

**UNIVERSIDADE DO EXTREMO SUL CATARINENSE – UNESC  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E  
ENGENHARIA DE MATERIAIS – PPGCEM**

**VINÍCIUS HEITOR SARDÁ**

**EFEITO DE DIFERENTES ENVELHECIMENTOS NÃO  
ISOTÉRMICOS NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E  
CORROSIVAS DA LIGA DE ALUMÍNIO AA6063 EXTRUDADA**

**CRICIÚMA  
2023**

**UNIVERSIDADE DO EXTREMO SUL CATARINENSE – UNESC  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E  
ENGENHARIA DE MATERIAIS – PPGCEM**

**VINÍCIUS HEITOR SARDÁ**

**EFEITO DE DIFERENTES ENVELHECIMENTOS NÃO  
ISOTÉRMICOS NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E  
CORROSIVAS DA LIGA DE ALUMÍNIO AA6063 EXTRUDADA**

Dissertação de Mestrado – DM,  
apresentada ao Programa de Pós-  
Graduação em Ciência e Engenharia  
de Materiais para à obtenção do título de  
Mestre em Ciência e Engenharia de  
Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Eduardo Junca

**CRICIÚMA  
2023**

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação

S244e Sardá, Vinícius Heitor.

Efeito de diferentes envelhecimentos não isotérmicos nas propriedades mecânicas e corrosivas da liga de alumínio AA6063 extrudada / Vinícius Heitor Sardá. - 2023.

98 p. : il.

Dissertação (Mestrado) - Universidade do Extremo Sul Catarinense, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Criciúma, 2023.

Orientação: Eduardo Junca.

1. Ligas de alumínio - Propriedades mecânicas. 2. Ligas de alumínio - Tratamento térmico. 3. Ligas de alumínio - Corrosão. I. Título.

CDD 23. ed. 620.186

Bibliotecária Eliziane de Lucca Alosilla - CRB 14/1101  
Biblioteca Central Prof. Eurico Back - UNESC

Vinicius Heitor Sardá

Efeito de diferentes envelhecimentos não isotérmicos nas propriedades mecânicas e corrosivas da liga de alumínio AA6063.

Esta Dissertação foi julgada adequada à obtenção do grau de Mestre(a) em Ciência e Engenharia de Materiais pelo Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais - PPGCEM (Área de concentração: Tecnologia de Materiais) da Universidade do Extremo Sul Catarinense – UNESC.

Criciúma, SC, 27 de julho de 2023.

**Banca Examinadora:**

Documento assinado digitalmente



**ADRIANO MICHAEL BERNARDIN**

Data: 27/07/2023 19:21:32-0:300

Verifique em <https://validar.itl.gov.br>

**Prof. Dr. Adriano Michael Bernardin**

Universidade do Extremo Sul Catarinense - UNESC

Documento assinado digitalmente



**FELIPE FARDIN GRILLO**

Data: 04/08/2023 12:12:10-0:300

Verifique em <https://validar.itl.gov.br>

**Prof. Dr. Felipe Fardin Grillo**

Instituto Federal do Espírito Santo - IFES

Documento assinado digitalmente



**JORGE LUIS COLETI**

Data: 01/08/2023 10:23:43-0:300

Verifique em <https://validar.itl.gov.br>

**Prof. Dr. Jorge Luís Coleti**

Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – CEFET-  
MG

À minha família.



## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço à minha família pelo apoio em todos os momentos;

Ao meu orientador Dr. Eduardo Junca pelo apoio e pela colaboração durante o desenvolvimento do projeto;

Aos membros da banca avaliadora;

E, por fim, à IBRAP e à UNESCO, que me permitiram desenvolver este trabalho.



“Aprendizado passivo gera conhecimento. Prática direta gera habilidade.”

Scott Young



## RESUMO

O alumínio extrudado é utilizado na fabricação de esquadrias, trocadores de calor, placas solares, entre outros. Em praticamente todas as suas aplicações o alumínio é utilizado ligado com outros elementos a fim de que a liga adquira propriedades específicas. A liga AA6063 tem como seus elementos principais ferro, magnésio e silício. Para aumentar a resistência da liga, um tratamento térmico de envelhecimento é realizado. Normalmente, esse envelhecimento é isotérmico, possuindo temperaturas próximas de 170 °C e tempos entre 3 e 8 horas. O crescente aumento da utilização das ligas da série AA6XXX em aplicações de engenharia mais complexas torna relevante o estudo das propriedades dessas ligas. Neste sentido, tratamentos não isotérmicos vêm sendo estudados visando obter melhores propriedades. Portanto, o objetivo deste trabalho foi estudar o efeito de diferentes envelhecimentos não isotérmicos nas propriedades mecânicas e na evolução da corrosão da liga AA6063. Para realizar essas análises, foram conduzidos quatro envelhecimentos não isotérmicos em 120 corpos de prova da liga AA6063 já usinados para ensaio de tração. Após os envelhecimentos, os mesmos foram expostos ao ensaio de névoa salina por tempos entre 0 e 72 h. Para verificação do LRT (limite de resistência à tração) e LE (limite de escoamento) os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de tração. As caracterizações dos mesmos foram realizadas com microscopia óptica e eletrônica de varredura. Verificou-se, dentre os tratamentos não isotérmicos, que os maiores resultados de LRT foram obtidos pelos tratamentos TNI-70, 190,6 MPa, (200 °C por 1 h e 250 °C por 10 min) e TNI-1500, 192,6 MPa (175 °C por 1 h e 65 °C por 24 h). Esses resultados foram atribuídos à precipitação da fase  $\beta''$ . O tratamento mais longo (TNI-1500) resultou na maior resistência à corrosão dentre os tratamentos não isotérmicos, demonstrando que quando os precipitados continuam crescendo na matriz por mais tempo a resistência à corrosão é melhorada. Por fim, verificou-se que a névoa salina até 72 h não impacta nas propriedades mecânicas do alumínio.

**Palavras – Chave:** Envelhecimento não isotérmico; AA6063, corrosão.



## ABSTRACT

Extruded aluminum is used in the manufacture of frames, heat exchangers, solar panels, among others. In practically all of those applications, aluminum is used in conjunction with other elements in order to obtain some specific properties. AA6063 alloy contains as elements iron, magnesium and silicon. Heat treatments are performed in aluminum alloy to increase the strength. Normally, this aging is isothermal, with temperatures close to 170 °C between 3 and 8 hours. The increasing use of AA6XXX series alloys in more complex engineering applications makes it relevant to study the properties of these alloys. In this sense, non-isothermal treatments have been studied to obtain better properties. Therefore, the aim of this work was to study the effect of different non-isothermal aging on the mechanical properties and on the corrosion evolution of the AA6063 aluminum alloy. To do it, four non-isothermal agings were carried out on 120 specimens of AA6063 alloy already machined for tensile testing. After aging, the specimens were exposed to the saline mist test for 0 and 72 h. Then, the specimens were submitted to the tensile test to determine the tensile strength limit and yield strength. The characterizations were carried out with optical and scanning electron microscopy. Among the non-isothermal treatments, it was found that the best TRL results were obtained by the TNI-70, 190.6 MPa, (200 °C for 1 h and 250 °C for 10 min) and TNI-1500 treatments, 192.6 MPa (175 °C for 1 h and 65 °C for 24 h). These results were attributed to the precipitation of the  $\beta''$  phase. The longest treatment (TNI-1500) resulted in the highest corrosion resistance among the non-isothermal treatments, demonstrating that when precipitates continue to grow in the matrix for a longer time, corrosion resistance is improved. Finally, it was found that saline mist for up to 72 h does not impact the mechanical properties of aluminum.

**Keywords:** Non-isothermal aging; AA6063, corrosion.



## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Representação do processo de extrusão de alumínio. ....	29
Figura 2 - Diagrama de fases em uma liga típica da série 6000 (na imagem, F é uma abreviação para $Al_3Fe$ ).....	30
Figura 3 – Tarugo da liga 6063 fundido por lingotamento vertical com diâmetro de 152 mm. ....	31
Figura 4 - Tarugo homogeneizado a 580 °C por 6 horas. ....	32
Figura 5 – Microestrutura de um tarugo parcialmente extrudado.....	33
Figura 6 - Microestrutura da liga AA6111 envelhecida 1 h a 180 °C. .	34
Figura 7 - Microestrutura da liga AA6111 envelhecida 8 h a 180 °C. .	35
Figura 8 - Mecanismo de corrosão por pite no alumínio. ....	38
Figura 9 - Corrosão intergranular a partir de um pite na liga 6056 TI-480. ....	39
Figura 10 - Mecanismos de corrosão intergranular no alumínio. ....	40
Figura 11 - Diagrama do mecanismo de corrosão de ligas Al-Mg-Si com razão molar Mg/Si maior que 1,73: (a) estágio inicial, (b) momento em que o precipitado $Mg_2Si$ é anódico à matriz e (c) fase em que o precipitado se torna catódico à matriz, levando a corrosão da ZLP. ....	43
Figura 12 - Diagrama do mecanismo de corrosão de ligas Al-Mg-Si com razão molar Mg/Si menor que 1,73: (a) estágio inicial, (b) momento em que o precipitado $Mg_2Si$ é anódico à matriz e o Si é catódico (onde já inicia a corrosão da ZLP) à matriz e (c) fase em que o precipitado $Mg_2Si$ passa a ser catódico. ....	43
Figura 13 – Exemplo de RRA com resfriamento entre as etapas. ....	44
Figura 14 – Exemplo de RRA sem resfriamento entre as etapas.....	45
Figura 15 - MET da região de contorno de grão da liga AA7150 tratada com T73.....	46
Figura 16 - MET da região de contorno de grão da liga AA7150 tratada com TI-480. ....	47
Figura 17 - MET da região de contorno de grão da liga AA7150 tratada com RRA. ....	48
Figura 18 - Micrografia óptica das microestruturas de diferentes condições de envelhecimento e ressolubilização (A–F envelhecimento a 150 °C e ressolubilização a 200 °C, A1-F1 envelhecimento a 175 °C e	

ressolubilização a 225 °C e A2-F2 envelhecimento a 200 °C e ressolubilização a 250 °C).	49
Figura 19 - MET da amostra no pico de envelhecimento T6.	51
Figura 20 - MET da amostra no pico de envelhecimento T6I6.	52
Figura 21 - Medidas em milímetros dos corpos de prova serrados e usinados.	53
Figura 22 - Fluxograma das atividades desenvolvidas.	54
Figura 23 – Tempo e temperatura de envelhecimento das amostras TI- 480.	55
Figura 24 – Tempo e temperatura de envelhecimento das amostras TNI- 70 e TNI-250.	56
Figura 25 – Tempo e temperatura de envelhecimento das amostras TNI- 1500 e TNI-480.	56
Figura 26 – Esquema de forno e termopar externo utilizado nos envelhecimentos.	57
Figura 27 - Microscopia óptica da amostra ST atacada com HF.	62
Figura 28 - Resultados dos ensaios de tração.	63
Figura 29 – Resultados dos ensaios de dureza Webster.	65
Figura 30 - Resultados dos ensaios de dureza na escala Brinell.	65
Figura 31 - Alongamento em relação aos envelhecimentos.	67
Figura 32 - Alongamento vs temperatura de tratamento térmico para a liga AA6063.	67
Figura 33 - Microscopia óptica da amostra TNI-480 com aumento de 400x atacada com reagente Keller.	68
Figura 34 - Microscopia óptica da amostra TNI-70 com aumento de 400x atacada com reagente Keller.	69
Figura 35 - Microscopia óptica após tratamento térmico da amostra TI- 480 (175 °C por 8 h) atacada com HF.	70
Figura 36 - Microscopia óptica após tratamento térmico da amostra TNI-70 (200 °C por 1 h e 250 °C por 10 min) atacada com HF.	70
Figura 37 - Microscopia óptica após tratamento térmico da amostra TNI-1500 (175 °C por 1 h e 65 °C por 24 h) atacada com HF.	71
Figura 38 - Microscopia óptica após tratamento térmico da amostra TNI-250 (200 °C por 1 h, 250 °C por 10 min e 150 °C por 3 h) atacada com HF.	71
Figura 39 - Microscopia óptica após tratamento térmico da amostra TNI-480 (175 °C por 1 h e 65 °C por 7 h) atacada com HF.	72

Figura 40 – Microscopia eletrônica de varredura da amostra TI-480...	73
Figura 41 – Microscopia eletrônica de varredura da amostra TNI-70..	74
Figura 42 – Microscopia eletrônica de varredura da amostra TNI-250.	74
Figura 43 - Efeito da porcentagem de Mg <sub>2</sub> Si na microestrutura das ligas Al-Mg-Si. (a) 0,63% de Mg <sub>2</sub> Si, (b) 0,95% de Mg <sub>2</sub> Si e (c) 1,26% de Mg <sub>2</sub> Si .....	75
Figura 44 – Visão atomística dos precipitados β". (a) precipitado inteiro, (b) precipitado ampliado, (c) modelo de célula unitária .....	75
Figura 45 - Ensaio de névoa salina exploratório realizado para definição do tempo de corrosão acelerada.....	77
Figura 46 – Evolução da corrosão nas amostras ST. ....	78
Figura 47 – Evolução da corrosão nas amostras TI-480.....	78
Figura 48 – Evolução da corrosão nas amostras TNI-70.....	79
Figura 49 – Evolução da corrosão nas amostras TNI-250.....	79
Figura 50 – Evolução da corrosão nas amostras TNI-1500.....	80
Figura 51 – Evolução da corrosão nas amostras TNI-480.....	80
Figura 52 - Amostras após 48 h de ensaio de névoa salina. ....	81
Figura 53 - Ensaio das amostras TNI-1500 após 24, 48 e 72 h de névoa salina.....	82
Figura 54 - Ensaio das amostras TNI-70 após 24, 48 e 72 h de névoa salina.....	83
Figura 55 - Ensaio das amostras TNI-480 após 24, 48 e 72 h de névoa salina.....	85
Figura 56 - Ensaio das amostras TNI-250 após 24, 48 e 72 h de névoa salina.....	86
Figura 57 - Ensaio das amostras ST após 24, 48 e 72 h de névoa salina. ....	87
Figura 58 - Ensaio das amostras TI-480 após 24, 48 e 72 h de névoa salina.....	87



## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades de tração e alongamento de ligas da série AA6XXX sob envelhecimento TI-480. ....	36
Tabela 2 - Propriedades mecânicas das principais ligas da série 6XXX. ....	36
Tabela 3 - Condições de envelhecimento de cada uma das amostras. .	41
Tabela 4 – Composição química das amostras utilizadas no trabalho. .	61
Tabela 5 - Teste Post-Hoc de Tukey com os resultados do LRT de cada um dos grupos. ....	64
Tabela 6 - Teste Post-Hoc de Tukey com os resultados do LRT de cada um dos tempos utilizados na névoa salina para o grupo TNI-1500. ....	82
Tabela 7 - Teste Post-Hoc de Tukey com os resultados do LRT de cada um dos tempos utilizados na névoa salina para o grupo TNI-70. ....	83
Tabela 8 - Teste Post-Hoc de Tukey com os resultados do LRT de cada um dos tempos utilizados na névoa salina para o grupo TNI-480. ....	85
Tabela 9 - Teste Post-Hoc de Tukey com os resultados do LRT de cada um dos tempos utilizados na névoa salina para o grupo TNI-250. ....	86
Tabela 10 - Teste Post-Hoc de Tukey com os resultados do LRT de cada um dos tempos utilizados na névoa salina para o grupo ST. ....	87
Tabela 11 - Teste Post-Hoc de Tukey com os resultados do LRT de cada um dos tempos utilizados na névoa salina para o grupo TI-480. ....	88



## **LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS ESSENCIAIS**

AA: Aluminum Association

ABNT: Associação Brasileira de Normas Técnicas

ASTM: American Society for Testing and Materials

GP: Guinier Preston

RRA: Ressolubilização e reenvelhecimento

ZLP: Zona livre de precipitados



## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>25</b>
<b>2 OBJETIVOS</b> .....	<b>27</b>
2.1 OBJETIVO GERAL.....	27
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	27
<b>3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>29</b>
3.1 PROCESSO DE EXTRUSÃO DE ALUMÍNIO .....	29
3.2 LIGAS DE ALUMÍNIO DA CLASSE 6000 .....	29
3.2.1 Evolução microestrutural na solidificação .....	31
3.2.2 Evolução microestrutural na homogeneização .....	32
3.2.3 Evolução microestrutural na extrusão a quente .....	32
3.2.4 Evolução microestrutural no envelhecimento.....	34
3.3 PROPRIEDADES MECÂNICAS DAS LIGAS 6XXX.....	35
3.4 PROPRIEDADES DE CORROSÃO DAS LIGAS 6XXX ...	37
3.4.1 Efeito do tratamento térmico.....	40
3.4.2 Efeito da composição e microestrutura .....	41
3.5 ENVELHECIMENTO NÃO ISOTÉRMICO .....	44
3.5.1 Ressolubilização e reenvelhecimento (RRA) .....	44
3.5.2 Envelhecimento interrompido .....	50
<b>4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL</b> .....	<b>53</b>
4.1 MATERIAIS .....	53
4.2 MÉTODOS.....	54
4.2.1 Tratamentos térmicos.....	55
4.2.2 Ensaio de corrosão acelerada .....	57
4.2.3 Caracterização .....	58

<b>4.2.4 Ensaio mecânico</b> .....	<b>59</b>
<b>4.2.5 Análise dos dados</b> .....	<b>60</b>
<b>5 RESULTADOS E DISCUSSÕES</b> .....	<b>61</b>
5.1 Caracterizações.....	61
5.2 Ensaio mecânico.....	62
<b>5.2.1 Ensaio de tração</b> .....	<b>62</b>
<b>5.2.2 Ensaio de dureza Webster</b> .....	<b>64</b>
<b>5.2.3 Alongamento</b> .....	<b>66</b>
5.3 Caracterizações microscópicas .....	68
<b>5.3.1 Microscopia óptica</b> .....	<b>68</b>
<b>5.3.2 Microscopia eletrônica de varredura</b> .....	<b>72</b>
5.4 Ensaio de corrosão acelerada.....	75
<b>5.4.1 Ensaio mecânico após a corrosão acelerada</b> .....	<b>82</b>
<b>6 CONCLUSÃO</b> .....	<b>89</b>
<b>7 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....	<b>91</b>
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	<b>93</b>

## 1 INTRODUÇÃO

O alumínio é um dos elementos mais utilizados em aplicações industriais. Atualmente, aproximadamente 60% do alumínio fabricado é utilizado em formas forjadas. A folha de alumínio é a forma de emprego mais comum e é utilizada, por exemplo, em embalagens do setor alimentício e como revestimento na construção civil. A segunda forma mais comum é o alumínio extrudado, utilizado na fabricação de esquadrias, trocadores de calor, placas solares, acessórios de veículos, entre outros (LUMLEY, 2011).

Em praticamente todas as suas aplicações, o alumínio é utilizado ligado com outros elementos a fim de que a liga adquira propriedades para uma finalidade específica (LUMLEY, 2011). As denominações das ligas e os seus limites de composição química são padronizados globalmente pela Aluminum Association (AA), uma associação sediada em Washington, DC, que representa os fabricantes de alumínio nos EUA (“The Aluminum Association”, 2022).

As ligas da série AA6XXX são amplamente utilizadas para a fabricação de perfis extrudados. Dentre as características que facilitam esse processo pode-se citar o baixo teor de soluto e alto ponto de fusão, permitindo altas velocidades de extrusão, boa produtividade e propriedades mecânicas relativamente altas (POZNAK; FREIBERG; SANDERS, 2018).

A liga AA6063 faz parte da série de ligas AA6XXX e tem como elementos principais ferro, magnésio e silício. A principal fase formada na liga é o  $Mg_2Si$ , que durante o envelhecimento adquire características que contribuem para o aumento da resistência mecânica do metal (BELOV; ESKIN; AKSENOV, 2005).

O envelhecimento é um tratamento térmico realizado nos perfis extrudados com objetivo de aumentar a resistência mecânica. Comumente é realizado um tratamento isotérmico com temperatura

próxima de 170 °C e tempo entre 3 e 8 horas (NANDY; BAKKAR; DAS, 2015).

O crescente aumento da utilização do alumínio, especialmente das ligas AA6XXX e AA7XXX, em aplicações de engenharia mais complexas, como a indústria automotiva e aeroespacial, torna relevante o estudo das propriedades mecânicas e corrosivas das mesmas, sobretudo no sentido de tentar melhorá-las (BENEDYK, 2010; LUMLEY, 2018).

