

ESTUDO COMPARATIVO ENTRE LAMINAÇÃO CONVENCIONAL E LAMINAÇÃO ASSIMÉTRICA DA LIGA AA6061: EFEITOS NA MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS

Danielle Cristina Camilo Magalhães; Maurizio Ferrante; Vitor Luiz Sordi
Rodovia Washington Luís, km 235 - SP-310, São Carlos – SP.
Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos – UFSCar.

RESUMO

A Laminação Assimétrica (LA) é caracterizada por uma diferença na velocidade tangencial dos rolos do laminador, que introduz uma deformação por cisalhamento na chapa processada. Existem diversos estudos da aplicação desta técnica em ligas de alumínio, entretanto poucos trabalhos se dedicaram ao estudo da deformação por laminação assimétrica em temperaturas criogênicas e às alterações de propriedades mecânicas e microestruturais em relação à laminação convencional (LC). No presente trabalho, chapas da liga AA6061 foram deformadas por LA e LC, a 25 °C e -196 °C, seguido de tratamento térmico de precipitação. Foi observado um refino microestrutural mais intenso para a deformação criogênica, e também para a LA. Para os mais altos graus de deformação, a LA produz microestruturas mais homogêneas ao longo da seção longitudinal. As propriedades mecânicas foram afetadas mais fortemente pela temperatura de envelhecimento, do que pelo tipo de processamento anterior. As amostras laminadas criogenicamente apresentaram um aumento da resistência mecânica sem redução significativa de ductilidade.

Palavras-chave: AA6061; laminação convencional; laminação assimétrica; precipitação; propriedades mecânicas.

1. INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, diversos esforços foram direcionados para a otimização do processo de deformação por laminação convencional (LC). Há duas estratégias principais: alteração da temperatura de processamento, incluindo baixas temperaturas, e alteração no equipamento, como é o caso da Laminação Assimétrica (LA). No primeiro caso, a redução drástica da temperatura de processamento, também chamada de laminação criogênica, leva à supressão parcial de mecanismos relacionados à recuperação dinâmica, alterando-se assim a taxa de encruamento⁽¹⁻³⁾. A segunda estratégia, que inclui a LA, constitui de alterações na geometria dos rolos ou na sua velocidade de rotação.

A LA é uma rota de processamento relativamente recente que combina a aplicação de compressão direta e cisalhamento sobre o material deformado⁽⁴⁾ por meio da utilização de rolos com diâmetros iguais com rotações diferentes, ou rolos

com diâmetros distintos e mesma rotação, portanto velocidades periféricas diferentes. Nestas condições, as diferentes velocidades tangenciais da mesma chapa introduzem uma deformação por cisalhamento, adicional à deformação por compressão resultante da redução de espessura da chapa. A introdução de altos graus de deformação cisalhante desempenha papel importante no refinamento dos grãos, favorecendo especialmente a obtenção da forma equiaxial⁽⁴⁻⁶⁾. Granulações ultrafinas, da ordem de 1 µm ou menos têm sido obtidas por LA em alguns metais como ferro e alumínio puros^(4, 7) e ligas de alumínio e de magnésio^(8, 9). No entanto, há poucos estudos dirigidos à liga AA6061 nesse contexto.

A relação matemática expressada pela equação (A), a seguir, tem sido empregada^(7, 9) para estimar a deformação equivalente por passe de LA:

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

Onde r é a redução de espessura ($r = 1 - t_1/t_0$, sendo t_0 e t_1 as espessuras inicial e final da chapa), e \emptyset representa os parâmetros da assimetria, que dependem do ângulo θ de cisalhamento resultante da rotação assimétrica dos rolos.

A ênfase deste estudo é analisar a influência da temperatura de envelhecimento na cinética de precipitação da liga AA6061 submetida a processos de conformação em baixa temperatura. A LA criogênica será usada como uma estratégia para a supressão parcial dos efeitos da recuperação dinâmica e consequente manutenção da densidade de defeitos gerados na deformação. Tais defeitos atuam como pontos de nucleação para a precipitação, o que se reflete diretamente nas propriedades mecânicas. O objetivo final é estabelecer as condições de deformação e de tratamentos térmicos que maximizem o par resistência-ductilidade, de modo comparativo com a LC.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Corpos de prova da liga AA6061 com dimensões de 16 mm x 16 mm x 70 mm extraídos de uma barra extrudada a quente e resfriada ao ar (condição de envelhecimento natural, T4) foram utilizados no estudo comparativo entre laminação convencional e laminação assimétrica a 25 e a -196 °C. A Figura 1 mostra a microestrutura do material no estado como recebido.

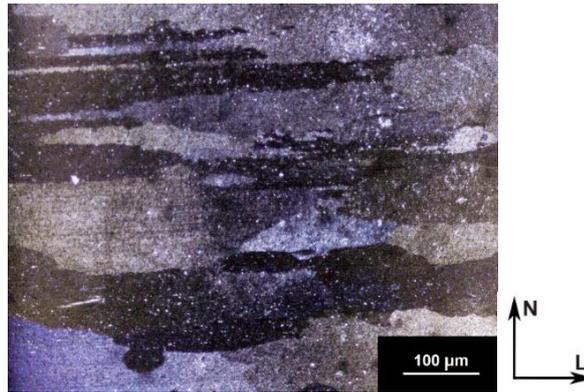


Figura 1 – Microestrutura da liga AA6061 no estado como recebido. Material anodizado com reagente Barker, 20 V, 5 min. Nota: “N” é a direção normal e “L” é a direção longitudinal.

