	UTFPR/UTT	Formação de Ciências e Tecnologia da UTT no programa de intercâmbio com a UTFPR (Brasil) Menção em Sistemas Mecânicos
	Trabalho de Conclusão de Curso	Página 1/63

**DIREÇÃO DE ENERGIAS NUCLEARES**

**DIREÇÃO DELEGADA ÀS ATIVIDADES NUCLEARES DE SACLAY**

**DEPARTAMENTO DE MATERIAIS PARA O NUCLEAR**

**Serviço de Pesquisa em Metalurgia Aplicada**

## **Estudo da recristalização estática de ligas de alumínio 6061 e a função da pressão de Zener**

**Guilherme MAFIOLETTI DEBONA**

Supervisores: Sébastien VINCENT\*, Jérôme GARNIER\*, Caroline TOFFOLON-MASCLET\*\*  
 Professor tutor da UTFPR: Marjorie BENEGRÁ  
 Professor tutor da UTT: Arjen ROOS

\* CEA Saclay, DEN, DMN, SRMA, LC2M

\*\* CEA Saclay, DEN, DMN, SRMA, LA2M

Junho de 2012

## PALAVRAS CHAVES

Liga de alumínio 6061, recristalização, tratamento térmico de solubilização, nanoprecipitados de Cromo e Manganês, simulação termocinética, microscopia.

## RESUMO

Este TCC foi desenvolvido no *Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives* de Saclay (CEA Saclay).

O trabalho se constituiu em estudar as evoluções microestruturais de ligas de alumínio 6061 depois de um tratamento térmico de solubilização. Este material foi escolhido por ser constituinte de componentes do futuro reator nuclear experimental Jules Horowitz.

O principal objetivo deste trabalho foi estudar as evoluções dos nanoprecipitados de Cr e Mn presentes na liga.

As fases do trabalho foram:

- Realização de tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento.
- Preparação dos corpos de prova e análise das imagens no microscópio.
- Simulação termocinéticas da evolução dos nanoprecipitados.
- Proposição de uma composição otimizada em Cr e Mn para evitar problemas de recristalização.

Os resultados do trabalho mostram que em alguns casos o fenômeno da recristalização pode ser evitado.

## Agradecimentos

Primeiramente, gostaria de agradecer minha família, mas especialmente meus pais, Loeri Luiz Debona e Marilene Mafioletti Debona, pois sem seus esforços este trabalho não teria sido realizado.

Gostaria de agradecer calorosamente meus três supervisores Caroline Toffolon-Masclat, Jérôme Garnier e Sébastien Vincent pelo suporte que eles me ofereceram durante a duração deste trabalho afim de me permitir trabalhar serenamente e também por todos as explicações e conselhos fornecidos, que me foram bastante úteis.

Agradeço a Professora Marjorie Benegra e o Professor Arjen Roos por terem aceitado ser tutores deste trabalho.

Agradeço também Joël Ribis que muito me ajudou na utilização de técnicas de observação em microscopia eletrônica de transmissão, assim como Stéphane Urvoy e Benoit Arnal por suas preciosas ajudas na preparação dos corpos de prova.

Meus agradecimentos vão também para Thomas Guilbert pelo tempo que ele me ofereceu para realização dos tratamentos térmicos necessários.

Saludo Pierre Wident, Khadija Jaakou, Fatima Rachdi, Jean-Luc Flament, Quentin Barbier, Louis Ziolk, Yang Shen e Raphael Chosson pelo ótimo acolhimento e pelo ambiente formidável que eu tenho certeza que muito contribuíram para o bom desenvolvimento deste trabalho.

Finalmente, agradeço a todos os estudantes de pós-doutorado, doutorado, mestrado e estagiários do LC2M e LA2M pela sua simpatia.

## Sumário

Agradecimentos .....	3
1. Apresentação da empresa.....	6
1.1. O CEA .....	6
1.2. O centro do CEA de Saclay .....	6
1.3. Departamento de Materiais para o Nuclear .....	7
2. Contexto do estudo.....	8
2.1. O Reator Jules Horowitz (RJH).....	8
2.2. O núcleo central .....	10
3. Objetivo do trabalho .....	11
4. Materiais e processo de fabricação do componente .....	13
4.1. Materiais (liga de alumínio 6061-T6) .....	13
4.2. A influência dos elementos de liga.....	14
4.3. Game de fabricação.....	14
4.3.1. Endurecimento estrutural .....	17
5. Estudos precedentes .....	19
5.1. O papel dos nanoprecipitados de Cromo e Manganês (fixação de Zener) .....	19
5.1.1. Desenvolvimento matemático .....	19
5.2. Estudo de Rickielle Ngongang sobre o efeito da velocidade e da temperatura de conformação .....	20
5.3. Etudes realizados pelo CEA : .....	22
5.3.1. Ensaio do CEA 2010 .....	22
5.3.2. Ensaio do CEA 2011 .....	23
6. Caracterizações microestruturais.....	23
6.1. Corpos de prova antes do tratamento térmico de solubilização (corpos de prova de referência) .....	23
Caso 1 .....	24
Caso 2 .....	26
6.2. Corpos de prova depois do tratamento térmico de solubilização .....	26
6.2.1. Efeito da temperatura de solubilização .....	26
6.2.2. Efeito de um patamar de restauração.....	34
6.2.3. Efeito da taxa de deformação .....	35
7. Simulações termocinéticas.....	37

7.1.	A simulação dos nanoprecipitados de Cromo e Manganês .....	37
7.2.	O software MatCalc.....	37
7.3.	O script .....	37
7.4.	O histórico dos precipitados e dos nanoprecipitados .....	38
7.5.	A simulação dos processos de homogeneização e de forjagem .....	39
7.6.	Simulação do efeito da temperatura no tratamento térmico de solubilização .....	40
7.6.1.	Simulações do material “A” e do material “B” .....	41
7.6.2.	Simulações dos materiais modelos .....	44
7.7.	Síntese dos resultados de simulação.....	48
8.	Resultados e discussão dos resultados .....	49
8.1.	Cálculo do diâmetro crítico de Zener .....	49
8.2.	Representação da fronteira de recristalização.....	52
9.	Conclusões e perspectivas.....	53
Anexos .....		55
Anexo I: Denominação dos corpos de prova.....		55
Anexo II: Obtenção dos corpos de prova .....		55
Anexo III: Preparação dos corpos de prova para microscopia ótica com luz polarizada .....		56
Anexo IV: Uma outra maneira de visualizar a equação de Zener .....		57
Anexo V: O problema dos gradientes de temperatura .....		59
Revisão Bibliográfica.....		62

## 1. Apresentação da empresa

### 1.1. O CEA

O *Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives* (CEA) é um estabelecimento de pesquisa com caráter científico, técnico e industrial. O estatuto administrativo do CEA está classificado como EPIC (Estabelecimento Público de Caráter Industrial e Comercial).

O objetivo do CEA é de ser a primeira organização de pesquisas tecnológicas da Europa e de garantir perenidade na área nuclear (energia e domínio).

Implantado em 10 centros de estudo em toda França (ver. Figura 1), o CEA tem uma forte presença regional e fortes parcerias com outras organizações de pesquisa, autoridades locais e universidades. A fim de promover a transferência de conhecimentos, dá especial importância à educação e à informação ao público.

Segundo o próprio site da empresa (Anon., 2012), o CEA é composto por:

- 15867 técnicos, engenheiros, pesquisadores e colaboradores.
- 4,3 bilhões de euros de orçamento.
- 45 unidades mistas de pesquisa.
- 55 parcerias com universidades e escolas.



Figura 1: Os 10 centros do CEA na França e sua sede social.



Figura 2: O centro do CEA de Saclay.

### 1.2. O centro do CEA de Saclay

O centro do CEA de Saclay, implantado a alguns quilômetros de Paris, é um centro de pesquisa e inovação de nível nacional e internacional. (Figura 2).

O centro do CEA de Saclay é pioneiro no surgimento das ciências e técnicas nucleares na França, começando suas atividades em meados de 1952. Hoje, ele se mantém como o maior de todos os centros de pesquisa do CEA, possuindo um papel fundamental no desenvolvimento econômico regional. De fato, ele se caracteriza por uma grande diversidade de atividades relacionadas com

pesquisa aplicada em diferentes áreas. Diariamente, são mais de 6000 pessoas que colaboram para que isso aconteça. Pluridisciplinar, são exercidas atividades tais como:

- Pesquisa sobre as leis fundamentais do Universo, do clima, da nanociência, da matéria irradiada e da física teórica.
- Pesquisas em ciências humanas e tecnologias para a saúde (geração de imagens, nanociências, farmacologia, imunologia e genética).
- Pesquisas nucleares (materiais, simulação, química analítica).
- Atividades de ensino, graças a presença do INSTN (Instituto Nacional das Ciências e Técnicas Nucleares).

Para realizar suas pesquisas, o centro do CEA de Saclay se apoia em grandes instalações, entre elas:

- Neurospin, iniciado em 2006, é um centro de neuroimagem cerebral juntando físicos, biólogos, médicos, engenheiros e técnicos. Sua função é permitir a observação do cérebro da maneira mais precisa possível.
- O sincrotron Soleil (sincrotron de 3ª geração), colocado em serviço em 2006, permitindo aos pesquisadores e engenheiros estudar a matéria com uma resolução da ordem do milionésimo de metro com aplicações na física, na química, na biologia e no meio ambiente.
- O reator de pesquisas Orphée, iniciado em 1966, fonte de nêutrons para estudar a estrutura dinâmica da matéria, como por exemplo o magnetismo e a supercondutividade.

O centro do CEA de Saclay é dividido entre várias *direções*, cada uma composta por diferentes departamentos. Este trabalho foi realizado no Departamento de Materiais para o Nuclear, situado na Direção Delegada às Atividades Nucleares de Saclay (DANS).

### 1.3. Departamento de Materiais para o Nuclear

O Departamento de Materiais para o Nuclear (DMN) está encarregado de estudar os materiais metálicos e cerâmicos não físséis do CEA (DUPONT, 2009). O DMN se apoia em uma abordagem multi-escala dividida em três serviços:

- Serviço de Pesquisa em Metalurgia Física (SRMP). O SRMP trabalha em escalas atômicas (cálculos *ab-initio*, Monte Carlo, dinâmica molecular).
- Serviço de Pesquisa em Metalurgia Aplicada (SRMA), no qual este trabalho foi desenvolvido.
- Serviço de Estudos dos Materiais Irrradiados (SEMI). O SEMI é um complemento do SRMA, onde os materiais são estudados sobre irradiação, diferentemente do SRMA, onde eles são estudados sem a ação da irradiação.

As atividades do DMN e mais particularmente do SRMA são tanto experimentais quanto numéricas. De um ponto de vista da simulação, as atividades vão desde a dinâmica de deslocações até os cálculos de elementos finitos em corpos de provas. De um ponto de vista experimental, são feitas todas as caracterizações mecânicas (comportamento, danos ao material, ruptura) e análises microestruturais (MEV, MET, microsonda). As atividades do SRMA são desenvolvidas nos materiais para os reatores de geração II e III (aços inoxidáveis, ligas de Zircônio, aços bainíticos), de geração IV (aços ODS, SiC-SiC), e para os reatores experimentais. Os estudos normalmente apresentam o

comportamento dos materiais sob as condições de funcionamento nominal ou acidental de um reator nuclear.

O SRMA é dividido em três laboratórios. Este trabalho foi realizado no LA2M (Laboratório de Análises Microestruturais dos Materiais) para a preparação e análise dos corpos de prova, e no LC2M (Laboratório de Comportamento Mecânico dos Materiais) para a conformação mecânica dos materiais sujeitos ao estudo. Existe também um terceiro laboratório no SRMA, o LTMEEx (Laboratório Tecnológico de Materiais Extremos).

Em primeiro de março, segundo (CHAPELOT, 2012), o SRMA contava com 98 colaboradores:

- 46 engenheiros pesquisadores.
- 26 técnicos.
- 22 alunos doutorandos.
- 4 alunos pós doutorandos (esperando 6 novos).

Finalmente, apenas em 2012 os pesquisadores do SRMA publicaram mais de 50 notas e artigos científicos dos projetos realizados no CEA e com indústrias parceiras (EDF, AREVA).

## 2. Contexto do estudo

### 2.1. O Reator Jules Horowitz (RJH)

Um reator experimental é um reator nuclear que serve principalmente como fonte de nêutrons. Ao contrário dos reatores de potência utilizados para a produção de eletricidade, o objetivo de um reator experimental não é de fornecer energia, mesmo seu princípio de funcionamento sendo o fundamentalmente o mesmo. Na América do Norte e na Europa, o reator experimental OSIRIS, construído em 1964 é o mais recente, e ele já tem 45 anos de funcionamento (Figure 3). Sua parada está prevista para 2014.

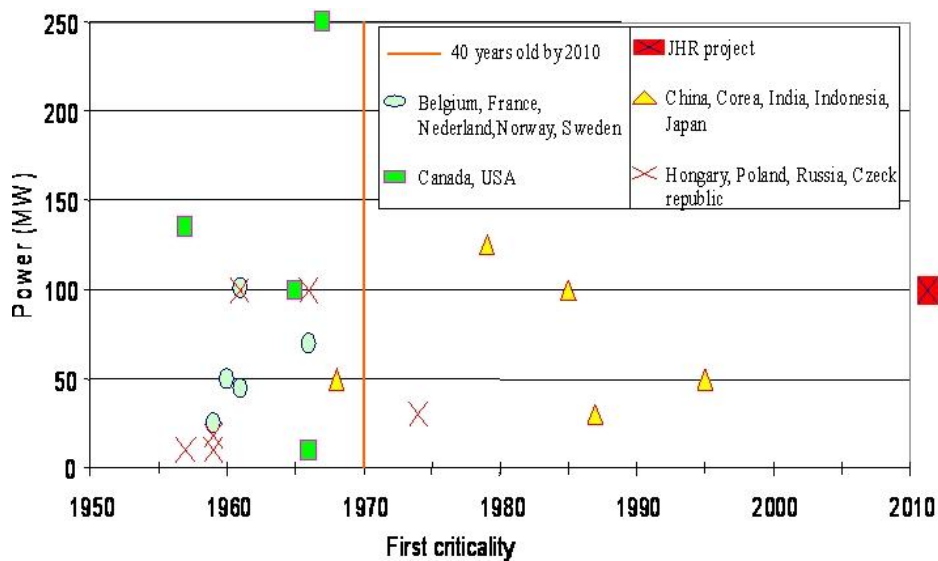


Figure 3: Os reatores experimentais ao redor do mundo.



Com a finalidade de substituir o reator OSIRIS, o CEA colocará em serviço um novo reator experimental: o reator Jules Horowitz (RJH). Encarregado de garantir os encargos do atual reator OSIRIS, esta nova instalação terá um desempenho melhor, será mais flexível e permitirá realizar cerca de vinte experimentos simultaneamente. Capaz de produzir um fluxo bastante alto de nêutrons com componentes substanciais de nêutrons rápidos, o RJH é uma ferramenta chave para as pesquisas sobre os reatores do futuro, mas igualmente, para o presente. Ele poderá testar o comportamento dos materiais e combustíveis da geração atual, assim como irá permitir a produção de radioelementos para a medicina.

Implantado no centro do CEA de Cadarache, o RJH será construído em dois prédios principais: o prédio do reator e o prédio dos anexos nucleares. (Figure 4).

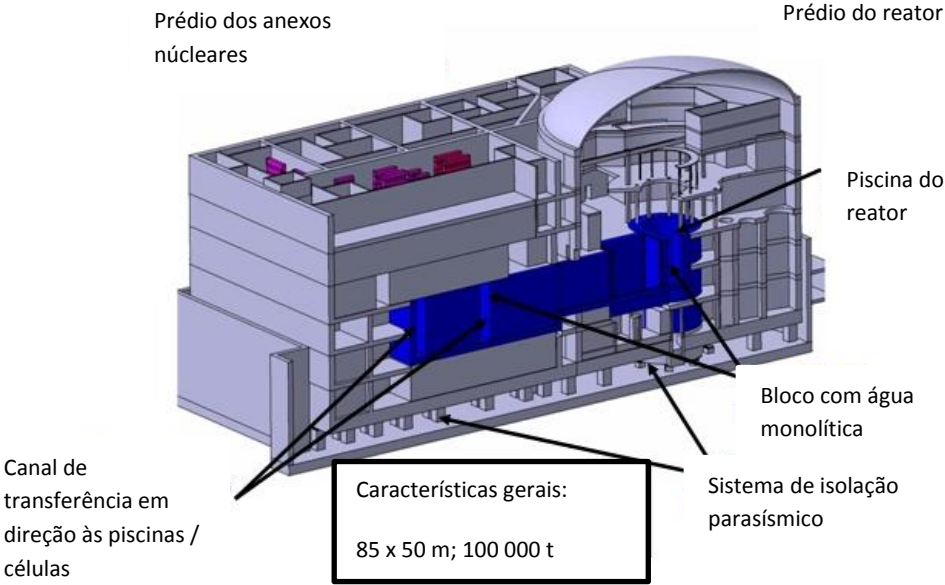


Figure 4: Organização do bloco nuclear.

O coração do reator, de potência de 100 MW térmicos, estará contido num bloco, fechado e imerso numa piscina (Figure 5). Nele, até trinta e sete montagens de combustíveis poderão ser feitas

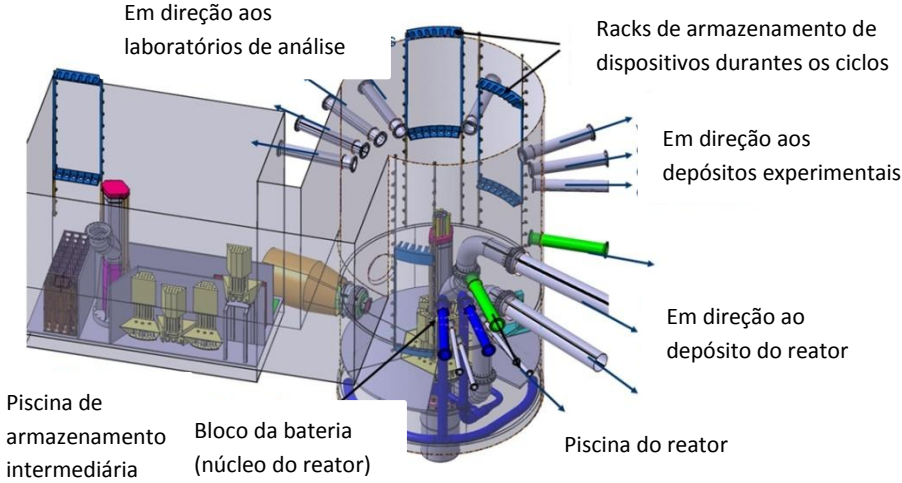


Figure 5: Organização do bloco nuclear.

Para garantir o arrefecimento do núcleo considerando o alto fluxo de nêutrons, um circuito fechado com um forte escoamento de água está previsto. Consequentemente, o núcleo do reator ficará num invólucro sob pressão chamado de núcleo central (Figura 6).

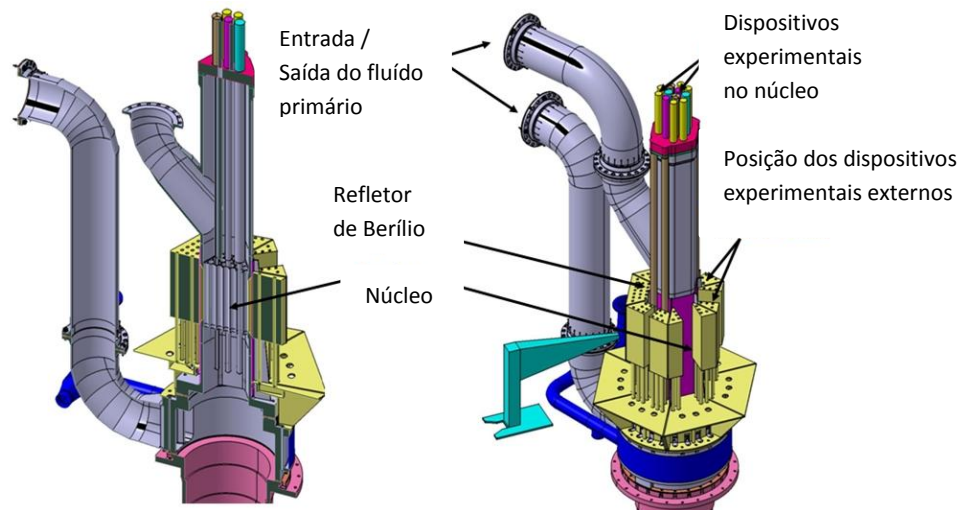


Figura 6: Sistema de arrefecimento do núcleo central.

## 2.2. O núcleo central

O núcleo central é um cilindro sob pressão (15 bar) com diâmetro de 700 mm, espessura de 20 mm e altura de 1400 mm. Todas as suas extremidades são soldadas. São previstos aproximadamente 20 espaços para a implantação dos dispositivos para experiências. Estes espaços se situam no centro do núcleo para os experimentos nos corpos de prova de materiais e na periferia do núcleo para os experimentos realizados com combustíveis (Figura 7). Alguns dispositivos experimentais serão equipados individualmente com sistemas que permitirão variar as condições do experimento: possibilidade de variar a temperatura, pressão e de fazer circular água, gás ou um líquido composto por sódio e potássio. A temperatura de trabalho estará entre 35 e 70 °C. O núcleo central estará submetido a irradiação de um fluxo de nêutrons térmico máximo de  $4,2 \cdot 10^{14} \text{ n}_{\text{th}} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ .

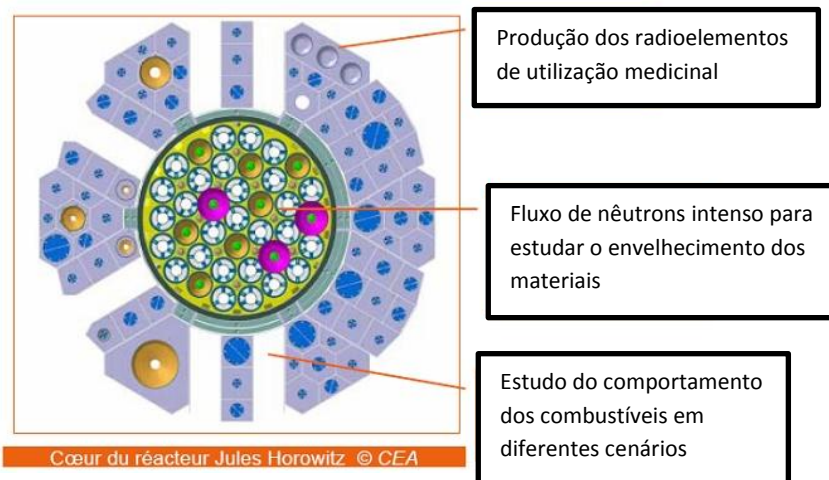


Figura 7: Concepção do núcleo central.

Com o objetivo de responder ao caderno de encargos para a construção do núcleo central, o material deve ser transparente aos nêutrons, ter boas propriedades de condução térmica, apresentar um baixo aquecimento gama, ter boas propriedades mecânicas e boa resistência a corrosão. O alumínio foi a liga escolhida. Duas ligas de alumínio são frequentemente utilizadas em reatores nucleares existentes, a AG3-NET (liga da série 5000, 5457: Nuclear a Água Quente) e a 6061-T6 (liga da série 6000). A AG3-NET foi a liga usada nos reatores nucleares franceses (Orphée, Osiris). A 6061-T6 é a liga usada nos reatores americanos (HFIR, HFBR). A liga 6061-T6 foi finalmente a eleita para a fabricação do núcleo central devido ao fato da mesma apresentar uma tenacidade residual após a irradiação de 3 a 4 % enquanto que para a liga AG3-NET a tenacidade era nula a partir de uma certa dose (Figura 8).