Neste sentido, os tratamentos de envelhecimento não isotérmicos, como o de ressolubilização e reenvelhecimento (RRA) e envelhecimento interrompido, foram desenvolvidos justamente com objetivo de obter a melhor combinação de resistência à corrosão e propriedades mecânicas da liga (ROBINSON, 2018). Contudo, grande parte dos trabalhos que exploram os benefícios desses métodos são empregados nas ligas da série AA7XXX, enquanto trabalhos que abordem os efeitos desses métodos na microestrutura e nas propriedades das ligas AA6XXX são escassos (ABÚNDEZ et al., 2016).

Portanto, neste trabalho foi estudado o efeito de diferentes envelhecimentos não isotérmicos na liga de alumínio AA6063 extrudada, a fim de analisar as propriedades mecânicas e corrosivas nestes materiais.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 OBJETIVO GERAL

Estudar os efeitos nas propriedades mecânicas e corrosivas da liga de alumínio AA6063 extrudada após tratamentos térmicos de ressolubilização e reenvelhecimento (RRA) e envelhecimento interrompido.

### 2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Analisar o impacto do envelhecimento isotérmico e dos envelhecimentos não isotérmicos nas propriedades mecânicas da liga de alumínio AA6063 extrudada;
- Avaliar a relação entre o tempo de tratamento e as propriedades mecânicas dos tratamentos não isotérmicos;
- Avaliar o efeito do tratamento não isotérmico sobre a resistência à corrosão por meio do teste ne névoa salina;
- Entender a influência do ensaio de corrosão acelerada nas propriedades mecânicas da liga de alumínio AA6063 extrudada.

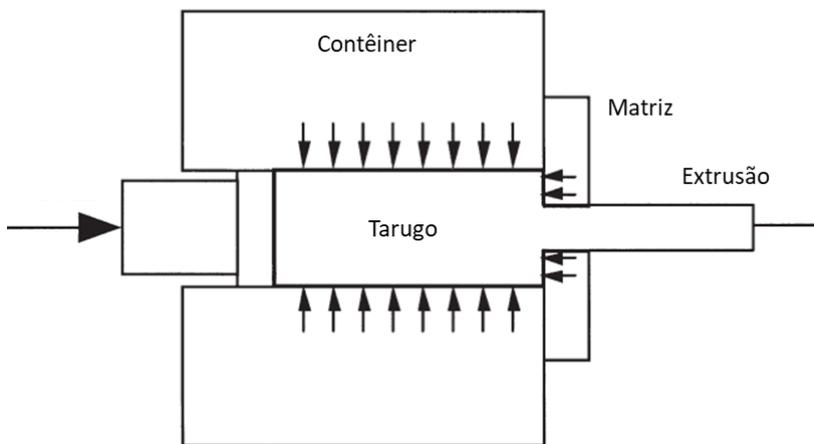


### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 PROCESSO DE EXTRUSÃO DE ALUMÍNIO

A extrusão é um processo de deformação plástica onde um bloco maciço de alumínio, denominado tarugo, é pressionado contra um molde com o formato do perfil desejado, conforme a Figura 1. Em geral, o processo ocorre a quente. Tanto o tarugo quanto o molde são pré-aquecidos a temperaturas entre 400 e 550 °C (SAHA, 2000).

Figura 1 - Representação do processo de extrusão de alumínio.



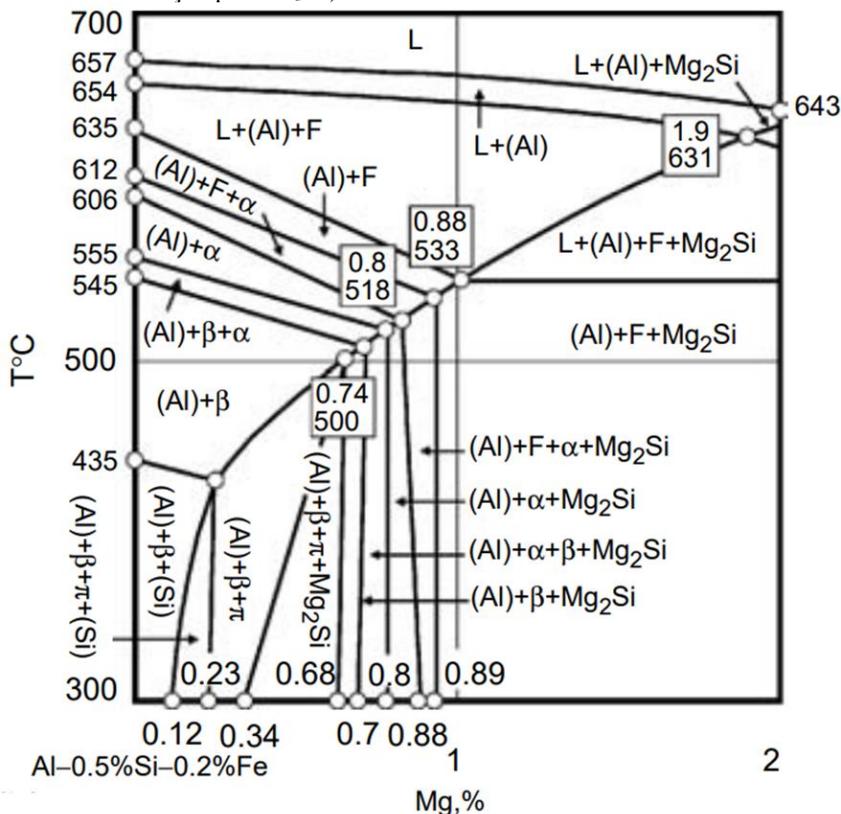
Fonte: adaptado de Saha (2000).

#### 3.2 LIGAS DE ALUMÍNIO DA CLASSE 6000

As ligas de alumínio são subdivididas nas classes 1000, 2000, 3000, 4000, 5000, 6000 e 7000, de acordo com suas respectivas composições químicas. As ligas que compõem a classe 6000 são as mais utilizadas para extrusão de alumínio. As mesmas são caracterizadas por possuir como elementos principais o Mg e o Si. Contudo, elementos como

Mn, Cu, Cr e, principalmente, Fe, também podem ser encontrados nessas ligas. A Figura 2 resume as fases que são formadas em uma liga típica da série 6000 com 0,5% de Mg, 0,5% de Si e 0,2% de Fe, por exemplo (ESKIN, 2008).

Figura 2 - Diagrama de fases em uma liga típica da série 6000 (na imagem, F é uma abreviação para  $Al_3Fe$ ).



Fonte: adaptado de Eskin (2008).

Observa-se que durante a solidificação em equilíbrio, as ligas da série 6000 formam a fase  $Al_3Fe$ . Contudo, em condições reais de fundição observam-se as fases  $\alpha$ ,  $\beta$  e raramente a fase  $Mg_2Si$ . Isso ocorre, pois, a

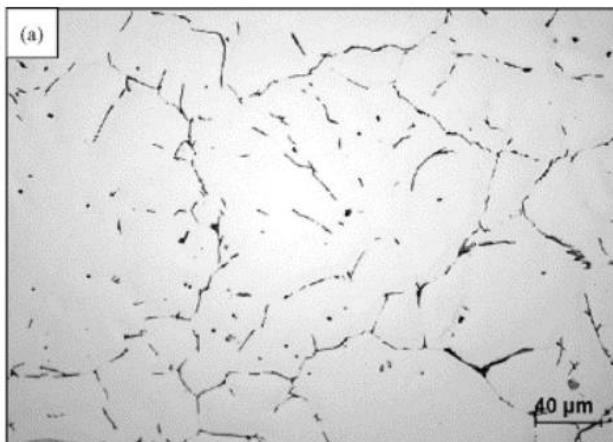
fase  $\text{Al}_3\text{Fe}$  requer maior taxa de resfriamento em relação às demais (ESKIN, 2008).

### 3.2.1 Evolução microestrutural na solidificação

A matéria-prima utilizada para a extrusão de alumínio é o tarugo de alumínio. O tarugo é um bloco maciço redondo fabricado, comumente, com diâmetros entre 4 e 10 polegadas. Sua solidificação é realizada por um lingotamento horizontal ou vertical, com o molde resfriado continuamente (SAHA, 2000).

A Figura 3 demonstra a microestrutura de um tarugo fundido da liga 6063 (Si e Mg aproximadamente 0,5% e Fe 0,21%). Verifica-se uma rede interdendrítica bem definida da fase  $\beta\text{-AlFeSi}$  e praticamente não há evidência da fase  $\text{Mg}_2\text{Si}$ , decorrente da alta taxa de resfriamento após a solidificação. Além disso, o tamanho médio de grão era de  $150\ \mu\text{m}$  (BIROL, 2004).

Figura 3 – Tarugo da liga 6063 fundido por lingotamento vertical com diâmetro de 152 mm.

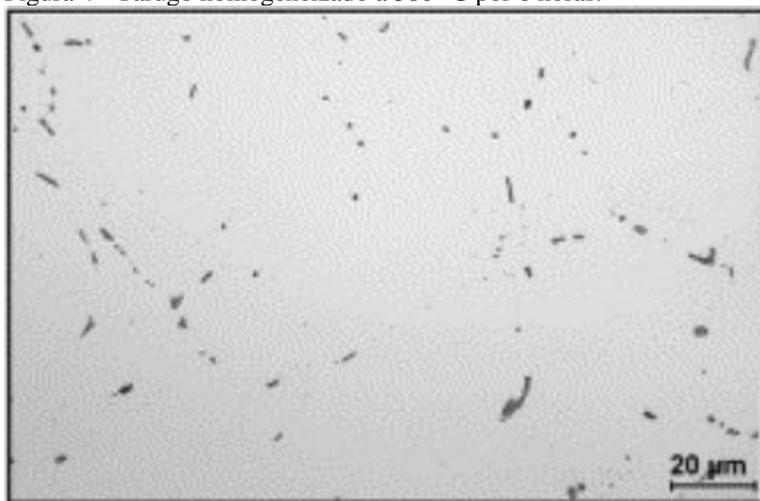


Fonte: adaptado de Birol (2004).

### 3.2.2 Evolução microestrutural na homogeneização

As plaquetas grosseiras da fase  $\beta$ -AlFeSi tornam o tarugo pouco dúctil e, conseqüentemente, a extrusão mais difícil. Portanto, deve-se realizar o tratamento térmico de homogeneização com objetivo de transformar as plaquetas grosseiras da fase  $\beta$ -AlFeSi em partículas arredondadas da fase  $\alpha$ -AlFeSi. Além disso, o resfriamento deste tratamento deve ser projetado para precipitar pouco ou nenhum  $Mg_2Si$ , conforme a Figura 4. Essa microestrutura permite uma extrusão mais fluida e com bom acabamento superficial (BIROL, 2004).

Figura 4 - Tarugo homogeneizado a 580 °C por 6 horas.



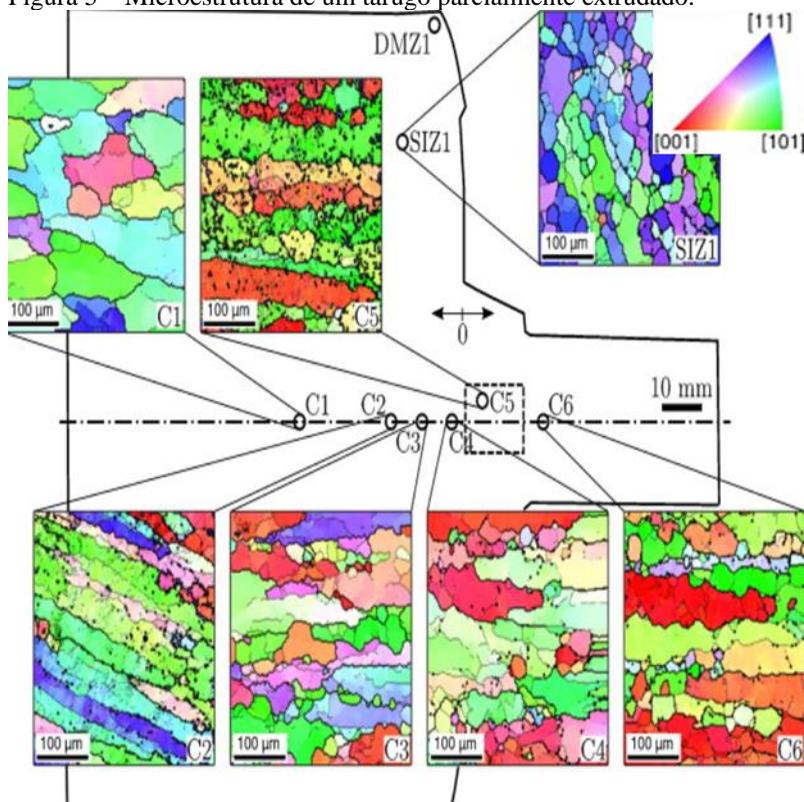
Fonte: adaptado de Birol (2004).

### 3.2.3 Evolução microestrutural na extrusão a quente

A Figura 5 mostra a microestrutura de vários pontos de um tarugo parcialmente extrudado. O ponto C1 está a cerca de 40 mm da saída da matriz, C2 a 17,5 mm e C3 a 10 mm. Os pontos C4 e C5 estão na frente

e dentro da matriz, respectivamente. O ponto C6 está localizado 5 mm após a saída da matriz. As cores representam a orientação dos grãos. Verifica-se que durante a extrusão, ao longo do eixo central, os grãos inicialmente se alongam na direção da extrusão. À medida que os grãos se aproximam da matriz, ocorre a recrystalização. Os subgrãos formados “quebram” os grãos alongados em grãos menores. O tamanho médio de grão no ponto C1 era de 106  $\mu\text{m}$  e no ponto C6 era de 62  $\mu\text{m}$ , redução de mais de 40% (KAYSER et al., 2010).

Figura 5 – Microestrutura de um tarugo parcialmente extrudado.

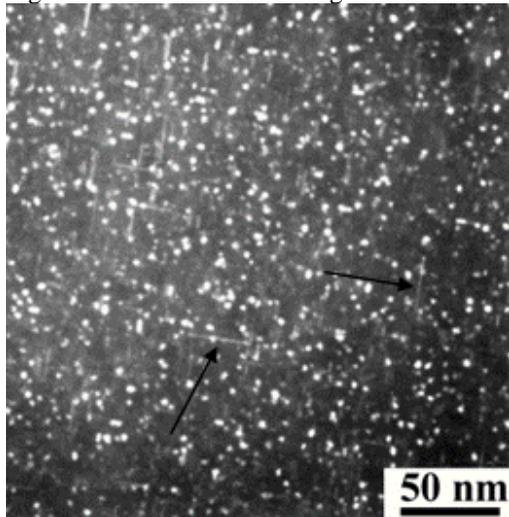


Fonte: adaptado de Kayser et al. (2010).

### 3.2.4 Evolução microestrutural no envelhecimento

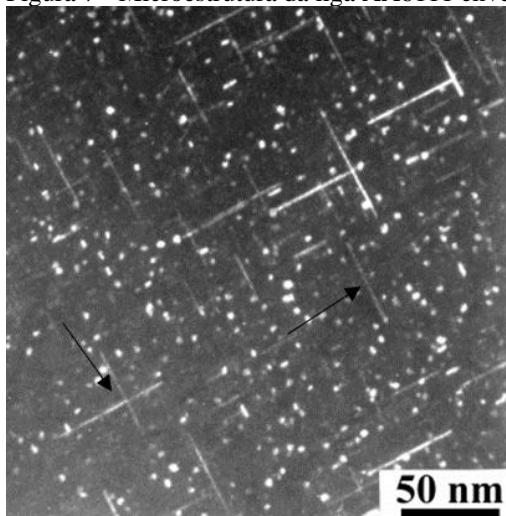
O envelhecimento isotérmico tem por objetivo conferir maior resistência mecânica às ligas de alumínio. Durante esse tratamento térmico, ocorre a transformação das zonas GP na principal fase endurecedora, denominada  $\beta''$ . As zonas GP são aglomerados de átomos de silício e magnésio coerentes com a matriz, o que permite que sejam cisalhados por discordâncias. Ao longo da transformação das zonas GP na fase  $\beta''$  os precipitados tomam forma agulhada, dificultando a movimentação de discordâncias e, conseqüentemente, melhorando as propriedades mecânicas da liga. Na liga 6111, a fase  $\beta''$  começa a ser encontrada com 1 h de envelhecimento a 180 °C, conforme a Figura 6. Com 7 h de envelhecimento à mesma temperatura a liga atinge seu pico de dureza, resultado da microestrutura apresentada na Figura 7 (FANG et al., 2010)

Figura 6 - Microestrutura da liga AA6111 envelhecida 1 h a 180 °C.



Fonte: adaptado de Kayser et al. (2010).

Figura 7 - Microestrutura da liga AA6111 envelhecida 8 h a 180 °C.



Fonte: adaptado de Kayser et al. (2010).

### 3.3 PROPRIEDADES MECÂNICAS DAS LIGAS 6XXX

Mrówka-nowotnik (2010) que estudou as propriedades mecânicas das ligas da série AA6XXX, concluiu que as mesmas estão diretamente relacionadas à composição química e ao tratamento de envelhecimento que é realizado. A autora comparou as propriedades mecânicas das ligas AA6063, que possui como elementos de liga principais o Mg e o Si, AA6082, que além do Mg e Si, possui quantidades consideráveis de Mn e Ti e a liga AA6061, que além do Mg, Si, Mn e Ti, possui também quantidades consideráveis de Cu. Após o processo de envelhecimento por diversos tempos, verificou-se que o tratamento T6 (10 h a 175 °C, no referido trabalho) resultou nas propriedades ótimas de resistência à tração (LRT) e alongamento (AL) das ligas, apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1 - Propriedades de tração e alongamento de ligas da série AA6XXX sob envelhecimento TI-480.

Liga	LRT (MPa)	AL (%)
AA6063	281,6	14,1
AA6082	338,1	15,9
AA6061	320	19,7

Fonte: adaptado de Mrówka-nowotnik (2010).

Mrówka-nowotnik (2010) verificou ainda que o fortalecimento das ligas depende fortemente da extensão (e da densidade) da precipitação da fase  $\beta''$ , que aumenta conforme o teor de Mg e Si da liga. Corrobora com isso o fato da quantidade desses elementos ser aproximadamente o dobro nas ligas AA6082 e AA6061 quando comparadas à AA6063. Além disso, outras fases que contribuem para as propriedades mecânicas podem ser encontradas. Por exemplo, para a liga AA6061, uma boa combinação de resistência mecânica e propriedades plásticas foi encontrada, isso ocorreu em decorrência da fase de reforço  $\beta''$  aparecer simultaneamente à fase  $\theta$  ( $Al_2Cu$ ).

Tabela 2 - Propriedades mecânicas das principais ligas da série 6XXX.

Liga	LRT (MPa)	LE (MPa)
6060	190	150
6061	260	240
6063	205	170
6082	300	255
6351	290	255
6261	260	225
6262	260	240

Fonte: adaptado de ABNT NBR 7000:2016.

A fim de padronizar os limites de propriedades mecânicas das diferentes ligas e têmperas de perfis de alumínio extrudados,

apresenta-se na ABNT NBR 7000:2016 uma tabela com várias ligas e têmperas com suas respectivas faixas de propriedades mecânicas. A Tabela 2 apresenta os limites de resistência à tração e escoamento mínimos para as ligas mais comuns da série AA6XXX.

Diferentemente de Mrówka-nowotnik (2010), Siddiqui, Abdullah e Al-Belushi (2000) estudaram especificamente a combinação de tempo e temperatura de envelhecimento ótima para a liga AA6063, sem variações na composição química. O estudo revelou que a liga AA6063 apresenta a maior combinação de resistência à tração, limite de escoamento e dureza com temperatura de 175 °C e tempo entre 8 e 10 h, tratamento denominado T6. Contudo, a resistência máxima ao comportamento de fratura por fadiga é atingida com 6 h e à mesma temperatura. Verificou-se também que ocorre uma diminuição nas propriedades mecânicas quando há um envelhecimento excessivo, pois, há a junção dos precipitados formando partículas maiores, aumento de tamanho de grão e recozimento dos defeitos.

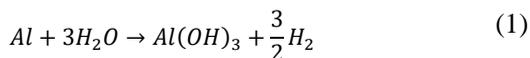
### 3.4 PROPRIEDADES DE CORROSÃO DAS LIGAS 6XXX

De acordo com El-Bedawy (2010), os tipos de corrosões mais comuns em alumínio são: por pites e intragranular.

