



**Ana Luiza de Andrade Rocha**

**Estabilidade microestrutural da liga Al – 2,4 Li – 1,2 Cu –  
0,6 Mg – 0,12 Zr (8090) submetida a tratamentos de  
retrogressão e reenvelhecimento**

**Dissertação de Mestrado**

Dissertação apresentada ao programa de Pós-graduação em Ciências dos Materiais e Metalurgia da PUC-Rio como parte dos requisitos para obtenção do grau de Mestre em Engenharia de Materiais e Metalurgia.

Orientador: Guillermo Solórzano

Co-Orientador: Fathi Darwish

Rio de Janeiro

**Abril de 2003**



**Ana Luiza de Andrade Rocha**

**Estabilidade microestrutural da liga Al – 2,4 Li – 1,2 Cu –  
0,6 Mg – 0,12 Zr (8090) submetida a tratamentos de  
retrogressão e reenvelhecimento**

Dissertação apresentada ao programa de Pós-graduação  
em Ciências dos Materiais e Metalurgia da PUC-Rio  
como parte dos requisitos para obtenção do título de  
Mestre em Engenharia de Materiais e Metalurgia.

**Prof. Ivan Guillermo Solórzano Naranjo**

Orientador

Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia – PUC-Rio

**Prof. Fathi Aref Darwish**

Co-orientador

Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia – PUC-Rio

**Prof. Roberto Ribeiro Avillez**

Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia – PUC-Rio

**Prof. Luiz Carlos Pereira**

COPPE/UFRJ

**Prof. Ney Augusto Dumont**

Coordenador Setorial do Centro Técnico Científico – PUC-Rio

Rio de Janeiro, 30 de Abril de 2003

**Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem a autorização da universidade, do autor e do orientador.**

**Ana Luiza de Andrade Rocha**

Engenharia metalúrgica formada pela Universidade Estadual do Norte Fluminense (UNF) em 2000.

Ficha Catalográfica

Rocha, Ana Luiza de Andrade

Estabilidade microestrutural da liga Al – 2,4 Li – 1,2 Cu – 0,6 Mg – 0,12 Zr (8090) submetida a tratamentos de retrogressão e reenvelhecimento / Ana Luiza de Andrade Rocha; orientador: Guillermo Solórzano; co-orientador: Fathi Darwish. – Rio de Janeiro : PUC, Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia, 2003.

[15], 94 f. : il. ; 30 cm

Dissertação (mestrado) – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia.

Inclui referências bibliográficas.

1. Ciência dos materiais e metalurgia – Teses.  
2. Retrogressão. 3. Reenvelhecimento. 4. Endurecimento por precipitação. 5. Estabilidade microestrutural. I. Solórzano, Guillermo. II. Darwish, Fathi. III. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia. IV. Título.

CDD: 669

Para meus pais, Elisabeth e Roberto,  
pelo apoio e confiança

## Agradecimentos

Ao professor Guillermo Solórzano pelo estímulo e oportunidade de realizar este trabalho.

Ao professor Fathi Darwish pelas valiosas discussões, dedicação e incentivo.

A Paulo Fernando Costa pelo grande trabalho fotográfico.

Aos funcionários Marcelo, Vitor Hugo, Celina, Amarildo e Luzinete pela valiosa ajuda e amizade.

Ao Instituto Militar de Engenharia, especialmente ao Capitão Pinto, pela atenção e realização das análises de EBSD.

Aos colegas da PUC pelo incentivo, especialmente Mônica, Janaina, Marcos, Érika e Fabiana.

A aluna de iniciação científica Cláudia Leitão pela ajuda na preparação de amostras.

Ao CNPq pelo suporte financeiro.

A todos aqueles que de alguma forma contribuíram para a realização deste trabalho.

## Resumo

Rocha, Ana Luiza; Solórzano, Guillermo. **Estabilidade microestrutural da liga Al - 2,4 Li – 1,2 Cu – 0,6 Mg - 0,12 Zr (8090) submetida a tratamentos de retrogressão e reenvelhecimento.** Rio de Janeiro, 2003. Rio de Janeiro, 2003. 92 p. Dissertação de Mestrado – Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

