

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA AA6061
PROCESSADA POR DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA EM
TEMPERATURA CRIOGÊNICA**

Danielle Cristina Camilo Magalhães

São Carlos
2017

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA AA6061
PROCESSADA POR DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA EM
TEMPERATURA CRIOGÊNICA**

Danielle Cristina Camilo Magalhães

Tese apresentada ao Programa de
Pós-Graduação em Ciência e Engenharia
de Materiais como requisito parcial à
obtenção do título de DOUTORA EM
CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS.

Orientador: Dr. Vitor Luiz Sordi

Coorientadora: Dr^a. Andrea Madeira Kliauga

Agências Financiadoras: CNPq (Proc. 153181/2013-3) e FAPESP (Proc.
2014/15091-7)

São Carlos
2017

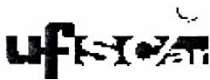
DEDICATÓRIA

Aos meus pais: Antônio Vamir Camilo (*in memoriam*) e Marli Ferreira Camilo, pelo esforço, dedicação e incentivo aos estudos em todos os momentos. Por eles cheguei até aqui, por eles seguirei adiante...

VITAE DA CANDIDATA

Mestre em Engenharia e Ciência de Materiais pela Universidade Estadual de Ponta Grossa - UEPG (2013).

Bacharel em Engenharia de Materiais pela Universidade Estadual de Ponta Grossa - UEPG (2011).



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

Folha de Aprovação

Assinaturas dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a Defesa de Tese de Doutorado da candidata Danielle Cristina Camilo Magalhães, realizada em 08/08/2017:

Prof. Dr. Vitor Luiz Sordi
UFSCar

Prof. Dr. Claudemiro Boffarini
UFSCar

Prof. Dr. Conrado Ramos Moreira Afonso
UFSCar

Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho
UEPG

Prof. Dr. Waldek Wladimir Bose Filho
USP

AGRADECIMENTOS

Este projeto de pesquisa de Doutorado segue a linha de pesquisa de deformação criogênica desenvolvida durante o meu Mestrado sob orientação do professor Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho (Universidade Estadual de Ponta Grossa – UEPG). Agradeço a ele pela amizade e pelos sábios conselhos e, em especial, pela confiança depositada em mim ao me indicar ao prof. Dr. Vitor Luiz Sordi para iniciar esta pesquisa de Doutorado.

Aos professores Dr. Vitor Luiz Sordi, Dr. Maurizio Ferrante e Dr^a. Andrea Madeira Kliauga, meus sinceros agradecimentos pela orientação, confiança e amizade, com quem tive o privilégio de partilhar ideias e receber atenção especial durante a elaboração deste trabalho.

Ao meu esposo, Thiago Malta Magalhães, que sempre me apoiou, incentivou, compreendeu e colaborou durante esta jornada.

À minha mãe Marli, pela dedicação e apoio, que sempre soube compreender minha ausência durante a realização deste curso.

A todos os professores do Departamento de Engenharia de Materiais da UFSCar e aos técnicos dos laboratórios que sempre foram muito prestativos, em especial ao José Luiz dos Santos pelo auxílio e paciência com tantos ensaios mecânicos e extrusões criogênicas e ao Rover Belo pela ajuda com as laminações. Aproveito, também, para agradecer ao professor Dr. Marcio Ferreira Hupalo da UEPG pela ajuda com as análises de mesotextura.

Aos amigos por todo companheirismo e bons momentos partilhados ao longo desta jornada. Tanto as novas amizades que surgiram durante este curso e que sempre deram apoio em diversas etapas, quanto aos antigos amigos que ficaram em outro estado, entenderam minha ausência e colaboraram muito durante este período.

Ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais - PPGCEM pela oportunidade de desenvolvimento deste curso de Doutorado.

Ao CNPq pela bolsa de Doutorado concedida e a FAPESP pelo apoio financeiro.

A todos que direta ou indiretamente contribuíram para a realização e que involuntariamente não foram nominados.

"Que os vossos esforços desafiem as impossibilidades; lembrai-vos de que as grandes coisas do homem foram conquistadas do que parecia impossível."

(Charles Chaplin)

RESUMO

A ênfase do presente trabalho deu-se em duas frentes: caracterizar o comportamento mecânico da liga AA6061 em temperatura criogênica, e estudar a evolução microestrutural e de propriedades após deformação plástica severa criogênica. Amostras da liga AA6061 foram solubilizadas e submetidas a processos de laminação convencional, laminação assimétrica e extrusão em canal angular, tanto em temperatura ambiente quanto criogênica. Após os processamentos, tais amostras foram termicamente tratadas para precipitação a 25 °C e a 100 °C, por diferentes tempos. Quanto ao comportamento mecânico criogênico, observou-se a supressão da precipitação dinâmica, a qual permitiu também a deformação por extrusão sem trincamento. A resistência mecânica e alongamentos uniforme e total são sempre maiores a -196 °C do que em temperatura ambiente. A sensibilidade à taxa de deformação, apesar de possuir valores baixos, torna-se positiva para deformação criogênica, impactando diretamente na capacidade de deformação. Independentemente do processamento empregado, observou-se uma saturação das durezas em torno de 125 HV. As microestruturas após extrusão em canal angular criogênica apresentam-se bastante refinadas em relação ao material original, com tamanho médio de grão igual a 500 nm. Adicionalmente, observou-se uma distribuição de deformações mais homogênea no processamento criogênico, verificando-se a presença de grão muito finos, sugerindo recristalização. Os resultados de tração pós-processamento criogênico indicaram um aumento do alongamento uniforme na combinação com o envelhecimento artificial a 100 °C (48 horas). Quanto à resistência mecânica, os maiores valores foram observados para a extrusão em temperatura ambiente combinada com envelhecimento artificial. Além disso, houve recuperação estática durante o envelhecimento artificial, principalmente para as deformações criogênicas, as quais geram microestruturas termodinamicamente mais instáveis. A densidade de discordâncias, de fato, diminui com o prolongamento do tempo de envelhecimento artificial. Dessa forma, o presente trabalho constituiu-se de um estudo dirigido do comportamento mecânico criogênico da liga AA6061, bem como da possibilidade de processamento por deformação severa criogênica.

Palavras-chave: Alumínio AA6061; Deformação plástica severa criogênica; Comportamento mecânico criogênico; Extrusão em canal angular; Precipitação.

MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF AA6061 ALLOY PROCESSED BY SEVERE PLASTIC DEFORMATION AT CRYOGENIC TEMPERATURE

ABSTRACT

The present work aimed two fronts: to characterize the mechanical behavior of the AA6061 alloy at cryogenic temperature, and to study the microstructural and properties evolution after cryogenic severe plastic deformation. Samples of AA6061 alloy were solution heat-treated and processed by conventional rolling, asymmetric rolling and equal-channel angular pressing (ECAP), both at room temperature and cryogenic temperature. After processing, such samples were treated for precipitation at 25 °C and at 100 °C, for different times. On the cryogenic mechanical behavior it was observed the suppression of the dynamic strain aging, which also allowed the ECAP processing without cracking. Uniform and total elongation and mechanical strength were always higher at -196 °C than at room temperature. The strain-rate sensitivity, despite having low values, becomes positive for cryogenic deformation, directly affecting the deformation capacity. Regardless of the processing route employed, a saturation of the hardness around 125 HV has been seen. The microstructures after cryogenic ECAP were very refined in relation to the starting material (average grain size up to 500 nm). In addition, it was observed a homogeneous strains distribution after cryogenic processing, with detection of several new fine grains from grain boundaries, which suggests recrystallization. The tensile tests results, after cryogenic processing in combination with artificial aging at 100 °C (48 hours), indicated an increase in uniform elongation. Regarding mechanical strength, the highest values were observed for extrusion at room temperature combined with artificial aging. In addition, there was to some static recovery during artificial aging, especially for cryogenic processing, which generates thermodynamically unstable microstructures. The density of dislocations, in fact, decreases with the prolongation of artificial aging time. Thus, the present study was based on a study of the cryogenic mechanical behavior of the AA6061 alloy, as well as the possibility of processing by cryogenic severe deformation.

Key-words: Aluminum AA6061; Cryogenic Severe Plastic Deformation; Cryogenic Mechanical Behavior; Equal-Channel Angular Pressing; Aging.

PUBLICAÇÕES

- **MAGALHÃES, D. C. C.**; KLIAUGA, A. M.; FERRANTE, M.; SORDI, V. L. Cryogenic rolling applied to aluminum, copper and brass: microstructure and mechanical strength. In: 21º Congresso Nacional de Ciência e Engenharia de Materiais, 2014, Cuiabá - MT. Anais do 21º Congresso Brasileiro de Ciência e Engenharia de Materiais - CBECIMAT, 2014.
- PRATTI, A. L.; **MAGALHÃES, D. C. C.**; SORDI, V. L. Caracterização Mecânica e Microestrutural de Cobre Submetido à Conformação Cíclica em Matriz Fechada (CCMF). In: 22º Congresso de Iniciação Científica, 2014, São Carlos - SP. Anais de Eventos da UFSCar, 2014.
- **MAGALHÃES, D. C. C.**; SORDI, V. L.; FERRANTE, M. Propriedades mecânicas em temperatura criogênica da liga AA6061. In: Congresso Brasileiro de Ciência e Engenharia de Materiais - CBECIMAT, 2016, Natal. Anais do 22º CBECIMAT, 2016.
- **MAGALHÃES, D. C. C.**; SORDI, V. L.; FERRANTE, M. Estudo comparativo entre a laminação convencional e a laminação assimétrica da liga AA6061: efeitos na microestrutura e propriedades mecânicas. In: Congresso Brasileiro de Ciência e Engenharia de Materiais - CBECIMAT, 2016, Natal. Anais do 22º CBECIMAT, 2016.
- **MAGALHÃES, D. C. C.**; KLIAUGA, A. M.; FERRANTE, M.; SORDI, V. L. Plastic deformation of FCC alloys at cryogenic temperature: the effect of stacking-fault energy on microstructure and tensile behaviour. *Journal of Materials Science (Dordrecht. Online)*, v. 52, p. 7466-7478, 2017.
- **MAGALHÃES, D. C. C.**; KLIAUGA, A. M.; FERRANTE, M.; SORDI, V. L. Microstructure, accumulated strain, and mechanical behavior of AA6061 Al alloy severely deformed at cryogenic temperatures. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, v. 194, p. 012027, 2017.

SUMÁRIO

FOLHA DE APROVAÇÃO.....	i
AGRADECIMENTOS	iii
RESUMO.....	vii
ABSTRACT	ix
PUBLICAÇÕES.....	xi
SUMÁRIO.....	xiii
ÍNDICE DE TABELAS	xv
ÍNDICE DE FIGURAS	xvii
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS	xxv
LISTA DE SÍMBOLOS.....	xxvii
1 INTRODUÇÃO.....	1
2 OBJETIVOS	3
2.1 Objetivos gerais	3
2.2 Objetivos específicos.....	3
3 REVISÃO DE LITERATURA	5
3.1 Alumínio e suas ligas.....	5
3.2 A liga AA6061	7
3.2.1 Propriedades físicas e mecânicas da liga AA6061	9
3.2.2 Sequência de precipitação na liga AA6061	10
3.3 Tratamentos Térmicos em Ligas de Alumínio	13
3.3.1 Designação dos Tratamentos Térmicos em Ligas de Alumínio	14
3.3.2 Homogeneização.....	15
3.3.3 Envelhecimento Natural.....	16
3.3.4 Envelhecimento Artificial.....	20
3.4 Endurecimento por deformação a frio.....	23
3.4.1 Estado encruado.....	23
3.4.2 Deformação Plástica Severa	29
3.4.3 Extrusão em Canal Angular	30
3.4.4 Deformação Criogênica	35
4 MATERIAIS E MÉTODOS.....	41
4.1 Material de partida	41
4.2 Procedimento Experimental.....	42

4.2.1	Tratamento Térmico de Solubilização e Têmpera.....	44
4.2.2	Tratamentos Térmicos de Envelhecimento	44
4.2.3	Laminações e Extrusão em Canal Angular	45
4.2.4	Análise Microestrutural.....	49
4.2.5	Ensaio Mecânico	51
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	53
5.1	Comportamento Mecânico Pré-Processamento.....	53
5.1.1	Evolução da dureza durante a precipitação da liga AA6061	53
5.1.2	Comportamento mecânico em temperatura criogênica.....	58
5.2	Microestrutura e Comportamento Mecânico Pós-Processamento	80
5.2.1	Rotas de processamento	80
5.2.2	Aparência macroscópica do extrudado	87
5.2.3	Microestruturas pós-ECA	88
5.2.4	Mapeamento de orientação cristalográfica	94
5.2.5	Mesotexturas de deformação.....	98
5.2.6	Ensaio de tração uniaxial	102
5.2.7	Difração de raios X e Densidade de discordâncias.....	104
5.2.8	Análises de DSC	113
5.3	Considerações Finais.....	115
6	CONCLUSÕES	125
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	127
8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	129

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1	– Sistema de classificação das ligas de alumínio trabalháveis baseado na composição química.....	6
Tabela 2	– Sistema de classificação das ligas de alumínio para fundição baseado na composição química.....	7
Tabela 3	– Limites de composição química da liga AA6061.....	8
Tabela 4	– Propriedades físicas da liga AA6061 na condição T6 ^(a)	9
Tabela 5	– Propriedades mecânicas da liga AA6061 a 25 °C em diferentes condições microestruturais.....	10
Tabela 6	– Informações cristalográficas das principais fases encontradas na liga AA6061.....	12
Tabela 7	– Resumo das designações e sequência de tratamentos aplicados às ligas de alumínio.....	14
Tabela 8	– Composição química da liga AA6061 utilizada no presente trabalho.....	41
Tabela 9	– Nomenclaturas das rotas de processamento adotadas para a liga AA6061.....	48
Tabela 10	– Resumo dos principais parâmetros obtidos das curvas de K-M para a liga AA6061.....	68
Tabela 11	– Resumo das propriedades mecânicas (valores nominais) em tração uniaxial da liga AA6061 na condição de SSSS.....	73
Tabela 12	– Resumo das propriedades mecânicas da liga AA6061 em diferentes condições de processamento.....	103
Tabela 13	– Parâmetros obtidos da curva de DSC da liga AA6061.....	114
Tabela 14	– Resumo dos principais parâmetros obtidos das curvas de K-M pós-processamento.....	122

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 3.1	– Curva de DSC da liga AA6061 iniciada no estado solubilizado com as indicações dos principais picos.....	11
Figura 3.2	– Curva de dureza em função do tempo de envelhecimento natural a 25 °C da liga AA6061.....	17
Figura 3.3	– Representação esquemática das distorções causadas na rede cristalina pela presença de precipitados com interfaces: (a) coerente; (b) coerente com distorção; (c) semi-coerente; e (d) incoerente.....	18
Figura 3.4	– Imagem de MET em campo claro e respectivo padrão de difração de área selecionada no eixo de zona [001], obtido na liga Al-0,7Mg-0,33Si após envelhecimento natural por 70 dias.....	19
Figura 3.5	– Curvas de limite de escoamento em função do tempo de envelhecimento artificial após a solubilização da liga AA6061, em diferentes temperaturas.....	21
Figura 3.6	– Em (a) imagem de MET em campo claro mostrando a fase β no eixo de zona [011]Al; e em (b) o respectivo padrão de difração de área selecionada. Notar as linhas (“ <i>streaks</i> ”) nas direções [100] e [010], indicando precipitados alongados em $\langle 100 \rangle$ da matriz de alumínio.....	22
Figura 3.7	– Gráfico tensão x deformação mostrando os três estágios do encruamento para um monocristal de estrutura cristalina CFC.....	25
Figura 3.8	– Representação esquemática do arranjo de discordâncias no interior dos grãos de materiais com (a) baixa EDE; e (b) alta EDE.....	26
Figura 3.9	– Variação da resistência mecânica com o tamanho de partícula, definindo o regime de deformação de partículas de segunda fase.....	27

Figura 3.10	– Fase γ' (Ni_3Al) cisalhada por inúmeras discordâncias, na liga $\text{Ni}_{19}\text{Cr}_{69}\text{Al}$, envelhecida a 750 °C por 540 horas com 2% de deformação. Imagem obtida por MET.....	28
Figura 3.11	– Em (a) representação esquemática do mecanismo de Orowan. Com a aplicação de uma força “F”, a discordância curva-se entre as partículas com distância “ λ ”, formando um anel. Após a passagem, ocorre a recombinação das discordâncias; e em (b) imagem de MET mostrando anéis de discordâncias ao redor de partículas Ni_3Si em um monocristal de Ni-6\%Si	29
Figura 3.12	– Em (a) representação esquemática do processo de ECA mostrando o plano de cisalhamento entre os elementos 1 e 2 na mudança de direção de extrusão da amostra; e em (b) os elementos 1 e 2, antes e após ECA, respectivamente.....	31
Figura 3.13	– Representação esquemática de três condições de geometria de matriz em ECA. Em (a) $\Psi = 0^\circ$; (b) $\Psi = (\pi - \Phi)^\circ$; e (c) $0^\circ < \Psi < (\pi - \Phi)^\circ$	32
Figura 3.14	– Variação da deformação equivalente em função da alteração dos parâmetros Φ e Ψ , com um passe em ECA.....	33
Figura 3.15	– Representação esquemática das quatro rotas fundamentais adotadas em ECA.....	34
Figura 3.16	– Propriedades mecânicas em tração uniaxial da liga AA6061 em diferentes temperaturas.....	36
Figura 4.1	– Organograma da sequência de caracterizações e tratamentos térmicos do material inicial.....	42
Figura 4.2	– Organograma da sequência adotada no estudo da deformação severa em temperatura ambiente e criogênica da liga AA6061...	43
Figura 4.3	– Representação esquemática dos rolos com diferentes diâmetros utilizados na laminação assimétrica. Cada número indica a região do laminador descrita a seguir: 1 – mancais de rolamento; 2 – conexões de acionamento; 3 – superfície de laminação 1:2; e 4 – superfície de laminação 1:1,5.....	46
Figura 4.4	– Ilustração dos parâmetros de geometria da matriz de ECA utilizada no presente trabalho.....	46

Figura 4.5	– Ilustração esquemática do processamento por Crio-ECA, mostrando o conjunto posicionado no interior de uma câmara criogênica e indicando a posição de inserção do termopar tipo T	47
Figura 4.6	– Representação esquemática das rotas de processamento adotadas para a liga AA6061, indicando as etapas de solubilização e têmpera, deformação plástica em diferentes temperaturas e posterior precipitação.....	48
Figura 4.7	– Representação esquemática indicando em cinza o plano Y para o caso das amostras após ECA (à esquerda) e laminações (à direita). Neste plano foram removidas amostras para caracterização microestrutural.....	49
Figura 4.8	– Representação esquemática da geometria dos corpos de prova utilizados nos ensaios de tração uniaxial. As medidas mostradas na ilustração estão em milímetros.....	52
Figura 5.1	– Variação da dureza Vickers com o tempo de envelhecimento natural (T4) para a liga AA6061.....	53
Figura 5.2	– Variação da dureza Vickers ao longo dos tratamentos térmicos de envelhecimento artificial da liga AA6061.....	55
Figura 5.3	– Fração transformada em função do tempo de envelhecimento a partir das durezas da liga AA6061 em diferentes condições de tratamento de precipitação: (a) envelhecimento natural; (b) envelhecimento artificial a 100 °C e (c) envelhecimento artificial a 170 °C. A linha tracejada indica a fração e o tempo equivalentes a 50% de transformação.....	57
Figura 5.4	– Curvas de tensão verdadeira por deformação verdadeira da liga AA6061 submetida a ensaio de compressão uniaxial, com diferentes condições de tratamentos térmicos. Entre parênteses são apresentadas as temperaturas de ensaio: TA = temperatura ambiente (linhas contínuas); TC = temperatura criogênica (linhas tracejadas). Taxa de deformação: 10^{-3} s^{-1}	59
Figura 5.5	– Ampliação da porção inicial da curva de tensão verdadeira por deformação verdadeira da liga AA6061 na condição de SSSS,	

	submetida a ensaio de compressão uniaxial em TA. Taxa de deformação: 10^{-3} s^{-1}	60
Figura 5.6	– Variação do limite de escoamento nominal e da tensão máxima nominal (em $\epsilon = 0,5$) em função dos diferentes tratamentos térmicos aplicados previamente às amostras deformadas por compressão uniaxial em temperatura ambiente e criogênica.....	62
Figura 5.7	– Variação do expoente de encruamento da liga AA6061 submetida a diferentes tratamentos térmicos prévios ao ensaio de compressão uniaxial em temperaturas ambiente e criogênica.....	64
Figura 5.8	– Curvas de K-M da liga AA6061 submetida à compressão uniaxial em diferentes condições de temperatura e tratamento térmico: (a) SSSS; (b) T4; (c) T6-100 (96 horas); e (d) T6-170 (18 horas). TA = temperatura ambiente e TC = temperatura criogênica. As linhas tracejadas azuis indicam a região do estágio III de deformação plástica.....	68
Figura 5.9	– Curvas de tração uniaxial nominais e verdadeiras da liga AA6061 no estado de SSSS: (a) ensaio em temperatura ambiente (TA); (b) ensaio em temperatura criogênica a $-100 \text{ }^\circ\text{C}$ (TC-100); e (c) em temperatura criogênica a $-196 \text{ }^\circ\text{C}$ (TC).....	72
Figura 5.10	– Variação de propriedades mecânicas em função da temperatura de ensaio e da taxa de deformação obtidas em tração uniaxial da liga AA6061 no estado de SSSS: (a) alongamento uniforme; (b) limite de escoamento; (c) limite de resistência à tração.....	75
Figura 5.11	– Variação da sensibilidade à taxa de deformação da liga AA6061 no estado de SSSS submetido a ensaios de tração uniaxial em diferentes temperaturas.....	77
Figura 5.12	– Variação do expoente de encruamento em função da taxa de deformação inicial no ensaio de tração uniaxial da liga AA6061 na condição de SSSS.....	79
Figura 5.13	– Curvas de dureza Vickers em função da deformação equivalente para LC, LA e ECA em temperaturas ambiente e criogênica.....	81

- Figura 5.14 – Variação da dureza Vickers com o tempo de envelhecimento na liga AA6061 após processamento em temperaturas ambiente e criogênica por: (a) LC ($\varepsilon = 2,0$); (b) LA ($\varepsilon = 2,0$); (c) ECA ($\varepsilon = 4,2$). T4 = envelhecimento natural (25 °C) e T6 = envelhecimento artificial (100 °C)..... 83
- Figura 5.15 – Aparência macroscópica típica das amostras de AA6061 após seis passes ECA em diferentes temperaturas, a partir do estado SSSS. DN = direção normal; DE = direção de extrusão..... 87
- Figura 5.16 – Microestruturas observadas em microscópio óptico da liga AA6061: (a) sem deformação, após solubilização + T4 (> 200 h); e após ser submetida à deformação por ECA em temperatura ambiente, rota Bc: (b) 2 passes (2X + T4), (c) 4 passes (4X + T4) e (d) 6 passes (6X + T4). As setas brancas indicam as bandas de deformação. Ataque eletrolítico com reagente de Barker e observação sob luz polarizada..... 90
- Figura 5.17 – Microestruturas observadas em microscópio óptico da liga AA6061 após ser submetida à deformação por ECA em temperatura criogênica, rota Bc: (a) 2 passes (2X + T4); (b) 4 passes (4X + T4); e (c) 6 passes (6X + T4). As setas brancas indicam as bandas de deformação. Ataque eletrolítico com reagente de Barker e observação sob luz polarizada..... 92
- Figura 5.18 – Imagens de MET em campo claro e respectivas difrações de área selecionada da liga AA6061: (a) e (b) ECA + T6 (6X); (c) e (d) Crio-ECA + T6 (6X). A seta branca está indicando a direção de uma banda de deformação..... 93
- Figura 5.19 – Mapeamentos de orientação cristalográfica obtidos no ASTAR para ECA-6X + T6: (a) campo claro da região analisada com a indicação da área mapeada no retângulo vermelho; (b) mapeamento de orientação cristalográfica; (c) ângulos de desorientação referentes à linha 1; (d) ângulos de desorientação referentes à linha 2..... 95
- Figura 5.20 – Mapeamentos de orientação cristalográfica obtidos no ASTAR para Crio-ECA-6X + T6: (a) campo claro da região analisada

- com a indicação da área mapeada no retângulo vermelho; (b) mapeamento de orientação cristalográfica; (c) ângulos de desorientação referentes à linha 1; (d) ângulos de desorientação referentes à linha 2..... 97
- Figura 5.21 – Mapeamentos por EBSD da amostra submetida a ECA-6X seguido de envelhecimento artificial (T6), a 100 °C por 48 horas: (a) mapa do índice de qualidade (IQ) mostrando contornos de alto ângulo (preto) e baixo ângulo (vermelho); (b) mapa de figura de polo inversa (FPI) com um detalhe mostrando contornos de alto ângulo (preto) e baixo ângulo (amarelo). As setas brancas estão indicando as bandas de deformação..... 99
- Figura 5.22 – Mapeamentos por EBSD da amostra submetida a Crio-ECA-6X seguido de envelhecimento artificial (T6), a 100 °C por 48 horas: (a) mapa do índice de qualidade (IQ) mostrando contornos de alto ângulo (preto) e baixo ângulo (vermelho); (b) mapa de figura de polo inversa (FPI) com um detalhe mostrando contornos de alto ângulo (preto) e baixo ângulo (vermelho)..... 100
- Figura 5.23 – Ilustração esquemática mostrando um grão “antigo” delimitado pela linha tracejada, junto com os novos grãos formados que estão representados como hexágonos. Novos grãos finos que estão situados no contorno de grão “antigo” estão pintados de cinza..... 101
- Figura 5.24 – Curvas tensão de engenharia por deformação de engenharia para a liga AA6061 após ECA e Crio-ECA, tratadas pós-deformação. Temperatura de ensaio = 25 °C; taxa inicial de deformação = 10^{-3} s^{-1} . T4 = 25 °C, > 200 horas. T6 = 100 °C, 48 horas..... 103
- Figura 5.25 – Espectros de difração de raios X da liga AA6061 sem deformação e após deformação por ECA: (a) em temperatura ambiente, seguido de envelhecimentos; (b) em temperatura criogênica, seguido de envelhecimentos. Notar que entre parênteses estão indicados os tempos dos tratamentos T6 (100 °C)..... 106

Figura 5.26 – Exemplo de ajuste de um dos picos do espectro de difração de raios X da liga AA6061 utilizando a função de Voigt.....	109
Figura 5.27 – Gráficos do método gráfico de W-H modificado mostrando os parâmetros ΔK^2 em função de $K^2.C$ da liga AA6061: (a) ECA em temperatura ambiente de 1 a 6 passes + T4; (b) ECA em temperatura ambiente após 6X; (c) ECA em temperatura criogênica após 6X.....	111
Figura 5.28 – Resultados das medidas discordâncias pelo método de W-H modificado para a liga AA6061: (a) densidade de discordâncias de 0X a 6X em temperatura ambiente, seguido de T4; (b) densidade de discordâncias após 6X de ECA, TA e Crio, e tratamentos de precipitação.....	112
Figura 5.29 – Curva de DSC da liga AA6061 em diferentes condições de processamento.....	113
Figura 5.30 – Representação esquemática dos diversos fatores microestruturais que afetam a variação da resistência mecânica na liga AA6061.....	115
Figura 5.31 – Ensaio de tração em temperatura ambiente ($\epsilon = 10^{-3} s^{-1}$) para a liga AA6061 sem deformação (0X = SSSS) e envelhecidas (T4 e T6) após ECA. A curva 0X(TC) corresponde a um ensaio em temperatura criogênica (na condição SSSS) foi incluída para comparação.....	120
Figura 5.32 – Curvas de K-M após processamento por ECA e Crio-ECA, seguido dos respectivos tratamentos T4 e T6. As linhas tracejadas em preto indicam as regiões do estágio III de deformação plástica.....	121
Figura 5.33 – Tensões limite de escoamento em função da densidade de discordâncias para diferentes rotas de processamento da liga AA6061. O ponto 0X refere-se à amostra sem deformação com T4 ($t > 200$ h).....	122

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AA	<i>Aluminum Association</i>
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
CBA	Companhia Brasileira de Alumínio
CCC	Cúbica de Corpo Centrado
CFC	Cúbica de Face Centrada
DDW	Densas Paredes de Discordâncias (do inglês, <i>Dense Dislocation Walls</i>)
DE	Direção de extrusão (ECA)
DEMa	Departamento de Engenharia de Materiais
DN	Direção normal ao plano de extrusão (ECA)
DPS	Deformação Plástica Severa
DSA	Envelhecimento Dinâmico por Deformação (do inglês, <i>Dynamic Strain Aging</i>)
DSC	Calorimetria Exploratória Diferencial (do inglês, <i>Differential Scanning Calorimetry</i>)
EBSD	Difração de Elétrons Retroespalhados (do inglês, <i>Electron Backscatter Diffraction</i>)
ECA	Extrusão em Canal Angular
ECAP	Equal-Channel Angular Pressing
EDE	Energia de Defeito de Empilhamento
FEG	Field Emission Gun
FPI	Figura de Polo Inversa (do inglês, " <i>Inverse Pole Figure</i> " – IPF)
GNB	Contornos Geometricamente Necessários (do inglês, <i>Geometrically Necessary Boundaries</i>)
HB	Dureza Brinell
HC	Hexagonal Compacta

xxvi

HV	Dureza Vickers
HPT	Torção sob Alta Pressão (do inglês, <i>High-Pressure Torsion</i>)
IQ	Índice de Qualidade
K-M	Kocks-Mecking
LA	Laminação Assimétrica
LB	Contornos Lamelares (do inglês, <i>Lamellar Boundaries</i>)
LC	Laminação Convencional
LEDS	Estruturas de Discordâncias de Baixa Energia (do inglês, <i>Low-Energy Dislocation Structures</i>)
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
NL	Nitrogênio Líquido
PLC	Portevin-Le Chatelier (efeito)
RA	Redução de área na tração
SSSS	Solução Sólida Supersaturada
TA	Temperatura Ambiente (25 °C)
TC	Temperatura Criogênica (-196 °C)
TC-100	Temperatura Criogênica a -100 °C
UEPG	Universidade Estadual de Ponta Grossa
UFG	Grão ultrafino (do inglês, <i>Ultra-fine Grain</i>)
UFSCar	Universidade Federal de São Carlos
Zonas GP	Zonas de Guinier-Preston
W-H	Williamson-Hall (método de)

LISTA DE SÍMBOLOS

ε	Deformação verdadeira
ρ	Densidade de discordâncias
\vec{b}	Vetor de Burgers
L	Livre caminho médio das discordâncias
τ	Tensão necessária para dobrar uma discordância entre dois obstáculos
G	Módulo de cisalhamento
x	Distância média de separação entre partículas
ε_N	Deformação equivalente em ECA
N	Número de passes em ECA
Φ	Ângulo formado entre canais
Ψ	Ângulo de curvatura no ponto de intersecção dos canais
ε_{eq}	Deformação equivalente na laminação
r	Redução de espessura
ϕ	Parâmetro que calcula os efeitos de assimetria dos rolos
θ	Ângulo produzido pela rotação assimétrica dos rolos
$\sigma_{cluster}$	Endurecimento devido à presença de <i>clusters</i>
r	Raio do <i>cluster</i>
$f_{cluster}$	Fração volumétrica de <i>clusters</i>
V_v	Fração transformada
σ	Tensão
σ_y, σ_o	Tensão de escoamento
h_o	Coefficiente de endurecimento
m	Sensibilidade à taxa de deformação
$\dot{\varepsilon}$	Taxa de deformação plástica instantânea

$\dot{\epsilon}_0$	Taxa de deformação plástica inicial
C_s	Concentração de átomos de soluto na linha de discordância
C_m	Concentração de saturação de átomos de soluto na linha de discordância
C_0	Concentração nominal de soluto na matriz
D	Difusividade do soluto
A	Parâmetro de interação discordância-soluto
t	Tempo
k	Constante de Boltzmann
T	Temperatura absoluta
K	Coeficiente de resistência (equação de Hollomon)
n	Expoente de encruamento
α	Constante numérica (Kocks-Mecking)
M	Fator de Taylor
Θ	Taxa de encruamento
Θ_0	Máxima taxa inicial de encruamento
σ_u	Limite de resistência à tração
ϵ_t	Deformação total
ϵ_u	Deformação plástica uniforme
C	Coeficiente de endurecimento
\bar{v}	Velocidade média da discordância
λ	Comprimento de onda
β	Largura dos picos de difração de raios X
β_ϵ	Alargamento dos picos de difração devido à microdeformação
β_D	Alargamento dos picos de difração devido ao tamanho de grão
D'	Tamanho de cristalito

K	Fator de forma (adimensional)
β_1	Largura a meia altura após subtração da largura do aparelho
θ	Ângulo de difração de Bragg
M	Constante (relacionada com as discordâncias)
\bar{C}	Fator médio de contraste de discordâncias
O	Termo de elevada ordem relacionado com $(K^4 \cdot \bar{C}^2)$
C	Fator de contraste de discordâncias
$\Delta\sigma$	Varição da resistência mecânica
σ_{SS}	Endurecimento devido à solução sólida
σ_{RM}	Endurecimento devido ao refinamento microestrutural
σ_P	Endurecimento devido à precipitação
σ_p	Endurecimento devido à densidade de discordâncias
c	Concentração de átomos em solução sólida substitucional
σ_o	Tensão necessária para uma banda de escorregamento se propagar
k_y	Resistência que o contorno de grão exerce à passagem de uma banda de escorregamento

1 INTRODUÇÃO

As ligas de alumínio começaram a ser extensivamente empregadas em componentes estruturais, construções e transportes apenas no início do século XX. O metalurgista alemão Alfred Wilm descobriu acidentalmente o tratamento térmico de envelhecimento artificial em uma liga Al-Cu-Mg, hoje denominada genericamente como série 2xxx, ampliando as possibilidades de uso das ligas de alumínio. Foi somente três décadas mais tarde que os mecanismos envolvidos no endurecimento por precipitação foram finalmente explicados por Guinier e Preston em 1938.

As ligas Al-Mg-Si, denominadas de série 6xxx, foram desenvolvidas e empregadas a partir de 1920. As ligas pertencentes a esta série são usualmente empregadas em fins estruturais, sendo consideradas de elevada resistência mecânica, elevada resistência à corrosão, elevada soldabilidade e usinabilidade, além de facilmente recicláveis. Além disso, o alumínio apresenta baixa massa específica se comparado ao aço e, sendo assim, este conjunto de propriedades torna seu uso crescente no setor automobilístico.

A substituição de componentes em aço por similares em alumínio representa uma redução na massa total do veículo, o que se reflete em eficiência no consumo de combustível e redução na emissão de gases. Neste contexto, estão inseridas as ligas da série 6xxx, por apresentarem elevada ductilidade, necessária aos processos de conformação, e podendo ser termicamente tratadas para aumento da resistência mecânica sem sacrificar a segurança e o desempenho dos veículos, quando comparada ao aço.

Entretanto, na prática industrial, o envelhecimento natural acentuado apresentado por estas ligas constitui uma barreira, visto que nos posteriores tratamentos de envelhecimento artificial (conduzidos acima de 100 °C), as propriedades mecânicas podem ser afetadas negativamente. Além disso, o envelhecimento natural reduz a conformabilidade, resultando em dificuldades para a estampagem e forjamento. Estes efeitos causados pelo envelhecimento natural anterior ao artificial são alvo de diversos estudos, porém ainda são pouco compreendidos. Uma rota alternativa para contornar esta situação, seria a introdução de uma etapa intermediária envolvendo deformação plástica. Dessa forma, a cinética de precipitação artificial é afetada, o que pode representar uma alteração positiva das propriedades mecânicas, mesmo com pré-envelhecimento natural. No caso da

escolha de um processo de deformação plástica severa, somam-se ainda os efeitos relacionados com o intenso refinamento microestrutural, que se refletem diretamente nas propriedades mecânicas.

Neste contexto da obtenção de materiais com microestrutura altamente refinada, insere-se a deformação em baixas temperaturas, ditas criogênicas. Estudos indicaram que a laminação criogênica em ligas de alumínio da série 6xxx, combinada com adequado envelhecimento artificial, produziu microestruturas com precipitados nanométricos finamente dispersos, somados ao reduzido tamanho de grão e de subgrãos. Esta combinação gerou, na maioria dos casos, um aumento da resistência mecânica, aliada com a manutenção relativa da ductilidade.

O refino de grão até a escala submicrométrica (abaixo de 1 μm) é realizado empregando-se técnicas de Deformação Plástica Severa (DPS) como, por exemplo, o processo de Extrusão em Canal Angular (ECA). Neste processo pode-se acumular grandes deformações em metais e ligas, sendo que a redução drástica da temperatura também contribui neste sentido. Além disso, a ECA criogênica ainda foi pouco investigada e não existem registros na literatura do seu uso combinado com tratamentos posteriores de envelhecimento artificial em ligas de alumínio da série 6xxx.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivos gerais

A contribuição deste trabalho dá-se no sentido de desenvolver a rota de processamento por deformação severa criogênica e investigar os seus efeitos sobre o envelhecimento artificial da liga AA6061. Além disso, avaliar a influência desta rota de processamento na microestrutura e nas propriedades mecânicas. Espera-se contribuir para o entendimento da influência das baixas temperaturas de deformação nos fenômenos de precipitação e de alterações microestruturais na liga AA6061.

2.2 Objetivos específicos

O objeto de estudo deste trabalho é avaliar o comportamento mecânico em temperatura criogênica da liga AA6061, além do desenvolvimento e aplicação da ECA criogênica, com subsequentes tratamentos térmicos de envelhecimento artificial, avaliando-se a alteração microestrutural e de propriedades mecânicas. Além disso, procura-se definir uma rota de processamento utilizando a deformação criogênica e diferentes ciclos de tratamentos de precipitação.

3 REVISÃO DE LITERATURA

3.1 Alumínio e suas ligas

Na História, diversos metais e ligas como ouro, cobre, bronze e ferro foram utilizados na fabricação de ferramentas, armas, utensílios, esculturas e construções. O alumínio, apesar de ser o segundo metal mais abundante da crosta terrestre, atrás apenas do silício, teve sua exploração intensificada somente a partir do final do século XIX. O desenvolvimento do processo de redução a partir da alumina (óxido de alumínio, Al_2O_3) encontrada no mineral bauxita, conhecido como processo Hall-Heroult [1-3], foi fundamental para essa mudança no cenário do uso de alumínio.

O processo Hall-Heroult foi desenvolvido em 1886, independentemente por Charles Hall, nos EUA e Paul Heroult, na França [3]. Neste método, depois de purificada pelo processo Bayer, a alumina é dissolvida em criolita fundida (hexafluoraluminato de sódio, Na_3AlF_6), na qual a passagem de uma corrente elétrica permite sua redução eletrolítica, liberando oxigênio no ânodo (eletrodo de carbono), enquanto alumínio líquido é depositado no cátodo em elevadas temperaturas. Nesta etapa, podem ser adicionadas sucatas selecionadas para obtenção de uma grande variedade de ligas de alumínio [1-3].

As ligas são classificadas em dois grupos principais: ligas trabalháveis e ligas para fundição. As primeiras permitem a obtenção de produtos acabados e semi-acabados por meio de processos que envolvem deformação plástica, como laminação, extrusão e forjamento. Já as ligas para fundição são utilizadas na produção de peças por vazamento e solidificação do metal líquido em um molde adequado, com a forma próxima à final [1-3]. Cada um desses grupos possui subclassificações que são baseadas em mecanismos primários de desenvolvimento de propriedades, tais como a resposta aos tratamentos térmicos e mecânicos [1, 3, 4]. Assim, a *Aluminum Association* (AA) desenvolveu uma classificação para as séries de ligas de alumínio que é amplamente utilizada pela indústria, e consiste de uma sequência numérica que permite a identificação dos principais elementos de liga. As ligas de elevada pureza possuem um código específico formado por Pxxx, no qual os dígitos seguintes à letra "P" fazem referência à porcentagem decimal máxima das impurezas mais comuns e

importantes, isto é, ferro e silício [2-4]. Por exemplo, a liga denominada P0506 contém teores inferiores a 0,05% de ferro e 0,06% de silício.

A Tabela 1 mostra as diferentes séries das ligas de alumínio trabalháveis, as quais são identificadas por quatro dígitos que se referem à composição química.

Tabela 1 – Sistema de classificação das ligas de alumínio trabalháveis baseado na composição química

Série	Principais elementos de liga
1xxx	Alumínio de elevada pureza (> 99% em peso de Al)
2xxx	O cobre é o principal elemento de liga (Al-Cu)
3xxx	O manganês é o principal elemento de liga (Al-Mn)
4xxx	O silício é o principal elemento de liga (Al-Si)
5xxx	O magnésio é o principal elemento de liga (Al-Mg)
6xxx	O magnésio e o silício são os principais elementos de liga (Al-Mg-Si)
7xxx	O zinco é o principal elemento de liga, porém outros elementos como cobre, magnésio, cromo e/ou zircônio podem estar presentes (Al-Zn-Mg-Cu)
8xxx	O estanho e/ou lítio são os principais elementos de liga dessa série (Al-Sn/Al-Li)
9xxx	Reservada para uso futuro

Fonte: Adaptado pela autora de [2, 3].

Por outro lado, as ligas de alumínio para fundição recebem uma classificação composta de três dígitos seguidos de um valor decimal. O primeiro dígito da sequência, assim como para as ligas trabalháveis, é um número de 1 a 9. Já o decimal .0 é utilizado para os limites de composição das ligas fundidas, enquanto os decimais .1 e .2 são aplicados para as composições dos lingotes [2-4]. A Tabela 2 indica as séries usadas para as ligas para fundição.

Tabela 2 – Sistema de classificação das ligas de alumínio para fundição baseado na composição química

Série	Principais elementos de liga
1xx.x	Alumínio de elevada pureza (> 99% em peso de Al)
2xx.x	O cobre é o principal elemento de liga (Al-Cu)
3xx.x	O silício é o principal elemento de liga, porém pode conter cobre e magnésio (Al-Si-Mg, Al-Si-Cu, Al-Si-Mg-Cu)
4xx.x	O silício é o principal elemento de liga (Al-Si)
5xx.x	O magnésio é o principal elemento de liga (Al-Mg)
6xx.x	Reservada para uso futuro
7xx.x	O zinco é o principal elemento de liga, porém outros elementos como cobre, magnésio, cromo e/ou zircônio podem estar presentes (Al-Zn-Mg-Cu)
8xx.x	Outros elementos, como estanho e/ou lítio são os principais elementos de liga dessa série (Al-Sn/Al-Li)
9xx.x	Reservada para uso futuro

Fonte: Adaptado pela autora de [2, 3].

3.2 A liga AA6061

A liga AA6061 pertence à série 6xxx das ligas trabalháveis de alumínio, portanto o silício e o magnésio são os principais elementos de adição. Esta liga é amplamente utilizada na construção de torres, caminhões, canoas, vagões ferroviários, móveis, oleodutos, dentre outras aplicações estruturais em que sejam necessárias resistência mecânica intermediária, elevada soldabilidade e elevada resistência à corrosão [2-4]. A Tabela 3 mostra os limites de composição química aceitos para a liga AA6061.

Tabela 3 – Limites de composição química da liga AA6061

Elemento	% em peso (mínimo)	% em peso (máximo)
Magnésio	0,80	1,20
Silício	0,40	0,80
Ferro	-	0,70
Cobre	0,15	0,40
Manganês	-	0,15
Zinco	-	0,25
Cromo	0,04	0,35
Titânio	-	0,15
Outros	-	0,15
Alumínio		Balanço

Fonte: Adaptado de [3].

A presença de diferentes elementos em teores superiores ao limite de solubilidade da liga resulta na formação de segundas fases, as quais alteram substancialmente as propriedades mecânicas. Além disso, alguns elementos podem ser adicionados intencionalmente com finalidades variadas, como controle de crescimento de grão, aumento da usinabilidade, aumento do brilho, entre outras. O ferro, por exemplo, é uma impureza residual encontrada no alumínio que, normalmente, combina-se com alumínio e silício formando fases intermetálicas que podem contribuir no refino microestrutural [1, 3, 4]. O cobre, por sua vez, é responsável pela aceleração da precipitação, pela redução do tamanho dos precipitados e favorecimento de uma distribuição homogênea de partículas [2, 4]. Tanto o manganês como o cromo afetam a recristalização da liga no trabalho a quente, enquanto o manganês, em especial, reduz a solubilidade da fase β -Mg₂Si, contribuindo para uma distribuição mais homogênea dos precipitados na matriz [1, 4]. Já o cromo tem como função prevenir a recristalização durante o trabalho a quente e tratamentos térmicos

[3]. Finalmente, o titânio é adicionado em baixos teores para contribuir com o refino microestrutural durante a solidificação [1, 3].

3.2.1 Propriedades físicas e mecânicas da liga AA6061

A presença de diferentes fases na liga AA6061 altera substancialmente suas propriedades mecânicas e, também, pode exercer certa influência sobre algumas propriedades físicas, tais como condutividades elétrica e térmica e resistividade elétrica. Algumas das propriedades físicas da liga AA6061 estão listadas na Tabela 4.

Tabela 4 – Propriedades físicas da liga AA6061 na condição T6 ^(a)

Propriedade	Valores típicos
Massa específica	2,70 g/cm ³
Coeficiente de expansão térmica linear ^(b)	23,60 μm/m.°C
Calor específico	896 J/kg.K
Temperatura de fusão	580 – 650 °C
Condutividade térmica ^(c)	167 W/m.°C
Condutividade elétrica ^(c)	43%IACS
Resistividade elétrica ^(d)	0,04 Ω.mm ² /m

Fonte: Adaptado pela autora de [3].

Notas: ^(a) T6 refere-se à sequência de solubilização seguido de têmpera e envelhecimento artificial até a estabilização; ^(b) coeficiente de 20 a 100 °C; ^(c) a 25 °C; e ^(d) a 20 °C.

O conhecimento de tais propriedades é muito útil em um projeto, pois elas definem as condições de uso e aplicações da liga em questão, juntamente com as propriedades mecânicas, listadas na Tabela 5, a seguir.

Tabela 5 – Propriedades mecânicas da liga AA6061 a 25 °C em diferentes condições microestruturais

Propriedade	Recozido	Envelhecido naturalmente (T4)	Envelhecido artificialmente (T6)
Limite de resistência à tração (MPa)	125	240	310
Limite de escoamento	55	145	275
Alongamento total (%)	25	22	12
Dureza Brinnell (HB) ^(a)	30	65	95
Limite de resistência à fadiga (MPa) ^(b)	60	95	95
Módulo elástico (GPa)	69	69	69

Fonte: Adaptado pela autora de [3].

Notas: ^(a) esfera de 10 mm, carga de 500 kg com 30 segundos de aplicação; ^(b) correspondente à 5×10^8 ciclos.

Como pode ser observado na Tabela 5, as propriedades mecânicas são diretamente influenciadas por fatores microestruturais. Neste caso, no tratamento de envelhecimento natural (T4), existe uma grande quantidade de *co-clusters* de Mg e Si na matriz de alumínio, fazendo com que a resistência seja maior, comparado ao estado recozido [6, 8]. Por outro lado, no envelhecimento artificial, tem-se a presença da fase β'' , a qual faz com que a liga atinja níveis de resistência mais elevados [6, 8].

