

Metalurgia & Materiais

Caracterização microestrutural dos alumínios comerciais AA1100, AA1050 e AA1070 e do alumínio superpuro AA1199

(Microstructural characterization of AA1100,
AA1050 and AA1070 commercial aluminums
and of AA1199 super pure aluminum)

Resumo

Foi realizado um estudo comparativo entre três alumínios de pureza comercial com diferentes níveis de pureza - AA1100 (99,00%), AA1050 (99,50%) e AA1070 (99,70%), produzidos em escala industrial pelo processo semicontínuo ou *Direct Chill* (DC) - e o alumínio superpuro, AA1199 (99,995%), produzido em laboratório. Foram utilizadas várias técnicas de análise microestrutural: microscopia óptica convencional, microscopia eletrônica de varredura, microscopia óptica com luz polarizada, medidas de condutividade elétrica e dureza Vickers. Os três alumínios de pureza comercial apresentaram encruamentos crescentes e condutividade elétrica decrescentes com o aumento da quantidade de impurezas.

Palavras-chave: Alumínio, homogeneização, laminação a quente, encruamento, caracterização.

Abstract

A comparative study was carried out among three commercial purity aluminums with different levels of purity: AA1100 (99.00%), AA1050 (99.50%) and AA1070 (99.70%), produced on an industrial scale by Direct Chill (DC) process, and super pure aluminum, AA1199 (99.995%) produced in the laboratory. Several techniques of microstructural analysis were used: conventional optical microscopy, scanning electron microscopy, optical microscopy with polarized light, measurements of electrical conductivity and Vickers hardness. The three commercial purity aluminums showed an increase in work hardening and a decrease in electrical conductivity as the impurity content increased.

Keywords: Aluminum, homogenization, hot rolling, work hardening, characterization.

Janaina da Costa Pereira
Torres de Oliveira

*Engenheira Metalúrgica, Mestre em
Engenharia Metalúrgica, Aluna de
Doutorado do Departamento de
Engenharia Metalúrgica e
de Materiais da EPUSP
E-mail: janainacpto@usp.br*

Angelo Fernando Padilha

*Dr.-Ing., Professor Titular do
Departamento de Engenharia
Metalúrgica e de Materiais da EPUSP
E-mail: padilha@usp.br*

1. Introdução

O alumínio é o metal não-ferroso mais produzido e mais consumido devido às suas vantajosas características físicas, químicas e fisiológicas. O alumínio (ligas trabalhadas) é, geralmente, obtido pelo tradicional método de vazamento de placas *Direct Chill* (DC) (Polmear, 1989) e, posteriormente, sofre o tratamento térmico de homogeneização para então ser laminado a quente (Karhausen, 2003). No alumínio de pureza comercial, praticamente, quase todo o soluto encontra-se na forma de partículas de compostos intermetálicos dispersos em uma matriz de alumínio de alta pureza.

O objetivo principal desse trabalho foi caracterizar, de maneira comparativa, três alumínio de pureza comercial laminados a quente (estado “como recebido”) e recozidos a 400°C por 1 e 24 horas e compará-los, também, com os resultados do alumínio superpuro (99,995%) produzido em laboratório.

2. Materiais e métodos

Foram utilizados alumínio de pureza comercial, com purezas de 99,00% (AA1100), 99,50% (AA1050) e 99,70% (AA1070), e, também, o alumínio superpuro com pureza de 99,995% (AA1199).

O processamento dos alumínio de pureza comercial, AA1100, AA1050 e AA1070, consistiu no vazamento das placas na espessura de 240 mm pelo processo *Direct Chill* (DC). Posteriormente, foram homogeneizadas por 14 horas a 500 °C. As placas foram retiradas do forno e imediatamente laminadas a quente em laminador duo reversível. Para obter a espessura final de 10 mm, foram necessários 7 passes de redução. As placas, ao final do processo, estavam numa temperatura de, aproximadamente, 300°C. Os alumínio AA1100, AA1050 e AA1070 foram recebidos em forma de placas, laminadas a quente, com 250 mm de comprimento, 155 mm de largura e 10 mm de espessura. O alumínio superpuro, AA1199, foi produzido em laboratório e dos blocos fundidos foram cortadas amostras com espessura de 8 mm.

