



Universidade de Aveiro Departamento de Engenharia de Materiais e
2016 Cerâmica

**PAULO CYHLAR
MONTEIRO**

**Efeito do perfil de envelhecimento artificial nas
ligas Al 6060 e 6061**



**PAULO CYHLAR
MONTEIRO**

**Efeito do perfil de envelhecimento artificial nas ligas
Al 6060 e 6061**

Dissertação apresentada à Universidade de Aveiro para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Engenharia de Materiais, realizada sob a orientação científica do Doutor Fernando Manuel Bico Marques, Professor Catedrático do Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica da Universidade de Aveiro e do Doutor Augusto Luís Barros Lopes, Professor Auxiliar do Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica da Universidade de Aveiro

Dedico este trabalho a... ti!

o júri
Presidente

Doutor Filipe José Alves de Oliveira
equiparado a investigador principal, Universidade de Aveiro

Doutor Rogério Paulo Alves Lopes
diretor técnico e de qualidade, Duricast

Prof. Doutor Fernando Manuel Bico Marques
professor catedrático da Universidade de Aveiro (orientador)

agradecimentos

Ao orientador e co-orientador Fernando Marques e Augusto Lopes, respetivamente, pelo exemplar profissionalismo. Obrigado pela paciência e por terem compreendido tão bem todas as particularidades que envolveram o meu percurso durante esta tese. Obrigado pelo apoio e pela sensibilidade em me ajudarem a ultrapassar as minhas dificuldades. Obrigado por não me terem dado as respostas mas sim por me ensinarem a encontrá-las. Aprendi muito. Aprendi variado. Hoje, quando sinto que estou a complicar as coisas, penso - "Tenho que ser fm!". Hoje, quando penso em professor, quando penso em paixão pelo trabalho, penso no professor Augusto. Quero dizer, a todos, que foi um privilégio ter caminhado com estes dois Senhores. Muito obrigado!

À (engenheira) Margarida (Extrusal) pela paciência, compreensão e disponibilidade. Obrigado por me teres ajudado, com a tua experiência e competência, a perceber a indústria. Nunca me vou esquecer da autêntica "palestra", sobre defeitos no alumínio, que me deste no teu laboratório! :)
Tiago Silva, colega e amigo, por me ter ajudado a ultrapassar uma situação prática que parecia impossível.

Ana Ribeiro, pela competência, entrega e responsabilidade. Por estar sempre disponível e bem disposta. Isso ajuda muito.

Filipe Oliveira, por ter sido tão disponível numa fase tão dura, como as durezas de Vickers!! Contagiou-me com energia, otimismo e um pouquinho do seu vasto conhecimento! Não o consegui apanhar todo ;)

Às meninas bibliotecárias Bella Nolasco e Rita Gonçalves. Obrigado pela simpatia e boa vontade que sempre mostraram para me ajudarem a "domesticar" as referências bibliográficas e a mostrar ao word quem manda!

E para finalizar, gostaria de antecipar, um sorriso de felicidade para todos aqueles, cuja ligação é pessoal e a quem prefiro agradecer, olhos nos olhos, no recato da intimidade!

palavras-chave

Ligas de alumínio, envelhecimento artificial, microestrutura, dureza.

resumo

Este trabalho teve como objetivo estudar a influência do perfil térmico de envelhecimento artificial nas propriedades mecânicas das ligas Al 6060 e 6061. Para tal foram cedidos pela Extrusal, provetes, biletas e fatias das ligas em questão. Da liga 6061 os lotes de material vieram na condição de homogeneizados (direto do fornecedor); extrudidos na empresa com envelhecimento térmico natural (T4) e armazenamento em fábrica e dispositivo de frio; também extrudidos na empresa com envelhecimento artificial (T6), igualmente conservados em ambiente de fábrica e congelados; da liga 6060 foi fornecida uma fatia na condição de homogeneizada.

Para verificar qual a influência do perfil térmico de envelhecimento artificial nas propriedades mecânicas das ligas Al 6060 e 6061, amostras retiradas das fatias homogeneizadas foram submetidas a um tratamento térmico de envelhecimento, com velocidade de aquecimento de 1 °C/min ou de 10 °C/min, com um patamar isotérmico de envelhecimento a 180 °C, seguido de arrefecimento ao ar ou em água. Foram feitos testes de dureza (Vickers) para perceber o efeito na dureza das diversas condições térmicas no processamento da liga. A análise microestrutural e composicional através de SEM, TEM e EDS foi usada para explicar as variações de comportamento. Os resultados obtidos confirmaram a adequação das condições dos biletas à chegada, e da eficácia do tratamento T6. Parece igualmente irrelevante o efeito do envelhecimento natural nos ensaios realizados. Como complemento, foi ainda identificada a importância de eventuais cargas com diferentes massas térmicas, suscetíveis de introduzir diferentes perfis de envelhecimento em condições nominalmente semelhantes.

keywords

Aluminium alloys, artificial ageing, microstructure, hardness.

abstract

The main purpose of this study was to study the influence of the thermal profile of artificial aging on the mechanical properties of Al 6060 and 6061 alloys. These alloys were provided by Extrusal as billets and extruded parts. The 6061 alloy samples were obtained in distinct conditions: homogenized billets (from supplier), extruded parts with natural thermal aging (T4) and storage at room temperature or in ice; also extruded parts with artificial aging (T6), again after storage at room temperature or in ice. Alloy 6060 was provided only as a billet slice in homogenized condition. To check the influence of the thermal profile during artificial ageing on mechanical properties of Al 6060 and 6061, samples taken from the homogenized slices were subjected to an aging heat treatment at a heating rate of 1 °C / min or 10 °C / min with isothermal ageing at 180 ° C followed by cooling in air or water. Hardness tests were made (Vickers) to realize the effect on hardness of the various thermal conditions in alloy processing. The microstructural and compositional analysis by SEM, TEM and EDS was used to explain variations in behavior. The results confirmed the appropriateness of the conditions of billets on arrival, and the effectiveness of the T6 treatment. It also seemed irrelevant the effect of natural aging in these tests. As a complement, the importance of different thermal masses in thermal ageing was confirmed, being able to generate different ageing profiles under nominally similar conditions.

Índice

1.	Introdução.....	1
1.1.	O alumínio e as suas ligas	2
1.2.	As ligas da série 6xxx.....	8
1.3.	O processo de extrusão	11
1.3.1.	Princípios do processo de extrusão.....	12
1.3.2.	O processo de extrusão da Extrusal.....	14
1.4.	Tratamento térmico.....	15
1.5.	Comentários finais e objetivo do trabalho	24
2.	Realização Experimental	25
2.1.	Introdução.....	25
2.2.	Material estudado	27
2.3.	Tratamento térmico.....	30
2.4.	Ensaio de dureza	30
2.4.1.	Preparação de amostras	30
2.4.2.	Determinação da dureza Vickers	31
2.5.	Caraterização microestrutural.....	32
3.	Resultados e discussão	33
3.1.	Caraterização mecânica do material	33
3.1.1.	Amostras no estado T4, T6 e solubilizada.....	33
3.1.2.	Amostras homogeneizadas e envelhecidas	36
3.2.	Caracterização microestrutural do material	38
3.2.1.	Amostras no estado T4	38
3.2.2.	Amostras no estado T6	41
3.2.3.	Amostras homogeneizadas	42
3.2.4.	Amostra solubilizada	43
3.2.5.	Amostras envelhecidas com diferentes taxas de aquecimento e arrefecimento	44
4.	Conclusões e propostas de trabalho futuro	51
5.	Bibliografia.....	55

Lista de figuras

Figura 1: Sistema de classificação das ligas de alumínio segundo a sua composição	6
Figura 2: Processo de extrusão direto [26]	12
Figura 3: Processo de extrusão inversa [26]	12
Figura 4: Etapas de processamento de perfis metálicos obtidos por extrusão [28]	13
Figura 5: Evolução da temperatura do material durante as diversas etapas de produção [28]	14
Figura 6: Diagramas de fases das ligas Al-Mg-Si. a) Detalhe do diagrama de fases ternário; b) Parte da seção vertical do sistema pseudo-binário Al-Mg ₂ Si [35]	16
Figura 7: Sequência provável de precipitação e respetiva relação com a evolução da dureza, de acordo com a fase do tratamento térmico precipitação, de uma liga de alumínio da série 6xxx. Características principais de cada precipitado	17
Figura 8: Representação esquemática do processamento térmico de uma liga de alumínio e respetiva evolução microestrutural	18
Figura 9: Liga de alumínio num estado de solução sólida sobressaturada após têmpera ...	19
Figura 10: Efeito do meio de têmpera na resistência de uma chapa de alumínio 6061-T6. Têmpera em imersão em água equivale a 100%, para chapa com 1,25 mm de espessura..	20
Figura 11: Diagrama TTT (curva a 95% do máximo da tensão cedência) para várias ligas de alumínio [44]	21
Figura 12: Distribuição dos precipitados intermetálicos Mg ₂ Si (pontos escuros) nos grãos de Al	21
Figura 13: Relação entre a temperatura de envelhecimento e a dureza ou resistência mecânica	22
Figura 14: Exemplo de ciclo térmico de solubilização e envelhecimento artificial com múltiplos patamares	23
Figura 15: Visão geral das etapas da realização experimental, com os ensaios realizados	26
Figura 16: Numeração das zonas das amostras a partir da fatia de bilette	30
Figura 17: Determinação da dureza Vickers	31
Figura 18: Preparação de uma amostra para observação em TEM	32
Figura 19: Microdureza Vickers das amostras da liga 6061 nas condições T4, T6 e solubilizada	35
Figura 20: Variação de microdureza das amostras retiradas das fatias das ligas 6060 e 6061 após diferentes tratamentos térmicos	37
Figura 21: Imagem obtida por SEM de uma amostra da liga 6061 no estado térmico T4..	38
Figura 22: Imagens obtida por SEM de amostras da liga 6061 no estado T4 com precipitados distintos	39
Figura 23: Imagem obtida por SEM de uma amostra da liga 6061 no estado T4 e mapas de distribuição de Al, Si, Mg e Fe obtidos por EDS	40
Figura 24: Imagem obtida por TEM de uma amostra da liga 6061 no estado T4, com detalhe de precipitados intermetálicos de AlFeSi	41
Figura 25: Imagens obtida por SEM de amostras da liga 6061 no estado T6	42
Figura 26: Imagens obtida por TEM de amostras da liga 6061 no estado T6	42
Figura 27: Precipitados α -AlFeSi em amostras homogeneizadas das ligas 6060 (a) e 6061 (b)	43
Figura 28: Imagens obtidas por SEM da amostra da liga 6061 solubilizada	43
Figura 29: Imagens obtidas por SEM da amostra F.61.H.1*SE1.AG	44

Figura 30: Mapas da distribuição do Al, Si, Mg e Fe obtidos por EDS de uma região de fronteira de grão e respetiva imagem SEM (amostra F.61.H.1*SE1.AG)	45
Figura 31: Imagens obtidas por SEM da amostra F.61.H.4*SE10.AG	46
Figura 32: Mapas da distribuição do Al, Si, Mg e Fe obtidos por EDS de uma seção de fronteira de grão e respetiva imagem SEM da amostra F.61.H.4*SE10.AG	47
Figura 33: Imagens obtidas por TEM da amostra F.61.H.1*SE1.AG	48
Figura 34: Imagem obtida por TEM da amostra F.61.H.4*SE10.AG	48

Lista de tabelas

Tabela 1: Principais propriedades físicas do alumínio puro (%Al \geq 99,50) [5, 6].....	3
Tabela 2: Propriedades mecânicas do alumínio puro (%Al \geq 99,50) à temperatura ambiente [5, 6]	4
Tabela 3: Classificação do alumínio segundo o grau de pureza [6].....	4
Tabela 4: Classificação das ligas de alumínio segundo a sua categoria, os principais elementos de liga e capacidade de endurecimento por tratamento térmico	5
Tabela 5: Designações das condições metalúrgicas das ligas de alumínio [5, 8]	7
Tabela 6: Descrição das subdivisões da condição metalúrgica T e H [5, 8]	8
Tabela 7: Constituição química e outras características típicas das ligas 6060 e 6061 [17]...	9
Tabela 8: Propriedades das ligas de alumínio 6060 e 6061 nos estados O, T4 e T6 [19]...	10
Tabela 9: Exemplos de características das ligas 6060 e 6061 segundo a sua aptidão [19]...	11
Tabela 10: Condições típicas usadas nos tratamentos de algumas ligas da série 6xxx [40]	19
Tabela 11: Significado dos campos do código de identificação das amostras.....	28
Tabela 12: Características do material fornecido pela Extrusal	29
Tabela 13: Composição química da liga 6060 a partir da qual foi feita a fatia de bilette	29
Tabela 14: Composição química da liga 6061 nos 3 formatos entregues (Al- restante).....	30
Tabela 15: Microdureza de Vickers em amostras nas condições T4, T6 e solubilizada.....	34
Tabela 16: Variação da microdureza de Vickers das amostras da liga 6061 nas condições T4 e T6 de acordo com a posição (valores médios)	35
Tabela 17: Valores médios da microdureza de Vickers medidos nas amostras das fatias da liga 6060 e 6061, após diferentes tratamentos térmicos.....	36

1. INTRODUÇÃO

O presente trabalho resultou de uma parceria com a empresa Extrusal, Alumínios de Portugal, e teve como objetivo principal estudar a influência das condições de envelhecimento artificial de ligas de alumínio (6060 e 6061). No final deste estudo pretendia-se ter um quadro de informação suficiente para antecipar a condição microestrutural e consequências em termos de propriedades de potenciais diferenças no percurso térmico, relacionadas com o tempo de resposta do processo de envelhecimento. Seria assim possível perceber a importância de alguns passos para a obtenção de produtos com as características exigidas. Complementava este objetivo um conjunto de outros temas relacionados sempre com a condição microestrutural de ligas em diferentes fases do processo (por exemplo, como matéria prima ou após envelhecimento natural).

Esta tese encontra-se dividida em 5 capítulos com o seguinte conteúdo. No capítulo um é dada uma perspectiva geral sobre o alumínio, suas ligas, propriedades e aplicações. De seguida são detalhadas as características das ligas da série 6xxx, à qual pertencem as ligas deste estudo (6060 e 6061). Para fechar o capítulo são analisados os tratamentos térmicos envolvidos no processo de extrusão e o que distingue o processo na Extrusal.

O capítulo dois apresenta a metodologia utilizada neste estudo. É descrita a origem e como foi feita a preparação das amostras e em que condições utilizadas nos ensaios de dureza e a análise microestrutural. No início de cada uma das secções são, também, resumidas as principais características de cada ensaio.

No capítulo três são apresentados e discutidos os resultados dos ensaios realizados. São feitas comparações de dureza entre as várias condições térmicas das amostras (inicial e após tratamento) e relacionados esses valores com a respetiva caracterização microestrutural. É também efetuada a comparação entre resultados de tratamentos térmicos com taxas de aquecimento/arrefecimento diferentes.

No capítulo quatro são apresentadas as principais conclusões deste estudo e apresentadas sugestões para trabalho futuro

Importa referir que este trabalho foi iniciado em 2011/2012, tendo sido interrompido para a realização de dois estágios longos em instituições do sistema científico e tecnológico internacional (uma empresa alemã, a Airbus, Munique, e um instituto de investigação

polaco, o Laboratório de Pesquisa e Desenvolvimento de Materiais Aeroespaciais, Rzeszow), onde foram adquiridas diversas competências complementares do agora relatado. Contudo, este longo período envolvido na elaboração deste trabalho teve consequências óbvias em termos de (des)continuidade, incluindo a impossibilidade de reanalisar todas as amostras originais por destruição ou degradação de algumas. Há também diferenças substanciais no domínio entretanto adquirido na preparação de amostras para observação microestrutural. Neste quadro de restrições, este documento tenta recuperar e ligar o essencial do trabalho realizado há alguns anos com alguns ensaios complementares recentemente concluídos.

O ritmo e o grau da evolução tecnológica atuais têm criado novas aplicações para uma variedade enorme de materiais. O alumínio é um deles, já que as ligas de alumínio revelam uma grande capacidade de dar resposta a necessidades de desempenho cada vez mais exigentes. A investigação e a compreensão dos fatores que influenciam as propriedades das ligas de alumínio são, pois, cruciais. Se o efeito de parâmetros como a composição da liga já se encontram amplamente estudados, existem outros que carecem de uma análise mais aprofundada. É neste hiato que se pretende trabalhar, aproveitando a oportunidade de colaborar com uma unidade industrial, a Extrusal [1].

De seguida será feito um resumo sobre o alumínio em geral, sendo abordados de uma maneira breve temas como a sua origem, extração, transformação, utilização, propriedades e a denominação das suas ligas. Também serão apresentados de uma maneira mais específica os tipos de aplicação, a composição e as propriedades das ligas de alumínio da série 6xxx, à qual pertencem as ligas estudadas neste trabalho, mais concretamente, as ligas 6060 e 6061. Para finalizar, será apresentado o processo de extrusão, comparando-o com outros processos de conformação, referindo ainda as vantagens e aplicações. Depois, serão pormenorizadas as condições de extrusão de alumínio usadas pela Extrusal.

1.1.O alumínio e as suas ligas

O alumínio, com o símbolo químico Al, é o elemento metálico mais abundante na crosta terrestre. Devido à excelente relação peso/resistência mecânica do alumínio e suas ligas, entre outras características positivas como por exemplo a reciclabilidade, tem sido cada

vez mais uma opção em vários setores industriais como a indústria alimentar, aeronáutica, automóvel, construção/arquitetura, etc [2].

O alumínio raramente se encontra no estado puro, estando disseminado na natureza combinado com outros elementos. A bauxite é o mineral mais utilizado na produção do alumínio metálico. A obtenção do alumínio puro é efetuada por redução eletrolítica da alumina obtida pelo processo Bayer. Este método consiste em lavar o minério (bauxite), moê-lo e dissolvê-lo em hidróxido de sódio a altas temperaturas. O produto resultante destas operações, contém aluminato de sódio que, após filtragem e calcinação, origina alumina (Al_2O_3). A etapa seguinte consiste em extrair o alumínio metálico a partir da alumina, por intermédio de um sistema eletrolítico denominado de processo Hall – Héroult que envolve a fusão de uma mistura de alumina e criolite seguida de redução eletrolítica.

Outra forma de obter alumínio é através da reciclagem. O alumínio é 100% reciclável e pode ser reciclado infinitas vezes. Para além disso, a reciclagem só necessita de cerca de 5% da energia necessária para o extrair a partir da alumina [3-6].

De entre as inúmeras características e propriedades (Tabela 1) que diferenciam positivamente o alumínio de outros materiais, está a sua baixa massa específica ($2,7 \text{ g/cm}^3$), se comparada com a do ferro ($7,9 \text{ g/cm}^3$) e mesmo a do titânio ($4,5 \text{ g/cm}^3$). Outras propriedades igualmente relevantes são a capacidade de resistir à corrosão, devido a formação de uma camada superficial passivante, tal como acontece no aço inoxidável e no titânio, a aparência estética atraente, a não toxicidade, o fato de ser não magnético [6].

Tabela 1: Principais propriedades físicas do alumínio puro (%Al \geq 99,50) [5, 6]

Propriedade	Valor	Unidade
Estrutura cristalina	FCC	---
Massa específica (ρ)	~ 2,7	g/cm^3 (a 20 °C)
Temperatura de fusão	~ 660	°C
Calor específico (c)	0,91	K
Condutividade térmica (K)	237	W/m.K (a 20 °C)
Coefficiente de dilatação térmica (α)	23,5	$\times 10^{-6}/\text{K}$
Resistividade elétrica (ρ)	26,9 a 28,24 ($\times 10^{-9}$)	$\text{n}\Omega.\text{m}$ (a 20 °C)
Dureza Vickers	~20	---
Coefficiente de Poisson	0,33	---
Refletividade	71	%
Condutividade elétrica (σ)	$37,7 \times 10^6$	S/m

Não é comum utilizar o alumínio puro como material estrutural em aplicações na engenharia civil, na indústria aeronáutica ou na indústria automível, pois é um metal com pouca resistência mecânica (Tabela 2), muito dúctil e com baixo ponto de fusão.

