



Universidade Federal
do Rio de Janeiro

Escola Politécnica

ESTUDO DA PRECIPITAÇÃO EM LIGA AA6061 SUBMETIDA À DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA

Lucas Vinícius Valladares Labandeira

Projeto de Graduação apresentado ao Curso de Engenharia Metalúrgica da Escola Politécnica, Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Engenheiro Metalúrgico.

Orientador: Juan Carlos Garcia de Blas

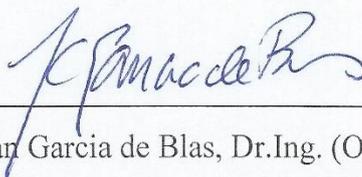
Rio de Janeiro
Fevereiro de 2018

**ESTUDO DA PRECIPITAÇÃO EM LIGA AA6061 SUBMETIDA À DEFORMAÇÃO
PLÁSTICA SEVERA**

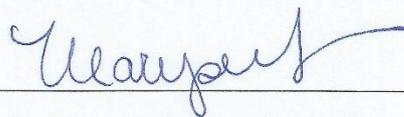
Lucas Vinícius Valladares Labandeira

PROJETO DE GRADUAÇÃO SUBMETIDO AO CORPO DOCENTE DO CURSO DE ENGENHARIA METALÚRGICA DA ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE ENGENHEIRO METALÚRGICO.

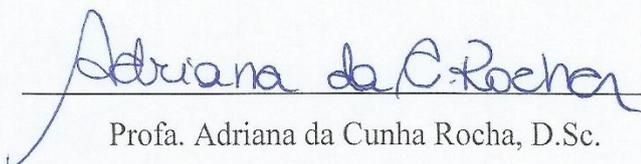
Examinado por:



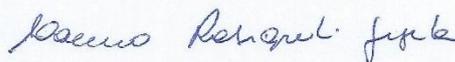
Prof. Juan Garcia de Blas, Dr.Ing. (Orientador)



Profa. Marysilvia Ferreira da Costa, D.Sc.



Profa. Adriana da Cunha Rocha, D.Sc.



Laércio Rosignoli Guzela, M.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL

FEVEREIRO DE 2018

Labandeira, Lucas Vinícius Valladares

Estudo da precipitação em liga AA6061 submetida à deformação plástica severa/ Lucas Vinícius Valladares Labandeira. – Rio de Janeiro: UFRJ/ Escola Politécnica, 2018.

XIII, 59 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Juan Carlos Garcia de Blas.

Projeto de Graduação – UFRJ/ Escola Politécnica/ Curso de Engenharia Metalúrgica, 2018.

Referências Bibliográficas: p. 56-59.

1. Liga de alumínio 6061. 2. Deformação Plástica Severa. 3. Precipitação dinâmica. 4. Envelhecimento Natural. I. Blas, Juan Carlos Garcia de. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola Politécnica, Curso de Engenharia Metalúrgica. III. Estudo da precipitação em liga AA6061 submetida à deformação plástica severa.

Dedico este trabalho aos meus pais, Eloiza Maria e Antonio Avelino.

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais e família, por todos os ensinamentos, todos os momentos compartilhados e por tudo que fizeram e ainda fazem por mim.

Ao professor Juan Carlos, pela oportunidade, pelos ensinamentos e paciência na condução deste trabalho.

Ao Laércio Rosignoli, por todas as explicações, ajuda e acompanhamento diário das atividades envolvidas neste trabalho.

À professora Renata Simão, pelo carinho, gentileza e compreensão nas horas de maior necessidade.

À professora Gabriela Ribeiro, pela oportunidade de estágio no LNDC onde pude adquirir mais conhecimento e fazer novas amizades.

Aos professores do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, por todos esses anos de estudo e aprendizado, em especial aos professores Dilson Silva, Ericksson Rocha, Giselle Mattos, Luiz Carlos e Paula Jardim.

Ao João, técnico do Laboratório de Tratamentos Termomecânicos, por toda ajuda e serviço prestado durante a realização dos ensaios.

Ao Rodrigo Vital da secretaria do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, por toda ajuda prestada, dúvidas sanadas, disponibilidade e atenção dada aos alunos de graduação.

Aos meus amigos da UFRJ, Ana Beatriz, Antonio Pedro, Fernanda Mesquita, Filipe Viana, Gabriel Castineira, Juliana Santana e Paulo Sérgio.

Ao Matheus Campolina, professor de metalurgia no Departamento de Engenharia Mecânica do CEFET-RJ e aluno de doutorado pela COPPE-UFRJ, pela simpatia e ajuda nas medidas de microdureza Vickers.

À professora Marysilvia Ferreira e aos alunos e funcionários do Laboratório de Polímeros do DMM, Fabio Bruno, Leilane Cirilo e Maria Marjoire, pela ajuda e orientação a respeito dos resultados de DSC.

À professora Adriana Rocha, pelo interesse e disponibilidade em participar da banca examinadora deste trabalho.

Às minhas amigas, Johanna Pacheco, Iane Soares e Mónica Arenas do LNDC onde realizei meu estágio.

Aos colegas que, de uma forma ou de outra, contribuíram para que eu pudesse chegar até aqui e fizeram desta caminhada algo mais agradável e até mesmo divertida.

Resumo do Projeto de Graduação apresentado ao DMM/EP/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Engenheiro Metalúrgico.

ESTUDO DA PRECIPITAÇÃO EM LIGA AA6061 SUBMETIDA À DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA

Lucas Vinícius Valladares Labandeira

Fevereiro de 2018

Orientador: Juan Carlos Garcia de Blas

Curso: Engenharia Metalúrgica

A liga de alumínio 6061 é de grande interesse comercial devido às suas aplicações estruturais, apresentando boa tenacidade e resistência mecânica moderada. A deformação plástica severa (DPS) por extrusão angular em canal (EAC) vem sendo usada para obter um extraordinário refino de grão, levando a melhores propriedades mecânicas. É o processo de DPS mais atrativo quando se trata de aplicações industriais e processamento contínuo. Neste trabalho a liga de Al-Mg-Si 6061 foi processada por EAC até 4 passes a partir de duas condições: solubilizada e estabilizada. A caracterização foi feita através de ensaios de dureza Vickers e calorimetria diferencial de varredura. As curvas de DSC das amostras deformadas solubilizadas indicam a ocorrência de precipitação dinâmica. Tratamentos anisotérmicos foram conduzidos a fim de usar o método de NIX e GAO (1998) para estimar a densidade de discordâncias das amostras deformadas estabilizadas. Envelhecimento natural foi observado na amostra solubilizada não deformada em temperatura ambiente constante.

Palavras-chave: liga de alumínio 6061, deformação plástica severa, precipitação dinâmica, envelhecimento natural.

Abstract of Undergraduate Project presented to DMM/EP/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Metallurgical Engineer.

STUDY OF PRECIPITATION IN AA6061 ALLOY SUBJECTED TO SEVERE PLASTIC DEFORMATION

Lucas Vinícius Valladares Labandeira

February 2018

Advisor: Juan Carlos Garcia de Blas

Course: Metallurgical Engineering

The 6061 aluminum alloy is of great commercial interest due to its structural applications, presenting good toughness and medium strength. Severe plastic deformation (SPD) by equal channel angular pressing (ECAP) has been used to obtain a remarkable grain refinement, leading to superior mechanical properties. It's the most attractive SPD process when it comes to industrial applications and continuous procedure. In this work the Al-Mg-Si 6061 alloy was processed by ECAP up to 4 passes from two initial conditions: as-solutionized and stabilized. The characterization was performed by Vickers hardness test and differential scanning calorimetry. DSC curves of the deformed as-solutionized samples indicate the occurrence of dynamic precipitation. Non isothermal treatments were conducted in order to use the NIX and GAO (1998) model to estimate the dislocation density of the deformed stabilized samples. Natural aging was observed for non-deformed as-solutionized sample at constant room temperature.

Keywords: 6061 aluminum alloy, severe plastic deformation, dynamic precipitation, natural aging.

SUMÁRIO

1.	– INTRODUÇÃO.....	01
2.	– REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	03
2.1	– O alumínio.....	03
2.2	– Ligas Al-Mg-Si.....	03
2.3	– Precipitação nas ligas Al-Mg-Si.....	04
2.3.1	– Princípios.....	04
2.3.2	– Zonas GP.....	05
2.3.3	– Fase β''	06
2.3.4	– Fase β'	06
2.3.5	– Fase β	07
2.4	– Envelhecimento Natural.....	08
2.5	– Efeito da composição.....	08
2.6	– Efeito da temperatura.....	10
2.7	– Efeito da deformação.....	11
2.8	– Técnicas de caracterização.....	11
2.8.1	– Dureza.....	11
2.8.2	– Calorimetria Diferencial de Varredura.....	12
2.9	– Deformação Plástica Severa.....	14
2.9.1	– Introdução.....	14
2.9.2	– Extrusão Angular em Canal.....	15
2.9.3	– Estágios da deformação plástica.....	17
2.9.4	– Refino de grão na EAC.....	18
2.10	– Estimativa da densidade de discordâncias a partir de medidas de dureza.....	19
2.10.1	– O Efeito do Tamanho da Indentação.....	19
2.10.2	– O modelo de Nix e Gao.....	21
3.	– MATERIAIS E MÉTODOS.....	23
3.1	– Materiais.....	23
3.2	– Condições de processamento.....	23
3.3	– Ensaio de Extrusão Angular em Canal.....	24
3.4	– Caracterização.....	25
3.4.1	– Medida de dureza.....	25
3.4.2	– DSC.....	26

3.4.3	– Dureza em condições selecionadas de DSC.....	27
3.4.4	– Microdureza para avaliação da densidade de discordâncias.....	28
4.	– RESULTADOS.....	30
4.1	– Condições de processamento.....	30
4.2	– Ensaio de EAC.....	34
4.3	– Envelhecimento Natural.....	34
4.4	– Calorimetria Diferencial de Varredura.....	36
4.5	– Reprodução de tratamento térmico após EAC por DSC.....	39
4.6	– Microdureza Vickers.....	40
5.	– DISCUSSÃO DOS RESULTADOS.....	45
5.1	– Ensaio de EAC.....	45
5.2	– Envelhecimento Natural.....	47
5.3	– Estabilidade da solução sólida.....	48
5.4	– Restauração durante os tratamentos térmicos por DSC.....	50
5.5	– Medida da densidade de discordâncias.....	50
6.	– CONCLUSÕES.....	54
7.	– SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	55
8.	– BIBLIOGRAFIA.....	56

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Ciclo térmico de envelhecimento de ligas da série 6XXX.....	04
Figura 2: Sequência de fases durante o envelhecimento de ligas Al-Mg-Si.....	05
Figura 3: Precipitados em forma de agulhas (β'') em liga de Al-Mg-Si.....	06
Figura 4: Precipitados β' em liga 6061.....	07
Figura 5: Precipitados β em liga 6063.....	07
Figura 6: Evolução do endurecimento por envelhecimento natural de duas ligas Al-Mg-Si. A liga H possui teor de Si e Mg menor que a liga F.....	08
Figura 7: Diagrama de fase Al-Cu com as curvas de solubilidade das Zonas GP, θ'' , θ' e θ	09
Figura 8: a) Representação das curvas de solubilidade do diagrama de fase Al-Cu; b) Tempo para o início da precipitação em diferentes temperaturas para a liga X.....	09
Figura 9: Concentração de equilíbrio de lacunas em função da temperatura para o alumínio.....	10
Figura 10: Curva de DSC para a liga 6061 mostrando quatro picos de precipitação. (a) Agrupamentos de Si; (b) Sobreposição de dois picos, b1 e b2; (b1) Zonas GP sem forma específica; (b2) Zonas GP com formato de agulhas ou precipitados β'' ; (c) Precipitados β' ; (d) Precipitados β (Mg ₂ Si).....	12
Figura 11: Curva de DSC para a liga 6061. Resultado similar ao obtido anteriormente por DUTTA e ALLEN (1991). (1) Agrupamentos de Si, Mg e Mg/Si; (2a) Zonas GP; (2b) Precipitados β'' ; (3) Precipitados β'	13
Figura 12: (a) Após a solubilização; (b) Com 15% de deformação; (c) Com 30% de deformação após a solubilização.....	13
Figura 13: Curvas de DSC para a liga 6061 em três condições iniciais.....	14
Figura 14: Ilustração esquemática típica de um processo de EAC e dos eixos da amostra.....	15
Figura 15: Representação do princípio de funcionamento da EAC, mostrando o material passando pelo interior da matriz e sofrendo cisalhamento.....	15
Figura 16: As quatro rotas de processamento por EAC.....	16
Figura 17: Curva de tensão-deformação para materiais CFC policristalinos submetidos a altas deformações.....	18
Figura 18: Evolução microestrutural durante o refino de grão por DPS.....	19

Figura 19: Discordâncias geometricamente necessárias geradas a partir de uma indentação cônica. A estrutura das discordâncias é idealizada como sendo na forma de círculos em loop.....	20
Figura 20: Dureza em função da profundidade da indentação da fase austenítica de um aço LDSS2101.....	20
Figura 21: Representação do ajuste da Equação 4 aos dados experimentais.....	22
Figura 22: Representação das três condições de processamento empregadas. EAC: Extrusão Angular em Canal. RF: Resfriamento em forno. HV: Medida de dureza.....	24
Figura 23: Corte longitudinal de um modelo da matriz utilizada nos ensaios de EAC.....	25
Figura 24: Sequência de corte para o ensaio de dureza. Direções definidas na Figura 14.....	26
Figura 25: Sequência de corte para a análise de DSC. Direções definidas na Figura 14.....	27
Figura 26: Exemplo da escolha de temperaturas finais de tratamentos para amostras deformadas.....	28
Figura 27: Variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção durante o primeiro passe de uma amostra da liga 6061 estabilizada.....	30
Figura 28: Variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção durante o segundo passe de uma amostra da liga 6061 estabilizada.....	31
Figura 29: Variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção durante o terceiro passe de uma amostra da liga 6061 estabilizada.....	31
Figura 30: Variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção durante o quarto passe de uma amostra da liga 6061 estabilizada.....	32
Figura 31: Variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção durante o primeiro passe de uma amostra da liga 6061 solubilizada.....	32
Figura 32: Variação da dureza com o tempo em uma amostra da liga 6061 envelhecida naturalmente.....	35
Figura 33: Curvas de DSC obtidas a partir da liga 6061, na condição S, entre a faixa de temperatura de 50°C e 350°C.....	37
Figura 34: Curvas de DSC da liga 6061, na condição S, na faixa de temperaturas de ocorrência das transformações de interesse.....	37

Figura 35: Curvas de DSC obtidas a partir da liga 6061, na condição E, entre a faixa de temperatura de 50°C e 350°C.....	38
Figura 36: Curvas de DSC da liga 6061, na condição E, na faixa de temperaturas de ocorrência das transformações de interesse.....	38
Figura 37: Curvas de DSC obtidas a partir da liga 6061 para as amostras E1A, E1D, E4A e E4D, realizadas em condições selecionadas.....	40
Figura 38: Evolução da dureza média das amostras da liga 6061 estabilizadas com 1 e 4 passes, quando o ensaio de DSC é interrompido em uma temperatura anterior e posterior à transformação das amostras.....	41
Figura 39: Valores de dureza em função da profundidade da indentação utilizando diversos valores de carga Q.....	42
Figura 40: Determinação de h^* a partir da Equação 4 para as amostras estabilizadas em diferentes condições. a) E1; b) E1A; c) E1D; d) E4; e) E4A; f) E4D.....	43
Figura 41: a) Evolução da dureza das amostras estabilizadas da liga 6061 em função do número de passes; b) Variação de dureza após cada passe.....	45
Figura 42: a) Evolução da dureza das amostras solubilizadas da liga 6061 em função do número de passes; b) Variação de dureza após cada passe.....	45
Figura 43: a) Valores de ΔH das amostras solubilizadas da liga 6061 em função do número de passes; b) Variação da temperatura de pico em função do número de passes.....	48
Figura 44: a) Valores de ΔH das amostras estabilizadas da liga 6061 em função do número de passes; b) Variação da temperatura de pico em função do número de passes.....	49
Figura 45: Tamanho de grão e densidade de discordâncias para diferentes ligas de Al processadas por EAC após 8 passes. Valores determinados por DRX.....	51
Figura 46: Representação ilustrativa das curvas de DSC das amostras estabilizadas com 1 e 4 passes. Os pontos identificam a condição da amostra e sua respectiva densidade de discordâncias.....	52

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Sistema de classificação das ligas de alumínio para forjamento.....	03
Tabela 2: Sequência de precipitação para diversas ligas de alumínio.....	05
Tabela 3: Composição química da liga 6061. Valores em % peso.....	23
Tabela 4: Valores de carga máxima, pressão máxima e velocidade do punção para cada passe das amostras da liga 6061.....	33
Tabela 5: Valores de dureza Vickers para as amostras nas condições E e S com e sem deformação.....	34
Tabela 6: Variação de dureza após cada passe para as condições E e S de processamento.....	34
Tabela 7: Valores medidos de dureza com o tempo em uma amostra envelhecida naturalmente.....	35
Tabela 8: Variação da entalpia e da temperatura de pico em função do número de passes. A amostra solubilizada sem deformação apresenta dois valores uma vez que nesta condição ocorrem duas transformações na faixa de temperatura de interesse.....	36
Tabela 9: Temperaturas de início e de interrupção dos ensaios e valores da variação da entalpia e da temperatura de pico das amostras E1A, E1D, E4A e E4D.....	39
Tabela 10: Valores de microdureza Vickers medidos no ensaio de microdureza para as amostras estabilizadas após 1 e 4 passes.....	40
Tabela 11: Resultados obtidos para o valor da macro dureza H_o , comprimento característico da indentação h^* e densidade de discordâncias ρ_{SSDs} das amostras estabilizadas nas seis condições descritas.....	44

1. INTRODUÇÃO

Grande parte das ligas de alumínio comerciais que são processados por extrusão são ligas Al-Mg-Si (série 6XXX) (TOTTEN e MACKENZIE, 2003, p.171). Elas apresentam as características de resistência à corrosão, bom acabamento, alta conformabilidade e estampabilidade, com uma resistência mecânica moderada. Dentre as principais ligas de interesse industrial, as ligas AA6061 são adequadas para aplicações estruturais, enquanto que as ligas AA6063 para aplicações arquitetônicas (SHEPPARD, 1999, p.76).

As ligas 6XXX apresentam como principais elementos de liga o magnésio (Mg) e o silício (Si). O endurecimento por precipitação é o mecanismo mais utilizado para o aumento da resistência mecânica das ligas de alumínio tratáveis termicamente. Estes elementos de liga em quantidade suficiente permitem a formação de precipitados que conferem o endurecimento da liga (VOORT, 2006, p.57). A sequência de processos mais utilizada é a de solubilização, têmpera e envelhecimento.

A técnica de refino de grão por meio da deformação plástica severa (DPS) permite gerar ganhos na resistência mecânica sem perdas significativas na tenacidade da liga. Formalmente, a DPS impõe uma deformação muito elevada sem resultar em mudanças significativas nas dimensões do material (VALIEV e LANGDON, 2006). Além disto, é possível obter um endurecimento adicional decorrente da precipitação que ocorre durante a aplicação de uma elevada quantidade de deformação na liga, a precipitação dinâmica.

Dentre os principais processos de deformação plástica severa o mais utilizado é o de extrusão angular em canal (EAC). A técnica se torna a mais atrativa, pois não só é um processo relativamente simples de ser realizado, como também permite a produção de materiais com potencial de uso em várias aplicações estruturais. O processo pode ser aplicado em escalas maiores para uso comercial na área de processamento de metais (VALIEV e LANGDON, 2006).

Mesmo bastante promissor, o processo possui algumas desvantagens, como o tempo gasto no preparo das matrizes e corpos de prova, e também que a quantidade de deformação produzida na EAC é determinada pelo ângulo da matriz. Vale destacar que uma das limitações do processo é o fato de que é impossível obter um produto com canais internos.

O objetivo do presente trabalho consiste no estudo da ocorrência de precipitação dinâmica em liga AA6061 submetida à deformação plástica severa. A metodologia adotada envolve o processamento de amostras da liga por extrusão angular em canal. A caracterização dos corpos de prova passa por ensaios mecânicos, microscopia e calorimetria diferencial de varredura (DSC). Além disso, também foram conduzidos ensaios de dureza em condições selecionadas de DSC para estimar a densidade de discordâncias das amostras estabilizadas a partir do modelo de equações de NIX e GAO (1998).

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 O alumínio

O alumínio é um metal de baixa densidade que serviu de grande atrativo para o desenvolvimento de ligas de engenharia. Este possui uma excelente razão resistência por peso, o que confere uma vantagem com relação aos aços. Muitas de suas ligas têm sua resistência aumentada devido ao processo de endurecimento por precipitação (BROOKS, 1982, p.115). É o metal não ferroso mais consumido no mundo e também o mais abundante da crosta terrestre, já chegando a totalizar um consumo anual de 24 milhões de toneladas (TOTTEN e MACKENZIE, 2003, p.1).

2.2 Ligas Al-Mg-Si

O alumínio puro, assim como outros metais puros, possui baixa resistência mecânica e é incomum seu uso na forma pura. Assim sendo são adicionados outros elementos para compor a liga e conferir propriedades mais desejáveis para diversas aplicações na indústria (TOTTEN e MACKENZIE, 2003, p.81).

Tabela 1: Sistema de classificação das ligas de alumínio para forjamento (VOORT, 2006, p.56).

Sistema de Classificação das Ligas de Alumínio para Forjamento	
Liga	Principais Constituintes
1XXX	> 99% Al
2XXX	Al-Cu
3XXX	Al-Mn
4XXX	Al-Si
5XXX	Al-Mg
6XXX	Al-Mg-Si
7XXX	Al-Zn-Mg-(Cu)

Dentre as principais ligas de alumínio, aquelas da série 6XXX se mostram de grande interesse industrial. O tratamento térmico de solubilização seguido de envelhecimento artificial para atingir a máxima dureza (T6) é um método universalmente aceito para o endurecimento das ligas desta série (CAI *et al*, 2004).

