WEI TSU JINAN

**Estudo da evolução microestrutural no processo de extrusão
de tubo da liga AA6351**

São Paulo

2018

WEI TSU JINAN

**Estudo da evolução microestrutural no processo de extrusão
de tubo da liga AA6351**

Dissertação apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Ciências.

São Paulo
2018

WEI TSU JINAN

**Estudo da evolução microestrutural no processo de extrusão
de tubo da liga AA6351**

Dissertação apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de
São Paulo como parte dos
requisitos para obtenção do título
de Mestre em Ciências.

Área de Concentração:
Engenharia Metalúrgica e de
Materiais

Orientador:
Prof. Dr. Angelo Fernando Padilha

São Paulo

2018

Catálogo

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Este exemplar foi revisado e corrigido em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, _____ de _____ de _____

Assinatura do autor: _____

Assinatura do orientador: _____

Catálogo-na-publicação

Tsu Jinan, Wei

Estudo da evolução microestrutural no processo de extrusão de tubo da liga AA6351 / W. Tsu Jinan – versão corr. – São Paulo, 2018.
71 p.

Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

1.Liga de alumínio AA 6351 2.Extrusão 3.Caracterização microestrutural 4.Zona periférica de grãos grosseiros I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais II.L.

Catálogo (Biblioteca)

Ao meu marido Ricardo, por sempre me apoiar em todas as minhas decisões. Aos meus pais, pela educação que me deram. Ao meu orientador Prof. Dr. Angelo Fernando Padilha pela paciência, encorajamento e excelente orientação. E por fim, dedico ao meu filho Jorge, minha maior inspiração.

AGRADECIMENTOS

Agradeço aos técnicos Mariana de Medeiros Ávila, Miguel Borodiak e Viviane Serrão da Companhia Brasileira de Alumínio (CBA) pelo apoio na preparação metalográfica.

Agradeço ao técnico de laboratório José Veríssimo Silva dos Santos pelo apoio nas análises de EBSD/EDS.

Agradeço ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica e seus técnicos pela ajuda e infraestrutura fornecidas durante a realização deste trabalho.

Agradeço aos técnicos do laboratório de Caracterização Tecnológica da Engenharia de Minas e de Petróleo pelas análises de DRX.

Agradeço ao meu colega Saul Hissaci de Souza por me ajudar inúmeras vezes.

E a todos que contribuíram de alguma forma para realização do presente trabalho.

"Lembre-se que as pessoas
podem tirar tudo de você, menos
o seu conhecimento."

Albert Einstein

RESUMO

A liga de alumínio AA 6351 é uma liga endurecível por precipitação coerente do sistema Al-Si-Mg, contendo adicionalmente Mn e Fe. Neste trabalho foi realizada a caracterização microestrutural durante o processamento de um tubo extrudado de parede grossa da liga AA 6351. Foram utilizadas várias técnicas complementares de caracterização microestrutural, tais como microscopia óptica de luz polarizada, microscopia eletrônica de varredura eletrônica (MEV), espectroscopia de raios X por dispersão de energia (EDS), difração de elétrons retroespalhados (EBSD), medidas de dureza e de condutividade elétrica. Foram analisadas as principais características dos grãos e precipitados presentes. Após solidificação, foi constatada a presença de uma distribuição relativamente homogênea de grãos com diâmetro médio de aproximadamente 100 μm e de uma fase intermetálica com morfologia alongada e rica em Al, Fe, Mn e Si. Durante a extrusão, o tamanho de grão inicial foi reduzido para cerca de um quinto do diâmetro inicial e a fase alongada, provavelmente $\alpha\text{-Al(FeMn)Si}$, foi fraturada e redistribuída e as partículas resultantes da fragmentação foram alinhadas na direção de extrusão. Foi detectada e analisada uma zona periférica de grãos grosseiros nas proximidades das superfícies externa e interna do tubo. Tratamentos térmicos complementares realizados na faixa de 400 a 550°C em amostras retiradas do tubo na condição T6 e medidas de condutividade elétrica revelaram que a dissolução de partículas associada à queda de condutividade elétrica tem início por volta de 440°C.

Palavras-chave: Liga de alumínio AA 6351. Extrusão. Caracterização microstructural. Zona periférica de grãos grosseiros.

ABSTRACT

The aluminum alloy AA 6351 is a precipitation hardening alloy of the Al-Mg-Si system, additionally containing Mn and Fe. In this work the microstructural characterization during processing of a thick wall extruded tube of the AA 6351 was carried out. Several complementary techniques of microstructural characterization were used, such as polarized light optical microscopy, electronic scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS), backscattered electron diffraction (EBSD), hardness and electrical conductivity measurements. The main characteristics of the grains and precipitates were analyzed. After solidification, the presence of a relatively homogeneous grain distribution with an average diameter of approximately 100 μm and of an intermetallic phase with elongated morphology rich in Al, Fe, Mn and Si was observed. During extrusion, the initial grain size was reduced to about one-fifth of the initial diameter and the elongated phase, probably $\alpha\text{-Al (FeMn) Si}$, was fractured and redistributed and the resulting particles of the fragmentation were aligned in the extrusion direction. A peripheral coarse grain zone was detected and analyzed in the vicinity of the outer and inner surfaces of the tube. Complementary thermal treatments performed in the range of 400 to 550°C in samples taken from the tube in the T6 condition and electrical conductivity measurements revealed that the precipitate particles dissolution associated with the electrical conductivity drop starts at around 440°C.

Keywords: Aluminum alloy AA 6351. Extrusion. Microstructural characterization. Peripheral coarse grain zone.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1. Sistema pseudo binário para as ligas do sistema Al-Mg-Si (ZHU; COUPER; DAHLE, 2011).....	1
Figura 2. Produção de alumínio primário por continente em 2016 em milhões de toneladas (“Associação Brasileira de Alumínio - Estatísticas”, 2017).....	6
Figura 3. Consumo Doméstico por setor em 2015 (“Associação Brasileira de Alumínio - Estatísticas”, 2017).....	7
Figura 4. Cisalhamento de uma partícula fina (esquerda) e mecanismo de Orowan, discordância passa em volta dos precipitados (direita) (POLMEAR, 2005).....	12
Figura 5. Relação entre tamanho de partícula com resistência mecânica (POLMEAR, 2005).	12
Figura 6. Relação entre o limite de escoamento e quantidade de Mg e Si contido com a liga deste estudo destacada em vermelho (SAMARAS; HAIDEMENOPOULOS, 2007).....	13
Figura 7. Ligas da família 6XXX e suas aplicações (DAVIS, 2001).....	14
Figura 8. Princípios da Extrusão direta e indireta (SAHA, 2000).....	15
Figura 9. Fluxo de metal na extrusão (GÜZEL et al., 2012).....	17
Figura 10. Efeitos de velocidade de extrusão no aumento da temperatura emergente na extrusão de alumínio (ZHU; COUPER; DAHLE, 2011).	18
Figura 11. Estágios de recuperação de um material deformado (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).....	19
Figura 12. Típica curva de recristalização em recozimento isotérmico (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).....	21
Figura 13. Transformação isotérmica na recristalização (BRESCIANI FILHO et al., 2011).	22
Figura 14. Micrografia (aumento de 20x), macrografia de PCG e simulação por elementos finitos (JINAN, 2013).....	25
Figura 15. Evolução do tamanho de grão com o aumento da deformação plástica (ROLLETT; ALAMOS; ARBOR, 1989).	26
Figura 16. Sequência de formação de zona periférica de grãos grosseiros (Peripheral Coarse Grain; PCG) durante a extrusão de ligas de alumínio (EIVANI; ZHOU; DUSZCZYK, 2016).....	27

Figura 17 Ilustração das regiões de onde foram retiradas as amostras.	29
Figura 18. Micrografias obtidas por microscopia óptica de luz polarizada no estado bruto de solidificação no centro (a,b,c) e na borda (d,e,f) do tarugo. ...	33
Figura 19. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura no estado bruto de solidificação no centro (a,b,c) e na borda (d,e,f) do tarugo. ...	34
Figura 20. Difratoograma de raios X de amostra do tubo obtido com a radiação cobre $K\alpha$	35
Figura 21. Variação da dureza Vickers ao longo da espessura do tubo.	37
Figura 22. Macrografia da superfície externa (imagem superior) e superfície interna (imagem inferior) do tubo, após ataque com HCl - HNO ₃ - H ₂ O.	37
Figura 23. Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura, com dois aumentos diferentes, dos precipitados maiores observados na liga.	38
Figura 24. Na parte superior esquerda da figura são apresentadas imagens das partículas com os três pontos selecionados para análise com EDS. Na parte superior direita é apresentado o espectro da partícula escura do tipo, identificada como ponto 1 (spot 1). Na parte inferior da figura é apresentado o espectro da partícula identificada como ponto 2 (spot 2). O ponto 3 (spot 3) apresentou a mesma composição do ponto 2.	39
Figura 25. Microscopia óptica com luz polarizada após anodização com reagente de Barker: (a) superfície externa (aumento 20X); (B) região central da espessura (aumento 50X).	40
Figura 26. Análises por EBSD em duas regiões da secção transversal do tubo como recebido: região central (imagem superior) e superfície interna (imagem inferior). Os aumentos das imagens não são iguais, conforme ilustram as barras, na parte inferior esquerda das figuras.	41
Figura 27. Difratoograma de raios X de amostra do tubo obtido com a radiação cobre $K\alpha$	43
Figura 28. Variação da dureza ao longo da espessura do tubo da amostra solubilizada.	44
Figura 29. Micrografia polarizada com aumento de 200x da amostra solubilizada - superfície externa (esquerda) e interna (direita).	44
Figura 30. Análise por EBSD da superfície externa (a e d), centro (b e e) e superfície interna (c e f) da amostra solubilizada.	45

Figura 31. Difrátograma de raios X da amostra solubilizada (região central do tubo) obtido com a radiação cobre $K\alpha$	47
Figura 32. Gráfico da variação da condutividade elétrica em função da temperatura de recozimento com duração de uma hora.	48

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Algumas propriedades físicas dos metais mais consumidos no mundo (TOTTEN; MACKENZIE, 2003).....	5
Tabela 2. Propriedades físicas do alumínio versus pureza (TOTTEN; MACKENZIE, 2003)	7
Tabela 3. Classificação das ligas de alumínio.....	9
Tabela 4. Descrição das têmperas para ligas de alumínio termicamente tratáveis (TOTTEN; MACKENZIE, 2003)	10
Tabela 5. Efeito da temperatura de solubilização nas propriedades mecânicas após envelhecimento (TOTTEN; MACKENZIE, 2003)	11
Tabela 6. Composição química (% em massa) da liga AA 6351 determinada por OES	28
Tabela 7. Análise da diferença de orientação entre contornos (mesotextura) em três regiões da secção transversal do tubo: superfície externa; central e superfície interna.....	42
Tabela 8. Análise da diferença de orientação entre contornos (mesotextura) em três regiões da secção transversal do tubo: superfície externa; central e superfície interna da amostra solubilizada	46
Tabela 9. Variação da condutividade elétrica (% IACS) em função da temperatura de recozimento com duração de 1 hora.....	47