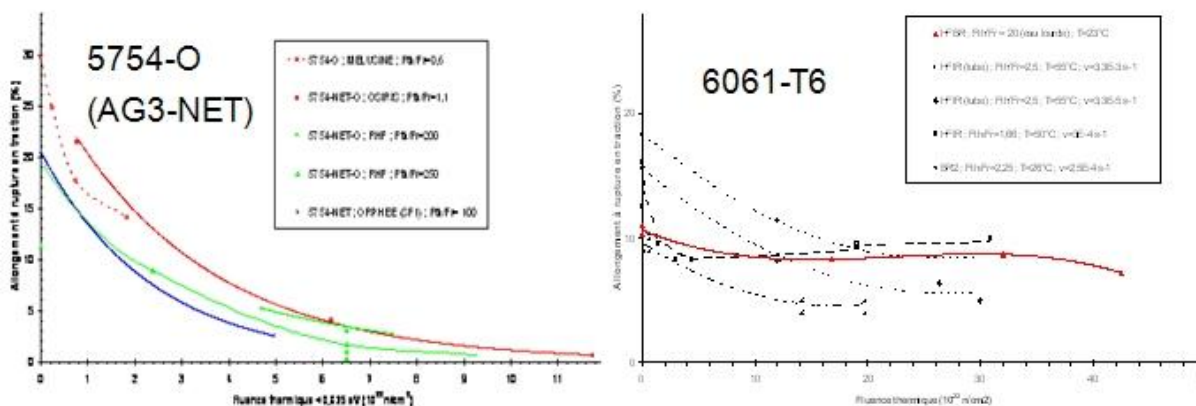


Figura 8: Comparação da evolução da tenacidade total em função da irradiação das ligas de alumínio AG3-NET (esquerda) e 6061-T6 (direita).

### 3. Objetivo do trabalho

Este trabalho vem para complementar um estudo precedente de pós-doutorado sobre a caracterização microestrutural das ligas de alumínio 6061-T6 a cada etapa de sua fabricação (VINCENT, et al., 2011). O objetivo principal é estudar as evoluções dos nanoprecipitados de cromo e manganês presentes nestas ligas pois eles possuem um papel fundamental durante o tratamento térmico de solubilização.

Um estudo precedente mostrou que os precipitados grosseiros de  $\text{Mg}_2\text{Si}$  (de tamanhos micrométricos) localizados nas juntas de grãos são os principais concentradores de tensão deste material (SHEN, et al., 2010). Com o objetivo de melhorar o comportamento mecânico (principalmente a tenacidade), é necessário dissolver o máximo possível esses precipitados.

Aumentar a temperatura do tratamento térmico de solubilização seria uma primeira via de otimização. Entretanto, ao aumentar esta temperatura pode haver a recristalização do material, impedindo a obtenção das propriedades mecânicas necessárias para o material do componente. Devido a uma prevista pressão de Zener, é comumente admitido que os nanoprecipitados de Cromo e Manganês presentes nestas ligas possuam um papel fundamental com relação a dificultar esta

recristalização. Os dois principais objetivos deste estudo são entender os mecanismos de recristalização e definir uma composição otimizada de Cr e Mn. Para isso, diferentes parâmetros foram testados durante as etapas de forjagem e de tratamento térmico de solubilização (Figura 9).

Outro estudo realizado anteriormente levou em consideração o efeito da temperatura e da velocidade de conformação. A temperatura do tratamento térmico de solubilização não variou. Foram fixadas condições de conformação otimizadas (Ngongang, 2008/2009). Desta maneira, este estudo é focado em evitar a recristalização durante um aumento da temperatura de solubilização. Para que isso possa ser feito, diferentes condições foram estudadas.

Numa primeira parte do estágio, três tipos de tratamentos térmicos foram realizados. Em cada um deles, um parâmetro diferente foi variado. Estes parâmetros são:

- A temperatura de manutenção dos tratamentos térmicos de solubilização;
- A taxa de deformação aplicada sobre o bloco de onde os corpos de prova foram extraídos foi dividida pela metade durante a etapa de forjagem, seguida de tratamento térmico de solubilização;
- A efeito de um patamar de restauração, ou seja, um aumento da temperatura de manutenção durante o tratamento térmico.

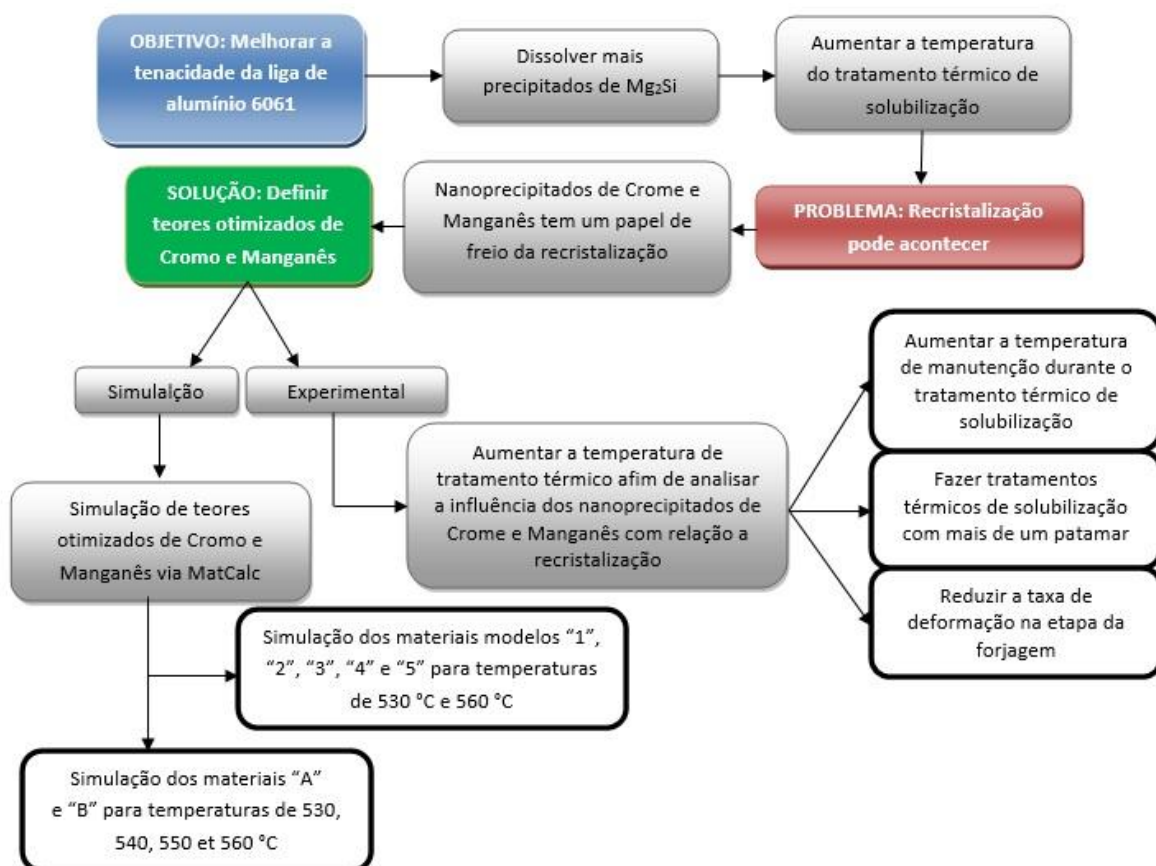


Figura 9: Esquema representativo dos objetivos do trabalho.

Na sequência, todos os corpos de prova foram observados em microscopia ótica com luz polarizada afim de evidenciar o fenômeno da recristalização. Alguns corpos de prova foram igualmente analisados em microscopia eletrônica de transmissão onde o estado da recristalização e a natureza das juntas de grão foram brevemente observados.

Um estudo teórico sobre a pressão de Zener foi feito. Sua fórmula foi demonstrada e seus parâmetros identificados. Esta pressão foi calculada para cada um dos diferentes casos de tratamento térmico de solubilização. Desta maneira, foi possível quantificar o papel anti-recristalização dos nanoprecipitados e de verificar se esta não é induzida por uma coalescência exagerada ou uma dissolução de nanoprecipitados em alta temperatura.

Simulações termocinéticas com o software MatCalc<sup>®</sup> permitiram simular o crescimento e a coalescência dos nanoprecipitados de Cromo e Manganês nos materiais estudados assim como nos materiais modelos (modificação nos teores de Cromo e Manganês em relação aos materiais observados experimentalmente). Parâmetros importantes como a fração de fase e o raio médio dos nanoprecipitados foram calculados.

Finalmente, uma comparação entre os resultados obtidos via simulação e os resultados obtidos experimentalmente foi feita, seguida de uma discussão sobre os mecanismos de recristalização sendo propostos teores otimizados de Cromo e Manganês.

## 4. Materiais e processo de fabricação do componente

### 4.1. Materiais (liga de alumínio 6061-T6)

As ligas de alumínio foram escolhidas para a fabricação do núcleo central do RJH por sua boa resistência a corrosão aquosa, sua transparência aos nêutrons, sua boa condutividade térmica e seu baixo aquecimento gama. Entre as diferentes séries de ligas de alumínio, a 6061-T6 foi escolhida por suas boas propriedades antes de sofrer irradiação e por sua tenacidade residual consequente após irradiação. Otimizações dos teores de Mg, Si, Cr et Mn também foram estudadas.

A especificação química das ligas de alumínio 6061 (máximo e mínimo de cada elemento) assim como a composição exata dos materiais sujeitos ao estudo nomeados de “A” e “B” podem ser visualizadas na Tabela 1.

Liga de Al 6061 (%p)	Mg	Si	Fe	Cu	Cr	Mn	Zn	Ti
<b>Mínimo (especificação)</b>	0.8	0.4		0.15	0.004			
<b>Máximo (especificação)</b>	1.2	0.8	0.7	0.4	0.35	0.15	0.25	0.15
<b>Material “A”</b>	1.06	0.64	0.104	0.2	0.245	0.077	<0.013	0.063
<b>Material “B”</b>	0.92	0.53	0.1	0.198	0.229	0.077	<0.013	0.06

**Tabela 1: Especificação das ligas de alumínio 6061 e composição dos materiais estudados (balanceados em Al).**

A liga de alumínio “A” apresenta teores industriais padrões em Mg e Si enquanto que a liga de alumínio “B” apresenta teores reduzidos destes mesmos elementos. O teor de Cr da liga “A” é elevado em relação a liga “B”.



## 4.2. A influência dos elementos de liga

Os elementos de liga possuem uma grande influência sobre a liga estudada. O papel de cada um dos elementos está detalhado logo abaixo.

**Ferro:** o Ferro é considerado como uma impureza. Pouco solúvel na liga, ele precipita e forma fases intermetálicas. Os precipitados intermetálicos de Ferro se formam na solidificação. Eles reduzem a ductilidade da liga, e por esse motivo, seu teor é limitado a aproximadamente 0,1 % nos dois materiais sujeitos ao estudo.

**Magnésio e Silício:** a precipitação densa de  $Mg_xSi_y$  de tamanho nanométricos finamente dispersa na matriz de alumínio permite obter um endurecimento estrutural máximo (Staab, et al., 2006). Um raio atômico Mg:Si próximo a 5:6 permite o endurecimento estrutural otimizado seguido de uma certa sequência de precipitados nanométricos (ver §4.3.1).

**Cromo e Manganês:** o Cromo precipita sob forma de nanoprecipitados. Os nanoprecipitados formados durante o tratamento térmico de homogeneização permitem de certa forma inibir a recristalização dos grãos e seu crescimento durante as etapas de elaboração do material, assim como o Manganês (VINCENT, et al., 2011) (Jeniski, 1997).

**Cobre:** a mistura de Cobre nestas ligas pode modificar a natureza dos precipitados assim como a cinética de precipitação (Jeniski, 1997) (Chakrabarti & Laughlin, 2004) (N. C. W. Kuijpers, 2003).

## 4.3. Game de fabricação

A Figura 10 apresenta o processo de fabricação dos materiais estudados permitindo a obtenção da liga de alumínio 6061-T652.

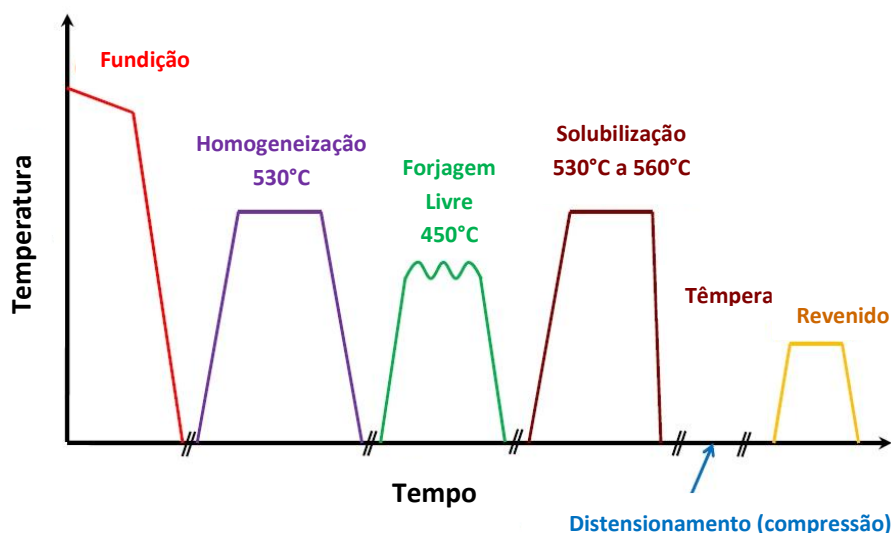


Figura 10: Gama de fabricação das ligas de alumínio estudadas.

Este processo é composto pelas seguintes etapas:

**Fundição:** é a primeira etapa do processo de fabricação. É constituída em fundir o alumínio que se solidifica sob forma de tarugo ou placa.

Tratamento térmico de homogeneização: a etapa de homogeneização consiste em manter o material em alta temperatura (530°C) durante um tempo prolongado afim de reduzir os gradientes de concentração de solutos e as tensões internas inerentes do processo de fundição. Durante esta etapa, é produzida uma dissolução de precipitados  $Mg_2Si$  de tamanhos micrométricos e feixes de Silício assim como a globularização dos elementos intermetálicos ricos em Ferro e insolúveis. Os nanoprecipitados de Cromo e Manganês também precipitam durante esta etapa.

Conformação por forjagem livre: a etapa de forjagem permite a conformação do material em alta temperatura. A taxa de deformação visada foi superior a 10. Esta etapa permite o fechamento das porosidades provenientes da etapa de fundição, a fragmentação dos intermetálicos ricos em Ferro, a redução da microestrutura dendrítica da fundição, assim como o aumento da densidade de deslocamentos do material. No laboratório, um bloco industrial em escala 1:23 (Figura 11) é comprimido a 450 °C seguindo 10 passos nas três direções principais.

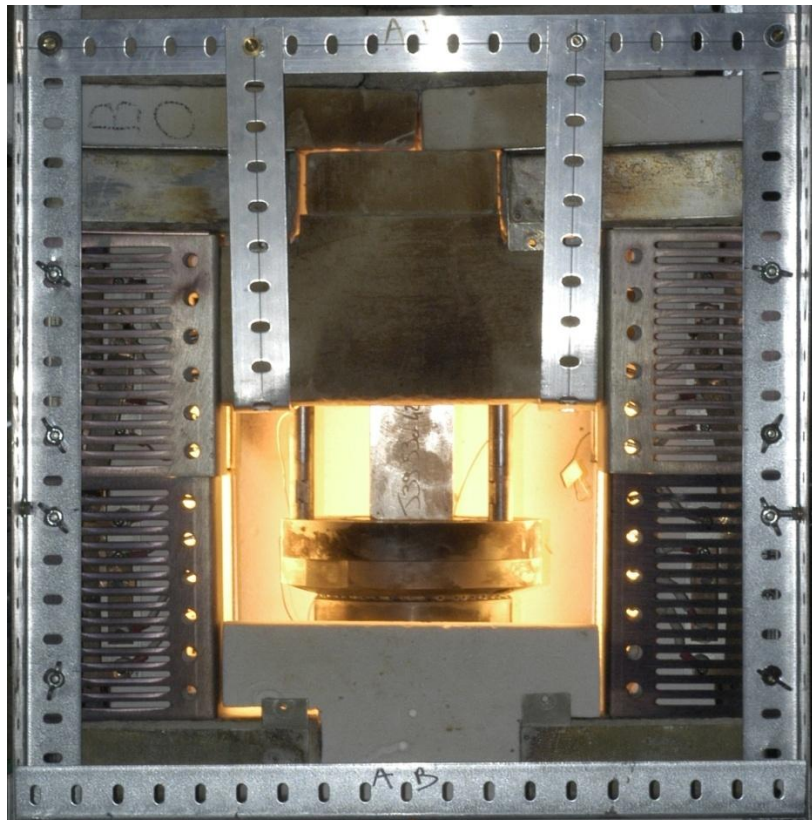


Figura 11: Conformação por forjagem livre em laboratório do bloco de liga de alumínio 6061.

A Figura 12 apresenta esquematicamente os 10 passos do processo de forjagem livre em escala 1:23 com etapas de usinagem intermediárias.

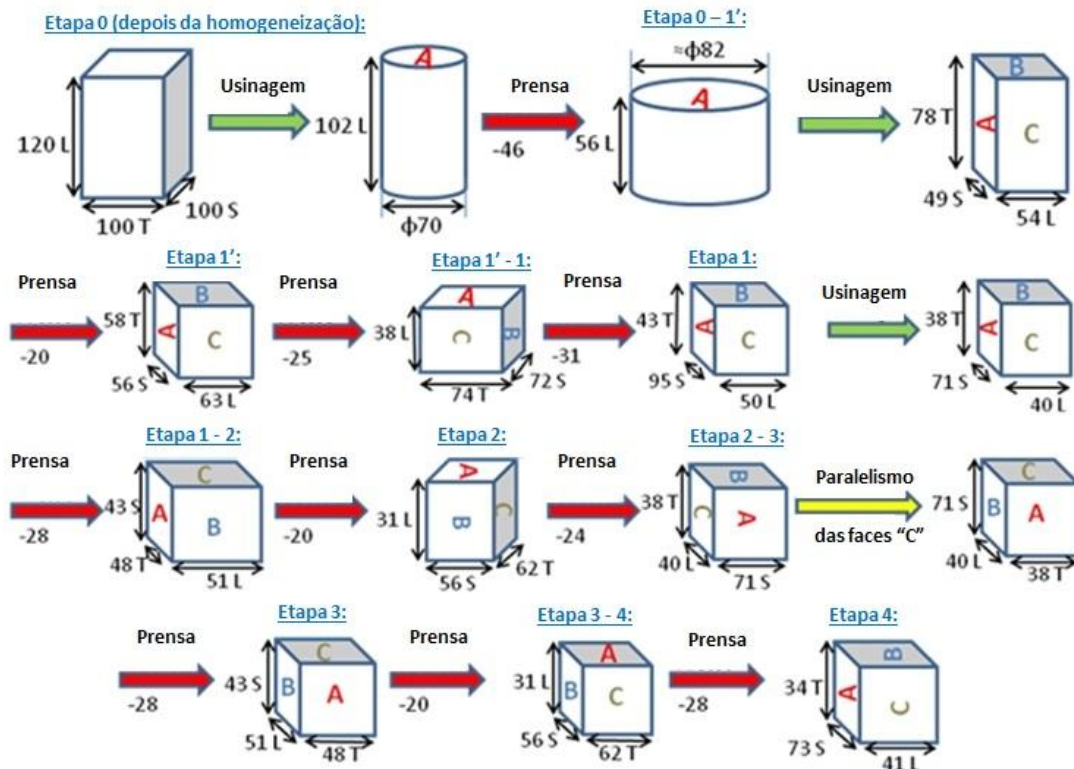


Figura 12: Etapas do processo de conformação por forjagem livre.

Os três parâmetros mais importantes na forjagem são: temperatura, velocidade de conformação e taxa de deformação.

Tratamento térmico de solubilização: a etapa de solubilização permite a dissolução dos precipitados  $Mg_2Si$ . Durante este tratamento térmico, a liga é aquecida até altas temperaturas (entre  $530^{\circ}C$  e  $560^{\circ}C$ ) e mantida nesta temperatura durante várias horas. Os átomos de soluto presentes nos precipitados entram em solução sólida onde eles ficarão retidos em estado supersaturado após a têmpera. A temperatura utilizada deve ser superior ou próxima da temperatura de *solvus* e inferior a temperatura de *solidus*. A temperatura de *solidus* no caso da liga 6061 é de  $582^{\circ}C$  (ASM, 1990) (ALCOA, 2002). A energia estocada durante a forjagem é a força motriz da recristalização. A recristalização depende dos parâmetros de forjagem (velocidade de conformação, temperatura de conformação e taxa de deformação), dos parâmetros de solubilização (taxa de aquecimento, temperatura e duração de patamar) e da composição da liga (composição de Cr e Mn).

Têmpera: ao contrário de alguns materiais nos quais a têmpera serve para endurecer o material, no caso das ligas da série 6000, a têmpera serve para conservar em temperatura ambiente o estado metalúrgico obtido a quente após o tratamento térmico de solubilização. Para que isso aconteça, é necessário a um resfriamento rápido. A velocidade de resfriamento é altamente crítica pois ela deve ser bastante rápida para evitar toda precipitação. Os estudos realizados pela Areva (AREVA, 2010)



mostram que a velocidade de t mpera cr tica (compreendida entre 7 e 10  C/s)   atingida em todos os pontos do componente.

Distensionamento: o distensionamento   uma compress o axial efetuada em temperatura ambiente que permite a redu o das tens es internas induzidas pela t mpera. Durante esta etapa, a densidade de discord ncias aumenta significativamente (como um pr -endurecimento). Considerando as pr ticas industriais, o valor   fixado entre 3% e 5%.

Tratamento t rmico de revenimento: este tratamento t rmico   igualmente conhecido por envelhecimento artificial. O Mg e Si em solu o s lida supersaturada obtido ap s a t mpera vai precipitar seguindo uma sequ ncia complexa de fase (fase metaest vel GP,  $\beta''$ ,  $\beta'$  e a fase est vel  $\beta$ ). A temperatura e a dura o do revenido tem uma grande influ ncia sobre as propriedades mec nicas finais da liga (MAISONNETTE, 2010). Para este estudo, o material   utilizado em estado T6. O estado T6 corresponde a um estado apresentando um endurecimento m ximo.

#### 4.3.1. Endurecimento estrutural

As propriedades mec nicas destas ligas de alum nio s o controladas pelo estado de precipita o nanom trico constitu ndo o endurecimento estrutural. A composi o da fase est vel  $\beta$ ,    $Mg_2Si$ . No diagrama de fases do sistema pseudo-bin rio Al- $Mg_2Si$  (cf. Figura 13), a posi o da liga de alum nio 6061 corresponde a uma porcentagem em massa de compostos de  $Mg_2Si$  de 1,6 %p (POLMEAR, s.d.) (DE LA GARZA M., 2001). Sobre a Figura 13,  $T_s$  representa a temperatura do *solvus* e  $T_l$  a temperatura do *liquidus*.

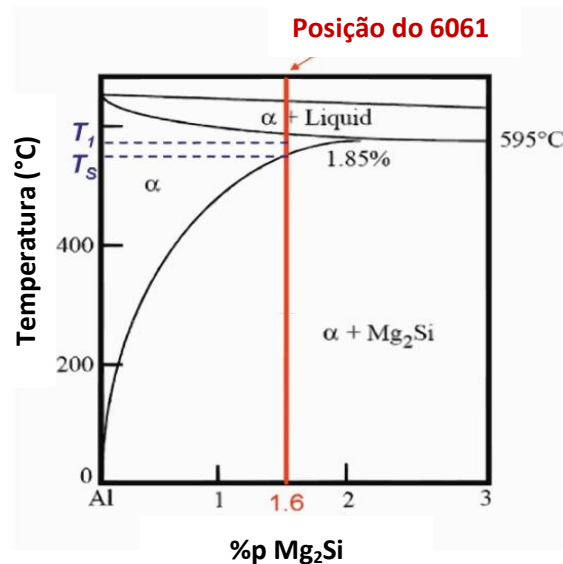


Figura 13: Diagrama de fase do sistema pseudo-bin rio Al- $Mg_2Si$ .

