Mauricio Persinotti Trujillo

# Análise de Defeito de Anodização em Peça de Liga de Alumínio 6262-T6 Extrudada e Usinada

São Paulo

# Mauricio Persinotti Trujillo

# Análise de Defeito de Anodização em Peça de Liga de Alumínio 6262-T6 Extrudada e Usinada

Trabalho de Formatura apresentado à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Orientador: Prof. Dr. André Paulo Tschiptschin

São Paulo

### Ficha Catalográfica

Trujillo, Mauricio Persinotti Análise de Defeito de Anodização em Peça de Liga de Alumínio 6262-T6 Extrudada e Usinada / M. P. Trujillo – São Paulo, 2015. 75 p.

Trabalho de Formatura – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

1. Alumínio 2. Anodização I. Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais II.t.

Encare seu medo, aceite sua guerra Zachary P. Wylde

#### Resumo

A falha observada em um componente nem sempre é resultado de seu serviço. Muitas vezes o processo de fabricação desse componente é responsável por impossibilitar seu uso. Compreender como as diferentes operações às quais um material é submetido no longo processo até se tornar um componente finalizado, e como seus resultados interagem, é fundamental para a compreensão do surgimento desses defeitos.

Partindo dessa ideia buscou-se, através do estudo de um caso específico, explicitar como um componente aparentemente simples possui na verdade uma complexa história de processamento que precisa ser conhecida para que as causas de um defeito possam ser compreendidas. A peça em questão é um vaso decorativo de alumínio 6262 extrudado, submetido à solubilização e envelhecimento artificial e finalmente anodizado com coloração. Ao termino do processamento a peça apresentou manchas na coloração, causando sua rejeição. Concluiu-se que a causa é a estrutura grosseira de grãos presente na superfície do material. Essa estrutura por sua vez tem como origem mais provável descontrole no resfriamento após o processo de extrusão e tratamento térmico.

Foi feito um levantamento das normas que regem a composição das ligas de alumínio e o processo de anodização, além de informações à cerca dos efeitos dos componentes de liga e de todos os processos aos quais a peça foi submetida, de forma a compreender todo seu histórico e levantar todas as hipóteses que poderiam explicar razoavelmente o defeito encontrado.

Palavras chave: Alumínio, Extrusão, Anodização

## Abstract

The failure of a component is not always a result of its use. Often times the fabrication process of such component is responsible for the impossibility of its use. Understanding how the different operations a material undergoes until it becomes a finalized component, and how their results interact, is paramount to understanding the origins of such defects.

Starting with that idea, we sought to, through the study of a specific case, show how a seemingly simple component actually has a complex processing history, which we must know in order to understand the causes of the defect. Case in point: a 6262 extruded aluminum alloy vase, which underwent normalization, artificial ageing and anodizing with coloring. At the end of the processing, the component exhibited non-uniform coloring, causing its rejection. We concluded the coarse grain structure present in the materials surface was the main causing factor. Poor management of the cooling after the extrusion and heat treatment most probably caused the coarse grain.

We made a survey of the existing norms regulating the composition of the alloy and the anodizing process, as well as research into the effects of alloying elements and all other processes the piece went through. That was done in order to fully understand the pieces history and bring up all hypothesis reasonably capable of explaining the defect.

Key words: Aluminum, Alloy, Extrusion, Anodizing

## Agradecimentos

Agradeço a meus pais, Alvaro Trujillo e Jane Persinotti Trujillo, que me apoiaram e ampararam durante meus muitos anos de estudos universitários. A minha noiva Paola Noemi Cardozo pela sua paciência, sua compreensão nos momentos de estresse e seu apoio nas horas de desespero. A meus amigos, pelo companheirismo, o auxílio e todos os momentos de descontração, sem os quais eu definitivamente teria ido residir num hospício. Agradeço em especial aos colegas Walmir Bussola e Thiago Pires Nagasima pelo auxílio prático e apoio técnico.

Ao meu professor orientador Andre Tchipstchin pelo apoio nesses meses, pela paciência e pela compreensão das minhas falhas. A Rafael Maia e Rubens pelo auxílio imprescindível durante a preparação e observação das amostras.

# Sumário

1 Introdução	9
2 Revisão bibliográfica	10
2.1 Alumínio e suas ligas	10
2.1.1 Efeitos dos principais elementos de liga e impurezas	11
2.1.2 Séries de Ligas	14
2.1.3 Têmperas	19
2.2 Liga de alumínio 6262-T6	23
2.2.1 Composição	23
2.2.2 Efeitos do tratamento térmico T6	26
2.3 Extrusão	27
2.3.1 Extrusão a quente	28
2.3.2 Extrusão a frio	29
2.3.3 Influência na microestrutura do alumínio	29
2.4 Anodização	
2.4.1 Enganchamento	
2.4.2 Preparação mecânica	34
2.4.3 Desengraxe e Lavagem	35
2.4.4 Fosqueamento e Neutralização	
2.4.5 Anodização e a camada anódica	
2.4.6 Coloração da camada anódica	41
2.4.7 Selagem	44
3. Materiais e Métodos	46
3.1 Objeto de estudo	46
3.2 Abordagem	47
3.3 Hipóteses	
3.4 Amostras	49
3.5 Resultados e Análise	50
3.5.1 Visual	50
3.5.2 Microscopia ótica	52
3.5.3 Macrografia	57
3.5.4 Microscopia eletrônica	62
3.5.5 Análise de composição	69
4. Conclusões e Recomendações	72
Bibliografia	74

