91; (b) Mg-Al-Ca-La. Aumento de 200X.

A figura 1 mostra as estruturas formadas pelo material bruto de fusão. É possível notar na imagem 1(a) a formação da fase β ($Mg_{17}Al_{12}$), na cor mais escura, dispersa em uma matriz de magnésio (na cor mais clara) com elementos dissolvidos em solução sólida. Já na liga modificada 1(b) é possível notar a formação das seguintes fases: Matriz rica em magnésio (a), Estrutura Acicular (b), Eutético Grosseiro (c) e Eutético Refinado (d) ⁽⁷⁾.

Após a solubilização dos corpos de prova na temperatura de 413°C por um período de 24 horas, as amostras foram resfriadas nos três meios citados: água, ar e forno. O resultado das micrografias comparando as microestruturas é mostrado na Figura 2.

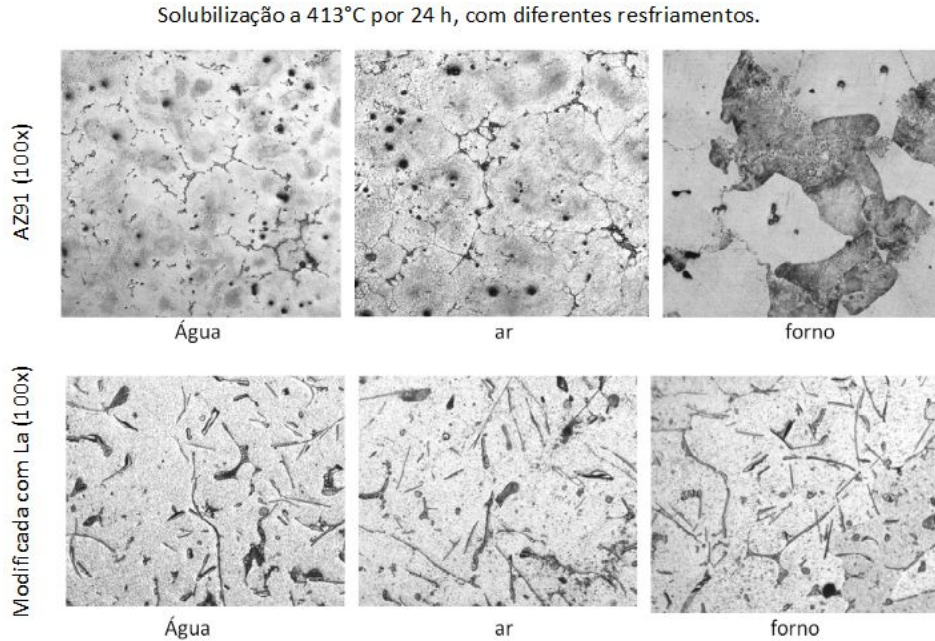


Figura 2 – Comparação das microestruturas dos corpos de prova submetidos ao tratamento de solubilização e resfriados nos diferentes meios, de acordo com a metodologia adotada no Experimento 1.

Pode-se notar na Figura 2 que para a liga AZ91 houve a solubilização completa da segunda fase (β) na matriz. Segundo Ta⁽⁸⁾, a severidade do resfriamento é inversamente proporcional a difusão dos elementos na matriz. Isso explica o coalescimento das estruturas quando submetidas a taxas menores de extração de calor.

Já a morfologia da liga modificada com Lantânio parece não apresentar modificação microestrutural visível, mostrando a estabilidade em elevadas temperaturas⁽⁹⁾.

Comparando-se os diferentes modos de resfriamento nota-se que apesar da grande diferença na taxa de transferência de calor, apenas a morfologia do experimento resfriado em forno muda drasticamente dos demais. Por isso decidiu-se utilizar a taxa de extração de calor intermediária nos experimentos 2 e 3, ou seja, com resfriamento ao ar em condição quiescente.

