

CORRELAÇÕES ENTRE PARÂMETROS TÉRMICOS E MICROESTRUTURA DA LIGA COMERCIAL AI-5052 SOLIDIFICADA DIRECIONALMENTE

C.T Ogata^{*,**}, F.P.Pinheiro^{*}, J.E.Spinelli^{**}

Companhia Brasileira de Alumínio^{*}, Universidade Federal de São Carlos^{**}

Rua Moraes do Rego, 347, Alumínio – SP, 18125-000^{*}, Rodovia Washington Luís,
s/n, São Carlos – SP, 13 565-905^{**}

RESUMO

Este trabalho tem como objetivo caracterizar a liga ASTM 5052 (altamente utilizada em diversos segmentos comerciais) por meio da solidificação direcional transitória. A caracterização microestrutural de amostras retiradas de posições distando entre 3mm e 110mm da base refrigerada apresentaram, por exemplo, espaçamentos dendríticos primários (λ_1) variando entre 320 μm e 900 μm , e os secundários (λ_2) entre 30 μm e 70 μm . Estes valores foram, respectivamente, correlacionados com taxa de resfriamento e velocidade de solidificação, permitindo estabelecer leis de crescimento microestrutural. A lei experimental para evolução microestrutural de λ_1 foi derivada, resultando em: $\lambda_1 = 638,6 (\dot{T}_L)^{-1/4}$. O expoente experimental -1/4 está de acordo com a expressão proposta por Jackson e Hunt ($\lambda_1 = \text{constante} \times V_L^{-1/2}$) modificada por um modelo analítico da literatura.

Palavras-Chave: Solidificação Direcional, Ligas de alumínio, microestrutura, AA5052.

INTRODUÇÃO

As ligas de alumínio da série 5xxx possuem Mg como principal elemento de liga. Este elemento é o principal responsável pelo aumento das propriedades mecânicas (endurecimento por solução sólida) [1] e responsável também pelo aumento nos valores de intervalo de solidificação da liga [2] o que impacta diretamente em controles de processo para fundição e vazamento deste material.

A liga AA 5052 permite pela Norma Técnica teores de 2,2 a 2,8% [3] de Mg (em peso). É uma liga largamente utilizada em diversos seguimentos, comercializada na forma de chapas e bobinas. Para produção destas, duas rotas principais de fundição são utilizadas: via Direct Chill (DC), e via Continuous Casting (CC). A técnica DC consiste em vazamento de alumínio através de moldes refrigerados, de geometria retangular, originando placas com espessura aproximada de 200 mm. Esta matéria prima passará por etapas de fresamento, tratamento térmico, laminação a quente para desbaste até espessuras de 12 mm, e finalmente laminação a frio para redução até a espessura do produto final. Uma rota alternativa a esta sequencia produtiva consiste no vazamento via CC, como por exemplo, Twin Roll Cast (TRC), na qual o metal líquido passa por cilindros refrigerados produzindo uma chapa bobinada com espessuras menores, ideais para laminação a frio. [4] [5].

Em ambos os casos citados anteriormente a variação microestrutural ao longo da placa ou da chapa é extremamente dependente dos parâmetros térmicos de solidificação, quais sejam taxa de resfriamento (\dot{T}) e/ou velocidade de solidificação (v). No caso de processos industriais envolvendo ligas comerciais estudos dessa natureza são escassos, o que indica necessidade do levantamento de correlações do tipo microestrutura-parâmetros térmicos. Recentemente Brito e colaboradores [6] realizaram experimentos de solidificação direcional em regime transiente com a liga binária Al-3,%Mg e para a liga ternária Al-3%Mg-1%Si. Uma única relação experimental do tipo $\lambda_1=126(\dot{T})^{-0,55}$ foi utilizada para representar a variação do espaçamento dendrítico primário (λ_1) em função da taxa de resfriamento. Este mesmo expoente (-0,55) também foi adotado para representar a evolução de λ_1 no caso das ligas ternárias Al-Cu-Si [7] e Al-Fe-Ni [8].