Os alumínio de pureza comercial e o alumínio superpuro foram analisados no estado “como recebido” e os alumínio de pureza comercial, após tratamento térmico de recozimento a 400°C por 1 e 24 horas.

As amostras foram preparadas metalograficamente tanto por polimento mecânico como por polimento eletrolítico. O polimento mecânico envolveu técnicas convencionais. Após o polimento mecânico, a amostra AA1199 sofreu o ataque químico para medição de tamanho de grão. Utilizou-se o seguinte reagente para o ataque químico: 25 ml de água destilada, 25 ml de ácido clorídrico, 25 ml de ácido nítrico, 2,5 ml de ácido fluorídrico e duração de 60 segundos. As amostras AA1100, AA1050 e AA1070, após o polimento mecânico, sofreram também ataque químico para uma revelação microscópica dos precipitados. Utilizou-se o seguinte reagente para o ataque químico: 200 ml de água destilada, 1 ml de ácido fluorídrico e duração de 30 segundos. O polimento eletrolítico foi realizado nas seguintes condições: catodo de aço inoxidável; eletrólito composto de 700 ml de álcool etílico, 120 ml de água destilada, 100 ml de butil glicol, 68 ml de ácido perclórico (70%); voltagem de 35 volts e duração de 45 segundos. O ataque eletrolítico (anodização) foi realizado nas seguintes condições: catodo de aço inoxidável; eletrólito composto de 4,5 ml de ácido fluobórico e 200 ml de água destilada; voltagem de 9,8 volts e duração de 240 segundos. Microscopia óptica com luz polarizada foi utilizada para revelação da estrutura dos grãos [Slámová, 2004].

As análises por microscopia eletrônica de varredura foram realizadas em um aparelho modelo XL-30 da Philips. Esse equipamento dispõe dos detectores de elétrons secundários (SE) e elétrons retroespalhados (BSE), além do analisador de raios X por dispersão de energia (EDS).

A condutividade elétrica foi medida com auxílio de um condutivímetro digital de contato. O condutivímetro foi calibrado para fornecer valores de con-

ductividade a 20 °C (em sala com temperatura controlada). O uso desse condutivímetro e o uso de um padrão de alumínio calibrado (em 58,2 % IACS) garantiram a precisão dos resultados. As amostras foram cortadas em 15 x 15 mm e possuíam uma superfície plana, não sendo necessário polimento. Foram feitas 5 medidas para cada amostra.

As medidas de microdureza foram efetuadas com uma carga de 50 gramas e foram feitas em média 15 medidas por amostra. As amostras foram preparadas por polimento eletrolítico, sem ataque.

3. Resultados e discussões

3.1 Análise química

A Tabela 1 apresenta as composições químicas, porcentagem em peso, dos alumínio. As análises foram realizadas em três posições ao longo da espessura na seção transversal em relação à direção de laminação (superfície, a ¼ da espessura e no centro).

Ao analisar a Tabela 1, observa-se que o ferro e o silício são os elementos químicos em maior quantidade nos alumínio AA1050 e AA1070, sendo que o alumínio superpuro é praticamente isento de elementos químicos. Já, no alumínio AA1100, além do ferro e do silício, o percentual de cobre também é representativo.

As diferenças detectadas na composição química dos alumínio de pureza comercial, na superfície, a ¼ da espessura e no centro, estão dentro do erro experimental da análise feita. Portanto a não variação da composição química ao longo da espessura das amostras de alumínio de pureza comercial permite afirmar que o material fundido pelo processo DC, homogeneizado e laminado a quente, não apresenta diferenças significativas na composição química ao longo da espessura, ou seja, as chapas não apresentaram indícios de ocorrência de macrosegregação.

3.2 Microestrutura dos alumínios

A Figura 1 apresenta as micrografias dos alumínios de pureza comercial (AA1100, AA1050 e AA1070), no estado “como recebido”, em microscopia óptica (MO) convencional, e a macrografia do alumínio superpuro (AA1199), no estado “como recebido”.

Os três alumínios de pureza comercial apresentaram precipitados em sua microestrutura alinhados na direção de laminação. Nos alumínios AA1100 e AA1070 foram observados locais de aglomeração de precipitados (Figura 1.a e 1.c) e, no alumínio AA1050, os precipitados se encontraram finamente dispersos pela matriz (Figura 1.b). O alumínio AA1199 (Figura 1.d) apresentou grãos colunares na direção do fluxo de calor, que é normalmente perpendicular à parede do molde, originários da fabricação.