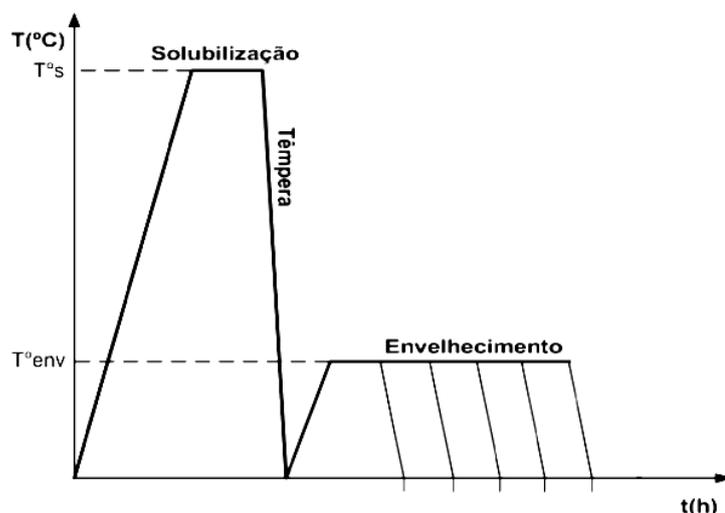


Figura 1: Ciclo térmico de envelhecimento de ligas da série 6XXX.

As ligas Al-Mg-Si são tratáveis termicamente e podem ser endurecidas por precipitação, apresentando excelente resistência à corrosão, boa soldabilidade e ótima relação resistência por peso a um custo relativamente baixo (POGATSCHER *et al*, 2011). Estas propriedades popularizaram a aplicação destas ligas na indústria automotiva, principalmente como uma solução para a redução de peso dos veículos automotivos, melhorando a eficiência no gasto de combustível e redução das emissões atmosféricas (PRILLHOFER *et al*, 2014).

2.3 Precipitação nas ligas Al-Mg-Si

2.3.1 Princípios

O endurecimento por precipitação depende tanto da composição da liga quanto do tratamento térmico adotado. O processo que ocorre nas ligas da série 6XXX é descrito como um dos mais complexos e que envolve vários estágios (POLMEAR, 2004). A sequência de precipitação começa com o surgimento de agrupamentos de Mg e de Si, passando por precipitados metaestáveis intermediários até ser atingida a fase estável. Isto ocorre em decorrência da menor energia de ativação para a nucleação das fases coerentes com a matriz (PORTER e EASTERLING, 1992, p.292). A Tabela 2 ilustra a sequência de precipitação para diversas ligas de alumínio. A Figura 2 ilustra as etapas de precipitação para as ligas Al-Mg-Si descrita de forma mais completa na literatura.

Tabela 2: Sequência de precipitação para diversas ligas de alumínio (PORTER e EASTERLING, 1992, p.293).

Metal Base	Liga	Sequência de precipitação
Alumínio	Al-Ag	GPZ (spheres) \rightarrow γ' (plates) \rightarrow γ (Ag_2Al)
	Al-Cu	GPZ (discs) \rightarrow θ'' (discs) \rightarrow θ' (plates) \rightarrow θ ($CuAl_2$)
	Al-Cu-Mg	GPZ (rods) \rightarrow S' (laths) \rightarrow S ($CuMgAl_2$) (laths)
	Al-Zn-Mg	GPZ (spheres) \rightarrow η' (plates) \rightarrow η ($MgZn_2$) (plates or rods)
	Al-Mg-Si	GPZ (rods) \rightarrow β' (rods) \rightarrow β (Mg_2Si) (plates)

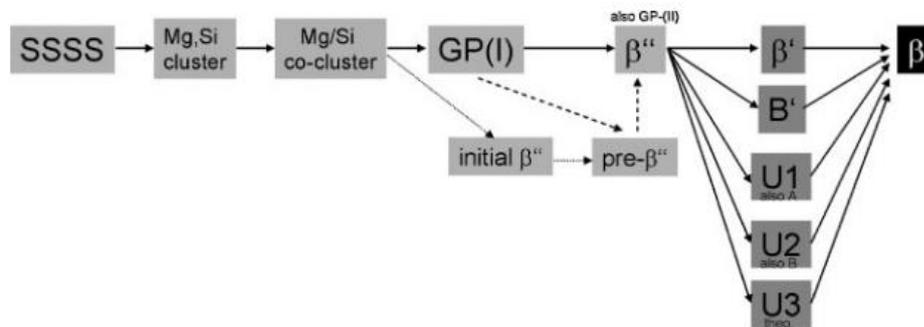


Figura 2: Sequência de fases durante o envelhecimento de ligas Al-Mg-Si (MOHAMED e SAMUEL, 2012).

Depois do tratamento de solubilização seguido de têmpera a matriz possui uma solução sólida supersaturada de átomos de soluto e lacunas (MOHAMED e SAMUEL, 2012). Observa-se que no início do envelhecimento os precipitados são finos e coerentes com a matriz, agregando-se em zonas GP, iniciando o processo de endurecimento.

2.3.2 Zonas GP

Quando a liga de alumínio em solução sólida supersaturada é envelhecida, inicia-se o processo de surgimento de zonas GP, que consiste em aglomerados de átomos de soluto, magnésio e/ou silício, coerentes com a matriz de alumínio. Estudos revelaram que antes da formação das zonas GP, ocorre o surgimento de agrupamentos individuais de Mg e Si, seguido de agrupamentos de Mg/Si (POLMEAR, 2004). Possuem morfologia pouco precisa, sendo encontradas referências descrevendo os precipitados como sendo na forma de esferas de 1 a 3 nm (POGATSCHER *et al*, 2011), como também na forma de agulhas (JACOBS, 1999). Estes apresentam baixa resistência à movimentação de discordâncias, conferindo pouco aumento de dureza.

2.3.3 Fase β''

Surge a partir das zonas GP, possui o formato de agulhas e é a fase que mais contribui para o endurecimento da liga. Os precipitados têm tamanhos variando de 200 a 1000 Å no comprimento e diâmetro de 60 Å (EDWARDS *et al*, 1998). As agulhas estão alinhadas ao longo da direção $\langle 100 \rangle_{Al}$ e são totalmente coerentes ao longo do eixo da agulha (POLMEAR, 2004), conforme ilustrado na Figura 3.

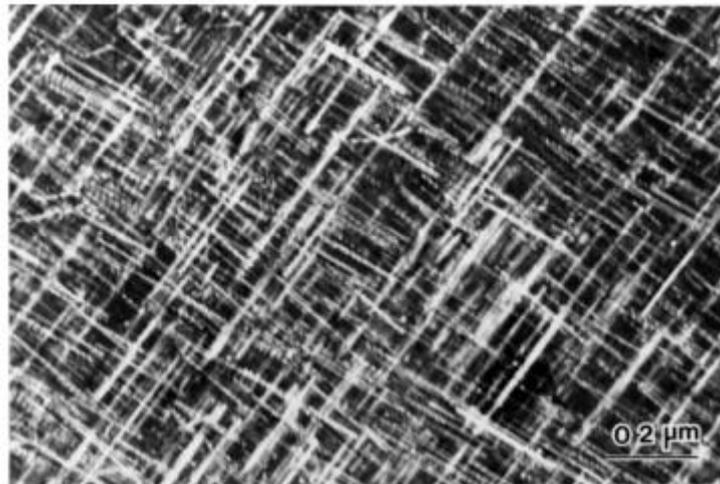


Figura 3: Precipitados em forma de agulhas (β'') em liga de Al-Mg-Si (TOTTEN e MACKENZIE, 2003, p.173).

2.3.4 Fase β'

Possuem a forma de bastões de 15 nm de comprimento e 3nm de diâmetro alinhados na direção $\langle 100 \rangle_{Al}$. Estes precipitados aparentam nuclear e crescer à custa dos precipitados β'' à medida que vai ocorrendo o envelhecimento (ROVEN *et al*, 2008). Apresentam tamanho maior que os precipitados β'' e são semi-coerentes com a matriz, resultando em menor endurecimento do material.

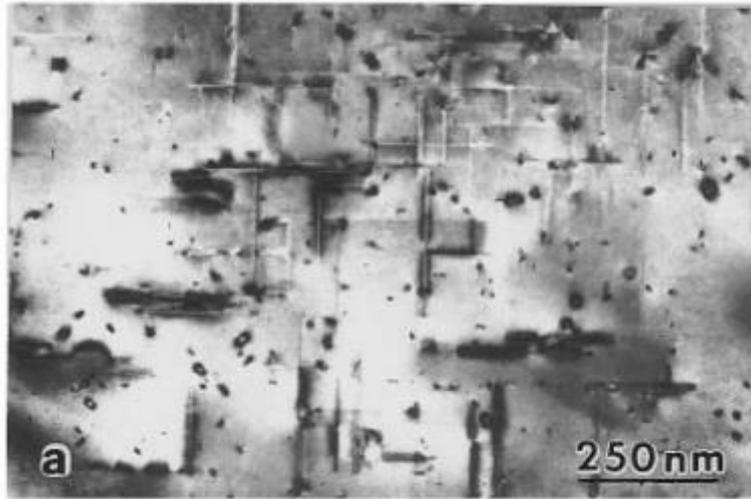


Figura 4: Precipitados β' em liga 6061 (EDWARDS *et al*, 1998).

2.3.5 Fase β

Trata-se dos precipitados da fase de equilíbrio de composição Mg_2Si . De estrutura cristalina CFC anti-fluorita, possuem a forma de plaquetas, nos planos $\{100\}_{Al}$, incoerentes com a matriz de alumínio e que contribuem pouco para o endurecimento da liga (EDWARDS *et al*, 1998). Além disto, as fases β e β' podem coexistir durante um longo tempo de envelhecimento (RAGHAVAN, 2007).

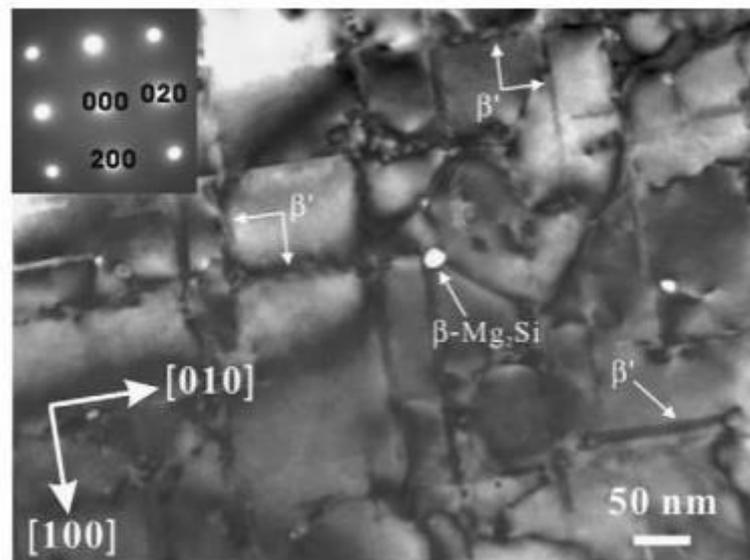


Figura 5: Precipitados β em liga 6063 (ROVEN *et al*, 2008).

2.4 Envelhecimento Natural

Um fenômeno notável que ocorre com as ligas de Al-Mg-Si após o tratamento de solubilização e depois mantidas à temperatura ambiente é o processo de envelhecimento natural. Em 1938 Guinier e Preston provaram a ocorrência espontânea de pequenos agrupamentos que eram responsáveis pelo endurecimento da liga (BANHART *et al.*, 2010).

Uma explicação para este fenômeno se baseia no fato de que após o resfriamento, é mantida boa parte da elevada concentração de lacunas existente em alta temperatura. Desta forma, as lacunas favorecem o processo de difusão dos átomos de soluto e assim facilitam o surgimento das zonas GP, que dificultam o movimento das discordâncias (PORTER e EASTERLING, 1992, p.292).

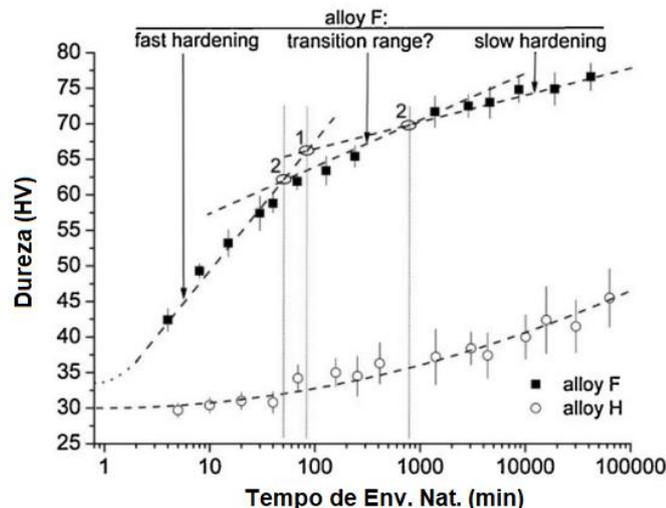


Figura 6: Evolução do endurecimento por envelhecimento natural de duas ligas Al-Mg-Si. A liga H possui teor de Si e Mg menor que a liga F (BANHART *et al.*, 2010).

2.5 Efeito da composição

A cinética de precipitação é determinada por duas etapas principais que consiste na nucleação e crescimento dos precipitados. Estes dois fenômenos estão diretamente ligados à supersaturação de soluto na liga e a mobilidade atômica. A supersaturação é a força motriz para o início da precipitação, proporcional à diferença de concentração entre este estado e o estado de equilíbrio da liga, sendo que quanto maior a supersaturação, maior a força motriz para a nucleação e maior a mobilidade atômica do soluto, facilitando a difusão através da matriz (PORTER e EASTERLING, 1992, p.267).

Na ausência de um diagrama de fase Al-Mg-Si, o diagrama Al-Cu, como mostra a Figura 7, serve como parâmetro para ilustrar a influência da composição e da temperatura sobre a sequência de precipitação.

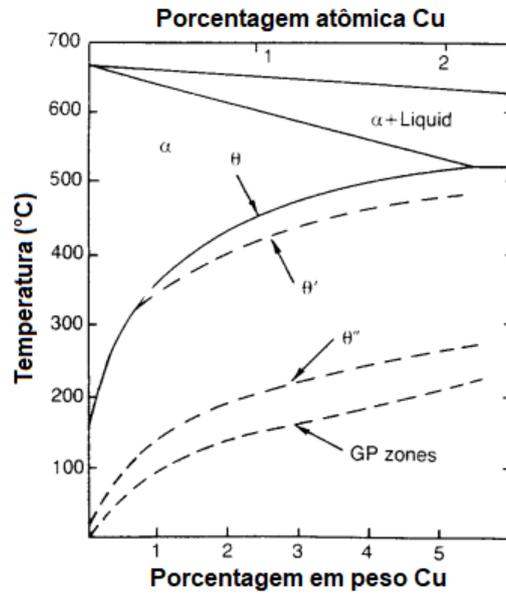


Figura 7: Diagrama de fase Al-Cu com as curvas de solubilidade das Zonas GP, θ'' , θ' e θ (PORTER e EASTERLING, 1992, p.291).

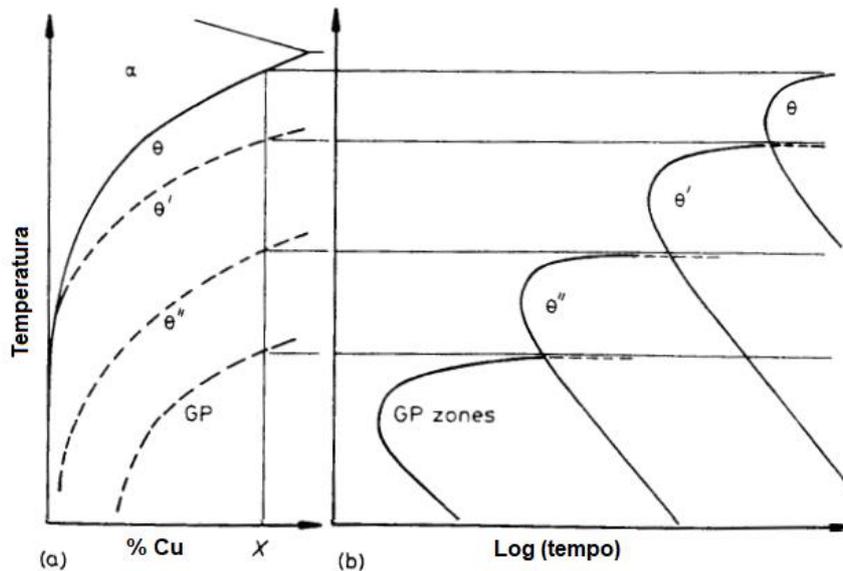


Figura 8: a) Representação das curvas de solubilidade do diagrama de fase Al-Cu; b) Tempo para o início da precipitação em diferentes temperaturas para a liga X (PORTER e EASTERLING, 1992, p.301).

Tomando como exemplo a temperatura de 130°C, a liga com 2% de Cu terá sua sequência de precipitação iniciada com os precipitados θ'' e, mantendo a mesma temperatura, a liga com 4,5% de Cu terá sua precipitação iniciada com o surgimento das Zonas GP. Desta forma observa-se o papel da concentração de soluto na precipitação, pois para uma mesma temperatura mas com concentrações diferentes, é possível obter sequências distintas, conforme os exemplos citados. O mesmo princípio pode ser entendido para as ligas Al-Mg-Si.

2.6 Efeito da temperatura

A temperatura tem papel fundamental nos processos de envelhecimento e solubilização. Neste primeiro a mobilidade atômica e a força motriz para a precipitação se comportam de forma oposta. Enquanto que a difusão dos átomos de soluto aumenta exponencialmente com a temperatura, a força motriz diminui. Uma baixa força motriz reflete em uma diminuição na taxa de nucleação dos precipitados, resultando em menos partículas e favorecendo o crescimento das mesmas.

No que diz respeito à solubilização, a concentração de lacunas também apresenta uma dependência exponencial com a temperatura, conforme mostra a Figura 9. EDWARDS *et al* (1998) observaram que com uma temperatura de solubilização de 530°C poderiam assegurar que o soluto se encontrava em solução sólida. O resfriamento rápido da liga solubilizada para a temperatura ambiente mantém a concentração de lacunas atingida durante a solubilização. Este excesso de lacunas facilita a difusão para a formação das zonas GP (PORTER e EASTERLING, 1992, p.79).

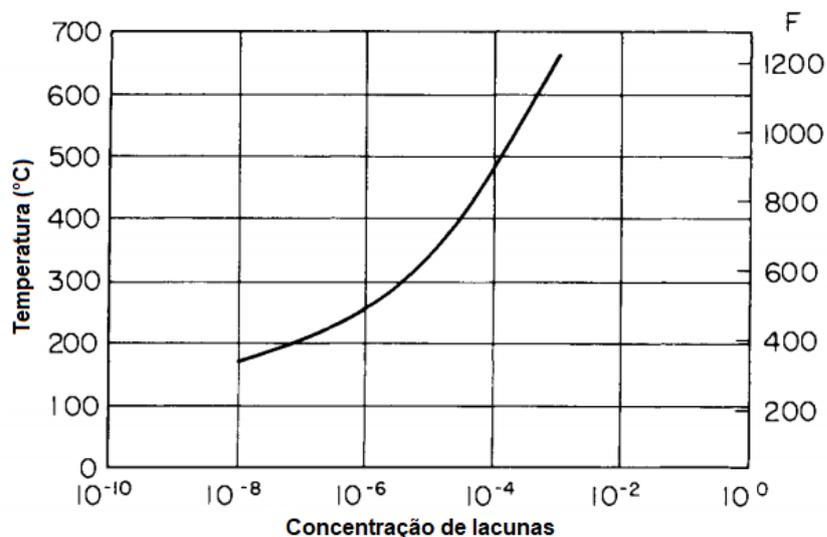


Figura 9: Concentração de equilíbrio de lacunas em função da temperatura para o alumínio (HATCH, 1984, p.141).

2.7 Efeito da deformação

A introdução de defeitos na matriz pela deformação gera sítios que permitem que ocorra a nucleação heterogênea, modificando a cinética de precipitação. As discordâncias reduzem a energia de ativação necessária para a nucleação, aumentando a taxa de nucleação e ao mesmo tempo também fornecendo caminhos para facilitar a difusão dos átomos de soluto (PORTER e EASTERLING, 1992, p.271).

Em geral os estudos são conduzidos considerando os casos em que há uma pré-deformação, conhecido como precipitação estática, e o de precipitação que ocorre durante a deformação, a chamada precipitação dinâmica. SHEN e OU (2007) conduziram seus estudos com a liga AA6022 e concluíram que uma leve pré-deformação suprimia o envelhecimento natural e promovia a precipitação da fase β '.

Em outro caso CAI *et al* (2004) com amostras das ligas 6061 e 6069 verificaram que quando ocorre precipitação dinâmica o tamanhos dos precipitados depende da taxa de deformação e da temperatura. A precipitação dinâmica usando a técnica de Extrusão Angular em Canal resultou para ambas as ligas em um aumento do valor da tensão limite de escoamento quando comparado ao tratamento convencional de precipitação estática usando a mesma temperatura.

2.8 Técnicas de caracterização

2.8.1 Dureza

A medida de dureza consiste em um dos principais ensaios mecânicos utilizados para determinar o comportamento físico dos materiais. No caso das ligas Al-Mg-Si, é a ferramenta de caracterização mais aplicada devido a sua simplicidade e importância no entendimento da sequência de precipitação.

A técnica foi utilizada por diversos autores, uma vez que permite o estudo destas ligas por diferentes aproximações. BANHART *et al* (2010) estudaram o fenômeno de envelhecimento natural, EDWARDS *et al* (1998) investigaram sobre a sequência de precipitação na liga e ITO e HORITA (2009) pesquisaram sobre o mecanismo de refino de grão.

2.8.2 Calorimetria Diferencial de Varredura

A Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) consiste numa técnica de caracterização que mede a diferença de fluxo de calor em uma amostra e em um material de referência, quando ambos são submetidos a um aquecimento ou resfriamento controlado. As variações de entalpia da amostra são registradas em relação a um material de referência termicamente inerte. Como várias reações químicas e transformações físicas estão ligadas à geração ou consumo de calor, a análise por calorimetria acaba sendo universalmente aceita para a investigação de tais processos (HOHNE *et al*, 1996, p.1).

Por se tratar de uma técnica bastante versátil e de alta significância, o DSC acaba sendo uma das técnicas mais empregadas para análise térmica. Dentre suas diversas aplicações, no caso das ligas Al-Mg-Si, o DSC é usado como uma ferramenta para investigar as etapas de precipitação na liga. DUTTA e ALLEN (1991) aplicaram a técnica no estudo da liga 6061 e definiram a sequência de precipitação na liga. Posteriormente EDWARDS *et al* (1998) também utilizaram o DSC para definir uma sequência de precipitação mais completa e que atualmente é a mais aceita na literatura. As Figuras 10 e 11 representam os resultados da caracterização por DSC obtidos por DUTTA e ALLEN (1991) e EDWARDS *et al* (1998) respectivamente.