# Índice de Figuras

Figura 1: Parte do diagrama de equilíbrio Al-Cu <sup>[16]</sup> 1	6
Figura 2: Parte do diagrama de equilíbrio Al-Mn <sup>[16]</sup> 1	6
Figura 3: Diagrama de equilíbrio Al-Si [16]1	7
Figura 4: Parte do diagrama de equilíbrio do sistema Al-Mg <sup>[16]</sup> 1	8
Figura 5: Diagrama de equilíbrio do sistema Al-Zn <sup>[16]</sup>	9
Figura 6: Esquema ilustrativo dos tipos de tratamento dados a ligas de alumínio	20
Figura 7: Diagrama pseudobinário do sistema AI – Mg <sub>2</sub> Si <sup>[23]</sup>	25
Figura 8: Seguência de precipitação da fase Beta em ligas de alumínio da série 6000 2	27
Figura 9: Representação esquemática do equipamento de extrusão <sup>[28]</sup>	28
Figura 10: Seções longitudinais de lingotes compostos por discos de duas ligas de alumínio	)
com características de extrusão similares [30]	30
Figura 11: Imagem de anodização com manchas causadas por tamanho de grão grosseiro	
no metal <sup>[32]</sup>	31
Figura 12: Fluxograma das etapas do processo de anodização 3	33
Figura 13: Representação da estrutura da camada anódica, formada por alvéolos	
hexagonais com poros centrais [44 modificado]	88
Figura 14: Representação do início da dissolução da alumina amorfa na camada barreira	
formada sobre alumínio <sup>[46]</sup>	39
Figura 15: Representação esquemática do aprofundamento dos poros e espessamento da	
camada anódica <sup>[46]</sup>	39
Figura 16: Representação da interferência do bismuto na formação da camada anódica. Em	ו
a) a inclusão está próxima à superfície. Em b) a inclusão interfere no crescimento da	
camada anódica em formação. Em c) a inclusão de bismuto está retida na camada anódica	
	-0
Figura 17: Representação de corte transversal da camada anodica com coloração integrada	3
(A) sobre substrato metalico (B) (or metalicado)	12
Figura 18: Representação de corte transversal da camada anodica (A) tingida por corante	12
Figure 10: Popresenteção de corte tropoversal de comodo apódico (A) tingido por corente	۶Z
Figura 19. Representação de corte transversar da camada anodica (A) tingida por corante inorgânico (B) sobre substrato metálico (C) $[51 \mod dificado]$	12
Figura 20: Representação de corte transversal da camada anódica (A) tingida por deposição	•
eletrolítica de jons metálicos (B) sobre substrato metálico (C) $[51 \mod 100]$	0 13
Figura 21: Representação de corte transversal da camada anódica (A) com deposição	.7
eletrolítica de jons metálicos (B) e corante orgânico (C) sobre substrato metálico (D) [51	
modificado]	14
Figura 22: a) estrutura da camada anódica sem selagem, b) precipitação do gel nas parede	s
dos poros e no lado externo do filme. c) condensação do gel e formação da pseudoboemita	ί.
d) recristalização da boemita <sup>[53]</sup>	ł5
Figura 23: Foto de peça idêntica à estudada, sem a presença de imperfeições 4	<del>1</del> 6
Figura 24: Foto do objeto de estudo evidenciando as manchas na coloração 4	<b>1</b> 7
Figura 25: Foto evidenciando as manchas observadas na face externa do objeto de estudo	
- 	51
Figura 26: Foto evidenciando as manchas presentes na face interna da peça, próximo ao	
bordo superior	51

Figura 27: foto evidenciando a ausência de manchas observáveis à olho nu na base da
cavidade interna da peça
Figura 28: Imagem da camada anodica na face externa da amostra A, com espessura e estrutura uniformes
Figura 29: Imagem da camada anódica na face interna da amostra A, com espessura e
estrutura uniformes
Figura 30: Imagem da camada anódica na face superior da amostra A, com espessura e estrutura uniformes
Figura 31: Imagem da camada anódica na amostra B. mostrando a base da peca
Figura 32: Imagem da camada anódica na amostra C, exibindo a face externa da peca.
próxima à base
Figura 33: Imagem destacando inclusão na camada anódica que se supõe ser de bismuto e
chumbo
Figura 34: Imagem de microscopia eletrônica com destague para exemplos de precipitados
de bismuto (amarelo), chumbo (vermelho) e um terceiro desconhecido (azul)
Figura 35: Imagem da macrografia realizada, revelando a estrutura de grãos
Figura 36: Detalhe da macrografia indicando as diferentes regiões com grãos grandes 58
Figura 37: Detalhe mostrando os grãos alongados de tamanho diminuto na região mais
interna da peca
Figura 38: [A] Face externa com manchas visíveis: [B] Face interna com manchas visíveis:
[C] Fundo da cavidade sem manchas visíveis
Figura 39: Macrografia indicando a que áreas da peca se referem as imagens da figura
anterior
Figura 40: Imagem em microscopia eletrônica indicando a espessura da camada anódica na
face externa próximo ao topo do copo 62
Figura 41: Imagem em microscopia eletrônica indicando a espessura da camada anódica na
face externa próximo à base do copo 63
Figura 42: Imagem em microscopia eletrônica com precipitado de chumbo em destaque 64
Figura 43: Imagem em microscópio eletrônico de precipitado composto majoritariamente por
bismuto
Figura 44: Imagem em microscópio eletrônico de precipitado de magnésio e silício (em
destaque)
Figura 45: Imagem em microscopia eletrônica com precipitado de ferro e silício em destaque
rigura 40: imagem em microscopio eletronico retratando a distribuição de precipitados na
liga
rigura 47: Granco comparando a composição determinada pela norma com o certificado de
ualicace e a medida por EDS /0

## Índice de Tabelas

Tabela 1: Composição da liga de alumínio 6262 segundo a norma ASTM B221 – 12 <sup>[5]</sup>	23
Tabela 2: Relação entre os parâmetros de anodização e a aplicação da peça <sup>[36 modificado]</sup>	32
Tabela 3: Categoria e espessura de camadas anódicas pela norma ASTM B580 -79 [49]	41
Tabela 4: Médias, desvios padrão máximos e mínimos para os tamanhos de grão medid	os
nas regiões indicadas na Figura 36	59
Tabela 5: Composição da camada anódica como indicado por exame de EDS	62
Tabela 6: Composição do precipitado indicado na Figura 42 por exame de EDS	64
Tabela 7: Composição do precipitado destacada na Figura 43 por exame de EDS	65
Tabela 8: Composição do precipitado destacado na Figura 44 por exame de EDS	66
Tabela 9: Composição do precipitado destacado na Figura 45 por exame de EDS	67
Tabela 10: Composição da matriz da liga indicada por EDS	68
Tabela 11: Tabela de comparação entre a composição especificada por norma, indicada	no
certificado de qualidade do fornecedor e medida por EDS	69

## 1 Introdução

O controle de qualidade de fabricação é essencial para garantir a conformidade com o projeto dos produtos que chegam ao mercado. Contrariando o senso comum, as peças mais importantes são justamente as que falham nesse controle pois, a partir de sua análise, é possível identificar problemas no processo produtivo e corrigi-los antes que gerem prejuízos apreciáveis.

Nesse trabalho será analisado o defeito apresentado após o processo de anodização de uma peça de liga de alumínio 6262-T6 extrudada e usinada. O processo de anodização empregado, além de proteger o material de ações corrosivas e abrasivas, tem como objetivo a coloração da peça para fins estéticos.

O objeto de estudo é um vaso, criado por um artista, com fins decorativos. O projeto prevê usinagem tanto da face externa quanto interna em formato cônico, com diferentes conicidades. Sendo as ligas comerciais da séria 1000 impróprias para o processo, por empastarem na usinagem, o artista optou pelo emprego de liga da série 6000 com têmpera T6, mais dura – e mais frágil – e que não sofre do mesmo problema. A liga 6262, com a adição de bismuto e chumbo, proporciona melhor desprendimento dos cavacos, facilitando ainda mais o processo.

