

# ANÁLISE MICROESTRUTURAL POR FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X E POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X DA LIGA AA7050 CONSOLIDADA POR EXTRUSÃO À 300 °C, 350 °C, 400 °C E 450 °C

III Congresso Online de Engenharia de Materiais. inscrições encerradas, 4ª edição, de 27/04/2021 a 30/04/2021  
ISBN dos Anais: 978-65-89908-00-5

LEITE; Maria Monique de Brito<sup>1</sup>, JUNIOR; Alberto Moreira Jorge<sup>2</sup>, PERES; Mauricio Mhirdaui<sup>3</sup>

## RESUMO

### RESUMO:

O objetivo deste trabalho foi avaliar a influência da temperatura de extrusão nas fases presentes na liga de alumínio AA7050 através das técnicas de Fluorescência de Raios-X (FRX) e de Difração de Raios-X (DRX). A matéria-prima teve origem a partir da reciclagem de cavacos da liga aeronáutica AA7050 T7451 (SAE AMS 4050 H), passando pelo processo de refusão, conformação por spray, usinagem e por fim consolidada termomecanicamente por extrusão à quente, nas temperaturas de 300 °C, 350 °C, 400 °C e 450 °C, todas sob a mesma razão de extrusão de 10/1 e velocidade de compressão de 1 mm/min. A análise por FRX comprovou a presença e a composição dos elementos presentes nas amostras resultantes a partir da rota de processamento adotada e auxiliou na identificação das fases envolvidas. Os resultados de DRX mostraram a presença da fase predominante Al- (cúbica de corpo centrado, CFC), que atua como matriz dúctil, da fase MgZn<sub>2</sub>, que tem a função de promover o endurecimento por precipitação, além dos intermetálicos Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe e Al<sub>2</sub>CuMg, microconstituintes típicos da liga AA7050. Em relação à influência do processamento termomecânico na microestrutura, adotou-se por padrão a comparação entre as intensidades relativas (IR) dos picos de DRX dos planos cristalinos da fase Al-. Ficou bastante evidente que todos os materiais consolidados, sob a mesma taxa de deformação, apresentaram diferença significativa entre as intensidades relativas dos picos de DRX em relação ao material similar não processado (equiaxial), indicando a texturização com orientação preferencial do plano (111) da estrutura cristalina CFC da fase Al-. Essa diferença ficou bastante acentuada para os materiais consolidados à 300 °C, 350 °C e 400 °C, os quais apresentaram IR do plano (200) em relação ao plano principal (111) com os valores IR(200) de 14,21%; 15,16% e 18,78%, respectivamente, indicando que mesmo sob alta temperatura houve o domínio do mecanismo de encruamento com o escorregamento dos átomos pelos planos cristalinos e consequente aumento da densidade de discordâncias nos grãos da fase Al-. Já o material consolidado à 450 °C apresentou um comportamento anômalo em relação aos demais, sendo suas intensidades relativas mais próximas do material não processado, com IR(200) de 61,44%, indicando uma provável atuação dominante do mecanismo de recristalização dinâmica durante a extrusão, uma vez que as intensidades relativas são mais próximas do material similar com microestrutura equiaxial.

## 1. INTRODUÇÃO

### 1.1 Revisão bibliográfica

A liga de alumínio AA7050 está dentre as ligas de Al estratégicas pela indústria aeronáutica, compreende uma composição principal quaternária Al-Zn-Mg-Cu. Os elementos Zn, Mg, Cu e Zr induzem a precipitação de partículas de segunda fase, as quais devem ser controladas pois afetam diretamente as propriedades mecânicas. A quantidade dos elementos de liga, Zn, Mg e Cu, varia de 1 a 8% em peso, enquanto outros elementos, Cr, Mn, Zr e Ti estão presentes em quantidades inferiores a 1% em peso, sendo adicionados para melhorar a habilidade de

<sup>1</sup> Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Departamento de Engenharia de Materiais, moniquebleite.ml@gmail.com

<sup>2</sup> Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Engenharia de Materiais, jorge.moreira@dema.ufscar.br

<sup>3</sup> Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Departamento de Engenharia de Materiais, mauricio.peres@ufrn.br

resfriamento, o comportamento de cristalização e soldabilidade. Em especial a combinação de Zn e Mg pode resultar em ligas endurecíveis por precipitação termicamente estáveis, proporcionando dentre as mais elevadas resistências mecânicas com boa ductilidade [1, 2, 3].