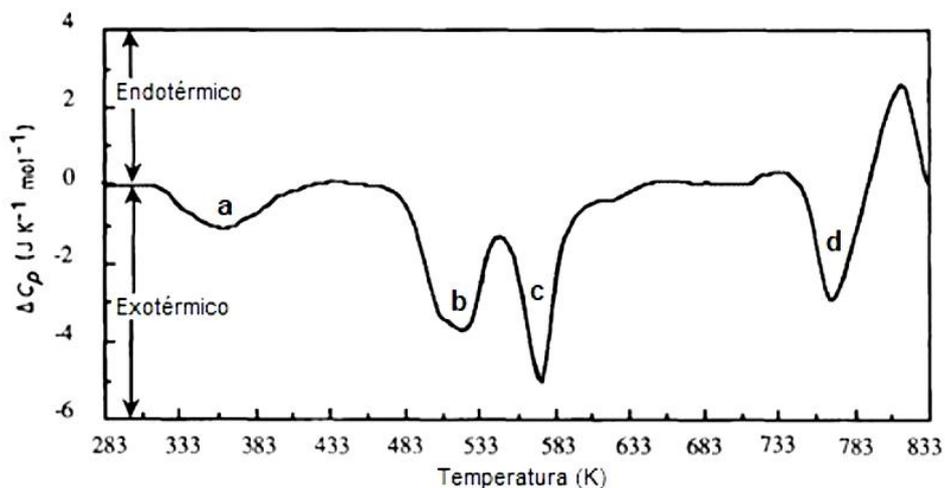


Figura 10: Curva de DSC para a liga 6061 mostrando quatro picos de precipitação. (a) Agrupamentos de Si; (b) Sobreposição de dois picos, b1 e b2; (b1) Zonas GP sem forma específica; (b2) Zonas GP com formato de agulhas ou precipitados β'' ; (c) Precipitados β' ; (d) Precipitados $\beta(\text{Mg}_2\text{Si})$ (DUTTA e ALLEN, 1991).

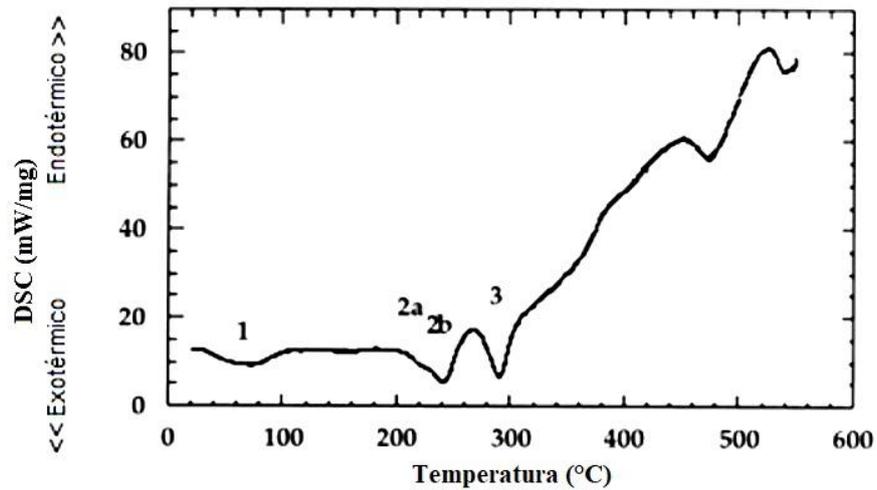


Figura 11: Curva de DSC para a liga 6061. Resultado similar ao obtido anteriormente por DUTTA e ALLEN (1991). (1) Agrupamentos de Si, Mg e Mg/Si; (2a) Zonas GP; (2b) Precipitados β'' ; (3) Precipitados β' (EDWARDS *et al*, 1998).

YASSAR *et al* (2005) estudaram a liga 6022 e empregaram o DSC para mostrar o efeito da pré-deformação na cinética de precipitação. A técnica também permitiu que os autores determinassem a energia de ativação dos picos 2, 2' e 2'' realizando vários ensaios com taxas de aquecimento diferentes.

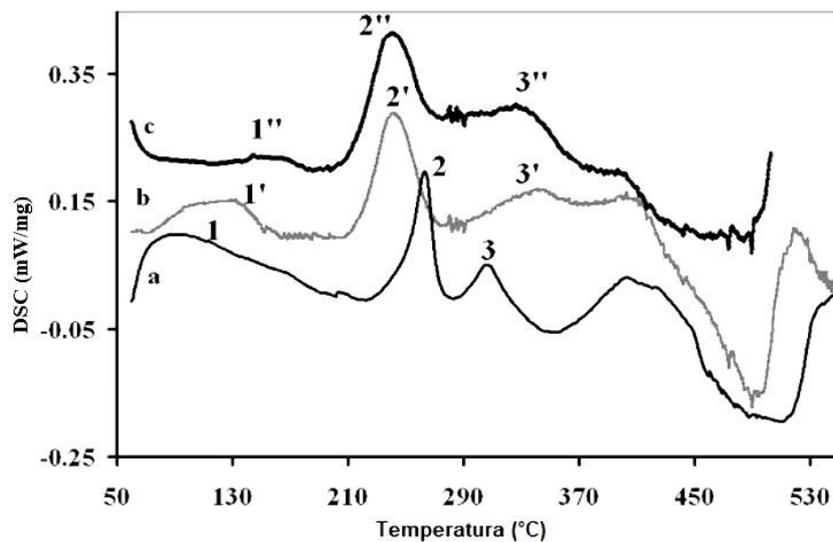


Figura 12: (a) Após a solubilização; (b) Com 15% de deformação; (c) Com 30% de deformação após a solubilização (YASSAR *et al*, 2005).

KIM e WANG (2007) também fizeram uso da técnica de DSC para verificar o efeito da DPS nas ligas Al-Mg-Si em diferentes condições. A Figura 13 mostra os resultados obtidos pelos autores das amostras que passaram por EAC.

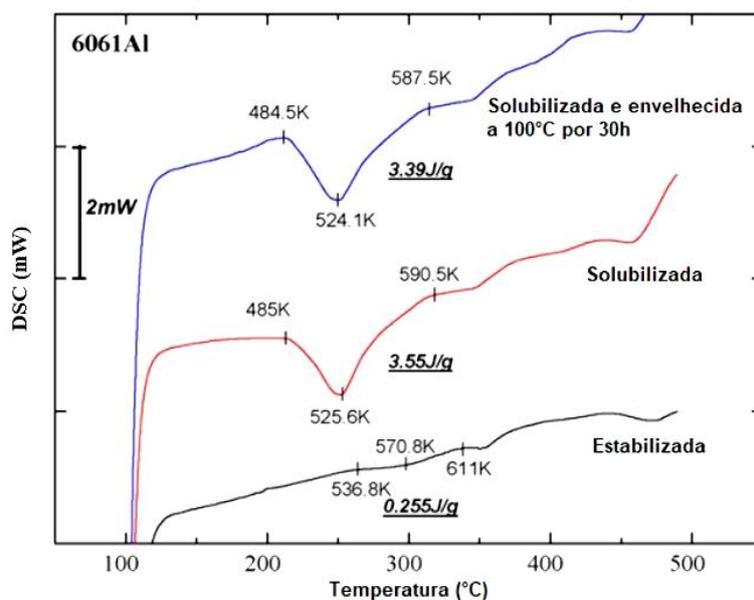


Figura 13: Curvas de DSC para a liga 6061 em três condições iniciais (KIM e WANG, 2007).

2.9 Deformação Plástica Severa

2.9.1 Introdução

VALIEV e LANGDON (2006) apresentaram uma definição formal para os processos de deformação plástica severa como sendo aqueles em que é imposta uma elevada deformação sem que as dimensões da amostra sofram alguma modificação significativa. Para atingir tais resultados os equipamentos utilizados possuem dispositivos que obrigam a amostra a manter sua seção transversal inalterada. A principal característica do processo é o aumento da resistência mecânica com pouca perda da ductilidade, o que não é alcançado em outros meios mais convencionais.

As técnicas de DPS mais conhecidas englobam o forjamento multidirecional, compressão e extrusão cíclica, torção sob alta pressão, planificação e corrugação repetitiva e extrusão angular em canal (EAC). Esta última, de maior relevância para este estudo, pode ser observada na Figura 14.

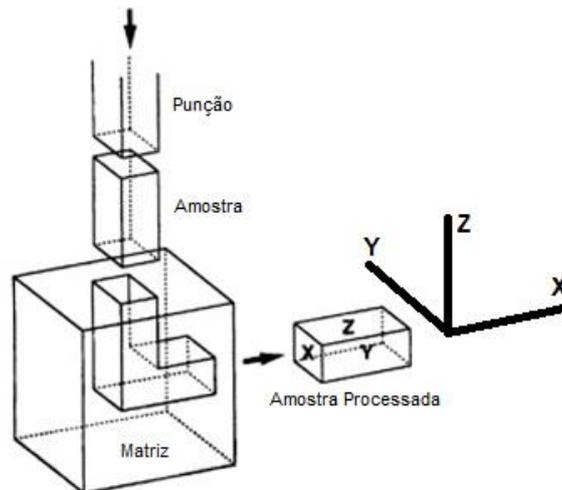


Figura 14: Ilustração esquemática típica de um processo de EAC e dos eixos da amostra (VALIEV e LANGDON, 2006).

2.9.2 Extrusão Angular em Canal

Esta técnica vem sendo desenvolvida nos últimos anos e tem mostrado resultados bastante promissores. A ideia consiste em passar o material pelo canal de uma matriz de seção constante. O canal da matriz possui um ângulo e quando o material é submetido a uma pressão e forçado a passar por este ângulo ele sofre um cisalhamento, conforme mostrado esquematicamente na Figura 15. Como o material não sofre modificação significativa em suas dimensões, o processo pode ser repetido várias vezes acumulando mais deformação (VALIEV *et al*, 2006).

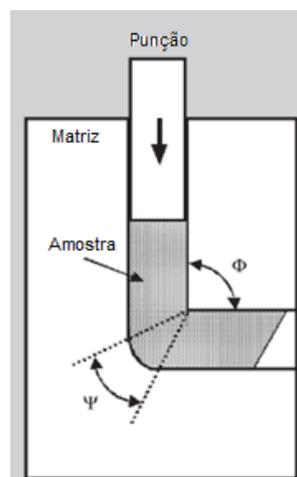


Figura 15: Representação do princípio de funcionamento da EAC, mostrando o material passando pelo interior da matriz e sofrendo cisalhamento (VALIEV e LANGDON, 2006).

A deformação verdadeira obtida em um processo de EAC pode ser relacionada com o número N de passos, o ângulo Φ e o arco externo ψ da matriz, conforme descrito na Equação 1 abaixo.

$$\varepsilon = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \operatorname{cosec} \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right] \quad (\text{Eq. 1})$$

O uso repetitivo da EAC permite que haja diferentes microestruturas quando se rotaciona a amostra entre um passe e outro já que ocorre uma mudança nos sistemas de deslizamento ativados em cada passe. Quatro rotas básicas foram estabelecidas nas quais o processo pode ser repetido (LANGDON *et al*, 2000).

- Rota A: A rotação é de 0° entre cada passe.
- Rota B_A : A rotação é de 90° entre cada passe, alterando o sentido de rotação no passe seguinte.
- Rota B_C : A rotação é de 90° entre cada passe, mantendo sempre o mesmo sentido de rotação no passe seguinte.
- Rota C: A rotação é de 180° entre cada passe.

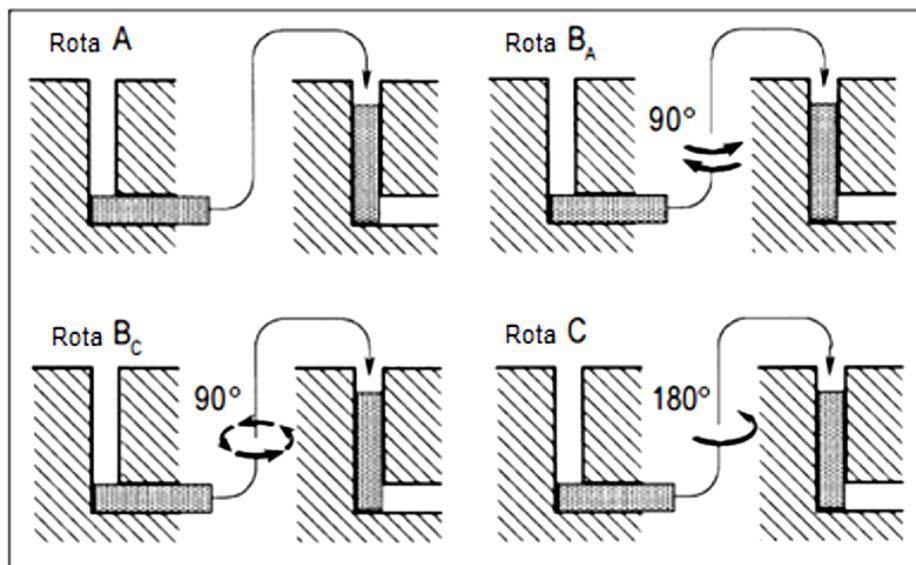


Figura 16: As quatro rotas de processamento por EAC (LANGDON *et al*, 2000).

2.9.3 Estágios da deformação plástica

Desde o início da década de 1930 que é conhecido o conceito de discordâncias como explicação da deformação plástica dos metais. De acordo com os processos microestruturais, três estágios da curva tensão-deformação foram introduzidos. Os estudos foram realizados inicialmente em monocristais puros, mas posteriormente também foi verificado que policristais puros também apresentam comportamento similar.

O primeiro estágio é caracterizado por uma leve inclinação na curva tensão-deformação, ativada pela interação entre discordâncias e defeitos, com a introdução de discordâncias móveis e ocorrendo por um único sistema de deslizamento em monocristais.

No segundo estágio, novos planos de deslizamento são ativados, resultando em uma curva com inclinação linear mais acentuada aumentando fortemente o encruamento, podendo ocorrer tanto em monocristais quanto em policristais independente do estágio I (ROLLET e KOCKS, 1993). São formados emaranhados de discordâncias que darão origem a células de discordâncias no estágio III.

Durante o estágio III observa-se uma contínua queda na taxa de encruamento, sensível à temperatura e a taxa de deformação. Inicia-se o processo de rearranjo de discordâncias seguido da aniquilação de discordâncias, resultando na recuperação dinâmica. No fim do estágio III é atingida uma tensão de saturação e uma taxa de deformação nula, com um balanço entre a recuperação e o acúmulo de discordâncias.

Foi discutida a existência de um possível estágio IV após o fim do estágio III que previa uma tensão de saturação. Este estágio assumiria um valor pequeno, mas ainda substancial de encruamento que ocorreria com altas quantidades de deformação (ROLLET e KOCKS, 1993). Em processos de DPS ocorre um encruamento linear devido a um aumento adicional na densidade de discordâncias, chegando a um novo valor de saturação que ocorreria no estágio V (HOCKAUF e MEYER, 2010).

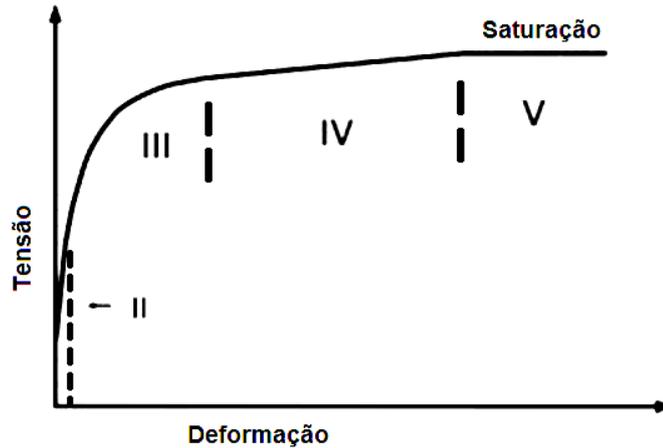


Figura 17: Curva de tensão-deformação para materiais CFC policristalinos submetidos a altas deformações (HOCKAUF e MEYER, 2010).

2.9.4 Refino de grão na EAC

Materiais que se enquadram na condição de grãos ultrafinos, segundo VALIEV *et al* (2006), são aqueles que possuem um tamanho de grão médio menor que $1\ \mu\text{m}$, além de apresentar uma microestrutura relativamente homogênea e equiaxial, com contornos de grão sendo majoritariamente de alto ângulo. Uma elevada fração de contornos de alto ângulo é fundamental para o alcance de propriedades únicas.

A microestrutura resultante após o primeiro passe é formada por subgrãos alongados, com seu eixo maior alinhado paralelamente ao plano de deslizamento primário. Para os passes seguintes observa-se que o tamanho médio dos cristais corresponde à largura destes subgrãos (LANGDON, 2007).

Conforme mais deformação vai sendo aplicada há um aumento da densidade de discordâncias, até o ponto em que as discordâncias começam a se aglomerar na forma de células. Em seguida, inicia-se um processo de aniquilação de discordâncias nas paredes das células aumentando a quantidade de subgrãos com contornos de baixo ângulo. À medida que a deformação continua, as discordâncias formadas no interior das células vão sendo absorvidas e aniquiladas, aumentando o ângulo de desorientação dos contornos (ITO e HORITA, 2009).

Por fim, ao final do processo é estabelecido um balanço entre a geração de discordâncias dentro dos cristais e a absorção destas pelos contornos. O resultado disto é uma microestrutura com uma proporção mais elevada de contornos de alto ângulo (ITO e HORITA, 2009). A Figura 18 traz um esquema ilustrado do processo.

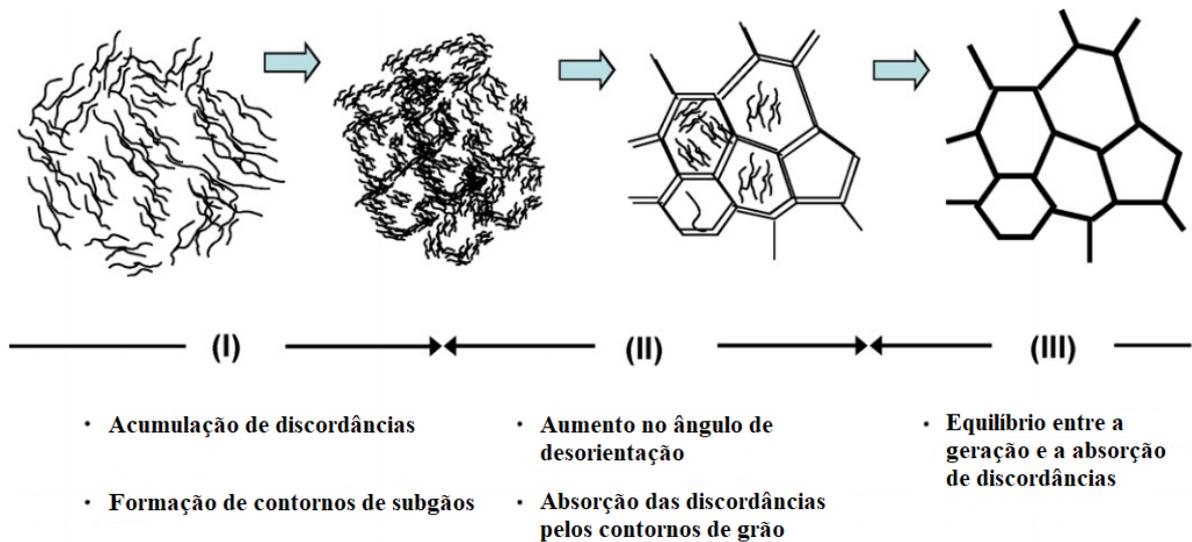


Figura 18: Evolução microestrutural durante o refino de grão por DPS (ITO e HORITA, 2009).

2.10 Estimativa da densidade de discordâncias a partir de medidas de dureza

2.10.1 O Efeito do Tamanho da Indentação

A densidade de discordâncias influencia diretamente em diversas propriedades dos materiais metálicos como, por exemplo, limite de escoamento, tenacidade e dureza. Normalmente ela é determinada por microscopia eletrônica de transmissão (MET), mas se trata de um método bastante complexo e que consome bastante tempo, além do fato de que a heterogeneidade da distribuição das discordâncias em materiais plasticamente deformados pode levar a resultados equivocados e inconsistentes (GRAÇA *et al*, 2008).

Quando um material é plasticamente deformado sua densidade de discordâncias aumenta, levando a um endurecimento por encruamento. Durante esta deformação dois tipos de discordâncias estão geralmente presentes: as discordâncias estatisticamente armazenadas (SSDs), do inglês “statistically stored dislocations”, que estão envolvidas na deformação plástica uniforme, e as discordâncias geometricamente necessárias (GNDs), do inglês “geometrically necessary dislocations”, que existem para acomodar gradientes de deformação (AMERI *et al*, 2017). A Figura 19 ilustra a geração das GNDs a partir de uma indentação no material.

Discordâncias Geometricamente Necessárias

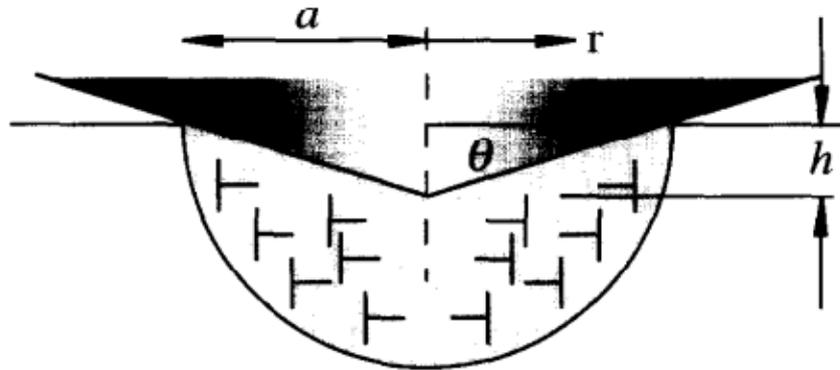


Figura 19: Discordâncias geometricamente necessárias geradas a partir de uma indentação cônica. A estrutura das discordâncias é idealizada como sendo na forma de círculos em loop (NIX e GAO, 1998).