Estas amostras foram solubilizadas a 530 °C durante duas horas em forno tipo mufla, seguindo-se resfriamento rápido em água com agitação (têmpera), visando dissolver precipitados solúveis, obtendo-se uma solução sólida supersaturada (SSSS). Imediatamente após a solubilização, os corpos de prova foram processados por LC e LA, em diferentes condições de temperatura e grau de deformação. A Figura 2 indica a sequência de processamento adotada.

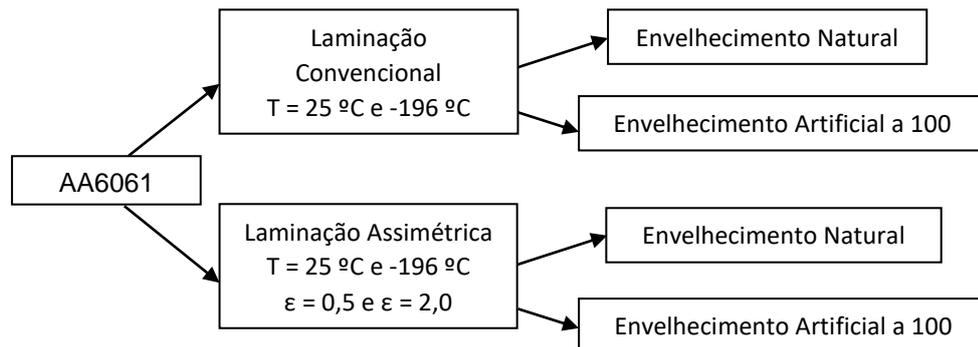


Figura 2 – Sequência de processamento termomecânico da liga AA6061.

A laminação convencional foi realizada em um laminador FENN-051 operado a 61 RPM, com redução de espessura de ~10% por passe, totalizando deformações equivalentes (ϵ_{eq}) iguais a 0,5 e 2,0. A deformação equivalente foi calculada com a equação (B), a seguir:

$$\epsilon_{eq} = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left(\frac{t_1}{t_0} \right) \quad (B)$$

Sendo t_0 e t_1 as espessuras inicial e final da chapa, respectivamente.

As deformações foram realizadas em temperatura ambiente (25 °C) e criogênica (-196 °C). Nesta última, as amostras foram imersas em nitrogênio líquido por cinco minutos antes de cada passe de laminação. Logo após a deformação, um grupo de amostras foi submetido ao envelhecimento artificial (T6) a 100°C, em

banho de óleo, durante diferentes tempos. Outro grupo de amostras foi submetido a envelhecimento natural (T4).

A laminação assimétrica foi conduzida em um laminador Coelho LE150 modificado com rolos de diferentes diâmetros, mostrado esquematicamente na Figura 3. Para este estudo, as amostras foram processadas nos rolos com relação de 1:1,5 entre as velocidades tangenciais.

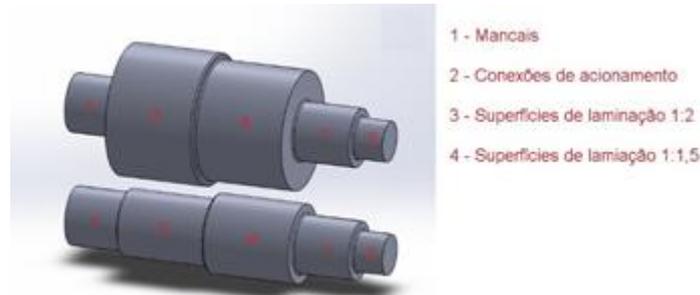


Figura 3 – Representação esquemática dos rolos com diferentes diâmetros utilizados na laminação assimétrica.

A Tabela 1 apresenta um resumo das siglas que serão utilizadas doravante para referência a cada condição de processamento.

Tabela 1 - Resumo das siglas utilizadas na identificação das amostras

Sigla	Condição de processamento
LCA	Laminação convencional em temperatura ambiente (25° C)
LCC	Laminação convencional em temperatura criogênica (-196° C)
LAA	Laminação assimétrica em temperatura ambiente (25° C)
LAC	Laminação assimétrica em temperatura criogênica (-196° C)

Medidas de dureza Vickers por micro-indentação, tomadas na seção longitudinal de laminação, foram utilizadas para acompanhar as alterações devidas aos tratamentos térmicos. Para a caracterização microestrutural, foi realizada preparação metalográfica convencional, que consiste nas etapas de lixamento com lixas d'água (granulometrias de 320, 400, 600, 1200 e 2000 mesh), seguidas de polimento mecânico manual com suspensões diamantadas de 3 µm, 1 µm e 0,25 µm. Para a observação das microestruturas as amostras foram anodizadas com o reagente Barker (HBF₄ a 2%) durante cinco minutos, com tensão de 20 V, seguido de observação em microscópio óptico com luz polarizada. Ensaios de tração uniaxial foram realizados para condições específicas de processamento, selecionadas a partir das medidas de dureza Vickers por micro-indentação. Os corpos de prova de tração possuem tamanho reduzido, com comprimento útil de 4 mm e seção retangular com largura de 3 mm e espessura de 2 mm. Os ensaios foram conduzidos em temperatura ambiente, com taxa de deformação inicial de 10⁻³ s⁻¹. Análises térmicas de DSC foram realizadas em diferentes condições de processamento, utilizando-se um DSC da TA Instruments modelo Q2000, com taxa de aquecimento constante de 20 °C/min, no intervalo de 50 °C a 450 °C.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 4 indica a variação da dureza na liga AA6061 submetida a diferentes graus de deformação nas laminações convencional e assimétrica, em duas temperaturas.