3.2.2 Sequência de precipitação na liga AA6061

Apesar da composição química da liga AA6061 englobar outros elementos além de magnésio e silício, a principal fase endurecedora é um binário destes elementos (β -Mg₂Si). Esta fase é descrita na literatura como resultado de diferentes sequências de precipitação. Os primeiros estudos detalhados sobre a sequência de precipitação foram conduzidos por Dutta e Allen [6], utilizando calorimetria exploratória diferencial (DSC, do inglês “*Differential Scanning Calorimetry*”) e propuseram a seguinte sequência:



Nesta sequência, SSSS refere-se à solução sólida supersaturada de átomos. Os *clusters* de Si são aglomerados de átomos formados nos primórdios da precipitação, sendo muito pequenos, sem estrutura cristalina definida e, portanto, não produzindo contraste em imagens de microscopia de eletrônica de transmissão (MET). As zonas GP são as zonas de Guinier-Preston, cuja estrutura cristalina é definida e sua estabilidade é maior em relação aos *clusters*. Outra sequência mais completa foi proposta posteriormente por Edwards e colaboradores [8], inserindo algumas novas etapas na formação da fase β -Mg₂Si. A Figura 3.1 mostra o DSC obtido para a liga AA6061, com as diferentes reações que ocorrem na precipitação [8].

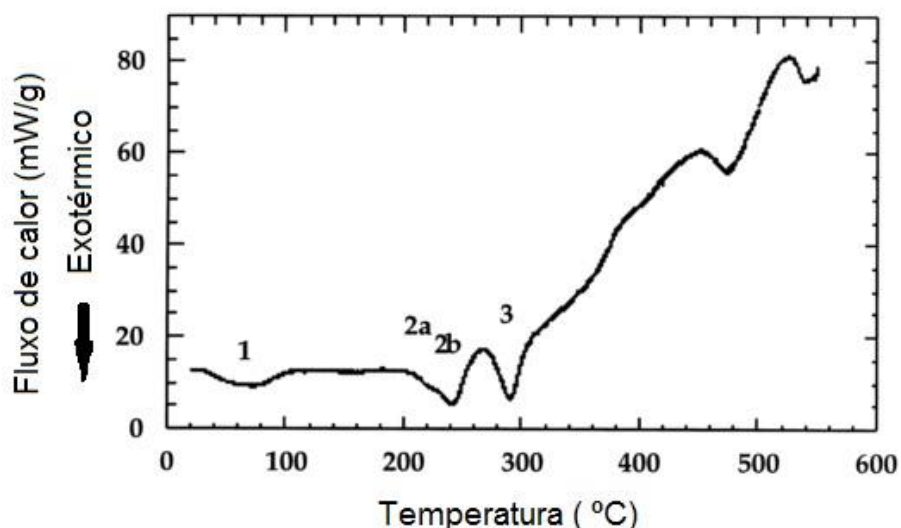
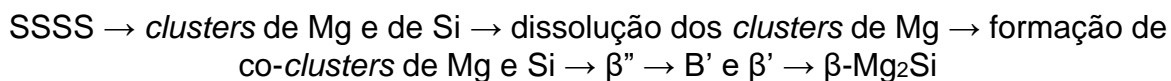


Figura 3.1 – Curva de DSC da liga AA6061 iniciada no estado solubilizado com as indicações dos principais picos [8].

Na Figura 3.1 estão indicados quatro picos exotérmicos, que correspondem aos diferentes processos que ocorrem ao longo da precipitação. O pico exotérmico 1 está associado com a formação de *clusters* de Mg, de Si e de *co-clusters* de Mg e Si [8]. O pico 2a indica a formação de zonas GP e da fase β'' . No pico 2b foram encontradas evidências da fase β'' por MET. Com o prosseguimento da precipitação, as fases B' e β' são formadas no pico indicado por 3. Os demais picos, não numerados, referem-se a reações endotérmicas, associadas com a dissolução de precipitados [8].

Comparando com a proposta apresentada por Dutta e Allen [6], nesta sequência foi determinada a formação simultânea de *clusters* de magnésio e de silício

já no início da transformação, seguindo-se a dissolução dos *clusters* de magnésio. Essa dissolução ocorreria de forma que os átomos de magnésio entrassem em solução ficando livres para se recombinarem com os *clusters* de silício dando, assim, origem aos *co-clusters* [8]. Outra diferença nesta sequência é a fase B', que os autores diferenciam da fase β'' pela morfologia, parâmetros de rede e razão Mg/Si. Dessa forma, a sequência determinada por Edwards *et al* [8] é a seguinte:



Diversos trabalhos indicam que o máximo endurecimento atingido durante o envelhecimento artificial na liga AA6061 é devido aos precipitados coerentes β'' , com morfologia do tipo Widmanstätten [1,3,4,6-9]. Com o prosseguimento do envelhecimento, estes precipitados engrossam, de forma que se tornam barreiras pouco efetivas à passagem das discordâncias. Além destas fases, outras ainda foram identificadas por diferentes autores e estão compiladas com detalhes no trabalho de Ravi e Wolverton [9]. Entretanto, estas fases formam-se em baixas frações volumétricas e têm uma contribuição pequena na resistência mecânica. A Tabela 6 mostra um resumo das principais fases presentes na liga AA6061.

Tabela 6 – Informações cristalográficas das principais fases encontradas na liga AA6061

Fase	Célula unitária	Parâmetros de rede (Å)	Relações de orientação	Morfologia	Fonte
β'' (Mg ₅ Si ₆)	Monoclínica	a = 6,16 b = 6,16 c = 7,10 $\gamma = 82^\circ$	$(101)_{\beta''} \parallel (001)_{Al}$ $[\bar{1}01]_{\beta''} \parallel [010]_{Al}$	Acicular	[7, 9, 11]
β' (Mg _{1,8} Si)	Hexagonal	a = 7,08 c = 4,05	$(001)_{\beta'} \parallel (100)_{Al}$ $[100]_{\beta'} \parallel [011]_{Al}$	Bastonetes	[7, 10]
β (Mg ₂ Si)	Cúbica de face centrada (tipo CaF ₂)	a = 6,40	$(001)_{\beta} \parallel (001)_{Al}$ $[100]_{\beta} \parallel [100]_{Al}$	Plaquetas	[7-9]
B'	Hexagonal	a = 10,4 c = 4,05	$(001)_{B'} \parallel (001)_{Al}$ $[100]_{B'} \parallel [\bar{5}10]_{Al}$	Ripas, placas	[8, 9]

Fonte: Adaptado pela autora de [7-11].

Além dessas fases, compostas principalmente por alumínio, magnésio e silício, outras fases podem ser encontradas na liga AA6061, na forma de precipitados e dispersóides, tais como: $\text{Al}_4\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_7$ (Q), $(\text{FeMn})_3\text{Si}_2\text{Al}_{15}$, $(\text{CrFe})_4\text{Si}_4\text{Al}_{13}$, $\text{Fe}_3\text{SiAl}_{12}$ e $(\text{FeMn})\text{Al}_6$. Estas fases apresentam uma contribuição mínima na resistência mecânica, por serem precipitados grosseiros e presentes em baixas frações volumétricas na liga, ao contrário da fase principal $\beta\text{-Mg}_2\text{Si}$ [4, 5, 9].

Em geral, com controle adequado de tempo e temperatura, é possível controlar as fases formadas, bem como sua quantidade, distribuição e tamanho. Estes tratamentos térmicos aplicados nas ligas de alumínio são descritos com detalhes no item 3.3, a seguir.

3.3 Tratamentos Térmicos em Ligas de Alumínio

Com a finalidade de alterar a microestrutura e, conseqüentemente, as propriedades, podem ser aplicados tratamentos térmicos adequados nas ligas de alumínio, escolhidos conforme a composição química. Assim, origina-se outro modo de classificação: ligas endurecíveis por precipitação e ligas não-endurecíveis por precipitação. As ligas da série 2xxx, 6xxx, 7xxx e a maioria das ligas da série 8xxx podem ter suas microestruturas e propriedades modificadas com tratamentos térmicos, pois pertencem à primeira categoria [1-5]. Por isso o entendimento dos fenômenos envolvidos nesses tratamentos torna-se tão importante, principalmente no desenvolvimento de peças de elevada responsabilidade, como é o caso dos componentes para indústria automotiva, ferroviária e de elementos estruturais [1-5].

O processo de precipitação, acompanhado do aumento da resistência mecânica, é um dos tratamentos de grande destaque para as ligas de alumínio e é assunto das seções a seguir. Além disso, o encruamento é um mecanismo de endurecimento usualmente aplicado para aumento de resistência mecânica em ligas de alumínio não-endurecíveis por precipitação, podendo ser associado ou não a outros tratamentos térmicos como recozimento e precipitação, e é discutido com maiores detalhes na seção 3.4. O recozimento após o trabalho a frio, por exemplo, é um tratamento térmico amplamente utilizado nas séries não-endurecíveis por precipitação, ou seja, as séries 1xxx, 3xxx, 4xxx e 5xxx [1, 5].

3.3.1 Designação dos Tratamentos Térmicos em Ligas de Alumínio

As ligas endurecíveis por precipitação podem ser submetidas a diferentes etapas de tratamento térmico, combinados ou não, com etapas de alívio de tensões por laminação ou estiramento. A AA categorizou os tratamentos térmicos aplicáveis em ligas de alumínio, principalmente as pertencentes às séries 2xxx, 6xxx, 7xxx e 8xxx, por meio de uma sequência de letras e números. A Tabela 7 resume os tratamentos térmicos de T1 a T10.

Tabela 7 – Resumo das designações e sequência de tratamentos aplicados às ligas de alumínio

Designação	Descrição da sequência de tratamentos
T1	Conformação a quente, resfriamento rápido e envelhecimento natural
T2	Conformação a quente, resfriamento rápido, conformação a frio e envelhecimento natural
T3	Solubilização, conformação a frio e envelhecimento natural
T4	Solubilização e envelhecimento natural
T5	Conformação a quente, resfriamento rápido e envelhecimento artificial
T6	Solubilização e envelhecimento artificial
T7	Solubilização e estabilização (superenvelhecimento)
T8	Solubilização, conformação a frio e envelhecimento artificial
T9	Solubilização, envelhecimento artificial e conformação a frio
T10	Conformação a quente, resfriamento rápido e envelhecimento artificial

Fonte: Adaptado pela autora de [1, 4, 5].

Existem, ainda, outras classificações dos tratamentos térmicos das ligas de alumínio. A letra “O” indica, por exemplo, que o material está no estado recozido. Nesse caso, a liga pode ter sido encruada e depois recozida, ou então, tratam-se de peças fundidas que foram recozidas para aumentar a ductilidade e a estabilidade dimensional [1, 2, 5]. A letra “F” é adotada para indicar que o material está no estado

como fabricado, ou seja, não foi submetido a nenhum tratamento térmico ou termomecânico [2, 5]. A letra “W”, por sua vez, é utilizada para indicar o tratamento de solubilização em ligas que apresentem envelhecimento natural, tais como as da série 2xxx, 6xxx e 7xxx [1, 2, 5]. A designação “H” corresponde às ligas endurecidas por encruamento que podem ou não sofrer um tratamento adicional para alívio de tensões [9, 10]. Já a letra “T” é utilizada para indicar que a liga foi termicamente tratada para produzir microestruturas estáveis, que diferem das obtidas por “O”, “H”, “W” e “F”, podendo ter ou não deformação plástica adicional [1, 2, 5]. Como a designação “T” pode abranger diferentes tipos de tratamentos térmicos associados ou não com deformação plástica, existem subdivisões que consistem da adição de um dígito após o “T”, de 1 a 10, como mostrado na Tabela 7 [1, 4, 5]. Existem, ainda, outras subdivisões de “T” para produtos submetidos a tratamento de alívio de tensões. A designação “Tx51”, por exemplo, é usada em ligas que são estiradas para redistribuição de tensões [2, 5]. A designação “Tx52” é aplicada a ligas que passam por processos envolvendo compressão direta para alívio de tensões [5]. Existe, ainda, a designação “Tx53” utilizada para produtos submetidos a alívio de tensões por combinação de estiramento e compressão. Para produtos solubilizados a partir do estado “O” ou “F”, temperados e naturalmente envelhecidos para obtenção de fases estáveis, adota-se a designação “T42”. De modo semelhante, a designação “T62”, é aplicável para componentes solubilizados a partir do estado “O” ou “F”, e envelhecidos artificialmente [2, 5].

3.3.2 Homogeneização

A homogeneização tem por objetivo melhorar a ductilidade e a estabilidade dimensional de peças fundidas em preparação às operações de conformação plástica a quente [1-3]. Muitos componentes fundidos são apenas homogeneizados antes de serem utilizados, como é o caso das ligas para fundição. Neste tratamento, os parâmetros temperatura e tempo dependem de diferentes fatores, principalmente do coeficiente de difusão do soluto na matriz e da microestrutura inicial. A difusão é um processo termicamente ativado e consiste na movimentação de átomos na estrutura cristalina. Uma vez que todos os tratamentos térmicos em ligas de alumínio são controlados por processos difusivos, o coeficiente de difusão do soluto na matriz e a temperatura são parâmetros decisivos na determinação do tempo e rendimento do

processo [1, 7]. Com relação à microestrutura, a forma e tamanho das dendritas, os gradientes de concentração e as fases presentes são alguns dos fatores que também influenciam no processo de homogeneização [3].

Na prática industrial, após o tratamento térmico de homogeneização a liga pode ser submetida à laminação a quente. Assim, a microestrutura de células dendríticas é modificada pelo encruamento, somado aos efeitos de recristalização dinâmica (fenômeno termicamente ativado) e redistribuição de solutos [1-5]. Dessa maneira, outro objetivo da homogeneização é o de modificar a microestrutura de células dendríticas, além de redistribuir os átomos de solutos, minimizando a segregação química [1-4, 7].

3.3.3 Envelhecimento Natural

Este tratamento térmico consiste na solubilização, seguida de resfriamento rápido (têmpera) e manutenção da liga de alumínio em temperatura ambiente. O envelhecimento natural ocorre em ligas da série 2xxx, algumas ligas da série 6xxx e da série 7xxx contendo cobre. Nestas ligas, o aumento da resistência mecânica ocorre em poucas horas após a solubilização e têmpera, atingindo a estabilidade após alguns dias [2, 3].

O tratamento de solubilização objetiva dissolver todos os precipitados solúveis da liga, de forma a obter uma solução sólida supersaturada, aplicando-se tempo e temperatura adequados. Uma temperatura muito elevada ("*overheating*") pode promover a formação de líquido localizado em interfaces e contornos de grão, devido a reações eutéticas. Além disso, tempos muito curtos e/ou temperaturas muito baixas ("*underheating*"), podem ser insuficientes para a completa dissolução e distribuição de soluto da matriz de alumínio [3, 7]. Por isso a escolha adequada destes parâmetros conforme a composição química da liga é importante.

A etapa seguinte à solubilização é a têmpera. A SSSS obtida anteriormente deve ser retida em temperatura ambiente com um resfriamento rápido, para posterior precipitação. Além de reter a SSSS, a têmpera também retém um grande número de vacâncias na estrutura cristalina, sendo que as mesmas desempenham papel fundamental nos processos difusivos em baixa temperatura que levam à formação de zonas [2-5]. De uma forma geral, elevadas taxas de extração de calor resultam em

melhores combinações de resistência e tenacidade, além de resistência à corrosão [3, 7].

Na sequência do envelhecimento natural, a liga é mantida em temperatura ambiente para que proceda a precipitação. Este fenômeno ocorre devido à supersaturação de átomos de soluto e vacâncias, obtida com a têmpera. A supersaturação conduz a uma rápida formação de *clusters* em temperaturas relativamente baixas, pois necessita de uma baixa energia de ativação para ocorrer [3, 4]. As interfaces formadas são coerentes, provocam mínima energia de distorção na estrutura cristalina, favorecendo assim a termodinâmica e minimizando a energia de ativação necessária para a transformação SSSS → *co-clusters* e/ou zonas GP. A formação dessas zonas GP no envelhecimento natural está relacionada com a alteração das propriedades mecânicas observadas nessas ligas. A Figura 3.2 mostra a variação da dureza durante o envelhecimento natural da liga AA6061 [12].

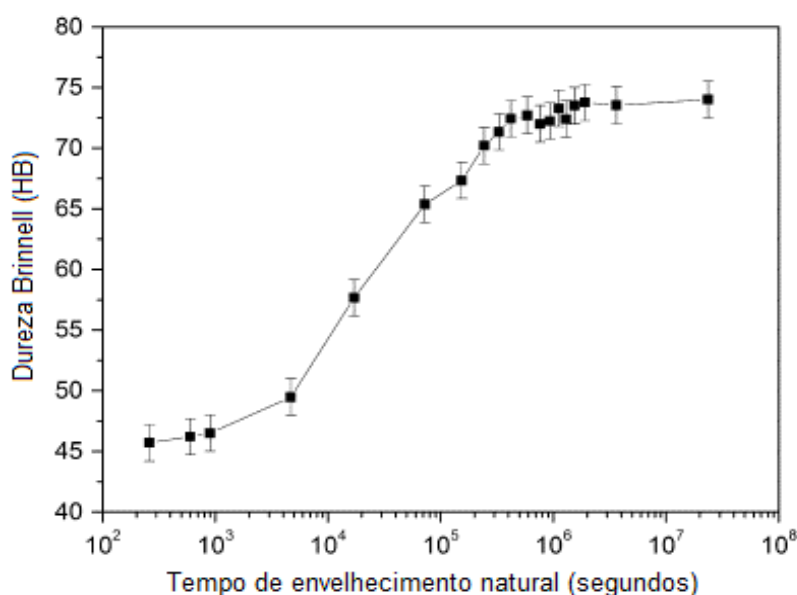


Figura 3.2 – Curva de dureza em função do tempo de envelhecimento natural a 25 °C da liga AA6061 [12].

Na Figura 3.2 nota-se que há uma variação significativa da dureza no envelhecimento natural, associada principalmente à formação de *co-clusters* [3, 8, 12]. Durante a deformação plástica, a movimentação das discordâncias é dificultada pela presença de partículas de segunda fase, como é o caso dos precipitados formados no envelhecimento natural da liga AA6061. Estas fases possuem um parâmetro de rede

distinto da matriz de alumínio, gerando uma distorção ao seu redor e, conseqüentemente, um campo de tensões [13-15]. São estes campos de tensões que interagem com os campos de tensões das discordâncias, reduzindo seu livre caminho médio. Diferentes tipos de interface podem estar presentes: coerente, semi-coerente e incoerente. A Figura 3.3 mostra de maneira esquemática os tipos de distorção gerados na rede cristalina com a presença de precipitados com diferentes interfaces [13].

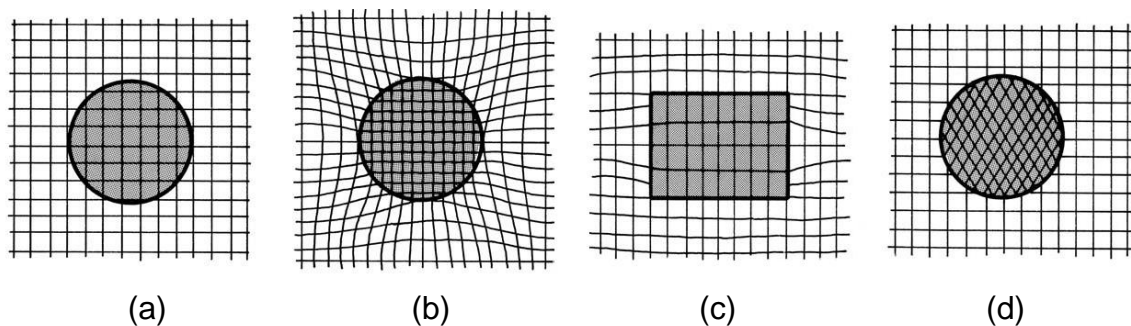


Figura 3.3 – Representação esquemática das distorções causadas na rede cristalina pela presença de precipitados com interfaces: (a) coerente; (b) coerente com distorção; (c) semi-coerente; e (d) incoerente [13].

Na Figura 3.3, para o caso da liga AA6061 a interface coerente é encontrada nos *clusters*, *co-clusters*, zonas GP e na fase β'' [7, 13]. Neste tipo de interface todos os planos cristalinos da fase possuem correspondência com os da matriz. Com o prosseguimento do envelhecimento e o crescimento da fase, a interface perde a sua coerência, passando para semi-coerente, na qual apenas parte dos planos cristalinos da fase possui um correspondente na matriz, até atingir a completa incoerência com posterior crescimento [13-15]. Além disso, a incoerência também é causada por incompatibilidade cristalográfica entre precipitado e matriz, ou seja, parâmetros de rede distintos. No caso da liga AA6061, estes dois últimos tipos de interfaces correspondem à β' e β -Mg₂Si, respectivamente [7].

O envelhecimento natural da liga AA6061 é complexo e objeto de inúmeros estudos. Em seu trabalho, Murayama e Hono [16] estudaram duas ligas do sistema Al-Mg-Si, tratadas em diferentes condições, incluindo o caso de envelhecimento natural anterior ao artificial. Nas amostras que foram envelhecidas naturalmente por 70 dias, nenhuma evidência de precipitados foi encontrada em MET, sendo admitida

a presença de *clusters*, os quais não possuem estrutura atômica definida e são muito pequenos, como evidenciado pela Figura 3.4. Além disso, mostrou-se que um excesso de silício na composição, provoca um aumento na fração volumétrica de zonas GP no envelhecimento artificial posterior [16]. Entretanto, o mecanismo detalhado de cinética e formação destes *clusters* não foi estudado.

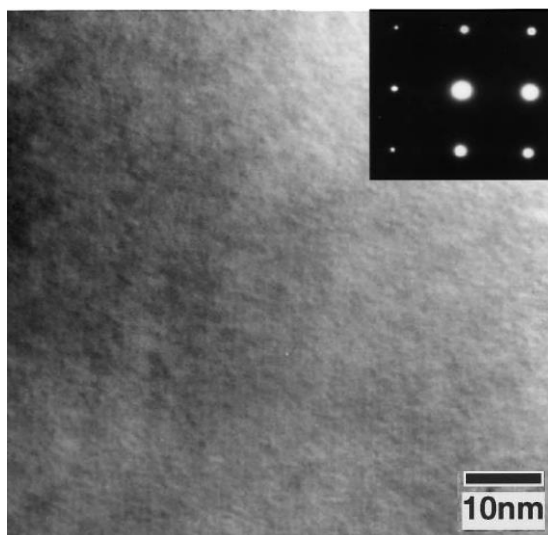


Figura 3.4 – Imagem de MET em campo claro e respectivo padrão de difração de área selecionada no eixo de zona [001], obtido na liga Al-0,7Mg-0,33Si após envelhecimento natural por 70 dias [16].

Nos trabalhos conduzidos por Seyedrezai e colaboradores [17], realizou-se um estudo minucioso dos estágios iniciais da formação dos *clusters* em temperaturas na faixa de -20 a 50 °C, utilizando medidas de resistividade elétrica. Dessa forma, mudanças na resistividade foram associadas com a aniquilação de vacâncias, formação de *clusters* e diminuição de solutos na matriz. A temperatura de envelhecimento natural neste estudo influenciou fortemente a taxa de formação dos *clusters*. Os diferentes valores de energia de ativação que foram calculados indicaram que, provavelmente, este processo seja controlado pela taxa de migração de complexos soluto-vacância, ao invés de átomos individuais [17].

A elevada taxa de formação de *clusters* observada nas ligas da série 6xxx tem sido explicada principalmente em função da supersaturação de vacâncias retidas na têmpera. Entretanto, alguns outros modelos foram propostos e confirmados por diversos estudos a respeito deste processo. Um dos mais recentes foi proposto por

Zurob e Seyedrezai [18]. Neste modelo, as vacâncias ficam aprisionadas nos *clusters* de soluto e a adição de novos átomos ao *cluster* depende da probabilidade da vacância “escapar” e ir para a matriz. A única força-motriz neste processo seria a força de interação entre vacância e soluto, ao invés do gradiente de composição e da supersaturação de soluto [18]. Dessa forma, o envelhecimento natural nas ligas da série 6xxx mostra-se relativamente complexo, principalmente nos seus estágios iniciais.

A presença dos *co-clusters*, que são mais resistentes ao cisalhamento por discordâncias do que a matriz, afeta diretamente as propriedades mecânicas. Banhart *et al* [19] conduziram um estudo detalhado do envelhecimento natural de ligas da série 6xxx, e por medidas de dureza, identificaram ao menos três diferentes estágios: um rápido endurecimento, seguido de uma região de transição para, finalmente, uma etapa de endurecimento lento. Estes estágios também foram observados nas medidas de resistividade elétrica. Os estudos com DSC utilizando amostras envelhecidas naturalmente em tempos que variaram de uma hora a uma semana, mostraram diferenças significativas nas curvas, em comparação com a amostra recém-solubilizada. Para uma hora de envelhecimento natural, o pico exotérmico associado com a formação de *clusters* desaparece, ficando somente o pico da formação de zonas GP deslocado para temperaturas ligeiramente maiores. Para uma semana de envelhecimento natural, este pico é deslocado para temperaturas mais elevadas. Assim, na primeira hora de envelhecimento as vacâncias estão aprisionadas e imobilizadas nos *clusters* de silício, tornando-os mais densos. No prosseguimento do processo, a difusão do magnésio aumenta, conduzindo à formação dos *co-clusters* de Mg e Si. Esta etapa foi associada com a região de transição na dureza e na resistividade elétrica. Finalmente, nos estágios finais de envelhecimento natural a variação da dureza torna-se menor, possivelmente pela ordenação dos *co-clusters*, acompanhada da libertação das vacâncias que são aniquiladas em sorvedouros na matriz [19].

3.3.4 Envelhecimento Artificial

O envelhecimento artificial é aplicado às ligas de alumínio após a solubilização e têmpera, mantendo-se o material em temperaturas normalmente acima de 100 °C, por tempo suficiente para que ocorra a precipitação completa, verificada indiretamente

pela variação de propriedades mecânicas [1-5]. Neste caso, a cinética de transformação de fases é acelerada em proporção à energia térmica fornecida. Além disso, para o caso da liga AA6061, no envelhecimento artificial a principal fase endurecedora é a β'' , ao invés dos *co-clusters* como no envelhecimento natural [1, 6, 8]. Dessa forma, é possível atingir níveis mais elevados de resistência, como foi mostrado na Tabela 5. A Figura 3.5 mostra a evolução do limite de escoamento em função do tempo de envelhecimento artificial na liga AA6061, para diferentes temperaturas de tratamento [3].

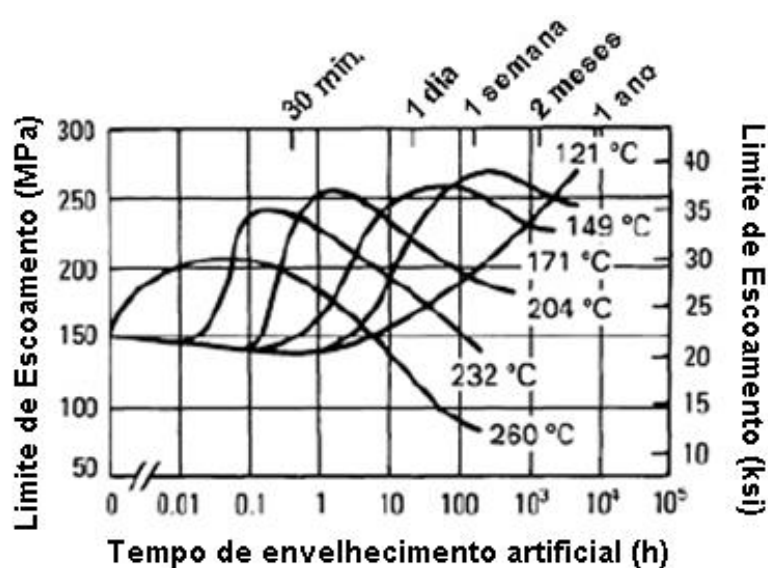


Figura 3.5 – Curvas de limite de escoamento em função do tempo de envelhecimento artificial após a solubilização da liga AA6061, em diferentes temperaturas [3].

Observa-se no gráfico da Figura 3.5 que, para elevadas temperaturas de tratamento térmico, ou seja, acima de 200 °C, a máxima resistência é atingida em tempos mais curtos. Entretanto, o valor do limite de escoamento diminui com o aumento da temperatura. Para temperaturas mais baixas, o pico é atingido em tempos maiores, mas atinge níveis mais elevados de resistência. Estes efeitos podem ser explicados em função do tamanho e distribuição da fase β'' , e de sua interação com as discordâncias durante a deformação. A Figura 3.6 mostra uma imagem de MET da fase β'' em uma liga da série 6xxx [20].

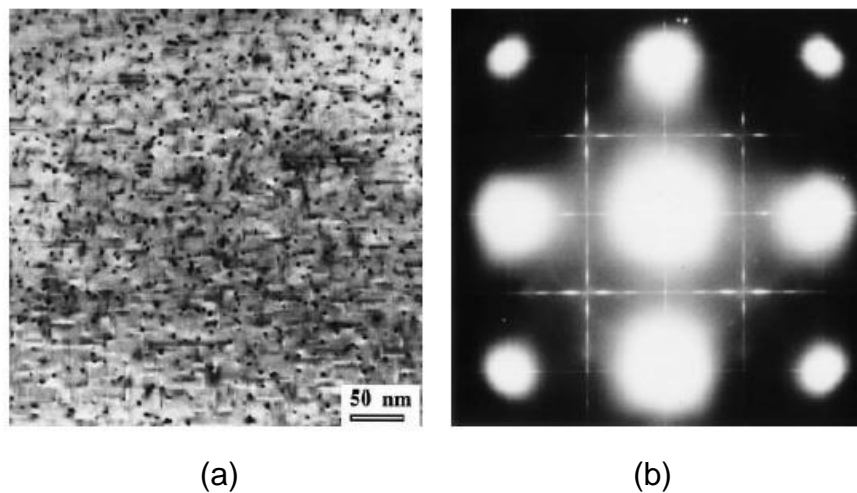


Figura 3.6 – Em (a) imagem de MET em campo claro mostrando a fase β' no eixo de zona $[011]_{Al}$; e em (b) o respectivo padrão de difração de área selecionada. Notar as linhas (“*streaks*”) nas direções $[100]$ e $[010]$, indicando precipitados alongados em $\langle 100 \rangle$ da matriz de alumínio [20].

Em resumo, temperaturas mais elevadas promovem menores taxas de nucleação e elevado engrossamento e coalescimento de partículas, de modo que elas se tornem barreiras pouco eficientes à passagem de discordâncias [2, 3]. Por outro lado, temperaturas mais baixas promovem uma taxa de nucleação maior, entretanto não favorece o crescimento, de modo que uma fração volumétrica maior de precipitados finos e dispersos possa ser formada, o que se reflete no aumento da resistência mecânica [2, 3]. Na Figura 3.5, por exemplo, nota-se que a temperatura de $171\text{ }^{\circ}\text{C}$ promove uma grande variação do limite de escoamento em um tempo relativamente curto, em torno de 24 a 30 horas. A queda de resistência observada nas diferentes temperaturas ocorre pelo engrossamento dos precipitados formando β' e β , respectivamente, seguindo a sequência de precipitação [3, 4, 7, 8].

Alguns estudos sobre a liga AA6061 versam sobre a influência de um pré-envelhecimento natural no envelhecimento artificial. Pogatscher e colaboradores [21] estudaram a influência da sequência de tratamentos térmicos na microestrutura da liga AA6061 e encontraram uma distribuição monomodal da fase β' quando realizado o envelhecimento artificial imediatamente após a solubilização e têmpera. Por outro lado, quando a amostra foi envelhecida naturalmente por $1,2 \times 10^6$ segundos (aproximadamente 14 dias) para, então, ser submetida ao envelhecimento artificial, foi determinada uma distribuição bimodal da fase β' . Este efeito é um reflexo causado

por *clusters* pré-existentes, vacâncias e/ou discordâncias na formação dos precipitados β " [21].

Usualmente, nas ligas de alumínio trabalháveis são adotadas combinações de processamento mecânico e tratamentos térmicos, isto é, tratamentos termomecânicos. De fato, além dos tratamentos térmicos citados na seção 3.3, as ligas de alumínio podem ter suas propriedades mecânicas alteradas a partir de processos de conformação plástica, os quais envolvem o fenômeno denominado encruamento, ou endurecimento por trabalho a frio. Este assunto faz parte do escopo do presente trabalho e é tema da seção 3.4, a seguir.

3.4 Endurecimento por deformação a frio

3.4.1 Estado encruado

Tanto o trabalho a frio quanto o trabalho a quente são capazes de alterar substancialmente as propriedades mecânicas nos metais e ligas [13-15, 22, 23]. Normalmente, deformação plástica em temperaturas homólogas (razão entre temperatura de deformação e temperatura de fusão) acima de 0,5, considera-se como trabalho a quente, e abaixo disto, como trabalho a frio. Estas alterações de propriedades são reflexos de mudanças microestruturais causadas pela deformação plástica. De toda a energia despendida para se deformar um metal ou liga, cerca de 1 a 2% são armazenados no material na forma de defeitos, e o saldo restante é energia perdida na forma de calor [22, 23].

As alterações microestruturais observadas no encruamento possuem grande interesse acadêmico, mas também são muito importantes em aplicações industriais. Nesse caso, o conhecimento dos fenômenos envolvidos no encruamento pode prever o desgaste, o custo-benefício e a geometria do equipamento utilizado em processos como laminação, forjamento e extrusão [13-15]. Além disso, as propriedades adquiridas pelo material após o processamento podem ser previstas, sendo possível avaliar a futura necessidade de tratamentos térmicos combinados [23].

Durante o encruamento de metais e ligas, ocorre a geração, movimentação, aniquilação e interação de defeitos, principalmente discordâncias [13-15, 22]. Em geral, com o aumento do grau de deformação plástica, ocorre o aumento na densidade de defeitos, isto é, os eventos de aniquilação ocorrem em uma frequência menor do

que os de geração, movimentação e interação. Entretanto, a taxa de aniquilação pode ser maior ou igual à de geração/movimentação/interação de defeitos nos casos de recuperação dinâmica, isto é, recuperação durante a deformação plástica, o que é comum em metais e ligas de alta Energia de Defeito de Empilhamento (EDE) [22, 23]. Fatores como a estrutura cristalina, composição química, temperatura, modo de deformação, microestrutura inicial, taxa de deformação, entre outros, são determinantes na extensão do encruamento nos metais e ligas [22, 23].

Diversas mudanças ocorrem na microestrutura durante a deformação. Uma destas ocorre na forma dos grãos e no aumento da área superficial total. Novos contornos são criados durante a deformação pela incorporação de discordâncias continuamente geradas no processo [13-15]. Essas discordâncias empilham-se em contornos, que atuam como barreiras ao deslizamento, formando degraus que, sucessivamente, aumentam a área superficial total. Além disso, os contornos também podem ser fonte de discordâncias durante a deformação plástica [13, 22, 23].

Outra mudança importante que ocorre na microestrutura está associada com a geração e interação de discordâncias. A interceptação desses defeitos é um evento comum que ocorre durante a deformação plástica e, também, é responsável pelo correspondente aumento da resistência mecânica. Ao se interceptarem, as discordâncias podem formar degraus, os quais só se movimentam de modo não-conservativo, isto é, envolvendo fenômenos difusivos (ativados termicamente), nos quais ocorre a emissão de vacâncias [13, 22, 24]. Um importante aspecto do encruamento é a ativação de fontes de discordâncias. Essas fontes podem estar presentes em contornos de grãos, superfícies, partículas de segunda fase, discordâncias imobilizadas, entre outros. Além disso, as interações entre os campos de tensão elástica das discordâncias promovem sua aniquilação ou seu empilhamento, dependendo dos tipos de campos de tensão envolvidos [13-15, 22, 24].

De uma forma geral, em metais e ligas encruados o livre caminho médio das discordâncias diminui, conforme proposto na teoria de Taylor, em 1934 [15, 23]. Após deslizarem por uma distância L , as discordâncias tornam-se “imóveis” quando sua densidade atinge determinado valor ρ . Estes parâmetros estão associados com a deformação verdadeira ε e o vetor de Burgers \vec{b} pela equação (3.1), a seguir.

$$\varepsilon = \rho \cdot \vec{b} \cdot L \quad (3.1)$$

No estudo do encruamento, é feita uma divisão das etapas envolvidas no processo. A Figura 3.7 mostra um gráfico de tensão x deformação (cisalhamento) para um monocristal de estrutura Cúbica de Face Centrada (CFC) [15].

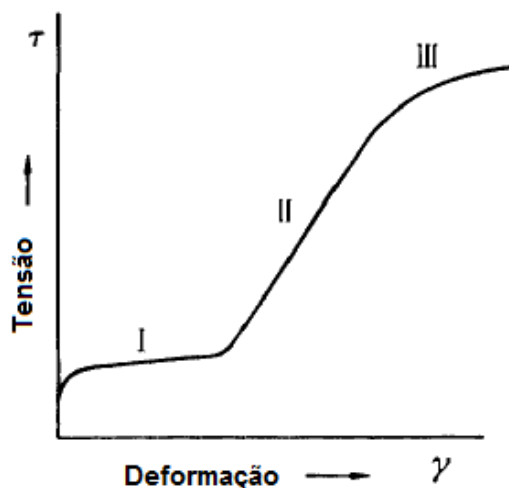


Figura 3.7 – Gráfico tensão x deformação mostrando os três estágios do encruamento para um monocristal de estrutura cristalina CFC [15].

No estágio I indicado na Figura 3.7, que se inicia logo após o limite de escoamento, tem-se uma região na qual o deslizamento é facilitado e a taxa de encruamento é baixa, sendo válido apenas para monocristais (corresponde, também, a ativação de apenas um sistema de escorregamento) [15, 22]. Por outro lado, no estágio II, a taxa de encruamento aumenta rapidamente. Este estágio também é denominado de região linear de endurecimento. Já o estágio III, conhecido como região parabólica de encruamento, aparecem bandas de deslizamento e a taxa de encruamento é reduzida em função da recuperação dinâmica. Diferentemente do estágio II, este estágio é fortemente dependente da temperatura e do material [15].

Configurações específicas de discordâncias no interior dos grãos também são observadas durante o encruamento e são denominadas de subestruturas de grãos. Com o aumento da densidade de discordâncias, a principal tendência é a redução da energia armazenada pelo rearranjo das mesmas. Isto conduz à formação de subestruturas conhecidas por LEDS (do inglês, “*Low-Energy Dislocation Structures*”) [23, 25, 26]. As diferentes configurações que podem ocorrer dependem da EDE do

metal ou liga, do modo e do grau de deformação. De um modo geral, metais ou ligas de alta EDE, quando deformados, tendem a formar células de discordâncias no interior dos grãos (ou subgrãos), isto é, possuem uma distribuição heterogênea de discordâncias [22-24]. Por outro lado, metais e ligas, de baixa EDE possuem uma distribuição homogênea (plana) de discordâncias no interior dos grãos. A Figura 3.8 exemplifica de forma esquemática a distribuição de discordâncias em materiais com diferentes EDE's [24]. Além disso, a presença de partículas de segunda fase afeta essa distribuição, podendo ser uma fonte adicional de novas discordâncias.

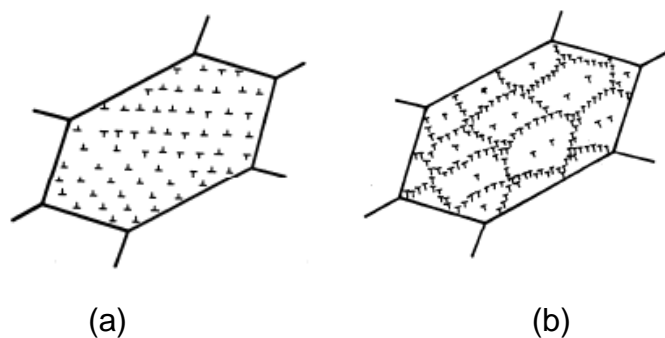


Figura 3.8 – Representação esquemática do arranjo de discordâncias no interior dos grãos de materiais com (a) baixa EDE; e (b) alta EDE [24].

Para o caso da liga AA6061 que apresenta uma EDE relativamente alta em relação a outros metais e ligas (da ordem de 150-160 mJ/m²), predomina a distribuição heterogênea de discordâncias, como mostrado na Figura 3.8 (b) [23, 24]. Desse modo, durante a deformação, em escala microscópica ocorrem simultaneamente eventos que conduzem à subdivisão dos grãos, como a multiplicação de discordâncias e formação de contornos geometricamente necessários (GNB, do inglês "*Geometrically Necessary Boundaries*"), formados por arranjos complexos de discordâncias (células de discordâncias), os quais acomodam gradientes de deformação plástica [23, 25, 26]. As células de discordâncias formadas no encruamento possuem um grau de desorientação baixo em relação às demais células. Além disso, os grupos de células de discordâncias são delimitados pelas chamadas densas paredes de discordâncias (DDW, do inglês "*Dense Dislocation Walls*") e microbandas (MB, do inglês "*Microbands*") [22, 25, 26]. Com a evolução do encruamento, tanto as DDW como as MB transformam-se em estruturas lamelares. Tais estruturas são separadas pelos contornos lamelares (LB, do inglês "*Lamellar Boundaries*") [23, 25].

Quando tratada termicamente a liga AA6061 exibe partículas de segunda fase de β -Mg₂Si, as quais também afetam o comportamento das discordâncias durante a deformação. De uma forma geral, os precipitados podem ser deformáveis ou indeformáveis em relação à matriz. Os precipitados indeformáveis, quando presentes, geram uma incompatibilidade da deformação na interface matriz-precipitado, que é acomodada pela geração de discordâncias geometricamente necessárias e de vazios [13-15, 22, 23]. Por outro lado, as partículas deformáveis ao interagirem com as discordâncias podem ser cisalhadas, acompanhando a deformação gerada na matriz [13-15, 23]. A Figura 3.9 mostra um gráfico esquemático que diferencia os regimes que ocorrem para partículas deformáveis e indeformáveis, conforme o tamanho do precipitado e a resistência mecânica da liga [15].

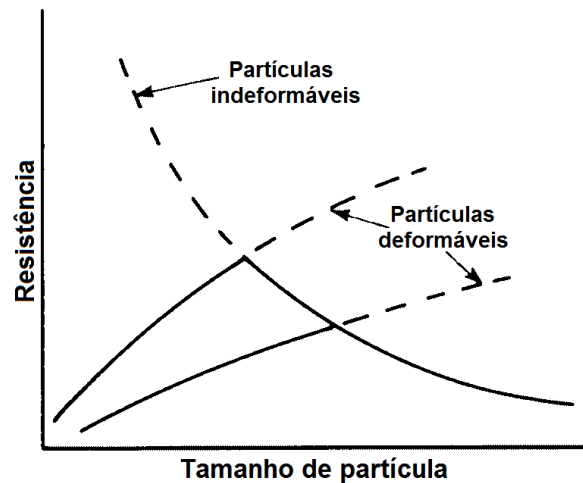


Figura 3.9 – Variação da resistência mecânica com o tamanho de partícula, definindo o regime de deformação de partículas de segunda fase [15].

Na Figura 3.9, tem-se que as partículas pequenas são coerentes e deformáveis pelas discordâncias, sendo que o mecanismo de cisalhamento é predominante. Por outro lado, os precipitados de maiores dimensões são indeformáveis e incoerentes com a matriz. Desta forma, existe um tamanho crítico, no qual a distribuição de precipitados causa o máximo endurecimento. Conforme citado anteriormente, a principal fase endurecedora na liga AA6061 é o metaestável β'' , de interface coerente com distorção, ou seja, o mecanismo esperado de interação entre discordância e precipitado é o de cisalhamento. A Figura 3.10 exemplifica este

fenômeno com uma imagem obtida por MET de precipitados coerentes cisalhados pela passagem de inúmeras discordâncias [13].

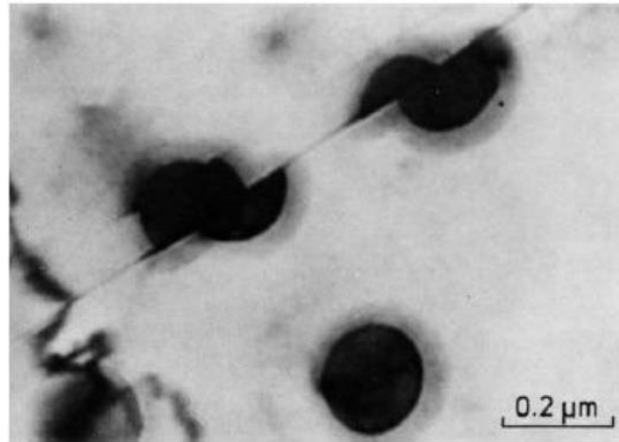


Figura 3.10 – Fase γ' (Ni_3Al) cisalhada por inúmeras discordâncias, na liga Ni19Cr69Al, envelhecida a 750 °C por 540 horas com 2% de deformação. Imagem obtida por MET [13].

Por outro lado, as discordâncias que interagem com precipitados de interface incoerente podem ser curvadas a ponto de envolverem as partículas de precipitados, formando anéis de discordâncias [13-15]. Tal fenômeno é conhecido como mecanismo de Orowan, no qual propõe-se que a tensão cisalhante necessária para curvar a discordância é inversamente proporcional à distância entre as partículas, vide a equação (3.2) [13, 14, 23].

$$\tau \approx \frac{G \cdot \vec{b}}{x} \quad (3.2)$$

Sendo, τ a tensão necessária para dobrar uma discordância, G o módulo de cisalhamento e x a distância média de separação entre partículas [13].

A Figura 3.11 ilustra esquematicamente a passagem de uma discordância por três partículas incoerentes e indeformáveis em uma matriz dúctil e mostra uma imagem obtida por MET do mecanismo de Orowan [23].

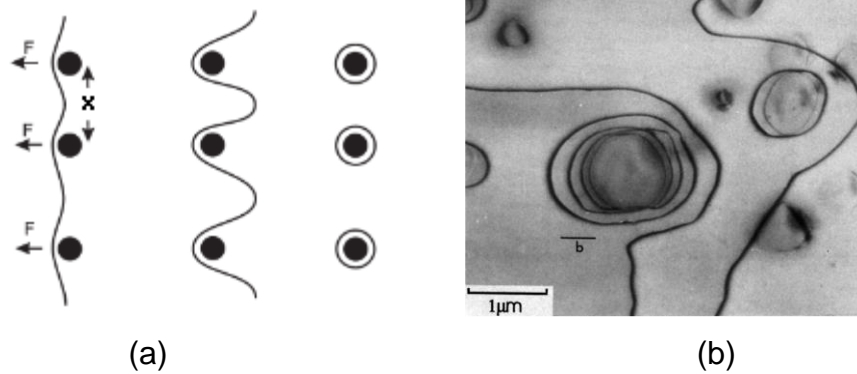


Figura 3.11 – Em (a) representação esquemática do mecanismo de Orowan. Com a aplicação de uma força “F”, a discordância curva-se entre as partículas com distância “ λ ”, formando um anel. Após a passagem, ocorre a recombinação das discordâncias; e em (b) imagem de MET mostrando anéis de discordâncias ao redor de partículas Ni_3Si em um monocristal de Ni-6%Si [23].

Em ambos os casos de interação durante a deformação plástica, o livre caminho médio das discordâncias na microestrutura é reduzido e conduz ao aumento da resistência mecânica observado em metais e ligas com dispersão de precipitados [13-15, 22-24]. Além disso, a densidade de discordâncias é aumentada, devido à natureza da interação presente, gerando uma distribuição mais heterogênea desses defeitos na microestrutura das ligas [23].

O entendimento dos mecanismos envolvidos na deformação plástica, bem como dos fenômenos relacionados ao endurecimento por trabalho a frio são de extrema importância para a compreensão da extensão da alteração de propriedades e dos fenômenos envolvidos com o subsequente recozimento. Além da deformação plástica convencional, isto é, por meio de técnicas usuais como laminação, extrusão, estiramento, estampagem e entre outros, a DPS tem sido extensivamente estudada devido às propriedades exibidas pelos materiais submetidos a tais técnicas não-convencionais de deformação. As diferenças microestruturais são bastante significativas e merecem destaque. Assim, a deformação plástica severa é tema da seção 3.4.2, a seguir.