Durante o estudo buscamos compreender as características do material e os efeitos de todas as partes do processo de fabricação até a detecção do defeito. Também foram adotados procedimentos similares àqueles utilizados em análise de falhas, como a realização de exames metalográficos com captura de imagens e outros ensaios não destrutivos.

Comparando as características esperadas com aquelas encontradas através de exames laboratoriais buscamos determinar quais as causas do defeito observado e elaborar sugestões para que não ocorra novamente.

### 2 Revisão bibliográfica

#### 2.1 Alumínio e suas ligas

O alumínio foi identificado enquanto elemento metálico pelo químico britânico Sir Humphry Davy em 1808 ao estudar o alume, um sal hidratado de alumínio e magnésio. O também químico e físico dinamarquês Hans Christian Ørsted, em 1825, conduziu experimentos na tentativa de isolar alumínio metálico, produzindo uma forma impura do metal. Repetindo os experimentos o químico alemão Friederich Wöhler concluiu que Ørsted havia sido malsucedido. Dando continuidade ao trabalho do dinamarquês, Wöhler isolou alumínio em sua forma metálica pela primeira vez em 1827. Seu processo era baseado no uso de potássio como agente redutor <sup>[1]</sup>.

A descoberta da presença de alumínio no abundante minério bauxita e melhorias realizadas no processo de obtenção do metal não foram suficientes para reduzir os custos de produção e popularizar o material. Em meados da década de 1880 alumínio metálico era negociado a preços superiores ao do ouro. Somente com o advento do processo Hall-Heroult no início do século XX se tornou possível produzir alumínio metálico em larga escala e baixo custo. Ainda hoje, esse é o processo utilizado para a obtenção desse metal <sup>[2]</sup>.

O alumínio é um metal altamente reativo. Quando exposto à oxigênio forma rapidamente Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. No entanto, a reação ocorre de tal forma que uma fina camada do óxido – normalmente com espessura entre 50 e 100 angstrons – se forma por toda a superfície do material. Essa camada contínua protege o substrato metálico do contato com o oxigênio em fenômeno denominado passivação. Graças à camada passiva peças de alumínio apresentam boa resistência à corrosão, quando consideramos a escala de corrosão prática <sup>[1; 2]</sup>.

À temperatura ambiente o alumínio encontra-se em estado sólido, apresentando cor prateada e, quando polido, superfície reflexiva. A célula unitária da estrutura cristalina é a cúbica de faces centradas (CFC), sendo estável a partir de 4 K (-269,15°C) e não há transformação alotrópica com o aumento da temperatura até o ponto de fusão. A densidade do sólido é de 2700 kg/m<sup>3</sup> à temperatura ambiente, aproximadamente um terço da maioria dos aços <sup>[2; 3]</sup>.

A variedade de possibilidades de elementos ligantes ao alumínio deu surgimento a dezenas de ligas diferentes com propriedades e aplicações bastante distintas, ao longo dos quase dois séculos desde os experimentos de Ørsted e Wöhler. Essa

enorme gama de ligas também representa uma enorme gama de propriedades físicas que podem ser obtidas <sup>[2; 4; 5]</sup>.

#### 2.1.1 Efeitos dos principais elementos de liga e impurezas

São muitos os elementos encontrados em ligas de alumínio. Cada um com efeitos diversos sobre as propriedades físicas e microestruturais das ligas formadas. Elementos adicionados podem ter um ou mais efeitos, como endurecimento por envelhecimento ou por solução solida, refino de grão, modificação de fases metálicas e intermetálicas, contenção do crescimento de grão a altas temperaturas, aumento da resistência à abrasão, entre outras <sup>[6]</sup>.

É importante também considerar os efeitos das inevitáveis impurezas que podem compor em menor ou maior fração os materiais finais. E também se faz notar o fato de um elemento que aparece como impureza em uma liga, pode ser adicionado propositadamente a outra <sup>[6]</sup>.

O cobre é um dos elementos de liga mais comuns para o alumínio. Sua adição permite à liga ter suas propriedades mecânicas incrementadas através de tratamento térmico, denominado endurecimento por precipitação coerente ou simplesmente envelhecimento. Esse efeito proporciona aumento na resistência à tração, resistência à fadiga e dureza. Esse aumento é máximo em ligas contendo entre 4% e 6% de cobre em massa. No entanto, há propriedades afetadas negativamente pela adição de Cu. O aumento de dureza implica em perda de ductilidade. Além disso o cobre reduz a resistência à corrosão da liga <sup>[7]</sup>. O cobre compõe ligas de alumínio em proporções que ficam entre 2% e 10% em massa <sup>[5]</sup>.

O manganês, metal de liga muito comum na indústria siderúrgica, também é utilizado em ligas de alumínio, sendo adicionado a um máximo de 1,5% em massa. Tem a capacidade de endurecer a liga por mecanismos de solução sólida e endurecimento por dispersão. Também tem efeito positivo sobre a resistência à fadiga de baixo ciclo e sobre a resistência à corrosão <sup>[7]</sup>. Quando adicionado a ligas de alumínio contendo ferro e silício age sobre o intermetálico Al<sub>5</sub>FeSi, que tem formato de discos, propiciando a formação de intermetálico Al<sub>15</sub>(MnFe)<sub>3</sub>Si<sub>2</sub>, de formato cúbico <sup>[8]</sup>. Essa mudança leva a uma melhora na ductilidade dessas ligas. Age também sobre o refino de grão, elevando a temperatura de recristalização <sup>[7]</sup>.

O silício é outro metal muito utilizado em ligas de alumínio. Sua presença melhora a fluidez do alumínio líquido e reduz a contração de ligas fundidas, facilitando o processo de produção de peças em moldes. Sua dispersão na matriz de alumínio alfa auxilia no refino de grão e produz aumento na dureza das ligas <sup>[7]</sup>. Outro benefício é a melhoria na resistência à abrasão. Quando adicionado a uma liga em conjunto com magnésio, permite que a liga se beneficie de tratamento térmico de envelhecimento, produzindo propriedades mecânicas ainda superiores <sup>[8]</sup>. As ligas com os maiores teores de silício utilizam até, aproximadamente, 22% em massa do metal em sua composição <sup>[5]</sup>.

O magnésio não é adicionado a ligas de alumínio somente por sua sinergia com o silício <sup>[8]</sup>. Sua presença também incrementa a resistência da liga e sua dureza sem que haja perda considerável da ductilidade <sup>[7]</sup>. Além disso, não é somente com o silício que é capaz de produzir o efeito de endurecimento por envelhecimento. A presença de zinco em conjunto com o magnésio também produz esse efeito <sup>[8]</sup>. Os teores de magnésio utilizados em ligas de alumínio variam entre 4% e 10% em massa <sup>[5]</sup>.