Os resultados dos experimentos realizados na etapa 2 (E2) são mostrados na figura 3. Nessa figura é comparado a liga AZ91 com a modificada com Lantânio quando submetidas à diferentes intervalos de tempo de solubilização e resfriadas ao

ar.

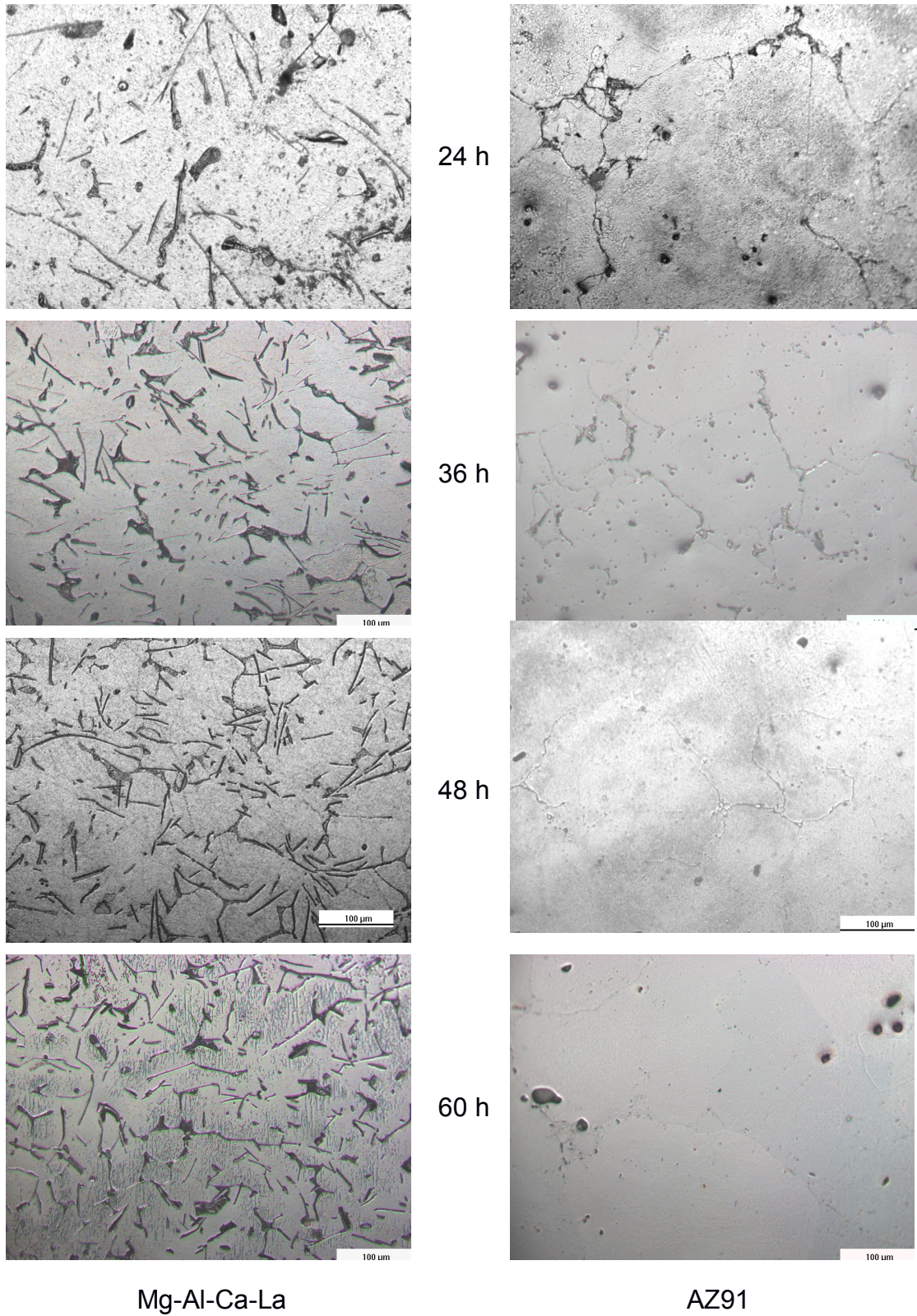


Figura 3 – Experimento 2. Micrografias das amostras analisadas comparando

as microestruturas dos corpos de prova submetidos à diferentes tempos de solubilização e resfriados ao ar. Aumento de 200 X.

