

INFLUÊNCIA DA DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA NO ENDURECIMENTO POR PRECIPITAÇÃO DE UMA LIGA AA6061*

Laércio Rosignoli Guzela¹
Juan Garcia de Blas²

Resumo

Neste estudo uma liga AA6061 foi processada por Extrusão Angular em Canal (EAC) com até quatro passes, a partir de duas condições iniciais diferentes, solubilizada e estabilizada, sendo imposta uma deformação verdadeira de 1,05 a cada passe. As amostras processadas foram caracterizadas através de ensaios de dureza e de análises de calorimetria diferencial de varredura. Tratamentos anisotérmicos foram aplicados após a EAC em condições escolhidas através de calorimetria diferencial de varredura. Observou-se que, devido à microestrutura gerada pela deformação imposta, uma parcela significativa do endurecimento total é obtida após o primeiro passe. As análises de calorimetria diferencial de varredura mostraram que nas amostras deformadas a sequência de precipitação é modificada em relação àquela observada na ausência de deformação, sendo suprimida a formação da fase β'' . Ao final dos tratamentos anisotérmicos, observou-se que o valor de dureza das amostras era menor do que o valor inicial, devido à recuperação e à precipitação da fase β' , menos endurecedora.

Palavras-chave: Deformação Plástica Severa; Extrusão Angular em Canal; Ligas Al-Mg-Si.

INFLUENCE OF SEVERE PLASTIC DEFORMATION ON PRECIPITATION HARDENING IN AN AA6061 ALLOY

Abstract

In the present study an alloy AA6061 was processed by Equal Channel Angular Extrusion (ECAE) with up to four passes from two different initial conditions, as-solutionized and stabilized, being imposed a true strain of 1.05 at each pass. The characterization of the processed samples was performed by hardness tests and differential scanning calorimetry. Non isothermal treatments were made after ECAE with conditions chosen by differential scanning calorimetry. It was observed that a significant portion of the total hardening was obtained after the first pass due to the microstructure generated by the imposed deformation. The analysis of differential scanning calorimetry showed that the precipitation sequence in deformed samples is modified relative to that observed in the absence of deformation, due to the phase β'' suppression. At the end of the non isothermal treatments, it was observed that the hardness value of the samples was lower than the initial value due to recovery and precipitation of the less hardening phase β' .

Keywords: Severe plastic deformation; Equal Channel Angular Extrusion; Al-Mg-Si alloys.

¹ Matemático, M.Sc, Tecnólogo, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Engenheiro Metalúrgico, Dr. Ing., Professor Associado, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

As ligas Al-Mg-Si são de grande interesse comercial. Uma das suas principais características é o fato de que seu principal mecanismo de endurecimento resulta da precipitação, a qual ocorre numa sequência de transformações.

Está bem consolidado na literatura que a imposição de deformação influencia a cinética de precipitação. 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.

Neste trabalho foi pesquisada a influência da EAC sobre a cinética de precipitação de uma liga 6061. Neste sentido duas condições prévias foram escolhidas. Em uma condição a amostra está em solução sólida supersaturada, portanto no estado anterior ao tratamento de envelhecimento. Cabe notar a escassez de estudos sobre a aplicação de DPS a esta condição. 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.

As técnicas de caracterização utilizadas para observar os efeitos da EAC sobre a cinética de precipitação da liga foram a dureza e a Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC).

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Foi utilizada uma liga de alumínio 6061, de origem comercial, na forma de barras quadradas extrudadas com seção transversal de 12,7 mm², cuja composição é dada pela Tabela 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 [1]:

$$Si_{s.sol.} = Si_{total} - Si_{Mg_2Si} - (Fe + Mn)/4 \quad (1)$$

Tabela 1. Composição química da liga 6061 (% peso)

Liga	Mg	Si	Fe	Cu	Cr	Mn	Mg ₂ Si	Si _{s.sol.}
6061	0,90	0,72	0,27	0,22	0,07	0,03	1,42	0,12

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. Duas condições prévias de processamento foram empregadas: solubilizada e estabilizada. Na condição solubilizada (**S**), 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. A condição estabilizada (**E**) visa a obtenção de um material com precipitados da fase estável com a granulação mais grosseira possível em equilíbrio com uma matriz sem supersaturação. 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.