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO	1
OBJETIVOS	4
1. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
1.1 Aspectos gerais.....	5
1.2 Alumínio e suas ligas	7
1.3 Endurecimento por Precipitação	9
1.4 Ligas AA6XXX.....	12
1.5 Processo de Extrusão	14
1.6 Recuperação	18
1.7 Recristalização e Crescimento de Grão.....	19
1.8 Crescimento anormal de grão (recristalização secundária).....	23
1.9 Zona Periférica com Grãos Grosseiros	24
2. MATERIAIS E MÉTODOS.....	28
2.1 Material utilizado	28
2.3 Caracterização do material como recebido	29
2.3.1 Macrografia.....	29
2.3.2 Microscopia óptica de luz polarizada (MO)	29
2.3.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	30
2.3.4 Dureza Vickers.....	30
2.3.5 Condutividade elétrica	31
2.3.6 Difração de raios-X.....	31
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	32
3.1 Caracterização microestrutural do tarugo bruto de solidificação (como recebido)	32
3.2 Caracterização microestrutural do tubo extrudado.....	36
3.3 Caracterização microestrutural do tubo extrudado (solubilizado)	43
3.4 Tratamentos térmicos complementares.....	47
4. CONCLUSÕES	49
5. SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS	51
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	52

INTRODUÇÃO

A liga de alumínio AA 6351 é uma liga endurecível por precipitação coerente do sistema Al-Si-Mg, contendo no total cerca de 2,5% em massa de soluto. Além de Si (0,7 a 1,3%), Mg (0,4 a 0,8%) e Mn (0,4 a 0,8 %), esta liga apresenta frequentemente em sua composição química Fe (máx. 0,5%). O sistema Al-Mg-Si é em geral representado (ZHU; COUPER; DAHLE, 2011) na forma do sistema pseudo binário Al-Mg₂Si, onde se pode observar um eutético a 595°C e solubilidade máxima de 1,18% em massa de Mg₂Si (vide Figura 1). Apesar de ser tradicionalmente aceito que os precipitados endurecedores de ligas do sistema Al-Mg-Si apresentam a estequiometria de 2:1 (Mg₂Si), estudos (ZHU; COUPER; DAHLE, 2011) evidenciaram que no pico máximo de envelhecimento os precipitados se encontram na razão de 1:1 de Mg e Si, isso sugere que a razão de Mg e Si adicionados à liga deveria ser aproximadamente de 1:1 e não 2:1, o que possibilitou o desenvolvimento de ligas com menor razão Mg:Si e maior extrudabilidade, para a mesma fração volumétrica de precipitados (ZHU; COUPER; DAHLE, 2011). A presença de excesso de Si aumenta a resistência mecânica após envelhecimento, pois altera o tamanho, densidade e distribuição dos precipitados.

Figura 1. Sistema pseudo binário para as ligas do sistema Al-Mg-Si (ZHU; COUPER; DAHLE, 2011).

O ciclo térmico de endurecimento por precipitação da liga AA 6351 é composto de duas etapas: solubilização por volta de 505°C com resfriamento rápido até a temperatura ambiente e envelhecimento propriamente dito a 170°C por cerca de 6 horas. Devido aos teores de Fe e Mn, é frequentemente detectada a presença na microestrutura desta liga a fase cúbica e incoerente (não causa endurecimento por precipitação) α -Al(FeMn)Si (PRIYA; JOHNSON; KRANE, 2016).

No estado envelhecido artificialmente (T6) a liga AA 6351 apresenta resistência mecânica moderada, com limite de escoamento por volta de 285 MPa, ou seja, mais que o dobro das ligas de alumínio não tratáveis termicamente, tais como AA 3003 e AA 5052 no estado recozido, mas bem inferior ao das ligas AA 2024 e AA 7075, que podem apresentar após envelhecimento, limite de escoamento da ordem de 500 MPa. Por outro lado, a ductilidade e a conformabilidade da liga AA 6351 são significativamente superiores às das ligas 2024 e 7075, além de ser pouco susceptível à corrosão sob tensão. A plasticidade superior da liga AA 6351 possibilita a produção de produtos extrudados, tais como barras, arames, perfis e tubos (DAVIS, 2001). Por apresentar uma combinação interessante de propriedades mecânicas, corrosão, usinabilidade e soldabilidade, a liga AA 6351 encontra numerosas aplicações na construção de navios, caminhões e ônibus, assim como em tubulações para óleo e gás (REDDY et al., 2014).

O processo de extrusão possibilita a obtenção de perfis com geometrias complexas, dificilmente obtidas por meio de outros processos convencionais de conformação. Mais de um quinto (em massa) dos produtos semiacabados de alumínio são extrudados e cerca de 60% dos produtos extrudados de alumínio são de ligas da série AA 6xxx (Al-Mg-Si). Ligas de alumínio de todos os grupos ou séries podem em princípio ser extrudadas. Todavia, o processo de extrusão exige alta plasticidade do material a ser extrudado, limitando o número de materiais que podem ser conformados de maneira economicamente viável utilizando este processo. Deve-se mencionar ainda que a extrudabilidade não depende apenas do material, mas também de variáveis de processo (ALTAN; OH; GEGEL, 1999) (HELMAN; CETLIN, 2005). Uma característica importante da extrusão é a

distribuição bastante heterogênea da deformação ao longo da secção transversal do perfil, o que torna a obtenção de uma microestrutura homogênea, especialmente uma distribuição homogênea de tamanhos de grãos recristalizados, um desafio nem sempre atingido facilmente. A ocorrência de uma zona periférica de grãos grosseiros (também conhecido como PCG, do inglês *Peripheral Coarse Grain*) em perfis extrudados de alumínio é um evento relativamente frequente (VAN GEERTRUYDEN et al., 2005) (EIVANI; ZHOU; DUSZCZYK, 2016). A presença desta zona é um defeito superficial que tem consequências negativas na resistência mecânica, na resistência à fadiga, na usinabilidade, na resistência à corrosão, na resistência à corrosão sob tensão, na qualidade da superfície anodizada, na aparência estética e na susceptibilidade à formação, durante a posterior deformação plástica, do defeito superficial conhecido como casca de laranja.

OBJETIVOS

O objetivo geral deste trabalho é estudar, com ajuda de várias técnicas complementares de caracterização microestrutural, as modificações microestruturais que ocorrem em diversas etapas de extrusão de um tubo de parede grossa da liga AA 6351. As microestruturas das seguintes etapas serão estudadas em detalhe: tarugo na condição bruto de fusão e tratamento térmico final T6, além do efeito de tratamentos térmicos de solubilização.

O objetivo específico deste trabalho é estudar as principais características tais como dureza, condutividade elétrica, tamanho de grão e orientação cristalográfica dos grãos da zona periférica de grãos grosseiros (*PCG: Peripheral Coarse Grain*) característica de produtos extrudados de ligas de alumínio.

As principais técnicas utilizadas são: microscopia óptica; microscopia óptica de luz polarizada; microscopia eletrônica de varredura (MEV); microanálise química por meio de dispersão de energia; microtextura e mesotextura com auxílio de difração de elétrons retroespalhados (EBSD: Electron Back Scatter Diffraction), além de medidas de dureza e de condutividade elétrica.

1. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

1.1 Aspectos gerais

Devido à sua baixa densidade, propriedades mecânicas atrativas e boa resistência à corrosão o alumínio é o segundo metal mais consumido mundialmente, perdendo apenas para o ferro, e, além disto, é o metal mais abundante na crosta terrestre. A bauxita, minério encontrado na crosta terrestre, contém hidróxido e óxido de alumínio hidratado e por meio do processo Bayer extrai-se alumina pura. A alumina é submetida a um processo eletrolítico conhecido como Hall-Heroult para obtenção de alumínio metálico.

Por ser um metal com alta conformabilidade, as ligas de alumínio podem em geral ser processadas de diversas maneiras tais como laminação, extrusão, forjamento, trefilação e estampagem. Uma grande variedade de ligas e tratamentos mecânicos e térmicos permite obter produtos de alumínio com propriedades mecânicas, elétricas e térmicas variadas e com diferentes geometrias, desde filmes finos para embalagens até componentes de aeronaves. As principais propriedades físicas do alumínio e de outros metais estão listadas na Tabela 1.

Tabela 1. Algumas propriedades físicas dos metais mais consumidos no mundo (TOTTEN; MACKENZIE, 2003)

Propriedade	Aço	Alumínio	Cobre
Temperatura de fusão (°C)	1538	660,2	1085
Densidade a 20°C (g/cm ³)	7,85	2,7	8,94
Resistividade elétrica a 20°C (μΩ-cm)	21,3	2,7	1,7
Coeficiente de expansão térmica (10 ⁻⁶ /K)	11	23,9	16,5
Módulo de elasticidade (GPa)	205	70	110

Em 2016 foram produzidas mundialmente 59,9 milhões de toneladas de alumínio primário (“World aluminum the website of the International Aluminium Institute - Primary Aluminum Production”, 2017), que representa 73% do total consumido, visto que o restante provém de refusão de alumínio reciclado. Por ser um metal 100% reciclável, 75% do alumínio produzido há

125 anos ainda está em uso até hoje. A reciclagem do alumínio reduz em 90% o custo de produção em função do custo da energia. A Figura 2, apresentada abaixo, indica produção de alumínio por continente no ano de 2016, em milhões de toneladas.

Figura 2. Produção de alumínio primário por continente em 2016 em milhões de toneladas (“Associação Brasileira de Alumínio - Estatísticas”, 2017).

O Brasil é o 11º produtor de alumínio primário, 0,79 milhões de toneladas em 2016, e o 3º produtor de bauxita e alumina. O consumo de alumínio per/capita do brasileiro é de 6,4 kg/hab./ano e a indústria de alumínio faturou em 2015 56,4 bilhões de reais. O consumo por setor está descrito no gráfico apresentado na Figura 3 (“Associação Brasileira de Alumínio - Estatísticas”, 2017), sendo que aproximadamente 22% do consumo é referente à extrudados.

Figura 3. Consumo Doméstico por setor em 2015 (“Associação Brasileira de Alumínio - Estatísticas”, 2017).

1.2 Alumínio e suas ligas

As propriedades do alumínio variam de acordo com a sua pureza, principalmente a condutividade elétrica e térmica, a Tabela 2 mostra a relação de algumas propriedades com a pureza (TOTTEN; MACKENZIE, 2003).