Há grande motivação para estudo destas ligas, não só no entendimento de como a variação em composição química (teor de Mg) afeta o comportamento do material em seu estado fundido, mas também como o resultado concernente à microestrutura e propriedades finais após o vazamento. Existe uma escassez de trabalhos na literatura envolvendo análise microestrutural de ligas comerciais à base de Al-Mg na condição como fundida, e que estabeleçam correlações entre parâmetros microestruturais (como espaçamentos dendríticos primário e secundário) com parâmetros térmicos de solidificação, quais sejam taxa de resfriamento (\dot{T}) e velocidade de solidificação (v).

Portanto, o presente trabalho tem como objetivo analisar as características microestruturais e morfológicas da liga comercial AA 5052-2,4%Mg, através da realização de ensaios de solidificação unidirecional em regime transiente de extração de calor. As microestruturas obtidas serão examinadas e os parâmetros microestruturais decorrentes serão relacionados com taxa de resfriamento e velocidade de solidificação.

MATERIAIS E MÉTODOS

A liga AA5052 foi fornecida pela Companhia Brasileira de Alumínio – CBA na forma de chapas, as quais foram refundidas e submetidas ao experimento de solidificação unidirecional vertical ascendente em regime transiente de extração de calor. O valor da temperatura liquidus (T_L) da liga foi obtido a partir da solidificação controlada de uma amostra fundida em cadinho de carbetto de silício com termopar tipo K fixado em seu interior.

O experimento de solidificação unidirecional foi realizado em aparato conforme mostrado na Figura 1. A refrigeração forçada do metal líquido na parte inferior da lingoteira foi acionada para uma temperatura 5% acima de T_L com fluxo de água na chapa molde (polida até lixa 1200m mesh) acoplada à base da lingoteira.

As temperaturas no interior do lingote da liga 5052 foram medidas com termopares do tipo K posicionados em diferentes posições à partir da interface metal/molde (posições 5mm, 9mm, 14mm, 20mm, 38mm, 54mm, 69mm e 98mm distantes da base refrigerada). Todos eles foram conectados ao sistema de aquisição de dados, e este, por sua vez, a um computador.

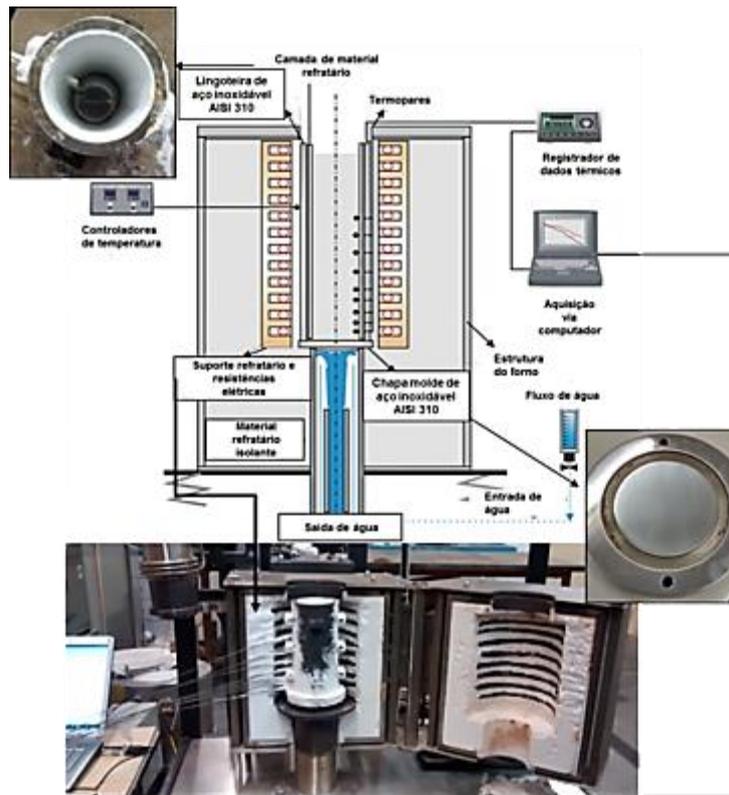


Figura 1 – Dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente e equipamentos envolvidos. Na parte inferior do esquema é mostrada a cavidade do forno com inserção do conjunto lingoteira+chapa molde.