Estudos realizados nas últimas décadas tem mostrado que em testes de microdureza e nanodureza, a dureza do material aumenta consideravelmente conforme a profundidade da indentação h diminui devido à influência das GNDs, fenômeno este conhecido como Efeito do Tamanho da Indentação (ISE), do inglês “Indentation Size Effect”. Segundo FLECK *et al* (1994), o endurecimento de um material é controlado pela densidade de discordâncias, sendo que parte dela deriva e é diretamente proporcional ao gradiente de deformação. A Figura 20 mostra como exemplo a relação entre a dureza e a profundidade da indentação de um aço duplex inoxidável.

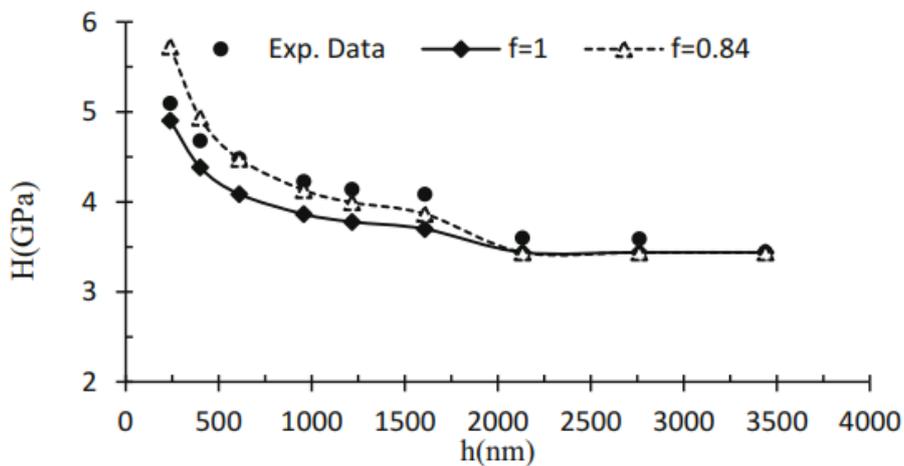


Figura 20: Dureza em função da profundidade da indentação da fase austenítica de um aço LDSS2101 (AMERI *et al*, 2017).

2.10.2 O modelo de Nix e Gao

NIX e GAO (1998) desenvolveram um modelo para relacionar a influência do ISE com as GNDs, cuja densidade é proporcional ao inverso da profundidade da indentação. As Equações 2 e 3 abaixo, propostas pelos autores, permitem realizar o cálculo da macro dureza H_o e da dureza resultante da superposição das SSDs e GNDs, denominada H_{ise} .

$$H_o = 3\sqrt{3} \propto Gb\sqrt{\rho_{SSDs}} \quad (\text{Eq. 2})$$

$$H_{ISE} = 3\sqrt{3} \propto Gb\sqrt{\rho_{SSDs} + \rho_{GNDs}} \quad (\text{Eq. 3})$$

Nas equações apresentadas, G é o módulo de cisalhamento do material, b a magnitude do seu vetor de Burgers, α uma constante que pode ser considerada como sendo 0.5, ρ_{SSDs} e ρ_{GNDs} são, respectivamente, a densidade das SSDs e GNDs. A partir destas equações é possível relacionar a dependência da dureza com a profundidade da indentação h , que é dada pela Equação 4 a seguir.

$$\frac{H_{ISE}}{H_o} = \sqrt{1 + \frac{\rho_{GNDs}}{\rho_{SSDs}}} = \sqrt{1 + \frac{h^*}{h}} \quad (\text{Eq. 4})$$

Para a obtenção de h^* , que é um comprimento característico que depende do comportamento da indentação no material estudado, os dados obtidos por medidas experimentais de dureza utilizando diferentes cargas são ajustados à Equação 4. A Figura 21 exemplifica de forma gráfica como os dados experimentais são ajustados, sendo que h^* corresponde à inclinação da reta. H_o é definido como sendo a macro dureza (“bulk hardness”), que depende somente das discordâncias estatisticamente armazenadas conforme descrito na Equação 2.

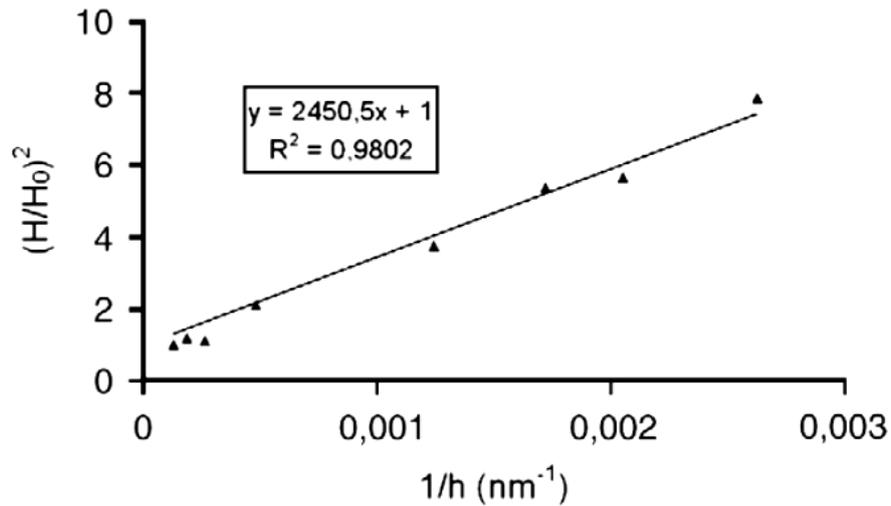


Figura 21: Representação do ajuste da Equação 4 aos dados experimentais (GRAÇA *et al*, 2008).

Desta forma, a densidade de discordâncias ρ_{SSDs} pode ser calculada a partir da Equação 5, onde θ é o ângulo entre a superfície do material e a superfície do indentedor e f um fator de correção para a zona plástica, adotado como sendo igual a 1 segundo o modelo original de NIX e GAO (1998).

$$\rho_{SSDs} = \frac{3 \tan^2 \theta}{2 f^3 b h^*} \quad (\text{Eq. 5})$$

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais

Neste trabalho foi utilizada a liga de Al-Mg-Si da série 6XXX na especificação 6061. A liga foi fornecida pela ALCOA na forma de barras de seção transversal quadrada de aresta 12,7 mm. A composição química da liga, segundo informação do fornecedor, é apresentada na Tabela 3. Os valores da porcentagem em peso máxima da fase Mg_2Si precipitável e de Si remanescente em solução sólida correspondem, respectivamente, a 1,42 e 0,12.

Tabela 3: Composição química da liga 6061. Valores em % peso.

Liga	Mg	Si	Fe	Cu	Cr	Mn
6061	0,90	0,72	0,27	0,22	0,07	0,03

3.2 Condições de processamento

As amostras foram submetidas a diferentes ciclos de tratamentos térmicos para que a liga adquira uma condição específica. Algumas das amostras são submetidas a um processamento mecânico após o tratamento em forno.

Foram consideradas três rotas de tratamento térmico a serem realizadas: Solubilizada, Envelhecida Naturalmente e Estabilizada. Para se referir a estas condições de tratamento será empregado o uso das abreviações **S**, **N** e **E** respectivamente. A Figura 22 representa esquematicamente o ciclo térmico para cada uma das condições mencionadas. O forno utilizado na realização dos tratamentos térmicos foi um Carbolite CWF capaz de operar até 1300°C.

A condição **S** consiste em aquecer o forno até a temperatura de 540°C e manter as amostras nesta temperatura por duas horas para sua solubilização, sendo em seguida resfriadas em água. O processamento mecânico é então realizado o mais rápido possível logo após o resfriamento, não demorando mais do que 5 minutos.

Para a condição **N** a rotina é a mesma empregada para a condição **S**, sendo que após o resfriamento as amostras não passam por nenhum processamento mecânico. As amostras são então mantidas à temperatura ambiente e são realizadas medidas de dureza ao longo do tempo. Desta forma é possível verificar o efeito do envelhecimento natural e com isso saber os impactos que ele pode causar sobre as amostras na condição **S**.

Já no caso da condição **E** as amostras são mantidas por duas horas na temperatura de 540°C. Após este tempo as amostras são resfriadas no forno até 300°C permanecendo assim por mais duas horas e, por fim, mais um resfriamento no forno até atingir a temperatura ambiente. O objetivo é que o material apresente precipitados da fase estável com granulação grosseira em equilíbrio com a matriz sem supersaturação, servindo de base comparativa para as amostras solubilizadas.

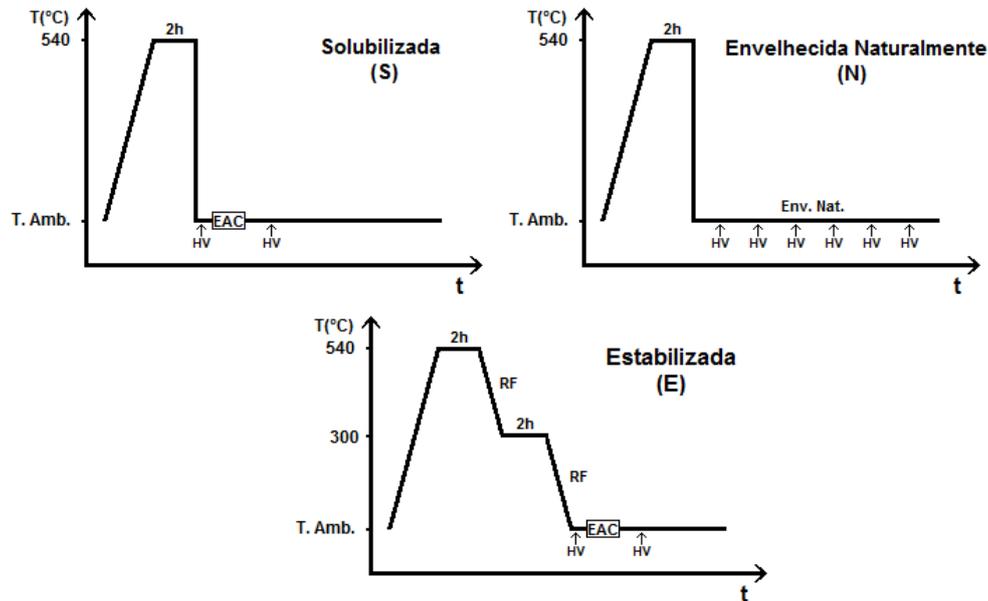


Figura 22: Representação das três condições de processamento empregadas. EAC: Extrusão Angular em Canal. RF: Resfriamento em forno. HV: Medida de dureza.

3.3 Ensaios de Extrusão Angular em Canal

Para realizar os ensaios de extrusão angular em canal foi empregada uma prensa hidráulica motorizada Nowak com capacidade para até 60 toneladas. A carga durante o ensaio é monitorada com um manômetro posicionado na prensa. A velocidade do punção durante todos os ensaios foi de 0,5 mm/s. A matriz utilizada possui um canal de seção quadrada de lado 13,2 mm, com um ângulo Φ de 90° e um arco externo ψ com ângulo de 20°. Nestas condições a deformação atingida é de aproximadamente 1,05 por passe.

Foram utilizados calços antes da inserção das amostras na matriz de EAC, atuando como uma pressão contrária ao deslocamento dos corpos de prova. O objetivo é obter uma maior homogeneidade nas amostras processadas.

Todos os ensaios de EAC são registrados na forma de vídeo onde é possível acompanhar o valor da carga e do deslocamento do punção durante cada passe efetuado.

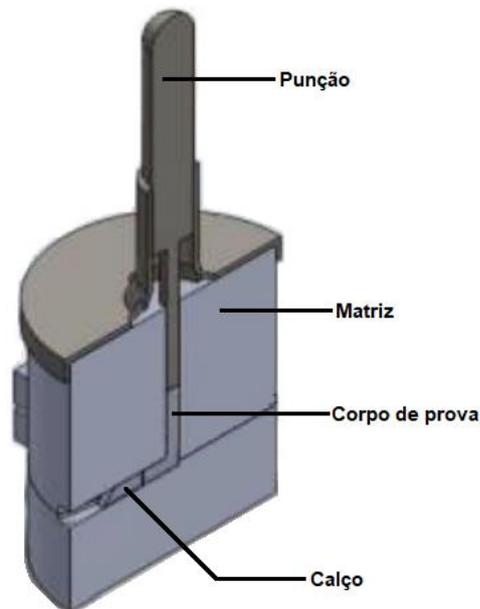


Figura 23: Corte longitudinal de um modelo da matriz utilizada nos ensaios de EAC (CARVALHAL, 2016).

As amostras nas condições **E** e **S** citadas anteriormente são submetidas ao processo de EAC com até 4 passes segundo a Rota C, ou seja, entre cada passe a amostra é rotacionada de 180°. As amostras estão na forma de barras com 80 mm de comprimento e são previamente preparadas com um lubrificante de MoS₂ em pó e em seguida envoltas com politetrafluoretileno (PTFE), comercialmente conhecido como teflon, a fim de minimizar o efeito do atrito.

3.4 Caracterização

3.4.1 Medida de dureza

As medidas de dureza foram realizadas no equipamento Zwick Roell Identec localizado no Laboratório de Propriedades Mecânicas (PROPMEC) do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. O procedimento foi realizado segundo a norma ASTM E384 – 11 com uma carga aplicada Q de 5 Kg. São tomadas ao menos cinco medidas para determinar a dureza pela média aritmética destes valores.

Para realizar o ensaio a amostra é cortada em um equipamento BUEHLER ISOMET, disponível no Laboratório de Aulas Práticas e Metalografia do DMM, em velocidade lenta e refrigerada com álcool etílico. Primeiro as duas extremidades da amostra são descartadas e é cortado um pedaço do restante da peça de cerca de 5 mm de espessura na direção X para ser encaminhado ao durômetro. A Figura 24 ilustra o esquema de corte descrito acima. As medidas de dureza são realizadas no plano YZ.

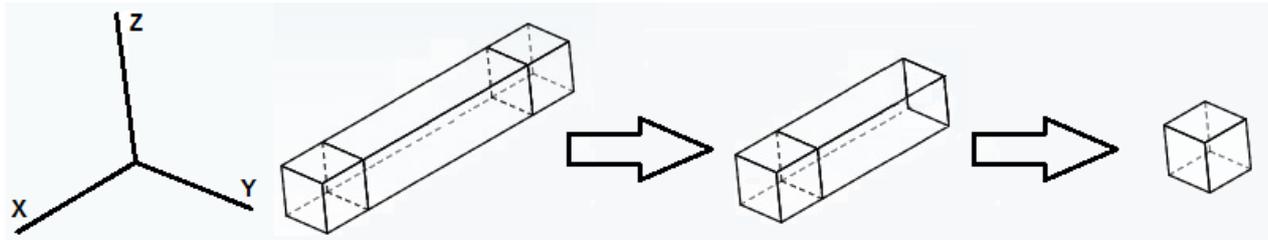


Figura 24: Sequência de corte para o ensaio de dureza. Direções definidas na Figura 14.

Após a realização do ensaio de dureza, as amostras com as indentações são levadas a um microscópio ótico Olympus BX60M onde são então fotografadas. Em seguida as fotos são abertas no software de análise de imagens Image-Pro onde são medidas as diagonais das indentações. O cálculo da dureza é feito segundo a Equação 6 abaixo, com a média das diagonais D sendo expressa em milímetros e a carga Q em gramas. Além do cálculo dos valores da dureza média, também é calculado seus respectivos desvios-padrão.

$$H_v = \frac{1854,4 \cdot Q}{D^2} \quad (\text{Eq. 6})$$

Para um indentador Vickers de pirâmide de diamante de base quadrada e ângulo de diedro de 136° , a profundidade de penetração h pode ser calculada utilizando-se a Equação 7.

$$h = \frac{D}{2\sqrt{2} \tan(68^\circ)} \approx \frac{D}{7} \quad (\text{Eq. 7})$$

3.4.2 DSC

O preparo das amostras para o DSC segue as mesmas etapas iniciais adotadas para o ensaio de dureza. Neste caso o pedaço retirado da peça possui cerca de 9 mm de espessura na direção X. São feitos três cortes perpendiculares ao eixo Y e três cortes perpendiculares ao eixo Z até a metade da espessura da peça. Ao todo são retirados 16 pedaços de 3 mm de lado e 1 mm de espessura. Apenas os 4 pedaços que não fazem parte da borda da peça são aproveitados, enquanto que os 12 demais são descartados. Este procedimento pode ser visto na Figura 25 abaixo.

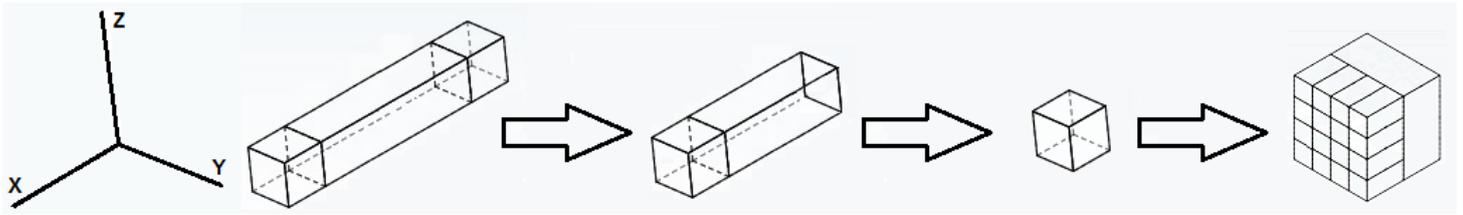


Figura 25: Sequência de corte para a análise de DSC. Direções definidas na Figura 14.

Neste trabalho a análise por calorimetria diferencial de varredura foi feita no Laboratório de Polímeros do DMM utilizando um equipamento NETZSCH DSC 204F1 Phoenix, que funciona por fluxo de calor. Para as três condições estudadas, a faixa de temperatura utilizada foi entre 30°C e 350°C, com uma taxa de aquecimento de 10°C/min.

A rotina realizada antes do início da análise consiste na limpeza das amostras com acetona usando um equipamento de ultrassom. Utilizando uma balança analítica foi pesado e registrado o valor das massas das amostras e do cadinho. O material de referência é um cadinho vazio de alumínio, idêntico ao cadinho que contém a amostra.

No caso da amostra solubilizada sem deformação, após a solubilização em forno a amostra foi imediatamente cortada e limpa com acetona e entregue para análise logo em seguida. O tempo entre o resfriamento em água e o início da análise de DSC foi de aproximadamente 28 minutos.

3.4.3 Dureza em condições selecionadas de DSC

É possível reproduzir no equipamento de calorimetria diferencial de varredura tratamentos térmicos anisotérmicos e ao mesmo tempo observar a ocorrência de transformações. Tendo isto em vista, foram realizados ensaios interrompidos em temperaturas de início e fim de reações, obtendo amostras para posterior caracterização por dureza.

Os ensaios foram realizados em amostras estabilizadas com 1 e 4 passes de deformação e temperaturas iniciais e finais definidas com base em análises anteriores. A taxa de aquecimento foi de 10°C/min, enquanto que a de resfriamento foi de 75°C/min até a amostra atingir a temperatura ambiente. A Figura 26 exemplifica a escolha da temperatura de início e fim de uma amostra deformada por EAC.

A nomenclatura das amostras utilizadas neste ensaio segue a seguinte regra: A primeira letra representa que as amostras são estabilizadas, por isso a letra **E**. O número que segue após a condição indica o número de passes da amostra. Após o número foi utilizado a letra **A** para indicar ensaios interrompidos antes do início da transformação, e a letra **D** para os ensaios interrompidos depois do fim da transformação. Caso não haja uma letra após o número significa que se trata de uma amostra que só foi deformada e caracterizada por dureza, sem passar pelo DSC.

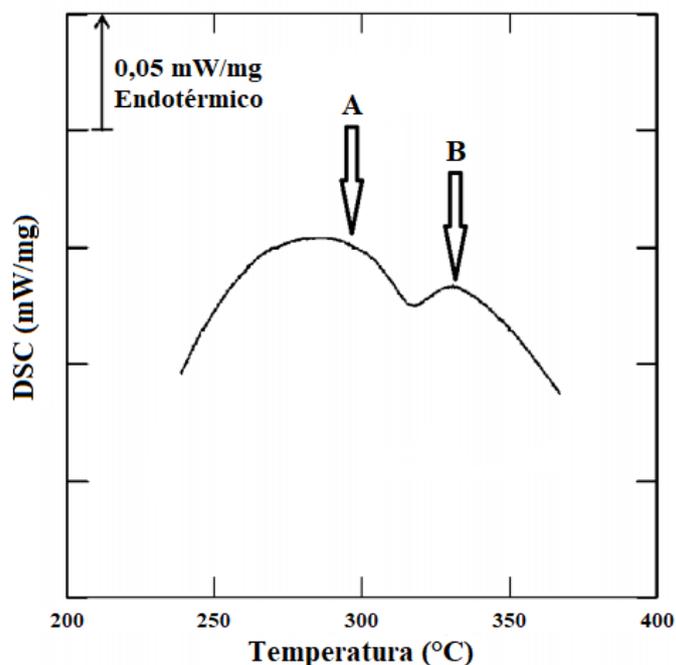


Figura 26: Exemplo da escolha de temperaturas finais de tratamentos para amostras deformadas (GUZELA, 2014).

3.4.4 Microdureza para avaliação da densidade de discordâncias

Foram realizados testes de microdureza Vickers em amostras estabilizadas deformadas com 1 e 4 passes. O procedimento tem como objetivo avaliar uma possível ocorrência de recristalização após a análise por calorimetria diferencial de varredura. Os ensaios foram realizados nas amostras **E1**, **E1A**, **E1D**, **E4**, **E4A** e **E4D**.

Inicialmente foram testadas somente as amostras **E1A**, **E1D**, **E4A** e **E4D**, que foram analisadas por calorimetria diferencial de varredura. Elas foram embutidas a frio com resina Epóxi e, em seguida, foram lixadas a úmido utilizando lixas com granulometria de 600, 800 e 1200 mesh. Posteriormente as amostras receberam um primeiro polimento utilizando alumina branca e depois passaram por um segundo polimento com pastas de diamante de 3 μm e 1 μm respectivamente.

O teste foi conduzido em um microdurômetro de marca Wilson Instruments, modelo 422MVD, carga de 200 g, tempo de indentação de 10 s, com cinco medições feitas em cada amostra.

A partir dos resultados obtidos, foi realizado um novo teste utilizando agora as seis amostras citadas. Seguindo o mesmo método de preparação citado acima, desta vez os ensaios foram feitos aplicando diferentes cargas nas amostras. Foi utilizado um Leitz miniload hardness tester, aplicando cargas de 25 g, 50 g, 75 g, 100 g, 125 g, 150 g, 175 g, 200 g, 300 g, 500 g e 1000 g em todas as amostras, com um tempo de indentação de 30 s.