Tabela 2. Propriedades físicas do alumínio versus pureza (TOTTEN; MACKENZIE, 2003)

Propriedade	Pureza (%)				
	99,999	99,990	99,800	99,500	99,000
Ponto de Fusão (°C)	-	660,2	-	-	657,0
Densidade a 20°C (g/cm ³)	2,7	2,7	2,71	2,71	-
Coefficiente de expansão térmica x 10 ⁶ (20-100°C)	-	23,86	23,5	23,5	23,5
Resistividade elétrica μΩ-cm a 20°C	2,63	2,68	2,74	2,8	2,87
Refletividade total (%)		90	89	86	-
Módulo de elasticidade (lb/in ² x 10 ⁻⁶)	-	9,9	-	-	10,0
Condutividade térmica	-	0,57	0,56	0,55	0,54

Alumínio puro possui resistência mecânica baixa e, portanto, elementos de liga são adicionados. A resistência à tração pode variar de 45 MPa para uma folha da liga 1199-O até 700 MPa para um produto extrudado

da liga 7055-T77. A combinação da baixa densidade e alta resistência mecânica é uma das razões pela qual ligas de alumínio são vastamente utilizadas (TOTTEN; MACKENZIE, 2003).

As propriedades das ligas de alumínio dependem de uma interação complexa entre composição química e características microestruturais desenvolvidas durante a solidificação, processos de conformação e tratamentos térmicos. Todos os mecanismos de endurecimento utilizados em ligas comerciais têm como objetivo limitar a movimentação de discordâncias (TOTTEN; MACKENZIE, 2003) e aumentar a resistência mecânica.

Na maioria dos casos, utilizam-se 5 elementos de liga principais. São eles: manganês, magnésio, zinco e cobre na forma metálica e o silício, que é um semimetal ou metaloide. Estes elementos são adicionados em quantidades variáveis e condicionam a microestrutura e propriedades das ligas. Por exemplo, Mg acrescentado em pequena quantidade numa liga que contém Si aumenta significativamente as propriedades mecânicas (GLAZOFF; ZOLOTOREVSKY; BELOV, 2007).

Outros elementos de ligas comumente usados, mas em menor escala são: titânio e zircônio para refinamento de grão e cromo, manganês e vanádio para aumentar a resistência a diferentes formas de corrosão. Já o ferro e o silício, quando não adicionados intencionalmente, são considerados impurezas que afetam negativamente propriedades mecânicas tais como alongamento, tensão de ruptura e fadiga (GLAZOFF; ZOLOTOREVSKY; BELOV, 2007).

Quanto ao processamento, as ligas de alumínio são divididas em dois grandes grupos; ligas trabalhadas ou para processamento mecânico e as ligas para fundição. As ligas de alumínio trabalhadas (por laminação, extrusão, forjamento, etc.) são classificadas de acordo com o principal elemento de liga encontrado, como mostra a Tabela 3. As ligas termicamente tratáveis, ou seja, cujas propriedades podem ser melhoradas por meio de tratamentos térmicos combinados ou não com deformação plástica, são as séries 2XXX, 6XXX e 7XXX. As ligas não tratáveis termicamente só podem ser tratadas por endurecimento por deformação, são elas as séries 1XXX, 3XXX, 4XXX e 5XXX.

Tabela 3. Classificação das ligas de alumínio

1XXX	Alumínio comercialmente puro (>99% de pureza)
2XXX	Al-Cu
3XXX	Al-Mn
4XXX	Al-Si
5XXX	Al-Mg
6XXX	Al-Mg-Si
7XXX	Al-Zn
8XXX	Outros

1.3 Endurecimento por Precipitação

Os principais métodos de endurecimento de ligas de alumínio são: endurecimento por solução sólida, por refino de grão, por deformação, por dispersão de partículas incoerentes e por precipitação coerente (TOTTEN; MACKENZIE, 2003). O método mais eficaz é o endurecimento por precipitação, que consiste em 3 etapas: solubilização, resfriamento rápido e envelhecimento. O endurecimento por precipitação ocorre quando uma discordância que se movimenta sob a ação de um estado externo de tensões encontra uma partícula que apresenta relações de orientação com matriz, ou seja, partícula coerente ou semicoerente. Nessas situações a partícula pode ser cisalhada, o que exige um aumento das tensões aplicadas e, conseqüentemente, aumento de resistência mecânica e de dureza. Já um crescimento excessivo de precipitados e perda de coerência com a matriz reduz a dureza, o que é denominado superenvelhecimento.

O endurecimento por precipitação e o respectivo tratamento térmico é frequentemente utilizado, principalmente nas ligas da família 6XXX, onde os precipitados são partículas de Mg_2Si ou $MgSi$. Os diferentes tipos de têmpera possíveis estão listados na Tabela 4.

**Tabela 4. Descrição das têmperas para ligas de alumínio termicamente tratáveis
(TOTTEN; MACKENZIE, 2003)**

O	Recozido
F	Conforme fabricado
W	Envelhecimento natural após solubilização
T1	Resfriado após um processamento à uma alta temperatura e envelhecido naturalmente até uma condição estável
T2	Resfriado após um processamento à uma alta temperatura, trabalhado a frio e envelhecido naturalmente até uma condição estável
T3	Solubilizado, trabalhado à frio e envelhecido naturalmente até uma condição estável
T4	Solubilizado e envelhecido naturalmente até uma condição estável
T5	Resfriado após um processamento à uma alta temperatura e envelhecido artificialmente
T6	Solubilizado e envelhecido artificialmente até obter máximo endurecimento
T7	Solubilizado e superenvelhecido
T8	Solubilizado, trabalhado a frio e envelhecido artificialmente
T9	Solubilizado, envelhecido artificialmente e trabalhado a frio
T10	Resfriado após um processamento à uma alta temperatura, trabalhado a frio e envelhecido artificialmente

A solubilização consiste em aquecer o produto até uma temperatura de aproximadamente 40°C abaixo da temperatura solidus por um tempo suficiente para dissolver as fases constituintes em não equilíbrio e permitindo o máximo de elementos de ligas a entrarem em solução sólida. Resfriamento rápido é necessário para reter átomos em solução sólida, pois se o resfriamento for lento, precipitados grosseiros formarão, reduzindo resistência mecânica (MILKEREIT et al., 2014). Efeitos da temperatura de

solubilização nas propriedades mecânicas estão descritas na Tabela 5 (TOTTEN; MACKENZIE, 2003).

Tabela 5. Efeito da temperatura de solubilização nas propriedades mecânicas após envelhecimento (TOTTEN; MACKENZIE, 2003)

	Temperatura de Solubilização (°C)	Resistência à Tração (MPa)	Tensão de Ruptura (MPa)
6061-T6			
	493	301	272
	504	316	288
	516	333	305
	527	348	315
2024-T4			
	488	419	255
	491	422	259
	493	433	269
	496	441	271

Para que uma liga seja susceptível ao envelhecimento é necessário que haja uma redução da solubilidade de um ou mais elemento de liga à medida que a temperatura decresce. O tratamento térmico envolve basicamente a solubilização dos elementos de liga a alta temperatura, resfriamento rápido de modo a obter uma solução sólida supersaturada (SSSS) e decomposição controlada da SSSS em temperaturas intermediárias formando precipitados finos e dispersos. O envelhecimento pode ocorrer naturalmente à temperatura ambiente ou poderá ser conduzido artificialmente a uma temperatura crítica, que varia com a liga (POLMEAR, 2005).

Conforme já foi mencionado, o endurecimento por precipitação aumenta a resistência devido à interferência das partículas e precipitados na movimentação das discordâncias. A fração volumétrica e o tamanho da partícula influenciam diretamente no comportamento mecânico final da liga. Quando as partículas são coerentes ou semicoerentes com a matriz, finas e próximas umas das outras, pode ocorrer o cisalhamento delas com a passagem da discordância, já quando as partículas são incoerentes com matriz, mais grosseiras e com maior espaçamento entre elas, a discordância se encurva entre os precipitados deixando anéis de discordâncias ao seu redor, conhecido como o mecanismo de Orowan, vide Figura 4 (POLMEAR, 2005).

Figura 4. Cisalhamento de uma partícula fina (esquerda) e mecanismo de Orowan, discordância passa em volta dos precipitados (direita) (POLMEAR, 2005).

A Figura 5 mostra que o pico de resistência, dado por P, é o tamanho de partícula ideal em que a resistência é máxima. Partículas muito pequenas (A) são facilmente cisalhadas e partículas grandes (B) são facilmente contornadas. Um aumento na fração volumétrica de partículas aumenta as curvas A e B, resultando em aumento da resistência. Desta forma, o ideal é que as partículas sejam de tamanho intermediário, com alguma relação de orientação com matriz, porém homogeneamente distribuídas (POLMEAR, 2005).

Figura 5. Relação entre tamanho de partícula com resistência mecânica (POLMEAR, 2005).

1.4 Ligas AA6XXX

As ligas da família 6XXX são baseadas em um diagrama de fases pseudo-binário de Al-Mg₂Si com um eutético por volta de 595°C (BODAK et al., 2005). Após solidificação e tratamento térmico são encontradas três fases: a solução sólida matriz rica em Al, partículas grandes de Mg e Si em dispersão grosseira e Mg₂Si em partículas pequenas e dispersão finas. A

sequência de precipitação para uma liga que possui a estequiometria de Mg:Si de 2:1 (equivalente a razão mássica de 1,73:1) é:

As zonas de G.P. (abreviação de Guinier-Preston) é um estágio inicial de precipitação onde ocorre enriquecimento de átomos de soluto (Mg e Si) nos planos atômicos dos reticulados da matriz. As partículas β' possuem composição de Mg_2Al e se apresentam com a morfologia de bastões, que nucleiam de forma heterogênea, preferencialmente nas discordâncias da solução sólida matriz. Por fim, as partículas $\beta(\text{Mg}_2\text{Si})$ formam-se através de transformação não difusiva com pouco rearranjo atômico. Se a liga possui silício em excesso, partículas grandes de Si também são formadas. (ERNST, 2004)

As propriedades mecânicas da liga são fortemente influenciadas pela quantidade adicionada de Mg e Si conforme ilustra Figura 6. Desta forma, é possível escolher a composição da liga de acordo com a sua aplicação final.

Figura 6. Relação entre o limite de escoamento e quantidade de Mg e Si contido com a liga deste estudo destacada em vermelho (SAMARAS; HAIDEMENOPOULOS, 2007).

Apesar de não apresentarem resistência mecânica tão alta como as ligas da família 2XXX e 7XXX, as ligas da família 6XXX possuem boa trabalhabilidade, soldabilidade e resistência à corrosão (DAVIS, 2001). Devido à boa trabalhabilidade o destino mais comum para estas ligas é a

extrusão. Algumas das ligas da família 6xxx e suas aplicações estão ilustradas na Figura 7.

Figura 7. Ligas da família 6XXX e suas aplicações (DAVIS, 2001).

1.5 Processo de Extrusão

Extrusão permite a fabricação de peças de alumínio com geometrias complexas com boas tolerâncias dimensionais de forma longa e reta e com seção transversal constante. A flexibilidade com relação à liga a ser extrudada e o formato desejado faz com que produtos extrudados de alumínio estejam presentes no nosso cotidiano, desde esquadrias, eletrodomésticos, utensílios de cozinha, peças automobilísticas a peças de aeronaves. Isso é possível por que as propriedades do alumínio são fortemente vinculadas aos elementos de liga e, portanto, obtém-se uma ótima combinação de propriedades tais como resistência mecânica, resistência à corrosão, boa extrudabilidade, bom acabamento e boa aparência superficial.