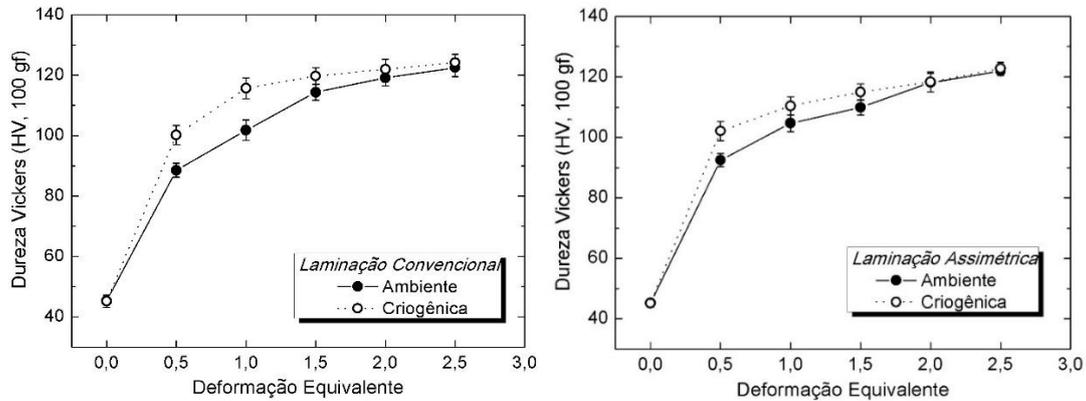
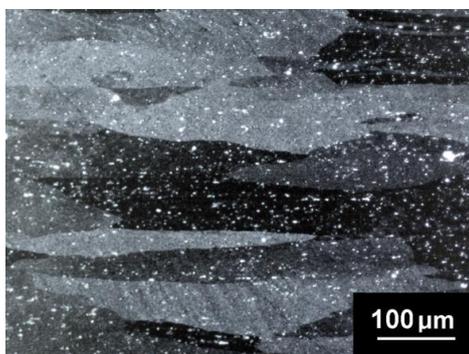


Figura 4 - Variação da dureza em função da deformação equivalente aplicada em diferentes temperaturas na: (a) LC e (b) LA.

Observa-se, na Figura 4, que há uma convergência no valor de dureza para graus de deformação equivalente acima de 2,0. Além disso, nota-se que a partir de uma deformação de 1,5 a mudança de dureza é insignificante para ambas as rotas de processamento. Entretanto, em termos microestruturais a literatura menciona diversas modificações, como por exemplo, a formação de subestruturas de discordâncias em forma de células e o aparecimento de paredes de discordâncias e formação de novos grãos com contornos de alto ângulo, em especial na laminação assimétrica ⁽⁴⁻⁹⁾. A partir dos dados da figura 4, foram escolhidos dois valores de deformação equivalente para estudo no presente trabalho: $\epsilon = 0,5$ e $\epsilon = 2,0$.

Na Figura 5 são apresentadas as microestruturas após a laminação convencional, em temperatura ambiente e criogênica.



(a)



(b)

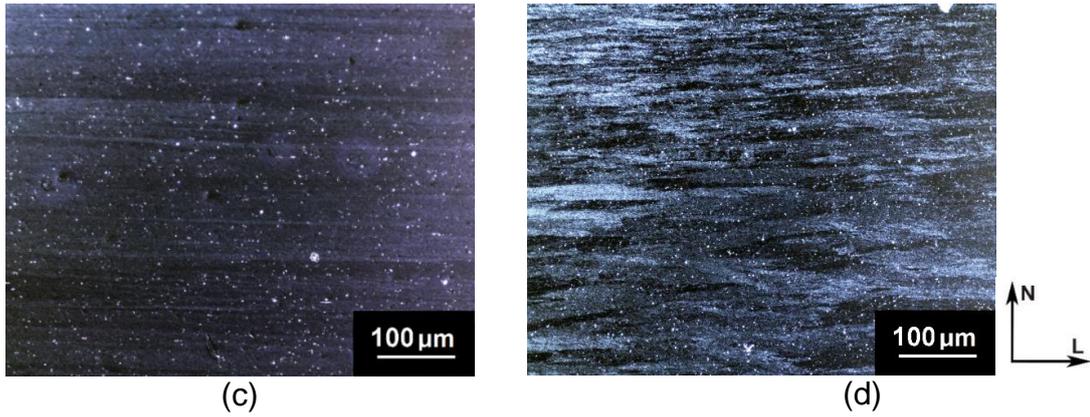


Figura 5 - Microestruturas das amostras processadas por laminação convencional: (a) LCA ($\epsilon = 0,5$); (b) LCC ($\epsilon = 0,5$); (c) LCA ($\epsilon = 2,0$); (d) LCC ($\epsilon = 2,0$). Nota: "N" é a direção normal e "L" é a direção longitudinal de laminação.