4. RESULTADOS

4.1 Condições de processamento

A partir dos registros em vídeo dos ensaios de EAC, foram traçados gráficos da variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção de algumas das amostras processadas com diferentes passes. Estes gráficos estão representados nas Figuras 27, 28, 29, 30 e 31.

Os gráficos apresentam duas etapas típicas deste tipo de ensaio. A primeira é referente à passagem do calço pela interseção dos canais da matriz, enquanto que a segunda ao processamento da amostra.

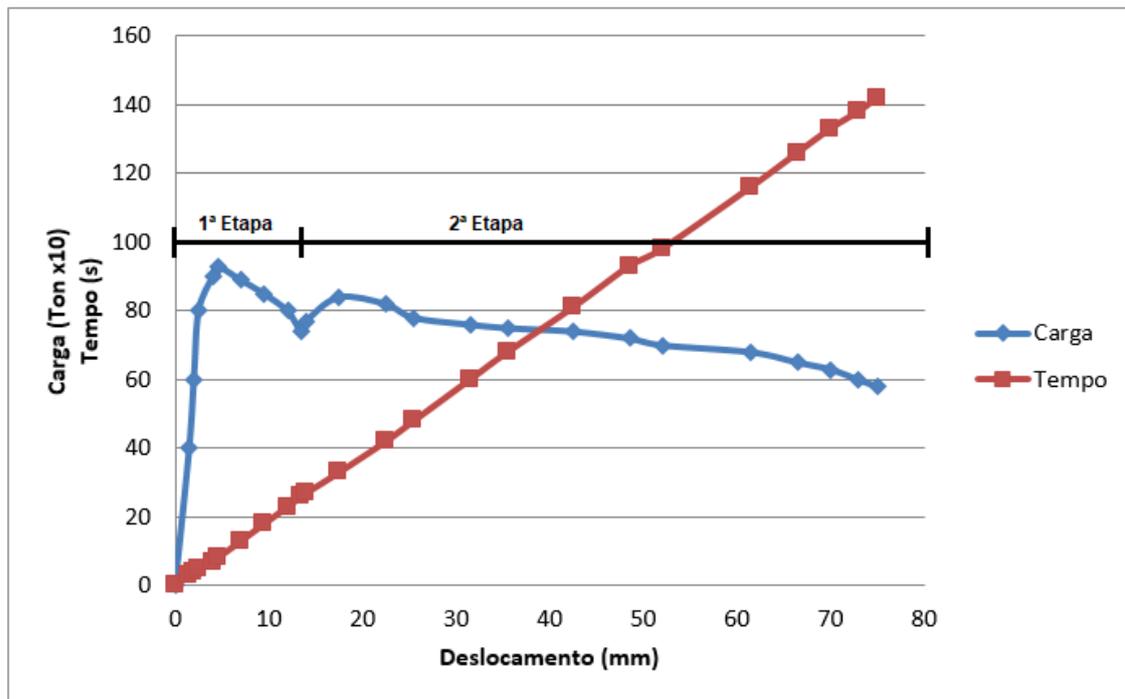


Figura 27: Variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção durante o primeiro passe de uma amostra da liga 6061 estabilizada.

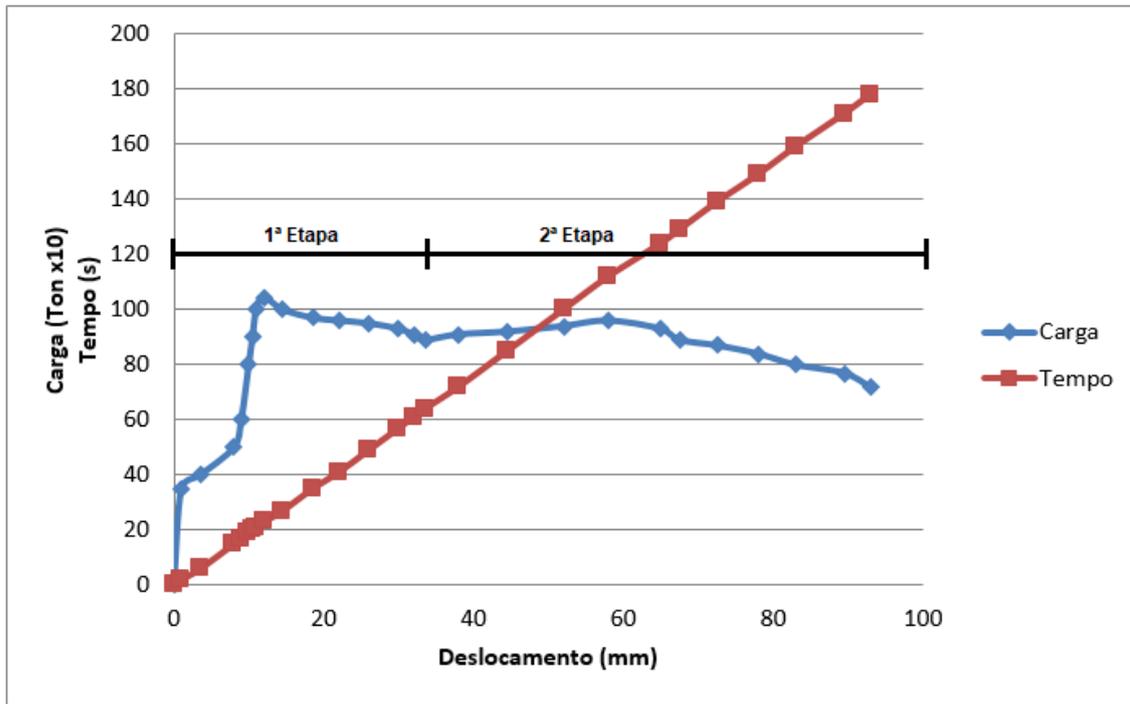


Figura 28: Variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção durante o segundo passe de uma amostra da liga 6061 estabilizada.

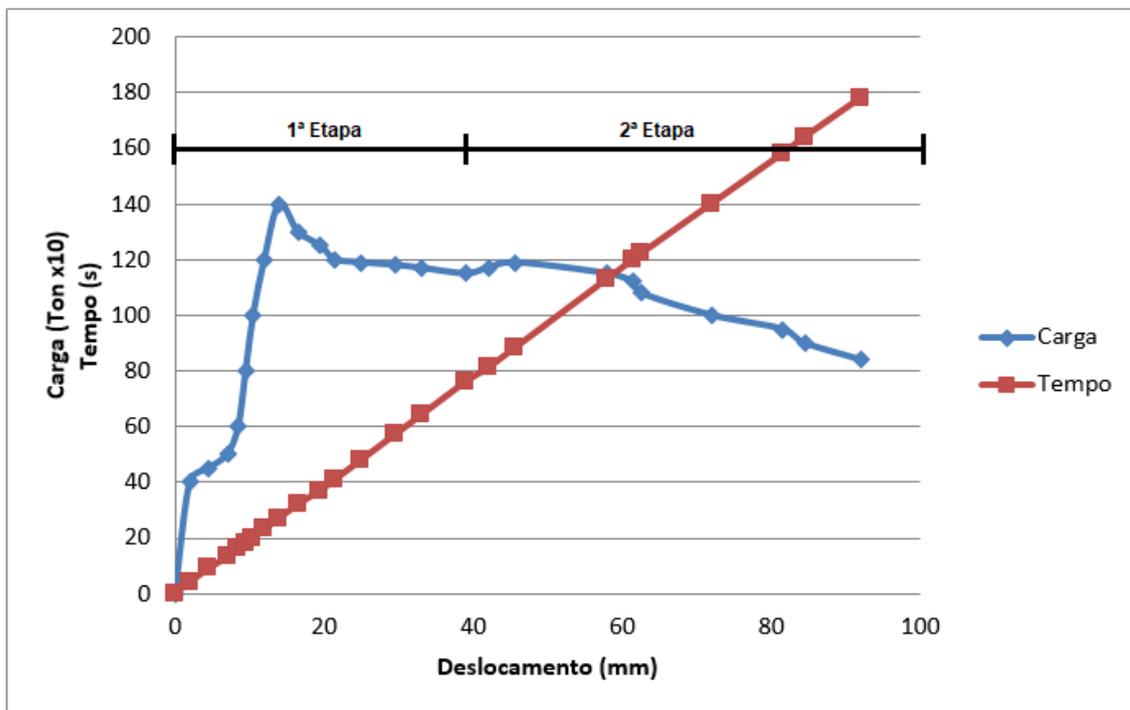


Figura 29: Variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção durante o terceiro passe de uma amostra da liga 6061 estabilizada.

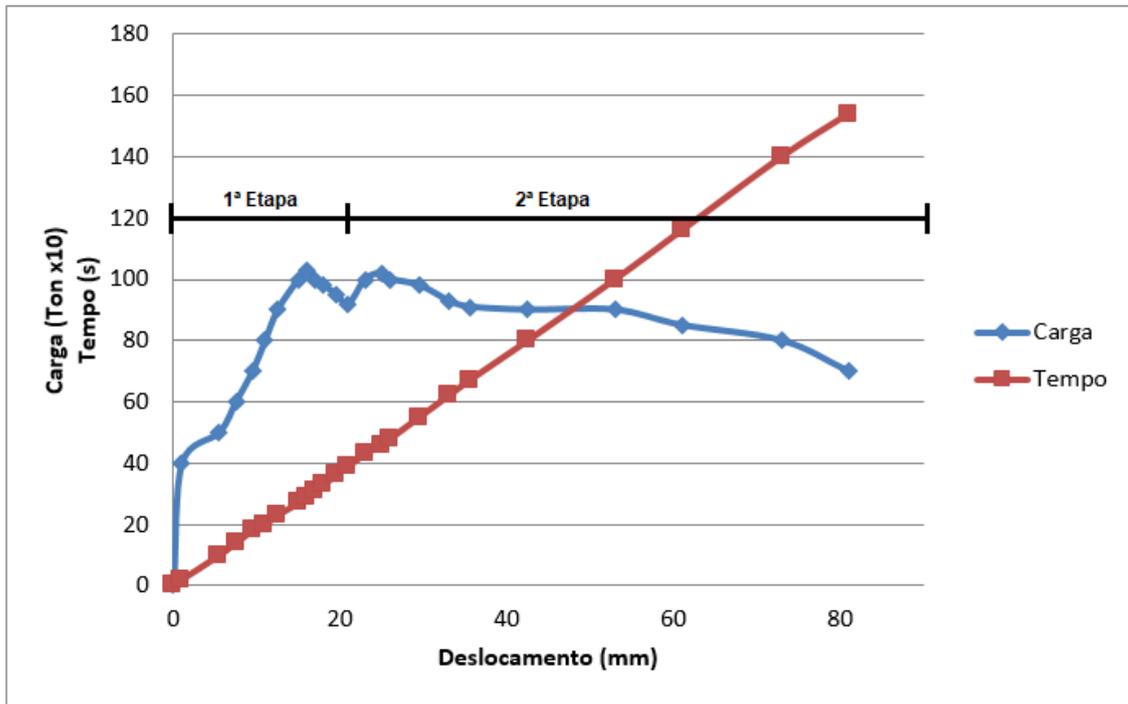


Figura 30: Variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção durante o quarto passe de uma amostra da liga 6061 estabilizada.

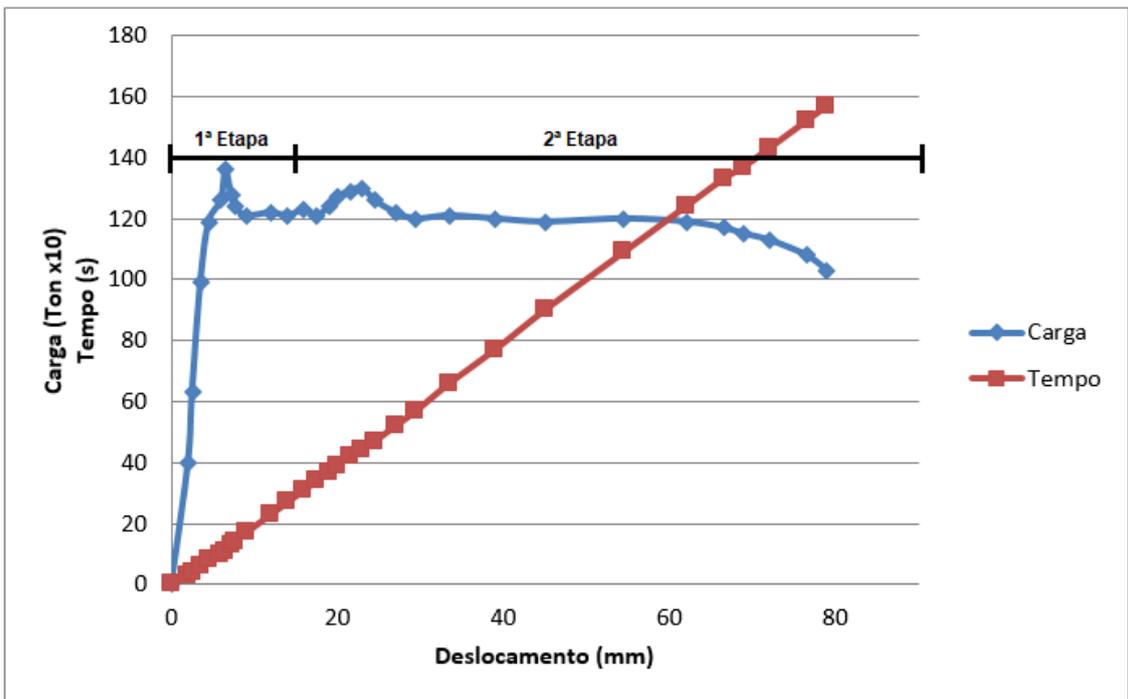


Figura 31: Variação da carga e do tempo em função do deslocamento do punção durante o primeiro passe de uma amostra da liga 6061 solubilizada.

A partir destes dados foram obtidos os valores da carga máxima (C_{MAX}), pressão máxima (P_{MAX}) e velocidade do ensaio (V) das amostras processadas.

A pressão máxima pode ser calculada a partir da Equação 8.

$$P_{MAX} = \frac{C_{MAX}}{A} \quad (\text{Eq. 8})$$

onde C_{MAX} é a carga máxima observada durante a segunda etapa e A é a área do canal de entrada.

A velocidade do punção foi obtida segundo a Equação 9.

$$V = \frac{\Delta S}{\Delta T} \quad (\text{Eq. 9})$$

onde ΔS é o deslocamento do punção e ΔT o intervalo de tempo que durou o deslocamento.

A Tabela 4 abaixo apresenta os valores obtidos dos ensaios de EAC para as amostras citadas anteriormente.

Tabela 4: Valores de carga máxima, pressão máxima e velocidade do punção para cada passe das amostras da liga 6061.

Condição	N° de Passes	C_{MAX} (Ton)	P_{MAX} (MPa)	V (mm/s)
Estabilizada	1	8,5	485,7	0,53
Estabilizada	2	9,5	542,9	0,52
Estabilizada	3	12,0	685,7	0,52
Estabilizada	4	10,0	571,4	0,53
Solubilizada	1	13,0	742,9	0,52

É importante notar que os valores da carga máxima obtidos dos ensaios de EAC dependem da lubrificação com MoS_2 em pó realizada nos canais da matriz e nos corpos de prova.

4.2 Ensaio de EAC

Os resultados obtidos das medidas de dureza nas amostras nas condições E e S de processamento da liga 6061 estão representados na Tabela 5, com seus respectivos desvios-padrão. Foi aproveitada a amostra solubilizada com 4 passes de deformação utilizada por GUZELA (2014), mas sendo refeitos os ensaios de dureza e de calorimetria. Também é apresentado o valor de dureza da amostra como recebido.

Em seguida a Tabela 6 contém os valores da variação de dureza obtidos após cada passe dessas mesmas amostras.

Tabela 5: Valores de dureza Vickers para as amostras nas condições E e S com e sem deformação.

Condição	Sem Deformação	Número de Passes			
		1 Passe	2 Passes	3 Passes	4 Passes
E	33,69 ± 0,31	66,66 ± 1,27	72,51 ± 1,91	75,84 ± 1,5	74,18 ± 1,02
S	51,40 ± 1,89	120,89 ± 2,14	129,21 ± 1,63	-	137,00 ± 1,51
Como Recebido	115,93 ± 2,41	-	-	-	-

Tabela 6: Variação de dureza após cada passe para as condições E e S de processamento.

Condição	Número de Passes			
	1 Passe	2 Passes	3 Passes	4 Passes
E	32,97 ± 1,31	5,85 ± 2,29	3,33 ± 2,43	-1,66 ± 1,81
S	69,49 ± 2,14	8,32 ± 1,63	-	7,79 ± 1,51

4.3 Envelhecimento Natural

A Tabela 7 apresentada abaixo contém os valores de dureza obtidos para a liga 6061 ao longo do tempo na condição de processamento N. O tempo que levou entre o resfriamento da liga após a solubilização e a primeira medida foi de aproximadamente 4 minutos. Foi atribuído o tempo de 0,1 min para a primeira medida, enquanto que para as demais medidas corresponde a quanto tempo decorreu a partir da primeira medida.

Tabela 7: Valores medidos de dureza com o tempo em uma amostra envelhecida naturalmente.

Tempo (min)	Dureza (HV)
0,1	51,40
10	56,03
20	56,00
30	58,00
40	60,92
50	63,44
60	61,22
70	64,45
80	64,16
90	68,22
100	66,53
110	68,68
130	65,87
150	66,09
170	70,62
190	68,02
220	70,39
250	71,76
10000	78,00

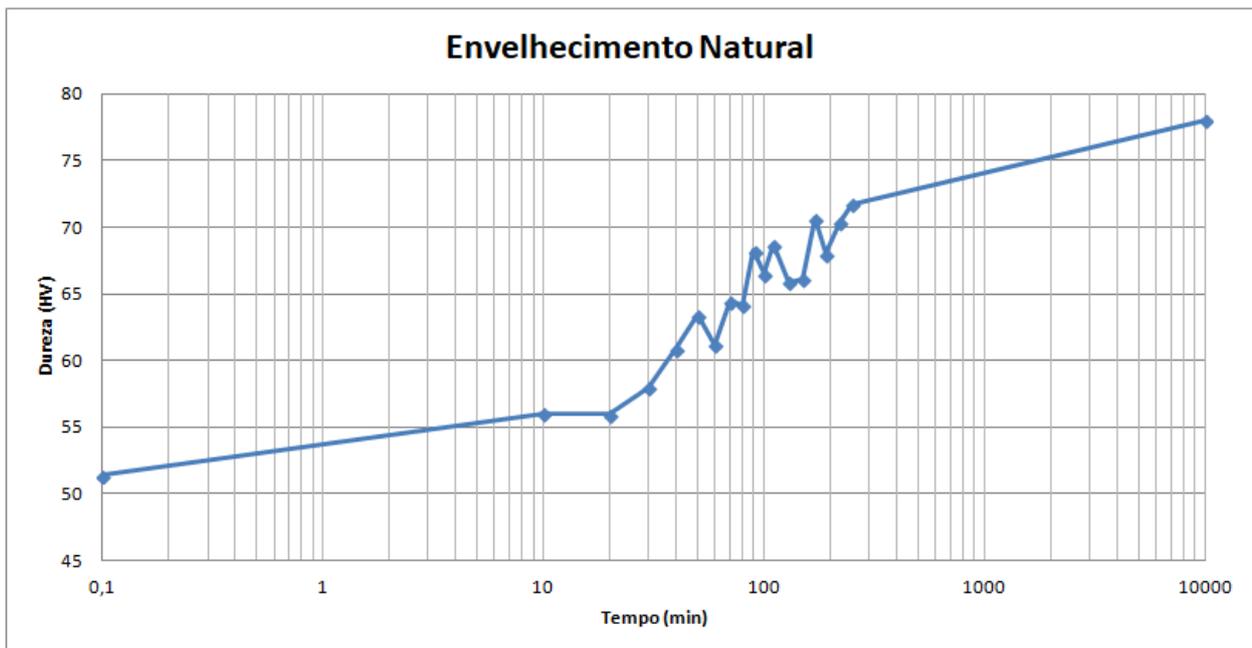


Figura 32: Variação da dureza com o tempo em uma amostra da liga 6061 envelhecida naturalmente.

4.4 Calorimetria Diferencial de Varredura

A seguir são retratados os resultados obtidos a partir das análises de DSC para as condições **S** e **E** da liga 6061. As curvas de DSC informadas pelo equipamento foram entre 50°C e 350°C, sendo que a faixa de temperatura a qual contém os fenômenos de interesse para cada condição está indicada nas Figuras 34 e 36. Em conjunto com as curvas de DSC também são apresentados seus respectivos dados na forma de tabela para cada condição das amostras. As transformações exotérmicas estão representadas nestas curvas na forma de picos.

Tanto as curvas de DSC quanto os dados a respeito da variação de entalpia ΔH e temperatura de pico são fornecidos pelo software do equipamento, contidos na Tabela 8. A variação de entalpia, em J/g, corresponde ao calor liberado pela quantidade transformada dividido pela massa da amostra.

As Figuras 33 e 34 mostram as curvas de DSC das amostras na condição **S**, enquanto que as Figuras 35 e 36 dizem respeito à condição **E**. Elas foram construídas a partir dos dados fornecidos pelo software do equipamento e plotadas usando o editor de planilhas Microsoft Office Excel. Para efeito de comparação, as curvas estão organizadas conforme a condição de processamento adotada, podendo melhor visualizar as modificações que ocorrem em função do número de passes que a amostra sofreu.

Tabela 8: Variação da entalpia e da temperatura de pico em função do número de passes. A amostra solubilizada sem deformação apresenta dois valores uma vez que nesta condição ocorrem duas transformações na faixa de temperatura de interesse.