O objetivo deste trabalho é avaliar a estabilidade microestrutural da liga 8090 (Al-Li-Cu-Mg-Zr) submetida a tratamentos térmicos de retrogressão e reenvelhecimento em diferentes condições de tempo e temperatura. Caracterização da morfologia e da estabilidade das fases endurecedoras foi realizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV), utilizando a técnica EBSD (Electron Backscattering Diffraction). Microscopia eletrônica de transmissão (MET) foi também usada devido a ordem de grandeza nanométrica das fases precipitadas. Os resultados obtidos foram correlacionados com as propriedades mecânicas através de ensaios de microdureza e tração. Foi observado que a microestrutura da liga 8090 é estável, tanto na sua constituição policristalina quanto na sua microestrutura. O efeito de textura em virtude da deformação sofrida durante o processo de laminação permanece após o tratamento de retrogressão. Além disso, a evolução dos estágios de precipitação é pouco perceptível até o pico de endurecimento. As fases predominantes nesta liga são as fases  $\delta'$  ( $\text{Al}_3\text{Li}$ ),  $\beta'$  ( $\text{Al}_3\text{Zr}$ ) e  $T_1$  ( $\text{Al}_2\text{CuLi}$ ). Durante um reenvelhecimento mais prolongado é observado a precipitação da fase S ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ) e do precipitado duplex  $\delta'/\beta'$ . Os ensaios de tração indicam a ocorrência do efeito Portevin-Le Chatelier para as amostras como recebida e envelhecidas a curtos intervalos de tempo. Este fenômeno dinâmico é resultado da interação de discordâncias com átomos de soluto e partículas de segunda fase.

## Palavras-chave

Retrogressão; reenvelhecimento; endurecimento por precipitação; estabilidade microestrutural.

## Abstract

Rocha, Ana Luiza; Solórzano, Guillermo. (advisor). **Microstructural Stability of Al – 2.4 Li - 1.2 Cu – 0.6Mg – 0.12 Zr alloy (8090) subjected to retrogression and reaging treatments.** Rio de Janeiro, 2003. Rio de Janeiro, 2003. 92 p. MSc. Dissertation – Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

The purpose of this work is to evaluate the microstructural stability of alloy 8090 (Al-Li-Cu-Mg-Zr) when submitted to heat treatments of retrogression and reaging at different temperatures and for different time intervals. Characterization of the morphology and stability of the second phases was carried out by scanning electron microscopy (SEM), making use of the electron backscattering diffraction (EBSD) technique. Transmission electron microscopy (TEM) was also used for this purpose in virtue of the nanometric size of the second phases precipitated in the alloy. The results obtained were correlated with the mechanical properties determined by means of microhardness measurements as well as tensile tests. It was noted that the alloy exhibits a remarkable stability, not only in regard to its polycrystalline composition but also to its microstructure. The deformation texture introduced in the alloy due to its fabrication process (rolling) was found to persist after the retrogression treatment. In addition, the evolution of precipitation stages did not vary considerably until the peak aging was reached. The main phases observed in the alloy were the phases  $\delta'$  ( $\text{Al}_3\text{Li}$ ),  $\beta'$  ( $\text{Al}_3\text{Zr}$ ) and  $T_1$  ( $\text{Al}_2\text{CuLi}$ ). During extended reaging, one can observe the precipitation of other phases such as S ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ) and the duplex phase  $\delta'/\beta'$ . The tensile results indicated the occurrence of Portevin-Le Chatelier effect for the alloy in the as-received and short time reaged conditions. This dynamic effect, results from the interaction of dislocations with solute atoms as well as second phases particles.

## Keywords

Retrogression; reaging; precipitation hardening; microstructural stability.

# Sumário

<b>1. Introdução</b>	<b>16</b>
<b>2. Revisão Bibliográfica</b>	<b>19</b>
<b>2.1. Precipitação de soluções sólidas</b>	<b>19</b>
<b>2.2. Nucleação homogênea e heterogênea</b>	<b>24</b>
<b>2.3. Papel das interfaces na nucleação no estado sólido</b>	<b>26</b>
<b>2.4. Formação de fases metaestáveis e endurecimento por precipitação</b>	<b>28</b>
<b>2.5. Coalescimento de precipitados</b>	<b>31</b>
<b>2.6. Dissolução de precipitados</b>	<b>32</b>
<b>2.7. Liga a base de Al-Li</b>	<b>34</b>
<b>2.7.1. Sistema binário Al-Li</b>	<b>36</b>
<b>2.7.2. Sistema ternário Al-Li-Zr</b>	<b>37</b>
<b>2.7.3. Sistema ternário Al-Li-Cu</b>	<b>38</b>
<b>2.7.4. Sistema ternário Al-Li-Mg</b>	<b>39</b>
<b>2.7.5. Sistema Al-Li-Cu-Mg-Zr</b>	<b>40</b>
<b>2.7.6. Liga 8090</b>	<b>41</b>
<b>2.8. Microscopia eletrônica de varredura</b>	<b>42</b>
<b>2.9. Microscopia eletrônica de transmissão</b>	<b>44</b>
<b>2.9.1. Fundamentos do MET</b>	<b>44</b>
<b>2.9.2. Microanálise no MET</b>	<b>47</b>
<b>3. Procedimento Experimental</b>	<b>49</b>
<b>3.1. Liga Utilizada</b>	<b>49</b>
<b>3.2. Tratamentos Térmicos</b>	<b>49</b>
<b>3.3. Ensaio Mecânicos</b>	<b>51</b>
<b>3.4. Ensaio de Microdureza</b>	<b>52</b>
<b>3.5. Análise Metalográfica</b>	<b>52</b>
<b>3.6. Preparação de amostras para Microscopia Eletrônica de Trasmissão</b>	<b>53</b>
<b>4. Resultados e Discussão</b>	<b>55</b>