Nota-se na Figura 5 que para ambos os graus de deformação equivalente o refino microestrutural foi mais intenso para a laminação em temperatura criogênica, o que pode estar associado à redução parcial dos efeitos de recuperação dinâmica, que levam ao maior acúmulo de defeitos e maior refino microestrutural. Além disso, observam-se também grãos alongados na direção de laminação.

As microestruturas obtidas após a laminação assimétrica em temperatura ambiente e criogênica são mostradas na Figura 6.

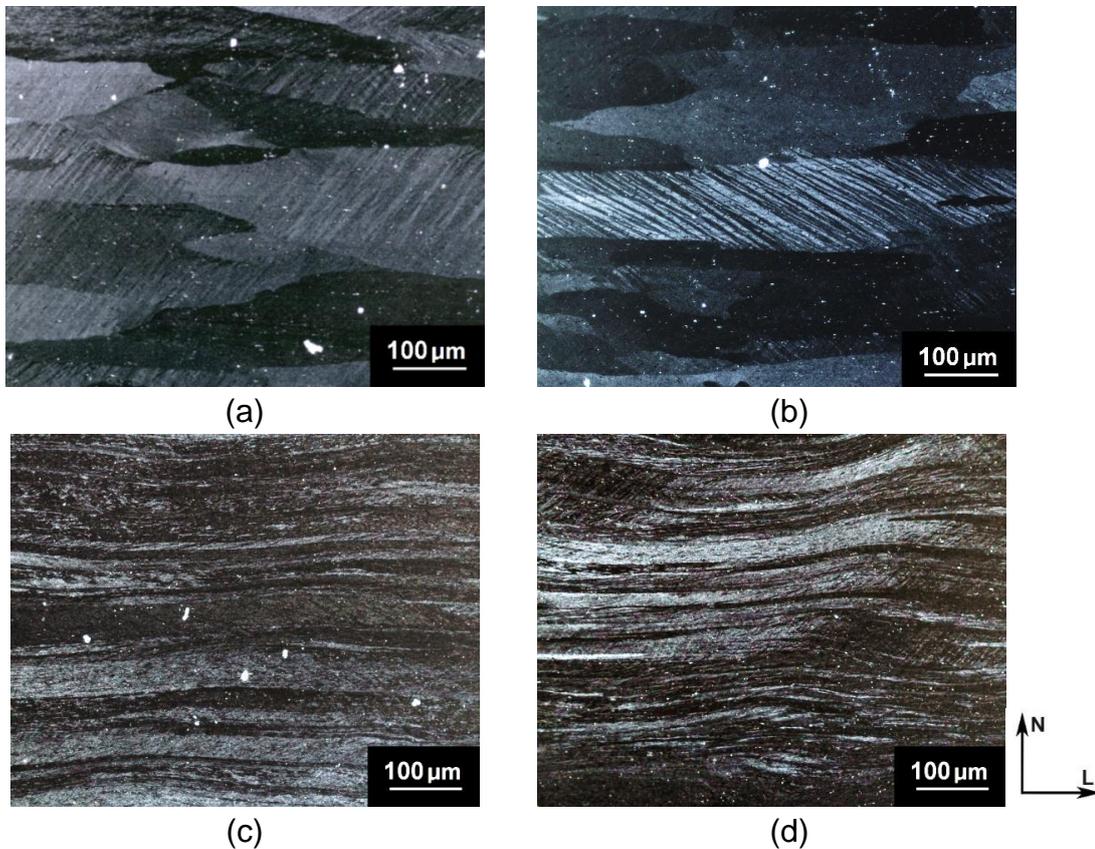


Figura 6 – Microestruturas das amostras processadas por laminação assimétrica: (a) LAA ($\epsilon = 0,5$); (b) LAC ($\epsilon = 0,5$); (c) LAA ($\epsilon = 2,0$); (d) LAC ($\epsilon = 2,0$).

Devido ao componente de cisalhamento presente na LA, é possível observar um grande número de bandas de deformação atravessando vários grãos nas amostras com $\epsilon = 0,5$ a um ângulo de 45° (Figuras 6.a e 6.b). Novamente, observa-se que há um refino de grão mais intenso em temperatura criogênica (Figuras 6.b e 6.d). Um ponto a ser destacado na LA é a homogeneidade microestrutural, porém, devido à diferença de velocidades tangenciais dos rolos, para graus menores de deformação há uma diferença significativa entre a região central e as próximas à superfície da chapa. A Figura 7 mostra diferentes microestruturas presentes em uma mesma amostra laminada assimetricamente.