A caracterização térmica inicia-se com a plotagem das curvas de resfriamento registradas por cada termopar na forma de gráficos do tipo Temperatura x Tempo (T_xt). A partir destes gráficos é possível obter os tempos (t_L) referente à passagem da T_L em cada posição monitorada do lingote, sendo possível traçar um gráfico do tipo Posição vs. tempo (P_xt_L). Em seguida, uma equação matemática do tipo potência (1) é ajustada com auxílio do software Excel.

$$P(t) = a \cdot t^b \quad (A)$$

Derivando a equação acima, obtemos a velocidade de deslocamento da isoterma liquidus ao longo do lingote.

$$V_L = \frac{dP}{dt} = P'(t) = a \cdot b t^{b-1} \quad (B)$$

Isolando a variável tempo t na equação (A) e substituindo na equação (B), obtém-se gráfico de velocidade (V_L) em função da posição (P).

Com relação às taxas de resfriamento $\dot{T} = \Delta T / \Delta t$ à frente da isoterma *liquidus*, para cada perfil de resfriamento foram selecionados dez pontos anteriores e dez

pontos posteriores ao tempo de passagem da T_L para ajuste de uma equação polinomial de segundo grau aproximada pelo Excel. A derivada foi calculada em cada um dos vinte pontos e a taxa de resfriamento é tida como a média destes valores. Sendo assim, foi obtida a evolução da taxa de resfriamento (\dot{T}) em função da de posição (P).

A caracterização macro e microestrutural iniciam-se com o corte do lingote como ilustrado na Figura 2.

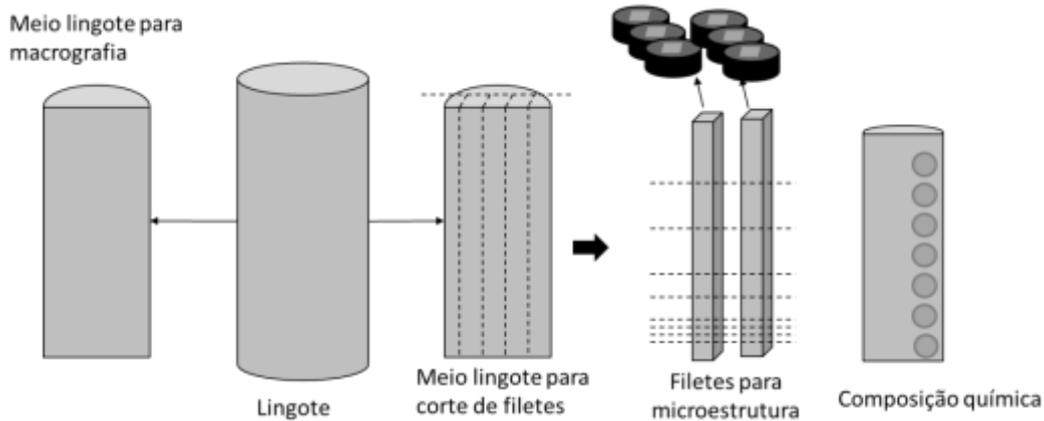


Figura 2 – Esquema referente à preparação das amostras para caracterização metalográfica da liga 5052.

A macroestrutura foi revelada com ataque químico de solução Keller. Já a microestrutura foi analisada com ataque em solução 0,5%HF para revelação das fases, e posteriormente com microscopia de luz polarizada para visualização dos grãos e espaçamentos dendríticos, sendo estes últimos avaliados com auxílio do software ImageJ. Cortes transversais e longitudinais foram feitos para análise de λ_1 e λ_2 respectivamente, nas posições 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50, 70, 90 e 110mm, considerando posição 0mm a interface metal/molde.

Além disso, a verificação da composição química foi feita pela técnica de Espectrometria de Emissão Ótica (EEO) em diversos pontos para confirmar homogeneidade e verificar a presença ou não de segregações de longo alcance.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os perfis térmicos correspondentes a cada termopar inserido estão representados na Figura 3, juntamente com o valor de T_L .