Tabela 2: Propriedades mecânicas do alumínio puro (%Al \geq 99,50) à temperatura ambiente [5, 6]

Propriedade	Valor	Unidade
Alongamento	~ 50	%
Módulo de Young	69	GPa
Módulo de elasticidade transversal	26	GPa
Resistência à tração	46,9	MPa

Existem várias nomenclaturas para classificar o alumínio segundo o seu grau de pureza. Na Tabela 3 é apresentada uma delas,

Tabela 3: Classificação do alumínio segundo o grau de pureza [6]

Designação	Alumínio, %
Pureza comercial	99,50 – 99,79
Alta pureza	99,80 – 99,949
Super pureza	99,950 – 99,9959
Extrema pureza	99,9960 – 99,9990
Ultra pureza	Acima de 99,9990

A combinação do alumínio com outros elementos, tais como o silício (Si), o magnésio (Mg) ou o cobre (Cu), permite a formação de ligas de alumínio com características superiores e, por isso, com capacidade para concorrer com outros produtos nas mesmas áreas de utilização. Como termo de comparação, uma liga de alumínio com 1,6% de Cu, 2,5% de Mg e 5,6% de Zn pode apresentar uma resistência à tração de 570 MPa, enquanto o aço AISI 1035 com 0,35% de C tem, para o mesmo parâmetro, um valor de 600 MPa.

As ligas de alumínio podem ser separadas em duas categorias: ligas para fundição e ligas para trabalho mecânico (Tabela 4). Este último grupo ainda pode ser subdividido em,

ligas não tratáveis termicamente (endurecidas por trabalho a frio) e ligas tratáveis termicamente. [3, 7]

Tabela 4: Classificação das ligas de alumínio segundo a sua categoria, os principais elementos de liga e capacidade de endurecimento por tratamento térmico

Ligas para fundição		Ligas para trabalho mecânico		
Designação da série	Principal elemento de liga	Designação da série	Principal elemento de liga	Endurecível por tratamento térmico - ETT
				Não endurecível por tratamento térmico - NETT
1xx.x	Máximo 99% Al	1xxx	Al comercialmente puro	NETT
2xx.x	Cu	2xxx	Cu	ETT
3xx.x	Si + Mg e/ou Cu	3xxx	Mn	NETT
4xx.x	Si	4xxx	Si	ETT ou NETT (depende da quantidade de Si)
5xx.x	Mg	5xxx	Mg	NETT
6xx.x	Série não usada	6xxx	Mg + Si	ETT
7xx.x	Zn	7xxx	Zn	ETT
8xx.x	Sn	8xxx	Outros elementos (Ex. Fe, Ni ou Sn)	ETT ou NETT (dependendo dos principais elementos ligantes)
9xx.x	Outros elementos	9xxx	Não atribuído	---

Ao longo do tempo, foram criados vários sistemas de classificação para designar e especificar as propriedades da liga de alumínio em questão. A maioria destes sistemas baseia-se no criado pela Associação de Alumínio dos Estados Unidos da América (AA).

A nomenclatura utilizada por esta entidade, difere consoante estejamos a tratar de ligas para fundição ou de ligas para trabalho mecânico. As ligas pertencentes à primeira categoria (Tabela 4) são classificadas por intermédio de um código de quatro dígitos, com um ponto

decimal a separar o terceiro e quarto dígito. O primeiro dígito, que pode ir do 1 ao 9, identifica a série da liga de alumínio de acordo com o principal elemento ligante. O segundo e terceiro dígito indicam a pureza da liga (na série 1xx.x) ou indicam diferentes ligas dentro de uma mesma série (nas séries 2xx.x à 9xx.x). Por exemplo, a liga 150.x corresponde a um mínimo de 99,50% de alumínio e a liga 120.x corresponde a um mínimo de 99,20% de alumínio. O dígito depois do ponto decimal, que fornece informação sobre a forma do produto, toma o valor zero (0) para as peças fundidas e um (1) ou dois (2) para fazer referência à composição dos lingotes, quando o material se apresenta nessa condição.

Nas ligas para trabalho mecânico a nomenclatura (Figura 1) inclui quatro dígitos, onde o primeiro indica a série da liga (de 1 a 9) conforme o principal elemento ligante. O segundo dígito indica modificações da liga ou limites de impureza. Os últimos dois dígitos indicam a pureza da liga (na série 1xxx) ou não têm nenhum significado específico, a não ser diferenciar ligas dentro da mesma série (nas séries 2 a 8). Como exemplo, a nomenclatura da liga 1099, fornece a informação de que se está na presença de uma liga com uma pureza de 99,99% em alumínio. Existem situações pontuais em que se incluem letras, como prefixos ou sufixos, para completar a descrição da liga.

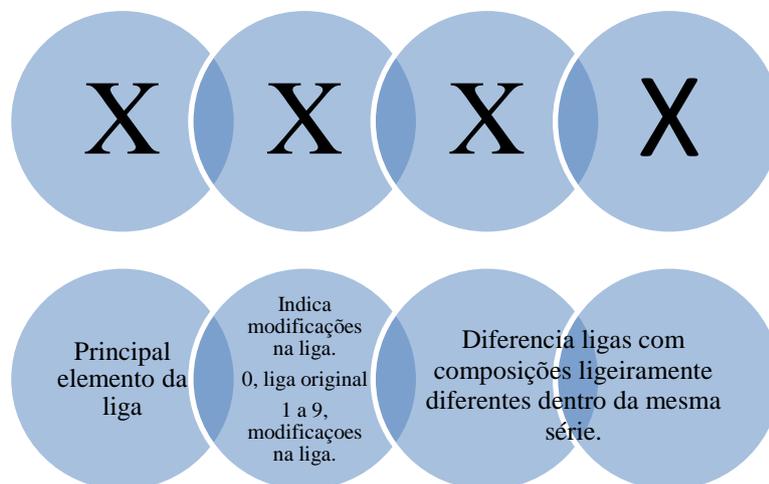


Figura 1: Sistema de classificação das ligas de alumínio segundo a sua composição

Também é importante fornecer, na designação de uma determinada liga, a sua história térmica. Esta informação é dada por uma combinação de letras (sempre maiúsculas) ou letras e algarismos, separados dos 4 dígitos principais por um hífen. O primeiro carácter, uma das letras maiúsculas F/O/H/W ou T, indica a tratamento térmico principal (Tabela 5) e os dígitos

adicionais, um número entre 1 e 10, indicam tratamentos térmicos subsequentes (Tabela 6). Seguindo a lógica da nomenclatura anterior, também aqui se dividem as ligas em dois grandes grupos, o das ligas endurecíveis termicamente e o grupo das ligas não endurecíveis termicamente.

Tabela 5: Designações das condições metalúrgicas das ligas de alumínio [5, 8]

Ligas endurecíveis termicamente		
Designação	Estado	Descrição
W	Solubilizado	Tratamento térmico por solubilização mas que envelhece espontaneamente à temperatura ambiente.
T	Tratado termicamente para obter um estado estável para além de F, O ou H.	Tratado termicamente com ou sem endurecimento por deformação.
Ligas não endurecíveis termicamente		
Designação	Estado	Descrição
F	Bruto de fabrico	Processo de produção sem cuidados especiais no controlo térmico e de endurecimento por deformação.
O	Recozido	Tratamento térmico que permite conferir um mínimo de resistência, melhorando a ductilidade e as dimensões.
H	Encruado	Endurecido por trabalho a frio.

Para as ligas endurecíveis termicamente, a designação do seu estado térmico é referenciado pela letra T ou W e, para discriminar tratamento adicionais, divide-se a condição metalúrgica T em 10 subestados, que são representados juntando um número de 1 a 10 ao T (Tabela 6). No caso das ligas não endurecíveis termicamente, a informação sobre o estado da liga é dada pelas letras F, O ou H (Tabela 5). O estado H é subdividido em 4 subestados (Tabela 6) [7-11].

As ligas de alumínio transformam-se num material usado por praticamente todos os setores industriais. O setor alimentar utiliza o alumínio em recipientes que vão desde as latas de refrigerantes até aos objetos de cozinha. A indústria da construção usa-o em funções de revestimentos, caixilharia e mobiliário. A indústria aeroespacial, náutica e automóvel, não

dispensam as ligas de alumínio para as usar em componentes de motores, sistemas de exaustão, carroçaria e fuselagem [1, 9, 12-14].

Tabela 6: Descrição das subdivisões da condição metalúrgica T e H [5, 8]

Ligas endurecíveis termicamente	
Designação	Descrição
T1	Arrefecimento desde uma temperatura elevada de conformação, seguido de envelhecimento natural até uma condição substancialmente estável.
T2	Arrefecimento desde a temperatura elevada de conformação, seguido de trabalho a frio e envelhecimento natural até uma condição substancialmente estável.
T3	Tratamento térmico de solubilização seguido de trabalho a frio e envelhecimento natural até uma condição substancialmente estável.
T4	Tratamento térmico de solubilização seguido de envelhecimento natural até uma condição substancialmente estável. Estado razoavelmente estável.
T5	Arrefecimento desde uma temperatura elevada de conformação, seguido de envelhecimento artificial.
T6	Tratamento térmico de solubilização, seguido de envelhecimento artificial.
T7	Tratamento térmico de solubilização, seguido de sobre-envelhecimento ou estabilização.
T8	Tratamento térmico de solubilização, seguido de trabalho a frio e envelhecimento artificial.
T9	Tratamento térmico de solubilização, seguido de envelhecimento artificial e trabalho a frio.
T10	Arrefecimento desde a temperatura elevada de conformação, seguido de trabalho a frio e envelhecimento artificial.
Ligas não endurecíveis termicamente	
Designação	Descrição
H1	Só encruamento.
H2	Encruado e parcialmente recozido.
H3	Encruado e estabilizado.
H4	Encruado e lacado ou pintado.

1.2. As ligas da série 6xxx

Do conjunto de ligas de alumínio, a série 6xxx é das mais utilizada comercialmente, graças ao conjunto de propriedades que possui [15]. Esta série possui como principais elementos de liga o silício e o magnésio (Tabela 7). Estes dois elementos de liga, que são

inseridos em proporções controladas, permitem a formação, durante tratamento térmico, de precipitados Mg_2Si , tornando assim a liga endurecível termicamente [16]. Alterações de composição das ligas 6060 e 6061 (Tabela 7) permitem ajustar as suas propriedades às exigências da finalidade pretendida.

Tabela 7: Constituição química e outras características típicas das ligas 6060 e 6061 [17]

Liga 6060											
Temperatura <i>liquidus</i>: 655 °C				Temperatura <i>solidus</i>: 615 °C				Densidade: 2,69			
Coefficiente médio de expansão térmica (20 a 100 °C) = 23,4 $\mu m/m.K$											
Composição da liga											
% em peso	Elementos										
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Outros cada	Outros total	Alumínio
Mínimo	0,30	0,10	---	---	0,35	---	---	---	---	---	---
Máximo	0,60	0,30	0,10	0,10	0,60	0,05	0,15	0,10	0,05	0,15	Restante

Liga 6061												
Temperatura <i>liquidus</i>: 652 °C				Temperatura <i>solidus</i>: 582 °C				Densidade: 2,71				
Coefficiente médio de expansão térmica (20 a 100 °C) = 23,7 $\mu m/m.K$												
Composição da liga												
% em peso	Elementos											
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Outros cada	Outros total	Alumínio
Mínimo	0,40	---	0,15	---	0,80	0,04	---	---	---	---	---	
Máximo	0,80	0,70	0,40	0,15	1,20	0,35	---	0,25	0,15	0,05	0,15	Restante

A adição de elementos de baixo ponto de fusão como o chumbo, o estanho ou o bismuto, confere melhor maquinabilidade a essas ligas. Já acrescentar pequenas quantidades de cálcio à composição da liga, implica uma diminuição do endurecimento por envelhecimento, ao mesmo tempo que aumenta ligeiramente a sua condutividade elétrica [18].

Apesar dessa possibilidade de ajustar as propriedades mecânicas (Tabela 8) de uma determinada liga para uma dada função, a série 6xxx apresenta um conjunto principal de características, transversal a todo o grupo: resistência mecânica elevada (mas menor do que

nas séries 2xxx e 7xxx), boa resistência à tração, elevada resistência à corrosão, facilidade na maquinagem e boa soldabilidade. Outro dos atrativos oferecido por esta série está relacionado com a adequabilidade aos processos de fabrico, facilitando o processamento (estampagem, extrusão etc.) e os acabamentos [7].

Tabela 8: Propriedades das ligas de alumínio 6060 e 6061 nos estados O, T4 e T6 [19]

Estado	Liga 6060			Liga 6061		
	O	T4	T6	O	T4	T6
Propriedades Mecânicas						
Tensão de cedência (0.2%) (MPa)	50	90	215	55	140	270
Resistência à tração (MPa)	100	160	245	125	235	310
Alongamento na rotura (%)	26	20	12	26	21	12
Dureza Vickers (HV)	25	55	90	30	70	100
Módulo de Young (GPa)	69,5			70		
Coefficiente de Poisson, (ν)	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33
Propriedades Físicas						
Capacidade térmica específica, C (J kg ⁻¹ K ⁻¹)	898	898	898	895	895	895
Condutividade térmica, λ (W m ⁻¹ K ⁻¹)	---	187	209	180	155	166
Resistividade elétrica, ρ (nΩ m)	---	---	32	37	43	40

A série 6xxx constitui cerca de 80% do total das ligas de alumínio processadas por extrusão [3]. A sua utilização em aplicações estruturais começa a ultrapassar a dos aços com baixo teor de carbono (componentes maquinados, peças de suporte, contentores etc), onde o peso, rigidez, resistência à corrosão e a facilidade de fabrico são características chave.

A liga 6060 é a mais usada em processos de enformação por extrusão devido às suas características, sendo particularmente adequada à produção de perfis com secções transversais complexas, com partes ocas e ranhuras, em que a peça extrudida se encontra praticamente nas condições de produto final para ser aplicado em setores como o dos transportes, da arquitetura e construção cívil entre outros (Tabela 9, onde a aptidão da liga para se adequar aos processos listados cresce de 1 para 7).

Tabela 9: Exemplos de características das ligas 6060 e 6061 segundo a sua aptidão [19]

Estado	Liga 6060			Liga 6061		
	O	T4	T6	O	T4	T6
Formabilidade a frio & Maquinabilidade:						
Geral	---	5	4	6	5	4
Estampagem Profunda	---	5	4	6	4	4
Extrudabilidade	7	7	7	5	5	5
Maquinabilidade	---	4	5	3	4	5
Aptidão para União						
Soldadura Oxigénio-Gás	5	5	5	5	5	5
Soldadura MIG/TIG a Arco	6	6	6	6	6	6
Resistência à Corrosão						
Geral	6	6	6	5	5	5
Atmosfera Marítima	5	5	5	5	5	5
Atmosfera Industrial	5	5	5	5	5	5
Atmosfera Rural	6	6	6	---	---	---
Anodização						
Anodização Colorida	6	6	6	5	5	5
Anodização para Proteção	6	6	6	6	6	6

Outra liga de alumínio muito utilizada é a 6061 devido às excelentes características (Tabela 9) de união, embora no caso de metais não similares devam ser tomadas algumas precauções. Não é uma liga muito apropriada para perfis com secções transversais complexas já que as suas superiores características mecânicas acabam por baixar a ductilidade. Esta liga é usada em componentes para estruturas sujeitas a grandes esforços mecânicos e térmicos, como navios, componentes para máquinas, postes e torres, caldeiras de vapor, rebites, aplicações aeroespaciais, rotores, tubos, conetores elétricos, ferragens decorativas, sistemas de travagem, corpos de válvulas, etc. [3, 8, 20–25].

1.3.O processo de extrusão

Os principais métodos de enformação são a laminagem, o forjamento, a trefilagem, a estampagem e a extrusão [26, 27]. Estes processos são utilizados consoante as condições ou o objetivo de produção. A sua escolha depende do material, tamanho e forma da peça,

temperatura de trabalho, do tipo de fluxo do material e do tipo de acabamento que se quer. O processo de extrusão permite o fabrico de perfis complexos com elevada uniformidade, versatilidade, e velocidade de produção. São praticamente ilimitadas as variedades de perfis permitidos pelo processo de extrusão. Os produtos obtidos por este processo de enformação vão desde componentes para a indústria aeronáutica, automóvel, construção civil etc. [26].

1.3.1. Princípios do processo de extrusão

No caso da extrusão, o fluxo de material é não contínuo e é, geralmente, realizado a quente. É uma tecnologia bastante utilizada na produção de perfis. O processo de extrusão pode ser direto (Figura 2), em que o material escoar no sentido do movimento do punção, ou inverso (Figura 3), onde o material escoar no sentido contrário ao movimento do punção. O primeiro destes processos é o mais comum [3] na extrusão de perfis de alumínio. Este método permite produzir secções sólidas, secções ocas, tubos, barras, varões, etc.

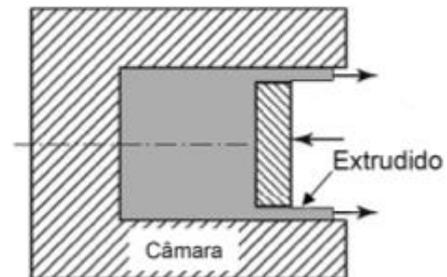
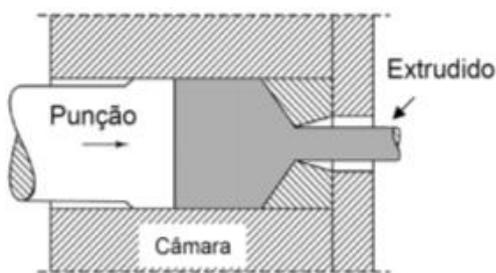


Figura 2: Processo de extrusão direto [26] Figura 3: Processo de extrusão inversa [26]

O ciclo completo de fabrico de um perfil de alumínio não se cinge ao processo de extrusão propriamente dito, envolvendo um conjunto de muitas outras etapas (Figura 4). No caso do alumínio, o processo de produção começa com o aquecimento dos biletos a 570 °C durante 4 – 6 h [29]. O objetivo desta etapa é homogeneizar o material, reduzindo ou eliminando segregações e tornando os biletos mais adequados ao processo de extrusão [3]. Após uma operação de corte, os biletos são geralmente novamente aquecidos num forno de preaquecimento antes de serem extrudidos. Em alguns casos pode acontecer a solubilização de elementos de liga. Durante o processo de extrusão o material é forçado sob pressão através

de uma feira com a forma pretendida. A temperatura do bilette imediatamente antes da matriz situa-se entre os 450 e os 470 °C [3].

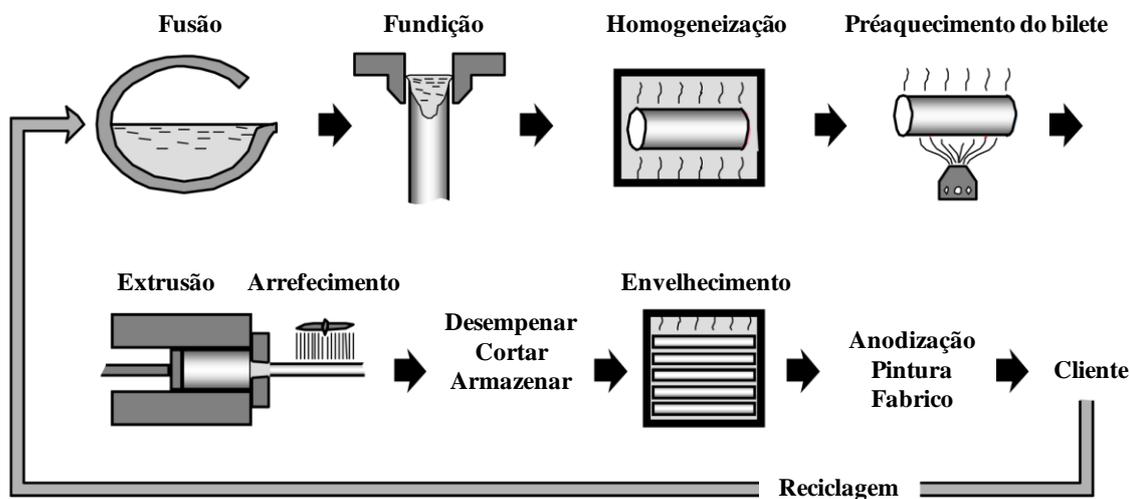


Figura 4: Etapas de processamento de perfis metálicos obtidos por extrusão [28]

De notar que cerca de 10 a 15% do material inicial não é aproveitado no processo por conter óxidos provenientes da superfície do bilette [26]. Por vezes, antes de o bilette entrar na extrusora, é aplicada uma fina camada de lubrificante para minimizar o atrito nas paredes do canal de extrusão e reduzir a pressão de extrusão. De qualquer forma, a energia libertada nesta operação provoca um aumento da temperatura do bilette, o que geralmente facilita o processo de enformação. O controlo da temperatura do perfil à saída da matriz tem como objetivo principal manter a velocidade de extrusão no valor máximo e garantir as características desejadas do extrudido.