3.4.2 Deformação Plástica Severa

A denominação deformação plástica severa, ou do inglês, “*Severe Plastic Deformation*” (SPD), identifica um grupo de métodos de processamento pelos quais é

possível atingir elevados graus de deformação plástica e produzir um material com tamanho de grão significativamente menor do que o obtido em processos convencionais [27]. Muitas técnicas DPS deformam o material sem alterações dimensionais significativas permitindo a repetição do processo por inúmeras vezes, alcançando elevadas deformações acumuladas. Com isso é possível atingir tamanhos de grão sub-micrométricos (menor que $\sim 1 \mu\text{m}$) sem limitações de espessura [27-30].

Em geral, o tamanho de grão médio alcançado pelos métodos adotados industrialmente, como laminação, extrusão e forjamento, está limitado a alguns micrometros. Entretanto, alguns estudos indicam ser possível obter materiais com grão ultrafino a partir dessas rotas tradicionais [31]. Neste caso, há uma incompatibilidade de dimensões geradas para uso prático, o que fortaleceu os estudos sobre as técnicas de DPS nas últimas décadas [27-32].

Materiais de grão ultrafino ou, do inglês, “*Ultrafine Grained Materials*” (UFG), são materiais policristalinos com tamanho de grão menor do que $\sim 1 \mu\text{m}$ (tamanho de grão sub-micrométrico). Esses materiais são produzidos, em geral, por técnicas de deformação severa, sendo que podem ser distinguidas duas principais rotas: “*bottom-up*” e “*top-down*” [32, 33].

A rota “*bottom-up*” ou “de baixo para cima” consiste da fabricação de materiais UFG a partir de átomos individuais ou da consolidação de partículas nanométricas [32]. Ou seja, parte-se de um tamanho muito pequeno para o tamanho sub-micrométrico de grão, a partir de processos especiais que incluem a eletrodeposição ou a moagem de alta energia com subsequente consolidação. Por outro lado, a rota “*top-down*” ou “de cima para baixo” é caracterizada pela redução gradativa do tamanho de grão, a partir de um tamanho mais grosseiro, até a escala sub-micrométrica ou nanométrica. Em geral, as técnicas de deformação severa visando obter materiais UFG utilizam a segunda rota [32, 33] da qual a Extrusão em Canal Angular (ECA) é a principal e com maior viabilidade prática. Essa técnica é o tema principal do presente trabalho e será tratada com maiores detalhes na seção 3.4.3, a seguir.

3.4.3 Extrusão em Canal Angular

A Extrusão em Canal Angular (do inglês, “*Equal-Channel Angular Pressing*” - ECAP) é um processo de deformação severa desenvolvido nas décadas de 1970 e

1980 na extinta União Soviética, por Segal e colaboradores [33, 36]. A proposta foi desenvolver uma técnica de processamento impondo um elevado grau de deformação por cisalhamento puro. Entretanto, apesar deste objetivo ter sido alcançado, apenas no início deste século a técnica passou a ser estudada extensivamente, com o propósito de refino microestrutural e obtenção de materiais UFG [32, 33].

O processo ECA consiste em forçar a passagem de uma amostra metálica por dois canais sequenciais com as mesmas dimensões, que formam um ângulo entre si. A Figura 3.12 esquematiza uma matriz de ECA com canais posicionados a 90° , em que uma amostra passante pelos canais sofre deformação principalmente por cisalhamento [33, 35].

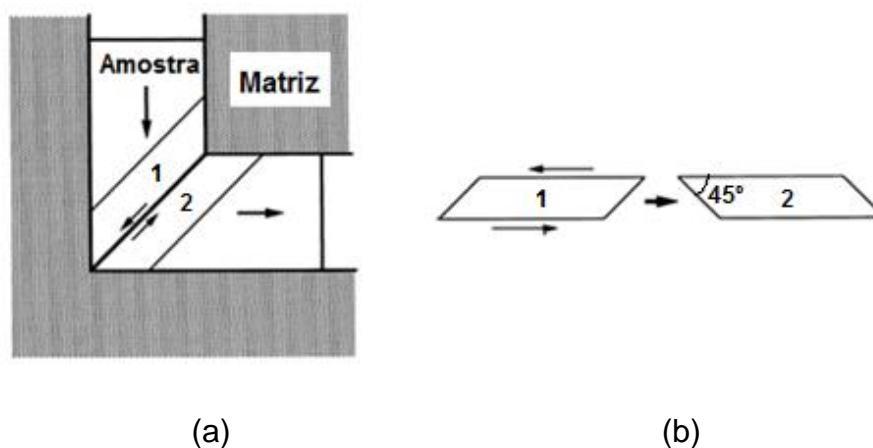


Figura 3.12 – Em (a) representação esquemática do processo de ECA mostrando o plano de cisalhamento entre os elementos 1 e 2 na mudança de direção de extrusão da amostra; e em (b) os elementos 1 e 2, antes e após ECA, respectivamente [35].

O processo ECA permite que as dimensões finais da amostra processada sejam semelhantes às iniciais, especialmente na seção transversal. Esta característica, que permite a aplicação de grandes deformações por cisalhamento, diferencia este processo de outros utilizados em larga escala pela indústria, como laminação, forjamento e extrusão [32-36]. No caso da laminação, por exemplo, existe uma limitação óbvia de espessura, a qual também limita o refinamento microestrutural. Na ECA esta limitação de espessura é superada, pois mantém-se a geometria inicial de modo que o grau de deformação é aumentado submetendo-se a repetidos passes [32-36].

A deformação equivalente (ε_N) em ECA pode ser determinada por aproximações analíticas para diferentes geometrias da matriz, desprezando-se o efeito de atrito [33]. A Figura 3.13 indica esquematicamente três geometrias para a deformação de uma unidade de volume de vértices $abcd$, sendo indicados dois parâmetros fundamentais em ECA: o ângulo entre canais (Φ) e o ângulo de curvatura no ponto de intersecção (Ψ). Estes parâmetros relacionam-se entre si e com o número de passes (N), pela expressão (3.3), abaixo.

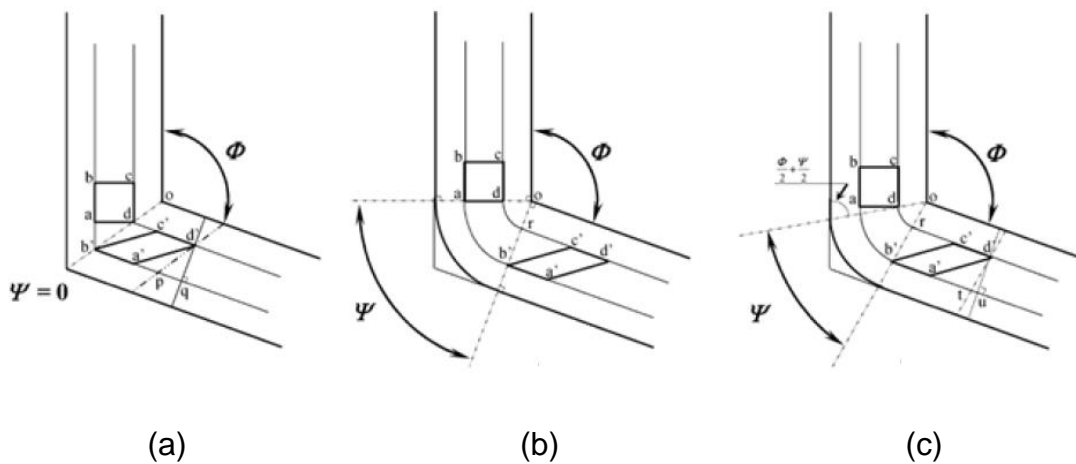


Figura 3.13 – Representação esquemática de três condições de geometria de matriz em ECA. Em (a) $\Psi = 0^\circ$; (b) $\Psi = (\pi - \Phi)^\circ$; e (c) $0^\circ < \Psi < (\pi - \Phi)^\circ$ [33].

$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt[3]{3}} \left[2 \cot \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \operatorname{cosec} \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right] \quad (3.3)$$

A condição de maior severidade de deformação é a mostrada na Figura 3.13 (a), pois para ângulo de curvatura ψ nulo (condição limite), a solução da expressão (3.3), para diversos ângulos entre canais é maior que para as demais condições de geometria, com $\Psi > 0^\circ$.

A influência do parâmetro geométrico Ψ na deformação verdadeira é menos significativa que do ângulo entre canais. O gráfico da Figura 3.14 mostra a variação da deformação equivalente para valores de $45^\circ < \Phi < 180^\circ$ e $0^\circ < \Psi < 90^\circ$ [33].

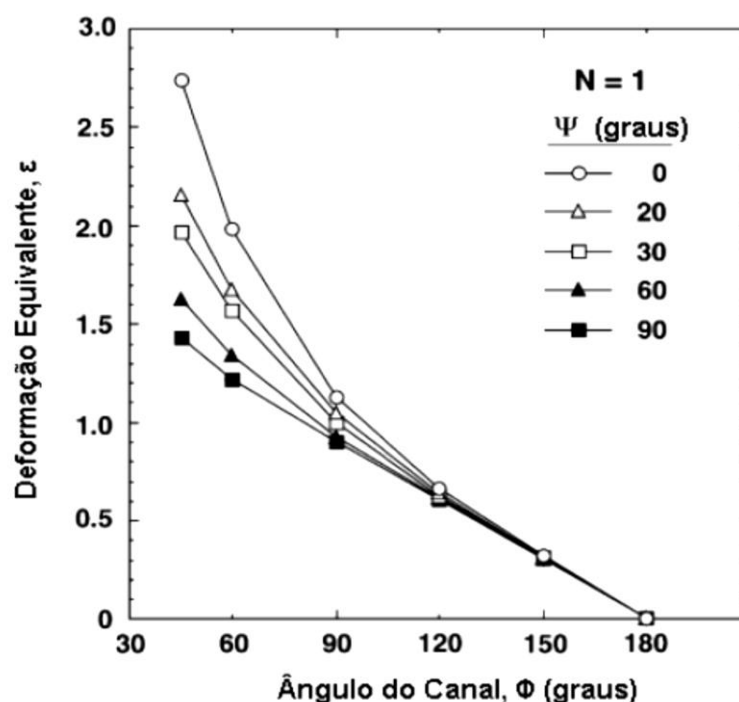


Figura 3.14 – Variação da deformação equivalente em função da alteração dos parâmetros Φ e Ψ , com um passe em ECA [33].

De acordo com a Figura 3.14, o valor de Ψ tem um pequeno efeito sobre a deformação equivalente, exceto para $\Phi < 90^\circ$, a partir do qual passa a exercer maior influência. Por outro lado, valores menores de Ψ e Φ implicam em maiores graus de deformação impostos durante ECA. No entanto, essa condição exige maiores esforços de prensagem, o que é inconveniente em termos operacionais. Ainda, em termos de homogeneidade da deformação existe um compromisso entre estes parâmetros geométricos, o que foi analisado por Mendes Filho *et al* [37]. Neste trabalho, mostrou-se que a homogeneidade de deformação diminui com o aumento de Ψ , sendo este efeito bastante acentuado na liga Al-4%Cu [37]. Dessa forma, apesar de maiores ângulos de curvatura ψ resultarem em menores cargas de prensagem, para um dado Φ , a microestrutura é negativamente afetada.

Outro parâmetro fundamental em ECA é a rota utilizada. Basicamente, são distinguidas quatro rotas de processamento, aqui ilustradas na Figura 3.15 [33, 35]. Cada uma dessas rotas ativa sistemas distintos de deslizamento nos metais e ligas submetidos a múltiplos passes de ECA. Dessa forma, a microestrutura final é afetada pela escolha da rota.

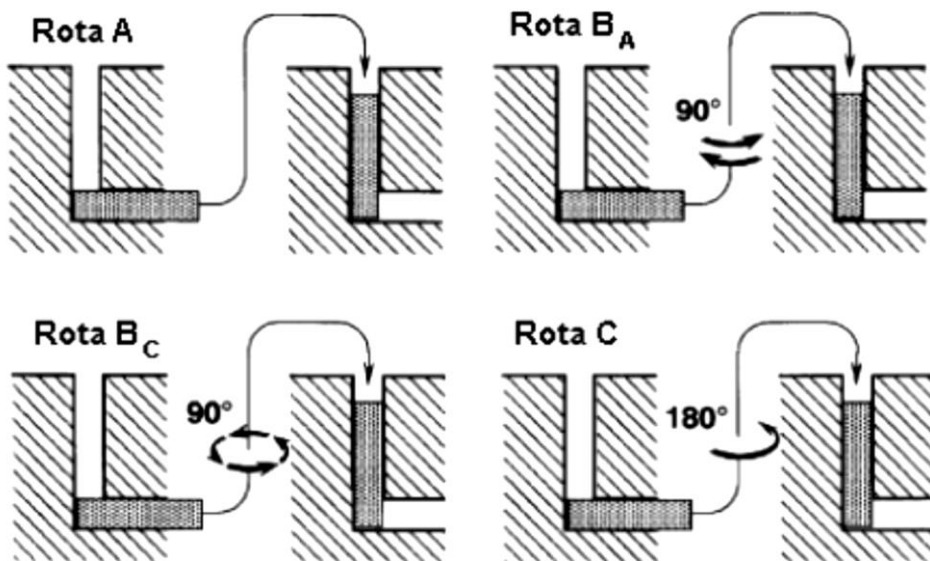


Figura 3.15 – Representação esquemática das quatro rotas fundamentais adotadas em ECA [35].

Ao ser processado pela rota A em múltiplos passes, o material deforma-se plasticamente pela ativação de dois planos de cisalhamento que fazem 90° entre si. Dessa forma, a microestrutura obtida possui orientação cristalográfica preferencial (ou textura) na direção desses planos [32-36]. Por outro lado, nas rotas B_A e B_C , diversos planos de deslizamento em variadas direções são solicitados após vários passes. Como resultado, obtém-se uma microestrutura mais homogênea e com grãos mais equiaxiais do que as demais rotas, para metais de estrutura cúbica de face centrada (CFC) e hexagonal compacta (HC) [32-35]. Finalmente, na rota C, durante a deformação são ativados planos de deslizamento paralelos entre si, de forma que a deformação é restaurada a cada número de passes pares [32-36].

A velocidade de deformação é outro fator experimental no processamento por ECA e, normalmente, são usados valores que variam de 1 a 20 mm/s [33]. Berbon e colaboradores [34] estudaram a influência da velocidade de processamento na liga Al-1%Mg adotando velocidades variando de 10^{-2} a 10 mm/s e concluíram que para a liga estudada a velocidade exerce uma influência muito pequena na resistência mecânica, para a liga estudada [34].

A temperatura, por sua vez, exerce forte influência sobre a microestrutural final, sendo outro importante parâmetro experimental em ECA [33]. Um estudo conduzido por Yamashita e colaboradores [38] demonstrou que a temperatura de

processamento modificou a microestrutura de alumínio puro, e das ligas Al-3%Mg e Al-3%Mg-0,2%Sc. Foram observados dois comportamentos: o primeiro era o aumento do tamanho de grão final com a temperatura de deformação e o segundo foi que a fração de contornos de baixo ângulo aumentou, juntamente com o incremento de temperatura [38].

De uma forma geral, a ECA é uma técnica de DPS amplamente empregada para uma variedade de metais e ligas, nos quais obtêm-se microestruturas refinadas com grande aumento da resistência mecânica, mas razoável perda de ductilidade [32, 33]. Alterando-se os parâmetros experimentais e geometria da matriz, é possível aumentar ainda mais a severidade desta deformação. Nos últimos anos, os processos de deformação em baixa temperatura têm sido estudados, principalmente a laminação criogênica, isto é, com chapas resfriadas na temperatura do nitrogênio líquido (NL) [39-48]. A redução da temperatura é uma estratégia para aumentar a severidade da deformação, pois suprime parcialmente mecanismos de recuperação dinâmica, conduzindo assim a um aumento da densidade de defeitos, principalmente discordâncias. A seguir, a seção 3.4.4 trata da deformação criogênica, que é principal tema do presente trabalho.

3.4.4 Deformação Criogênica

A deformação criogênica tem despertado grande interesse nos últimos anos, devido ao intenso refino microestrutural assim obtido, mesmo sem a imposição de elevados graus de deformação plástica [39, 40]. Outro efeito interessante da redução da temperatura, além do aumento da resistência mecânica, é a redução da perda de ductilidade [3, 40, 41, 45]. A Figura 3.16 mostra a variação do limite de escoamento e do alongamento total para a liga AA6061 em função da temperatura de ensaio [3].

Na Figura 3.16 nota-se que o limite de escoamento aumenta continuamente com a redução da temperatura. Por outro lado, o alongamento reduz-se até próximo de 0 °C e aumenta ligeiramente com a redução da temperatura. Desta forma, tem-se um indicativo do comportamento da liga AA6061 em temperaturas criogênicas que, além de aumentar a sua resistência mecânica, gera um pequeno acréscimo na ductilidade, que pode ser associado com a ocorrência de recristalização. Esse comportamento particular em baixas temperaturas faz com que o processo de

deformação seja facilitado, até certo grau, tornando-o vantajoso do ponto de vista de refino microestrutural.

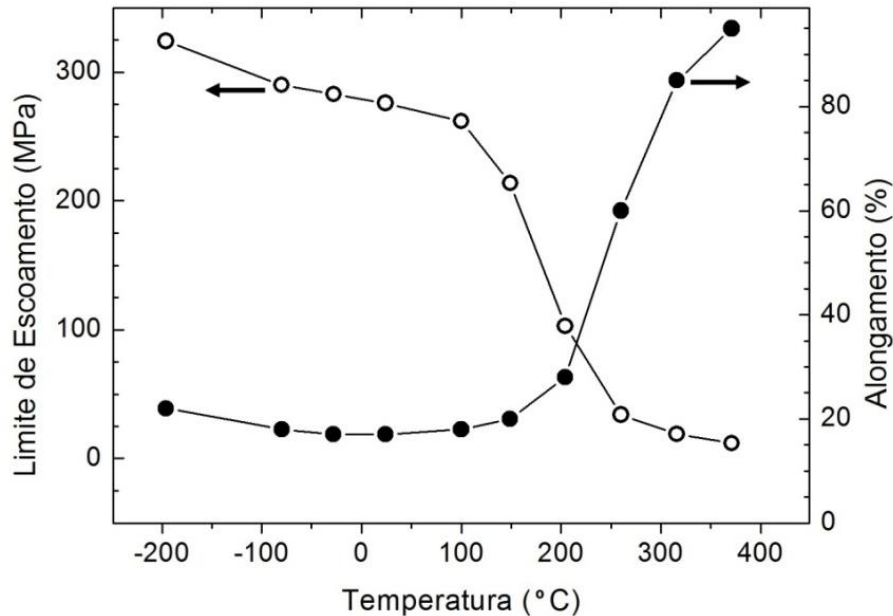


Figura 3.16 – Propriedades mecânicas em tração uniaxial da liga AA6061 em diferentes temperaturas [3].

Os primeiros estudos utilizando a deformação criogênica concentraram-se na laminação (ou criolaminação) devido à facilidade e simplicidade de processamento. A laminação criogênica foi aplicada a uma ampla variedade de metais e ligas, principalmente alumínio [39-42], cobre [43-46], titânio [47], aço inoxidável [48], vanádio [49] e ligas de Ni-Ti com memória de forma [50]. Em geral, os materiais estudados apresentaram, após a laminação criogênica, uma elevada resistência mecânica combinada com elevada ductilidade. Observa-se que não somente metais e ligas de estrutura CFC possuem ductilidade elevada em baixas temperaturas durante a deformação plástica, mas também de estruturas HC e CCC (Cúbica de Corpo Centrado). Neste caso, a transição dúctil-frágil é descrita para elevadas taxas de deformação plástica, ou seja, carregamentos dinâmicos. No caso dos estudos citados, as taxas de deformação são menores, visto que se trata de processamento por laminação convencional, não ocorrendo, portanto, a transição dúctil-frágil.

Sarma *et al* [51] laminaram convencionalmente amostras de cobre eletrolítico, Cu-4,6%Al, Cu-9%Al, Cu-15%Al, alumínio comercialmente puro e a liga AA6061 na temperatura ambiente e na temperatura do NL. Para as ligas com alta EDE

submetidas à laminação à frio e à criolaminação, a diferença de resistência mecânica foi inferior a 10%. Por outro lado, a liga Cu-4,6% Al, que possui EDE intermediária dentre os materiais estudados, foi a que apresentou melhores resultados, com um aumento de cerca de 25-30% na resistência mecânica. Resumidamente, ligas de alta EDE deformam-se preferencialmente por deslizamento de discordâncias, independentemente da temperatura, enquanto ligas de baixa EDE deformam-se por maclagem, também em qualquer temperatura. Já as ligas de EDE intermediária, deformam-se por maclagem durante a laminação criogênica e por deslizamento de discordâncias na laminação a frio [51].

Outra técnica de processamento que também pode ser empregada em temperatura criogênica é a laminação assimétrica, uma variação da laminação convencional, na qual utilizam-se rolos com diferentes diâmetros ou de mesmo diâmetro girando com velocidades distintas [52]. Neste caso, a modificação da geometria do laminador adiciona uma componente de cisalhamento à deformação, de modo que a deformação acumulada seja maior em comparação com a laminação convencional, como é mostrado a seguir na equação (3.4) que fornece o valor da deformação equivalente (ϵ_{eq}) [53]:

$$\epsilon_{eq} = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left(\frac{1}{1-r} \right) \phi \quad ; \quad \phi = \left\{ 1 + \left[\frac{(1-r)^2}{r(2-r)} \tan \theta \right]^2 \right\}^{1/2} \quad (3.4)$$

Sendo r a redução de espessura ($r = 1 - t_1/t_0$; t_1 e t_0 são as espessuras inicial e final da chapa, respectivamente) e ϕ o parâmetro que considera os efeitos de assimetria do laminador, estando diretamente relacionado com o ângulo θ produzido pela rotação assimétrica dos rolos. Dessa forma, quanto maior o valor de ϕ , maior a deformação por cisalhamento adicionada pela laminação assimétrica [53].

Embora a grande maioria dos estudos sejam envolvendo laminação assimétrica em temperatura ambiente, alguns trabalhos têm visado estudar o potencial desta rota de processamento em baixas temperaturas. Yu *et al* [54] estudaram a possibilidade de produzir chapas nanoestruturadas de alumínio AA1050 a partir da laminação assimétrica em temperatura criogênica. Comparando-se com a laminação assimétrica a 25 °C, a baixa temperatura foi capaz de reduzir substancialmente o tamanho de grão, sendo alcançado um valor médio igual a 211 nm. Em contrapartida, na laminação assimétrica em temperatura ambiente atingiu-se

um tamanho médio de grão igual a 500 nm. Além disso, com a criolaminação assimétrica foi observado um aumento simultâneo de resistência e ductilidade na liga AA1050. Dessa forma, a laminação assimétrica é uma estratégia eficiente de deformação severa, principalmente em rota criogênica, para a otimização de microestrutura e propriedades mecânicas.

Resultados importantes também foram obtidos com outras técnicas de processamento criogênico, tais como torção sob alta pressão (do inglês, "*High Pressure Torsion*" - HPT). Assim, Kon'kova e colaboradores [43] estudaram a deformação severa criogênica em cobre eletrolítico usando HPT e encontraram um tamanho de grão médio de 0,2 μm e de subgrão de 0,11 μm , com uma elevada densidade de discordâncias. O tamanho inicial de grão do material utilizado era de 0,65 μm , portanto houve um refino de grão significativo. Os pesquisadores observaram também maclas na microestrutura, com tamanho médio de 30 nm. Entretanto, a principal conclusão desse trabalho foi de que o mecanismo de deformação operante em temperaturas criogênicas é o deslizamento de discordâncias e não a maclagem mecânica, como acontece em temperatura ambiente para o cobre [43].

A ECA criogênica (ou Crio-ECA) ainda foi pouco explorada e Chen e co-autores [55] foram pioneiros no estudo do efeito da Crio-ECA na microestrutura e propriedades mecânicas de alumínio comercialmente puro. Em termos microestruturais, o tamanho médio de grão ultrafino encontrado foi semelhante comparando-se a Crio-ECA com ECA conduzida em temperatura ambiente. Entretanto, após oito passes em temperatura criogênica, foi observado maior densidade de discordâncias no interior dos grãos. Além disso, a dureza média foi 27% maior do que para a deformação em temperatura ambiente [55].

Outro estudo detalhado sobre a evolução microestrutural de uma liga Al-1%Mg processada por Crio-ECA foi conduzido por Chen *et al* [56]. A principal conclusão foi de que a drástica redução de temperatura causou um maior refino de grão pela geração de uma elevada fração de contornos de alto ângulo e desorientação entre grãos em cada passe. Além disso, surpreendentemente, foram observadas maclas nas amostras processadas com quatro passes por Crio-ECA [56].

A variação da resistência mecânica após a Crio-ECA foi estudada por Fritsch e colaboradores [57] na liga AA7075. De uma forma geral, o processamento criogênico promoveu um intenso refino na microestrutura, o que se refletiu no aumento

da resistência mecânica. Além disso, a combinação com tratamento térmico de envelhecimento artificial após a Crio-ECA promoveu um aumento da ductilidade na liga.

O comportamento da liga AA1050 durante o recozimento sob aplicação de um campo magnético após deformada por Crio-ECA foi avaliada por He *et al* [58]. Neste trabalho, mediu-se um tamanho de subgrão em torno de 0,68 μm após a Crio-ECA, que variou após o recozimento com campo magnético (2,3 μm). Adicionalmente, não foi observado crescimento anormal de grão. Dessa forma, a Crio-ECA mostra-se uma estratégia eficiente no refino microestrutural, produzindo microestruturas com distribuição uniforme de tamanho de grãos.

Por outro lado, Chatterjee e colaboradores [59] encontraram uma tendência oposta ao estudarem as propriedades mecânicas da liga AA5052 submetida a Crio-ECA. Neste caso, comparando-se com amostras processadas em temperatura ambiente, determinou-se uma dureza 22% menor para esta liga após 14 passes de Crio-ECA. Este comportamento foi associado com a pequena sensibilidade à taxa de deformação e grande volume de ativação nas amostras deformadas criogenicamente, em relação àquelas deformadas em temperatura ambiente.

Além de ligas de alumínio, outros metais não-ferrosos também foram submetidos a Crio-ECA. Um trabalho com diferentes ligas de Cu-Al foi conduzido por Wei *et al* [60], combinando-se Crio-ECA com criolaminação. Concluiu-se que esta rota de processamento foi eficaz para promover um intenso refinamento microestrutural e aumentar a capacidade de maclagem. Além disso, na liga Cu-7%Al foi observado um aumento simultâneo de resistência e ductilidade (871 MPa de limite de resistência à tração com 4,3% de alongamento uniforme). Outro trabalho de investigação dos efeitos da Crio-ECA foi conduzido sobre titânio comercialmente puro [61]. Após Crio-ECA, foi observado um retardo da recristalização, com uma microestrutura apresentando elevada densidade de discordâncias e maclas de deformação. Quanto às propriedades mecânicas, foi observado aumento de 5-10% da resistência mecânica após a Crio-ECA, em comparação com a ECA em temperatura ambiente, combinado com alta ductilidade.

Apesar dos avanços sobre os estudos com diferentes técnicas de deformação criogênica, poucos trabalhos demonstraram preocupação com o controle de temperatura durante o processamento, mas alguns analisaram a variação da temperatura durante a deformação por ECA em temperatura ambiente [62, 63].

Utilizando alumínio comercialmente puro mostrou-se que ocorre um aumento abrupto de temperatura durante a passagem pela matriz; com velocidade de 18 mm.s^{-1} , os autores registraram variações da ordem de $29 \text{ }^{\circ}\text{C}$, sendo que em aproximadamente dez segundos a temperatura voltou a se aproximar da inicial. Entretanto, com uma liga Al-3%Mg, esta variação foi de $74 \text{ }^{\circ}\text{C}$, portanto mais significativa [62]. Ademais, utilizando-se uma velocidade mais baixa, de $0,18 \text{ mm.s}^{-1}$, a variação de temperatura foi inferior a $1 \text{ }^{\circ}\text{C}$ para ambos os materiais [62]. Dessa forma, o aquecimento gerado durante a deformação é um fator a ser considerado para o caso de elevadas taxas de deformação, não sendo um fator importante para o caso da Crio-ECA em baixas taxas de deformação como é o caso da presente investigação.

Diante do quadro apresentado, o objetivo deste trabalho é estudar o processo de Crio-ECA na liga AA6061, com subseqüentes tratamentos térmicos de envelhecimento artificial. Destaca-se aqui que o desenvolvimento da rota de Crio-ECA é um dos principais objetivos do trabalho, visto que há poucos registros na literatura sobre este processo e, em nível nacional, este trabalho compreende o primeiro esforço neste sentido. Com isso, pretende-se investigar os efeitos da deformação severa criogênica sobre o envelhecimento artificial desta liga. Além disso, espera-se contribuir para o entendimento da influência das baixas temperaturas no comportamento mecânico durante a deformação plástica. Outro importante objetivo é compreender os efeitos relacionados com a precipitação e alterações microestruturais na liga AA6061 após esta rota de processamento, visto que dentre os poucos trabalhos presentes na literatura relacionados à Crio-ECA, nenhum deles deu ênfase para a investigação da precipitação sobre estruturas produzidas por esta rota.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

O procedimento experimental descrito a seguir envolve uma etapa inicial de caracterização do material no estado “como recebido”, seguida de uma avaliação da evolução do endurecimento da liga por meio de tratamentos térmicos de envelhecimento. Os resultados dessa avaliação inicial foram utilizados na definição das condições de aplicação da DPS. No item 4.1 são descritas as condições iniciais do material no estado em que foi recebido. Em seguida, é apresentado o procedimento experimental empregado nos estudos iniciais do envelhecimento natural e artificial da liga AA6061, constituindo as primeiras etapas descritas na seção 4.2 (subitens 4.2.1 e 4.2.2).

A partir dos resultados obtidos nestes tratamentos iniciais, foram conduzidos os processamentos que envolvem laminação e ECA, realizados em temperatura ambiente e em temperatura criogênica, descrito com detalhes no subitem 4.2.3. Nesta segunda etapa do estudo, foram feitas medidas de dureza Vickers nas amostras deformadas e tratadas termicamente e, com base nessas medidas, foram selecionadas as condições de interesse para as caracterizações microestruturais e de propriedades mecânicas, conforme descrito no subitem 4.2.4 e 4.2.5, respectivamente.

4.1 Material de partida

Foram utilizadas amostras de uma liga de alumínio AA6061 produzida pela Alcoa. A Tabela 8 mostra a composição química da liga, analisada em um espectrômetro de emissão óptica, marca ARL, modelo 3460 instalado na Companhia Brasileira de Alumínio (CBA).

Tabela 8 – Composição química da liga AA6061 utilizada no presente trabalho

Elemento	Si	Mg	Cu	Fe	Cr	Ti	Mn	Al
% peso	0,62	1,01	0,19	0,22	0,05	0,023	0,028	Balanço

O material foi recebido na forma de barras extrudadas a quente e envelhecidas naturalmente (T4) com dimensões de 31,8 mm x 25,4 mm x 2700 mm

(largura x altura x comprimento). Todos os corpos de prova utilizados foram retirados acompanhando esta direção de extrusão. Foram também realizadas medidas de dureza Vickers por micro-impressão (HV) nas amostras do material como recebido de modo a fazer uma caracterização e avaliação preliminar. As medidas de dureza Vickers foram realizadas nas seções longitudinal e transversal da barra, em temperatura ambiente, com carga de 100 gf e tempo de aplicação de 15 segundos. Foi utilizado o durômetro da Future-Tech modelo FM500, instalado no Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa), da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar). O valor médio obtido na seção longitudinal foi de 69 ± 2 HV, e para a seção transversal 68 ± 4 HV. Doravante, exceto se mencionado o contrário, todos os equipamentos utilizados no trabalho estão instalados no DEMa - UFSCar.

4.2 Procedimento Experimental

O objetivo da etapa apresentada a seguir é avaliar a cinética de envelhecimento natural e artificial da liga AA6061. A Figura 4.1 apresenta esquematicamente a sequência adotada para esta caracterização preliminar.

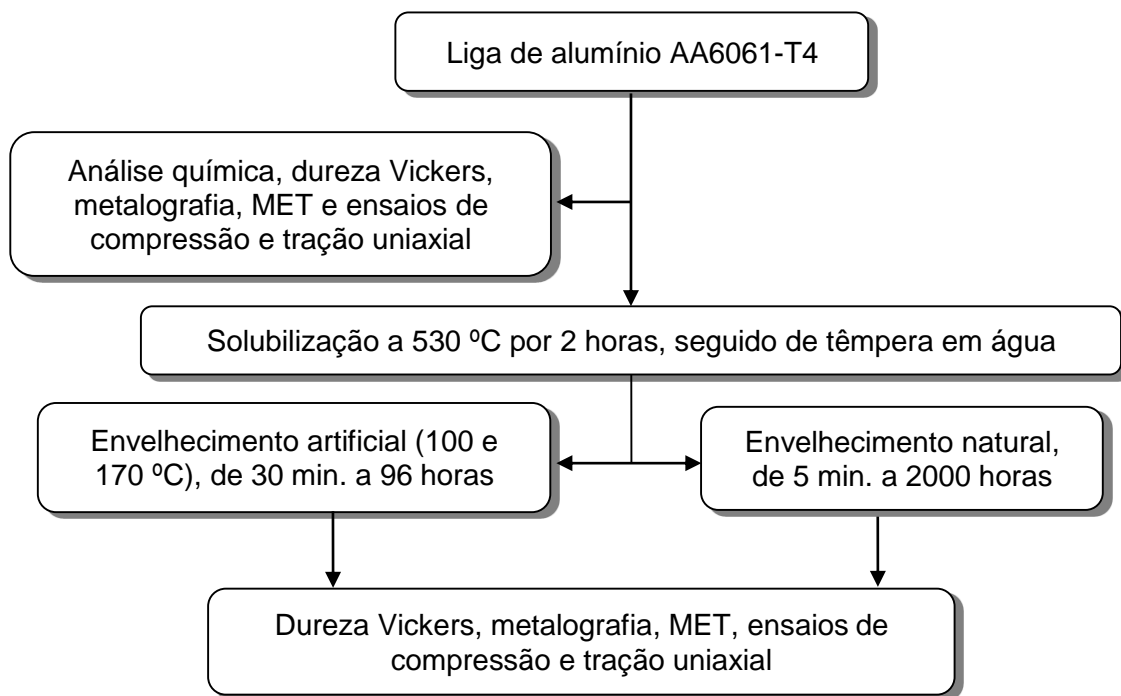


Figura 4.1 – Organograma da sequência de caracterizações e tratamentos térmicos do material inicial.

A partir dos resultados obtidos nos tratamentos térmicos indicados na Figura 4.1, foram definidos os parâmetros que seriam utilizados na etapa seguinte do estudo, que envolve deformação plástica. Assim, todas as amostras utilizadas foram inicialmente solubilizadas e armazenadas em um recipiente (“*dewar*”) contendo NL, de modo a preservar a SSSS antes do início dos processamentos de deformação severa, bem como entre as etapas de deformação.

Após a deformação plástica com diferentes níveis de deformação, realizados por laminação convencional (LC), laminação assimétrica (LA) e ECA, foram realizados os tratamentos de envelhecimento artificial. A Figura 4.2 mostra esquematicamente a rota definida de tratamentos térmicos e de processamento mecânico da liga AA6061.

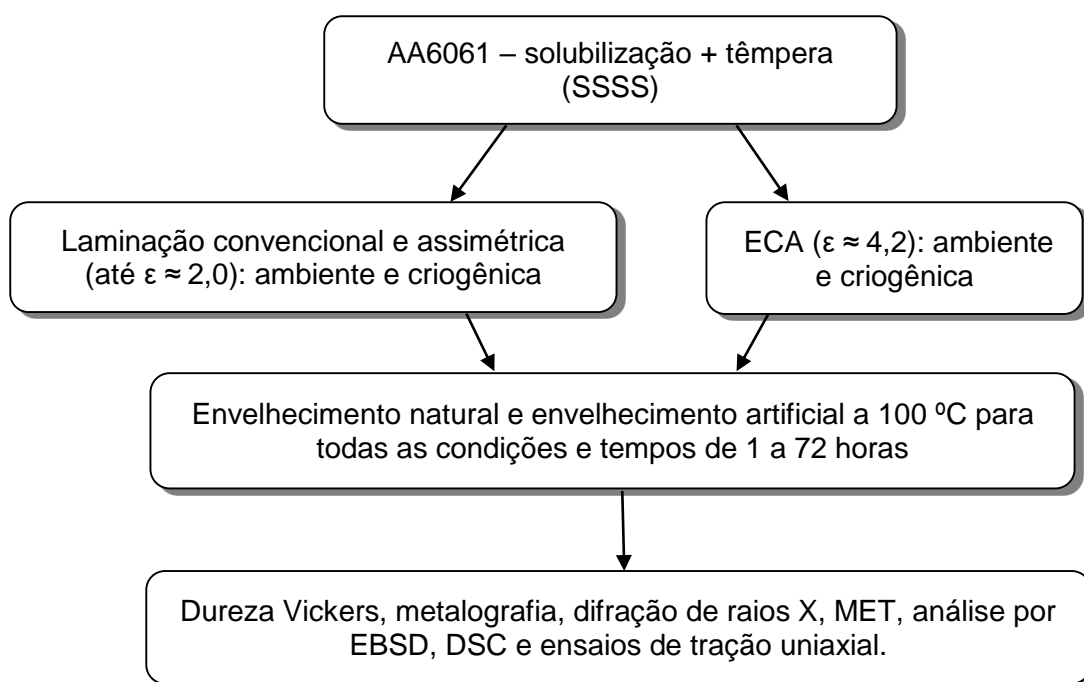


Figura 4.2 – Organograma da sequência adotada no estudo da deformação severa em temperatura ambiente e criogênica da liga AA6061.

O acompanhamento da variação de dureza em função do tempo de envelhecimento artificial pós-processamento permitiu definir as condições de maior interesse que foram analisadas com o procedimento apresentado na Figura 4.2. A seguir, são descritas as técnicas experimentais empregadas em todas as etapas do trabalho.

4.2.1 Tratamento Térmico de Solubilização e Têmpera

Para avaliar a influência dos processos de deformação severa e precipitação, foi realizado previamente o tratamento térmico de solubilização, seguido de resfriamento rápido (têmpera). Este tratamento consiste em manter as amostras em forno tipo mufla a 530 °C durante 2 horas. Em seguida foi realizada têmpera em água em temperatura ambiente, sem agitação mecânica. Esta condição foi denominada de SSSS e é o estado de partida de todas as amostras utilizadas posteriormente para laminações e extrusões. Conforme descrito na literatura, a liga AA6061 apresenta pouca sensibilidade à têmpera, não necessitando de meios de resfriamento excessivamente drásticos [1- 4, 7].

4.2.2 Tratamentos Térmicos de Envelhecimento

Imediatamente após a solubilização e têmpera, as amostras foram submetidas a envelhecimento artificial (T6) em duas temperaturas: 170 °C e 100 °C. Para a temperatura de 170 °C foi utilizado o sal TEC-140, fornecido pela Tecfar Comercial e Industrial Ltda, com temperatura de fusão de ~140 °C e composto de: nitrito de sódio (NaNO_2) e nitrato de potássio (KNO_3). Já para o tratamento a 100 °C foi utilizado óleo vegetal, por apresentar-se estável e líquido nesta temperatura. Os tempos de tratamento variaram de trinta minutos a 96 horas. Medidas de dureza Vickers por micro-impressão foram utilizadas para acompanhar o envelhecimento artificial em diferentes tempos de tratamento, sendo realizados imediatamente após a remoção da amostra do banho e resfriamento em água a temperatura ambiente. Foram tomadas quinze medidas de dureza em cada amostra e calculados a média e o desvio-padrão, utilizando carga de 100 gf aplicada durante 15 segundos. Adicionalmente, foi também realizado envelhecimento natural (T4), logo após a solubilização e têmpera, para o estudo da cinética de precipitação nesta temperatura.

No caso das amostras deformadas por laminação (convencional e assimétrica) e ECA, também foi empregado o tratamento T4, após a deformação severa e no estado solubilizado. O tratamento de envelhecimento artificial pós-deformação foi conduzido a 100 °C, por diferentes tempos, que variaram de 30 minutos a 72 horas.

4.2.3 Laminações e Extrusão em Canal Angular

Os processamentos foram realizados em duas temperaturas: ambiente e criogênica. No presente estudo entende-se por deformação em temperatura criogênica como sendo conduzida abaixo de $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$. Para as laminações, fixou-se deformação equivalente igual a 2,0 (redução de espessura de $\sim 86\%$), que equivale a três passes ECA. Para ECA, a deformação equivalente foi igual a $\epsilon_N \approx 4,2$, obtida com seis passes (6X), utilizando a rota Bc.

Na LC foi utilizado um laminador duo reversível FENN-051, com frequência de 61 rpm. Na deformação criogênica, as amostras no estado de SSSS foram mergulhadas em NL até estabilização da temperatura, por cerca de cinco minutos, e imediatamente posicionadas no laminador para a deformação, mantendo-se uma redução de 10% de espessura a cada passe. Destaca-se aqui que houve o resfriamento apenas da amostra antes de cada passe e que durante a laminação não houve controle de temperatura, sendo que a amostra retornava imediatamente ao reservatório de NL para o passe seguinte. Esta sequência de passos foi adotada visando suprimir um possível envelhecimento natural entre os passes de laminação. Este procedimento foi repetido para todos os passes, até atingido o nível de deformação de interesse. Para o caso das laminações em temperatura ambiente não houve nenhuma etapa de resfriamento durante o processo, entretanto os passes foram conduzidos no menor tempo possível, totalizando cerca de 10 minutos do início ao término (chegada ao grau de deformação de interesse). Doravante, a LC em temperaturas ambiente e criogênica serão denominadas, respectivamente, por LC e Crio-LC. Imediatamente após o término das LCs, as amostras selecionadas seguiram para os tratamentos térmicos de interesse: T4 e T6.

A LA foi conduzida em um laminador Coelho LE150 modificado, dotado de rolos com diferentes diâmetros e mostrado esquematicamente na Figura 4.3. Para este estudo, as amostras foram processadas nos rolos com relação de velocidades tangenciais igual a 1:1,5. A velocidade de rotação nos mancais de rolamento é de 23 rpm. Tanto para a LA, quanto para a LC as dimensões das amostras antes da deformação eram: 15 mm x 15 mm x 70 mm (largura x altura x comprimento). As laminações criogênicas utilizando LA foram conduzidas da mesma maneira que para a LC, resfriando-se a amostra entre cada passe de deformação. Doravante, a LA em temperaturas ambiente e criogênica serão denominadas, respectivamente, por LA e

Crio-LA. Imediatamente após o término das LAs, as amostras seleccionadas seguiram para os tratamentos térmicos de interesse: T4 e T6.

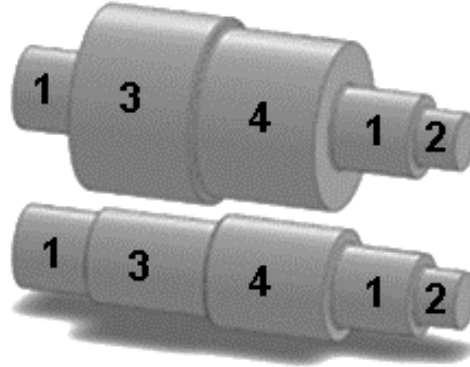


Figura 4.3 – Representação esquemática dos rolos com diferentes diâmetros utilizados na laminação assimétrica. Cada número indica a região do laminador descrita a seguir: 1 – mancais de rolamento; 2 – conexões de acionamento; 3 – superfície de laminação 1:2; e 4 – superfície de laminação 1:1,5.

Para a ECA, foi utilizada uma matriz com geometria $\Phi = 120^\circ$, $\Psi = 22^\circ$, $R = 4$ mm, $r = 0$ mm e diâmetro dos canais de (L_0) 10 mm, construída em aço H13. Esta configuração de matriz resulta em uma deformação equivalente de aproximadamente 0,7 por passe e é mostrada esquematicamente na Figura 4.4.

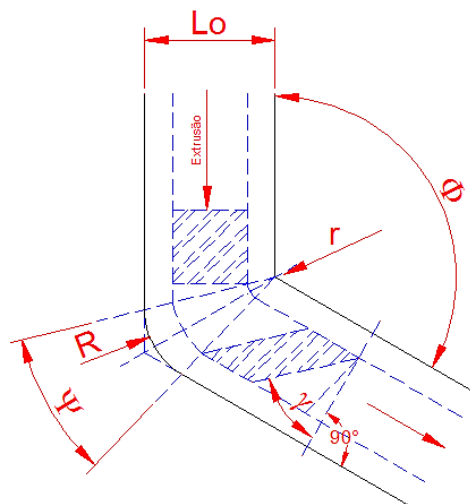


Figura 4.4 – Ilustração dos parâmetros de geometria da matriz de ECA utilizada no presente trabalho.

A velocidade de avanço utilizada foi de aproximadamente 15 mm/min e os experimentos foram realizados em prensa hidráulica da marca KRATOS. As amostras são cilindros com diâmetro de 10 mm e comprimento de 70 mm. No caso da ECA criogênica, utilizou-se uma câmara fria que atinge temperaturas em torno de $-140\text{ }^{\circ}\text{C}$ (marca INSTRON modelo 3119-610). O conjunto de matriz e amostra foi posicionado no interior desta câmara selada, sendo a temperatura controlada por termopar tipo T instalado próximo da amostra, na região de mudança de direção de extrusão. A Figura 4.5 a seguir mostra esquematicamente a montagem utilizada para o processamento por Crio-ECA.

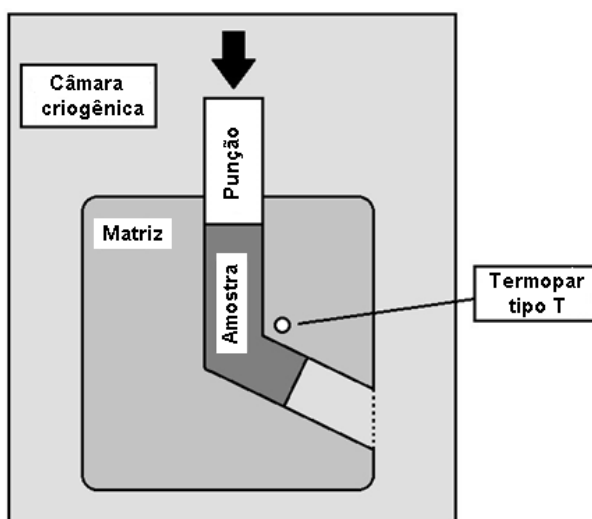


Figura 4.5 – Ilustração esquemática do processamento por Crio-ECA, mostrando o conjunto posicionado no interior de uma câmara criogênica e indicando a posição de inserção do termopar tipo T.

Para o caso da Crio-ECA adotou-se a temperatura de $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante os processamentos. Um lubrificante em forma de graxa a base de bissulfeto de molibdênio (MoS_2) foi utilizado nos canais da matriz para ECA em temperatura ambiente. Para as extrusões criogênicas, nenhum tipo de lubrificante foi utilizado, visto que o gelo formado nas superfícies resfriadas atuou como agente de lubrificação. Ressalta-se que esta etapa do trabalho envolveu o desenvolvimento da técnica de processamento ECA em temperatura criogênica. Doravante, a ECA em temperaturas ambiente e criogênica serão denominadas, respectivamente, por ECA e Crio-ECA.