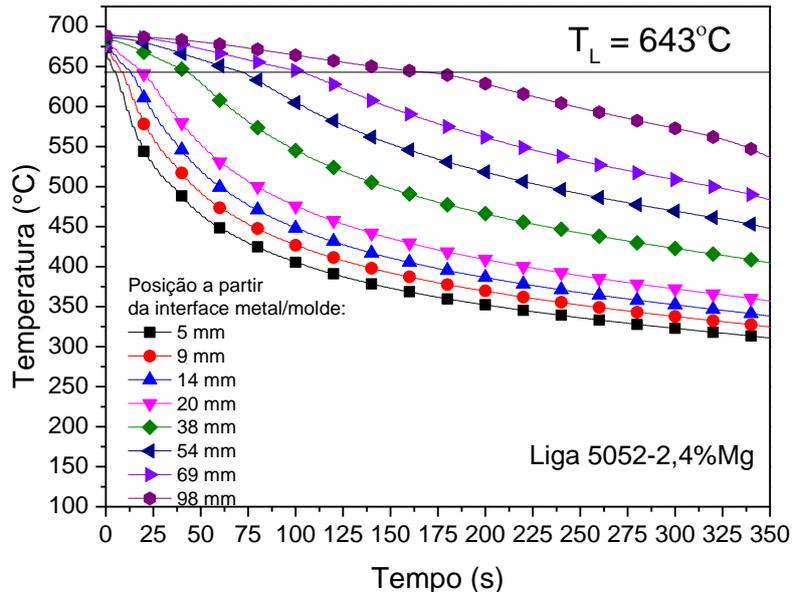


Figura 3 – Perfis térmicos obtidos durante solidificação unidirecional transitória da liga 5052-2,4%Mg, com superaquecimento de 5% acima de T_L . T_L é a temperatura *liquidus* determinada pelo método de curva de resfriamento.

Os gráficos mostrando as evoluções da isoterma *liquidus*, de V_L e \dot{T} para a liga 5052 são, respectivamente, mostrados nas Figura 4 (a), 4 (b) e 4 (c).

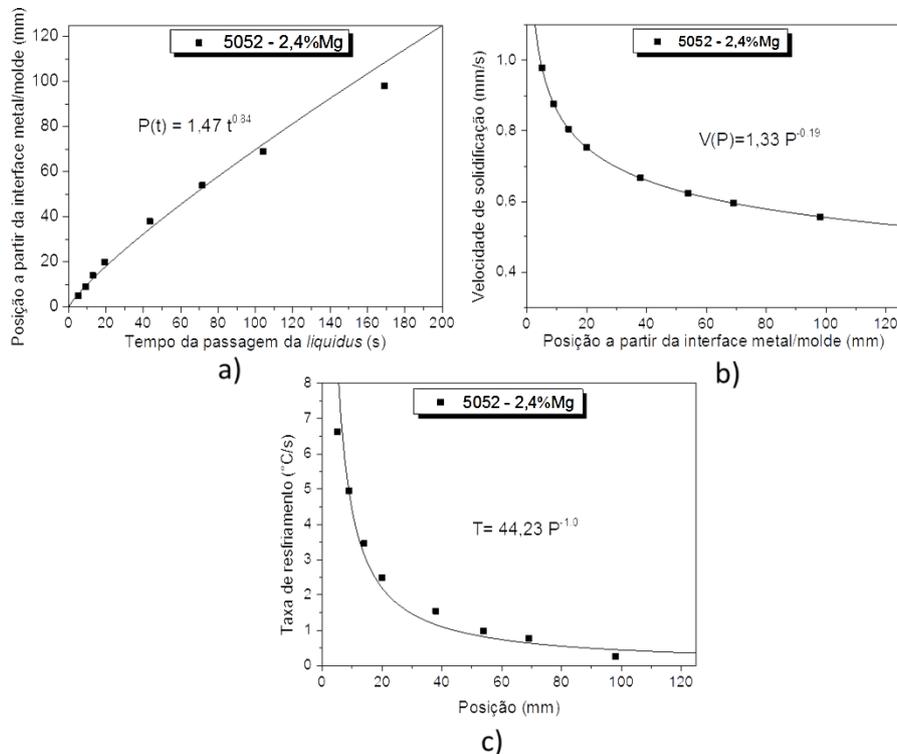


Figura 4 - Parâmetros térmicos de solidificação determinados experimentalmente para a liga 5052-2,4%Mg: a) Posição x Tempo, $P(t)$, b) Velocidade x Posição, $V(P)$, e c) Taxa de resfriamento x Posição $\dot{T}(P)$.

A análise de composição química medida por meio da técnica de espectroscopia de emissão ótica não resultou em alterações insignificativas ao longo do lingote (ausência de macrosegregações). A Figura 5 mostra a variação em porcentagem de massa de cada elemento em diferentes posições do lingote (de 10 a 100mm com relação à interface metal/molde).