O já mencionado zinco produz efeito de envelhecimento não só em conjunto com o magnésio, mas também em ligas contendo magnésio e cobre <sup>[8]</sup>. No entanto, sua presença em ligas de alumínio não é livre de efeitos indesejados. A adição desse metal aumenta a suscetibilidade da liga a fraturas por corrosão sob tensão <sup>[7]</sup>. Teores máximos de Zn em ligas de alumínio são de 12% em massa <sup>[5]</sup>.

O cromo é outro elemento utilizado em ligas de alumínio, mas em frações bem menores, atingindo apenas 0,40% em massa no máximo <sup>[5]</sup>. Sua presença suprime o crescimento de grãos a altas temperaturas, o que pode ser utilizado no controle do tamanho de grão de peças que passem por tratamentos térmicos. A presença de cromo tem efeito similar ao manganês no tocante à interação com compostos intermetálicos em ligas contendo ferro e silício. Além disso tem efeito positivo sobre a suscetibilidade à fratura por corrosão sob tensão <sup>[7]</sup>.

Níquel é outro elemento utilizado em baixos teores, com um máximo de 2% em massa <sup>[5]</sup>. Sua presença reduz a perda de resistência mecânica e a dureza de ligas alumíniocobre e alumínio-silício a altas temperaturas. A adição de Ni também é responsável pela redução no coeficiente de expansão térmica <sup>[7]</sup>.

O lítio, presente em teores máximos de 2,6% em massa <sup>[5]</sup>, tem a capacidade de aumentar a dureza de ligas de alumínio por efeito de endurecimento por precipitação.

Sua presença também aumenta o módulo de elasticidade e reduz a massa específica da liga <sup>[7]</sup>.

Titânio é comumente encontrado em ligas de alumínio em pequenas quantidades, nunca excedendo os 0,35% em massa <sup>[5]</sup>. Sua presença tem efeito sobre o tamanho dos grãos primários – os primeiros a se formarem durante o processo de solidificação. Isso se dá pela formação de núcleos de Al<sub>3</sub>Ti <sup>[7]</sup>. Muitas vezes a adição de titânio é acompanhada da adição de boro. Esse último nunca excedendo os 0,3% em massa <sup>[5]</sup>. O boro forma com o titânio núcleos de TiB<sub>2</sub>, também proporcionando um efeito de refino dos grãos primários <sup>[7]</sup>.

Zircônio e vanádio, com máximos teores em massa respectivos de 0,3% e 0,2% <sup>[5]</sup>, têm o efeito de inibir a recuperação e a recristalização, elevando a temperatura necessária para que o processo ocorra. Esse é, na maioria das vezes, um efeito indesejado, pois acarreta em aumento de custos para a realização da recristalização <sup>[7]</sup>.

Quatro elementos encontrados em pequenas frações agem sobre a fase de silício em ligas eutéticas e hipoeutéticas alumínio-silício, alterando sua morfologia de partículas grosseiras para uma estrutura fina e alongada. A transformação aumenta a ductilidade das ligas <sup>[7]</sup>. Os elementos são antimônio (máximo de 0,5% em massa), cálcio (máximo de 0,015% em massa), estrôncio (máximo de 0,05% em massa) e sódio (máximo de 0,015% em massa) <sup>[5]</sup>.

Estanho é utilizado em concentrações bastante variáveis, tendo como mínimo 0,03% em massa em algumas ligas forjadas e indo até cerca de 25% em algumas ligas fundidas <sup>[5]</sup>. Em pequenas quantidades, melhora significativamente a reposta de ligas alumínio-cobre a tratamento térmico. Por sua baixa solubilidade no alumínio sólido (quando comparada à solubilidade em alumínio líquido) o estanho tende a formar grãos puros entre os grãos de alumínio, o que leva a perda de resistência <sup>[7]</sup>. Trabalho a frio seguido de recozimento a 350°C faz com que o estanho forme uma rede tridimensional, reduzindo os efeitos negativos <sup>[8]</sup>.

O ferro é, para a maioria das ligas de alumínio, considerado uma impureza. Sua presença acarreta na formação de intermetálicos AI-Fe levando a um aumento da resistência do material, mas uma perda considerável de ductilidade <sup>[7]</sup>. Mesmo em ligas onde o ferro é adicionado propositadamente, seu teor nunca supera 1,1% em massa <sup>[5]</sup>.

Algumas ligas utilizam da adição de bismuto, chumbo e cádmio que são metais com baixo ponto de fusão e baixa solubilidade no alumínio sólido, por tanto, formam fase distinta com facilidade <sup>[7]</sup>. A presença de precipitados desses metais tem o objetivo de melhorar a usinabilidade das ligas, melhorando o desprendimento de cavacos, reduzindo o arraste de material e reduzindo o desgaste das ferramentas de corte <sup>[8]</sup>. Em ligas que contém chumbo e bismuto, os dois metais são usualmente adicionados em frações similares – cerca de 0,5% em massa de cada um. Isso é feito porque o bismuto ao se expandir durante a solidificação compensa quase completamente a contração do chumbo. Nessas ligas os dois elementos tendem a precipitar em conjunto, formando precipitados globulares <sup>[7]</sup>.

#### 2.1.2 Séries de Ligas

As ligas de alumínio são agrupadas em séries de acordo com os principais elementos de liga em cada grupo. Essa similaridade de composição resulta em proximidade de características físicas e mecânicas e, por consequência, de aplicação <sup>[8; 9]</sup>.

A série 1000 representa o alumínio comercialmente puro. Para ser considerado como tal, o alumínio precisa apresentar um grau de pureza de no mínimo 99,00%. A denominação dos integrantes da série 1000 é dada de acordo com o grau de pureza, sendo que os últimos dois dígitos da designação são os mesmos que vêm após o ponto decimal da porcentagem de pureza do material. Sendo assim, alumínio 1000 apresenta pureza de 99,00%, o alumínio 1099, pureza de 99,99% <sup>[8; 9]</sup>.

O alumínio comercialmente puro apresenta boa condutividade térmica e elétrica, mas propriedades físicas muito inferiores na comparação com aços. Por isso suas principais aplicações estão em componentes de sistemas térmicos e elétricos onde não são exigidos mecanicamente <sup>[10; 11]</sup>.

A série 2000 tem como principal elemento de liga o cobre <sup>[12]</sup>. Essa categoria de ligas é a mais antiga, sendo a liga hoje denominada por 2017 (conhecida como duralumínio) produzida pela primeira vez no início do século XX quando da descoberta pelo alemão Alfred Wilm do fenômeno de endurecimento por precipitação <sup>[13]</sup>. Ainda hoje as ligas pertencentes à essa série são alcunhadas de duralumínio <sup>[8; 9; 14]</sup>.

As ligas pertencentes à série 2000 apresentam elevadas propriedades mecânicas, reagem bem a tratamentos térmicos de envelhecimento e envelhecem naturalmente – pela formação de zonas de Guinier-Preston <sup>[15]</sup>. No entanto, na comparação com

outras ligas de alumínio, apresentam menor resistência à corrosão, dificuldades de soldagem e limitações na conformabilidade, sendo inadequadas a processos de alta conformação <sup>[8; 10]</sup>.

