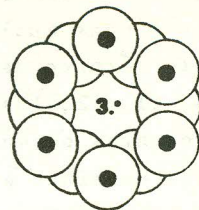


# ANAIS

do

## 3º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais



# CBECIMAT

COPPE / UFRJ

Dezembro de 1978



CONSELHO NACIONAL  
DE DESENVOLVIMENTO  
CIENTÍFICO E TECNOLÓGICO

PREMESU

ABM

### LIGAS DE ALUMÍNIO-ZINCO-MAGNÉSIO - MICROADIÇÃO DE NIÓBIO

GÄRLIPP, W. - Prof. Titular - Escola de Engenharia de São Carlos - USP.

EVANGELISTA, C.P. - Químico - Instituto de Energia Atômica de São Paulo - USP.

TADIOTTI, A.C. - Ex-Químico e Pesquisador - Instituto de Energia Atômica de São Paulo USP.

#### Resumo

A microadição de Nióbio na liga Al-Zn-Mg (4-6% Zn , 1-2% Mg) influi nas suas propriedades mecânicas de resiliência, dureza, tensão máxima de ruptura, tensão de escoamento e alongamento, conforme o tratamento de envelhecimento adotado.

## 1. Introdução

A liga Al-Zn-Mg tem apresentado grande interesse em sua aplicação nos países desenvolvidos por causa de sua baixa densidade e boas qualidades de endurecibilidade por meio do tratamento térmico de solubilização e precipitação (2, 3, 4, 5, 6, 10, 11, 12, 13).

Diferentes pesquisadores têm procurado modificar as concentrações do zinco e magnésio, acrescentando por outro lado pequenas porcentagens de cobre, prata, zircônio e outros elementos (6, 7, 8), visando a elevação da resistência mecânica e da resistência à corrosão sob tensão.

O objetivo deste trabalho foi estudar a contribuição da microadição do elemento nióbio em ligas com composições melhor aprovadas em pesquisas recentes como sejam aquelas que contêm de 4 a 6% de Zn e de 1 a 2% de Mg.

## 2. Preparação da liga

Duas composições, com e sem Nb, foram obtidas em coquilha a partir da temperatura de vazamento de 750°C.

	Al	Zn	Mg	Cu	Cr	Fe	Nb
Primeira							
composição (%)	92,80	4,50	1,88	0,38	0,19	0,25	---
Segunda							
composição (%)	91,13	6,60	1,49	0,35	0,20	0,23	0,001

## 3. Extrusão das barras

Os lingotes, convenientemente descartados de sua região de chupagem e superfícies oxidadas, foram extrudados na Termomecânica São Paulo S/A, São Bernardo-SP, na temperatura de 450°C, e para cada composição, duas deformações a frio, a primeira com 10% e segunda com 25% de redução.

Ensaio preliminares revelaram que para estas reduções se formavam números bem distintos de grãos por unidade de área durante o processo de recristalização a 460°C e 2 horas de recozimento.

#### 4. Programação e ensaio dos tratamentos térmicos

Para se estudar a contribuição de algumas variáveis ao processo de endurecimento das ligas por meio do tratamento térmico de solubilização e precipitação, utilizou-se uma programação onde as variáveis independentes consideradas foram: a) velocidade de esfriamento em dois níveis a partir de  $460^{\circ}\text{C}$ ; b) ligas contendo ou não microadição de nióbio; c) ligas encruadas com 10 e 25% de redução; d) tres tempos de pré-envelhecimento: 8, 16 e 24 horas a  $95^{\circ}\text{C}$ ; e) tempos de envelhecimento a  $160^{\circ}\text{C}$ .

Como variável dependente adotou-se a medida de dureza Vickers obtida após cada tratamento. Notam-se no programa duas temperaturas de envelhecimento: a primeira a  $95^{\circ}\text{C}$  e a segunda a  $160^{\circ}\text{C}$ , de acordo com as pesquisas já conhecidas, que se referem respectivamente às temperaturas inferior e superior à linha solvus Guinier-Preston da liga.