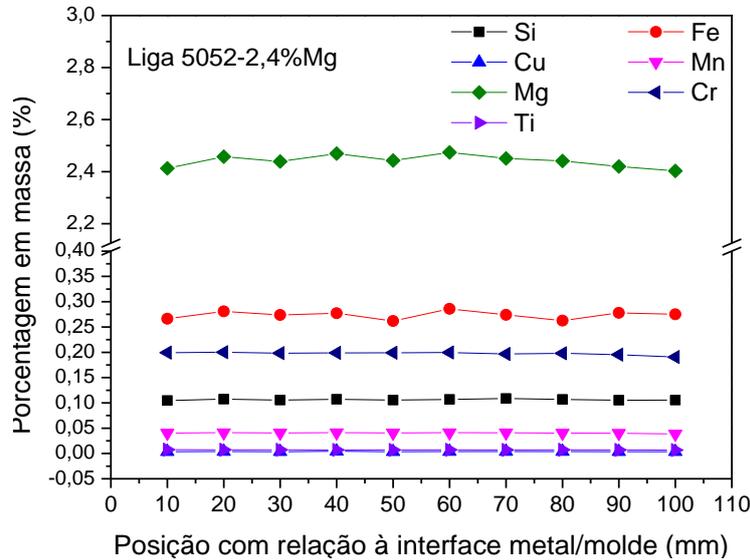


Figura 5 - Variação da composição química ao longo do lingote solidificado direcionalmente da liga 5052-2,4%Mg.

A macroestrutura do lingote na seção longitudinal representada na Figura 6 mostra claramente um predomínio de grãos colunares até 2/3 do comprimento do lingote a partir da superfície refrigerada ou base. A base refere-se à superfície em contato com a chapa-molde extratora de calor.

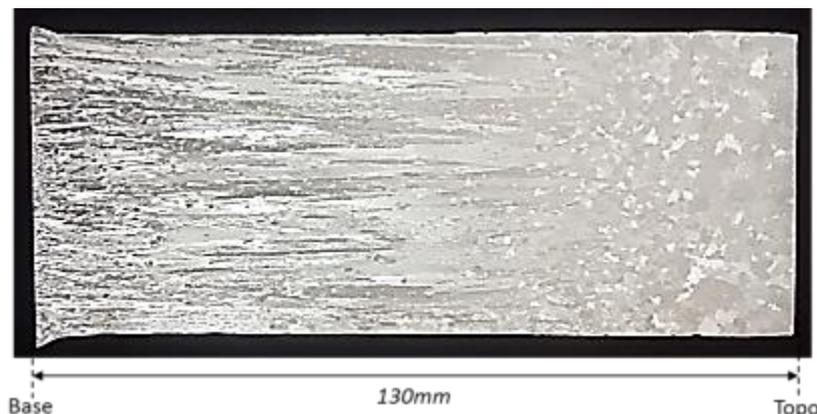


Figura 6 - Macroestrutura obtida por meio da solidificação direcional do lingote da liga 5052 - 2,4%Mg.

A microestrutura foi analisada, com algumas imagens típicas sendo mostradas na Figura 7 a seguir. Nas Figura 7 a e b (cortes transversais, com 200x de aumento), é possível notar presença de intermetálicos nas regiões interdendríticas. Estas partículas intermetálicas são afetadas pela redução da taxa de resfriamento entre as posições 5mm e 90mm, e como consequencia pode-se observar o aumento do tamanho das mesmas. As microestruturas obtidas por microscopia ótica com luz polarizada também em conte transversal e longitudinal podem ser visualizadas nas Figura 7(c), 7(d), 7(e), e 7(f). Nota-se primeiramente o predomínio do crescimento dendrítico ao longo do comprimento do lingote e, além disso, grande diferença no que tange a escala da microestrutura. Qualitativamente, os grãos são menores em posições mais próximas a base do lingote, onde a taxa de resfriamento foi maior (6,6°C/s).