Extrusão é um processo de conformação plástica onde um bloco de metal (tarugo) é forçado a passar por uma matriz, cuja abertura é menor que a seção do tarugo inicial, através da aplicação de pressão. Extrusão é um

processo de compressão indireta, onde as forças resultantes são resultado da reação entre o tarugo e o container (corpo cilíndrico que aloja o tarugo) e molde. A extrusão pode ocorrer a quente ou a frio, na extrusão a quente o tarugo é pré-aquecido para facilitar a deformação plástica (SAHA, 2000).

A extrusão também pode ser direta ou indireta e ambos os modos são capazes de extrudar todo tipo de geometria, desde barras simples até tubos e seções ocas. A principal diferença entre os dois processos é que na extrusão direta o pistão move e empurra o tarugo contra a matriz (pistão e perfil extrudado movimentam-se no mesmo sentido), enquanto que na extrusão indireta a matriz é que se movimenta contra o tarugo (pistão e perfil extrudado movimentam-se em sentidos opostos) (SAHA, 2000). A mais comumente utilizada é a extrusão direta, pois a pressão do tarugo sobre o cilindro é maior e, portanto, maior é a deformação plástica.

Figura 8. Princípios da Extrusão direta e indireta (SAHA, 2000).

Antes de serem extrudados, os tarugos são homogeneizados. Tarugos extrudados sem a prévia homogeneização comprometem a trabalhabilidade devido principalmente à presença de segregação e de compostos intermetálicos e eventualmente de eutéticos de baixo ponto de fusão que dificultam o fluxo plástico de alumínio e afetam o acabamento da liga. Esses problemas podem ser minimizados por tratamento térmico de homogeneização, podendo ocorrer a dissolução, precipitação e distribuição dos elementos de liga na matriz de alumínio. A homogeneização consiste em aquecer a liga até uma temperatura elevada, próximo da temperatura de fusão, na qual ela permanece por algumas horas. A temperatura não deve exceder a temperatura de fusão da liga (SAHA, 2000).

O ferro é uma das impurezas presente nas ligas de alumínio da família 6XXX e como o ferro é pouco solúvel no alumínio, formam-se

frequentemente compostos metaestáveis de Al-Fe-Si. Esta fase tem grande influência nas propriedades do produto extrudado. Durante a homogeneização ocorre a transformação de fase β -AlFeSi na forma de placas, para a fase α -Al(FeMn)Si, que possui morfologia arredondada. As partículas em forma de placas são indesejáveis, pois diminuem a extrudabilidade, induzindo defeitos superficiais. A taxa desta transformação, $\beta \rightarrow \alpha$, é determinada pela temperatura de homogeneização e composição química da liga (KUIJPERS et al., 2003). Outras variáveis importantes da homogeneização são tempo e taxa de resfriamento.

Segundo Dahl e coautores a taxa de resfriamento afeta a quantidade de precipitados (JOHNSON et al., 1996). No caso da liga Al-Mg-Si foi verificado que com a diminuição da taxa de resfriamento aumenta o número de precipitado Mg_2Si e o comportamento contrário foi verificado com um aumento na taxa de resfriamento. Reiso e coautores demonstraram experimentalmente que tarugos resfriados em água (taxa de resfriamento alta) extrudaram perfis com melhores propriedades mecânicas do que tarugos resfriados ao ar (SAHA, 2000).

Reiso e coautores verificaram também que a extrudabilidade, propriedades mecânicas e qualidade superficial são melhorados com o aquecimento do tarugo antes da extrusão. Este estudo foi realizado com duas ligas Al-Mg-Si e verificou-se um aumento de 30% e 60% na extrudabilidade das ligas com o aumento na temperatura de aquecimento (SAHA, 2000). Extrudabilidade é a facilidade com a qual o material passa pelo molde e define a pressão necessária para que o mesmo seja extrudado, o que se traduz em produtividade da prensa hidráulica. A extrudabilidade pode ser estimada através da velocidade de extrusão e da presença ou não de defeitos superficiais.

Antes da extrusão, o tarugo possui uma microestrutura granulométrica equiaxial e após a extrusão passa a ter uma microestrutura alongada e deformada na direção da extrusão. No entanto, nem todo metal passa pelo mesmo estado de tensões ao passar pela matriz. É possível identificar claramente três fluxos de metais distintos: a zona de metal morto, zona de cisalhamento intenso e zona de fluxo de metal. Na zona de metal morto observa-se que o metal permanece praticamente estacionário, pois fica

preso nas paredes do cilindro. Este metal dificilmente será extrudado, é mais provável que seja descartado no fim da extrusão. O metal da zona de cisalhamento intenso, onde ocorre fricção entre camadas de metal, sofre mais cisalhamento por estarem mais distantes do orifício da matriz. Na zona de fluxo de metal, o material flui com mínima deformação, apenas são alongados na direção da extrusão (GÜZEL et al., 2012).

Figura 9. Fluxo de metal na extrusão (GÜZEL et al., 2012).

Uma das variáveis mais importantes da extrusão a quente é a temperatura local no interior do metal e esta é influenciada pela:

- geração de calor devido à deformação plástica;
- geração de calor devido ao cisalhamento interno e atrito entre o material e a matriz;
- transferência de calor dentro do tarugo;
- transferência de calor entre o tarugo e a matriz; e
- calor transportado com o material sendo extrudado.

Há uma relação complexa entre variáveis de processo que incluem o material a ser extrudado, temperatura do tarugo, atrito, material da matriz, velocidade de extrusão, forma da seção extrudada e razão de extrusão (relação entre área do tarugo e área do perfil final). Uma combinação de alta temperatura do tarugo, alta razão de extrusão e alta velocidade de extrusão causa superaquecimento especialmente na superfície do perfil e isso pode causar defeitos no produto final (por ex: arranchamento) , a relação entre

velocidade de extrusão e temperatura emergente está descrita pelo gráfico da Figura 10 (ALTAN; OH; GEGEL, 1999). Por estes motivos, a extrusão é um tema complexo de se estudar, pois são muitas as variáveis atuando.

Figura 10. Efeitos de velocidade de extrusão no aumento da temperatura emergente na extrusão de alumínio (ZHU; COUPER; DAHLE, 2011).

1.6 Recuperação

A recuperação refere-se às mudanças no material deformado que ocorrem antes da recristalização ou simultaneamente, quando o material é restaurado, por meio da eliminação de defeitos puntiformes e rearranjos da subestrutura de discordâncias. Durante a recuperação a diminuição da energia armazenada durante a deformação é muito menos severa do que durante a recristalização. Para reduzir a energia armazenada, as discordâncias podem ser eliminadas ou rearranjadas por meio poligonização para configurações de baixa energia (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

A recuperação ocorre em várias etapas, como mostra a Figura 11, e o fato de todas estas etapas ocorrerem ou não durante o recozimento vai depender de vários fatores como material, pureza, temperatura de deformação e temperatura de recozimento (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

Figura 11. Estágios de recuperação de um material deformado (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

A mudança microestrutural é tão sutil que dificilmente será visualizado pelo microscópio óptico e por isso a recuperação é acompanhada através da microscopia eletrônica de transmissão e/ou de forma indireta, por meio de variações das propriedades físicas ou mecânicas, tais como medidas de resistividade elétrica, de dureza e do limite de escoamento (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). Embora durante a recuperação operem vários mecanismos de eliminação ou rearranjo de defeitos cristalinos, ela é frequentemente tratada como um processo único e homogêneo que ocorre no mesmo espaço de tempo e na mesma velocidade.

1.7 Recristalização e Crescimento de Grão

Ao contrário da recuperação, a recristalização é um processo marcadamente heterogêneo. Na recristalização têm-se a formação de grãos praticante isentos de deformação e, subsequentemente, estes crescem e consomem as regiões da microestrutura deformadas e recuperadas. As regiões mais deformadas irão recristalizar mais rápido que as regiões menos deformadas, característico de um fenômeno de recozimento descontínuo (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

Em princípio não há uma temperatura fixa na qual ocorre recristalização, por exemplo, a recristalização em alumínio de alta pureza deformado pode ocorrer em uma faixa bem ampla de temperaturas, inclusive abaixo da temperatura ambiente. No entanto, em temperaturas baixas, a recristalização levaria anos para se completar. A recristalização de um alumínio com alta pureza recozido a 150°C poderia ser completa em 50 segundos, mas uma liga de alumínio com 0,01% de ferro levaria 10 bilhões de anos a 150°C. O teor de soluto, seja na forma de impurezas ou elementos de liga, é um dos fatores que influenciam na temperatura de recristalização de ligas de alumínio (TOTTEN; MACKENZIE, 2003).

A recristalização ocorre em duas etapas, nucleação e crescimento. Na nucleação de novos grãos (na verdade novo grão livre de deformação e não novo grão como na termodinâmica clássica) surgem na microestrutura e no crescimento estes novos grãos crescem consumindo as regiões ainda não recristalizadas. Os dois eventos ocorrem de forma consecutivas em um grão em particular, porém os dois eventos podem ocorrer de forma simultânea ao longo de todo o material (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

A evolução da fração recristalizada em relação ao tempo durante recozimento isotérmico pode ser representada por um gráfico como o da Figura 12. A curva possui a forma sigmoideal e normalmente apresenta um período de incubação antes da recristalização ser detectada, em seguida tem-se uma região aproximadamente linear em escala logarítmica representando taxa crescente de recristalização e por fim uma redução da taxa de recristalização (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

Figura 12. Típica curva de recristalização em recozimento isotérmico (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

A Figura 13 mostra que o início do processo de recristalização é lento, depois a velocidade aumenta e no fim volta a ser lento novamente. Analisando a influência da temperatura na recristalização através das curvas obtidas para diversos níveis de temperatura observa-se que quanto maior a temperatura menor é o tempo necessário para completar a recristalização. O fenômeno é caracterizado por processos de nucleação e crescimento de grãos recristalizados a partir de grãos deformados. O grau de deformação também tem forte influência na cinética de recristalização. Outro fator que afeta a recristalização é a presença de pequenos teores de impurezas e elementos de liga, podendo elevar consideravelmente a temperatura de recristalização. Isso ocorre pela formação de soluções sólidas e pela interação entre os átomos de soluto com os contornos de grãos, que dificultam a movimentação dos contornos, necessário para a formação e crescimento de núcleos (BRESCIANI FILHO et al., 2011). Já quando o soluto encontra-se também na forma de precipitados, a recristalização tanto pode ser retardada (dispersões finas de precipitados) como acelerada (dispersões grosseiras), em comparação com uma solução sólida da mesma liga, mas isenta de precipitados (ZHU; COUPER; DAHLE, 2011).