A Figura 4.6 a seguir, apresenta graficamente a sequência de processos adotados nas diferentes rotas de processamento, indicando o tratamento térmico de

solubilização e têmpera como primeira etapa, seguido imediatamente da deformação em diferentes rotas e, finalmente, os tratamentos térmicos de precipitação T4 e T6.

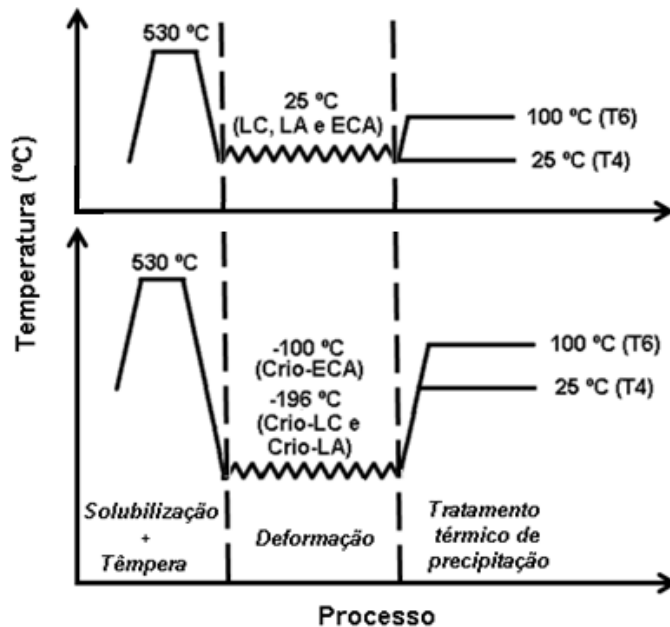


Figura 4.6 – Representação esquemática das rotas de processamento adotadas para a liga AA6061, indicando as etapas de solubilização e têmpera, deformação plástica em diferentes temperaturas e posterior precipitação.

Todas as rotas de deformação partiram da condição de SSSS e foram seguidas pelos tratamentos térmicos de envelhecimento natural e artificial (100 °C), realizados em diferentes tempos. A Tabela 9 mostra um resumo das nomenclaturas adotadas para as diferentes rotas de processamento.

Tabela 9 – Nomenclaturas das rotas de processamento adotadas para a liga AA6061

Nomenclatura	Condições de processamento
LC	Laminação Convencional (25 °C)
Crio-LC	Laminação Convencional Criogênica (-196 °C)
LA	Laminação Assimétrica (25 °C)
Crio-LA	Laminação Assimétrica Criogênica (-196 °C)
ECA	Extrusão em Canal Angular (25 °C)
Crio-ECA	Extrusão em Canal Angular Criogênica (-100 °C)

4.2.4 Análise Microestrutural

A Figura 4.7 ilustra esquematicamente o plano Y, do qual foram removidas amostras para todas as análises microestruturais após processamento em diferentes rotas.

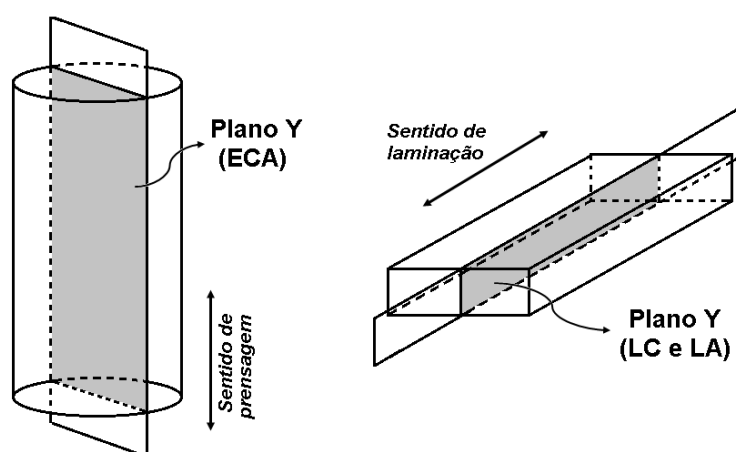


Figura 4.7 – Representação esquemática indicando em cinza o plano Y para o caso das amostras após ECA (à esquerda) e laminações (à direita). Neste plano foram removidas amostras para caracterização microestrutural.

Após o processamento por laminação e ECA, as amostras foram analisadas primeiramente por metalografia e microscopia óptica. As amostras foram cortadas na seção de interesse (plano Y) e embutidas em resina poliéster. Na sequência, realizou-se lixamento mecânico e manual com lixas das seguintes granulometrias: 320, 400, 600, 1200, 2000, e 2500 mesh. As amostras, então, foram submetidas ao polimento mecânico e manual, utilizando suspensões diamantadas a base d'água, com os seguintes tamanhos de diamante: 3, 1 e 0,25 μm , seguido de polimento final em poliriz vibratória com sílica coloidal de 0,01 μm . A observação no microscópio óptico ocorreu após a anodização das amostras, utilizando tensão de 20 volts, durante cinco minutos, em reagente de Barker (solução aquosa com 2%vol. de ácido fluobórico, HBF_4). O tamanho de grão foi obtido, quando possível, conforme descrito na norma ASTM E112 [63].

As observações por Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) foram realizadas em um microscópio FEI TECNAI G²F20 (canhão FEG) operado a 200 kV, nas amostras deformadas por ECA e Crio-ECA e tratadas termicamente. Para determinar a orientação cristalográfica, o dispositivo ASTAR instalado no microscópio

FEI TECNAI G² (filamento LaB₆) operado a 200 kV foi utilizado, de modo a se obter um mapeamento de orientações cristalográficas das amostras após ECA e Crio-ECA. As amostras para MET foram preparadas utilizando polimento eletrolítico com solução composta de 20% de ácido nítrico (HNO₃) em metanol, com tensão aplicada de 20 volts e temperatura da solução mantida a -30 °C, utilizando o equipamento modelo Tenupol3, da marca Struers.

Adicionalmente, análise por Difração de Elétrons Retroespalhados (do inglês, “*Electron Back-Scattering Diffraction*”, EBSD), que é complementar à técnica de MET, foi adotada para comparação dos efeitos da variação de temperatura de deformação na microestrutura. Os planos de observação nestes microscópios correspondem sempre ao plano Y (ver Figura 4.7). Para tal análise, foi utilizado um microscópio com filamento do tipo FEG (do inglês, “*Field Emission Gun*”) da marca TESCAN, modelo MIRA 3, equipado com detector de EBSD da Oxford Instruments que está instalado na Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG), com tensão de operação igual a 20 kV. Os dados foram coletados e analisados no software AZtechHKL. A distância entre um ponto e outro da varredura (“*step-size*”) variou de 0,3 a 0,35 µm. As amostras foram polidas eletroliticamente utilizando solução de polimento padrão composta de: 800 mL de água destilada, 160 mL de etanol e 60 mL de ácido perclórico (HClO₄). Esta solução foi mantida resfriada abaixo de 10 °C. O tempo de polimento foi de cerca de 20 segundos, utilizando tensão de 25 volts, que resultou em uma densidade de corrente de 1,5 a 2,0 A/cm² durante o polimento eletrolítico.

A Difração de Raios X (DRX) foi realizada para a determinação da densidade de discordâncias pelo método Williamson-Hall (W-H), bem como para uma análise qualitativa da textura. Utilizou-se um difratômetro da marca Siemens D5005, com monocromador de grafite, fornecendo radiação CuK α ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$), com velocidade de varredura de 0,1°/min em modo contínuo, de 30° a 90° (2 θ). Todas as amostras foram cortadas e preparadas de modo que os raios X incidissem sobre o plano Y.

O uso de Calorimetria Exploratória Diferencial (em inglês, “*Differential Scanning Calorimetry*”, DSC) permite determinar as energias envolvidas nas transformações de fase (principalmente precipitação e dissolução de precipitados), e de que modo a temperatura de deformação exerce influência sobre estas variáveis. As medidas foram realizadas em um equipamento da marca TA Instruments modelo Q2000, utilizando cadinho de alumínio puro e taxas de aquecimento de 20 °C/min, com atmosfera de argônio. Pelo menos três amostras em cada condição foram

medidas no DSC. A faixa de estudo adotada foi entre a temperatura ambiente e 450 °C.

4.2.5 Ensaio Mecânicos

Foram realizados ensaios de compressão uniaxial, que permitem grandes deformações sem estricção, para estudo das curvas Kocks-Mecking (K-M), cujo método é detalhado adiante. Estes ensaios foram conduzidos em temperatura ambiente e criogênica. No caso da compressão criogênica a amostra permaneceu completamente mergulhada em NL durante todo o ensaio, com tempo de espera de cinco minutos antes do início da compressão para estabilização da temperatura. Foram produzidos corpos de prova cilíndricos com diâmetro de 6 mm e altura de 9 mm, definidas conforme a norma ASTM E9 [65], com uma razão entre comprimento e diâmetro (L/D) menor que 2,0, de modo a evitar defeitos associados barrilamento e/ou flambagem durante a compressão. Os corpos de prova foram posicionados em um sistema composto por duas placas polidas de aço temperado, planas e paralelas entre si. Para os ensaios em temperatura ambiente, foi utilizada graxa lubrificante à base de bissulfeto de molibdênio (MoS_2), enquanto que para os ensaios em temperatura criogênica o lubrificante foi dispensado, sendo o próprio gelo formado nas superfícies o agente de lubrificação. Todas as amostras ensaiadas tiveram suas superfícies submetidas à polimento mecânico com pasta diamantada de 1 μm , de modo a minimizar a rugosidade superficial e, conseqüentemente, reduzir os efeitos relacionados ao atrito. Durante esta etapa de preparação destaca-se o cuidado em manter ambas as faces paralelas entre si, planas e perpendiculares em relação ao eixo de aplicação de carga, com objetivo de reduzir defeitos associados à distribuição de tensão e deformação não-uniforme. O resultado destes ensaios é a média de três amostras em cada condição de interesse.

Os ensaios de tração uniaxial foram realizados apenas em algumas condições de deformação e tratamento térmico, e serviram para medida da variação da ductilidade, em função da rota de processamento adotada. Os corpos de prova foram removidos na direção longitudinal de deformação das amostras laminadas e extrudadas e usinados para as dimensões reduzidas (em milímetros) indicadas na Figura 4.8.

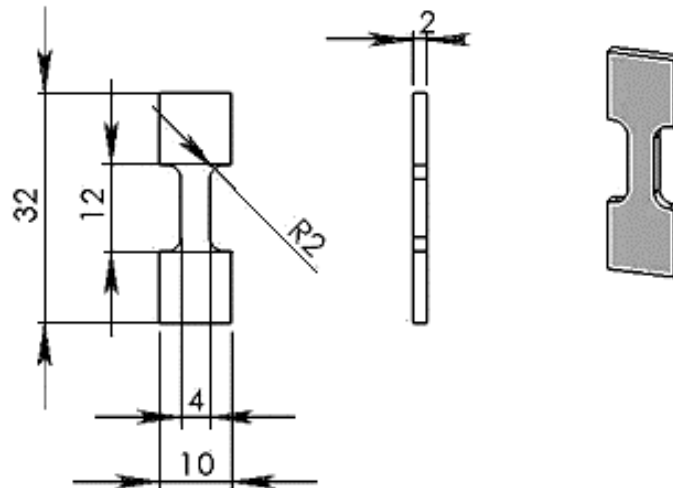


Figura 4.8 – Representação esquemática da geometria dos corpos de prova utilizados nos ensaios de tração uniaxial. As medidas mostradas na ilustração estão em milímetros.

Para a tração uniaxial, também foram realizados ensaios em temperatura ambiente e criogênica. No caso dos ensaios conduzidos em temperatura criogênica, foram adotados diferentes métodos de resfriamento. A $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$, o corpo de prova inteiro (área útil e extremidades) bem como a região do sistema de garras, permaneceram completamente mergulhados em NL. Já para os ensaios em temperatura intermediária, no caso $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$, foi utilizada câmara fechada da marca INSTRON modelo 3119-610, sendo a temperatura mantida constante durante todo o ensaio e aferida por um termopar tipo T. O resultado destes ensaios é a média de três amostras em cada condição de interesse. Ademais, os ensaios de compressão e tração foram realizados em uma máquina universal de ensaios mecânicos INSTRON 5500R, empregando taxas de deformação inicial variando de 10^{-1} s^{-1} a 10^{-4} s^{-1} .

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste item, os resultados dos vários experimentos realizados são apresentados e discutidos. No subitem 5.1 são discutidos os resultados referentes ao material de partida, no tocante à evolução de dureza durante os envelhecimentos e comportamento mecânico antes e após diferentes tratamentos de precipitação. No subitem 5.2 são apresentados e discutidos os resultados relacionados ao comportamento mecânico e microestruturas após processamento por diferentes rotas, incluindo laminação e ECA em temperaturas ambiente e criogênica. Finalmente, no subitem 5.3 são feitas considerações finais acerca dos resultados e sua discussão.

5.1 Comportamento Mecânico Pré-Processamento

5.1.1 Evolução da dureza durante a precipitação da liga AA6061

A Figura 5.1 mostra a evolução de dureza Vickers ao longo do tempo, observada no envelhecimento natural da liga AA6061.

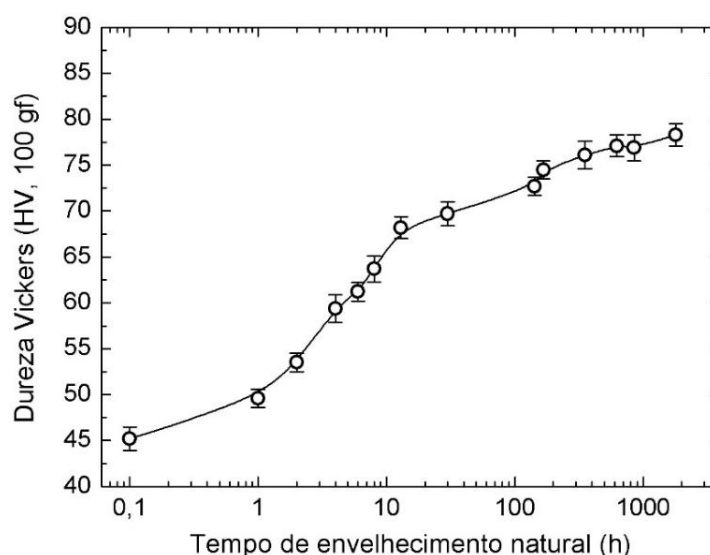


Figura 5.1 – Variação da dureza Vickers com o tempo de envelhecimento natural (T4) para a liga AA6061.

Observa-se na Figura 5.1 que a liga apresenta um acentuado envelhecimento natural, sendo que a taxa de endurecimento varia com o tempo: mais rápida nas primeiras horas e diminuindo em seguida. A relação expressa pela equação (5.1) é

útil para explicar de maneira simplificada a origem deste aumento de endurecimento que deve-se à contribuição dos *clusters* ($\sigma_{cluster}$) formados na liga AA6061:

$$\sigma_{cluster} = C_{cluster} \cdot \sqrt{(r \cdot f_{cluster})} \quad (5.1)$$

Sendo $C_{cluster}$ uma constante, r o raio do *cluster* e $f_{cluster}$ a fração volumétrica relativa de *clusters*.

Dessa forma, o comportamento observado na Figura 5.1 é compreendido, pois com o prosseguimento do envelhecimento, tanto a fração volumétrica quanto o raio dos *clusters* aumentam e, de acordo com a equação (5.1), o material aumenta sua dureza. Quanto à mudança na taxa de endurecimento no envelhecimento natural, esta pode ser compreendida levando-se em consideração o empobrecimento de soluto na matriz e a natureza dos precipitados formados ao longo do envelhecimento.

Imediatamente após a solubilização e têmpera, no estado de SSSS, a dureza média é igual a $45 \text{ HV} \pm 2$. Com uma hora de envelhecimento natural, este valor passa para $50 \text{ HV} \pm 1$, ou seja, um aumento de quase 10%. Neste caso, o que ocorre a nível atômico é uma intensa movimentação de vacâncias em direção aos sorvedouros, com objetivo de atingir um valor de concentração de equilíbrio. Entretanto, devido à existência de uma forte energia de ligação entre átomos de soluto e vacâncias, os átomos de Mg e Si ligam-se com as vacâncias dando início à formação dos *co-clusters*, que promovem o aumento da dureza observado nas primeiras horas de envelhecimento natural [4, 6, 7, 19].

Nota-se, também, que após cerca de 200 horas do tratamento T4, ocorre uma estabilização dos valores de dureza em torno de 78 HV, que representa um aumento de 73% em relação ao estado de SSSS. Em nível microestrutural, as mudanças que ocorrem nos valores de dureza são reflexo da precipitação, principalmente da formação de *co-clusters* Mg-Si, os quais têm sua taxa de crescimento reduzida devido à redução da concentração de vacâncias com o tempo [3, 8, 12]. Estes resultados concordam com os obtidos por Pogatscher *et al* [12] para o envelhecimento natural da liga AA6061 (ver Figura 3.2).

A Figura 5.2 mostra a evolução do endurecimento no envelhecimento artificial a $100 \text{ }^\circ\text{C}$ e a $170 \text{ }^\circ\text{C}$ para a liga AA6061 imediatamente após a solubilização e têmpera.

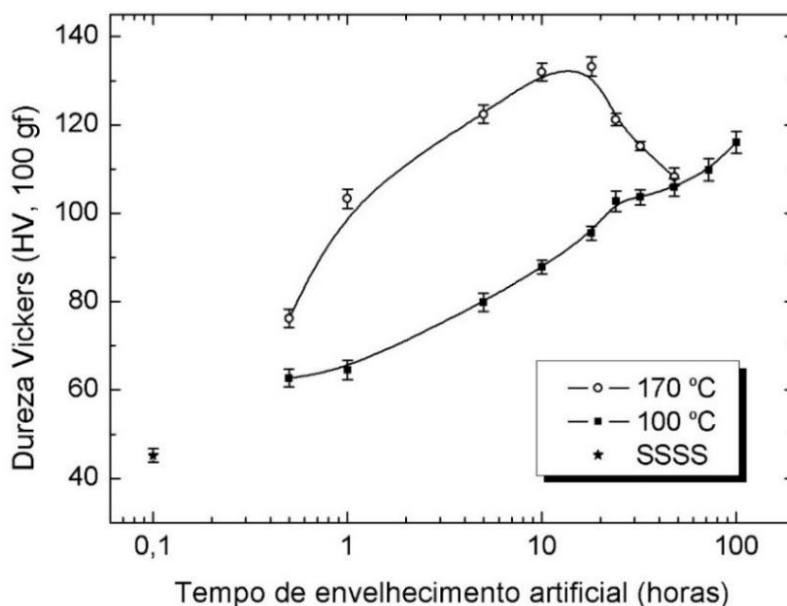


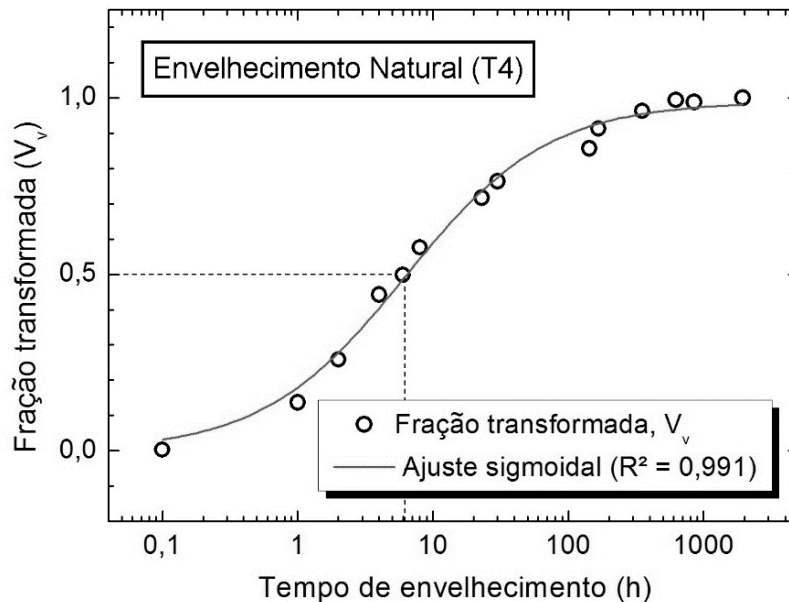
Figura 5.2 – Variação da dureza Vickers ao longo dos tratamentos térmicos de envelhecimento artificial da liga AA6061.

Nota-se que, em relação ao envelhecimento natural, a taxa de endurecimento no envelhecimento artificial é muito mais acentuada, atingindo níveis mais elevados de dureza em função da natureza dos obstáculos formados durante os tratamentos térmicos. Além disso, o aumento da temperatura também promove o aumento na taxa de difusão de vacâncias e átomos de soluto. Como pode ser visto na Figura 5.2, na primeira hora de tratamento a 170 °C a dureza aumenta em 129%, passando de 45 HV \pm 2 para 103 HV \pm 2. Nessa etapa, tem-se a formação, além dos *co-clusters* de Mg-Si, de zonas GP, as quais possuem estrutura cristalina e maior estabilidade que os *co-clusters*, com uma interface do tipo coerente [3, 7, 8, 21]. Com o prosseguimento do envelhecimento artificial e com a formação da fase β'' , atinge-se um ponto máximo de endurecimento, que para a liga AA6061 ocorre em torno de 18 horas. Nesse ponto, a dureza atinge o valor de 133 HV \pm 2, isto é, 196% maior que no estado de SSSS. A queda de resistência para tempos maiores observada nesta temperatura ocorre pelo crescimento competitivo e, conseqüente, engrossamento dos precipitados, formando β' e β , seguindo a seqüência de precipitação [3, 4, 7, 8].

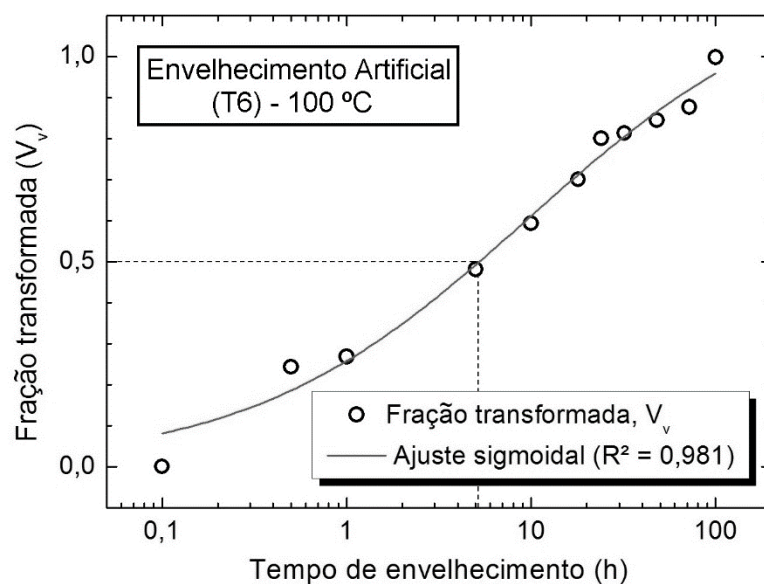
A Figura 5.2 também mostra a taxa de endurecimento na precipitação a 100 °C, que é mais lenta do que a 170 °C. Neste caso, com 96 horas de envelhecimento não foi atingido um máximo de endurecimento, o qual possivelmente necessita de tempos maiores. Entretanto, para o estudo em questão, não se prosseguiu com o

envelhecimento até o ponto de máximo endurecimento seguido de redução de resistência, devido à dificuldade experimental. Pode-se notar que, assim como a 170 °C, há um expressivo aumento da dureza logo nas primeiras horas de envelhecimento artificial. Com uma hora de envelhecimento, tem-se um aumento de $45 \text{ HV} \pm 2$ do estado de SSSS para $65 \text{ HV} \pm 2$, ou seja, um aumento de 44% da dureza. Como não foi atingido um máximo neste tratamento, pode-se afirmar que essa variação de resistência é devida à presença de *co-clusters* de Mg e Si e zonas GP e, em alguma fração volumétrica menor, precipitados de β'' .

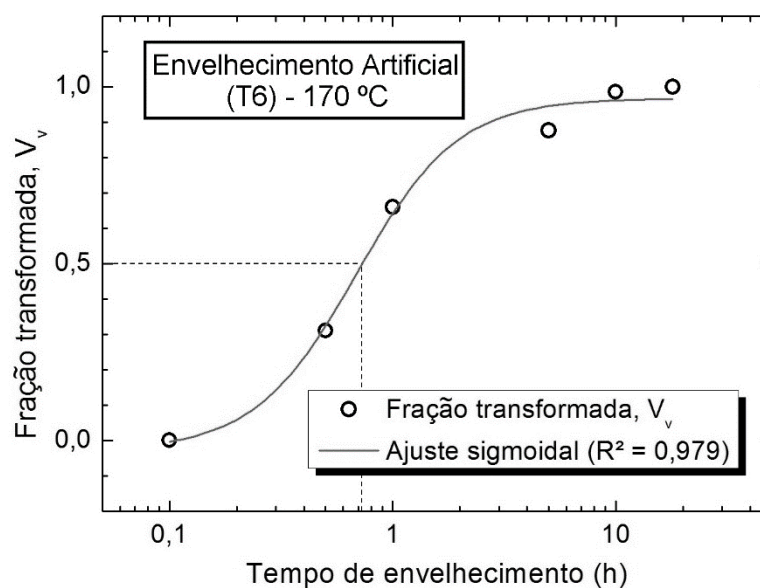
A partir dos dados de dureza, foram construídas curvas de fração transformada, por meio da linearização dos dados apresentados nas Figura 5.1 e Figura 5.2. Estes gráficos linearizados são apresentados na Figura 5.3. Esta linearização dos dados foi feita assumindo-se que, logo após a solubilização e têmpera, a fração transformada era igual a zero, enquanto que no ponto máximo de endurecimento mensurado, foi considerada como sendo igual a 1, ou seja, a transformação já havia se completado. Para o caso específico do tratamento a 100 °C foi considerado o tempo máximo estudado, que ainda não corresponde ao máximo endurecimento.



(a)



(b)



(c)

Figura 5.3 – Fração transformada em função do tempo de envelhecimento a partir das durezas da liga AA6061 em diferentes condições de tratamento de precipitação: (a) envelhecimento natural; (b) envelhecimento artificial a 100 °C e (c) envelhecimento artificial a 170 °C. A linha tracejada indica a fração e o tempo equivalentes a 50% de transformação.

Pode-se observar que o para a situação do envelhecimento natural, apresentado na Figura 5.3 (a), após seis horas de tratamento atinge-se uma fração volumétrica transformada igual a 0,5. Já no tratamento de envelhecimento artificial a

100 °C (Figura 5.3 (b)), a cinética de precipitação é acelerada, e esse tempo corresponde a aproximadamente 5 horas. Entretanto, observa-se que para o envelhecimento artificial a 170 °C (Figura 5.3 (c)), no qual há um grande fornecimento de energia térmica para que ocorra a precipitação, nota-se que em aproximadamente 43 minutos atinge-se uma fração transformada igual a 0,5. O inverso do tempo necessário para atingir 0,5 de transformação corresponde à taxa de transformação, a qual é igual a 0,167 para o tratamento T4, 0,2 para o tratamento a 100 °C e 1,4 para o tratamento a 170 °C. Dessa forma, nota-se que as cinéticas de precipitação são muito distintas, as quais são explicadas em função da energia térmica disponível para a difusão de soluto na matriz que darão início à formação de *clusters* e, para o caso dos tratamentos artificiais, formação da fase β ". Como esperado, no envelhecimento T4 são necessários tempos maiores, ou seja, a cinética de transformação é mais lenta (menor taxa), enquanto que para o tratamento a 170 °C a cinética é mais acelerada (maior taxa).

A razão principal de estudo da precipitação a 100 °C é sua utilização nos tratamentos posteriores à deformação plástica severa. Neste caso, a microestrutura deformada certamente possui uma quantidade significativamente maior de pontos para nucleação de *clusters* e precipitados e, assim, a cinética de precipitação deve ser fortemente acelerada. Dessa forma, a temperatura intermediária de 100 °C deve ser a mais adequada para, por um lado garantir a formação controlada de uma microestrutura de precipitados finamente dispersos sobre uma matriz severamente deformada, e por outro, reduzir o efeito de amolecimento devido à recuperação estática.

5.1.2 Comportamento mecânico em temperatura criogênica

Com o objetivo de avaliar o comportamento mecânico e determinar parâmetros para serem utilizados no processamento por laminação e ECA, foram conduzidos ensaios de compressão uniaxial em diferentes condições de tratamento térmico, bem como em duas temperaturas: ambiente (TA) e criogênica (TC). Além disso, estes ensaios fornecem uma ampla região de deformação plástica uniforme, a qual foi utilizada posteriormente para a aplicação do modelo matemático de Kocks-Mecking (K-M) que será descrito em maiores detalhes adiante.

Na Figura 5.4, são apresentadas as curvas de tensão *versus* deformação verdadeira obtidas em compressão uniaxial para as condições SSSS, T4, T6-100 (100 °C por 96 horas) e T6-170 (170 °C por 18 horas). As condições de tratamento térmico de envelhecimento artificial correspondem à condição de maior dureza alcançada e foram selecionadas a partir dos dados apresentados anteriormente na Figura 5.2.

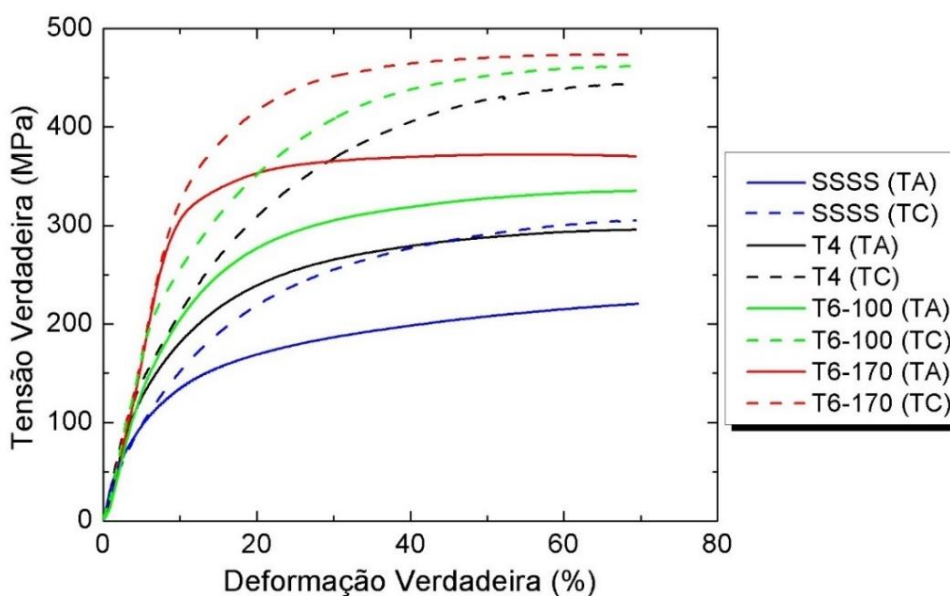


Figura 5.4 – Curvas de tensão verdadeira por deformação verdadeira da liga AA6061 submetida a ensaio de compressão uniaxial, com diferentes condições de tratamentos térmicos. Entre parênteses são apresentadas as temperaturas de ensaio: TA = temperatura ambiente (linhas contínuas); TC = temperatura criogênica (linhas tracejadas). Taxa de deformação: 10^{-3} s^{-1} .

Nota-se, na Figura 5.4, que há uma grande diferença entre o comportamento de deformação para ensaios em TA e TC. No caso da condição de SSSS, houve um aumento significativo na tensão de escoamento para TC em comparação com ensaio em TA (14%). Para os tratamentos de envelhecimento, também há um incremento desta propriedade quando o ensaio é realizado em baixa temperatura, sendo igual a 22%, 25% e 12% para as condições T4, T6-100 e T6-170, respectivamente.

Tais variações de resistência mecânica podem ser associadas com a supressão parcial de mecanismos relacionados à recuperação dinâmica, isto é, a redução na tendência de ocorrer fenômenos de deslizamento cruzado e deslizamento com desvio de discordâncias. Isto aumenta a taxa de encruamento e, conseqüentemente, a densidade de discordâncias armazenadas na deformação plástica. Além disso, no caso das amostras tratadas, tem-se ainda a presença de

obstáculos de diferentes naturezas, que interferem diretamente no comportamento mecânico. Na amostra T4, por exemplo, predominam *co-clusters* de Mg e Si, os quais possuem interface do tipo coerente e são cisalháveis por discordâncias [7, 8, 19]. No tratamento T6-100, também existem *co-clusters* de Mg e Si cisalháveis, com alguma proporção de precipitados da fase β ". Já no caso da amostra T6-170, os obstáculos à passagem de discordâncias são predominantemente precipitados finamente dispersos de β ". Para o caso da SSSS, existe um endurecimento devido à solução sólida, sendo que as nuvens de soluto também interagem com as discordâncias durante a deformação plástica em temperatura ambiente. Uma evidência deste comportamento pode ser vista na ampliação da porção inicial da curva para esta condição mostrada na Figura 5.5, na qual observa-se o efeito Portevin-Le Chatelier (PLC).

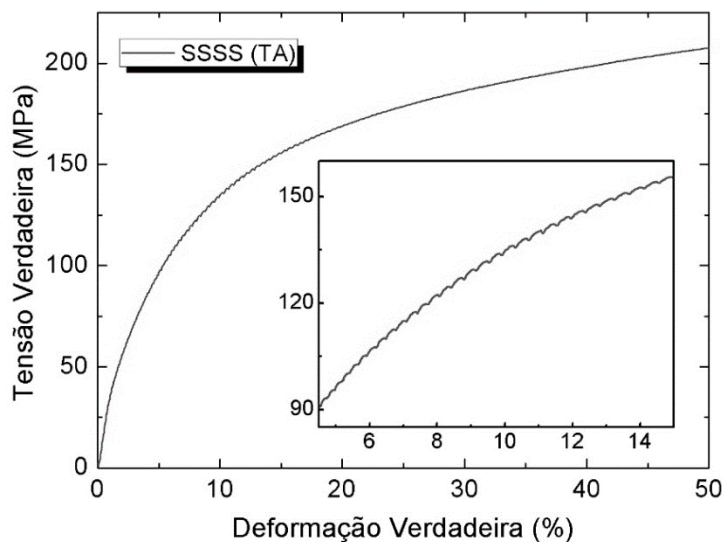


Figura 5.5 – Ampliação da porção inicial da curva de tensão verdadeira por deformação verdadeira da liga AA6061 na condição de SSSS, submetida a ensaio de compressão uniaxial em TA. Taxa de deformação: 10^{-3} s^{-1} .

O efeito PLC, que aparece como um serrilhado na porção de deformação plástica da curva de compressão uniaxial (vide Figura 5.5) é uma forte evidência da ocorrência de outro fenômeno chamado envelhecimento dinâmico por deformação (em inglês, "*Dynamic Strain Aging*" - DSA) [66, 67]. O fenômeno é explicado por uma grande atratividade entre os átomos de soluto e as discordâncias móveis, e essa interação se reflete em instabilidades durante a deformação plástica uniforme [66-69].

Conforme Brechet e Estrin [70], para uma liga a tensão, σ , pode ser representada pela equação (5.2):

$$\sigma = \sigma_0 + h \cdot \varepsilon + \beta \cdot C_s + m \cdot \ln(\dot{\varepsilon}/\dot{\varepsilon}_0) \quad (5.2)$$

Sendo σ_0 a tensão de escoamento, h o coeficiente de endurecimento por deformação, ε a deformação plástica, m a sensibilidade à taxa de deformação na ausência de DSA, $\dot{\varepsilon}$ taxa de deformação plástica instantânea e $\dot{\varepsilon}_0$ a taxa de deformação plástica inicial. O fenômeno de DSA é descrito pelo termo $\beta \cdot C_s$, sendo que β representa a resistência gerada pela presença de átomos de soluto ancorando discordâncias (proporcional à energia de ligação entre discordância-soluto). O termo C_s é a concentração de átomos de soluto na linha de discordâncias e pode ser representado pela equação (5.3):

$$C_s = C_m \left\{ 1 - \exp \left[- \left(\frac{C_0}{C_m} \right) \left(\frac{3DA t}{kTb^3} \right)^{2/3} \right] \right\} \quad (5.3)$$

Sendo C_m o valor de saturação de concentração de soluto na linha de discordância, C_0 a concentração nominal de soluto na matriz, D a difusividade do soluto, o termo A caracteriza a interação discordância-soluto, t é o tempo, k a constante de Boltzmann e T a temperatura absoluta. Para ligas com precipitados, a expressão (5.3) pode ser reescrita incorporando dois termos relacionados aos precipitados finos e grosseiros na matriz, e assim o valor de C_s pode ser corrigido levando-se em consideração a redução da concentração inicial de soluto na matriz, conforme descrito em detalhes em [70, 71]. Este formalismo pode explicar o desaparecimento do efeito PLC no ensaio conduzido em temperatura criogênica: a redução do coeficiente de difusividade contribui para a redução do fenômeno de DSA e inibe a formação de *clusters* de soluto, devido à redução de C_s , conforme mostra a equação (5.3).

Estes resultados são importantes para o processamento criogênico, uma vez que estas instabilidades na deformação plástica também resultam em dificuldades de processamento e podem afetar o acabamento superficial. Além disso, com o envelhecimento dinâmico por deformação não há um controle da microestrutura formada, o que afeta diretamente as propriedades mecânicas. Sob este ponto de vista,

a deformação em temperatura criogênica, apesar de atingir valores mais elevados de tensão durante a deformação, é eficaz para controlar a microestrutura, visto que o processo de precipitação ocorre posteriormente à deformação plástica, resultando na formação controlada de precipitados, em termos de distribuição e tamanho.

A partir dos resultados obtidos nos ensaios de compressão uniaxial, foi construído o gráfico da Figura 5.6 com os dados nominais de tensão limite de escoamento e tensão máxima (tomadas para a mesma deformação nominal de $\epsilon = 0,5$), de modo a avaliar a variação destas propriedades em função da temperatura de deformação e tratamento térmico prévio.

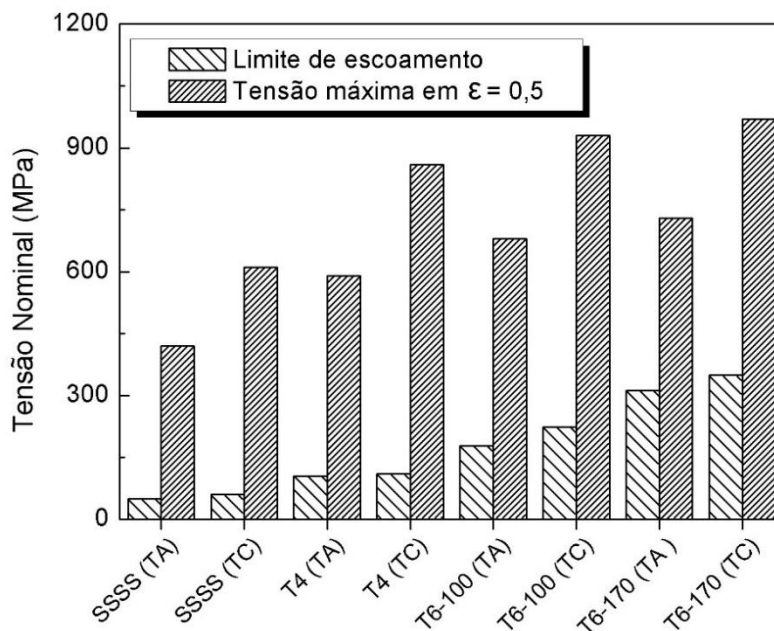


Figura 5.6 – Variação do limite de escoamento nominal e da tensão máxima nominal (em $\epsilon = 0,5$) em função dos diferentes tratamentos térmicos aplicados previamente às amostras deformadas por compressão uniaxial em temperatura ambiente e criogênica.

Nota-se, conforme apresentado na Figura 5.6, que há uma forte correlação entre o estado da microestrutura e os resultados obtidos para estas propriedades. No caso dos tratamentos de envelhecimento artificial, as tensões máximas e de limite de escoamento foram significativamente maiores do que comparado com a condição de SSSS e/ou o tratamento de envelhecimento natural. Observa-se, ainda, que a diferença entre o limite de escoamento e a tensão máxima é um reflexo do encruamento experimental, sendo esta diferença acentuadamente maior no caso da

compressão no NL. No caso da SSSS, por exemplo, os valores de limite de escoamento são 49 MPa (TA) e 56 MPa (TC), enquanto que as tensões máximas em $\epsilon = 0,5$ são iguais a 420 MPa (TA) e 610 MPa (TC). Isto é, um aumento de 757% entre estas tensões para a amostra deformada em temperatura ambiente, e um aumento de 989% para a deformação criogênica. De modo similar, aumentos significativos também podem ser vistos para as demais condições estudadas. No caso do envelhecimento artificial T6-170, um limite de escoamento de 312 MPa e tensão máxima de 730 MPa foram obtidos no ensaio em TA, ou seja, uma diferença de 134%. Da mesma forma, para o ensaio em TC, o limite de escoamento medido foi igual a 340 MPa, enquanto que a tensão máxima foi de 970 MPa, indicando uma diferença de 185%. Observa-se que estas diferenças são menores em valores absolutos comparando-se com a condição SSSS, entretanto são indicativos da capacidade de encruamento de cada condição microestrutural. Como mencionado anteriormente, estas variações são reflexos das características microestruturais que, no caso das amostras envelhecidas artificialmente, possuem precipitados do tipo β'' que atuam como barreiras à movimentação de discordâncias. Adicionalmente, observa-se que sempre na deformação em temperatura criogênica, os valores de ambas as tensões são superiores àqueles obtidos em ensaios em temperatura ambiente, independentemente da condição microestrutural de partida.

Além do limite de escoamento e das tensões máximas, também foi analisado o expoente de encruamento. Este parâmetro fornece informações a respeito do comportamento durante a deformação plástica uniforme e foi calculado a partir da linearização da equação de Hollomon ($\sigma = K \cdot \epsilon^n$) na região de deformação plástica uniforme, sendo apresentado graficamente na Figura 5.7.

Na Figura 5.7 observa-se que o valor do expoente de encruamento varia consideravelmente em função tanto da temperatura de ensaio, quanto do tipo de tratamento térmico aplicado previamente. Em geral, quando o ensaio é conduzido em temperatura criogênica, o expoente de encruamento é maior do que quando realizado em temperatura ambiente. Como citado anteriormente, este efeito é reflexo da supressão parcial da recuperação dinâmica na deformação em baixa temperatura, o que equivale ao aumento da densidade de discordâncias.

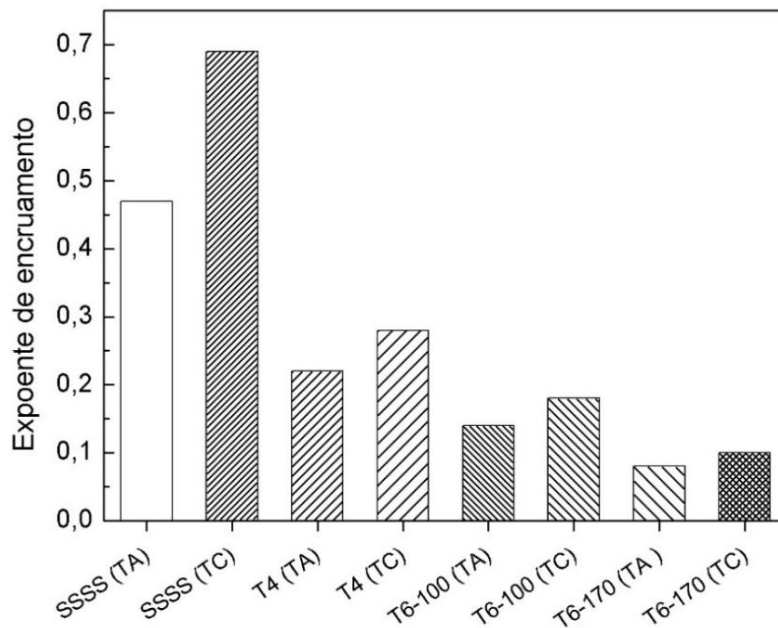


Figura 5.7 – Variação do expoente de encruamento da liga AA6061 submetida a diferentes tratamentos térmicos prévios ao ensaio de compressão uniaxial em temperaturas ambiente e criogênica.

Com relação ao tratamento térmico, observa-se que a capacidade de encruamento é maior na condição de SSSS, na qual foram dissolvidos os precipitados solúveis, obtendo-se uma matriz endurecida por solução sólida. Este dado corrobora o indicado anteriormente na Figura 5.6, na qual observa-se uma importante diferença entre as tensões de escoamento e máximas obtidas nos ensaios de compressão em TA e TC, cujos valores podem ser relacionados, também, com a capacidade de encruamento. Para a condição de SSSS, nota-se que os valores de expoente de encruamento são significativamente maiores, indicando grande capacidade de acumulação de discordâncias. Nos demais tratamentos térmicos, este expoente assume valores menores, sendo que para o envelhecimento artificial a 170 °C, foram determinados os menores expoentes de encruamento, assim como as menores diferenças entre as tensões limite de escoamento e máximas (ver Figura 5.6).

Com objetivo de analisar mais detalhadamente o comportamento durante o encruamento da liga AA6061 em temperatura criogênica, foi aplicado o modelo matemático de Kocks-Mecking (K-M) [72]. Este modelo descreve o endurecimento por deformação (σ) em função da densidade média de discordâncias (ρ), partindo-se da relação de Taylor mostrada a seguir em (5.4):

$$\sigma = \alpha M G \vec{b} \sqrt{\rho} \quad (5.4)$$

Sendo α uma constante numérica e M o fator de Taylor. Dessa forma, o aumento da tensão com a deformação plástica é determinado pela evolução da densidade de discordâncias, que resulta da competição entre geração de defeitos, e sua aniquilação devido à recuperação dinâmica. Em outras palavras, a variação da densidade de discordâncias em função da deformação ($d\rho/d\varepsilon$) pode ser expressa de maneira simplificada como mostra a expressão (5.5):

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \left(\frac{d\rho}{d\varepsilon}\right)^+ - \left(\frac{d\rho}{d\varepsilon}\right)^- \quad (5.5)$$

O primeiro termo à direita da expressão (5.5) representa a acumulação de discordâncias e pode ser reescrito em termos de taxa de armazenamento de discordâncias, expressa por $k_1 \cdot \rho^{1/2}$, sendo k_1 uma constante proporcional ao livre caminho médio das discordâncias. O segundo termo representa a recuperação dinâmica, e também pode ser reescrito, por sua vez, como uma taxa de recuperação, dada por $k_2 \cdot \rho$, sendo k_2 um coeficiente adimensional de recuperação dinâmica, proporcional à média dos comprimentos de discordâncias aniquiladas durante a recuperação. Além disso, o parâmetro k_2 é fortemente dependente da taxa de deformação e temperatura. Assim, a evolução da densidade de discordâncias pode ser descrita por estes dois termos e, substituindo-se na equação (5.4) e combinando-se com a equação de Voce, tem-se a expressão apresentada em (5.6):

$$\left(\frac{d\rho}{d\varepsilon}\right) = \theta_o \left(1 - \frac{\sigma}{\sigma_s}\right) \quad (5.6)$$

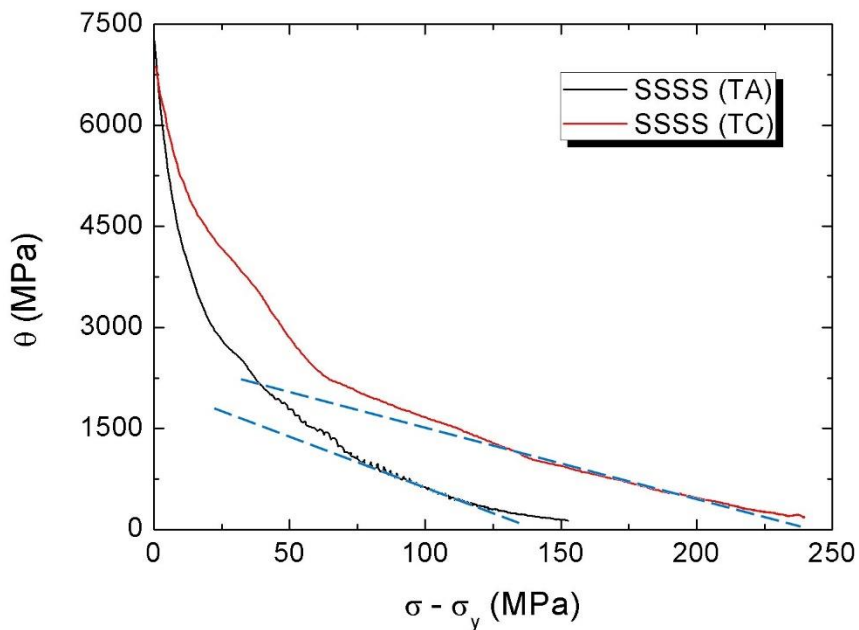
Sendo $\theta_o = (\alpha G \vec{b} k_1)/2$ e $\sigma_s = \alpha G \vec{b} (k_1/k_2)$.