#### 5. Ensaio de Dureza

##### 5.1 Liga com 10% de deformação

O comportamento em função do tempo de alguns tipos de tratamento isotérmico a  $160^{\circ}\text{C}$  foram muito semelhantes, verificando-se que para a medida de dureza não são fatores a destacar. Não se verificou diferença (fig.1 quadro I) entre os esfriamentos na água ou no ar a partir de  $460^{\circ}\text{C}$  para os envelhecimentos a  $95^{\circ}\text{C}$ , em diferentes horas e em seguida a  $160^{\circ}\text{C}$ , até o tempo máximo de 49 horas e também entre as ligas com e sem Nb.

Diferenças mais significativas se deram mesmo, entre os tempos de tratamento a  $95^{\circ}\text{C}$  e atingia-se mais rapidamente a dureza máxima a  $160^{\circ}\text{C}$ , apesar de diminuir o seu valor, na ordem dos tempos crescentes: 8, 16 e 24 horas.

##### 5.2 Discussão do comportamento das curvas de dureza da Figura 1

Algumas inflexões foram observadas em função dos tem

pos mas se consideraram somente a primeira e a última inflexão positiva, sendo esta relativa ao início do decréscimo da dureza (quadro II). Primeiramente se observou que os tempos de transformação (inflexões positivas) diminuíam das ligas com Nióbio para aquelas com Nióbio, não existindo influência da velocidade de esfriamento na água ou no ar. Os tempos de transformação também diminuíam na medida que crescia o tempo de envelhecimento prévio a  $95^{\circ}\text{C}$ .

A dureza máxima diminuiu de 5% para os tratamentos de 16 e 24 horas a  $95^{\circ}\text{C}$ , comparadõs com o realizado durante 8 horas.

Nesta investigação a liga foi previamente envelhecida a  $95^{\circ}\text{C}$  durante diferentes tempos (8, 16 e 24 horas). As medidas de dureza passaram a ser efetuadas para o envelhecimento seguinte a  $160^{\circ}\text{C}$ , em função do  $\ln t$ .

Este prévio envelhecimento durante 8 e 16 horas provavelmente transformou parcialmente a primeira estrutura (zona de Guinier-Preston) e totalmente para 24 horas. Para  $160^{\circ}\text{C}$  durante 8 e 16 horas, a transformação inicial se deu em tempo mais curto.

Esta transformação inicial parece ser a de um pré-precipitado provavelmente importante no tratamento duplex (envelhecimento a  $95^{\circ}\text{C}$  e  $160^{\circ}\text{C}$ )

A última inflexão correspondente ao início da queda de dureza após certo tempo de tratamento a  $160^{\circ}\text{C}$  foi atingida em tempos mais curtos para tempos mais longos de tratamento a  $95^{\circ}\text{C}$  (quadro II), não existindo influência da velocidade de temperatura (água ou ar), parecendo ser o Nb importante, economicamente falando, na redução deste tempo.

Assim parece ser preferível tratar a liga com microadição de Nb, encruada a 10%: temperar no ar (para secções de alguns milímetros), envelhecer 8 horas a  $95^{\circ}\text{C}$ , em seguida continuar envelhecendo mais 12 horas a  $160^{\circ}\text{C}$ .

O crescimento da dureza com os tratamentos a  $95^{\circ}\text{C}$  durante 24 horas deve ter se dado por causa da existência de concentração de defeitos de deslocação em torno dos átomos de Cr.

Teores da ordem de 0,1%Cr já favorecem a formação

do precipitado incoerente (fase  $\eta$  ou  $MgZn_2$ ) (1), porque o mesmo entra na composição de compostos insolúveis, que criam deformações que transformam a fase intermediária  $\eta'$  em  $\eta$ , acontecendo mesmo abaixo da temperatura solvus de  $\eta'$  ( $250^\circ C$ ). A transformação no envelhecimento desta liga, previamente temperada (1), se dá segundo a ordem: Liga supersaturada  $\rightarrow$  zonas de Guinier-Preston  $\rightarrow$  dissolve a  $150^\circ C$   $\rightarrow$  dissolve a  $250^\circ C$   $\rightarrow$   $\eta$   $\rightarrow$  dissolve a  $370^\circ C$   $\rightarrow$  solução sólida (9,12).

