



INFLUÊNCIA DA DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA NO ENDURECIMENTO DE LIGAS Al-Mg-Si

Laércio Rosignoli Guzela

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

Orientador: Juan Carlos Garcia de Blas

Rio de Janeiro
Setembro de 2014

INFLUÊNCIA DA DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA NO ENDURECIMENTO DE
LIGAS Al-Mg-Si

Laércio Rosignoli Guzela

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA (COPPE) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Examinada por:



Prof. Juan Carlos Garcia de Blas, Dr. Ing.



Prof. Carlos Sérgio da Costa Viana, D.Sc.



Prof. Hélio Salim Amorim, D.Sc.



Prof. João da Cruz Payão Filho, Dr.-Ing.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL
SETEMBRO DE 2014

Guzela, Laércio Rosignoli

Influência da deformação plástica severa no endurecimento de ligas Al-Mg-Si / Laércio Rosignoli Guzela.

– Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2014.

IX, 57 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Juan Carlos Garcia de Blas

Dissertação (mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2014.

Referências Bibliográficas: p. 54-57.

1. Deformação plástica severa. 2. Ligas Al-Mg-Si. I Blas, Juan Carlos Garcia de. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. III. Título.

DEDICATÓRIA

A Deus e à minha família

AGRADECIMENTOS

À minha família, pelo apoio e pela compreensão.

Ao meu orientador prof., Juan Blas, que deu norte, não só à minha dissertação, como também em outras situações.

Ao prof. Luiz Carlos Pereira, um grande incentivador nesta empreitada.

Aos meus amigos Alecir, Jackson, Oswaldo, João Carlos, Nelson, Jacinto, Paulo, Fábio e Robson, que foram a minha linha de frente na resolução dos problemas experimentais.

Ao pessoal do laboratório, Adriana, Roberta, Marcus, Carlos e Matheus, pelo auxílio com os ensaios.

Ao Rodrigo, pela sua atenção e presteza nas análises de DSC.

Ao pessoal do INT, Cássio Barbosa e Sheyla Santana, pela paciência e ajuda nas análises de EBSD.

À Adriana, Aline, Ana Paula, Carla, Luíza, Márcia e Sônia, pelos sorrisos e abraços sempre confortantes.

Ao pessoal da secretaria: Célia, Bruno, Elias e Rodrigo, sempre prestativos.

Ao Francisco, um grande amigo, que me salvou em todas as ocasiões referentes às burocracias do mestrado.

Ao pessoal do suporte metalmat: Bruno, Lucas, Luiz Pedro e Tyson, por sempre estarem presentes quando o meu micro estava ausente.

Ao prof. Hélio, pela orientação na análise de raios X.

À Zoraide, da biblioteca do CT/UFRJ, pelo apoio e por toda ajuda com os artigos que não são acessíveis diretamente pelos periódicos da CAPES.

A todos que, de uma forma direta ou indireta, contribuíram para a conclusão deste projeto.

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

INFLUÊNCIA DA DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA NO ENDURECIMENTO DE LIGAS Al-Mg-Si

Laércio Rosignoli Guzela

Setembro/2014

Orientador: Juan Carlos Garcia de Blas

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

As ligas de Al-Mg-Si são de grande uso comercial devido à sua boa relação entre propriedades e custo. Os fatores negativos relacionados a essas ligas são o tempo relativamente longo do tratamento térmico para obtenção de sua resistência mecânica e a fragilização do material associada ao mecanismo de endurecimento por precipitação. A Deformação Plástica Severa (DPS), através da imposição de grandes quantidades de deformação, acelera a cinética de precipitação, além de produzir um extraordinário refino de grão sem alteração significativa das dimensões do material. Entre as técnicas de DPS a Extrusão Angular em Canal (EAC) destaca-se pela possibilidade de implantação em escala industrial. No presente estudo foram utilizadas duas ligas Al-Mg-Si, 6061 e 6063, que foram processadas com até quatro passes de EAC a partir de três condições iniciais diferentes: solubilizada, estabilizada e envelhecida naturalmente. Uma deformação verdadeira de 1,05 foi imposta a cada passe. A caracterização das amostras processadas foi feita através de ensaios de dureza, análises de calorimetria diferencial de varredura, difração de elétrons retro espalhados e difração de raios X. Tratamentos anisotérmicos foram feitos após a EAC em condições escolhidas através da calorimetria diferencial de varredura. Neste estudo foi observado que no primeiro passe é obtida uma parcela significativa do endurecimento total, devido à microestrutura gerada pela deformação imposta. O envelhecimento natural após os passes foi suprimido com o nível imposto de deformação. As análises de calorimetria diferencial de varredura nas amostras deformadas mostraram alteração na sequência de precipitação e indicaram a ocorrência de precipitação dinâmica. Ao final dos tratamentos anisotérmicos, observou-se que o valor de dureza das amostras era menor que o valor inicial, devido à recuperação e à precipitação da fase β' , menos endurecedora.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M. Sc.)

INFLUENCE OF SEVERE PLASTIC DEFORMATION ON THE HARDENING Al-Mg-Si ALLOYS

Laércio Rosignoli Guzela

September/2014

Advisor: Juan Carlos Garcia de Blas

Department: Metallurgical and Materials Engineering

Alloys of Al-Mg-Si are of large commercial use due to its good combination between properties and cost. The negative factors associated with these alloys are the relatively long heat treatment time for obtaining its mechanical strength and the material's embrittlement associated with the precipitation hardening mechanism. Severe plastic deformation (SPD), by imposing large amounts of deformation, accelerates the precipitation kinetics, and produces an extraordinary grain refinement without significantly altering the material's dimensions. Among the techniques of SPD the Equal Channel Angular Extrusion (ECAE) is distinguished by its capability of deployment to industrial scale. In the present study two alloys Al-Mg-Si, 6061 and 6063, were processed with up to four ECAE passes from three different initial conditions: as-solutionized, stabilized and naturally aged. A true strain of 1.05 was imposed on each pass. The characterization of the processed samples was performed by hardness tests, differential scanning calorimetry analysis, electron backscatter diffraction and X-ray diffraction. Non isothermal treatments were made after ECAE with conditions chosen by differential scanning calorimetry. In this study it was observed that the hardening in the first pass contributes a significant portion of the total hardening due to the microstructure generated by the imposed deformation. The natural aging after the passes was suppressed with the strain level imposed. The differential scanning calorimetry analysis of the deformed samples showed alteration in the precipitation sequence indicating the occurrence of dynamic precipitation. At the end of the non isothermal treatments, it was observed that the hardness value of the samples was smaller than the initial value due to recovery and precipitation of the less hardening phase β' .

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	1
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	2
2.1 Ligas Al-Mg-Si	2
2.2 Precipitação nas ligas Al-Mg-Si	3
2.3 Envelhecimento Natural	4
2.4 Características das fases na seqüência de precipitação	5
2.4.1 Zonas GP	5
2.4.2 Fase β''	5
2.4.3 Fase β'	6
2.4.4 Fase β	7
2.5 Efeito da composição	7
2.6 Efeito da temperatura	8
2.6.1 Efeito da temperatura no envelhecimento	8
2.6.2 Efeito da temperatura na solubilização	9
2.7 Efeito da deformação	9
2.8 Efeito da microestrutura sobre o endurecimento	11
2.9 Técnicas de caracterização da microestrutura	12
2.9.1 Calorimetria Diferencial de Varredura	12
2.9.2 Dureza	14
2.9.3 Difração de elétrons retroespalhados	14
2.10 Deformação Plástica Severa (DPS)	16
2.10.1 Introdução	16
2.10.2 Parâmetros que influenciam na DPS por EAC	17
2.10.3 Refinamento de grão e recuperação dinâmica no DPS	19
2.10.4 Estágios da deformação plástica	19
2.11 Deformação por laminação	21
2.12 Difração de Raios-X	23
3. METODOLOGIA	24
3.1 Materiais	24
3.2 Condições de processamento	24
3.3 Deformação por Extrusão Angular em Canal (EAC)	25

3.4 Caracterização	26
3.4.1 Calorimetria Diferencial por Varredura (DSC)	26
3.4.2 Dureza após EAC	27
3.4.3 Dureza em condições selecionadas de ensaios DSC	27
3.4.4 Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)	29
3.4.5 Difração de raios-X	29
4. RESULTADOS	30
4.1 Ensaios de Extrusão Angular em Canal	30
4.2 Ensaios de Envelhecimento Natural	31
4.2.1 Envelhecimento natural após os passes de EAC – liga 6061	31
4.2.2 Envelhecimento natural após os passes de EAC – liga 6063	32
4.3 Calorimetria Diferencial de Varredura	33
4.4 Reprodução de tratamentos térmicos após EAC por DSC	37
4.5 Difração de Elétrons Retro-Espalhados	38
4.5.1 Tamanho Médio dos Cristais	38
4.5.2 Distribuição de ângulos de desorientação de contornos	39
4.6 Difração de Raios X	40
5 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	42
5.1 Deformação Plástica Severa	42
5.1.1 Análise da laminação de cunhas	42
5.1.2 Comparação entre EAC e Laminação de Cunhas	44
5.1.3 Resultados de EAC	45
5.2 Estabilização da solução sólida	46
5.2.1 Envelhecimento Natural após a deformação	46
5.2.2 Calorimetria Diferencial de Varredura	48
5.3 Reprodução de tratamentos térmicos após EAC por DSC	50
6 CONCLUSÕES	53
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	54

1 INTRODUÇÃO

As ligas Al-Mg-Si são de grande interesse comercial. Uma das suas principais características é o fato de seu principal mecanismo de endurecimento ser por precipitação e que esta ocorre em uma sequência.

Além disso, um outro aspecto interessante desta liga é a ocorrência do chamado envelhecimento natural, que é o endurecimento espontâneo e inevitável da liga à temperatura ambiente.

Está bem consolidado na literatura que a imposição de deformação altera a cinética de precipitação. Por esta razão, vários estudos foram realizados para uma melhor compreensão deste fenômeno.

Com o advento dos métodos de Deformação Plástica Severa (DPS), em especial a Extrusão Angular em Canal (EAC), que impõe altas quantidades de deformação sem alteração significativa da seção do material, novos aspectos microestruturais começaram a ser pesquisados, como o refinamento de grão a níveis submicrométricos e a precipitação dinâmica. Porém, na literatura, o efeito da aplicação da DPS a ligas Al-Mg-Si é reportado ao final de processos que envolvem várias etapas sem que seja detalhado o histórico dos fenômenos envolvidos tais como a precipitação dinâmica, a ocorrência de envelhecimento natural entre deformações, entre outros.

O objetivo deste trabalho é pesquisar a influência de cada etapa da EAC sobre o endurecimento de duas ligas Al-Mg-Si.

Neste sentido três condições prévias foram escolhidas. Em uma condição a amostra está em solução sólida supersaturada, portanto no estado anterior ao tratamento de envelhecimento. Como contraponto a esta condição amostras foram tratadas para se obter uma microestrutura com precipitados de equilíbrio, bem grosseiros, não tendo portanto, nenhum potencial para precipitação. A terceira condição a amostra está envelhecida naturalmente, portanto em um estado estável, o que é interessante do ponto de vista prático uma vez que essas ligas ficam armazenadas antes de serem processadas.

As técnicas de caracterização utilizadas para observar os efeitos das etapas da EAC sobre as ligas foram a dureza, a Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC), a difração de elétrons retroespalhados (EBSD) e a difração de raios X.

2-REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Ligas Al-Mg-Si

As ligas Al-Mg-Si são as ligas de alumínio mais utilizadas no mundo (CAI *et al*, 2004). Entre as razões para esta utilização destacam-se: a boa resistência à corrosão, boa soldabilidade, resistência mecânica moderadamente alta e o baixo custo relativo (SHEN e OU, 2007, HATCH, 1984). Entre as diversas finalidades de uso destas ligas, estão as indústrias civil, aeronáutica e automobilística.

Como característica fundamental desta liga, está o fato dela ser endurecível por precipitação, obtendo-se uma resposta muito boa em relação ao aumento da resistência mecânica, sendo o tratamento térmico convencional, para atingir a máxima dureza, conhecido como T6.

Outro aspecto de interesse desta liga é fato dela endurecer espontaneamente à temperatura ambiente, logo após sua solubilização, fenômeno conhecido como envelhecimento natural (BANHART *et al*, 2010).

Uma característica importante da precipitação das ligas Al-Mg-Si, é que *esta* ocorre em uma sequência, onde antes da formação do precipitado de equilíbrio, Mg₂Si, formam-se primeiro agrupamentos de soluto e depois precipitados metaestáveis em uma sequência reportada por EDWARDS *et al* (1998).

Devido ao fato do principal mecanismo de endurecimento ser por precipitação (CAI *et al*, 2004, EDWARDS *et al* 1998) e esta acontecer de forma seqüencial, vários estudos foram desenvolvidos (BIROL, 2005b, HOCKAUF *et al*, 2009, LANGDON, *et al*, 2000, VALIEV *et al*, 2006, YASSAR *et al*, 2005) com a intenção de otimizar a cinética de precipitação. Dentre esses estudos a Deformação Plástica Severa atrai um grande interesse, combinando tratamento térmico e processamento mecânico em um único processo, melhorando as propriedades mecânicas, como a resistência mecânica e sobretudo a tenacidade, além de reduzir consideravelmente o tempo para se obter a dureza máxima, que são as duas principais desvantagens do tratamento térmico convencional (T6) (CAI *et al*, 2004).

Um outro aspecto que é de especial interesse é a possibilidade de ocorrência de precipitação dinâmica em ligas processadas por Deformação Plástica Severa (DPS). ROVEN *et al* (2008) constataram este fenômeno em amostras de uma liga 6063 submetidas a Extrusão Angular em Canal (EAC) mesmo à temperatura ambiente. Outros autores também reportaram a existência de precipitação dinâmica em EAC (CAI *et al*, 2004, VASEGHI *et al*, 2010).

2.2 Precipitação nas ligas Al-Mg-Si

Segundo vários estudos feitos com esta liga (BANHART *et al*, 2010, PORTER *et al*, 2008 p.277, KIM *et al*, 2001) um aquecimento em torno de 540°C com um tempo de 2h é suficiente para que os principais elementos de liga (Mg e Si) se dissolvam completamente na matriz.

Com um resfriamento rápido, geralmente em água, esta matriz fica supersaturada e com um tratamento em uma temperatura adequada pode-se obter uma liga com um valor de dureza máximo.

A precipitação das ligas Al-Mg-Si motivou vários estudos para definir qual seria a sequência correta de precipitação, principalmente nos seus estágios iniciais, onde havia considerável controvérsia em se estabelecer quais, e em que ordem, são os agrupamentos que se formam logo após a solubilização, além de saber as composições dos precipitados de transição (BANHART *et al*, 2010, EDWARDS *et al* 1998, GUPTA e LLOYD, 1999).

DUTTA e ALLEN (1991) usando técnicas de calorimetria diferencial de varredura (DSC) e microscopia eletrônica de transmissão (MET), propuseram a seguinte sequência de precipitação: Al SSS → agrupamentos de Si → zonas GP → Precipitados β'' → Precipitados β' → Precipitados β (Mg₂Si). Mais tarde EDWARDS *et al* (1998) utilizando, além de DSC e MET, microscopia por sonda atômica de campo iônico (*atom probe field ion microscopy* APFIM) mostraram uma sequência mais completa, principalmente em relação aos primeiros estágios da precipitação, definida como: Al SSS → agrupamentos de Si e agrupamentos de Mg → Dissolução dos agrupamentos de Mg → Formação de agrupamentos de Mg/Si → zonas GP → Precipitados β'' → Precipitados β' → Precipitados β (Mg₂Si). Esta sequência é a mais aceita na literatura (SHEN e OU, 2007), seja integral ou parcialmente com a supressão ou condensação da formação dos agrupamentos iniciais (SHEN e OU, 2007, MARTINSEN *et al*, 2012, LIAO *et al*, 2013, POGATSCHER *et al*, 2011, YASSAR *et al*, 2005, OZTURK *et al*, 2010).

BANHART *et al* (2010) fizeram uma compilação das diferentes sequências apresentadas na literatura, que é mostrada na Figura 2.1.

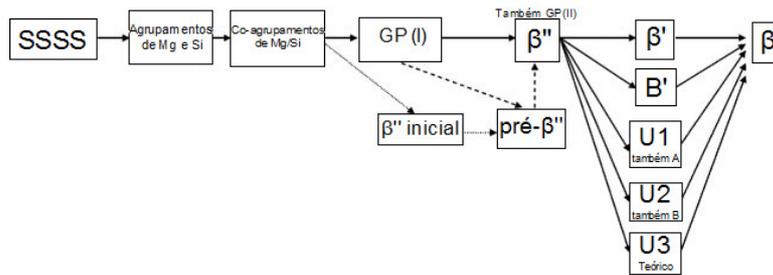


Figura 2.1 Compilação da sequência de fases, da precipitação das ligas Al-Mg-Si, encontradas na literatura (BANHART *et al*, 2010).

Como pode ser visto na figura 2.1 outras denominações são usadas em lugar daquelas usadas por EDWARDS *et al* (1998), além disto, outros precipitados aparecem junto com o precipitado β' , o que é explicado pelo teor dos principais solutos (excesso em Mg ou Si) e pela presença em quantidade significativa de outros elementos, principalmente o cobre (BANHART *et al*, 2010, QUAINOO e YANNACOPOULOS, 2004, DUTKIEWICZ e LITYNSKA, 2002, SAITO *et al*, 2013).

2.3 Envelhecimento Natural

O envelhecimento natural é um fenômeno descoberto há mais de 100 anos por Alfred Wilm, porém, somente em 1938 Guinier e Preston puderam provar sua existência (BANHART *et al*, 2010). Trata-se de um endurecimento espontâneo e inevitável das ligas Al-Mg-Si, logo após a solubilização, quando armazenadas à temperatura ambiente. Este endurecimento se deve à formação de nanométricos agrupamentos que distorcem a rede cristalina à sua volta, dificultando o movimento das discordâncias. Estes agrupamentos foram denominados zonas GP.

Uma das razões da formação destas zonas é a alta concentração de lacunas imediatamente após a solubilização. A concentração de lacunas em equilíbrio cresce exponencialmente com a temperatura, e quando a liga é resfriada rapidamente, esta concentração, ou grande parte dela, é congelada. Esta grande quantidade de lacunas em excesso facilita a difusão do soluto (PORTER *et al*, 2008, p. 278).

Este endurecimento não se deve somente à formação de zonas GP, é também dependente da quantidade de silício em excesso. BANHART *et al* (2010) estudaram o comportamento de duas ligas de Al-Mg-Si. Uma liga tinha baixos teores de Si e Mg com 0,17% Si em excesso, enquanto na outra os teores de Si e Mg eram maiores, com 0,45 % de Si em excesso. A liga de baixo teor de silício em excesso, o aumento de dureza foi gradual. Na liga com alto teor de silício os autores observaram um aumento rápido do valor de dureza durante os primeiros minutos, devido à formação de agrupamentos ricos em silício. Após 800 min de envelhecimento natural, as duas ligas mostraram taxas de endurecimento similares.

2.4 Características das fases na seqüência de precipitação

2.4.1 Zonas GP

Na seqüência de precipitação das ligas Al-Mg-Si, as zonas GP se formam após o co-agrupamento de Mg-Si, porém, há na literatura uma certa controvérsia a respeito do seu formato (KIM *et al*, 2001), SHEN e OU (2007) afirmaram que sua forma é de agulha, EDWARDS *et al* (1998) e DUTTA e ALLEN (1991), disseram que sua forma não podia ser definida, enquanto POGATSCHER *et al*, (2011) afirmaram que seu formato é esférico. As zonas GP possuem tamanho que varia de 1 a 3 nm (POGATSCHER *et al*, 2011) e são extremamente coerentes com a matriz de Al, minimizando a sua energia interfacial, e, distorcendo a rede cristalina.