2.1 Deformação por Extrusão Angular em Canal (EAC)

Para as duas condições prévias foram realizados ensaios EAC com até 4 passes com amostras cortadas das barras com comprimento de 95 mm, segundo a rota C na qual, entre os passes, a amostra é girada de 180° em torno do eixo longitudinal. Nos ensaios com 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 [2]. A Figura 1 mostra esquematicamente a matriz utilizada e a convenção de eixos da amostra processada.

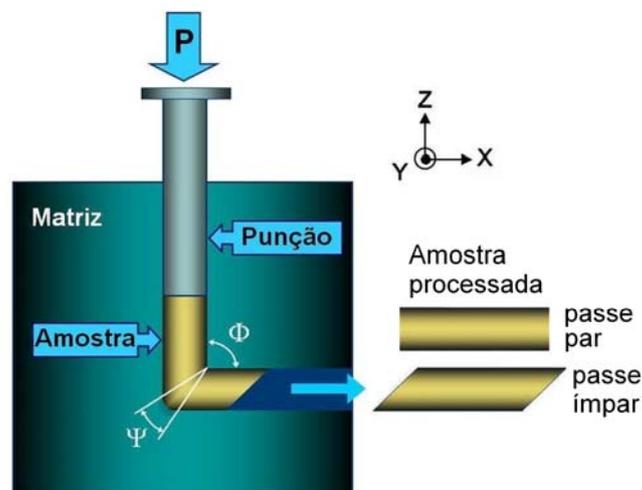


Figura 1. Representação esquemática da matriz e dos eixos da amostra.

2.2 Caracterização

2.2.1 Calorimetria diferencial por varredura (DSC)

As análises de calorimetria diferencial por varredura foram feitas em 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 realizadas 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 2 condições estudadas.

A técnica de DSC foi também empregada 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. 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.

2.2.2 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. Os ensaios de dureza Vickers foram realizados segundo a norma ASTM E384-11[3], 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. 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 para as amostras analisadas por DSC.

2.2.3 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. As temperaturas finais dos tratamentos foram definidas por análises realizadas previamente. Foram selecionadas as amostras solubilizadas com 1, 2 e 4 passes e sem deformação e as amostras estabilizadas com 1 e 2 passes. Em vista da pequena área das amostras, foram feitas apenas 3 medidas em um microdurômetro marca ZWICK/ROELL modelo ZH μ MK II, segundo a norma ASTM E384-11 [3] com carga de 1 Kg, tomando-se a média aritmética das 3 medidas como o valor de dureza Vickers.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Ensaios de Extrusão Angular em Canal

Os valores de dureza medidos e o ganho de dureza após os passes são apresentados na Figura 2.