A Figura 2 apresenta as micrografias dos alumínios de pureza comercial no estado “como recebido” e recozidos a 400 °C por 1 e 24 horas, em microscópio eletrônico de varredura (MEV) com auxílio de elétrons retroespalhados. O alumínio superpuro, quando observado em microscópio eletrônico de varredura (MEV), não apresentou precipitados ou inclusões.

A Figura 3 apresenta as microestruturas dos alumínios, no estado “como recebido” e recozidos a 400 °C por 1 e 24 horas, em microscópio óptico (MO) com luz polarizada.

Ao se compararem os alumínios de pureza comercial no estado “como recebido” e após os recozimentos a 400 °C por 1 e 24 horas, foi observado, na Figura 2, que os precipitados estão alinhados na direção de laminação e, na Figura 3, que os alumínios apresentam uma estrutura de grãos com tamanhos e morfologias irregulares. No alumínio AA1199, não foram observadas partículas e observou-se uma estrutura de grãos grosseiros. O alumínio AA1100, no estado “como recebido”, apresentava aglomeração de precipitados no sentido de laminação (Figura 2.a) e deformação residual oriunda da laminação a quente

Tabela 1 - Composições químicas nominais (% em peso), ao longo da espessura, dos alumínios de pureza comercial e na superfície do alumínio superpuro, no estado “como recebido”.

Alumínios	Posição	Elementos				
		% Si	% Fe	% Cu	% Mn	% Mg
AA1100 "como recebido"	Superfície	0,075	0,326	0,088	0,012	0,006
	¼ da espessura	0,076	0,332	0,089	0,012	0,006
	Centro	0,077	0,333	0,09	0,012	0,006
AA1050 "como recebido"	Superfície	0,07	0,236	0,006	0,003	0,001
	¼ da espessura	0,068	0,228	0,006	0,003	0
	Centro	0,068	0,227	0,006	0,003	0
AA1070 "como recebido"	Superfície	0,056	0,224	0,003	0,003	0
	¼ da espessura	0,057	0,223	0,003	0,003	0
	Centro	0,056	0,217	0,003	0,002	0
AA1199 "como recebido"	Superfície	0,002	0,001	-	0,005	-

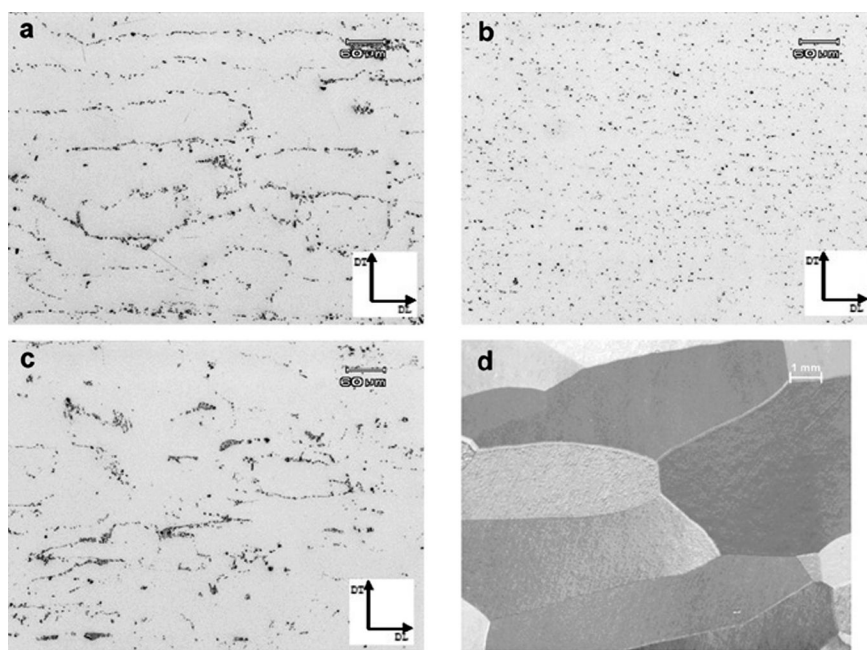


Figura 1 - Micrografias mostrando a distribuição dos precipitados dos alumínios de pureza comercial, no estado “como recebido”, polidos mecanicamente e com ataque químico, com aumento de 100X (MO): a) AA1100, b) AA1050 e c) AA1070; e macrografia mostrando a estrutura do alumínio superpuro no estado “como recebido”, polido mecanicamente e com ataque químico, com aumento de 3,2X (microscópio e estereoscópio binocular): d)AA1199.