2.4.2 Fase β''

São precipitados que se formam a partir das zonas GP, têm formato de agulha (SHEN e OU, 2007, EDWARDS *et al* 1998, POGATSCHER *et al*, 2011), com uma estrutura monoclinica e estão alinhados na direção $\langle 100 \rangle_{Al}$, com tamanhos variando de 20 a 100 nm em comprimento e ~ 6 nm no diâmetro, com uma razão Mg:Si aproximadamente igual a 1,1 (EDWARDS *et al*, 1998). Estes precipitados têm uma grande coerência com a matriz, sendo os precipitados predominantes quando se atinge o pico de dureza no tratamento térmico convencional (T6).

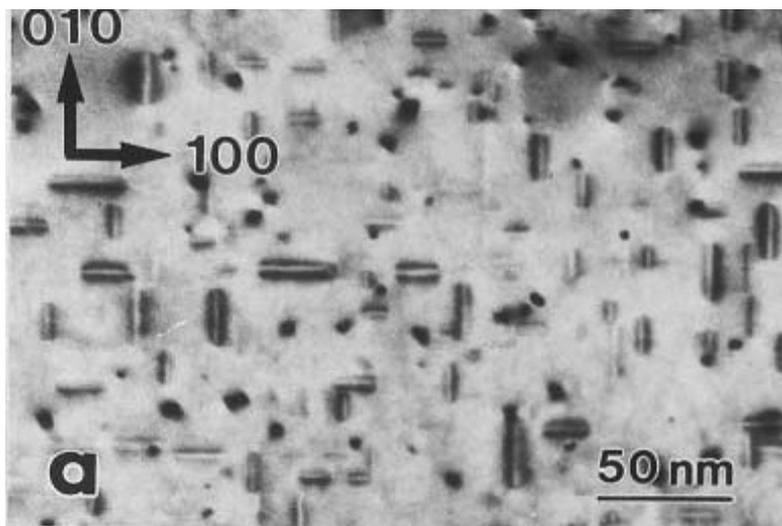


Figura 2.2 Precipitados β'' em liga 6061, MET, amostra fina (EDWARDS *et al* 1998).

2.4.3 Fase β' :

São precipitados semi-coerentes com a matriz. Num estágio inicial são bem finos, comprimento de 15 nm e diâmetro por volta de 3 nm (ROVEN *et al*, 2008) porém com o passar do tempo de envelhecimento crescem às custas de β'' e de precipitados menores e tornam-se grosseiros, ficando em menor número. Estes precipitados têm o formato de bastões.

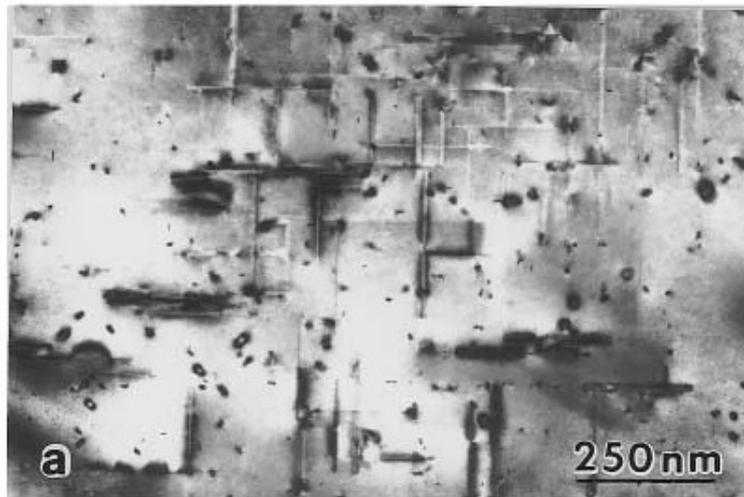


Figura 2.3 Precipitados β' em liga 6061, MET, amostra fina (EDWARDS *et al*,1998).

2.4.4 Fase β

É a fase de equilíbrio, com estequiometria definida, Mg_2Si . Estes precipitados são incoerentes com a matriz de Al, têm uma estrutura cristalina CFC anti-fluorita e a forma de plaquetas nos planos $\{100\}$ do Al (EDWARDS *et al*, 1998).

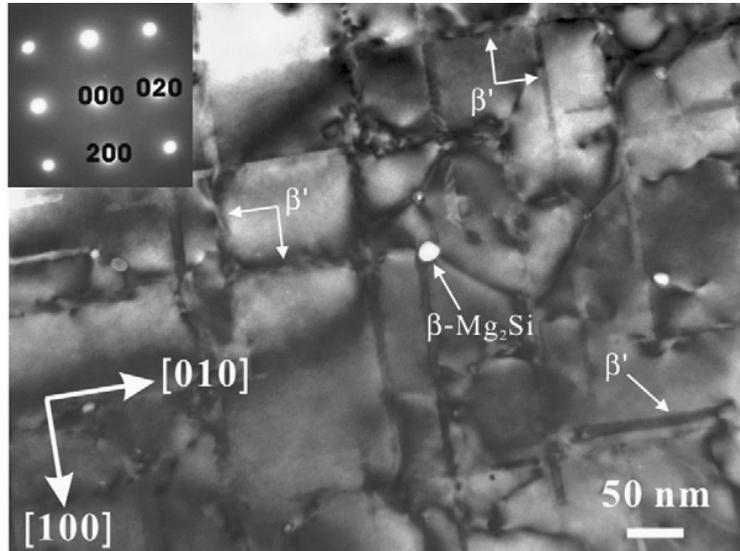


Figura 2.4 Precipitado β em liga 6063, MET, amostra fina (ROVEN *et al*, 2008).

2.5 Efeito da composição

Na cinética da sequência de precipitação dois fatores são relevantes para a nucleação e crescimento dos precipitados: a supersaturação e a mobilidade atômica.

A supersaturação é a força motriz para a precipitação, pois o soluto na matriz está acima dos valores de equilíbrio. Esta força motriz é diretamente proporcional à diferença entre a composição do soluto na liga e a composição de equilíbrio (PORTER *et al*, 2008, p.258), conseqüentemente, quanto maior a concentração de soluto, maior será a taxa de nucleação e a velocidade de crescimento dos precipitados.

A mobilidade atômica está diretamente relacionada com a capacidade dos átomos do soluto se difundirem através da matriz, para formarem os agrupamentos e/ou precipitados. É intuitivo pensar que quanto maior a concentração do soluto, mais fácil será a formação destes agrupamentos e/ou precipitados, pois, o fluxo atômico de soluto é diretamente proporcional a supersaturação (PORTER *et al*, 2008, p.256). A Figura 2.5 apresenta o diagrama de fases do sistema Al-Cu, que na falta de um diagrama para o sistema Al-Mg-Si, tomaremos como referência para demonstrar os efeitos da composição e da temperatura sobre a sequência de precipitação.

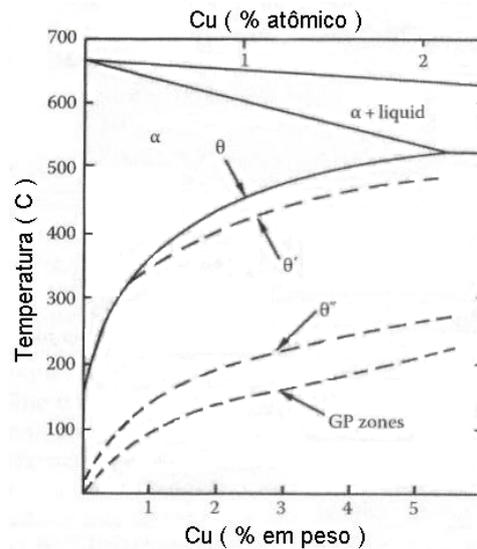


Figura 2.5 Diagrama de fases da liga Al-Cu mostrando os limites de solubilidade das zonas GP, θ'' , θ' e θ . (PORTER *et al*, 2008, p. 277).

Podemos ver pela figura 2.5, que os limites de solubilidade das zonas GP e dos precipitados em uma liga Al-Cu variam com a concentração de soluto, ou seja, para uma mesma temperatura podemos ter seqüências de precipitação diferentes, como por exemplo, com uma temperatura de 130°C, a liga com 2% de Cu terá uma seqüência iniciada com os precipitados θ'' , e, na liga com 4,5% de Cu começará com a formação das zonas GP.

Nas ligas Al-Mg-Si, os teores de Mg e, principalmente, de Si, têm influência nos primeiros estágios da seqüência de precipitação, ou seja, na formação dos agrupamentos atômicos. BANHART *et al* (2010) reportaram diferenças nas taxas de endurecimento de duas ligas, uma com o dobro de teor de silício da outra, sendo essas diferenças explicadas pelo papel que o silício em excesso desempenha nesses primeiros estágios.

2.6 Efeito da temperatura

2.6.1 Efeito da temperatura no envelhecimento

A força motriz para a precipitação e a mobilidade atômica são influenciadas de modos opostos pela temperatura de envelhecimento. Enquanto a mobilidade atômica aumenta com o aumento da temperatura, a força motriz diminui.

Como o efeito da supersaturação é praticamente constante nas temperaturas comumente usadas para o envelhecimento, a cinética de precipitação estará relacionada diretamente com a difusão e a solubilidade das fases de transição, assim, podemos ver pela Figura 2.5, que a liga com 3% de Cu envelhecida a 130°C apresenta zonas GP, que não aparecem para a mesma liga envelhecida a 190°C.

2.6.2 Efeito da temperatura na Solubilização

A temperatura de solubilização é importante, pois, a concentração de lacunas aumenta exponencialmente com o aumento da temperatura, Figura 2.6. Com o resfriamento rápido da liga, as lacunas são mantidas à temperatura ambiente. Assim, a formação das zonas GP nesta temperatura explica-se pela difusão facilitada pelo excesso de lacunas (PORTER *et al*, 2008, p. 83).



Figura 2.6 Concentração de equilíbrio de lacunas em alumínio puro em função da temperatura (HATCH, 1984, p. 139).

2.7 Efeito da deformação

Os defeitos introduzidos na matriz pela deformação fornecem sítios para a nucleação heterogênea e influenciam a cinética de precipitação de várias maneiras (PORTER *et al*, 2008, p. 264). A taxa de nucleação é aumentada, por um lado, pela redução da sua barreira de energia de ativação que resulta da eliminação do defeito e, por outro, pelo aumento da frequência de adição de átomos ao núcleo em decorrência da conexão deste ao defeito, o qual é um meio de alta difusividade. A etapa de crescimento dos precipitados também será favorecida por esta ligação com caminhos de alta difusividade.

Geralmente nos estudos envolvendo a influência da deformação sobre a precipitação considera-se a situação de pré-deformação. Neste caso o fenômeno é denominado precipitação estática. QUAINOO e YANNACOPOULOS (2004) concluíram que a sequência de precipitação de uma liga AA6111 submetida a uma pré-deformação não foi alterada, porém a velocidade de formação das várias fases foi aumentada.

Por outro lado, YASSAR *et al* (2005) reportaram uma alteração na sequência de precipitação em amostras pré-deformadas de uma liga AA 6022, em relação a uma amostra não deformada. Eles concluíram através do uso de MET, que após a formação das zonas GP, em amostras pré-deformadas, formaram-se precipitados β' e

Q' em vez dos precipitados β'' , os quais somente são observados na amostra não deformada.

Os autores atribuíram esta alteração da sequência à maior densidade de discordâncias que serviram de sítios de nucleação heterogênea para a precipitação, fazendo com que a energia livre de formação dessas duas fases fosse reduzida.

BIROL (2005b) relata também uma alteração na sequência de uma liga AA6016 pré-deformada, sendo neste caso suprimidos os agrupamentos iniciais. A razão para isso, segundo o autor, seria a introdução de uma maior quantidade de discordâncias, que servem de sumidouro para as lacunas congeladas após a solubilização. Com a aniquilação das lacunas, seria dificultada a formação de agrupamentos, formando-se diretamente as zonas GP e consequentemente acelerando a cinética de formação dos precipitados β'' . SHEN e OU (2007) em um trabalho com a liga AA6022 afirmaram que uma leve pré-deformação suprimia o envelhecimento natural e promovia a precipitação de β'' .

Além disso, como descrito acima, a deformação acelera a precipitação, e, dependendo das condições da deformação (quantidade, taxa e temperatura) e da composição da liga, a precipitação pode acontecer durante a deformação, sendo denominada precipitação dinâmica. Em certos casos, esta precipitação pode ocorrer em temperaturas nas quais a precipitação estática não ocorreria, como por exemplo, na temperatura ambiente (ROVEN *et al*, 2008).

2.8 EFEITO DA MICROESTRUTURA SOBRE O ENDURECIMENTO

A evolução da dureza de ligas Al-Cu durante o tratamento de envelhecimento é apresentada na Figura 2.7 onde também são indicadas as fases precipitadas presentes. As razões que explicam a relação existente entre a dureza e a microestrutura para estas ligas são válidas, em suas linhas gerais, para as ligas de Al endurecíveis por precipitação.

Pode-se observar que no início do tratamento de envelhecimento, a dureza vai aumentando com o tempo, até atingir um valor máximo, após o qual a dureza diminui.

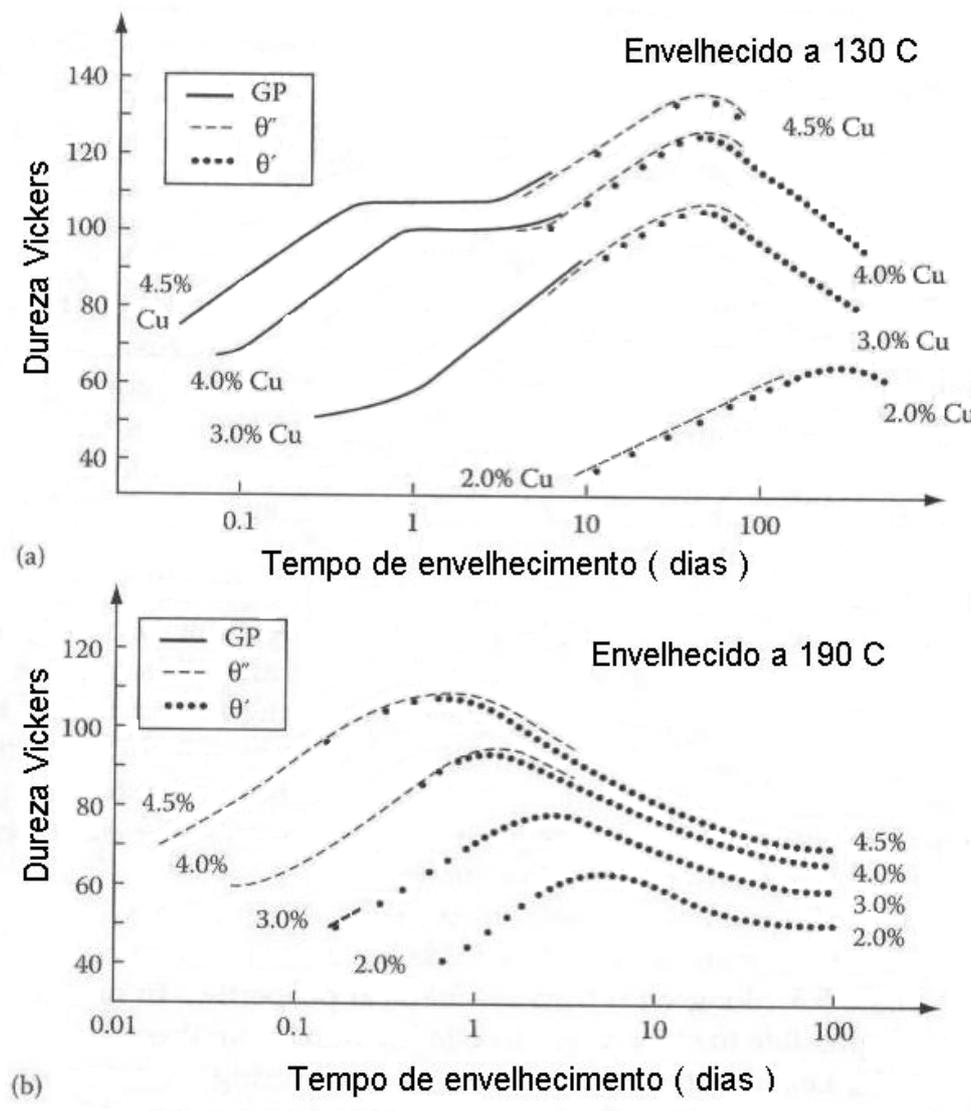


Figura 2.7 Variação da dureza com o tempo de envelhecimento para 4 ligas de Al-Cu em duas temperaturas diferentes (a) 130°C (b)190°C. São indicadas as fases precipitadas (PORTER *et al*, 2008, p. 289).

Logo após o resfriamento do tratamento de solubilização, o principal mecanismo de resistência ao movimento das discordâncias é a solução sólida e a dureza é baixa.

Conforme as zonas GP vão se formando, a rede cristalina fica distorcida em torno destas devido a alta coerência das zonas GP, desta forma é requerido uma tensão extra para que as discordâncias atravessem essas regiões.

Devido ao tamanho dos precipitados θ'' , a região atingida pelo campo de distorção é aumentada, sendo necessária uma tensão maior para a movimentação das discordâncias.

A fase θ' , no seu início, tem um tamanho pequeno e age como barreira, junto com θ'' , ao movimento das discordâncias, e nesse momento a dureza atinge o seu valor máximo. Com o aumento do tempo, a fase θ' cresce às custas de θ'' e a distância média do conjunto dos precipitados aumenta, possibilitando que as discordâncias se curvem e ultrapassem os precipitados com um valor de tensão menor, conseqüentemente diminuindo a dureza (PORTER *et al*, 2008, p. 289).

2.9 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO DA MICROESTRUTURA

2.9.1 Calorimetria Diferencial de Varredura

A Calorimetria Diferencial de Varredura (também conhecida como DSC, (Differential Scanning Calorimetry) é uma técnica de análise térmica que mede a energia absorvida ou liberada por uma transformação em uma amostra em função da temperatura ou do tempo.

DUTTA e ALLEN (1991) utilizaram esta técnica para definir a sequência de precipitação das ligas Al-Mg-Si. GUPTA e LLOYD (1999) também estudaram esta sequência através de DSC, reportando que havia discrepâncias na literatura a respeito da correspondência reação-pico, devido a ambiguidades de nomenclatura das diferentes fases e a variações que são próprias da técnica do DSC. EDWARDS *et al* (1998) utilizando, entre outras técnicas, o DSC, definiram uma sequência de precipitação que é a mais aceita na literatura.

BANHART *et al* (2010) utilizaram várias técnicas, entre as quais o DSC, para caracterizar os primeiros estágios da sequência de precipitação das ligas Al-Mg-Si em um estudo do processo de envelhecimento natural destas ligas.

O DSC também foi usado para mostrar o efeito da pré-deformação na sequência de precipitação. YASSAR *et al* (2005) pesquisaram este efeito em uma liga

6022, como mostrado na Figura 2.8, mostrando que esta pré-deformação modificava a cinética de precipitação, aspecto que também foi estudado por SHEN e OU (2007).