A têmpera consiste num arrefecimento brusco com água e/ou ar, de modo a que o material se apresente à temperatura ambiente numa solução sólida sobressaturada. Após esta operação, o perfil é transferido para uma secção onde é submetido a tração, com deformações plásticas que podem ir dos 0,5 aos 2% [3], para eliminação de qualquer curvatura ou ondulação do extrudido (desempeno). Por fim, os perfis são cortados em tamanhos específicos e submetidos a um processo de envelhecimento artificial, durante 3 a 6 horas, a temperaturas que podem variar entre 170 a 190 °C [3]. A Figura 5 ilustra de uma forma esquemática a evolução da temperatura do material durante este processo.

O percurso do bilette acima descrito envolve parâmetros cujo controlo é essencial para garantir a qualidade do produto extrudido. Alguns dos mais decisivos são o tipo e a

complexidade da matriz, a composição da liga, a temperatura do bilette, do contentor e da matriz, a relação de extrusão e a velocidade de extrusão. Se estes parâmetros não forem convenientemente controlados, podem originar defeitos nos extrudidos. Por exemplo, a presença de fendas superficiais encontra-se muitas vezes relacionada com impurezas na liga, temperatura de extrusão insuficiente, atrito excessivo ou uma velocidade de processamento demasiado alta. Estes dois últimos parâmetros podem também ser responsáveis por um padrão de fluxo do metal, que leva os óxidos e as impurezas da superfície para o centro da peça, originando defeitos internos [3, 26, 28, 30].

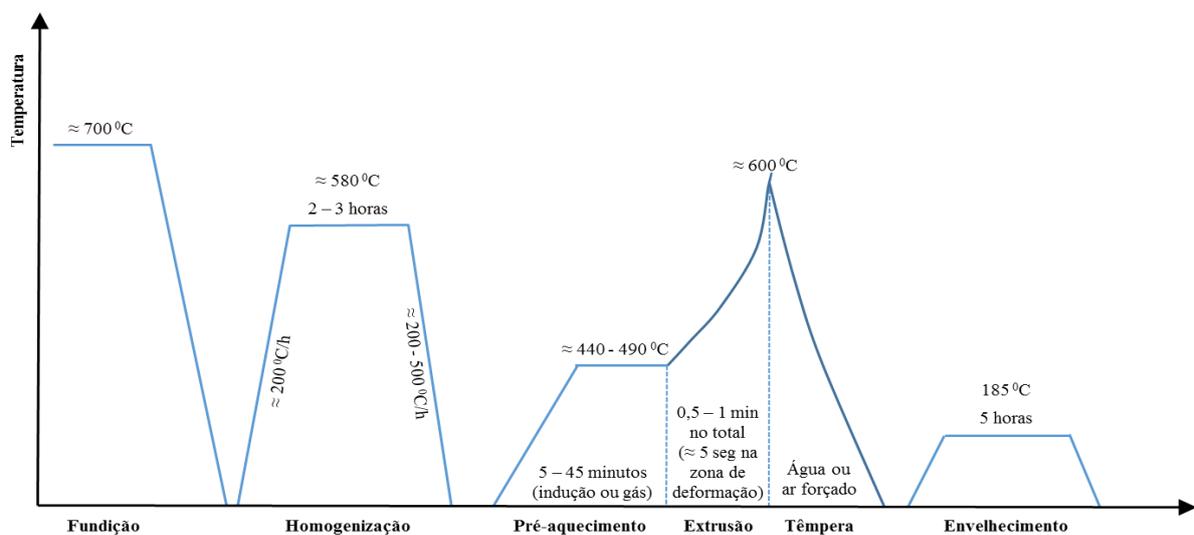


Figura 5: Evolução da temperatura do material durante as diversas etapas de produção [28]

1.3.2. O processo de extrusão da Extrusal

A Extrusal – Companhia Portuguesa de Extrusão, S.A., é um grupo constituído por cerca de 20 empresas. A sede do grupo, que surgiu em 1972, encontra-se situada em Aveiro, onde se encontra a unidade de produção dedicada à extrusão e tratamento de superfície de perfis de alumínio (lacagem ou anodização, por exemplo) para aplicação em áreas como a arquitetura, indústria automóvel e indústria em geral. O conjunto de ligas processadas engloba a série 6xxx, que pode ser subdividida em ligas *standard* (6060 e 6063) e ligas especiais (6061, 6083 e 6463), que são trabalhadas numa das 3 linhas de extrusão disponíveis. A capacidade produtiva é de aproximadamente 15000 toneladas por ano. O tipo de perfis disponibilizado pela Extrusal varia desde os perfis estruturais a técnicos, passando

por produtos *standard*, como varões, cantoneiras, perfis em “T”, “H” ou “U” e acabando nas peças maquinadas.

O processo utilizado pela Extrusal inclui receção e controlo das matérias-primas, limpeza ou lavagem dos biletos, preaquecimento, extrusão e tratamento térmico. A matéria-prima é fornecida na forma de biletos homogeneizados. Os biletos são levados para a plataforma de alimentação do forno de preaquecimento, onde a passagem de escovas de aço permite retirar impurezas e sujidades que causem defeitos no produto final. Após esta etapa, os biletos atravessam o forno de preaquecimento que possui 3 zonas com aumento gradual de temperatura. Na saída deste forno existe um sistema de corte para adequar o comprimento dos biletos à extrusora. Daqui, são transportados para o contentor da extrusora, que os mantém aquecidos até entrarem na extrusora propriamente dita. À saída da matriz, que foi preaquecida, o perfil é submetido ao arrefecimento rápido no túnel de arrefecimento. Na Extrusal, este túnel permite a opção entre dois meios de arrefecimento, ar e ar combinado com água. Passada esta etapa, os perfis são submetidos à etapa de desempenho e cortados para serem conduzidos até ao forno de tratamento térmico [1].

1.4. Tratamento térmico

Tratamento térmico é a designação dada sempre que se submete um material metálico a uma variação de temperatura. Podem ser realizados tratamentos térmicos com objetivos diferentes, mesmo antagónicos, de forma a conferir-lhe a ductilidade necessária ao processamento ou uma maior resistência mecânica. Alguns dos principais tratamentos térmicos passíveis de serem aplicados às ligas de alumínio¹ são a recristalização do material (recristalização primária) para restabelecer a microestrutura inicial (antes da deformação) e lhe conferir plasticidade, o preaquecimento, usual nos processos de extrusão ou de forjamento, com a finalidade de tornar o material mais dúctil e assim facilitar a sua conformação, a homogeneização, de modo a formar uma solução sólida homogénea dos solutos na matriz de alumínio. Existe também o tratamento térmico para endurecimento por precipitação, muito utilizado nas ligas da série 6xxx [31].

¹ No caso das ligas termicamente tratáveis.

Os métodos para aumentar a resistência mecânica de um metal procuram reduzir a mobilidade das deslocações. Isto pode ser conseguido através da redução do tamanho de grão, formação de solução sólida, trabalho a frio ou a formação de segundas fases [32]. Este último processo (endurecimento por precipitação) é o processo mais eficaz para as ligas de alumínio da série 6xxx [16, 32, 33], sendo conseguido através da precipitação de partículas de segunda fase, finamente dispersas nos grãos de alumínio. Para que esta precipitação ocorra, a fase a precipitar deve apresentar um limite de solubilidade apreciável que diminua durante o arrefecimento (Figura 6). A composição da liga deve encontrar-se na gama de concentrações de soluto que permita a solubilização total [34, 35].

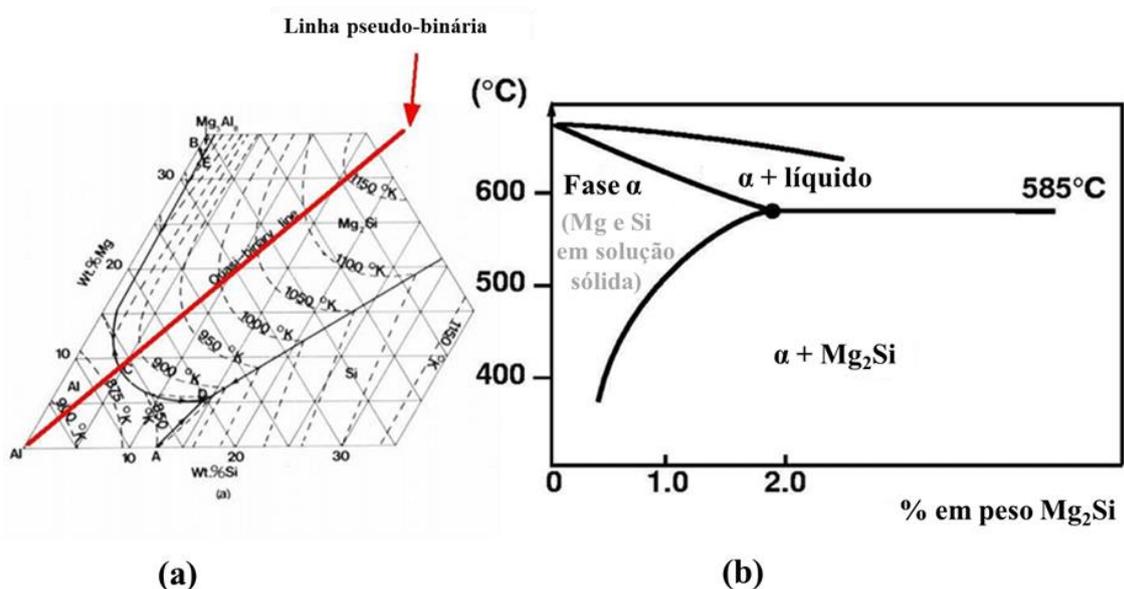
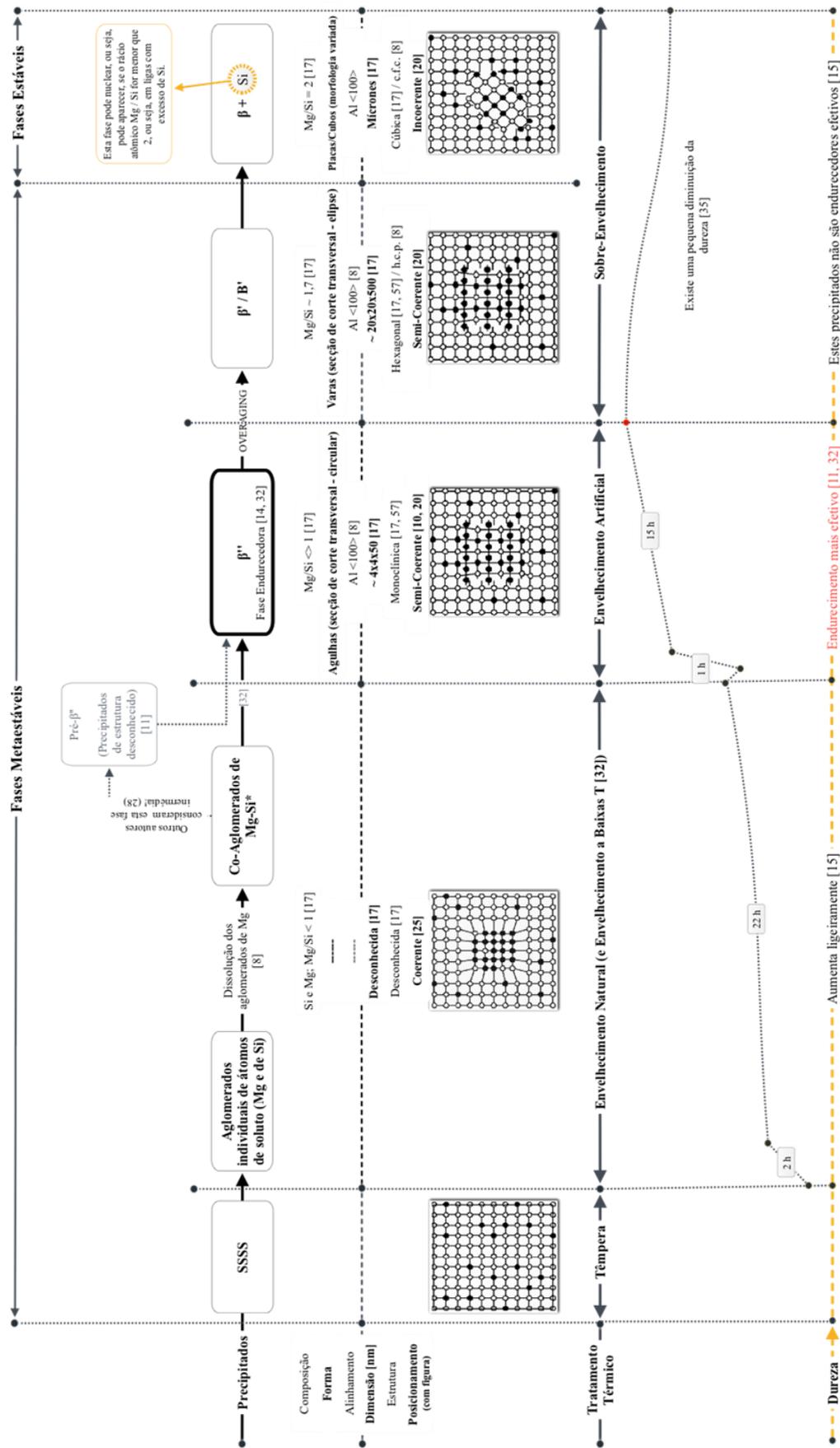


Figura 6: Diagramas de fases das ligas Al-Mg-Si. a) Detalhe do diagrama de fases ternário; b) Parte da seção vertical do sistema pseudo-binário Al-Mg₂Si [35]

O endurecimento por precipitação das ligas de alumínio, com Mg e Si como solutos maioritários, ocorre por precipitação de fases metaestáveis [32], precursoras da fase de equilíbrio, β (Mg₂Si) [33]. Embora a sequência de precipitação seja de elevada complexidade [33, 36–38], muitos autores concordam em considerar como provável a sequência apresentada na Figura 7. Variações na composição da liga ou alterações nos parâmetros dos tratamentos térmicos realizados, temperatura e tempo, por exemplo, podem levar a uma sequência de precipitados diferente.



* Não existe uma notação consistente na literatura para definir alguns dos estágios iniciais. Por exemplo: os co-aglomerados são tanto referidos como fase β' inicial, como Zona GP-I ou ainda como Zona GP. O pre-β' pode ser referido como Zona GP-I. Nos casos em que se utiliza a denominação Zona GP-I, a fase β' pode ser rotulado por Zona GP-II. [11]
 ** Evolução típica da dureza de acordo com a sequência de precipitação para uma liga Al-Mg-Si. Os valores de temperatura, tempo e dureza utilizados, como exemplo, foram retirados da referência [60].

Figura 7: Sequência provável de precipitação e respetiva relação com a evolução da dureza, de acordo com a fase do tratamento térmico

Este processo, também conhecido por endurecimento por envelhecimento, pode ser dividido em três etapas ou fases distintas (Figura 8): solubilização, têmpera e envelhecimento [33, 39].

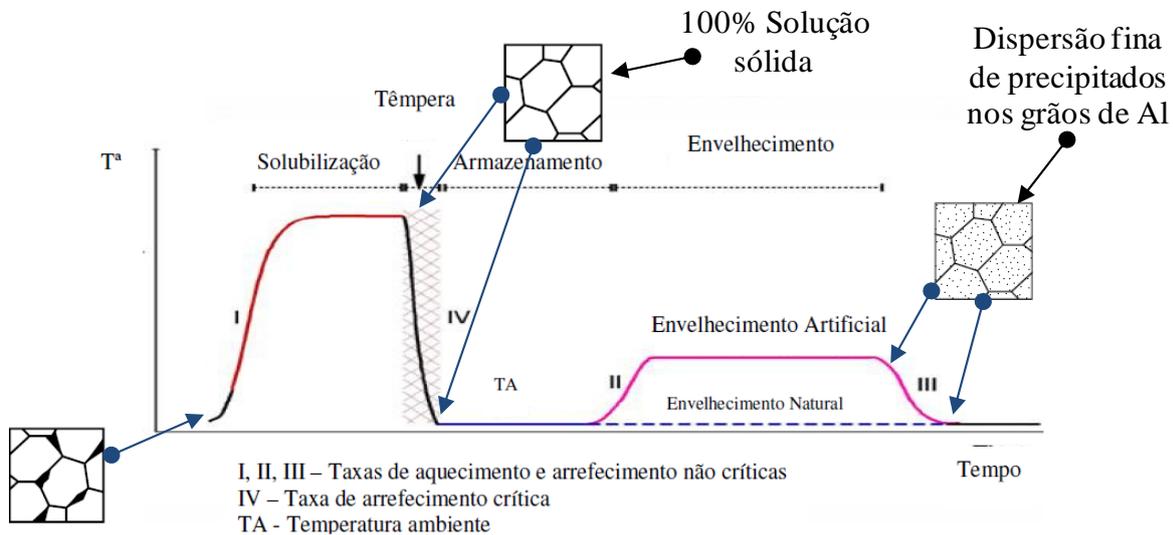


Figura 8: Representação esquemática do processamento térmico de uma liga de alumínio e respetiva evolução microestrutural

A solubilização, como o próprio nome indica, consiste em submeter o material a uma temperatura suficientemente elevada para que ocorra a dissolução total do soluto, obtendo-se uma solução sólida (SS). A composição da liga dita o valor mínimo da temperatura a que é efetuada a etapa de solubilização, sendo que, será sempre acima da linha *solvus*. Para as ligas Al-Mg-Si esta temperatura é geralmente superior a 500 °C [16].

O tempo de solubilização é outro parâmetro de processamento importante que pode ir de uns minutos para uma folha fina de material ou durar até 20 horas para peças mais volumosas. A solubilização total da liga é crucial para o sucesso das etapas seguintes. A permanência de alguma quantidade de soluto vai comprometer a precipitação controlada na fase do envelhecimento. Para a série 6xxx, a solubilização é efetuada a uma temperatura entre os 500 e os 530 °C (Tabela 10).

A segunda etapa deste tratamento térmico, a têmpera, consiste no arrefecimento brusco da liga desde a temperatura de solubilização até à temperatura ambiente, obtendo assim uma solução sólida sobressaturada, SSSS. Desta forma, consegue-se manter a solução sólida à temperatura ambiente, embora numa situação metaestável (ver Figura 8 e Figura 9).