Vargel (2004) cita que a corrosão por pites se caracteriza pela formação de cavidades de formato irregular, visíveis a olho nu somente como um pequeno ponto, na superfície do metal. Segundo o autor, quando ocorre este tipo de corrosão ela sempre se desenvolve durante as primeiras semanas de exposição do metal ao meio. Comumente, segundo Davis (1999), a corrosão por pites ocorre na presença de íons de cloreto ( $\text{Cl}^-$ ). O mesmo promove a quebra do filme de óxido do alumínio e forma o cloreto de alumínio ( $\text{AlCl}_3$ ) dentro dos pites, aumentando sua concentração com a progressão da corrosão.

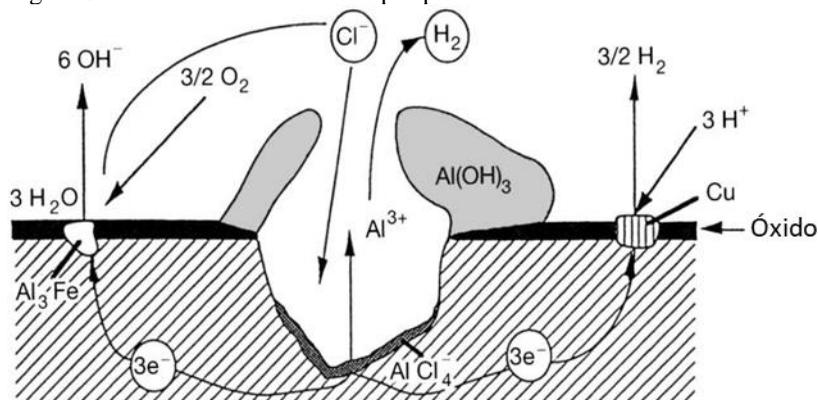
De acordo com Vargel (2004), aceita-se que a corrosão do alumínio em meio úmido é resultado da reação mostrada na Equação 01.

O hidróxido de alumínio ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ), que precipita durante a reação, é encontrado em pites de corrosão como um gel branco.



Conforme a Figura 8, Vargel (2004) explica que nesse tipo de corrosão partículas ao redor da cavidade atuam como cátodo, enquanto que o fundo do pite atua como ânodo. A oxidação do alumínio no fundo do pite pela formação de  $\text{Al}^{3+}$  gera um campo elétrico que atrai os íons  $\text{Cl}^-$  para o interior do pite e neutraliza a reação, formando cloretos de alumínio. Contudo, a hidrólise dos cloretos de alumínio diminui significativamente o pH do pite, tornando o meio mais agressivo e auto propagando a cavidade.

Figura 8 - Mecanismo de corrosão por pite no alumínio.



Fonte: Vargel (2004).

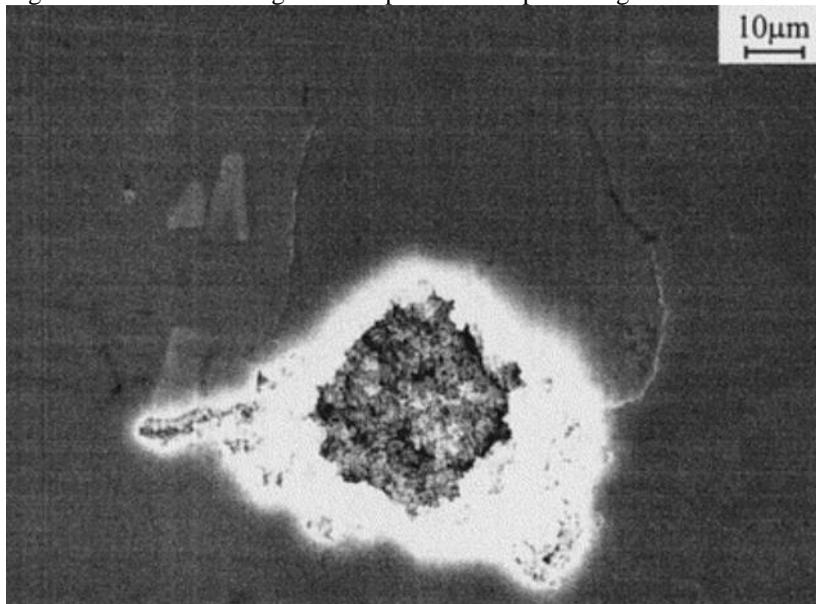
De acordo com Guillaumin e Mankowski (2000), que realizaram um estudo da liga 6056 T6, os pites inicialmente se desenvolvem no interior dos grãos. Contudo, seu desenvolvimento através de túneis cristalográficos permite uma penetração da corrosão nos

limites de grão, levando à corrosão intergranular. A Figura 9 mostra o desenvolvimento da corrosão intergranular a partir de um pite na superfície da liga 6056 T6.

Segundo Vargel (2020), esse tipo de corrosão ocorre quando três requisitos são atendidos de forma simultânea: (1) presença do metal num ambiente corrosivo, (2) diferença de potencial na ordem de 100 mV entre os intermetálicos e a matriz e (3) alta densidade de intermetálicos nos limites de grãos.

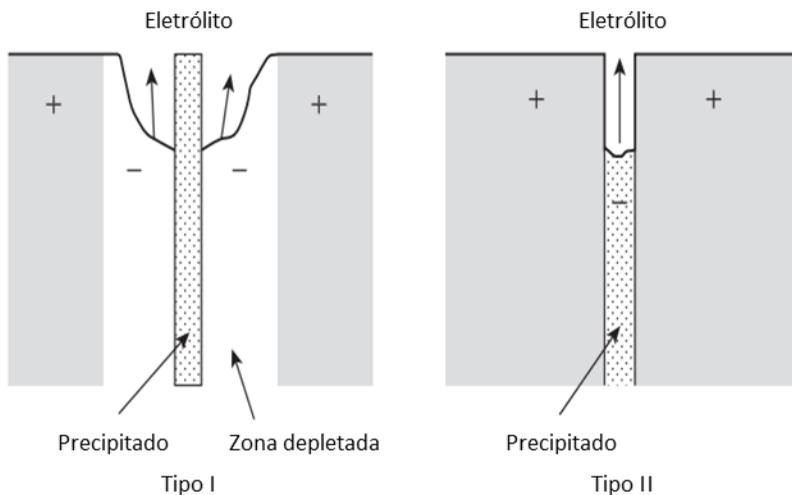
Ainda de acordo com o autor, as ligas de alumínio podem sofrer dois tipos diferentes de ataques em seus limites de grãos, conforme a Figura 10. O tipo I é uma dissolução de uma zona anódica depletada junto aos limites dos grãos. O tipo II é uma dissolução dos intermetálicos anódicos que precipitaram no próprio limite de grão.

Figura 9 - Corrosão intergranular a partir de um pite na liga 6056 TI-480.



Fonte: Guillaumin e Mankowski (2000).

Figura 10 - Mecanismos de corrosão intergranular no alumínio.



Fonte: Vargel (2020).

### 3.4.1 Efeito do tratamento térmico

O envelhecimento artificial está diretamente relacionado ao mecanismo de corrosão das ligas de alumínio, pois ele modifica a distribuição dos precipitados nos contornos de grão e na matriz de alumínio. Larsen et al. (2008), por exemplo, testaram quatro condições de envelhecimento diferentes em uma liga Al-Mg-Si com 0,18% de Cu, apresentadas na Tabela 3. De acordo com os autores, das amostras envelhecidas artificialmente, a mais suscetível à corrosão foi a amostra 2. Essa suscetibilidade foi atribuída a um filme contínuo rico em Cu e conectado a partículas Q', o que resulta em acoplamento micro galvânico entre o filme e a zona depletada de soluto. O envelhecimento realizado na amostra 3 promoveu a perda do filme rico em Cu e a precipitação da fase Q, o que resultou numa menor suscetibilidade à corrosão intergranular.

Tabela 3 - Condições de envelhecimento de cada uma das amostras.

Amostra	Descrição
1	Envelhecimento natural ST
2	185 °C por 42 min
3	185 °C por 5 h
4	185 °C por 24 h

Fonte: adaptado de Larsen et al. (2008).

Esses resultados corroboram com as conclusões de Kairy et al. (2017) e Svenningsen et al. (2006), que também relacionaram a presença de um filme rico em soluto no contorno de grão a uma maior suscetibilidade à corrosão intergranular. Em contrapartida, Guillaumin (2000) focou sua pesquisa no efeito de um longo período de envelhecimento no comportamento de corrosão de uma liga da série AA6XXX. O autor percebeu que a resistência à corrosão intergranular pode ser aprimorada por um super envelhecimento. Isso ocorre pois o mesmo permite que os precipitados continuem crescendo na matriz de alumínio, equilibrando os potenciais entre a matriz e o contorno de grão.

### 3.4.2 Efeito da composição e microestrutura

De acordo com Sekhar, Mandal e Das (2020) grande parte dos estudos sobre corrosão nas ligas AA6000 focam suas investigações na influência do conteúdo de Cu e na razão de Mg e Si da liga.

Svenningsen et al. (2006a), que estudaram o efeito do teor de cobre em ligas AA6000, concluíram que ligas com alto teor de Cu (0,12%) são claramente mais suscetíveis à corrosão intergranular. O envelhecimento T6 resulta na precipitação da fase Q nos limites de grão, que é um cátodo eficaz em relação à zona adjacente empobrecida em Cu.

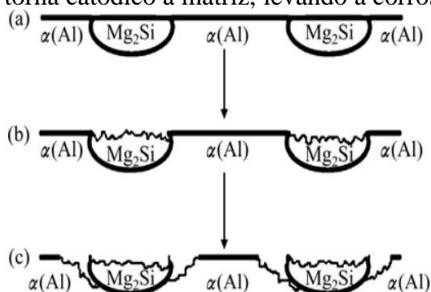
Os resultados de Zhan et al. (2008) corroboram Svenningsen et al. (2006). Os autores investigaram os efeitos individuais e combinados do teor de Cu, Mg e Si na corrosão de ligas da série AA6XXX. Os mesmos verificaram que a suscetibilidade à corrosão intergranular aumenta conforme a percentagem de Cu também aumenta. Isso se deve ao fato de que o acréscimo de Cu aumenta também a densidade de partículas Q ( $\text{Al}_5\text{Cu}_6\text{Mg}_8\text{Si}_2$ ) e a corrosão intergranular é consequência do acoplamento micro galvânico entre a fase Q e a matriz. A razão de Mg e Si, em comparação ao Cu, mostrou baixa influência na suscetibilidade à corrosão da liga.

Zeng et al. (2011) restringiram-se ao estudo da razão de Mg e Si em ligas da série AA6XXX. Os autores se dedicaram especificamente em verificar a diferença no mecanismo de corrosão quando a razão de Mg/Si era maior e menor que 1,73. Em ligas com razão molar de Mg/Si maior que 1,73, apenas  $\text{Mg}_2\text{Si}$  precipita nos contornos de grão. Inicialmente, esse precipitado é anódico à matriz (ou a zona livre de precipitados). Portanto, a corrosão ocorre em sua superfície, conforme a Figura 11 (b). No entanto, o mecanismo de corrosão promove uma dissolução preferencial do Mg, enriquecendo o precipitado de Si e um consequente aumento no seu potencial. Por fim, a fase corroída  $\text{Mg}_2\text{Si}$  torna-se catódica em relação à matriz, levando à corrosão da zona livre de precipitados (ZLP) na periferia dos precipitados, conforme a Figura 11 (c). Como neste tipo de liga os precipitados costumam ser distribuídos descontinuamente no contorno de grão, uma razão molar de Mg/Si superior a 1,73 deve tornar a liga menos suscetível à corrosão intergranular.

Nas ligas com razão molar de Mg/Si inferior a 1,73 a corrosão também é iniciada na partícula  $\text{Mg}_2\text{Si}$ , por conta da sua natureza anódica em relação à matriz. Contudo, a partícula de Si é catódica em relação à matriz, resultando em corrosão na zona livre de precipitados adjacente à partícula de Si, conforme a Figura 12 (b). Durante o processo, a partícula de Si segue sendo catódica, enquanto a partícula de  $\text{Mg}_2\text{Si}$  deixa de ser anódica e passa também a ser catódica com a evolução da corrosão, conforme mostrado na Figura 12 (c). A presença da partícula de

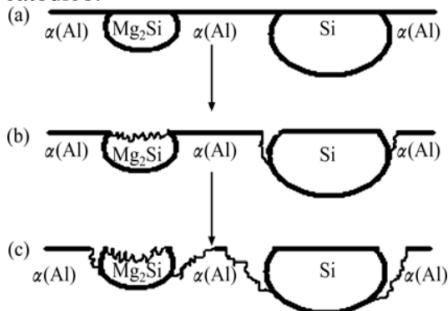
Si acelera a dissolução do Mg no precipitado e, conseqüentemente, acelera também a transformação de polaridade entre o  $Mg_2Si$  e a ZLP, tornando a corrosão mais severa. Portanto, ainda que os precipitados estejam distribuídos de forma descontínua, há uma maior suscetibilidade à corrosão intergranular nestas ligas.

Figura 11 - Diagrama do mecanismo de corrosão de ligas Al-Mg-Si com razão molar Mg/Si maior que 1,73: (a) estágio inicial, (b) momento em que o precipitado  $Mg_2Si$  é anódico à matriz e (c) fase em que o precipitado se torna catódico à matriz, levando a corrosão da ZLP.



Fonte: Zeng et al. (2011).

Figura 12 - Diagrama do mecanismo de corrosão de ligas Al-Mg-Si com razão molar Mg/Si menor que 1,73: (a) estágio inicial, (b) momento em que o precipitado  $Mg_2Si$  é anódico à matriz e o Si é catódico (onde já inicia a corrosão da ZLP) à matriz e (c) fase em que o precipitado  $Mg_2Si$  passa a ser catódico.



Fonte: Zeng et al. (2011).

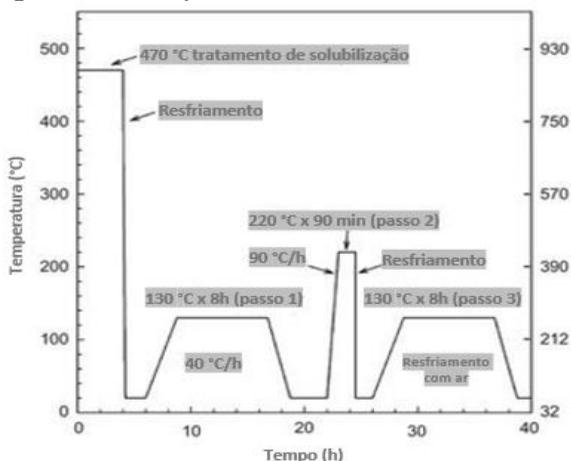
### 3.5 ENVELHECIMENTO NÃO ISOTÉRMICO

#### 3.5.1 Ressolubilização e reenvelhecimento (RRA)

Entre os anos de 1970 e 1980 foi patenteado o tratamento de envelhecimento denominado *retrogression and reageing* (RRA). Esse tratamento envolve as ligas da série 6000 e 7000 e objetiva reter a melhor combinação da resistência à tração e à corrosão da liga (URAL, 1994).

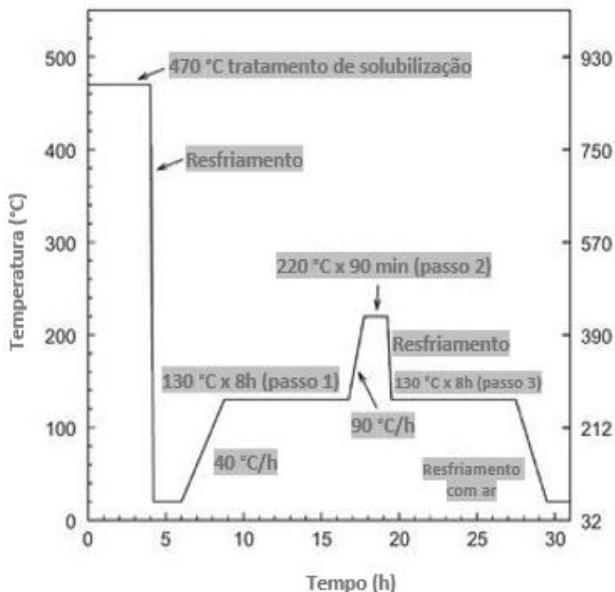
Normalmente, a sequência desse tratamento é realizada por um endurecimento por precipitação inicial, uma exposição breve em temperatura mais elevada e uma última etapa de envelhecimento próxima à temperatura inicial. Em termos práticos, existem duas opções para realização do tratamento: realizá-lo resfriando o material à temperatura ambiente entre cada etapa, conforme a Figura 13, ou realizá-lo dentro do mesmo forno, apenas variando a temperatura, conforme a Figura 14 (ROBINSON, 2018).

Figura 13 – Exemplo de RRA com resfriamento entre as etapas.



Fonte: adaptado de Robinson (2018).

Figura 14 – Exemplo de RRA sem resfriamento entre as etapas.



Fonte: adaptado de Robinson (2018).

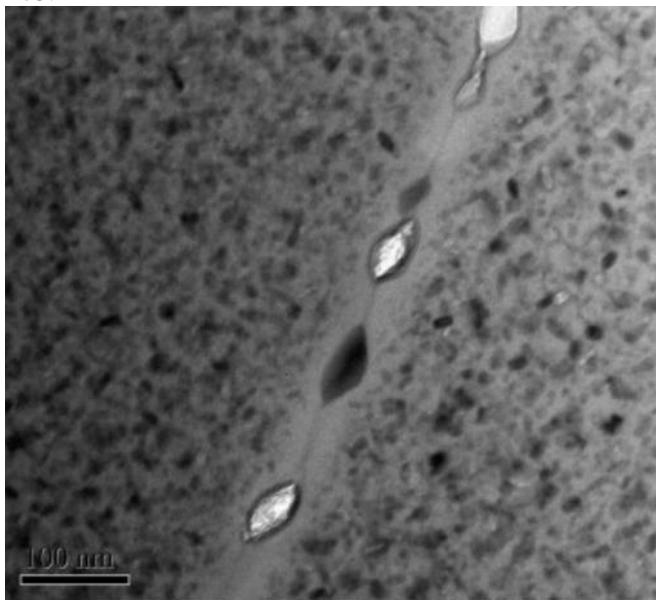
Li et al. (2009) estudaram o tratamento RRA nas propriedades mecânicas e de corrosão por esfoliação na liga AA7150. Para esta liga, os autores citam que o tratamento realizado a 120 °C por 24 h (denominado T6) é o mais benéfico para a resistência à tração, sendo 610 MPa. Entretanto, apesar de não ter um bom desempenho mecânico, o tratamento T73, realizado a 120 °C por 24 h seguido de um segundo passo a 163 °C por 24 h, é o que resulta na melhor resistência à corrosão por esfoliação devido à forma que os precipitados se apresentam nos contornos de grão, como pode ser visto na Figura 15.

De acordo com Li et al. (2009), essa microestrutura contribui para a resistência à corrosão pois os precipitados são considerados anódicos à matriz e um contorno de grão com precipitados

contínuos, conforme a Figura 16, aumenta a possibilidade de corrosão da liga.

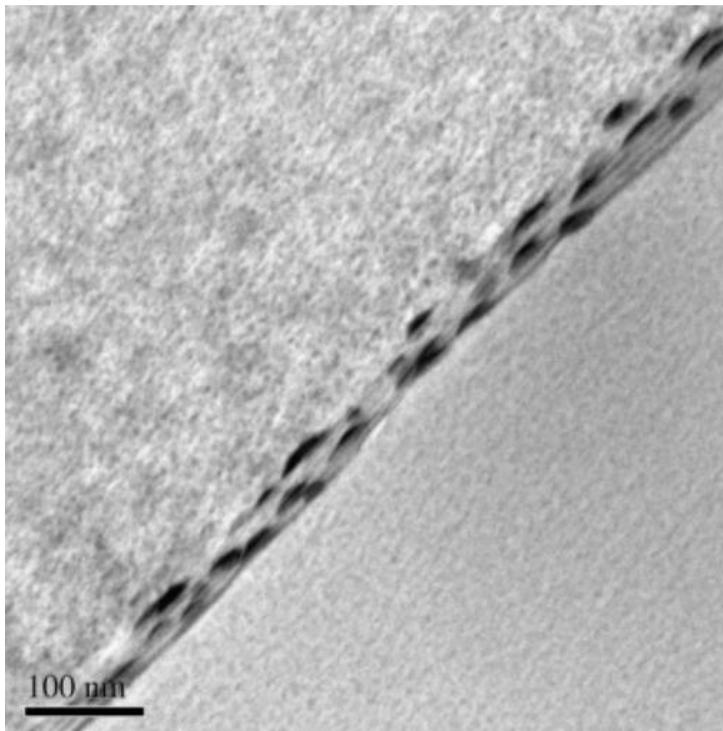
O tratamento RRA promove uma microestrutura favorável tanto para a resistência mecânica quanto para a resistência à corrosão da liga. No trabalho publicado por Li et al. (2009) o tratamento RRA ótimo encontrado foi realizado com envelhecimento a 120 °C por 24 h, 175 °C por 3h e 120 °C por 24 h. A resistência à tração da liga ficou em aproximadamente 610 MPa e a resistência à corrosão similar às amostras T73. O contorno de grão da microestrutura da amostra envelhecida RRA está apresentado na Figura 17. Os precipitados no limite de grão são da fase  $\eta$  ( $MgZn_2$ ) e são considerados anódicos à matriz. Sua natureza descontínua é proveniente do processo de retrocesso, o que favorece a característica anticorrosiva da liga.