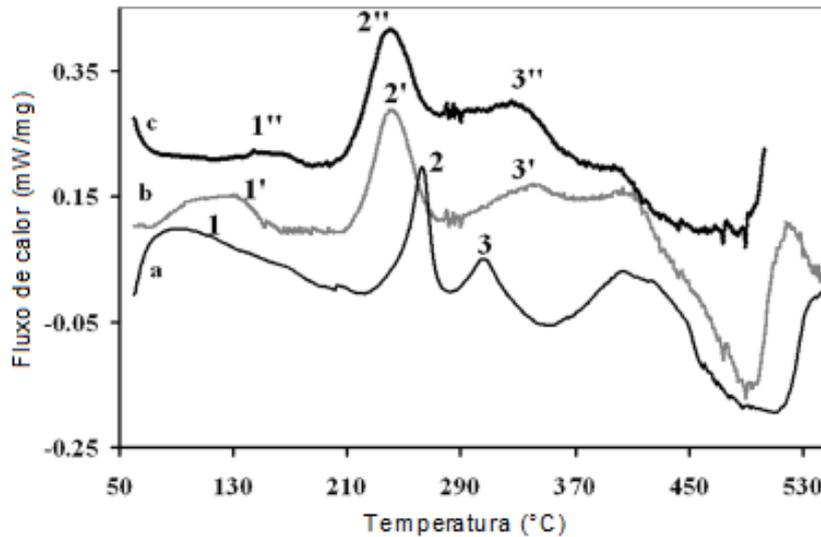


Figura 2.8 Curvas de DSC de uma liga 6022. (a) Como solubilizada, (b) com 15% de deformação e (c) com 30 % de deformação após a solubilização (YASSAR *et al*, 2005).

A técnica de DSC também foi utilizada para demonstrar o efeito da Deformação Plástica Severa sobre as ligas Al-Mg-Si. A Figura 2.9 mostra os resultados obtidos por KIM e WANG (2007) numa liga 6061 submetida a EAC.

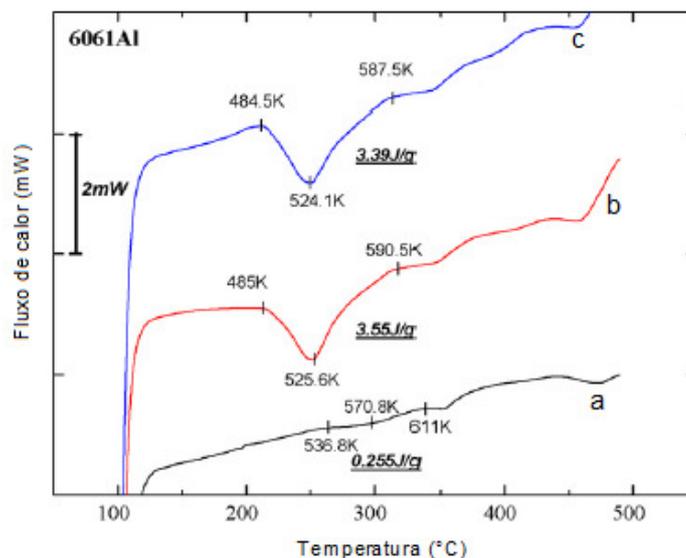


Figura 2.9 Curvas de DSC mostrando o efeito do EAC sobre uma liga 6061 em três condições iniciais: (a) estabilizada, (b) solubilizada e (c) como em (b) e, em seguida, envelhecida a 100°C por 30h (KIM e WANG, 2007).

2.9.2 Dureza

A dureza é a técnica de caracterização mais utilizada nas ligas Al-Mg-Si. Já foi mostrado anteriormente que a dureza da amostra varia durante a sequência de precipitação de uma maneira razoavelmente definida.

Por ser uma técnica relativamente simples para a realização das medidas, vários autores utilizaram a dureza para diferentes tipos de pesquisa: ITO e HORITA (2009) estudaram o mecanismo de refinamento de grão, ROVEN *et al* (2008) pesquisaram a precipitação dinâmica na Deformação Plástica Severa, SHEN e OU (2007) investigaram o efeito da pré-deformação no envelhecimento natural e artificial, EDWARDS *et al* (1998) estudaram a sequência de precipitação das ligas Al-Mg-Si e BANHART *et al* (2010) pesquisaram o processo de envelhecimento natural, entre outros.

CABIBBO (2013) determinou experimentalmente uma relação simples entre os valores de dureza Vickers HV e os valores da tensão limite de escoamento σ_e (expressos nas mesmas unidades), válida para ligas da série 6000 submetidas a DPS:

$$HV = 2,99 \cdot \sigma_e \quad (2.1)$$

2.9.3 Difração de elétrons retroespalhados

A difração de elétrons retroespalhados, EBSD (Electron Backscatter Diffraction) é uma técnica que captura padrões de difração de elétrons constituintes do material (STOJAKOVIC, 2012).

Os padrões de difração são obtidos emitindo um feixe de elétrons em uma amostra cristalina. A amostra está inclinada 70°, aproximadamente, em relação ao eixo horizontal, o que permite que mais elétrons sejam dispersos e possam escapar para o detector. Estes padrões difratados são gravados colocando uma tela de fósforo, em frente a câmera do EBSD. O fósforo na tela interage com os elétrons difratados e emite luz adequada para que a câmera possa registrar. A interpretação dos padrões difratados permite determinar a orientação cristalográfica local.

Através da técnica de EBSD, pode-se obter vários parâmetros de um material cristalino, como, por exemplo: mapa do ângulo de desorientação de contornos dos cristais, orientação cristalográfica (textura), tamanho médio dos cristais, etc.

ITO e HORITA (2009), estudaram a evolução microestrutural de um alumínio puro, submetido a deformação plástica severa, e utilizando EBSD, mostraram o refino de grão e o aumento na fração de contornos de alto ângulo no material conforme a quantidade de deformação aumentava.

CHEN *et al* (2012) investigaram a aplicação da técnica de EBSD em materiais nanoestruturados, processados por deformação plástica severa, com foco na preparação das amostras e na otimização e análise dos parâmetros envolvidos. Ficou demonstrado que textura, e estrutura do contorno de grão são prontamente obtidos por EBSD, e que também pode ser feita a análise da deformação e da energia armazenada através desta técnica.

HOCKAUF *et al* (2009), usando EBSD, através de mapas que indicam os padrões de qualidade, mostraram o processo de recuperação de uma liga 6060, em três condições diferentes, a primeira processada por EAC e posteriormente envelhecida a 170° por dois tempos distintos, 18 min e 120 min.

2.10 DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA (DPS)

2.10.1 Introdução

É importante ressaltar que apesar do nome deformação plástica severa, não basta uma deformação muito alta para o método utilizado ser caracterizado como DPS, é importante que as dimensões da amostra não sejam modificadas significativamente, o que é conseguido por meio de dispositivos que impedem que a amostra altere sua seção transversal. Desta maneira são alcançados altos valores de deformação e introduzida uma elevada densidade de defeitos na rede cristalina, necessária para um excepcional refinamento de grão (VALIEV *et al*, 2006).

VALIEV *et al* (2006) também definiram materiais com grãos ultrafinos (UFG em inglês) como sendo materiais homogêneos apresentando uma microestrutura equiaxial com tamanho médio de cristais menor que $1\mu\text{m}$ e com a maioria dos contornos sendo de alto ângulo.

A utilização de DPS, em vários materiais, tem como principal característica o aumento da resistência mecânica com uma queda relativamente baixa na ductilidade, o que em processos convencionais, como laminação, extrusão, etc, não é alcançado.

As principais técnicas de DPS (VALIEV *et al* 2006) são: torção sob alta pressão, forjamento multidirecional, compressão e extrusão cíclica, planificação e corrugação repetitiva e extrusão angular em canal.

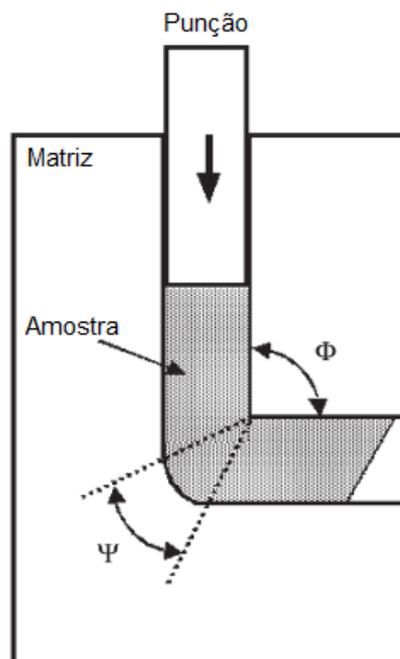


Figura 2.10 Representação esquemática do processo de EAC (VALIEV *et al*, 2006).

Dentre estas técnicas de DPS, a mais desenvolvida e com um futuro promissor em termos de aplicações industriais, é a Extrusão Angular em Canal (EAC). Nesta técnica, ilustrada na Figura 2.10, é empregada uma matriz contendo um canal com seção constante e que apresenta uma mudança de orientação com ângulo Φ e com um arco externo com ângulo Ψ , onde as duas partes do canal se interceptam. Um material que seja forçado a passar pelo canal sofrerá um cisalhamento. Já que a seção do material permanece constante, o processo pode ser repetido várias vezes, sendo a deformação dada pela seguinte relação (VALIEV e LANGDON, 2006)

$$\epsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) + \Psi \csc\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) \right] \quad (2.2)$$

onde N é o número de passes.

Ao ser reintroduzida na matriz, a amostra pode ser submetida a uma rotação em torno do seu eixo longitudinal. Desta maneira, diferentes sistemas de deslizamento serão ativados. Existem 4 rotas básicas com que o processo pode ser repetido, como é mostrado esquematicamente abaixo (LANGDON *et al*, 2000):

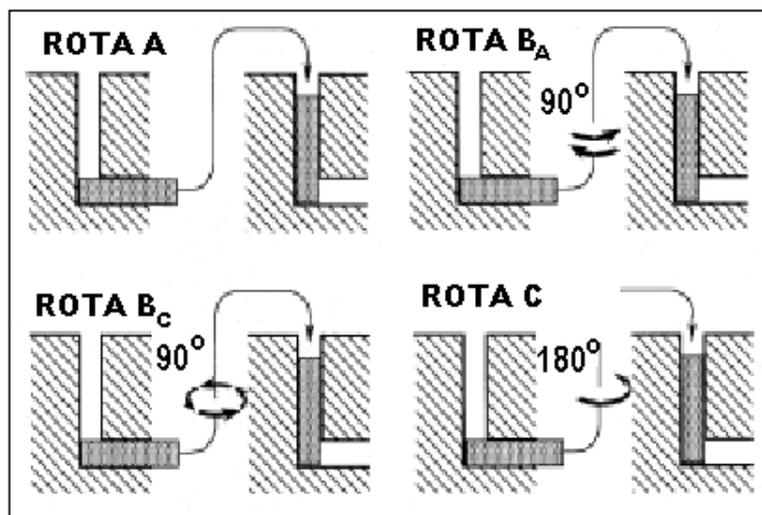


Figura 2.11 Representação esquemática das rotas de processamento (LANGDON *et al*, 2000).

2.10.2 Parâmetros que influenciam na DPS por EAC

Existem diversos fatores que influenciam na microestrutura final das amostras processadas por EAC.

Há fatores que são intrínsecos da amostra como a composição da liga e o estado inicial. A quantidade de soluto ou a presença de outro elemento produzem resultados diferentes ao final do processo. No caso das ligas Al-Mg-Si, o estado inicial

é importante, pois, o envelhecimento natural ocorre logo após o tratamento de envelhecimento.

Existem fatores que são referentes ao procedimento de EAC. A rota escolhida é importante, pois define os sistemas de deslizamento em cada passe.

O número de passes define a quantidade de deformação acumulada.

Durante o passe, é importante definir a quantidade de deformação através do ângulo entre o canal de entrada e o de saída. A taxa de deformação não influencia o tamanho de grão final, mas se a velocidade de deformação é menor, a recuperação acontece mais facilmente. A temperatura do passe também é importante, já que aumentando a temperatura, o tamanho de grão final será maior (VALIEV e LANGDON, 2006).

É importante também ficar atento ao que acontece entre cada passe, observando se podem ocorrer transformações, como, por exemplo, envelhecimento natural.

Por fim, é importante definir se ao final dos passes a amostra será submetida a algum tratamento de envelhecimento, que pode alterar o resultado final.

2.10.3 Refinamento de grão e recuperação dinâmica na DPS.

O mecanismo de refino de grão durante a DPS pode ser descrito da seguinte forma: após o primeiro passe, formam-se subgrãos alongados, cujo eixo maior é paralelo ao plano de deslizamento primário. A largura destes subgrãos será o tamanho do cristal médio após os passes seguintes (LANGDON, 2007).

Com o aumento da deformação, a densidade de discordâncias vai aumentando até o ponto que essas discordâncias se aglomeram na forma de células.

Com a aniquilação de discordâncias nas paredes das células, formam-se subgrãos com contornos de baixo ângulo.

Com a continuação do processo de deformação, as discordâncias formadas no interior destes subgrãos vão sendo absorvidas pelos contornos, sendo aniquiladas. Este processo faz com que o ângulo de desorientação dos contornos aumente.

Ao final do processo existe um balanço entre a geração de discordâncias dentro dos cristais e a absorção destas pelos contornos de alto ângulo (ITO e HORITA, 2009). O resultado é uma microestrutura formada por cristais com uma elevada proporção de contornos de alto ângulo.

A Figura 2.12 mostra esquematicamente este processo:

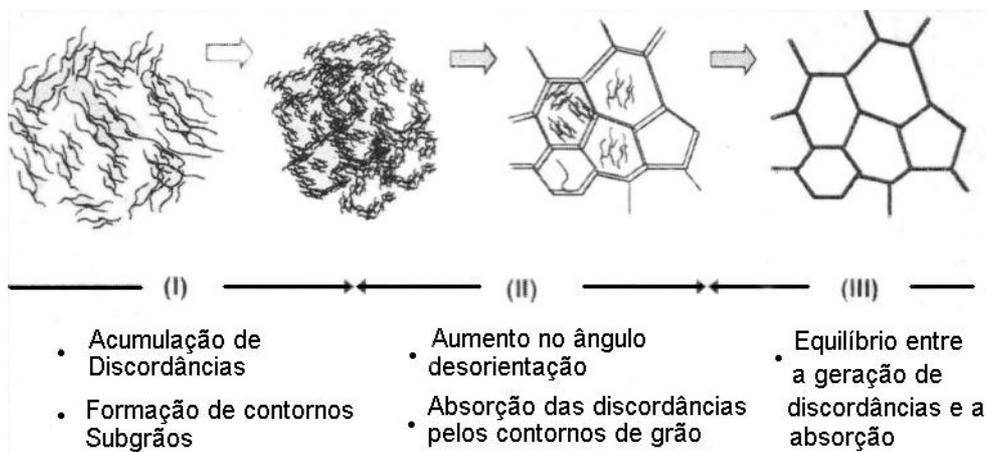


Figura 2.12 Representação esquemática da evolução microestrutural (ITO e HORITA, 2009).

2.10.4 Estágios da deformação plástica.

O conceito de discordâncias explicando a deformação plástica dos metais é conhecido desde os anos 30 do século XX. De acordo com os processos microestruturais, três estágios foram introduzidos. Estes estudos foram realizados

primeiro em monocristais puros, mas foi observado mais tarde que policristais puros têm comportamento similar ao encontrado nos monocristais.

O primeiro estágio caracteriza-se por uma leve inclinação na curva tensão-deformação com as discordâncias movendo-se com certa facilidade. Com o aumento da tensão, novos sistemas de deslizamento começam a ser ativados, fazendo com que haja interação entre discordâncias e novas fontes de discordância sejam criadas. Isto aumenta fortemente o encruamento e uma inclinação linear acentuada é observada na curva tensão-deformação, caracterizando o estágio II. No estágio seguinte III é observada a redução da taxa de encruamento e a curva tensão-deformação torna-se não-linear. Neste estágio as discordâncias arranjam-se formando células e começa um processo crescente de aniquilação de discordâncias, causando a recuperação dinâmica, caracterizada teoricamente por uma taxa de encruamento nula e uma tensão de saturação.

Com a introdução de maiores quantidades de deformação, como ocorre na DPS, dois novos estágios foram observados. Ao final do estágio III, a tensão não atinge um valor de saturação e a taxa de encruamento assume um valor pequeno e constante. Esse é o estágio IV que, a exemplo do estágio II, mostra um encruamento linear devido a um aumento adicional da densidade de discordâncias. Neste estágio é aumentada a desorientação dos contornos das células formadas no estágio anterior, cujo tamanho permanece constante. Com o início do estágio V, que ainda motiva discussões, o valor da tensão tende a uma saturação, como mostrado na Figura 2.13 (Hockauf e Meyer, 2010).

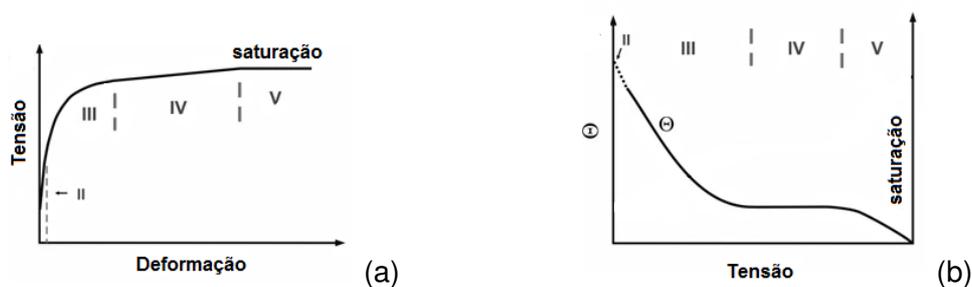


Figura 2.13 Curvas esquemáticas do comportamento do encruamento para altas deformações em materiais CFC policristalinos. (a) Curva tensão-deformação (b) Taxa de encruamento correspondente, $\Theta = d\sigma/d\varepsilon$. (Hockauf e Meyer, 2010)

2.11 Deformação por laminação

No processamento por EAC o valor da deformação realizada num passe é fixo e determinado pela geometria da matriz. Desta maneira, as informações sobre microestrutura e propriedades fornecidas pelas amostras produzidas referem-se a valores múltiplos desta deformação, a menos que sejam empregadas matrizes com diferentes ângulos, o que implicaria em alto custo.

Um outro aspecto, comum a outros processos de conformação, é a dificuldade envolvida na determinação da relação entre os valores de deformação, tensões e microestrutura que ocorrem num ponto do material durante seu percurso na zona de deformação. Este fato motivou o desenvolvimento de métodos experimentais que permitissem reproduzir as condições do processo e fornecer material para análise. Dentre eles estão aqueles que se baseiam na obtenção de amostras com gradiente de deformação. São exemplos o forjamento em cunha (DIETER, 2005) e a laminação em cunha (AKBARI *et al*, 1997).