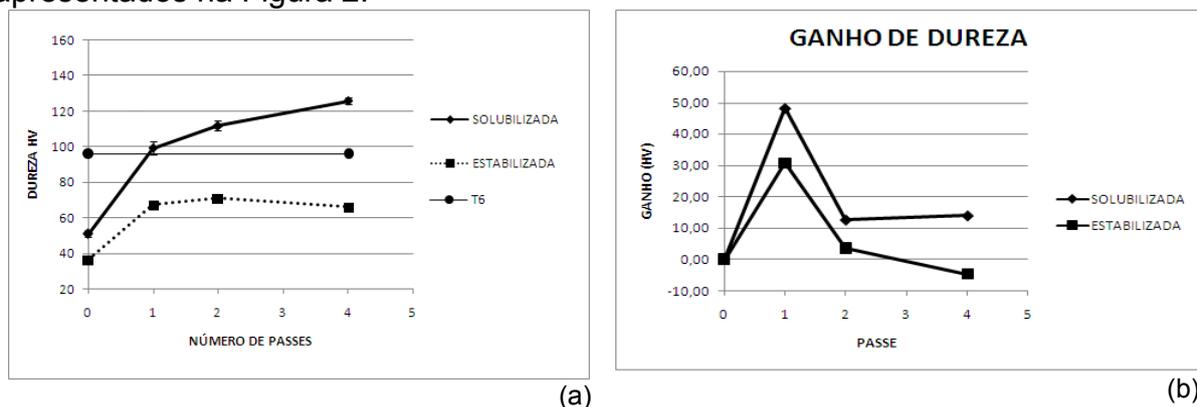


Figura 2. Evolução da dureza das amostras, para as 2 condições prévias, em função do número de passes (a) e ganho de dureza em função do número de passes (b). Como referência, é apresentado o valor de dureza resultante de um tratamento térmico convencional T6.

3.2 Calorimetria Diferencial por Varredura

Os resultados das análises de DSC para cada condição são apresentados nas Figuras 3 e 4. 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.

A Figura 3a referente à amostra solubilizada (condição **S**) que não foi deformada, mostra resultado similar aos encontrados na literatura para ligas Al-Mg-Si na faixa de temperatura investigada [4-6]. No entanto, não foram encontrados nas análises aspectos que pudessem ser atribuídos claramente à formação e dissolução de zonas GP.

As amostras na condição **E** (Fig. 4) não apresentaram quaisquer picos. Isto confirma que a supersaturação foi eliminada pelo tratamento de estabilização e, ainda, que não ocorreu recristalização nas amostras deformadas.

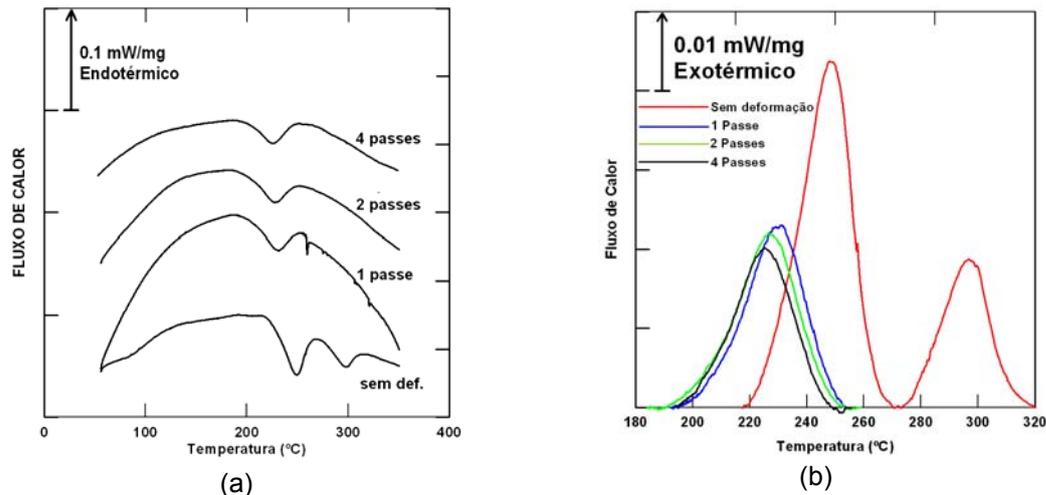


Figura 3. Curvas de DSC, condição **S**. (a) como obtidas nos ensaios, (b) na faixa de temperaturas de ocorrência das transformações.

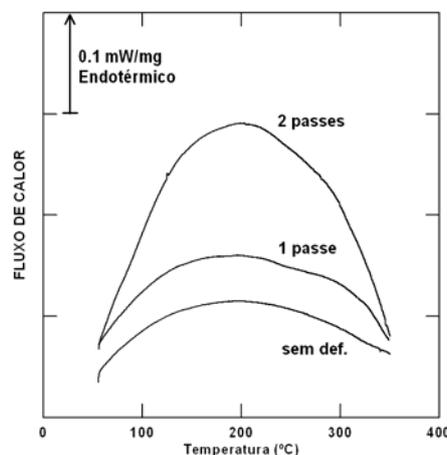


Figura 4. Curvas de DSC, condição **E**, como obtidas nos ensaios. Obs.: não foram detectadas transformações.