O endurecimento estrutural da liga de alum nio 6061   ligado a precipita o de formas transit rias da fase est vel  $Mg_2Si$ . A sequ ncia de precipita o da solu o s lida at  a fase  $\beta$  est vel compreende os seguintes estados principais: durante o revenido os feixes chamados de Guinier-Preston (precipitados coerentes) se dissolvem e depois precipitam em precipitados  $\beta''$  (semi-coerentes), depois em precipitados  $\beta'$  (semi-coerentes), e enfim em precipitados  $\beta$ - $Mg_2Si$  (incoerentes) (Bruno DUBOST, s.d.) (S.P. Yuan, 2009). A tabela abaixo representa cada uma das fases citadas.

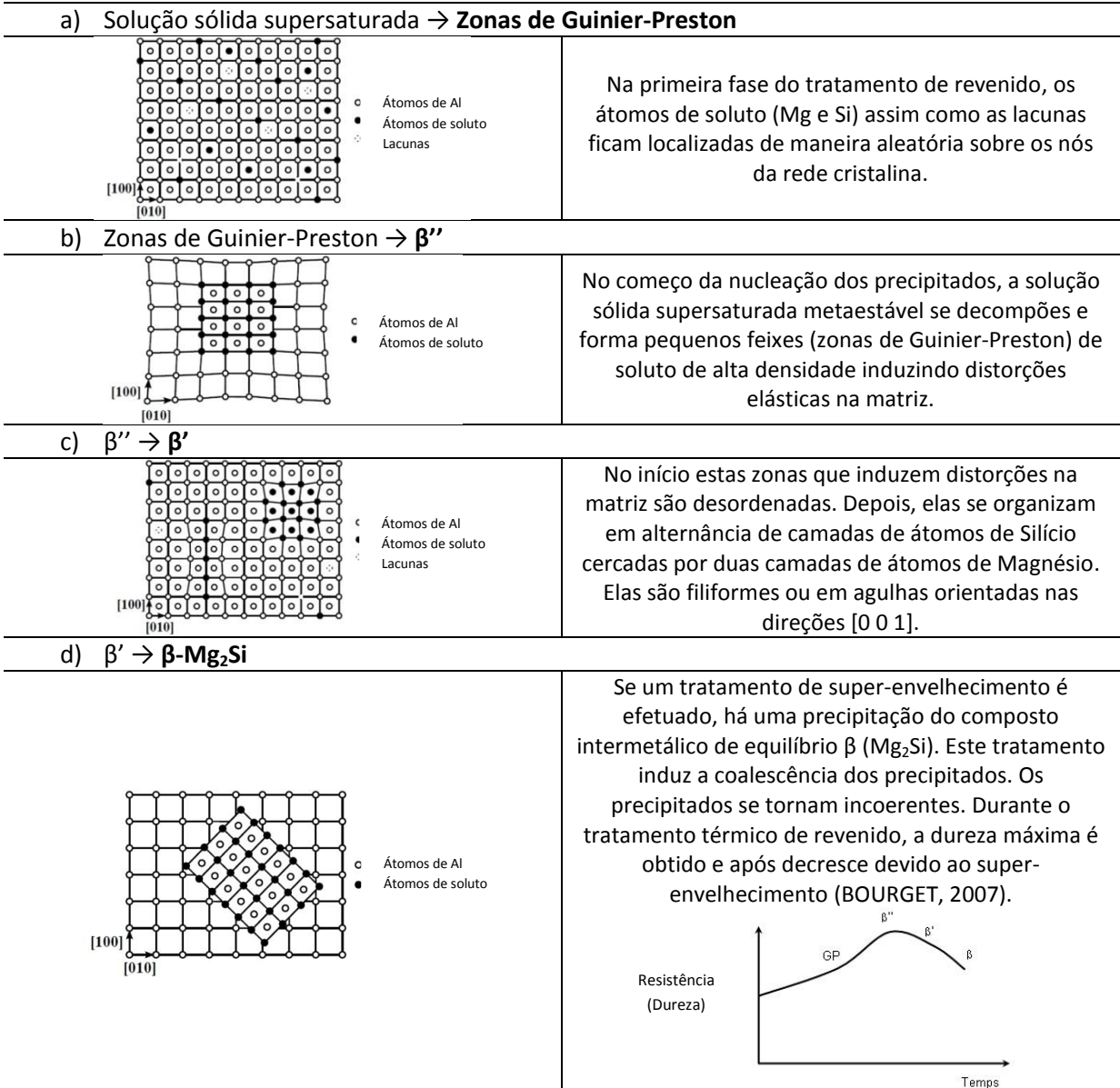


Figura 14: Representação a) de uma solução sólida supersaturada, b) de zonas de Guinier-Preston e de fases β'', c) da fase β' e d) da fase β na matriz de alumínio.

Em resumo, a sequência de precipitação simplificada das ligas 6xxx é (Bruno DUBOST, s.d.) (PHILIBERT J., 2002): SSS → GP → β'' → β' → β-Mg<sub>2</sub>Si, onde SSS significa solução sólida supersaturada e GP significa zonas de Guinier-Preston.

A Tabela 2 apresenta as estequiometrias frequentemente admitidas para os precipitados do sistema Al-Mg-Si.

Fase	Composição
Zonas GP	Mg <sub>1</sub> Si <sub>1</sub>
β''	Mg <sub>5</sub> Si <sub>6</sub>
β'	Mg <sub>9</sub> Si <sub>5</sub>
β	Mg <sub>2</sub> Si

Tabela 2: Estequiometrias dos precipitados no sistema Al-Mg-Si

## 5. Estudos precedentes

### 5.1. O papel dos nanoprecipitados de Cromo e Manganês (fixação de Zener)

Como mencionado anteriormente, os nanoprecipitados presentes nas ligas de alumínio possuem um papel fundamental para evitar a recristalização. Este fenômeno, chamado de fixação de Zener, foi explicado por Clarence Zener (C. S. Smith) em 1948 (Smith, 1948).

Segundo Zener, os nanoprecipitados presentes no material dificultam o movimento dos contornos de grão exercendo uma pressão de fixação, se opondo a este movimento (Anon., 2012). Os parâmetros preponderantes são o tamanho e a densidade dos nanoprecipitados (C. H. Wörner, 1992).

#### 5.1.1. Desenvolvimento matemático

No equilíbrio, Zener assume a hipótese que a pressão motriz para o crescimento do grão  $F$  é igual a pressão de fixação do precipitado  $F_z$ . A pressão motriz  $F$  provém de uma redução da superfície que acompanha o crescimento do grão (Gladman, 1997) com:

$$F = \lambda \frac{\gamma}{D} \quad \text{eq. (1)}$$

onde  $D$  é o tamanho médio de grão,  $\gamma$  é a energia de interface e  $\lambda$  é um fator geométrico.

A pressão de fixação  $f_z$  individual para um nanoprecipitado localizado sobre uma junta de grão e sua densidade de obstáculos são dadas por:

$$f_z = k_s r \gamma \quad \text{eq. (2)}$$

$$n = \frac{f}{k_v r^3} \quad \text{eq. (3)}$$

onde  $k_s$  e  $k_v$  são fatores geométricos ( $k_s = \pi$  e  $k_v = 4/3\pi$  para uma partícula esférica) e  $f$  é a fração volumétrica de precipitados. A partir das equações (2) e (3), a pressão de fixação de Zener pode ser escrita de acordo com a equação 4

$$F_z = 2r \cdot n \cdot f_z = \frac{2k_s \gamma}{k_v} \sum_i \frac{f_i}{r_i} \quad \text{eq. (4)}$$

onde  $i$  representa cada população de precipitados.

Esta fórmula leva a expressão clássica (equação 5) para o cálculo do diâmetro crítico  $D_c$ , ou seja, onde a pressão de fixação de Zener e pressão motriz estão em equilíbrio:

$$\frac{D_c}{2} = \frac{4}{3} \sum_i \frac{f_i}{r_i} \quad \text{eq. (5)}$$

Ao analisar a equação (4), nota-se que a pressão de fixação de Zener é diretamente proporcional a densidade de partículas e inversamente proporcional ao tamanho das partículas. Para uma dada fração volumétrica, se o tamanho dos precipitados é pequeno a pressão de Zener é considerável. Assim, para uma melhor resistência a recristalização, é necessário que os precipitados sejam pequenos e numerosos.

No caso de um crescimento normal de grãos, e se o sistema tiver tempo para esperar o equilíbrio termodinâmico, ou seja, quando o movimento dos contornos de grão é suficientemente elevado, este modelo poderá ser utilizado para prever o tamanho de grãos. Caso contrário, em particular nos casos de um crescimento anormal de grãos, este modelo não é válido (LEGUEN, 2010) (ver também Anexo IV: Uma outra maneira de visualizar a equação de Zener).

## 5.2. Estudo de Rickielle Ngongang sobre o efeito da velocidade e da temperatura de conformação

O estudo da conformação do material é de interesse pois as fortes deformações introduzidas durante o forjamento aumentam a densidade de discordâncias e formam os sub-grãos, que constituem a força motriz para a recristalização (DEVELAY, s.d.).

No estudo realizado por R. Ngongang (Ngongang, 2008/2009), os parâmetros analisados foram a velocidade e a temperatura de conformação da liga de alumínio 6061. A temperatura de solubilização foi fixada em 530°C. Os experimentos aconteceram no LPCES (Laboratório de Físico-Química do Estado Sólido) de Orsay e no SRMA.

Os corpos de prova foram deformados em temperaturas constantes em diferentes velocidades de deformação. Posteriormente foram observados em microscopia ótica antes e depois do tratamento de solubilização realizado a 530°C. Os corpos de prova foram deformados por forjamento livre pelo Centro de Pesquisa de Voreppe da Alcan (Constellium). A recristalização foi estudada via observações óticas e eletrônicas (microscopia eletrônica de varredura convencional e EBSD). A Figura 15 apresenta as microestruturas antes e depois da solubilização (respectivamente figura “a” e figura “b”) observadas em microscopia ótica em luz polarizada.

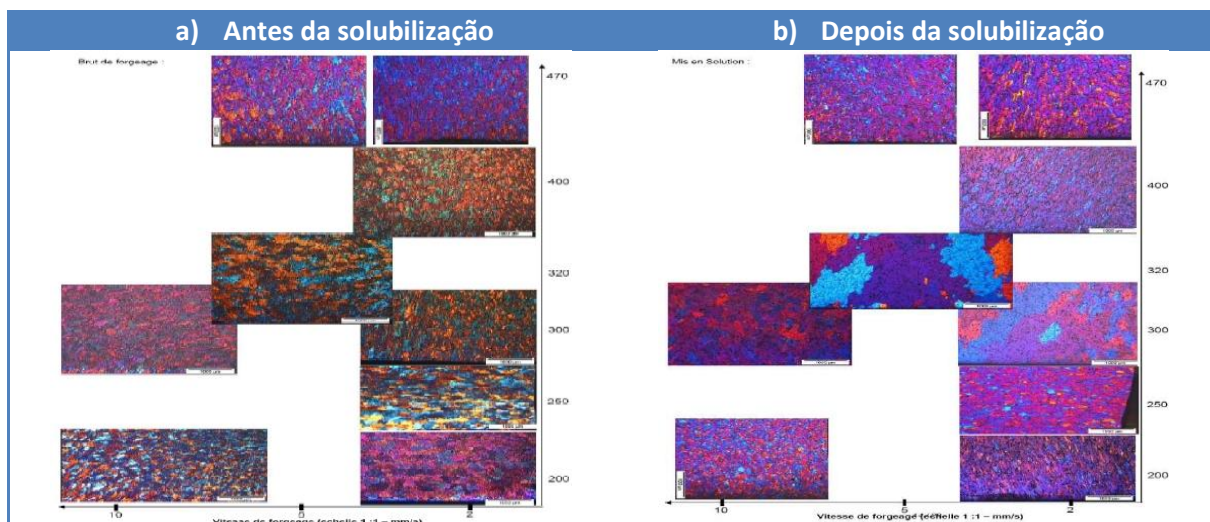


Figura 15: Microestrutura antes e depois da solubilização em função da temperatura e da velocidade de deformação.

Antes do tratamento térmico de solubilização, todos os corpos de prova apresentaram microestruturas de pequenos grãos orientados no sentido do forjamento (com tamanho de centenas de micron) para qualquer temperatura ou velocidade de conformação. As observações EBSD revelam três cenários. Em baixa temperatura (inferior a 300°C), a densidade de discordâncias é importante (baixo contraste de banda que revela forte desorientação local) e nota-se uma forte proporção de sub-grãos. Em temperatura intermediária, a 400°C, o tamanho dos sub-grãos é mais considerável e a densidade de discordâncias é menor. Em alta temperatura, superior a 470°C, nenhuma sub-estrutura é observada.

Depois do tratamento térmico de solubilização, observa-se recristalização gerando pequenos grãos entre 200 e 300°C. Recristalização gerando grandes grãos em uma gama de temperatura intermediária (300 – 400°C). Em temperaturas mais altas, não se nota evoluções depois da solubilização. A velocidade de deformação aparenta ter um papel de segunda ordem em relação a temperatura.

Este estudo permitiu a delimitação de três domínios. Um domínio de baixas temperaturas no qual o encruamento é importante e que, após a solubilização, faz com que aconteça uma recristalização formando pequenos grãos. Um domínio de altas temperaturas de restauração no qual o encruamento é pequeno e acontece uma restauração dinâmica. E um terceiro e último domínio, onde o encruamento é crítico, ou seja, onde a recristalização acontece formando grandes grãos (Figura 16). Os parâmetros de conformação foram então definidos. O tipo de conformação escolhida foi a forjagem a quente com temperatura de 450°C.

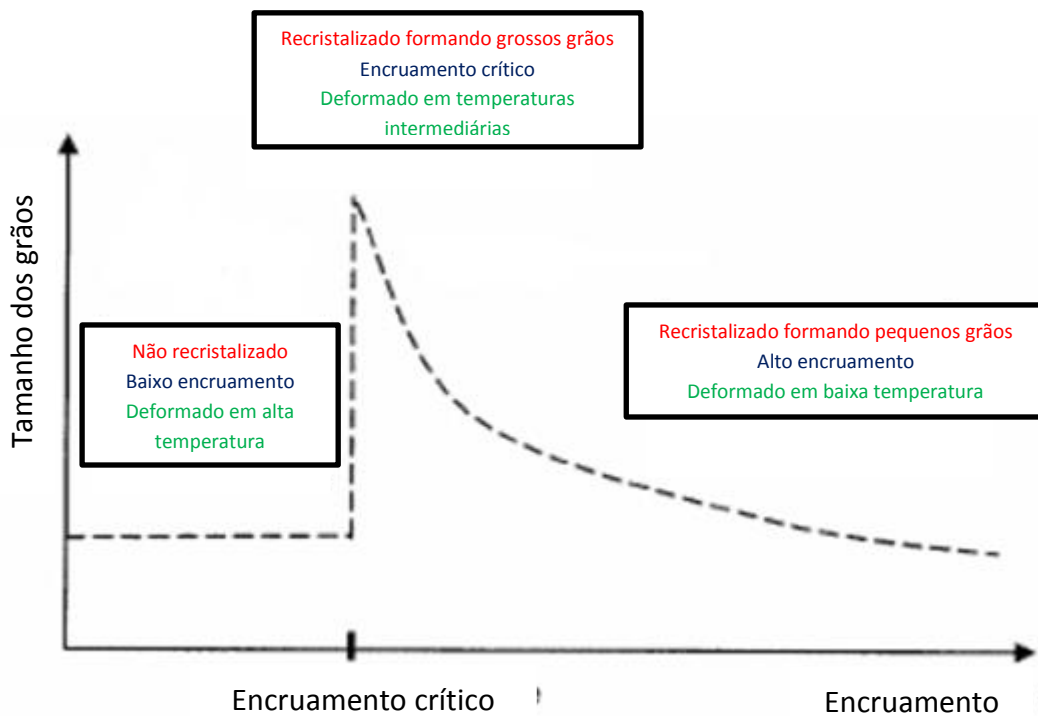


Figura 16: Evolução do tamanho de grãos em função do encruamento.

### 5.3. Etudes realizados pelo CEA :

#### 5.3.1. Ensaio do CEA 2010

Neste estudo, análises microestruturais sobre o efeito da temperatura de solubilização nos precipitados grosseiros de  $Mg_2Si$  e sua influência na tenacidade do material foram realizadas.

A liga de alumínio foi fundida e conformada por forjamento livre. Em seguida, tratamentos térmicos de solubilização foram realizados a 530°C e 560°C e a tenacidade do material foi medida. Os resultados mostram que depois da solubilização realizado a 560°C a tenacidade é duas vezes maior que a medida após um tratamento de solubilização feito a 530°C. Se a conformação é modificada (extrusão ao invés de forjamento), os mesmos resultados são obtidos. Para estas duas condições de conformação, os ensaios realizados após o tratamento térmico de solubilização a 560°C indicam um aumento da relação entre força e área ( $dF/dA$ ). Este aumento traduz o fato que o material apresenta uma capacidade de propagação de trincas estável.

O objetivo deste ensaio nota foi analisar o interesse de um aumento da temperatura de tratamento térmico de solubilização de 530°C para 560°C para uma liga de alumínio 6061 industrial sobre as evoluções de:

- teores residuais de precipitados grosseiros de  $Mg_2Si$  depois do tratamento térmico de solubilização,
- verificar o não crescimento do tamanho de grãos.

As conclusões seguintes puderam ser feitas:

- Uma redução notável de precipitados grosseiros de  $Mg_2Si$  é observada quando a temperatura de solubilização é aumentada (de 530 para 560°C). A redução da fração de superfície de precipitados grosseiros  $Mg_2Si$  e a temperatura são lineares (Figura 17).
- A presença de grãos grosseiros em alguns corpos de prova retirados do fundo do bloco foi observada.
- A temperatura máxima proposta para que não houvesse recristalização foi de 550°C.

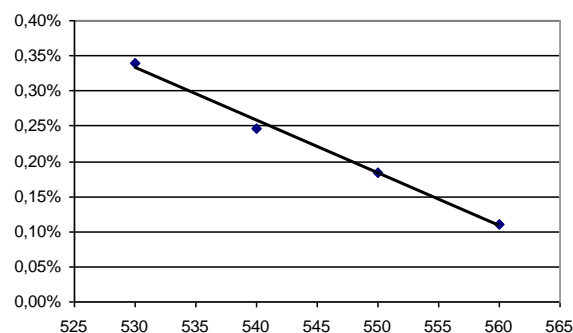


Figura 17: Fração de superfície de  $Mg_2Si$  em função da temperatura.

### 5.3.2. Ensaio do CEA 2011

Neste estudo, uma liga de alumínio 6061 industrial foi submetida ao processo de fabricação do componente (Figura 10), e em seguida, sofreu outros tratamentos térmicos de solubilização.

A velocidade de aquecimento dos tratamentos térmicos de solubilização foi de 80 °C/h para as primeiras horas depois 30 °C/h para a última hora. As temperaturas de patamar foram de 540°C e 550°C seguidas de uma têmpera em água.

Os resultados dos tratamentos térmicos após observação no microscópio óptico foram:

- Para os corpos de prova solubilizados a 540°C, a observação indicou zonas de grãos mistos de um lado dos corpos de prova e microestrutura fina no outro.
- Para os corpos de prova solubilizados a 550°C, a observação indicou a presença de uma mistura de grãos grosseiros e grãos mistos. No centro dos corpos de prova uma estrutura fina foi encontrada.

Nota-se que para um bloco que já sofreu um revenimento antes de uma nova solubilização, este crescimento exagerado de grãos não pode ser explicado pelo fenômeno do encruamento crítico explicado anteriormente.

## 6. Caracterizações microestruturais

O objetivo de fazer diferentes tratamentos térmicos era de identificar as diferenças microestruturais após variar certos parâmetros durante a solubilização e a conformação. Estas diferenças foram analisadas *via* microscopia ótica em luz polarizada. Para casos extremos (corpos de prova que receberam solubilização a 530°C e 560°C), eles foram igualmente observados em microscopia eletrônica em transmissão.

Antes da realização de cada tratamento térmico, um corpo de prova referência foi sistematicamente conservado.

### 6.1. Corpos de prova antes do tratamento térmico de solubilização (corpos de prova de referência)

A Figura 9 mostra as três condições estudadas para a tentativa de melhoria das propriedades mecânicas de ductilidade e tenacidade das ligas de alumínio 6061, são elas:

- 1) Aumentar a temperatura de manutenção dos tratamentos térmicos de solubilização,
- 2) Realizar um tratamento térmico de solubilização com mais de um patamar de restauração.
- 3) Reduzir a taxa de deformação durante a conformação por forjamento livre.

Para os dois primeiros casos, a microestrutura inicial (após a etapa de forjamento livre e antes do tratamento térmico de solubilização, Figura 10) não muda. Entretanto, para o terceiro caso, os parâmetros do forjamento foram alterados, pois a taxa de deformação foi reduzida.

Desta forma, a análise dos corpos de prova referência foi dividida da seguinte forma:



- Caso 1: para os tratamentos térmicos (1) e (2), que possuem o mesmo estado microestrutural.
- Caso 2: para o último tratamento térmico (3), tendo em vista que o corpo de prova possui uma taxa de deformação menor que os outros.

### Caso 1

Os corpos de prova do caso 1 são provenientes da etapa de forjamento, porém ainda não sofreram o tratamento térmico de solubilização. Na Figura 18 é possível visualizar as imagens feitas para o material "A" e para o material "B" em microscopia ótica para cada uma das três faces diferentes.

As três faces do bloco estudado foram denominadas SL (espessura-comprimento), TL (largura-comprimento) e TS (largura-espessura) (ver Anexo I: Denominação dos corpos de prova para a denominação dos corpos de prova, Anexo II: Obtenção dos corpos de prova para saber de qual parte do bloco cada corpo de prova foi retirado e Anexo III: Preparação dos corpos de prova para microscopia ótica com luz polarizada para ver o processo de preparação dos corpos de prova).

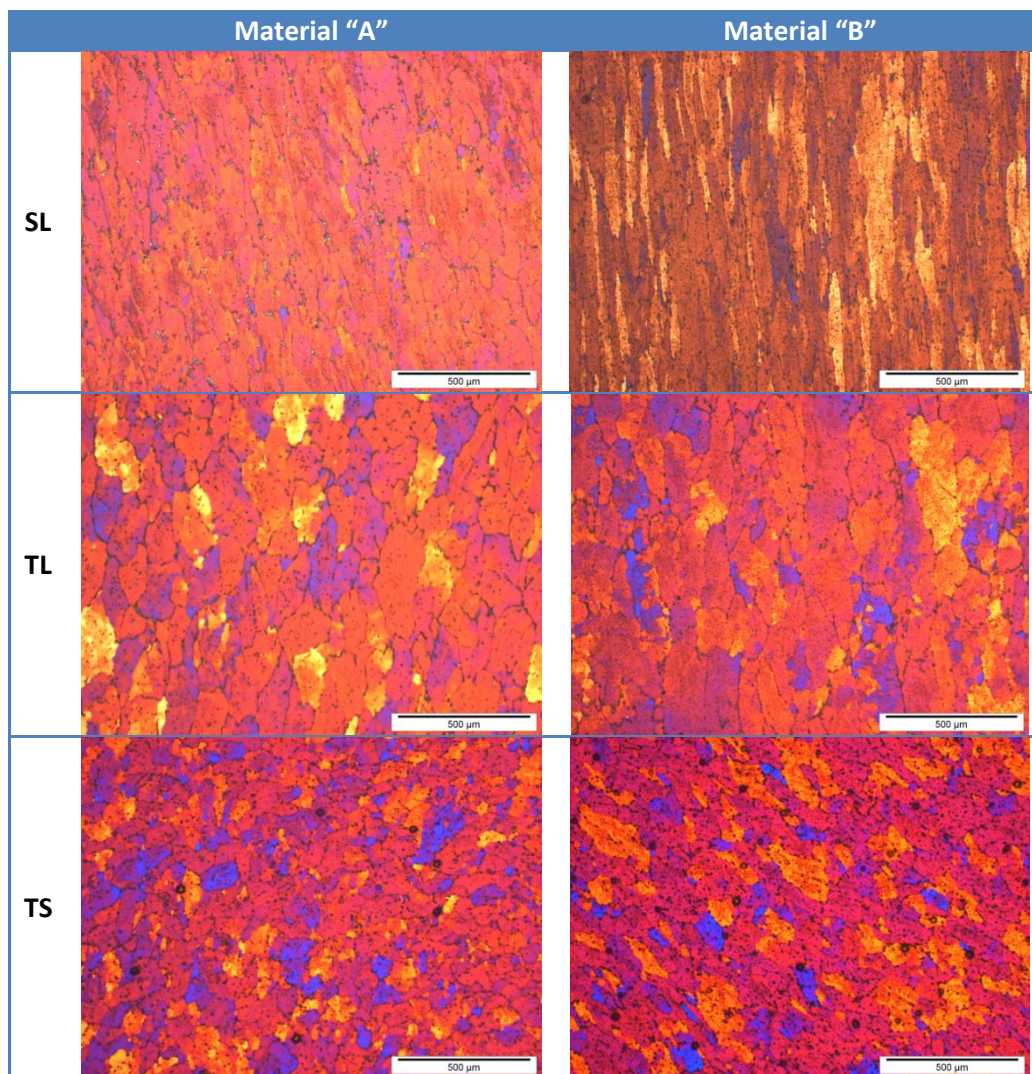


Figura 18: Imagens feitas em microscopia ótica com luz polarizada para os materiais "A" e "B" sobre as três principais direções.