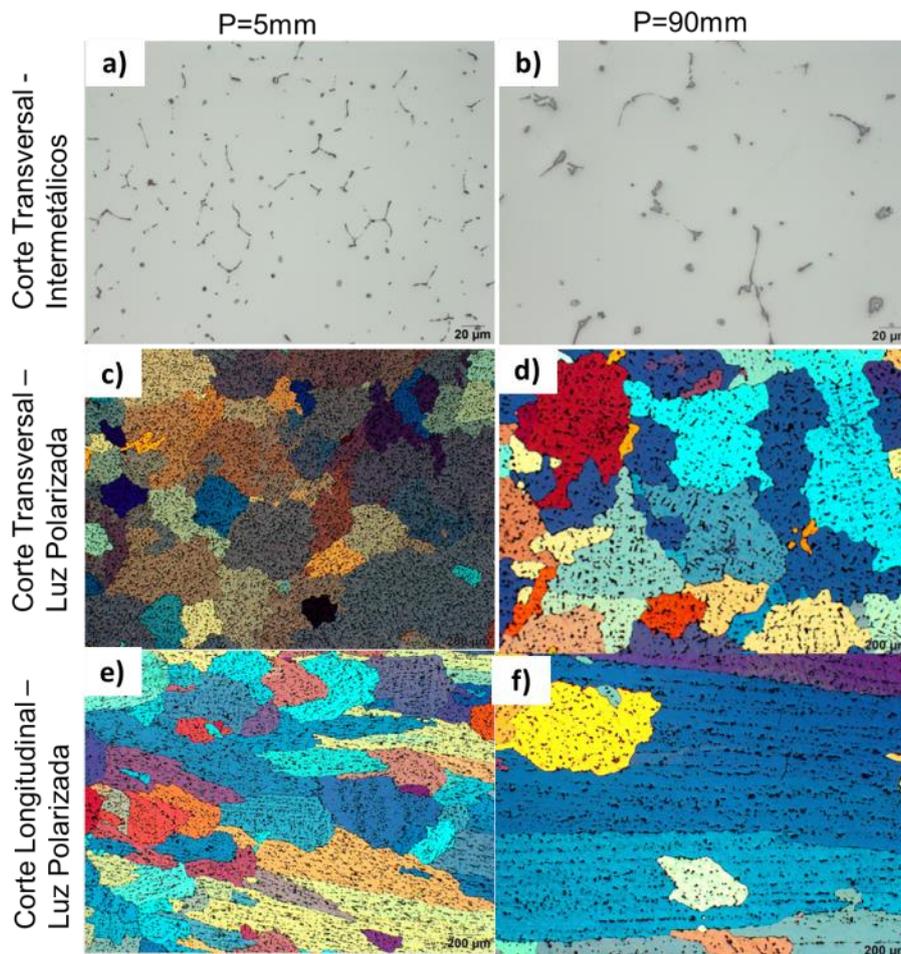


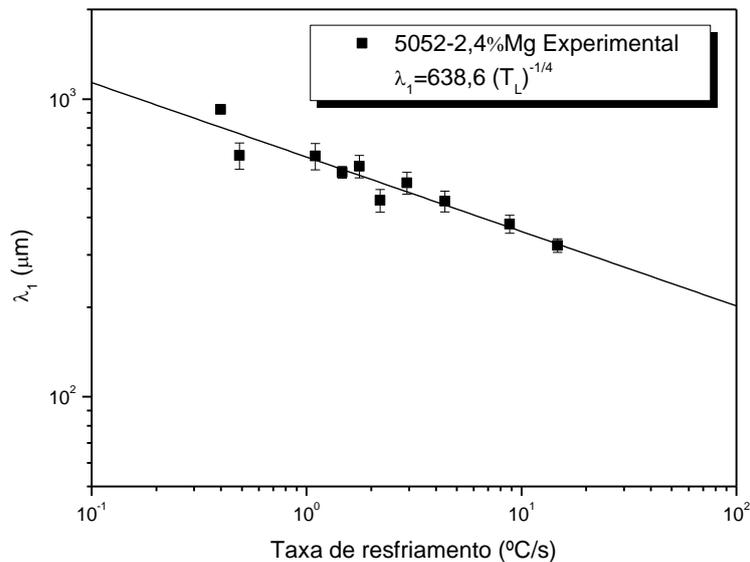
Figura 7 – Microestruturas das posições 5mm e 90mm da interface metal/molde, em corte transversal, para a) e b) com observação de intermetálicos (aumento de 200x); c) e d) para medição de λ_1 imagens obtidas com luz polarizada; e corte longitudinal do lingote da liga 5052: e) e f) para medição de λ_2 com luz polarizada.