Os teores de cobre para as ligas dessa série variam de 0,1% a 6,8% em massa <sup>[5]</sup>. O diagrama de equilíbrio na Figura 1 apresenta as fases formadas por esse sistema. As ligas da série 3000 apresentam como principal elemento de liga o manganês <sup>[12]</sup>. Diferentemente das ligas da série anterior, essa série não pode ser endurecida por tratamento térmico ou envelhecimento. A principal forma de endurecimento é o encruamento, por trabalho a frio. Ainda assim ligas dessa série têm grande importância comercial, principalmente na fabricação de panelas e de latas para a indústria de bebidas. Os teores de manganês presentes variam de 0,05% a 1,80% em massa. Como pode ser observado no diagrama de equilíbrio da Figura 2, nessa faixa de concentração de manganês há pouca formação de fase beta, quando ela ocorre <sup>[8; 10]</sup>.

As ligas da série 4000 se baseiam no sistema alumínio-silício <sup>[12]</sup>. As ligas desse conjunto também não são termicamente tratáveis. No entanto, enquanto as ligas 3000 são utilizadas principalmente forjadas, as 4000 veem aplicações principalmente em peças fundidas, como pistões para motores de automóveis e aviões. Isso não quer dizer que não encontrem outras aplicações, como metais de adição para soldagem <sup>[9]</sup>. As características conferidas pelo silício, expostas anteriormente, são responsáveis pela preferência pelo uso das ligas dessa série em aplicações nas quais a qualidade da estrutura de solidificação é de fundamental importância <sup>[8; 10]</sup>. Podemos observar pelo diagrama de fases da Figura 3 que o sistema AI-Si é bastante simples, apresentando um ponto eutético à concentração de 12,6% em massa de silício.



Figura 1: Parte do diagrama de equilíbrio Al-Cu<sup>[16]</sup>



Figura 2: Parte do diagrama de equilíbrio Al-Mn<sup>[16]</sup>



Figura 3: Diagrama de equilíbrio AI-Si<sup>[16]</sup>

A série 5000 engloba as ligas que fazem uso, como principal elemento de liga, do magnésio <sup>[12]</sup>. Como as duas séries anteriores, não são tratáveis termicamente, mas são endurecidas por trabalho a frio e solução sólida. O magnésio, por garantir a manutenção da ductilidade após o encruamento, boa soldabilidade e resistência à corrosão, faz com que as ligas 5000 apresentem o melhor equilíbrio entre essas propriedades e a resistência mecânica <sup>[17]</sup>. Nessa última categoria, as ligas da série 5000 se encontram intermediárias às ligas da série 3000 e as que se beneficiam de endurecimento por precipitação (séries 2000, 6000 e 7000) <sup>[8; 10]</sup>.

Em geral, as ligas 5000 são empregadas quando há necessidade de boas propriedades mecânicas aliadas a excelente resistência à corrosão, como na indústria naval. Alguns dos membros desse grupo são empregados na indústria de embalagens de bebidas, indústria automobilística e também como metal de adição para soldagem [8; 10].

Dependendo da liga específica, o teor de magnésio varia entre 0,20% e 6,20% em massa <sup>[5]</sup>. A Figura 4 abaixo, de parte do diagrama de equilíbrio do sistema AI-Mg, indica a presença de fase beta à temperatura ambiente. Essa é a fase responsável pelo endurecimento por precipitação.



Figura 4: Parte do diagrama de equilíbrio do sistema Al-Mg<sup>[16]</sup>

As ligas de alumínio da classe 6000 têm como principais elementos de liga o magnésio e o silício <sup>[12]</sup>, que formam o intermetálico Mg<sub>2</sub>Si, garantindo boa resposta a tratamentos térmicos e de endurecimento por precipitação. Nas ligas dessa série a proporção de magnésio para silício ou é estequiométrica para a formação de silicato de magnésio ou apresenta silício em excesso. O silício não retido na formação do silicato auxilia na melhora de propriedades mecânicas <sup>[8; 10]</sup>, mas acaba por diminuir a resistência da liga à corrosão e potencialmente dificultar o processo de extrusão<sup>[18]</sup>.

A série 7000 encontra no zinco seu principal elemento de liga <sup>[12]</sup>. No entanto, a maior parte das ligas usa outros elementos, sendo os principais sistemas AI-Zn-Mg e AI-Zn-Mg-Cu. Por conta de sua alta solubilidade em alumínio (fase alfa) o zinco não tem influência apreciável sobre a microestrutura da liga. As ligas dessa série, assim como as da série 6000, apresentam ganho significativo de dureza quando submetidas à tratamento térmico de solubilização e envelhecimento <sup>[7; 8; 10]</sup>.

Sendo a série de ligas que atinge os maiores índices de dureza entre todas as ligas de alumínio, sua principal aplicação está na indústria aeronáutica <sup>[19]</sup>. Com teores de Zn variando entra 0,8% e 12% em massa <sup>[5]</sup> o diagrama de equilíbrio da Figura 5 mostra como a solubilidade do elemento de liga é bastante alta na matriz de alumínio. Isso favorece a dispersão de precipitados e, por consequência, o endurecimento por precipitação <sup>[8; 10]</sup>.



Figura 5: Diagrama de equilíbrio do sistema Al-Zn<sup>[16]</sup>

A série 8000 engloba todas as ligas que não se encaixam em nenhuma das categorias anteriores, sendo mais um agrupamento de ligas baseadas em sistemas diversos do que propriamente uma série. Por conta disso não há uniformidade nas propriedades ou nas aplicações. Os principais sistemas englobados na nomenclatura 8000 são o alumínio-lítio, que pode ser acrescido de cobre (Al-Cu-Li) ou magnésio (Al-Mg-Li), alumínio-ferro e alumínio-estanho <sup>[8; 9; 10]</sup>.

#### 2.1.3 Têmperas

O termo "têmpera", no contexto do processamento de ligas de alumínio, se refere a um estado induzido por tratamento térmico ou mecânico produzindo estruturas ou propriedades mecânicas características. É necessário diferenciá-la da mesma expressão usada no contexto de tratamento de aços, que se refere a processo completamente diferente <sup>[6]</sup>.

O sistema de nomenclatura de temperas é determinado pelo *International Alloy Designation System (IADS)*, desenvolvido a partir da classificação estipulada pela *Aluminum Association of the United States*. A designação do tratamento sucede o número que determina a composição da liga e é separado por um hífen (6061-T5, por exemplo). Ela é composta por uma letra que indica o tratamento básico seguida de números que indicam as condições desse tratamento [<sup>6</sup>].

Na Figura 6 está apresentado um fluxograma que indica todas as codificações de tratamentos possíveis e o que elas significam.