A câmera utilizada foi a mesma para todas as observações feitas em microscopia ótica. Ela é constituída de uma lente de x1,25 de aumento e é montada no microscópio ótico MeF3A da Reichert-Jung. As imagens foram analisadas no software analySIS 5.0 da Olympus Soft Imaging Solutions GmbH. O aumento das fotos acima é de x5.

No plano SL, os grãos são bastante alongados e diferentes dos presentes nos planos TL e TS, que são praticamente isótropos, com um tamanho que varia entre 100 e 200  $\mu\text{m}$ .

Nota-se também que no estado inicial (forjado), a microestrutura do material "A" e do material "B" são similares.

Análises no microscópio eletrônico de transmissão (MET) foram feitas unicamente para o material "B" por razões práticas, pois as composições das duas ligas são bastante próximas, assim como suas microestruturas. Como estudar a química dos precipitados não é o principal objetivo deste estudo, não foram feitas análises no MET para os dois materiais.

A Figura 19 indica muita porosidade (zonas quadradas em branco). A porosidade visível na imagem mostrou-se intrigante, pois ela foi feita a partir de um corpo de prova referência (logo após ao processo de forjamento). Um dos principais papéis da conformação é o fechamento de porosidades proveniente da fundição. As partículas pretas visíveis podem ser ou precipitados ( $\text{Mg}_2\text{Si}$  por exemplo), ou nanoprecipitados. As composições químicas destes elementos não foram estudadas.

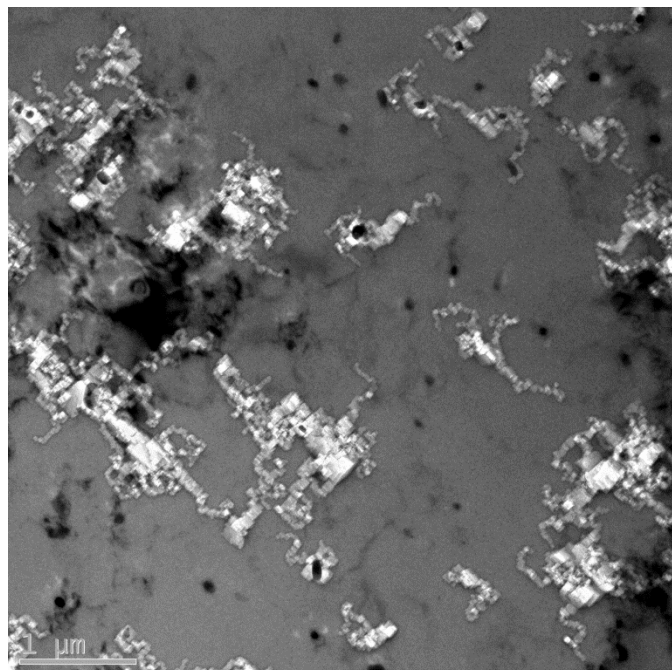


Figura 19: Imagem feita em microscopia eletrônica de transmissão para o material "B".

## Caso 2

Os corpos de prova do caso 2 sofreram uma taxa de encruamento duas vezes menor, ou seja, eles foram deformados duas vezes menos na etapa de conformação que os corpos de prova do caso 1.

As análises foram feitas unicamente para o material “B” (Figura 19).

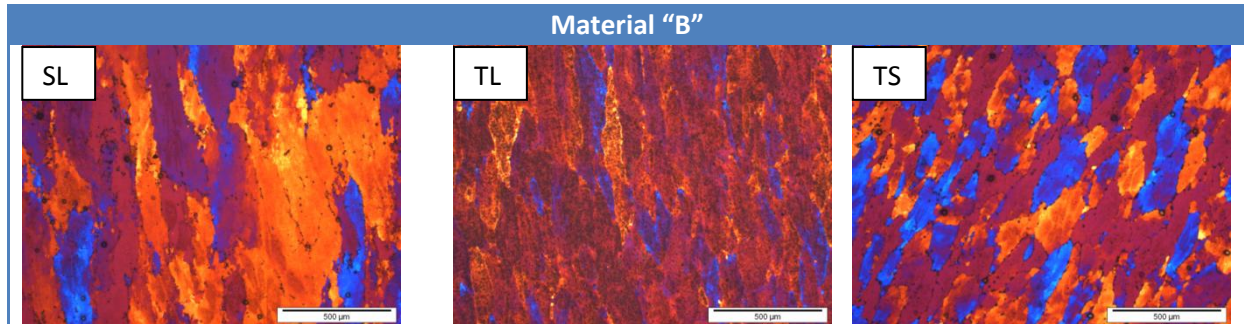


Figura 20: Imagens feitas em microscopia ótica com luz polarizada para o material “B” sobre as três principais direções.

As imagens são bastante similares às do caso 1. Os grãos sobre a face TL são ligeiramente mais alongados, entretanto seus tamanhos também variam entre 100 e 200 µm.

## 6.2. Corpos de prova depois do tratamento térmico de solubilização

Logo após sofrerem tratamentos térmicos de solubilização, os corpos de prova foram analisados novamente. O objetivo foi de comparar estes com os corpos de prova de referência. Esta análise foi feita para possibilitar a visualização do fenômeno da recristalização e da coalescência de grãos para cada um dos três tratamentos térmicos.

### 6.2.1. Efeito da temperatura de solubilização

O primeiro parâmetro modificado no tratamento térmico foi a temperatura de manutenção. Depois de um aquecimento a 120 °C/h, um patamar é feito durante 4 horas em uma temperatura definida. Esta temperatura de patamar variou entre 530°C e 560°C (Figura 21). O tratamento térmico de solubilização é seguido de uma têmpera em água.

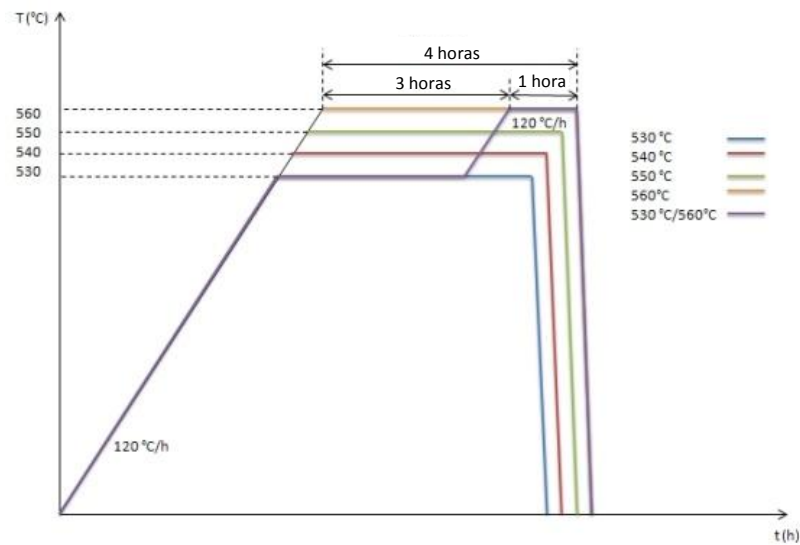


Figura 21: Esquema dos tratamentos térmicos de solubilização realizados.

As variações da temperatura de manutenção foram escolhidas a partir de estudos precedentes. Segundo a nota do CEA 2010 (ver §5.3.1), a tenacidade da liga de alumínio 6061 é multiplicada por dois quando o tratamento de solubilização é realizado a 560°C ao invés de 530°C. Entretanto, quando a solubilização é realizada a 560°C, existe grande chance do material recrystalizar.

Os dois materiais sofreram os tratamentos térmicos com temperaturas de manutenção definidas em 530, 540, 550 e 560°C (as temperaturas exatas aplicadas a cada corpo de prova no forno estão detalhadas no Anexo V: O problema dos gradientes de temperatura).

As imagens da Figura 22 até a Figura 25 apresentam os resultados obtidos em microscopia ótica nas quatro temperaturas para as três faces principais.

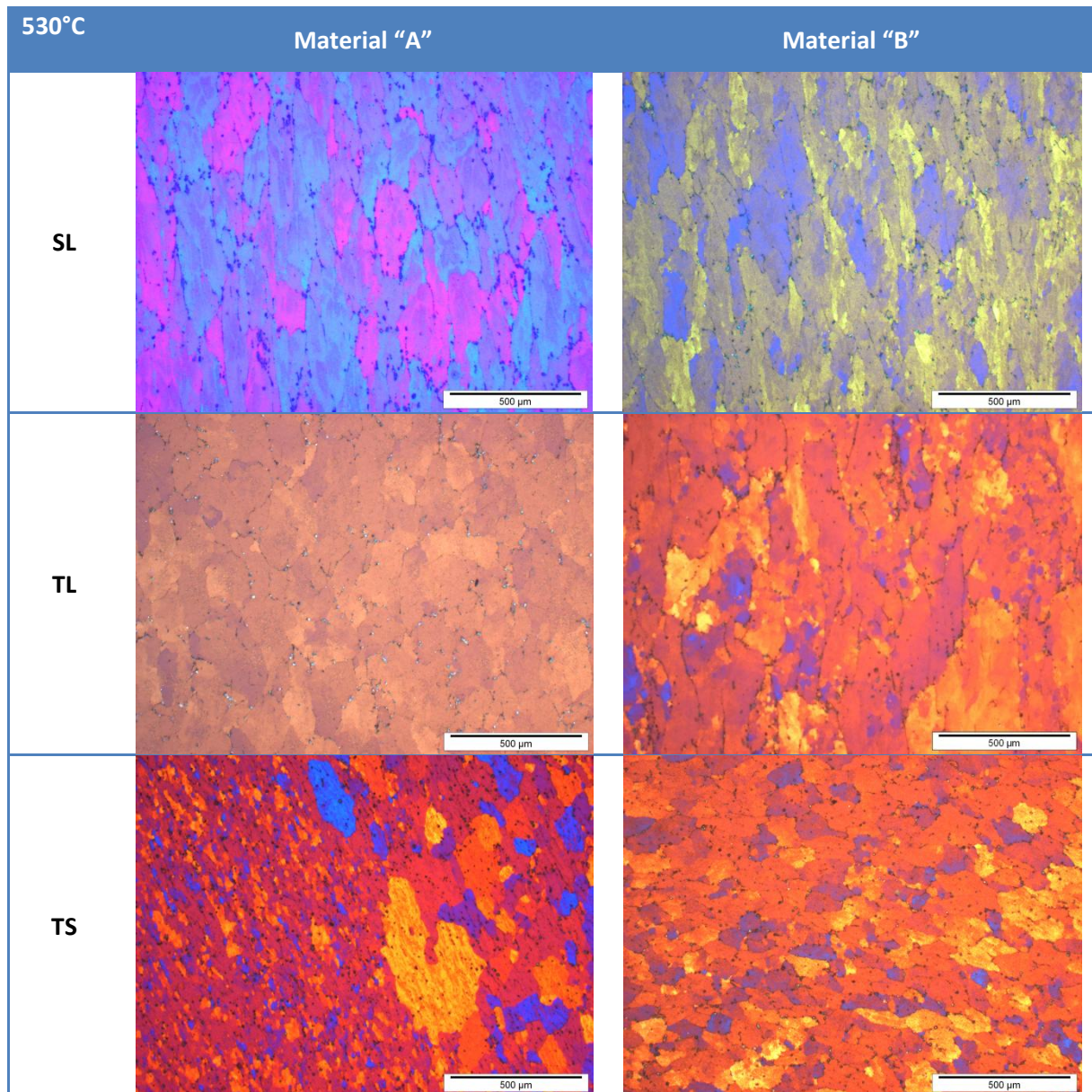


Figura 22: Microestruturas da liga de alumínio estudada após um tratamento térmico de solubilização feito a 530 °C.



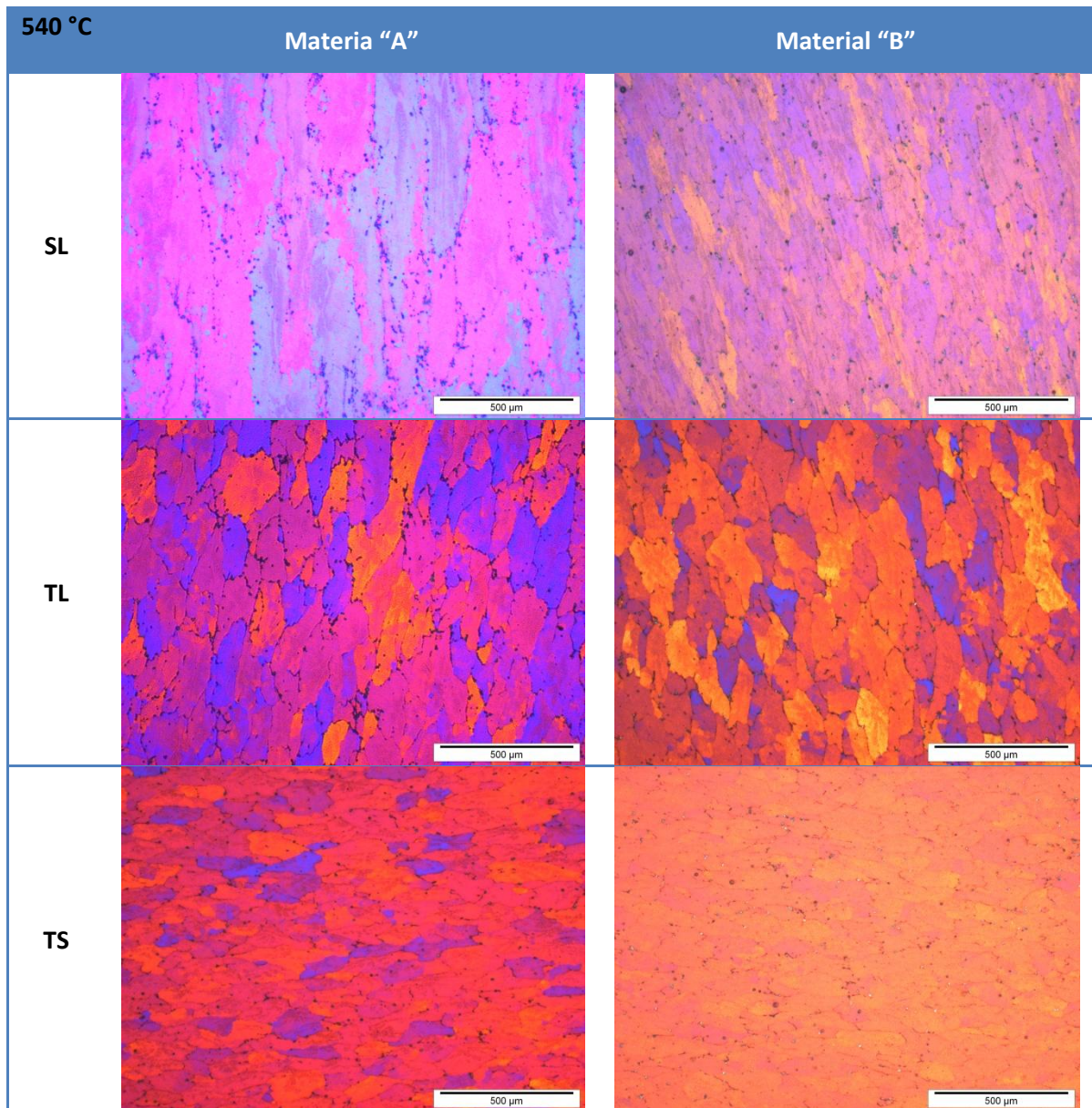


Figura 23: Microestruturas da liga de alumínio estudada após um tratamento térmico de solubilização feito a 540 °C.

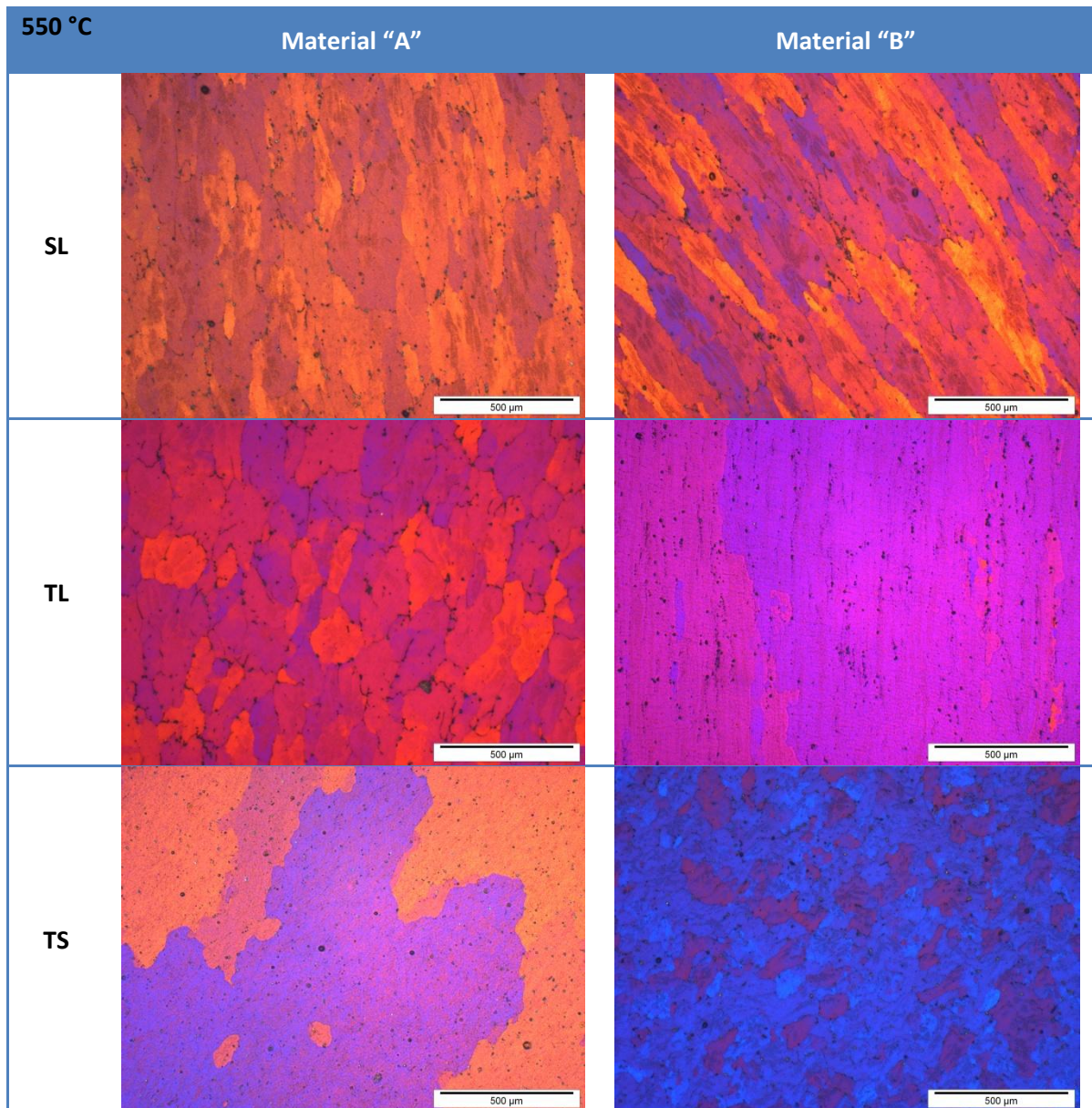


Figura 24: Microestruturas da liga de alumínio estudada após um tratamento térmico de solubilização feito a 550 °C.



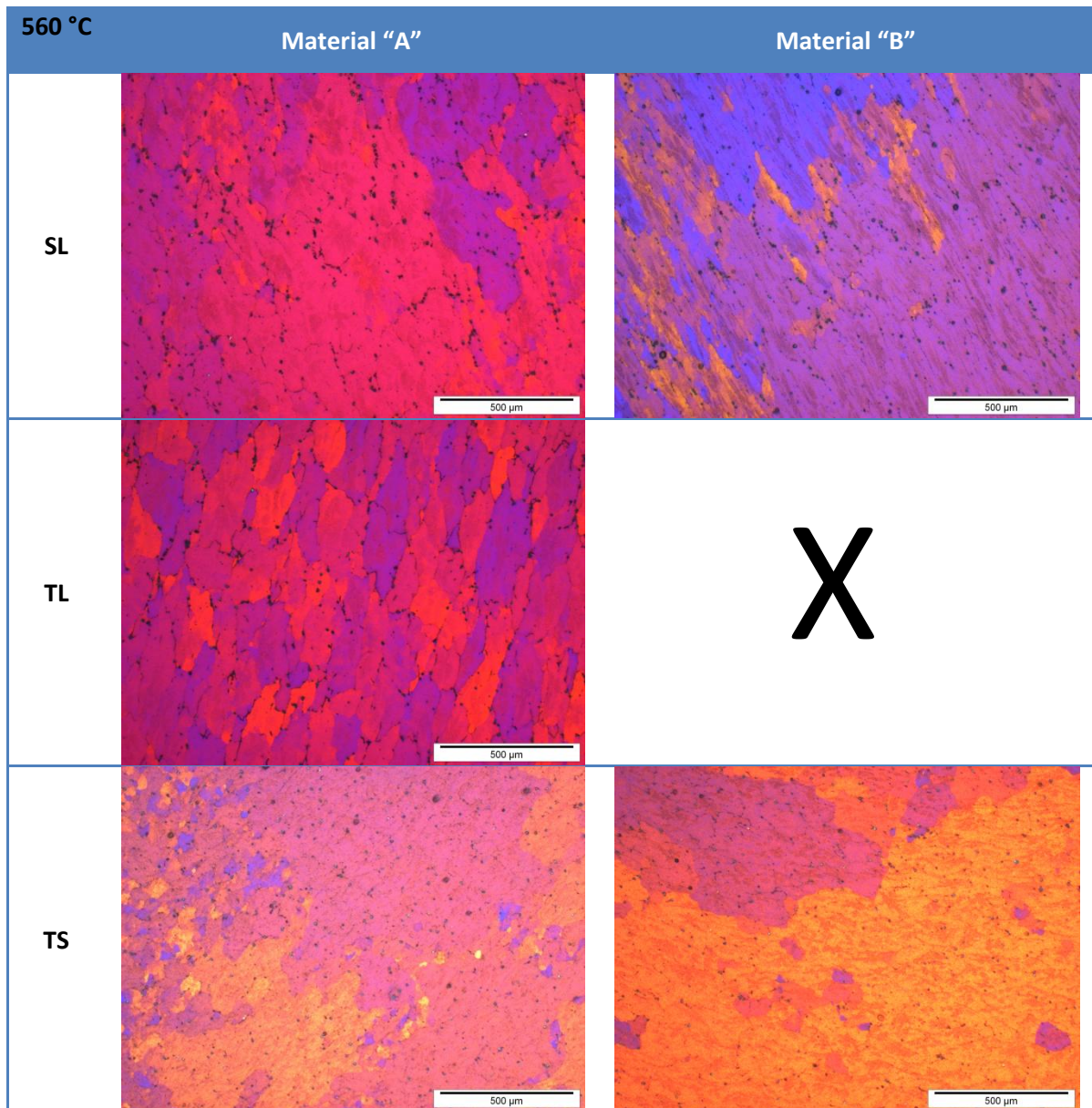


Figura 25: Microestruturas da liga de alumínio estudada após um tratamento térmico de solubilização feito a 560 °C.