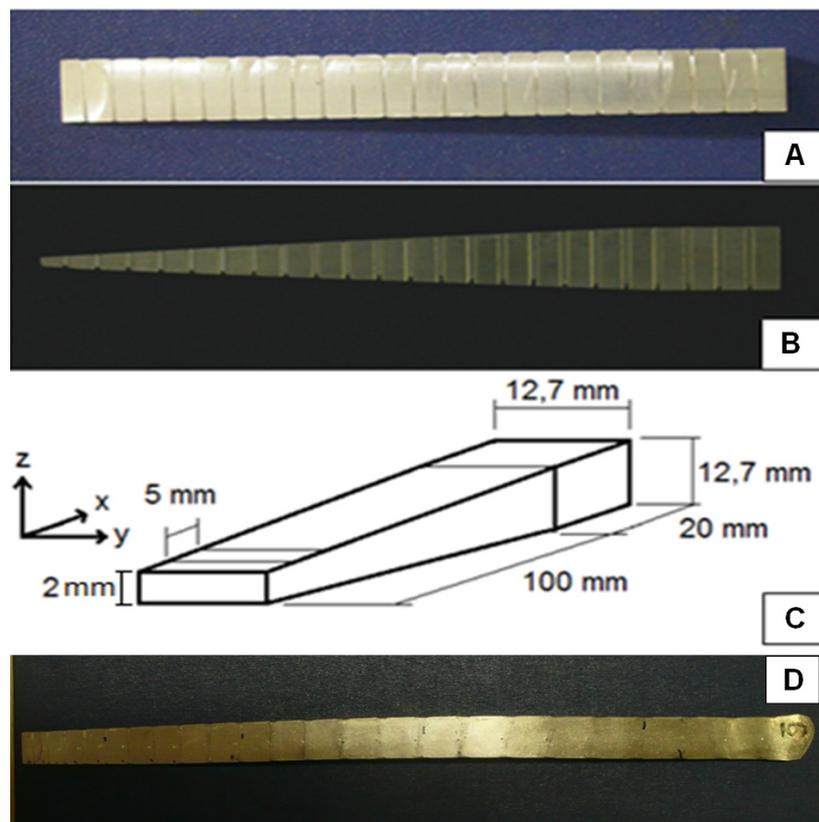


Figura 2.14 Aspectos da técnica de laminação de cunhas. (A) vista superior do corpo de prova, (B) vista lateral, (C) dimensões iniciais e (D) aspecto após a laminação.

MIRANDA (2013) empregou a laminação de cunhas obtidas por usinagem de barras da mesma liga 6061 estudada neste trabalho. A laminação de cunhas com dimensões mostradas na Figura 2.14 produz amostras na forma de tiras com valores de deformação efetiva variando até 1,6. Este valor permite avaliar o efeito da deformação em um passe em matriz de 90° (1,15) ou em até dois passes em matriz de 120° (1,33). Os valores de deformação correspondentes às posições na tira laminada foram determinados com o auxílio de ranhuras usinadas na cunha. Na execução dos ensaios a condição de lubrificação foi estabelecida de modo que ocorresse o estado de deformação plana em toda a extensão da amostra. Adicionalmente, para prevenir a ocorrência de qualquer transformação induzida pelo aquecimento adiabático, as amostras foram resfriadas imediatamente com agitação em água a 0°C .

A laminação de cunhas foi aplicada a amostras da liga 6061 submetidas a três condições prévias: solubilizada, estabilizada e envelhecida naturalmente. Cabe notar que estas condições são as mesmas empregadas neste estudo (V. Fig. 3.1). Os resultados das medidas de dureza Vickers realizadas nas cunhas laminadas são apresentados na Figura 2.15. Na mesma figura são apresentados os resultados da verificação do método, que consistiu na medida de dureza em barras com espessura fixa laminadas para a obtenção de valores de deformação iguais a 0,66 e 1,15 em cada condição prévia. Estas deformações são iguais às obtidas por EAC com matrizes com ângulos Φ entre os canais de 120° e 90° , respectivamente, sendo o ângulo de curvatura externa Ψ igual a zero em ambos os casos.

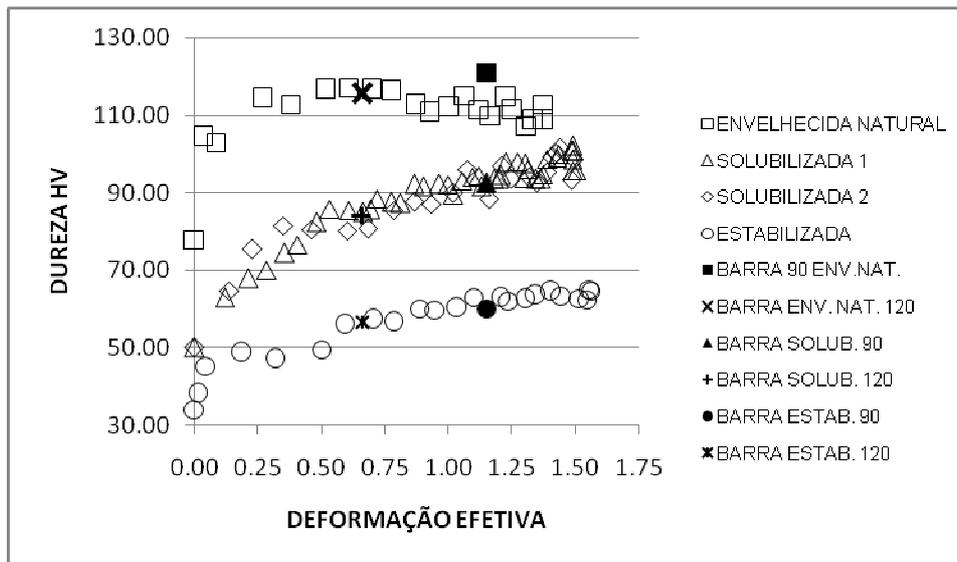


Figura 2.15 Comparação entre as durezas HV das cunhas laminadas e barras laminadas para verificação nas 3 condições prévias. Liga 6061 (MIRANDA, 2013).

A concordância observada permite considerar que o método é válido. É oportuno apontar que a curva obtida pelo método, mostrando a dureza em função de uma deformação que varia na posição, poderia ser interpretada como sendo o resultado de um hipotético ensaio de dureza sobre uma posição do material cuja deformação variasse no tempo. Trata-se, portanto, de uma curva tensão-deformação expressa em unidades de dureza HV.

Pode-se observar na Figura 2.15 que os valores de dureza apresentados pelas diferentes condições prévias se distinguem claramente. O material estabilizado, com a matriz em equilíbrio com precipitados grosseiros apresenta valores de dureza inferiores aos medidos no material solubilizado, cuja matriz está supersaturada. Finalmente, os maiores valores correspondem ao material com envelhecimento natural prévio.

MIRANDA (2013) também verificou a ocorrência de envelhecimento natural após a laminação da cunha na condição solubilizada, conforme mostrado na Figura 2.16.

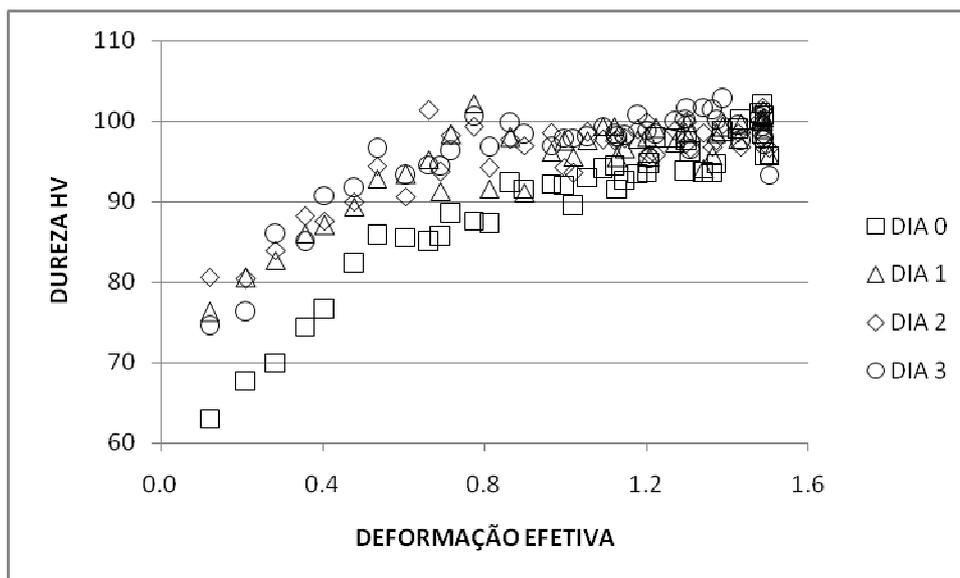


Figura 2.16 Gráfico da dureza HV após a laminação de cunha solubilizada e dos 3 dias seguintes, liga 6061 (MIRANDA, 2013).

2.12 Difração de Raios X

PANIGRAHI e JAYAGANTHAN (2008) em um estudo numa liga 6063 laminada à temperatura ambiente e em nitrogênio líquido encontraram picos em 2θ : $58,5^\circ$, que atribuíram à precipitação de Mg_2Si .

3. METODOLOGIA

3.1 Materiais

Foram utilizadas 2 ligas de Al-Mg-Si, nas especificações 6061 e 6063, fornecidas pela ALCOA na forma de barras quadradas extrudadas com seção transversal de 12,7 mm², cuja composição é dada pela Tabela 3.1. São apresentados os valores da porcentagem em peso máxima precipitável da fase Mg₂Si e do Si remanescente em solução sólida, este último calculado considerando o efeito dos teores de Fe e de Mn, segundo a relação abaixo (ABAL, 2008, p175):

$$Si_{ss} = Si_{total} - Si_{Mg_2Si} - (Fe + Mn)/4 \quad (3.1)$$

Tabela 3.1 Composição química das ligas 6061 e 6063 (% peso).

Liga	Mg	Si	Fe	Cu	Cr	Mn	Mg ₂ Si	Si _{s.s.}
6061	0,90	0,72	0,27	0,22	0,07	0,03	1,42	0,12
6063	0,54	0,50	0,20	0,02	0,00	0,04	0,85	0,13

3.2 Condições de processamento

Os procedimentos de processamento empregados neste trabalho compõem-se de um tratamento, destinado à obtenção de uma condição prévia, seguido de deformação e, eventualmente, de um tratamento térmico de envelhecimento. Três condições prévias de processamento foram empregadas: solubilizada, envelhecida naturalmente e estabilizada. A Figura 3.1 ilustra esquematicamente estas 3 condições de processamento, as quais serão referidas abreviadamente como **S**, **N** e **E**, respectivamente.

Nas condições **S** e **N**, o tratamento de solubilização foi realizado a 540°C com duração de 2h, seguido de resfriamento em água.

O processamento mecânico das amostras na condição **S** foi realizado o mais rapidamente possível após o resfriamento. As amostras destinadas à condição **N** foram mantidas à temperatura ambiente durante 15 dias, pelo menos, antes da deformação.

A condição estabilizada visa a obtenção de um material com precipitados da fase estável com a granulação mais grosseira possível em equilíbrio com uma matriz sem super-saturação. Com este objetivo, as amostras foram submetidas ao seguinte tratamento: permanência a 540°C por 2h, resfriamento em forno até 300°C, permanência de 2h nesta temperatura e resfriamento em forno até a temperatura ambiente. Cabe notar que esta condição não deve ser confundida com o super-

envelhecimento realizado em baixa temperatura, no qual a dispersão dos precipitados nem sempre é grosseira.

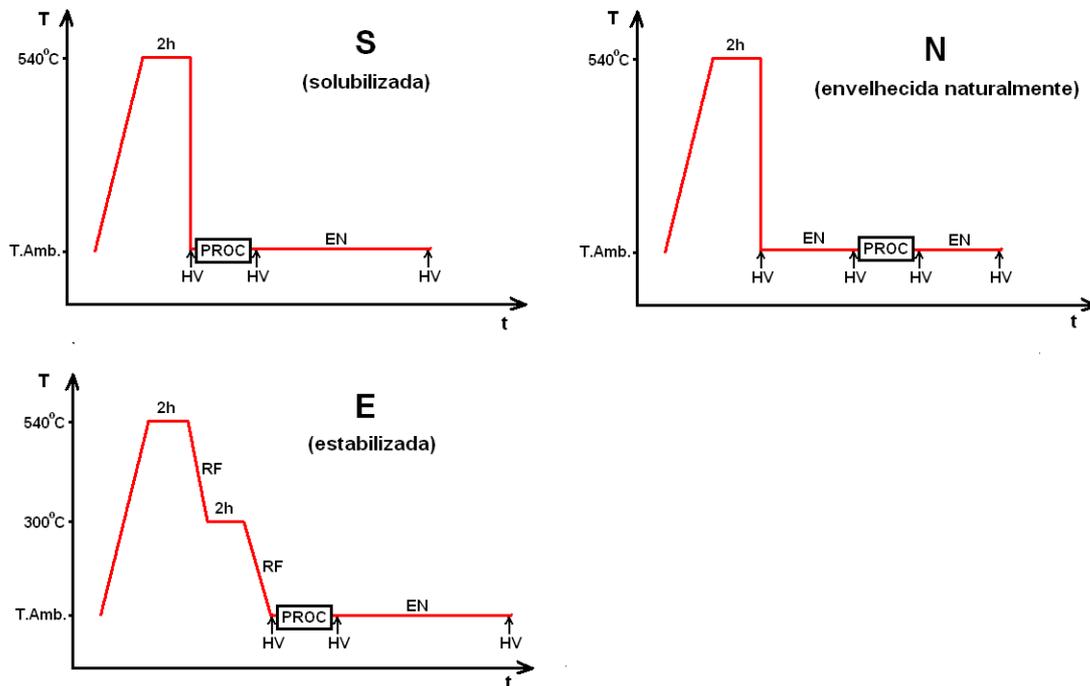


Figura 3.1 Representação esquemática das condições de processamento estudadas. RF: resfriamento em forno, PROC: processamento mecânico, EN: envelhecimento natural, HV - Medida de Dureza.

3.3 Deformação por Extrusão Angular em Canal (EAC)

Nas 3 condições prévias foram feitos ensaios EAC com até 4 passes com amostras cortadas das barras com comprimento de 95 mm, segundo a rota C na qual a amostra é girada de 180° em torno do eixo longitudinal, depois de cada passe. Nos casos em que houve mais de um passe, o tempo máximo entre os passes foi de 20 min.

Para reduzir o atrito, as amostras foram lubrificadas com MoS₂ e envoltas com uma fita de politetrafluoretileno (PTFE).

Os ensaios foram feitos em prensa hidráulica utilizando matriz com um ângulo entre os canais de 90° e um ângulo externo de curvatura de 20°, o que resulta numa deformação de aproximadamente 1,05 por passe. A velocidade do punção, foi de 0,5 mm/s, o que corresponde a uma taxa de deformação de aproximadamente 0,6 s⁻¹ (SEGAL, 2005). A carga durante os ensaios foi medida através do manômetro da prensa. A Figura 3.2 mostra esquematicamente a matriz utilizada e a convenção de eixos da amostra processada.

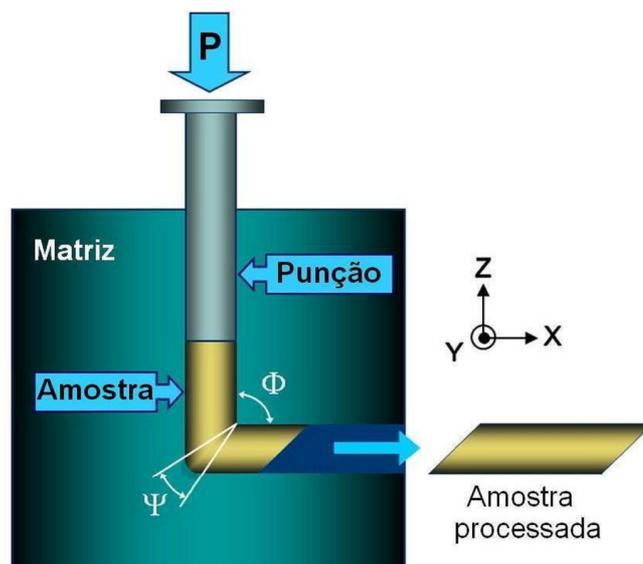


Figura 3.2 Representação esquemática da matriz e dos eixos da amostra.

3.4 Caracterização

3.4.1 Calorimetria Diferencial por Varredura (DSC)

As análises de calorimetria diferencial por varredura foram feitas usando um aparelho da marca Perkin-Elmer modelo DSC 8000, usando uma taxa de aquecimento de 10°C/min e, quando necessária, uma taxa de resfriamento de 200°C/min.

Foram feitas análises em todas as amostras processadas por EAC, em uma faixa de temperatura entre a ambiente e 350°C. Adicionalmente, foram analisadas amostras sem deformação das 3 condições estudadas.

Foram feitas também análises DSC para reproduzir tratamentos anisotérmicos de envelhecimento artificial sob uma taxa de aquecimento de 10°C/min até temperaturas determinadas pelas análises anteriores.

As amostras para DSC foram retiradas da seção perpendicular ao eixo X com uma espessura de aproximadamente 9 mm, sendo depois cortadas amostras quadradas com aproximadamente 3mm de lado e 1mm de espessura, conforme mostrado na Figura 3.3. O corte destas amostras foi feito em equipamento marca BUEHLER modelo ISOMET™, de forma lenta e bem refrigerada, para evitar a ocorrência de encruamento e/ou aquecimento.

No caso das amostras solubilizadas e sem deformação, as amostras foram solubilizadas, cortadas e analisadas imediatamente após o corte.

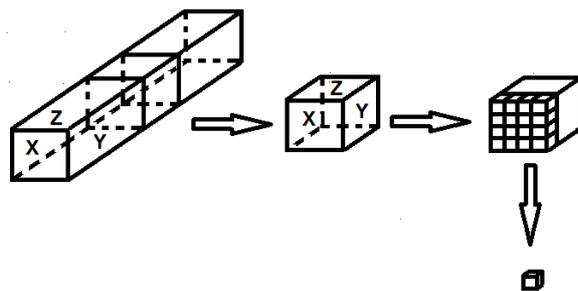


Figura 3.3 Esquema do corte das amostras para DSC

3.4.2 Dureza após EAC

Para avaliar o efeito da deformação imposta pela EAC na resistência mecânica da amostra, testes de dureza foram realizados logo após os passes.

A ocorrência de envelhecimento natural depois da deformação foi verificada por testes de dureza feitos nos dias seguintes ao ensaio EAC.

Os ensaios de dureza Vickers foram realizados segundo a norma ASTM E384-11, com uma carga de 10 kg em um durômetro marca ZWICK/ROELL modelo 8187.5. O valor de medida de dureza Vickers foi determinado pela média aritmética dos valores de 5 medidas. A calibração do durômetro foi verificada através de 5 ensaios em uma amostra padrão de dureza igual a 387 HV. O erro determinado foi de 1,5%.

As amostras para o ensaio de dureza foram cortadas perpendicularmente à direção X com uma espessura de 10 mm, sendo o plano X utilizado para as medidas. O corte foi executado do mesmo modo descrito na seção 3.4.1, conforme a Figura 3.4.

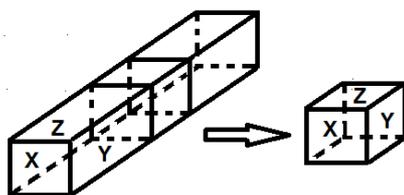


Figura 3.4 Esquema do corte para amostras para medidas de dureza

3.4.3 Dureza em condições selecionadas de ensaios DSC

O equipamento de DSC pode ser empregado para reproduzir tratamentos térmicos anisotérmicos e observar simultaneamente a ocorrência de transformações. Com essa finalidade, foram realizadas análises interrompidas em temperaturas de início e final de reações, obtendo-se amostras para posterior caracterização por

dureza e difração de raios-X. As temperaturas finais dos tratamentos foram definidas por análises realizadas previamente, como exemplificam as Figuras 3.5 e 3.6 para amostras sem deformação e deformadas por EAC, respectivamente.

Foram selecionadas para a liga 6061 as amostras solubilizadas com 1, 2 e 4 passes e sem deformação e as amostras estabilizadas com 1 e 2 passes.

Para a liga 6063 foram selecionadas as amostras solubilizadas com 1 e 2 passes e sem deformação e as amostras estabilizadas com 1 e 2 passes.