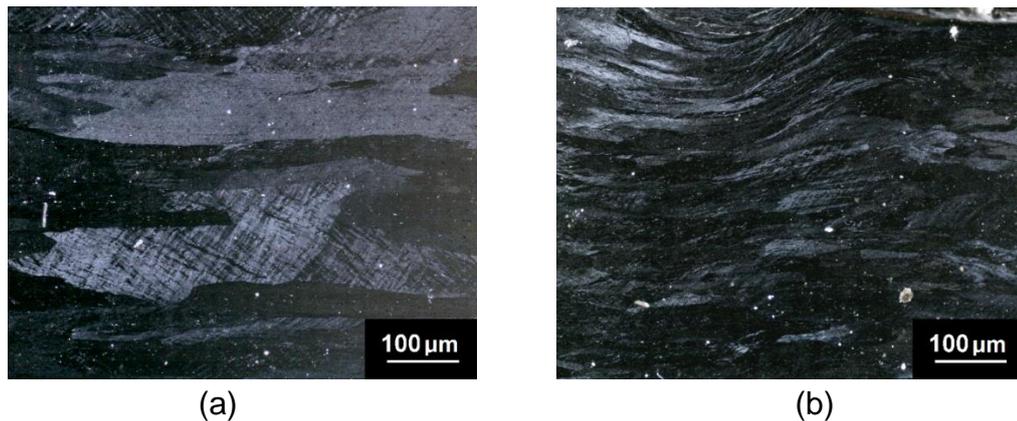


Figura 7 – Microestruturas da amostra deformada por LAA com $\epsilon = 0,5$, mostrando a heterogeneidade microestrutural em diferentes regiões: (a) centro e (b) próximo da superfície.

Como pode ser visto na Figura 7, há uma grande diferença de tamanho de grão próximo à superfície, em relação ao centro da amostra. Medidas de dureza Vickers foram realizadas na seção longitudinal, ao longo de uma linha vertical, de modo a avaliar a variação de dureza e homogeneidade de deformação na LA. Não foram encontradas diferenças significativas entre as amostras tratadas segundo T4 e T6 no tocante à variação de dureza na seção longitudinal, portanto somente as medidas para a condição T6 são apresentadas na Figura 8. Adicionalmente, para a LC (convencional) não foram observadas diferenças significativas de microestrutura e dureza na seção longitudinal para ambos os graus de deformação estudados.

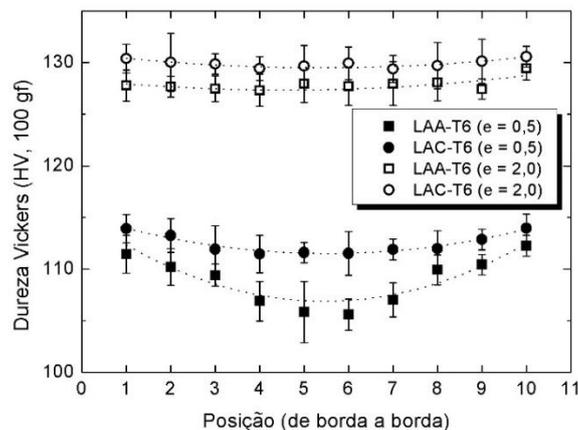


Figura 8 – Perfil de dureza das amostras laminadas assimetricamente e diferentes condições de temperatura e grau de deformação.

Nota-se na Figura 8 que para $\epsilon = 0,5$ existe uma diferença mais significativa na distribuição da deformação ao longo da seção longitudinal. Isto pode ser atribuído à presença de um componente de cisalhamento, além da compressão direta, na LA. Na região mais próxima da superfície a microestrutura é mais refinada (ver Figura 7) devido ao cisalhamento causado pela diferença de velocidade tangencial dos rolos, portanto, a dureza é maior. Já na região mais central da chapa, a microestrutura sofreu modificações originadas principalmente pela compressão direta da laminação, possuindo grãos maiores com bandas de deformação. Observa-se, ainda, que para a deformação criogênica a diferença entre o centro e as bordas é menor, do que para a laminação em temperatura ambiente, no caso de $\epsilon = 0,5$. Outro ponto importante, é que para uma deformação $\epsilon = 2,0$, esta heterogeneidade não é observada. Aparentemente, para grandes reduções de espessura da chapa o efeito da componente de compressão se sobrepõe ao efeito de cisalhamento introduzido pela LA.

A Figura 9 mostra a variação da dureza ao longo dos tratamentos térmicos de envelhecimento T4 e T6 para as amostras processadas.