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 ocorre.

Os valores da temperatura de pico das amostras sem deformação e com deformação para as amostras na condição **S**, fornecidos pelo aplicativo do equipamento são apresentados na Tabela 2 e não diferem significativamente daqueles que são calculados a partir das figuras.

Tabela 2. Temperatura de pico em função do número de passes

Número de Passes	Temperatura de Pico (°C)
0	247 e 296
1	231
2	226
4	224

3.3 Reprodução de Tratamentos Térmicos após EAC por DSC

Na Figura 5 são apresentadas as análises de DSC empregadas para a determinação das temperaturas de interrupção dos tratamentos anisotérmicos descritos na seção 2.2.3.

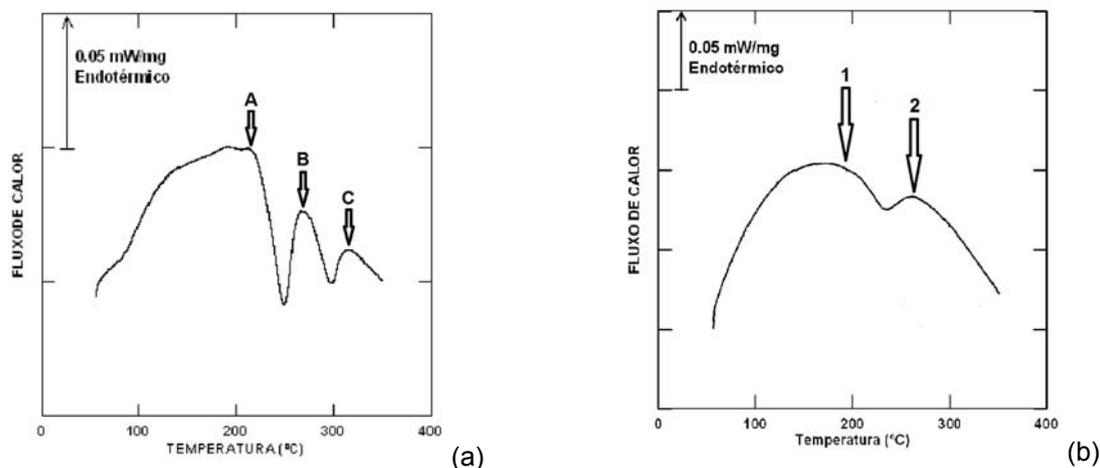


Figura 5. Exemplo de definição de temperaturas finais de tratamentos das amostras solubilizadas. (a): para amostras sem deformação. (b): amostras deformadas.

Para as amostras sem deformação (Fig. 5a), foram determinadas três temperaturas: T_A , T_B e T_C , as quais correspondem, respectivamente, à temperatura de início do primeiro pico, à temperatura de final do primeiro pico (e inicial do segundo pico) e à temperatura final do segundo pico. Os valores destas temperaturas são apresentados na Tabela 3 juntamente com os valores de dureza das amostras submetidas aos tratamentos interrompidos nestas temperaturas e com a dureza medida antes do tratamento, HV_0 . São também apresentados os valores da variação de dureza entre as temperaturas consideradas.

Nas amostras solubilizadas e deformadas (Fig. 5b), nas quais ocorreu apenas um pico exotérmico foram definidas duas temperaturas: uma imediatamente anterior à reação, T_1 , e outra logo depois do fim da reação, T_2 . No caso das amostras estabilizadas, que não apresentaram transformações, os tratamentos foram interrompidos nas mesmas temperaturas que as amostras solubilizadas, com o intuito de comparar o comportamento na mesma faixa de temperatura. Os valores de temperatura e dureza correspondentes são mostrados na Tabela 4 de maneira análoga à da tabela anterior.