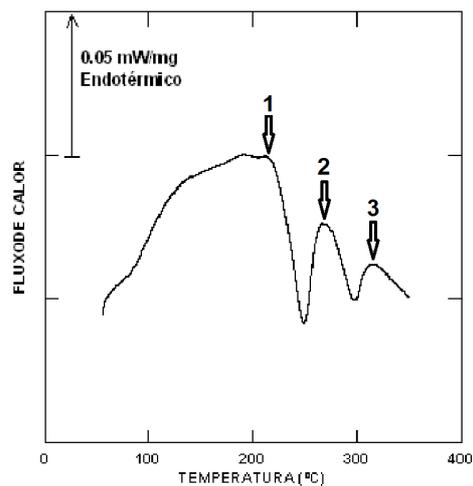


Figura 3.5 Exemplo de definição de temperaturas finais de tratamentos para amostras sem deformação. Amostra condição **S**, liga 6061.

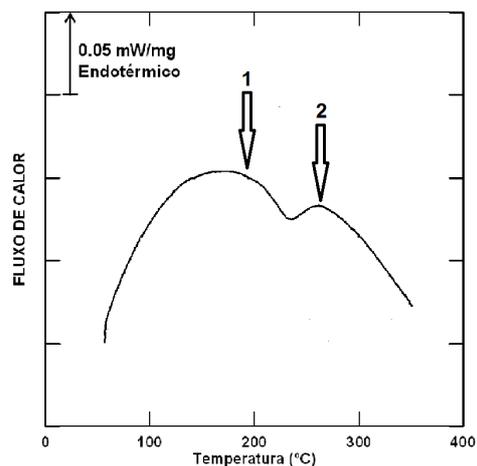


Figura 3.6 Exemplo de definição de temperaturas finais de tratamentos para amostras deformadas. Amostra condição **S**, liga 6063, 1 passe.

Como a área das amostras era muito pequena, foram feitas apenas 3 medidas em um microdurômetro marca ZWICK/ROELL modelo ZH μ MK II, segundo a norma ASTM E384-11 com carga de 1 Kg.

A média aritmética das 3 medidas foi tomada como o valor de dureza Vickers.

3.4.4 Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)

O equipamento utilizado para análise de EBSD foi um microscópio eletrônico de varredura (MEV) com canhão de emissão de elétrons (“*Field Emission Gun*”: FEG), modelo Quanta FEG 450 do fabricante FEI, que possui um detector de EBSD (“*electron back scattering diffraction*”) modelo Quantax Crystalign 400 HR (*High Resolution*) do fabricante Bruker.

A análise dos dados obtidos foi feita utilizando o software Quantax Crystalign fornecido pelo fabricante Bruker.

Os resultados de interesse foram o tamanho médio dos cristais e a distribuição da desorientação dos contornos.

As amostras escolhidas para análise foram as da condição **S** com 2 e 4 passes e na condição **E** com 4 passes.

As amostras foram cortadas seguindo a metodologia descrita na seção 3.4.1, como ilustrado na figura 3.7.

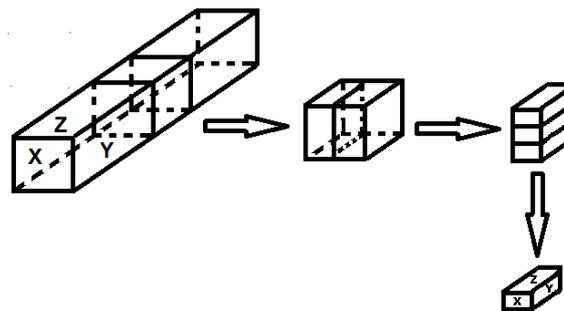


Figura 3.7 – Esquema de corte para as amostras de EBSD.

A análise foi feita no plano Y da amostra, que foi lixado, polido com pasta de diamante e sílica coloidal. Em seguida foi feito um polimento eletrolítico com uma solução de 700 ml de H₂O, 200 ml de ácido perclórico e 100 ml de glicerol mantida a 0°C. A voltagem utilizada foi 23 V.

3.4.5 Difração de raios-X

A difratometria de raios-X foi empregada com a finalidade de investigar a precipitação dinâmica. Utilizou-se um difratômetro para amostras policristalinas SHIMADZU, modelo XRD-6000. A radiação utilizada foi a K α Cu ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$), sendo o tubo catodo operado com 40 kV e 30 mA. As fendas utilizadas foram: divergência 1°, recepção 0,3 mm e anti-espalhamento 1°. As medidas foram realizadas na faixa de 20° a 80°, com passo de 0,024° por 2 s. A preparação das amostras foi realizada na forma indicada na seção 3.4.4.

4. RESULTADOS

4.1 Ensaio de Extrusão Angular em Canal

Os valores de dureza medidos após os passes são apresentados, com seus respectivos desvios-padrão para as ligas 6061 e 6063 são apresentados respectivamente nas Tabelas 4.1 e 4.3. Para efeito de análise, são mostrados nas Tabelas 4.2 e 4.4 os valores do ganho de dureza após cada passe.

Tabela 4.1 Valores de dureza Vickers após os passes das amostras da liga 6061 nas três condições. O valor obtido através do tratamento térmico convencional (T6) é colocado como referência.

Liga	Condição	Passes			
		0	1	2	4
6061	E	36.5 ± 1.1	67.3 ± 1.7	70.9 ± 1.5	66.2 ± 0.5
	S	51.0 ± 2.0	99.3 ± 3.9	111.9 ± 2.6	125.8 ± 1.6
	N	80.4 ± 1.9	131.3 ± 3.6	127.8 ± 1.2	
	T6	96.0 ± 6.4			

Tabela 4.2 Valores de ganho de dureza após cada passe nas amostras da liga 6061 para as três condições.

Liga	Condição	Passes		
		1	2	4
6061	E	30.8 ± 2.0	3.57 ± 2.3	-4.7 ± 1.6
	S	48.2 ± 4.4	12.6 ± 4.7	13.9 ± 3.1
	N	50.9 ± 4.1	-3.5 ± 3.8	

Tabela 4.3 Valores de dureza após os passes das amostras da liga 6063 nas três condições. O valor obtido através do tratamento térmico convencional (T6) é colocado como referência.

Liga	Condição	Passes		
		0	1	2
6063	E	29.0 ± 1.0	55.0 ± 3.5	56.8 ± 1.9
	S	36.0 ± 0.6	74.9 ± 3.4	82.0 ± 2.6
	N	59.0 ± 1.1	93.5 ± 2.6	98.2 ± 2.0
	T6	72.0 ± 5.9		

Tabela 4.4 Valores de ganho de dureza após cada passe das amostras da liga 6063 nas três condições.

Liga	Condição	Passes	
		1	2
6063	E	26.1 ± 3.6	1.8 ± 4.0
	S	38.9 ± 3.4	7.1 ± 4.3
	N	34.5 ± 2.8	4.7 ± 3.3

4.2 Ensaio de Envelhecimento Natural

4.2.1 Envelhecimento natural após os passes de EAC – liga 6061

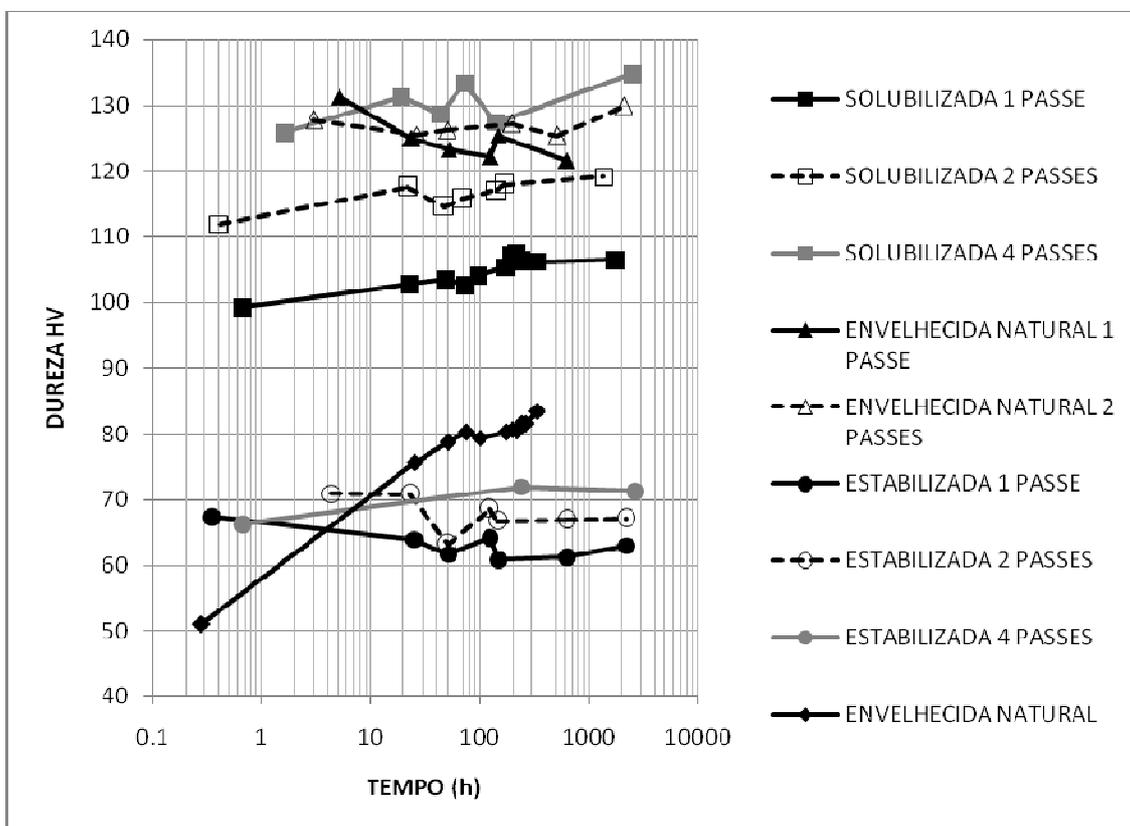


Figura 4.1 Variação da dureza com o tempo das amostras após os passes da liga 6061 nas 3 condições.

Para comparação foram colocados na Figura 4.1 os valores de dureza em relação ao tempo, de uma amostra sem deformação para mostrar o efeito do envelhecimento natural na liga 6061.

A ocorrência de envelhecimento natural das amostras solubilizadas após os passes não foi significativa em nenhum dos 3 casos (1, 2 e 4 passes).

As amostras ensaiadas na condição envelhecida naturalmente não apresentaram endurecimento após os passes.

Nas amostras estabilizadas da liga 6061, não foi registrada a ocorrência de envelhecimento natural após os passes.

4.2.2 Envelhecimento natural após os passes de EAC– liga 6063

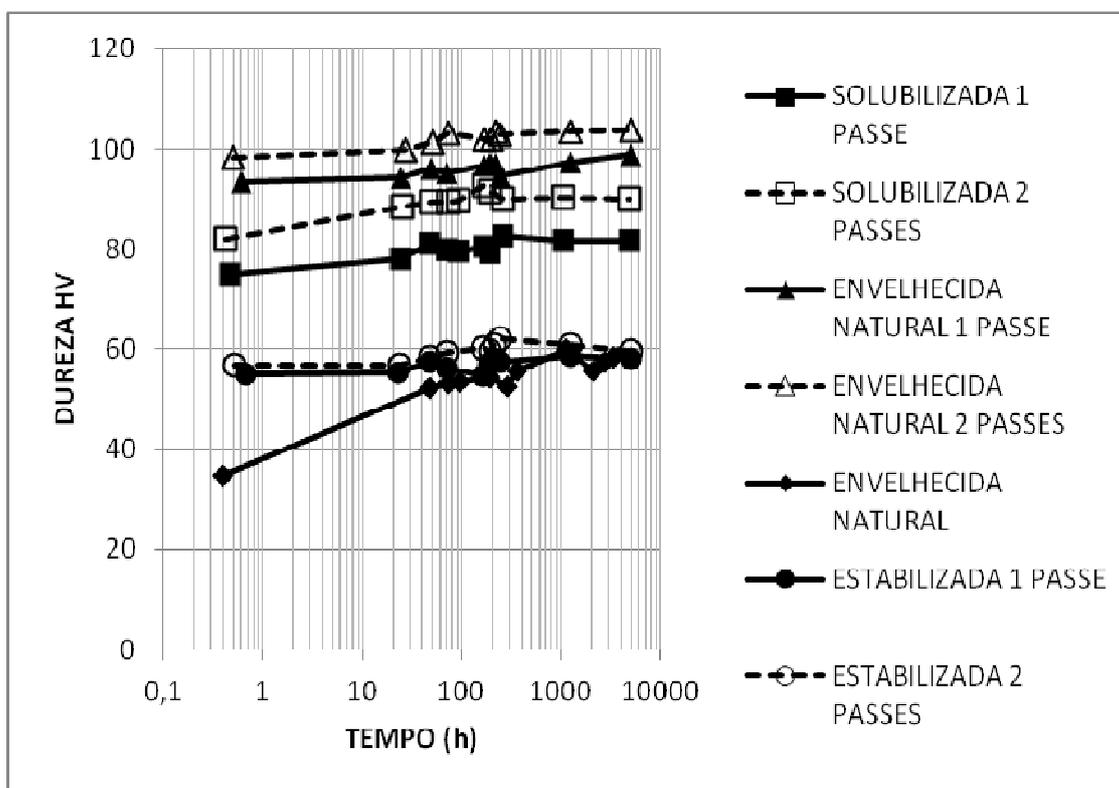


Figura 4.2 Variação da dureza com o tempo das amostras após os passes da liga 6063 nas 3 condições.

Para ilustrar melhor o envelhecimento natural desta liga, foi colocada no gráfico a evolução da dureza com o tempo de uma amostra sem deformação.

Nas amostras solubilizadas há um aumento pequeno do valor de dureza com o tempo, cerca de 7 HV, porém, muito menor que o valor do aumento de dureza da amostra sem deformação que foi de 23 HV.

Nas amostras envelhecidas naturalmente não houve endurecimento após os passes.

Na condição estabilizada também não ocorreu envelhecimento natural depois dos passes.

4.3 Calorimetria Diferencial por Varredura

Os resultados das análises de DSC para cada liga e condição são apresentados nas páginas seguintes. Para cada caso são mostradas a curva de fluxo de calor em função da temperatura na faixa de 50°C a 350°C fornecida pelo equipamento e, ao seu lado, a curva que detalha a faixa de temperatura na qual ocorrem as transformações de interesse. Nestas últimas curvas, o fluxo de calor é representado em valor absoluto e as transformações exotérmicas terão o aspecto de picos.

Para a liga 6061, as Figuras 4.3 e 4.4 referentes às amostras solubilizadas (condição **S**) e as amostras envelhecidas naturalmente (condição **N**) que não foram deformadas, mostram resultados similares aos encontrados na literatura para ligas Al-Mg-Si na faixa de temperatura investigada (EDWARDS *et al*, 1998, LEE *et al*, 1991 e YASSAR *et al*, 2004). No entanto, não encontramos nas nossas análises aspectos que pudessem ser atribuídos à formação e dissolução de zonas GP.

Para a condição solubilizada (Fig. 4.3) são observados dois picos de transformação exotérmica nas temperaturas em torno de 250°C e 295°C. O mesmo pode ser observado para a condição **N** (Fig. 4.4), para temperaturas ligeiramente diferentes. DUTTA e ALLEN (1991), analisando uma liga 6061 na condição solubilizada e sob a mesma taxa de aquecimento deste trabalho identificaram os picos que se apresentaram nestas mesmas temperaturas como sendo correspondentes à precipitação das fases metaestáveis β'' e β' , respectivamente. Este resultado foi confirmado por BIROL (2005a).

Para a liga 6063, para as condições **S** e **N**, representadas nas Figuras 4.6 e 4.7 percebe-se também a existência de dois picos, sendo que no caso da amostra na condição **N** mostram-se superpostos.

Um fato importante que se observa em todas as amostras das condições **S** e **N** de ambas as ligas que foram deformadas é a ocorrência de apenas um pico de precipitação, o qual ocorre em temperaturas mais baixas do que a do pico da fase β'' . Esta modificação da sequência de precipitação pela deformação foi observada por LEE *et al*. (1991), que identificaram a transformação como sendo a precipitação da fase β' .

As amostras de ambas as ligas na condição **E** (V. Fig. 4.5 e 4.8) não apresentam quaisquer picos. Isto confirma que a supersaturação foi eliminada pelo tratamento de estabilização e, ainda, que não ocorreu recristalização nas amostras deformadas.

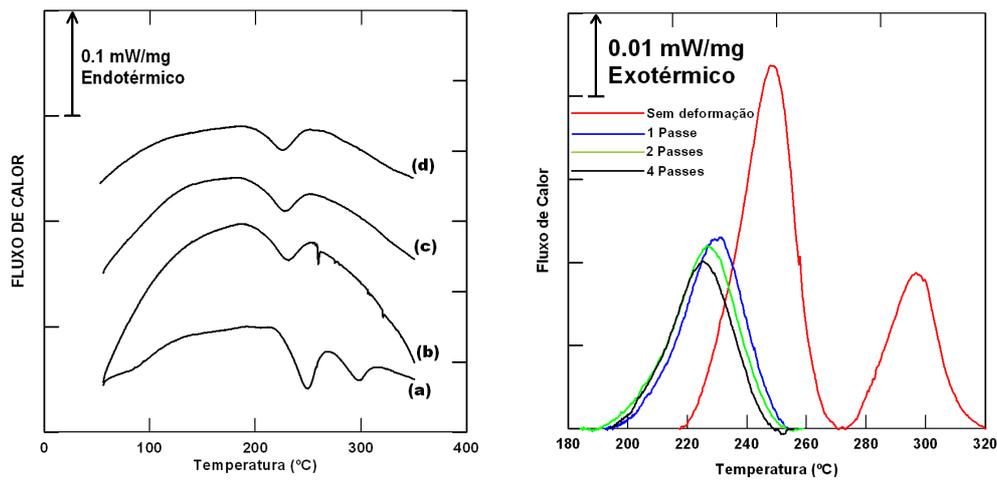


Figura 4.3 Curvas de DSC, liga 6061, condição S. Esquerda: como obtidas nos ensaios, (a) sem deformação, (b) 1 passe, (c) 2 passes e (d) 4 passes. Direita: na faixa de temperaturas de ocorrência das transformações.

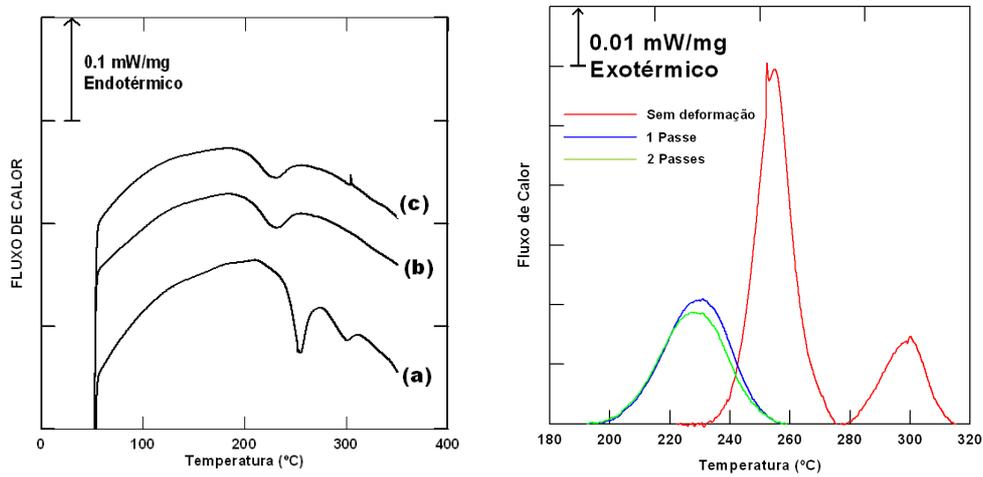


Figura 4.4 Curvas de DSC, liga 6061, condição N. Esquerda: como obtidas nos ensaios, (a) sem deformação, (b) 1 passe, (c) 2 passes. Direita: na faixa de temperaturas de ocorrência das transformações.