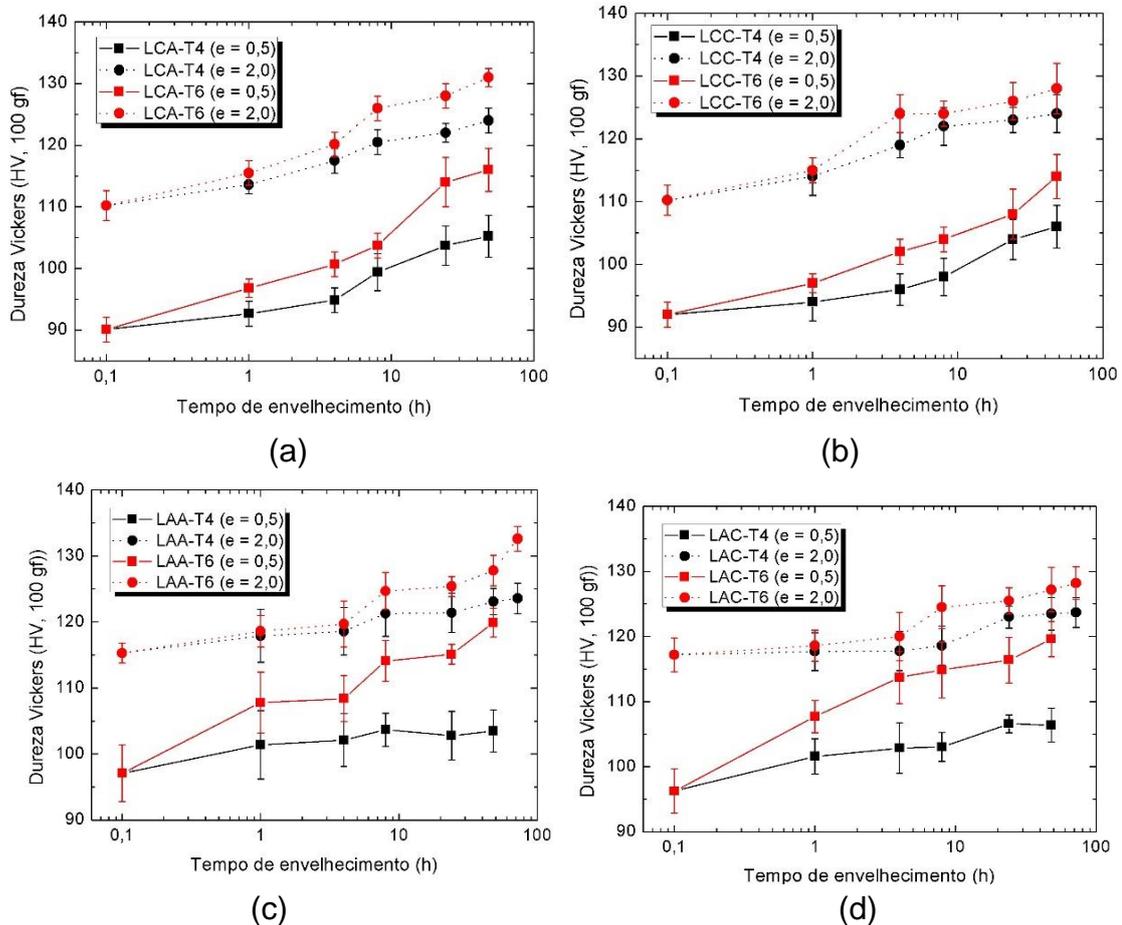


Figura 9 - Variação da dureza Vickers em função do tempo de envelhecimento em diferentes condições de deformação: (a) LCA; (b) LCC; (c) LAA; e (d) LAC.

Na Figura 9, nota-se que as variações de dureza entre as laminações convencional e assimétrica não são significativas, apesar da microestrutura ser mais

refinada para a laminação assimétrica (ver Figura 6). Para o grau de deformação $\epsilon = 0,5$, nota-se que o tratamento T6 tem um efeito mais pronunciado para o aumento da dureza do que o T4, em função da fração volumétrica e do tipo de precipitados formados. Além disso, a cinética de precipitação é ligeiramente afetada pelo tipo de laminação. Para $\epsilon = 0,5$, a LA apresenta variações maiores de dureza em tempos menores de envelhecimento artificial, quando comparada com a LC. Por outro lado, para a $\epsilon = 2,0$, tem-se uma convergência da dureza para valores próximos de 130 HV, independentemente do tratamento de envelhecimento adotado e do tipo de laminação usado para o processamento. A partir dos dados apresentados na Figura 9, foram selecionadas oito condições de processamento e tratamento térmico, todas para $\epsilon = 2,0$, para a realização de ensaios de tração uniaxial e avaliação de propriedades mecânicas. A Figura 10 apresenta o limite de escoamento e alongamento uniforme obtidos nesses ensaios. No caso do tratamento T6, os corpos de prova analisados foram tratados a 100 °C por 48 horas, tanto para LA quanto para LC, e no tratamento T4 as amostras estavam estabilizadas, com tempo superior a 300 horas.

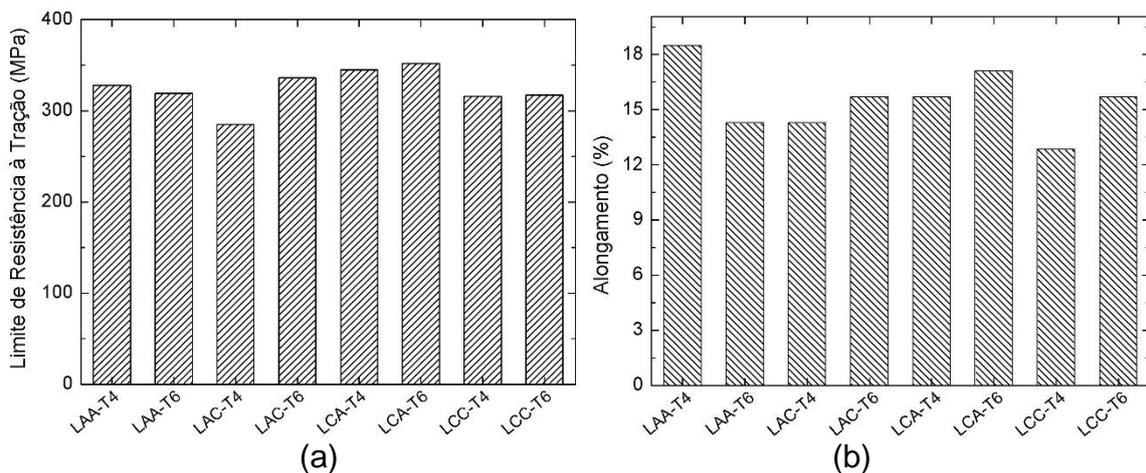


Figura 10 – (a) variação do limite de escoamento e (b) variação do alongamento total.