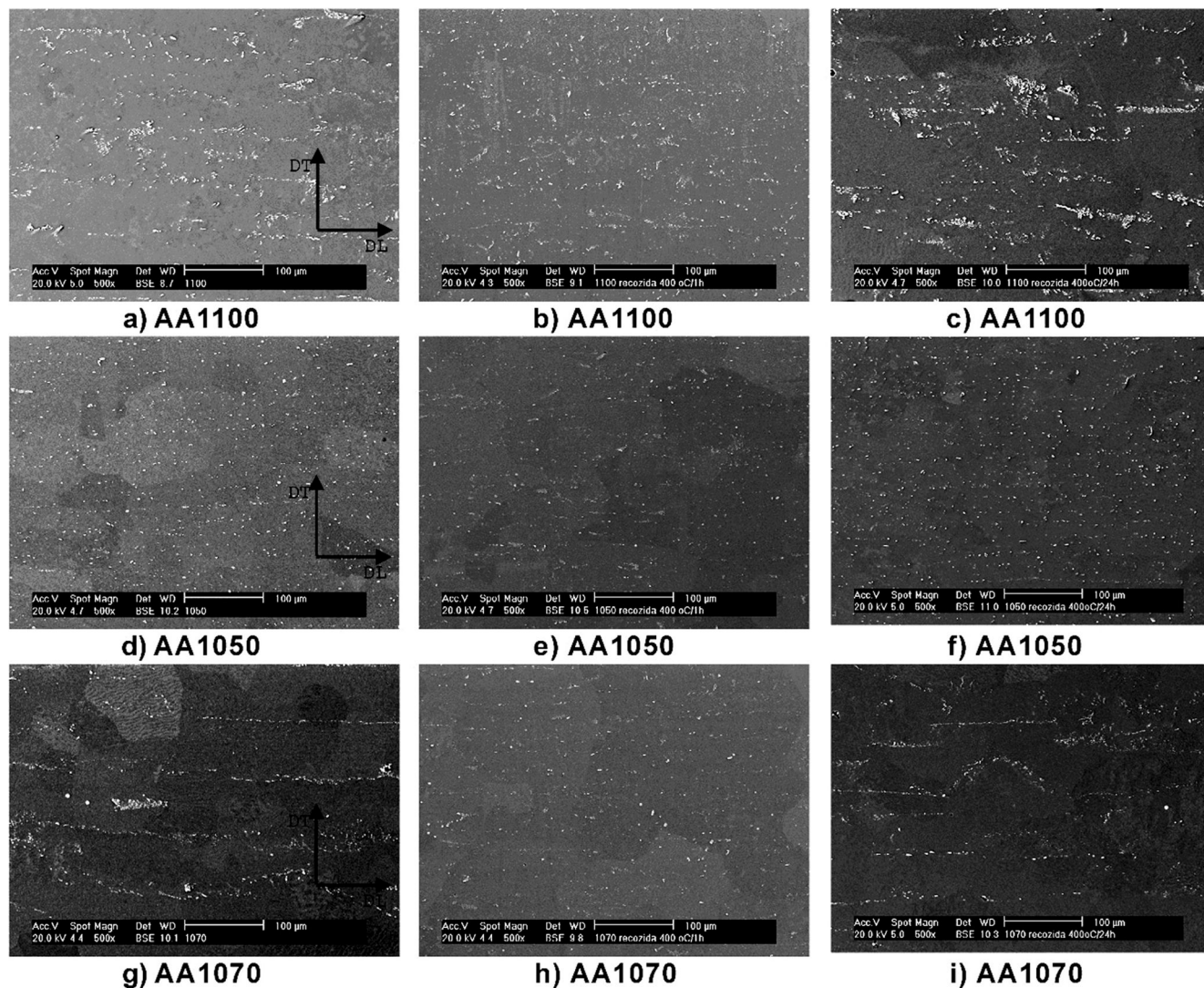


Figura 2 - Micrografias dos alumínios de pureza comercial no estado “como recebido” (a, d, g) e recozidos a 400 °C/ 1 (b, e, h) e 24 h (c, f, i), polidos eletroliticamente sem ataque com aumento de 500X (MEV, imagem de elétrons retroespalhados).