Figura 15 - MET da região de contorno de grão da liga AA7150 tratada com T73.



Fonte: Li et al. (2009).

Figura 16 - MET da região de contorno de grão da liga AA7150 tratada com T6.



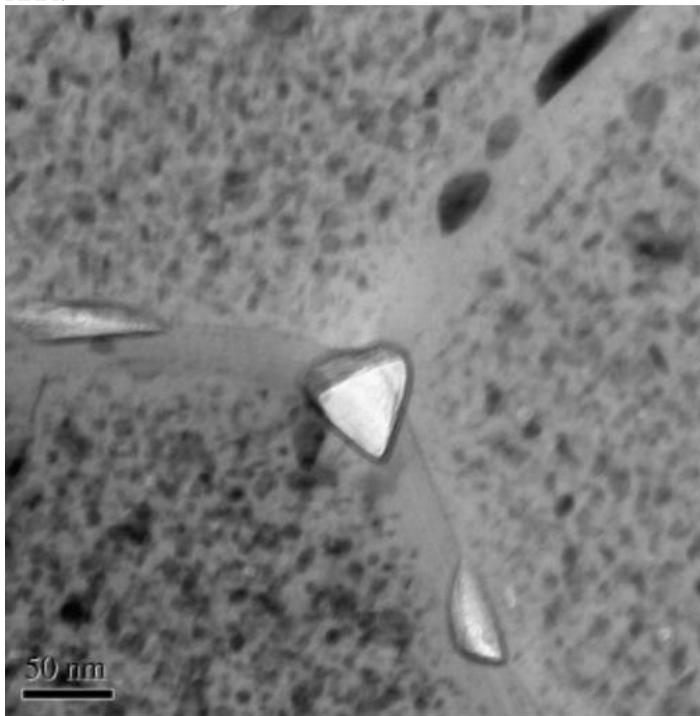
Fonte: Li et al. (2009).

Apesar de Li et al. (2009) terem verificado que o RRA manteve as propriedades mecânicas iguais ao envelhecimento T6, Abúndez et al. (2016) verificaram que a liga AA6061 (liga que faz parte da série AA6XXX) pode ter a resistência mecânica aprimorada pelo tratamento. Os autores realizaram o tratamento com 200 °C por 70 min e a ressolubilização a 250 °C por 10 min. O envelhecimento RRA provocou um aumento de 12% no limite de resistência à tração em relação ao T6.

A Figura 18 apresenta a microestrutura dos diferentes envelhecimentos realizados no trabalho de Abúndez et al. (2016). As imagens de A até F demonstram as microestruturas das amostras

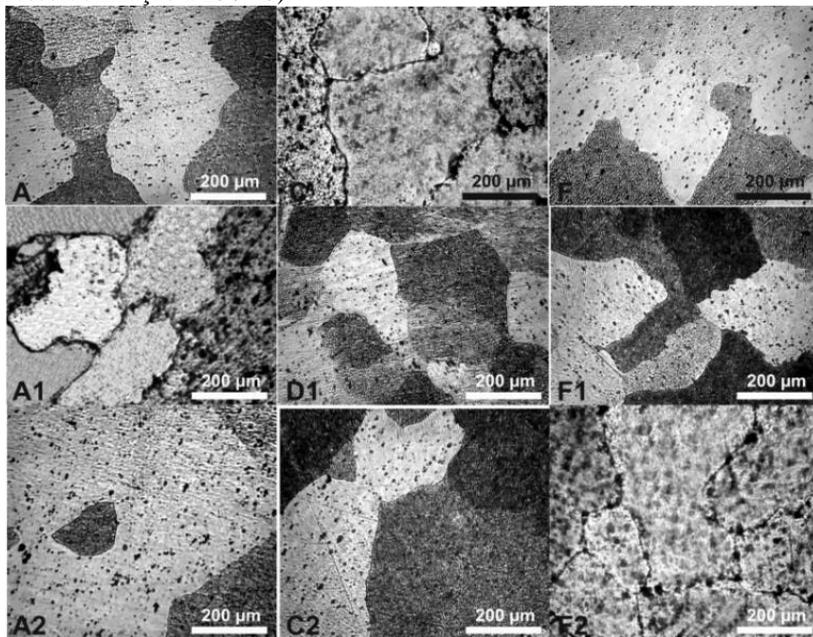
envelhecidas com envelhecimento a 150 e ressolubilização a 200 °C. As imagens de A1 até F1 mostram as microestruturas das amostras envelhecidas com envelhecimento a 175 °C e ressolubilização a 225 °C. Por fim, as imagens de A2 até F2 demonstram as microestruturas das amostras envelhecidas com envelhecimento a 200 °C e ressolubilização a 250 °C. Percebe-se uma redução no tamanho de grão para as amostras com temperaturas de envelhecimento mais altas e, simultaneamente, as extremidades dos grãos destas amostras são mais agudas, combinação que promove um maior limite de resistência à tração.

Figura 17 - MET da região de contorno de grão da liga AA7150 tratada com RRA.



Fonte: Li et al. (2009).

Figura 18 - Micrografia óptica das microestruturas de diferentes condições de envelhecimento e ressolubilização (A–F envelhecimento a 150 °C e ressolubilização a 200 °C, A1–F1 envelhecimento a 175 °C e ressolubilização a 225 °C e A2–F2 envelhecimento a 200 °C e ressolubilização a 250 °C).



Fonte: Abúndez et al. (2016)

Diferentemente de Abúndez et al. (2016), o trabalho publicado por Mayén et al. (2017) apresentou um novo envelhecimento após a ressolubilização do alumínio. Os autores compararam as propriedades mecânicas de amostras da liga 6061 envelhecidas T6 a 150 °C por 3 h e vários diferentes métodos de envelhecimento RRA. O método mais eficaz foi obtido com 200 °C por 60 min, 250 °C por 10 min e 150 °C por 180 min, apresentou 303 MPa de limite de resistência à tração e limite de escoamento 267 MPa. A amostra T6 apresentou limite de resistência à tração de 308 MPa e 213 MPa de limite de escoamento, sendo superior somente no LRT.

### 3.5.2 Envelhecimento interrompido

Outro método que pode ser utilizado como tratamento térmico alternativo ao tratamento isotérmico convencional é o envelhecimento interrompido. Esse envelhecimento pode ser realizado em duas etapas, a primeira com uma temperatura mais alta por um curto período de tempo e a segunda com uma temperatura mais baixa por um período longo, método denominado T6I4. Por exemplo, 130 °C por 2 h, resfriamento em água e aquecimento a 65 °C por 24 h (JACUMASSO et al., 2019).

Dependendo da ocasião, pode ser realizada uma etapa adicional com um novo envelhecimento a uma temperatura mais alta, método denominado T6I6. Por exemplo, pode ser realizado um tratamento a 170 °C por 20 min, 65 °C por 2 semanas e 170 °C novamente. Esses métodos de tratamento podem melhorar a resistência mecânica das ligas de alumínio das classes 2000, 6000 e 7000 (XUEHONG et al., 2020).

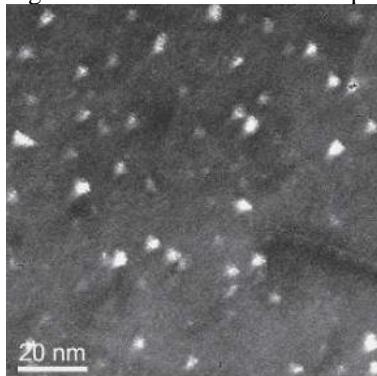
Buha, Lumley e Crosky (2006) estudaram as propriedades da liga AA6061 envelhecida interrompida. As mesmas foram tratadas em solução a 560 °C por 2 h e resfriadas com água. O tratamento T6 foi realizado a 177 °C por vários tempos. Foram realizados vários tratamentos interrompidos T6I4 e T6I6 para verificar a alteração nas propriedades da liga. O tratamento de envelhecimento T6I6 produziu aumentos simultâneos nas propriedades de tração, dureza e tenacidade, em comparação com o T6 convencional. A melhoria geral nas propriedades mecânicas do 6061 T6I6 está associada à formação de um maior número de precipitados  $\beta''$  mais finos e mais densamente dispersos, conforme comparação entre a Figura 19 e 20, na microestrutura final.

Wang et al. (2021), que estudaram o envelhecimento interrompido nas propriedades da liga Al-Cu-Zn-Mg, Antunes et al. (2019), que estudaram o efeito do envelhecimento interrompido na liga AA7050 e Xuehong et al. (2020), que pesquisaram o efeito desse método

de envelhecimento em ligas da série AA6XXX, também mostraram em seus trabalhos que as propriedades mecânicas dessas ligas podem ser aprimoradas utilizando esse método de endurecimento.

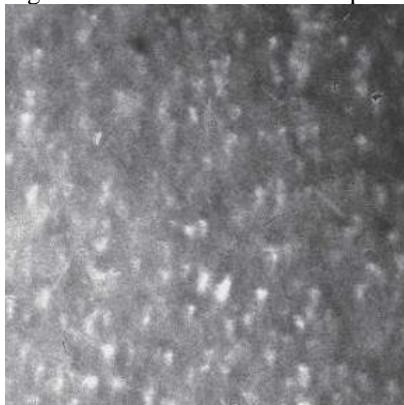
Contudo, Antunes et al. (2021) apresentaram contradições em relação aos trabalhos anteriormente citados. Os autores estudaram as propriedades mecânicas da liga AA6351 sob a condição de envelhecimento T6I4, sendo o primeiro passo a 180 °C por 1 h e o segundo passo a 65 °C por 24 h. Para efeito de comparação, foi realizado também um tratamento T6 a 180 °C por 6 h. A amostra T6I4 apresentou uma dureza inferior, sendo 83,7 HV para a condição T6 e 65,3 HV para a amostra T6I4. Simultaneamente, apresentou também um valor de resistência à tração consideravelmente mais baixo, sendo 342 MPa para a amostra T6 e 213 MPa para a T6I4. No entanto, houve um aumento em 2,5 vezes no valor da ductilidade e 73% no módulo de tenacidade. Os autores atribuíram esse efeito ao aumento no tamanho dos precipitados que o envelhecimento interrompido causou, concluindo que esse método na liga AA6351 pelo tempo proposto causa o efeito contrário ao mesmo método aplicado na liga AA6061, apresentado por Buha, Lumley e Crosky (2006).

Figura 19 - MET da amostra no pico de envelhecimento T6.



Fonte: Buha, Lumley e Crosky (2006).

Figura 20 - MET da amostra no pico de envelhecimento T6I6.



Fonte: Buha, Lumley e Crosky (2006).

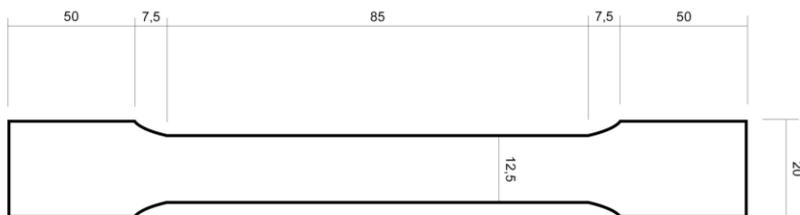
## 4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Neste estudo avaliou-se o efeito do envelhecimento isotérmico e de diferentes envelhecimentos não isotérmicos nas propriedades mecânicas e de corrosão de amostras extrudadas da liga AA6063.

### 4.1 MATERIAIS

As amostras da liga AA6063 foram fornecidas pela empresa IBRAP – Alumínio e Plástico, localizada em Urussanga/SC, na forma de perfis extrudados com 1 mm de espessura. As mesmas foram cortadas e usinadas no laboratório interno da empresa com as dimensões detalhadas na Figura 21, conforme recomendações da ABNT 7549 para ensaio de tração.

Figura 21 - Medidas em milímetros dos corpos de prova serrados e usinados.



Fonte: autor (2023).

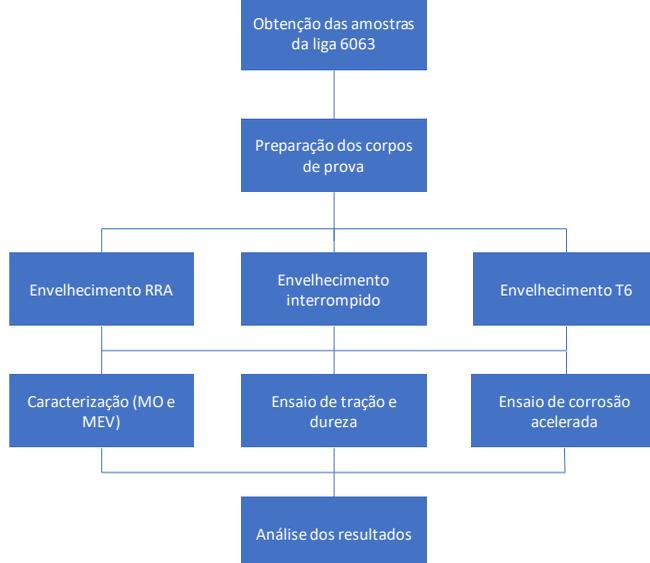
A composição química das amostras foi analisada por meio de espectrometria de emissão óptica com o equipamento Anacom modelo B2-02 (V-N) localizado na empresa IBRAP. As amostras foram coletadas durante a solidificação do tarugo de alumínio utilizado na extrusão do perfil. A preparação das mesmas ocorreu usinando a face que receberia a

queima a fim de deixá-la plana e limpando-a com álcool isopropílico 70%. Para determinação da composição química, foi realizada uma média dos 24 resultados obtidos.

## 4.2 MÉTODOS

A Figura 22 apresenta um fluxograma das atividades que foram desenvolvidas durante este projeto. Com as amostras usinadas, iniciaram-se os três métodos de envelhecimento propostos: RRA, interrompido e T6. Além disso, foi separado um grupo de controle somente extrudado, sem tratamento térmico. Tanto os métodos de envelhecimento, quanto as caracterizações que foram feitas, estão descritas nas seções subsequentes.

Figura 22 - Fluxograma das atividades desenvolvidas.



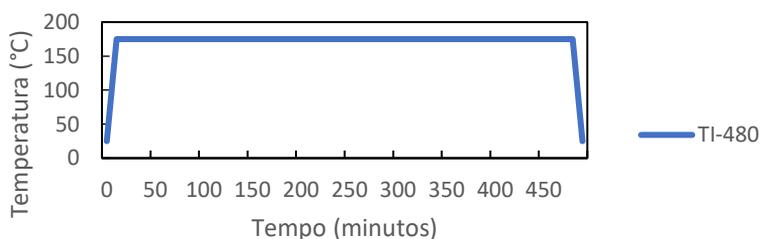
Fonte: autor (2023).

### 4.2.1 Tratamentos térmicos

A fim de facilitar a compreensão, cada um dos tratamentos térmicos deste trabalho recebeu uma designação específica. As letras iniciais definem o tipo de tratamento, TI significa tratamento isotérmico e TNI significa tratamento não isotérmico. Os números representam o tempo total de tratamento em minutos. As amostras não tratadas foram citadas ao longo do texto como ST, sem tratamento.

Conforme a Figura 23, o envelhecimento isotérmico foi realizado a 175 °C por 8 h, de acordo com o recomendado pela ABAL (2014) e Nandy, Bakkar e Das (2015) para que se atinja o pico de envelhecimento.

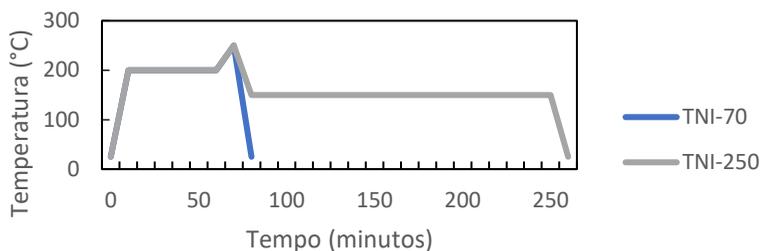
Figura 23 – Tempo e temperatura de envelhecimento das amostras TI-480.



Fonte: autor (2023).

Embasando-se nos melhores resultados obtidos por Abúndez et al. (2016) e Mayén et al. (2017), no presente trabalho foram realizados dois tratamentos de RRA. O primeiro tratamento teve duas etapas: envelhecimento a 200 °C durante 60 minutos e ressolubilização a 250 °C durante 10 minutos. O segundo tratamento teve também as duas primeiras etapas seguidas de uma terceira etapa: re-envelhecimento a 150 °C durante 180 minutos. Ambos os tratamentos estão demonstrados na Figura 24.

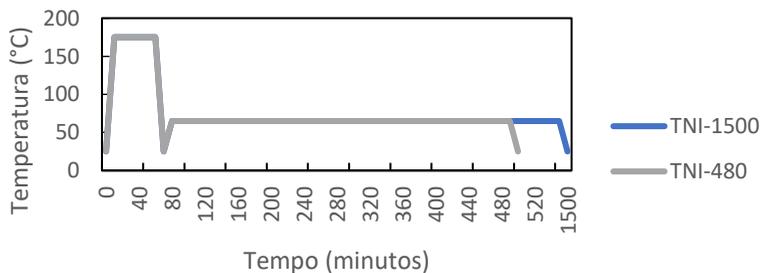
Figura 24 – Tempo e temperatura de envelhecimento das amostras TNI-70 e TNI-250.



Fonte: autor (2023).

O método de envelhecimento interrompido foi realizado baseando-se no trabalho publicado por Antunes et al. (2021). As amostras, conforme a Figura 25, foram envelhecidas a 175 °C por 1 h, resfriadas em água e novamente envelhecidas a 65 °C durante 24 h. Com objetivo de limitar o tempo total deste tratamento ao tempo do tratamento isotérmico (comumente utilizado na indústria), um segundo envelhecimento interrompido foi testado reduzindo os 65 °C da segunda etapa para 7 h.

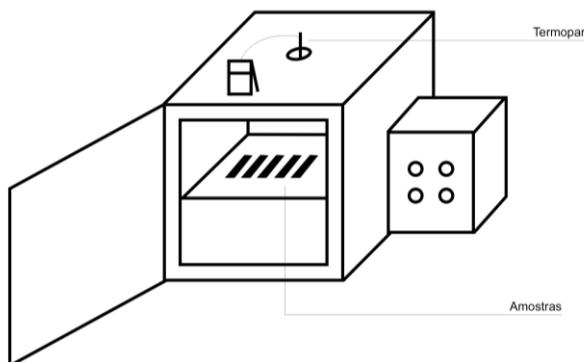
Figura 25 – Tempo e temperatura de envelhecimento das amostras TNI-1500 e TNI-480.



Fonte: autor (2023).

Foi utilizado o forno mufla do Valora, localizado no Iparque da UNESCO, para a realização dos envelhecimentos. Além disso, a temperatura foi controlada utilizando um termopar externo, conforme o esquema demonstrado na Figura 26.

Figura 26 – Esquema de forno e termopar externo utilizado nos envelhecimentos.



Fonte: autor (2023).

#### 4.2.2 Ensaio de corrosão acelerada

O ensaio de corrosão acelerada foi realizado no laboratório do Iparque, na UNESCO, no equipamento da marca BASS modelo USC-MP-02/2006. O mesmo foi conduzido conforme as diretrizes da ASTM B8117, utilizando solução com pH neutro, temperatura 40 °C e concentração de NaCl 5%. Foram expostos 90 corpos de prova (já usinados para ensaio de tração), 15 para cada um dos tipos de envelhecimentos propostos e mais 15 na condição sem envelhecimento. A cada 24 h foi realizado o registro fotográfico das amostras e a retirada de 5 corpos de prova de cada tipo de envelhecimento a fim de que fosse realizado o ensaio de tração dos mesmos. O ensaio foi encerrado com 72

h pois em teste preliminar viu-se que a evolução da corrosão era suficiente para a sequência dos ensaios.