Quanto ao Cu, B&B (1) afirma que ele refina as zonas G.P. aumentando a sua densidade nos tratamentos em torno de  $90^\circ C$ .

### 5.3 Liga encruada a 25%

De acordo com o quadro III os tratamentos térmicos e efetuados se relacionam com as curvas numeradas de 1 a 12 existentes na Figura 2.

Foi difícil precisar o ponto da inflexão inicial tomando-se então para isto, com exceção dos corpos, nºs 5,6,11 e 12, as medidas mais acuradas obtidas por meio da resistência elétrica. Atestam de modo geral serem transformações muito rápidas, desde alguns até duas dezenas de minutos, possuindo ou não Nb, com exceção dos corpos de prova nºs 2 e 8 esfriados no ar e na água respectivamente e que sofreram recozimento prévio a  $95^\circ C$ , 8 horas. Provavelmente o Nb aliado ao estado prévio de encruamento, insuficiente modificação (8 horas de tratamento), desacelera a difusão dos átomos soluto para as posições imediatas de menor nível energético. Deve ter havido entretanto nos outros corpos contendo Nb, 4,6,10 e 12, fraca alteração posterior. Não foram transformações como se pode dizer, tão acentuadas quanto aquelas dos corpos 1, 3,5,7,9 e 11.

Os recozimentos a  $95^\circ C$ , em tempos de 16 e 24 horas tornam difícil esta comparação. Pode-se admitir que estes tratamentos prefacilitam a transformação inicial observada na figura 2. Por exemplo, para a transformação inicial a zero minutos para os corpos 5,6,11 e 12 é simples conjectura, pois as curvas de dureza já se apresentam com valores máximos de

de o início do tratamento a  $160^{\circ}\text{C}$ , isto porque o tratamento anterior a  $95^{\circ}\text{C}$ , 24 horas já favoreceu a transformação inicial.

Economicamente falando, os tratamentos térmicos considerando o tempo total ( $95^{\circ}\text{C}$  a  $160^{\circ}\text{C}$ ) estão na ordem crescente conforme o quadro V. O primeiro e o terceiro grupos apresentam entretanto, uma dureza menor de 6 Vickers que a do segundo grupo.

Comparando-se este raciocínio com o ensaio de dureza para 10% de encruamento, notamos que os tratamentos mais econômicos, na ordem crescente dos tempos totais de tratamento, são conforme o quadro VI.

Prevalecem portanto sob ponto de vista econômico, os tratamentos n<sup>os</sup>. 2 e 8 para a liga encruada de 10% superando de muito os da liga encruada de 25%.

6. Ensaio destrutivos de tração, compreendendo tensão máxima de ruptura, tensão de escoamento, porcentagem de alongamento, de dureza e resiliência

Estes ensaios foram programados com as variáveis independentes: a) velocidade de esfriamento em tres níveis a partir de  $460^{\circ}\text{C}$ ; b) ligas contendo ou não microadição de Nb; c) ligas encruadas com 10% e 25% de redução; d) após o 1<sup>o</sup> envelhecimento a  $95^{\circ}\text{C}$ , 8 horas, diferentes tempos para segundo envelhecimento a  $160^{\circ}\text{C}$ .

As medidas obtidas nos diferentes ensaios mecânicos, foram consideradas como variável dependente.

Análise mais detalhada dos dados experimentais, mostrou que as melhores propriedades mecânicas são obtidas para a liga com Nb 10% de deformação, velocidade de esfriamento no ar a partir de  $460^{\circ}\text{C}$ , seguida de pré envelhecimento a  $95^{\circ}\text{C}$ , 8 horas e envelhecimento a  $160^{\circ}\text{C}$  durante 14 horas.

A análise de variância pelo teste F de cada tipo de ensaio revelou diferenças mui altamente significativas (tres estrelas) ou nenhuma diferença (sem estrela). Estas análises estão no quadro VII.

Em todos os ensaios é mui altamente significativa a

diferença entre as ligas encruadas de 10 e 25% e entre as ligas com e sem Nb. Exceção existe para o ensaio de dureza.

Para as velocidades de esfriamento no tratamento de têmpera e os tempos de tratamento a 160°C não houve diferenças significativas.