Figura 6: Esquema ilustrativo dos tipos de tratamento dados a ligas de alumínio

- F (como fabricado) Significa que não é feito nenhum controle sobre as condições de processo, propriedades mecânicas ou microestruturais. Por tanto, não é possível fazer nenhuma garantia a respeito do material além de sua composição <sup>[6; 20]</sup>.
- O (recozido) Indica que o material passou apenas por processo de recozimento, garantindo máxima maleabilidade e conformabilidade <sup>[6; 20]</sup>.
- H (trabalhado a frio) Aplicado a ligas não tratáveis termicamente (séries 1000, 3000, 4000 e 5000) nas quais o aumento de resistência é consequência do encruamento obtido através de deformações mecânica. Um ou mais dígitos sempre seguem a letra H detalhando operações subsequentes e o grau de deformação <sup>[6; 20]</sup>.
  - 1 (somente trabalhado a frio) Não é feito nenhum tratamento além da deformação mecânica <sup>[6; 20]</sup>.
  - 2 (trabalho a frio e recozimento parcial) O material passa por recozimento após a deformação mecânica. É realizada deformação além da necessária para a obtenção das propriedades mecânicas desejadas e o processo de recozimento parcial as reduz ao patamar estipulado. Há redução das tensões residuais <sup>[6; 20]</sup>.
  - 3 (trabalho a frio e estabilização) Algumas ligas, como as da série 5000, após o trabalho a frio amolecem com o passar do tempo. Por tratamento térmico esse processo é acelerado e a liga estabilizada para que não haja variações indesejadas posteriores nas propriedades mecânicas <sup>[6; 20]</sup>.
    - O segundo dígito se refere ao grau de deformação aplicado ao material. Normalmente são especificados dígitos pares, como indicado na Figura 6, mas números ímpares com graus de deformação intermediários também podem ser utilizados. O dígito 8 (duro) refere-se a um material que sofreu aproximadamente 75% de deformação após seu recozimento total. As frações representadas pelos demais dígitos são referentes a esse grau de deformação [6; 20].
- T (tratamento térmico) Aplicado a ligas termicamente tratáveis (2000, 6000 e 7000) e é seguido de um ou mais dígitos <sup>[6; 20]</sup>.
  - 1 (Solubilização e envelhecimento natural) O aumento de temperatura decorrente de processos de conformação leva à solubilização parcial de precipitados que não voltam a se formar com o resfriamento controlado. O

material é então envelhecido naturalmente, ou seja, sem tratamento térmico e até a condição de equilíbrio (fases estáveis)<sup>[6; 20]</sup>.

- 2 (Solubilização parcial, trabalho a frio e envelhecimento natural) Semelhante à tempera T1 apenas com a adição de trabalho a frio a fim de incrementar as propriedades mecânicas do material <sup>[6; 20]</sup>.
- 3 (Solubilização, trabalho a frio e envelhecimento natural) Similar à tempera T2, mas com o processo de solubilização sendo levado até o fim para a homogeneização da composição da liga e consequente garantia da distribuição homogênea dos precipitados de fase secundária <sup>[6; 20]</sup>.
- 4 (Solubilização e envelhecimento natural) Solubilizado e envelhecido naturalmente a uma condição estável. Como a tempera T3, com a exclusão do trabalho a frio <sup>[6; 20]</sup>.
- 5 (Solubilização parcial e envelhecimento artificial) Similar à têmpera T4, mas com tratamento térmico para o envelhecimento. Diferente do natural, o envelhecimento artificial não é levado até uma situação estável. O processo é interrompido quando há a presença de precipitados metaestáveis, o que garante propriedades mecânicas mais elevadas <sup>[6; 20]</sup>.
- 6 (Solubilização e envelhecimento artificial) A solubilização é realizada para que ocorra a homogeneização da distribuição dos precipitados metaestáveis quando realizado o envelhecimento artificial, similar à outras têmperas que envolvem solubilização <sup>[6; 20]</sup>.
- 7 (Solubilização e estabilização) Material estabilizado é aquele que passa por tratamento térmico de envelhecimento artificial até uma situação de estabilidade. Também chamado de superenvelhecimento pois passa pela situação de precipitados metaestáveis e procede até a situação de equilíbrio <sup>[6; 20]</sup>.
- 8 (Solubilização, trabalho a frio e envelhecimento artificial) O tratamento de envelhecimento artificial reconstitui parte do encruamento gerado pelo trabalho a frio. Por tanto, é necessário que o ganho de propriedades devido ao trabalho a frio – e o grau de deformação – exceda o desejado para o produto final <sup>[6; 20]</sup>.
- 9 (Solubilização, envelhecimento artificial e trabalho a frio) Invertendo a ordem dos procedimentos em relação à têmpera T8 elimina-se a necessidade de deformação extra para compensar a recuperação no tratamento térmico. No entanto o ganho de propriedades mecânicas por conta do envelhecimento torna

o trabalho a frio mais difícil. Além disso, a deformação mecânica pode alterar levemente a distribuição e morfologia dos precipitados <sup>[6; 20]</sup>.

 0 10 (Solubilização parcial, envelhecimento artificial e trabalho a frio) – Como a tempera T9, mas o processo de solubilização parcial altera a distribuição dos precipitados <sup>[6; 20]</sup>.

#### 2.2 Liga de alumínio 6262-T6

#### 2.2.1 Composição

A liga alumínio 6262, também designada por Al Mg1SiPb (ISO), tem sua composição definida por diversas normas. No Brasil tem-se a norma ABNT NBR ISO 209:2010, que é uma tradução direta da norma ISO 209 – 2006. Versando sobre as mesmas ligas existe também a norma internacional ASTM B211 – 12. Todas as normas supracitadas descrevem as mesmas ligas, indicando as mesmas composições.

A liga 6262 é, em essência, a liga 6061 com a adição de chumbo e bismuto em pequenas quantidades e, por tanto, apresenta características mecânicas muito próximas a essa última quando aplicada o tratamento térmico T6 <sup>[20]</sup>.

A Tabela 1 traz os limites de composição definidos para a liga de alumínio 6262 retiradas diretamente da norma publicada pela *ASTM International*.

Elemento	Fração (% em massa)	
Mg	0,8-1,2	
Si	0,40 - 0,8	
Fe	0,7 máx.	
Cu	0,15 – 0,40	
Mn	0,15 máx.	
Cr	0,04 - 0,14	
Zn	0,25 máx.	
Ti	0,15 máx.	
Bi	0,40 - 0,7	
Pb	0,40 - 0,7	
Outros (Cada)	0,05 máx.	
(Total)	0,15 máx.	

Tabela 1: Composição da liga de alumínio 6262 segundo a norma ASTM B221 – 12<sup>[5]</sup>.