Finalmente, é possível descrever a taxa de encruamento por deformação no modelo de K-M conforme apresentado na equação (5.7):

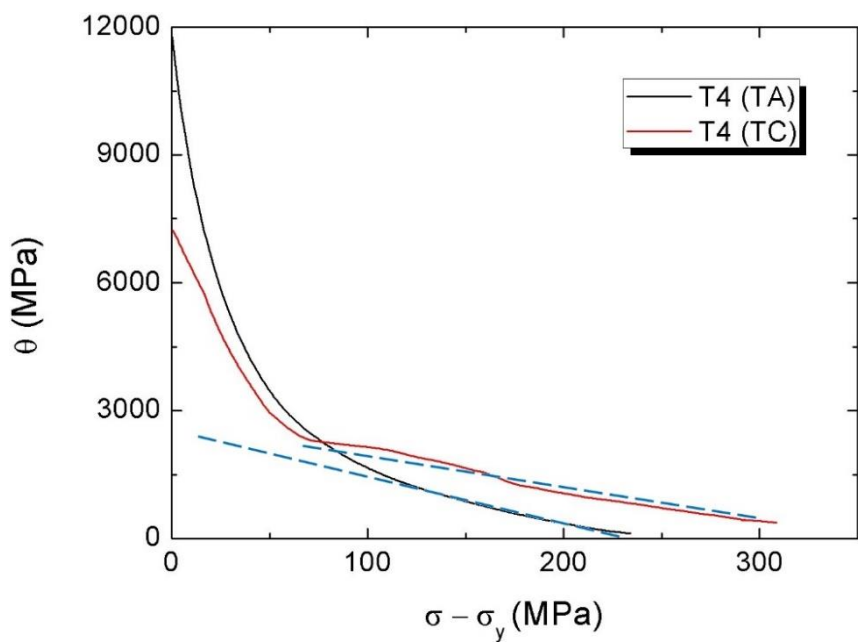
$$\theta = \theta_o - K' \cdot \sigma \quad (5.7)$$

Sendo K' um parâmetro escrito em função de θ_o e σ_s .

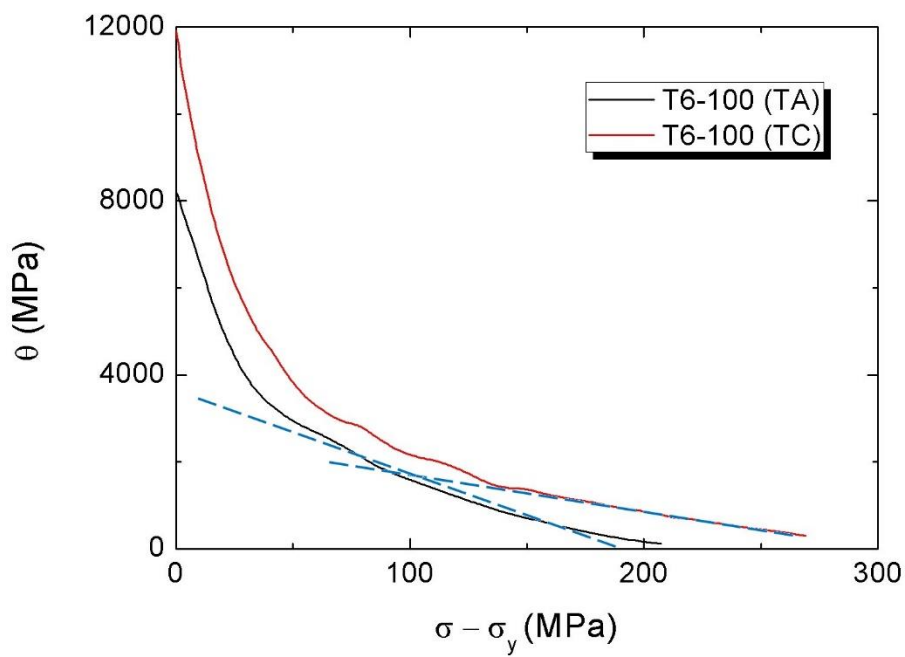
A representação gráfica do modelo de K-M é obtida a partir da curva de tensão verdadeira por deformação verdadeira e relaciona a taxa de encruamento ($\theta = d\sigma/d\varepsilon$) com a diferença de tensão ($\sigma - \sigma_y$), sendo σ_y a tensão de escoamento. Em geral, neste tipo de representação, tem-se uma região aproximadamente linear, exceto para grandes deformações, a qual pode ser associada qualitativamente à recuperação dinâmica. Esta região é denominada de estágio III. Assim, a inclinação desta região ($d\theta/d\sigma$) é proporcional à taxa de recuperação dinâmica, ou seja, à velocidade com que ocorre a aniquilação de defeitos, principalmente de discordâncias, durante a deformação plástica. Além disso, o intercepto desta região com o eixo das ordenadas (taxa de encruamento) fornece o valor de θ_0 , que corresponde à máxima taxa inicial de encruamento, cujo valor é próximo de $G/20$ [72]. As curvas de K-M para a liga AA6061, obtidas dos ensaios de compressão uniaxial são apresentadas na Figura 5.8 para as diferentes condições de microestrutura e temperaturas de ensaio realizadas.



(a)



(b)



(c)

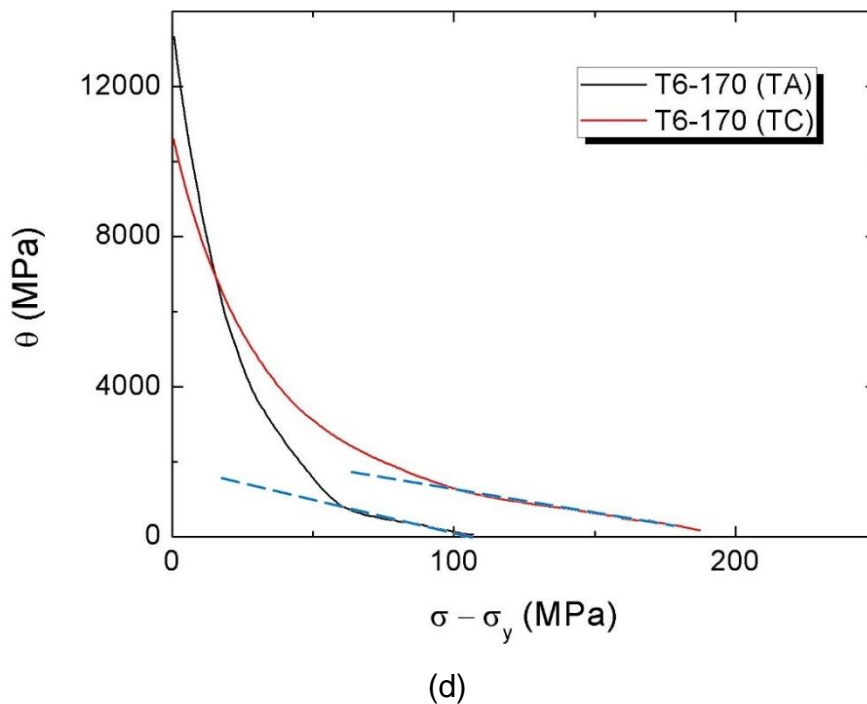


Figura 5.8 – Curvas de K-M da liga AA6061 submetida à compressão uniaxial em diferentes condições de temperatura e tratamento térmico: (a) SSSS; (b) T4; (c) T6-100 (96 horas); e (d) T6-170 (18 horas). TA = temperatura ambiente e TC = temperatura criogênica. As linhas tracejadas azuis indicam a região do estágio III de deformação plástica.

O que pode ser observado para todas as condições de tratamento térmico apresentadas na Figura 5.8, é que a taxa de encruamento diminui mais rapidamente para amostras deformadas em TA do que em TC. Isso indica uma redução da recuperação dinâmica para essa segunda condição e, conseqüentemente, aumento do encruamento. Para quantificar a influência da recuperação dinâmica no estágio III, foram calculadas as inclinações desta região (indicadas pelas linhas tracejadas azuis na Figura 5.8) e os parâmetros são apresentados a seguir na Tabela 10.

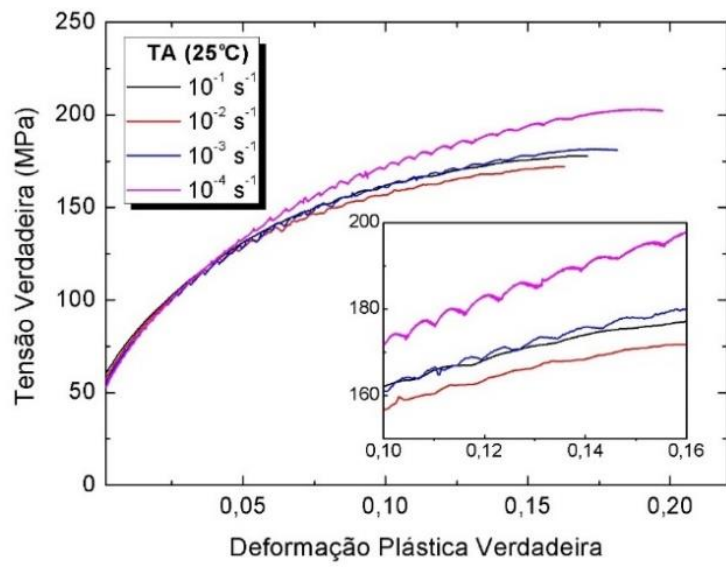
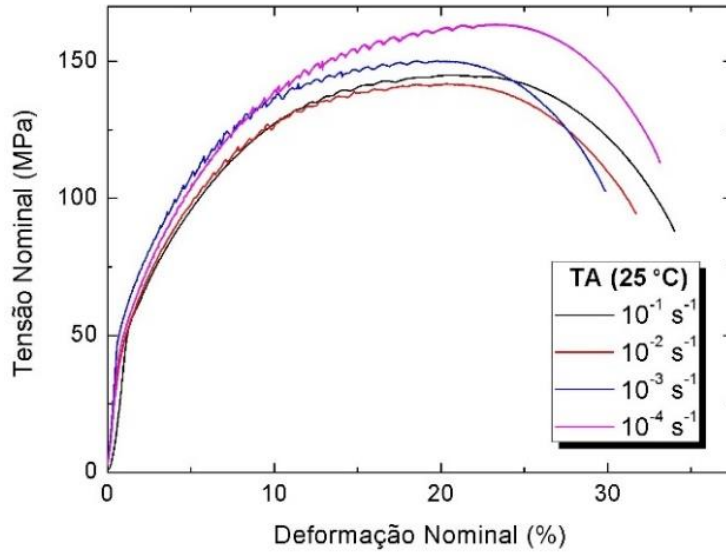
Tabela 10 – Resumo dos principais parâmetros obtidos das curvas de K-M para a liga AA6061

Parâmetro	SSSS		T4		T6-100		T6-170	
	TA	TC	TA	TC	TA	TC	TA	TC
$-\frac{d\theta}{d(\sigma - \sigma_y)}$	15,5	9,6	12,1	10,4	21,6	12,8	14,2	12,2
θ_0 (MPa)	2182	2106	2741	3030	3794	3135	1858	2451

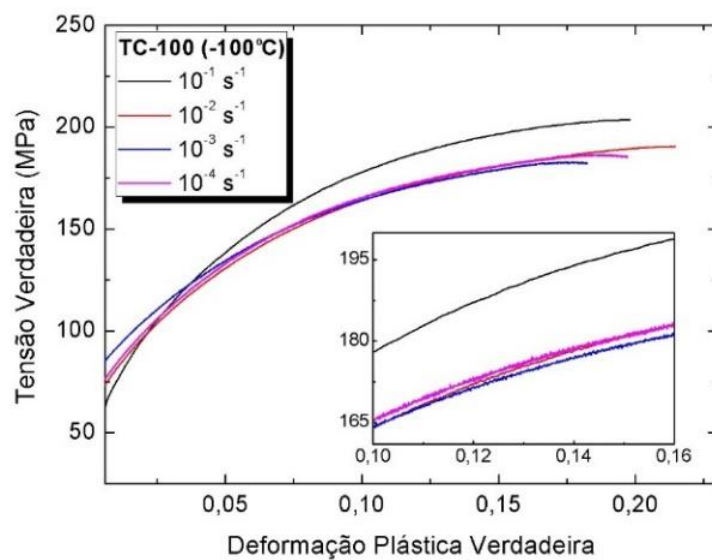
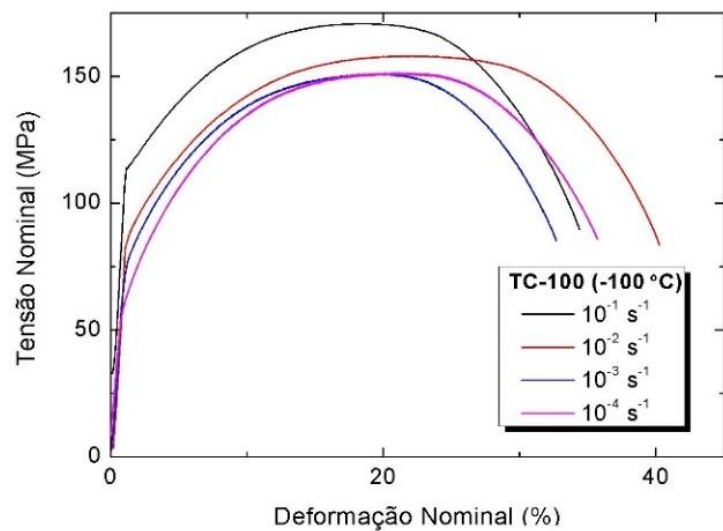
Analisando-se os dados apresentados na Tabela 10, observa-se que a redução de temperatura de deformação provoca uma diminuição na inclinação calculada no estágio III. Em outras palavras, a recuperação dinâmica de fato é suprimida parcialmente durante a deformação em baixas temperaturas, o que conduz a maiores taxas de encruamento e, conseqüentemente, maior acumulação de defeitos, principalmente discordâncias.

Com relação ao tipo de microestrutura, observa-se também forte influência da natureza dos obstáculos que interagem com as discordâncias sobre as taxas de encruamento. Após o tratamento T4, por exemplo, um grande número de *co-clusters* de Mg e Si são barreiras à movimentação de discordâncias, apesar de serem cisalháveis, provocando aumento na taxa de encruamento e na densidade de discordâncias. Já para o caso dos envelhecimentos artificiais, como T6-100 e T6-170, estão presentes as zonas GP e a fase β'' , as quais influenciam diretamente na redução de eventos relacionados à recuperação dinâmica, uma vez que as discordâncias podem cisalhar ou serem ancoradas por estas barreiras.

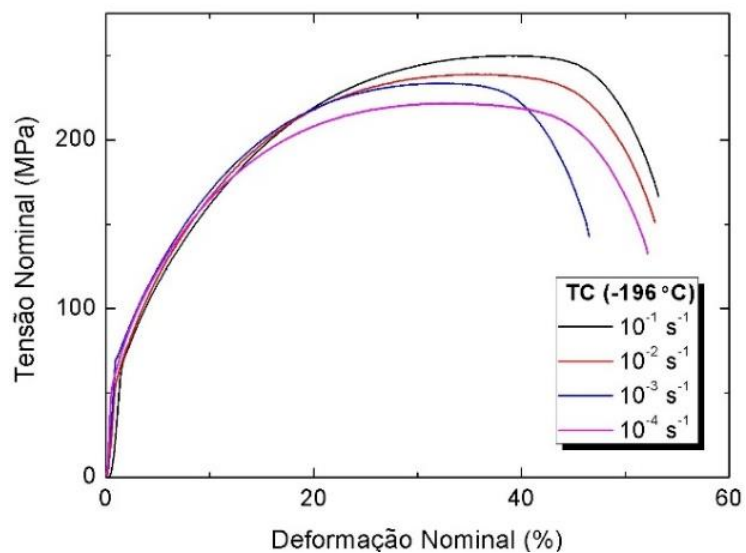
Os ensaios de compressão uniaxial mostram a viabilidade de se fazer processamentos criogênicos, tais como ECA. Embora estes sejam bastante úteis na análise do comportamento mecânico da liga AA6061 sob diferentes condições de tratamento, não é possível determinar propriedades relevantes para o processamento mecânico, tais como alongamentos uniforme e total. Portanto, também foram conduzidos ensaios de tração uniaxial. Neste caso, a partir dos resultados obtidos nos ensaios de compressão a condição de SSSS foi escolhida para os ensaios de tração em TA e TC, por ser esta a utilizada nos experimentos de ECA. Além disso, no estudo foi utilizada uma temperatura intermediária de $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$, doravante denominada TC-100. Diferentes taxas de deformação plástica inicial foram utilizadas dentro do intervalo de $10^{-4}\text{ s}^{-1} < \dot{\epsilon} < 10^{-1}\text{ s}^{-1}$, e a Figura 5.9 mostra as curvas nominais e verdadeiras de tensão x deformação, obtidas para a liga AA6061 na condição de SSSS sob diferentes taxas de deformação inicial e diferentes temperaturas de ensaio.



(a)



(b)



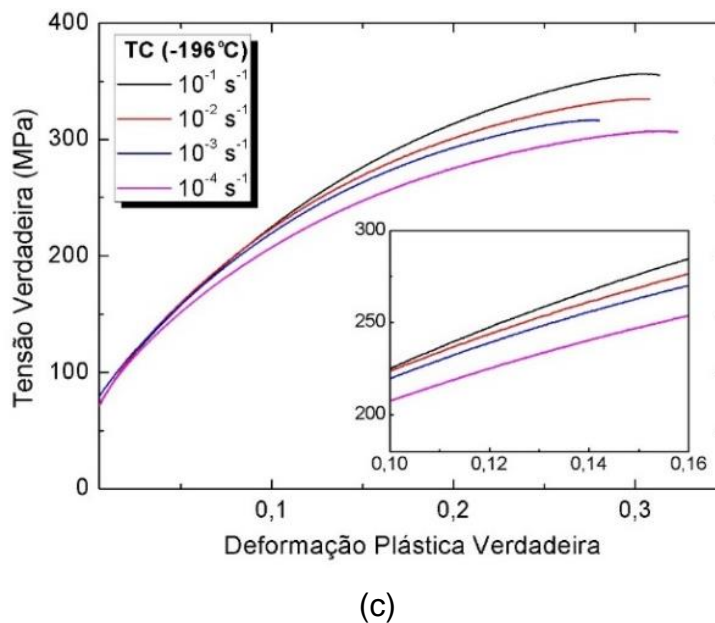


Figura 5.9 – Curvas de tração uniaxial nominais e verdadeiras da liga AA6061 no estado de SSSS: (a) ensaio em temperatura ambiente (TA); (b) ensaio em temperatura criogênica a -100 °C (TC-100); e (c) em temperatura criogênica a -196 °C (TC).

Nas curvas da Figura 5.9 nota-se que a diferença principal está na ausência do efeito PLC em baixa temperatura para a condição de SSSS. Para o ensaio em TA (Figura 5.9 (a)), nota-se que o efeito PLC é afetado pelas diferentes taxas de deformação, sendo que taxas mais elevadas diminuem o efeito serrilhado observado nas curvas. Na temperatura criogênica intermediária TC-100 (Figura 5.9 (b)), o efeito PLC é ausente para todas as taxas estudadas. Já no ensaio criogênico (Figura 5.9 (c)), observa-se que há um aumento bastante significativo na região de deformação plástica uniforme com consequente aumento do limite de resistência à tração e alongamento uniforme. A Tabela 11 resume as propriedades obtidas nos ensaios de tração uniaxial conduzidos em diferentes taxas de deformação inicial. Foram realizados três ensaios em cada uma das condições e, devido à baixa dispersão dos dados, foi escolhida uma curva mais representativa de cada condição (apresentadas na Figura 5.9), a partir das quais foram determinadas as propriedades mecânicas em tração indicadas a seguir.

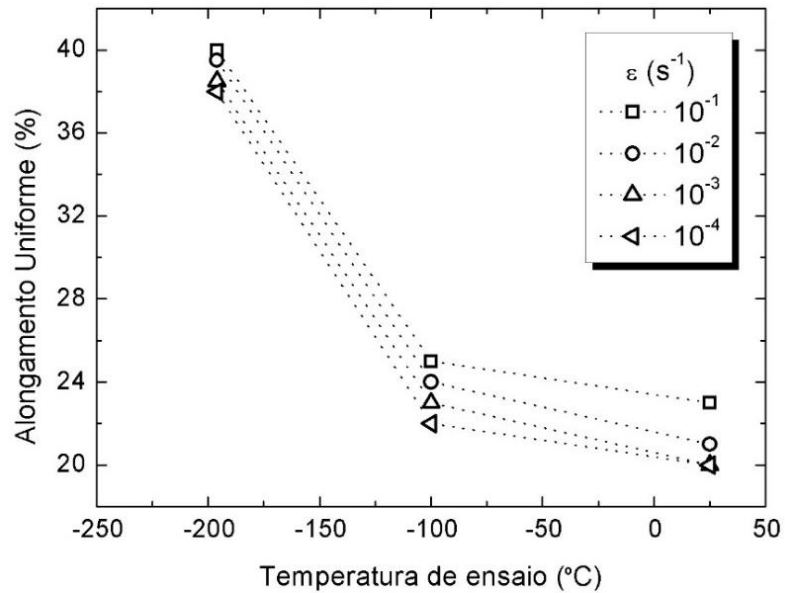
Tabela 11 – Resumo das propriedades mecânicas (valores nominais) em tração uniaxial da liga AA6061 na condição de SSSS

Taxa de deformação (s ⁻¹)	Temperatura	σ_y (MPa)	σ_u (MPa)	ϵ_t (%)	ϵ_u (%)	RA (%)
10 ⁻¹	TA	50	145	34	23	85
	TC-100	64	203	40	25	82
	TC	70	250	53	40	75
10 ⁻²	TA	49	142	35	21	80
	TC-100	62	183	38	22	79
	TC	65	239	53	39	74
10 ⁻³	TA	55	150	30	20	75
	TC-100	60	158	34	23	73
	TC	72	234	47	35	71
10 ⁻⁴	TA	50	154	33	20	77
	TC-100	56	155	37	22	76
	TC	59	222	52	36	73

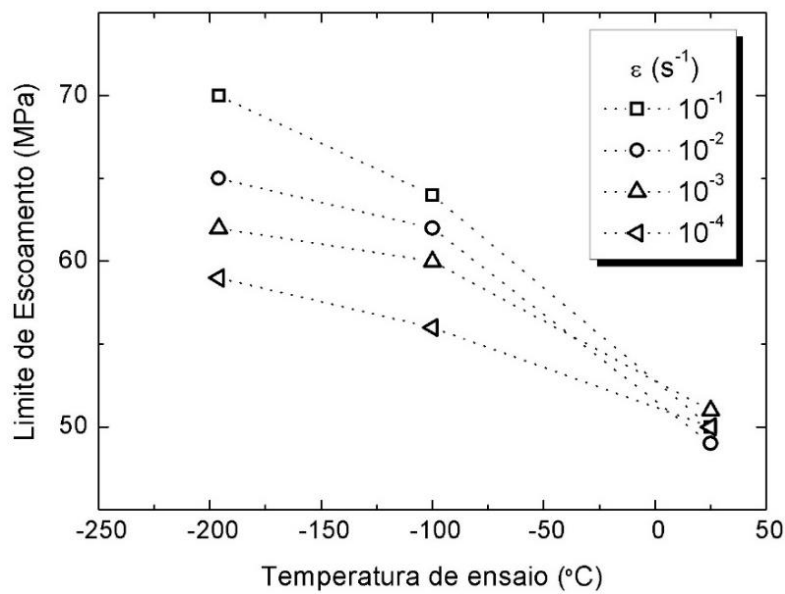
Nota: σ_y = limite de escoamento; σ_u = limite de resistência à tração; ϵ_t = alongamento total; ϵ_u = alongamento uniforme; RA = redução de área.

Observa-se na Tabela 11 que a redução da temperatura de ensaio provocou um aumento simultâneo de σ_y , σ_u , ϵ_t e ϵ_u , em toda a faixa de taxas de deformação utilizada. Um comportamento interessante está ligado com a relação entre o alongamento e a redução de área: as amostras testadas em temperaturas criogênicas apresentam maiores alongamentos (total e uniforme) que em TA, porém a redução de área na fratura mostra uma tendência oposta. Este efeito está associado a com a distribuição da deformação ao longo da amostra durante o ensaio de tração uniaxial. Com relação a isto, Xu e co-autores [73] mostraram que em temperatura criogênica a distribuição de deformação é mais homogênea no nível de grãos individuais, pois não há concentração de deslizamento em largas bandas de deformação, e este efeito pode explicar o comportamento anômalo de alongamento uniforme e redução de área observado na liga AA6061. A Figura 5.10 mostra os gráficos construídos a partir dos valores calculados de limite de escoamento, limite de resistência à tração e

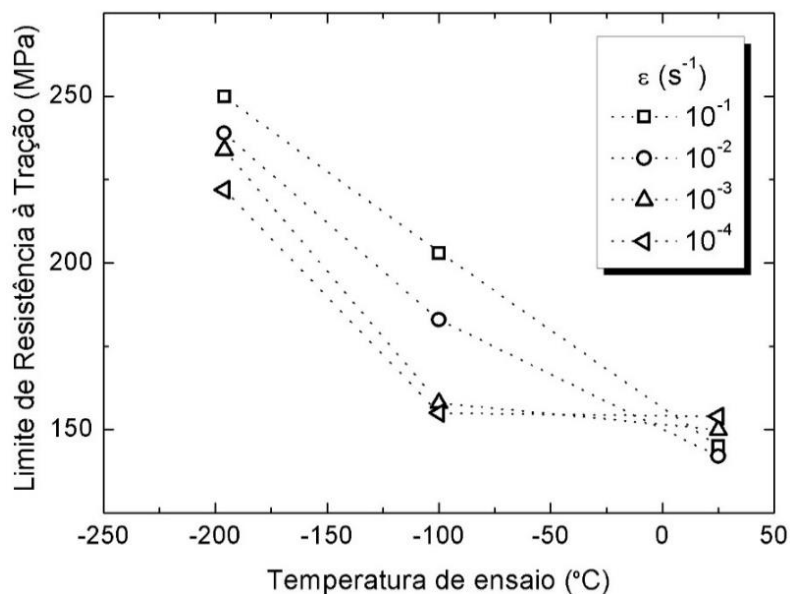
alongamento uniforme para a liga AA6061 ensaiada na condição de SSSS em diferentes taxas de deformação e temperaturas.



(a)



(b)



(c)

Figura 5.10 – Variação de propriedades mecânicas em função da temperatura de ensaio e da taxa de deformação obtidas em tração uniaxial da liga AA6061 no estado de SSSS: (a) alongamento uniforme; (b) limite de escoamento; (c) limite de resistência à tração.

A variação do alongamento uniforme apresentada na Figura 5.10 (a) indica que esta propriedade é pouco afetada pela taxa de deformação, mas é bastante sensível à redução de temperatura. Os valores de alongamento uniforme são maiores para a TC do que para a TC-100 e TA. Este comportamento também foi observado para outras ligas de alumínio deformadas em temperatura criogênica [73-79] e, ocorre principalmente devido à supressão parcial de mecanismos de recuperação dinâmica nesta temperatura. Levando-se em conta o critério de Considère [80], apresentado a seguir na equação (5.8), o regime de deformação não-uniforme inicia-se quando a seguinte condição é alcançada:

$$\left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon}\right) \leq \sigma \quad (5.8)$$

Sendo σ a tensão verdadeira e ε a deformação verdadeira. Dessa forma, este critério expressa o ponto de equilíbrio entre o aumento de resistência devido ao encruamento e o aumento de tensão devido ao empescoamento, ou redução de seção transversal.

Desse modo, como mostrado anteriormente para os ensaios de compressão uniaxial nos quais foi aplicado o modelo de K-M (ver Figura 5.8), a taxa de encruamento é maior para a TC. Em outras palavras, a redução do termo $d\sigma/d\varepsilon$ (ou, simplesmente, θ) com o aumento da deformação é mais lento em baixa temperatura do que em TA. Assim, o critério de Considère é atingido em grandes deformações, isto é, o início do empescoçamento no corpo de prova é atrasado para a TC, o que resulta em um aumento no alongamento uniforme para esta condição, em relação as outras duas temperaturas de estudo. Como apresentado anteriormente na Tabela 11, a redução de área em TC é sempre menor do que para TA, apesar dos valores de ε_t e ε_u serem sempre mais elevados para os ensaios em baixas temperaturas. Estes dados indicam, dessa maneira, que em TC a capacidade de encruamento é ampliada, de forma que a instabilidade plástica ocorre somente para maiores graus de deformação plástica.

Com relação ao efeito da taxa de deformação inicial, observa-se nas Figura 5.10 (b) e (c) que os limites de escoamento e de resistência à tração aumentaram com o aumento das taxas de deformação. Entretanto, nos ensaios em TA (Figura 5.10 (a)) ocorreu o inverso, isto é, menores taxas de deformação resultaram em maior resistência, especialmente em σ_u . A partir deste comportamento, espera-se que a sensibilidade à taxa de deformação (m) assumam valores negativos em TA. Um valor de m negativo pode ser entendido como uma consequência da precipitação dinâmica durante a deformação plástica, a qual dá origem ao efeito PLC [66, 68, 69]. Dessa forma, em uma taxa de deformação muito baixa, os átomos de solutos são capazes de difundir através da matriz mais rápido do que as discordâncias, as quais são capturadas e temporariamente bloqueadas. Consequentemente, a tensão aumenta o suficiente para libertar estas discordâncias presas aos átomos de soluto e/ou *co-clusters*. Este processo ocorre diversas vezes, resultando no serrilhado típico observado no efeito PLC. Na ampliação apresentada na Figura 5.9 (a), observa-se que as curvas tensão verdadeira por deformação plástica verdadeira têm mudanças na frequência e na amplitude de tensões com a variação da taxa de deformação inicial. Quando em taxas mais baixas como, por exemplo 10^{-4} s^{-1} , o fenômeno de DSA ocorre e se reflete no aumento da resistência mecânica. Por outro lado, em uma taxa mais elevada como, por exemplo 10^{-1} s^{-1} , o tempo para ocorrência da precipitação dinâmica é insuficiente e, assim, tanto a amplitude como a frequência do serrilhado são bem menores ou ausentes e o possível efeito de aumento de resistência pela presença de

zonas-GP e *co-clusters* de Mg e Si atuando como barreiras à movimentação de discordâncias não é claramente observado.

Para as temperaturas TC-100 e TC apresentadas anteriormente nas Figuras 5.9 (b) e (c), respectivamente, o efeito oposto é observado (exceto em níveis de deformação muito baixos a $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$). Em baixas temperaturas a resistência mecânica aumentou concomitantemente com a taxa de deformação, resultando em um valor de sensibilidade à taxa de deformação positivo. Isto é reflexo direto da inibição da precipitação nestas temperaturas e, conseqüentemente, da ausência do efeito PLC. Este comportamento concorda com o descrito por Rodriguez [68]: em baixas temperaturas, o efeito PLC não é observado e a sensibilidade à taxa de deformação torna-se positiva. O gráfico apresentado na Figura 5.11 mostra a variação da sensibilidade à taxa de deformação em diferentes níveis de deformação plástica verdadeira para a liga AA6061 no estado de SSSS.

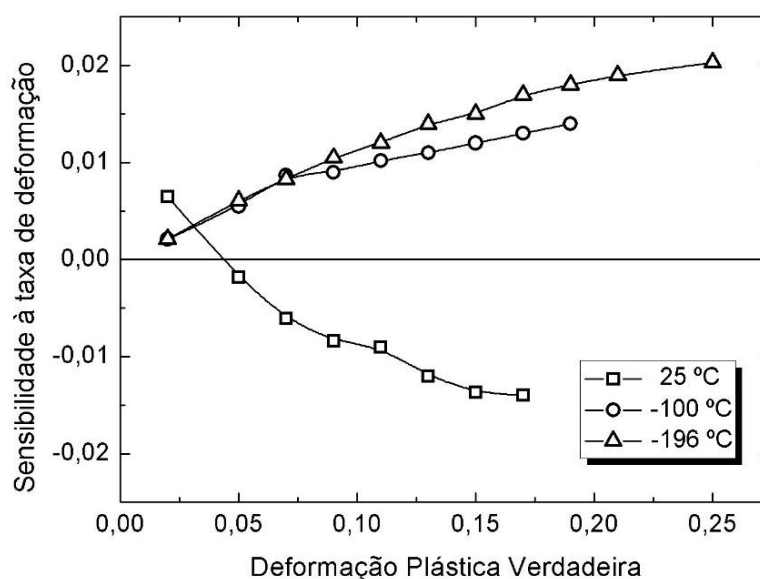


Figura 5.11 – Variação da sensibilidade à taxa de deformação da liga AA6061 no estado de SSSS submetido a ensaios de tração uniaxial em diferentes temperaturas.

O cálculo do parâmetro m foi realizado utilizando-se a equação (5.9) indicada a seguir, a qual é válida para deformação e temperatura constantes:

$$\sigma = C. (\dot{\epsilon})^m |_{\epsilon, T} \quad (5.9)$$

Sendo, C o coeficiente de endurecimento ($C = K \cdot \varepsilon^n$).

O valor de m também apresenta um comportamento diferente para a TA, em comparação com os ensaios criogênicos. Desse modo, em TA, m assume valores negativos, o qual aumenta em módulo para grandes deformações plásticas, como indicado na Figura 5.11. A deformação correspondente a $m = 0$ é chamada de deformação crítica, ε_c . Neste caso, em TA, esta deformação foi calculada como sendo igual a 0,045. Conforme Van den Beukel [81], o início do comportamento de serrilhado na curva tensão x deformação dá-se quando a condição apresentada na expressão (5.10) é alcançada:

$$\frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\varepsilon}} = 0 \quad (5.10)$$

Em outras palavras, o efeito PLC ocorre quando a sensibilidade à taxa de deformação torna-se negativa e, simultaneamente, a deformação plástica atinge um valor superior à deformação crítica [68, 81, 82].

Para a deformação criogênica, uma correlação positiva entre o valor de m com a deformação é observada para grandes alongamentos uniformes durante os ensaios de tração, simultaneamente com a menor redução de área. Este comportamento é similar ao que ocorre para a superplasticidade, isto é, a supressão ou atraso do início do empescoamento. Entretanto, a superplasticidade está associada com elevados valores de sensibilidade à taxa de deformação. Desse modo, para este caso, a justificativa baseia-se principalmente na inibição parcial dos mecanismos envolvendo escorregamento com desvio e escalada de discordâncias, associados com a recuperação dinâmica. Além disso, com a redução de temperatura, tem-se a redução do coeficiente difusividade dos solutos na matriz de alumínio, o qual se reflete na inibição dos fenômenos associados à precipitação dinâmica.

Outra propriedade avaliada a partir das curvas obtidas nos ensaios de tração foi o expoente de encruamento, o qual foi calculado a partir da linearização da equação de Hollomon, a qual foi apresentada anteriormente. Na Figura 5.12 é apresentada a variação desta propriedade em função da taxa de deformação inicial em diferentes temperaturas.

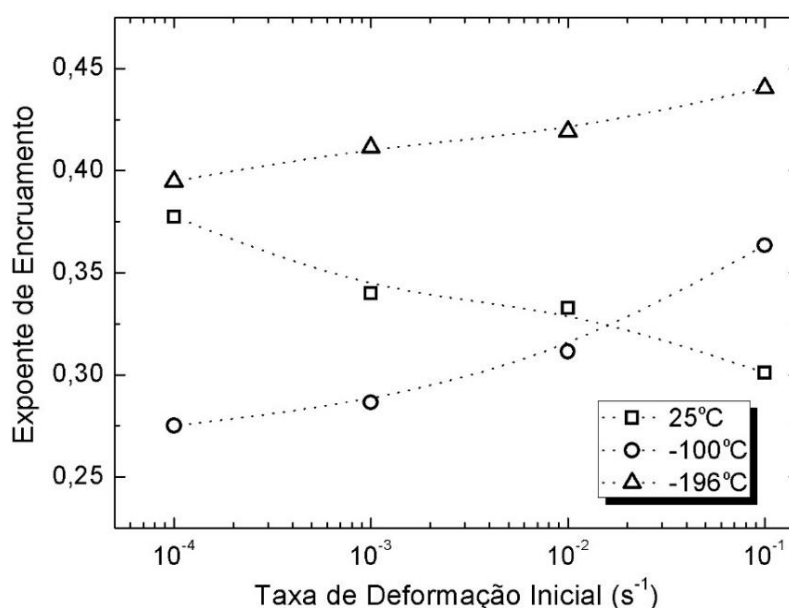


Figura 5.12 – Variação do expoente de encruamento em função da taxa de deformação inicial no ensaio de tração uniaxial da liga AA6061 na condição de SSSS.

Observa-se na Figura 5.12, que as amostras ensaiadas em temperaturas criogênicas exibem uma tendência oposta àquela do ensaio em TA: o valor de n aumenta com a taxa de deformação inicial. Isto pode ser explicado pela proporcionalidade entre a taxa de deformação e a velocidade média das discordâncias (\bar{v}) [68], a qual é apresentada a seguir na equação (5.11):

$$\dot{\epsilon} = \bar{v} \cdot \vec{b} \cdot \rho \quad (5.11)$$

A partir da equação (5.11), observa-se que uma maneira que o termo $\bar{v} \cdot \vec{b} \cdot \rho$ tem como corresponder a um aumento da taxa de deformação inicial, é pelo aumento em \bar{v} . Além disso, uma vez que as discordâncias estão em movimento, elas podem também se multiplicar, aumentando o valor de ρ , promovendo o encruamento, o qual conduz ao aumento da resistência mecânica. Isto explica a razão pela qual os ensaios em temperaturas criogênicas com elevadas taxas de deformação inicial, apresentam um aumento significativo do limite de escoamento e do limite de resistência à tração [68].

Os resultados apresentados na seção 5.1 apontaram algumas conclusões a respeito do comportamento mecânico da liga AA6061 em temperaturas criogênicas.

A partir disso, alguns parâmetros importantes de processamento termomecânico foram selecionados para serem utilizados na deformação severa, tais como:

- a) tratamento térmico de envelhecimento natural em tempos superiores a 200 horas;
- b) tratamento térmico de envelhecimento artificial a 100 °C;
- c) temperatura de deformação criogênica igual -100 °C e/ou -196 °C;
- d) taxa de deformação: baixa sensibilidade à taxa de deformação, entretanto taxas menores estão associadas com menores esforços no processamento criogênico (10^{-3} s^{-1} ou menor).

Na sequência, na seção 5.2, são apresentados os resultados obtidos após o processamento da liga AA6061 em temperatura criogênica. A rota adotada inicia com a solubilização dos corpos de prova, seguido do processamento em temperaturas ambiente e criogênica e posteriores tratamentos de envelhecimento T4 e T6. São apresentados, também, resultados de caracterização microestrutural e de propriedades mecânicas.

5.2 Microestrutura e Comportamento Mecânico Pós-Processamento

5.2.1 Rotas de processamento

Na Figura 5.13 é apresentada a variação de dureza Vickers em diferentes níveis de deformação por LC, LA e ECA, tanto em temperatura ambiente quanto em temperatura criogênica. Todas as rotas de processamento adotadas partiram da mesma condição inicial, ou seja, o estado de SSSS. Ressalta-se novamente, que para as laminações criogênicas as chapas foram resfriadas em NL antes e após de cada passe de laminação. Já no caso da ECA, confinou-se o material em uma matriz, a qual foi resfriada até -100 °C em uma câmara criogênica, permanecendo nesta temperatura durante a deformação. Além disso, as medidas de dureza foram tomadas imediatamente após o processamento, ou seja, nenhum tipo de tratamento térmico de envelhecimento foi conduzido.

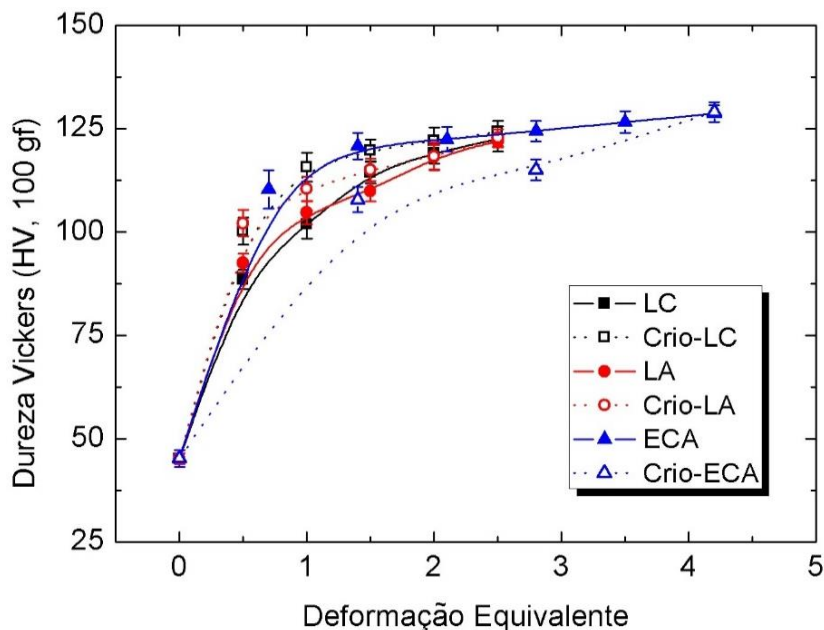


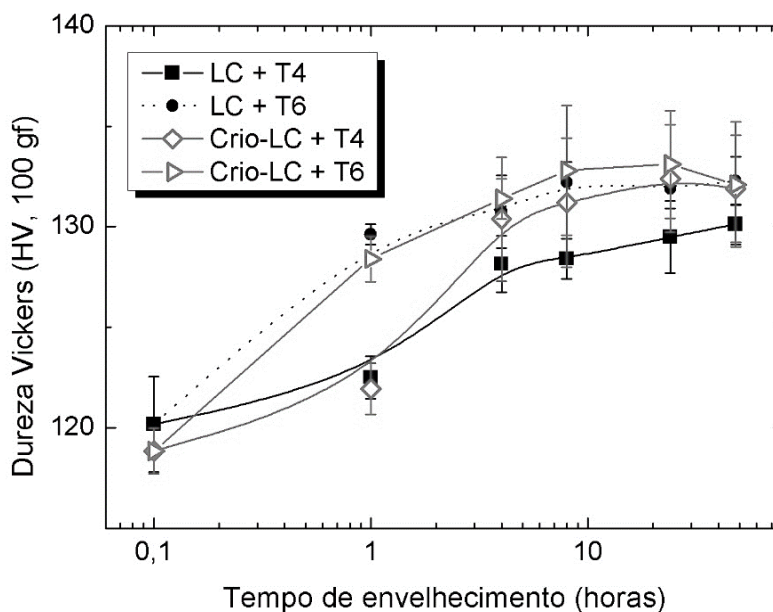
Figura 5.13 – Curvas de dureza Vickers em função da deformação equivalente para LC, LA e ECA em temperaturas ambiente e criogênica.

Na Figura 5.13, pode-se observar que há uma tendência de convergência de durezas para o valor de 125 HV, independentemente do tipo de processamento utilizado e da temperatura de deformação. Isto representa um aumento de cerca de 178% em relação ao material no estado solubilizado. Apesar da saturação de durezas observada aqui, as microestruturas resultantes de cada processo, bem como a textura cristalográfica, são bastante distintas e impactam nas demais propriedades mecânicas. Outra tendência interessante observada é que a deformação criogênica para ambos processos de laminação apresenta valores ligeiramente maiores de dureza, em comparação com o mesmo processo conduzido em temperatura ambiente. Para o caso da ECA, a tendência observada é oposta e, apesar da pequena diferença de dureza nos primeiros passes, após o sexto passe tem-se o mesmo nível de dureza, comparando-se ECA e Crio-ECA.

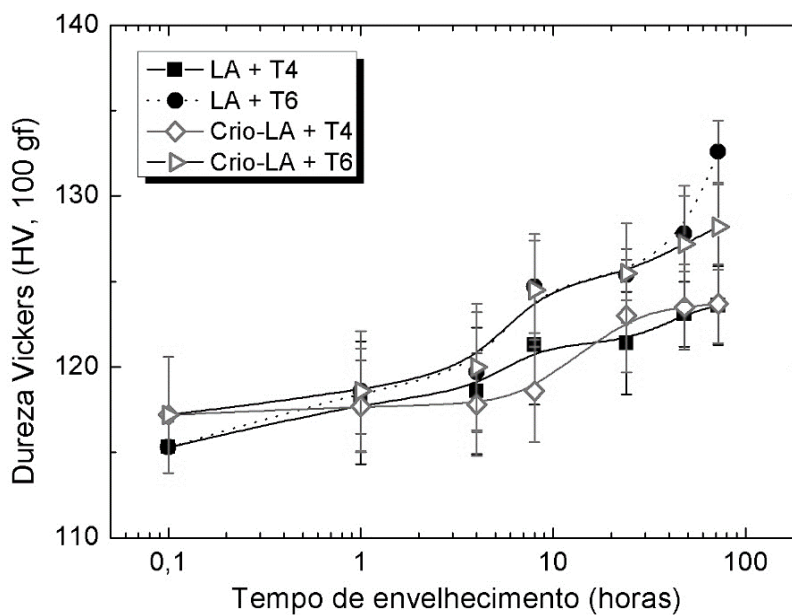
A diferença de durezas observada após ECA em TA e TC foi explicada por Su e co-autores [84], quando uma liga AA1050 foi submetida a até 8 passes de ECA em ambas as temperaturas e as amostras resultantes foram analisadas pela técnica de espectroscopia de vida-média de aniquilação de pósitrons. Os resultados de dureza indicaram que esta liga deformada criogenicamente apresentava uma dureza ligeiramente maior do que em TA. Entretanto, após 8 passes de ECA esta diferença

foi minimizada. Os estudos também indicaram o tipo de defeito predominante, sendo identificados: monovacâncias, divacâncias e vacâncias associadas com discordâncias. Para maiores graus de deformação, as amostras deformadas em TA apresentam elevada densidade de monovacâncias, enquanto para as deformadas criogenicamente, as divacâncias são dominantes, apresentando também uma fração de monovacâncias. Estes resultados indicam que ambas, as monovacâncias e divacâncias, atuam como obstáculos à movimentação de discordâncias e induzem o endurecimento [84]. No caso da liga AA6061, tem-se além destes defeitos, a presença de inúmeros átomos em solução sólida supersaturada. Dessa forma, a deformação em TA induz a nucleação de *clusters* e zonas-GP, utilizando as monovacâncias e divacâncias como sítios preferenciais. Por esta razão, a dureza observada para ECA é ligeiramente maior do que para Crio-ECA, visto que em baixa temperatura o coeficiente de difusividade de átomos de soluto é bastante reduzido.