### **4.2.3 Caracterização**

#### **4.2.3.1 Microscopia óptica**

A microscopia óptica (MO) foi realizada em aparelho localizado no laboratório da empresa IBRAP – Alumínio e plástico. Embasando-se na ASTM E3 e ASTM E407, as amostras foram embutidas em resina polimérica e preparadas com lixas de granulometria 80, 180, 220, 400, 600, 800 e 1200. Além disso, o polimento foi realizado com sílica coloidal, com tamanho de partículas de 0,9  $\mu\text{m}$ , em politriz giratória. Para observação dos precipitados foi realizado um ataque de HF por imersão, com concentração 0,5%, por 10 segundos. Para observação dos grãos, os corpos de prova foram atacados, também por imersão, com reagente Keller, constituído de 10 ml de ácido fluorídrico, 15 ml de ácido clorídrico, 25 ml de ácido nítrico e 50 ml de água destilada, por 10 segundos. A média do tamanho de grão das amostras foi obtida embasando-se na ASTM E-112 pelo procedimento de interceptação linear de Heyn. Com um aumento de 400 vezes, foram traçadas 6 linhas no formato de grade e verificada a quantidade de interceptos. A soma do comprimento total das linhas dividido pela quantidade de interceptos resultou no tamanho médio de grão.

#### **4.2.3.2 Microscopia eletrônica de varredura**

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi realizada em equipamento localizado no Senai, em Criciúma/SC. O mesmo era da marca Philips, modelo XL 30 e o ensaio foi realizado com tensão de 25 kV. O procedimento para preparação das amostras foi realizado também

embutindo as amostras em resina polimérica e preparando-as com lixas de granulometria 80, 180, 220, 400, 600, 800 e 1200. O polimento foi realizado com sílica coloidal em politriz giratória. Para observação dos precipitados o ataque foi realizado com HF, concentração 0,5%, por 10 segundos.

#### **4.2.4 Ensaios mecânicos**

##### **4.2.4.1 Ensaio de tração**

O ensaio de tração foi realizado utilizando uma máquina EMIC modelo DL10000 localizada no Iparque da UNESC de acordo com as normas ABNT NBR 6892-1:2013 e ASTM E8. A velocidade de ensaio foi ajustada para 10 mm/min e a célula de carga era de 1000 kgf. Foram rompidos no total 120 corpos de prova, 20 de cada um dos envelhecimentos e 20 sem envelhecimento nenhum, na condição ST. Dentro de cada grupo de 20, 5 amostras não haviam sido submetidas ao ensaio de corrosão acelerada, 5 amostras ficaram 24 h, 5 amostras 48 h e 5 amostras 72 h.

##### **4.2.4.2 Ensaio de dureza Webster**

Para corroborar os resultados de resistência mecânica, foi utilizado também o equipamento Webster modelo B. Esse equipamento é comumente utilizado na indústria do alumínio para inspeção dos materiais na linha de produção. Conforme a ASTM B647-10, não é necessária uma preparação específica do corpo de prova, basta os mesmos possuírem superfície lisa, limpa e plana e espessuras entre 1 e 6 mm. Para obtenção dos resultados foi realizada uma média dos valores encontrados nos ensaios dos 120 corpos de prova.

#### **4.2.5 Análise dos dados**

Com auxílio do software Jamovi versão 2.4.8, foram analisadas as diferenças significativas entre os valores de LRT dos diferentes grupos de envelhecimentos através do teste de comparações múltiplas de Tukey-Kramer.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1 Caracterizações

A Tabela 4 demonstra os resultados de composição química das amostras utilizadas neste trabalho. Nela estão presentes os percentuais mínimos e máximos de cada elemento para a liga AA6063. Conforme a tabela e conforme proposto pelo respectivo trabalho, a mesma está dentro dos limites pré-estabelecidos da liga AA6063 na norma *International Alloy Designations and Chemical Composition Limits for Wrought Aluminum and Wrought Aluminum Alloys* (ALUMINUM ASSOCIATION, 2015).

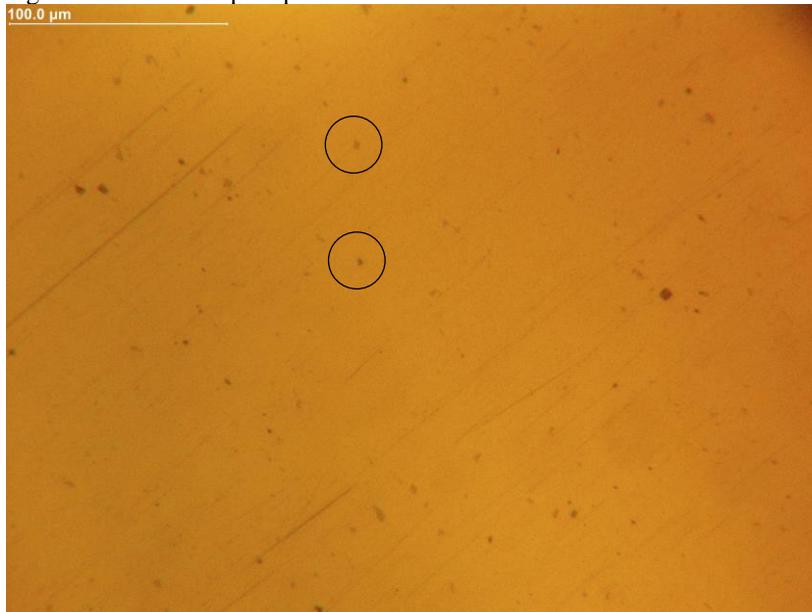
Tabela 4 – Composição química das amostras utilizadas no trabalho.

Elemento	Percentual (%)	Mínimo AA6063 (%)	Máximo AA6063 (%)
Si	0,49	0,20	0,60
Fe	0,22	0,00	0,35
Cu	0,02	0,00	0,10
Mn	0,07	0,00	0,10
Mg	0,51	0,45	0,90
Cr	0,01	0,00	0,10
Zn	0,01	0,00	0,10
Ti	0,02	0,00	0,10
Outros	0,01	0,00	0,15

Fonte: autor (2023).

A Figura 27 mostra uma imagem de microscopia óptica da amostra ST. Conforme evidenciado por Zheng et al. (2023), após a extrusão as amostras ficam supersaturadas. Isso ocorre pois o tarugo é aquecido a 500 °C na extrusão e resfria rapidamente após o processo. Portanto, as fases encontradas nessas amostras serão aglomerados de átomos de Si e Mg (indicados na imagem com um círculo preto) e, principalmente nos contornos de grão, AlFeSi.

Figura 27 - Microscopia óptica da amostra ST atacada com HF.



Fonte: autor (2023).

## 5.2 Ensaaios mecânicos

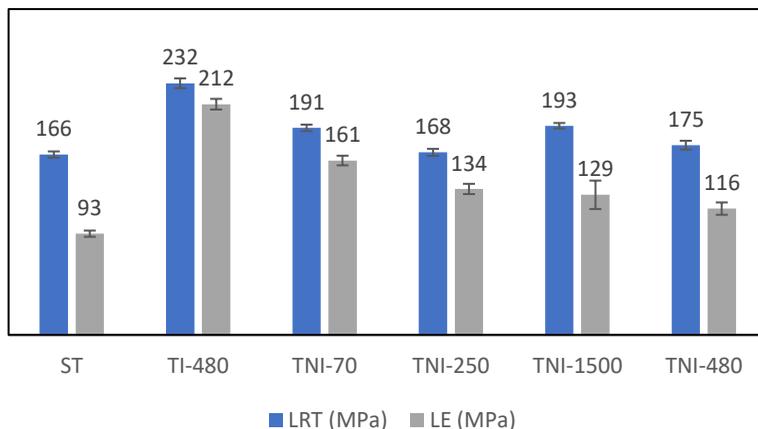
### 5.2.1 Ensaios de tração

A Figura 28 apresenta os resultados de limite de resistência à tração (LRT) e limite de escoamento (LE) das amostras sem envelhecimento ST e envelhecidas TI-480, TNI-70, TNI-250, TNI-1500 e TNI-480. Conforme o esperado, o envelhecimento que resultou nos maiores valores de LRT e LE foi o TI-480, 231 MPa e 212 MPa, respectivamente, com tratamento a 175 °C por 8 h. Dos envelhecimentos não isotérmicos, o tratamento que apresentou a maior LRT foi o TNI-1500, com 193 MPa em um envelhecimento a 175 °C por 1 h e 65 °C por 24 h. Contudo, o tratamento TNI-70 resultou num LRT muito similar ao TNI-1500 com tempo total de tratamento inferior, 191 MPa com

envelhecimento a 200 °C por 1 h e 250 °C por 10 minutos. Os envelhecimentos não isotérmicos TNI-250 e TNI-480 apresentaram os piores desempenhos mecânicos, com LRTs de 175 e 168 MPa, respectivamente.

Os resultados da amostra TI-480 estão de acordo com a literatura já consolidada. Nandy, Bakkar e Das (2015), que realizaram um envelhecimento a 175 °C em uma haste extrudada a quente da liga AA6063 por diversos tempos, obtiveram o pico de dureza da liga em um envelhecimento de 8 h, resultando em um LRT de aproximadamente 275 MPa e LE de 240 MPa. Os autores também demonstraram que um envelhecimento a 175 °C por 1 h resulta num LRT de aproximadamente 190 MPa. Portanto, a etapa de 65 °C por 24 h no envelhecimento TNI-1500 teve baixa influência no LRT da liga.

Figura 28 - Resultados dos ensaios de tração.



Fonte: autor (2023).

A Tabela 5 apresenta os resultados do teste Post-Hoc de Tukey para os valores de LRT de cada um dos grupos. Os resultados confirmam as diferenças significativas dos resultados de LRT do grupo

TI-480 em relação aos demais grupos. Todos os comparativos apresentaram p-valor menor que 0,001. Além disso, o p-valor de 0,941 no comparativo entre os grupos TNI-1500 e TNI-70 confirma que não houve diferenças significativas entre os mesmos.

Tabela 5 - Teste Post-Hoc de Tukey com os resultados do LRT de cada um dos grupos.

		ST	TNI-70	TI-480	TNI-250	TNI-480	TNI-1500
ST	p-valor	—	< .001	< .001	0.940	0.006	< .001
TNI-70	p-valor		—	< .001	< .001	< .001	0.941
TI-480	p-valor			—	< .001	< .001	< .001
TNI-250	p-valor				—	0.050	< .001
TNI-480	p-valor					—	< .001
TNI-1500	p-valor						—

Fonte: autor (2023).

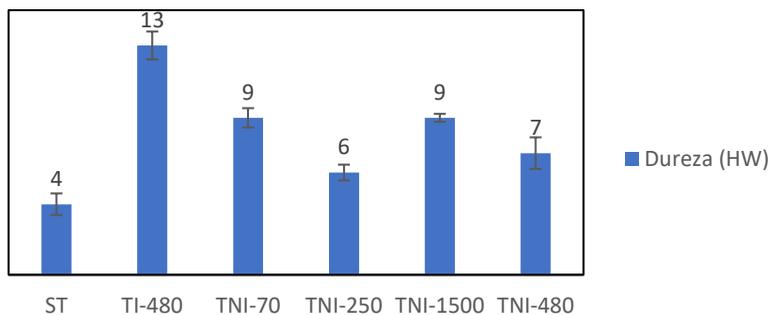
Em relação ao envelhecimento TNI-70, verificou-se uma redução no LRT de 17,7% em comparação com o TI-480. Contudo, entre esses envelhecimentos há uma redução no tempo total de tratamento de 8 h para 1 h e 10 min. Ozturk et al. (2010) concluíram que o pico de envelhecimento da liga AA6061 ocorre com 200 min de tratamento a 200 °C, atingindo um LRT de aproximadamente 350 MPa. Abúndez et al. (2016) demonstraram que um tratamento RRA de 200 °C por 1 h e 250 °C por 10 min resulta num LRT de 314 MPa para a mesma liga, uma redução de 10,28%, similar à redução encontrada no presente trabalho. Abúndez et al. (2016) explicam que essa redução está ligada ao recozimento que dissolve o excesso de Mg<sub>2</sub>Si da liga.

### 5.2.2 Ensaios de dureza Webster

A Figura 29 mostra os resultados dos ensaios de dureza Webster. Corroborando com os ensaios de tração, a dureza da amostra TI-480 se mostrou superior, com 13 HW. As durezas das amostras TNI-70 e

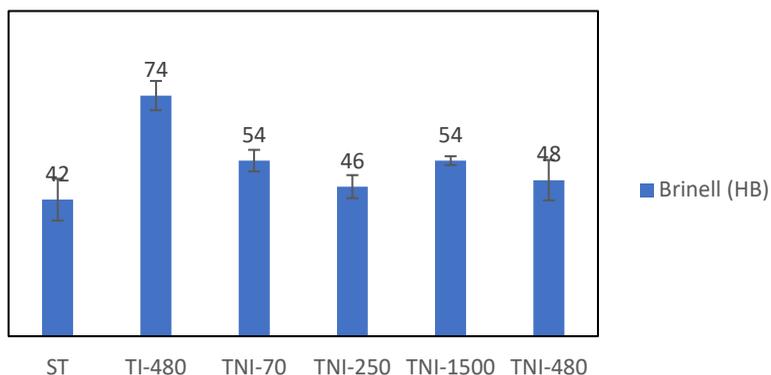
TNI-1500 resultaram em 9 HW. E, por fim, as amostras TNI-480 e TNI-250 tiveram as menores durezas das amostras envelhecidas, 7 HW e 6 HW. A dureza da amostra ST resultou em 4 HW. A Figura 30 mostra os resultados dos ensaios de dureza na escala Brinell.

Figura 29 – Resultados dos ensaios de dureza Webster.



Fonte: autor (2023).

Figura 30 - Resultados dos ensaios de dureza na escala Brinell.



Fonte: autor (2023).

Os valores obtidos confirmam que, conforme Nandy, Bakkar e Das (2015) já haviam demonstrado, o tratamento isotérmico

resulta nos maiores valores de dureza da liga AA6063. Esses resultados estão ligados ao aumento da precipitação da fase  $\beta''$  que, nessas configurações de tratamento, são mais resistentes ao cisalhamento do que a solução sólida supersaturada, aumentando a dureza da liga.

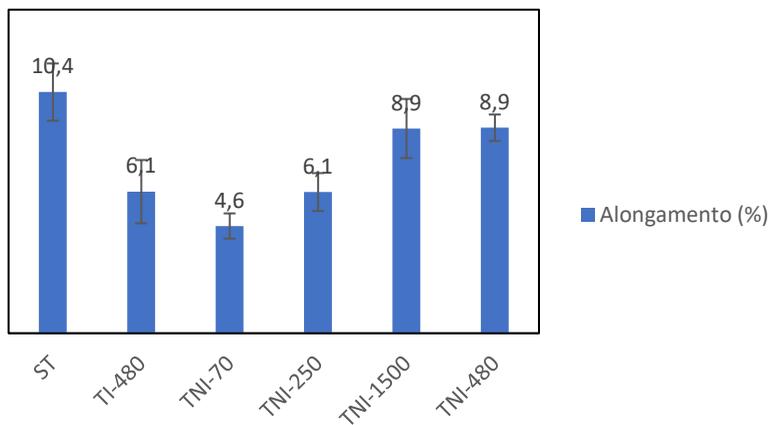
### 5.2.3 Alongamento

A Figura 31 apresenta os resultados de alongamento para cada um dos envelhecimentos realizados. O maior alongamento, conforme o esperado, foi obtido na amostra sem envelhecimento, com 10,4%. A amostra TI-480, que apresentou o maior LRT, obteve 6,1% de alongamento, resultado que concorda bem com o trabalho de Nandy, Bakkar e Das (2015) que obtiveram aproximadamente 7% de alongamento para amostras da mesma liga e t $\acute{e}$ mpera. O mesmo resultado de 6,1% foi obtido na amostra TNI-250, demonstrando uma combinação ineficaz de LRT e alongamento para o envelhecimento proposto.

Uma comparação entre LRT e alongamento entre as amostras TNI-1500 e TNI-70 exp $\acute{o}$ e uma combinação melhor no tratamento TNI-1500, com 192,6 MPa de LRT mantendo um alongamento de 8,8%, contra 190,6 MPa e alongamento de 4,6% do tratamento TNI-70. Estes valores demonstram uma menor ductilidade nas amostras tratadas em temperaturas maiores, resultado que concorda com o trabalho publicado por Siddiqui, Abdullah e Al-belushi (2000). Conforme a Figura 32, os autores demonstraram que em temperaturas de envelhecimento pr $\acute{o}$ ximas de 100  $^{\circ}$ C o alongamento se mant $\acute{e}$ m pr $\acute{o}$ ximo de 14% para tempos entre 6 e 12 horas de tratamento. Em contrapartida, um aumento na temperatura de tratamento causa uma queda acentuada no alongamento. Hockauf et al. (2010) explicam que ductilidades menores em temperaturas de envelhecimentos maiores ocorrem pois nessa condi $\acute{c}$ o as atividades de precipita $\acute{c}$ o iniciam primeiro nos contornos de gr $\acute{a}$ o e depois migram para seu interior. Na condi $\acute{c}$ o de pico de envelhecimento os precipitados dos contornos de gr $\acute{a}$ o j $\acute{a}$  est $\acute{a}$ o numa condi $\acute{c}$ o de superenvelhecimento, grosseiros e espa $\acute{c}$ ados. Como os

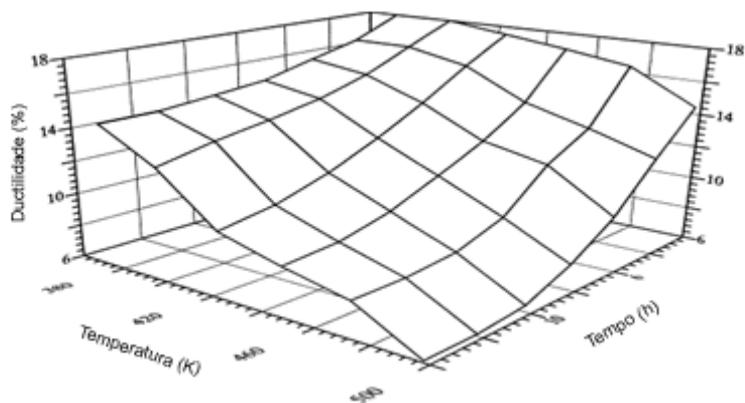
precipitados no interior do grão ainda são finos e bem distribuídos, a resistência ainda é alta.

Figura 31 - Alongamento em relação aos envelhecimentos.



Fonte: autor (2023).

Figura 32 - Alongamento vs temperatura de tratamento térmico para a liga AA6063.



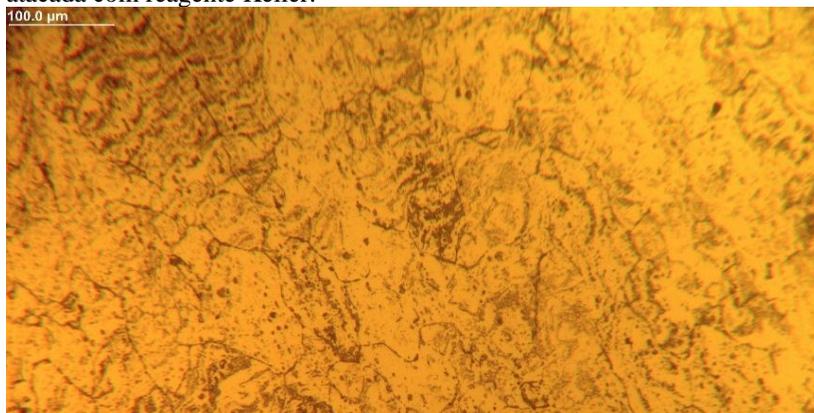
Fonte: Siddiqui, Abdullah e Al-belushi (2000).