(Figura 3.a), após o recozimento a 400 °C por 1 hora. Os precipitados continuaram com a mesma distribuição, porém a deformação residual não é mais observada (Figura 3.b). O alumínio AA1100 apresenta uma quantidade maior de precipitados, o que estabiliza a microestrutura, impedindo o crescimento do subgrão necessário à nucleação da recristalização [Pimenta, 1986] e gerando um maior tamanho de grão final (Figura 3.b). Já o alumínio AA1050 continuou com o mesmo tamanho de grão antes e depois do recozimento a 400 °C por 1 e 24 horas (Figuras 3.d, 3.e e 3.f), mas os precipitados, ainda alinhados na direção de lami-

nação, se aglomeraram (Figuras 2.d, 2.e e 2.f). O alumínio AA1070 permaneceu com o mesmo tamanho de grão (Figuras 3.g, 3.h e 3.i) e, no estado “como recebido” (Figura 2.g) e recozido por 24 horas (Figura 2.i), os precipitados também estavam alinhados na direção de laminação com muitos locais de aglomerações, mas essa condição não foi observada quando o alumínio foi recozido por 1 hora. Nesse caso, os precipitados ficam finamente dispersos pela matriz com alguns poucos locais de aglomeração.

Na Tabela 2, são apresentados os valores do diâmetro médio dos grãos de cada alumínio no estado “como recebido”.

O alumínio AA1199 apresentou grãos macroscópicos (oligocristalinos) e não passou por processo de refinamento de grão (deformação e recozimento) e foi recebido no estado bruto de fundição (produzido em laboratório). Logo esse tamanho de grão exagerado já era esperado. Conforme mostrado na Tabela 2, o tamanho de grão do alumínio AA1050 é maior do que nos outros alumínios de pureza comercial (AA1100 e AA1070). Isto se deve ao fato de que o alumínio AA1050 possui precipitados finamente dispersos (Figura 1), que interagem com os subcontornos e obstruem