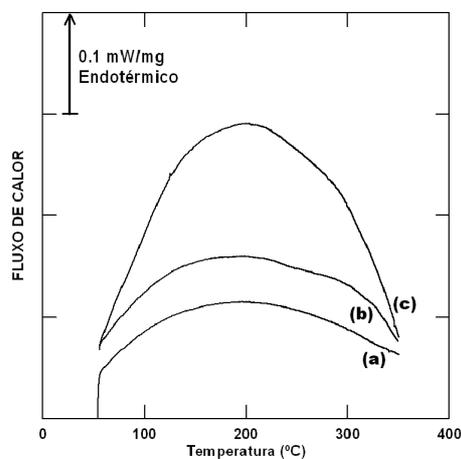


Figura 4.5 Curvas de DSC, liga 6061, condição E, como obtidas nos ensaios, (a) sem deformação, (b) 1 passe e (c) 2 passes. Obs. não foram detectadas transformações

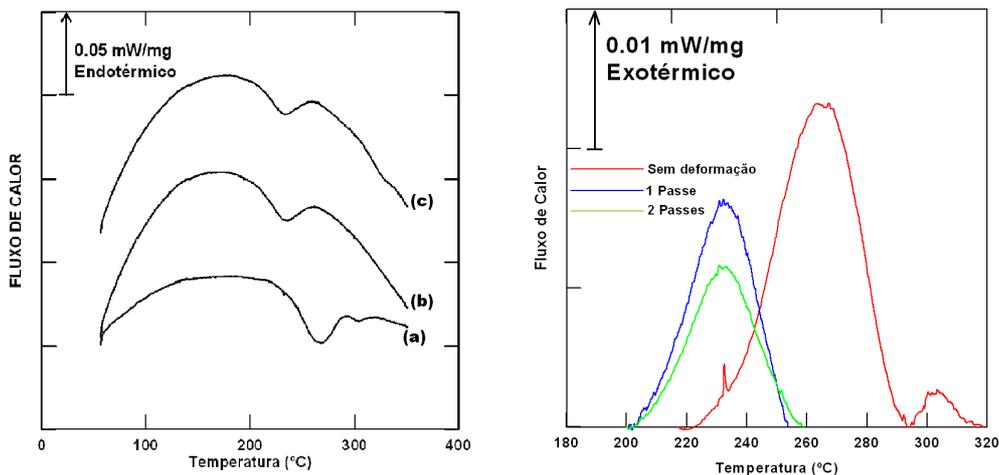


Figura 4.6 Curvas de DSC, liga 6063, condição S. Esquerda: como obtidas nos ensaios, (a) sem deformação, (b) 1 passe, (c) 2 passes. Direita: na faixa de temperaturas de ocorrência das transformações.

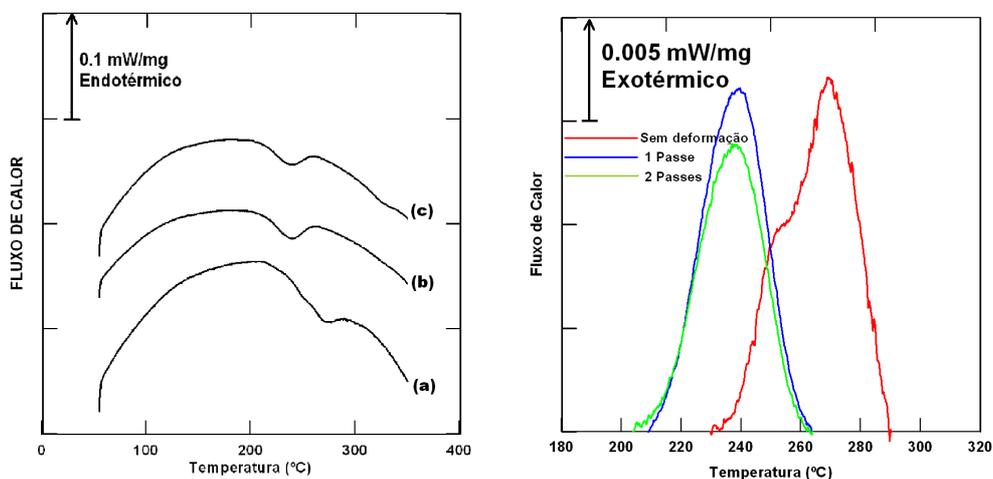


Figura 4.7 Curvas de DSC, liga 6063, condição N. Esquerda: como obtidas nos ensaios, (a) sem deformação, (b) 1 passe, (c) 2 passes. Direita: na faixa de temperaturas de ocorrência das transformações.

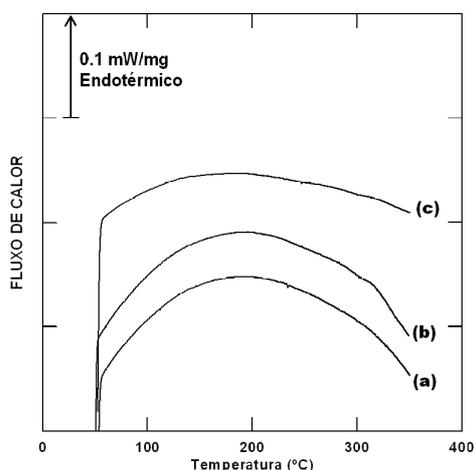


Figura 4.8 Curvas de DSC, liga 6063, condição E, como obtidas nos ensaios, (a) sem deformação, (b) 1 passe e (c) 2 passes. Obs. não foram detectadas transformações

Nos resultados referentes às amostras deformadas pode-se observar que quanto maior a quantidade de deformação, mais baixa é a temperatura na qual o pico de precipitação da fase β' ocorre. Este efeito é mais significativo para a liga 6061.

Um outro aspecto que é observado em ambas as ligas é que quanto maior a quantidade de deformação, menor é a área da curva sob o pico e portanto menor o valor da variação de entalpia associada à precipitação, que por sua vez é proporcional à quantidade de fase precipitada.

Cabe notar que a variação de entalpia ΔH fornecida pelo *software* do equipamento em J/g é o valor do calor liberado pela quantidade transformada dividido pela massa da amostra.

Os valores da temperatura de pico e da entalpia fornecidos pelo aplicativo do equipamento são apresentados na Tabela 4.5 e não diferem significativamente daqueles que são calculados a partir das figuras.

A Tabela 4.5 mostra os valores da variação de entalpia e da temperatura de pico de ambas as ligas sem deformação e com deformação em todas as condições prévias.

Tabela 4.5 Variação da entalpia e da temperatura de pico em função do número de passes

Liga	Condição	Número de Passes	ΔH (J/g)	Temperatura de Pico (°C)
6061	S	0	5,46	247
		1	3,56	231
		2	3,50	226
		4	3,18	224
	N	0	4,41	255
		1	3,52	231
2		3,22	227	
6063	S	0	3,42	267
		1	2,86	232
		2	2,21	230
	N	0	3,00	269
		1	2,75	239
		2	2,31	236

4.4 Reprodução de tratamentos térmicos após EAC por DSC

As Tabelas 4.6 e 4.7 mostram os valores de dureza das amostras das ligas 6061 e 6063, respectivamente, obtidos em tratamentos anisotérmicos através de DSC. Uma vez que as amostras estabilizadas não apresentaram transformações, os valores de temperatura final foram os mesmos das amostras solubilizadas, com a intenção de avaliar o comportamento destas amostras nesta mesma faixa de temperatura.

Tabela 4.6 Valores de dureza e de variação de dureza em relação à condição anterior nas temperaturas escolhidas nas curvas de DSC das amostras solubilizadas e sem deformação das duas ligas. $\Delta HV_{10} = HV_{T_1} - HV_0$, $\Delta HV_{21} = HV_{T_2} - HV_{T_1}$ e $\Delta HV_{32} = HV_{T_3} - HV_{T_2}$.

Liga	T ₁ (°C)	T ₂ (°C)	T ₃ (°C)	HV ₀	HV _{T₁}	HV _{T₂}	HV _{T₃}	ΔHV_{10}	ΔHV_{21}	ΔHV_{32}
6061	211	269	327	51,0±2,0	85,0±3,8	106,0±3,7	84,0±8,9	35,0±4,3	21,0±5,3	-22,0±9,7
6063	194	292	324	37,0±0,6	56,0±1,7	65,0±4,4	56,0±3,3	19,0±1,8	9,0±4,7	-9,0±5,5

Tabela 4.7 Valores de dureza e de variação de dureza em relação à condição anterior nas temperaturas escolhidas nas curvas de DSC das amostras deformadas das duas ligas. $\Delta HV_{10} = HV_{T_1} - HV_0$ e $\Delta HV_{21} = HV_{T_2} - HV_{T_1}$.

Condição	Liga	Passe	T ₁ (°C)	T ₂ (°C)	HV ₀	HV _{T₁}	HV _{T₂}	ΔHV_{10}	ΔHV_{21}
S	6061	1	190	260	106,0±3,2	125,0±3,6	108,0±5,8	19,0±4,8	-17,0±6,8
S	6061	2	185	260	119,0±2,3	122,0±1,1	102,0±3,1	3,0±2,6	-20,0±3,3
S	6061	4	186	260	135,0±3,8	128,0±7,5	104,0±1,9	-7,0±8,5	-24,0±7,8
E	6061	1	190	260	63,0±2,0	67,0±0,3	57,0±3,6	4,0±3,2	-10,0±3,6
E	6061	2	185	260	67,0±1,0	67,0±1,3	54,0±2,8	0,0±1,6	-13,0±3,1
S	6063	1	194	275	82,0±2,2	94,0±1,7	76,0±0,9	12,0±2,7	-18,0±1,9
S	6063	2	194	275	90,0±1,0	90,0±7,3	74,0±1,1	0,0±7,4	-16,0±7,4
E	6063	1	194	275	58,0±1,8	58,0±2,3	47,0±0,4	0,0±3,0	-9,0±2,4
E	6063	2	194	275	59,0±1,5	59,0±1,5	44,0±0,5	2,0±2,1	-15,0±1,6

4.5 Difração de Elétrons Retroespalhados

4.5.1 Tamanho médio dos cristais

As Figuras 4.12 e 4.13 apresentam as distribuições de tamanhos de cristais ponderados pela fração de área ocupada das amostras da liga 6061 na condição solubilizada submetidas a 2 e 4 passes respectivamente. A amostra submetida a 2 passes apresentou um tamanho médio de cristal de 1.0 μm . Após 4 passes, este valor passa a ser 0.9 μm . Este resultado confirma o fato de que o tamanho de grão permanece constante ao longo dos passes. (LANGDON, 2007)

A amostra estabilizada da mesma liga (Fig. 4.14), após 4 passes apresentou um tamanho médio de cristal de 1.2 μm .

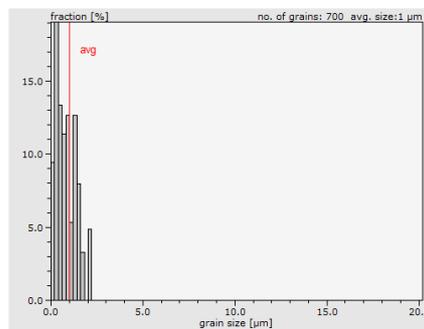


Figura 4.9 Tamanho médio dos cristais da amostra solubilizada, liga 6061, após 2 passes.

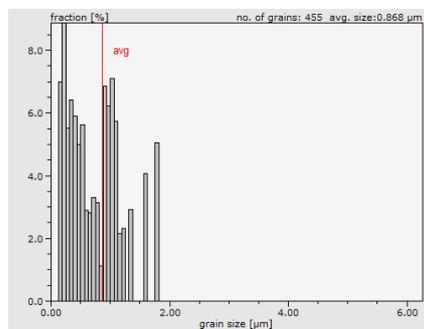


Figura 4.10 Tamanho médio dos cristais da amostra solubilizada, liga 6061, após 4 passes.

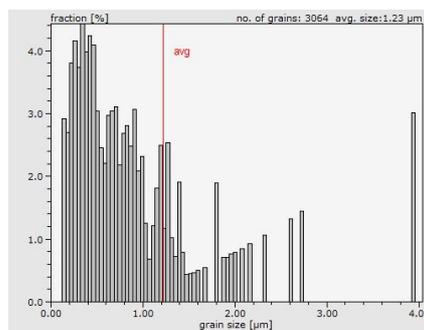


Figura 4.11 Tamanho médio dos cristais da amostra estabilizada, liga 6061, após 4 passes.

4.5.2 Distribuição de ângulos de desorientação de contornos

As Figuras 4.9 e 4.10 apresentam as distribuições de ângulos de desorientação das amostras da liga 6061 na condição solubilizada submetidas a 2 e 4 passes respectivamente. A amostra submetida a 2 passes mostra uma quantidade de contornos de alto ângulo (acima de 15°) de 46%. Após 4 passes, este valor passa a ser 57%. Este resultado está de acordo com os obtidos por ITO e HORITA (2009), entre outros, indicando o aumento da fração de alto ângulo com o aumento da deformação.

A amostra estabilizada da mesma liga (Fig. 4.11), após 4 passes apresentou uma fração de contornos de alto ângulo de 57%.

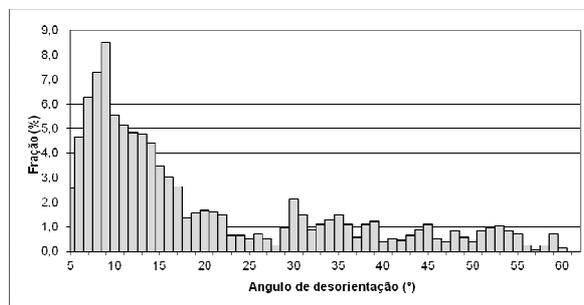


Figura 4.12 Distribuição de ângulos de desorientação, amostra solubilizada, 2 passes, liga 6061.

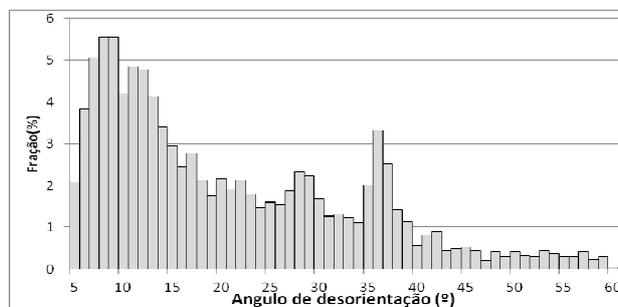


Figura 4.13 Distribuição do ângulo de desorientação, amostra solubilizada, 4 passes, liga 6061.

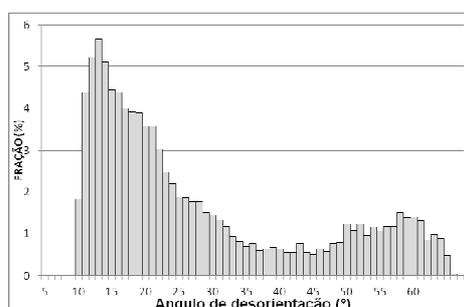


Figura 4.14 Distribuição do ângulo de desorientação, amostra estabilizada, 4 passes, liga 6061.

4.6 Difração de Raios-X

Devido ao fato de que a fração volumétrica dos precipitados da fase Mg_2Si é reduzida ($\approx 2\%$), foi analisada inicialmente uma amostra estabilizada da liga 6061 pois esta condição apresenta a máxima fração precipitada. A Figura 4.15 mostra os difratogramas obtidos. Os picos observados foram identificados como sendo correspondentes à matriz CFC e à fase de equilíbrio β - Mg_2Si .

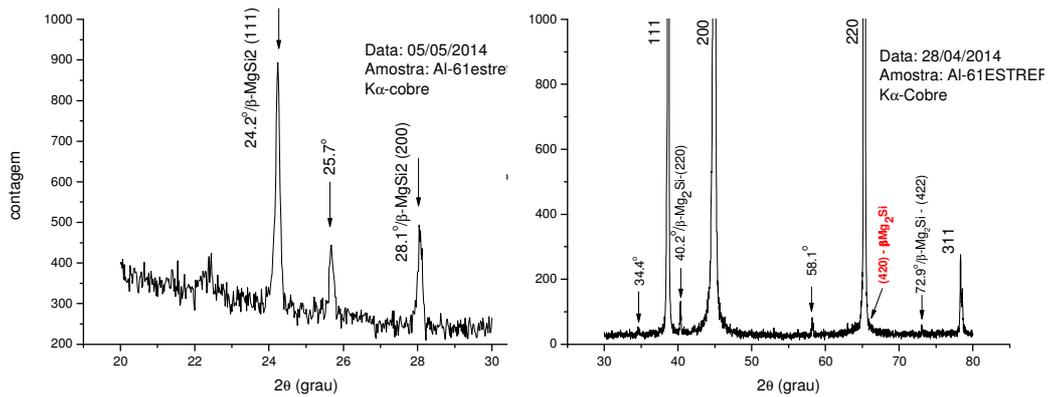


Figura 4.15 Difratogramas da amostra da liga 6061 na condição estabilizada.

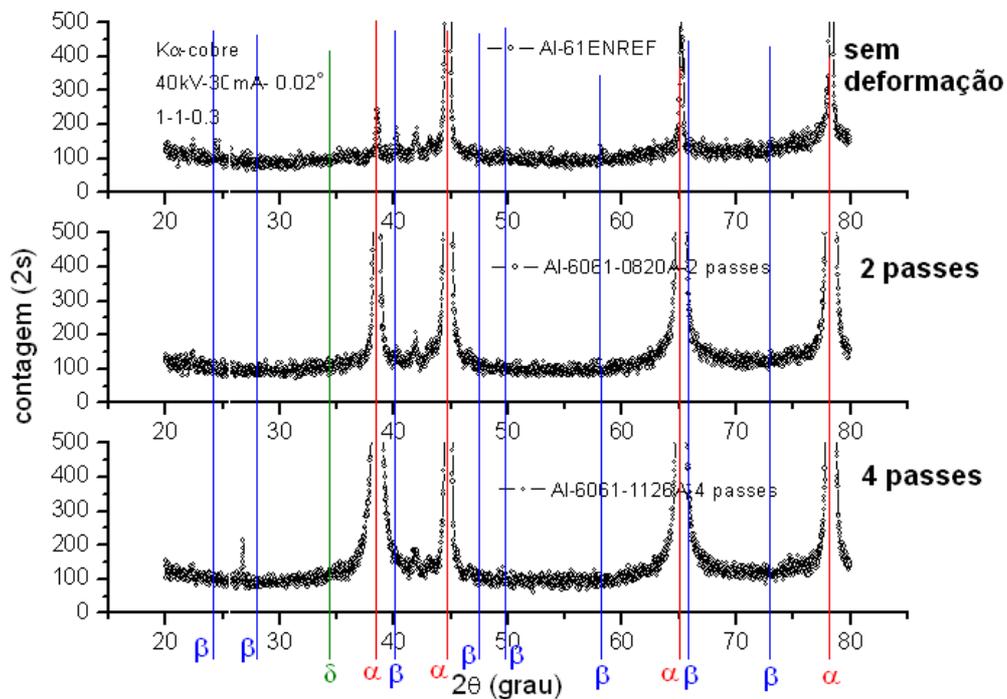


Figura 4.16 Difratogramas obtidos nas amostras nas condições **N** sem deformação e **S** com 2 passes e **S** com 4 passes. São indicadas as posições das difrações: α : Al-CFC, β : Mg_2Si e δ : AlCuMgSi.