Pode-se notar na figura 3 que com o aumento do tempo de permanência no forno a solubilização da segunda fase aumenta tornando-se completa em 60 h. Já a liga modificada permanece com a morfologia original, tendendo apenas a um leve aumento no tamanho de grão.

Após a solubilização completa foram realizados ensaios de dureza nos corpos de prova, como mostra a Figura 4.

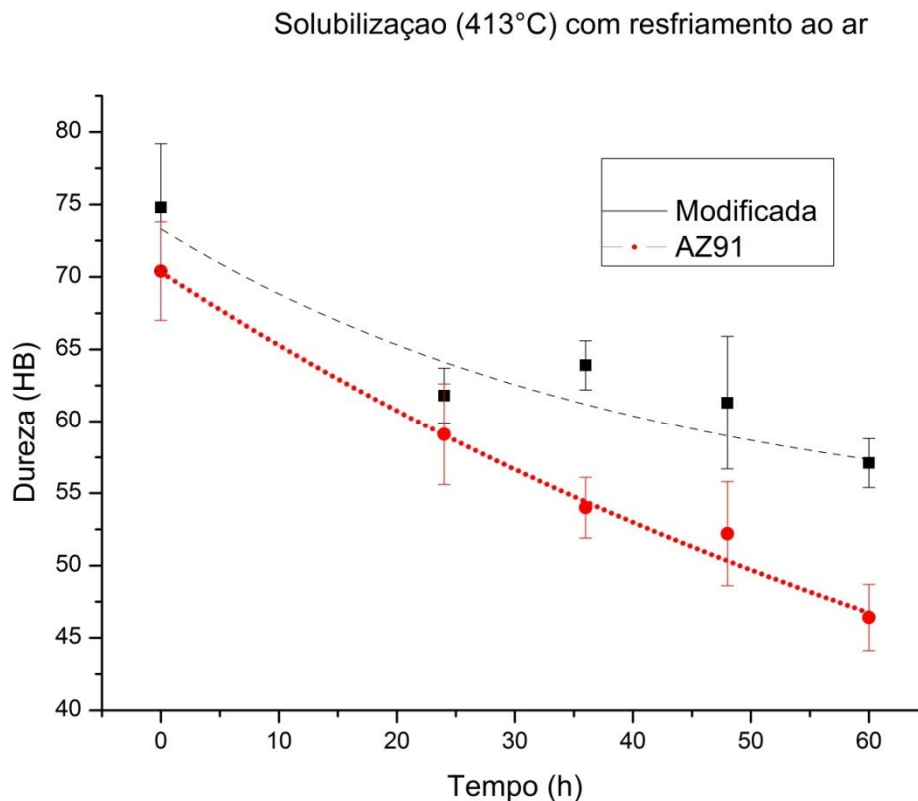


Figura 4 – Ensaio de dureza comparando as ligas após o tratamento de solubilização.

Na Figura 4 ambas as ligas partiram do estado bruto de fusão e após 60 horas pode-se notar que a liga modificada com Lantânio apresentou uma diminuição da dureza menos acentuada quando comparada com a AZ91, em função do aumento do tempo de permanência no forno a alta temperatura.

Esse processo deve-se, basicamente, a evolução dos microconstituintes que na liga AZ91 são solubilizados na matriz, reduzindo a resistência do corpo de prova.