Tabela 10: Condições típicas usadas nos tratamentos de algumas ligas da série 6xxx [40]

Liga	Forma do produto	Tratamento térmico de solubilização (a)		Tratamento térmico de precipitação		
		Temperatura da liga (b) [°C]	Condição metalúrgica	Temperatura do metal (b) [°C]	Tempo (c) [h]	Condição
6061 (e)	Vara extrudida, barra, formas da secção de perfil, tubo	530 (d)	T4	175	8	T6
			T4510	175	8	T6510
			T4511	175	8	T6511
6063		530 (d)	T42	175	8	T62
			T1	205 (f)	1	T5
			T4	175 (f)	8	T6
6066		530	T42	175 (f)	8	T62
			T4	175	8	T6
			T4510	175	8	T6510
			T4511	175	8	T6511

a) O material deve ser temperado o mais rapidamente possível depois do tratamento de solubilização. Quando o material é temperado por imersão em água, a menos que haja contraindicação, ela deve encontrar-se à temperatura ambiente e deve ser mantida abaixo dos 38 °C durante o processo de têmpera. O uso de jatos de água fria de alta velocidade e de elevado volume também são eficazes em alguns materiais.

b) As temperaturas nominais indicadas devem ser atingidas o mais rápido possível e mantidas numa tolerância dentro dos ± 6 °C durante o tratamento.

c) Tempo aproximado à temperatura indicada. O tempo específico vai depender do tempo necessário para a carga atingir a temperatura pretendida. O tempo indicado é baseado num aquecimento rápido com o tempo de permanência medido a partir do tempo que a carga demora a atingir a temperatura pretendida num intervalo de ± 6 °C.

d) Através de um controlo adequado da temperatura de extrusão, o produto poderá ser submetido diretamente a têmpera, a partir da extrusora, de forma a proporcionar propriedades específicas a esta têmpera. Alguns produtos poderão ser adequadamente temperados por jatos de ar à temperatura ambiente.

e) Estes tratamentos térmicos também se aplicam a folhas alclad e a chapas nestas ligas.

f) Também pode ser utilizado um tratamento alternativo de 3 h a 182 °C.

g) Também pode ser utilizado um tratamento alternativo de 6 h a 182 °C.

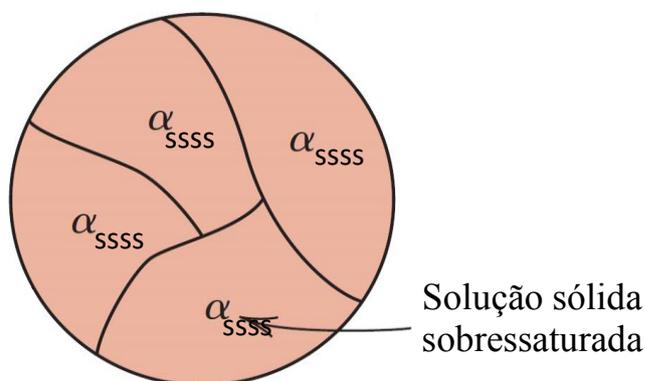


Figura 9: Liga de alumínio num estado de solução sólida sobressaturada após têmpera

Velocidades de arrefecimento muito baixas podem permitir a formação de precipitados com características inadequadas para promover o endurecimento da liga [16]. Além disso, estes precipitados, consomem átomos de soluto que são necessários para a formação controlada de precipitados endurecedores [41]. A precipitação durante a têmpera implica a diminuição dos valores da tensão limite de elasticidade (Figura 10) e de rotura após o envelhecimento. Alguns estudos apontam para uma redução destes valores quando são utilizadas taxas de arrefecimento inferiores a 10 °C/s [16, 42]. No entanto, velocidades de arrefecimento muito elevadas podem provocar tensões residuais suficientemente elevadas que originem distorções na peça [43].

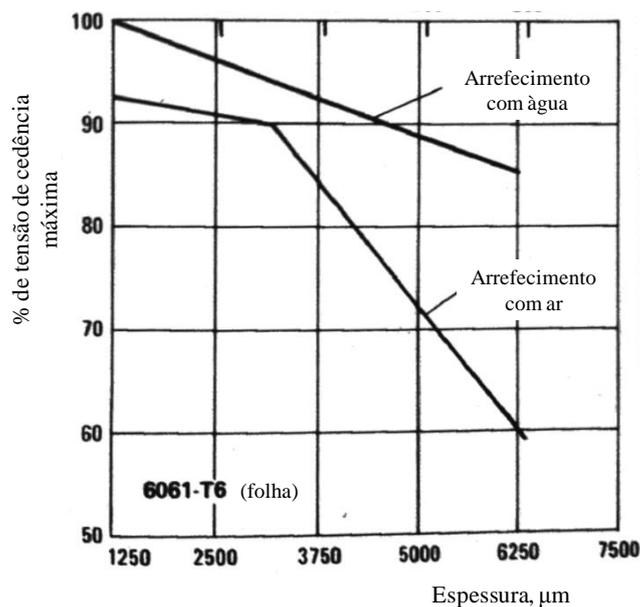


Figura 10: Efeito do meio de têmpera na resistência de uma chapa de alumínio 6061-T6. Têmpera em imersão em água equivale a 100%, para chapa com 1,25 mm de espessura

Na Figura 11 são apresentadas algumas curvas Tempo-Temperatura-Transformação (TTT), incluindo a da liga 6061 (curva C), uma das focadas neste estudo. O arrefecimento na têmpera deve ser tão rápido que mantenha a curva de arrefecimento do lado esquerdo do diagrama.

Na última etapa (envelhecimento), a precipitação deve ocorrer de forma controlada. Neste estágio, o material é mantido a uma temperatura constante durante um determinado intervalo de tempo, de modo a permitir a precipitação da segunda fase (Mg_2Si , no caso das ligas Al-Mg-Si) (Figura 12).

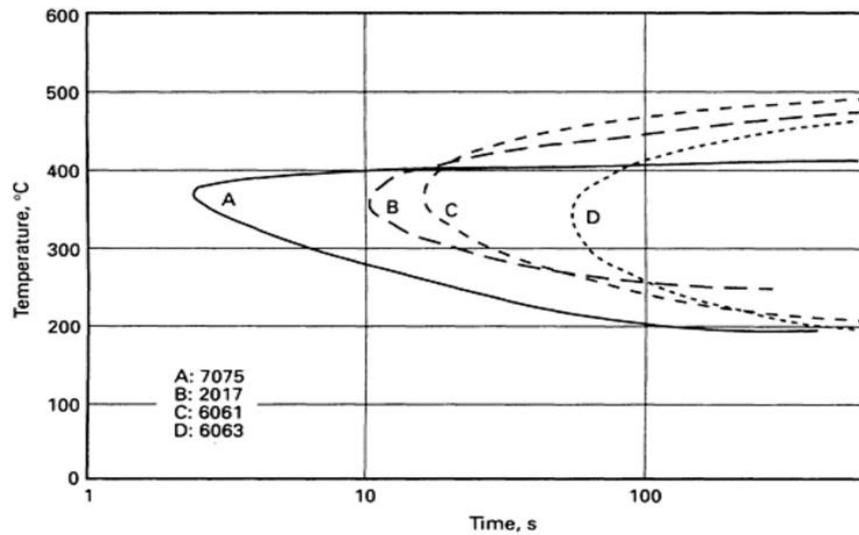


Figura 11: Diagrama TTT (curva a 95% do máximo da tensão cedência) para várias ligas de alumínio [44]

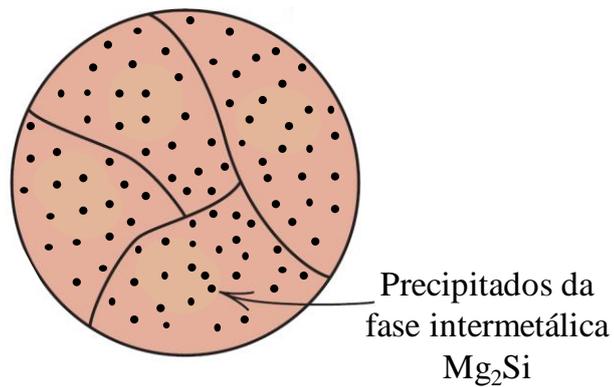


Figura 12: Distribuição dos precipitados intermetálicos Mg_2Si (pontos escuros) nos grãos de Al

A temperatura de envelhecimento deverá ser inferior à temperatura da linha *solvus*, (Figura 13) para promover a precipitação a partir da solução sólida sobressaturada.

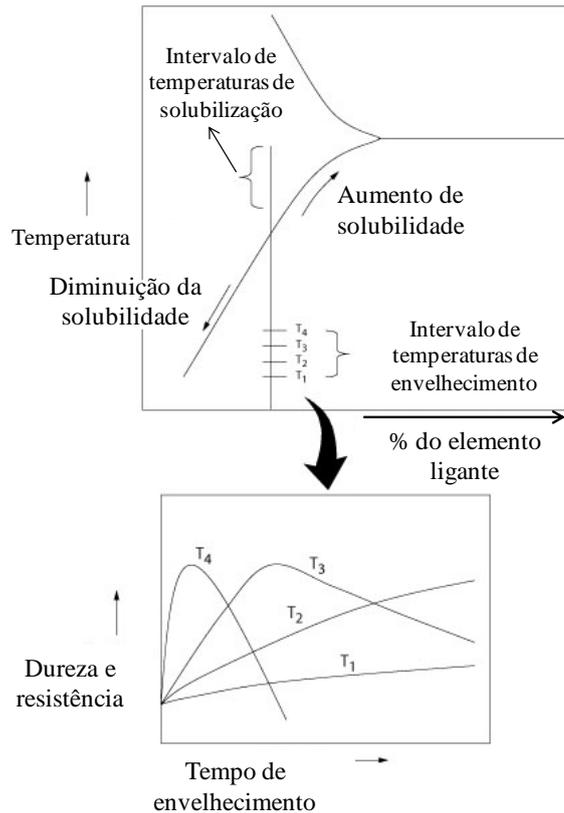


Figura 13: Relação entre a temperatura de envelhecimento e a dureza ou resistência mecânica

A temperatura e o tempo de envelhecimento dependem do tipo de liga e das propriedades finais pretendidas. Se o envelhecimento for realizado à temperatura ambiente, denomina-se por envelhecimento natural, se for a uma temperatura mais elevada, tipicamente entre 150 e 180 °C [38, 45], é chamado de envelhecimento artificial [16]. Esta etapa pode realizar-se em um ou vários patamares (Figura 14), com uma duração total que pode ir de 8 até 24 horas.

O envelhecimento natural é difícil de evitar em ambiente industrial. A sua ocorrência pode acarretar efeitos na capacidade de endurecimento artificial posterior. Por exemplo, a liga 6061, rica em Mg e Si vê as propriedades mecânicas prejudicadas após o endurecimento artificial quando é sujeita a envelhecimento natural prévio. É o chamado efeito negativo do pré-envelhecimento [33, 37, 45–50]. Já as ligas com baixo conteúdo de Mg e Si, menos usadas, apresentam uma ligeira influência positiva do pré-envelhecimento natural [50].

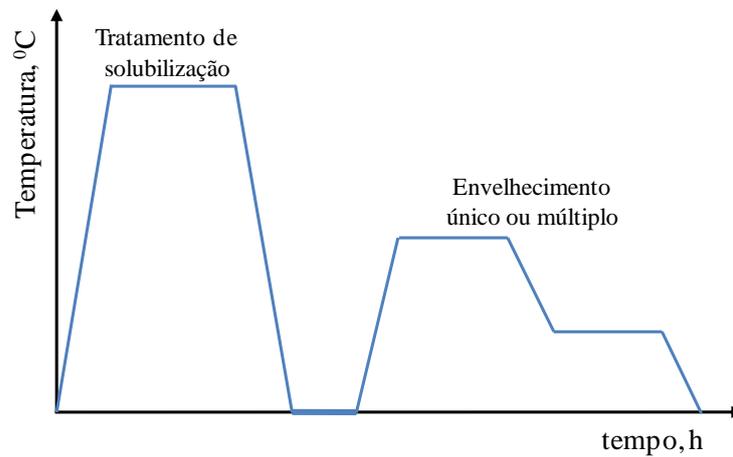


Figura 14: Exemplo de ciclo térmico de solubilização e envelhecimento artificial com múltiplos patamares

O endurecimento por precipitação pode assumir vários estados. São eles o subenvelhecimento, o pico de envelhecimento e o sobre-envelhecimento [51]. O primeiro acontece quando o material apresenta precipitados muito finos sem uma estrutura definida (zonas Guinier-Preston (GP)) que, durante o processo de envelhecimento, evoluem para precipitados do tipo β'' , coerentes com a matriz. O material subenvelhecido apresenta um pequeno aumento de dureza [52]. A industrial automóvel, por vezes, utiliza o material no estado subenvelhecido que evolui para o pico de envelhecimento durante o tratamento térmico denominado de “*Paint-bake cycle*” [37, 50].

O pico de envelhecimento ocorre quando a fase β'' finamente dispersa é predominante, embora a densidade de coágulos Si-Mg ainda possa ser elevada [53]. É nesta condição que o material atinge o patamar máximo de dureza [52]. A continuação do tratamento térmico pode levar à transformação da fase β'' em fase β' semicoerente. Finalmente, a estrutura estabiliza com a fase β , incoerentes com a matriz. É o chamado estado de sobre-envelhecimento, onde a microestrutura é caracterizada por precipitados grosseiros do tipo β [53]. Os autores Matsuda et al [54] e Gupta et al. [55] relataram que numa liga 6xxx com excesso de Si também ocorre a presença de precipitados de Si.

1.5.Comentários finais e objetivo do trabalho

As grandes diferenças de capacidade térmica dos perfis extrudidos (ocos ou maciços), de configurações (com uma ou múltiplas cavidades interiores), e os grandes volumes de material envolvidos no envelhecimento artificial industrial, favorecem diferenças nas propriedades mecânicas após tratamentos térmicos num mesmo perfil, entre tipos diferentes de perfis e dentro de uma mesma carga. Na prática, as regiões exteriores de um mesmo perfil estarão sempre sujeitas a processos de arrefecimento e aquecimento mais rápidos, o mesmo se podendo dizer em relação à distribuição dos perfis numa carga. O trabalho agora proposto tem por objetivo principal tentar compreender diferenças de comportamento entre perfis sujeitos a tratamento industrial com base nos resultados obtidos com amostras de pequena dimensão sujeitas a tratamento térmico à escala laboratorial, onde o controlo de taxas de aquecimento e de arrefecimento é muito mais fácil.

2. REALIZAÇÃO EXPERIMENTAL

Neste capítulo será detalhado toda a realização prática deste trabalho, desde a preparação das amostras até à realização dos ensaios de dureza, da análise microestrutural e dos tratamentos térmicos efetuados. Em termos esquemáticos esta informação encontra-se condensada na Figura 15. Como ponto de partida foram usadas amostras com três tipos de geometrias e diferentes condições, umas correspondendo a fatias de biletos das ligas 6060 e 6061 (matéria prima), outras a provetes (da liga 6061) com diferentes condições (T4 e T6), e finalmente o que aqui será designado por um troço (também da liga 6061), correspondendo a um material extrudido, em estado T4.

2.1.Introdução

Este trabalho pode ser dividido em 3 contributos complementares, decorrentes de preocupações identificadas pela Extrusal. O principal contributo envolve o estudo do efeito do percurso térmico de envelhecimento artificial nas ligas Al 6060 e Al 6061, com o objetivo de avaliar se diferentes percursos seriam suficientes para alterar a condição dos perfis, comprometendo a eficácia do tratamento térmico. Para esta abordagem procedeu-se ao envelhecimento de várias amostras das duas ligas, fazendo variar a velocidade de aquecimento e de arrefecimento (choque térmico em água ou arrefecimento lento em forno). De seguida realizaram-se ensaios de microdureza de Vickers e procedeu-se à caracterização microestrutural por microscopia eletrónica de varrimento (SEM) de transmissão (TEM), para relacionar o comportamento mecânico com o tratamento térmico e a microestrutura.

Um segundo contributo pontual diz respeito ao controlo das matérias-primas fornecidas supostamente no estado homogeneizado. Para o efeito analisaram-se fatias desse material através de ensaios de microdureza e observações por SEM para identificar e compreender eventuais defeitos de produção.

Um terceiro contributo teve como propósito verificar a influência das condições de armazenamento (em congelador ou ambiente de fábrica) na condição do material.

Ao longo das próximas secções explicar-se-á em maior detalhe o modo de obtenção das amostras tratadas bem como o tipo de tratamentos e caracterização de que foram alvo.

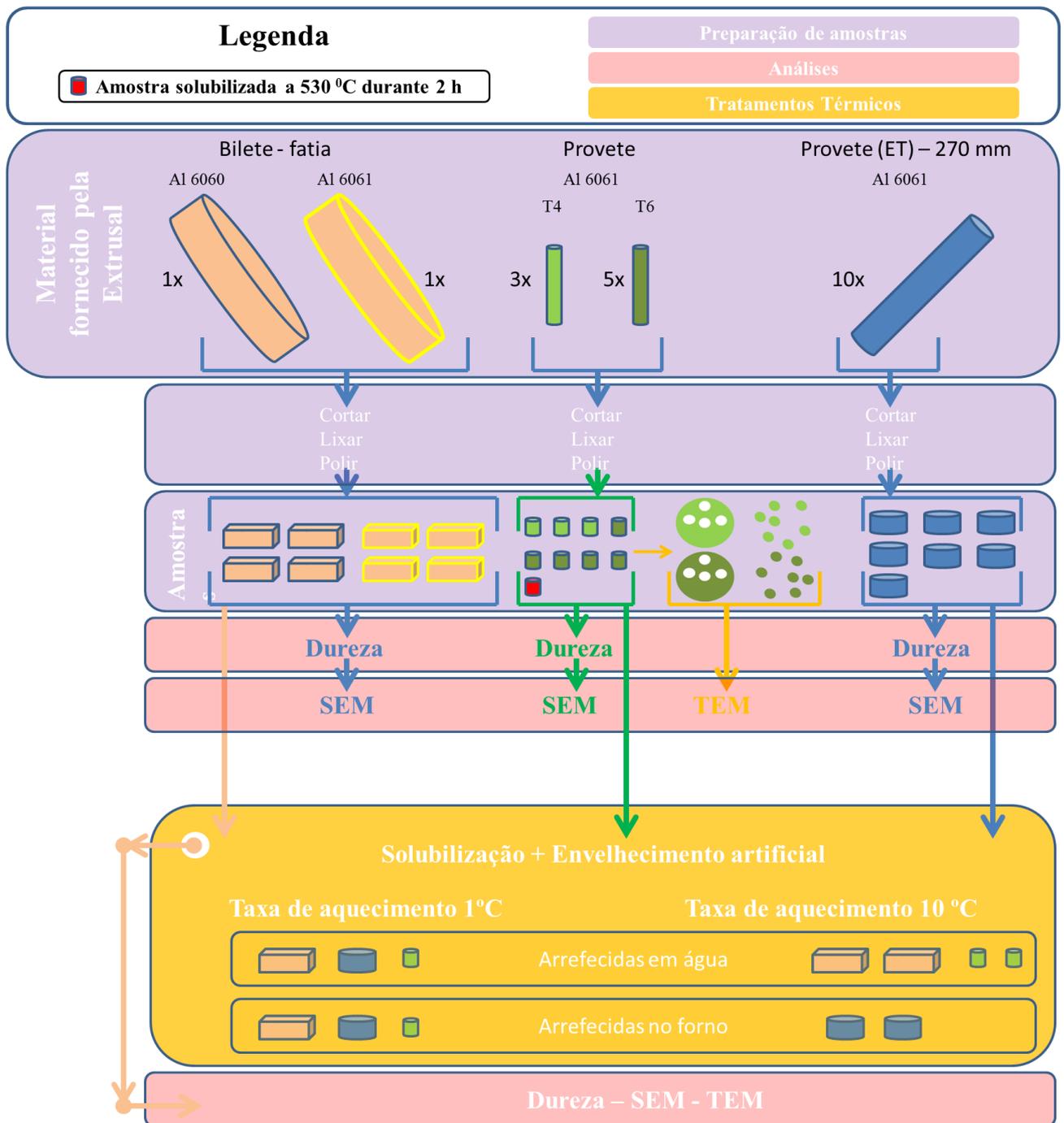


Figura 15: Visão geral das etapas da realização experimental, com os ensaios realizados

2.2. Material estudado

Para este estudo foi fornecido pela empresa Extrusal material das ligas 6060 e 6061, fornecido em condições distintas (diretamente do fornecedor no estado homogeneizado, após tratamento térmico T4 e armazenamento em congelador ou fábrica e com tratamento térmico T6 e armazenamento em congelador ou fábrica). Como já se referiu, o material apresentava-se em 3 formatos diferentes (fatias de biletas, troço e provetes).