A Liga 7050-T7451 proveniente de cavaco de chapas, processada por refusão e conformação por spray, envolve um processo de solidificação rápida (resfriamento entre 102 e 106 K/s) gerando um produto poroso, mas com refinamento de grãos equiaxiais da ordem de 1 a 100  $\mu\text{m}$ , baixa segregação, formação de eutético, segundas fases precipitadas e intermetálicos refinados [4, 5].

O processamento de deformação plástica severa por ECAP da liga 7050, à 150 °C, promoveu a formação de bandas de deformação com células de discordâncias e subgrãos alongados de 240 nm em seu interior, com efeito adicional de endurecimento por precipitação promovido pela formação da fase  $\eta$  ( $\text{MgZn}_2$ ). [6]

Ao ser submetida por compressão, entre 300 °C e 450 °C, a liga 7050 apresentou transição de recristalização dinâmica contínua para descontínua com a redução do parâmetro de Zener-Hollomon. Sob a taxa de deformação de  $5 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ , entre 350 e 400 °C, ocorreu um maior refinamento dos grãos recristalizados devido à precipitação de  $\text{Al}_3\text{Zr}$  ter atuado como barreira ao crescimento de grãos [7]. Da mesma forma, o aumento do parâmetro  $Z$  foi atribuído principalmente à diminuição dos subgrãos.[8]. Para a liga 7075, a recristalização dinâmica ocorreu na faixa de temperatura de 340 – 390 °C e na taxa de deformação de 0,013 a 0,12  $\text{s}^{-1}$ . [9]

A laminação assimétrica mostrou-se mais eficiente no refinamento de grão e na fragmentação de intermetálicos, em relação à laminação simétrica da liga 7050, elevando também a ductilidade. O aumento da taxa de deformação promoveu maior energia armazenada e auxiliou a cinética de recristalização. [10]

Em amostras da liga 7050 submetidas à tração a 460 °C e taxas de deformação de  $1,0 \times 10^{-2}$  e de 0,1  $\text{s}^{-1}$ , ocorreu a recristalização dinâmica contínua e a recuperação dinâmica associados ao crescimento de grão (mecanismos de amolecimento). O aumento contínuo do ângulo de desorientação médio durante a recristalização dinâmica contínua é atribuído à migração dos limites do subgrão e à absorção de discordâncias nos limites do grão [11].

A adição de 0,5% em peso da liga mestre  $\text{AlTiC-B}$  na liga 7050, promoveu o refinamento de grão e reduziu o defeitos de fundição. Após a extrusão a quente, as ligas inoculadas apresentaram maior intensidade de texturade fibra  $\langle 111 \rangle$ , com maior desorientação local, em relação às texturas típicas  $\langle 100 \rangle$  e  $\langle 111 \rangle$  resultantes na liga original. [12]

Avaliação da resistência à fadiga e microestrutural da liga 7050, reciclada, conformada por spray, extrudada, submetida à deformação plástica severa rotativa, mostrou a presença de grãos de Al- micrométricos e submicrométricos, bem como precipitados intermetálicos grossos e finos, e após tratamento térmico de solubilização e envelhecimento, uma microestrutura homogênea, recristalizada e equiaxial com tamanho de grão de 9  $\mu\text{m}$ . Zonas GP (I) em nanoescala e precipitados de fase  $\eta'$ . [13]

A análise do comportamento da liga AA7075 sob deformação por compressão a quente (de 5 % até 45 % de deformação), nas temperaturas de 300 °C, 400 °C e 500 °C, e envelhecidas, indicou que a maior dureza foi obtida à 400 °C (72 HRB), enquanto a deformação de 15%, independentemente da temperatura de envelhecimento, promoveu a maior dureza devido à distribuição uniforme das fases  $\text{Mg}-(\text{Zn}_2\text{-AlFe})$ ,  $\text{Mg}_{32}-(\text{Al Zn})_{49}$  e  $\text{MgZn}_2$ . [14]

Uma técnica de medição de textura por difração de raios-X foi avaliada em folha de alumínio AA3104 por meio de medições de dados de figuras polares ao longo de três linhas. As figuras polares reproduzidas  $\{1\ 1\ 1\}$  e  $\{2\ 0\ 0\}$ , bem como os ODFs, apresentaram boa concordância com os obtidos por métodos convencionais. A nova tecnologia de medição de textura se baseia na obtenção de oito parâmetros de textura e ajuste na distribuição gaussiana, sendo possível desde que as

<sup>1</sup> Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Departamento de Engenharia de Materiais, moniquebleite.ml@gmail.com

<sup>2</sup> Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Engenharia de Materiais, jorge.moreira@dema.ufscar.br

<sup>3</sup> Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Departamento de Engenharia de Materiais, mauricio.peres@ufrn.br

## 1.2 Objetivo

O presente trabalho teve o objetivo analisar a influência da temperatura de extrusão (300°C, 350 °C, 400 °C e 450 °C) na evolução microestrutural da liga Al-Zn-Mg-Cu AA7050 através da caracterização microestrutural por Fluorescência de Raios-X (FRX) e Difração de Raios-X (DRX) para a verificação das fases presentes e do efeito de textura e recristalização dinâmica.