Já a morfologia da liga modificada com Lantânio permanece com a estrutura mais estável e os resultados dos ensaios de dureza mostram uma queda bem menos acentuada em comparação com a AZ91 ⁽⁹⁾, ⁽¹⁰⁾.

Após o tratamento de solubilização a liga foi submetida ao tratamento de envelhecimento. As Figuras 5 e 6 mostram os resultados das micrografias no estado bruto, solubilizado e envelhecido para os dois materiais.

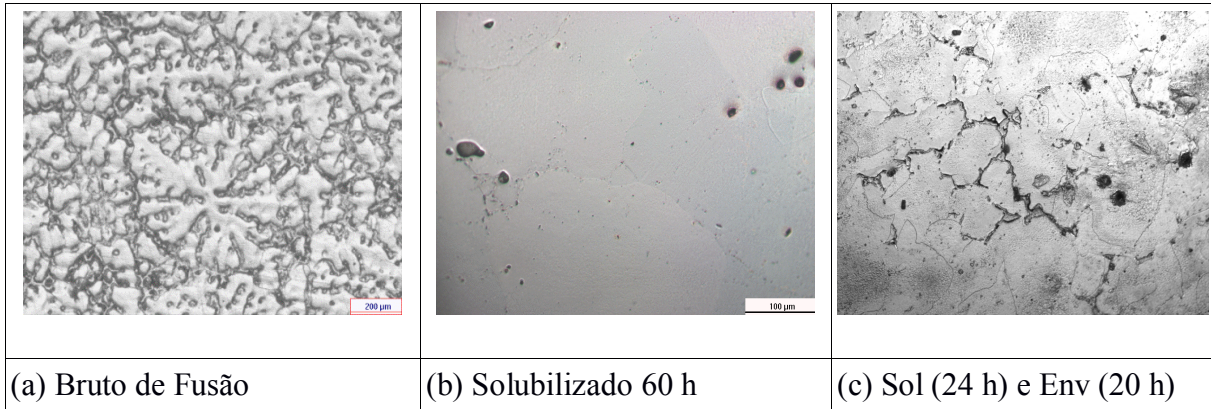


Figura 5 – Comparação das amostras de AZ91 submetidas aos diversos tratamentos.

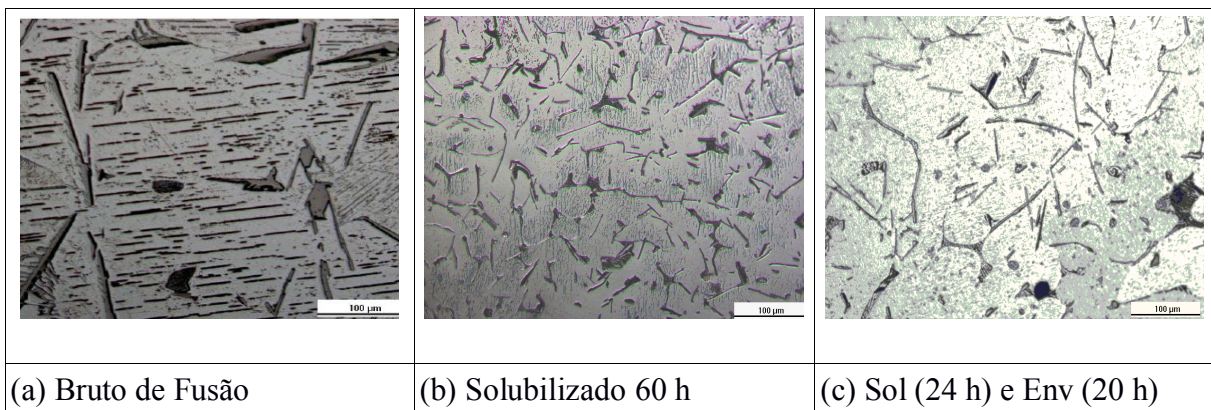


Figura 6 – Comparação das amostras da liga modificada submetidas aos diversos tratamentos.