Figura 13. Transformação isotérmica na recristalização (BRESCIANI FILHO et al., 2011).

A base para quase todos os modelamentos da cinética da recristalização é a relação desenvolvida por Johnson-Mehl-Avrami-Kolomogorov (JMAK). A teoria de JMAK assume que os núcleos são formados a uma taxa $\dot{N}$ e os grãos do material deformado crescem a uma taxa linear $\dot{G}$. Se os grãos estiverem na forma de esferas, o volume varia com o cubo do seu diâmetro e a fração de material recristalizado X_v aumenta rapidamente com o tempo. No entanto, os grãos logo irão colidir um com o outro e a taxa de recristalização cairá, tendendo a 0 a medida que X_v se aproxima de 1, como mostra a Figura 12 (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

A quantidade transformada durante o processo de nucleação e crescimento em função do tempo é calculada através da equação JMAK onde a fração transformada F está em função do tempo t e n é o expoente de Avrami e k é o parâmetro da cinética.

$$F = 1 - \exp(-kt^n) \quad \text{Equação 1}$$

Determina-se n experimentalmente plotando a equação 1 na forma de logaritmo duplo e encontra-se n como a inclinação da reta.

$$\log[-\ln(1 - F)] = \log(k) + n \log(t) \quad \text{Equação 2}$$

A equação JMAK tem sido usada nos últimos 80 anos para descrever a cinética global de transformações de fase ativadas termicamente que ocorrem no estado sólido por nucleação e crescimento. A magnitude do expoente n é relacionada aspectos morfológicos da nucleação e crescimento. Se o crescimento ocorre isotropicamente em três dimensões e todos os núcleos estão presentes em $t=0$ o valor previsto do expoente provavelmente é 3. Se o crescimento em três dimensões ocorre, mas os núcleos surgem em taxa constante no material não cristalizado o expoente é previsto como sendo 4. Valores de n mais baixos são previstos para crescimento que não são tridimensionais e nucleação heterogênea em defeitos lineares e planares (ROLLETT; ALAMOS; ARBOR, 1989). No caso da recristalização, desvios de comportamento em relação ao previsto pela equação JMAK são frequentes (VANDERMEER; GORDON, 1963) (STÜWE; PADILHA; SICILIANO JR., 2002) (LUO; SIETSMA; ZWAAG, 2004). As duas principais causas desses desvios são competição entre recuperação e recristalização (VANDERMEER; GORDON, 1963) (STÜWE; PADILHA; SICILIANO JR., 2002) e heterogeneidade na distribuição dos defeitos cristalinos na condição deformada (LUO; SIETSMA; ZWAAG, 2004).

1.8 Crescimento anormal de grão (recristalização secundária)

Após o término da recristalização, a energia livre de um material policristalino pode ser diminuída por meio da eliminação de contornos de grão. Isto pode acontecer de forma homogênea (denominada crescimento normal de grão ou simplesmente crescimento de grão) ou de maneira heterogênea (denominada crescimento anormal de grão ou recristalização secundária).

O crescimento anormal de grão ou recristalização secundária ocorre quando o crescimento normal de grão não ocorre por algum motivo acarretando no crescimento anormal de poucos grãos às custas de grãos menores e a distribuição de tamanho de grão torna-se bimodal. Algumas teorias para explicar este fenômeno sugerem que o crescimento normal pode ser inibido por precipitados, textura, assim como chapas ou fios finos.

Através de simulações em Monte Carlo, Rollett e coautores propuseram que os mecanismos de crescimento anormal são relacionados à anisotropia da energia de contornos e mobilidade dos contornos (ROLLETT; SROLOVITZZ; ANDERSON, 1989).

1.9 Zona Periférica com Grãos Grosseiros

A zona periférica de grãos grosseiros, também conhecida como PCG (*PCG: Peripheral Coarse Grain*) é um evento que ocorre frequentemente na extrusão a quente de alumínio e principalmente nas ligas da série 6xxx. O aparecimento de PCG na peça extrudada tem consequências negativas na resistência mecânica, na resistência à fadiga, na usinabilidade, na resistência à corrosão, na resistência à corrosão sob tensão, na qualidade da superfície anodizada, na aparência estética e na susceptibilidade à formação, durante a posterior deformação plástica, do defeito superficial conhecido como casca de laranja (VAN GEERTRUYDEN et al., 2005).

O fenômeno PCG pode ser controlado e inibido por meio de ajustes nas variáveis do processo de extrusão tais como temperatura de saída da matriz, velocidade da extrusão, modificando a razão de extrusão (razão entre diâmetro do tarugo e diâmetro do perfil extrudado) e até mesmo modificando a composição da liga. No entanto ainda não é possível prever o surgimento de PCG de forma precisa e nem explicar detalhadamente a origem do fenômeno do PCG (VAN GEERTRUYDEN et al., 2005). Micrografia e macrografia de PCG são mostradas na Figura 14, assim como uma simulação por meio do método de elementos finitos do gradiente de temperatura ao longo da seção extrudada e mostra claramente que a formação do PCG está fortemente relacionada à temperatura. O gradiente de temperatura indicado na Figura 14 é devido à heterogeneidade do fluxo de metal durante a extrusão, pois regiões que sofrem mais cisalhamento terão temperatura mais altas.

Figura 14. Micrografia (aumento de 20x), macrografia de PCG e simulação por elementos finitos (JINAN, 2013).

Metais e ligas com alta energia de defeito de empilhamento (EDE) como o alumínio em geral não se recristalizam dinamicamente por apresentarem cinética de recuperação dinâmica e estática rápida e não há acúmulo suficiente de potencial termodinâmico para a recristalização (PADILHA; SICILIANO JR., 2005). No entanto, é possível verificar na zona de cisalhamento intenso início de recristalização durante a deformação e vários estudos comprovam a ocorrência de dois tipos de recristalização dinâmica em ligas de alumínio deformadas em alta temperatura; a contínua e a geométrica.

Na recristalização dinâmica contínua (CDRX; continuous dynamic recrystallization) as discordâncias se acumulam em contornos de baixo ângulo. Conforme aumenta a deformação a diferença de orientação, ângulo θ , aumenta e quando θ atingir 15° forma-se contorno de alto ângulo e a microestrutura resultante é composto por uma mistura de contornos de baixo e alto ângulo (GÜZEL et al., 2012).

Na recristalização dinâmica geométrica (GDRX; geometric dynamic recrystallization) o subgrão é deformado e esticado durante a extrusão a ponto de fragmentá-lo em subgrãos menores (GÜZEL et al., 2012).

Por outro lado, estudos também comprovam que o tamanho de grão diminui com o aumento da taxa de deformação (vide Figura 15) e isto mostra que a recristalização dinâmica não explica a formação de PCG pois no PCG os grãos crescem anormalmente após a deformação.

Figura 15. Evolução do tamanho de grão com o aumento da deformação plástica (ROLLETT; ALAMOS; ARBOR, 1989).

Eivani e co-autores (REDDY et al., 2014) propuseram recentemente um modelo (vide Figura 16) para explicar a ocorrência de PCG. De acordo com o modelo desses autores (EIVANI; ZHOU; DUSZCZYK, 2016), a formação de PCG ocorre na seguinte sequência: (a) microestrutura inicial de grãos equiaxiais; (b) formação de subgrãos durante a extrusão à quente; (c) redução no tamanho de sub grão com a continuidade da deformação e formação de microestrutura parcialmente recristalizada dinamicamente; (d) início da recristalização estática e formação de microestrutura parcialmente recristalizada; (e) crescimento normal de grãos recristalizados dinamicamente e crescimento anormal dos grãos recristalizados estaticamente; (f) microestrutura final composta de grãos finos e grãos grosseiros. Enquanto PCG ocorre na superfície, em geral a microestrutura na parte central da peça ou apresenta microestrutura com grãos alongados e não recristalizados ou microestrutura com grãos recristalizados relativamente finos e equiaxiais.

Figura 16. Sequência de formação de zona periférica de grãos grosseiros (Peripheral Coarse Grain; PCG) durante a extrusão de ligas de alumínio (EIVANI; ZHOU; DUSZCZYK, 2016).

Se por um lado, o mecanismo de formação de PCG ainda continua sendo estudado, por outro lado sabe-se que o defeito pode ser evitado de forma paliativa. Segundo Demirci e coautores, a formação de PCG pode ser evitado ou diminuído com mudanças na liga como adição de cromo (inibidor de crescimento de grão), suavizando ângulos na matriz e redução da velocidade de extrusão (DEMIRCI et al., 2013).

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Material utilizado

O material principal utilizado na pesquisa foi um tubo extrudado da liga AA 6351 com diâmetro interno de 175 mm e espessura da parede de 22,5 mm. Para a realização da análise química completa foi cortado do tubo um anel completo com largura de 12 mm. A análise de composição química foi realizada na Companhia Brasileira de Alumínio (CBA), localizada em Alumínio, SP, utilizando um espectrômetro de emissão ótica (OES; Optical Emission Spectrometry) modelo ARL 3460. Para a realização das análises, a amostra foi usinada e lixada para a obtenção de uma superfície plana e isenta de irregularidades, contaminação superficial e de oxidação. Em seguida, a amostra foi posicionada no equipamento e a face preparada (lixada) recebeu a passagem de corrente, também chamada de queima, para emissão das radiações características de cada elemento e o equipamento fez a leitura, discriminação e quantificação. Foram realizadas três queimas e o resultado apresentado é sempre a média das três queimas, cujas médias são apresentadas na Tabela 6.

Tabela 6. Composição química (% em massa) da liga AA 6351 determinada por OES

Elemento	% em massa	Elemento	% em massa
Si	0,98	Na	0,0007
Fe	0,224	Ca	0,0029
Cu	0,032	Bi	0,0013
Mn	0,449	Ga	0,009
Mg	0,716	Zr	0,003
Cr	0,000	Cd	0,0000
Ni	0,000	Co	0,0002
Zn	0,062	Li	0,0000
Ti	0,022	Sr	0,0000
V	0,003	Sb	0,0000
Pb	0,0033	P	0,0005
Sn	0,0003	Hg	0,0000
B	0,002	Al	97,51
Be	0,0000	Si + Fe	1,20
As	0,0000	Ti + Fe	0,025

A análise dos resultados da Tabela 6 revela que a composição química obtida mostra concordância com a especificação para todos os elementos químicos especificados e uma razão Mg:Si relativamente baixa (0,731) (ZHU; COUPER; DAHLE, 2011).

Além do tubo mencionado acima, que foi estudado em detalhe, também foi caracterizado o tarugo com diâmetro 228,6 mm que deu origem ao tubo extrudado.

As caracterizações no tubo foram realizadas em três regiões da sua seção transversal: superfície externa, centro e superfície interna

Figura 17 Ilustração das regiões de onde foram retiradas as amostras.

2.2 Tratamentos térmicos

Os tratamentos térmicos, todos realizados em amostras do tubo extrudado, foram efetuados em forno mufla comum, sem controle de atmosfera, e seguidos de resfriamento em água.