Nota-se, na Figura 10.a, que os níveis de resistência à tração são similares para ambos os tipos de laminação. Já na Figura 10.b observa-se que o alongamento é afetado tanto pela temperatura de deformação, como pela precipitação posterior. Os tratamentos térmicos posteriores à laminação parecem influenciar mais fortemente a alteração da resistência mecânica do que a temperatura de laminação isoladamente. Em geral, o tratamento T6 promoveu o aumento do limite de resistência à tração sem redução significativa de ductilidade. Isto pode ser associado com a baixa temperatura do tratamento T6, que promove limitado grau de recuperação da deformação plástica, não afetando significativamente nem a resistência mecânica, nem a capacidade de deformação. Além disso, nas laminções criogênicas seguidas de T6, houve um aumento da resistência sem redução significativa do alongamento uniforme.

Os resultados obtidos para a análise por DSC de amostras submetidas a LA e LC em temperaturas ambiente e criogênica estão na Figura 11. Foram selecionadas amostras nas mesmas condições citadas anteriormente para o ensaio de tração.

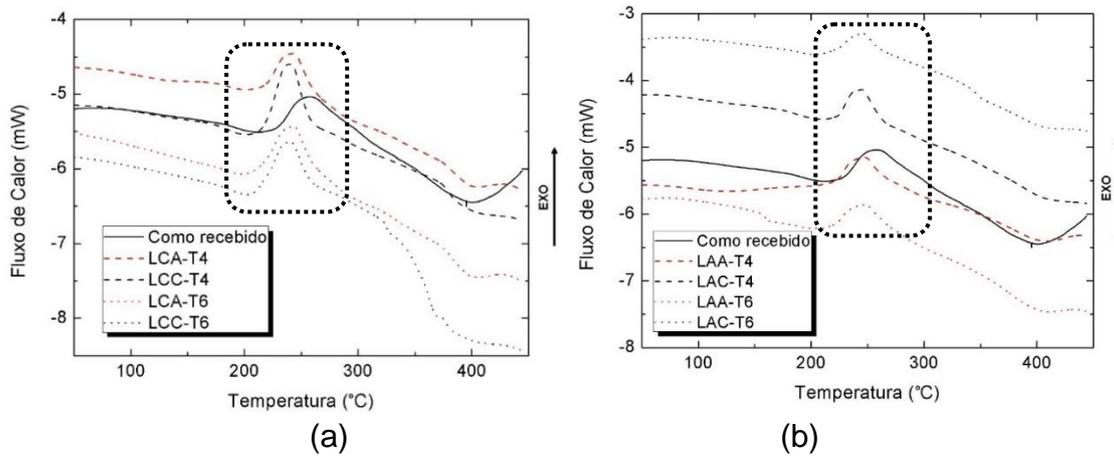


Figura 11 - Curvas de DSC das amostras laminadas com graus de deformação $\epsilon = 2,0$: (a) LC e (b) LA. A região tracejada indica os picos exotérmicos correspondentes à formação da fase β ".

Nota-se que, em relação ao material no estado como recebido, há uma variação no formato das curvas, bem como da posição dos picos. Normalmente, análises de DSC da liga AA6061 apresentam pelo menos quatro picos distintos, correspondentes a diferentes transformações de fases. Nas amostras estudadas, foram observados pelo menos três desses picos em algumas condições, entretanto foi dada maior atenção ao pico indicado na Figura 11 que ocorre em torno de 200 °C a 300 °C e está relacionado com a precipitação simultânea de β' e β'' ⁽¹⁰⁾. Outros picos que foram omitidos neste estudo ocorrem em temperaturas menores, variando entre 50 °C e 200 °C, e correspondem à formação de "clusters" de Mg e Si. Como as amostras em questão já estavam envelhecidas, os picos de DSC referentes à esta transformação são muito pequenos e largos, possuindo um ΔH muito pequeno e de pouca importância para o presente estudo. A Tabela 2 mostra um resumo dos dados obtidos para os picos em destaque da Figura 11.

Tabela 2 - Temperaturas e entalpias de transformação das amostras estudadas

Amostra	Temperatura (°C)	ΔH (J/g)
Como recebido	260,9	6,780
LCA-T4	242,9	4,870
LCC-T4	241,2	5,573
LCA-T6	243,3	6,036
LCC-T6	240,9	5,752
LAA-T4	247,4	3,594
LAC-T4	245,3	3,746
LAA-T6	248,1	3,511
LAC-T6	246,0	4,410

De uma forma geral, nota-se um deslocamento dos picos para temperaturas menores, sendo que esta variação é sempre ligeiramente maior para a deformação criogênica do que para a deformação em temperatura ambiente, e concorda com dados encontrados na literatura para amostra processadas em condições similares⁽¹⁰⁾. Isso pode ser associado com a introdução de defeitos durante a deformação plástica (aumento da difusividade), o que conduz ao aumento no número de sítios para nucleação e crescimento de partículas de segunda fase. Como nas amostras deformadas existem mais sítios, a transformação de fase é adiantada em relação ao material sem deformação. Adicionalmente, a supressão parcial da recuperação dinâmica na laminação criogênica pode estar associada à maior redução da temperatura de ocorrência da reação de precipitação^(1-4, 10). Quanto às entalpias obtidas pela área sob os picos, conclui-se que quanto maior (em módulo), maior a fração volumétrica de precipitados β'' formados na liga AA6061. No caso das amostras deformadas, como elas foram previamente envelhecidas, tanto por T4 quanto por T6, as energias são menores em relação ao material sem deformação, e refletem qualitativamente a fração volumétrica precipitada. Outra tendência observada é que para a LA estas energias são menores do que para a LC, o que pode indicar que o componente de deformação por cisalhamento da LA introduz um maior número de lacunas e discordâncias, que atuam como núcleos para a precipitação de β'' . O reflexo disto é o aumento na cinética de precipitação para T4 e T6, com conseqüente redução das entalpias e temperaturas observadas na análise térmica por DSC, o que concorda com o descrito por Rao e colaboradores⁽¹⁰⁾.