Nas figuras 5 e 6 pode-se notar a comparação entre as microestruturas das amostras submetidas aos diversos tratamentos térmicos aplicados. Na liga AZ91 (Figura 5) a segunda fase é completamente dissolvida na matriz durante a solubilização (5b) por 60 h. Entretanto, após o tempo de 24 h de solubilização e

envelhecimento por 20 h a segunda fase começa a precipitar na matriz, com uma estrutura mais refinada quando comparado ao estado bruto de fusão. Por outro lado, começam a aparecer pequenas fissuras intergranulares. Segundo CA ⁽¹¹⁾, essas fissuras são causadas pela intensa movimentação dos átomos em elevadas temperaturas.

A Figura 6 mostra a evolução das amostras da liga modificada com Lantânio. Pode-se ver que há estabilidade nas morfologias apresentadas ao longo do tempo de exposição. Pode-se também notar que há uma homogeneização nas estruturas apresentadas na solubilização, mostrada pelo engrossamento dos eutéticos e que no tratamento de solubilização seguido de envelhecimento as estruturas tendem a precipitarem de forma mais homogênea na matriz e de forma esferoidal. Na figura 7 são apresentados os valores do ensaio de dureza após tratamento de Solubilização (24 h) e envelhecimento por até 20 h.

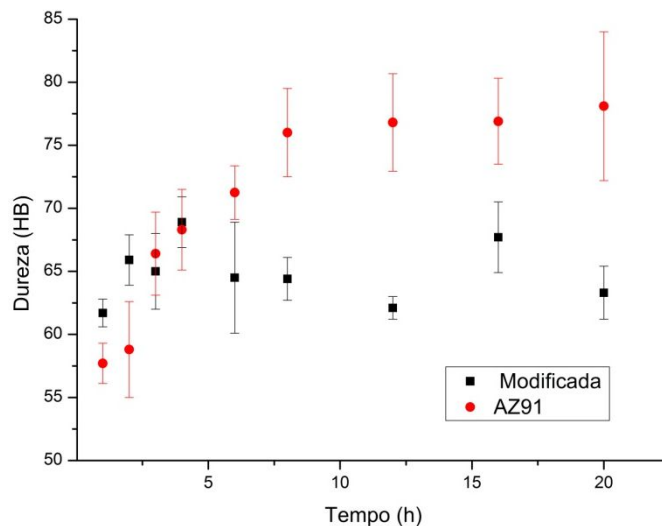


Figura 7 – Ensaio de dureza após tratamento de Solubilização (24 h) e envelhecimento por até 20 h.

Pode-se notar na figura 7 que a liga modificada com Lantânio apresenta uma estabilidade não só na morfologia (Figura 6) como também na dureza, ficando próximo a 65 HB de dureza. Já a liga AZ91, após a solubilização e início do envelhecimento, aumentou a dureza de aproximadamente 60 HB para valores de 75 HB devido a precipitação da segunda fase na matriz.

CONCLUSÕES

Foi realizado a avaliação da influência do meio e da taxa de resfriamento e dos tratamentos térmicos de solubilização e de envelhecimento na morfologia de ligas de magnésio modificada com Lantânio e da tradicional AZ91.

Dos meios escolhidos nesse trabalho o mais representativo foi o resfriamento ao ar, pois pela baixa difusividade dos elementos na liga, taxas mais severas podem ser desnecessárias.

O tratamento de solubilização mostrou-se eficaz na liga AZ91, dissolvendo toda a segunda fase na matriz e reduzindo a dureza das amostras em mais de 30%.

Porém, a liga modificada com Lantânio não mostrou modificações aparentes na morfologia e resultou em uma pequena redução da dureza desde o estado bruto de fusão.