Condição	N° de Passes	ΔH (J/g)		Temperatura de Pico (°C)	
S	0	7,8017	3,1593	253	300
	1	6,8657		233	
	2	6,6078		230	
	3	-		-	
	4	6,3244		229	
E	0	-		-	
	1	0,0037		324	
	2	0,2851		314	
	3	0,3288		307	
	4	0,4268		304	

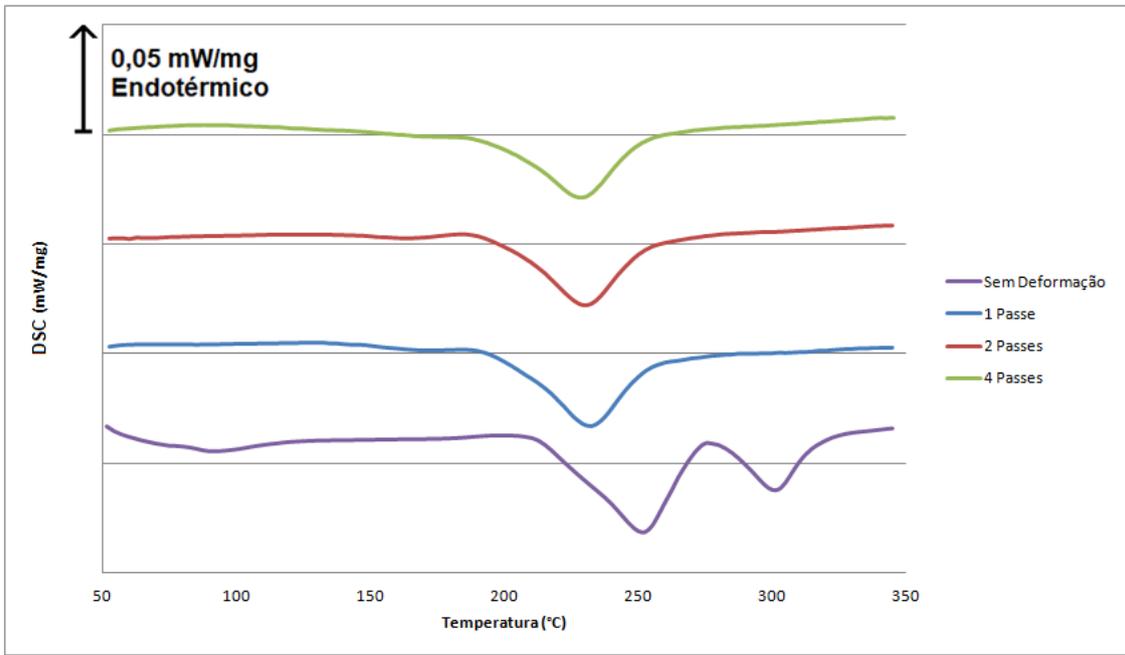


Figura 33: Curvas de DSC obtidas a partir da liga 6061, na condição S, entre a faixa de temperatura de 50°C e 350°C.

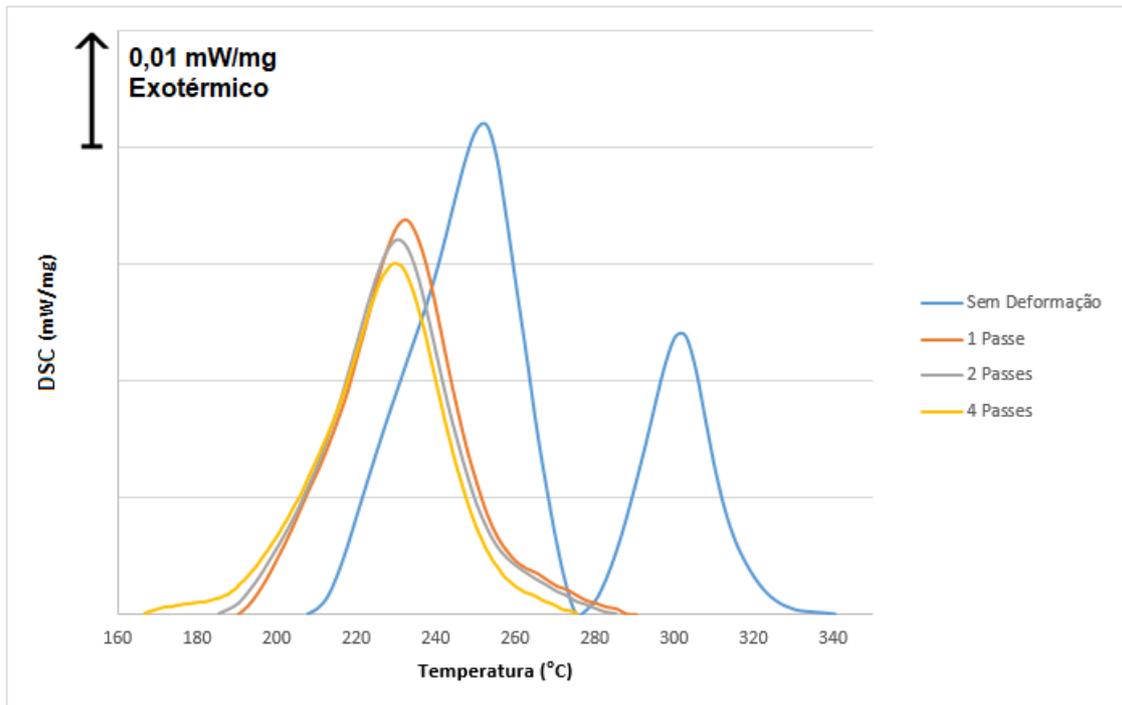


Figura 34: Curvas de DSC da liga 6061, na condição S, na faixa de temperaturas de ocorrência das transformações de interesse.

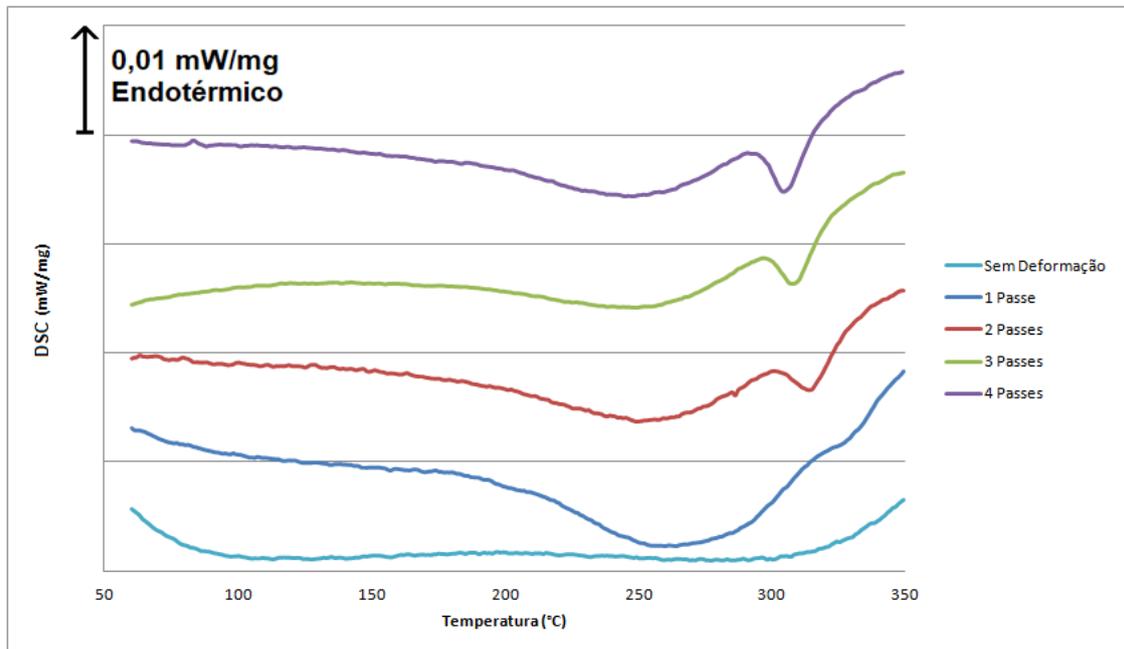


Figura 35: Curvas de DSC obtidas a partir da liga 6061, na condição E, entre a faixa de temperatura de 50°C e 350°C.

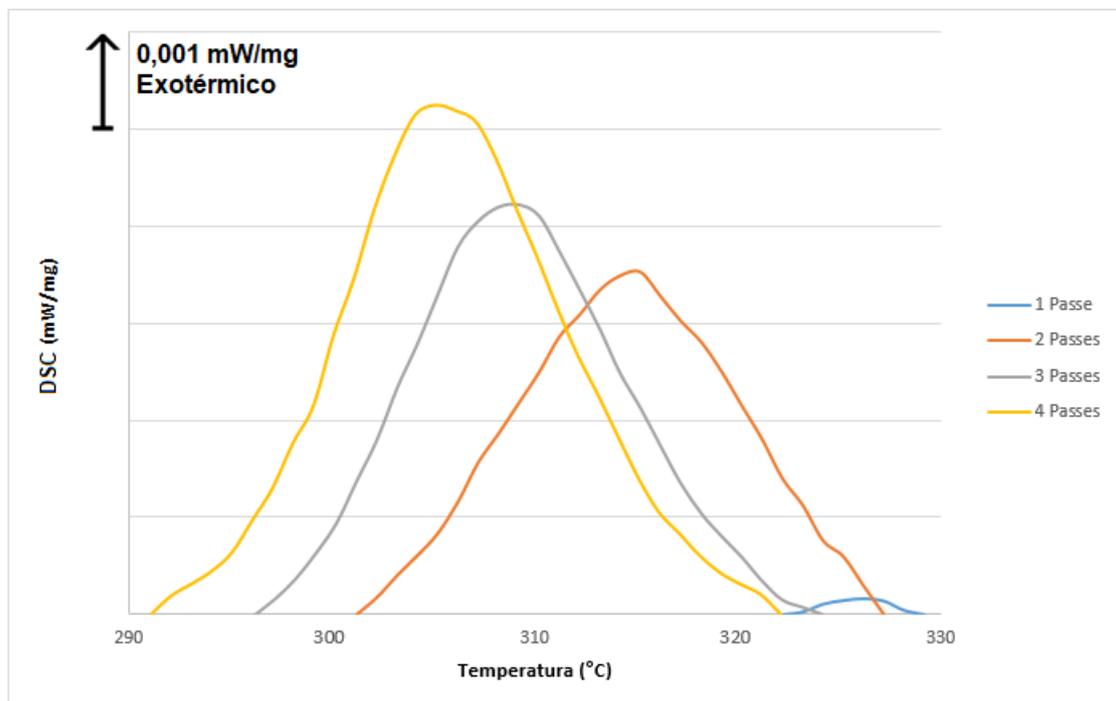


Figura 36: Curvas de DSC da liga 6061, na condição E, na faixa de temperaturas de ocorrência das transformações de interesse.

4.5 Reprodução de tratamento térmico após EAC por DSC

Foi observado a presença de um pico de transformação nas curvas de DSC das amostras estabilizadas deformadas, ilustradas nas Figuras 35 e 36, onde houve a eliminação da supersaturação pelo tratamento de estabilização. Estes resultados serviram de motivação para realizar tratamentos térmicos anisotérmicos, onde foram feitas análises interrompidas em temperaturas de início e fim das transformações observadas para posteriormente caracterizar por microdureza.

Os resultados obtidos após o ensaio de DSC em condições selecionadas das amostras estabilizadas com 1 e 4 passes após o processamento por EAC estão dispostos a seguir. A faixa de temperatura analisada foi entre 150°C e 350°C, que engloba as transformações sendo estudadas.

A Tabela 9 apresenta os dados referentes a cada amostra, informando as temperaturas de início e de interrupção adotadas cada ensaio e também os valores da variação de entalpia e temperatura de pico, obtidos a partir do software do equipamento.

Já a Figura 37 representa de forma gráfica as curvas obtidas das amostras **E1A**, **E1D**, **E4A** e **E4D**. As curvas foram organizadas de forma que fique fácil a identificação dos pontos em que o ensaio foi interrompido e melhor comparação entre os instantes logo antes e depois da transformação.

Tabela 9: Temperaturas de início e de interrupção dos ensaios e valores da variação da entalpia e da temperatura de pico das amostras E1A, E1D, E4A e E4D.

Amostra	Temperatura Inicial (°C)	Temperatura Final (°C)	ΔH (J/g)	Temperatura de Pico (°C)
E1A	30	310	-	-
E1D	30	340	0,1811	325
E4A	30	280	-	-
E4D	30	335	0,3715	304

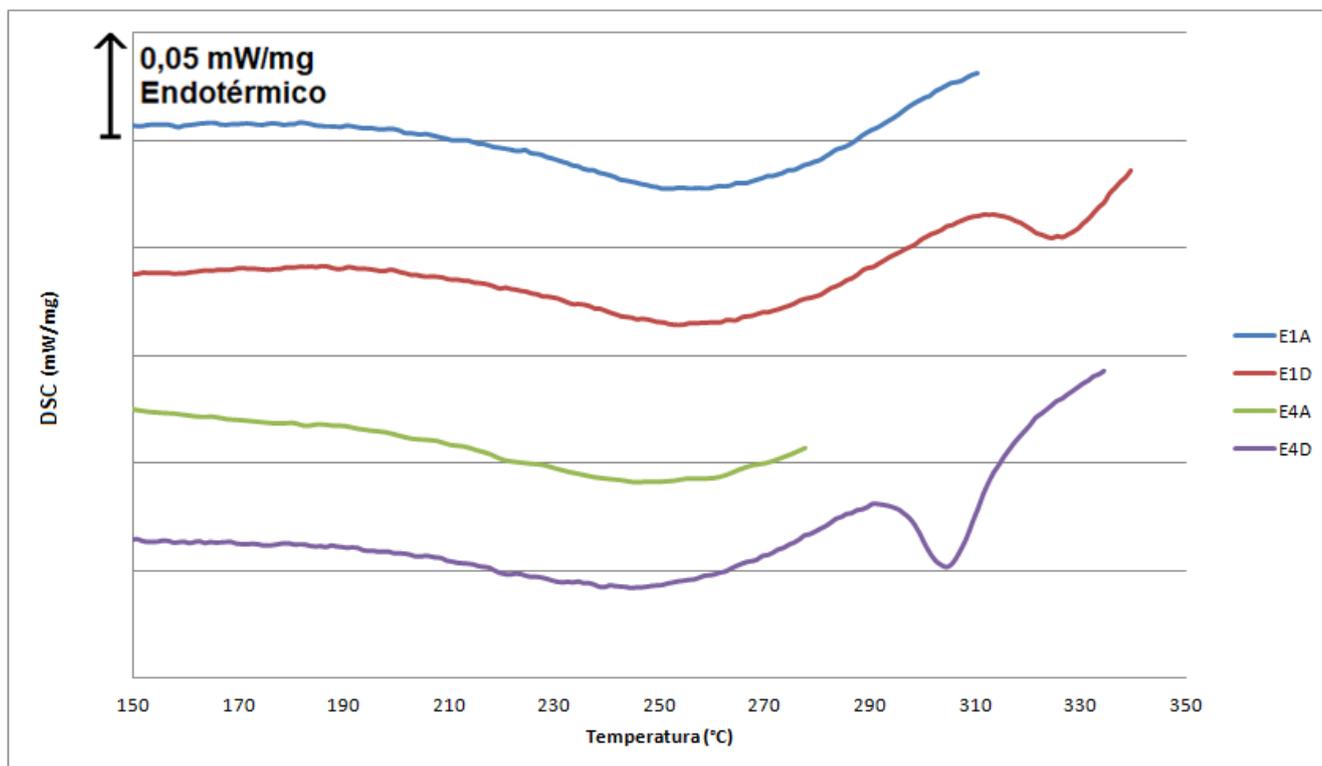


Figura 37: Curvas de DSC obtidas a partir da liga 6061 para as amostras E1A, E1D, E4A e E4D, realizadas em condições selecionadas.

4.6 Microdureza Vickers

Os resultados do ensaio de microdureza Vickers para as amostras **E1A**, **E1D**, **E4A** e **E4D** com carga de 200 g foram registrados na Tabela 10 a seguir.

Tabela 10: Valores de microdureza Vickers medidos no ensaio de microdureza para as amostras estabilizadas após 1 e 4 passes.

Amostra	Medidas de dureza realizadas (HV0,2)					Dureza Média (HV0,2)
E1A	62,79	62,47	63,14	64,48	61,45	62,87 ± 0,99
E1D	41,69	42,73	41,60	38,74	42,44	41,44 ± 1,42
E4A	66,43	67,72	65,92	67,63	62,20	65,99 ± 2,01
E4D	40,81	37,85	39,47	36,80	38,90	38,77 ± 1,37

A partir da Tabela 10, foi plotado o gráfico abaixo apresentando os valores da dureza média das amostras quando a temperatura de interrupção do ensaio de DSC é inferior à temperatura de início da transformação e quando é superior à temperatura de término da transformação.

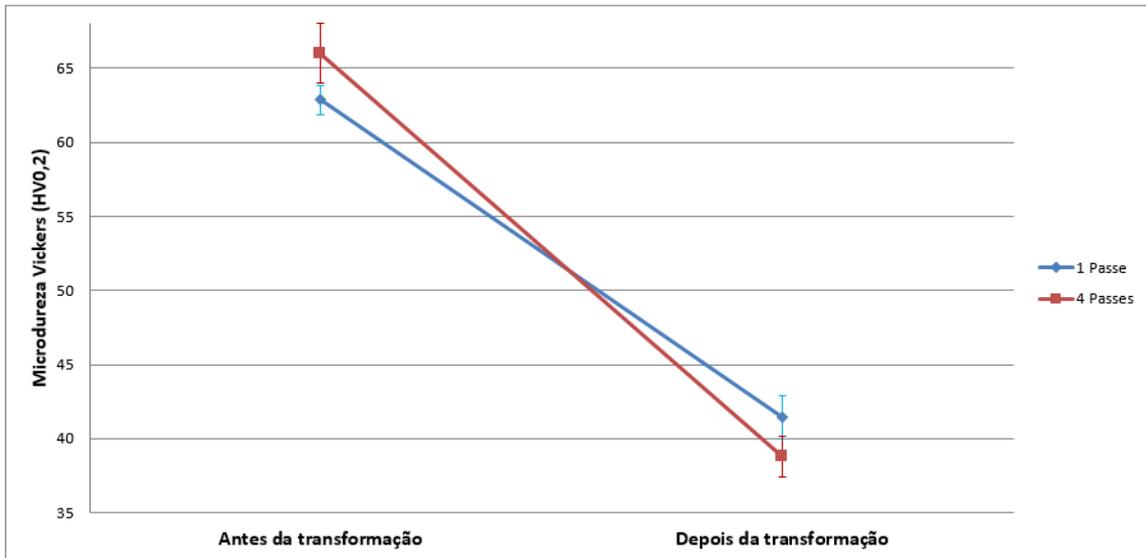


Figura 38: Evolução da dureza média das amostras da liga 6061 estabilizadas com 1 e 4 passes, quando o ensaio de DSC é interrompido em uma temperatura anterior e posterior à transformação das amostras.

A Figura 39 mostra o valor da dureza em função da profundidade da indentação das amostras **E1**, **E1A**, **E1D**, **E4**, **E4A** e **E4D** aplicando diferentes cargas durante os ensaios. Para facilitar a comparação entre as amostras os resultados foram dispostos em um único gráfico.

O valor da profundidade da indentação foi obtido a partir da média das diagonais fazendo-se uso da Equação 7.

Ficou evidente a ocorrência do ISE em todas as amostras indentadas.

Amostras estabilizadas com 1 e 4 Passes

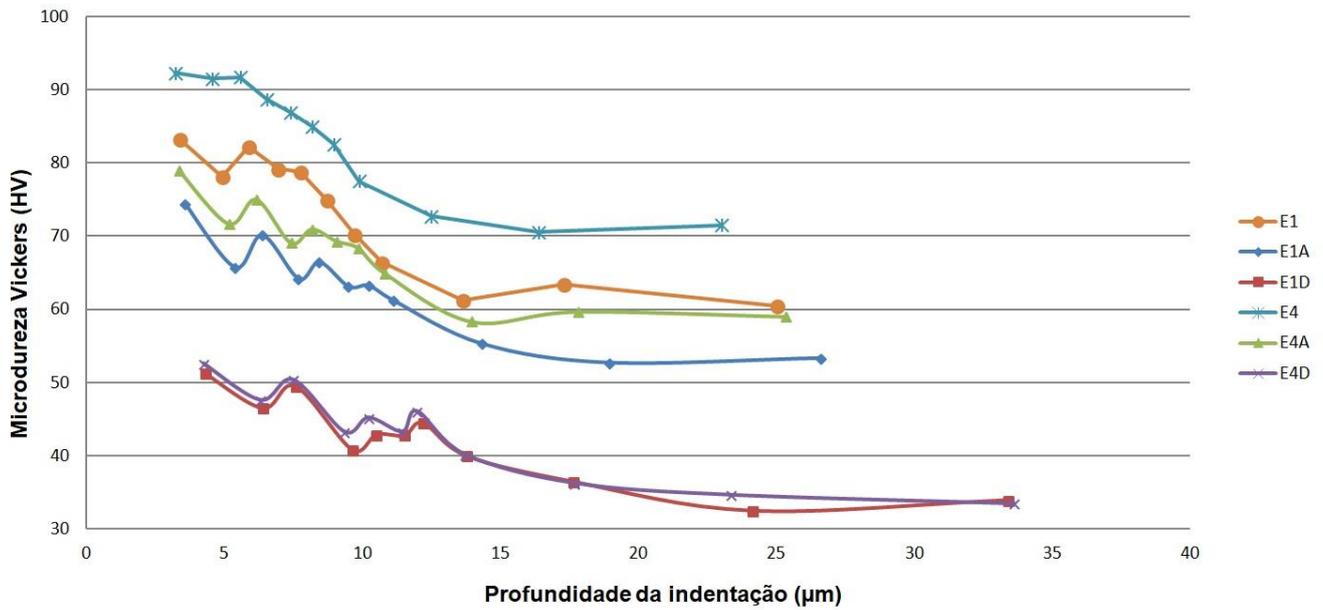


Figura 39: Valores de dureza em função da profundidade da indentação utilizando diversos valores de carga Q.

Estes resultados foram em seguida organizados em gráficos individuais e os dados foram ajustados à Equação 4. Adicionando-se uma linha de tendência em cada gráfico, o coeficiente angular da reta corresponde ao valor de h^* , enquanto que o coeficiente linear deve idealmente ficar o mais próximo de 1.

Os valores de H_0 foram calculados como sendo a média das medidas de dureza obtidas com as cargas de 500 g e 1000 g em cada amostra.