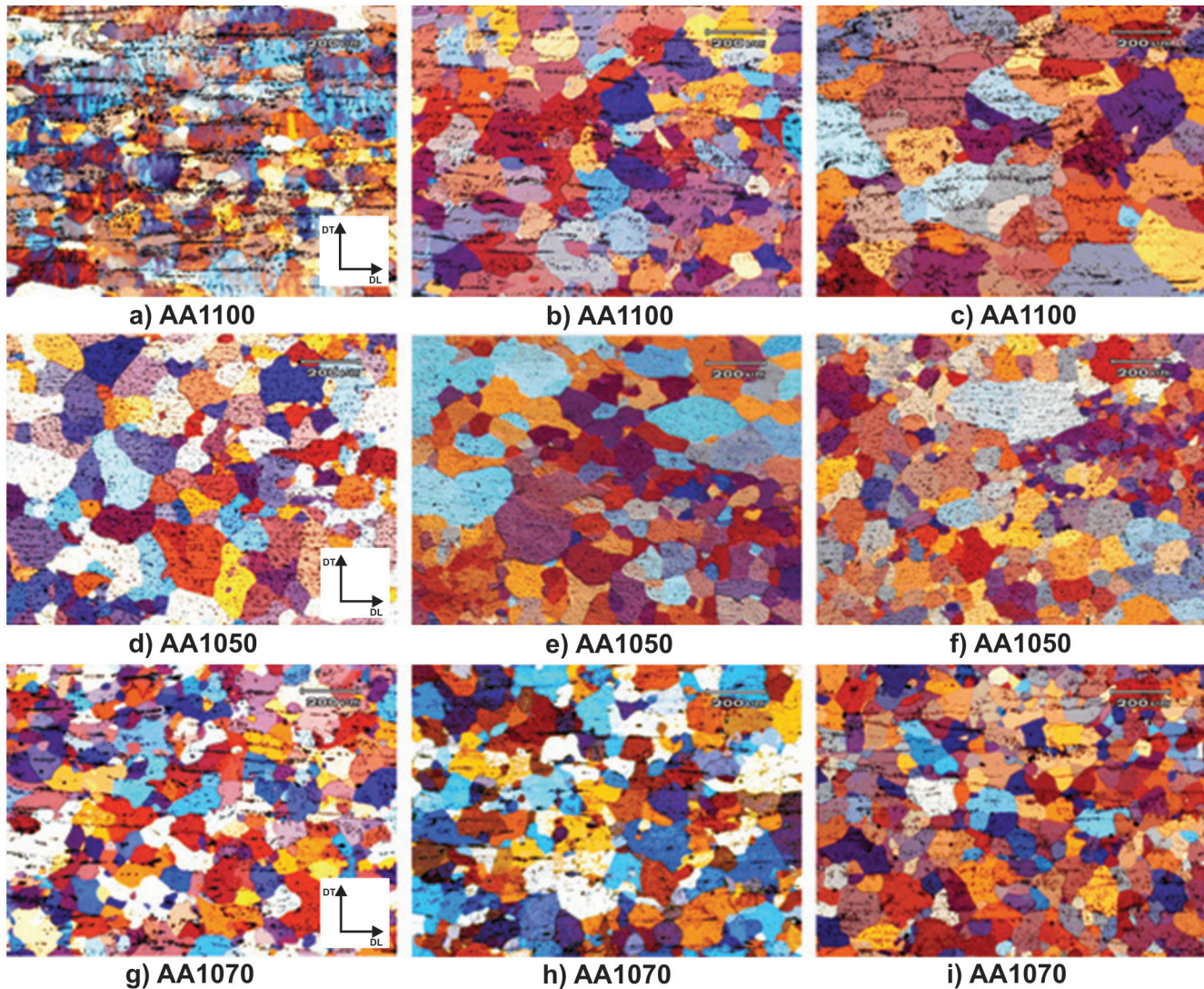


Figura 3 - Microestrutura dos alumínio de pureza comercial, no estado “como recebido” (a, d, g) e recozidos a 400 °C/ 1 (b, e, h) e 24 h (c, f, i), polidos e atacados (anodização) eletroliticamente, com aumento de 50X (MO, luz polarizada).

de forma eficiente a recristalização, tendo como resultado um maior tamanho médio de grão e um desvio-padrão também maior do que nos outros alumínio.

3.3 Condutividade elétrica e microdureza

Os resultados das medidas de condutividade elétrica e microdureza, para cada alumínio, são apresentados na Figura 4 e 5.

Tabela 2 - Diâmetro médio dos grãos de cada alumínio no estado “como recebido”.

Material	Diâmetro médio (μm)	Tamanho ASTM
AA1100	$78,3 \pm 4,9$	$4,1 \pm 0,2$
AA1050	$80,1 \pm 6,3$	$4,1 \pm 0,2$
AA1070	$63,1 \pm 4,9$	$4,7 \pm 0,2$
AA1199	$12,0 \times 10^3$	M-3,2

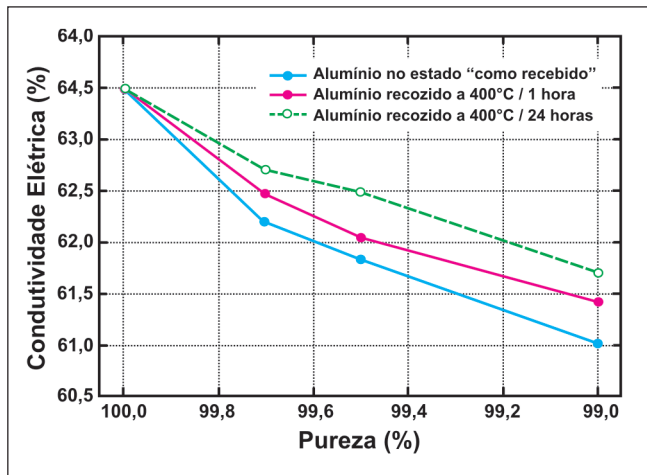


Figura 4 - Condutividade elétrica dos alumínio no estado "como recebido" e após recozimento a 400 °C por 1 e 24 horas, em função da pureza do alumínio.