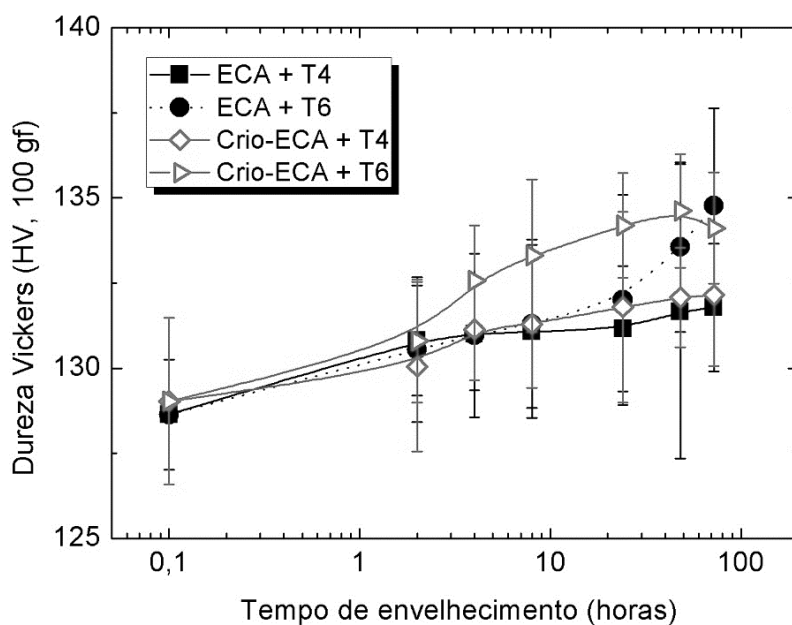
A partir dos resultados apresentados na Figura 5.13, foram selecionadas condições de estudo para ambas as temperaturas, que correspondem à deformação $\epsilon = 2,0$ para as laminações e $\epsilon = 4,2$ para a ECA. Dessa forma, todos os resultados de laminação e ECA apresentados doravante referem-se a estes graus de deformação. Imediatamente após a deformação por LC, LA e ECA, foram conduzidos tratamentos térmicos de envelhecimento natural e artificial em diferentes tempos. Os resultados de variação de dureza Vickers em função do tempo de envelhecimento após processamento são apresentados, a seguir, na Figura 5.14.



(a)



(b)



(c)

Figura 5.14 – Variação da dureza Vickers com o tempo de envelhecimento na liga AA6061 após processamento em temperaturas ambiente e criogênica por: (a) LC ($\varepsilon = 2,0$); (b) LA ($\varepsilon = 2,0$); (c) ECA ($\varepsilon = 4,2$). T4 = envelhecimento natural (25 °C) e T6 = envelhecimento artificial (100 °C).

No caso da LC, apresentada na Figura 5.14 (a), observa-se que a dureza varia de 120 HV para 132 HV com 48 horas de tratamento de envelhecimento artificial tanto

para LC quanto para Crio-LC, representando um aumento de 10% na dureza. Enquanto que para T4 a dureza satura em 130 HV em ambas temperaturas de deformação, ou seja, um incremento de 8,3% na dureza após a laminação a partir estado solubilizado, seguido de envelhecimento. O que pode ser observado com relação à cinética de envelhecimento é que se tem um endurecimento mais rápido no tratamento T6, visto que o fornecimento de energia térmica aumenta a difusividade atômica, permitindo a formação de *co-clusters* e zonas GP em tempos menores, se comparado com o tratamento T4.

Para o caso da LA, apresentada na Figura 5.14 (b), nota-se que há um comportamento bastante similar à LC, com convergência das durezas (tanto de LA quanto de Crio-LA) para T6 em torno de 130 HV, e para T4 em torno de 123 HV. Quanto à cinética de precipitação, não foram observadas mudanças significativas, independentemente da temperatura de laminação e de envelhecimento. Esta cinética, em comparação com LC, possui uma taxa de nucleação e crescimento de precipitados ligeiramente inferior, entretanto, após 48 horas o mesmo nível de dureza é atingido.

Após a deformação por ECA, a variação de dureza nos tratamentos térmicos de envelhecimento é mostrada na Figura 5.14 (c). Em relação ao estado de SSSS, a dureza aumentou 200% e 193%, respectivamente após T6 e T4. Nota-se que a dureza parte de 128 HV e aumenta até 132 HV para T4. Como visto anteriormente na Figura 5.1, a partir do estado de SSSS no tratamento T4, a dureza satura em torno de 78 HV após 200 horas. Comparando-se esta dureza com a medida logo após a ECA, tem-se um incremento de dureza da ordem de 64%. Após a ECA+T4 (96 horas) este incremento é de 69%, sendo estes valores reflexo da precipitação sobre uma microestrutura severamente deformada. Outro ponto importante a ser observado é com relação ao envelhecimento artificial: a dureza alcançada após 18 horas a 170 °C (ver Figura 5.2) é próxima de 135 HV, ou seja, os mesmos valores obtidos após a combinação de Crio-ECA e T6 (neste caso, 100 °C por 48 horas). O tratamento a 100 °C nas amostras sem deformação, chegou a durezas da ordem de 120 HV após 96 horas. Dessa forma, pode-se observar que os valores de dureza após Crio-ECA + T6 são iguais aos obtidos apenas para o tratamento T6 (170 °C). Entretanto, a interpretação desses valores não leva em conta outros fatores microestruturais, como tamanho de grão, arranjo de discordâncias, densidade de defeitos, distribuição de precipitados e microtextura de deformação, os quais afetam fortemente outras propriedades, tais como resistência mecânica e ductilidade, as quais não podem ser

inferidas a partir de dados de dureza. Ademais, a cinética de precipitação é acelerada para a Crio-ECA no envelhecimento artificial, em comparação com o envelhecimento natural, provavelmente devido ao aumento do número de sítios para a nucleação de *co-clusters* e de β ".

A variação da dureza observada está de acordo com o trabalho conduzido por Kim e co-autores [85] na liga AA6061 submetida a ECA em temperatura ambiente ($\epsilon_{eq} = 4$, rota B_c), seguido de envelhecimento artificial a 100 °C. Neste trabalho, foi encontrado que a dureza aumentou com o tempo de envelhecimento em cerca de 11-12% após 48 horas de tratamento, indicando que o efeito de endurecimento por precipitação é dominante sobre os efeitos de amolecimento (recuperação e recristalização) nesta temperatura. Entretanto, a máxima dureza mensurada pelos autores foi de 160 HV, enquanto que no presente trabalho o valor de 135 HV foi encontrado no tratamento T6, como pode ser visto na Figura 5.14 (c). Esta diferença pode ser associada à diferentes fatores, que incluem parâmetros de processamento e diferenças microestruturais, tais como tamanho de grão do material de partida.

Em partes, esta apreciável diferença observada nos valores de dureza após ECA deve-se à parcial recuperação estática da microestrutura, a qual pode acontecer em dois momentos distintos: durante a ECA em temperatura ambiente e após a Crio-ECA (na excursão para a temperatura ambiente) e no envelhecimento posterior. Para o primeiro caso, devido a elevada EDE da liga AA6061, têm-se múltiplos eventos de recuperação dinâmica durante os passes de ECA, bem como a precipitação dinâmica. Ambos fenômenos contribuem para que a taxa de endurecimento seja menor, visto que vacâncias e discordâncias geradas pela deformação são aniquiladas pela recuperação dinâmica, ao mesmo tempo que também servem como sítios para a nucleação dos *clusters* e zonas GP. Dessa forma, o balanço entre cada um desses fenômenos define a dureza máxima atingida.

Por outro lado, para o caso da Crio-ECA, a recuperação dinâmica é parcialmente restringida em função do abaixamento da temperatura, bem como não se observam efeitos relacionados à precipitação dinâmica, uma vez que o efeito PLC é suprimido (ver Figura 5.9). Por este ponto de vista, era de se esperar que as durezas após o processamento criogênico fossem superiores em comparação com a temperatura ambiente. Entretanto, as microestruturas produzidas em baixas temperaturas são instáveis em temperatura ambiente, como observado para o cobre puro por Konkova, Mironov e Korznikov [86]. Neste trabalho, foram vistos pontos de

recristalização em MET após dois anos de realizada a criodeformação. Como não há barreiras para bloquear a movimentação de contornos no caso do cobre de elevada pureza, e a EDE é menor que no alumínio, estes eventos de amolecimento devido à recuperação e recristalização geram mudanças microestruturais e de propriedades mais intensas. Além disso, a grande energia armazenada no material durante o processamento criogênico age como força-motriz para a ocorrência destes fenômenos de amolecimento em maior escala, uma vez que reduz a energia de ativação necessária para a recuperação. No caso da liga AA6061, têm-se os efeitos da solução sólida e dos *co-clusters* ou zonas GP, os quais atuam como âncoras para a movimentação de contornos. A razão pela qual a dureza não atinge valores mais elevados na Crio-ECA pode ser associada com dois efeitos principais: recuperação estática parcial da microestrutura durante a excursão da temperatura criogênica para a temperatura ambiente, e recuperação estática durante o envelhecimento. No segundo caso, apesar de ter sido selecionada uma temperatura mais baixa para o envelhecimento artificial (100 °C), não é possível evitar a ocorrência de recuperação, apenas minimizar seus efeitos. De qualquer forma, tanto para T4 quanto para T6, discordâncias e vacâncias atuam como sítios para a nucleação de fases, o que afeta também a densidade de defeitos e se reflete nos valores de dureza.

Ainda sobre as laminações, um estudo em paralelo a ser publicado sobre este tópico está em desenvolvimento [87]. Neste trabalho, as análises de textura na LC indicaram um aumento significativo das intensidades de textura para a Crio-LC. Um dos efeitos da LA foi a redução da intensidade de textura, em comparação com a LC, para uma mesma deformação equivalente. Além disso, a LA promoveu a formação de bandas de cisalhamento com intensidades mais elevadas do que para LC. Os resultados mostraram rotação em torno do eixo da direção transversal da chapa e transição da textura de laminação para a textura de cisalhamento, sendo que os componentes de cisalhamento foram mais intensos para a LA, do que para Crio-LA. Após o tratamento T6, os resultados de textura indicaram a ativação de processos de recuperação estática. Foi observado para a LC a maior redução na intensidade de textura e para a Crio-LC o espalhamento das orientações cristalográficas foi significativo [87]. Os resultados de textura indicaram, de uma forma geral, uma competição entre recuperação e precipitação, o que certamente se reflete diretamente nas durezas vistas anteriormente na Figura 5.14. As LC e LA serviram, dessa forma, como ponto de partida para a determinação de parâmetros de processamento e da

viabilidade para a DPS criogênica na liga AA6061, visto que a laminação envolve etapas experimentais mais simples e rápidas. Assim, o estudo das laminações foi direcionado para outra frente de pesquisa e este trabalho concentra-se na investigação da ECA.

Diante do quadro inicial apresentado, apenas as amostras processadas por ECA e Crio-ECA serão apresentadas e discutidas doravante. No caso da Crio-ECA, a definição de uma rota foi fundamental, visto que foi necessário desenvolver um método experimental para a sua realização, o qual foi completamente baseado na experiência prévia obtida com as laminações.

5.2.2 Aparência macroscópica do extrudado

A Figura 5.15 apresenta amostras da liga AA6061 logo após serem submetidas a seis passes de deformação severa por ECA em duas temperaturas: ambiente e criogênica (-100 °C).

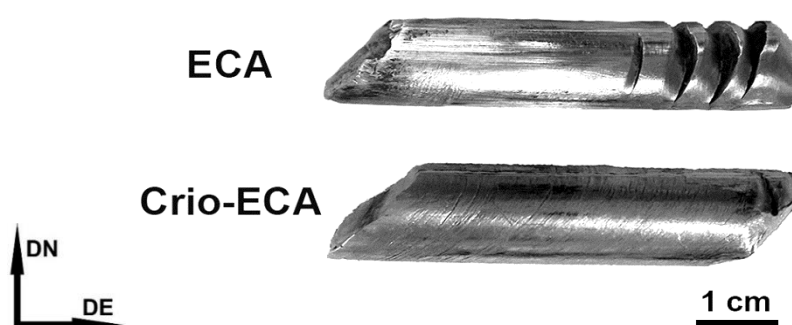


Figura 5.15 – Aparência macroscópica típica das amostras de AA6061 após seis passes ECA em diferentes temperaturas, a partir do estado SSSS. DN = direção normal; DE = direção de extrusão.

Pode-se observar na Figura 5.15 que há uma diferença significativa entre as amostras processadas em diferentes condições. Como visto anteriormente no subitem 5.1.3, a capacidade de deformação é fortemente afetada pela temperatura. Neste caso, em temperaturas criogênicas, apesar dos maiores esforços durante o processamento, a capacidade de encruamento é muito maior em relação à TA. Isto se reflete na integridade do extrudado, como pode ser visto pelas trincas que estão

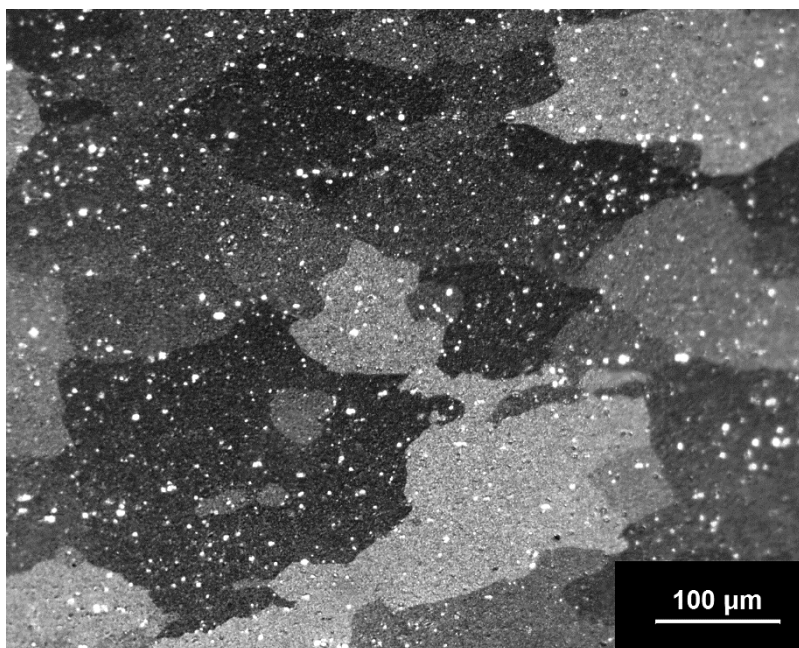
presentes na amostra processada em temperatura ambiente, não observadas na deformação criogênica. A partir do quarto passe de deformação em TA já eram visíveis trincas na extremidade dos corpos de prova, inclinadas a aproximadamente 45° em relação à direção de extrusão. Tais trincas coincidem com os planos de máxima tensão de cisalhamento, nos quais há, possivelmente, a formação de uma grande quantidade de bandas de cisalhamento localizadas, que conduzem à fratura. Sobre este aspecto, apesar das forças durante a extrusão criogênica serem mais elevadas do que em temperatura ambiente, a integridade da amostra é mantida, sem a formação de trincas mesmo após vários passes.

Em uma investigação sobre a integridade após ECA das ligas AA2014 e AA7075 no estado solubilizado [83], foram encontrados resultados similares. Ambas as ligas estudadas apresentam acentuado envelhecimento natural, assim como a liga AA6061. Com diferentes tempos de pré-envelhecimento natural, foram obtidas amostras com variados graus de dano, sendo que tempos menores levaram à ausência de defeitos após o primeiro passe. Além disso, conclui-se que essas trincas foram causadas não somente pelas bandas de cisalhamento comuns na deformação por ECA, mas pela combinação entre o envelhecimento dinâmico e as bandas de cisalhamento [83]. Dessa forma, para o caso da liga AA6061, a ausência de trincas na deformação criogênica está associada à supressão da DSA e ao aumento da taxa de encruamento, que conduzem ao aumento da ductilidade incomum, como demonstrado anteriormente na seção 5.1.3. A Figura 5.9 indicou claramente a ausência do efeito PLC na deformação criogênica (TC-100 e TC). Adicionalmente, a sensibilidade à taxa de deformação em temperatura ambiente é negativa, enquanto que para a temperatura de -100°C assume valores positivos (ver Figura 5.11). Dessa forma, estes efeitos atuando em conjunto conduzem a um aumento da capacidade de deformação da liga AA6061 em baixas temperaturas, quando processada por múltiplos passes por ECA.

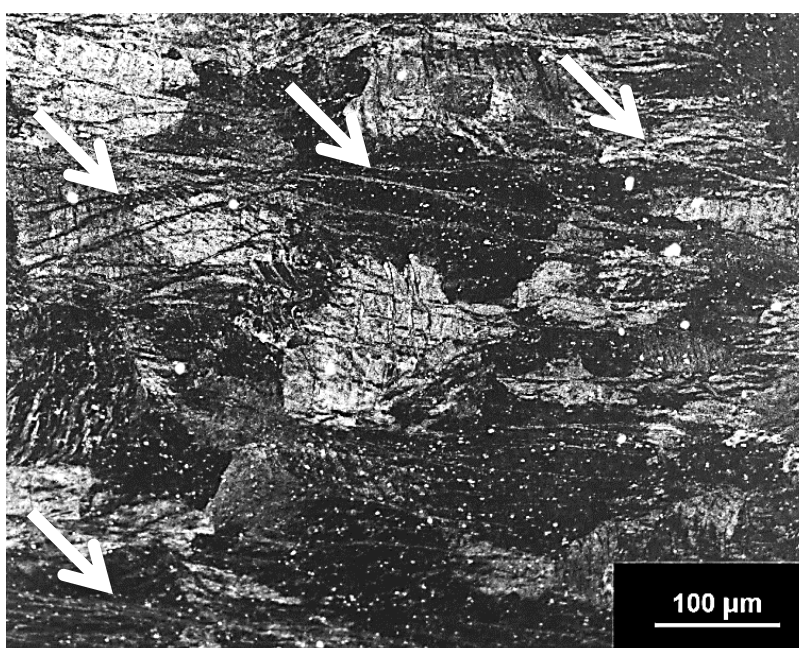
5.2.3 Microestruturas pós-ECA

A Figura 5.16 mostra as microestruturas obtidas após a deformação severa por ECA da liga AA6061, conduzidas em temperatura ambiente e rota B_c, juntamente com a microestrutura do material de partida após solubilização (seguida de T4). Na sequência, as amostras deformadas foram naturalmente envelhecidas. Para o nível

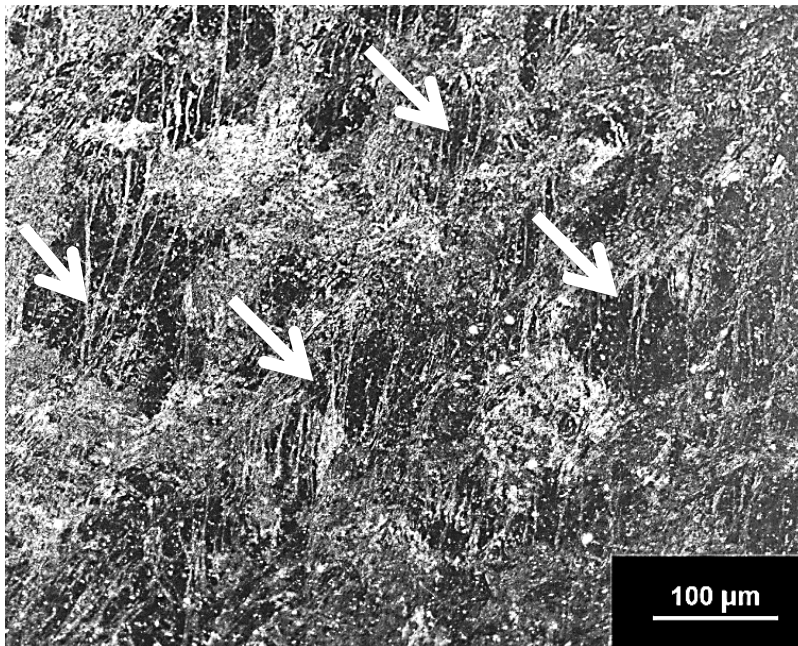
de resolução do microscópio óptico, não foram observadas diferenças significativas de microestrutura entre os tratamentos T4 e T6 aplicados após o ECA, portanto apenas a condição T4 é apresentada. As diferenças microestruturais entre estes dois tratamentos serão discutidas adiante com análises complementares de MET.



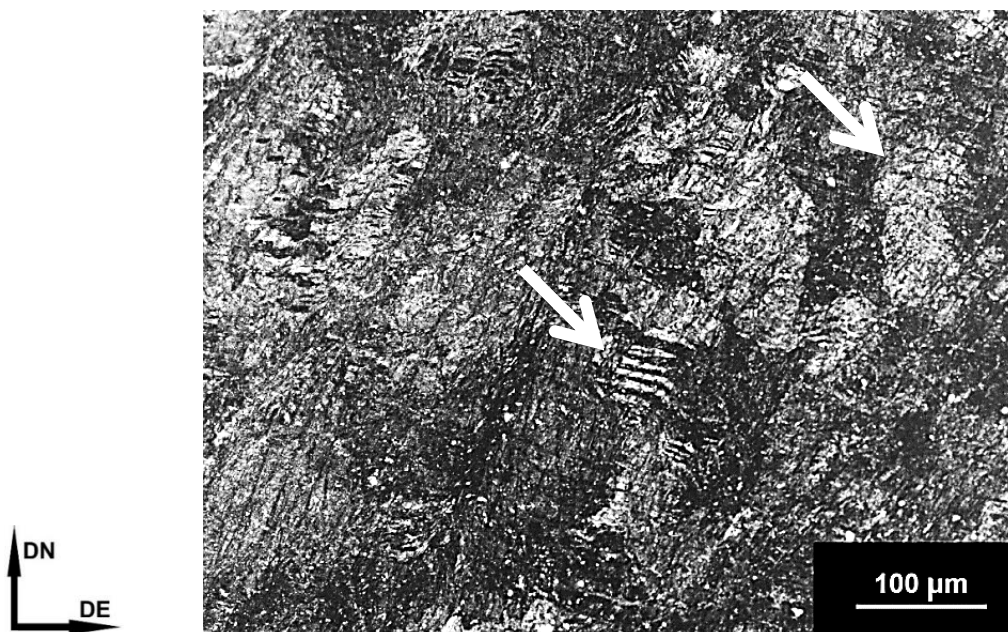
(a)



(b)



(c)

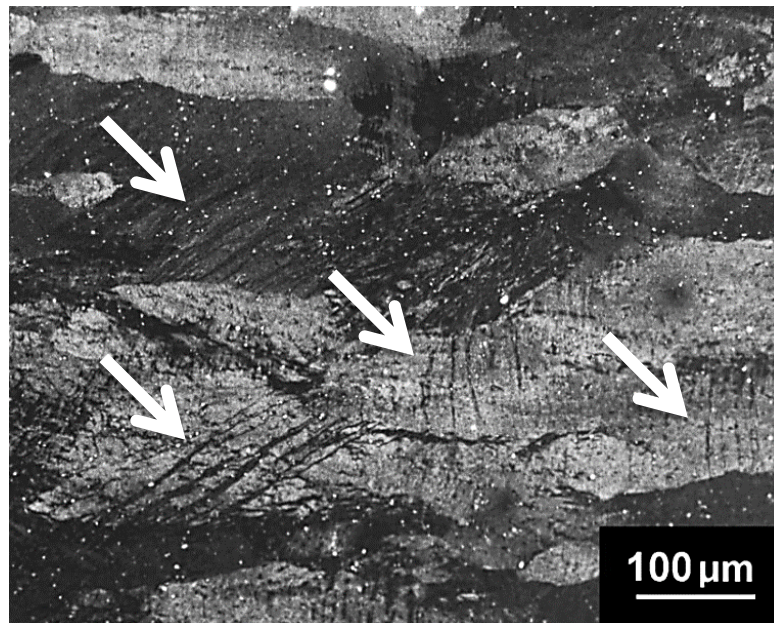


(d)

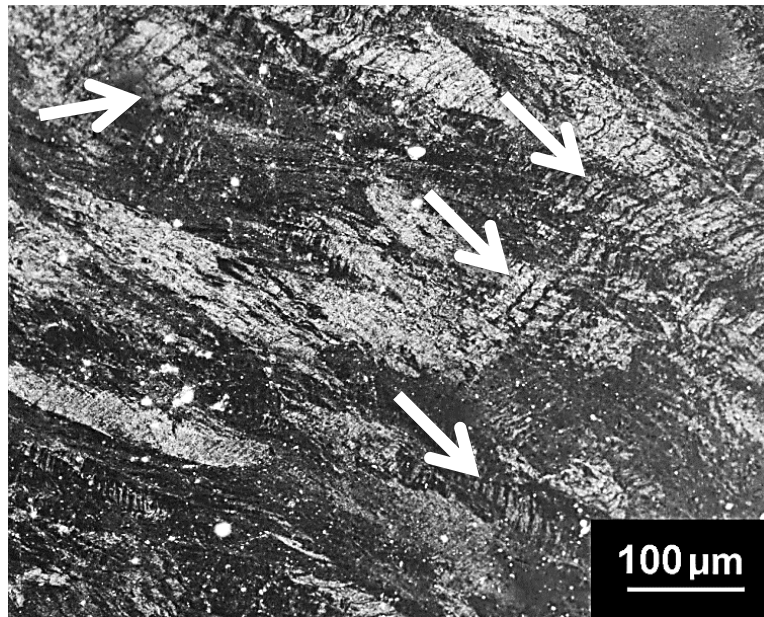
Figura 5.16 – Microestruturas observadas em microscópio óptico da liga AA6061: (a) sem deformação, após solubilização + T4 (> 200 h); e após ser submetida à deformação por ECA em temperatura ambiente, rota B_c: (b) 2 passes (2X + T4), (c) 4 passes (4X + T4) e (d) 6 passes (6X + T4). As setas brancas indicam as bandas de deformação. Ataque eletrolítico com reagente de Barker e observação sob luz polarizada.

Nota-se, nas microestruturas da Figura 5.16, que há uma forte modificação no tamanho e formato dos grãos com o aumento do número de passes, comparando-se com o material de partida, mostrado na Figura 5.16 (a). Além disso, observam-se inúmeras bandas de deformação no interior dos grãos, em diferentes orientações, as quais estão indicadas por setas. De um modo geral, com maior número de passes são obtidas microestruturas mais homogêneas, como pode ser visto na Figura 5.16 (d), que não apresenta uma direção preferencial para as bandas e nem grãos mais alongados em dada direção. Esta homogeneidade da deformação é atribuída à rota B_c de processamento por ECA que rotaciona a amostra entre passes.

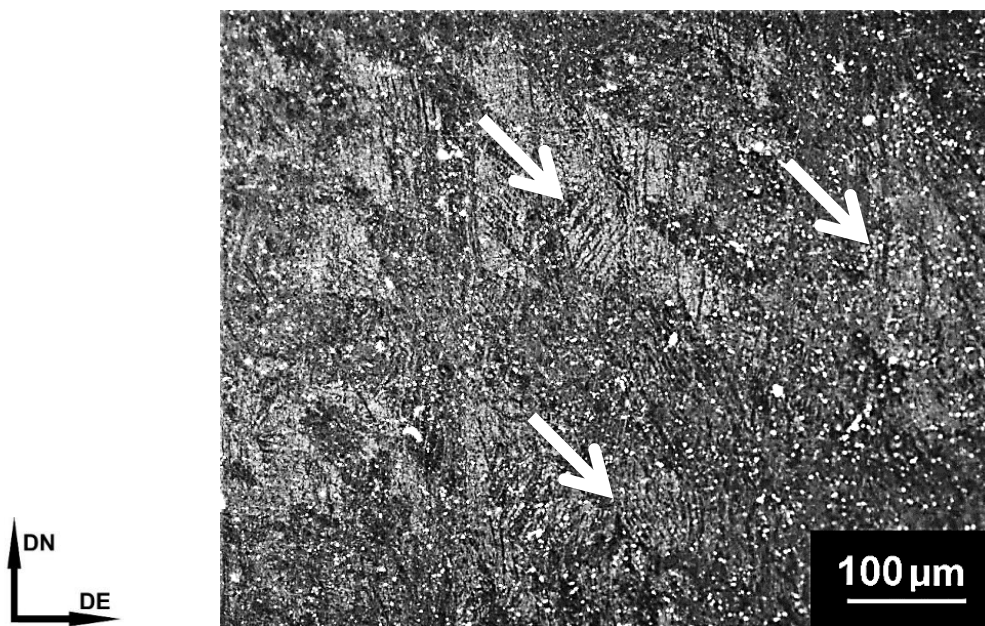
A Figura 5.17 mostra as microestruturas obtidas para as amostras de AA6061 deformadas por ECA em temperatura criogênica, também pela rota B_c. Novamente, são apresentadas apenas as microestruturas referentes ao posterior tratamento T4, pela mesma razão já mencionada.



(a)



(b)



(c)

Figura 5.17 – Microestruturas observadas em microscópio óptico da liga AA6061 após ser submetida à deformação por ECA em temperatura criogênica, rota Bc: (a) 2 passes (2X + T4); (b) 4 passes (4X + T4); e (c) 6 passes (6X + T4). As setas brancas indicam as bandas de deformação. Ataque eletrolítico com reagente de Barker e observação sob luz polarizada.

Na Figura 5.17 é possível observar de maneira qualitativa que há uma modificação expressiva no formato dos grãos após a Crio-ECA em relação ao processamento em temperatura ambiente (ver Figura 5.16). Na Figura 5.17 (c), em

especial, nota-se que há um alongamento maior dos grãos e um número mais reduzido de bandas de deformação para um mesmo número de passes ECA, que ilustra o comportamento de alongamento uniforme e redução de área discutido no item 5.1.2. A densidade de bandas aumenta com o aumento da deformação acumulada e estas cruzam-se entre si em diversos pontos propiciando intensa fragmentação microestrutural. Provavelmente, este cruzamento ocorre devido às rotações entre passes durante a ECA utilizando a rota B_c.

Na Figura 5.18 são mostradas as imagens obtidas em campo claro por MET para a liga AA6061 após a deformação por ECA em temperatura ambiente e criogênica.

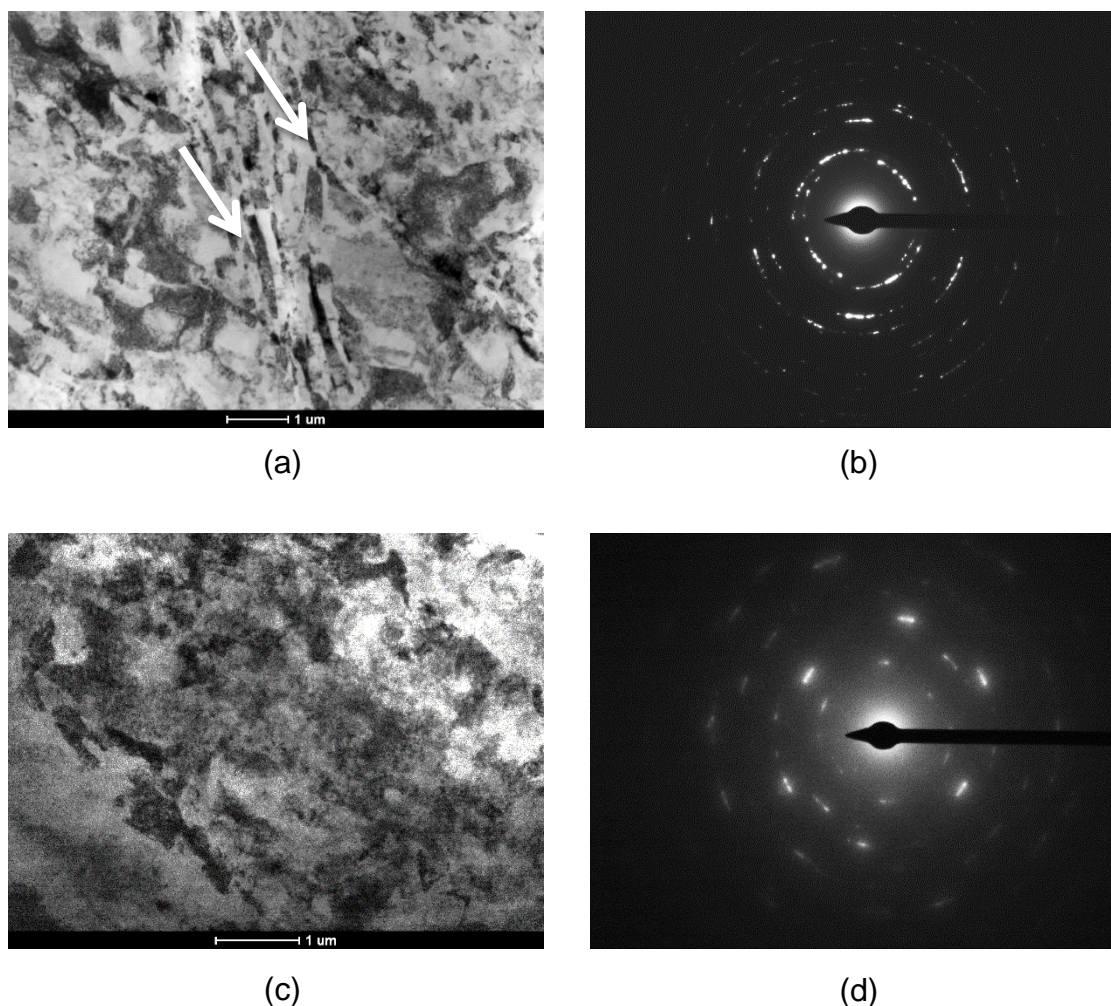


Figura 5.18 – Imagens de MET em campo claro e respectivas difrações de área selecionada da liga AA6061: (a) e (b) ECA + T6 (6X); (c) e (d) Crio-ECA + T6 (6X). A seta branca está indicando a direção de uma banda de deformação.

Observa-se na Figura 5.18 que, em relação ao material inicial, há um refinamento microestrutural significativo, com a presença de inúmeras bandas de deformação. Em tais bandas, é possível observar subdivisões, ou subgrãos, de modo que nas microestruturas predominam regiões com contornos de alto ângulo e contornos de baixo ângulo de desorientação. Além disso, as regiões mais claras nas imagens de campo claro no MET indicam regiões com baixa densidade de discordâncias, enquanto as regiões mais escuras representam regiões de elevada concentração destes defeitos.

Para a ECA (Figura 5.18 (a)), notam-se inúmeras bandas de deformação, fato atribuído ao grau de deformação imposto, bem como a predominância de deformação por cisalhamento. Por outro lado, para a Crio-ECA (Figura 5.18 (b)), observa-se uma microestrutura com poucas bandas de deformação definidas e diversas regiões com elevada densidade de discordâncias. Neste caso, foi observado que a deformação criogênica por ECA possui uma distribuição de deformações homogênea, em comparação com a ECA em TA. Em outras palavras, devido à restrição de planos disponíveis para o deslizamento de discordâncias, a deformação ocorre de maneira intensificada em regiões específicas, isto é, somente em algumas bandas de deformação com orientação favorável devido a presença dos *co-clusters* (originados da precipitação dinâmica em TA). Além disso, por meio das imagens de difração de área selecionada, é possível observar que os “spots” de difração encontram-se alongados, tendendo a formar um padrão de anéis de difração. Esta configuração é um forte indicativo do acúmulo de discordâncias e do alargamento dos picos de difração.

Visto que as imagens de MET não apresentam com tanta clareza as subdivisões e os novos grãos formados após a deformação severa em diferentes temperaturas, foram conduzidos mapeamentos de orientação cristalográfica no MET para as amostras ECA e Crio-ECA, com o objetivo de visualizar tais subdivisões, os quais são apresentados a seguir na seção 5.2.4.

5.2.4 Mapeamento de orientação cristalográfica

Com objetivo de compreender melhor evolução das microestruturas após ECA, foram conduzidas análises de mapeamento de orientação cristalográfica com o

uso do ASTAR, instalado no MET. Dessa forma, baseando-se em uma sequência de difrações de elétrons ponto a ponto, é possível determinar as diferenças de orientação entre regiões com contornos de alto e de baixo ângulo nas microestruturas. A Figura 5.19 mostra os resultados obtidos do mapeamento de orientação cristalográfica da liga AA6061 após ECA em temperatura ambiente seguido de tratamento de envelhecimento artificial (100 °C – 48 horas).

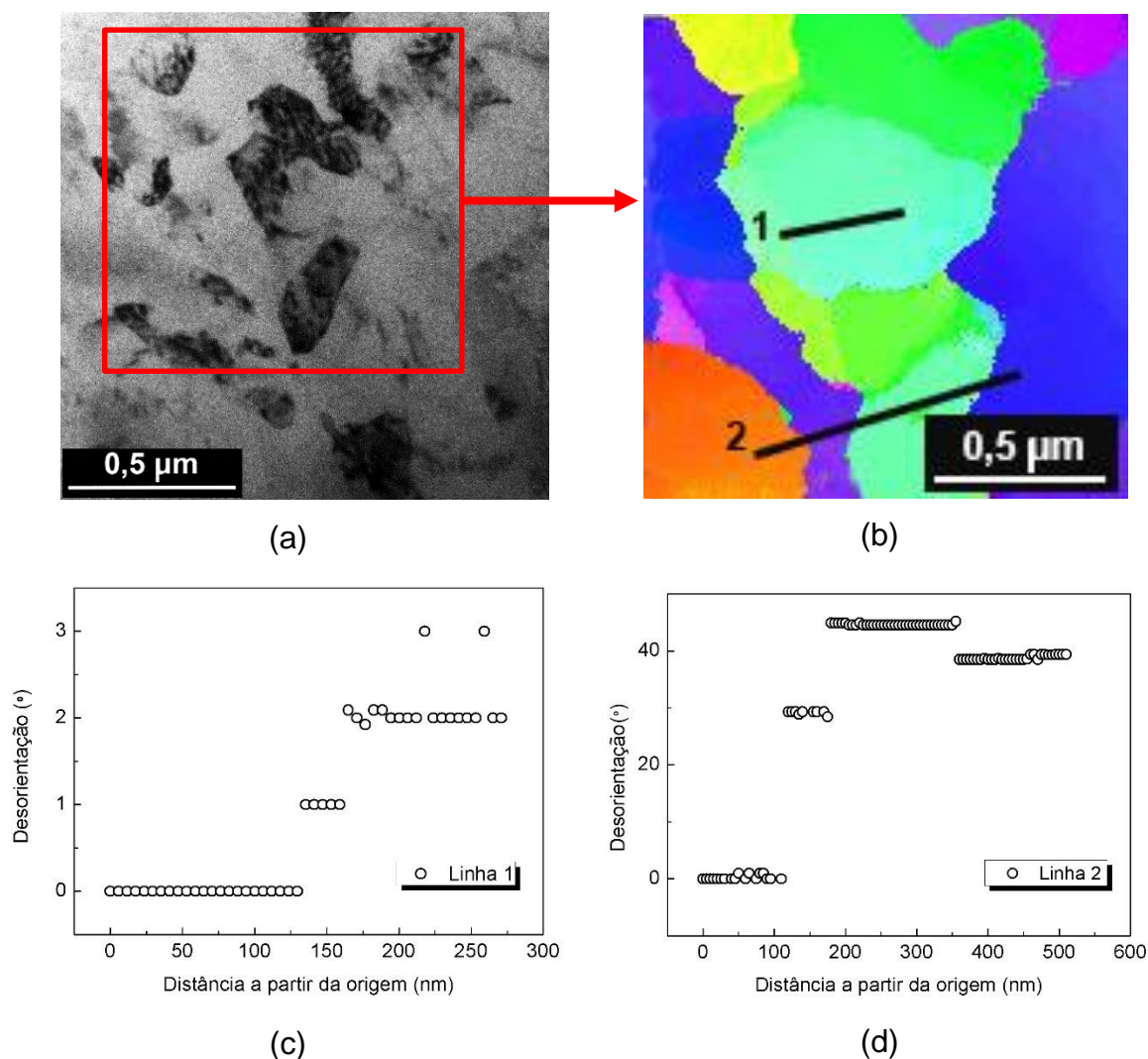
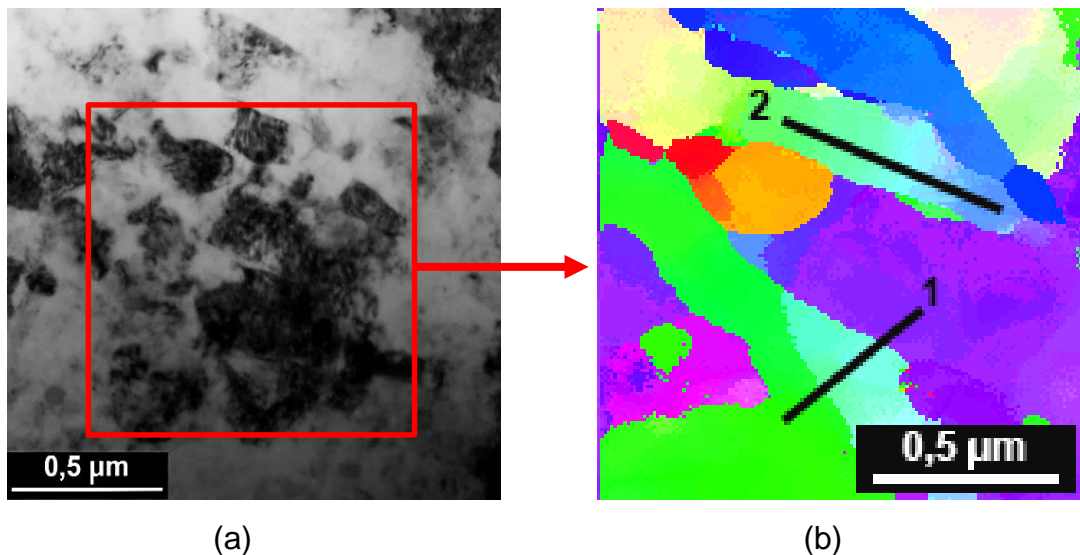


Figura 5.19 – Mapeamentos de orientação cristalográfica obtidos no ASTAR para ECA-6X + T6: (a) campo claro da região analisada com a indicação da área mapeada no retângulo vermelho; (b) mapeamento de orientação cristalográfica; (c) ângulos de desorientação referentes à linha 1; (d) ângulos de desorientação referentes à linha 2.

Como pode ser visto na Figura 5.19, após seis passes de ECA em temperatura ambiente a microestrutura apresenta-se com inúmeros contornos de

baixo ângulo e a formação de alguns novos grãos com contornos de alto ângulo de tamanho médio próximo de 500 nm. Na Figura 5.19 (a), observam-se regiões com alta densidade de discordâncias (cinza escuro) circundadas por regiões de baixa densidade de discordâncias (cinza claro). Na Figura 5.19 (b), podem ser vistas as subdivisões no interior das bandas de deformação da região analisada. Foram traçadas duas retas, a partir das quais foram calculadas as desorientações entre os grãos. Na Figura 5.19 (c), correspondente a linha 1, pode-se observar que no interior do grão existem subdivisões, com alguns contornos de baixo ângulo, com desorientação igual ou inferior a 3° . Por outro lado, na Figura 5.19 (d), correspondente à linha 2, nota-se que em algumas regiões a desorientação atinge valores superiores a 40° , indicando a presença de contornos de alto ângulo, que neste caso coincidem com as regiões de interface entre bandas de deformação e correspondem a diferentes cores no mapeamento de orientações.

A Figura 5.20 mostra os resultados obtidos do mapeamento de orientação cristalográfica da liga AA6061 após Crio-ECA seguido de tratamento de envelhecimento artificial ($100^\circ\text{C} - 48$ horas).



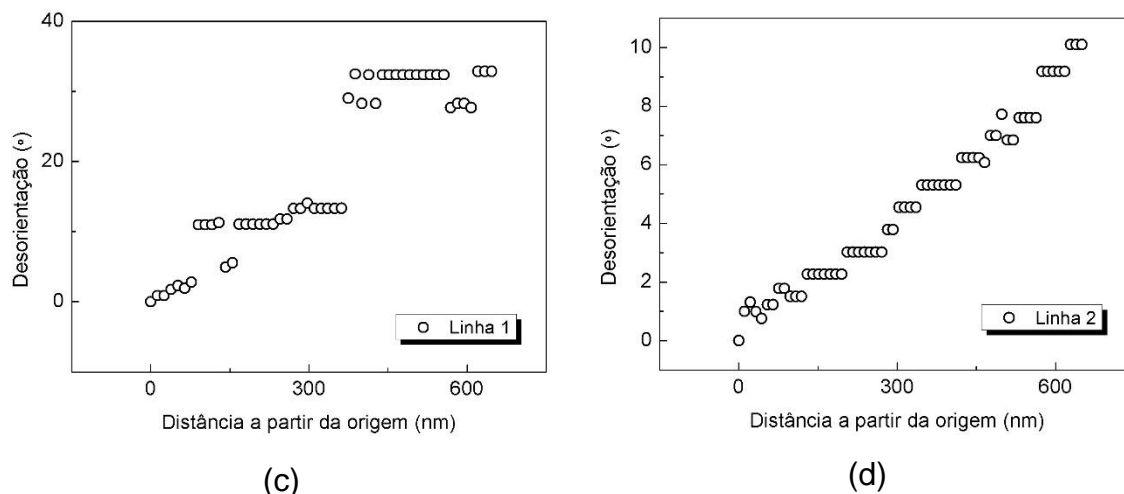


Figura 5.20 – Mapeamentos de orientação cristalográfica obtidos no ASTAR para Crio-ECA-6X + T6: (a) campo claro da região analisada com a indicação da área mapeada no retângulo vermelho; (b) mapeamento de orientação cristalográfica; (c) ângulos de desorientação referentes à linha 1; (d) ângulos de desorientação referentes à linha 2.

Após Crio-ECA, podem ser vistos na Figura 5.20 (a), regiões com elevada densidade de discordâncias (cinza escuro) e regiões de baixa densidade de discordâncias (regiões claras). Entretanto, não há uma clara distinção entre todas essas regiões, da mesma forma como foi vista para a amostra de ECA, mostrada na Figura 5.19. Na Figura 5.20 (b), notam-se, assim como para a ECA em temperatura ambiente, que existem regiões com bandas de deformação, as quais possuem subdivisões internas, definidas pelas diferentes orientações. De um modo geral, nas regiões subdivididas, observam-se alguns grãos com tamanho médio igual ou inferior a 500 nm. O gráfico de desorientações para a linha 1 é apresentado na Figura 5.20 (c), no qual podem ser vistos contornos de alto e baixo ângulo em uma mesma região, sendo predominante os de elevada desorientação. Por outro lado, a Figura 5.20 (d) apresenta as desorientações para a linha 2, a qual está inserida dentro de um grão, evidenciando claramente um gradiente de desorientações com ângulos inferiores a 10° , ou seja, uma mudança de orientação progressiva devido ao acúmulo de discordâncias e à formação de subcontornos.