### 7. Observação micrografica eletrônica

Utilizando o microscópio eletrônico de varredura notou-se o aparecimento de partículas de segunda fase mais ou menos crescidas conforme o tratamento térmico efetuado.

Alguns dimples revelaram com nitidês, a existência, no fundo do seu interior, uma estrutura típica de ruptura. A microanálise mostrou existir uma concentração bem maior de cromo no local.

A figura 3 se refere à liga que não contém Nb, 25% encruada, esfriada no forno de 460°C, envelhecida a 95°C, 8 horas e novamente envelhecida a 160°C, 14 horas. Sua fratura é típica de material dútil no ensaio de tração à temperatura ambiente, apresentando  $\sigma_{max} = 45,2 \text{ kg/mm}^2$  e partículas bem crescidas de uma segunda fase, são observadas no material, além de inclusões nos dimples maiores.

A figura 4 corresponde ao material que apresentou maior resistência à tração com  $\sigma_{max} = 54,8 \text{ kg/mm}^2$ . O mesmo contém Nb e foi encruado a 10% de redução esfriado rapidamente n'água de 460°C, envelhecido a 95°C, 8 horas e novamente envelhecido a 160°C, 14 horas. Apresentou uma fratura típica de material frágil à temperatura ambiente.

Partículas de segunda fase são bem visíveis e próximas aos dimples de dimensões menores que os da fig. anterior.

### 8 Discussão e Conclusão

Existe um comportamento da liga Al-Zn-Mg distinto, quando contém ou não Nb, e encruada a 10 ou 25%.

Apesar da provável existência de uma interação das duas variáveis no decorrer do segundo tratamento de envelhecimento (160°C), sem dúvida que a melhor liga no aspecto eco-

nômico (maior resistência mecânica para menor tempo de envelhecimento total) foi aquela deformada a frio a 10% contendo Nb, não importando se esfriada na água ou no ar. As ligas com Nb a 25% de encruamento apresentam por outro lado, muito menor  $\sigma_{\max}$  no tratamento térmico recomendado.

### 9. Agradecimento

Especialmente à Termomecânica São Paulo S/A, ao Instituto de Pesquisas IPAI-EESC-USP e ao Ministério da Indústria e Comércio - STI, aos técnicos Cláudio Lourenço, Alcides S. Robles e à secretária Eliete L. Messias.

### 10. Bibliografia

- 1 BABA, Y. - Quench-sensitivity and age-hardening of Al-Zn-Mg alloys containing trace elements. Trans. J. Inst. Met. 9. suppl. 356-360. (1968).
- 2 CORNISH, A.J. & DAY, M.K.B. - The effect of variable quenching conditions on the relationship between the stress-corrosion-resistance, tensile properties, and microstructure of a high-purity Al-Zn-Mg alloy. J.Inst. Met. 99. 377-384. (1971).
- 3 DI RUSSO, E. - Trattamenti termici controllati su leghe leggere sperimentali Al-Zn-Mg-Cu e loro influenza su alcune proprietà fondamentali. Allum. Nuova Met. 36. 7. 349-363. (1967).
- 4 GESCHWIND, G.; SOLTZ, G.C.; ADLER, P.N. - Grain morphology contribution to stress corrosion susceptibility in 7075-T651 aluminum alloy. Corrosion-Nace. 26. 7. 165-168. (1970).
- 5 GRUHL, W; CORDIER, H.; BRUNGS, D. - Der einfluß von chrom auf die mechanischen eigenschaften und das spannungsri-Bkorrosionsverhalten Kupferfreier AlZn'Mg-Legierungen. Metall. Techn. 26. 3. 207-214. (1972).
- 6 HUNSICKER, H.Y.; STALEY, J.T.; BROWN, R.H. - Stress-corrosion resistance of high-strength Al-Zn-Mg-Cu alloys with and without silver additions. Metall. Trans. 3. 1.

201-209. (1972).