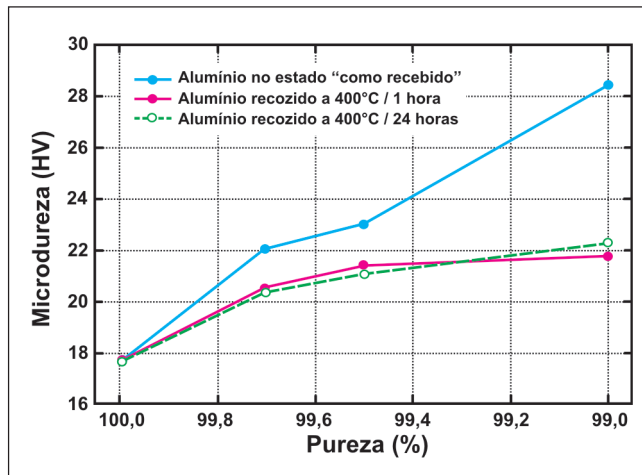


Figura 5 - Microdureza dos alumínio no estado "como recebido" e após recozimento a 400 °C por 1 e 24 horas, em função da pureza do alumínio.

As medidas de condutividade elétrica são muito sensíveis à concentração de defeitos puntiformes, especialmente de átomos de soluto em solução sólida. Conforme esperado, com o aumento da quantidade de impurezas, constatou-se uma diminuição da condutividade elétrica (Figura 4). Ao se compararem os alumínio no estado "como recebido" com os alumínio recozidos a 400 °C por 1 hora, a condutividade elétrica aumentou, por causa da diminuição da quantidade de soluto em solução sólida, ou seja, ocorreu precipitação, já que as impurezas em solução sólida diminuem mais a condutibilidade do que quando são precipitados em determinada solução. Para tempos mais longos (24 horas), ocorreu uma maior diminuição da quantidade de soluto em solução sólida e maior aumento da condutividade elétrica. As modificações microestruturais que os precipitados sofreram durante o recozimento devem ser estudadas em detalhe com auxílio de outras técnicas experimentais. A Figura 5 mostra que o recozimento a 400 °C por 1 hora causou eliminação de defeitos cristalinos e amolecimento. Ao se compararem os alumínio recozidos a 400 °C por 1 hora e 24 horas, não foram detectadas mudanças significativas nas medidas de dureza.

4. Conclusões

Após laminação a quente, o grupo de alumínio comercialmente puros (AA1070, AA1050 e AA1100) apresentou dureza crescente e condutividade elétrica decrescente com o aumento da quantidade total de soluto. Enquanto as variações de dureza estão relacionadas com as quantidades de precipitados e de defeitos cristalinos, as variações de condutividade estão relacionadas, principalmente, com a concentração de soluto em solução sólida. Os tamanhos de grão dos alumínio AA1100 e AA1050 foram similares, enquanto o alumínio AA1070 apresentou o menor tamanho de grão. O alumínio superpuro (AA1199) apresentou grãos macroscópicos e não apresentou precipitados em sua microestrutura, porém os outros alumínio apresentaram precipitados alinhados na direção de laminação. Após recozimento a dureza diminuiu enquanto a condutividade elétrica aumentou.

5. Agradecimentos

Os autores agradecem à Companhia Brasileira de Alumínio (CBA) e ao Dr. Eider Simielli da Alcoa americana (alumínio superpuro) pelos materiais cedidos e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pela bolsa de doutorado concedida a Janaina da Costa Pereira Torres de Oliveira (processo número 141981/2005-9).

6. Referências bibliográficas

- KARHAUSEN, K. F., KORHONEN, A. S. Rolling of Aluminum. In: *Handbook of Aluminum*, New York, Taylor & Francis, v. 1, p. 351-383, 2003.
- PIMENTA, F. C., ARRUDA, A. C. F., PADILHA, A. F. Resistance to recrystallization in Al-1 percent Mn alloys. *Zeitschrift für Metallkunde*, v. 77, n. 8, p. 522-528, 1986.
- POLMEAR, J. *Light alloys metallurgy of the light metals*. (2. ed.). London: Edward Arnold, 1989, p.54-143.
- SLÁMOVÁ, M., OËENÁŠEK, V., VOORT, G. V. Polarized light microscopy: utilization in the investigation of the recrystallization of aluminum alloys. *Materials Characterization*, v. 52, n. 3, p. 165-177, 2004.

Artigo recebido em 07/04/2008 e aprovado em 05/06/2009.