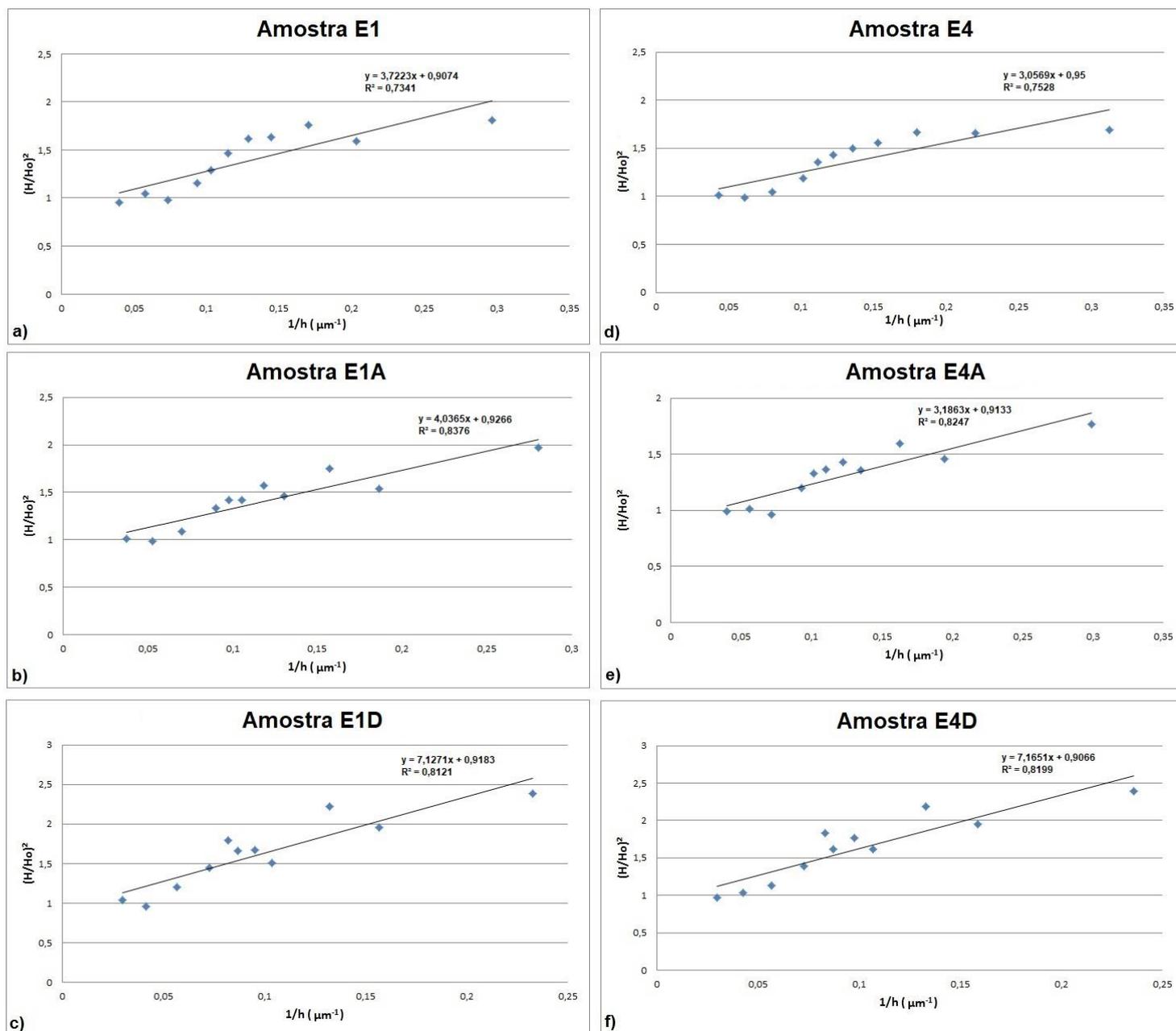


Figura 40: Determinação de h^* a partir da Equação 4 para as amostras estabilizadas em diferentes condições. a) E1; b) E1A; c) E1D; d) E4; e) E4A; f) E4D.

Substituindo os valores de h^* na Equação 5 e atribuindo $\theta = 22^\circ$ para um indentador Vickers de 136° e $b = 0,286$ nm para o vetor de Burgers do alumínio, os resultados obtidos do cálculo da densidade de discordâncias ρ_{SSDs} estão descritos na Tabela 11, assim como os seus respectivos valores de H_0 e h^* .

Tabela 11: Resultados obtidos para o valor da macro dureza H_o , comprimento característico da indentação h^* e densidade de discordâncias ρ_{SSDs} das amostras estabilizadas nas seis condições descritas.

Amostra	H_o (HV)	h^* (μm)	ρ_{SSDs} (m^{-2})
E1	61,95	$3,7223 \pm 0,747$	$2,30 \cdot 10^{14}$
E1A	53,08	$4,0365 \pm 0,592$	$2,12 \cdot 10^{14}$
E1D	33,22	$7,1271 \pm 1,143$	$1,20 \cdot 10^{14}$
E4	71,04	$3,0569 \pm 0,584$	$2,80 \cdot 10^{14}$
E4A	59,35	$3,1863 \pm 0,489$	$2,69 \cdot 10^{14}$
E4D	34,04	$7,1651 \pm 1,119$	$1,19 \cdot 10^{14}$

5. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

5.1 Ensaios de EAC

Os resultados das medidas de dureza apresentados na Tabela 5 para as amostras da liga 6061 processadas por EAC foram plotados nas Figuras 41 e 42. Além disso, para efeito de análise, também é apresentado a variação de dureza obtida após cada passe com os dados da Tabela 6.

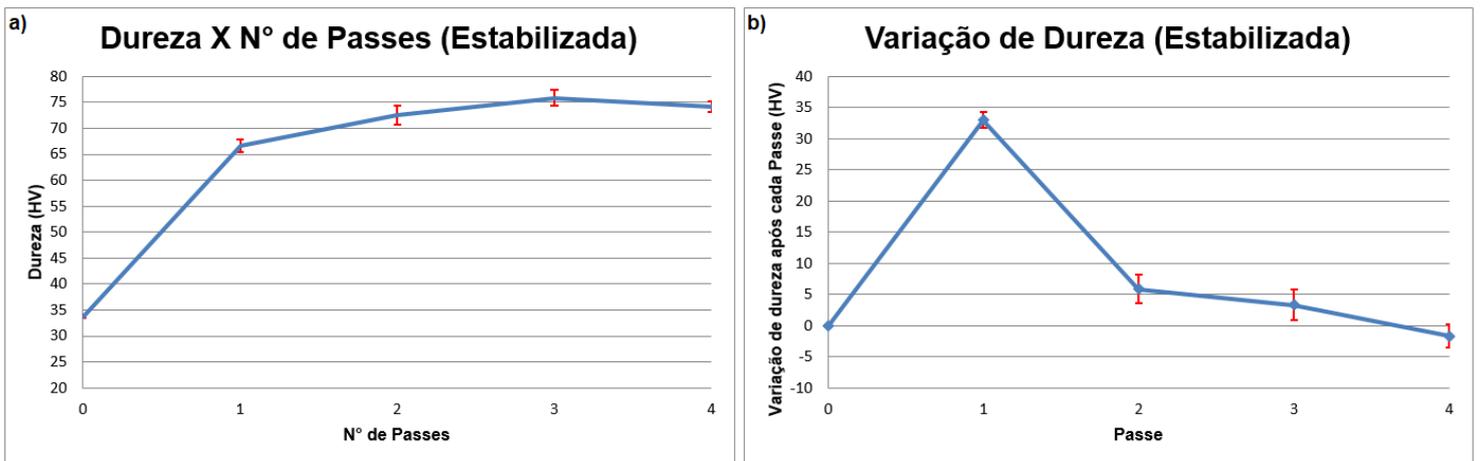


Figura 41: a) Evolução da dureza das amostras estabilizadas da liga 6061 em função do número de passes; b) Variação de dureza após cada passe.

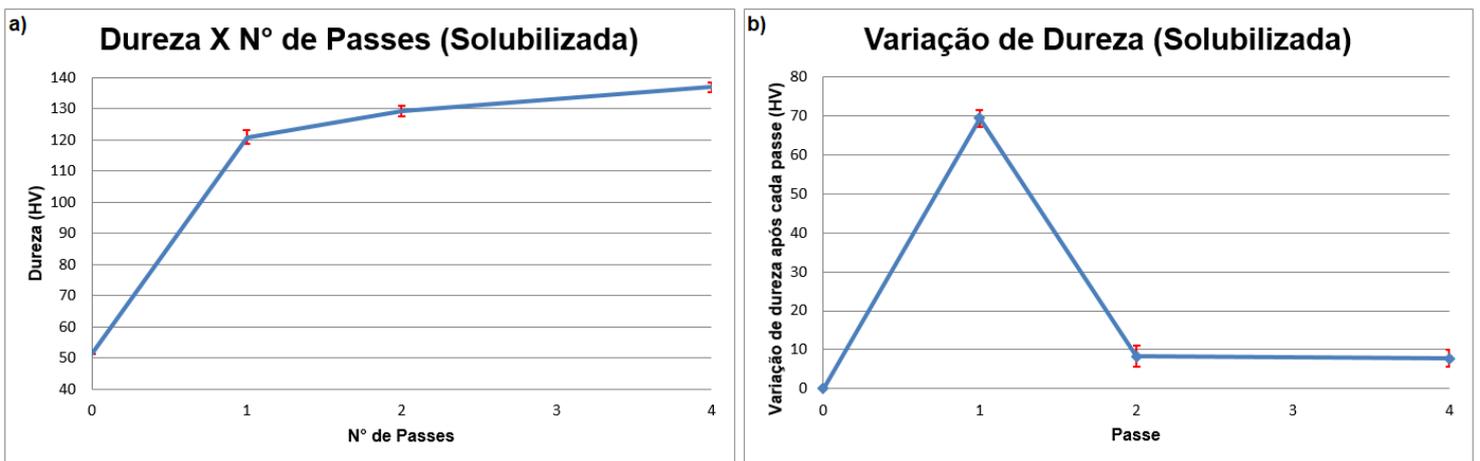


Figura 42: a) Evolução da dureza das amostras solubilizadas da liga 6061 em função do número de passes; b) Variação de dureza após cada passe.

As amostras estabilizadas apresentaram um ganho significativo de dureza após serem processadas por extrusão angular em canal. Logo no primeiro passe, a amostra teve sua dureza praticamente dobrada. Este aumento é justificado devido ao acúmulo de discordâncias na forma de células e à formação de contornos de subgrãos. Desta forma, o aumento na densidade de discordâncias ocasiona maior interação entre as discordâncias e os contornos dos subgrãos atuam para bloquear a movimentação das discordâncias, sendo responsáveis pelo endurecimento (ITO e HORITA, 2009). A elevada densidade de discordâncias é introduzida no material a partir dos altos valores de deformação alcançados pela técnica de EAC, ocasionando um excepcional refino de grão (VALIEV *et al*, 2006).

Nos passes seguintes o ganho de dureza é consideravelmente menor. Embora novas discordâncias sejam formadas com a continuação da deformação, inicia-se o processo de aniquilação de discordâncias nas paredes das células, causando a recuperação dinâmica do material. Quando é atingido o equilíbrio entre a geração e absorção de discordâncias pelos contornos de alto ângulo, a taxa de encruamento sofre uma queda e é observada uma estabilização no valor da dureza (ITO e HORITA, 2009), podendo ser verificada na Figura 41.

No caso das amostras solubilizadas seguido de processamento mecânico logo após o resfriamento, o ganho de dureza após o primeiro passe foi o mais expressivo de todos. Parte deste ganho se deve do encruamento com o aumento da densidade de discordâncias, também observado nas amostras estabilizadas. Além do encruamento, outros fatores podem contribuir para o aumento da dureza, como a distribuição dos átomos de soluto estando segregados nos contornos de grão e próximos às discordâncias (SHA *et al*, 2014), e uma possível precipitação dinâmica induzida pela deformação aplicada pela EAC (ROVEN *et al*, 2008).

A partir do segundo passe, assim como ocorrido com as amostras estabilizadas, o ganho passa a ser bem inferior ao obtido no primeiro passe. Como a microestrutura da amostra é correspondente ao estágio III de deformação plástica, os passos seguintes resultam em uma pequena contribuição para o endurecimento, dada pela atuação do estágio IV. Conjuntamente, conforme verificado por LANGDON (2007), o tamanho de grão médio obtido após o primeiro passe é o que vai dominar durante todo o processamento, permanecendo praticamente o mesmo após os passos seguintes. O pequeno aumento da dureza a partir do segundo passe, maior que o observado nas amostras estabilizadas, pode ser devido à possibilidade da ocorrência de mais precipitação dinâmica. O valor da dureza das amostras solubilizadas demora mais para alcançar um valor de estabilidade, conforme observando na Figura 42. Neste caso poderia ser entendido que a mobilidade das discordâncias estaria sendo afetada pela presença de átomos de soluto em solução sólida ou também de algum precipitado originado da precipitação dinâmica.

No que diz respeito ao envelhecimento natural nas amostras na condição **S**, após o primeiro passe a deformação imposta gera uma elevada densidade de discordâncias. Estas discordâncias atuam como sumidouros para as lacunas presentes na amostra, reduzindo a mobilidade atômica dos átomos na matriz, sendo que também pode ocorrer do soluto ficar aprisionado pelas discordâncias, deixando de estar disponível para a formação das Zonas GP (LEE *et al*, 1991). MIRANDA (2013) verificou que para pequenas deformações o envelhecimento natural já é consideravelmente reduzido. Posteriormente foi constatado por GUZELA (2014) que com deformações adquiridas na EAC o envelhecimento natural é suprimido após o primeiro passe.

5.2 Envelhecimento Natural

A amostra na condição **N**, quando comparada à amostra na condição **E**, após seus respectivos tratamentos térmicos já apresenta um maior valor de dureza a temperatura ambiente, em virtude do endurecimento da liga por solução sólida supersaturada, que ocorre devido à supersaturação da matriz.

Como a concentração de lacunas no material aumenta exponencialmente com a temperatura, quando a solubilização ocorre em temperaturas mais elevadas se percebe um endurecimento mais significativo. Neste caso a temperatura de 540°C é indicada pela literatura para assegurar que haja uma solubilização completa. MIRANDA (2013) aplicou diferentes temperaturas de solubilização às ligas 6061, 6063 e uma liga 606X adquirida no comércio e observou que para temperaturas menores, próximas de 400°C, não ocorria solubilização significativa e as ligas não apresentavam ganho de dureza quando envelhecidas naturalmente.

A Figura 32 indica a ocorrência de um endurecimento que ocorre ao longo do tempo à temperatura ambiente. A grande quantidade de lacunas mantidas após a solubilização funciona como um facilitador da difusão dos átomos na matriz e assim permitindo a formação de zonas GP coerentes com a matriz a partir do agrupamento de átomos de Mg e Si (POLMEAR, 2004). Conforme vai passando o tempo novas zonas GP surgem contribuindo para aumentar ainda mais a dureza da liga.

Além disso, a curva da Figura 32 indica que o endurecimento não varia constantemente com o tempo. Durante os 100 primeiros minutos a dureza já havia aumentado em 30%, mas depois passa a apresentar uma taxa de endurecimento mais lenta. BANHART *et al* (2010) também avaliaram a evolução da dureza com o tempo em duas ligas de Al-Mg-Si, uma contendo concentração maior de Mg e Si que a outra. O resultado pode ser visto na Figura 6 já apresentada.

Os dados obtidos possuem comportamento próximo ao dos autores, com um aumento mais acentuado da dureza nas primeiras 2 horas, passando depois por uma zona de transição até atingir uma baixa taxa de endurecimento onde o aumento de dureza já não seria mais significativo. Esta queda na taxa de endurecimento é atribuída a diminuição da concentração de lacunas que, após um tempo, chega à concentração de equilíbrio, e também da menor taxa de formação das zonas GP, consequência da menor disponibilidade de Mg e Si para a formação de novos aglomerados.

Sabendo que a deformação imposta ao material após o primeiro passe suprime o envelhecimento natural, as amostras solubilizadas só foram afetadas por ele no intervalo de tempo entre a têmpera e o início do processamento por EAC, tempo este que não ultrapassa 5 minutos. Como descrito na Tabela 7, o impacto do envelhecimento natural na dureza do material nos primeiros 30 minutos é ínfimo, praticamente não exercendo nenhuma influência sobre os resultados obtidos das amostras na condição S.

5.3 Estabilidade da solução sólida

Os dados descritos na Tabela 8 referentes aos ensaios de DSC das amostras solubilizadas e estabilizadas foram dispostos nas Figuras 43 e 44 a seguir.

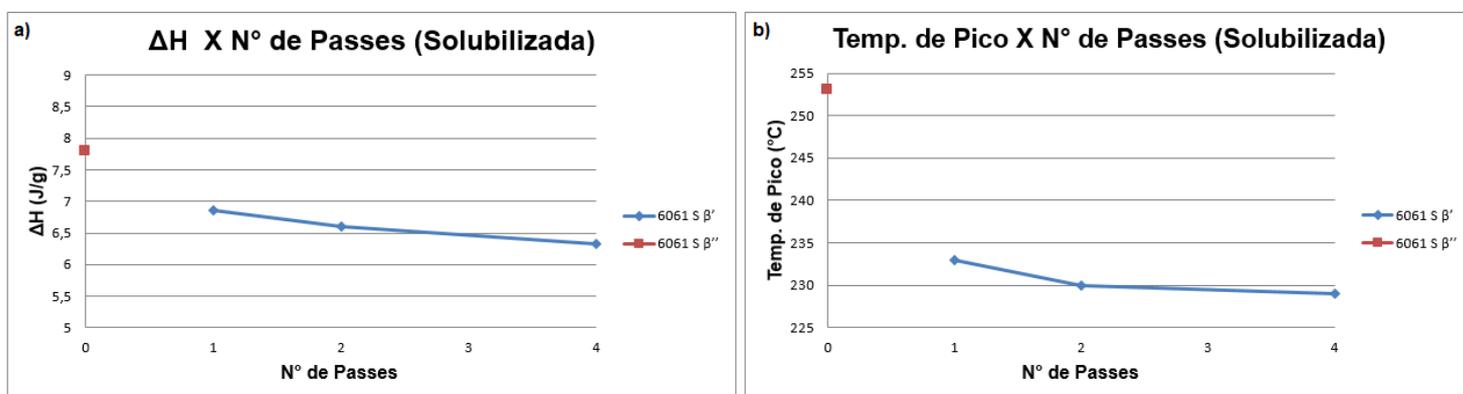


Figura 43: a) Valores de ΔH das amostras solubilizadas da liga 6061 em função do número de passes; b) Variação da temperatura de pico em função do número de passes.

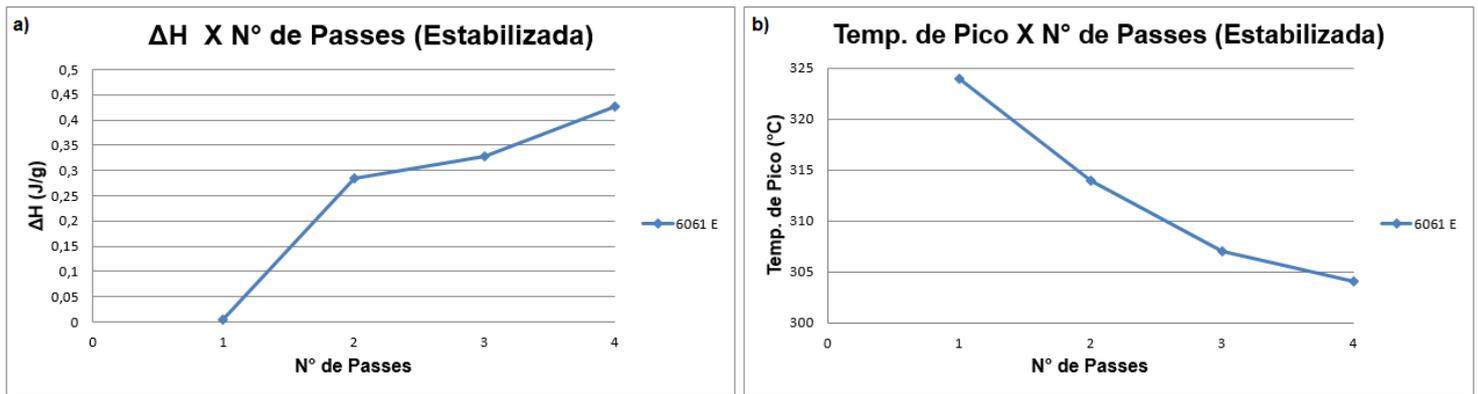


Figura 44: a) Valores de ΔH das amostras estabilizadas da liga 6061 em função do número de passes; b) Variação da temperatura de pico em função do número de passes.

Para a liga 6061 na condição **S** sem deformação, foram detectados dois picos de transformação exotérmica nas temperaturas de 253°C e 300°C, referentes à precipitação das fases β'' e β' , respectivamente. DUTTA e ALLEN (1991) observaram que o pico β'' seria na verdade a superposição de dois picos, onde o primeiro representaria a formação de pequenas zonas GP sem forma definida, e o segundo a formação de precipitados paralelos à direção $\langle 100 \rangle_{Al}$ na forma de agulhas (β'').

Após a deformação, os resultados mostram a ocorrência de apenas um pico de precipitação em temperaturas inferiores às do pico da fase β'' na amostra não deformada. O processo de deformação que resultou em um aumento na densidade de discordâncias acelerou a formação de β' e resultou no desaparecimento do pico de β'' . Isto é explicado pelo fato da criação de sítios de nucleação heterogênea para a precipitação de β' (LEE *et al.*, 1991). O deslocamento dos picos de precipitação para temperaturas menores conforme aumenta o número de passes indica que houve um aumento na cinética de precipitação devido à maior presença de discordâncias auxiliando no aumento da difusão e criação de mais sítios para a precipitação de β' . Outros autores compartilham de resultados semelhantes a estes, como nos casos de YASSAR *et al.* (2005) e GUZELA (2014).

Outro aspecto relevante diz respeito à variação de entalpia ΔH associada à precipitação, que corresponde à área da curva sob o pico de transformação e está relacionada com a quantidade de fase precipitada. A partir do primeiro passe, ou seja, se tratando apenas da precipitação da fase β' , as seguidas quedas observadas do ΔH indicam que houve a ocorrência de precipitação dinâmica durante a deformação, diminuindo assim a disponibilidade de soluto para a precipitação estática durante o ensaio de DSC.

5.4 Restauração durante os tratamentos térmicos por DSC

Observando os resultados obtidos para as amostras na condição **E**, ilustrados na Figura 35, não foi detectada nenhuma transformação na amostra não deformada. Em contrapartida, nas amostras deformadas foram detectados picos de transformação, muito menores quando comparados aos obtidos nas amostras na condição **S**. Como é esperado que toda a precipitação já tenha ocorrido durante o resfriamento em forno, conforme mostra o resultado da amostra não deformada, é razoável acreditar que esta energia armazenada é proveniente da DPS e que, no decorrer do ensaio de DSC, esta energia seria liberada durante os processos de recuperação e recristalização. KIM e WANG (2007), a partir de uma amostra da liga 6061 mantida a 530°C durante 4 horas, resfriada em forno até a temperatura ambiente e depois processada por EAC a uma temperatura de 125°C, detectaram um pico de transformação próximo de 300°C e com variação de entalpia de 0,26 J/g, valores estes condizentes aos obtidos neste trabalho.