2.3 Caracterização do material como recebido

As técnicas de caracterização microestrutural utilizadas são descritas sucintamente em seguida.

2.3.1 Macrografia

Para a análise macrográfica, a amostra foi inicialmente lixada e polida mecanicamente e em seguida atacada com solução de 33% de H₂O, 33% de HNO₃ e 33% de HCl.

2.3.2 Microscopia óptica de luz polarizada (MO)

As amostras foram preparadas para análise no MO segundo a seguinte sequência: i) lixamento com lixas de carboneto de silício (SiC) de granulometria 220, 400, 800 e 1200; ii) polimento com suspensão de alumina, seguida por polimento em sílica coloidal; iii) anodização com solução de HBF₄ 1,8% (solução de Barker), utilizando fonte 20V. Após a

preparação descrita acima, as amostras foram analisadas no microscópio óptico com polarizador de luz, marca Olympus BX51M.

2.3.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Com auxílio do microscópio eletrônico de varredura (MEV), instalado no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica, foram realizadas observações e feitas imagens com elétrons secundários e retroespalhados e realizadas análises de espectrometria de raios X por dispersão de energia (EDS) e análise por difração de elétrons retroespalhados (EBSD).

No caso da técnica EDS, o feixe de elétrons incidente causa a emissão de raios X característicos de uma determinada microrregião da amostra. Os elementos presentes na microrregião são identificados por meio de suas energias características e suas concentrações são proporcionais às intensidades dos picos dos respectivos elementos.

A técnica EBSD permite a análise cristalográfica de um material, determina a orientação cristalina na área selecionada. A amostra é posicionada no porta amostras a um ângulo de 70° a 80° em relação ao feixe de elétrons de forma a diminuir o percurso dos elétrons retroespalhados e diminuir a fração de elétrons absorvidos. A largura das bandas formadas (linhas de Kikuchi) devido a difração está relacionada com a distância interplanar e os ângulos entre as bandas correspondem ao ângulo entre os planos cristalinos (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007).

Para realização das análises por EDS, as amostras não foram atacadas, apenas polidas. Para realização das análises por EBSD, as amostras polidas mecanicamente foram adicionalmente polidas eletroliticamente com solução de 30% de ácido perclórico em etanol, sendo a tensão aplicada de 30 V por 30 segundos.

2.3.4 Dureza Vickers

As medidas de dureza Vickers foram realizadas em um equipamento Emcotest Durascan com carga de 200g. As medições foram realizadas tanto na secção longitudinal e transversal, no centro e nas superfícies interna e

externa. Para a medição da variação de dureza ao longo da secção transversal do tubo foram feitas 81 medidas.

2.3.5 Condutividade elétrica

Para medição da condutividade elétrica foi utilizado um condutímetro modelo DC-11M da marca Zappi, disponível no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da USP.

Medidas de condutividade elétrica podem ser utilizadas para avaliar a concentração de átomos de soluto em solução sólida em ligas de alumínio, uma vez que essa grandeza diminui significativamente com o aumento do teor de soluto nessas ligas. Desse modo, os tratamentos térmicos, que alteram a concentração de soluto em solução sólida, influenciam fortemente a condutividade elétrica.

2.3.6 Difração de raios-X

As amostras foram preparadas através de polimento mecânico na superfície e cortadas com 5mm de espessura e submetidas à análise por difração de raios X no equipamento PANalytical, modelo X'PERT, instalado no Laboratório de Caracterização Tecnológica, localizado no Departamento de Engenharia de Minas da Escola Politécnica.

Os parâmetros de ensaio foram:

- Passo angular: $0,02^\circ$ (faixa: 20° - 120°)
- Tempo por passo: 10 segundos
- Tubo de cobre – radiação Cu $K\alpha$ ($\lambda = 1,542 \text{ \AA}$)

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Em seguida são apresentados e discutidos os resultados obtidos, que foram organizados nos seguintes subitens: caracterização da amostra na condição bruta de solidificação (tarugo), caracterização da amostra (tubo) na condição como recebida e caracterização da amostra solubilizada (tubo).

3.1 Caracterização microestrutural do tarugo bruto de solidificação (como recebido)

Amostras retiradas do centro e próximo da superfície do tarugo foram analisadas por microscopia óptica de luz polarizada (MOLP) e por microscopia eletrônica de varredura (MEV) com elétrons secundários e retroespalhados. Nas análises com o MEV foram também microanálises químicas por dispersão de energia (EDS).

Na Figura 17 são sumarizados os resultados obtidos com auxílio de MOLP no tarugo na condição bruto de solidificação. De um modo geral, as micrografias mostram uma estrutura com uma distribuição relativamente homogênea de tamanhos de grão, com diâmetro médio da ordem de 100 μm e uma pequena variação de tamanho de grão entre o centro e a borda do tarugo (a granulometria no centro do tarugo é levemente mais fina) e a presença de uma fase alongada, mas não contínua, com maior incidência nos contornos de grão.

Na Figura 18 são sumarizados os resultados obtidos com auxílio de MEV no tarugo na condição bruto de solidificação. Com auxílio desta técnica foi possível confirmar as observações feitas com auxílio de MOLP e observar com maior aumento e detalhe a morfologia da segunda fase formada durante a solidificação do tarugo, confirmando que as diferenças entre o centro e as bordas do tarugo são pouco significativas.

A próxima etapa da análise foi realizada com auxílio de MEV-EDS. Várias partículas alongadas foram analisadas e a seguinte composição média (em % em massa) foi detectada: Al = 73,3%; Fe = 10,3%; Mn = 9,1%; Si = 6,3% e Mg = 1,0%. Considerando que esta fase se trata do β -AlFeMnSi é razoável supor que o tarugo foi homogeneizado pois as micrografias apresentam evidências de esferoidização da fase β .

Figura 18. Micrografias obtidas por microscopia óptica de luz polarizada no estado bruto de solidificação no centro (a,b,c) e na borda (d,e,f) do tarugo.

Figura 19. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura no estado bruto de solidificação no centro (a,b,c) e na borda (d,e,f) do tarugo.

Não foram encontradas evidências da presença de partículas isoladas de Si, conforme previsto (DONS et al., 1999) por modelo computacional

utilizado para uma liga com composição similar (Si = 1,0%; Fe = 0,18%; Mn = 0,53%; Mg = 0,65%), o que pode ser justificado pelas diferentes condições de solidificação utilizadas nos dois casos.

Foram realizadas medições de condutividade elétrica em 5 pontos na secção horizontal e em 5 pontos na secção longitudinal (sentido do vazamento do tarugo). A média das medidas de condutividade elétrica realizadas nos 10 pontos da amostra foi de 40,48 % IACS, equivalente a 23,47 mS/m. A dureza encontrada foi de 121,2 HV, média de 10 medições realizadas na amostra. A condutividade elétrica e dureza encontrados na literatura são de 26,2 mS/m e 107 HV para tarugo bruto de fundição (DAVIS, 2001). Possivelmente os valores da amostra difere um pouco da literatura por este estar no estado homogeneizado.

O difratograma obtido (Figura 19) mostra picos habituais de alumínio e praticamente ausência de picos de precipitados, o que é razoável para uma baixa fração volumétrica de segunda fase. Embora muito precisa, a técnica de difração de raios X apresenta limite de detecção pobre, por volta de 1 a 2% de fração volumétrica percentual (CULLITY, 1978).

Figura 20. Difratograma de raios X de amostra do tubo obtido com a radiação cobre $K\alpha$.

Em síntese, sobre a microestrutura do tarugo é possível afirmar que a solidificação da liga se inicia com a formação de dendritas de uma solução sólida Al-Mg-Si (vide diagrama de fases da Figura 1). O líquido

remanescente é enriquecido em Fe, Mn, Si e Mg. As baixas solubilidades do Fe, Si e Mn acarretam a formação da fase β nas regiões interdendríticas. Além disto, a Tabela 6 mostra que os teores de (Fe+Mn) da liga analisada é comparável ao teor de Mg, portanto a presença de numerosas partículas de fase β não é surpreendente. As partículas grosseiras e alongadas desta fase são dificilmente dissolvidas durante o tratamento térmico de homogeneização que precede a extrusão. Não foram detectadas evidências de microsegregação nas imagens de MEV com elétrons retroespalhados, mas isto se deve também às pequenas diferenças de número atômico entre o alumínio e os elementos magnésio e silício e à baixa solubilidade sólida do ferro no alumínio. Um estudo sistemático sobre a homogeneização desta liga não foi realizado neste trabalho e tampouco foi encontrado na literatura.

3.2 Caracterização microestrutural do tubo extrudado

Inicialmente foram realizadas medições de condutividade elétrica em 4 pontos na secção transversal e em 10 pontos na superfície externa ao longo do comprimento do tubo. Foram adicionalmente realizadas medidas em outros 6 pontos escolhidos aleatoriamente, totalizando 20 posições de medida. A média das medidas de condutividade elétrica realizadas em 20 posições da amostra foi de 47,4 % IACS, equivalente a 27,51 mS/m. O valor de condutividade elétrica da liga AA 6351 na condição T6 encontrado na literatura é de 46 % IACS (DAVIS, 2001).

A dureza encontrada foi de 97,8 HV. O valor de dureza encontrado na literatura para a liga AA 6351 na condição T6 (solubilizada e envelhecida artificialmente) é de 100 HV [3]. A variação de dureza ao longo da seção transversal foi pouco significativa, sendo a superfície externa ligeiramente mais dura que a interna (vide Figura 20). Ainda com relação às medidas de dureza, após tratamento térmico realizado a 470°C por 6 horas e a 480°C por 2 horas a dureza caiu para 58,8 HV e 65,8 HV, respectivamente. Portanto, tanto as medidas de condutividade elétrica, como as medidas de dureza, sugerem que o tubo como recebido encontrava-se na condição envelhecida, com propriedades similares às da têmpera T6.

Figura 21. Variação da dureza Vickers ao longo da espessura do tubo.

Na Figura 21 é apresentada a macrografia, mostrando a heterogeneidade na distribuição de tamanhos de grão ao longo da superfície externa do tubo. Esta zona periférica de grãos grosseiros recebeu atenção especial neste trabalho.

Figura 22. Macrografia da superfície externa (imagem superior) e superfície interna (imagem inferior) do tubo, após ataque com $\text{HCl} - \text{HNO}_3 - \text{H}_2\text{O}$.

A presença e as características dos precipitados presentes foram estudadas com auxílio de microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia de raios X por dispersão de energia (EDS). Na Figura 22 são apresentados os precipitados maiores, alinhados, com interfaces irregulares e parcialmente facetadas.

Figura 23. Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura, com dois aumentos diferentes, dos precipitados maiores observados na liga.