O silício promove melhora nas propriedades mecânicas da liga, mas reduz a resistência à corrosão <sup>[18]</sup>. O magnésio aumenta significativamente a resistência mecânica sem causar grande redução na ductilidade <sup>[4]</sup>, como se esperaria. No caso das ligas da série 6000, a função principal da adição desses dois elementos é a

formação do intermetálico <sup>[8]</sup>. A formação das fases beta' e beta", precipitados antecessores do Mg<sub>2</sub>Si, é o que confere às ligas dessa série o aprimoramento das propriedades mecânicas pelo processo de envelhecimento artificial <sup>[21]</sup>.

O cobre também tem a função de incrementar as propriedades mecânicas da liga, facilita o endurecimento por precipitação e o processo de envelhecimento <sup>[4]</sup>. Ainda similar ao silício, tem efeito deletério sobre a resistência à corrosão, mas somente quando presente em concentração superior à 0,50% em massa <sup>[7]</sup>, o que não é o caso para a liga 6262.

A adição de manganês e de cromo tem pequeno efeito de reforço das propriedades mecânicas e são adicionados principalmente por seu efeito de refino do tamanho de grão <sup>[8]</sup>. O cromo tende a formar fases dispersas, devido principalmente a seu baixo coeficiente de difusão no alumínio, as quais inibem o crescimento de grão e a nucleação de novos grãos <sup>[7; 9]</sup>.

A adição de chumbo e bismuto em quantidades praticamente idênticas promove melhor comportamento da liga quando usinada. Ambos os elementos formam fases dispersas com baixo ponto de fusão o que garante bom desprendimento dos cavacos e reduzindo a possibilidade de arraste de material. Isso ajuda a garantir bom acabamento das peças reduzindo ou eliminando a necessidade de processos de acabamento posteriores<sup>[22]</sup>.

Os outros elementos presentes na liga são considerados impurezas. O ferro – impureza mais comum nas ligas de alumínio – apesar de sua pequena presença, tem o poder de reduzir a resistência à corrosão da liga <sup>[7; 12]</sup>. A quantidade de titânio presenta na liga 6262 não é suficiente para agir sobre o refino de grão, sendo apenas uma impureza sem efeitos notáveis <sup>[8]</sup>.

#### 2.2.2 Fases e diagramas de fases

Sendo uma liga majoritariamente constituída por alumínio, a fase com maior fração na liga 6262 é a do alumínio alfa. Como exposto na seção anterior, são muitos os constituintes que formam fases dispersas, sendo a mais importante delas a do intermetálico Mg<sub>2</sub>Si. Sendo assim, o diagrama de fases mais adequado para estuda-las é o pseudobinário AI - Mg<sub>2</sub>Si. Uma seção do referido diagrama está representada na Figura 7. Calculado a partir de uma seção do ternário AI – Mg – Si onde a proporção

Mg/Si é a estequiométrica para a formação do Mg<sub>2</sub>Si, esse diagrama de fases indica a baixíssima solubilidade do intermetálico na fase alfa à temperatura ambiente <sup>[23]</sup>. A composição da liga 6262, como indicada na Tabela 1, tem teor de Mg<sub>2</sub>Si variando entre 1,2% e 2,0% em massa.



Figura 7: Diagrama pseudobinário do sistema AI – Mg<sub>2</sub>Si<sup>[23]</sup>

Sendo uma liga submetida à tempera T6 (solubilização e envelhecimento artificial) com o intuito de incrementar sua dureza, encontram-se distribuídas ao longo da matriz de fase alfa as fases metaestáveis beta" e beta'. A fase beta" apresentando formato de agulhas e beta', formato de bastonetes <sup>[20; 21]</sup>. O chumbo e o bismuto presentes na composição formam precipitados de baixo teor de alumínio, dimensões superiores às dos precipitados beta" e beta' e formato próximo ao esférico quando precipitados em conjunto. O chumbo precipita sempre em pequenas esferas. Já o bismuto, quando desacompanhado, forma precipitados de maiores dimensões em formato alongado <sup>[22]</sup>.

As fases formadas pelo magnésio e pelo silício, assim como a formada pelo chumbo e bismuto, auxiliam no desprendimento dos cavacos quando a liga 6262 é usinada. No entanto, o aumento de dureza proporcionado por elas leva a diminuição na conformabilidade, o que significa dificuldade na extrusão <sup>[24]</sup>.

#### 2.2.2 Efeitos do tratamento térmico T6

O tratamento térmico de envelhecimento, denominado T6, provoca a formação de partículas de fase beta' e beta" uniformemente distribuídas através da matriz alfa dificultando o deslocamento de discordâncias e aumentando a dureza do material. As variáveis de controle de processo são a temperatura a que o material é submetido e o tempo em que ele é mantido a essa temperatura. O tratamento de envelhecimento artificial da liga 6262 é realizado a temperaturas de aproximadamente 175°C com o tempo de tratamento variando de acordo com as dimensões da peça <sup>[25]</sup>.

A temperatura favorece a difusão dos átomos dos elementos de liga através da matriz de alumínio (alfa) e, sendo a solubilidade do silício nessa matriz menor do que a do magnésio, o processo de envelhecimento se inicia pela formação de aglomerados de átomos do primeiro. A distribuição desses conjuntos de átomos é uniforme ao longo do espaço <sup>[25]</sup>.

A etapa seguinte é a difusão de átomos de magnésio em direção dos aglomerados de silício e sua associação a eles. Isso forma zonas de formato esférico num primeiro momento, chamadas de zonas de Guinier-Preston. As zonas de GP não apresentam coerência interna, sendo pouco mais que zonas de concentração desses elementos de liga <sup>[21; 25]</sup>.

Conforme essas zonas crescem, ficam alongadas assumindo a forma de agulhas e formando precipitados intermediários denominados beta". Essa fase nada mais é do que o resultado do ordenamento dos aglomerados de átomos de silício e magnésio<sup>[21; 25]</sup>.

Heterogeneidades na estrutura cristalina da matriz alfa, como contornos de grão e discordâncias podem favorecer a formação de precipitados da fase beta" <sup>[21]</sup>.

Com a continuação do processo de tratamento térmico os precipitados beta" crescem e perdem ordenação, formando beta'. As duas fases são consideravelmente distintas tanto do ponto de vista morfológico, quanto do geométrico. Beta" é uma fase totalmente ordenada, distribuída ao longo da fase alfa na forma de agulhas. Beta' é uma fase semi-ordenada, apresentando a forma de bastonetes de dimensões superiores às das agulhas da fase beta".

Os maiores valores de dureza das ligas da série 6000 são atingidos quando há a presença das fases beta' e beta", ambas metaestáveis <sup>[20; 21]</sup>.