Conforme o número de passes aumenta também há um aumento do ΔH . Este incremento observado na variação de entalpia é justificado pelo fato de que parte da energia mecânica proveniente da deformação plástica é armazenada no material, aumentando assim sua energia interna (BEVER *et al*, 1973, p.5). Neste sentido, um aumento no número de passes resulta em um aumento desta quantidade de energia armazenada. Entretanto, mesmo na amostra com 4 passes a energia medida não chegou a atingir nem 1 J/g. Além disto, os resultados obtidos mostram uma diminuição da temperatura de pico, passando de 324°C até 304°C. Como o processo de restauração é termicamente ativado, é necessário que haja uma temperatura mínima, intitulada temperatura crítica, para desencadear os mecanismos atômicos fundamentais para sua ocorrência. O aumento na magnitude da deformação não só aumenta a energia interna armazenada como também o número potencial de núcleos a serem formados, resultando em menor temperatura para a ocorrência de recristalização.

5.5 Medida da densidade de discordâncias

A partir da Figura 35, levantou-se o questionamento de que a transformação detectada pelo DSC nas amostras na condição **E** deformadas se trataria da recristalização estática. Uma vez que o fenômeno está associado a uma diminuição de dureza do material, foi feito um ensaio de microdureza nas amostras **E1A**, **E1D**, **E4A** e **E4D**. As medidas efetuadas, descritas na Tabela 10 e ilustradas na Figura 38, indicam uma perceptível queda no valor da dureza tanto na amostra de 1 passe quanto na de 4 passes. Este resultado motivou um aprofundamento na questão para verificar se de fato a hipótese se sustenta.

Os resultados dos ensaios de microdureza realizados com cargas variando desde 25 g até 1000 g, apresentados na Figura 39, indicam uma dependência do valor de dureza com a profundidade de penetração. Foi verificado a presença do ISE em todas as amostras analisadas, podendo já ser percebido nas indentações geradas por cargas menores que 300 g.

A estimativa da densidade de discordâncias ρ_{SSDs} por meio de medidas de dureza foi feita usando o modelo original proposto por NIX e GAO (1998), a partir da Equação 5. Todas as amostras avaliadas apresentaram uma densidade de discordâncias da ordem de 10^{14} m^{-2} , valores que estão de acordo com os observados na literatura, em que metais processados por deformação plástica severa normalmente apresentam uma densidade de discordâncias da ordem de $10^{14} - 10^{15} \text{ m}^{-2}$. Como exemplos, MURASHKIN *et al* (2009) solubilizaram e processaram por EAC em canais paralelos a uma temperatura de 100°C uma liga de alumínio comercial 6061, determinando por difração de raios X (DRX) uma densidade de discordâncias de $1,9 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$ na amostra com 1 passe. JIANG *et al* (2017), com uma liga 6013 solubilizada e envelhecida a 191°C seguido de EAC a 100°C , caracterizaram por DRX o valor médio de ρ variando entre $0,5 - 1,0 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$. Já KHELFA *et al* (2017) com uma liga 6060 na condição T6 processada por EAC à temperatura ambiente usando a rota B_c , determinaram por DRX o valor médio de ρ variando entre $1,0 - 1,3 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ nos primeiros 4 passes. Entretanto, também foram observados na literatura valores para a densidade de discordâncias local chegando a ordem de 10^{17} (JIANG *et al*, 2017 e ZHANG *et al*, 2013), indicando que há uma distribuição heterogênea das discordâncias.

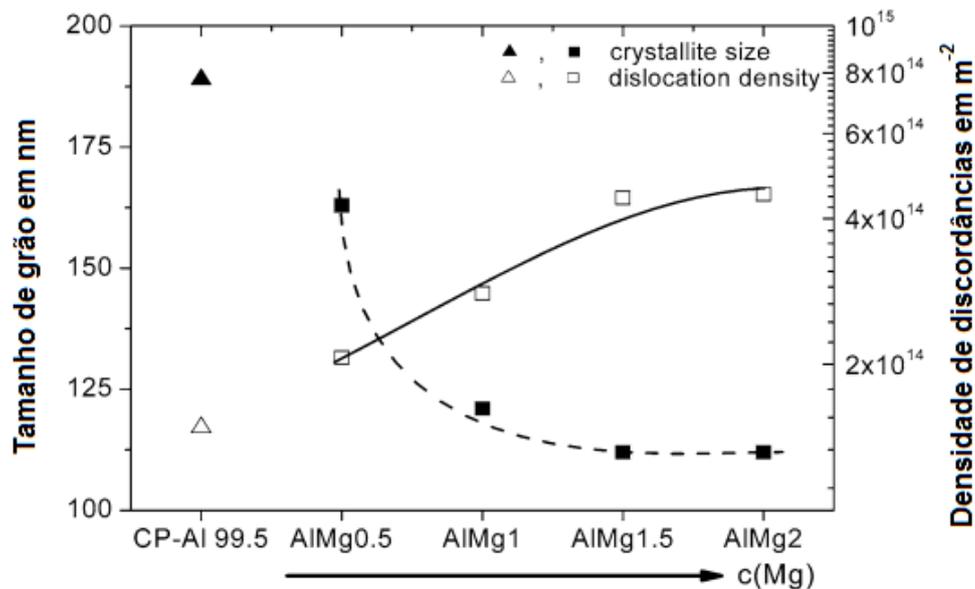


Figura 45: Tamanho de grão e densidade de discordâncias para diferentes ligas de Al processadas por EAC após 8 passes. Valores determinados por DRX (MAY *et al*, 2007).

As amostras **E1** e **E4** são tomadas como referência para avaliar os resultados dos tratamentos anisotérmicos. Após os ensaios de DSC interrompidos antes do início da transformação verificou-se que, em ambas as amostras **E1A** e **E4A**, houve uma queda no valor de dureza em comparação com os valores das amostras de referência. Esta mesma queda foi observada na densidade de discordâncias, demonstrando que está ocorrendo uma recuperação estática. Comparando agora as amostras **E1A** e **E4A** com as amostras **E1D** e **E4D**, respectivamente, foi observado mais uma redução no valor da densidade de discordâncias, uma queda bem maior que a verificada anteriormente. Como essa redução ocorre, tanto na amostra com 1 passe quanto na de 4 passes, exatamente entre o instante que precede o início da transformação e o instante logo após o término da transformação, é considerado que o fenômeno ocorrido é o causador direto no decréscimo dos valores das densidades de discordâncias medidas. Interessante notar que tanto em **E1D** quanto em **E4D** os valores de ρ são praticamente idênticos. A Figura 46 ilustra as condições em que as amostras foram estudadas, indicando também os valores obtidos para a densidade de discordâncias.

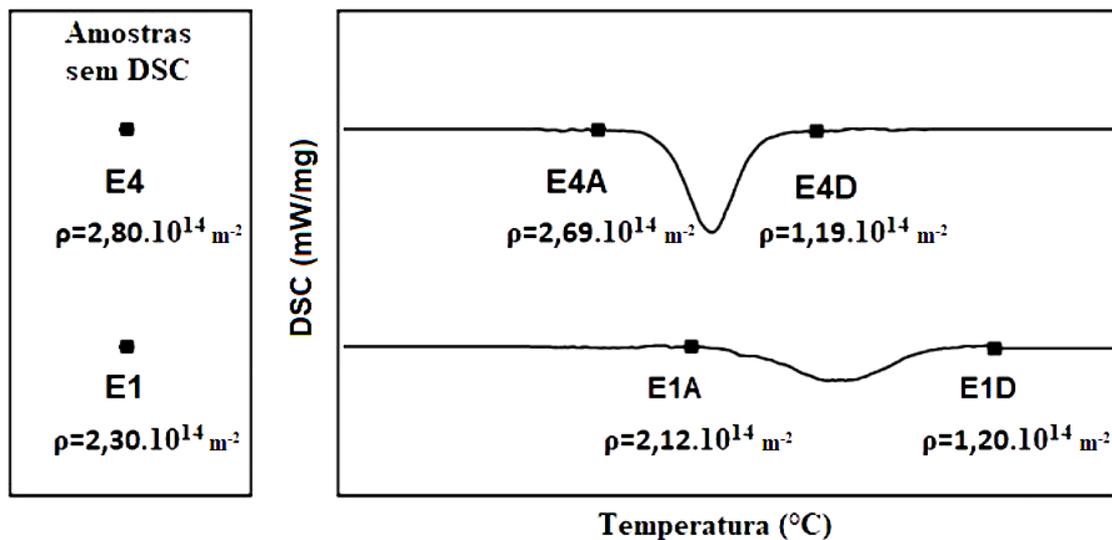


Figura 46: Representação ilustrativa das curvas de DSC das amostras estabilizadas com 1 e 4 passes. Os pontos identificam a condição da amostra e sua respectiva densidade de discordâncias.

Uma outra forma de avaliar os resultados obtidos consiste em relacionar a energia armazenada E_{stor} durante o processo de EAC com a densidade de discordâncias ρ utilizando a Equação 10 (KIM e WANG, 2007). Desta forma, a partir da variação da densidade de discordâncias $\Delta\rho$ ocasionada pela transformação, chega-se a um ΔE_{stor} que pode ser comparado com os valores de ΔH fornecido pelo equipamento de DSC indicados na Tabela 9.

$$E_{\text{stor}} = Gb^2 \frac{\rho}{4\pi k} \ln((b\sqrt{\rho})^{-1}) \quad (\text{Eq. 10})$$

onde G é o módulo de cisalhamento, b a magnitude do vetor de Burgers, ρ a densidade de discordâncias e k a média aritmética de 1 e $(1-\nu)$, sendo ν o coeficiente de Poisson do Al, assumindo partes iguais de discordâncias em aresta e espiral.

Utilizando os valores de ρ de antes e depois da transformação na Equação 10, foi calculado um ΔH para a amostra com 1 passe de 0,0357 j/g e para a de 4 passes de 0,0571 j/g, cerca de 20% e 15%, respectivamente, dos valores informados pelo equipamento de DSC. Embora os valores de ρ para as amostras sem DSC e na condição de antes da transformação determinados pela metodologia de NIX e GAO (1998) estejam próximos dos relatados em outros trabalhos, a comparação da energia armazenada com a variação de entalpia revela que a densidade de discordâncias deveria ser próxima de 10^{15} m^{-2} , se aproximando mais dos resultados obtidos por KHELFA *et al* (2017).

6. CONCLUSÕES

Da deformação plástica severa

- O aumento de dureza é mais expressivo no primeiro passe de EAC, que é responsável por boa parte do endurecimento, devido à microestrutura produzida pelo estágio III de deformação plástica.

- O endurecimento conferido nos passes seguintes é significativamente menor que o obtido no primeiro passe devido à atuação do processo de recuperação dinâmica.

Do Envelhecimento Natural

- Não houve influência do Envelhecimento Natural sobre o endurecimento da liga na condição solubilizada.

Da solução sólida supersaturada durante o processo de EAC

- Ocorre a supressão da fase β'' após o primeiro passe de deformação nas amostras solubilizadas.

- A análise das curvas de DSC da liga solubilizada apresenta indícios de que houve precipitação dinâmica.

Dos tratamentos anisotérmicos pós EAC

- A presença de um único pico exotérmico nas curvas de DSC das amostras estabilizadas está associada aos fenômenos de restauração do material, apresentando variação de entalpia com valores típicos deste tipo de processo.

Do método de Nix e Gao

- A metodologia foi capaz de estimar a densidade de discordâncias do material, valores estes que se enquadram com o relatado em diversos trabalhos para este tipo de liga após o processamento por EAC.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Repetir os ensaios de calorimetria diferencial de varredura para as amostras estabilizadas deformadas adotando diferentes taxas de aquecimento, a título de exemplo 5°C/min, 10°C/min e 20°C/min, a fim de relacionar a taxa de aquecimento com sua respectiva temperatura de pico da transformação. A partir dos dados destas diferentes curvas de DSC, utilizar o método de Kissinger para obter uma estimativa gráfica da energia de ativação para a recristalização e comparar o resultado com a literatura.

- Aplicar técnicas complementares às apresentadas neste trabalho para a determinação da densidade de discordâncias como, por exemplo, a difração de raios X (DRX) através da análise da largura dos picos de difração observados nos difratogramas das amostras, confrontando os resultados com os das demais técnicas de medida adotadas.

8. BIBLIOGRAFIA

- AMERI, A.A.H., ELEWA, N.N., ASHRAF, M., ESCOBEDO-DIAZ, J.P., HAZELL, P.J., “Estimation of Dislocation Density in Metals from Hardness Measurements”, *Characterization of Minerals, Metals, and Materials* 2017, pp. 441-449, 2017.
- BANHART, J., CHANG, C. S. T., LIANG, Z., WANDERKA, N., LAY, M. D. H., HILL, A. J., “Natural Aging in Al-Mg-Si Alloys – A Process of Unexpected Complexity”, *Advanced Engineering Materials*, v. 12, pp. 559-571, 2010.
- BEVER, M. B., HOLT, D. L., TITCHENER, A. L., “The stored energy of cold work”, *Progress in Materials Science*, v. 17, pp. 1-177, 1973.
- BROOKS, C. R., *Heat Treatment, Structure and Properties of Nonferrous Alloys*, American Society For Metals, 2ª Edição, 1982.
- CAI, M., FIELD, D. P.; LORIMER, G. W., “A systematic comparison of static and dynamic ageing”, *Materials Science and Engineering: A*, v. 373, pp.65-71, 2004.
- CARVALHAL, C. C., “Microestrutura e propriedades mecânicas obtidas em aço baixo carbono submetido a extrusão angular em canal à 350°C”, 2016, Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) – Escola Politécnica, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Disponível em: <<http://monografias.poli.ufrj.br/monografias/monopoli10018141.pdf>>. Acesso em 25/08/2017.
- DURST, K., BACKERS, B., GOKEN, M., “Indentation size effect in metallic materials: Correcting for the size of the plastic zone”, *Scripta Materialia*, v. 52, pp. 1093-1097, 2005.
- DUTTA, I., ALLEN, S. M., “A Calorimetric study of precipitation in commercial aluminium alloy 6061”, *Journal of Materials Science Letters*, v. 10, pp. 323-326, 1991.
- EDWARDS, G. A., STILLER, K., DUNLOP, G. L., COUPER, M. J., “The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys”, *Acta Materialia*, v. 46, pp. 3893-3904, 1998.
- FLECK, N. A., MULLER, G. M., ASHBY, M. F., HUTCHINSON, J. W., “Strain gradient plasticity: theory and experiment”, *Acta Metallurgica et Materialia*, v. 42, pp. 475-487, 1994.
- GRAÇA, S., COLAÇO, R., CARVALHO, P.A., VILAR, R., “Determination of dislocation density from hardness measurements in metals”, *Materials Letters*, v. 62, pp. 3812-3814, 2008.

GUZELA, L. R., “Influência da deformação plástica severa no endurecimento de ligas Al-Mg-Si”, 2014, Dissertação de Mestrado – COPPE/UFRJ, Disponível em: <<http://www.metalmat.ufrj.br/wp-content/uploads/2017/05/2014-MSc-PEMM-Laércio-Rosignoli-Guzela.pdf>>. Acesso em 01/11/2017.

HATCH, J. E., Aluminum Properties and Physical Metallurgy, American Society For Metals, 1ª Edição, 1984.

HOCKAUF, M., MEYER, L. W., “Work-hardening stages of AA1070 and AA6060 after severe plastic deformation”, Journal of Materials Science, v. 45, pp. 4778-4789, 2010.

HOHNE, G. W. H., HEMMINGER, W., FLAMMERSHEIM, H. J., Differential Scanning Calorimetry: An Introduction for Practitioners, Springer—Verlag, 2ª Edição, 1996.

ITO, Y., HORITA Z., “Microstructural evolution in pure aluminum processed by highpressure torsion”, Materials Science and Engineering: A, v. 503, pp. 32-36, 2009.

JACOBS, M. H., “Precipitation Hardening”, in: TALAT lectures: Introduction to Aluminium Metallurgy, European Aluminium Association, 1999.

JIANG, J. W., LIU, M. P., LIU, Y., TANG, K., WANG, Z. B., LI, Y. C., YU, Y. D., SKARET, P. C., ROVEN, H. J., “Microstructure and Mechanical Properties of 6013 Aluminium Alloy Processed by a Combination of ECAP and Preaging Treatment”, Materials Science Forum, v. 877, pp. 437-443, 2017.

KHELFA, T., REKIK, M. A., KHITOUNI, M., CABRERA-MARRERO, J. M., “Structure and microstructure evolution of Al–Mg–Si alloy processed by equal-channel angular pressing”, The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, v. 92, pp. 1731-1740, 2017.

KIM, W. J., WANG, J. Y., “Microstructure of the post-ECAP aging processed 6061 Al alloys”, Materials Science and Engineering: A, v. 464, pp. 23-27, 2007.

LANGDON, T. G., “The principles of grain refinement in equal-channel angular pressing”, Materials Science and Engineering: A, v. 462, pp. 3-11, 2007.

LANGDON, T. G., FURUKAWA, M., NEMOTO, M., HORITA, Z., “Using equal-channel angular pressing for refining grain size”, JOM, v. 52, pp. 30-33, 2000.

LEE, H. L., LU, W. H., CHAN, S. L. I., “Effect of Cold Rolling on the Aging Kinetics of Al₂O₃/6061 Al Composite by Differential Scanning Calorimetric Technique”, Scripta Metallurgica et Materialia, v. 25, pp. 2165-2170, 1991.

MAY, J., DINKEL, M., AMBERGER, D., HOPPEL, H. W., GOKEN, M., “Mechanical properties, dislocation density and grain structure of ultrafine-grained aluminum and aluminum-magnesium alloys”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 38, pp. 1941-1945, 2007.

MIRANDA, F., “Estudo do endurecimento em ligas Al-Mg-Si submetidas à deformação plástica severa”, 2013, Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) – Escola Politécnica, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Disponível em: <<http://monografias.poli.ufrj.br/monografias/monopoli10007354.pdf>>. Acesso em 05/09/2017.

MOHAMED, A. M. A., SAMUEL, F. H., “A Review on the Heat Treatment of Al-Si-Cu/Mg Casting Alloys”, in: *Heat Treatment - Conventional and Novel Applications*, InTech, 1ª Edição, 2012, pp. 55-72.

MURASHKIN, M. Y., BOBRUK, E. V., KIL’MAMETOV, A. R., VALIEV, R. Z., “Structure and mechanical properties of aluminum alloy 6061 subjected to equal-channel angular pressing in parallel channels”, *The Physics of Metals and Metallography*, v. 108, pp. 415-423, 2009.

NIX, W.D., GAO, H., “Indentation size effects in crystalline materials: a law for strain gradient plasticity”, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, v. 46, pp.411-425, 1998.

POGATSCHER, S., ANTREKOWITSCH, H., LEITNER, H., EBNER, T., UGGOWITZER, P. J., “Mechanisms controlling the artificial aging of Al-Mg-Si alloys”, *Acta Materialia*, v. 59, pp. 3352-3363, 2011.

POLMEAR, I. J., “Aluminium alloys - A century of age hardening”, *Materials Forum*, v. 28, pp. 1-14, 2004.

PORTER, D. A., EASTERLING, K. E., *Phase Transformations in Metals and Alloys*, Taylor & Francis Group, 2ª Edição, 1992.

PRILLHOFER, R., RANK, G., BERNEDER, J., ANTREKOWITSCH, H., UGGOWITZER, P.J., POGATSCHER, S., “Property Criteria for Automotive Al-Mg-Si Sheet Alloys”, *Materials*, v. 7, pp. 5047-5068, 2014.

RAGHAVAN, V., “Al-Mg-Si (Aluminum-Magnesium-Silicon)”, *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, v. 28, pp. 189-191, 2007.

ROLLETT, A. D., KOCKS, U. F., “A Review of the Stages of Work Hardening”, *Solid State Phenomena*, v. 35-36, pp. 1-18, 1993.

ROVEN, H. J., LIU, M., WERENSKIOLD, J. C., “Dynamic precipitation during severe plastic deformation of an Al-Mg-Si aluminium alloy”, *Materials Science and Engineering: A*, v. 483-484, pp. 54-58, 2008.

- SHA, G., TUGCU, K., LIAO, X. Z., TRIMBY, P. W., MURASHKIN, M. Y., VALIEV, R. Z., RINGER, S. P., “Strength grain refinement and solute nanostructures of an Al-Mg-Si alloy (AA6060) processed by high-pressure torsion”, *Acta Materialia*, v. 63, pp. 169-179, 2014.
- SHEN, C. H., OU, B. L., “Effect of prestraining on the natural ageing and artificial ageing of an Al-Mg-Si alloy AA6022”, *Canadian Metallurgical Quarterly*, v. 46, pp. 65–74, 2007.
- SHEPPARD, T., *Extrusion of Aluminium Alloys*, Kluwer Academic Publishers, 1ª Edição, 1999.
- TOTTEN, G. E., MACKENZIE, D. S., *Handbook of Aluminum: Physical Metallurgy and Processes Volume 1*, Taylor & Francis Group, 1ª Edição, 2003.
- VALIEV, R. Z., ESTRIN, Y., HORITA, Z., LANGDON, T. G., ZEHETBAUER, M. J., ZHU, Y. T., “Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation”, *JOM*, v. 58, pp. 33-39, 2006.
- VALIEV, R. Z., LANGDON, T. G., “Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement”, *Progress in Materials Science*, v. 51, pp. 881-981, 2006.
- VOORT, G. F. V., “Atlas of Aluminum Microstructures”, in: *Analytical Characterization of aluminum Steel and Superalloys*, Taylor & Francis Group, 1ª Edição, pp. 55-156, 2006.
- YASSAR, R. S., FIELD, D. P., WEILAND, H., “The effect of cold deformation on the kinetics of the β' precipitates in an Al-Mg-Si alloy”, *Metallurgical and Materials Transactions*, v. 36A, pp. 2059-2065, 2005.
- ZHANG, Z., LIU, M. P., YU, Y. D., SKARET, P. C., ROVEN, H. J., “Microstructural Characterization of an Al-Mg-Si Aluminum Alloy Processed by Equal Channel Angular Pressing”, *Materials Science Forum*, v. 745, pp. 303-308, 2013.