<b>4.1. Ensaio de Tração Uniaxial</b>	55
<b>4.1.1. Modelagem das curvas de escoamento</b>	58
<b>4.2. Ensaio de Microdureza</b>	65
<b>4.3. Microscopia ótica</b>	69
<b>4.4. Microscopia eletrônica</b>	
<b>4.4.1. Microscopia Eletrônica de Varredura</b>	74
<b>4.4.2. Microscopia Eletrônica de Transmissão</b>	79
<b>5. Conclusões</b>	99
<b>6. Sugestões para Trabalhos Futuros</b>	101
<b>7. Referências Bibliográficas</b>	102
<b>8. Apêndice - Cálculo dos valores de <math>\sigma</math> e <math>\epsilon</math></b>	106

## Lista de Figura

Figura 2.1 - Diagrama de fases hipotético de componentes A e B.	20
Figura 2.2 - Fração volumétrica de precipitados formados em função do tempo.	21
Figura 2.3 - Curva esquemática TTT - tempo de nucleação para cada temperatura.	22
Figura 2.4 - Curva esquemática de envelhecimento apresentando o fenômeno de superenvelhecimento.	22
Figura 2.5 - Gráfico da energia livre em função do raio do precipitado.	25
Figura 2.6 - Gráfico da energia livre em função da temperatura.	25
Figura 2.7 - Tipos de interfaces: a) coerente b) semicoerente e c) incoerente.	27
Figura 2.8 - Dureza x tempo de envelhecimento.	29
Figura 2.9 – Energia total da matriz + precipitado versus precipitado para precipitados esféricos coerentes e não coerentes.	30
Figura 2.10 - A origem do coalescimento de partículas. A partícula $\beta$ com um raio de curvatura maior ( $r_2$ ) tem uma energia livre molar maior que $\beta$ ( $r_1$ ).	32
Figura 2.11 - Comparação esquemática entre crescimento e dissolução de precipitados mostrando a evolução com o tempo dos campos de concentração em torno do precipitado resultado da diferença do raio inicial.	33
Figura 2.12 - Velocidade de dissolução como função do tamanho do precipitado (ou tempo de dissolução) para um precipitado esférico (linhas sólidas) e um precipitado planar (linha tracejada). No caso da partícula esférica, uma reação interfacial reduz drasticamente a velocidade nos tempos iniciais enquanto que efeitos da curvatura aumentam a velocidade para longos tempos.	34
Figura 2.13 - Diagrama de fases binário Al-Li.	36
Figura 2.14 – Esquema geral do MEV.	43
Figura 2.15 – Esquema experimental utilizado para análise EBSD.	44
Figura 2.16 - Esquema geral do MET.	46
Figura 2.17 - Espectro EDS de uma amostra de alumínio puro.	48