Os termos “fábrica” e “congelador” são usados para indicar que o material foi armazenado em ambiente de fábrica após o tratamento térmico de envelhecimento ou se foi guardado em frio imediatamente após envelhecimento. A finalidade primária destes estados distintos é estudar a influência das condições de armazenamento na microestrutura e nas propriedades mecânicas do material.

Dada a variedade do material estudado em termos de tipo de liga, tratamento térmico, condições de armazenamento e formato, foi criada uma nomenclatura para facilitar a identificação das amostras. Este código identificativo é composto por campos que, no seu conjunto, descrevem e definem cada amostra. Cada campo é separado por um ponto (.) e fornece uma informação diferente.

Para além disso este código é dividido em duas partes separadas por um asterisco (*). A primeira parte dá informação sobre o material que foi entregue e o segundo sobre os tratamentos a foi submetido. Na Tabela 11 é apresentada a explicação detalhada para cada campo do código.

Como exemplo, a identificação **F.61.H.4*SE10.AG** significa:

- que se trata de uma fatia de bilete (**F**)
- da liga 6061 (**61**)
- que foi homogeneizada (**H**)
- que foi retirada uma amostra da zona 4 (**4**)
- que a amostra foi submetida a um tratamento térmico de solubilização seguido de envelhecimento (**SE**)
- que a taxa de aquecimento foi de **10 °C/min (10)**
- que a amostra sofreu arrefecimento em água (**AG**).

Na Tabela 12 encontra-se resumida toda a informação relacionada com o material utilizado no desenrolar deste estudo, usando a notação agora mesmo introduzida. Assim, como exemplos, uma fatia de bilette da liga 6060, homogeneizada (F.60.H), um provete da liga 6061 na condição T6, guardado em ambiente fábrica, de que foi tirada uma amostra 3 (PR.61.T6.FB.3), ou ainda um troço da liga 6061 em condição T4 (ET.61.T4)

Tabela 11: Significado dos campos do código de identificação das amostras

Campo	Informação fornecida e abreviatura
(.)	Separa a informação de cada campo.
(*)	Separa a informação do material entregue relativamente aos tratamentos térmicos efetuados.
F, PR ou ET	Indica a origem da amostra, se fatia de bilette (F), se de um provete (PR) ou se extraída do troço de 270 mm utilizado nos ensaios de tração (ET).
60 ou 61	Indica a série da liga 60xx a que pertence a amostra. 61 se a amostra for da série 6061 e 60 no caso da série 6060.
S ou H	Usado nos casos em que a amostra foi submetida a um tratamento térmico anterior ao envelhecimento. Pode ser solubilização (S) ou homogeneização (H).
T4 ou T6	Indica envelhecimento natural (T4) ou envelhecimento artificial (T6).
CG ou FB	Indica as condições de armazenamento após o envelhecimento, em congelador (CG) ou em ambiente fábrica (FB).
1,....,8	Indica de que zona do bilette foi cortada a amostra (1, 2, 3 etc.).
SE1	Indica que foi efetuado um tratamento térmico de solubilização seguido de envelhecimento térmico com uma taxa de aquecimento de 1 °C/min até um patamar de 180 °C com duração de 7 horas.
SE10	O mesmo que SE1 com taxa de aquecimento de 10 °C/min.
AG	Indica que o arrefecimento da amostra foi realizado em água.
FN	Indica que o arrefecimento da amostra foi realizado no próprio forno.

Tabela 12: Características do material fornecido pela Extrusal

Material	Liga	Tratamento térmico	Obs.	Designação
Provete	6061	T4	Fábrica	PR.61.T4.FB.1
Provete	6061	T4	Fábrica	PR.61.T4.FB.2
Provete	6061	T4	Congelador	PR.61.T4.CG.1
Troço	6061	T4	-----	ET.61.T4
Provete	6061	T6	Fábrica	PR.61.T6.FB.1
Provete	6061	T6	Fábrica	PR.61.T6.FB.2
Provete	6061	T6	Fábrica	PR.61.T6.FB.3
Provete	6061	T6	Congelador	PR.61.T6.CG.1
Provete	6061	T6	Congelador	PR.61.T6.CG.2
Fatia	6061	Biletes homogeneizados direto do fornecedor		F.61.H
Fatia	6060	Biletes homogeneizados direto do fornecedor		F.60.H

Relativamente à liga 6060, como o objetivo inicial era unicamente o estudo da matéria-prima, foi utilizada uma fatia na condição entregue pelo fornecedor, com tratamento térmico de homogeneização após fundição. Posteriormente, optou-se por efetuar o mesmo estudo de perfil de envelhecimento elaborado para a liga 6061. Assim seriam obtidos mais resultados e seria mais fácil confirmar uma tendência ou um comportamento. Na Tabela 13 encontra-se discriminada a composição da liga 6060 usada.

Tabela 13: Composição química da liga 6060 a partir da qual foi feita a fatia de bilete

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
%	0,45	0,19	0,01	0,02	,54	0,01	0,002	0,01	restante

No que concerne à fatia da liga 6061 foram feitos os mesmos estudos descritos anteriormente para a liga 6060. Com o troço e provetes estudou-se o efeito do perfil térmico, sendo que os últimos também foram utilizados no estudo da influência das condições térmicas de armazenamento. A composição química dos provetes, troço e fatia desta liga encontra-se na Tabela 14.

Tabela 14: Composição química da liga 6061 nos 3 formatos entregues (Al- restante)

Material	Composição (%)							
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti
PR	0,71	0,21	0,180	0,110	0,94	0,080	0,010	0,001
ET	0,70	0,19	0,160	0,100	0,92	0,07	0,010	0,010
F	0,70	0,19	0,160	0,100	0,92	0,07	0,010	0,010

2.3. Tratamento térmico

Todas as amostras sujeitas ao processo de envelhecimento foram primeiro submetidas ao tratamento de solubilização. A exceção foi a amostra nº 4 no estado T6. Esta amostra foi solubilizada uma vez a 530 °C com um patamar de duas horas, e serviu para comparar as durezas antes de solubilizada (com tratamento térmico T6) e nas duas condições de solubilização. Nesta amostra também foi efetuada análise microestrutural.

2.4. Ensaio de dureza

2.4.1. Preparação de amostras

Para a realização do corte dos provetes com as dimensões necessárias para cada ensaio (cerca de 10 mm de espessura para dureza e 2 ou 3 mm para SEM e TEM), foi utilizado um serrote (Pirra rápida 160) com arrefecimento da zona de corte.



Figura 16: Numeração das zonas das amostras a partir da fatia de bilette

A etapa do polimento manual foi efetuada num sistema Metaserve 2000, utilizando a sequência de discos de polimento de granulometria 80, 180, 400 e 1000 (mesh).

2.4.2. Determinação da dureza Vickers

Neste trabalho foram determinadas as durezas Vickers das ligas com o objetivo de avaliar a sua resistência mecânica. Neste ensaio é utilizado um penetrador de diamante com a forma de uma pirâmide quadrangular com ângulo entre faces de 136° (Figura 17).

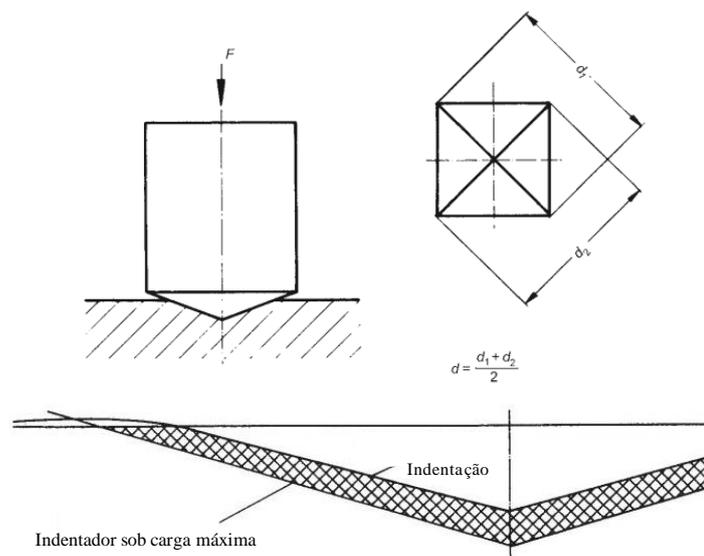


Figura 17: Determinação da dureza Vickers

$$HV = 0,1891 \times F / d^2 \quad (1)$$

onde F é a força de teste em Newton e d o comprimento das diagonais de indentação em mm. Este método tem como vantagens ser aplicável a todos os materiais, permitir a determinação da dureza de micro constituintes ou peças muito pequenas e proporcionar grande precisão na medida.

Para medir a microdureza Vickers efetuaram-se um total de 30 indentações por amostra, em conjuntos de 10, ao longo de 3 regiões distintas. A carga e a duração da pressão foram de 200 gf e 15 s respetivamente. Para a medida das diagonais das indentações foi utilizado um microscópio ótico equipado com um sistema de aquisição de imagem, cuja ampliação foi previamente calibrada.

2.5. Caraterização microestrutural

Na análise microestrutural utilizou-se microscópios eletrônicos de varrimento (SEM) Hitachi SU-70 e de transmissão (TEM) Hitachi H9000, equipados com espectrómetros de dispersão de energias (EDS) que permitiram determinar a composição química local das amostras.

Para observação em SEM, as amostras inicialmente foram submetidas a polimento com lixas de SiC com granulometrias progressivamente menor. De forma a garantir uma superfície de análise sem artefactos produzidos pelo polimento mecânico, as amostras foram submetidas a uma etapa final de polimento eletrolítico, utilizando para o efeito um equipamento LectroPol-5 da marca Struers, operando a uma voltagem de 39 V durante 15 segundos, e uma solução de polimento A2 fornecida pela empresa Struers. Dado que este sistema ficou disponível numa fase final do trabalho, apenas algumas amostras analisadas por SEM foram submetidas a polimento eletrolítico prévio. As restantes amostras foram preparadas apenas por polimento mecânico utilizando pastas de diamante com granulometria sucessivamente menor, sendo a última de 1 μm .

As amostras utilizadas nas observações por microscopia eletrónica de transmissão foram preparadas por desbaste mecânico em ambas as faces com lixas de SiC até uma espessura inferior a 100 μm (Figura 18). Das amostras resultantes foram cortados, com um punção, discos com 3 mm de diâmetro que, de seguida, foram submetidos a um processo de polimento eletrolítico em ambas as faces até à perfuração, utilizando uma voltagem de 10 V e uma solução constituída por 25% (vol.) de ácido nítrico e metanol.



Figura 18: Preparação de uma amostra para observação em TEM

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão apresentados e discutidos os resultados obtidos no trabalho. Primeiro serão tratados os resultados de dureza e de seguida será feito o mesmo relativamente à análise microestrutural. As medições de dureza foram usadas para identificar as condições que poderiam merecer maior atenção do ponto de vista de análise microestrutural.

Importa ainda recordar que o trabalho envolveu diferentes tipos de amostras e estados, nomeadamente amostras iniciais (homogeneizadas e nas condições T4 e T6) e amostras que foram submetidas a tratamentos térmicos de envelhecimento. Assim, a apresentação dos resultados e respetiva discussão será dividida em duas partes: antes e após tratamento de térmico de envelhecimento das ligas em laboratório.

3.1. Caraterização mecânica do material

3.1.1. Amostras no estado T4, T6 e solubilizada

As durezas medidas nas amostras da liga 6061 preparadas a partir dos provetes e do troço encontram-se na Tabela 15. Como foi dito anteriormente, este material foi entregue nas condições térmicas T4 e T6 e após armazenamento em fábrica ou em congelador, pretendendo-se deste modo fazer uma avaliação do efeito do envelhecimento natural.

Por análise dos resultados obtidos, a condição metalúrgica T4, caraterizada pelo envelhecimento à temperatura ambiente, parece não influenciar a dureza do material. Comparando os valores de dureza da amostra solubilizada, PR.61.T6.CG.2*S, com as que se encontram no estado T4 vê-se que apresentam a mesma ordem de grandeza. Isto também parece significar que o tratamento de solubilização foi eficaz.

Tabela 15: Microdureza Vickers em amostras nas condições T4, T6 e solubilizada

TT	Amostras	Dureza média (HV)
T4	PR.61.T4.FB.1	70
	PR.61.T4.FB.2	77
	PR.61.T4.CG.1	75
	ET.61.T4	65
T6	PR.61.T6.FB.1	105
	PR.61.T6.FB.2	96
	PR.61.T6.FB.3	92
	PR.61.T6.CG.1	101
	PR.61.T6.CG.2	98
	PR.61.T6.CG.2*S (a)	65

(a) A amostra PR.61.T6.CG.2*S é a amostra PR.61.T6.CG.2 após etapa de solubilização.

Na condição metalúrgica T6 a variação máxima da dureza da amostra solubilizada atinge 61,5%. As amostras em T6 apresentaram uma dureza média de 98 em confronto com a média de 72 apresentada por T4. Estes resultados confirmam que o envelhecimento artificial deverá ter promovido alterações significativas ao nível microestrutural, responsáveis pelo aumento de dureza das amostras. Com a caracterização microestrutural, tentar-se-á confirmar esta hipótese.

As condições de armazenamento, em fábrica ou em congelador, não parecem influenciar de forma relevante qualquer um dos dois estados. A diferença máxima de dureza entre as duas condições de armazenamento foi para o estado T4 de 15,5%, enquanto nas amostras envelhecidas artificialmente essa diferença foi de cerca de 7%. A Figura 19 facilita a análise destes resultados, evidenciando as duas gamas de valores de dureza apresentadas pelas amostras com os tratamentos T4 e T6, bem como a reduzida influência exercida pelas condições de armazenamento das amostras.

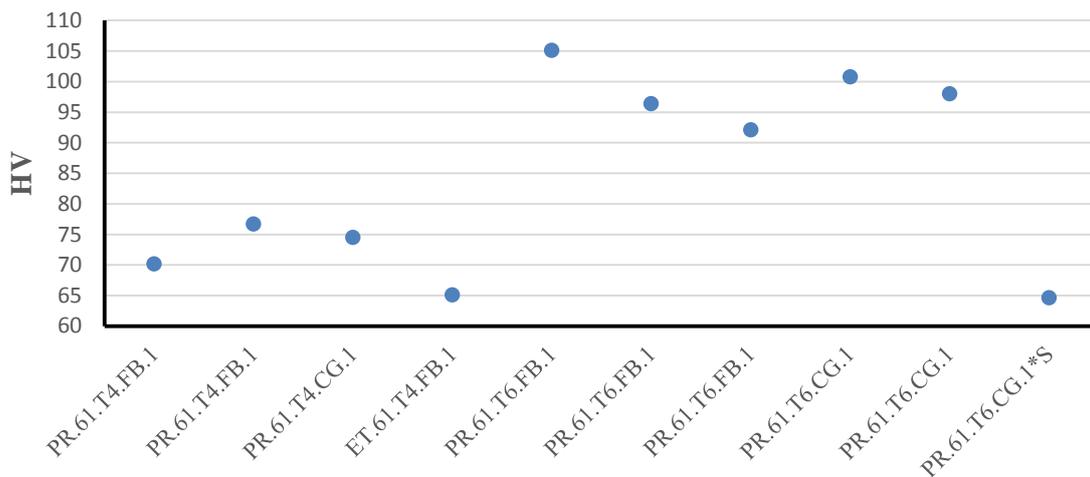


Figura 19: Microdureza Vickers das amostras da liga 6061 nas condições T4, T6 e solubilizada

Tal como foi referido no capítulo da realização experimental, os ensaios de dureza foram também realizadas de tal forma que fosse possível traçar um perfil da variação desta propriedade desde a periferia da amostra até ao centro da mesma. Os resultados obtidos (Tabela 16) mostram que não existem diferenças significativas de dureza ao longo do raio da peça, o que sugere que existe uma microestrutura bastante homogênea ao longo da amostra inicial.

Tabela 16: Variação da microdureza Vickers das amostras da liga 6061 nas condições T4 e T6 de acordo com a posição (valores médios)

Amostra	Zona		
	Zona 1	Zona 2	Zona 3
	(HV)		
PR.61.T4.FB.1	75	71	70
PR.61.T4.FB.2	74	74	82
PR.61.T4.CG.1	75	73	75
PR.61.T6.FB.1	105	104	106
PR.61.T6.FB.2	92	98	100
PR.61.T6.FB.3	93	96	87
PR.61.T6.CG.1	96	104	103
PR.61.T6.CG.2	100	99	95

É importante salientar que as escalas escolhidas quase sugerem uma variação substancial de durezas entre zonas, mas a observação atenta dos valores envolvidos permite

concluir facilmente em sentido oposto. A conclusão parcial a extrair destes resultados é que o modo de armazenamento teve pouca influência no comportamento observado, independentemente do estado inicial das amostras.

3.1.2. Amostras homogeneizadas e envelhecidas

De seguida será abordada a caracterização das amostras retiradas da fatia da liga 6060 e da fatia da liga 6061. Para cada liga as durezas serão comparadas segundo a sua posição relativa e o tratamento térmico realizado. Finalmente serão comparadas as durezas das duas ligas.

De cada fatia foram retiradas duas amostras, uma da parte externa (zona 1) e outra da zona central (zona 4), de forma a averiguar eventuais diferenças entre as durezas de cada uma destas zonas. A Tabela 17 apresenta os valores médios da dureza em cada amostra. As amostras apresentaram valores semelhantes entre a dureza da periferia e o centro. A diferença foi de 4% nas amostras da fatia da liga 6060 e 2% no caso da liga 6061. Este resultado poderá ser reflexo de um processo de fabrico bem controlado pelo fornecedor.

Tabela 17: Valores médios da microdureza de Vickers medidos nas amostras das fatias da liga 6060 e 6061, após diferentes tratamentos térmicos

Liga 6060	HV	Liga 6061	HV
F.60.H.1	51	F.61.H.1	42
F.60.H.4	53	F.61.H.4	43
F.60.H.1*SE1.AG	87	F.61.H.1*SE1.AG	107
F.60.H.4*SE1.FN	84	F.61.H.4*SE1.FN	90
F.60.H.4*SE10.AG	77	F.61.H.4*SE10.AG	89
F.60.H.1*SE10.FN	76	F.61.H.1*SE10.FN	89
F.60.H.4*E1.FN	75	F.61.H.4*E1.FN	55

As diferentes velocidades de aquecimento (10 vs. 1 °C/min) e meio de têmpera (AG vs. FN) não provocaram alterações significativas nos níveis de dureza das amostras. Contudo, a taxa de aquecimento menor (1 °C/min) proporciona níveis de dureza algo mais elevados comparativamente ao aquecimento mais rápido (10 °C/min). Isto pode significar

ser insuficiente o tempo usado como referência para o processo de envelhecimento. Deste modo, as amostras com velocidades de aquecimento mais baixas, que passam mais tempo em condições próximas da temperatura de envelhecimento, terão tido condições para uma evolução microestrutural mais favorável.

As amostras arrefecidas em água apresentam valores de dureza marginalmente maiores do que as arrefecidas ao ar. Somente a amostra F.61.H.1*SE1.AG parece apresentar um valor invulgarmente elevado. Procurar-se-á por intermédio da caracterização microestrutural, uma explicação para este comportamento.