## 2. METODOLOGIA

### 2.1 Consolidação do material

Tomando por base o trabalho realizado por Hyodo (2012) [4], a matéria-prima utilizada foi obtida pelo processamento de cavacos provenientes da usinagem da liga AERONÁUTICA 7050-T7451 [16 e 17], originárias de placas AMS 4050 H, sendo refundidas e conformadas por spray gerando um depósito com aproximadamente 250 mm de diâmetro e 25 mm de espessura. Visando a consolidação final por extrusão, no presente trabalho, o depósito foi usinado gerando amostras cilíndricas de 25 mm de diâmetro e 25 mm de altura, a quais foram conformadas termomecanicamente por extrusão direta nas temperaturas de 300°C, 350 °C, 400 °C e 450 °C, mantendo-se a mesma razão de extrusão de 10/1 e velocidade de compressão de 1 mm / min, gerando uma taxa de deformação de  $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , conforme a equação correspondente [18] e considerando a geometria da matriz usada [19].

### 2.2 Caracterização microestrutural

A consolidação por extrusão gerou lingotes cilíndricos com seção transversal de 7,9 mm de diâmetro, sendo cortados transversalmente, lixados até granalha 2000 e polidos com pasta de diamante de 1µm, obtendo-se superfícies lisas e planas. As amostras foram analisadas por Fluorescência de Raios-X (FRX) e por Difractometria de Raios-X (DRX), sendo usado no DRX uma faixa angular (2θ) de 10° a 90° e velocidade de varredura de 1°/min.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 3.1 Análise composicional por FRX

A análise composicional dos elementos presentes nas amostras conformadas por extrusão à 300 °C, 350 °C, 400 °C e 450 °C, amostras 01, 02, 03 e 04, respectivamente, estão indicadas na Tabela 1. Comparando os dados com a Tabela 2, verifica-se que as amostras extrudadas apresentaram composições próximas entre si, mas não totalmente compatíveis com a composição nominal fornecida pelo fabricante das placas de origem AA7050 T7451 (norma SAE AMS 4050 H). Em processos que envolvem a reciclagem com refusão, é previsto a ocorrência de variação composicional do material de origem, devido à diferente reatividade dos elementos e a contaminação do material reciclado, mesmo havendo controle de limpeza durante cada etapa. O controle composicional dos produtos resultantes é bastante relevante, pois o excesso de certos elementos pode promover a formação de intermetálicos. Fragilizantes. Os materiais processados apresentaram teores de Zn e de Cu inferiores, enquanto teores de Mg superiores em relação ao material original, favorecendo a formação da fase  $\text{MgZn}_2$ , que contribui para o endurecimento por precipitação. Os teores de Si (de 0,15% a 0,94% em peso),

<sup>1</sup> Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Departamento de Engenharia de Materiais, moniquebleite.ml@gmail.com

<sup>2</sup> Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Engenharia de Materiais, jorge.moreira@dema.ufscar.br

<sup>3</sup> Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Departamento de Engenharia de Materiais, mauricio.peres@ufrn.br

ligeiramente superiores ao esperado (0,12% em peso), podem ter sido resultantes da contaminação dos refratários usados na fundição. Já o Fe, com teores de 0,18% e 0,27% em peso nas consolidações à 350 °C e 400°C, pode ter promovido uma tímida contribuição na formação de intermetálicos fragilizantes.

**Tabela 1. Resultados elementares do FRX das amostras conformadas por extrusão a 300 °C, 350 °C, 400 °C e 450 °C.**

**Tabela 2. Composição química da placa AA7050 T7451 (norma SAE AMS 4050 H).**

### 3.2 Análise microestrutural por DRX

Analizando os difratogramas da Figura 1.a (intensidade absoluta) e da Figura 1.b (intensidade relativa), as fases encontradas nas quatro amostras foram Al-, MgZn<sub>2</sub>, Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe e Al<sub>2</sub>CuMg, similar ao encontrado por outros pesquisadores [4,5,6,7,8,9,10,11,12]. Apesar do baixo teor de Fe nas ligas, ocorreu uma discreta formação do intermetálico fragilizante Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe.