## 5.3 Caracterizações microscópicas

### 5.3.1 Microscopia óptica

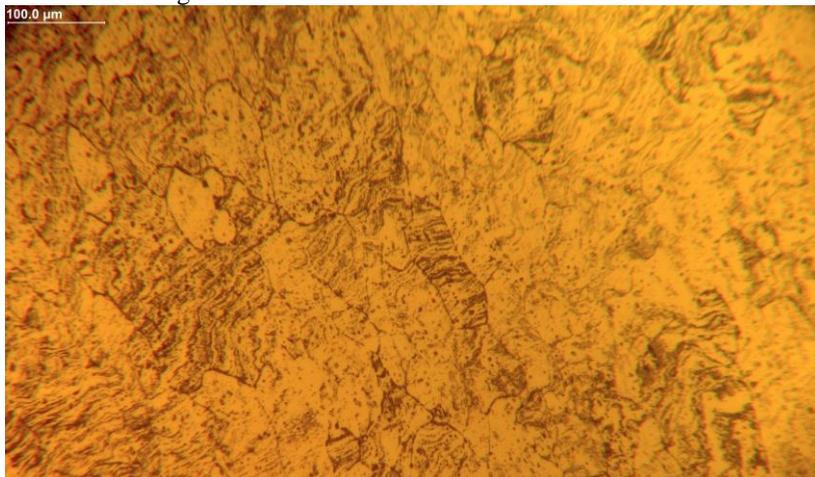
A Figura 33 apresenta a microscopia óptica realizada na amostra TNI-480 com aumento de 400 vezes. Verificou-se, na respectiva amostra, tamanho de grão médio de  $64 \pm 4 \mu\text{m}$ . Além disso, realizou-se uma análise de tamanho de grão na amostra TNI-70, mostrada na Figura 34, resultando em  $59 \pm 5 \mu\text{m}$ . Os mesmos resultados podem ser extrapolados para os demais envelhecimentos pois nos tempos e temperaturas utilizados no presente trabalho não há evidências que ocorra crescimento de grão. Siddiqui, Abdullah e Al-belushi (2000) demonstraram que o crescimento de grão deverá ocorrer somente em tempos de envelhecimento acima de 6 h nos casos em que a temperatura é próxima de  $200 \text{ }^\circ\text{C}$  para a liga AA6063. Para envelhecimentos próximos de  $170 \text{ }^\circ\text{C}$  o crescimento de grão ocorre a partir de 8 h de envelhecimento.

Figura 33 - Microscopia óptica da amostra TNI-480 com aumento de 400x atacada com reagente Keller.



Fonte: autor (2023).

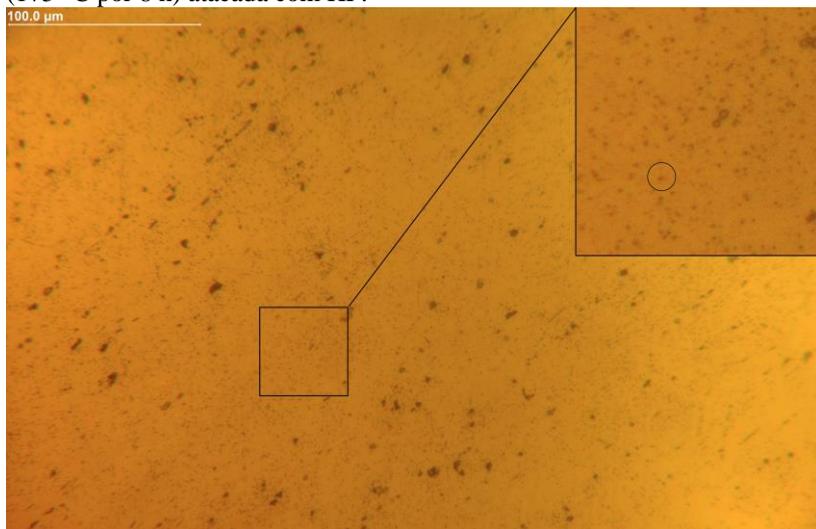
Figura 34 - Microscopia óptica da amostra TNI-70 com aumento de 400x atacada com reagente Keller.



Fonte: autor (2023).

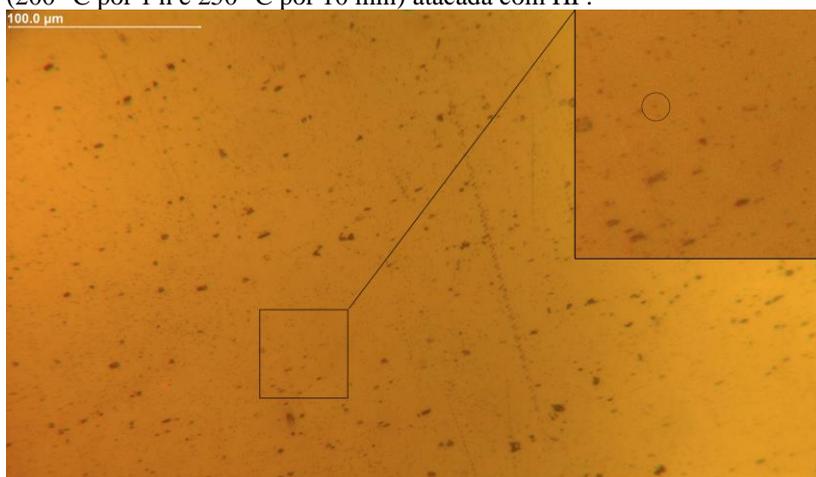
As Figuras 35, 36, 37, 38 e 39 apresentam um comparativo das micrografias entre as amostras TI-480, TNI-70, TNI-250, TNI-1500 e TNI-480. Em concordância com os resultados dos ensaios de tração, a amostra TI-480 obteve maior número de precipitados da fase  $\beta''$  (visualizada nas imagens como pequenos pontos pretos conforme indicado com círculo preto) composto de Mg e Si. As amostras TNI-250 e TNI-480 demonstram as menores densidades de precipitados endurecedores, o que justifica suas resistências mecânicas inferiores. Por fim, as amostras TNI-70 e TNI-1500, que possuem valores intermediários, demonstraram densidade de precipitados inferior a TI-480, mas superior às demais. Corroborando com o respectivo trabalho, Nandy et al. (2015) demonstraram que o aumento de resistência da liga AA6063 durante o envelhecimento está relacionado à densidade de precipitados  $\beta''$  presentes e seu comprimento médio, que aumentam conforme o tempo ou a temperatura de envelhecimento aumenta até o pico de dureza da liga.

Figura 35 - Microscopia óptica após tratamento térmico da amostra TI-480 (175 °C por 8 h) atacada com HF.



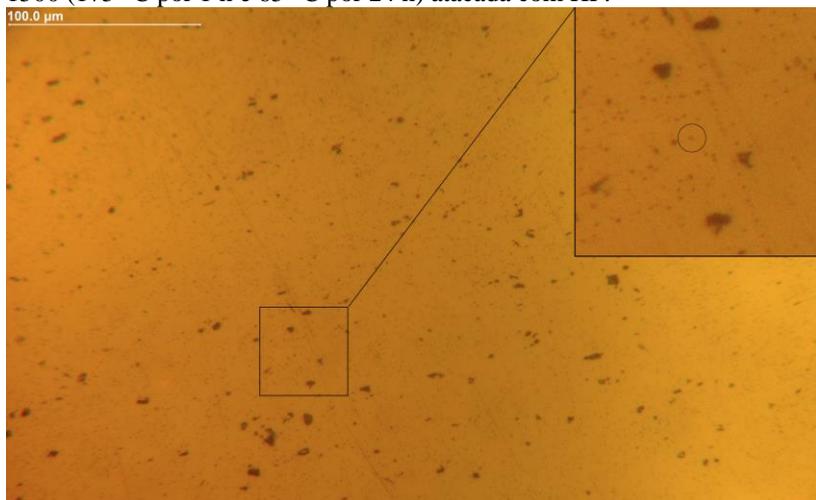
Fonte: autor (2023).

Figura 36 - Microscopia óptica após tratamento térmico da amostra TNI-70 (200 °C por 1 h e 250 °C por 10 min) atacada com HF.



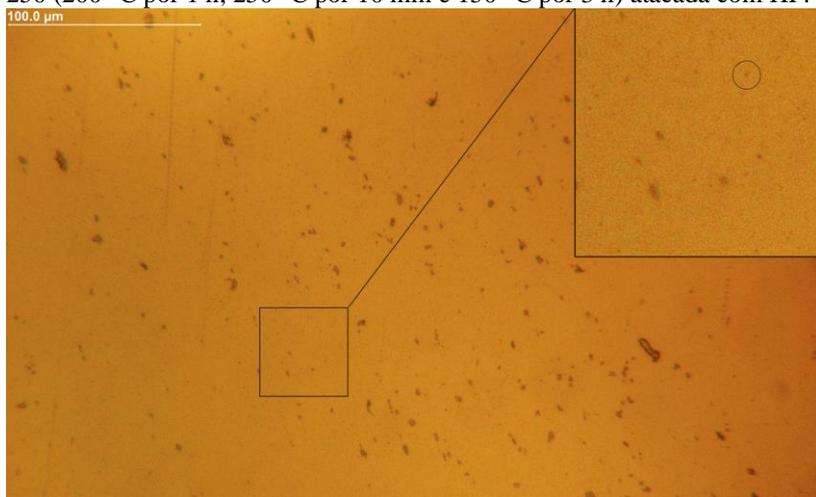
Fonte: autor (2023).

Figura 37 - Microscopia óptica após tratamento térmico da amostra TNI-1500 (175 °C por 1 h e 65 °C por 24 h) atacada com HF.



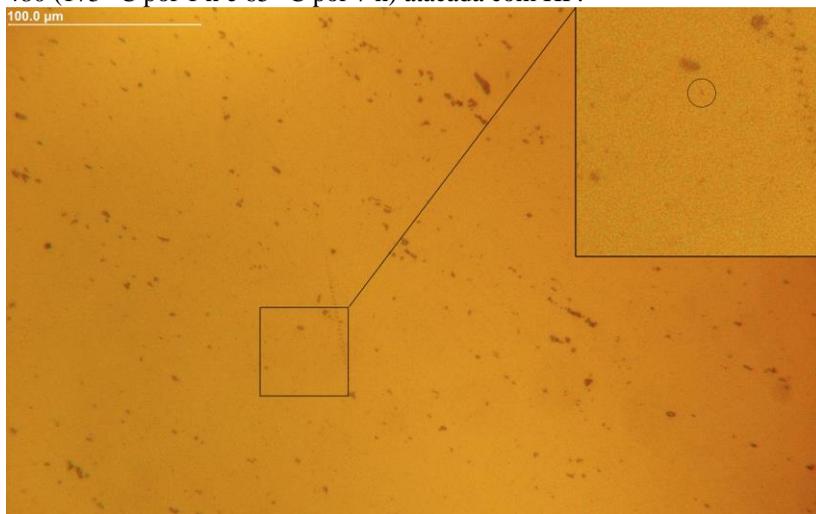
Fonte: autor (2023).

Figura 38 - Microscopia óptica após tratamento térmico da amostra TNI-250 (200 °C por 1 h, 250 °C por 10 min e 150 °C por 3 h) atacada com HF.



Fonte: autor (2023).

Figura 39 - Microscopia óptica após tratamento térmico da amostra TNI-480 (175 °C por 1 h e 65 °C por 7 h) atacada com HF.



Fonte: autor (2023).

### 5.3.2 Microscopia eletrônica de varredura

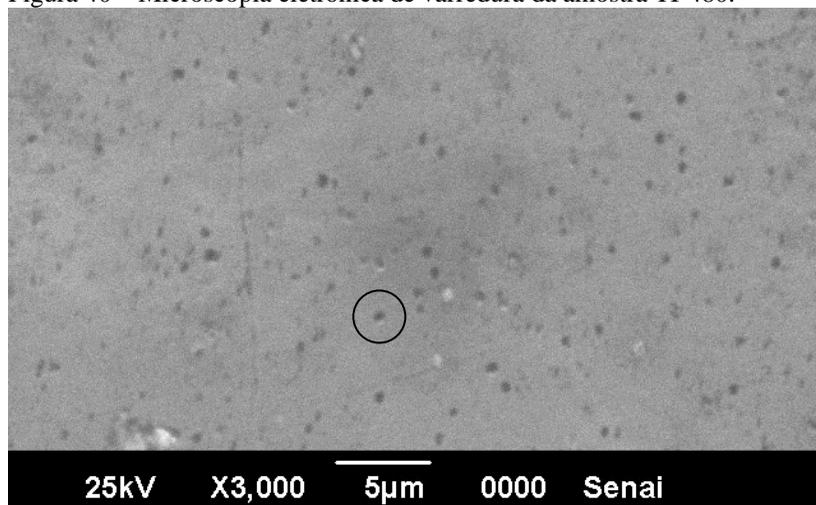
As Figuras 40, 41 e 42 mostram as imagens realizadas com MEV das amostras TI-480, TNI-70 e TNI-250 com aumento de 3000x. As mesmas confirmam uma maior densidade de precipitados  $\beta''$  (indicados com círculo preto) do envelhecimento TI-480 e confirmam também a relação de precipitados entre as amostras TNI-70 e TNI-250.

Gupta et al. (2001), comprovaram que o aumento de resistência das ligas da série 6XXX está relacionado ao composto  $\beta''$  (formado por Mg e Si) realizando o envelhecimento de ligas com diferentes quantidades desses elementos, mas mantendo o Fe constante. A Figura 43 mostra imagens realizadas com MET de uma liga da série 6XXX com (a) 0,63% em peso de  $Mg_2Si$  (que obteve aproximadamente 150 MPa de LE no pico de envelhecimento), (b) 0,95% em peso de  $Mg_2Si$  (que obteve aproximadamente 210 MPa de LE no pico de

envelhecimento) e 1,26% em peso de  $Mg_2Si$  (que obteve aproximadamente 250 MPa de LE no pico de envelhecimento).

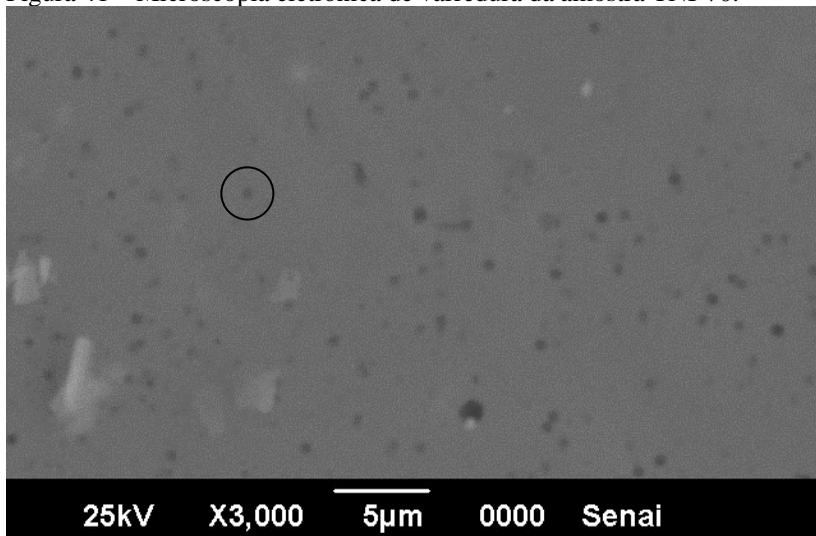
No presente trabalho não foi possível confirmar a composição química dos precipitados  $\beta''$  por EDS devido ao seu tamanho e método de preparação de amostras. Contudo, Andersen et al. (1998) publicaram um trabalho que permitiu uma visão atômica dos mesmos. Inicialmente, nas amostras preparadas para análise em MET, os autores realizaram o EDS de vários pequenos precipitados agulhados. Verificou-se que a razão atômica para Mg/Si era próxima ou inferior a 1. Posteriormente, os autores realizaram análises de microscopia eletrônica de transmissão de campo escuro anular (HAADF). A Figura 44 (a) mostra um precipitado  $\beta''$ . As Figuras 44 (b e c) mostram uma célula unitária de  $\beta''$  ampliando o quadrado branco desenhado na primeira imagem. A análise HAADF mostra uma imagem onde os átomos mais pesados são observados com mais brilho. Por fim, os autores interpretaram a célula unitária de  $\beta''$  conforme a Figura 44 (c), um composto de composição  $Mg_5Si_6$ .

Figura 40 – Microscopia eletrônica de varredura da amostra TI-480.



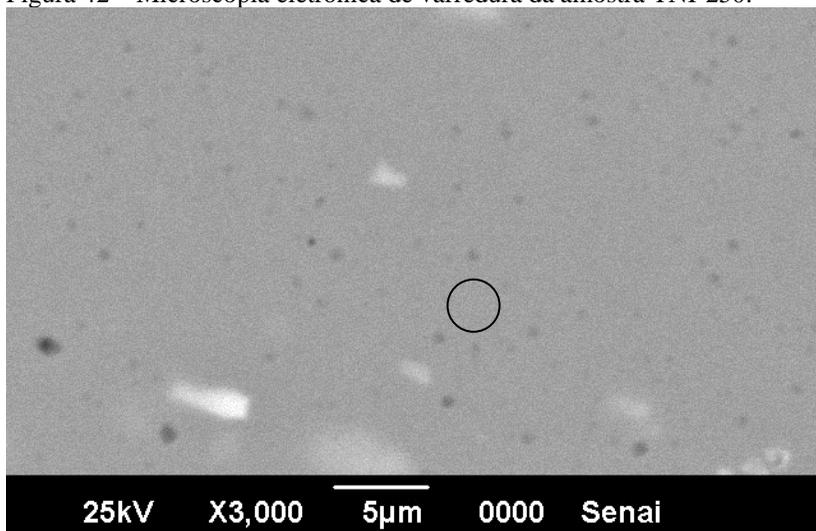
Fonte: autor (2023).

Figura 41 – Microscopia eletrônica de varredura da amostra TNI-70.



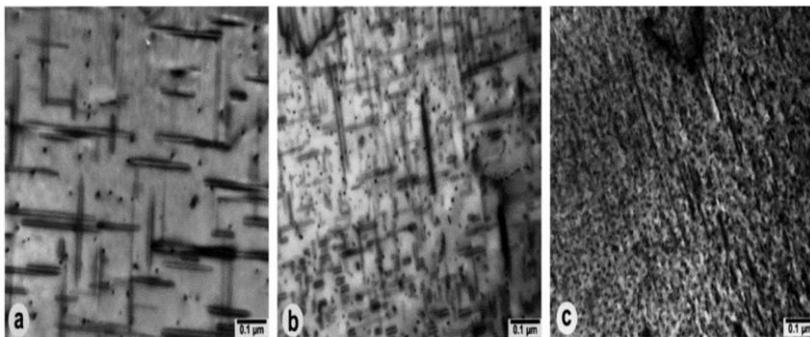
Fonte: autor (2023).

Figura 42 – Microscopia eletrônica de varredura da amostra TNI-250.



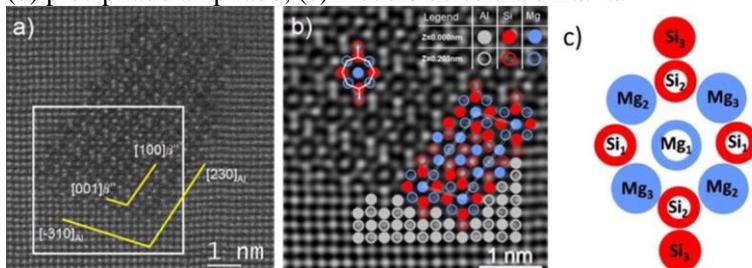
Fonte: autor (2023).

Figura 43 - Efeito da percentagem de  $Mg_2Si$  na microestrutura das ligas Al-Mg-Si. (a) 0,63% de  $Mg_2Si$ , (b) 0,95% de  $Mg_2Si$  e (c) 1,26% de  $Mg_2Si$ .



Fonte: Gupta et al. (2001).

Figura 44 – Visão atômica dos precipitados  $\beta''$ . (a) precipitado inteiro, (b) precipitado ampliado, (c) modelo de célula unitária.



Fonte: Ninive et al. (2014).