Uma análise mais detalhada da microestrutura utilizando MEV/EDS revelou a presença de três tipos de partícula (vide Figura 23). As partículas maiores já mencionadas e mostradas na Figura 22 continham Al, Fe, Mn e Si e são provavelmente partículas da fase α -Al(FeMn)Si. A presença dessas partículas é justificada pela concentração significativa de (Fe+Mn+Si) na liga (1,653%) e baixas solubilidades desses elementos no alumínio, especialmente do ferro e do silício. A fração volumétrica dessas partículas é pouco sensível aos tratamentos térmicos. Elas são originadas pela fragmentação e orientação na direção de extrusão das partículas alongadas observadas no tarugo na condição bruta de solidificação. As partículas escuras, grandes e bem menos frequentes, eram ricas em Al, Mg, Si e O. Essas partículas são pouco frequentes e também pouco sensíveis a tratamentos térmicos. Já as partículas claras e bem mais finas não tinham dimensões suficientes para serem analisadas com EDS, mas supostamente ricas em (Mg+Si), são sensíveis aos tratamentos térmicos e relacionadas com o processo de endurecimento por precipitação da liga.

Figura 24. Na parte superior esquerda da figura são apresentadas imagens das partículas com os três pontos selecionados para análise com EDS. Na parte superior direita é apresentado o espectro da partícula escura do tipo, identificada como ponto 1 (spot 1). Na parte inferior da figura é apresentado o espectro da partícula identificada como ponto 2 (spot 2). O ponto 3 (spot 3) apresentou a mesma composição do ponto 2.

Com auxílio de microscopia óptica de luz polarizada foi possível detectar a presença (vide Figura 24) de uma zona periférica de grãos grosseiros (Peripheral Coarse Grain; PCG) nas proximidades das superfícies externa e interna do tubo. A espessura da camada de grãos grosseiros, que não era contínua, varia de 200 a 600 µm. A formação de PCG está fortemente ligada à taxa de deformação. Na extrusão as paredes externas e internas são regiões com maiores taxas de deformação, ocorrendo, portanto, nessas regiões acúmulo de energia armazenada na forma de defeitos cristalinos, aumento de temperatura e maior tendência à ocorrência de recristalização (VAN GEERTRUYDEN et al., 2005)(EIVANI; ZHOU; DUSZCZYK, 2016).

Figura 25. Microscopia óptica com luz polarizada após anodização com reagente de Barker: (a) superfície externa (aumento 20X); (B) região central da espessura (aumento 50X).

Em seguida, foi realizado um estudo com auxílio de EBSD visando detectar eventuais diferenças cristalográficas (microtextura), diferenças de orientação entre microrregiões vizinhas (mesotextura) e determinação de tamanho médio de grão em três regiões da secção transversal do tubo: externa; central e interna. Alguns resultados referentes às análises de EBSD são apresentados na Figura 25.

Figura 26. Análises por EBSD em duas regiões da secção transversal do tubo como recebido: região central (imagem superior) e superfície interna (imagem inferior). Os aumentos das imagens não são iguais, conforme ilustram as barras, na parte inferior esquerda das figuras.

A simples análise visual das cores (cada cor representa uma orientação cristalográfica) das figuras do lado esquerdo do leitor na Figura 25 mostra que a textura varia ao longo da secção transversal do tubo. Ainda na Figura 25, do lado direito do leitor, são apresentadas análises do grau de desorientação entre os contornos de grão (mesotextura). Os contornos e subcontornos foram divididos em três classes de diferenças de orientação: entre 2 e 5° (linhas vermelhas); entre 5 e 15° (linhas verdes) e entre 15 e 180° (linhas azuis).

Na Tabela 7 são apresentados resultados de mesotextura obtidos em três regiões do tubo: superfície externa; central e superfície interna.

Tabela 7. Análise da diferença de orientação entre contornos (mesotextura) em três regiões da secção transversal do tubo: superfície externa; central e superfície interna

Diferença de orientação	Cor da linha ou contorno	Superfície externa	Centro	Superfície interna
2 a 5°	vermelha	20,3%	31,4%	15,5%
5 a 15°	verde	14,2%	26,5%	19,6%
15 a 180°	azul	65,4%	42,1%	64,9%

A análise dos resultados apresentados na Tabela 7 revelou que nas superfícies do tubo 65% dos contornos eram de alto ângulo enquanto que na região central apenas 42% eram de alto ângulo. Além disto, a presença de contornos de baixo ângulo era mais acentuada na região central. Isto sugere que as superfícies interna e externa estão mais recristalizadas que o centro da amostra, embora as medidas de dureza e de condutividade elétrica nessas regiões não tenham apresentado diferenças significativas. Nas regiões externa e interna do tubo, o grau de deformação (potencial termodinâmico para a recristalização) e o aumento de temperatura devido ao atrito durante a extrusão são maiores, ambos fatores contribuindo para uma recristalização mais acentuada e consequentemente para um maior amolecimento.

A média dos tamanhos de grãos na superfície externa, centro e superfície interna foi de 16,7 μm , 34,7 μm e 20,5 μm , respectivamente. Isto evidencia um maior acúmulo de defeitos cristalinos nessas regiões, com a formação de um número maior de núcleos de recristalização e menor tamanho de grão recristalizado nas regiões externa e interna, em comparação com o centro do tubo, onde o tamanho de grão é maior e ainda remanesce uma fração maior de contornos de baixo ângulo ou subcontornos.

Os resultados de difração de raios X (Figura 26) mostram picos habituais de alumínio e outros picos menos intensos identificados como sendo AlFeSi e Mg_2Si .

Figura 27. Difratograma de raios X de amostra do tubo obtido com a radiação cobre $K\alpha$.

Em síntese, sobre a microestrutura do tubo extrudado é possível afirmar que durante a extrusão ocorreu a fragmentação e alinhamento na direção de extrusão dos precipitados primários (formados durante a solidificação). Ocorreu também significativo refino de grão e a formação de uma zona periférica de grãos grosseiros, que é muito frequente em produtos extrudados de ligas da série 6XXX.

3.3 Caracterização microestrutural do tubo extrudado (solubilizado)

A amostra solubilizada a 505°C por 6 horas e resfriada em água foi caracterizada com os mesmos métodos e equipamentos que a amostra (tubo) como recebida.

A condutividade elétrica encontrada para a amostra solubilizada foi de 43%IACS, mais baixo que a condutividade da peça recebida, no estado T6.

A dureza encontrada para amostra solubilizada foi de 67,5HV sendo a superfície externa ligeiramente mais dura que a superfície interna (vide Figura 27), assim como foi encontrado na amostra como recebida.

Tanto a dureza quanto a condutividade, como esperado, apresentaram valores menores para a amostra solubilizada comparando-se com a amostra no estado T6.

Figura 28. Variação da dureza ao longo da espessura do tubo da amostra solubilizada.

A micrografia com luz polarizada da amostra solubilizada (Figura 28) apresenta PCG tanto na superfície interna quanto na externa. Não há como afirmar se os grãos do PCG aumentaram ou diminuíram pois não se tratam das mesmas regiões avaliadas anteriormente.

Figura 29. Micrografia polarizada com aumento de 200x da amostra solubilizada - superfície externa (esquerda) e interna (direita).

As imagens obtidas no EBSD mostram novamente que as superfícies externas e internas (vide Figura 29) possuem orientações cristalográficas mais próximas entre si e diferem ligeiramente da região do centro.

Figura 30. Análise por EBSD da superfície externa (a e d), centro (b e e) e superfície interna (c e f) da amostra solubilizada.

As mesotexturas (diferenças de orientação entre grãos e/ou subgrãos vizinhos) obtidas nas três regiões do perfil, superfície externa, central e superfície interna estão apresentadas na Tabela 8. Os resultados mostram que, comparados à amostra como recebida, a fração de contornos de baixo ângulo predominou em todas as três regiões. Após a solubilização houve uma transformação dos contornos de alto ângulo em contornos de baixo ângulo. Este comportamento é inesperado e deverá ser investigado futuramente com maior detalhe.

Tabela 8. Análise da diferença de orientação entre contornos (mesotextura) em três regiões da secção transversal do tubo: superfície externa; central e superfície interna da amostra solubilizada

Diferença de orientação	Cor da linha ou contorno	Superfície externa	Centro	Superfície interna
2 a 5°	vermelha	51,4%	53,8%	53,2%
5 a 15°	verde	12,2%	13,6%	13,4%
15 a 180°	azul	36,5%	32,6%	33,4%

O tamanho médio de grãos é de 22µm para superfície externa, 24,9 µm para o centro e 15,8 µm para superfície interna. Assim como a amostra recebida, a região do centro possui grãos ligeiramente maiores.

O resultado de difração de raios X para a amostra solubilizada (vide Figura 30) mostra de novo os picos característicos do alumínio assim como pequenos picos referentes a α -AlFeSi e Mg₂Si. Um dos picos de alumínio está ausente (apresenta intensidade muito baixa), indicando a presença de textura cristalográfica, e um dos picos menores referente ao α -AlFeSi também.

Figura 31. Difratoograma de raios X da amostra solubilizada (região central do tubo) obtido com a radiação cobre $K\alpha$

3.4 Tratamentos térmicos complementares

Com o objetivo de complementar as informações sobre a liga AA6351 foi realizada uma série de tratamentos térmicos de recozimento em forno mufla na faixa de 400 a 550°C e uma hora de duração, seguidos de resfriamento em água. Imediatamente após os tratamentos térmicos foram realizadas medidas (cinco medidas em cada amostra) de condutividade elétrica. O estado de partida (inicial) desta série foi a condição T6. Os resultados desta série de experimentos são sumarizados na Tabela 9, apresentada em seguida.

Tabela 9. Variação da condutividade elétrica (% IACS) em função da temperatura de recozimento com duração de 1 hora

Temperatura (°C)	Condutividade (% IACS)	Temperatura (°C)	Condutividade (% IACS)	Temperatura (°C)	Condutividade (% IACS)
Como recebido	47,82 ± 0,04	440	52,18 ± 0,04	520	45,56 ± 0,05
400	49,66 ± 0,05	480	47,52 ± 0,10	550	42,48 ± 0,04

Figura 32. Gráfico da variação da condutividade elétrica em função da temperatura de recozimento com duração de uma hora.

Os resultados da Tabela 9 indicam que quando a condutividade elétrica aumenta temos a precipitação do soluto e a queda na condutividade elétrica, a partir de cerca de 440°C, está associada com o aumento da concentração de átomos de soluto em solução sólida, ou seja, com a dissolução de precipitados. Como os precipitados da fase α -Al(FeMn)Si formados durante a solidificação da liga são mais estáveis, é razoável assumir (VERMOLEN; VUIK; SYBRAND VAN DER ZWAAG, 1998) que trata-se neste caso da dissolução dos precipitados finos causadores do endurecimento por precipitação e ricos em magnésio e silício (Mg_2Si).