- 7 PETERS, B.C. - The effect of silver on the stress-corrosion behavior of a medium-strength Al-Zn-Mg alloy. J. Inst. Met. 99. 354-356. (1971).
- 8 POLMEAR, J. - The development and commercial evaluation of aluminium-zinc-magnesium alloys containing small additions of silver. J. Aust. Inst. Met. 17. 1. 1-17. (1972).
- 9 POULOSE, P.K.; MORRAL, J.E.; McEVILY, A.J. - Stress corrosion crack velocity and grain boundary precipitates in an Al-Zn-Mg alloy. Metall. Trans. 5. 6. 1393-1400. (1974).
- 10 RENOARD, M.; & WATTEAU, M. - Aging of A-Z 5 G alloy. Rev. Met. 65. 6. 441-447. (1968).
- 11 SEDRIKS, A.J.; GREEN, J.A.S.; NOVAK, D.L. - The influence of heat treatment on the stress-corrosion susceptibility of a ternary Al-5.3 Pct Zn-2.5 Pct Mg alloy. Metall. Trans. 4. 8. 1992-1994. (1973).
- 12 SMITH, W.F. & GRANT, N.J. - Mechanism of formation of precipitate free zones in an Al-4-7% Zn 3.9% Mg alloy. Trans. ASM. 62. 3. 724-728. (1969).
- 13 WAHI, R.P. & ANANTHARAMAN, T.R. - Aging characteristics of some aluminum-zinc-magnesium. Trans. Indian Inst. Met. 19. 41-44. (1966).

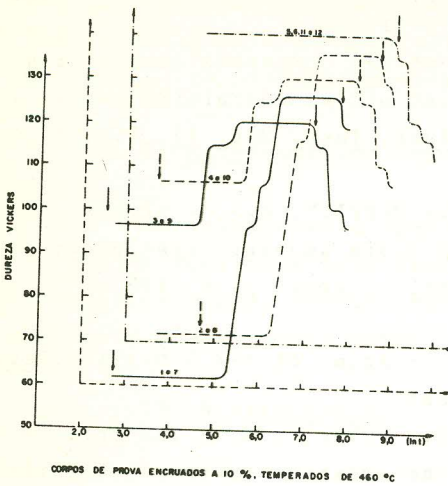


FIGURA 1

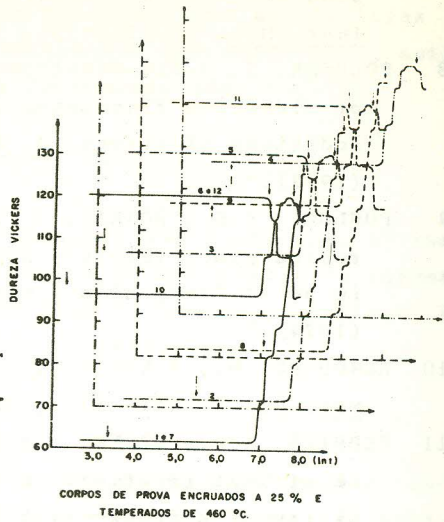


FIGURA 2



FIG.3-Liga sem Nb, 25% deforma-  
ção- 29 envelhecimento 160°C,  
14 horas - 1000X



FIG.4-Liga com Nb - 10% deforma-  
ção - 29 envelhecimento  
160°C, 14 horas - 1000X

**QUADRO I**

Linha encruada a 10% - Temperatura de 4600C

**Esfriada na água**

Sem Nb	Curva 1 - Envelhecida a 950C, 8h + envelhecida a 1600C
	Curva 3 - " " " 950C, 16h + " " a 1600C
	Curva 5 - " " " 950C, 24h + envelhecida a 1600C
Com Nb	Curva 2 - Envelhecida a 950C, 8h + envelhecida a 1600C
	Curva 4 - " " " 950C, 16h + " " " 1600C
	Curva 6 - " " " 950C, 24h + " " " 1600C

**Esfriada no ar**

Sem Nb	Curva 7 - Envelhecida a 950C, 8h + envelhecida a 1600C
	Curva 9 - " " " 950C, 16h + " " a 1600C
	Curva 11 - " " " 950C, 24h + " " a 1600C
Com Nb	Curva 8 - Envelhecida a 950C, 8h + envelhecida a 1600C
	Curva 10 - " " " 950C, 16h + envelhecida a 1600C
	Curva 12 - " " " 950C, 24h + " " " 1600C