As análises das micrografias das demais posições foram realizadas com auxílio do software ImageJ, o que permitiu a obtenção de valores médios de espaçamentos dendríticos primários (cortes transversais) e secundários (cortes longitudinais), cujos valores e tendências experimentais aparecem compilados na Tabela . Nota-se que quanto maior a distância da base do lingote, maior o valor do parâmetro microestrutural analisado.

Tabela 1 - Valores médios e desvios padrões dos espaçamentos dendríticos primário e secundário em diferentes posições do lingote da liga 5052.

Posição		3mm	5mm	10mm	15mm	20mm	30mm	40mm	90mm	110mm
λ_1	Média	322,5	380,5	454,3	523,6	457,1	567,6	643,8	646,8	922,9
	Desvio	17,1	26,4	36,1	44,4	40,1	25,4	64,7	65,9	11,8
λ_2	Média	29,3	27,9	31,2	33,7	35,8	38,0	46,0	59,5	65,8
	Desvio	2,9	0,9	2,5	1,4	3,8	4,7	4,3	3,5	8,7

As correlações entre parâmetros térmicos e microestruturais foram realizadas através das inter-relações entre λ_1 e taxa de resfriamento, e λ_2 com velocidade de avanço da isoterma *liquidus*. Assumindo que as relações acima descritas seguem uma equação do tipo potência, através de regressão linear é possível obter uma equação com os dados experimentais e assim deduzir posteriormente as respectivas leis de crescimento. A Figura 8 mostra o resultado das correlações experimentais obtidas.



(a)

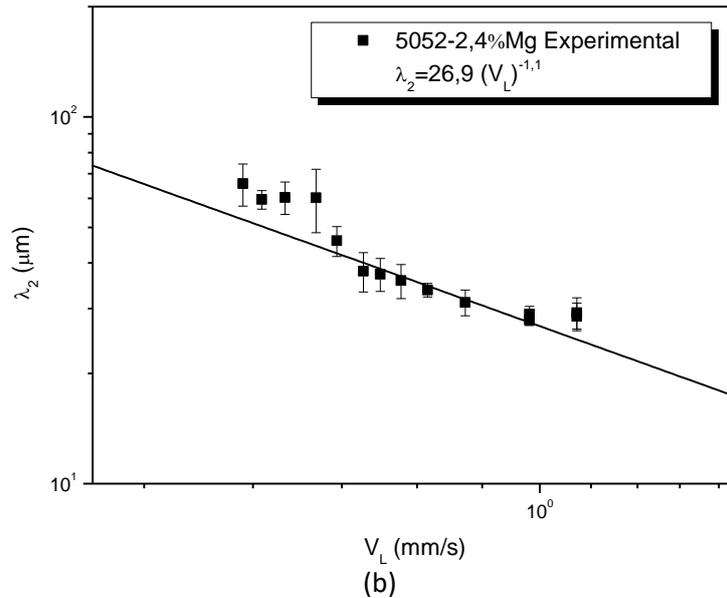


Figura 8 – Evoluções experimentais obtidas para (a) λ_1 em função da taxa de esfriamento e b) λ_2 versus velocidade da isoterma *liquidus* durante a solidificação direcional transitória da liga 5052, com 2,4% de Mg.

CONCLUSÕES

A solidificação unidirecional em regime transitório da liga AA5052 foi realizada com sucesso, obtendo valores de taxa de resfriamento de $6,6^\circ\text{C/s}$ no termopar mais próximo da interface metal/molde ($P=5\text{mm}$). O lingote solidificado direcionalmente não mostrou macrodefeitos ou variações significativas em composição química. A composição final de Mg foi de aproximadamente 2,4% e a temperatura *liquidus* de 643°C , determinada por meio de curva de resfriamento. Os valores de λ_1 medidos variaram entre $325\ \mu\text{m}$ a $900\ \mu\text{m}$, e λ_2 entre $30\ \mu\text{m}$ e $66\ \mu\text{m}$.