4. CONCLUSÕES

Os resultados obtidos e as discussões e comparações dos mesmos com a literatura permitem concluir que:

- a) O tarugo na condição bruta de fundição apresentou microestrutura com grãos relativamente equiaxiais com distribuição relativamente homogênea com pouca variação ao longo do raio e diâmetro médio da ordem de 100 μm . Foi detectada a presença de uma fase intermetálica com morfologia alongada e rica em alumínio, ferro, manganês e silício, localizada preferencialmente nos contornos de grão, mas também no interior dos grãos.
- b) Durante a extrusão o tamanho de grão inicial foi reduzido para cerca de um quinto (da ordem de 20 μm) em comparação com a condição bruta de solidificação e a fase alongada rica em Al-Fe-Mn-Si presente na microestrutura após a solidificação, provavelmente $\beta\text{-Al(FeMn)Si}$, foi fraturada e redistribuída, com as partículas resultantes da fragmentação alinhadas na direção de extrusão.
- c) O tubo extrudado apresentou valores de dureza e de condutividade elétrica típicas da condição T6. Não foram detectados defeitos macroscópicos de extrusão. Foram detectados dois tipos de precipitados; um rico em Mg, Si e O e outro rico em Mn, Fe e Si. Um terceiro tipo, mais fino, não pode ser analisado por EDS. A distribuição de precipitados mostrou-se praticamente invariável ao longo da espessura. O mesmo não ocorreu com a distribuição de tamanhos de grão, com a orientação preferencial dos grãos (textura cristalográfica) e com fração de contornos de baixo ângulo (mesotextura).
- d) Foi detectada a presença de uma zona periférica de grãos grosseiros (Peripheral Coarse Grain; PCG) nas proximidades das superfícies externa e interna do tubo. A espessura da camada de grãos grosseiros, que não era contínua, variou de 200 a 600 μm .
- e) Tratamentos térmicos complementares realizados na faixa de 400 a 550°C em amostras retiradas do tubo na condição T6 e medidas de condutividade elétrica revelaram que a dissolução de partículas

associada à queda de condutividade elétrica tem início por volta de 440°C.

5. SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

Durante a realização desta dissertação observou-se que o número de publicações indexadas sobre a liga AA 6351 é relativamente pequeno, em comparação com outras ligas do grupo 6XXX (Al-Mg-Si). Além disto, esta dissertação, devido principalmente à exiguidade do tempo disponível, não conseguiu cobrir muitas lacunas importantes de conhecimento.

Listamos abaixo alguns estudos que poderão ser futuramente realizados na liga AA 6351:

- Estudo sistemático da homogeneização da liga, com ênfase nas cinéticas de diminuição da microsegregação e na dissolução de partículas primárias;
- Estudo sistemático da cinética e dos mecanismos de recristalização da liga para amplas faixas de graus de deformação e de temperaturas de recozimento;
- Continuação e detalhamento dos estudos realizados nesta dissertação com a técnica de EBSD, especialmente sobre a zona periférica de grãos grosseiros (Peripheral Coarse Grain; PCG), incluindo eventualmente a técnica de microscopia eletrônica de transmissão;
- Por fim, mas não menos importante, como existe um histórico de falhas em serviço de cilindros pressurizados confeccionados com esta liga (PRICE; IBRAHIM, 2003), recomenda-se que tubos da liga sejam submetidos a um amplo estudo de mecânica da fratura, procurando-se relacionar resultados de tenacidade à fratura com a microestrutura e o processamento do material (caracterização microestrutural e textura).

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALTAN, T.; OH, S.-I.; GEGEL, H. L. **Conformação de metais: fundamentos e aplicações**. São Carlos: EESC-USP, 1999.

Associação Brasileira de Alumínio - Estatísticas. Disponível em: <<http://abal.org.br/estatisticas>>. Acesso em: 23 jun. 2017.

BODAK, O.; CHAKRABORTI, N.; HARI KUMAR, K. C.; LUKAS, H.-L.; ROKHLIN, L. Al-Mg-Si (Aluminium - Magnesium - Silicon). **Light Metal Systems. Part 3**, 2005.

BRESCIANI FILHO, E.; ZAVAGLIA, C. A. C.; BUTTON, S. T.; GOMES, E.; NERY, F. A. C. **Conformação plástica dos metais**. 5. ed. Campinas: Editora Campinas, 2011.

CULLITY, B. D. **Elements of X-ray Diffraction**. 2nd. ed. Notre Dame: Addison-Wesley Publishing Company Inc., 1978.

DAVIS, J. R. Aluminum and Aluminum Alloys. **Light Metals and alloys**, v. 3, p. 351–416, 2001.

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. **Microscopia Eletrônica de Varredura - Aplicações e preparação de amostras**. Porto Alegre: Centro de Microscopia Eletrônica e Microanálise (CEMM) do IDEIA-PUCRS, 2007.

DEMIRCI, Y.; KELES, O.; ZORLU, Z.; M AYAN, S.; ÇAKIR, K. Peripheral Coarse Grain Formation in High Silicon Containing AlMgSi Alloys. In: 8th Aluminum Two Thousand Conference, Milan. **Anais...** Milan: 2013.

DONS, A. L.; JENSEN, E. K.; LANGSRUD, Y.; TRØMBORG, E.; BRUSETHAUG, S. The alstruc microstructure solidification model for industrial aluminum alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 30, n. 8, p. 2135–2146, 1999.

EIVANI, A. R.; ZHOU, J.; DUSZCZYK, J. Mechanism of the formation of peripheral coarse grain structure in hot extrusion of Al-4.5Zn-1Mg. **Philosophical Magazine**, v. 96, n. 12, p. 1188–1196, 2016.

ERNST, F. **Precipitation Hardening of Al – Si – Mg Alloys**, 2004. .

GLAZOFF, M. V.; ZOLOTOREVSKY, V. S.; BELOV, N. A. **Casting**

Aluminum Alloys. Moscow: Elsevier, 2007.

GÜZEL, A.; JÄGER, A.; PARVIZIAN, F.; LAMBERS, H. G.; TEKKAYA, A. E.; SVENDSEN, B.; MAIER, H. J. A new method for determining dynamic grain structure evolution during hot aluminum extrusion. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 212, n. 1, p. 323–330, 2012.

HELMAN, H.; CETLIN, P. R. **Fundamentos da conformacao mecanica dos metais.** São Paulo: Artliber, 2005.

HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and Related Annealing Phenomena: Second Edition.** 2. ed. New South Wales: Elsevier, 2004.

JINAN, W. T. **Efeito das variáveis de processo na estrutura de grão do alumínio 6061.** 2013. Universidade Federal do ABC, 2013.

JOHNSEN, T.; DAHL, N.; HENRIKSEN, B. R.; JENSEN, E. K. Precipitation of Mg_2Si in AlMgSi alloys during cooling from homogenization temperature,. In: PROCEEDINGS OF INTERNATIONAL ALUMINIUM EXTRUSION TECHNOLOGY SEMINAR, Chicago. **Anais...** Chicago: Aluminum Extruders Council, 1996.

KUIJPERS, N. C. W.; VERMOLEN, F. J.; VUIK, K.; ZWAAG, S. Van Der. A Model of the b-AlFeSi to α -Al(FeMn) Si Transformation in Al– Mg– Si Alloys. **Materials Transactions**, v. 44, n. 7, p. 1448–1456, 2003.

LUO, H.; SIETSMA, J.; ZWAAG, S. Van Der. Effect of Inhomogeneous Deformation on the Recrystallization Kinetics of Deformed Metals. **ISIJ International**, 2004.

MILKEREIT, B.; GIERSBERG, L.; KESSLER, O.; SCHICK, C. Isothermal time-temperature-precipitation diagram for an aluminum alloy 6005A by in situ DSC experiments. **Materials**, v. 7, n. 4, p. 2631–2649, 2014.

PADILHA, A. F.; SICILIANO JR., F. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura.** 3. ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2005.

POLMEAR, I. **Light Alloys - From traditional alloys to nanocrystals.** 4th. ed. Melbourne: Butterworth-Heinemann, 2005.

PRICE, J. W. H.; IBRAHIM, R. N. Cracking in Aluminum Gas Cylinders : A Review Cracking in Aluminum Gas Cylinders: A Review. **ASM**

International, v. 3, n. 6, p. 47–55, 2003.

PRIYA, P.; JOHNSON, D. R.; KRANE, M. J. M. M. Numerical Study of Microstructural Evolution During Homogenization of Al-Si-Mg-Fe-Mn Alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 47, n. 9, p. 4625–4639, 2016.

REDDY, M. V. N.; REDDY, M. N.; KUMAR, K. V.; GARRE, P. Experimental investigation of tensile strength on Al 6361 to the aerospace structural applications. International Journal of Mechanical Engineering and Technology. **International Journal of Mechanical Engineering and Technology (IJMET)**, v. 5, n. 2, p. 110–114, 2014.

ROLLETT, A. D.; ALAMOS, L.; ARBOR, A. Computer Simulation in Non-Uniformly of Recrystallization Deformed Metals. **Engineering**, v. 31, n. 2, 1989.

ROLLETT, A. D.; SROLOVITZZ, D. J.; ANDERSON, M. P. Simulation and theory of abnormal grain growth - anisotropic grain boundary energies and mobilities. **Acta metall**, v. 37, n. 4, p. 1227–1240, 1989.

SAHA, P. K. **Aluminum Extrusion Technology**. 1. ed. Materials Park: ASM International, 2000.

SAMARAS, S. N.; HAIDEMENOPOULOS, G. N. Modelling of microsegregation and homogenization of 6061 extrudable Al-alloy. **Journal of Materials Processing Technology**, 2007.

STÜWE, H. P.; PADILHA, A. F.; SICILIANO JR., F. Competition between recovery and recrystallization. **Materials Science and Engineering: A**, v. 333, n. 1–2, p. 361–367, 2002.

TOTTEN, G. E.; MACKENZIE, D. S. **Handbook of Aluminum; Volume 1: Physical Metallurgy and Processes**. 2003. New York: Marcel Dekker, 2003.

VAN GEERTRUYDEN, W. H.; BROWNE, H. M.; MISIOLEK, W. Z.; WANG, P. T. Evolution of surface recrystallization during indirect extrusion of 6xxx aluminum alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 36, n. 4, p. 1049–1056, 2005.

VANDERMEER, R. A.; GORDON, P. The Influence of Recovery on

Recrystallisation in Aluminium. In: **Recovery and Recrystallisation of Metals**. New York: US Army of Ordnance Research, 1963. p. 211–238.

VERMOLEN, F.; VUIK, K.; SYBRAND VAN DER ZWAAG. A mathematical model for the dissolution kinetics of Mg_2Si phases in AlMgSi alloys during homogenisation under industrial conditions. **Materials Science and Engineering: A**, v. 254, p. 13–32, 1998.

World aluminum the website of the International Aluminium Institute - Primary Aluminum Production. Disponível em: <<http://www.world-aluminium.org/statistics/>>. Acesso em: 17 jul. 2017.

ZHU, H.; COUPER, M. J.; DAHLE, A. K. Effect of process variables on Mg-Si particles and extrudability of 6xxx series aluminum extrusions. **JOM**, v. 63, n. 11, p. 66–71, nov. 2011.