**QUADRO III**

**Esfriada na água**

Sem Nb	Curva 1 - Envelhecida a 950C, 8h + envelhecida a 1600C
	Curva 3 - " " " 950C, 16h + " " " 1600C
	Curva 5 - " " " 950C, 24h + " " " 1600C
Com Nb	Curva 2 - Envelhecida a 950C, 8h + envelhecida a 1600C
	Curva 4 - " " " 950C, 16h + " " " 1600C
	Curva 6 - " " " 950C, 24h + " " " 1600C

**Esfriada no ar**

Sem Nb	Curva 7 - Envelhecida a 950C, 8h + envelhecida a 1600C
	Curva 9 - " " " 950C, 16h + " " " 1600C
	Curva 11 - " " " 950C, 24h + " " " 1600C
Com Nb	Curva 8 - Envelhecida a 950C, 8h + envelhecida a 1600C
	Curva 10 - " " " 950C, 16h + " " " 1600C
	Curva 12 - " " " 950C, 24h + " " " 1600C

**QUADRO V**

	Tempo Total (horas)
	(950C a 1600C)
Com e sem Nb - 5, 6, 11 e 12	43
Com e sem Nb - 1, 2, 7 e 8	51
Com e sem Nb - 3, 4, 9 e 10	53

**QUADRO VI**

	Tempo total (horas)
	(para 950C e 1600C)
Com Nb - 2 e 8	20
Com Nb - 4 e 10	24
Com e sem Nb - 5, 6, 11 e 12	31
Sem Nb - 3 e 9	38
Sem Nb - 1 e 7	45

**QUADRO II**

Inflexão		Primeira Inflexão	Ótima inflexão	
Forma de esfriar.				
Esfriada na água	Sem Nióbio	Curva 1	14 m	22 h
		Curva 3	12 m	22 h
		Curva 5	0 m	7 h
	Com Nióbio	Curva 2	14 m	12 h
		Curva 4	6 m	8 h
		Curva 6	0 m	7 h
Esfriada no ar	Sem Nióbio	Curva 7	14 m	37 h
		Curva 9	12 m	22 h
		Curva 11	0 m	7 h
	Com Nióbio	Curva 8	14 m	12 h
		Curva 10	6 m	8 h
		Curva 12	0 m	7 h

**QUADRO IV**

Inflexão		Primeira inflexão	Segunda inflexão	
Forma de esfriar.				
Esfriada na água	Sem Nióbio	Curva 1	27 m	45 h
		Curva 3	10 m	35 h
		Curva 5	0 m	19 h 13 m
	Com Nióbio	Curva 2	1 h 30 m	45 h
		Curva 4	25 m	35 h
		Curva 6	0 m	22 h
Esfriada no ar	Sem Nióbio	Curva 7	27 m	45 h
		Curva 9	15 m	35 h
		Curva 11	0 m	19 h 13 m
	Com Nióbio	Curva 8	2 h 23 m	45 h
		Curva 10	27 m	35 h
		Curva 12	0 m	21 h 14 m

**PONTE DE VARIAÇÃO**

ENGAIÇO	PONTES DE VARIAÇÃO			
	Entre 10 e 25% de Encruamento	Entre Linhas com e sem Nb	Entre Velocidades de Esfriar.	Entre Tempos de Tratamento
TENSÃO MÁXIMA DE DEFORMAÇÃO	1	1	2	6
	41,02 <sup>XXX</sup>	36,84 <sup>XXX</sup>	0,32	1,31
TENSÃO DE ESCALAMENTO	1	1	2	6
	39,02 <sup>XXX</sup>	33,69 <sup>XXX</sup>	0,46	0,67
ALONGAMENTO	1	1	2	6
	35,77 <sup>XXX</sup>	36,32 <sup>XXX</sup>	0,03	0,05
DUREZA	1	1	2	6
	36,04 <sup>XXX</sup>	2,76 <sup>908</sup>	0,86	1,77
RESILIÊNCIA POR IMPACTO	1	1	2	6
	70,27 <sup>XXX</sup>	87,84 <sup>XXX</sup>	0,24	0,68

**QUADRO VII**