Os materiais que receberam tratamentos térmicos em temperatura de 560°C recrystalizaram. Além disso, a coalescência é visível sobre seus grãos.

Na maioria dos corpos de prova tratados a 530°C, os grãos mostraram tamanhos próximos ao do corpo de prova de referência. Entretanto, para o corpo de prova de face TS do material "A", um misto entre grãos finos e grãos médios é visível. Grãos médios não são desejados a esta temperatura de tratamento.

Para os corpos de prova tratados a 540°C, o fenômeno de recrystalização não é observado. O que não é o caso dos corpos de prova tratados a temperatura de 550°C, onde a recrystalização e a coalescência de grãos estão presentes.

As juntas de grão do material “B” para os corpos de prova tratados a 560°C não são visíveis. Isso pode ter acontecido por duas razões: a primeira é devido a uma recristalização total do corpo de prova, o que é pouco provável. A segunda razão é mais possível é que o tratamento de anodização não funcionou corretamente (neste caso, a anodização foi refeita, e mesmo assim não foi possível a visualização das juntas de grãos para o material “B”).

Observações ao MET foram feitas para os corpos de prova tratados a 530°C e 560°C para o material “B”. O objetivo principal era de constatar a presença de precipitados e nanoprecipitados que pudessem estar “fixando” os grãos, e assim, evitando seu crescimento. Um segundo objetivo era determinar a localização destes precipitados, caso eles fossem visualizados.

A Figura 26 mostra imagens feitas no MET para o material “B”. A 530°C. A presença das juntas de grão é visível. Portanto, foi considerado que o material “B” não recristalizou. Estas observações estão de acordo com a Figura 22. Partículas são visíveis nas juntas de grão aparentando estar fixando o grão, como o esperado. Contrariamente, a 560°C, nenhuma junta de grão é visível sobre as lâminas do MET. Apenas alguns precipitados/nanoprecipitados são encontrados. Estas observações são coerentes com as imagens em microscopia ótica (Figura 25) onde o tamanho de grão é superior as dimensões de uma lâmina de MET (diâmetros de 3 mm).

Porosidades continuaram sendo observadas mesmo depois da realização de tratamentos térmicos de solubilização.

Outro objetivo destas observações feitas no MET era de medir o raio médio e quantificar a fração de fase das partículas (estudo da química das partículas) presentes. Este ponto fica como uma perspectiva de trabalho precedente.



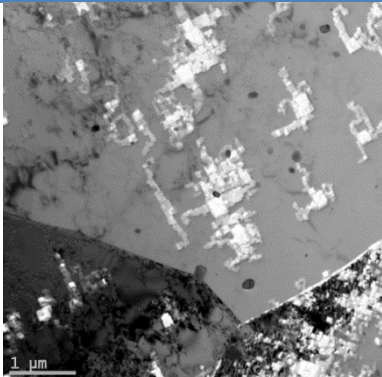
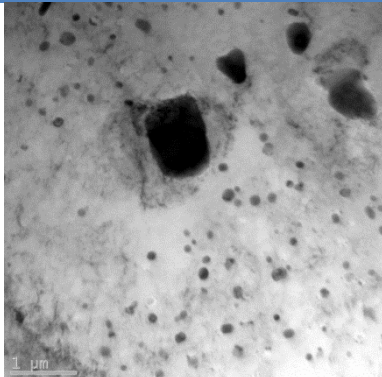
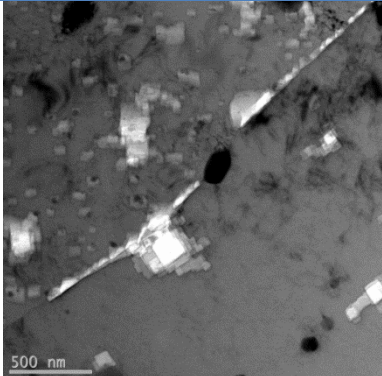
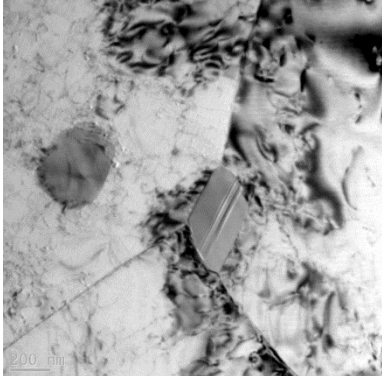
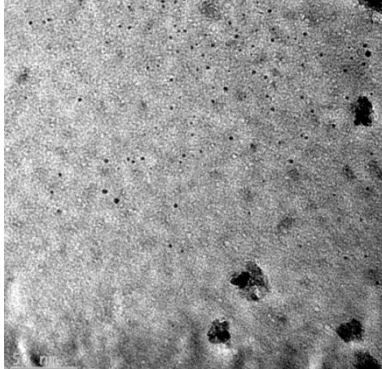
Material "B"	530 °C	560 °C
Escala: 1 $\mu\text{m}$		
Escala: 500 nm		X
Escala: 200 nm		X
Escala: 50 nm	X	

Figura 26: Microestrutura do material "B" obtida no MET em diferentes escalas.

### 6.2.2. Efeito de um patamar de restauração

O segundo tratamento térmico estudado foi uma solubilização com mais de um patamar de manutenção. Como indica a linha roxa na Figura 21, os corpos de prova foram aquecidos, mantidos a temperatura de 530°C durante três horas depois elevados até a temperatura de 560°C durante uma hora. Uma têmpera em água foi feita no final das quatro horas. A taxa de aquecimento foi de 120°C/h para os dois aumentos de temperatura.

Os corpos de prova que sofreram este tratamento são os retirados da plaqueta nº9, ou seja, a plaqueta que estava localizada no fundo do bloco forjado (ver Anexo II: Obtenção dos corpos de prova).

A instabilidade da estrutura granular é induzida pelo forjamento (rearranjo das discordâncias que estocam a energia). O objetivo do tratamento com dois patamares de manutenção é verificar se o primeiro patamar poderia funcionar como um restaurador de discordância, liberando a energia estocada durante a conformação do material e desta forma aumentar a estabilidade dos grãos e a temperatura de recristalização. Este tratamento também pode ter um efeito não desejado, pois pode ser que o grão obtido pela restauração das discordâncias seja compensado por uma coalescência dos precipitados.

A Figura 27 apresenta os resultados obtidos a partir deste tratamento térmico.

Os grãos cresceram e coalesceram. Este fato fica evidenciado na face TL do material “B” e na face TS do material “A”, onde há uma mistura de grãos grosseiros com grãos de tamanhos médios.

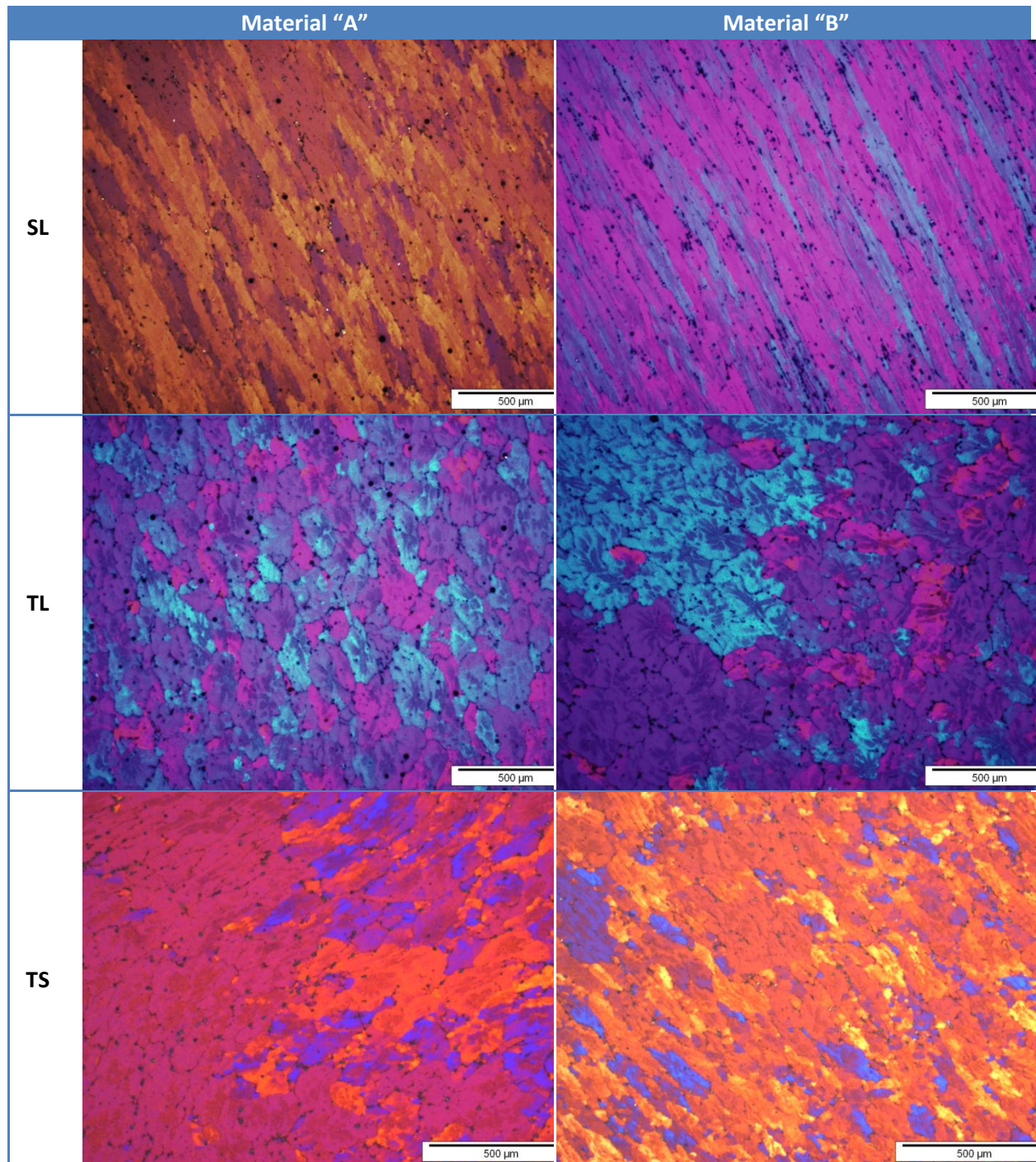


Figura 27: Microestruturas da liga estudada após um tratamento térmico de solubilização com dois patamares de manutenção, seguidos de uma têmpera em água.

### 6.2.3. Efeito da taxa de deformação

Como já mencionado em §6.2.2, a etapa de forjamento induz uma certa instabilidade granular. Se os corpos de prova sofrerem uma taxa de deformação maior, é possível que os grãos recristalizem durante o tratamento térmico de solubilização devido alta taxa de energia estocada.

Neste terceiro tratamento térmico, o corpo de prova do material "B" sofreu uma taxa de deformação duas vezes menor, ou seja, ele foi deformado duas vezes menos nas três direções principais que os



corpos de prova precedentemente estudados. O objetivo é saber se uma taxa de encruamento menor permite limitar a recristalização. As temperaturas de manutenção dos tratamentos térmicos foram de 530°C e 560°C. A taxa de aquecimento foi de 120°C/h. Como nos tratamentos precedentes, neste caso a têmpera também foi feita em água.

A Figura 28 mostra os resultados obtidos. O tamanho de grão observado nesta condição é equivalente ao tamanho de grão do corpo de prova de referência (Figura 20). Não foi visível mudança no tamanho dos grãos entre os corpos de prova tratados a 530°C e a 560°C. Os grãos não apresentam crescimento anormal, não aparentam ter coalescidos nem recristalizados. Fica visível a importância que a etapa de forjamento (forjamento livre neste caso) tem em relação a etapa de solubilização no fenômeno da recristalização.

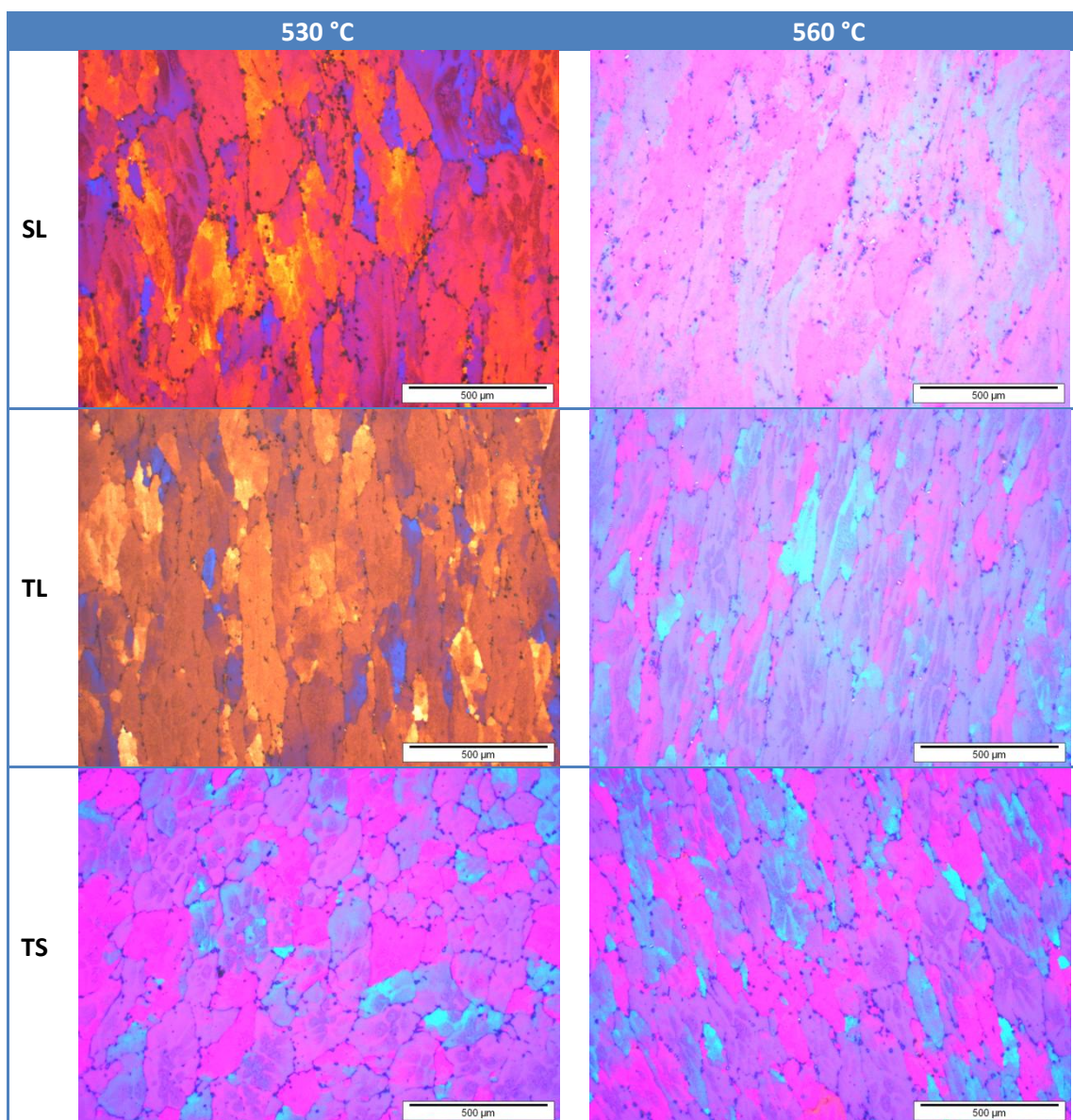


Figura 28: Microestrutura do material “B” após uma etapa de forjagem livre com taxa de deformação reduzida seguida de tratamento térmico de solubilização e têmpera em água.

## 7. Simulações termocinéticas

### 7.1. A simulação dos nanoprecipitados de Cromo e Manganês

Com o objetivo de simular as evoluções dos nanoprecipitados de Cromo e Manganês nos materiais “A” e “B” assim como nos materiais modelos (composições apresentadas na Tabela 3), o software de cálculos termocinético MatCalc foi utilizado. As evoluções da fração de fase e o raio médio também foram estudados.

Liga de Al 6061 (%p)	Mg	Si	Fe	Cu	Cr	Mn	Zn	Ti
<b>Mínimo (especificação)</b>	0.8	0.4		0.15	0.004			
<b>Máximo (especificação)</b>	1.2	0.8	0.7	0.4	0.35	0.15	0.25	0.15
<b>Material Modelo “1”</b>	0.92	0.53	0.1	0.198	0.15	0.077	<0.013	0.03
<b>Material Modelo “2”</b>	0.92	0.53	0.1	0.198	0.229	0.15	<0.013	0.03
<b>Material Modelo “3”</b>	0.92	0.53	0.1	0.198	0.27	0.15	<0.013	0.03
<b>Material Modelo “4”</b>	0.92	0.53	0.1	0.198	0.35	0.077	<0.013	0.03
<b>Material Modelo “5”</b>	0.92	0.53	0.1	0.198	0.25	0.09	<0.013	0.03

Tabela 3: Composições químicas dos materiais modelos simulados.

### 7.2. O software MatCalc

Os dados da simulação, ou seja, os ingredientes que possibilitam o software fazer os cálculos (composição química, fases consideradas...) podem ser imputados num software de duas maneiras diferentes: ou a partir de um script onde todos os comandos são dados via programação, ou a partir a partir de uma interface gráfica. Apesar da segunda opção possa parecer mais fácil, ela pode demorar mais tempo que a primeira.

Em primeiro lugar, é necessário mostrar qual é a composição química do material a ser simulado, as fases presentes assim como a sequência de precipitação dos Al-Mg-Si ( $Mg_2Si$ ,  $\beta'$ ,  $\beta''$ , ...), as fases intermetálicas ao ferro, os nanoprecipitados assim como as outras fases eventualmente presentes. Em seguida, é preciso definir os parâmetros dos tratamentos térmicos que serão realizados (temperatura, taxa de aquecimento, tempo de manutenção, taxa de resfriamento).

Para a resolução do sistema multifásico, o software MatCalc dispõe de uma base de dados termodinâmicos e cinéticos integrada baseada no método CALPHAD.

Considerando que nem todas as fases podem ser vistas no microscópio ótico, as simulações termocinéticas se mostram como uma opção bastante interessante com relação ao estudo dos nanoprecipitados proposto neste estudo.

### 7.3. O script

O script do software é dividido em várias partes com o objetivo de estruturar os dados de uma forma organizada. Por exemplo, o cálculo da precipitação de uma fase não pode ser feito sem que a fase anterior esteja definida, assim como também não será feito sem que alguém informe os parâmetros dos tratamentos térmicos ou em qual base termodinâmica ou cinética ele deve se apoiar. A estrutura básica do programa é a seguinte:

- Setup information (estrutura de informações): indica-se sobre quais módulos será trabalhado (neste caso, simulação termocinética).
- General information (informações gerais): comentários gerais podem ser escritos, assim como versões do arquivo que está sendo trabalhado.
- System setup (configurações do sistema): informações sobre qual versão do software está sendo utilizada.
- Global variables and functions (funções e variáveis globais): todas as variáveis (fator de forma, densidade de discordâncias, inaptações volumétricas, correção de energia de interface) são definidas.
- Databases, chemical composition and selected phases (base de dados, composição química e fases selecionadas): é a fase mais importante do script. Aqui, é necessário indicar os elementos presentes no material, como composição química (é possível definir várias composições e depois apenas selecionar uma para realizar os cálculos), fases estudadas (Al-Mg-Si, fases intermetálicas, precipitados, nanoprecipitados) e definição dos tratamentos térmicos. A Figura 29 mostra uma parte do script.
- Output Windows (janela de saída): nesta janela, é possível visualizar os resultados (números, curvas, gráficos).

```

$ *****
$                                     DATABASES, CHEMICAL COMPOSITION, SELECTED PHASES
$ *****

$ if you receive an error when executing the next line, please make sure you have the database
$ in your MatCalc/database folder.

open_thermodyn_database mc_al_v1.002.tdb

select_elements Al Cu Fe Mg Mn Ni Zn Ti Cr Va
select_phases fcc_Al cl_mgsi gp_mat mg5si6_b_dp          $ Al-Mg-Si phases
select_phases mgsi_b_p mg2si_b                          $ Al-Mg-Si phases
select_phases algesi_t6 alfemnsi_a                       $ Intermetallic phases
select_phases liquid al13cr2 al13cr4si4 al6mn           $ Other phases
$select_phases al_b_dp almgsi_b_p u1_phase u2_phase q_phase si_diamond_a4 alfemnsi_b gp_mgsi $ Al-Mg-Si phases

read_thermodyn_database

$ Read the diffusion database for Al-based alloys.
$ if you receive an error when executing the next line, please make sure you have the database
$ in your MatCalc/database folder.
read_mobility_database mc_al.ddb

$ ***** Composition *****
set-variable-value compo_variant 1
send-dialog-string "please choose the composition from the console window"
@send-console-string Select calculation setup for
@send-console-string 1 ... Composition of the AA6061 J38
@send-console-string 2 ... Composition of the AA6061 J39
@send-console-string 3 ... Composition of the Matériau A
@send-console-string 4 ... Composition of the Matériau B
@send-console-string 5 ... Composition of the Matériau C
@send-console-string 6 ... Composition of the Matériau D
@send-console-string 7 ... Composition of the Matériau E
@set-variable-value compo_variant
set-variable-value use_variant_1 compo_variant==1
set-variable-value use_variant_2 compo_variant==2
set-variable-value use_variant_3 compo_variant==3

```

Figura 29: Ilustração do script do software MatCalc mostrando alguns dados da modelagem do problema.

## 7.4. O histórico dos precipitados e dos nanoprecipitados

Os nanoprecipitados evoluem desde a etapa de homogeneização. Para que a modelagem fique a mais próxima do real, é necessário levar em conta todo o histórico de elaboração do material antes

da etapa de solubilização, ou seja, da fundição, homogeneização e forjamento. Fazendo isso, a precisão dos valores finais obtidos será maximizada.

Para obter este histórico, um pré-tratamento térmico simulando a homogeneização e o forjamento foi feito afim de obter boas frações de fases e raios médios de diferentes populações antes da etapa de solubilização.

### 7.5. A simulação dos processos de homogeneização e de forjagem

A simulação das etapas de homogeneização e forjamento consiste em reproduzir as cargas térmicas destas etapas afim de conhecer o estado de precipitação das diferentes fases presentes na liga assim como os raios médios das partículas (Figura 10). O objetivo deste pré-tratamento térmico é obter condições iniciais para a simulação da etapa de solubilização mais próximas possíveis das observações feitas do material estudado.

Numa primeira abordagem do problema, três fases de nanoprecipitados de Cromo e de Manganês foram simuladas ( $Al_{13}Cr_2$ ,  $Al_{13}Cr_4Si_4$ ,  $Al_6Mn$ ). Os nanoprecipitados de  $Al_{13}Cr_4Si_4$  são frequentemente citados na literatura para as ligas de alumínio 6061. As duas outras populações de nanoprecipitados sujeitas ao estudo são fases puramente de Cromo ou puramente de Manganês.

A Figura 30 apresenta os resultados obtidos para o material “A” durante as etapas de homogeneização e de forjamento. O tratamento de homogeneização está mostrado entre os tempos de zero e aproximadamente quatorze horas. Entre quatorze e vinte e duas horas o forjamento está representado. As linhas vermelha, verde e roxa representam respectivamente as evoluções dos nanoprecipitados de  $Al_{13}Cr_2$ ,  $Al_{13}Cr_4Si_4$  et  $Al_6Mn$ .