Tabela 3. 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

T _A (°C)	T _B (°C)	T _C (°C)	HV ₀	HV _{TA}	HV _{TB}	HV _{TC}	ΔHV _{A0} ⁽¹⁾	ΔHV _{BA} ⁽²⁾	ΔHV _{CB} ⁽³⁾
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

Obs.: (1) $\Delta HV_{A0} = HV_{TA} - HV_0$, (2) $\Delta HV_{BA} = HV_{TB} - HV_{TA}$ e (3) $\Delta HV_{CB} = HV_{TC} - HV_{TB}$.

Tabela 4. Valores de dureza e de variação de dureza em relação à condição anterior nas temperaturas escolhidas nas curvas de DSC das amostras deformadas

Condição	Passe	T ₁ (°C)	T ₂ (°C)	HV ₀	HV _{T1}	HV _{T2}	ΔHV ₁₀ ⁽¹⁾	ΔHV ₂₁ ⁽²⁾
S	1	190	260	106,0±3,2	125,0±3,6	108,0±5,8	19,0±4,8	-17,0±6,8
S	2	185	260	119,0±2,3	122,0±1,1	102,0±3,1	3,0±2,6	-20,0±3,3
S	4	186	260	135,0±3,8	128,0±7,5	104,0±1,9	-7,0±8,5	-24,0±7,8
E	1	190	260	63,0±2,0	67,0±0,3	57,0±3,6	4,0±3,2	-10,0±3,6
E	2	185	260	67,0±1,0	67,0±1,3	54,0±2,8	0,0±1,6	-13,0±3,1

Obs.: (1) $\Delta HV_{10} = HV_{T1} - HV_0$ e (2) $\Delta HV_{21} = HV_{T2} - HV_{T1}$.

4 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

4.1 Resultados da EAC

Os resultados das medidas de dureza realizadas após os passes nas amostras processadas por EAC são apresentados na Figura 2. Para efeito de análise, é mostrado o ganho de dureza após cada passe.

O ganho de dureza das amostras estabilizadas após o primeiro passe de EAC, deve-se principalmente ao endurecimento por encruamento. A partir do segundo passe o ganho de dureza não é significativo, indicando a ocorrência de uma recuperação dinâmica. [7]

Nas amostras solubilizadas observa-se que a solução sólida supersaturada após a deformação do primeiro passe apresenta um endurecimento significativo; seu valor de dureza é próximo ao obtido no tratamento de envelhecimento convencional T6 desta liga. Diferentemente das amostras estabilizadas, o ganho de dureza se mantém nos passes seguintes, como consequência da redução da taxa de recuperação dinâmica pela solução sólida [8].

4.2 Resultados de DSC

Como pode ser observado pela Figura 4, as amostras estabilizadas não apresentam quaisquer picos de precipitação, o que era esperado devido à microestrutura constituída de precipitados grosseiros da fase estável β em equilíbrio com a matriz. Para a condição solubilizada sem deformação (Fig. 3a) são observados dois picos de transformação exotérmica nas temperaturas em torno de 250°C e 295°C. Dutta e Allen [9], 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 [10]. Um fato importante que se observa em todas as amostras das condições **S** 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.*[5], que identificaram a transformação como sendo a precipitação da fase β' .

Pode-se atribuir esta formação antecipada da fase β' à redução da barreira de ativação decorrente da nucleação heterogênea nas imperfeições geradas pela deformação plástica [11].

Nos resultados referentes às amostras deformadas pode-se observar (Fig. 3b) que quanto maior é a quantidade de deformação, mais baixa é a temperatura na qual o pico de precipitação da fase β' ocorre. Esta aceleração da cinética, que pode ser atribuída à maior quantidade de sítios para nucleação heterogênea, foi também observada por Lee *et al.* [5].

4.3 Reprodução de Tratamentos Térmicos após EAC por DSC

Na Figura 6 são mostrados os resultados obtidos nas amostras nas condições solubilizada, estabilizada e sem deformação, submetidas a tratamentos térmicos anisotérmicos no equipamento de DSC. Os valores de dureza são apresentados em função da temperatura de interrupção do ensaio. Para referência, são mostrados os valores de dureza, medidos à temperatura ambiente, antes do tratamento.