Uma vez confirmado que a fase β -Mg₂Si é detectável pela técnica, passou-se à análise das amostras nas quais se espera a presença das fases meta-estáveis.

A Figura 4.16 apresenta os difratogramas obtidos para amostras da liga 6061 nas condições **N** sem deformação e **S** com 2 e com 4 passes.

A amostra com envelhecimento natural, sem deformação, apresenta picos de muito pequena intensidade da fase β nos ângulos 24,2°, 40,2° e 58,1°. Estas difrações não são esperadas no envelhecimento natural e poderiam ser resultantes de uma solubilização incompleta.

Os difratogramas correspondentes às amostras deformadas não apresentam nenhuma difração da fase β e não são observadas difrações que poderiam ser atribuídas a fases meta-estáveis, cuja presença é garantida pelas medidas de dureza. É possível que os picos das difrações correspondentes aos precipitados endurecedores se confundam com o ruído de fundo devido ao alargamento provocado pelas suas pequenas dimensões (da ordem de dezena de nm) e à baixa intensidade.

5 Discussão dos Resultados

5.1 Deformação Plástica Severa

5.1.1 Análise da Laminação de Cunhas

A discussão dos resultados referentes à DPS inicia-se pela análise de alguns aspectos dos resultados obtidos por MIRANDA (2013) na laminação de cunhas sob as mesmas condições prévias deste trabalho.

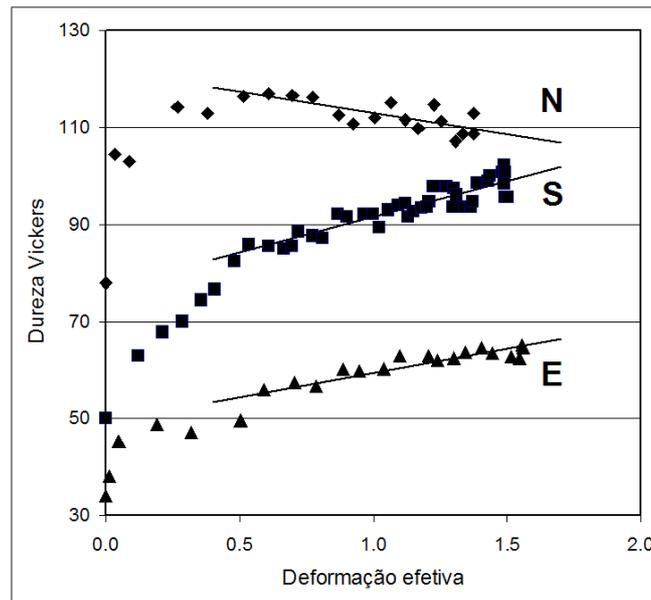


Figura 5.1 Reprodução das curvas de dureza vs. deformação efetiva (Fig. 2.16) obtidas por laminação de cunhas (MIRANDA, 2013).

A Figura 5.1 reproduz os resultados de dureza obtidos por MIRANDA (2013) em cunhas laminadas com as condições prévias **E**, **S** e **N**, (V. Fig. 2.15). Pode-se observar que, para as três condições, os valores de dureza apresentam uma dependência similar em relação à variação da deformação. Para valores da deformação até 0,5 ocorre um aumento significativo de dureza. Em seguida, os valores de dureza apresentam taxas de variação constantes. Este comportamento é destacado na figura pelas retas obtidas por regressão linear dos valores de dureza referentes às deformações efetivas superiores a 0,5. A Tabela 5.a apresenta os parâmetros resultantes das regressões lineares dos valores de dureza em função da deformação efetiva expressas pela relação

$$HV = a + b \cdot \epsilon \quad (5.a)$$

Tabela 5.1 Parâmetros das regressões lineares dos valores de dureza das cunhas laminadas. σ_a e σ_b são os desvios-padrão dos coeficientes a e b.

Condição	$a \pm \sigma_a$ (HV)	$b \pm \sigma_b$ (HV)	n	R ²
E	49,3 ± 1,5	10,1 ± 1,2	37	0,808
S	76,8 ± 1,3	14,8 ± 1,1	18	0,832
N	121,6 ± 2,1	-8,6 ± 1,9	16	0,591

Considerando a relação (2.1) entre a dureza Vickers e a tensão limite de escoamento apresentada por CABIBBO (2013), a dependência linear da dureza com a deformação mostrada na Figura 5.1 indica que a taxa de endurecimento por deformação $\Theta = d\sigma/d\varepsilon$ apresenta um valor constante.

No caso das amostras nas condições **E** e **S** este fato indica um regime de deformação com uma baixa taxa de endurecimento que se inicia para um valor de $\varepsilon \approx 0,5$ após uma etapa com significativa taxa de endurecimento. A comparação com os resultados apresentados por HOCKAUF *et al.* (2010) permite identificar este regime como sendo o estágio IV de deformação plástica. Os resultados apresentados nesse trabalho para ensaios de compressão de duas ligas, AA1070 recozida e AA6060 na condição T6, mostram comportamento similar; o estágio IV inicia-se para valores de deformação 0,25 e 0,10, respectivamente.

Observa-se na Tabela 5.1, que a condição **S** apresenta uma taxa de endurecimento 50% maior que a da condição **E**. Este efeito poderia ser atribuído à presença de uma solução sólida supersaturada.

O material na condição prévia **N** apresenta os mais altos valores de dureza, que são atingidos no início da deformação, sendo até superiores àqueles que são obtidos no tratamento T6 (96 HV, Tabela 4.1). Este endurecimento deve-se à presença de zonas GP produzidas no envelhecimento natural. Ao contrário das outras condições observa-se que a dureza decresce à medida que a deformação progride e tende a igualar-se aos valores apresentados pela condição **S**. Considerando que as zonas GP são cisalháveis, pode-se supor que está ocorrendo sua dissolução e consequente redução de número. A redução de dureza decorrente da dissolução de precipitados durante a deformação plástica severa é reportada por GUTIERREZ-URRUTIA *et al.* (2005) para uma liga 6082 e por OH-ISHI *et al.* (2002) para uma liga 0,37%Mg e 0,57%Si.

5.1.2 Comparação entre EAC e Laminação de Cunhas

Os resultados das comparações entre os valores de dureza medidos nas cunhas laminadas e nas amostras processadas por EAC são apresentados na Figura 5.2. São comparados os valores obtidos por EAC nos dois primeiros passes, tomados da tabela 4.1, com aqueles calculados para as deformações correspondentes através das regressões definidas na tabela 5.1. Está claro que o valor calculado para a deformação acumulada no segundo passe é uma extrapolação.

Pode-se observar, na Figura 5.2, que os valores obtidos por EAC nas condições **E** e **S**, são bastante próximos aos obtidos na cunha para um passe bem como aos valores extrapolados para dois passes. Este fato, além de comprovar a validade da aplicação do método da laminação de cunhas para reproduzir o processo de EAC, indica que o estágio IV é atingido durante a deformação no primeiro passe. Este resultado também foi observado por CSANÁDI *et al.* (2014), que demonstraram que todo o processamento por EAC de Al puro à temperatura ambiente se deu sob o estágio IV.

Os resultados de EAC da condição **N** mostraram-se aproximadamente 20% superiores aos seus correspondentes na cunha. No entanto, os valores dos ganhos de dureza no EAC (V. Tab. 4.2) e na cunha (V. Tab. 5.1) no mesmo intervalo de deformações (respectivamente $-3,5 \pm 3,8$ HV e $-9,0 \pm 1,9$ HV) se superpõem.

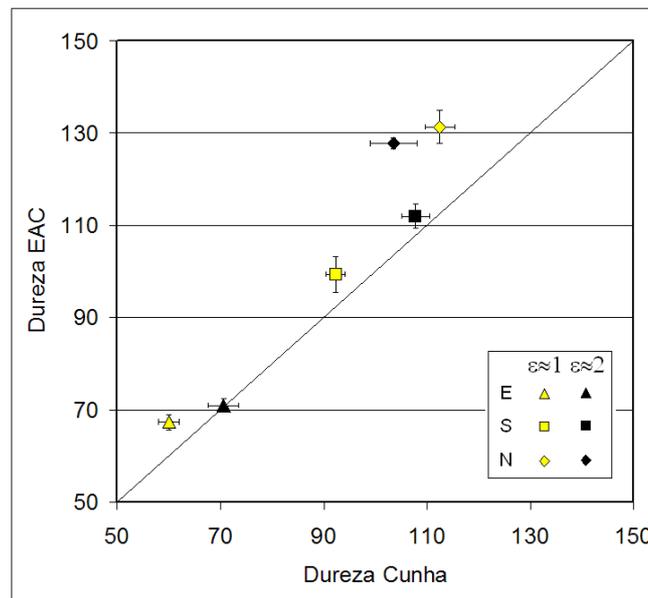


Figura 5.2 Valores de dureza medidos nas amostras EAC e valores calculados a partir das regressões lineares sobre resultados da laminação de cunhas.

5.1.3 Resultados de EAC

Os resultados das medidas de dureza realizadas após os passes nas amostras processadas por EAC são apresentados para as ligas 6061 e 6063 nas Figuras 5.3 e 5.4, respectivamente. Para efeito de análise, é mostrado o ganho de dureza no passe.

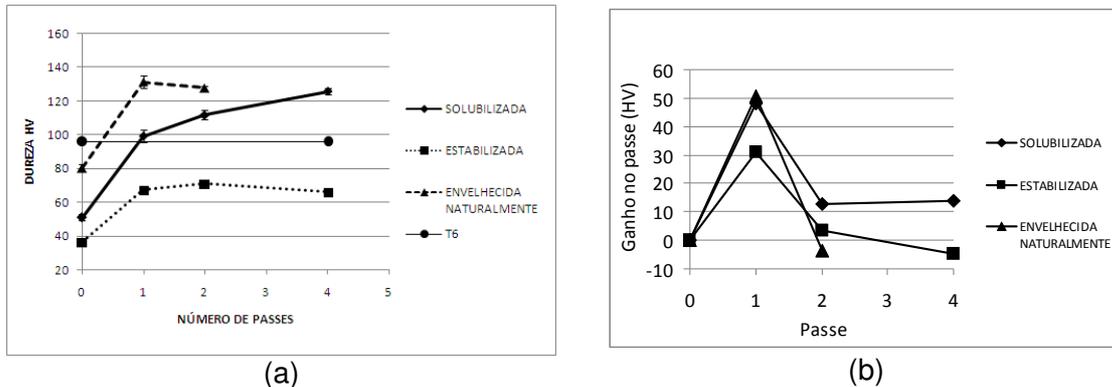


Figura 5.3 Evolução da dureza das amostras da liga 6061, para as 3 condições, em função do número de passes (a) e ganho de dureza em função do número de passes (b).

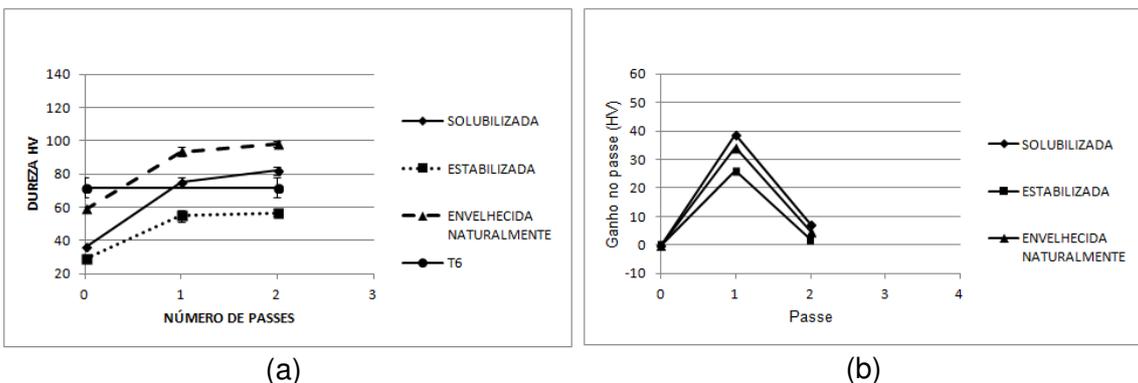


Figura 5.4 Evolução da dureza das amostras da liga 6063, para as 3 condições, em função do número de passes (a) e ganho de dureza em função do número de passes (b).

O ganho de dureza das amostras estabilizadas das duas ligas após o primeiro passe, deve-se principalmente às células de discordâncias formadas do estágio III, pois o endurecimento produzido pelo estágio IV é pequeno (V. Fig. 5.1). A diferença de 5 HV entre o ganho da liga 6061 e o da liga 6063 deve-se à composição química. A mesma explicação valeria para os ganhos de dureza apresentados pelas amostras nas condições **S** e **N** após o primeiro passe.

Os resultados de EBSD mostram para as condições **E** e **S** um significativo refino de grão e um aumento na fração de contornos de alto ângulo que segundo

CABIBBO (2013) teria efeito endurecedor. No entanto, este efeito não se observa na amostra estabilizada.

A partir do primeiro passe o único caso no qual se observam ganhos significativos é a condição **S** da liga 6061. Em vista da ausência do efeito endurecedor pela maior fração de contornos de alto ângulo, essa maior taxa de endurecimento poderia ser atribuída à segregação do soluto nas paredes das células e contornos de grãos (LEE *et al*, 1991 e SHA *et al*, 2014). Uma outra explicação seria a ocorrência de uma precipitação induzida pela deformação (ROVEN *et al*, 2008).

Apesar das análises de difração de raios X realizadas no presente trabalho não terem revelado a presença de precipitados, as análises de DSC indicaram a presença de precipitados após o segundo passe, como será visto na seção 5.2.2.

5.2 Estabilização da solução sólida

5.2.1 Envelhecimento natural após a deformação

A Figura 5.5 é uma reprodução de parte dos resultados apresentados na Figura 2.16 (MIRANDA, 2013). São mostrados, para a liga 6061 na condição prévia **S**, os ganhos de dureza medidos na cunha três dias após a laminação.

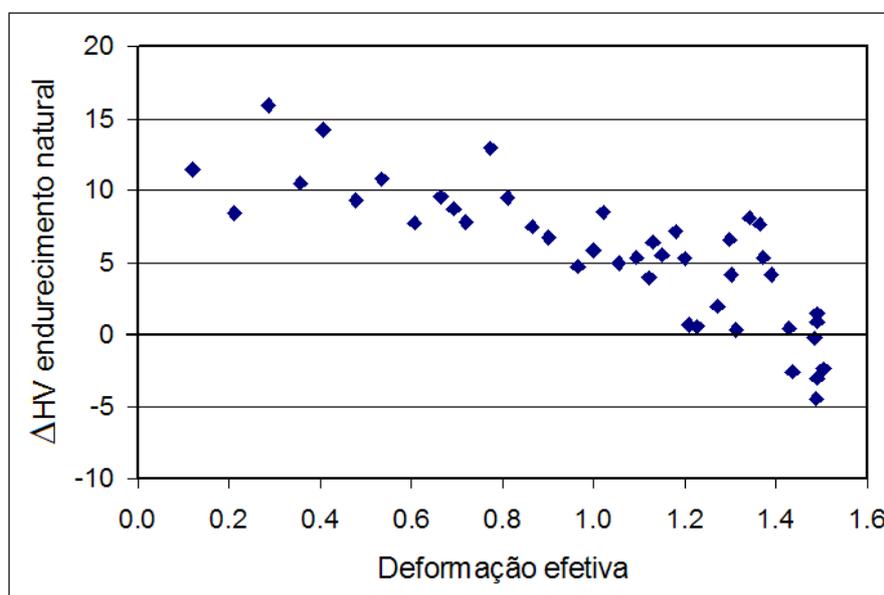


Figura 5.5 Variação de dureza decorrente do envelhecimento natural para uma amostra solubilizada (MIRANDA, 2013).

Pode-se verificar que o envelhecimento natural é significativamente influenciado pela deformação. O ganho de dureza observado numa amostra sem deformação é de 30 HV (V. Fig. 4.1). A Figura 5.5 mostra que aplicação de uma

pequena deformação já reduz este valor à metade. E que para deformações a partir de 1 o envelhecimento natural é suprimido.

No caso da supressão do envelhecimento natural devida a pequenas deformações, há duas explicações possíveis, relacionadas com o aumento da densidade de discordâncias.

A primeira abordagem está relacionada com as lacunas em excesso congeladas na têmpera após a solubilização, as quais viabilizam a difusão às baixas temperaturas para a formação das zonas GP (PORTER *et al*, 2009). YASSAR *et al* (2004) argumentam que as discordâncias agiriam como sumidouro de lacunas, as quais não ficariam disponíveis para a formação das zonas GP.

A segunda explicação seria o aprisionamento do soluto pelas discordâncias (LEE *et al*, 1991). Desta forma o soluto não estaria disponível para a formação das zonas GP.

A ausência de endurecimento por envelhecimento natural também é observada nas amostras processadas por EAC, em ambas as ligas e para todas as condições, como pode ser observado nas Figuras 4.1 e 4.2.

Em vista das grandes deformações envolvidas, é razoável supor que o soluto tenha sido consumido por precipitação dinâmica. ROVEN *et al*. (2008) constataram esse fenômeno em liga 6063 processada por EAC à temperatura ambiente. SAUVAGE *et al*. (2011) observaram por APT segregação e precipitação dinâmica em contornos de grão em liga 6061.

Do ponto de vista prático, a supressão do envelhecimento natural pela deformação é um resultado importante, pois se o tempo entre passes não é um parâmetro que influencia o endurecimento das amostras processadas por EAC, a realização de experimentos envolvendo sequências de passes é facilitada.

5.2.2 Calorimetria Diferencial de Varredura

Para verificar a ocorrência de precipitação dinâmica durante o processo de EAC utilizou-se a técnica da Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC). É assumido que durante o ensaio de DSC ocorre a precipitação do soluto remanescente na matriz ou segregado em defeitos. Desta maneira, a presença de precipitados preexistentes na amostra pode ser detectada através da análise da variação de entalpia da transformação.

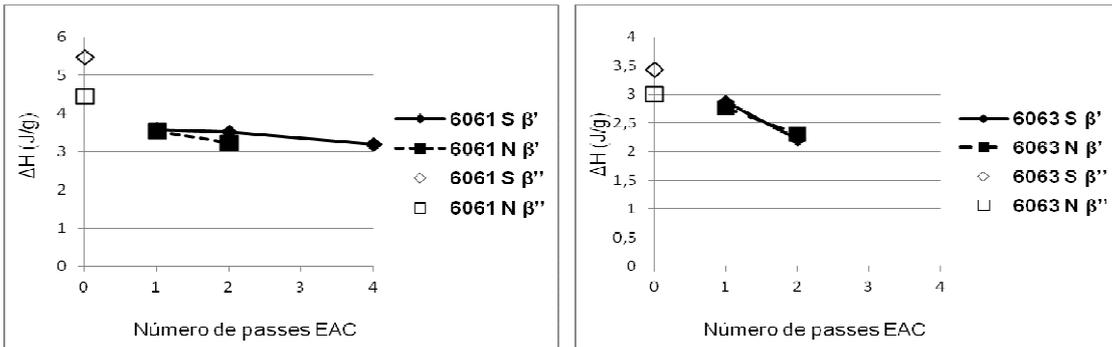


Figura 5.9 Valores de ΔH em função do número de passes.