Figura 2.1 8 – Diagrama de fases Al-Li determinado por EELS, mostrando a variação do conteúdo de lítio na fase metaestável $Al_3Li$ ( $\delta'$ ) a medida em que a temperatura aumenta.	48
Figura 3.1 - Esquema do tratamento de solubilização + têmpera + envelhecimento.	51
Figura 3.2 - Esquema do tratamento de envelhecimento direto.	51
Figura 4.1 - Curvas de tensão-deformação para a liga 8090 nas condições (a) como recebida; (b) solubilizada e envelhecida a $T_1$ durante 10 minutos; (c) solubilizada e envelhecida a $T_2$ durante 10 minutos e (d) solubilizada e envelhecida a $T_2$ durante 5000 minutos.	57
Figura 4.2 – Variação do limite de escoamento em função dos diferentes tempos de envelhecimento para $T_1$ e $T_2$ .	63
Figura 4.3 – Variação do limite de resistência em função dos diferentes tempos de envelhecimento para $T_1$ e $T_2$ .	63
Figura 4.4 – Variação do alongamento em função dos diferentes tempos de envelhecimento para $T_1$ e $T_2$ .	64
Figura 4.5 – Variação da taxa de alongamento calculada para os diferentes tempos de envelhecimento utilizando valores de engenharia e valores reais.	64
Figura 4.6 - Microdureza das amostras solubizadas + temperadas + envelhecidas a temperaturas de 150 e 200°C durante tempos de 10, 100 e 1000 minutos.	67
Figura 4.7 - Curvas de microdureza para as amostras envelhecidas diretamente.	68
Figura 4.8 – Micrografia da liga 8090 como recebida –Seção de topo. Aumento de 50X.	70
Figura 4.9 – Micrografia da liga 8090 como recebida –Seção de topo. Aumento de 500X.	71
Figura 4.10 – Micrografia da liga 8090 como recebida –Seção de topo. Aumento de 100X.	71
Figura 4.11 – Micrografia da liga 8090 como recebida –Seção transversal. Aumento de 100X.	72
Figura 4.12 – Micrografia da liga 8090 solubilizada a 550°C durante 1 hora – Seção de topo. Aumento de 200X.	72
Figura 4.13 – Micrografia da liga 8090 tratada a 200°C durante 1000	

minutos – Seção de topo. Aumento de 200X.	73
Figura 4.14 – Micrografia da liga 8090 solubilizada a 550 <sup>o</sup> C durante 1 hora e envelhecida a 200 <sup>o</sup> C durante 500 minutos – Aumento de 200X.	73
Figura 4.15 – MEV. Amostra tratada 200 <sup>o</sup> C durante 100 minutos. Elétrons secundários. Seção de topo. Aumento 1000X.	76
Figura 4.16 - MEV. Amostra tratada 200 <sup>o</sup> C durante 1000 minutos mostrando a presença de precipitação grosseira nos contornos de grão. Seção de topo. Aumento 2000X.(a) Elétrons secundários e (b) elétrons retroespalhados.	76
Figura 4.17 – Mapa de orientação da amostra como recebida (a) seção de topo; (b) seção transversal; (c) triângulo unitário de referência das cores utilizadas.	77
Figura 4.18 – Mapa de orientação da amostra nas condições (a) solubilizada; (b) solubilizada e envelhecida a 200 <sup>o</sup> C durante 5000 minutos. O triângulo unitário da Figura 4.17 deve ser utilizado para interpretação das figuras (a) e (b).	77
Figura 4.19 – Diagrama de barras mostrando o tamanho de grão calculado para a liga 8090 nas condições como recebida, solubilizada e solubilizada e envelhecida a 200 <sup>o</sup> C durante 5000 minutos.	78
Figura 4.20 -Imagem em campo claro em baixo aumento da liga 8090 apresentando a microestrutura de grãos alongados e subgrãos.	79
Figura 4.21 - Micrografia da liga como recebida condição metalúrgica T3. (a) Imagem em campo claro mostrando alguns precipitados $\beta'$ e (b) figura de difração.	80
Figura 4.22 -Micrografia em campo claro da liga como recebida mostrando finas plaquetas correspondentes à fase T <sub>1</sub> . (Al <sub>2</sub> CuLi).	81
Figura 4.23 – (a) Micrografia em campo claro da amostra como recebida apresentando discordâncias e precipitação das fases T <sub>1</sub> e $\beta'$ e (b) figura de difração.	81
Figura 4.24 – (a) Micrografia em campo claro da amostra na condição como solubilizada apresentando contornos de grão de baixo e alto ângulo e precipitados $\beta'$ de tamanho nanométrico.	82
Figura 4.25 – (a) Micrografia em campo claro da amostra após tratamento de retrogressão. Pode-se notar que a fase $\beta'$ não é dissolvida após o tratamento de 60 minutos a 550 <sup>o</sup> C.	83