Comparando-se com o visto anteriormente em MET (ver Figura 5.18), observa-se que com o mapeamento de orientação no ASTAR foi possível verificar que há uma grande subdivisão dos grãos durante a deformação por ECA, sendo que na Crio-ECA também existem inúmeras bandas de deformação, as quais não estão

resolvidas na imagem de MET (Figura 5.18 (c)). Um tamanho de grão médio da ordem de 500 nm pode ser determinado por meio destas observações para ambas condições de processamento.

De um modo geral, as análises por mapeamento de orientação cristalográfica são uma ferramenta importante na análise de microestruturas severamente deformadas. Entretanto, há uma grande limitação da região analisada, visto que um volume muito pequeno de material é analisado via MET. Dessa forma, na seção 5.2.5 serão apresentadas as análises de EBSD, na qual tem-se um estudo mais abrangente da textura após ECA.

5.2.5 Mesotexturas de deformação

A mesotextura de deformação da liga AA6061 antes e após processamento por ECA foi estudada pela técnica de EBSD. Esta técnica mostra-se como uma ferramenta bastante adequada para o estudo das mesotexturas, permitindo determinar a distribuição de tamanhos de grão e a orientação individual de grãos grosseiros e de grãos finos (no caso de processamento por DPS). Neste último caso, em específico, regiões com tamanho de grão muito fino e/ou elevada densidade de discordâncias não são bem resolvidas. Entretanto, o EBSD ainda é uma técnica adequada para o estudo do desenvolvimento de orientações preferenciais.

Os resultados dos mapeamentos por EBSD das amostras submetidas a ECA (6X) + T6 (100 °C, 48 horas) são apresentadas na Figura 5.21. Pela Figura 5.21 (a) nota-se que há inúmeros contornos de alto ângulo, delimitados em preto, os quais também estão internamente divididos, como indicam os contornos em vermelho (subgrãos). Na Figura 5.21 (b), pode-se observar que a microestrutura se apresenta heterogênea, contendo dezenas de bandas de deformação paralelas orientadas aproximadamente a 45° em relação ao eixo de extrusão na ECA, ou seja, paralelas à direção de cisalhamento. No interior dessas bandas há uma elevada densidade de discordâncias, e por conta disso essas regiões não foram bem resolvidas e aparecem em cinza.

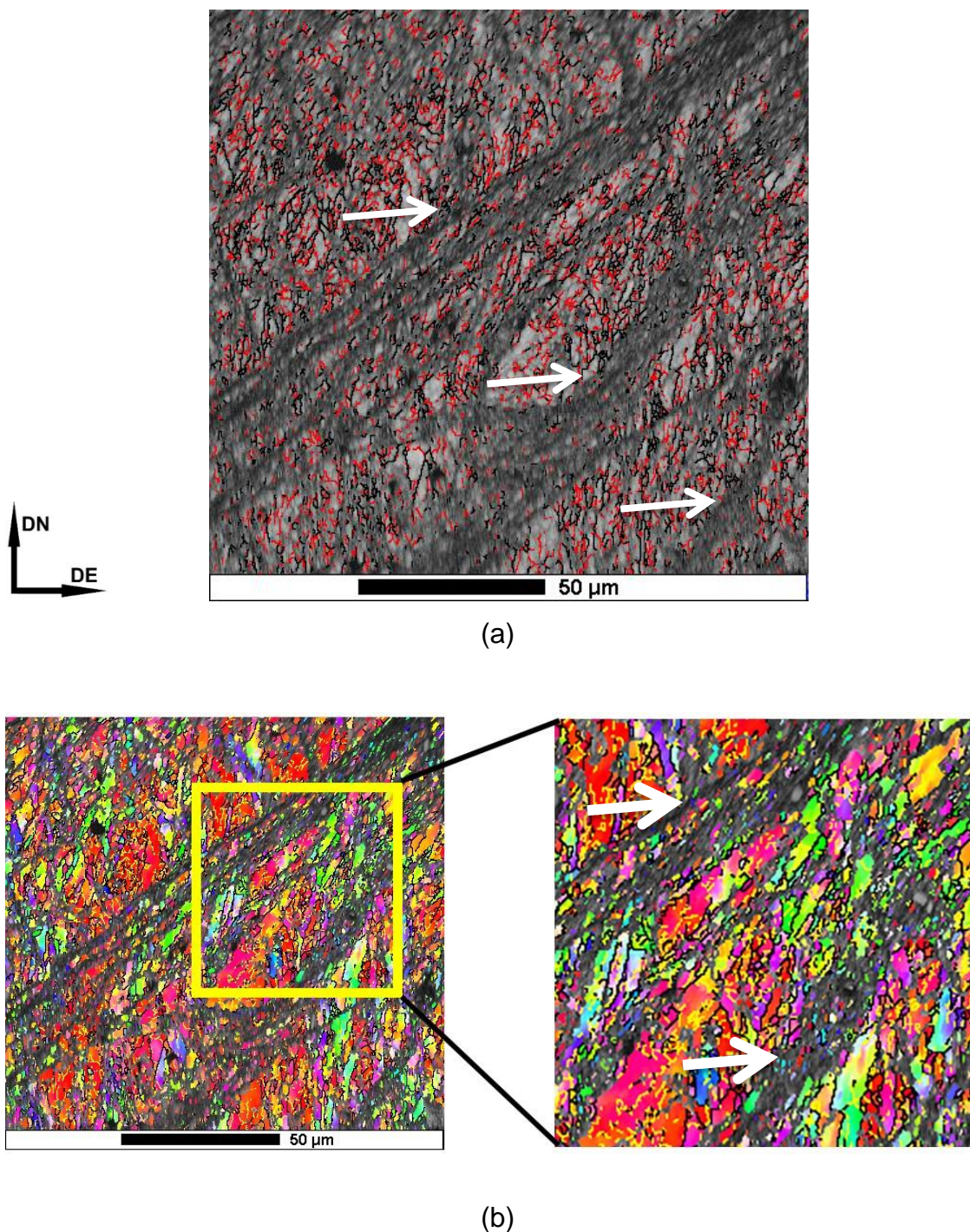
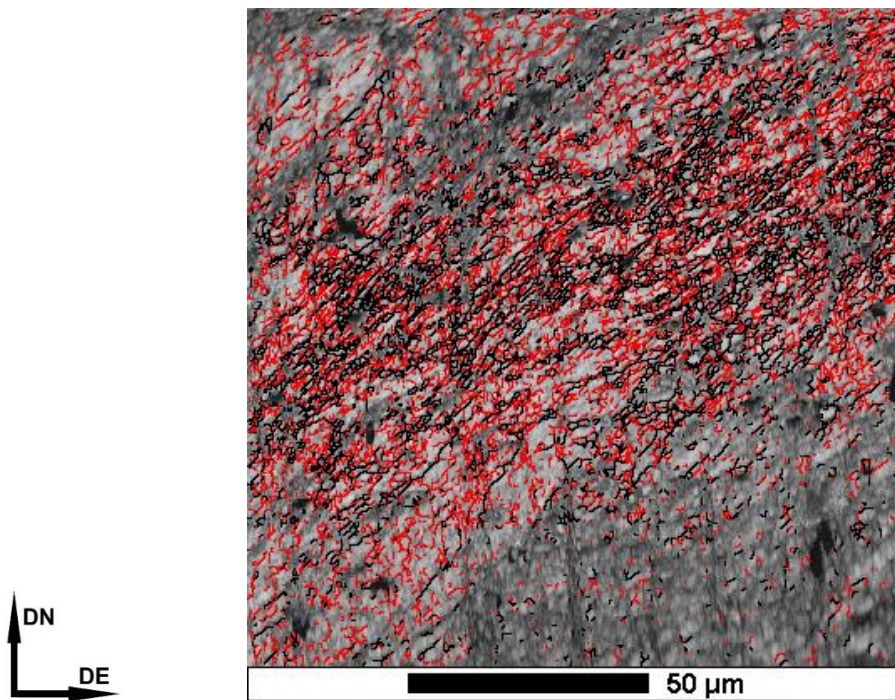
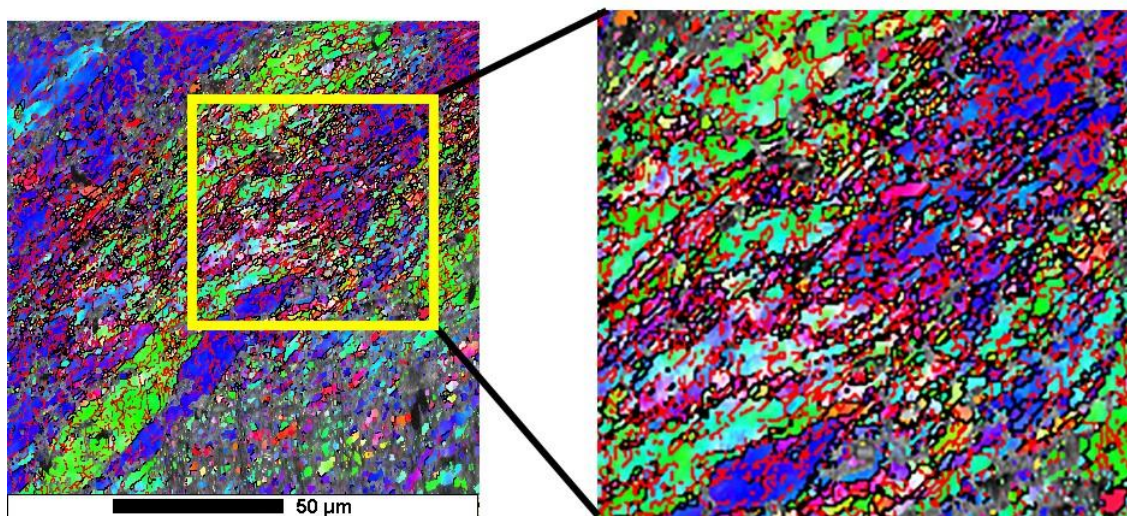


Figura 5.21 – Mapeamentos por EBSD da amostra submetida a ECA-6X seguido de envelhecimento artificial (T6), a 100 °C por 48 horas: (a) mapa do índice de qualidade (IQ) mostrando contornos de alto ângulo (preto) e baixo ângulo (vermelho); (b) mapa de figura de polo inversa (FPI) com um detalhe mostrando contornos de alto ângulo (preto) e baixo ângulo (amarelo). As setas brancas estão indicando as bandas de deformação.

Os resultados dos mapeamentos por EBSD das amostras submetidas a Crio-ECA (6X) + T6 (100 °C, 48 horas) são apresentadas na Figura 5.22.



(a)



(b)

Figura 5.22 – Mapeamentos por EBSD da amostra submetida a Crio-ECA-6X seguido de envelhecimento artificial (T6), a 100 °C por 48 horas: (a) mapa do índice de qualidade (IQ) mostrando contornos de alto ângulo (preto) e baixo ângulo (vermelho); (b) mapa de figura de polo inversa (FPI) com um detalhe mostrando contornos de alto ângulo (preto) e baixo ângulo (vermelho).

Um grande número de contornos de baixo ângulo pode ser observado na Figura 5.22 (a), em uma fração superior aos contornos de alto ângulo. Um achado interessante que pode ser visto na Figura 5.22 (b) é que existem regiões com grãos maiores circundadas por grãos muito finos, formando uma espécie de “colar” de grãos ultrafinos, indicando a ocorrência de recristalização. O mecanismo de formação desse tipo de estrutura foi explicado por Tóth e colaboradores [88] na deformação de cobre puro após três passes de ECA em temperatura ambiente. Neste modelo, a formação destas zonas é explicada com base na nucleação de finos grãos a partir do grão “antigo”, ou seja, do grão pré-existente no material, da microestrutura anterior à deformação. Esses novos e finos grãos aparecem nos contornos desses grãos “antigos”, e também no interior, como mostrado esquematicamente na Figura 5.23. O mecanismo de formação destes novos grãos assume que a rotação da rede dentro de um grão individual é impedida pelos contornos próximos por efeitos de restrição dos vizinhos. Em linhas gerais, a nucleação destes novos grãos pode ser entendida como um processo de recristalização dinâmica que ocorreu em baixas temperaturas.

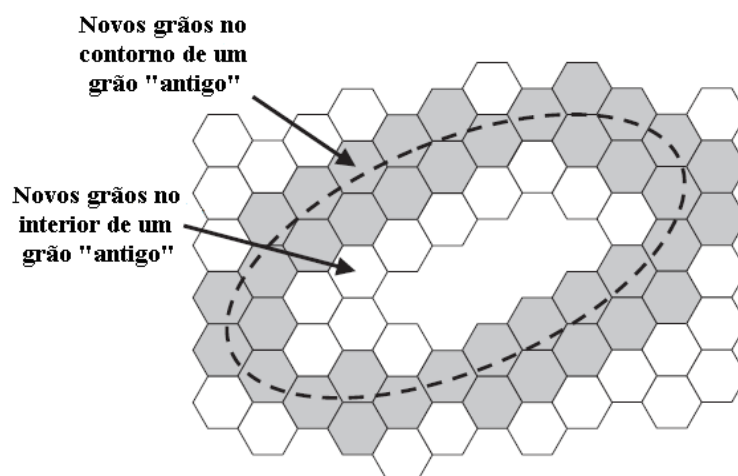


Figura 5.23 – Ilustração esquemática mostrando um grão “antigo” delimitado pela linha tracejada, junto com os novos grãos formados que estão representados como hexágonos. Novos grãos finos que estão situados no contorno de grão “antigo” estão pintados de cinza 88.

A microestrutura típica observada na Figura 5.21, é similar a observada em outras ligas de alumínio submetidas a ECA em temperatura ambiente. No trabalho conduzido por Chen e co-autores [89], em ligas de Al-Mg com teores de Mg variando de 0 a 10% em peso, foram observadas por EBSD microestruturas heterogêneas, com

grãos finos da ordem de 250 nm alongados e paralelos com a direção de cisalhamento, enquanto os grãos mais grosseiros, são da ordem de 10-20 μm . Já para o caso da Crio-ECA, a microestrutura observada na Figura 5.22 assemelha-se ao visto por Chen *et al* [56] na liga Al-1%Mg após 4 passes em temperatura criogênica. Neste trabalho foi observada uma microestrutura heterogênea, com a formação de novos grãos finos nos contornos dos grãos “antigos”, o que corrobora com o visto na presente investigação. Ademais, conclui-se que ocorre uma acumulação progressiva de discordância nos contornos de baixo ângulo, levando ao aumento da desorientação e à evolução de baixo para alto ângulo.

5.2.6 Ensaio de tração uniaxial

A partir dos dados apresentados na Figura 5.14, foi selecionado um tempo de tratamento de envelhecimento artificial igual a 48 horas para serem analisadas as propriedades em tração, pois correspondem aos máximos de dureza indicados no tratamento T6. No caso do envelhecimento natural, o tempo é superior a 200 horas no momento do ensaio, de modo a garantir que nenhuma alteração microestrutural ocorreu após este tempo. As curvas obtidas em tração uniaxial da liga AA6061 após ECA são apresentadas na Figura 5.24.

Como pode ser visto na Figura 5.24, as amostras processadas criogenicamente possuem uma resistência à tração menor em comparação com as processadas em TA. Uma provável explicação para este efeito seria a recuperação parcial da microestrutura na excursão da temperatura criogênica para a temperatura ambiente após o processamento, bem como a competição entre a recuperação estática e de precipitação durante o tratamento térmico, que favoreceram estas diferenças observadas na resistência à tração. Adicionalmente, a precipitação dinâmica induzida pela deformação na ECA funciona como uma pré-precipitação, o que faz com que a taxa de encruamento seja aumentada, visto que os *co-clusters* e zonas GP atuam como pontos de ancoramento de discordâncias, dificultando sua passagem. Isto se reflete, em certa extensão, nas diferenças de durezas (ver Figura 5.14 (c)) e de resistência mecânica.

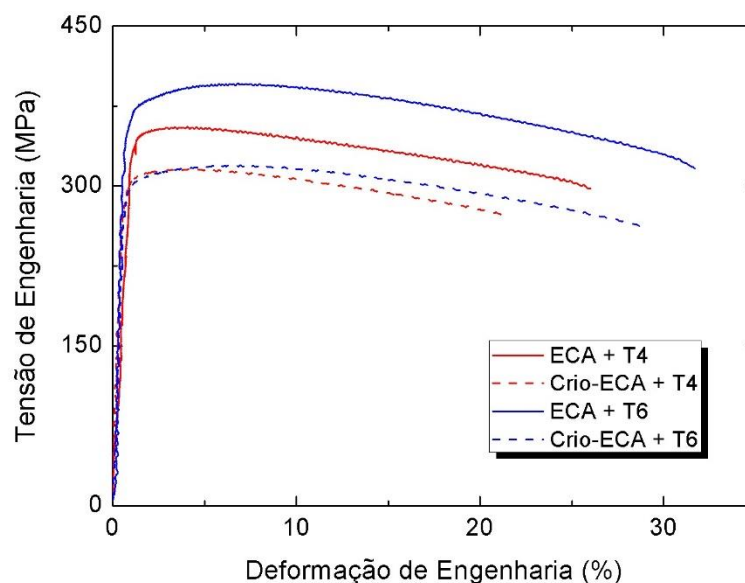


Figura 5.24 – Curvas tensão de engenharia por deformação de engenharia para a liga AA6061 após ECA e Crio-ECA, tratadas pós-deformação. Temperatura de ensaio = 25 °C; taxa inicial de deformação = 10^{-3} s^{-1} . T4 = 25 °C, > 200 horas. T6 = 100 °C, 48 horas.

A Tabela 12 resume as propriedades mecânicas da liga AA6061 após ECA e Crio-ECA e tratamentos térmicos de precipitação.

Tabela 12 – Resumo das propriedades mecânicas da liga AA6061 em diferentes condições de processamento

Condição	σ_y (MPa)	$\Delta\sigma_y$ (%)	σ_u (MPa)	$\Delta\sigma_u$ (%)	ϵ_t (%)	ϵ_u (%)
Como recebido	122	-	240	-	31,6	22,0
ECA + T4	340	179	350	46	26,1	2,9
ECA + T6	350	187	390	63	31,7	6,1
Crio-ECA + T4	295	142	323	35	21,5	3,6
Crio-ECA + T6	292	139	331	38	28,9	7,5

Nota: $\Delta\sigma_y$ = variação do limite de escoamento em relação ao estado como recebido; $\Delta\sigma_u$ = variação do limite de resistência à tração em relação ao estado como recebido; ϵ_t = alongamento total; ϵ_u = alongamento uniforme.

Na Tabela 12, pode-se observar que para ECA têm-se os maiores valores de limite de escoamento dentre as rotas analisadas, atingindo o maior valor para a

condição ECA + T6. A variação do limite de resistência à tração segue um comportamento similar, atingindo um máximo também na condição ECA + T6.

Quanto aos valores dos alongamentos total e uniforme, verifica-se que a temperatura de deformação e o tratamento térmico posterior podem influenciar nestes valores de maneira positiva. Observa-se que após os tratamentos T6, o alongamento uniforme aumenta expressivamente, chegando a dobrar em relação ao tratamento T4. Este efeito associa-se, provavelmente, à recuperação parcial durante o tratamento a 100 °C, permitindo este aumento da capacidade de deformação plástica. O processamento em temperatura criogênica também aumenta a capacidade de deformação uniforme devido a ocorrência do fenômeno de recristalização, o qual foi evidenciado nas microestruturas apresentadas na seção 5.2.5.

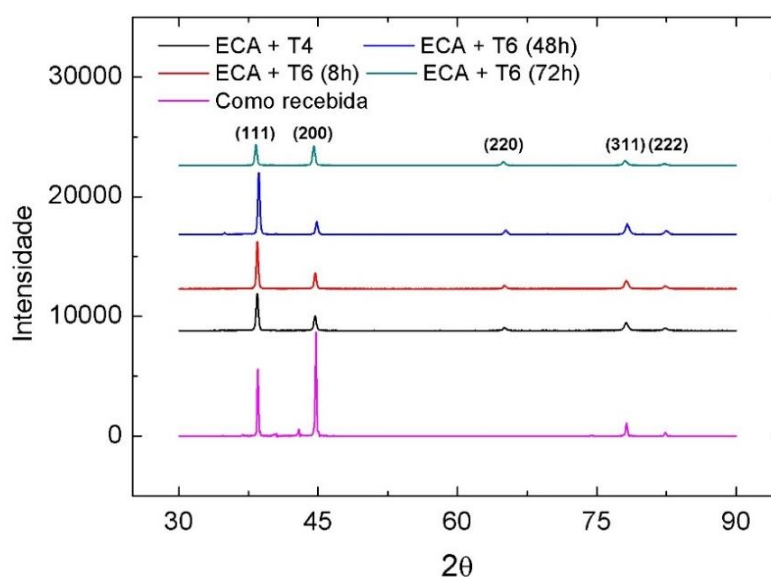
Na investigação conduzida por Cherukuri e co-autores [90], após seis passes de ECA em temperatura ambiente na liga AA6061 no estado recozido, obteve-se um limite de escoamento igual a aproximadamente 250 MPa, portanto bastante inferior ao obtido no presente trabalho. Esta diferença pode estar associada ao tamanho de grão inicial, bem como ao estado inicial em que a deformação foi realizada, uma vez que os átomos em solução supersaturada atuam como obstáculos à movimentação de discordâncias, sendo efetivos em suprimir a recuperação dinâmica aumentando a taxa de encruamento, de modo que no posterior envelhecimento, a resistência possa ser aumentada significativamente. Entretanto, Kim e colegas [85] encontraram um limite de resistência à tração igual a 450 MPa, após a liga AA6061 ser solubilizada, submetida a quatro passes de ECA e envelhecida a 100 °C por 48 horas. Este resultado é mais próximo do que foi determinado, como pode ser visto na Tabela 12.

5.2.7 Difração de raios X e Densidade de discordâncias

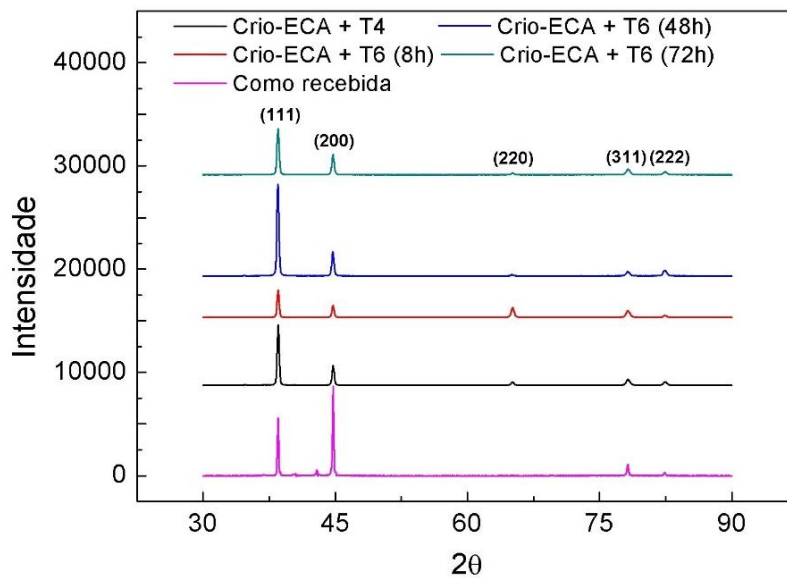
A técnica de difração de raios X foi utilizada para caracterizar a liga AA6061 processada por diferentes rotas, com objetivo principal de determinar a densidade de discordâncias e o tamanho de cristalito. A difração de raios X ocorre em ângulos definidos que satisfazem a lei de Bragg. Teoricamente, o perfil do pico de difração de um cristal consiste de linhas sem largura em determinados ângulos. Entretanto, esta circunstância só ocorre em casos bastante específicos, visto que imperfeições microestruturais estão presentes nos materiais e afetam o espectro de difração de raios X [91].

Com relação à variação da largura dos picos, diversos fatores microestruturais podem contribuir, tais como tamanho de cristalito e microdeformações. O tamanho de cristalito pode ser definido como um domínio delimitado por um contorno de baixo ângulo (ou subgrão). Já as microdeformações estão relacionadas com distorções na estrutura cristalina devido a uma tensão aplicada ou residual, ou com gradientes de composição [91, 92]. A densidade de discordâncias afeta diretamente ambos os fatores que alargam as linhas do espectro de difração de raios X, sendo o tamanho de cristalito inversamente proporcional à densidade de discordâncias. Dessa forma, a difração de raios X torna-se uma ferramenta útil para estudar a microestrutura de materiais, determinar densidade de discordâncias e tamanho de cristalito [92, 93]. A Figura 5.25 mostra os espectros de difração obtidos para as amostras da liga AA6061 submetidas à ECA em temperaturas ambiente e criogênica e, na sequência, envelhecidas por diferentes tratamentos e tempos.

No espectro de difração da Figura 5.25 foram identificados picos de alumínio, os quais foram indexados com os respectivos planos cristalográficos. As fases β , β' e β'' não foram identificadas pelos espectros de difração, uma vez que possuem dimensões nanométricas, ou seja, não apresentam picos definidos no espectro de difração. Além disso, nota-se que há diferenças entre as intensidades e posições dos picos conforme a rota de processamento adotada, em comparação com o material no estado sem deformação. As alterações de intensidade em cada plano cristalográfico são indicadores qualitativos de textura.



(a)



(b)

Figura 5.25 – Espectros de difração de raios X da liga AA6061 sem deformação e após deformação por ECA: (a) em temperatura ambiente, seguido de envelhecimentos; (b) em temperatura criogênica, seguido de envelhecimentos. Notar que entre parênteses estão indicados os tempos dos tratamentos T6 (100 °C).

Na Figura 5.25 (a), nota-se que em relação ao como recebido, as amostras deformadas apresentam o pico do plano (111) mais intenso do que o (200), bem como o pico referente ao plano (220) torna-se mais pronunciado. A liga AA6061 apresenta estrutura do tipo CFC, então durante a deformação plástica as discordâncias deslizam sobre os planos de máxima densidade atômica, pertencentes à família {111}. Isto indica que para este grau de deformação, provavelmente esses planos tenham sido os mais solicitados, de forma que as subestruturas formadas também possuem planos (111), intensificando o sinal obtido na difração. Em outras palavras, a subdivisão dos grãos gerou textura cristalográfica pela rotação de grãos na direção da extrusão, ou seja, na direção [110] (textura em chapa). Em contrapartida, a intensidade do plano (220) foi bastante reduzida, indicando que possam ter ocorrido rotações dos cristais anteriormente orientados nessa direção, para a direção [110], intensificando o plano (111). Um comportamento bastante similar também é observado após a deformação criogênica, como pode ser visto na Figura 5.25 (b). Adicionalmente, observa-se um deslocamento para ângulos menores de difração nas amostras deformadas, que

também é indicativo da intensa deformação plástica e tensões internas. A técnica de DRX é útil para determinação qualitativa de textura cristalográfica, porém milhares de grãos são analisados simultaneamente. Para confirmar e quantificar a microtextura obtida nestas amostras a técnica de EBSD apresentada no item 5.2.5 é mais adequada para a identificação individual de orientação dos grãos. Desse modo, a técnica de DRX foi utilizada com o propósito principal de determinar a densidade média de discordâncias.

Para quantificar a densidade de discordâncias foi adotado o método gráfico de Williamson-Hall modificado (W-H) [93, 94]. Neste, a partir das larguras de picos, pode-se estimar a densidade de discordâncias e o tamanho de cristalito. Assume-se que a largura dos picos de difração (β) é a soma das larguras devido ao efeito da microdeformação (β_ϵ) e do tamanho de grão (β_D), como é mostrado na expressão (5.12), a seguir.

$$\beta = \beta_D + \beta_\epsilon \quad (5.12)$$

Considerando-se que o alargamento de picos de difração devido ao tamanho de grão pode ser calculado a partir da fórmula de Scherrer, apresentada a seguir na expressão (5.13):

$$D' = K \cdot \lambda / \beta_1 \cdot \cos\theta \quad (5.13)$$

Sendo, D' o tamanho de um domínio ordenado ou cristalito (o qual pode ser igual ou menor que o tamanho de grão), K um parâmetro adimensional chamado fator de forma, o qual possui valor próximo da unidade, λ o comprimento de onda dos raios X, β_1 a altura a meia altura após subtração do alargamento de pico instrumental (largura do aparelho) e θ é o ângulo de difração de Bragg.

Adicionalmente, considera-se que a contribuição por microdeformação possa ser quantificada a partir da diferenciação da lei de Bragg, mostrada a seguir na expressão (5.14):

$$\beta_\epsilon = 4 \cdot \epsilon \cdot \tan\theta \quad (5.14)$$

Combinando-se (5.12), (5.13) e (5.14), obtém-se a equação de W-H [92], descrita pela expressão em (5.15):

$$\frac{\beta}{\lambda} \cos \theta = \frac{K}{D'} + \frac{4\varepsilon}{\lambda} \sin \theta \quad (5.15)$$

Entretanto, o método de W-H modificado [93-95], no qual a deformação é interpretada em termos de fatores de contraste de discordâncias é mais simples e preciso de ser utilizado para o caso de deformação causada por discordâncias, sendo apresentado na expressão (5.16), a seguir:

$$\Delta K \cong \frac{0,9}{D'} + \left(\frac{\pi M b^{-2}}{2} \right) \rho^{1/2} \cdot K^2 \cdot \bar{C} + O. (K^4 \cdot \bar{C}^2) \quad (5.16)$$

Sendo ΔK calculado por $2 \cdot \cos \theta (\Delta \theta) / \lambda$, M uma constante relacionada com as discordâncias e que no caso do alumínio pode ser assumida igual a 0,63 [96], ρ a densidade de discordâncias, K pode ser calculado por $2 \cdot \sin \theta / \lambda$, \bar{C} é o fator médio de contraste de discordâncias e O pode ser definido como um termo de ordem elevada em $(K^4 \cdot \bar{C}^2)$. Dessa forma, o primeiro termo do lado direito da equação expressa o tamanho de cristalito, enquanto o segundo termo à direita expressa a densidade de discordâncias a partir das larguras de pico do espectro de difração de raios X. O terceiro termo pode ser desprezado para o caso de ligas de alumínio, pois está relacionado a falhas de empilhamento e densidade de maclas.

Neste procedimento as larguras são descritas graficamente em função de $K \cdot \sqrt{\bar{C}}$ ou $K^2 \cdot \bar{C}$, sendo as inclinações proporcionais ao termo que descreve a densidade de discordâncias (sendo C é o fator contraste de discordâncias). Para este cálculo, a primeira etapa foi separar cada pico de difração individualmente, sendo feito um ajuste com a função de Voigt, de modo a obter mais precisamente os parâmetros como início e fim do pico, largura a meia altura e ângulo correspondente ao centro do pico. Um exemplo de como foi realizado o ajuste com a função de Voigt pode ser visto na Figura 5.26.

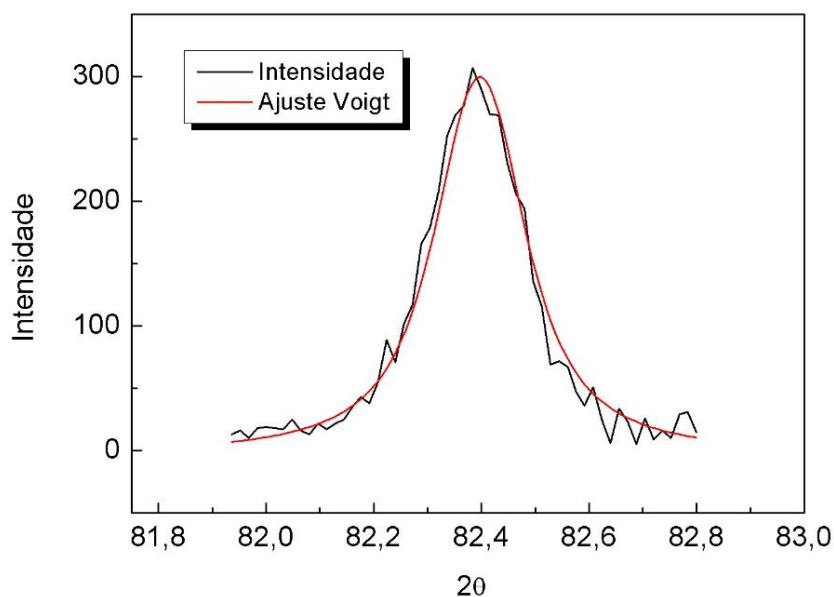
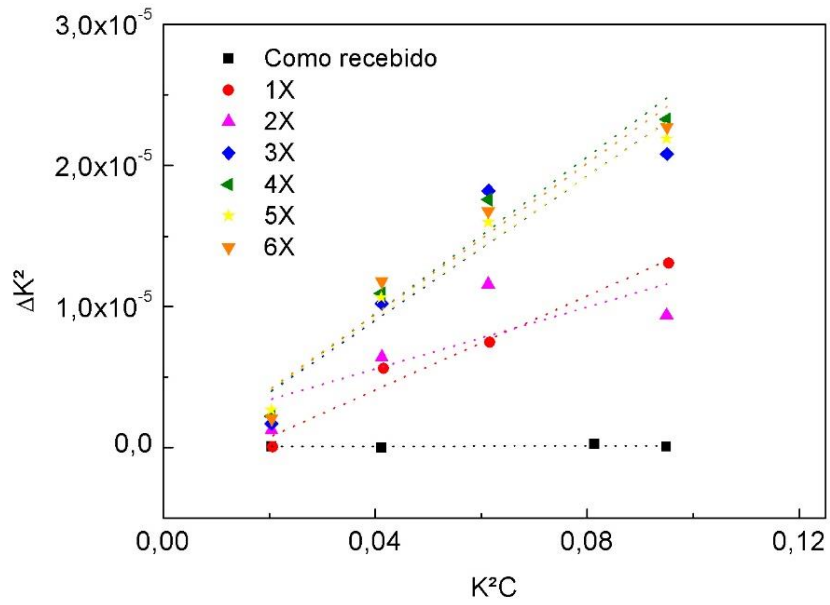


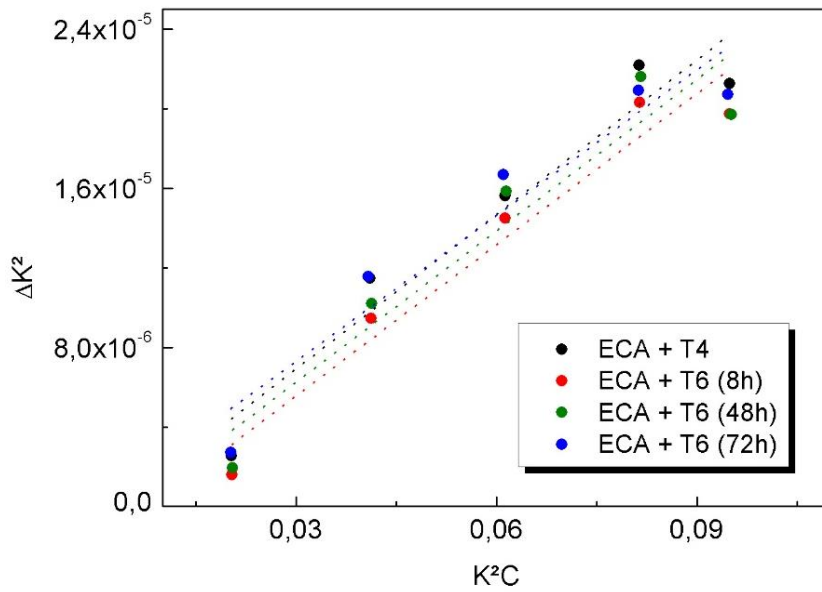
Figura 5.26 – Exemplo de ajuste de um dos picos do espectro de difração de raios X da liga AA6061 utilizando a função de Voigt.

A partir dos dados obtidos com o ajuste de Voigt para cada pico de difração foram calculados os parâmetros ΔK^2 e $K^2.C$. Adicionalmente, foi realizada a subtração do ruído instrumental, também chamado de largura do aparelho, utilizando-se a equação de Caglioti [97] e o espectro de difração de um padrão de silício. Os valores de constantes elásticas utilizadas para determinar o fator médio de contraste de discordâncias para a liga AA6061 foram determinados por Jeong e co-autores [98]. Para cada condição analisada, as inclinações obtidas no gráfico ΔK^2 por $K^2.C$ são proporcionais à equação (5.16). A Figura 5.27 apresenta os gráficos obtidos para a liga AA6061 em diferentes condições de processamento por ECA, dos parâmetros ΔK^2 por $K^2.C$.

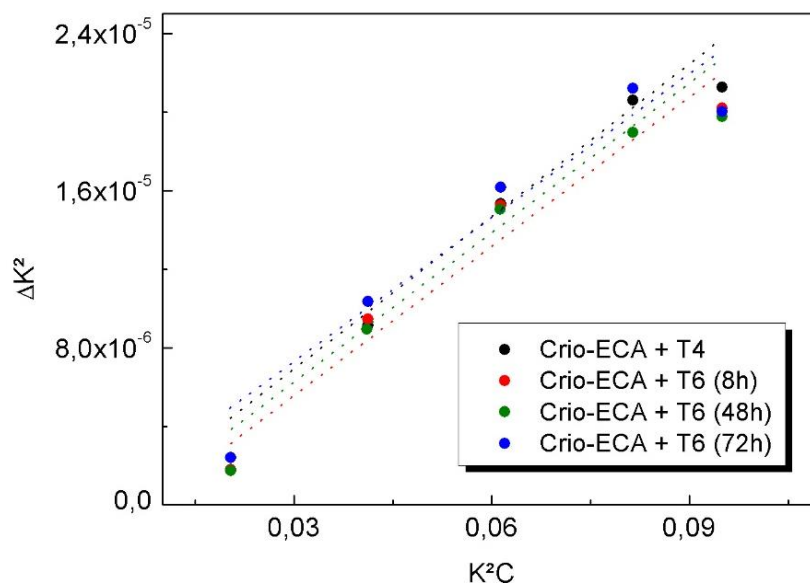
Pode-se observar na Figura 5.27 (a) que as inclinações aumentam para maiores graus de deformação, indicando o aumento na densidade de discordâncias. Após cerca de 3X de ECA, as inclinações não variam muito, fato que corrobora com os dados de dureza apresentados anteriormente na Figura 5.13. Além disso, nota-se que as inclinações variaram muito pouco devido aos tratamentos térmicos nas amostras após 6X de ECA, tanto em temperatura ambiente como em temperatura criogênica, apresentadas respectivamente na Figura 5.27 (b) e (c).



(a)



(b)



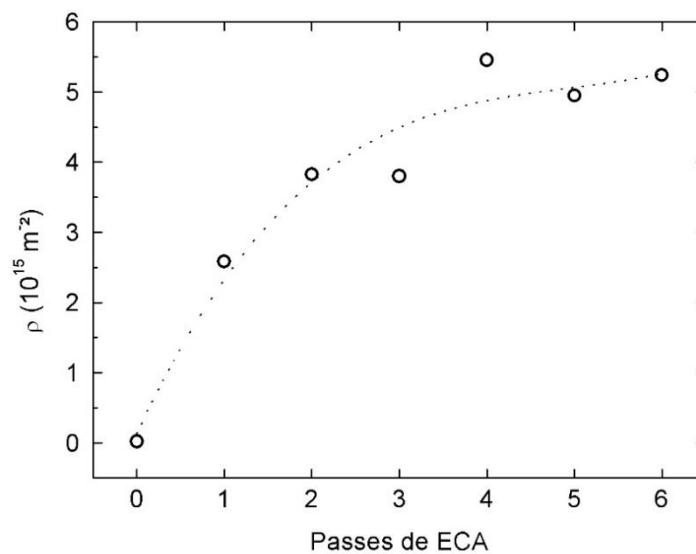
(c)

Figura 5.27 – Gráficos do método gráfico de W-H modificado mostrando os parâmetros ΔK^2 em função de K^2C da liga AA6061: (a) ECA em temperatura ambiente de 1 a 6 passes + T4; (b) ECA em temperatura ambiente após 6X; (c) ECA em temperatura criogênica após 6X.

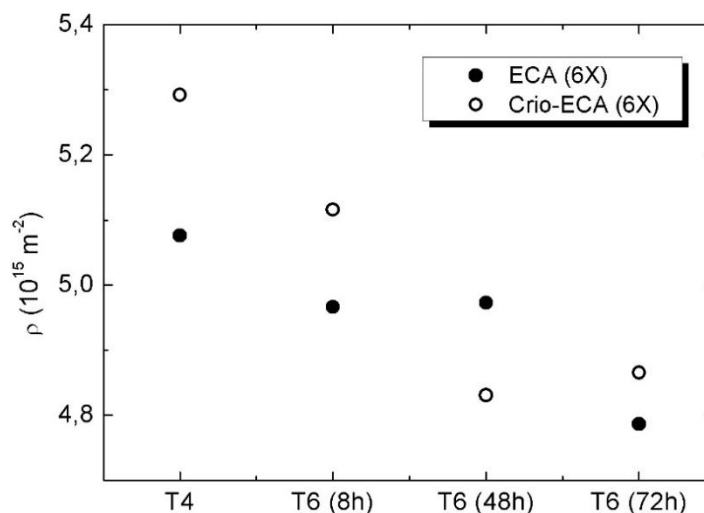
A partir dessas inclinações, foi calculado o tamanho de cristalito (D'), o qual pode ser associado com o tamanho de subgrão. Na amostra ECA + T6 (48h) foi determinado um tamanho de cristalito igual a 530 nm, enquanto que para o caso de Crio-ECA + T6 (48h) foi determinado um tamanho de cerca de 470 nm. Esses valores corroboram com o observado anteriormente nas microestruturas apresentadas nas seções 5.2.3 e 5.2.4. A partir das inclinações calculadas na Figura 5.27, foi possível determinar a densidade de discordâncias para cada condição analisada. Estes resultados são mostrados a seguir nos gráficos da Figura 5.28.

Na Figura 5.28 (a) tem-se a variação da densidade de discordâncias com o aumento do grau de deformação por ECA. São apresentados apenas os dados referentes às amostras deformadas em temperatura ambiente e envelhecidas naturalmente devido à dificuldade prática em se obter e preparar amostras deformadas criogenicamente para DRX. Nota-se que a variação da densidade de discordâncias acompanha a variação de durezas como mostrado anteriormente na Figura 5.13, atingindo valores máximos em torno de $5,0 \times 10^{15}$ discordâncias/m² após 4X. No caso das amostras com 6X de ECA, observa-se pouca variação da densidade de discordâncias após os tratamentos térmicos. Quanto mais prolongado o tratamento

de envelhecimento artificial, menor a densidade de discordâncias. Isto pode ser explicado considerando-se que durante a precipitação concorrem os fenômenos de nucleação e crescimento de precipitados, com a absorção de vacâncias e discordâncias (recuperação estática). Entretanto, a variação em termos quantitativos é muito pequena. Além disso, a densidade de discordâncias medida pelo método gráfico de W-H não mostrou diferenças significativas entre as amostras deformadas em temperatura ambiente e temperatura criogênica, como mostrado na Figura 5.28 (b). Este efeito pode estar associado com a recuperação estática no envelhecimento posterior.



(a)



(b)

Figura 5.28 – Resultados das medidas discordâncias pelo método de W-H modificado para a liga AA6061: (a) densidade de discordâncias de 0X a 6X em temperatura ambiente, seguido de T4; (b) densidade de discordâncias após 6X de ECA, TA e Crio, e tratamentos de precipitação.

5.2.8 Análises de DSC

As análises de DSC foram conduzidas nas amostras: solubilizada (SSSS), ECA em temperatura ambiente seguido de T6 (100 °C – 48 h) e Crio-ECA seguido de T6 (100 °C – 48 h). Os resultados obtidos são apresentados na Figura 5.29, a seguir, mostrando a variação do fluxo de calor em função da temperatura. Foram identificados pelo menos três picos exotérmicos e um pico endotérmico, associados a diferentes fenômenos. O pico exotérmico denominado por pico A está associado com formação de *co-clusters* de Mg e Si [8]. No caso da amostra SSSS, este pico mostra-se bastante definido, ocorrendo por volta de 87 °C, com uma entalpia (ΔH) de -1,353 J/g. Na sequência, o pico exotérmico denominado por pico B está associado com a nucleação e crescimento da fase β'' [6, 8], sendo seu máximo na temperatura de 248 °C. Já o pico exotérmico C indica a precipitação das fases B' e β' [6], na faixa de temperatura de 294 °C, superpondo-se parcialmente com o pico B. Em temperaturas mais elevadas, em torno de 384 °C, é possível observar um pico endotérmico pouco definido e largo, o qual pode estar associado a inúmeros eventos simultâneos, como a precipitação da fase β , dissolução de fases e recuperação e recristalização [99].

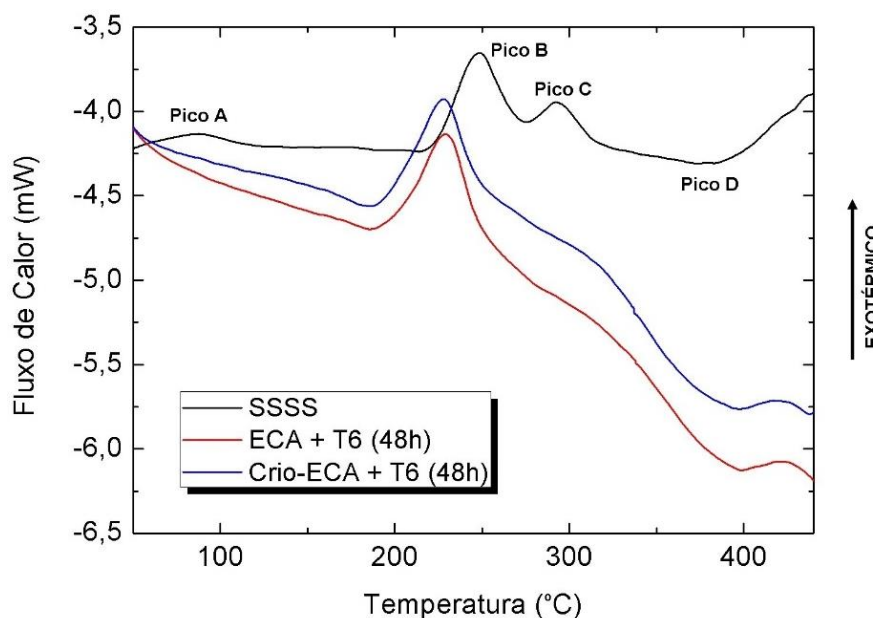


Figura 5.29 – Curva de DSC da liga AA6061 em diferentes condições de processamento.

A Tabela 13 mostra um resumo dos parâmetros obtidos nas curvas de DSC da liga AA6061.

Tabela 13 – Parâmetros obtidos da curva de DSC da liga AA6061

Condição	Temperatura (°C)				ΔH (J/g)			
	Pico A	Pico B	Pico C	Pico D	Pico A	Pico B	Pico C	Pico D
SSSS	87	248	294	384	-1,353	-5,214	-1,466	3,383
ECA + T6 (48 h)	-	230		385	-	-6,285		3,817
Crio-ECA + T6 (48 h)	-	228		374	-	-5,902		3,921

Pode-se observar a partir da Figura 5.29 e dos dados da Tabela 13 que a deformação severa causa uma forte mudança na curva de DSC da liga AA6061. Observa-se que os picos das reações correspondentes à formação e dissolução de diferentes fases estão deslocados para temperaturas mais baixas, em relação à condição de SSSS. As estruturas deformadas aceleram a cinética de precipitação, uma vez que possuem elevada densidade de defeitos que atuam como sítios para a nucleação dessas fases [40, 100].