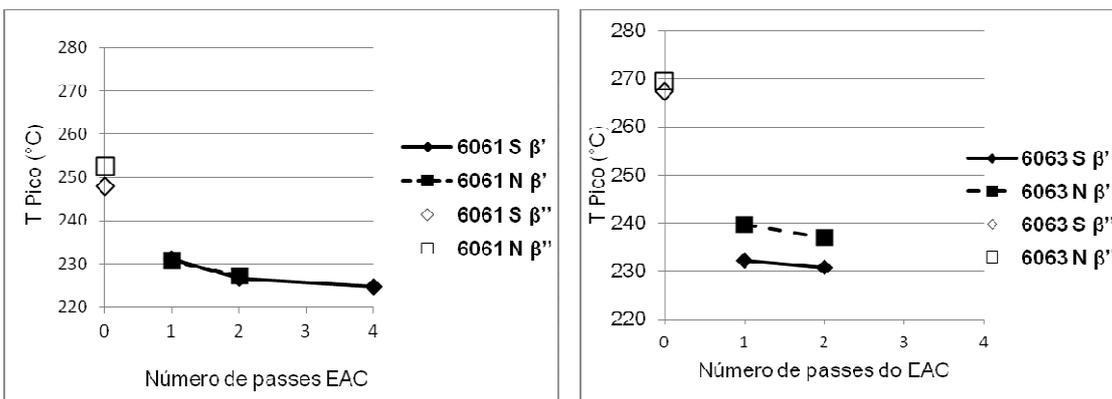


Figura 5.10 Valores da temperatura de pico em função do número de passes.

A Figura 5.9 mostra a redução de ΔH conforme a quantidade de deformação aumenta.

Como já descrito na seção 4.3, o primeiro pico de precipitação das amostras deformadas é devido à formação da fase β' . Nas amostras não deformadas o primeiro pico de precipitação deve-se ao surgimento de β'' .

A diferença de ΔH observada no primeiro passe não pode ser atribuída exclusivamente à deformação, visto que as fases precipitadas são diferentes.

No caso do segundo passe a comparação é válida pois se está avaliando o efeito da deformação sobre a precipitação de uma mesma fase. Portanto, o fato do ΔH do segundo passe ser menor que o apresentado pelo primeiro passe indica que a

disponibilidade de soluto para a precipitação estática após o segundo passe foi reduzida devido a à ocorrência de precipitação durante o primeiro passe.

A Figura 5.10 mostra que com o aumento do número de passes mais baixa é a temperatura dos picos. O deslocamento dos picos de precipitação para temperaturas menores é explicado pelo fato que a cinética de precipitação foi acelerada devido à criação de sítios de nucleação heterogênea e pelo aumento da difusão através das discordâncias.

5.3 Reprodução de tratamentos térmicos após EAC por DSC

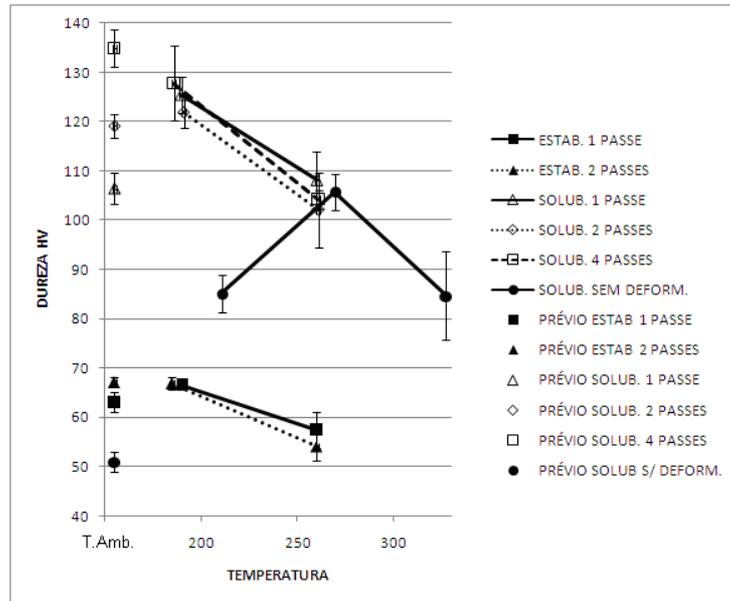


Figura 5.11 Variação da dureza nos pontos escolhidos nas curvas de DSC das amostras selecionadas da liga 6061.

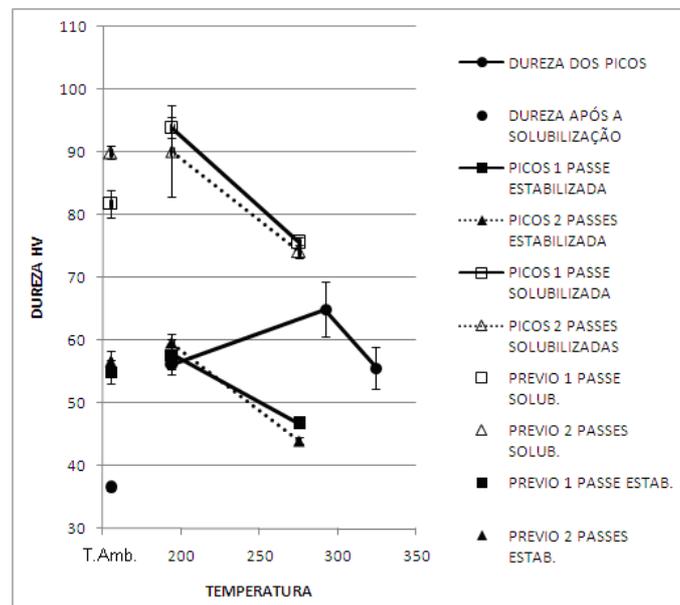


Figura 5.12 Variação da dureza nos pontos escolhidos nas curvas de DSC das amostras selecionadas da liga 6063.

As Figuras 5.11 e 5.12 mostram os resultados obtidos nas amostras submetidas a tratamentos térmicos anisotérmicos no equipamento de DSC (V. seção 3.4.3). Os valores de dureza são apresentados em função da temperatura de interrupção do ensaio. Para referencia, são mostrados os valores de dureza antes do tratamento.

Para as amostras sem deformação de ambas as ligas, foram escolhidas três temperaturas (V. Fig. 3.5) que estão listadas na Tabela 4.6 junto com os valores de dureza correspondentes e o valor de dureza antes do tratamento.

O primeiro ponto referente a temperatura imediatamente anterior ao início da primeira reação exotérmica está relacionado com a presença das zonas GP e possui valores compatíveis com as amostras envelhecidas naturalmente em ambas as ligas (V. Tab. 4.1 e 4.3).

No segundo ponto que se refere a temperatura entre as duas reações exotérmicas o valor de dureza aumenta, já que o precipitado é o β'' (V.seção 4.3), conhecido como sendo responsável pelo pico de dureza das ligas Al-Mg-Si (EDWARDS *et al*, 1998).

O terceiro ponto, cuja temperatura foi definida logo após o final da segunda reação exotérmica o precipitado é o β' , que tem menor coerência com a matriz que o seu antecessor, distorcendo menos a matriz, o que faz com que o valor de dureza diminua.

A diferença de dureza entre as amostras não deformadas das duas ligas nas 3 posições medidas deve-se à diferença de composição química.

Nas amostras deformadas, onde ocorreram apenas um pico exotérmico foram definidas duas temperaturas, (V. Fig. 3.6), uma imediatamente anterior à reação (primeiro ponto) e outra logo depois do fim da reação (segundo ponto).

As amostras da condição **E** foram submetidas ao tratamento para avaliar o efeito da precipitação nas amostras da condição **S**. Como as amostras da condição **E** não apresentaram nenhuma precipitação (V. Figs. 4.5 e 4.8), suas temperaturas de interrupção do ensaio das foram as mesmas da condição **S**. As temperaturas e os valores de dureza correspondentes e os valores de dureza antes do tratamento estão listadas na Tabela 4.7.

Na comparação dos valores de dureza iniciais com os valores de dureza do primeiro ponto das amostras estabilizadas deformadas, verifica-se que a alteração dos valores de dureza é pequena. Isto demonstra que nesta faixa de temperatura não há nenhum mecanismo de endurecimento nem de recuperação estática atuando com alguma intensidade nestas amostras. Os valores de dureza do segundo ponto

mostram uma diminuição dos valores de dureza, em relação ao primeiro ponto, o que demonstra a ocorrência de uma recuperação estática entre esses dois pontos.

As amostras solubilizadas deformadas, de ambas as ligas, mostraram comportamento diferente entre os valores de dureza iniciais e os valores de dureza do primeiro ponto. A amostra com um passe tem um aumento no valor de dureza, enquanto que a amostra com 2 passes o valor de dureza não se altera de maneira significativa e na amostra com 4 passes há uma queda no valor de dureza.

HOCKAUF *et al* (2009) em um estudo de uma liga 6060 processada por EAC, concluiu que os processos de recuperação estática e precipitação estão competindo nesta faixa de temperatura. KIM *et al* (2001) mostraram resultados semelhantes em uma liga 6061 processadas por EAC até 4 passes.

Na amostra com maior quantidade de deformação, 4 passes, a força motriz para recuperação estática é maior, fazendo com que este mecanismo seja predominante e o valor de dureza diminua.

Na amostra com um passe, onde a força motriz para a recuperação é menor, o mecanismo de endurecimento por precipitação é mais forte e o valor da dureza aumenta.

Na amostra com 2 passes onde a alteração do valor de dureza é pequena, há um desequilíbrio menor entre esses dois mecanismos.

Independentemente do número de passes de EAC, os valores de dureza das amostras do segundo ponto são menores que os valores de dureza das amostras do primeiro ponto. Esta queda nos valores de dureza, está relacionada com a recuperação estática e com a precipitação de β' , que distorce menos a matriz devido a sua menor coerência.

Conclui-se que os tratamentos anisotérmicos após EAC que resultem na precipitação completa da fase β' o valor de dureza obtido será menor do que o inicial.

6 CONCLUSÕES

Dos resultados da análise da Deformação Plástica Severa pôde-se concluir que:

- a análise do método da laminação de cunhas permitiu identificar a ocorrência do estágio IV de deformação plástica no processo de EAC;
- uma fração significativa do endurecimento total é alcançada no primeiro passe de EAC, sendo devida principalmente à microestrutura produzida no estágio III de deformação plástica;
- a fração do endurecimento total conferida pelos passes seguintes é minoritária e resulta da atuação do estágio IV sendo aumentada na presença de uma solução sólida supersaturada.

Da análise da estabilidade da solução sólida supersaturada no processo:

- o envelhecimento natural é suprimido após a deformação com valores característicos da EAC;
- há indícios de precipitação dinâmica, revelados pela DSC.

Dos resultados dos tratamentos anisotérmicos pós EAC reproduzidos por DSC pôde-se concluir que:

- ocorre uma perda de dureza decorrente da recuperação estática;
- ocorre a precipitação da fase metaestável β' , menos endurecedora;
- em decorrência da conjugação de recuperação e precipitação menos endurecedora, a dureza resultante do tratamento é inferior à inicial.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABAL, **Guia técnico do alumínio: extrusão**. 4 ed. São Paulo, Associação Brasileira do Alumínio, 2008.

AKBARI, G.H., SELLARS, C.M., WHITEMAN, J.A., "Microstructural development during warm rolling of an IF steel", **Acta Materialia**, v. 45, n. 12, 1997, pp. 5047-5058.

ANGELLA, G., BASSANI, P., TUISSI, A., VEDANI, M., "Aging Behaviour and Mechanical Properties of a Solution Treated and ECAP Processed 6082 Alloy", **Materials Transactions**, 2004, V45, 7, pp. 2282-2287.

ASTM, Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials, ASTM International, 2011.

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**, 2010, 12, N° 7, pp.559-571.

BIROL, Y., "The effect of sample preparation on the DSC analysis of 6061 alloy", **Journal of Materials Science**, 2005, 40, pp. 6357-6361.

BIROL, Y., "Pre-straining to improve the bake hardening response of a twin-roll cast Al-Mg-Si alloy", **Scripta Materialia**, 2005, 52, pp. 169-173.

CABIBBO, M., "Microstructure strengthening mechanisms in different equal channel angular pressed aluminum alloys", **Materials Science and Engineering: A**, 2013, 560, pp. 413-432.

CAI, M., FIELD, D.P., LORIMER, G.W., "A systematic comparison of static and dynamic ageing of two Al-Mg-Si alloys", **Materials Science and Engineering: A**, 2004, pp. 65-71.

CHEN, Y., HJELEN, J., ROVEN, H.J., "Application of EBSD technique to ultrafine grained and nanostructured materials processed by severe plastic deformation : Sample preparation, parameters optimization and analysis", **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, 2012, 22, pp. 1801-1809.

CSANÁDI, T., CHINH, N. Q., GUBICZA, J., VÖRÖS, G., LANGDON, T. G., "Characterization of stress–strain relationships in Al over a wide range of testing temperatures", **International Journal of Plasticity**, v. 54, 2014, pp. 178-192.

DIETER, G.E., **Mechanical Metallurgy SI Metric Edition**, Singapura, McGraw-Hill Book Company (UK) Limited, 1988.

DIETER, G.E., "Evaluation of Workability for Bulk Forming Processes". In: *ASM Handbook-Metalworking: Bulk Forming*, v.14A, ASM International, 2005 pp. 587-614.

DUTKIEWICZ, J., LITYNSKA, L., "The effect of plastic deformation on structure and properties of chosen 6000 series aluminium alloys", **Materials Science and Engineering: A**, 2002, 324, pp. 239-243.

DUTTA, I., ALLEN, S.M., "A Calorimetric study of precipitation in commercial aluminium alloy 6061", **Journal of Materials Science Letters**, 1991, 10, pp.323-326.

DUTTA, I., BOURELL, D.L., "A Theoretical and Experimental Study of Aluminum Alloy 6061-SiC Metal Matrix Composite to Identify the Operative Mechanism for Accelerated Aging", **Materials Science and Engineering: A**, 1989, 112, pp. 67-77.

EDWARDS, G.A., STILLER, K., DUNLOP, G.L., COUPER, M.J., "The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys", **Acta Materialia**, 1998, 46, pp. 3893-3904.

GUPTA, A.K., LLOYD, D.J., "Study of Precipitation Kinetics in a Super Purity Al-0.8 Pct Mg-0.9 Pct Si Alloy Using Differential Scanning Calorimetry", **Metallurgical and Materials Transactions**, 1999, 30A, pp. 879-884.

GUTIERREZ-URRUTIA, I., MUNOZ-MORRIS, M. A., MORRIS, D. G., "The effect of coarse second-phase particles and fine precipitates on microstructure refinement and mechanical properties of severely deformed Al alloy", **Materials Science and Engineering: A**, 394, 2005, 399.

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

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

HOCKAUF, M., MEYER, L.W., ZILLMANN, B., HIETSCHOLD, M., SCHULZE, S., KRÜGER, L., "Simultaneous improvement of strength and ductility of Al-Mg-Si alloys by combining equal-channel angular extrusion with subsequent high-temperature short-time aging", **Materials Science and Engineering: A**, 2009, 503, pp.167-171.

ITO, Y., HORITA Z., "Microstructural evolution in pure aluminum processed by high-pressure torsion", **Materials Science and Engineering: A**, 2009, 503, pp. 32-36.

KIM, J.K., JEONG, H.G., HONG, S.I., KIM, Y.S., KIM, W.J., "Effect of aging treatment on heavily deformed microstructure of a 6061 aluminum alloy after equal channel angular pressing", **Scripta Materialia**, 2001, 45, pp. 901-907.

KIM, W.J., KIM, J.K., PARK, T.Y. et al., "Enhancement of strength and superplasticity in a 6061 Al alloy processed by equal-channel-angular-pressing", **Metallurgical and Materials Transactions**, v.33A, 2002, pp. 3155-3164.

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

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

LANGDON, T.G., FURUKAWA, M., NEMOTO, M., HORITA, Z., "Using equal-channel angular pressing for refining grain size", **JOM**, April, 2000, pp. 30-33.

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**, 1991, 25, pp. 2165-2170.

LIAO, H., WU, Y., DING, K., "Hardening response and Precipitation behavior of Al-7%Si-0.3%Mg alloy in a pre-aging process", **Materials Science and Engineering: A**, 2013, 560, pp. 811-816.

LONG, D.C., OHMORI, Y., NAKAI, K., " Effects of Cold Rolling on the Aging Kinetics in Al-Mg-Si Based Commercial Alloy", **Materials Transactions**, 2000, V41, 6, pp. 690-695.

MARTINSEN, F.A., EHLERS, F.J.H., TORSÆTER, M., HOLMESTAD, R., "Reversal of the negative natural aging effect in Al-Mg-Si alloys", **Acta Materialia**, 2012, 60, pp.6091-6101.

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: 09 set. 2014, 13:40:00.

NURISLAMOVA, G., SAUVAGE, X., MURASHKIN, M., ISLAMGALIEV, R., VALIEV, R., "Nanostructure and related mechanical properties of an Al-Mg-Si alloy processed by severe plastic deformation", **Philosophical Magazine Letters**, 2008, 88, pp. 459-466.

OH-ISHI, K., Y. HASI, Y., SADAKATA, A., KANEKO, K., HORITA, Z., LANGDON, T. G., "Microstructural Control of an Al-Mg-Si Alloy Using Equal-Channel Angular Pressing", **Materials Science Forum**, v. 396-402, 2002, pp.333–338.

OZTURK, F., SISMAN, A., TOROS, S., KILIC, S., PICU R.C., "Influence of aging treatment on mechanical properties of 6061 aluminum alloy", **Materials and Design**, 2010, 31, pp. 972-975.

PANIGRAHI, S.K., JAYAGANTHAN, R., "Effect of rolling temperature on microstructure and mechanical properties of 6063 Al alloy", **Materials Science and Engineering: A**, 2008, 492, pp. 300-305

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

PORTER, D. A., Easterling, K. E., Sherif, M. Y., **Phase Transformations in Metals and Alloys**, CRC Press, 3ª edição, 2008.

QUAINOO, G. K., YANNACOPOULOS, S., "The Effect of prestrain on the natural aging and fracture behaviour of AA6111 aluminum", **Journal of Materials Science**, 2004, 39, pp. 4841-4847.

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**, 2008, pp. 54-58.

SAITO, T., MURAISHI, S., MARIOARA, C. D., ANDERSEN, S. J., RØYSET, J., HOLMESTAD, R., "The Effects of Low Cu Additions and Predeformation on the Precipitation in a 6060 Al-Mg-Si Alloy", **Metallurgical and Materials Transactions**, September 2013, 44A, pp.4124-4135.

SAUVAGE, X., MURASHKIN, M. Y., VALIEV, R. Z., "Atomic scale investigation of dynamic precipitation and grain boundary segregation in a 6061 aluminium alloy nanostructured by ECAP", **Kovové materiály - Metallic Materials**, 2011, 49, pp. 11-15.

SEGAL, V., "Equal-Channel Angular Extrusion", In: *ASM Handbook-Metalworking: Bulk Forming*, v.14A, ASM International, 2005 pp. 528-536.

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**, 2014, 63, pp. 169-179.

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**, 2007, 46 N° 1, pp. 65-74.

STOJAKOVIC, D., "Electron Backscatter diffraction in materials characterization", **Processing and Applications of Ceramics**, 2012, 6,1, pp.1-13.

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**, April, 2006, pp. 33-39.

VALIEV, R. Z., LANGDON, T. G., "Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement", **Progress in Materials Science**, 2006, 51, pp. 881-981.

VASEGHI, M., TAHERI, A. K., HONG, S.I., HYOUNG, S. K., "Dynamic ageing and the mechanical response of Al-Mg-Si alloy through equal channel angular pressing", **Materials and Design**, 2010, 31, pp.4076-4082.

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**, 2005, 36A, pp. 2059-2065.