Esta simulação do pré-tratamento térmico foi igualmente feita para todos os outros materiais, pois o histórico das evoluções de fase é depende da composição química do material. Desta forma, estes históricos são o ponto de partida das simulações dos tratamentos térmicos de solubilização.



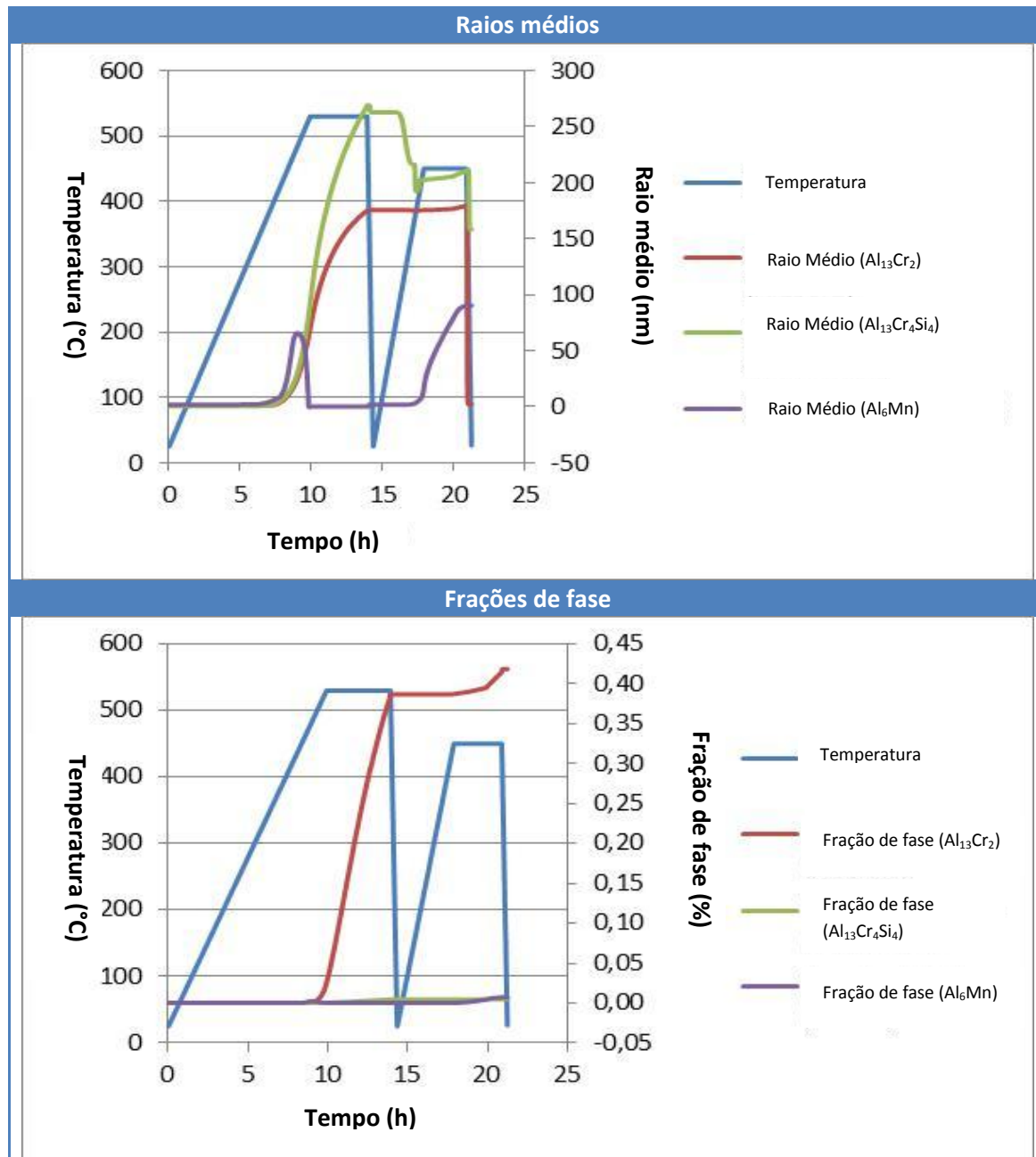


Figura 30: Variação da temperatura, do raio médio e da fração de fase em função do tempo durante as etapas de homogeneização e forjagem para o material "A".

## 7.6. Simulação do efeito da temperatura no tratamento térmico de solubilização

Após as simulações das primeiras etapas do processo de fabricação, as simulações dos tratamentos térmicos de solubilização foram feitas para todos os materiais (material "A", "B" e todos os outros cinco materiais modelos). Da mesma forma que o gráfico precedente, as evoluções das frações de fase e dos raios médios para os nanoprecipitados são apresentadas.

As simulações do tratamento térmico de solubilização são apresentadas em duas partes: a primeira para os materiais "A" e "B" observados e a segunda para os materiais modelos.



### 7.6.1. Simulações do material “A” e do material “B”

As simulações foram realizadas com temperaturas de patamar de 530°C, 540°C, 550°C e 560°C identicamente aos tratamentos térmicos realizados nos corpos de prova do material real. A taxa de aquecimento considerada foi de 120°C/h e a solubilização é seguida de um resfriamento rápido (representando uma têmpera).

A Figura 31 e a Figura 32 (respectivamente material “A” e “B”) apresentam as evoluções dos raios médio e das frações de fase dos nanoprecipitados ( $Al_{13}Cr_2$ ,  $Al_{13}Cr_4Si_4$  e  $Al_6Mn$ ) em função do tempo e da temperatura de solubilização.

Algumas observações importantes podem ser feitas:

- As frações de fase dos nanoprecipitados de  $Al_{13}Cr_2$  é muito mais importante que a fração de fase das outras duas populações de nanoprecipitados.
- A maior fração de fase para os nanoprecipitados de  $Al_{13}Cr_2$  é obtida na temperatura de 530°C com o menor valor de raio médio. Segunda a equação (4), a força de fixação é máxima se a fração de fase é máxima e o raio médio é o menor possível. Desta forma, com tratamentos térmicos de solubilização a 530°C a fixação é maximizada.
- Para os nanoprecipitados de  $Al_{13}Cr_4Si_4$ , o menor raio médio acontece na temperatura de 530°C e maior fração de fase acontece na temperatura de 560°C.

Os nanoprecipitados de  $Al_6Mn$  se dissolvem durante as temperaturas de manutenção. Este fato indica que a escolha desta fase para a simulação não foi uma boa opção, pois no final da etapa de solubilização a simulação mostra que o Magnésio se encontra em solução sólida (considerando apenas essa população de nanoprecipitados, que é puramente ao Magnésio).

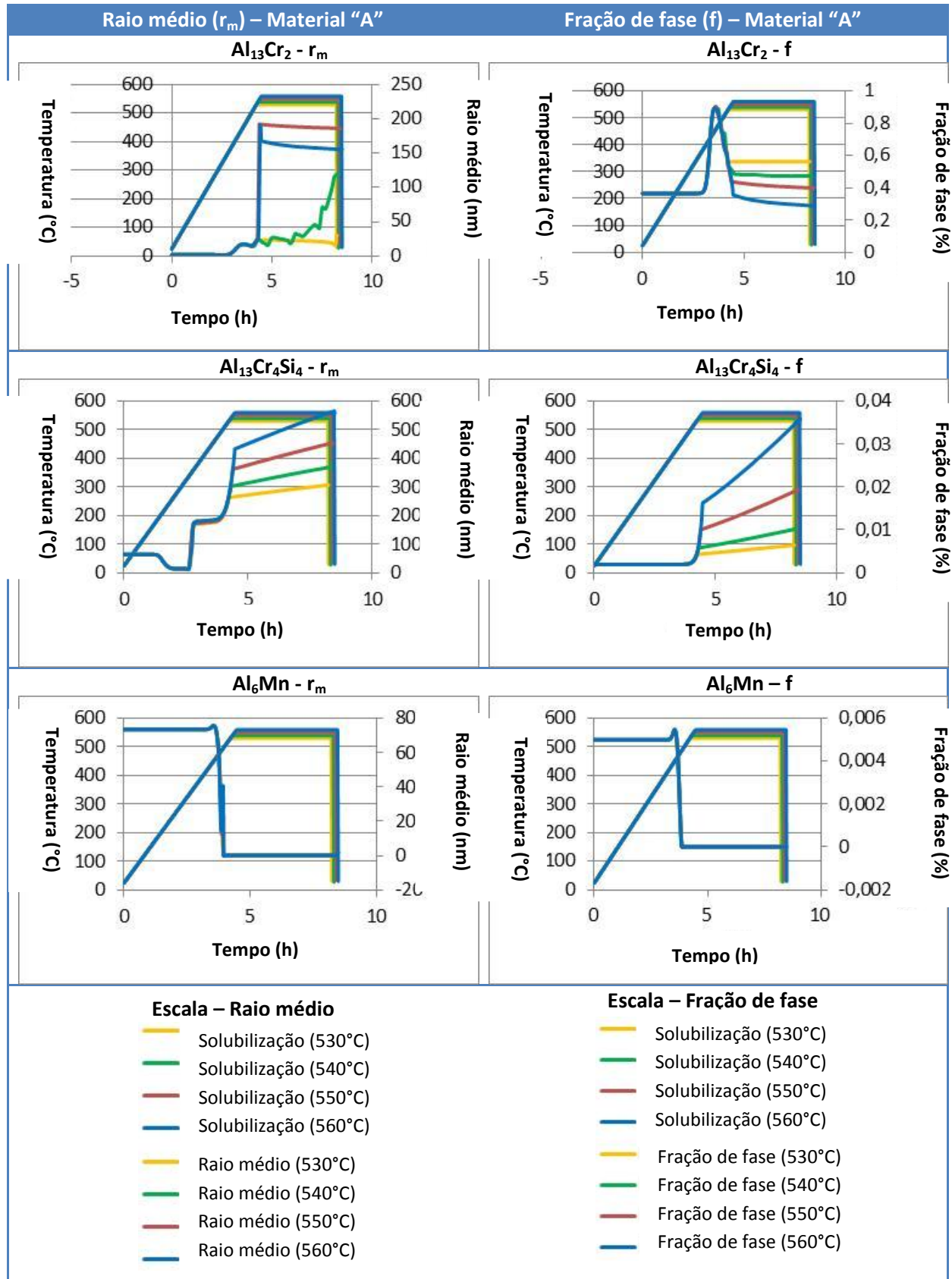


Figura 31: Resultados das simulações para o material “A” em quatro temperaturas diferentes.

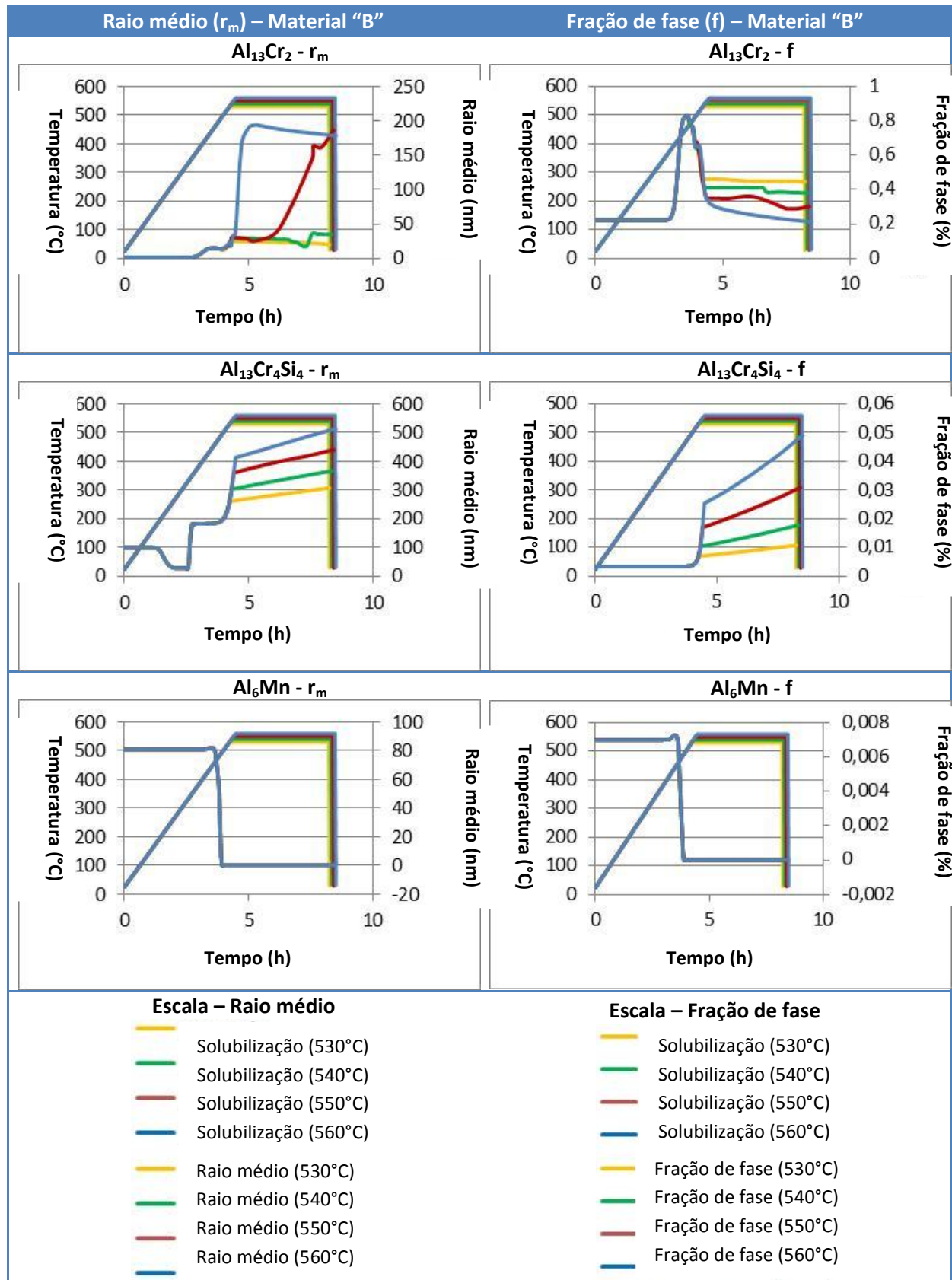


Figura 32: Resultados das simulações para o material “B” em quatro temperaturas diferentes.

### 7.6.2. Simulações dos materiais modelos

Afim de definir as composições de Cromo e Manganês otimizadas, materiais modelos foram simulados. Estas simulações foram feitas apenas para os casos extremos, ou seja, para as temperaturas de 530°C e de 560°C. As cargas térmicas da simulação é a mesma que a carga térmica utilizada para os materiais “A” e “B”.

A partir destes materiais modelos, quatro gráficos foram gerados para cada população de nanoprecipitados. Dois para estudar o raio médio e a fração de fase a 530°C (Figura 33), e dois para o mesmo fim em temperatura de 560°C (Figure 34).

Uma análise nos gráficos apresentados na Figura 33 evidência os seguintes resultados:

- O raio médio dos nanoprecipitados de  $Al_{13}Cr_2$  dos materiais modelos “1”, “2” e “5” é de ordem de 30 nm, porém, estes três materiais apresentam frações de fases tendendo a zero para os materiais “1” e “2” e de ordem de 0,5% para o material “5”.
- O material “4” apresenta fração de fase de nanoprecipitados de  $Al_{13}Cr_2$  da ordem de aproximadamente 1% e raio médio da ordem de 110 nm.
- Para os nanoprecipitados de  $Al_{13}Cr_4Si_4$ , o material “4” se destacou, pois sua fração de fase é importante (aproximadamente 0,05%) em relação aos outros materiais modelos e os nanoprecipitados possuem tamanhos razoáveis (entre 0 e 0,02%). Contrariamente, o material “1” apresenta a menor fração de fases de todos os materiais modelos estudados, que é praticamente nula.

Durante o aumento de temperatura, todos os nanoprecipitados de  $Al_6Mn$  se dissolvem. Este fato ocorre para todos os materiais. No final da solubilização, as simulações indicam que esta fase de nanoprecipitados não se faz presente.

Os resultados das simulações feitas a 560°C não diferiram muito dos obtidos nas simulações feitas a 530°C (Figure 34). As análises mostram que:

- A melhor composição química com relação aos nanoprecipitados de  $Al_{13}Cr_2$  e  $d'Al_{13}Cr_4Si_4$  continua sendo apresentada pelo material “4”.
- No final da solubilização, a fase de nanoprecipitados de  $Al_6Mn$  não está presente.

Os gráficos gerados para os materiais modelos mostram que a mudança entre as simulações feitas a 530°C e as feitas a 560°C são bastante semelhantes. Em síntese, os nanoprecipitados se comportam da seguinte forma:

- $Al_{13}Cr_2$ : a fração de fase é constante durante quase todo o tratamento. Um pico é visível durante o fim do aumento de temperatura no tratamento. Em seguida, estes nanoprecipitados voltam ao seu estado inicial ou a fração de fase se reduz. No começo do tratamento, há uma queda do raio médio. Entre as temperaturas de 400 e 500°C, o tamanho dos nanoprecipitados aumenta bruscamente. Ao chegar na temperatura de patamar o raio médio não muda.



- $Al_{13}Cr_4Si_4$ : no começo da solubilização esta população de nanoprecipitados praticamente não existe. Em seguida, como o aumento da temperatura e o patamar, a fração de fase aumenta. O comportamento do raio médio é ligeiramente aleatório. Num primeiro instante, o raio médio cai, depois, ele aumenta rapidamente até o patamar. Durante a manutenção da temperatura ele continua a aumentar, porém, com uma taxa de aumento menor.
- $Al_6Mn$ : esta família de nanoprecipitados está presente no começo do tratamento térmico de solubilização, entretanto, quando a temperatura aumenta até aproximadamente 400 – 500°C, há uma queda da fração de fase e assim do raio médio. Quando a temperatura se aproxima da temperatura de patamar, essa família de nanoprecipitados deixa de existir.

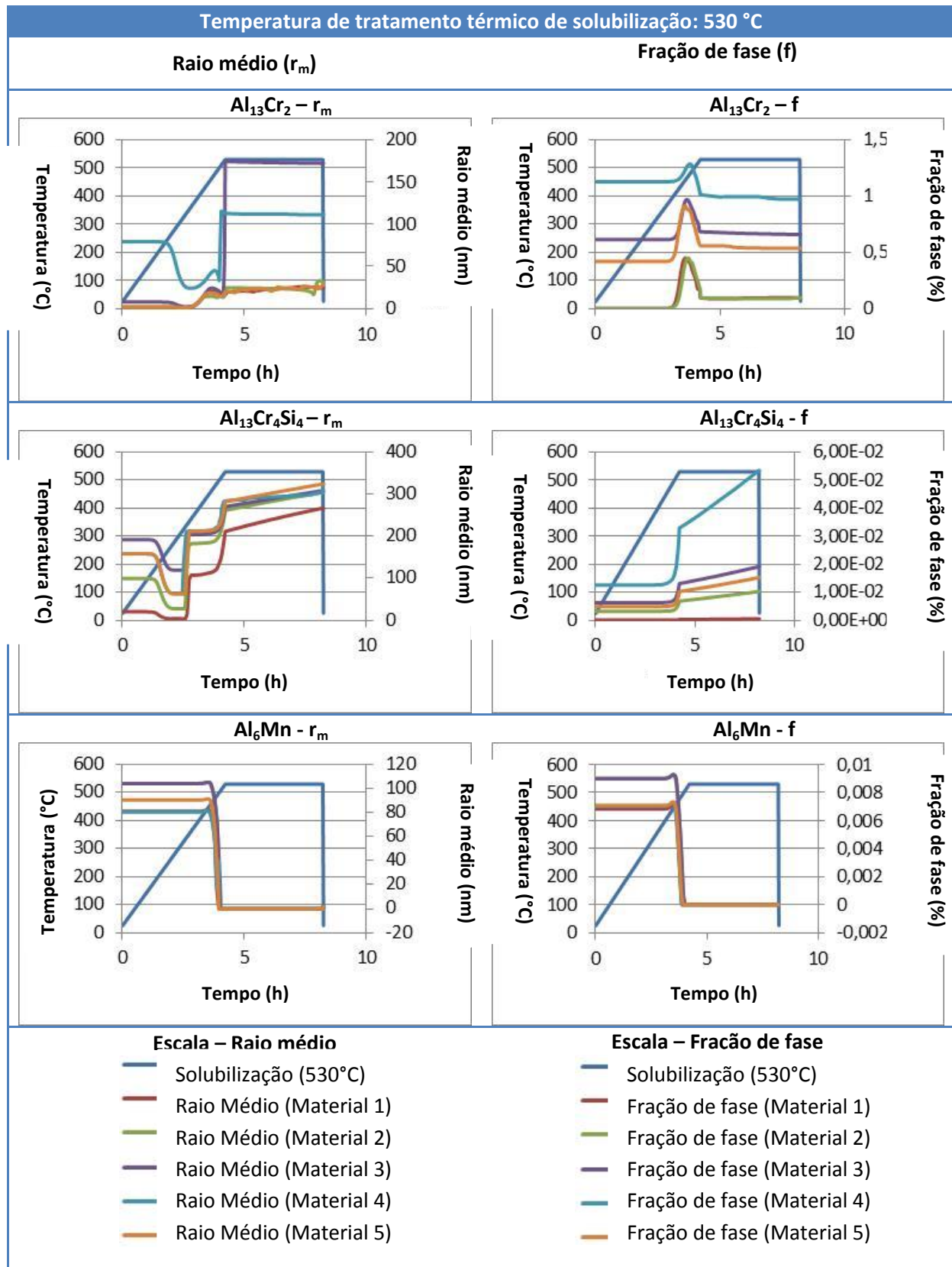


Figura 33: Resultados dos materiais modelos simulados a temperatura de 530 °C.

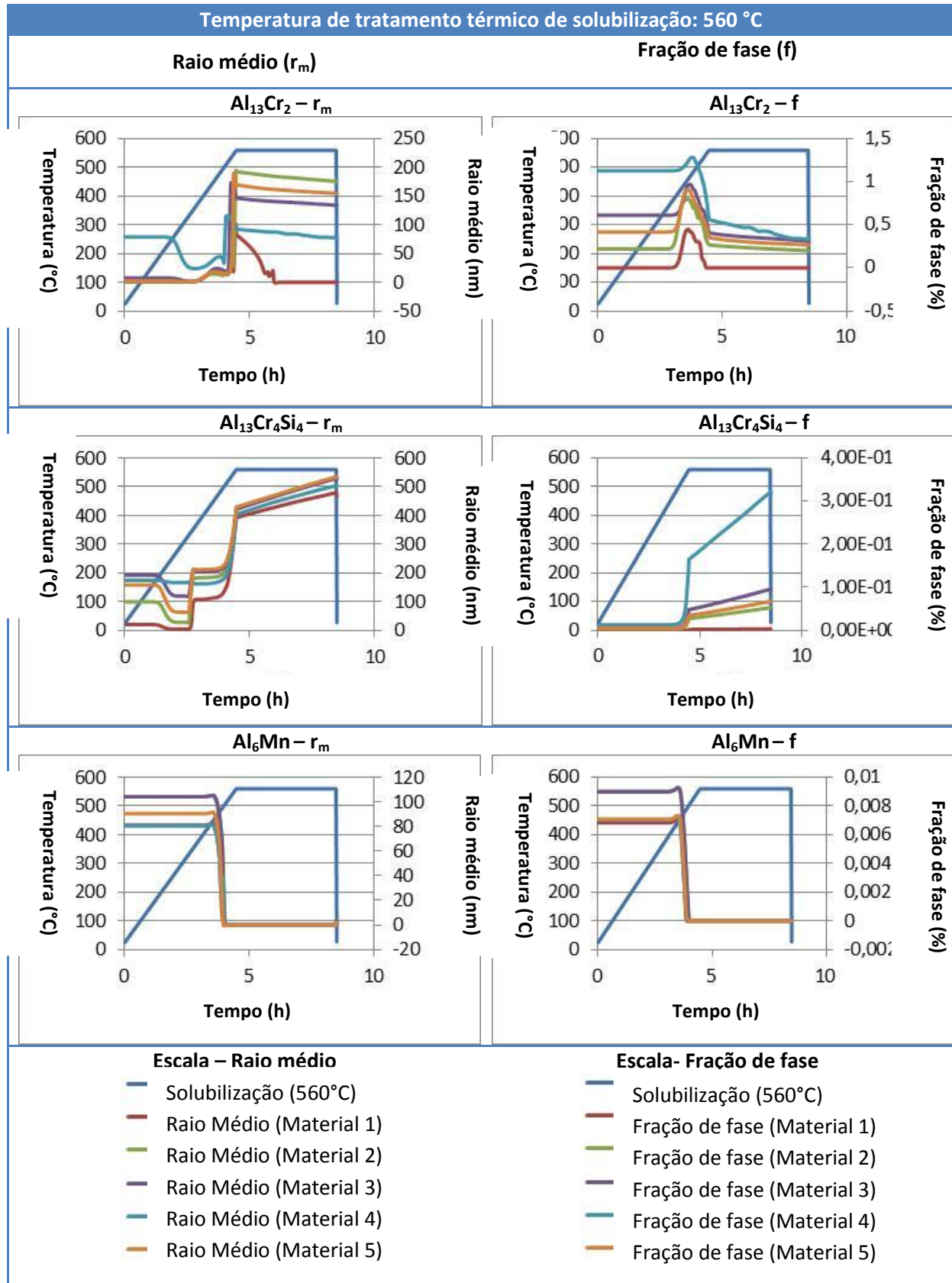


Figure 34: Resultados dos materiais modelos simulados a temperatura de 560 °C.