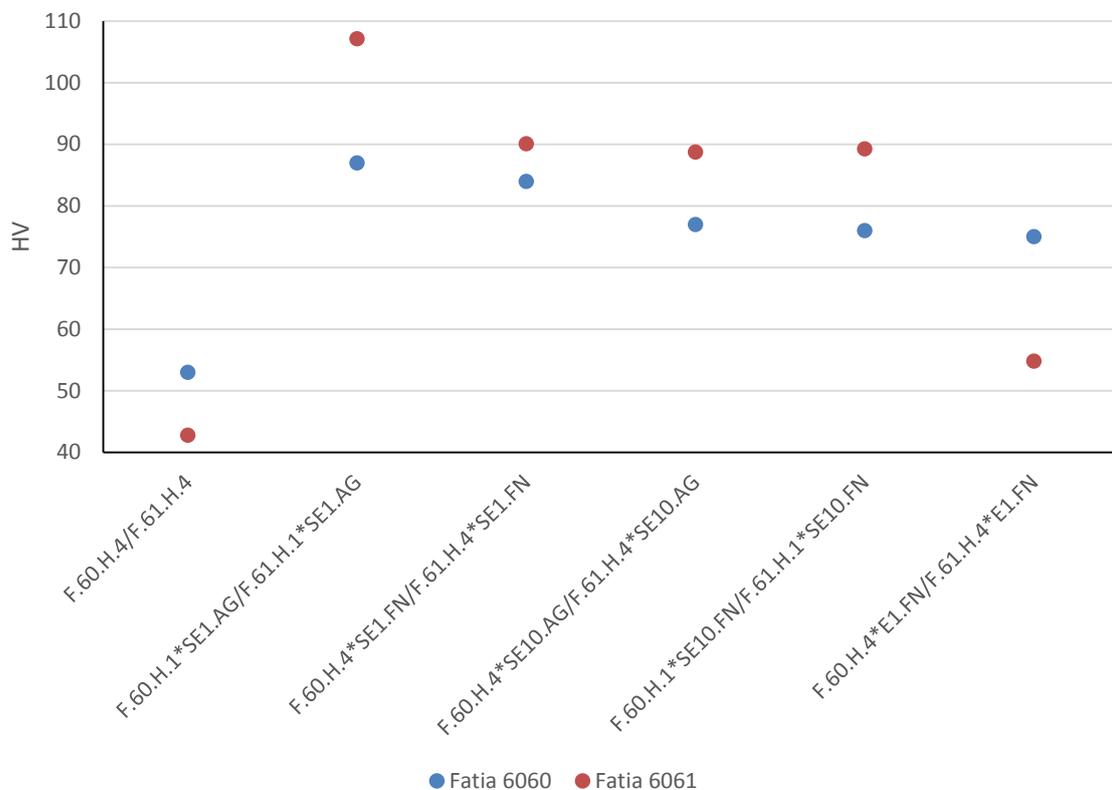


Figura 20: Variação de microdureza das amostras retiradas das fatias das ligas 6060 e 6061 após diferentes tratamentos térmicos

A liga 6061 apresenta em geral valores de dureza superiores aos da liga 6060. No entanto, nas amostras do fornecedor e nas amostras sujeitas ao envelhecimento artificial sem solubilização essa característica não se verifica. A segunda situação é de certa forma normal já que se procedeu ao envelhecimento tendo como ponto de partida uma condição inadequada. Já nas amostras sujeitas a solubilização seguida de envelhecimento artificial, as

durezas das amostras da liga 6061 apresentam-se, como expetável, acima das apresentadas pela liga 6060.

3.2. Caracterização microestrutural do material

3.2.1. Amostras no estado T4

Nesta secção será feita a análise das observações microestruturais realizadas nos provetes e no troço, ambos da liga 6061. Embora o polimento da peça não tenha atingido a qualidade desejada devido à não disponibilidade do equipamento de polimento eletrolítico, é possível verificar a presença de partículas de uma segunda fase geralmente localizadas na fronteira dos grãos (Figura 21). Análises locais por EDS permitiram concluir que estas partículas apresentavam quantidades apreciáveis de Fe e Si e Al, sugerindo que se tratavam de precipitados da fase intermetálica AlFeSi. Este composto, cuja quantidade é indicativa do grau de pureza da liga, forma-se durante a solidificação do alumínio e pode ocorrer sob a forma de precipitados alongados de β -AlFeSi ou de precipitados mais arredondados de α -AlFeSi. A transformação de β -AlFeSi para α -AlFeSi, que pode ocorrer durante o tratamento térmico, é desejável porque o formato semelhante a placas, do primeiro, propícia a iniciação de fissuras e a ocorrência de defeitos na superfície das peças extrudidas enquanto a forma mais arredondado do segundo melhora a extrudabilidade e incrementa a qualidade superficial do produto extrudido [56]. A coexistência de precipitados alongados e mais arredondados sugere a presença de β -AlFeSi e α -AlFeSi no material estudado.

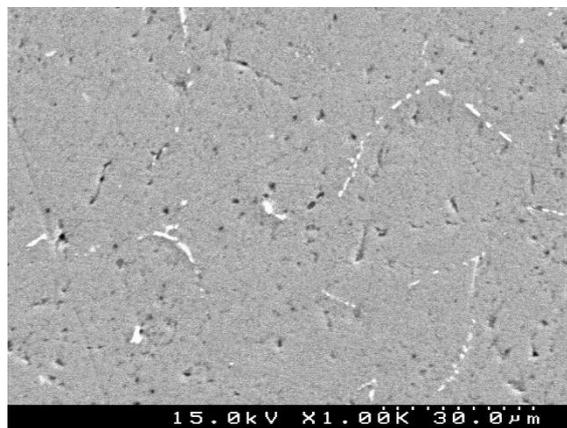


Figura 21: Imagem obtida por SEM de uma amostra da liga 6061 no estado térmico T4

Nas imagens obtidas por SEM (Figura 22) também é possível observar a presença de regiões com tonalidade mais escura do que a matriz que deverão corresponder a poros, arrancamentos provocados pelo polimento mecânico e, possivelmente, elementos com número atômico médio inferior ao da matriz.

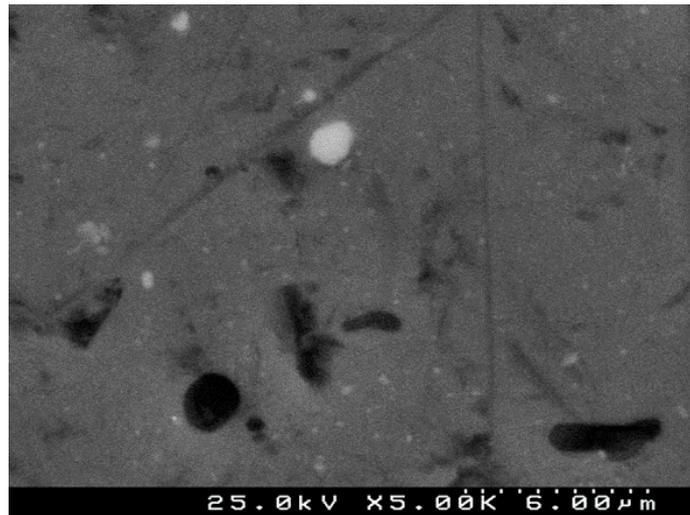


Figura 22: Imagens obtida por SEM de amostras da liga 6061 no estado T4 com precipitados distintos

Com efeito, análises químicas por EDS (Figura 23) permitiram verificar a presença de elevadas concentrações relativas de Si e Mg nestas regiões. A presença destes precipitados com dimensões micrométricas e bastante dispersos na matriz de alumínio mostra que uma quantidade significativa de Si e Mg não está na forma de precipitados de Mg_2Si pequenos, em grande número e coerentes com a matriz, necessários ao endurecimento significativo da liga. Isto sugere que a solubilização da liga foi insuficiente e que o grau de endurecimento na etapa de envelhecimento deverá ser inferior ao esperado para esta liga.

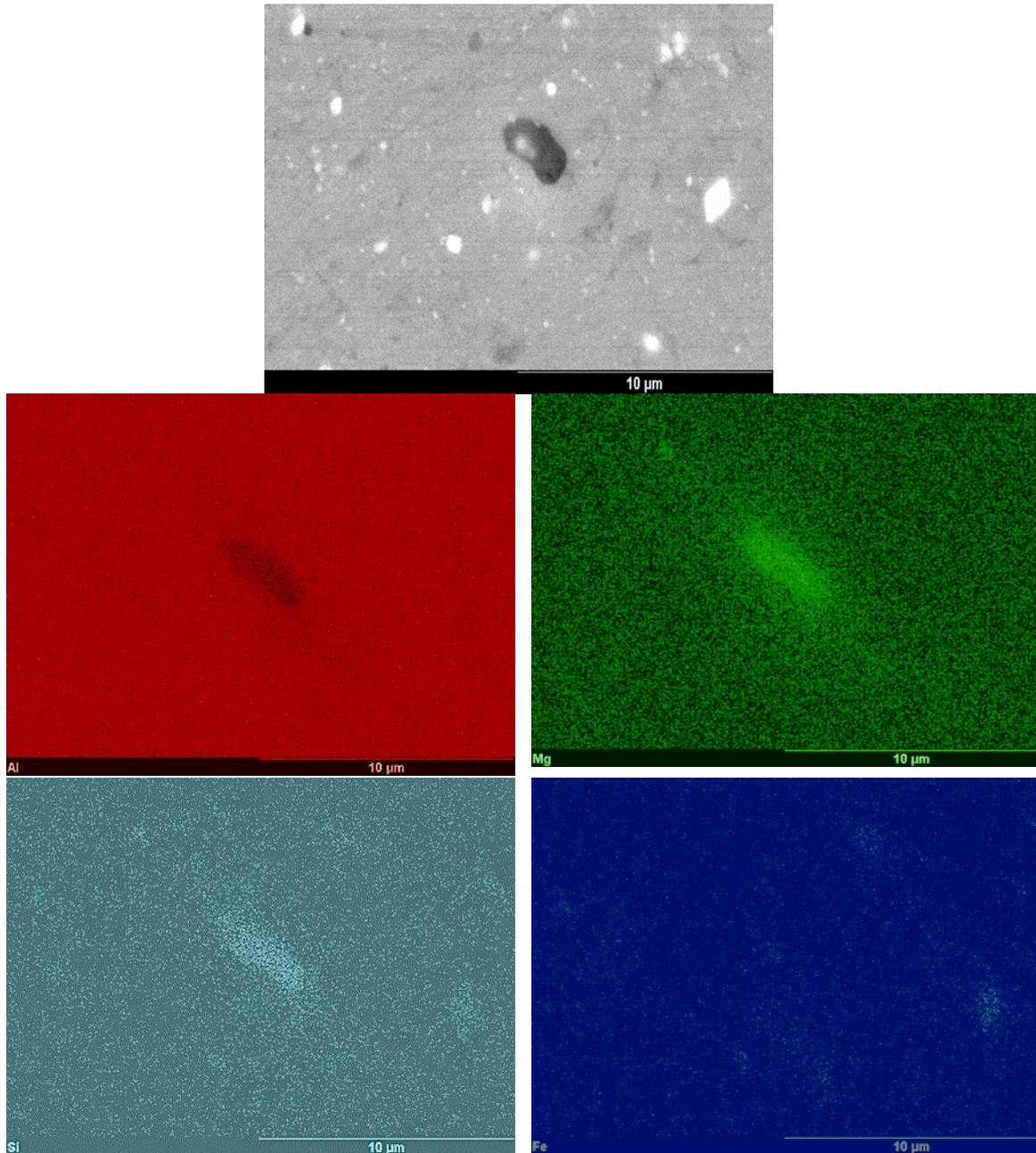


Figura 23: Imagem obtida por SEM de uma amostra da liga 6061 no estado T4 e mapas de distribuição de Al, Si, Mg e Fe obtidos por EDS

De referir que estes resultados foram também confirmados por análises TEM/EDS. Como exemplo, são apresentados na Figura 24 precipitados intermetálicos de AlFeSi . Devido à dimensão micrométrica e quantidade relativamente reduzida, estes precipitados praticamente não contribuem para o endurecimento da liga mas poderão originar uma redução do teor em Si disponível para formar Mg_2Si e, conseqüentemente, a uma diminuição do grau de endurecimento que será possível atingir por tratamento térmico da liga.

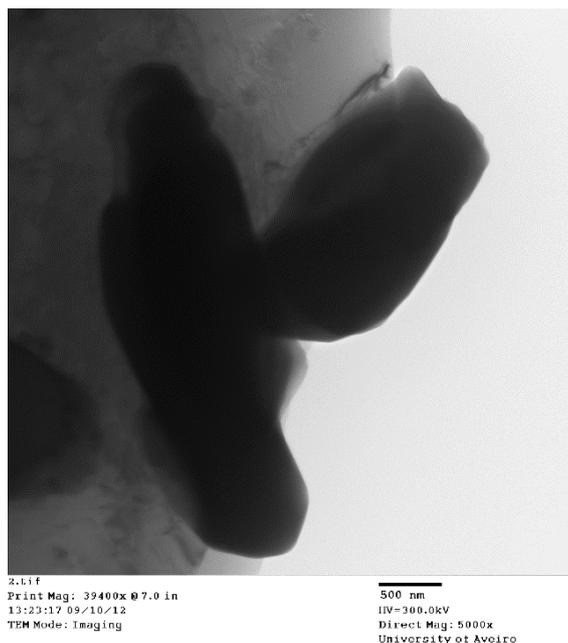


Figura 24: Imagem obtida por TEM de uma amostra da liga 6061 no estado T4, com detalhe de precipitados intermetálicos de AlFeSi

3.2.2. Amostras no estado T6

As microestruturas dos provetes da liga 6061 no estado térmico T6 aparentam uma grande semelhança com as da mesma liga no estado T4 (Figura 25). Em particular, no que diz respeito à presença dos precipitados micrométricos ricos em Si e Mg, é esperado que a sua dissolução ocorra apenas a temperaturas elevadas, durante a etapa de solubilização. Portanto, se a liga apresenta estas partículas no estado T4, é natural que também as apresente após envelhecimento térmico a temperatura moderada.

A explicação para a maior dureza apresentada pelas amostras na condição T6 deve residir na existência de precipitados de Mg_2Si que, pelas suas dimensões, não são detetáveis por SEM. Para confirmar esta hipótese procedeu-se à análise das amostras utilizando TEM (Figura 26). Na realidade, estas análises permitiram observar a presença de um elevado número de precipitados de dimensões nanométricas, com forma alongada e alinhados com as direções cristalográficas $\langle 100 \rangle$ da matriz de alumínio, o que sugere tratar-se, na sua maioria, de precipitados de $Mg_2Si-\beta''$ e/ou $Mg_2Si-\beta'$.

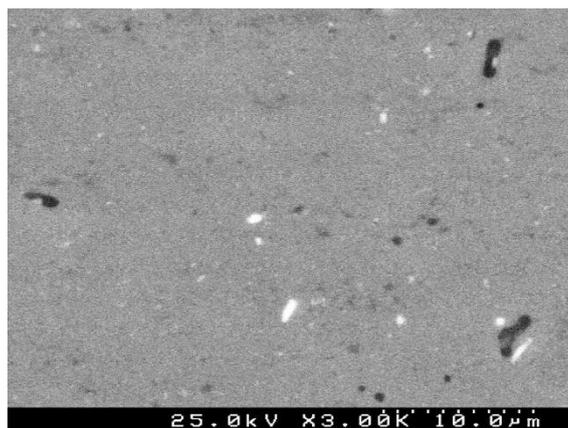


Figura 25: Imagens obtida por SEM de amostras da liga 6061 no estado T6

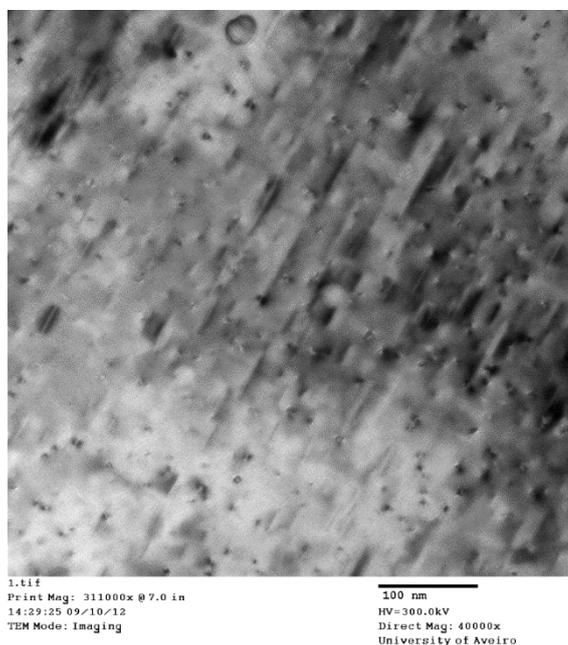


Figura 26: Imagens obtida por TEM de amostras da liga 6061 no estado T6

3.2.3. Amostras homogeneizadas

As amostras fornecidas no estado homogeneizado foram obtidas de duas fatias de biletos, uma da liga 6060 e outra da liga 6061. As análises por SEM das amostras (Figura 27) permitiram confirmar a presença de precipitados intermetálicos de AlFeSi nas fronteiras de grão e de precipitados ricos em Si e Mg dispersos na matriz de alumínio de ambas as ligas.

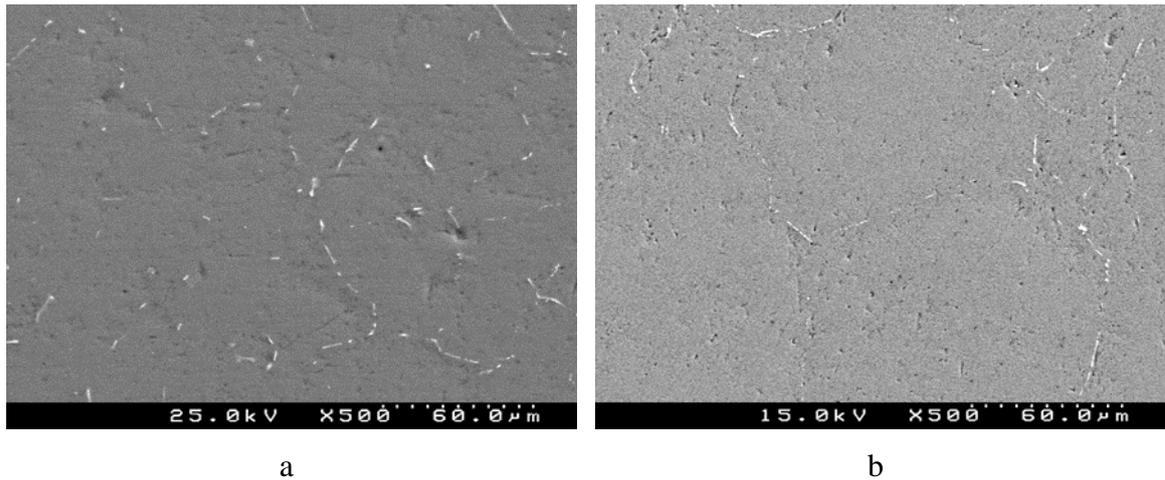


Figura 27: Precipitados α -AlFeSi em amostras homogeneizadas das ligas 6060 (a) e 6061 (b)

3.2.4. Amostra solubilizada

A microestrutura da amostra PR.61.T6.CG.2, que foi solubilizada, apresentada na Figura 28, parece indicar que este tratamento térmico promoveu uma maior homogeneidade da liga. Na realidade, ao contrário do que foi referenciado anteriormente para as amostras homogeneizadas e nas condições T4 e T6, não foram observados precipitados para além da fase intermetálica AlFeSi nas fronteiras de grão.

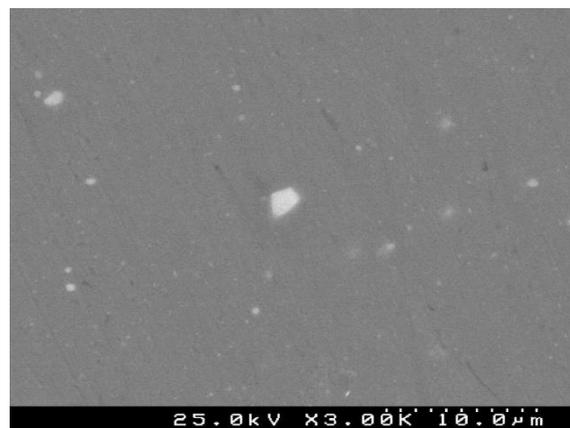


Figura 28: Imagens obtidas por SEM da amostra da liga 6061 solubilizada

3.2.5. Amostras envelhecidas com diferentes taxas de aquecimento e arrefecimento

Nesta secção serão comparadas as amostras F.61.H.1*SE1.AG e F.61.H.4*SE10.AG para tentar perceber a diferença no valor de dureza, apresentado na Tabela 17. A escolha destas amostras é justificada pelo valor máximo de dureza apresentado pela amostra F.61.H.1*SE1.AG.