Comparando-se os difratogramas da Figura 1 com o da Figura 2 (liga similar equiaxial), constatou-se que houve influência significativa das temperaturas de extrusão nas intensidades relativas dos picos de DRX dos principais planos cristalinos da fase Al- (estrutura cúbica de corpo centrado), sendo este um forte indicativo da alteração das condições de textura das amostras consolidadas à quente [20]. Essa mudança da textura é resultado do processo de conformação mecânica, que envolve o escorregamento de planos cristalinos preferenciais com orientação direcionada pelo fluxo de extrusão, concordando com a formação de texturas para uma liga similar, descritas por [12] e [15]. Nesse caso, é observado um direcionamento preferencial do plano (100) resultante do escoamento do fluxo de extrusão.

**Figura 1: Difratogramas das amostras de AA7050 submetidas às temperaturas de extrusão de 300°C, 350 °C, 400 °C e 450 °C, em que (a) intensidade absoluta e (b) intensidade relativa dos picos.**

**Figura 2: Difratograma do depósito de AA7050 gerado na etapa de conformação por spray. Fonte: Mazzer, 2013.**

Uma avaliação da influência dos fatores cristalográficos na microestrutura do material analisado leva à discussão de como o encruamento pode ter sido influenciado em função da temperatura e da taxa de deformação aplicadas. O efeito da deformação plástica é bastante influente na orientação dos planos cristalográficos da fase dútil predominante, no caso Al-. Porém, a elevação da temperatura facilita os mecanismos de alívio de tensões, difusão e crescimento de grãos, o que pode influenciar na maior ou menor magnitude da orientação preferencial dos planos cristalinos no processo de extrusão a quente. Dessa forma, foi elaborada uma tabela comparativa (Tabela 3) e um gráfico de barras (Figura 3) das intensidades relativas dos principais planos cristalinos da fase Al- dos

<sup>1</sup> Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Departamento de Engenharia de Materiais, moniquebleite.ml@gmail.com

<sup>2</sup> Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Engenharia de Materiais, jorge.moreira@dema.ufscar.br

<sup>3</sup> Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Departamento de Engenharia de Materiais, mauricio.peres@ufrn.br

materiais processados.

### **Tabela 3. Intensidade relativa dos planos cristalográficos da fase Al- .**

#### **Figura 3: Intensidades Relativas de DRX referente aos planos cristalográficos da fase Al- .**

Nos resultados obtidos, claramente se observa a presença de picos de DRX para os planos (111), (200), (311) e (222) do Al- , enquanto o plano (220) não foi detectado através dos parâmetros de medição usados, indicando que não foi dominado pelo direcionamento preferencial durante as extrusões. Já o plano (111), conforme o esperado, foi o que apresentou maior ganho de intensidade em relação aos demais, respeitando o direcionamento preferencial do processo comandado por extrusão direta com perfil de seção circular, para uma estrutura cristalina CFC.

O segundo plano de maior intensidade, (200), apresentou uma tendência de aumento na IR com o aumento da temperatura de extrusão, com IR de 14,21% à 300 °C para IR de 18,78% à 400 °C, justificado pelo domínio do encruamento, porém com maior efeito de recuperação dinâmica e alívio de tensões residuais. Já um efeito singular ocorreu para o material consolidado à 450 °C, com valores bem mais elevado de IR de 61,44 % O mesmo salto ocorreu para o plano (311), com IR de 1,89% à 450 °C contra, 0,66% à 300 °C. Isso evidencia que a taxa de deformação aplicada de  $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  à 450 °C sob extrusão promoveu a recristalização dinâmica da fase matriz Al- .

## **4. CONCLUSÕES**

Os resultados de DRX mostraram a presença da fase predominante Al- (cúbica de corpo centrado, CFC), que atua como matriz dúctil, da fase  $\text{MgZn}_2$ , que tem a função de promover o endurecimento por precipitação, além dos intermetálicos  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  e  $\text{Al}_2\text{CuMg}$ , microconstituintes típicos da liga AA7050.

Ficou bastante evidente que todos os materiais consolidados, sob a mesma taxa de deformação de  $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , apresentaram diferença significativa entre as intensidades relativas dos picos de DRX em relação ao material similar não processado (equiaxial), indicando a texturização com orientação preferencial do plano (111) da fase Al- .