4. CONCLUSÕES

A LA mostrou-se eficiente para o refino microestrutural, em relação à LC. Além disso, quanto maior o grau de deformação aplicado, e conseqüentemente, menor a espessura final da chapa, maior a homogeneidade microestrutural na LA. A deformação em baixa temperatura também resultou em refino de grão maior do que em temperatura ambiente. Observou-se também, uma aceleração na cinética de precipitação para amostras submetidas à LA, indicando possivelmente um maior acúmulo de defeitos devido ao cisalhamento imposto durante a deformação. Uma tendência geral observada nos ensaios de tração foi que o tratamento térmico de envelhecimento teve maior influência na resistência mecânica do que a temperatura ou tipo de laminação. Além disso, nas laminações criogênicas seguidas de T6, houve um aumento do limite de resistência à tração sem redução relativa do alongamento. Nas análises térmicas por DSC foi observada uma mudança significativa das entalpias de formação de β'' e da temperatura dos picos. Comparando a condição LA com a LC, a principal tendência da primeira é a redução nas entalpias para maiores deformações acumuladas.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o suporte financeiro da FAPESP (Processo nº 2014/15091-4) e do CNPq (Proc. 449009/2014-9). D. C. C. Magalhães agradece a bolsa de doutorado concedida pelo CNPq.

REFERÊNCIAS

1. PANIGRAHI, S. K.; JAYAGATHAN, R. Effect of Ageing on Microstructure and Mechanical Properties of Bulk, Cryorolled, and Room Temperature Rolled Al 7075 Alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 509, p. 9609-9616, 2011.
2. PANIGRAHI, S. K.; JAYAGATHAN, R. Effect of Annealing on Precipitation, Microstructural Stability, and Mechanical Properties of Cryorolled Al 6063 Alloy. *Journal of Materials Science*. v. 45, p. 5624-5636, 2010.
3. GANG, U. G.; LEE, S. H.; NAM, W. J. The Evolution of Microstructure and Mechanical Properties of a 5052 Aluminum Alloy by the Application of Cryogenic Rolling and Warm Rolling. *Materials Transactions*. v. 50, n. 1, p. 82-86, 2009.
4. YU, H. *et al.* Asymmetric Cryorolling for Fabrication of Nanostructural Aluminum Alloys, *Scientific Reports*, v. 2, p. 1-5, 2012.
5. DING, Y.; JIANG, J.; SHAN, A. Microstructures and mechanical properties of commercial purity iron processed by asymmetric rolling. *Materials Science and Engineering A*, v. 509, p. 76-80, 2009.
6. KIM W. J. *et al.* Microstructure and mechanical properties of Mg–Al–Zn alloy sheets severely deformed by asymmetrical rolling. *Scripta Materialia*, v. 56, p. 309–312, 2007.
7. CUI, Q.; OHORI, K. Grain refinement of high purity aluminum by asymmetric rolling *Materials Science and Technology*, v.16, p.1095–1101, 2000.
8. MA, C. *et al.* Influence of thickness reduction per pass on strain, microstructures and mechanical properties of 7050 Al alloy sheet processed by asymmetric rolling. *Materials Science and Engineering A*, v. 650, p.454–468, 2016.
9. SAITO, Y. *et al.* Deformation and Recrystallization Behavior of Ferritic Stainless Steel in High Speed Hot Rolling. *Tetsu-to-Hagane*, v. 72, p. 799-806, 1986.
10. RAO, P. N.; VISWANADH, B.; JAYAGATHAN, R. Effect of Cryorolling and Warm Rolling on Precipitation Evolution in Al 6061 Alloy. *Materials Science and Engineering A*, v. 606, p. 1-10, 2014.

COMPARATIVE INVESTIGATION BETWEEN CONVENTIONAL ROLLING AND ASYMMETRIC ROLLING IN AA6061 ALLOY: EFFECTS ON THE MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES

ABSTRACT

Asymmetric Rolling (AR) is a new processing route, characterized by a difference in the tangential speed of the rollers, which introduces severe plastic deformation by shearing in the processed sheet. There are several studies of this technique in aluminum alloys; however, only a few were directed to materials deformed by AR at cryogenic temperatures, and the corresponding changes of mechanical and microstructural properties when compared to Conventional Rolling (CR). In this work, AR and CR were employed to produce AA6061 alloy sheets, at 25 ° C and -196 ° C, which were subsequently processed by precipitation heat treatment. It was observed an intense microstructural refinement for cryogenic deformation and AR. For the higher degree of deformation, AR produces more homogeneous microstructures along the longitudinal section. The mechanical properties were affected more strongly by the ageing temperature than by the rolling processing route employed. Moreover, the cryorolled samples showed increase of strength without ductility reduction.

Keywords: AA6061; conventional rolling; asymmetric rolling; precipitation; mechanical properties.