## 7.7. Síntese dos resultados de simulação

Os gráficos de síntese que serão apresentados aqui permitem a visualização dos resultados das simulações feitas com o MatCalc. Os resultados dos nanoprecipitados de  $Al_{13}Cr_2$  e de  $Al_{13}Cr_4Si_4$  para os materiais “A” e “B” são mostrados na Figura 35. Os nanoprecipitados de  $Al_6Mn$  não estão representados devido ao fato deles não estarem presentes no final do tratamento térmico de solubilização, ou seja, por eles apresentarem uma fração de fase nula. O resumo das evoluções dos nanoprecipitados de Cromo para os cinco materiais modelos é apresentado na Figura 36.

As análises destas figuras mostram que:

- Quanto maior é a temperatura de tratamento térmico, menos importante é a fração de fase de  $Al_{13}Cr_2$ . Contrariamente, a fração de fase dos nanoprecipitados de  $Al_{13}Cr_4Si_4$  aumenta continuamente. Se for considerado que a população de nanoprecipitados de  $Al_{13}Cr_2$  tem um raio médio menor e que ela é aproximadamente dez vezes maior que a população de nanoprecipitados  $Al_{13}Cr_4Si_4$ , a recristalização poderia acontecer desde 550°C, pois o raio médio dos nanoprecipitados de  $Al_{13}Cr_2$  aumenta muito.
- Para o material “B”, o raio médio dos nanoprecipitados de  $Al_{13}Cr_2$  não aumentou entre 550 e 560°C. Entretanto, a fração de fase diminuiu. Pode-se então concluir que se este material recristaliza a 550°C, ele recristalizará também para um tratamento térmico feito a 560°C.
- Para os materiais modelos, o comportamento do raio médio é variável e dependente da composição química. Para os materiais “2” e “5”, os raios médios dos nanoprecipitados de  $Al_{13}Cr_2$  aumentam com a temperatura de solubilização, ao contrário dos outros materiais modelos. É preferível que este raio médio decresça com o aumento da temperatura, assim durante um tratamento térmico a 560°C, os nanoprecipitados com tamanhos menores exercerão uma força de fixação mais importantes se sua densidade aumentar.
- O raio médio dos nanoprecipitados de  $Al_{13}Cr_4Si_4$  praticamente não mudam para todos os materiais modelos. Contrariamente, a fração de fase é muito mais elevada para o material 4 durante o aumento de temperatura de tratamento térmico.

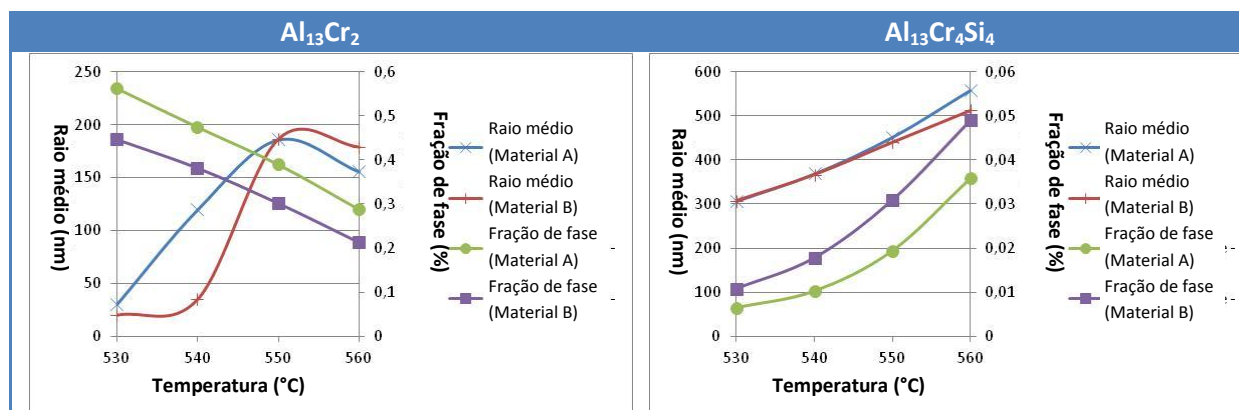


Figura 35: Variações dos resultados de raio médio e fração de fase dos materiais A e B em função da temperatura de solubilização para os nanoprecipitados de  $Al_{13}Cr_2$  (a esquerda) e de  $Al_{13}Cr_4Si_4$  (a direita).



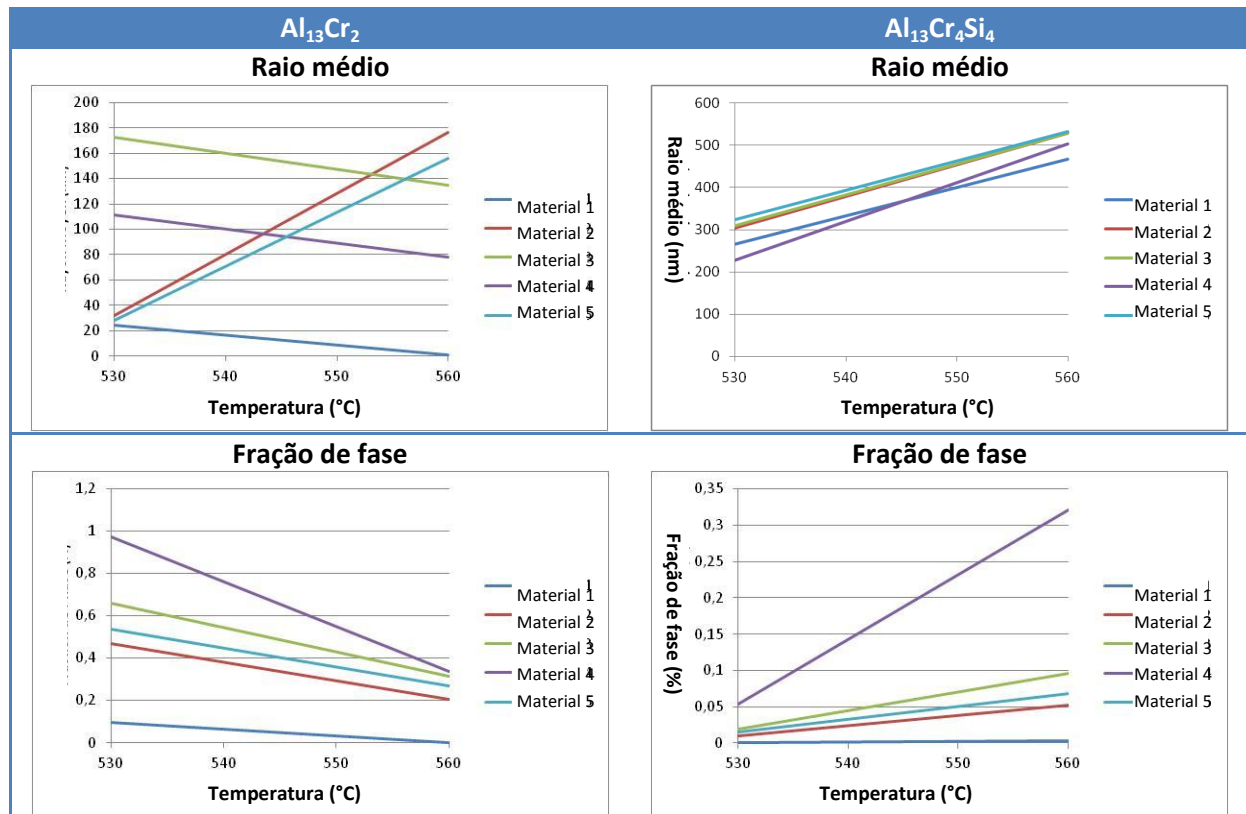


Figura 36: Variações dos resultados de raio médio (acima) e frações de fase (abaixo) dos materiais modelos em função da temperatura de solubilização para os nanoprecipitados de  $Al_{13}Cr_2$  (a esquerda) e de  $Al_{13}Cr_4Si_4$  (a direita).

## 8. Resultados e discussão dos resultados

O estudo da recristalização é o fundamento deste trabalho, portanto todos os resultados, sejam eles simulados, calculados ou observados são submetidos análises e discussões. Neste capítulo, o cálculo do diâmetro crítico dos grãos é feito afim de comparar os resultados calculados com os resultados obtidos experimentalmente. Um gráfico apresentando a fronteira na qual a recristalização é observada para este material foi proposto. Para visualizar os resultados das variações de raio médio e função de fase em função das temperaturas de tratamento para os materiais sujeitos ao estudo, um gráfico de síntese é apresentado.

### 8.1. Cálculo do diâmetro crítico de Zener

Para fazer o cálculo do diâmetro crítico de Zener, os resultados do raio médio e da fração de fase obtidos na simulação feita através do software MatCalc foram utilizados.

A partir da equação 5, Zener propõe um modelo para calcular o tamanho do grão crítico. Desta maneira, é possível estimar se o fenômeno da recristalização acontecerá ou não. Por exemplo, se o diâmetro crítico calculado for igual a  $10\ \mu m$  e durante uma observação no microscópio ótico os grãos tiverem:

- Mais que  $10\ \mu m$  – Os grãos recristalizaram.
- Menos que  $10\ \mu m$  – Os grãos não recristalizaram.

A Tabela 4 apresenta os valores do raio médio e da fração de fase para as três populações de nanoprecipitados simulados ( $Al_{13}Cr_2$ ,  $Al_{13}Cr_4Si_4$  e  $Al_6Mn$ ) para todas as temperaturas de tratamentos térmicos utilizados (530°C, 540°C, 550°C e 560°C). Neste caso, a equação 5 pode ser escrita da seguinte forma:

$$D_c = \frac{8}{3} \frac{f_i}{r_i} \quad \text{eq. (6)}$$

onde o índice  $i$  representa cada população de nanoprecipitados.

Al <sub>13</sub> Cr <sub>2</sub> (i = 1)								
T (°C)	530		540		550		560	
Mat	A	B	A	B	A	B	A	B
f (%)	0,562	0,447	0,474	0,382	0,398	0,302	0,287	0,213
r (nm)	29,90	19,64	119,65	34,65	185,92	186,18	155,58	178,54
f/r	1,88.10 <sup>-4</sup>	2,28.10 <sup>-4</sup>	3,96.10 <sup>-5</sup>	1,10.10 <sup>-4</sup>	2,14.10 <sup>-5</sup>	1,62.10 <sup>-5</sup>	1,85.10 <sup>-5</sup>	1,19.10 <sup>-5</sup>
Al <sub>13</sub> Cr <sub>4</sub> Si <sub>4</sub> (i = 2)								
T (°C)	530		540		550		560	
Mat	A	B	A	B	A	B	A	B
f (%)	0,006	0,011	0,010	0,018	0,019	0,031	0,036	0,049
r (nm)	306,57	306,94	368,72	366,03	451,58	439,48	558,29	511,87
f/r	2,10.10 <sup>-7</sup>	3,50.10 <sup>-7</sup>	2,77.10 <sup>-7</sup>	4,85.10 <sup>-7</sup>	4,29.10 <sup>-7</sup>	7,03.10 <sup>-7</sup>	6,41.10 <sup>-7</sup>	9,58.10 <sup>-7</sup>
Al <sub>6</sub> Mn (i = 3)								
T (°C)	530		540		550		560	
Mat	A	B	A	B	A	B	A	B
f (%)	6,31.10 <sup>-8</sup>	6,38.10 <sup>-8</sup>	7,90.10 <sup>-8</sup>	8,03.10 <sup>-8</sup>	9,79.10 <sup>-8</sup>	1,06.10 <sup>-7</sup>	1,21.10 <sup>-7</sup>	1,38.10 <sup>-7</sup>
r (nm)	1,61	1,60	1,62	1,60	1,63	1,76	1,86	1,76
f/r	3,91.10 <sup>-10</sup>	3,98.10 <sup>-10</sup>	1,89.10 <sup>-10</sup>	5,02.10 <sup>-10</sup>	6,01.10 <sup>-10</sup>	6,03.10 <sup>-10</sup>	5,50.10 <sup>-10</sup>	7,84.10 <sup>-10</sup>
<b>D<sub>c</sub> (µm)</b>	<b>14,25</b>	<b>4,39</b>	<b>66,98</b>	<b>24,11</b>	<b>121,96</b>	<b>157,80</b>	<b>139,52</b>	<b>207,22</b>

Tabela 4: Síntese dos raios médios e das frações de fase obtidas com o software MatCalc. Os resultados do cálculo de Zener para o diâmetro crítico do grão é apresentado na última linha (em vermelho).

Os cálculos de Zener apresentam diâmetros críticos de grãos bastante pequenos. O tamanho do grão observado nos corpos de prova de referência foi maior do que o calculado, entretanto o fenômeno da recristalização não foi observado neste caso.

Estes cálculos são comparados com as medidas dos diâmetros dos grãos feitas nas imagens obtidas no microscópio ótico sob luz polarizada (§6.2.1). As três faces foram medidas. Porém, para que a comparação pudesse ser feita, foi admitida a hipótese de que os grãos eram equiaxiais. Assim, foi feita uma média das duas faces que apresentaram granulometria quase-isotrópica e os resultados obtidos foram calculados com os resultados simulados. O tamanho de grão medido experimentalmente é dado na Tabela 5.

	$SL_{(A)}$ *	$SL_{(B)}$ *	$TL_{(A)}$	$TL_{(B)}$	$TS_{(A)}$	$TS_{(B)}$
<b>530 °C</b>						
<b>MA (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	93	359	262	297	106 314**	125 328**
<b>MB (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	148	420	240	305	83	156
<b>540 °C</b>						
<b>MA (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	193	686	206	238	175	116
<b>MB (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	105	509	91	204	101	184
<b>550 °C</b>						
<b>MA (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	113	557	416	165	> 1000	> 1000
<b>MB (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	118	488	> 1000	> 1000	252	404
<b>560 °C</b>						
<b>MA (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	> 1000	> 1000	378	166	674	765
<b>MB (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	> 1000	> 1000	-	-	566	> 1000
* Face com grãos alongados e não equiaxiais (uma medida foi feita no comprimento (A) e na largura (B)).						
** A imagem apresenta duas populações de grãos diferentes, grãos finos e grãos médios devido a uma recristalização parcial.						

Tabela 5: Medida do tamanho de grão para os corpos de prova tratados termicamente com temperaturas diferentes.

Com o objetivo de consideram apenas um diâmetro para cada material, uma média das quatro medidas foi feita para as faces TL e TS (Tabela 6). As medidas da face SL não foram consideradas neste cálculo devido a hipótese do material isotrópico. Para as medidas  $TS_{(A)}$  e  $TS_{(B)}$  feitas para os corpos de prova tratados a 530°C, uma média foi considerada entre os pequenos grãos e os grãos de tamanho médio. Para os valores medidos superiores ou iguais a 1000  $\mu\text{m}$ , o material foi considerado como recristalizado.

$D_c$ experimental	530 °C	540 °C	550 °C	560 °C
<b>MA (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	238,67	183,75	>1000 (Recristalizou)	>1000 (Recristalizou)
<b>MB (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	196	145	>1000 (Recristalizou)	>1000 (Recristalizou)

Tabela 6: Diâmetros medidos para os corpos de prova tratados em diferentes temperaturas.

A comparação entre o diâmetro crítico calculado com a equação de Zener e o diâmetro crítico medido é mostrada na Tabela 7. Os cálculos realizados a partir da equação de Zener indicam diâmetros críticos bastante baixo, que estariam indicando que todos os corpos de prova recristalizaram. Entretanto, as imagens obtidas após anodização mostram que é o contrário disso que acontece. Uma perspectiva direta deste trabalho afim de poder invalidar as observações ou simulações seria de analisar os corpos de prova em MET-FEG EBSD com o objetivo de obter as informações sobre as desorientações cristalográficas entre os grãos.

Para o material “A” tratado a 530°C, separando as duas populações de grãos calculados, é obtido:

- Considerando apenas os pequenos grãos:  $D_{c, \text{pequeno}} = 197,5 \mu\text{m}$ .
- Considerando apenas os grãos médios:  $D_{c, \text{médio}} = 300,25 \mu\text{m}$ .

Fica evidente que mesmo para os grãos de pequeno tamanho, o valor experimental (197,5  $\mu\text{m}$ ) é mais expressivo do que do cálculo de Zener (14,25 $\mu\text{m}$ ). Este valor é aproximadamente quatorze vezes maior.

	530 °C		540 °C		550 °C		560 °C	
	A	B	A	B	A	B	A	B
<b>D<sub>c</sub> Zener (μm)</b>	14,25	4,39	66,98	24,11	121,96	157,8	139,52	207,22
<b>D<sub>c</sub> experimental (μm)</b>	238,67	196	183,75	145	> 1000	> 1000	> 1000	> 1000

Tabela 7: Diâmetros críticos de Zener e experimentais dos corpos de prova estudados.

Mais uma vez os resultados obtidos não foram os esperados para os corpos de prova tratados a 530 e 540°C. Já para os corpos de prova tratados a 550°C e 560°C, ficou visível nas observações que alguns grãos cresceram.

Atualmente, os cálculos de Zener não resultaram em respostas coerentes. Entretanto, as imagens feitas no MET (Figura 26) para o material “B” depois de uma solubilização feita a 530°C, aparenta indicar que um nanoprecipitados faz o papel de fixação de uma junta de grão, assim como definido na teoria de Zener. Entretanto, a 560°C as juntas de grão não são visíveis, o que quer dizer que os grãos coalesceram e recrystalizaram.

Melhorias nas simulações termocinéticas poderão ser feitas com o objetivo de otimizar os resultados. Para o pré-tratamento térmico, mais precisamente para a etapa de forjamento, a consideração do fator de forma dos grãos assim como das medidas da densidade de discordâncias permitiria melhorar a reprodução dos mecanismos.

## 8.2. Representação da fronteira de recrystalização

Um esquema apresentando a fronteira das microestruturas recrystalizadas não recrystalizadas é proposto (Tabela 8). Este esquema é unicamente baseado nas observações do tamanho de grão a partir das imagens feitas no microscópio ótico. Tudo que está à esquerda da curva não recrystalizou. Contrariamente, o que está à direita da curva, recrystalizou.

Para o tratamento térmico a 530°C no material “A”, um começo de recrystalização em uma das faces foi observado, por este fato, ele está apresentado em vermelho. Não foi notada a presença de grãos grosseiros. Efetivamente, os grãos de tamanho médio estavam presentes apenas em uma pequena parte da imagem.

Uma tentativa de explicação para este fenômeno, seria devido a posição no bloco da plaqueta que o corpo de prova foi retirado. Era a segunda plaqueta, ou seja, uma plaqueta bastante próxima das bordas do bloco. Neste local, a taxa de encruamento é maior do que no centro do bloco (Figura 37). Estes efeitos de borda não devem ser considerados nesta análise pois eles não são se fazem presentes no componente estudado (núcleo central) numa escala real. No mais, o corpo de prova tratado a 540°C não apresentou sinais de recrystalização, fato este que reforça a hipótese de que a recrystalização observada no corpo de prova tratado a 530°C não deveria ter acontecido não fossem os efeitos de borda.

Para o tratamento térmico com dois patamares, a recrystalização foi observada em pelo menos uma das faces para os dois materiais. O interesse deste tratamento térmico mostrou-se desta forma

limitado, pois ele não evita o crescimento anormal dos grãos. Uma perspectiva seria de ensaiar outras formas de fazer este tratamento, realizando um segundo patamar de manutenção a temperatura de 550°C, ao invés de 560°C.

Para o último caso, onde a taxa de deformação foi reduzida pela metade, os grãos não aparentam ter recristalizado para os dois casos. Durante a etapa de forjamento, as fortes deformações induzem uma instabilidade sobre a estrutura granular do material. Reduzindo as deformações, estas instabilidades também são reduzidas. Desta forma, os corpos de prova solubilizados a temperatura de 560°C não apresentam sinais de recristalização.

Tratamento térmico	Material	530 °C	540 °C	550 °C	560 °C
Temperatura de solubilização	A	X		X	X
	B			X	X
Patamar de restauração (530/560 °C)	A		X		
	B		X		
Taxa de deformação	B				

Tabela 8: Curva de fronteira de recristalização. A esquerda da curva o material não recristalizou enquanto que a direita o material está recristalizado.

## 9. Conclusões e perspectivas

Com o objetivo de estudar o fenômeno da recristalização estática nas ligas de alumínio 6061, várias condições de tratamentos térmicos de solubilização foram testadas e simuladas. As conclusões seguintes podem ser feitas:

Como era previsto na nota do CEA de 2010 (§5.3), a recristalização aconteceu nos corpos de prova tratados a 550 e 560°C. Os que foram tratados a 540°C ou menos não recristalizaram.

O tratamento térmico com mais de um patamar não teve o efeito esperado. O primeiro patamar a 530 °C que deveria servir para restaurar as discordâncias e liberar a energia estocada durante a etapa de forjamento não aumentou a estabilidade granular. Em efeito, o grão obtido pela restauração das discordâncias foi compensado pela coalescência dos nanoprecipitados.

A redução na taxa de deformação durante a etapa de forjamento permitiu impedir a recristalização após a etapa de solubilização. Assim, a etapa de conformação mostrou-se crucial no fenômeno da recristalização.

Em respeito aos materiais modelos, o material “4” apresenta a maior fração de fase de nanoprecipitados de Cromo com os menos tamanhos. Segunda a equação de Zener, estas são as duas propriedades que os nanoprecipitados devem ter para uma boa fixação dos grãos. De fato, o material “4” apresenta teores de Cromo maximizados, segundo as especificações da liga de alumínio 6061 (0,35 %p). Entretanto, as simulações das evoluções dos nanoprecipitados de Manganês mostraram frações de fase nula após a solubilização. O aumento do teor de Manganês não aparenta ser um dos parâmetros de otimização.



O menor teor de Cromo simulado foi o presente no material “1”. Neste caso, as simulações mostraram uma fraca fração de nanoprecipitados de  $Al_{13}Cr_4Si_4$  e desta forma um maior risco a recristalização.

A equação de Zener, que deveria permitir o cálculo do diâmetro crítico dos grãos, não permitiu obter resultados conclusivos. Entretanto, a teoria de Zener foi validada através das observações ao MET de um nanoprecipitados sobre uma junta tripla de grão.

A curto prazo, é necessário continuar com as simulações no software MatCalc com o objetivo de encontrar outras composições otimizadas em Cromo e Manganês. Também seria interessante a realização de simulações de tratamento térmicos com mais de um patamar de restauração. A fração de fase da fase de  $Al_6Mn$  simulada é nula após o tratamento térmico de solubilização. Entretanto, a literatura indica a presença de nanoprecipitados de Manganês. Uma perspectiva futura seria de procurar nas bases de dados termodinâmicos uma outra fase ao Cromo (provavelmente em sistemas ternários) que precipita.