Nas amostras da condição **S** sem deformação, a dureza apresentada no ponto **A**, correspondente à temperatura imediatamente anterior ao início da primeira reação exotérmica está relacionado com a presença das zonas GP formadas no aquecimento entre a temperatura ambiente e T_A .

No segundo ponto, que se refere à temperatura T_B entre as duas reações exotérmicas, o acréscimo do valor de dureza deve-se à formação do precipitado β'' (seç. 4.2), identificado na literatura como sendo responsável pelo pico de dureza das ligas Al-Mg-Si [4].

No terceiro ponto, cuja temperatura T_C foi definida logo após o final da segunda reação exotérmica o precipitado presente é o β' . Este precipitado, por ter menor coerência com a matriz que o seu antecessor, distorce menos a matriz e resulta numa redução do valor de dureza.

Passemos à análise da evolução da dureza das amostras deformadas nos tratamentos anisotérmicos, representada na Figura 6.

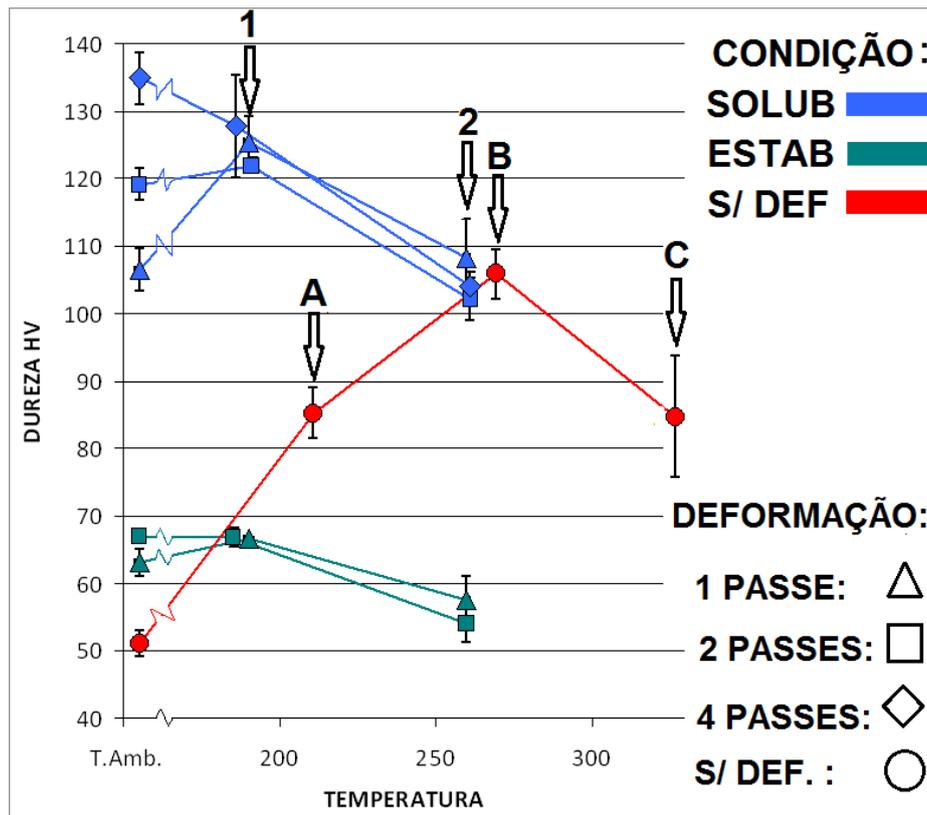


Figura 6. Variação da dureza em função da temperatura de interrupção nos pontos escolhidos nas curvas de DSC das amostras selecionadas.

Nas amostras da condição estabilizada, comparando-se os valores de dureza iniciais com os valores de dureza do tratamento interrompido na temperatura T_1 verifica-se que a alteração dos valores de dureza é pequena, independentemente da quantidade de deformação. Isto indica que nesta faixa de temperaturas não há nenhum mecanismo de endurecimento ou de recuperação estática atuando com alguma intensidade nestas amostras. Já no intervalo de temperaturas entre T_1 e T_2 observa-se uma diminuição dos valores de dureza, o que indica a ocorrência de uma recuperação estática.