No trabalho de Rao e co-autores [101], análises de DSC indicaram uma mudança na forma da curva após a laminação criogênica e laminação à morno bastante similar à observada na Figura 5.29, com um deslocamento de picos para temperaturas mais baixas e não sendo mais distinguíveis os picos B e C. Além disso, as investigações microestruturais concluíram que, de fato, no segundo pico exotérmico das amostras submetidas à deformação (pico B + C) tem-se a coexistência das fases β' e β'' . No trabalho de Panigrahi e co-autores [102], foi observada uma tendência similar na liga AA6063 submetida à laminação criogênica. Neste trabalho, foram calculadas as energias de ativação associadas ao pico de β'' , sendo que a energia de ativação era menor para as amostras deformadas criogenicamente. Neste sentido, conclui-se que a cinética de precipitação foi acelerada de duas maneiras: pelo aumento dos eventos de nucleação pelo abaixamento da energia de ativação para precipitação, e pelo aumento da taxa de crescimento dos precipitados pela oferta de mais caminhos de difusão para os átomos de soluto.

5.3 Considerações Finais

Nas seções anteriores foram apresentados e discutidos os resultados obtidos acerca do comportamento mecânico da liga AA6061 durante e após a deformação criogênica, combinado com tratamentos térmicos de precipitação. A tendência geral observada foi de que, durante a deformação criogênica, há um evidente aumento da resistência mecânica e da ductilidade. Entretanto, quando há o processamento em temperatura criogênica e, posteriormente, são mensuradas suas propriedades mecânicas em tração, foi observado um comportamento com tendência oposta. Neste caso, após a DPS, observou-se que as amostras processadas em temperatura ambiente apresentaram maior resistência à tração, em relação às processadas criogenicamente. Adicionalmente, o tratamento de precipitação pós-deformação apresenta uma concorrência de eventos simultâneos: a precipitação propriamente dita, e a recuperação estática. Durante o processamento em temperatura ambiente ocorre, também, a precipitação dinâmica, ou seja, induzida pela deformação plástica. Esta sequência de acontecimentos complexos que ocorrem em ambas as situações de processamento afeta diretamente a resposta aos estímulos mecânicos observada na liga AA6061 em diferentes rotas de processamento e tratamento térmico. Diante do quadro apresentado, os resultados obtidos nesta investigação podem ser resumidos graficamente em um diagrama de vetores em termos dos fatores que alteram positiva ou negativamente a resistência mecânica, o qual é apresentado na Figura 5.30.

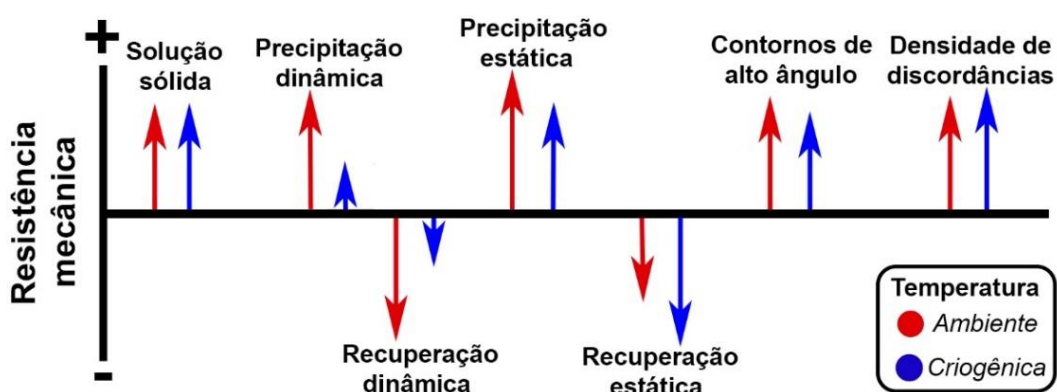


Figura 5.30 – Representação esquemática dos diversos fatores microestruturais que afetam a variação da resistência mecânica na liga AA6061.

Cada uma das parcelas apresentadas na Figura 5.30 contribuem para a resistência mecânica observada após a deformação por ECA em diferentes temperaturas da liga AA6061. No caso do endurecimento por solução sólida, é difícil mensurar em qual dos casos há influência mais significativa, visto que o elevado coeficiente de difusão dos átomos de soluto torna este estado bastante instável. Obviamente, a solução sólida supersaturada é mantida com o abaixamento da temperatura. Entretanto, a precipitação dinâmica claramente ocorre de maneira extensiva na deformação em temperatura ambiente, dada a ocorrência do fenômeno de PLC. Para a deformação criogênica, a DSA é bastante minimizada, entretanto é impossível afirmar que não ocorra nenhum tipo de precipitação durante a deformação criogênica. De maneira análoga, o termo de recuperação dinâmica pode ser considerado. Apesar da redução de temperatura influenciar fortemente neste fenômeno, não se pode descartar a possibilidade de ocorrência de recuperação dinâmica em um grau muito pequeno durante a deformação criogênica. Por outro lado, os resultados de medidas de dureza e ensaios de tração indicaram claramente que a precipitação estática, principalmente o envelhecimento artificial, contribuiu mais fortemente para o aumento da resistência mecânica nas amostras deformadas em temperatura ambiente. A recuperação estática, também, parece ter prevalecido mais nas amostras deformadas criogenicamente, o que explica a menor resistência mecânica e maior ductilidade. Finalmente, a densidade de defeitos, tanto de contornos de alto ângulo como de densidade de discordâncias também são parcelas que afetaram as propriedades da liga AA6061 submetida a diferentes rotas de processamento.

De um modo geral, as contribuições para a resistência mecânica final dadas por meio de diferentes mecanismos não podem ser simplesmente superpostas matematicamente em um somatório. Em outras palavras, a variação da resistência mecânica, $\Delta\sigma$, não pode ser representada pela soma de mecanismos individuais ($\Delta\sigma_i$), ou seja, $\Delta\sigma \neq \sum \Delta\sigma_i$. A razão para esta impossibilidade reside no fato de que nem todos os efeitos são aditivos. Por exemplo, os efeitos de endurecimento por refinamento de grão e precipitação não podem ser somados, visto que com uma fina dispersão de precipitados indeformáveis como obstáculos para a movimentação de discordâncias, o efeito adicional devido aos contornos de grão é negligenciável. Isso não significa que os mecanismos de endurecimento não possam ser combinados entre si para

modificar as propriedades mecânicas de metais e ligas. Significa apenas que as parcelas σ_{SS} , σ_{RM} , σ_P , e σ_ρ , referentes aos mecanismos de endurecimento por, respectivamente, solução sólida, refinamento microestrutural (tamanho de grão, subgrãos), precipitação e densidade de defeitos (encruamento), não podem ser somadas matematicamente. A seguir, são descritas separadamente cada uma dessas parcelas que contribuíram para a alteração da resistência mecânica da liga AA6061 nesta investigação.

O endurecimento devido à solução sólida deve ser considerado neste contexto, visto que parte dos átomos participa da formação dos precipitados, e uma fração remanescente permanece em solução sólida. Além disso, anteriormente à DPS a liga AA6061 estava em estado de SSSS, fato que impacta diretamente na interação discordância-soluto. Neste caso, a presença de átomos em solução sólida substitucional provoca distorções na rede cristalina, formando campos de tensões, os quais interagem com discordâncias móveis, dificultando sua movimentação. Dessa forma, a contribuição dada pela presença de átomos em solução sólida substitucional para o incremento do limite de escoamento pode ser descrita pela expressão (5.17) [103]:

$$\sigma_{SS} = \frac{G \cdot \varepsilon^{3/2} \cdot c^{1/2}}{700} \quad (5.17)$$

Sendo c a concentração de átomos em solução sólida substitucional.

No caso da liga AA6061, o endurecimento por solução sólida não representa uma grande parcela no resultado final do incremento da resistência mecânica. Neste caso, a presença de átomos de soluto aumenta a taxa de encruamento, principalmente durante a deformação criogênica, uma vez que átomos de soluto também atuam como pontos de ancoramento de discordâncias. Apesar da fraca contribuição, este mecanismo não pode ser totalmente ignorado.

O refinamento microestrutural, por sua vez, implica no aumento da área superficial total de contornos internos, tais como contornos de grão e de subgrão. Neste caso, a contribuição para o endurecimento é maior devido aos contornos de grão. Durante a deformação plástica, as discordâncias experimentam dificuldades para se transferir de um grão ao outro por fatores cristalográficos, o que explica a elevada eficiência de obstáculos desta natureza. A dependência entre o tamanho de

grão (d) e o incremento na tensão de escoamento devido ao refinamento microestrutural é descrita pela relação de Hall-Petch, expressa na equação (5.18):

$$\sigma_{RM} = \sigma_o + k_y \cdot d^{-1/2} \quad (5.18)$$

Sendo, σ_o a tensão necessária para uma banda de escorregamento se propagar em um grão, e k_y indica a resistência que o contorno exerce contra a propagação de bandas de escorregamento, sendo que sua eficiência depende de sua natureza. Em geral, para o alumínio, o valor de k_y é da ordem de 0,068 MN/m^{3/2} [103].

É importante salientar que, apesar da relação de Hall-Petch descrever bem a relação entre resistência mecânica e tamanho de grão (ou subgrão), ela possui limitações, sendo válida para distribuições monomodais de tamanho de grão e para materiais monofásicos. Adicionalmente, a relação pode apresentar desvios para o caso de materiais com tamanho de grão muito pequeno ou muito grandes. No caso de grãos finos, o valor crítico situa-se abaixo de 25 nm. Sendo assim, tanto para a laminação quanto para ECA, esta relação continua sendo obedecida, uma vez que não reduz o tamanho de grão a dimensões próximas desta transição.

A liga AA6061, após ser processada por diferentes rotas, teve sua microestrutura analisada por diferentes técnicas. Para as deformações aplicadas neste estudo a distribuição de tamanho de grão foi heterogênea. Como mostrado anteriormente no subitem 5.2.3, a microestrutura deformada dessa liga apresenta alguns novos grãos (contornos de alto ângulo) formados devido ao encruamento (~500 nm) e à recristalização em temperatura criogênica, porém predominam contornos de baixo ângulo na microestrutura (ou subgrãos).

O endurecimento devido à precipitação (σ_P) certamente é uma parcela que contribuiu para a modificação da resistência mecânica da liga AA6061. Os resultados indicaram que na ECA tem-se a precipitação dinâmica, a qual pode ser entendida como um tratamento de pré-precipitação. Neste caso, a presença de inúmeros *clusters* inibe a recuperação da microestrutura e, portanto, níveis de resistência mais elevados são observados após o tratamento T6. Já no caso da Crio-ECA, não há precipitação dinâmica. Dessa maneira, não há ancoramento de discordâncias e os fenômenos de recuperação estática durante o T6 posterior são mais acentuados. Adicionalmente, a precipitação dinâmica interferiu também na distribuição de

deformações durante a ECA em temperatura ambiente. Uma vez que esses precipitados servem como pontos de ancoramento para as discordâncias móveis, as discordâncias que não estão ancoradas irão deslizar preferencialmente por bandas de deformação, ou seja, concentrando-se em determinadas regiões, o que resulta em uma distribuição heterogênea de deformações. No caso da Crio-ECA, como não há estas barreiras à movimentação de discordâncias, a distribuição não ocorre preferencialmente dentro dessas bandas, ficando mais homogênea distribuída. Essas observações concordam, também, com os resultados vistos nos ensaios de tração em temperatura criogênica, nos quais há maior alongamento uniforme e menor redução de área, fato que foi associado com uma distribuição mais homogênea de deformações.

Além disso, como detalhado anteriormente no subitem 3.4.1, a natureza das partículas de segunda fase determina a eficiência como barreira à passagem de discordâncias durante a deformação plástica. No caso de partículas deformáveis, pode ocorrer o cisalhamento das mesmas, sendo o incremento da resistência mecânica descrito de modo análogo ao mecanismo de endurecimento por solução sólida, levando-se em consideração o raio dos precipitados cisalháveis e sua fração volumétrica. Por outro lado, no caso de partículas indeformáveis, a equação (3.2) mostrada anteriormente descreve o mecanismo de Orowan, no qual as discordâncias são ancoradas e curvadas pela presença destas partículas, gerando anéis de discordâncias.

Como a liga AA6061 apresenta seu endurecimento máximo pela formação da fase β'' , a qual apresenta coerência cristalográfica com a matriz, o endurecimento pela precipitação dá-se pela ocorrência de cisalhamento dessas partículas. Os resultados de dureza e de ensaios de tração apresentados nos subitens 5.1.3 e 5.2.5, indicaram que a precipitação, tanto T4 quanto T6, exerce uma influência bastante significativa no aumento da resistência mecânica, mesmo que a natureza dessas partículas permita apenas o cisalhamento.

Finalmente, o endurecimento causado pela densidade de defeitos (σ_p) pode ser descrito tanto pela contribuição das discordâncias acumuladas durante a deformação plástica, quanto pela presença de monovacâncias e divacâncias, principalmente no caso da deformação criogênica [84]. A equação de Taylor, mostrada na equação (5.4) anteriormente, é utilizada para descrever o endurecimento por trabalho a frio governado pelo parâmetro ρ . De fato, a uma grande contribuição para

o aumento da resistência mecânica advém do encruamento, como pode ser visto no gráfico da Figura 5.31, que mostra um comparativo das amostras antes e após deformação por ECA.

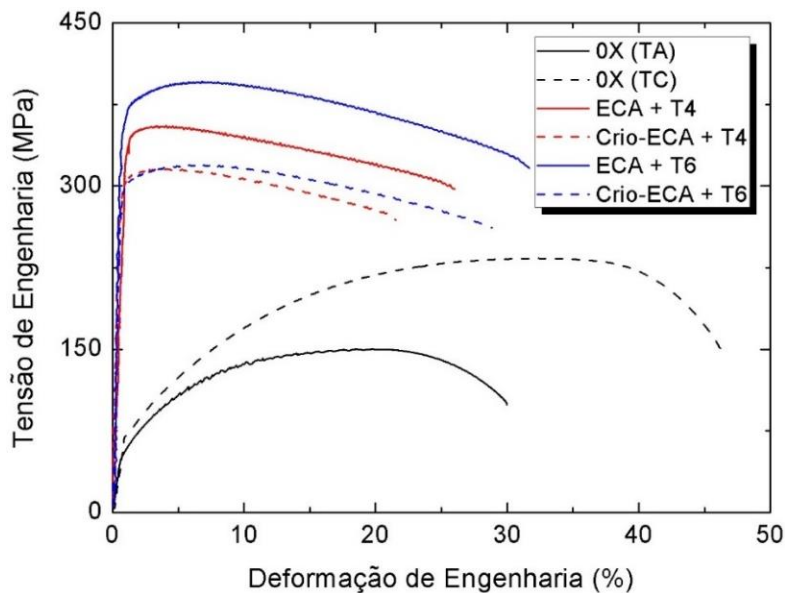


Figura 5.31 – Ensaio de tração em temperatura ambiente ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) para a liga AA6061 sem deformação (0X = SSSS) e envelhecidas (T4 e T6) após ECA. A curva 0X(TC) corresponde a um ensaio em temperatura criogênica (na condição SSSS) foi incluída para comparação.

Na Figura 5.31 podem ser observados dois efeitos simultaneamente: o aumento da resistência devido ao encruamento, e o aumento devido ao envelhecimento artificial. Nota-se que há uma diferença muito significativa entre as amostras 0X e 6X, independentemente da rota de processamento. Mesmo o ensaio de tração criogênico na amostra 0X, apesar de apresentar expressivo aumento da resistência mecânica, não atinge os mesmos níveis observados para os quatro casos apresentados após DPS. Quanto ao segundo efeito, nota-se que para o tratamento T6 o aumento da resistência é mais significativo, comparando-se com o envelhecimento natural. Como já mencionado anteriormente, a natureza dos precipitados é decisiva para este incremento. Entretanto, a deformação criogênica não atinge os mesmos níveis observados para a ECA em temperatura ambiente. Neste ponto, deve-se considerar a recuperação estática durante o tratamento de envelhecimento. Fica claro pelos valores de resistência mecânica de Crio-ECA + T6 são menores do que ECA + T6 em função da recuperação estática, que possivelmente

ocorre em maiores proporções para a primeira, uma vez que possui uma elevada densidade de defeitos, bem como uma microestrutura mais heterogênea (em relação ao tamanho de grão, visto que ocorre recristalização com nucleação de novos grãos finos). Outro ponto relevante, é que a excursão do material processado em temperatura criogênica para a temperatura ambiente pode promover, também, certo grau de recuperação microestrutural. A Figura 5.32 apresenta as análises de K-M das curvas apresentadas na Figura 5.31, exceto as curvas de 0X, pois apresentam um comportamento bastante similar ao já discutido anteriormente nos ensaios de compressão (ver Figura 5.8), sendo então comparado somente os ensaios conduzidos em temperatura ambiente.

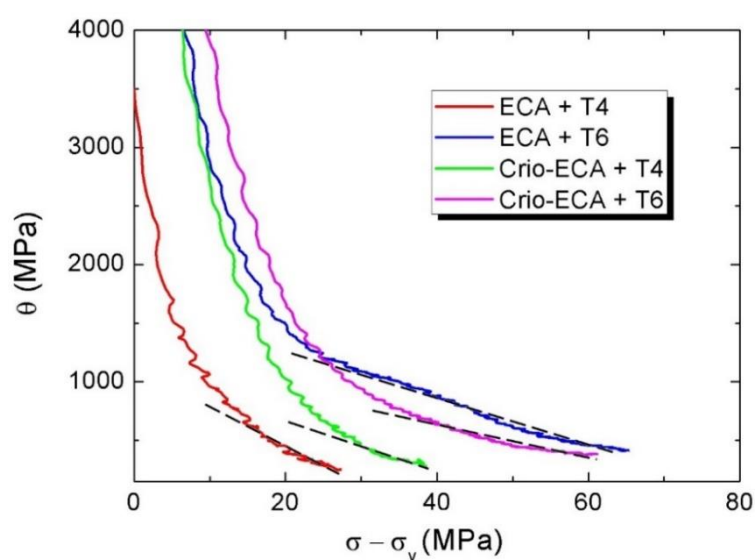


Figura 5.32 – Curvas de K-M após processamento por ECA e Crio-ECA, seguido dos respectivos tratamentos T4 e T6. As linhas tracejadas em preto indicam as regiões do estágio III de deformação plástica.

Os valores das inclinações referentes ao estágio III das curvas K-M são apresentados a seguir na Tabela 14. Pode-se observar que há diferenças significativas entre os valores dessas inclinações, os quais se relacionam com a taxa de recuperação dinâmica. Nota-se que o tratamento T6 realmente promove certo grau de recuperação estática, uma vez que a taxa de encruamento cai mais lentamente do que para o tratamento T4, indicando que ambas ECA+T6 e Crio-ECA+T6 apresentam menor taxa de recuperação dinâmica e, portanto, possuem maior capacidade de acomodar deformação plástica. Além disso, esse efeito também pode ser associado com o aumento do alongamento uniforme observado após o tratamento T6. Com

relação à temperatura de processamento, observa-se que a deformação criogênica também provocou um aumento do alongamento uniforme e, analisando-se os dados de K-M obtidos, percebe-se que a recuperação dinâmica é menor para as amostras de Crio-ECA em relação às de ECA, independentemente do tratamento térmico posterior.

Tabela 14 – Resumo dos principais parâmetros obtidos das curvas de K-M pós-processamento

Parâmetro	ECA + T4	ECA + T6	Crio-ECA + T4	Crio-ECA + T6
$-\frac{d\theta}{d(\sigma - \sigma_y)}$	41	23	35	19
θ_0 (MPa)	1280	1770	1520	1390

As análises de K-M indicaram, de um modo geral, que ambos os efeitos de temperatura de processamento e de tratamento térmico posterior afetam as propriedades mecânicas em tração observadas na Figura 5.31. Outro dado interessante que também concorda com o visto nos ensaios de tração são os resultados de densidade de discordâncias. Dessa forma, foi construído o gráfico da Figura 5.33, que evidencia a relação entre a tensão limite de escoamento e a densidade de discordâncias para os casos estudados.

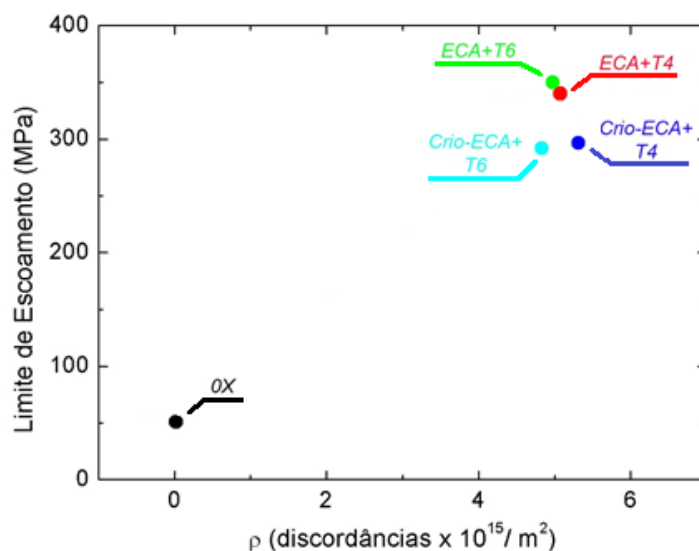


Figura 5.33 – Tensões limite de escoamento em função da densidade de discordâncias para diferentes rotas de processamento da liga AA6061. O ponto 0X refere-se à amostra sem deformação com T4 ($t > 200$ h).

Nota-se, na Figura 5.33, que há uma grande diferença nos valores de ρ entre a amostra 0X e as processadas por ECA em diferentes condições. Notam-se pequenos desvios dos valores de ρ : na deformação em temperatura ambiente desvia para valores mais altos de σ_y e a deformação criogênica desvia para valores menores de σ_y . Observa-se, também, que para o caso de Crio-ECA, o tratamento T6 reduz a densidade de discordâncias em relação ao tratamento T4. Estes dados corroboram o discutido anteriormente, sobre a influência da recuperação estática sobre o comportamento mecânico após DPS na liga AA6061 e mostram a influência da pré-existência de precipitados no processo de recuperação estática.

6 CONCLUSÕES

As principais conclusões deste trabalho podem ser divididas em duas seções principais: estado pré-processamento e estado pós-processamento.

- **Estado pré-processamento**

- a) Os tratamentos de envelhecimento T4 e T6 apresentaram taxa de endurecimento durante a precipitação bastante distintas, bem como níveis de dureza diferentes. No caso do T4 observou-se uma estabilização dos valores de dureza a partir de 200 horas, cujo aumento em relação ao SSSS é igual a 73%. No T6 a 100 °C, a dureza aumentou 162% após 96 horas, e aparentemente ainda não alcançou pico de endurecimento dessa condição. Por outro lado, no pico de endurecimento observado no T6 a 170 °C (18 horas), este incremento de dureza foi igual a 195%;
- b) Na compressão uniaxial a partir do estado de SSSS, foi observado um aumento do limite de escoamento e da tensão máxima para todas as condições de tratamento térmico quando o ensaio foi conduzido em temperatura criogênica. Comportamento similar foi observado para os ensaios de tração uniaxial no estado de SSSS, concomitantemente com aumento significativo dos alongamentos uniforme e total. Uma importante observação foi a ausência do efeito PLC em temperaturas criogênicas;
- c) As taxas de deformação afetaram o serrilhado típico do efeito PLC quando os ensaios foram em TA. Ademais, o valor do expoente m de sensibilidade à taxa de deformação foi negativo para as trações nesta temperatura, assumindo valores positivos para TC-100 e TC. Os valores do expoente n de encruamento também foram afetados pelas taxas de deformação inicial, sendo que esta propriedade aumentou com o aumento da taxa de deformação em TC-100 e TC, enquanto diminuiu em TA;
- d) Demonstrou-se a viabilidade do processamento em temperatura criogênica para a liga AA6061 partindo-se do estado de SSSS.

- **Estado pós-processamento**

- a) Independentemente da rota de processamento adotada e, também, da temperatura de deformação, há uma saturação dos valores de dureza em torno

de 125 HV, que ocorre a partir de uma deformação equivalente entre 2-2,5. Após o tratamento T4, a dureza saturou em 123 HV para a LA, enquanto que para LC e ECA ficou em torno de 130 HV (ambos TA e TC). Já após o tratamento T6, a dureza atingiu um máximo de 130 HV (LC e LA) e 135 HV pós-ECA;

- b) A Crio-ECA permitiu a deformação até seis passes sem trincar as amostras. A ausência do efeito PLC e a sensibilidade à taxa de deformação positivas foram associadas com o aumento da capacidade de acomodar níveis mais elevados de deformação plástica sem fraturar;
- c) Nas observações microestruturais foi possível perceber um nítido refino microestrutural, em comparação com o material de partida. O tamanho médio de grão inicial medido era superior a 100 μm (estado de SSSS), enquanto que após ECA e Crio-ECA este valor chegou a aproximadamente 500 nm. As microestruturas deformadas em temperatura criogênica apresentam uma distribuição de deformação mais homogênea, em relação às microestruturas de ECA ambiente, a qual apresenta a deformação concentrada em bandas. Análises de EBSD indicaram recristalização em temperatura criogênica com a formação de grãos muito finos nos contornos de grão “antigos”;
- d) Os ensaios de tração indicaram que a resistência mecânica é maior para a condição de ECA+T6 (48 h). Entretanto, o maior alongamento uniforme foi determinado para Crio-ECA+T6 (48 h). O fenômeno da precipitação dinâmica durante ECA foi associado com os maiores níveis de resistência mecânica, enquanto fenômenos relativos à recuperação estática parcial foram associados com a maior ductilidade após Crio-ECA. Ademais, a precipitação dinâmica na ECA em temperatura ambiente foi associada com a inibição da recuperação estática;
- e) Os estudos de densidade de discordâncias apontaram tempos mais prolongados do tratamento T6 conduzem a uma redução na densidade de discordâncias. Para a Crio-ECA, a densidade de discordâncias é maior no T4 e diminui no T6, o que foi associado com a recuperação estática. O tamanho de cristalito após ECA foi igual a 500 nm e para Crio-Eca igual a 470 nm;
- f) As análises de DSC mostraram uma intensa alteração da forma das curvas devido à DPS, em relação ao estado de SSSS. Houve um nítido deslocamento dos picos exotérmicos para menores temperaturas, o que indica a grande acumulação de defeitos e conseqüente redução das energias de ativação.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- a) Investigar outras rotas de tratamento térmico de precipitação (tempo e temperatura) após a DPS, na tentativa de maximizar o efeito da precipitação sobre as propriedades mecânicas;
- b) Realizar experimentos envolvendo ensaios mecânicos em temperatura criogênica nas amostras após processamento por Crio-ECA;
- c) Fazer um estudo completo de texturas de deformação por meio da técnica de difração de raios X;
- d) Analisar as amostras deformadas por DSC com varredura desde temperaturas criogênicas, além de utilizar a técnica para analisar a estabilidade térmica e determinar as energias de ativação das fases formadas;
- e) Estudar a capacidade de conformação plástica, bem como investigar propriedades e aplicações tecnológicas para esta rota de processamento, utilizando ensaios simulativos como o Erichsen para determinação da estampabilidade.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO. **Guia Técnico do Alumínio: Tratamento Térmico**. v. 6. 1ª ed. São Paulo: ABAL, 2003.
- 2 SVERDLIN, A. Introduction to Aluminum. In: TOTTEN, G. E.; MACKENZIE, D. S. **Handbook of Aluminum: Physical Metallurgy and Process**. v. 1. New York: Marcel Dekker, 2003. p. 1-32.
- 3 ASM Metals Handbook. **Properties and Selection Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**. v. 2. ASM International Handbook Committee, 2004.
- 4 MONDOLFO, Lucio F. **Aluminum alloys: Structure and Properties**. USA: Butterworths, 1976.
- 5 ASM Metals Handbook. **Microstructures and Metallography**. v. 4. ASM International Handbook Committee, 2004.
- 6 DUTTA, I.; ALLEN, S. M. **A calorimetric study of precipitation in commercial aluminum alloy 6061**. Journal of Materials Science Letters, v. 10, p. 323-326, 1991.
- 7 KATGERMAN, L.; ESKIN, D. Hardening, Annealing, and Aging. In: TOTTEN, G. E.; MACKENZIE, D. S. **Handbook of Aluminum: Physical Metallurgy and Process**. v. 1. New York: Marcel Dekker, 2003. p. 1-32.
- 8 EDWARDS, G. A. *et al*, **The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys**. Acta Materialia, v. 46, n. 11, p. 3893-3904, 1998.
- 9 RAVI, C.; WOLVERTON, C. **First principles study of crystal structure and stability of Al-Mg-Si-(Cu) precipitates**. Acta Materialia, v. 52, p. 4213-4227, 2004.
- 10 VISSERS, R. *et al*. **The crystal structure of the β' phase in Al-Mg-Si alloys**. Acta Materialia, v. 55, p. 3815-3823, 2007.
- 11 ANDERSEN, S. J. *et al*. **The crystal structure of the β'' phase in Al-Mg-Si alloys**. Acta Materialia, v. 46, n. 9, p. 3283-3298, 1998.
- 12 POGATSCHER, S. *et al*. **Mechanisms controlling the artificial aging of Al-Mg-Si alloys**. Acta Materialia, v. 59, p. 3352-3363, 2011.
- 13 MEYERS, M.; CHAWLA, K. **Mechanical Behavior of Materials**, 2ª ed., New York: Cambridge University Press, 2009. p. 558-593.
- 14 CAHN, R. W.; HAANSEN, P. **Physical Metallurgy**. v. 1, 4ª ed. Amsterdam: North-Holland, 1996.

- 15 SMALLMAN, R. E.; BISHOP, R. J. **Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering**. 6^a ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 1999.
- 16 MURAYAMA, M.; HONO, K. **Pre-precipitate clusters and precipitation process in Al-Mg-Si alloys**. Acta Materialia, v. 47, n. 5, p. 1537-1548, 1999.
- 17 SEYEDREZAI, H.; GREBENNIKOV, D.; MASCHER, P.; ZUROB, H. S. **Study of early stages of clustering in Al-Mg-Si alloys using the electrical resistivity measurements**. Materials Science and Engineering A, v. 525, p. 186-191, 2009.
- 18 ZUROB, H. S.; SEYEDREZAI, H. **A model for the growth of solute clusters based on vacancy trapping**. Scripta Materialia, v. 61, p. 141-144, 2009.
- 19 BANHART, J. *et al.* **Natural aging in Al-Mg-Si alloys – A process of unexpected complexity**. Advanced Materials Engineering. v. 12, n. 7, p. 559-571, 2010.
- 20 MIAO, W. F.; LAUGHLIN, D. E., **Effects of Cu content and preaging on precipitation characteristics in aluminum alloy 6022**. Metallurgical and Materials Transactions, A. v. 31, n. 2, p. 361-371, 2000.
- 21 POGATSCHER, S. *et al.* **Influence of the thermal routes on the peak-aged microstructures in na Al-Mg-Si aluminum alloys**. Scripta Materialia, v. 68, p. 158-161, 2013.
- 22 PADILHA, A. F.; SICILIANO Jr., F. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de grão e Textura**. São Paulo: ABM, 1996.
- 23 HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and Related Annealing Phenomena**. Oxford: Pergamon, 1995.
- 24 PADILHA, A. F. **Materiais de Engenharia: Microestrutura e Propriedades**. Curitiba: Editora Hemus, 2000.
- 25 KUHLMANN-WILSDORF, D. **Questions you always wanted (or should have wanted) to ask about work-hardening**. Materials Research Innovation. n.1, p. 265-297, 1998.
- 26 SANDIM, H. R. Z. **Heterogeneidades de deformação: uma visão microscópica**. In: II Workshop sobre textura e relações de orientação, 2003. Anais do II Workshop sobre textura e relações de orientação. São Paulo: EDUSP, 2003. CD-ROM.
- 27 VALIEV, R. Z. **Paradoxes of severe plastic deformation**. Advanced Engineering Materials. v. 5, n. 5, p. 296-300, 2003.
- 28 CHINH, N. Q. *et al.* **Plastic behavior of face-centered cubic metals over a wide range of strain**. Acta Materialia. v. 58. p. 5015-5021, 2010.

- 29 PETRYK, H.; STUPKIEWICZ, S. **A quantitative model of grain refinement and strain hardening during severe plastic deformation.** *Materials Science and Engineering A*. n. 444, p. 214-219, 2007.
- 30 BOWEN, J. R.; PRANGNELL, P. B.; HUMPHREYS, F. J. **Microstructural evolution during formation of ultrafine grain structures by severe deformation.** *Materials Science and Technology*. v. 16, p. 1246-1250, 2000.
- 31 GHOLINIA, A.; HUMPHREYS, F. J.; PRANGNELL, P. B. **Processing to ultrafine grain structures by conventional routes.** *Materials Science and Technology*. v. 16, p. 1251-1255, 2000.
- 32 ESTRIN, Y.; VINOGRADOV, A. **Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science.** *Acta Materialia*. v. 61, p. 782-817, 2013.
- 33 VALIEV, R. Z.; LANGDON, T. G. **Principles of Equal-Channel Angular Pressing as a tool of grain refinement.** *Progress in Materials Science*. v. 51, p. 881-981, 2006.
- 34 BERBON, P. B. *et al.* **Influence of pressing speed on microstructural development in equal-channel angular pressing.** *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 30, n. 8, p. 1989-1997, 1999.
- 35 NAKASHIMA, K. *et al.* **Development of a multi-pass facility for equal-channel angular pressing to high total strains.** *Materials Science and Engineering A*. v. 281, n. 1-2, p. 82-87, 2000.
- 36 SEGAL, V. M. **Materials processing by simple shear.** *Materials Science and Engineering A*. v. 197, n. 2, p. 157-164, 1995.
- 37 FILHO, A. A. A. M, SORDI, V. L., RUBERT, J. B., FERRANTE, M. **The Influence of ECAP Die Channel Geometry on Shear Strain and Deformation Uniformity.** *Materials Science Forum*, v. 586, p. 145–150, 2008.
- 38 YAMASHITA, A. *et al.* **Influence of pressing temperature on microstructural development in equal-channel angular pressing.** *Materials Science and Engineering A*. v. 287, n. 1, p. 100-106, 2000.
- 39 SHANMUGASUNDARAM, T.; MURTY, B. S.; SARMA, V. S. **Development of ultrafine-grained high strength Al-Cu alloy by cryorolling.** *Scripta Materialia*. v. 54, p. 2013-2017, 2006.
- 40 PANIGRAHI, S. K.; JAYAGATHAN, R. **Effect of annealing on precipitation, microstructural stability, and mechanical properties of cryorolled Al 6063 alloy.** *Journal of Materials Science*. v. 45, p. 5624-5636, 2010.

- 41 PANIGRAHI, S. K.; JAYAGATHAN, R. **Effect of ageing on microstructure and mechanical properties of bulk, cryorolled, and room temperature rolled Al 7075 alloy.** Journal of Alloys and Compounds, v. 509, p. 9609-9616, 2011.
- 42 MAGALHÃES, D. C. C., HUPALO, M. F., CINTHO, O. M. **Natural aging behavior of AA7050 Al alloy after cryogenic rolling.** Materials Science and Engineering A, v. 593, p. 1-7, 2014.
- 43 KON'KOVA, T. N.; MIRONOV, S. Y.; KORZNIKOV, A. V. **Severe cryogenic deformation of copper.** The Physics of Metals and Metallography. v. 109, n. 2, p. 171-176, 2010.
- 44 KON'KOVA, T. N.; MIRONOV, S. Y.; KORZNIKOV, A. V. **Refining of grains in copper by means of cryogenic deformation.** Metal Science and Heat Treatment. v. 53, n. 1-2, p. 95-100, 2011.
- 45 XIAO, G. H.; TAO, N. R.; LU, K. **Microstructures and mechanical properties of a Cu-Zn alloy subject to cryogenic dynamic plastic deformation.** Materials Science and Engineering A. v. 513-514, p. 13-21, 2009.
- 46 MAGALHAES, D. C. C. *et al.* **Plastic deformation of FCC alloys at cryogenic temperature: the effect of stacking-fault energy on microstructure and tensile behaviour.** Journal of Materials Science, v. 52, p. 7466-7478, 2017.
- 47 ZHEREBTSOV, S. V. *et al.* **Formation of nanostructure in commercial-purity titanium via cryorolling.** Acta Materialia, v. 61, n. 4, p. 1167-1178, 2013.
- 48 BEHJATI, P.; NAJAFIZADEH, A.; KERMANPUR, A. **Microstructural investigation on strengthening mechanisms of AISI 304L austenitic stainless steel during cryogenic deformation.** Materials Science and Technology. v. 27, n. 12, p. 1828-1832, 2011.
- 49 CHUN, Y. B. *et al.* **Combined effects of grain size and recrystallization on the tensile properties of cryorolled pure vanadium.** Materials Science and Engineering A, v. 508, p. 253-258, 2009.
- 50 ZHANG, Y. *et al.* **Deformation mechanism of NiTi shape memory alloy subjected to severe plastic deformation at low temperature.** Materials Science and Engineering A, v. 559, p. 607-614, 2013.
- 51 SARMA, V. S. *et al.* **Role of stacking fault energy in strengthening due to cryo-deformation of FCC metals.** Materials Science and Engineering A. v. 527, p. 7624-7630, 2010.

- 52 DYJA, H.; KORCZAK, P.; PILARCZYK, J. W.; GRZYBOWSKI, J. **theoretical and experimental analysis of plates asymmetric rolling**. Journal of Materials Processing Technology, v. 45, p. 167-172, 1994.
- 53 ANGELLA, G.; JAHROMI, B. E.; VEDANI, M. **A comparison between equal channel angular pressing and asymmetric rolling of silver in the severe plastic deformation regime**. Materials Science and Engineering A, v. 559, p. 742-750, 2013.
- 54 YU, H. *et al.* **Asymmetric cryorolling for fabrication of nanostructural aluminum sheets**. Scientific Reports, v. 2, n. 772, p. 1-5, 2012.
- 55 CHEN, Y. *et al.* **The influence of cryo-ECAP on microstructure and property of commercial pure aluminum**. Materials Letter, v. 62, p. 2821-2824, 2008.
- 56 CHEN, Y. J. *et al.* **Quantitative study of grain refinement in Al-Mg alloy processed by equal-channel angular pressing at cryogenic temperature**, v. 65, p. 3472-3475, 2011.
- 57 FRITSCH, S.; SCHOLZE, M.; WAGNER, M. F.-X. **Cryogenic forming of AA7075 by equal-channel angular pressing**. Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, v. 43, n. 7, p. 561-566, 2012.
- 58 HE, L. Z. *et al.* **Influences of magnetic annealing on the grain growth in a cryoECAPed 1050 aluminium alloy**. Materials Characterization, v. 84, p. 188-195, 2013.
- 59 CHATTERJEE, A.; SHARMA, G.; SARKAR, A.; SINGH, J. B.; CHAKRAVARTTY, J. K. **A study on cryogenic temperature ECAP on the microstructure and mechanical properties of Al-Mg alloy**. Materials Science and Engineering A, v. 556, p. 653-657, 2012.
- 60 WEI, W. *et al.* **Microstructure and tensile properties of Cu-Al alloys processed by ECAP and rolling at cryogenic temperature**. Journal of Alloys and Compounds, v. 678, p. 506-510, 2016.
- 61 PODOLSKIY, A. V. *et al.* **Cryogenic equal channel angular pressing of commercially pure titanium: microstructure and properties**. Journal of Materials Science, v. 49, p. 6803-6812, 2014.
- 62 YAMAGUCHI, D.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G. **Significance of adiabatic heating in equal-channel angular pressing**. Scripta Materialia, v. 41, n. 8, p. 791-796, 1999.

- 63 SEMIATIAN, S. L.; BERBON, P. B.; LANGDON, T. G. **Deformation heating and its effect on grain size evolution during equal channel angular extrusion.** Scripta Materialia, v. 44, p. 135-140, 2001.
- 64 ASTM International. **ASTM E112–13 – Standard Test Methods for Determining Average Grain Size.** USA, 2013.
- 65 ASTM International. **ASTM E9–89a – Standard Test Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperature.** USA, 1995.
- 66 ROBINSON, M. J.; SHAW, M. P. **Microstructural and mechanical influences on dynamic strain aging phenomena.** International Materials Reviews, v. 39, n. 3, p. 113-122, 1994.
- 67 VAN DER BEUKEL, A. **Theory of the effect of dynamic strain aging on mechanical properties.** Physics of State Solid, v. 30, p. 197-206, 1975.
- 68 RODRIGUEZ, P. **Serrated plastic flow.** Bulletin of Materials Science, v. 6, n. 4, p. 653-663, 1984.
- 69 ESTRIN, Y.; KUBIN, L. P. **Plastic instabilities: phenomenology and theory.** Materials Science and Engineering A, v. 137, p. 125-134, 1991.
- 70 BRECHET, Y.; ESTRIN, Y. **On the influence of precipitation on the Portevin-Le Chatelier effect.** Acta Metallurgica et Materialia, v. 43, n. 3, p. 955-963, 1995.
- 71 MALYGIN, G. A. **Anomalous Portevin-Le Chatelier effect in the segregation of interstitial and substitutional impurities on dislocations.** Fizika Tverdogo Tela, v. 34, n. 8, p. 2356-2366, 1992.
- 72 KOCKS, U. F.; MECKING, H. **Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case.** Progress in Materials Science, v. 48, n. 3, p. 171-273, 2003.
- 73 XU, Z.; ROVEN, H. J.; JIA, Z. **Mechanical properties and surface characteristics of an AA6060 alloy strained in tension at cryogenic and room temperature.** Materials Science and Engineering A, 648, p. 350-358, 2015.
- 74 HALIM, H.; WILKINSON, D. S.; NIEWCZAS, M. **The Portevin-Le Chatelier (PLC) effect and shear band formation in AA5754 alloy.** Acta Materialia, v. 55, p. 4151-4160, 2007.
- 75 PARK, D.; NIEWCZAS, M. **Plastic deformation of Al and AA5754 between 4.2 K and 295 K.** Materials Science and Engineering A, v. 491, p. 88-102, 2008.

- 76 PARK, D.; NIEWCZAS, M. **Texture evolution in AA5754 alloy deformed in tension**. *Materials Science and Engineering A*, v. 497, p. 65-73, 2008.
- 77 ESMAEILI, S. *et al.* **The deformation behavior of AA6111 as a function of temperature and precipitation state**. *Materials Science and Engineering A*, 2001.
- 78 PARK, W. S. *et al.* **Comparative study on mechanical behavior of low temperature application materials for ships and offshore structures: Part I – experimental investigations**. *Materials Science and Engineering A*, v. 528, p. 5790-5803, 2011.
- 79 PARK, D. H.; CHOI, S. W.; KIM, J.; LEE, J. **Cryogenic mechanical behavior of 5000- and 6000-series aluminum alloys: Issues on application to offshore plants**. *Cryogenics*, v. 68, p. 44-58, 2015.
- 80 CONSIDÈRE, A. **Memoire sur l'emploi du fer et de l'acier dans les constructions**. *Ann. Ponts et Chaussées*, v. 9, p. 574-775, 1885.
- 81 VAN DER BEUKEL, A. **Theory of the effect of dynamic strain aging on mechanical properties**. *Physics of State Solid*, v. 30, p. 197-206, 1975.
- 82 KUBIN, L. P.; CHIBAB, K.; ESTRIN, Y. **The rate dependence of Portevin-Le Chatelier effect**. *Acta Metallurgica*, v. 36, n. 10, p. 2707-2718, 1988.
- 83 ROSHAN, M. R.; JAHROMI, S. A. J.; EBRAHIMI, R. **Predicting the critical pre-aging time in ECAP processing of age-hardenable aluminum alloys**. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 509, p. 7833-7839, 2011.
- 84 SU, L. H. *et al.* **Study of a vacancy-type defects by positron annihilation in ultrafine-grained aluminum severely deformed at room and cryogenic temperatures**. *Acta Materialia*, v. 60, p. 4218-4228, 2012.
- 85 KIM, J. K. *et al.* **Effect of aging treatment on heavily deformed microstructure of a 6061 aluminum alloy after equal channel angular pressing**. *Scripta Materialia*, v. 45, p. 901-907, 2001.
- 86 KONKOVA, T. N., MIRONOV, S. Y., KORZNIKOV, A. V. **Room-temperature instability of the structure of copper deformed at a cryogenic temperature**. *Russian Metallurgy*, v. 2011, n. 7, p. 689-698, 2011.
- 87 MAGALHÃES, D. C. C. *et al.* **A comparative study between asymmetric and conventional rolling at cryogenic temperature on AA6061 Al Alloy**. No prelo 2017.

- 88 TÓTH, L. S. *et al.* **Effect of grain refinement by severe plastic deformation on the next-neighbor misorientation distribution.** *Acta Materialia*, v. 58, p. 6706-6716, 2010.
- 89 CHEN, Y, J. *et al.* **Microstructure and mechanical properties of Al-xMg alloys processed by room-temperature ECAP.** *Materials Science and Engineering A*, v. 545, p 139-147, 2012.
- 90 CHERUKURI, B.; NEDKOVA, T.; SRINIVASAM, R. **A comparison of the properties of SPD-processed AA-6061 by equal-channel angular pressing, multi-axial compressions/forgings and accumulative roll bonding.** *Materials Science and Engineering A*, v.410-411, p. 394-397, 2005.
- 91 CULLITY, B. D.; STOCK, S. R. **Elements of X-Ray Diffraction.** 3^a ed. Londres: Pearson, 2001.
- 92 WILLIAMSON, G. K.; HALL, W. H. **X-Ray line broadening from filled aluminium and wolfram.** *Acta Metallurgica*, v. 1, p. 22-31, 1953.
- 93 UNGÁR, T.; BORBÉLY, A. **The effect of dislocation contrast on X-ray line broadening: A new approach to line profile analysis.** *Applied Physics Letters*, v. 69, n. 21, p. 3173-3175, 1996.
- 94 UNGÁR, T. *et al.* **Crystallite size distribution and dislocation structure determined by diffraction profile analysis: principles and practical application to cubic and hexagonal crystals.** *Journal of Applied Crystallography*, v. 34, p. 298-310, 2001.
- 95 UNGÁR, T. *et al.* **The contrast factors of dislocations in cubic crystals: the dislocation model of strain anisotropy in practice.** *Journal of Applied Crystallography*, v. 32, p. 992-1002, 1999.
- 96 WOO, W. *et al.* **X-ray and neutron diffraction measurements of dislocation density and subgrain size in a friction-stir-welded aluminum alloy.** *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 41A, p. 1210-1215, 2010.
- 97 CAGLIOTI, G.; PAOLETTI, A.; RICCI, F. P. **Choice of collimators for a crystal spectrometer for neutron diffraction.** *Nuclear Instruments*, v. 3, n. 4, p. 223-228, 1958.
- 98 JEONG, H. *et al.* **Characterization of anisotropic elastic constants of silicon-carbide particulate reinforced aluminum metal matrix composites: Part I. Experiment.** *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 25 A, p. 799-809, 1994.

- 99 MIAO, W. F.; LAUGHLIN, D. E. **Precipitation hardening in aluminum alloy 6022**. Scripta Materialia, v. 40, n. 7, p. 873-878, 1999.
- 100 PANIGRAHI, S. K.; JAYAGANTHAN, R. **Development of ultrafine grained Al-Mg-Si alloy with enhance strength and ductility**. Journal of Alloys and Compounds, v. 470, p. 285-288, 2009.
- 101 RAO, P. N.; VISWANADH, B.; JAYAGANTHAN, R. **Effect of cryrolling and warm rolling on precipitation evolution in AA6061 alloy**. Materials Science and Engineering A, v. 606, p. 1-10, 2014.
- 102 PANIGRAHI, S. K. *et al.* **A DSC study on the precipitation kinetics of cryrolled Al6063 alloy**. Materials Chemistry and Physics, v. 122, p. 188-193, 2010.
- 103 COURTNEY, T. H. **Mechanical Behavior of Materials**. Illinois, USA: Waveland Press, 2005.