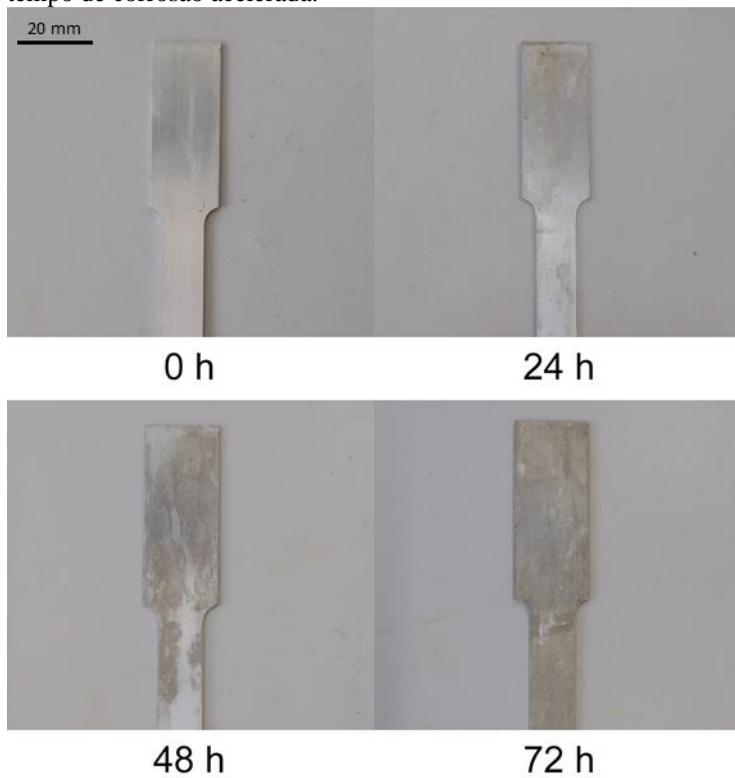
#### 5.4 Ensaio de corrosão acelerada

As Figuras 46, 47, 48, 49, 50 e 51 apresentam os resultados dos ensaios de corrosão acelerada após a realização dos envelhecimentos. As amostras foram mantidas no ensaio de névoa salina por tempos entre 0 e 72 horas pois em teste exploratório prévio, conforme a Figura 45, verificou-se que 72 h seriam suficientes para observar uma evolução de corrosão considerável. Cada uma das imagens apresenta 4 amostras. As

mesmas estão organizadas da esquerda para a direita, representando o ensaio realizado por 0, 24, 48 e 72 horas, respectivamente.

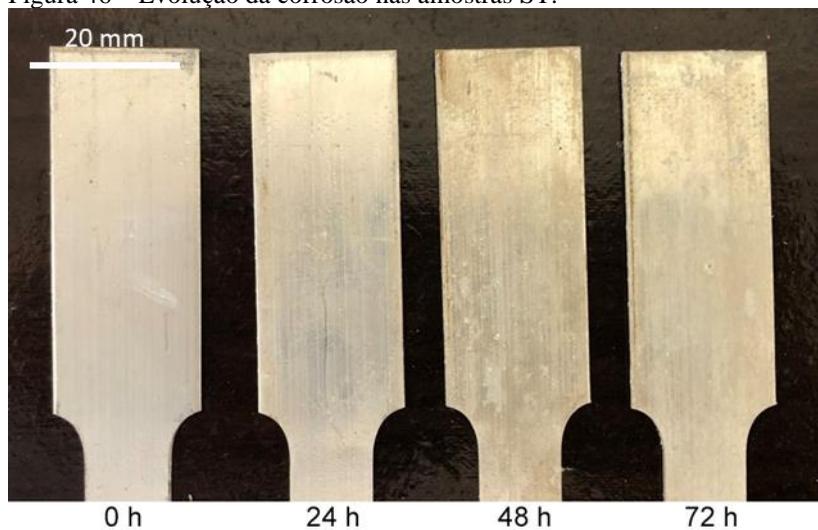
Aparentemente, todas as amostras demonstram pouca evolução de corrosão até 24 h de ensaio. Com 48 h de ensaio, conforme a Figura 52, as amostras TNI-480, TNI-70 e ST demonstram uma evolução de corrosão mais severa do que as demais. As amostras TNI-1500, TNI-250 e TI-480 demonstraram uma evolução de corrosão muito similar. Estes fatores podem ser explicados de acordo com as conclusões de Larsen et al. (2008). Os autores atribuem a suscetibilidade à corrosão de amostras não envelhecidas ao filme rico em soluto nos contornos de grão e sua diferença de potencial com relação à matriz. À medida que o envelhecimento avança, os contornos de grão perdem soluto para as precipitações que ocorrem na matriz, aumentando a dureza, diminuindo a diferença de potencial e, conseqüentemente, a suscetibilidade à corrosão da liga. Verifica-se, por exemplo, maior vulnerabilidade à corrosão no ensaio TNI-480, que possui uma etapa a 65 °C por 7 h, do que no ensaio TNI-1500, que possui uma etapa a 65 °C por 24 h. Esse resultado concorda com Guillaumin (2000), que conclui que um superenvelhecimento diminui a suscetibilidade à corrosão pois permite que os precipitados continuem crescendo na matriz. Portanto, a mesma lógica pode ser aplicada no comparativo entre os envelhecimentos TNI-70 e TNI-250.

Figura 45 - Ensaio de névoa salina exploratório realizado para definição do tempo de corrosão acelerada.



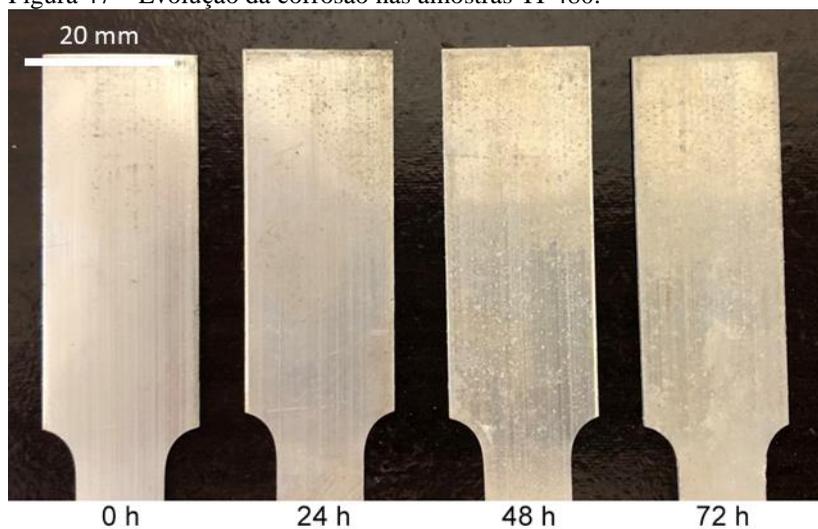
Fonte: autor (2023).

Figura 46 – Evolução da corrosão nas amostras ST.



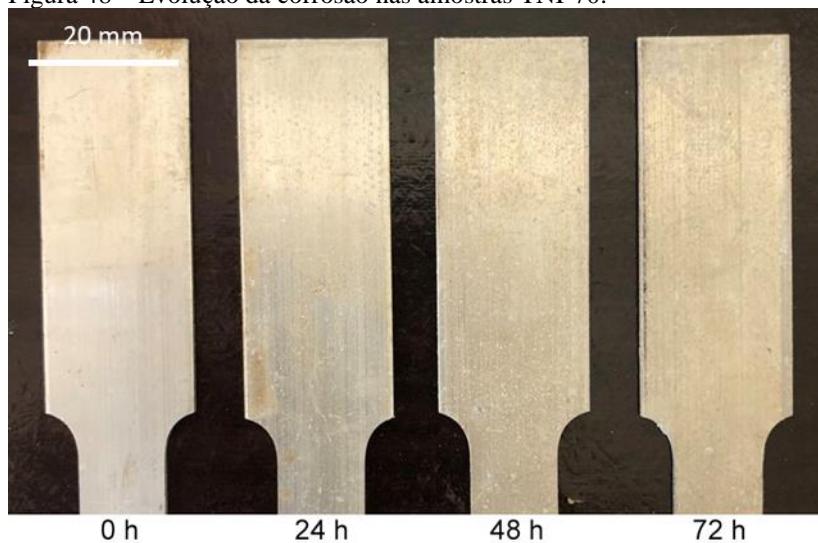
Fonte: autor (2023).

Figura 47 – Evolução da corrosão nas amostras TI-480.



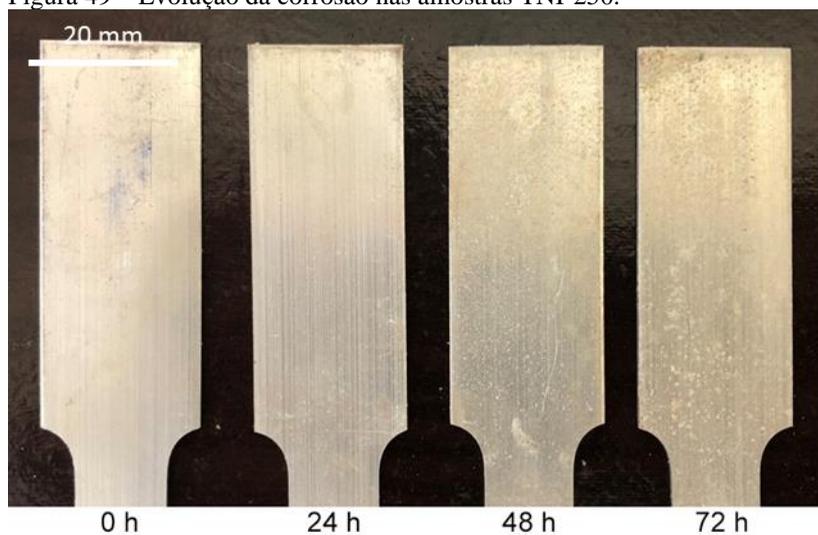
Fonte: autor (2023).

Figura 48 – Evolução da corrosão nas amostras TNI-70.



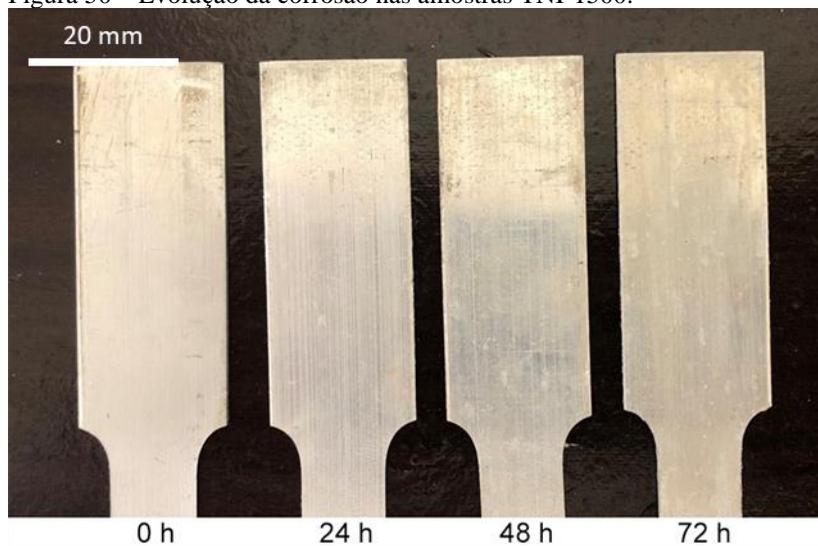
Fonte: autor (2023).

Figura 49 – Evolução da corrosão nas amostras TNI-250.



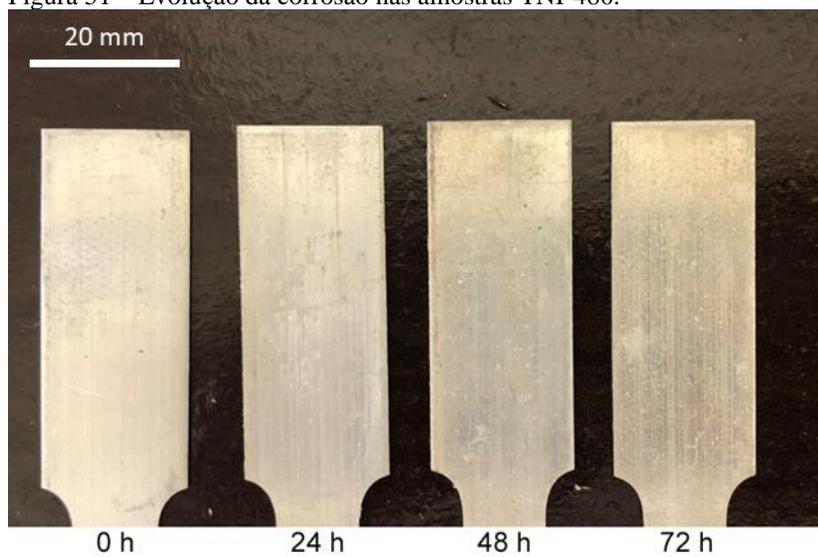
Fonte: autor (2023).

Figura 50 – Evolução da corrosão nas amostras TNI-1500.



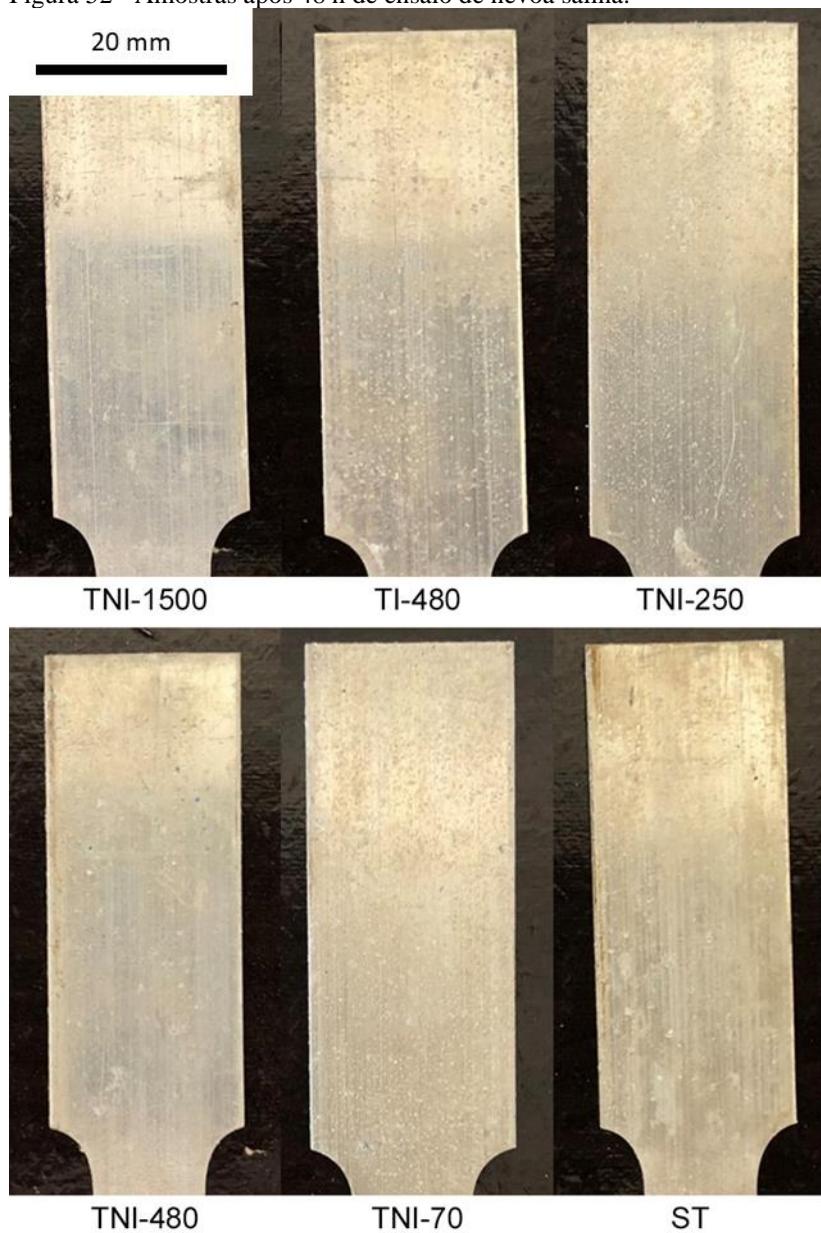
Fonte: autor (2023).

Figura 51 – Evolução da corrosão nas amostras TNI-480.



Fonte: autor (2023).

Figura 52 - Amostras após 48 h de ensaio de névoa salina.

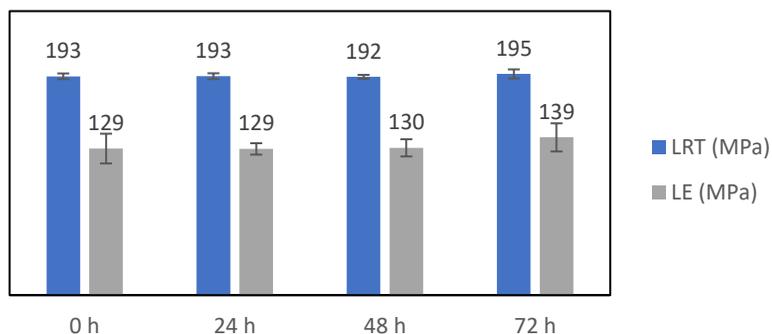


Fonte: autor (2023).

### 5.4.1 Ensaios mecânicos após a corrosão acelerada

Além dos ensaios mecânicos anteriores à névoa salina, os mesmos foram realizados também depois da névoa. As Figuras 53 e 54 demonstram os resultados, respectivamente, dos ensaios realizados nas amostras TNI-1500 e TNI-70. Conforme pôde ser verificado pelas figuras e confirmado com o teste de Tukey exposto na Tabela 6 e 7, não houve diferenças significativas ( $p$ -valor maior que 0,05) entre os valores de LRT encontrados tanto no grupo TNI-1500, quanto no grupo TNI-70.

Figura 53 - Ensaios das amostras TNI-1500 após 24, 48 e 72 h de névoa salina.



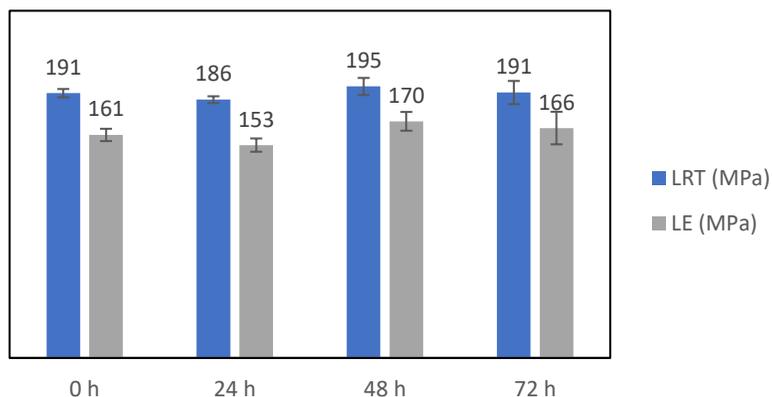
Fonte: autor (2023).

Tabela 6 - Teste Post-Hoc de Tukey com os resultados do LRT de cada um dos tempos utilizados na névoa salina para o grupo TNI-1500.

		TNI-1500 - 0 h	TNI-1500 - 24 h	TNI-1500 - 48 h	TNI-1500 - 72 h
TNI-1500 - 0 h	p-valor	—	1.000	0.990	0.640
TNI-1500 - 24 h	p-valor		—	0.984	0.675
TNI-1500 - 48 h	p-valor			—	0.466
TNI-1500 - 72 h	p-valor				—

Fonte: autor (2023).

Figura 54 - Ensaios das amostras TNI-70 após 24, 48 e 72 h de névoa salina.



Fonte: autor (2023).

Tabela 7 - Teste Post-Hoc de Tukey com os resultados do LRT de cada um dos tempos utilizados na névoa salina para o grupo TNI-70.

		TNI-70 - 0 h	TNI-70 - 24 h	TNI-70 - 48 h	TNI-70 - 72 h
TNI-70 - 0 h	p-valor	—	0.550	0.533	0.999
TNI-70 - 24 h	p-valor		—	0.066	0.481
TNI-70 - 48 h	p-valor			—	0.604
TNI-70 - 72 h	p-valor				—

Fonte: autor (2023).

As Figuras 55, 56, 57 e 58 demonstram os ensaios mecânicos das TNI-480, TNI-250, ST e TI-480, respectivamente. Todas resultaram em um aumento no LRT e LE após 24 h de ensaio de corrosão acelerada. Em média, esse aumento foi de 23,5 MPa no LRT e 23,5 MPa também no LE. Nas Tabelas 8, 9, 10 e 11 estão expostos os resultados do teste de Tukey realizado no LRT de cada um dos grupos citados. Todas elas demonstram que o aumento que ocorreu no LRT após 24 h de ensaio é significativo, com p-valor menor que 0,05. Além disso, é perceptível

que após 24 h de ensaio não há mais alterações significativas nesses valores em nenhum dos grupos.