Na imagem obtida por SEM da Figura 29 pode verificar que a amostra F.61.H.1*SE1.AG apresenta um tamanho médio de grão de aproximadamente 100 μm . Também é possível verificar a existência de poros, geralmente nas fronteiras de grão, que deverão ter origem no processo de solidificação do material. Também é visível a presença dos precipitados de AlFeSi nas fronteiras de grão, cujo elevado teor em Si e Fe é confirmado pelos mapas de distribuição de Al, Si, Mg e Fe, obtidos por EDS (Figura 30).

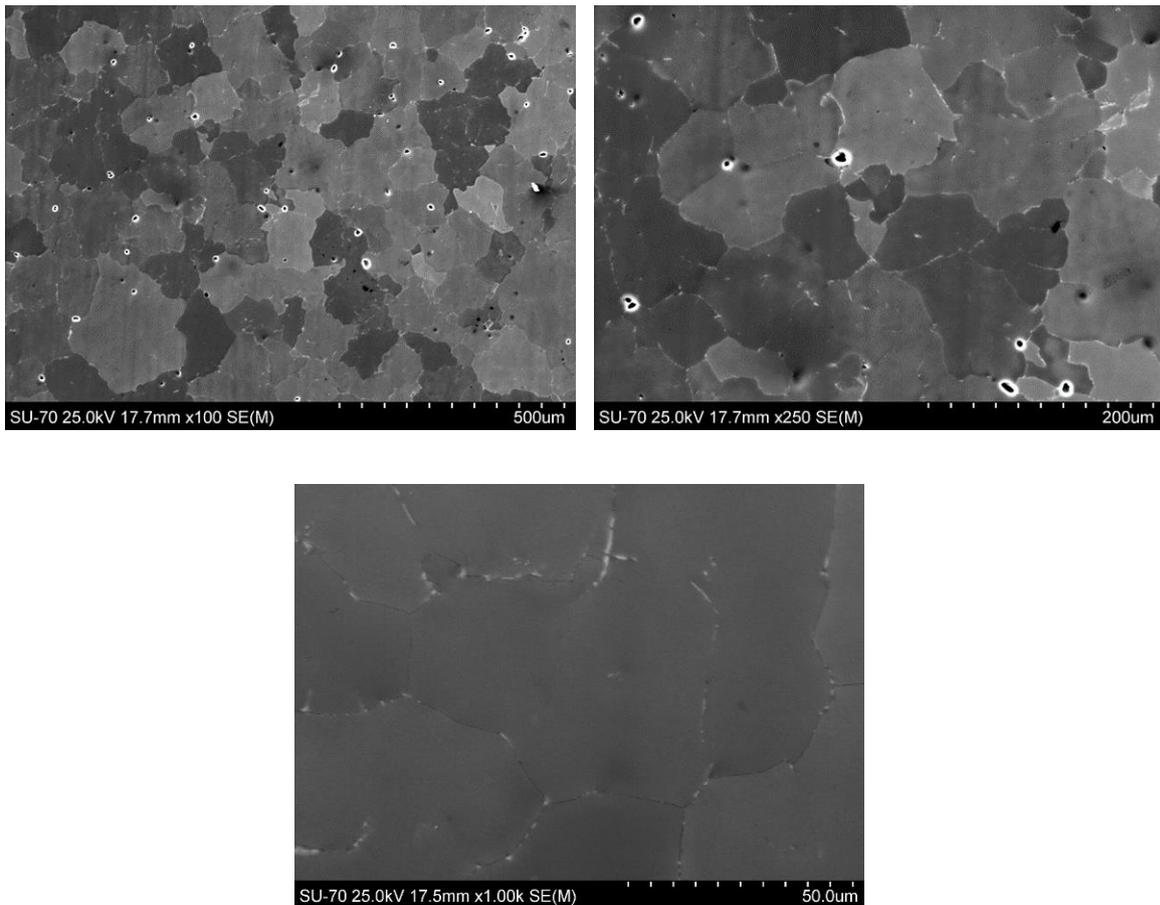


Figura 29: Imagens obtidas por SEM da amostra F.61.H.1*SE1.AG

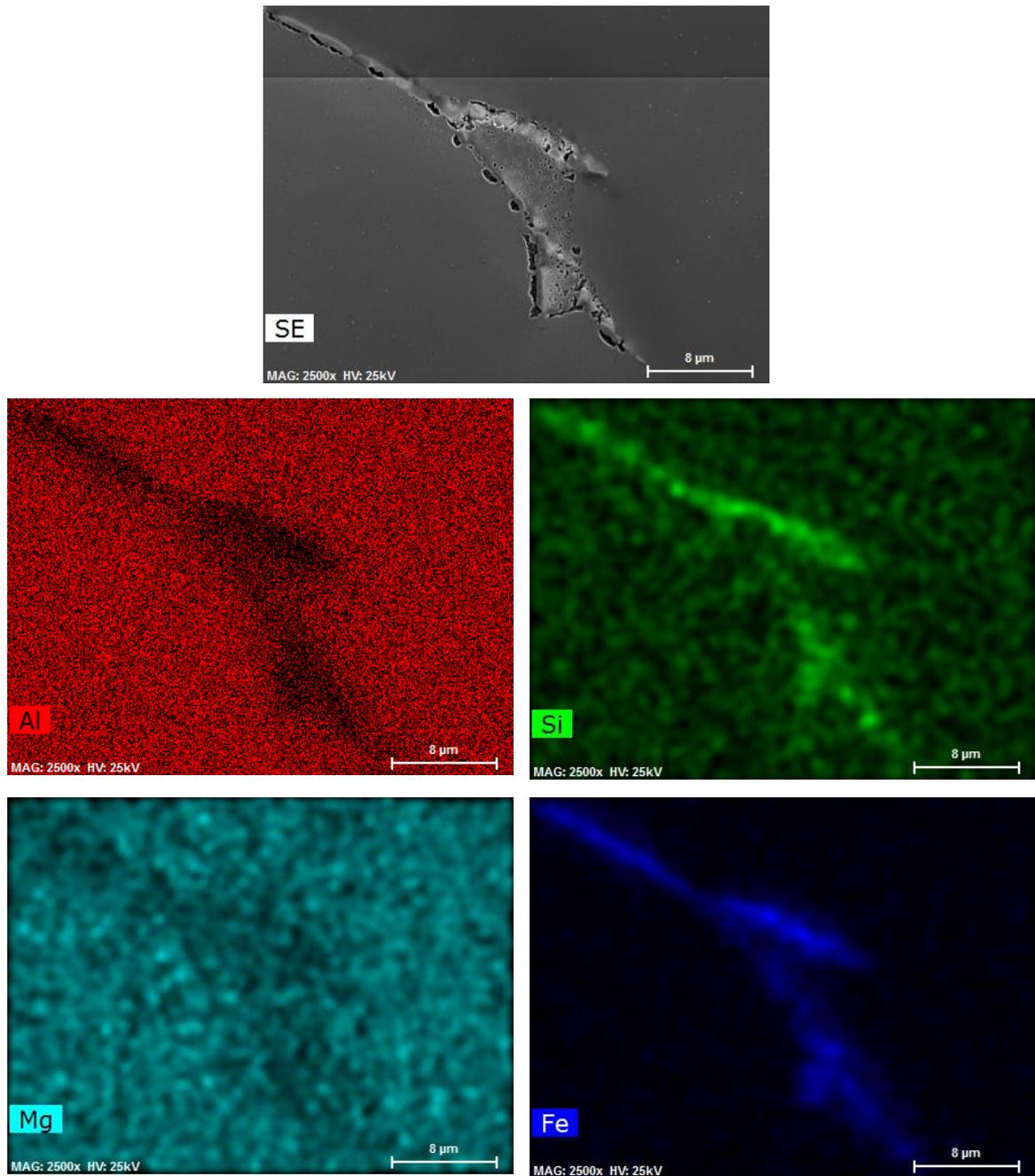


Figura 30: Mapas da distribuição do Al, Si, Mg e Fe obtidos por EDS de uma região de fronteira de grão e respetiva imagem SEM (amostra F.61.H.1*SE1.AG)

Relativamente à amostra F.61.H.4*SE10.AG (Figura 31), com dureza inferior, pode ver-se que a microestrutura é muito semelhante à da amostra F.61.H.1*SE1.AG (Figura 29). Os poros são igualmente visíveis nesta amostra, mas a sua quantidade aparenta ser menor. Uma possível explicação para esta diferença poderá assentar no fato de a amostra F.61.H.4*SE10.AG ter sido retirada da parte central do bilete enquanto a amostra

F.61.H.1*SE1.AG foi retirada da periferia. O processo de migração dos gases durante a solidificação do bilete poderá ter levado a diferentes graus de porosidade. Também nesta amostra é evidente a presença de precipitados nas fronteiras de grão. Os mapas de distribuição do Al, Si, Mg e Fe (Figura 32) confirmam que os precipitados nas fronteiras de grão são ricos em Fe e Si.

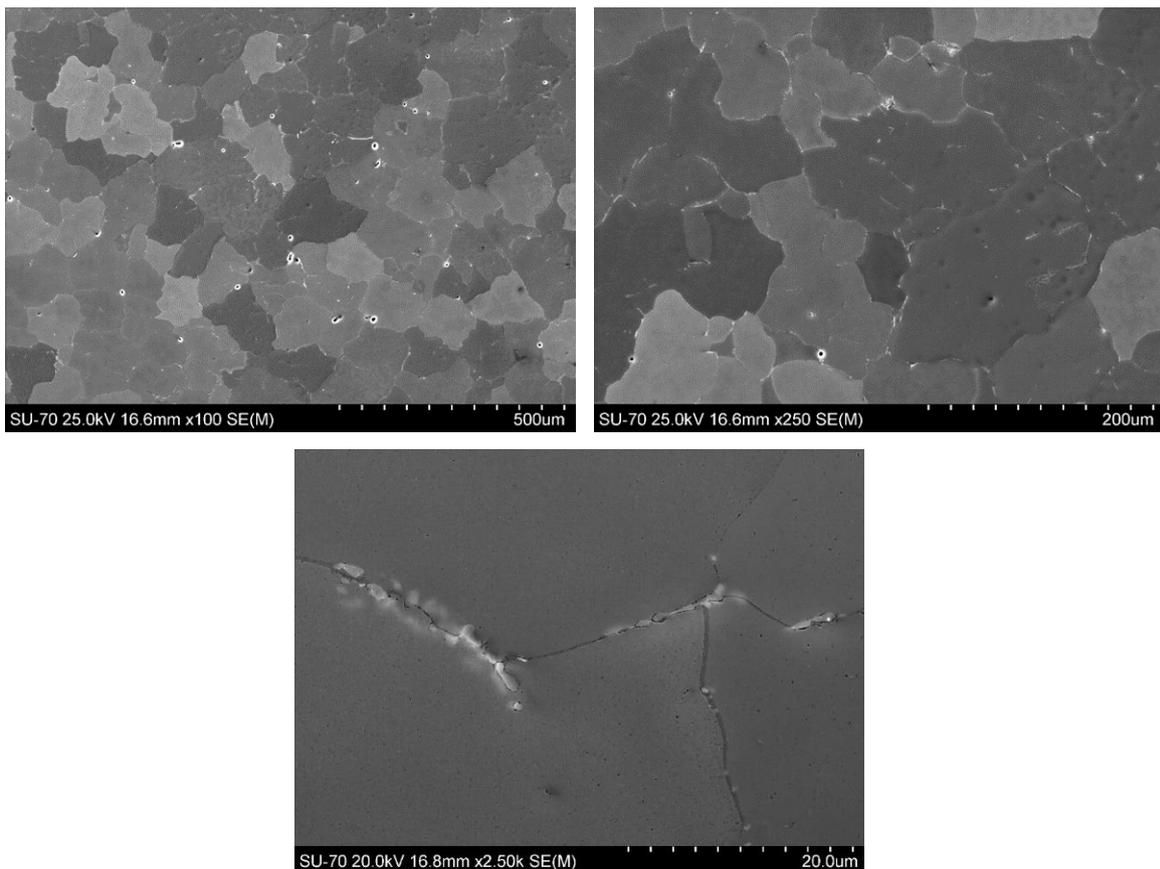


Figura 31: Imagens obtidas por SEM da amostra F.61.H.4*SE10.AG

A análise comparativa das amostras F.61.H.1*SE1.AG e F.61.H.1*SE10.AG, com base nas observações por SEM não permite justificar a diferença nos valores de dureza exibidos pelas amostras. Por este motivo, foram realizadas observações adicionais destas amostras por TEM (Figura 33 e Figura 34).

A análise por TEM da amostra F.61.H.1*SE1.AG (Figura 33) mostra a presença de uma grande quantidade de precipitados alongados e alinhados com um comprimento de aproximadamente 20 nm (Figura 33b) que coexistem com um número reduzido de precipitados de maior dimensão e sem orientação preferencial (Figura 33a).

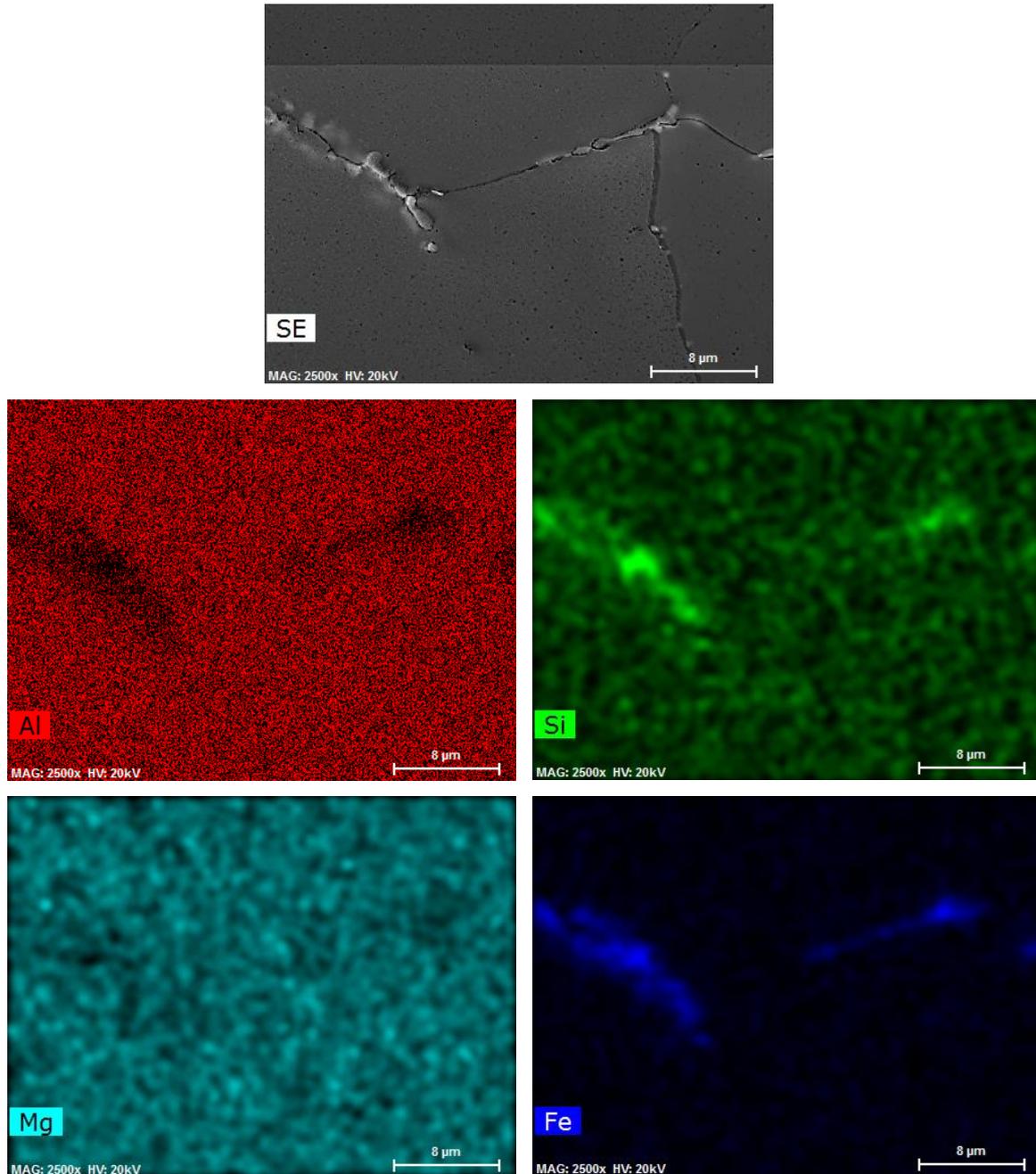


Figura 32: Mapas da distribuição do Al, Si, Mg e Fe obtidos por EDS de uma seção de fronteira de grão e respetiva imagem SEM da amostra F.61.H.4*SE10.AG

Pelo contrário, nas amostras submetidas a uma taxa de aquecimento superior (F.61.H.1*SE10.AG) apenas foram observados precipitados do segundo tipo (Figura 34), o que mostra que as duas amostras se encontram em estágios diferentes do processo de envelhecimento. Com efeito, as características do primeiro tipo de precipitados (forma, dimensão e alinhamento) permitem identificá-los como sendo precipitados do tipo β'' e/ou

do tipo β' , cuja presença é consistente com o maior valor de dureza apresentado pela amostra submetida à menor taxa de aquecimento durante o tratamento térmico de envelhecimento.

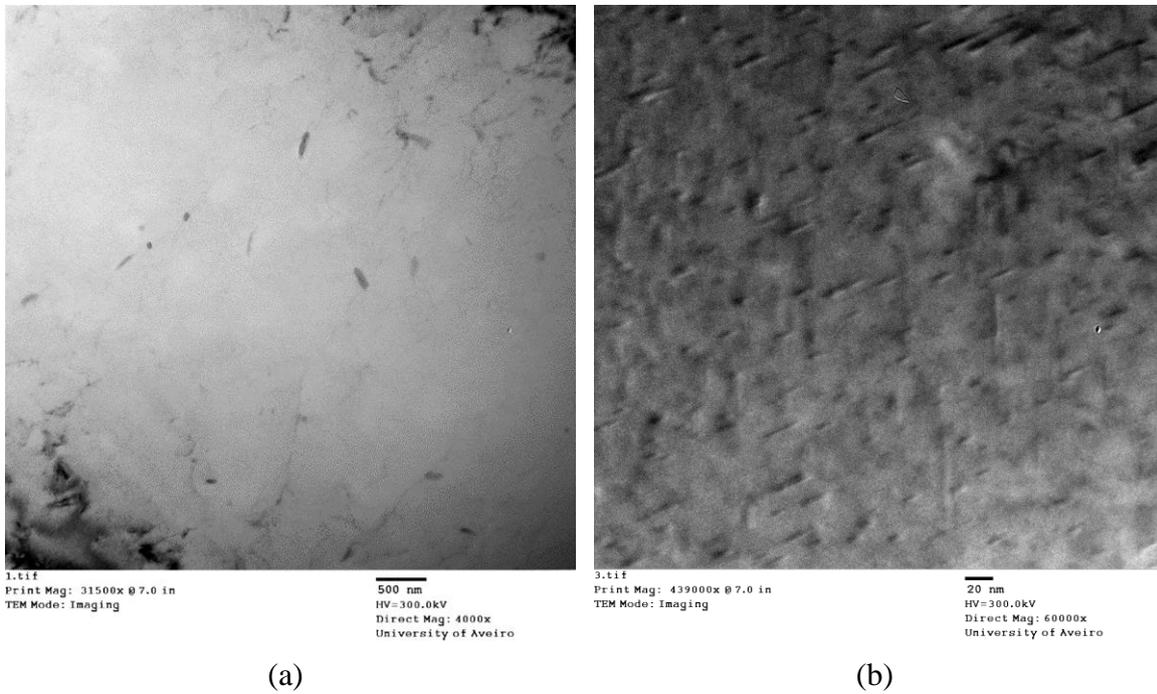
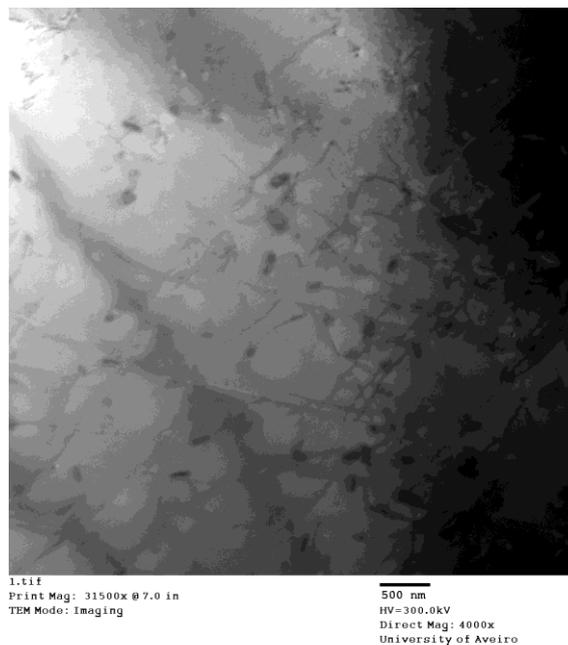


Figura 33: Imagens obtidas por TEM da amostra F.61.H.1*SE1.AG



A presença em ambas as amostras de precipitados de maior dimensão e sem orientação preferencial sugere que a etapa de solubilização conduziu a uma dissolução apenas parcial de precipitados pré-existentes dos elementos de liga. No entanto, os resultados mostram que o grau de sobresaturação nos elementos de liga após esta etapa foi suficiente para permitir a formação de precipitados de $Mg_2Si-\beta''$ e/ou $Mg_2Si-\beta'$ durante a etapa de envelhecimento realizada com uma taxa de aquecimento inferior (amostra F.61.H.1*SE1.AG). Pelo contrário, a diminuição do tempo da etapa de envelhecimento associado à maior taxa de aquecimento utilizada no tratamento térmico da amostra F.61.H.1*SE10.AG permite justificar a diminuição da quantidade de precipitados de $Mg_2Si-\beta''$ e/ou $Mg_2Si-\beta'$ e, conseqüentemente, o menor valor de dureza.