Os materiais consolidados à 300 °C, 350 °C e 400 °C, apresentaram forte orientação preferencial do plano (100), sendo o segundo plano de maior intensidade o plano (200), com IR(200) de 14,21%; 15,16% e 18,78%, respectivamente, indicando um domínio do mecanismo de encruamento, ocorrendo também uma maior atuação de mecanismos de recuperação dinâmica e alívio de tensões com o aumento da temperatura de conformação.

Já o material consolidado à 450 °C apresentou um comportamento anômalo em relação aos demais, com IR(200) de 61,44%, mais próxima do material não processado (equiaxial), indicando uma provável atuação dominante do mecanismo de recristalização dinâmica durante a extrusão.

## **5. AGRADECIMENTOS**

Ao PIBIC-UFRN pelo incentivo financeiro e apoio a essa pesquisa.

## **6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

<sup>1</sup> Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Departamento de Engenharia de Materiais, moniquebleite.ml@gmail.com

<sup>2</sup> Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Engenharia de Materiais, jorge.moreira@dema.ufscar.br

<sup>3</sup> Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Departamento de Engenharia de Materiais, mauricio.peres@ufrn.br

- [1] Carvalho, A. L. M. – “Efeito das Tensões Residuais na Fratura e Resistência à Fadiga da Liga de Alumínio 7050-T7451”. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia de Lorena, 2004.
- [2] Hatch, J E. “Aluminum: Properties and Physical Metallurgy”. Usa. Metals Park: ASM, 1990.
- [3] Onder, V. D.. “Análise da Liga de Alumínio AA7050 na Condição de Tratamento Térmico de Envelhecimento Interrompido”. 2015. 34 f. Monografia (Especialização) - Curso de Engenharia Química, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Ponta Grossa, Paraná, 2015.
- [4] Hyodo, A.. “Reciclagem de Cavacos de Ligas de Alumínio 7050-T7451 Utilizando Conformação por Spray e Tratamentos Termomecânicos”. 2012. 169 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2012.
- [5] Mazzer, E. M.. “Caracterização Microestrutural e Mecânica da Liga de Al AA7050 Reciclada por Conformação Por Spray e Extrusão”. 2013. 134 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2013.
- [6] Materials Research. 2012; 15(5): 732-738. DOI: 10.1590/S1516-14392012005000105.
- [7] Materials Science & Engineering A 734 (2018) 120–128. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.07.068>.
- [8] Materials Science & Engineering A 608 (2014) 63–72. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2014.04.055>
- [9] Journal of Alloys and Compounds 509 (2011) 948–952. doi:10.1016/j.jallcom.2010.09.139
- [10] Materials Science & Engineering A 733 (2018) 307–315. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.07.060>
- [11] Materials Characterization 59 (2008) 1185–1189. doi:10.1016/j.matchar.2007.09.010.
- [12] Journal of Alloys and Compounds 820 (2020) 153089. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.153089>
- [13] Trans. Nonferrous Met. Soc. China 30(2020) 3195–3209. DOI: 10.1016/S1003-6326(20)65454-1
- [14] P. Vikas et al., Aging behaviour of hot deformed AA7075 aluminium alloy, Materials Today: Proceedings xxx (xxxx) xxx. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.06.117>.
- [15] Scripta Materialia 54 (2006) 1901–1905. doi:10.1016/j.scriptamat.2006.02.007
- [16] SAE International. Aerospace Material Specification 4050 H. SAE International; 2003.
- [17] Aluminum 7050-T7451 (7050-T73651). “ASM - Aerospace specification metals

<sup>1</sup> Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Departamento de Engenharia de Materiais, moniquebleite.ml@gmail.com

<sup>2</sup> Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Engenharia de Materiais, jorge.moreira@dema.ufscar.br

<sup>3</sup> Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Departamento de Engenharia de Materiais, mauricio.peres@ufrn.br

[18] Castle, A.F.; Sheppard, T. Hot Working Theory Applied to Extrusion of Some Aluminum Alloys, Met Technol., 1976, 3 (10), 1976.

[19] Peres, M. M. et al. Materials Science Forum Vol. 570 (2008) pp 97-102.

[20] Padilha, A. F. “Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura”. 3.ed.rev.e ampl.p 232 –São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2005.

**PALAVRAS-CHAVE:** alumínio, extrusão, reciclagem, textura

<sup>1</sup> Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Departamento de Engenharia de Materiais, moniquebleite.ml@gmail.com

<sup>2</sup> Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Engenharia de Materiais, jorge.moreira@dema.ufscar.br

<sup>3</sup> Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Departamento de Engenharia de Materiais, mauricio.peres@ufrn.br