A longo prazo, para os materiais A e B, um estudo aprofundado no MET deve ser realizado, principalmente para conhecer a natureza química dos nanoprecipitados. Além disso, análises em EBSD (Electron BackScatter Diffraction) permitirão analisar a desorientação cristalina destes materiais e otimizar a compreensão do fenômeno da recristalização. Enfim, a elaboração dos materiais modelos proposto (principalmente o material “4”) permitirá uma possível comparação dos materiais com as simulações feitas no presente estudo.

## Anexos

### Anexo I: Denominação dos corpos de prova

As duas plaquetas são de ligas de alumínio 6061. Entretanto, suas composições nominais diferem ligeiramente: o material “A” (MA) contém teores industriais padrões de Magnésio e Silício e o material “B” (MB) apresenta teores reduzidos destes elementos.

A letra “p” significa peça, e é seguida de dois números.

O primeiro representa a plaqueta que o corpo de prova pertencia (1, 5 ou 6). O segundo número representa a temperatura de solubilização do corpo de prova (Tabela 9).

Número	1	2	3	4	5
<b>Temperatura de solubilização (°C)</b>	Sem tratamento (corpo de prova referência)	530	540	550	560

Tabela 9: Relação entre a última cifra dos corpos de prova e sua temperatura de tratamento térmico de solubilização.

Por exemplo, a denominação MA\_p53 representa:

- MA: liga de alumínio 6061 contendo teores industriais padrões de Magnésio e Silício.
- p: peça.
- 5: quinta plaqueta.
- 3: tratamento térmico de solubilização a 540 °C.

### Anexo II: Obtenção dos corpos de prova

Os corpos de prova foram obtidos a partir de três blocos. O primeiro associado ao material “A”, o segundo associado ao material “B” e o terceiro associado ao material “B”, porém com uma taxa de deformação duas vezes menor.

Cada bloco foi cordado em 9 plaquetas. Para o primeiro ensaio (§6.2.1), as plaquetas 1, 2 e 6 foram utilizadas. Para o segundo ensaio (§6.2.2) a plaqueta 9 foi utilizada. Para o último ensaio (§6.2.3) as plaquetas 5 e 6 foram utilizadas (ver Figura 37).

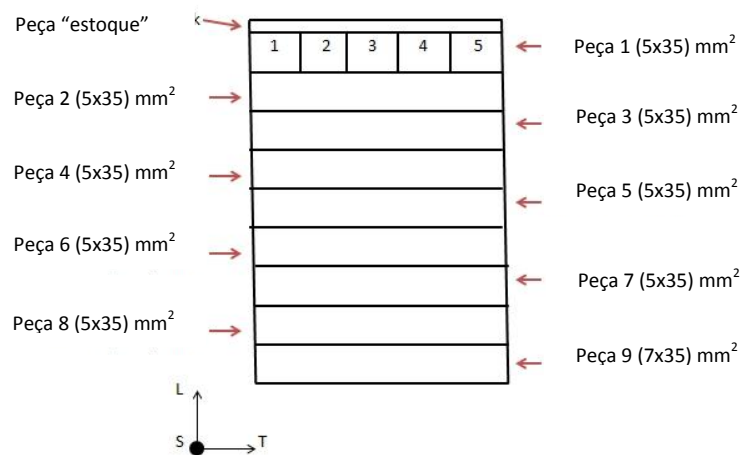


Figura 37: Divisão dos corpos de prova e plaquetas no bloco utilizado.

Após obtenção dos corpos de prova, o tratamento de solubilização seguido de têmpera foi feito, como mostra a Figura 38.

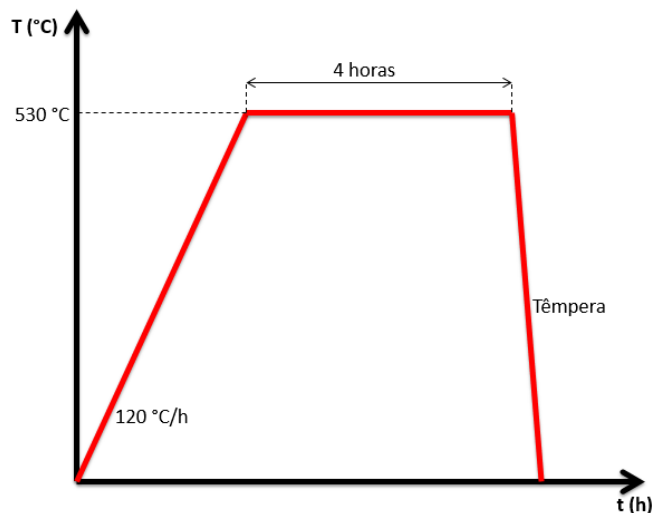


Figura 38: Tratamento térmico de solubilização a 530 °C.

### Anexo III: Preparação dos corpos de prova para microscopia ótica com luz polarizada

Depois de cortados, os corpos de prova sofreram tratamentos térmicos de solubilização. Em seguida, foi feito o embutimento e o polimento. Este polimento foi feito primeiro mecanicamente e depois eletroliticamente, por anodização. Após este procedimento eles ficavam prontos para serem observados em luz polarizada.

O embutimento foi feito com uma resina não condutiva a quente sob compressão na embutidora Struers CitoPress-1. O processo de polimento está descrito na Tabela 10.

Parâmetro	Pré-polimento plano	Pré-polimento plano	Pré-polimento plano	Pré-polimento plano	Polimento 1	Polimento 2
<b>Máquina</b>	Buehler Polisher Polimet 1	Buehler Polisher Polimet 1	Buehler Polisher Polimet 1	Buehler Polisher Polimet 1	Struers LaboPol-4 & Labor Force-1 & LaboDoser	Struers LaboPol-4 & Labor Force-1 & LaboDoser
<b>Suporte</b>	Papel	Papel	Papel	Papel	MD-Nap	MD-Nap
<b>Abrasivo</b>	SiC	SiC	SiC	SiC	Diamante	Diamante
<b>Granulometria</b>	600	1200	2500	4000	9µm	3µm
<b>Lubrificante</b>	Água	Água	Água	Água	-	-
<b>Velocidade de rotação (t/min)</b>	150	150	150	150	120	120
<b>Força</b>	Manual	Manual	Manual	Manual	20 N	20 N
<b>Tempo</b>	240s	240s	120s	120s	30min	30min

Tabela 10: Processo de polimento dos corpos de prova estudados.

Para finalizar a preparação dos corpos de prova, uma anodização era feita. A anodização é um tratamento superficial onde o corpo de prova a ser preparado é utilizado como um ânodo. Este processo permite observar de maneira qualitativa o tamanho e a forma dos grãos no microscópio óptico com luz polarizada. O esquema de montagem da anodização está mostrado na Figura 39.

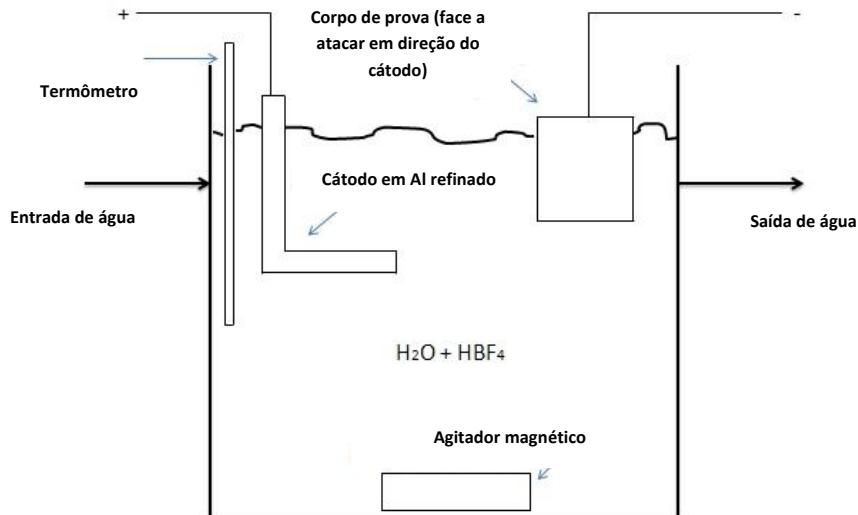


Figura 39: Esquema de montagem do tratamento superficial de anodização.

A solução utilizada era uma solução aquosa com 3,5% de ácido tetrafluorobórico ( $\text{HBF}_4$ ). O tempo de ataque químico (tempo que o corpo de prova fica dentro da solução) variou entre 105 a 120 segundos, dependendo da área de superfície a atacar.

#### Anexo IV: Uma outra maneira de visualizar a equação de Zener

A Figura 40 mostra uma interface de contato  $\gamma$  por unidade de superfície que intercepta uma partícula de raio  $r$ . A força de fixação se desenvolve ao longo da interface de contato. Considerando como hipótese partículas esféricas, a distância AB é dada por:

$$AB = 2\pi r \cos \theta \quad \text{eq. 7}$$

A força por unidade de comprimento ao longo da interface é:

$$\gamma \sin \theta = \text{força por comprimento} \quad \text{eq. 8}$$

Pode-se então dizer que a resultante das forças exercidas sobre a interface é:

$$F = \text{força por unidade de comprimento} \cdot \text{interface de contato} \quad \text{eq. 9}$$

$$F = \gamma \sin \theta \cdot 2\pi r \cos \theta \quad \text{eq. 10}$$

para:

$$\theta = 45^\circ \rightarrow F = F_{MAX} \quad eq. 11$$

$$F_{MAX} = \pi r \gamma \quad eq. 12$$

A densidade de obstáculos  $n$  para um nanoprecipitado localizado sobre a junta de grão é dada por:

$$n = \frac{f}{4 \frac{3}{4} \pi r^3} = \frac{3f}{4\pi r^3} \quad eq. 13$$

Se a hipótese de que todas as partículas exercem a força de fixação máxima for feita, a pressão de fixação de Zener  $F_Z$  exercida na interface será:

$$F_Z = 2rnF_{MAX} \rightarrow F_Z = 2r \frac{3f}{4\pi r^3} \pi r \gamma \quad eq. 14$$

$$F_Z = \frac{3\gamma f}{2r} \quad eq. 15$$

Se existir mais de uma população de precipitados, a equação 15 se torna:

$$F_Z = \frac{3\gamma}{2} \sum_i \frac{f_i}{r_i} \quad eq. 16$$

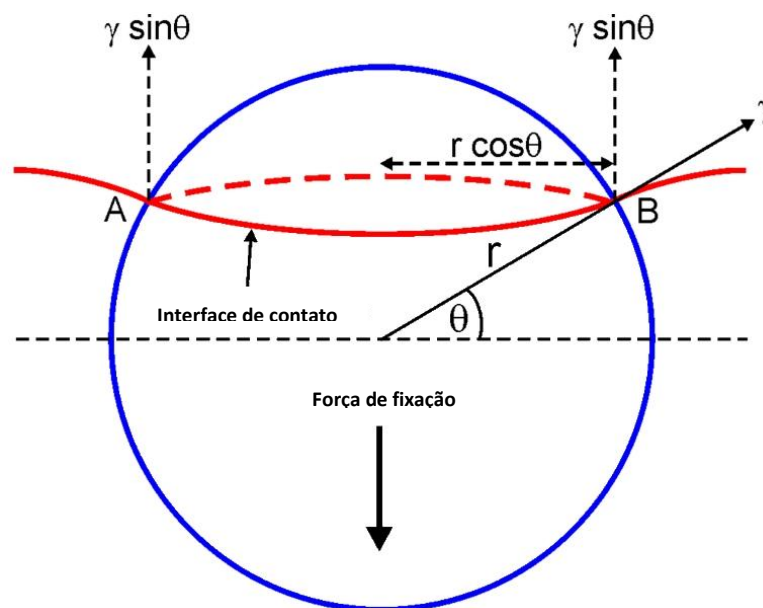


Figura 40: Esquema de interação entre superfície e partícula.



## Anexo V: O problema dos gradientes de temperatura

Os primeiros tratamentos térmicos (§6.2.1) não foram realizados individualmente sobre cada corpo de prova. Quatro tratamentos foram feitos com temperaturas médias de 530 °C, 540 °C, 550 °C et 560 °C. A potência do forno foi ajustada com base num termopar que regulava a temperatura posicionado ao fundo do forno. Dois outros termopares de medida foram adicionados. Os seis corpos de prova ficavam então justapostos um ao lado do outro (ver Figura 41). Podia-se notar um gradiente térmico entre o primeiro e o último corpo de prova. A potência do forno era ajustada de maneira a ter uma média da temperatura desejada. A partir das temperaturas medidas nos dois termopares e do posicionamento de cada corpo de prova, é possível conhecer a temperatura de cada um dos corpos de prova.

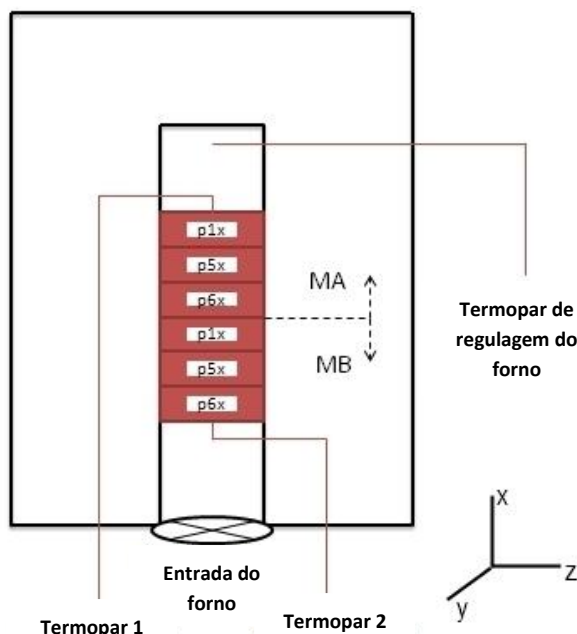


Figura 41: Vista superior do forno utilizado para realização dos tratamentos térmicos de solubilização

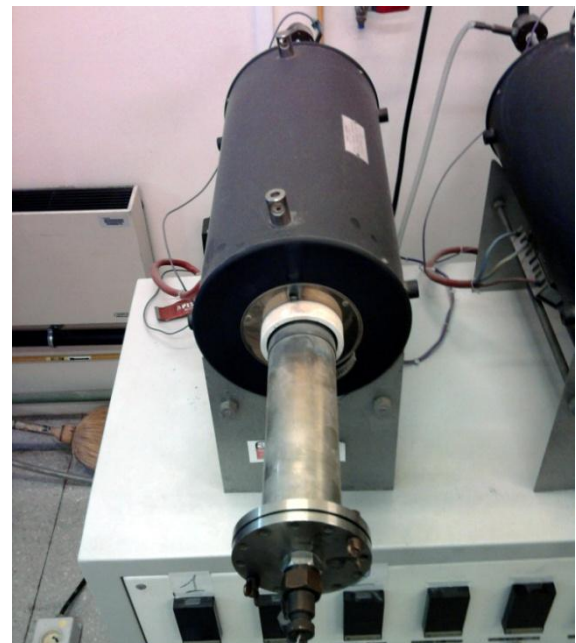


Figura 42: Forno onde os tratamentos térmicos de solubilização foram realizados.

A Figura 42 mostra o forno utilizado para os tratamentos térmicos em questão. A Figura 41 é uma representação esquemática do forno mostrando a localização dos três termopares. Entre o termopar “A” e o termopar “B” havia um gradiente de temperatura de aproximadamente 10°C, valor bastante grande comparativamente com temperaturas propostas para os tratamentos térmicos. Um referencial foi adotado para facilitar a modelização do problema. As seguintes considerações foram feitas:

- A transferência de calor é majoritariamente induzida pela falta de isolamento na porta do forno, desta forma, a transferência de calor no eixo X é muito maior do que as que ocorrem nos eixos Y e Z.
- Os gradientes de temperatura podem ser considerados constantes no eixo X, sendo  $\frac{\partial T}{\partial x} = C$ .

A Tabela 11 mostra os valores medidos nos termopares 1 e 2 em cada tratamento térmico.

	Solubilização 1 (forno 1)	Solubilização 2 (forno 2)	Solubilização 3 (forno 1)	Solubilização 4 (forno 2)
<b>Temperatura de tratamento térmico teórica (°C)</b>	<b>530</b>	<b>540</b>	<b>550</b>	<b>560</b>
Temperatura média obtida no termopar 1 (°C)	523,56	535,89	541,68	555,91
Temperatura média obtida no termopar 2 (°C)	534,07	543,89	555,57	564,52
Intervalo de temperaturas de tratamento (°C)	523,6 – 534,1	535,9 – 543,9	541,7 – 555,6	555,9 – 564,5
<b>Temperatura média do tratamento térmico (°C)</b>	<b>528,85</b>	<b>539,9</b>	<b>548,65</b>	<b>560,2</b>

Tabela 11: Temperaturas teóricas, temperaturas médias e intervalo de temperaturas para os tratamentos térmicos de solubilização.

Cada corpo de prova media 7 mm de largura, e estavam em contato entre si. Os termopares 1 e 2 ficavam em contato com o primeiro e o último corpo de prova. A partir destas considerações, a temperatura de cada corpo de prova foi determinada (Tabela 12).

Corpo de prova	Temperatura no corpo de prova (°C)	Temperatura teórica (°C)	Corpo de prova	Temperatura no corpo de prova (°C)	Temperatura teórica (°C)
MA_p12	533,23	530	MA_p14	554,44	550
MA_p52	531,48		MA_p54	552,13	
MA_p62	529,73		MA_p64	549,81	
MB_p12	527,98		MB_p14	547,49	
MB_p52	526,23		MB_p54	545,18	
MB_p62	524,48		MB_p64	542,86	
MA_p13	543,23	540	MA_p15	563,78	560
MA_p53	541,90		MA_p55	562,35	
MA_p63	540,57		MA_p65	560,92	
MB_p13	539,23		MB_p15	559,48	
MB_p53	537,90		MB_p55	558,05	
MB_p63	536,57		MB_p65	556,62	

Tabela 12: Temperatura de tratamento térmico de solubilização verdadeira em cada um dos corpos de prova.

A Tabela 12 mostra uma representação esquemática da variação de temperatura em função da direção X, onde TC1 e TC2 representam respectivamente os termopares 1 e 2.

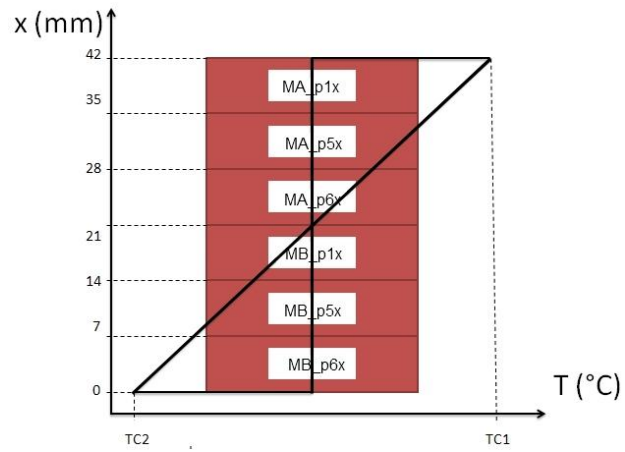


Figura 43: Representação esquemática de como a temperatura varia em relação ao eixo X.

## Revisão Bibliográfica

ALCOA, 2002. *Alloy 6061 - Understanding extruded aluminium alloys*. Cressona: ALCOA.

Anon., 2012. *Le CEA, acteur clef de la recherche technologique*. [Online]  
Available at: [http://www.cea.fr/le\\_cea/presentation\\_generale](http://www.cea.fr/le_cea/presentation_generale)  
[Accessed 10 Avril 2012].

Anon., 2012. *Wikipedia*. [Online]  
Available at: [http://en.wikipedia.org/wiki/Zener\\_pinning](http://en.wikipedia.org/wiki/Zener_pinning)  
[Accessed 5 Avril 2012].

AREVA, 2010. *Présentation trimestrielle RJH*. Saclay: s.n.

ASM, 1990. *Properties of Wrought Aluminium and Aluminium Alloys*. s.l.:ASM Metals Handbook.

BOURGET, J.-P., 2007. *Les traitements thermiques de l'aluminium*. [Online]  
Available at: <http://archimede.bibl.ulaval.ca/archimede/fichiers/24371/ch02.html>  
[Accessed 3 Mai 2012].

Bruno DUBOST, P. S., n.d. Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium. Issue M 240.

C. H. Wörner, P. M. H., 1992. Grain Growth Stagnation by Inclusions or Pores. *JOM*, Septembre, pp. 16-20.

Chakrabarti, D. J. & Laughlin, D. E., 2004. *Phase relations and precipitation in Al-Mn-Si alloys with Cu additions*. s.l.:Prog. in Material Science and Engineering.

CHAPELOT, P., 2012. *Assemblée Générale du SRMA*. Gif-sur-Yvette, CEA - Saclay.

DE LA GARZA M., R.-Y. T. C. R. H. Y., 2001. *Study of precipitates formed in a wrought aluminum alloy by means of atomic*. s.l.:Materials Characterization.

DEVELAY, R., n.d. Traitements thermiques des alliages d'aluminium. *Techniques de l'Ingénieur*, 1(290).

DUPONT, T., 2009. *Département des matériaux pour le nucléaire*. [Online]  
Available at: [http://www-dmni.cea.fr/Phocea/Vie\\_des\\_labos/Ast/index.php](http://www-dmni.cea.fr/Phocea/Vie_des_labos/Ast/index.php)  
[Accessed 10 Avril 2012].

Gladman, T., 1997. *The physical metallurgy of microalloyed*. Cambridge: Cambridge : Univ. Press Cambridge.

Jeniski, R. J., 1997. *Effects of Cr addition on the microstructure and mechanical behavior of 6061-T6 continuously cast and rolled redraw rod*. s.l.:Material Science and Engineering.

LEGUEN, C., 2010. *Prior Austenite Grain Size Controlled by Precipitates*, Lyon: s.n.

MAISONNETTE, D., 2010. *Influences mécaniques et métallurgiques de procédés haute température sur un alliage d'aluminium 6061-T6*, Villeurbanne: s.n.

N. C. W. Kuijpers, W. H. K. P. T. G. K. e. a., 2003. *Assessment of different techniques for quantification of alpha-Al(FeMn)Si and beta-AlFeSi intermetallics in AA 6xxx alloys*. s.l.:J. Materials Science.

Ngongang, R., 2008/2009. *Etude microstructurale de la recristallisation de l'aluminium 6061-T6*, Gif-sur-Yvette: CEA - Saclay.

PHILIBERT J., V. A. B. Y. C. P., 2002. *Métallurgie : du minerai au matériau*. 2<sup>nd</sup>e édition ed. s.l.:s.n.

POLMEAR, I., n.d. *Light Alloys–Metallurgy of the Light Metals*. 3 ed. London: s.n.

S.P. Yuan, G. L. R. W. G.-J. Z. e. a., 2009. *Effect of precipitate morphology evolution on the strength–toughness relationship in Al–Mg–Si alloys*. s.l.:Scripta Materialia 60.

SHEN, Y., GARNIER, J. & ALLAIS, L., 2010. *Anisotropie microstructurale et conséquences sur le comportement et l'endommagement de l'alliage d'aluminium 6061-T6*, Nantes: s.n.

Smith, C. Z. a. q. b. C. S., 1948. Grains, Phases and Interfaces: An Interpretation of Microstructure. *Trans. AIME*, p. 15.

Staab, T., Krause-Rehberg, R., Rornauer, U. & Zschech, E., 2006. *Study of artificial aging in AlMnSi (6061) and AlMnSiCu (6013) alloys by Poistron Annihilation*. s.l.:J. Material Science.

VINCENT, S., GARNIER, J., TOFFOLON, C. & al., e., 2011. *Evolutions microstructurales de deux alliages d'aluminium 6061 lors des étapes d'élaboration*. Besançon, 20<sup>ème</sup> Congrès Français de Mécanique.