Já a solubilização por 24 horas seguida de envelhecimento por até 20 h mostra um crescente aumento na dureza da AZ91 causado pela precipitação da segunda fase na matriz de forma bem refinada, contrastando com a modificada por Lantânio que manteve um valor próximo a 65 HB de dureza, mesmo após pequenas mudanças na morfologia apresentada pela liga.

Assim, pode-se concluir que a liga modificada com Lantânio (Mg, Al-6%, Ca-1% e La-3%) apresenta boas propriedades mecânicas em altas temperaturas, superando a já consagrada AZ91.

TEXTO

Os autores agradecem ao apoio do Cnpq e da CAPES pelas bolsas que propiciaram essa pesquisa, além do Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (PPGE3M/UFRGS).

REFERÊNCIAS

- (1) MEKONEN, M. N. et al. Mechanical characterization and constitutive modeling of Mg alloy sheets. **Materials Science & Engineering A**, v. 540, p. 174–186, 2012.
- (2) YANG, Z. et al. Review on Research and Development of Magnesium Alloys. **Acta**

Metallurgica Sinica (English Letters), v. 21, n. 5, p. 313–328, 2008.

(3) FANG, X. et al. Microstructure and mechanical properties of a novel Mg–RE–Zn–Y alloy fabricated by rheo-squeeze casting. **JMADE**, v. 94, p. 353–359, 2016.

(4) ZHU, S. M. et al. The relationship between microstructure and creep resistance in die-cast magnesium-rare earth alloys. **Scripta Materialia**, v. 63, n. 7, p. 698–703, 2010.

(5) CHEN, Y. et al. Preparation of Mg–Nd–Zn–(Zr) alloys semisolid slurry by electromagnetic stirring. **Materials & Design**, v. 95, p. 398–409, 2016.

(6) FERRI, T. V. et al. Mechanical properties as a function of microstructure in the new Mg–Al–Ca–La alloy solidified under different conditions. **Materials Science and Engineering A**, v. 527, n. 18-19, p. 4624–4632, 2010.

(7) BARTEX, S.L.T. Influência do Superaquecimento na Formação de Fases de uma Liga de Magnésio Contendo Elemento Terras Raras. 2012, 106 p. Dissertação – Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS/PPGE3M, Porto Alegre.

(8) TANSKI, T. et al. Study of selected properties of magnesium alloy AZ91 after heat treatment and forming. **Journal of Materials Processing Technology** v. 158, p. 466–471, 2004.

(9) FERRI, T. V. et al. Mechanical properties as a function of microstructure in the new Mg–Al–Ca–La alloy solidified under different conditions. **Materials Science and Engineering A**, v. 527, n. 18-19, p. 4624–4632, 2010.

(10) XU, S. W. et al. Effect of pre-aging treatment on microstructure and mechanical properties of hot compressed Mg – 9Al – 1Zn alloy. v. 517, p. 354–360, 2009.

(11) CA, C. H. et al. Effects of solidification rate and ageing on the microstructure and mechanical properties of AZ91 alloy. v. 325, p. 344–355, 2002.

TIME AND COOLING RATE INFLUENCES ON SOLUBILIZATION AND AGING TREATMENT IN MAGNESIUM ALLOYS Mg-Al-Zn and Mg-Al-Ca-La

ABSTRACT

The aim of this study is to evaluate the influence of time and cooling rate on heat treatment of magnesium alloys containing rare earth element. For this, specimens taken from ingots of alloy Mg-Al-Ca-La and a AZ91 alloy (Mg-Al-Zn) were subjected to several solubilization process under different times and further subjected to controlled cooling in water, in air and on oven. After solubilization, the specimens were subjected to aging treatment also varying processing times. The results showed that the alloys containing rare earth element does not showed significant microstructural changes during the solubilization, although the hardness was significantly reduced. On the other hand solubilization plus aging treatment have increased hardness of AZ91 alloy and small microstructural changes were observed in the alloy containing lanthanum.

Keyword: magnesium, solubilization, aging, rare earth element