- Figura 4.26 – (a) Micrografia em campo claro da liga solubilizada e envelhecida a 150<sup>o</sup>C durante 10 minutos apresentando a fase  $\beta'$  e (b) figura de difração. 84
- Figura 4.27 – Micrografia em campo claro da liga solubilizada e envelhecida a 150<sup>o</sup>C durante 10 minutos apresentando alta densidade de discordâncias e precipitação de  $\beta'$ . 84
- Figura 4.28 – Micrografia da liga solubilizada e envelhecida a 150<sup>o</sup>C durante 10 minutos apresentando arranjos de discordâncias e discordâncias no interior do grão. (a) campo claro, (b) campo escuro e (c) figura de difração. 85
- Figura 4.29 – Micrografia em campo claro da liga solubilizada e envelhecida a 200<sup>o</sup>C durante 10 minutos apresentando a precipitação da fase  $\beta'$  e  $\delta'$ . 86
- Figura 4.30 – Par de micrografias campo claro/ campo escuro da liga solubilizada e envelhecida a 150<sup>o</sup>C durante 100 minutos. Nota-se a presença da fase  $\beta'$  e em maior quantidade e a presença dos precipitados esféricos pequenos correspondentes à fase  $\delta'$ . 87
- Figura 4.31 – Micrografias em campo escuro da liga solubilizada e envelhecida a 200<sup>o</sup>C durante 100 minutos apresentando: (a) precipitação das fases  $\beta'$  ( $Al_3Zr$ ) e  $\delta'$  ( $Al_3Li$ ), (b) campos de deformação de coerência em torno dos precipitados, (c) precipitados ancorando discordâncias e (d) precipitados correspondentes à fase  $T_1$ . 88
- Figura 4.32 – Micrografia da liga solubilizada e envelhecida a 200<sup>o</sup>C durante 100 minutos. (a) imagem em campo claro apresentando a precipitação e (b) figura de difração. 89
- Figura 4.33 – Micrografia da liga solubilizada e envelhecida a 150<sup>o</sup>C durante 1000 minutos apresentando subgrãos limitados por empilhamento de discordâncias, precipitação da fase esférica  $\delta'$  e dos precipitados duplex  $\delta' / \beta'$ . (a) campo claro; (b) campo escuro e (c) ampliação apresentando os precipitados duplex  $\delta' / \beta'$ . 90
- Figura 4.34 – Micrografia da liga solubilizada e envelhecida a 150<sup>o</sup>C durante 1000 minutos onde é possível observar a presença da fase  $\delta'$  (a) campo claro e (b) figura de difração de área selecionada apresentado reflexões correspondentes a matriz e outras correspondentes as partículas de segunda fase.

partículas de segunda fase.	91
Figura 4.35 – Micrografia em baixo aumento da liga solubilizada e envelhecida a 200 <sup>o</sup> C durante 1000 minutos apresentando uma copiosa precipitação da fase $\delta'$ . (a) campo claro e (b) campo escuro.	92
Figura 4.36 – Micrografia em campo escuro da liga solubilizada e envelhecida a 200 <sup>o</sup> C durante 1000 minutos apresentando a fase $T_1$ alinhada no contorno de grão.	93
Figura 4.37 – Micrografia em baixo aumento da liga solubilizada e envelhecida a 150 <sup>o</sup> C durante 5000 minutos apresentando contorno de grão de baixo ângulo uma copiosa precipitação da fase $\delta'$ .(a) campo claro e (b) campo escuro.	94
Figura 4.38 – Micrografia da liga solubilizada e envelhecida a 150 <sup>o</sup> C durante 5000 minutos apresentando precipitação da fase S e discordâncias estendidas.	94
Figura 4.39 – Micrografia da liga solubilizada e envelhecida a 150 <sup>o</sup> C durante 5000 onde se observa a acomodação das discordâncias no contorno de subgrão pelo precipitado. (a) campo escuro e (b) figura de difração de área selecionada.	95
Figura 4.40 – Micrografia da liga solubilizada e envelhecida a 200 <sup>o</sup> C durante 5000 onde se observa uma copiosa precipitação da fase $\delta'$ e a presença de discordâncias estendidas na matriz. (a) campo claro, (b) campo escuro e (c) figura de difração de área selecionada.	96
Figura 4.41 – Par de micrografias campo claro/ campo escuro da liga solubilizada e envelhecida a 200 <sup>o</sup> C durante 5000 minutos apresentando o engrossamento dos precipitados.	96
Figura 4.42 – Interação de uma discordância com uma inclusão de ferro na liga envelhecida a 150 <sup>o</sup> C durante 5000 minutos. (a) campo claro, (b) campo escuro com a reflexão do precipitado, (c) campo escuro com a reflexão da matriz e (d) figura de difração de área selecionada.	97
Figura 4.43 – Espectro EDS correspondente a inclusão da figura 4.42.	98

## Lista de Tabela

Tabela 3.1 - Tratamentos térmicos utilizados no estudo da liga 8090.	50
Tabela 3.2 - Composição química da liga 8090 (% em peso).	50
Tabela 4.1 - Resultados do ensaio de tração para amostras solubilizadas + temperadas + envelhecidas a 150 e 200 <sup>o</sup> C.	62
Tabela 4.2 - Resultados dos cálculos da taxa média de encruamento, n, k e r <sup>2</sup> .	62