4. CONCLUSÕES E PROPOSTAS DE TRABALHO FUTURO

O trabalho decorreu com as limitações assinaladas no preâmbulo, o que de algum modo limitou o alcance de todos os objetivos. Apesar de tudo, o quadro de resultados obtidos permite retirar algumas ilações interessantes, como resposta às preocupações que presidiram à sua realização.

A primeira conclusão é que as amostras fornecidas pela empresa Extrusal na condição de biletos, dentro dos testes e ensaios realizados, não apresentam nenhum sinal de poderem comprometer o processo fabril. Embora sejam visíveis alguns precipitados em amostras supostamente homogeneizadas, depois de simples ensaios de solubilização verificou-se uma alteração da concentração e aparência dos mesmos. As temperaturas usadas no processo de extrusão deverão conseguir resultados semelhantes.

As amostras retiradas dos biletos das ligas 6060 e 6061 revelaram comportamento uniforme ao longo do raio. As diferenças encontradas entre a periferia e o centro da peça foram de 4% na liga 6060 e 2% na liga 6061.

As amostras dos biletos da liga 6060 apresentaram níveis de dureza superiores às da liga 6061, ao contrário do indicado nas fichas técnicas destas ligas. Uma explicação plausível para esta inversão de valores poderá estar relacionada com o desconhecimento do real historial térmico de ambas as amostras. Para confirmar a possível influência do passado térmico neste comportamento procedeu-se à solubilização seguida de envelhecimento artificial de amostras destas ligas. Os níveis de dureza mostraram-se de acordo com as características técnicas normais, ou seja, a liga 6061 com valores de dureza superiores aos da 6060.

Das condições de armazenamento, em fábrica ou em congelador, não parece sobressair qualquer tipo de influência relevante para a liga 6061. Esta é uma constatação comum aos estados T4 e T6. A variação máxima de dureza entre amostras no estado T4 foi de 15,5% e para as amostras no estado T6 essa variação foi de 7%. Os processos de envelhecimento natural não são relevantes dentro da escala de tempo envolvida nestes ensaios.

A diferença de comportamento entre os dois estados deverá estar relacionada com os diferentes estágios de desenvolvimento microestrutural. O estado T6 pressupõe uma

microestrutura mais desenvolvida, com maior estabilidade e próxima do equilíbrio, como tal menos sujeita a evolução.

O perfil de dureza das amostras de menor dimensão também parece mostrar que existe homogeneidade em todo o corpo testado. Não foram encontradas flutuações relevantes nas medições feitas ao longo do raio das amostras. A variação maior foi muito semelhante em ambos os estados, não ultrapassando os 11% para T4 e os 10% para T6. Estes resultados são compatíveis com materiais de qualidade e tratamentos térmicos eficazes em termos de homogeneidade.

A análise microestrutural das amostras no estado T4 e T6 foi coerente com os valores de dureza encontrados para cada um desses estados. A quantidade dos precipitados endurecedores cresce com os valores da dureza, de T4 para T6.

O efeito da velocidade de aquecimento no envelhecimento artificial estará certamente associado ao tempo médio de residência das ligas a temperaturas onde os processos de difusão assumem algum relevo. Baixas velocidades de aquecimento aumentam este tempo médio. Seria importante estudar a condição das diferentes ligas no instante em que inicia o patamar de envelhecimento artificial. Isto envolveria o arrefecimento rápido destas amostras em água após a rampa de aquecimento, com ulterior caracterização.

O conjunto de resultados obtidos mas principalmente as inúmeras questões que deixam em aberto parecem mostrar que existe espaço para se aprofundar o estudo da influência da taxa de aquecimento no envelhecimento artificial. Em trabalhos futuros poder-se-á alargar o leque de materiais, taxas de aquecimento e ferramentas de análise. Citam-se em seguida alguns dos assuntos manifestamente em aberto.

O presente trabalho centrou-se largamente na liga 6061, com modestas incursões na liga 6060. Desde logo faria todo o sentido completar a análise comparativa para perceber de que modo é que a composição das diferentes ligas determina a evolução microestrutural e propriedades. Somente foram analisadas amostras da liga 6060 em condição homogeneizada (bilete). Seria interessante completar este trabalho com a análise de amostras nas condições T4 e T6.

A caracterização microestrutural está também incompleta. Seria fundamental aprofundar as análises por SEM/EDS e TEM no sentido de identificar a composição química dos precipitados presentes na periferia e interior dos grãos, estabelecer uma base de informação comparativa eficaz em termos da diversidade de ligas e condições ensaiadas.

Ficam por quantificar os processos de conversão dos precipitados de β -AlFeSi em α -AlFeSi. Tratando-se de um problema que pode influenciar diversas características do produto final, seria importante verificar em que condições (extrusão) se poderá obter uma conversão eficaz destes precipitados e/ou evitar o seu reaparecimento.

Num plano mais científico esta investigação poderia centrar-se na análise da sequência de precipitação e relação entre fases e propriedades mecânicas. Isto envolveria a preparação de um conjunto de amostras em diferentes condições de envelhecimento com a inerente caracterização microestrutural, composicional e estrutural.

Como métodos de análise seria indispensável continuar com o SEM, TEM, e técnicas de análise estrutural associadas. Numa versão conservadora em termos de esforço de caracterização seria ainda útil prosseguir com a avaliação de dureza através do método de Vickers, que se revelou aqui suficientemente expedito e sensível para a finalidade em vista. Ensaios de tração, mais exigentes em termos experimentais, seriam uma fonte de informação complementar inestimável.

5. BIBLIOGRAFIA

- [1] “EXTRUSAL, S.A.” [Online]. Available: <http://www.extrusal.pt/>. [Accessed: 06-Jul-2015].
- [2] D. Blumel and A. Rappaport, *McGraw-Hill Concise Encyclopedia of Science & Technology*, 5th ed. New York: The McGraw-Hill Companies, Inc, 2005.
- [3] G. Totten and D. Scott MacKenzie, *Handbook of Aluminum: Physical Metallurgy and Processes, Vol. 1*. Marcel Dekker, Inc, 2003.
- [4] D. Askeland and W. Wright, *Essentials of Materials Science and Engineering*, 2nd ed. Stamford, C.T.: Cengage Learning, 2010.
- [5] U. Müller, *Introduction to Structural Aluminium Design*. Dunbeath: Whittles Publishing, 2011.
- [6] J. E. Hatch, *Aluminum Properties and Physical Metallurgy*. s.l.: ASM International, 1984.
- [7] R. Nunes, J. H. Adams, M. Ammons, H. Avery, and E. Al, *Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, Vol. 2*. s.l.: ASM International, 1990.
- [8] J. G. Kaufman, *Introduction to Aluminium Alloys and Tempers*. 2000.
- [9] M. Kutz, *Handbook of Materials Selection*. New York: John Wiley & Sons, Inc., 2002.
- [10] “Aluminium Sheet, Plate & Treadplate.” [Online]. Available: <http://www.atlassteels.com.au/site/pages/aluminium-sheet-plate-and-treadplate.php> [Accessed: 06-Jul-2015].
- [11] R. Cobden, Alcan, and Banbury, *Aluminium: Physical Properties, Characteristics and Alloys*. Lecture 1501. TALAT, EAA, s.l., 1994.
- [12] “The Aluminium Automotive Manual.” [Online]. Available: <http://www.european-aluminium.eu/aam/>. [Accessed: 07-Jul-2015].
- [13] “Product Markets.” [Online]. Available: <http://www.aluminum.org/product-markets>. [Accessed: 07-Jul-2015].
- [14] “Applications.” [Online]. Available: <http://aluminium.matter.org.uk/content/html/eng/default.asp?catid=2&pageid=995466854>. [Accessed: 07-Jul-2015].
- [15] J. Banhart, M. D. H. Lay, C. S. T. Chang, and a. J. Hill, “Kinetics of Natural Aging in Al-Mg-Si Alloys Studied by Positron Annihilation Lifetime Spectroscopy,” *Phys. Rev. B*, vol. 83, no. 1, pp. 1–37, Jan. 2011.
- [16] J. L. Cavazos and R. Colás, “Precipitation in a Heat-Treatable Aluminum Alloy Cooled at Different Rates,” *Mater. Charact.*, vol. 47, no. 3–4, pp. 175–179, Sep. 2001.
- [17] Alcoa, *Ligas e Têmperas de Extrusão*. 2010.
- [18] “6xxx Series Alloys.” [Online]. Available: <http://aluminium.matter.org.uk/content/html/eng/default.asp?catid=214&pageid=2144417085>. [Accessed: 05-Jul-2015].

- [19] “Wrought Alloys.” [Online]. Available: [http:// aluminium.matter.org.uk/ aluselect/default.asp](http://aluminium.matter.org.uk/aluselect/default.asp). [Accessed: 05-Jul-2015].
- [20] Wilsons Ltd, *Aluminium Alloy - 6060 - T5 Extrusions*. Ficha Técnica. Wilsons Ltd, Cobham, 2015.
- [21] “6060 Alloy data sheet,” 2013. [Online]. Available: [http:// www.capalex.co.uk/ Alloy_Types/ 6060_alloy.html](http://www.capalex.co.uk/Alloy_Types/6060_alloy.html). [Accessed: 07-Jul-2015].
- [22] “ASM Material Data Sheet.” [Online]. Available: [http:// asm.matweb.com/ search/ SpecificMaterial.asp?bassnum=MA6061T6](http://asm.matweb.com/search/SpecificMaterial.asp?bassnum=MA6061T6). [Accessed: 07-Jul-2015].
- [23] “Composition, Properties, Temper and Applications of 6061 Aluminium,” 2013. [Online]. Available: <http://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=3328>. [Accessed: 07-Jul-2015].
- [24] Sapa Industrial Extrusions, *Alloy 6061 - Sapa Alloy 6061*. Ficha Técnica. Sapa Group, Rosemont, 2012.
- [25] Aalco Metals Ltd, *Aluminium Alloy 6061 - T6 Extrusions*. Ficha Técnica. Aalco Metals, Cobham, 2015.
- [26] L. Augusto Lopes, *Tecnologia Metalúrgica*. Apontamentos de Disciplina. Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica, Universidade de Aveiro, Aveiro, 2011.
- [27] M. Martins, *Estudo do Comportamento das Ligas de Alumínio 6061 e 6082*. Dissertação de Mestrado. Departamento de Engenharia Cerâmica e do Vidro, Universidade de Aveiro, Aveiro, 2008.
- [28] O. Reiso, “Extrusion of AlMgSi Alloys,” *Mater. Forum*, vol. 28, pp. 32–46, 2004.
- [29] R. Kayıkcı, E. Kocaman, S. Şirin, and M. Çolak, “The Effects of Late Homogenization Conditions on the Mg₂Si Particle Size in a Slow Pre-Heated 6063 Aluminum Extrusion Billet,” in *AIP*, 2015, pp. 20056-1-20056–4.
- [30] J. Asensio-Lozano, B. Suárez-Peña, and G. Vander Voort, “Effect of Processing Steps on the Mechanical Properties and Surface Appearance of 6063 Aluminium Extruded Products,” *Materials (Basel)*, May 2014.
- [31] S. Wut, H. Aye, K. T. Lwin, W. Waing, and K. Khine, “The Effect of Ageing Treatment of Aluminum Alloys for Fuselage Structure-Light Aircraft,” *Eng. Technol.*, vol. 2, no. 10, pp. 576–579, 2008.
- [32] X. Fang, M. Song, K. Li, and Y. Du, “Precipitation Sequence of an Aged Al-Mg-Si Alloy,” *J. Min. Metall. Sect. B Metall.*, vol. 46, no. 2, pp. 171–180, 2010.
- [33] A. K. Gupta, D. J. Lloyd, and S. A. Court, “Precipitation Hardening Processes in an Al–0.4%Mg–1.3%Si–0.25%Fe Aluminum Alloy,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 301, no. 2, pp. 140–146, 2001.
- [34] M. S. Kabir, T. I. Minhaj, E. A. Ashrafi, and M. Islam, “The Influence of Ageing Time and Temperature on the Structure and Properties of Heat Treated A201.0 Aluminum Alloy,” *Int. J. Recent Technology Eng.*, vol. 3, no. 3, pp. 78–83, 2014.
- [35] M. Jacobs, *Precipitation Hardening*. Lecture 1204. TALAT, EAA, s.l., 1999.
- [36] G. A. Edwards, K. Stiller, G. L. Dunlop, and M. J. Couper, “The Precipitation Sequence in Al–Mg–Si Alloys,” *Acta Mater.*, vol. 46, no. 11, pp. 3893–3904, Jul.

1998.

- [37] M. Murayama and K. Hono, "Pre-Precipitate Clusters and Precipitation Processes in Al-Mg-Si Alloys," *Acta Mater.*, vol. 47, no. 5, pp. 1537–1548, 1999.
- [38] J. Banhart, C. S. T. Chang, Z. Liang, N. Wanderka, M. D. H. Lay, and A. J. Hill, "Natural Aging in Al-Mg-Si Alloys - A Process of Unexpected Complexity," *Adv. Eng. Mater.*, vol. 12, no. 7, pp. 559–571, Jul. 2010.
- [39] H. Zhong, P. Rometsch, and Y. Estrin, "Effect of Alloy Composition and Heat Treatment on Mechanical Performance of 6xxx Aluminum Alloys," *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 24, no. 7, pp. 2174–2178, 2014.
- [40] T. Arai, G. M. Baker, C. E. Bates, and B. A. Becherer, *Volume 4: Heat Treating*. ASM International, 1991.
- [41] L. Zhen and S. B. Kang, "The Effect of Pre-Aging on Microstructure and Tensile Properties of Al-Mg-Si Alloys," *Scr. Mater.*, vol. 36, no. 10, pp. 1089–1094, May 1997.
- [42] K. El-Menshawey, A. W. a El-Sayed, M. E. El-Bedawy, H. a. Ahmed, and S. M. El-Raghy, "Effect of Aging Time at Low Aging Temperatures on the Corrosion of Aluminum Alloy 6061," *Corros. Sci.*, vol. 54, no. 1, pp. 167–173, 2012.
- [43] G. Svenningsen, M. H. Larsen, J. H. Nordlien, and K. Nisancioglu, "Effect of High Temperature Heat Treatment on Intergranular Corrosion of AlMgSi(Cu) Model Alloy," *Corros. Sci.*, vol. 48, no. 1, pp. 258–272, Jan. 2006.
- [44] H. Chandler, *Heat Treater's Guide: Practices and Procedures for Nonferrous Alloys*. s.l.: ASM International, pp. 203, 1996.
- [45] J. Banhart, C. Chang, Z. Liang, N. Wanderka, M. D. . Lay, and A. J. Hill, "The Kinetics of Natural Ageing in 6000 Alloys - A Multi-Method Approach," in *12th international conference on aluminium alloys*, 2010, pp. 381–388.
- [46] C. S. T. Chang, Z. Q. Liang, and J. Banhart, "Natural Ageing of Al-Mg-Si Alloys," in *12th International Conference on Aluminium Alloys*, 2010, pp. 1061–1064.
- [47] Y. Aruga, M. Kozuka, Y. Takaki, and T. Sato, "Formation and Reversion of Clusters During Natural Aging and Subsequent Artificial Aging in an Al-Mg-Si Alloy," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 631, pp. 86–96, 2015.
- [48] C. D. Marioara, S. J. Andersen, J. Jansen, and H. W. Zandbergen, "The Influence of Temperature and Storage Time at RT on Nucleation of the β " Phase in a 6082 Al-Mg-Si Alloy," *Acta Mater.*, vol. 51, no. 3, pp. 789–796, 2003.
- [49] S. P. Ringer and K. Hono, "Microstructural Evolution and Age Hardening in Aluminium Alloys," *Mater. Charact.*, vol. 44, no. 1–2, pp. 101–131, Jan. 2000.
- [50] S. Pogatscher, H. Antrekowitsch, H. Leitner, T. Ebner, and P. J. Uggowitzer, "Mechanisms Controlling the Artificial Aging of Al-Mg-Si Alloys," *Acta Mater.*, vol. 59, no. 9, pp. 3352–3363, 2011.
- [51] E. a. El-Danaf, M. S. Soliman, and A. a. Almajid, "Effect of Solution Heat Treatment on the Hot Workability of Al-Mg-Si Alloy," *Mater. Manuf. Process.*, vol. 24, no. 6, pp. 637–643, 2009.
- [52] G. A. Edwards, K. Stiller, G. L. Dunlop, and M. J. Couper, "The Precipitation

- Sequence in Al-Mg-Si Alloys,” *Acta Mater.*, vol. 46, no. 11, pp. 3893–3904, 1998.
- [53] K. Teichmann, C. D. Marioara, S. J. Andersen, and K. Marthinsen, “TEM Study of β' Precipitate Interaction Mechanisms With Dislocations and β' Interfaces With the Aluminium Matrix in Al–Mg–Si Alloys,” *Mater. Charact.*, vol. 75, pp. 1–7, Jan. 2013.
- [54] K. Matsuda, S. Taniguchi, K. Kido, Y. Uetani, and S. Ikeno, “Effects of Cu and Transition Metals on the Precipitation Behaviors of Metastable Phases at 523 K in Al–Mg–Si Alloys,” *Mater. Trans.*, vol. 43, no. 11, pp. 2789–2795, 2002.
- [55] A. K. Gupta, D. J. Lloyd, and S. A. Court, “Precipitation Hardening in Al–Mg–Si Alloys With and Without Excess Si,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 316, no. 1–2, pp. 11–17, Nov. 2001.
- [56] -F J Vermolen, N. C. W. Kuijpers, C. Vuik, P. T. G. Koenis, K. E. Nilsen, and S. van der Zwaag, “A model of the beta-AlFeSi to alpha-Al(FeMn)Si transformation during homogenization in 6xxx alloys,” p. 57–65 BT–Proceedings of the Eight international, 2004.