A lei experimental para o crescimento dendrítico primário obtida foi $\lambda_1 = 638,6 (\dot{T}_L)^{-1/4}$. O expoente experimental $-1/4$ está de acordo com a expressão proposta por Jackson e Hunt [9] ($\lambda_1 = \text{constante} \times V_L^{-1/2}$) modificada pelo modelo analítico de Garcia e Clyne [10]. Isto significa que o expoente $-0,55$ - normalmente aplicado para ligas binárias - não se adequa para representar a evolução de λ_1 para a liga comercial 5052. Já no caso da lei experimental para crescimento dendrítico secundário, foi obtido $\lambda_2 = 27,26 (V_L)^{-1,1}$.

AGRADECIMENTOS

À Companhia Brasileira de Alumínio – CBA, pelo fornecimento de amostras, e pela permissão ao uso da infraestrutura para caracterização macro e microestrutural, e composição química. Ao Prof. Dr. José Eduardo Spinelli pela orientação, e meus colegas de trabalho na UFSCar, pelo apoio durante a preparação e realização dos ensaios de solidificação e análise dos dados obtidos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. J.E.HATCH; MACKENSIE, D. S. **Handbook of Aluminum: Physical Metallurgy and Properties**. New York: Marcel Dekker, Inc. , v. 1, 2003.
2. DMITRY, G. E. **Pshysical Metallurgy of Direct Chill Casting of Aluminum Alloys**. New York : CRC Press Taylor & Francis Group , v. 6, 2008.
3. ABNT. **ABNT NBR ISO 209: 2010 Alumínio e suas ligas - Composição Química**. [S.l.]: [s.n.], 2010.
4. ANYALEBECHI, P. N. Technical Issues Impeding the Proliferation of Continuous Casting Processes in the Aluminum Industry. **TMS (The Minerals, Metals & Materials Society)**, Grand Rapids, 2004.
5. BAREKAR, N. S.; DHINDAW, B. K. Twin-Roll Casting of Aluminum Alloys – An Overview. **Materials and Manufacturing Processes**, v. 29, p. 651–661, 2014.
6. BRITO, C. et al. Characterizaton od dendritic Microstructure, Intermetallic Phases, and Hardness of Directional Solidified Al-Mh and Al-Mg-Si Alloys. **Mettalurgical and Materials Transaction A**, v. 46, p. 3342-55, May 2015.
7. FERREIRA, I. L. et al. Numerial and experimental investigation of microporosity formation in a ternary Al-Cu-Si alloy. **jounal of Alloys and Compounds**, v. 503, p. 31-39, July 2010.
8. CANTÉ, M. V. et al. Interrelation of cell spacing, intermetallic compounds and hardness on a directionally solidified Al-1.0Fe-1.0Ni alloy. **Materials & Design**, v. 51, p. 342-346, October 2013.
9. JACKSON, K. A.; HUNT, J. D. Lamellar and Rod Eutetic Growth. **Transactions os the Metalurgical Society of AIME**, v. 236, p. 1129-1142, 1966.
10. CLYNE, T. W.; GARCIA, A. Teh application os a new solidification heat flow model to splat cooling. **Jounal of Materials Science**, v. 16, p. 1643-1653, June 1981.
11. BRITO, C. C. D. **Parâmetros Térmicos e Microestruturais na Solidificação Transitória de Ligas Al-Mg e Al-Mg-Si e Correlação com Resistências Mecânica e à Corrosão**. Tese de Doutorado (UNICAMP). Campinas. 2016.

TITLE

CORRELATIONS BETWEEN SOLIDIFICATION THERMAL PARAMETERS AND MICROSTRUCTURE OF DIRECTIONALLY SOLIDIFIED Al-5052 ALLOY

ABSTRACT

This work aims to characterize the commercial AA 5052 alloy (used in many commercial applications) through transient directional solidification experiments. The microstructural characterization of samples taken from different positions of the alloy casting includes measuring primary dendrite spacing (λ_1) ranging between 320 μm and 900 μm , and the secondary (λ_2) between 30 μm and 70 μm . These values were respectively related to cooling rate (\dot{T}_L) and growth rate (V_L), enabling to establish microstructural growth laws for the Al-5052 alloy. The experimental growth law for the λ_1 microstructure evaluation was: $\lambda_1 = 638,6 (\dot{T}_L)^{-1/4}$. The experimental exponent - 1/4 is in accordance with the expression proposed by Jackson and Hunt ($\lambda_1 = \text{constant} \times V_L^{-1/2}$) modified by an analytical model from literature.

Keywords: Directional Solidification, Aluminium alloys, Microstructures, AA5052.