As amostras da condição solubilizada deformadas e submetidas a tratamento interrompido em T_1 apresentaram valores próximos de dureza. No entanto mostraram diferentes relações entre os valores de dureza iniciais e os valores de dureza obtidos neste tratamento. A amostra deformada com um passe apresenta um aumento no valor de dureza, enquanto que na 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* [12] no estudo de uma liga 6060 processada por EAC, concluíram que ocorre uma competição entre os processos de recuperação estática e de precipitação nesta faixa de temperatura. Kim *et al* [13] mostraram resultados semelhantes em uma liga 6061 processada por EAC com até 4 passes.

Uma interpretação deste comportamento seria baseada no fato de que a força motriz para a recuperação estática aumenta com a quantidade de deformação. Assim, na amostra com maior quantidade de deformação, 4 passes, a redução do valor de dureza seria resultante da predominância da recuperação. Na amostra com um passe, onde a força motriz para a recuperação é a menor, o mecanismo de endurecimento por zonas GP seria mais efetivo, que explicaria o aumento do valor

da dureza. A pequena alteração do valor de dureza na amostra com 2 passes indicaria um equilíbrio dos fenômenos.

Independentemente do número de passes de EAC, os valores de dureza das amostras tratadas até T_2 são inferiores aos das amostras tratadas até T_1 . Esta queda nos valores de dureza, está relacionada com a recuperação estática, já observada nas amostras estabilizadas, e com a precipitação da fase β' , menos endurecedora, pois distorce menos a matriz devido à sua menor coerência.

5 CONCLUSÃO

Constatou-se que a aplicação de deformação plástica severa altera a cinética de precipitação, sendo suprimida a formação da fase precursora β'' .

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

- 1 ABAL. Guia técnico do alumínio: extrusão. 4a edição São Paulo, Associação Brasileira do Alumínio; 2008.
- 2 Segal V. ASM Handbook-Metalworking: Bulk Forming. ASM International; 2005.
- 3 ASTM. Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials, ASTM International; 2011.
- 4 Edwards GA, Stiller K, Dunlop GL, Couper MJ. The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys. *Acta Materialia*. 1998; 46:3893-3904.
- 5 Lee HL, Lu WH, Chan SLI. Effect of Cold Rolling on the Aging Kinetics of $Al_2O_3/6061$ Al Composite by Differential Scanning Calorimetric Technique. *Scripta Metallurgica et Materialia*. 1991; 25:2165-2170.
- 6 Yassar RS, Field DP, 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; 36(A):2059-2065.
- 7 Xu C, Horita Z, Langdon TG. The evolution of homogeneity in an aluminum alloy processed using high-pressure torsion. *Acta Materialia*. 2008; 56:5168-5176.
- 8 Iwahashi Y, Horita Z, Nemoto M, Langdon T. Factors influencing the equilibrium grain size in equal-channel angular pressing: Role of Mg additions to aluminum. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 1998; 29:2503-2510.
- 9 Dutta I, Allen SM. A Calorimetric study of precipitation in commercial aluminium alloy 6061. *Journal of Materials Science Letters*. 1991; 10:323-326.
- 10 Birol Y. The effect of sample preparation on the DSC analysis of 6061 alloy. *Journal of Materials Science*. 2005; 40:6357-6361.
- 11 Porter DA, Easterling KE, Sherif MY. *Phase Transformations in Metals and Alloys*. 3ª edição. CRC Press; 2008.
- 12 Hockauf M, Meyer LW, 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*. 2009; 503(A):167-171.
- 13 Kim JK, Jeong HG, Hong SI, Kim YS, Kim WJ. Effect of aging treatment on heavily deformed microstructure of a 6061 aluminum alloy after equal channel angular pressing. *Scripta Materialia*. 2001; 45:901-907.