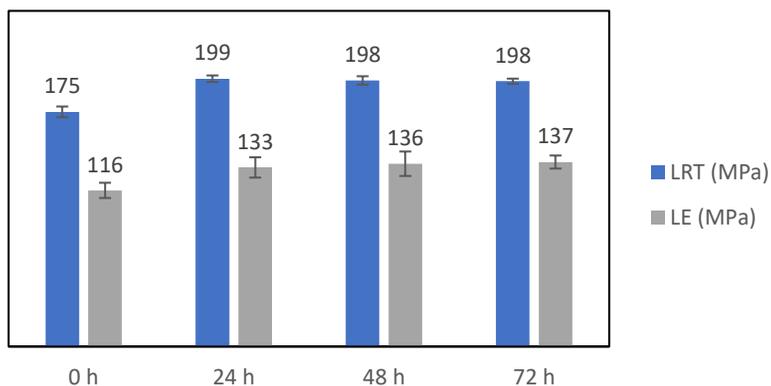
Estes resultados demonstram que a corrosão afetou as amostras apenas de maneira superficial, não sendo suficiente para afetar as propriedades mecânicas das mesmas. Além disso, o efeito de aumento de LRT e LE pode ser explicado pela capacidade de envelhecimento natural do alumínio. Banhart et al. (2010) ressaltam que os trabalhos que abordam o envelhecimento do alumínio são divididos em “trabalhos de alta temperatura”, que estudam a sequência de precipitação e as transformações de fase que ocorrem nas ligas e “trabalhos de baixa temperatura” que, normalmente, trabalham com temperatura ambiente. Nestes casos estuda-se o processo de agrupamento atômico por difusão.

Banhart et al. (2010) e Fujda, Matvija e Glogovsky (2019) identificaram que há um aumento de dureza quando amostras compostas de Al-Mg-Si são expostas à temperatura ambiente. Fujda, Matvija e Glogovsky (2019), por exemplo, demonstraram que 100 h de envelhecimento natural foram suficientes para aumentar a dureza de 35 HV para 48 HV na liga AA6063, o que representa 2 HW. Esse aumento pode ser explicado, de acordo com Banhart et al. (2010), pelo agrupamento de átomos de Si, que possui maior difusividade e menor solubilidade em alumínio. Esses agrupamentos possuem maior resistência ao cisalhamento que a matriz supersaturada, o que explica o aumento de resistência mecânica. Os autores embasaram essa teoria realizando o ensaio de envelhecimento natural em duas ligas, uma delas com 0,40% de Si e outra com 0,82% de Si, mantendo o restante da composição inalterada. Verificou-se que em 1000 minutos de envelhecimento natural a liga com 0,40% de Si obteve um aumento de 7,5 HV. Contudo, a liga com 0,82% de Si obteve um aumento de 35 HV.

Portanto, o aumento de resistência mecânica que ocorreu durante os ensaios de névoa salina pode ser explicado, provavelmente, pelo agrupamento dos átomos de Si que estavam em solução sólida e ainda não haviam reagido com o Mg. Os resultados demonstram que nas amostras TNI-1500 e TNI-70 todo o Si já havia sido consumido e

precipitado na fase  $\beta''$ . Portanto, a microestrutura permaneceu inalterada durante o ensaio de corrosão acelerada. Contudo, nas amostras TNI-480, TNI-250, ST e TI-480 ainda havia Si remanescente, o que permitiu um agrupamento destes átomos e, conseqüentemente, um aumento nas suas resistências mecânicas.

Figura 55 - Ensaio das amostras TNI-480 após 24, 48 e 72 h de névoa salina.



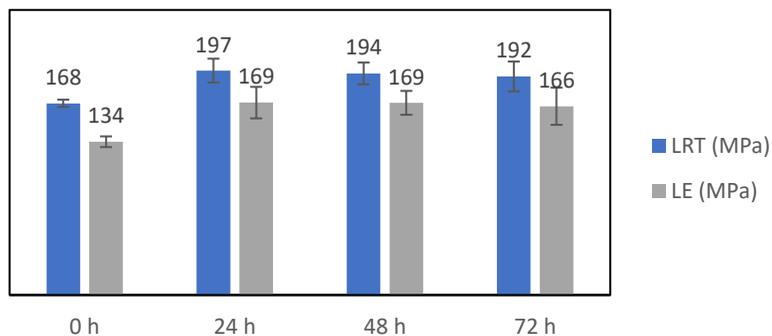
Fonte: autor (2023).

Tabela 8 - Teste Post-Hoc de Tukey com os resultados do LRT de cada um dos tempos utilizados na névoa salina para o grupo TNI-480.

		TNI-480 - 0 h	TNI-480 - 24 h	TNI-480 - 48 h	TNI-480 - 72 h
TNI-480 - 0 h	p-valor	—	< .001	< .001	< .001
TNI-480 - 24 h	p-valor		—	0.896	0.747
TNI-480 - 48 h	p-valor			—	0.989
TNI-480 - 72 h	p-valor				—

Fonte: autor (2023).

Figura 56 - Ensaio das amostras TNI-250 após 24, 48 e 72 h de névoa salina.



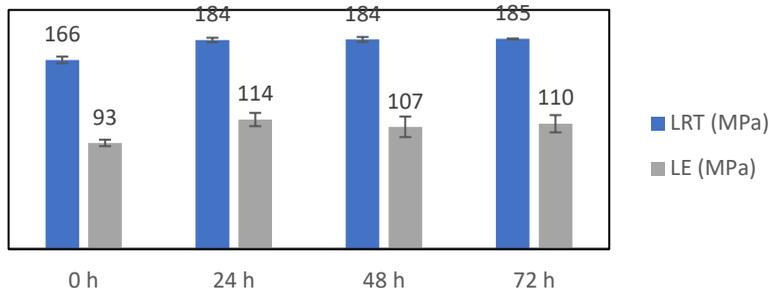
Fonte: autor (2023).

Tabela 9 - Teste Post-Hoc de Tukey com os resultados do LRT de cada um dos tempos utilizados na névoa salina para o grupo TNI-250.

		TNI-250 - 0 h	TNI-250 - 24 h	TNI-250 - 48 h	TNI-250 - 72 h
TNI-250 - 0 h	p-valor	—	0.001	0.003	0.007
TNI-250 - 24 h	p-valor		—	0.977	0.840
TNI-250 - 48 h	p-valor			—	0.973
TNI-250 - 72 h	p-valor				—

Fonte: autor (2023).

Figura 57 - Ensaio das amostras ST após 24, 48 e 72 h de névoa salina.



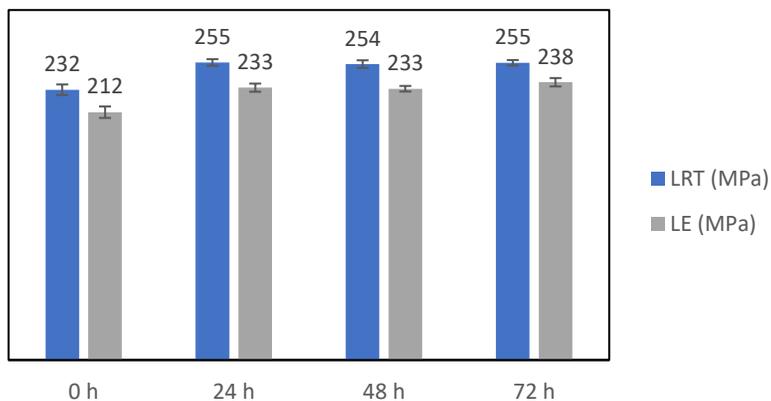
Fonte: autor (2023).

Tabela 10 - Teste Post-Hoc de Tukey com os resultados do LRT de cada um dos tempos utilizados na névoa salina para o grupo ST.

		ST - 0 h	ST - 24 h	ST - 48 h	ST - 72 h
ST - 0 h	p-valor	—	< .001	< .001	< .001
ST - 24 h	p-valor		—	0.978	0.869
ST - 48 h	p-valor			—	0.983
ST - 72 h	p-valor				—

Fonte: autor (2023).

Figura 58 - Ensaio das amostras TI-480 após 24, 48 e 72 h de névoa salina.



Fonte: autor (2023).

Tabela 11 - Teste Post-Hoc de Tukey com os resultados do LRT de cada um dos tempos utilizados na névoa salina para o grupo TI-480.

		TI-480 - 0 h	TI-480 - 24 h	TI-480 - 48 h	TI-480 - 72 h
TI-480 - 0 h	p-value	—	< .001	< .001	< .001
TI-480 - 24 h	p-value		—	0.914	0.999
TI-480 - 48 h	p-value			—	0.951
TI-480 - 72 h	p-value				—

Fonte: autor (2023).

## 6 CONCLUSÃO

A partir dos resultados obtidos e, embasando-se na literatura já disponível, pode-se concluir que:

- O tratamento isotérmico denominado TI-480 (175 °C por 8 h) obteve os maiores valores de LRT e dureza, 232 MPa e 13 HW respectivamente. Estes resultados estão ligados à densidade de precipitados da fase  $\beta''$  que, de acordo com as micrografias, é maior na amostra TI-480 do que nas demais.

- Dentre os quatro tratamentos não isotérmicos realizados (TNI-70, TNI-250, TNI-1500 e TNI-480) os maiores resultados de LRT foram obtidos pelos tratamentos TNI-70 com 190,6 MPa (desvio padrão 3 MPa) e TNI-1500 com 192,6 MPa (desvio padrão 2 MPa). De acordo com o teste de Tukey, os resultados são equivalentes. Portanto, o tratamento TNI-70 obteve o maior valor de LRT com o menor tempo de tratamento (1 hora e 10 minutos no total).

- A amostra com maior resistência à corrosão dentre os tratamentos não isotérmicos foi a TNI-1500 (175 °C por 1 h e 65 °C por 24 h), dentre os tratamentos realizados, este foi o mais longo. A amostra com menor resistência à corrosão foi a TNI-70 (200 °C por 1 h e 250 °C por 10 minutos), dentre os tratamentos realizados, este foi o mais curto. Estes resultados demonstram que os tratamentos que permitem que os precipitados continuem crescendo na matriz por mais tempo demonstram mais resistência à corrosão.

- Os resultados dos ensaios mecânicos após a névoa salina demonstraram que as amostras TNI-480, TNI-250, TI-480 e ST tiveram um aumento médio de 23,5 MPa tanto no LRT quanto no LE. A névoa salina até 72 h não impacta nas propriedades mecânicas do alumínio. O aumento de resistência é justificado devido à suscetibilidade do alumínio ao envelhecimento natural.



## **7 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS**

A partir dos resultados obtidos, sugere-se para trabalhos futuros:

- Testar mais combinações de tempos e temperaturas em outros envelhecimentos não isotérmicos;

- Analisar os envelhecimentos não isotérmicos com outras técnicas de avaliação de suscetibilidade à corrosão.



## REFERÊNCIAS

- ABÚNDEZ, A. et al. Improvement of ultimate tensile strength by artificial ageing and retrogression treatment of aluminium alloy 6061. **Materials Science and Engineering A**, v. 668, p. 201–207, 21 jun. 2016.
- ALUMINUM ASSOCIATION. International Alloy Designations and Chemical Composition Limits for Wrought Aluminum and Wrought Aluminum Alloys. 2015.
- ANDERSEN, S. J. et al. The crystal structure of the  $\beta''$  phase in Al–Mg–Si alloys. **Acta Materialia**, v. 46, n. 9, p. 3283–3298, 22 maio 1998.
- ANTUNES, A. M. B. DA S. et al. On the effect of interrupted ageing (T6I4) on the mechanical properties of AA6351 and AA7050 alloys. **REM - International Engineering Journal**, v. 74, n. 1, p. 67–73, 13 jan. 2021.
- ANTUNES, A. M. B. S. et al. Effect of the interrupted aging heat treatment T6I4 on the tensile properties and fatigue resistance of AA7050 alloy. **Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering 2019 41:8**, v. 41, n. 8, p. 1–13, 12 jul. 2019.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO - ABAL. **Guia Técnico do Alumínio: Extrusão**. 5. ed. São Paulo: [s.n.].
- BANHART, J. et al. Natural Aging in Al-Mg-Si Alloys – A Process of Unexpected Complexity. **Advanced Engineering Materials**, v. 12, n. 7, p. 559–571, 1 jul. 2010.
- BELOV, N. A.; ESKIN, D. G.; AKSENOV, A. A. Multicomponent Phase Diagrams: Applications for Commercial Aluminum Alloys. **Multicomponent Phase Diagrams: Applications for Commercial Aluminum Alloys**, 2005.

BENEDYK, J. C. Aluminum alloys for lightweight automotive structures. Em: **Materials, Design and Manufacturing for Lightweight Vehicles**. [s.l.] Elsevier Ltd., 2010. p. 79–113.

BIROL, Y. The effect of homogenization practice on the microstructure of AA6063 billets. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 148, n. 2, p. 250–258, 15 maio 2004.

BUHA, J.; LUMLEY, R. N.; CROSKY, A. G. Microstructural development and mechanical properties of interrupted aged Al-Mg-Si-Cu alloy. **Metallurgical and Materials Transactions A 2006 37:10**, v. 37, n. 10, p. 3119–3130, 2006.

DAVIS, J. R. **Key Characteristics of Aluminum**. [s.l.] ASM International, 1999.

EL-BEDAWY, M. E. M. **Effect of aging on the corrosion of aluminum alloy 6061**. [s.l.: s.n.].

ESKIN, D. G. Physical metallurgy of direct chill casting of aluminum alloys. **Physical Metallurgy of Direct Chill Casting of Aluminum Alloys**, p. 1–303, 1 jan. 2008.

FANG, X. et al. Precipitation sequence of an aged Al-Mg-Si alloy. **Journal of Mining and Metallurgy, Section B: Metallurgy**, v. 46, n. 2, p. 171–180, 2010.

FUJDA, M.; MATVIJA, M.; GLOGOVSKÝ, M. Effect of Natural Aging on Mechanical Response of the Artificially Aged EN AW 6063 Aluminium Alloy. **Materials Science Forum**, v. 952, p. 74–81, 2019.

GUILLAUMIN, V. Influence of overaging treatment on localized corrosion of Al 6056. **Corrosion**, v. 56, n. 1, p. 12–23, 2000.

GUILLAUMIN, V.; MANKOWSKI, G. Localized corrosion of 6056 TI-480 aluminium alloy in chloride media. **Corrosion Science**, v. 42, n. 1, p. 105–125, 1 jan. 2000.

GUPTA, A. K.; LLOYD, D. J.; COURT, S. A. Precipitation hardening in Al–Mg–Si alloys with and without excess Si. **Materials Science and Engineering: A**, v. 316, n. 1–2, p. 11–17, 15 nov. 2001.

HOCKAUF, K. et al. Improvement of strength and ductility for a 6056 aluminum alloy achieved by a combination of equal-channel angular pressing and aging treatment. **Journal of Materials Science**, v. 45, n. 17, p. 4754–4760, 6 set. 2010.

JACUMASSO, S. C. et al. Microstructural characterization of interrupted aging on an AA7050 aluminum alloy. **Materials Characterization**, v. 152, p. 180–187, 1 jun. 2019.

KAIRY, S. K. et al. On the Intergranular Corrosion and Hardness Evolution of 6xxx Series Al Alloys as a Function of Si:Mg Ratio, Cu Content, and Aging Condition. **Corrosion**, v. 73, n. 10, p. 1280–1295, 1 out. 2017.

KAYSER, T. et al. Characterization of grain microstructure development in the aluminum alloy EN AW-6060 during extrusion. **Materials Science and Engineering: A**, v. 527, n. 24–25, p. 6568–6573, 25 set. 2010.

LARSEN, M. H. et al. Intergranular Corrosion of Copper-Containing AA6x x x AlMgSi Aluminum Alloys. **Journal of The Electrochemical Society**, v. 155, n. 11, p. C550, 22 set. 2008.

LI, J. F. et al. Influence of retrogression temperature and time on the mechanical properties and exfoliation corrosion behavior of aluminium alloy AA7150. **Materials Characterization**, v. 60, n. 11, p. 1334–1341, 1 nov. 2009.

LUMLEY, R. N. **Fundamentals of aluminium metallurgy : production, processing and applications**. [s.l.] Woodhead Pub, 2011.

LUMLEY, R. N. Aluminium Investment Casting and Rapid Prototyping for Aerospace Applications. Em: **Fundamentals of Aluminium Metallurgy**. [s.l.] Elsevier, 2018. p. 123–158.

MAYÉN, J. et al. Correlation between mechanical properties and corrosion behavior of an Al 6061 alloy coated by 5% CH<sub>3</sub>COOH pressurized steam and RRA heat treated. **Surface and Coatings Technology**, v. 309, p. 344–354, 15 jan. 2017.

MRÓWKA-NOWOTNIK, G. **Influence of chemical composition variation and heat treatment on microstructure and mechanical properties of 6xxx alloys**. [s.l.: s.n.]. Disponível em: <[www.archivesmse.org](http://www.archivesmse.org)>. Acesso em: 12 jun. 2021.

NANDY, S.; BAKKAR, M. A.; DAS, D. Influence of Ageing on Mechanical Properties of 6063 Al Alloy. **Materials Today: Proceedings**, v. 2, n. 4–5, p. 1234–1242, 1 jan. 2015.

NINIVE, P. H. et al. Detailed atomistic insight into the  $\beta''$  phase in Al–Mg–Si alloys. **Acta Materialia**, v. 69, p. 126–134, 1 maio 2014.

OZTURK, F. et al. Influence of aging treatment on mechanical properties of 6061 aluminum alloy. **Materials & Design**, v. 31, n. 2, p. 972–975, 1 fev. 2010.

POZNAK, A.; FREIBERG, D.; SANDERS, P. Automotive Wrought Aluminium Alloys. Em: **Fundamentals of Aluminium Metallurgy**. [s.l.] Elsevier, 2018. p. 333–386.

ROBINSON, J. S. Retrogression and Reaging. Em: **Heat Treating of Nonferrous Alloys**. [s.l.] ASM International, 2018. p. 240–244.

SAHA, P. K. **Aluminum Extrusion Technology**. [s.l.] ASM International, 2000.

SEKHAR, A. P.; MANDAL, A. B.; DAS, D. Mechanical properties and corrosion behavior of artificially aged Al-Mg-Si alloy. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 9, n. 1, p. 1005–1024, 1 jan. 2020.

SIDDIQUI, R. A.; ABDULLAH, H. A.; AL-BELUSHI, K. R. Influence of aging parameters on the mechanical properties of 6063

aluminium alloy. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 102, n. 1, p. 234–240, 15 maio 2000.

SVENNINGSSEN, G. et al. Effect of low copper content and heat treatment on intergranular corrosion of model AlMgSi alloys. **Corrosion Science**, v. 48, n. 1, p. 226–242, 1 jan. 2006a.

SVENNINGSSEN, G. et al. Effect of artificial aging on intergranular corrosion of extruded AlMgSi alloy with small Cu content. **Corrosion Science**, v. 48, n. 6, p. 1528–1543, 1 jun. 2006b.

**The Aluminum Association**. Disponível em:  
<<https://www.aluminum.org/>>. Acesso em: 10 jul. 2022.

URAL, K. A study of optimization of heat-treatment conditions in retrogressions and reageing treatment of 7075-TI-480 aluminium alloy. **Journal of Materials Science Letters**, v. 13, n. 5, p. 383–385, jan. 1994.

VARGEL, C. Corrosion of Aluminium. **Corrosion of Aluminium**, p. 1–626, 2004.

VARGEL, C. Intergranular corrosion. **Corrosion of Aluminium**, p. 185–197, 1 jan. 2020.

WANG, H. et al. Microstructure and mechanical properties of interrupted aged cast Al–4.5Cu–3.5Zn–0.5 Mg alloy. **Materials Letters**, v. 285, p. 129199, 15 fev. 2021.

XUEHONG, X. et al. Effect of interrupted ageing treatment on the mechanical properties and intergranular corrosion behavior of Al–Mg–Si alloys. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 9, n. 1, p. 230–241, 1 jan. 2020.

ZENG, F. L. et al. Corrosion mechanism associated with Mg<sub>2</sub>Si and Si particles in Al–Mg–Si alloys. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 21, n. 12, p. 2559–2567, 1 dez. 2011.

ZHAN, H. et al. The influence of copper content on intergranular corrosion of model AlMgSi(Cu) alloys. **Materials and Corrosion**, v. 59, n. 8, p. 670–675, 1 ago. 2008.

ZHENG, Y. YA et al. Microstructure evolution and precipitation behavior of Al-Mg-Si alloy during initial aging. **China Foundry**, v. 20, n. 1, p. 57–62, 1 jan. 2023.