Com tempos de tratamento mais prolongados os precipitados beta' se rearranjam na fase beta (Mg<sub>2</sub>Si). O precipitado de equilíbrio (beta) se apresenta na forma de

plaquetas quadradas de dimensões relativamente grandes. O prolongamento do tratamento terá apenas o efeito de aumentar as dimensões dos precipitados de fase beta. A formação de fase beta está associada a perda de dureza do material e esse estágio é chamado de superenvelhecimento <sup>[20; 25]</sup>. A sequência completa de precipitação da fase beta está resumida na Figura 8 abaixo.



Figura 8: Sequência de precipitação da fase Beta em ligas de alumínio da série 6000

A liga 6262 com têmpera T6 apresenta as fases principais, sendo a majoritária a fase alfa, composta por alumínio e quaisquer elementos nele dissolvidos. A presença de precipitados beta" e beta' é o resultado do tratamento térmico e confere a liga suas propriedades mecânicas elevadas. Outra das fases é composta por chumbo e bismuto que também precipitam independentemente – outras duas fazes. Por sua baixa solubilidade em alfa esses elementos formam precipitados bastante distintos que são responsáveis pelas boas características de usinabilidade da liga. Outra fase esperada é o intermetálico AI-Fe, devido ao alto teor de ferro na liga.

#### 2.3 Extrusão

A extrusão é um processo de conformação mecânica pelo qual é possível criar produtos com seções fixas. O princípio no qual a extrusão é baseada é bastante simples: o material é forçado através de um molde com a seção desejada com força suficiente para que escoe através dele e tome sua forma, criando um perfil alongado<sup>[26]</sup>.

Essa técnica permite a criação de perfis complexos que, por outras técnicas de fabricação seriam impossíveis ou extremamente custosos. Outra grande vantagem está no fato de o material forçado através do molde só ser submetido a forças de compressão e cisalhamento, nunca de tração. Isso permite processar tanto materiais dúcteis como frágeis <sup>[26; 27]</sup>.

O processo é realizado em uma prensa hidráulica, na qual um tarugo do material a ser extrudado é colocado em uma câmara. O fundo da câmara é fechado por um pistão hidráulico e a frente pelo molde ou matriz de extrusão. O pistão é então

acionado, forçando o material através da matriz e produzindo o perfil desejado. A Figura 9 mostra uma representação esquemática do equipamento e do processo [26].



Figura 9: Representação esquemática do equipamento de extrusão [28]

#### 2.3.1 Extrusão a quente

No caso da extrusão de alumínio, a matéria prima é pré-aquecida acima de sua temperatura de plastificação antes de ser submetida ao processo de extrusão. Isso não é feito exclusivamente com o alumínio, mas com uma grande variedade de materiais, principalmente aqueles que apresentam grande resistência mecânica. No caso das ligas de alumínio, a temperatura de aquecimento fica na faixa entre 375°C e 475°C <sup>[26]</sup>.

O aquecimento evita que o material encrue e aumente de dureza durante o processo. Caso isso ocorra, a força necessária para realizar a conformação cresce bastante, aumentando o gasto energético. Além disso, um material extremamente duro submetido a grandes forças poderia se romper durante o processamento <sup>[26; 29]</sup>.

Muitas vezes, para evitar o desgaste da ferramenta, a matriz também é aquecida antes do processo de extrusão <sup>[26]</sup>.

O aquecimento do tarugo gera a formação de óxidos em sua superfície. Essa camada, por sua vez, prejudica o fluxo do metal através da matriz, gerando um acabamento superficial pouco refinado <sup>[26]</sup>.

Devido à grande deformação do tarugo metálico na extrusão, este se aquecerá ainda mais, tornando o controle de temperatura bastante importante. Sem o devido controle da temperatura do material a superfície do extrudado pode atingir a temperatura de fusão, gerando trincas e outros defeitos <sup>[26; 29]</sup>.

A barra extrudada, ao sair da prensa, ainda se encontra em alta temperatura e altamente maleável. Para se obter um perfil reto é necessário esticá-lo, o que é feito

entre os mordentes de um esticadeira hidráulica. Isso naturalmente provoca o alongamento da peça, que usualmente fica em torno dos 3%, mas não é definido a priori <sup>[26]</sup>.

#### 2.3.2 Extrusão a frio

Materiais com propriedades mecânicas menos elevadas podem passar por processo de extrusão sem o aquecimento prévio. A esse processo dá-se o nome de extrusão a frio. Essencialmente o processamento do material é o mesmo, removendo unicamente a etapa de pré-aquecimento <sup>[26; 29]</sup>.

Sem o aquecimento, a matéria prima é menos maleável e não há recuperação da estrutura cristalina. Assim o perfil extrudado apresenta encruamento na sua camada externa, o que lhe confere maior dureza superficial. A ausência da camada de óxido no tarugo antes da conformação auxilia no fluxo do metal e acarreta em um acabamento superficial melhor, quando comparado à extrusão a quente <sup>[26; 27]</sup>.

A deformação mecânica ainda gera calor no processo. Assim, o perfil extrudado sofre aquecimento, sendo que a variação de temperatura pode chegar aos 130°C. O controle de temperatura é menos rigoroso, mas ainda deve ser realizado <sup>[26]</sup>.

O alumínio também pode ser extrudado a frio. Isso é feito quando o perfil sendo produzido é de baixa complexidade – cilíndrico ou quadrado, por exemplo – ou a liga apresenta baixa resistência mecânica <sup>[26]</sup>.

#### 2.3.3 Influência na microestrutura do alumínio

A extrusão é um processo de conformação termo mecânica, e como outros processos dessa natureza influencia a microestrutura do material trabalhado. Dois são os fatores de processo que alteram marcadamente o material: temperatura e deformação <sup>[27; 29]</sup>. As temperaturas atingidas na extrusão a quente, principalmente, são suficientes para solubilizar os precipitados existentes na estrutura bruta de fundição. Dessa forma, os elementos de liga se difundem pelo material, homogeneizando sua composição. Isso influencia diretamente a estrutura resultante de qualquer tratamento térmico posterior <sup>[27]</sup>.

Outro efeito importante da temperatura é sobre o tamanho de grão. A temperatura atingida após a extrusão é superior à temperatura de recristalização do material, eliminando qualquer tensão residual proveniente de encruamento. Dependendo da temperatura de pré-aquecimento do tarugo e do aquecimento causado pela

deformação, o alumínio pode atingir a temperatura de recristalização e crescimento dos grãos. Caso isso ocorra, quando do resfriamento do perfil extrudado, novos contornos de grão se formarão, criando uma estrutura independente da existente anteriormente<sup>[27]</sup>.

Ao pressionar o metal através da cavidade da matriz, formam-se três zonas distintas, no tocante ao fluxo do metal. Uma zona triangular localizada junto à matriz, mas afastada da abertura onde praticamente não há movimento de material. As outras duas são zonas concêntricas de formato cônico, cujo ápice se encontra na abertura da matriz. A parte interna escoa mais distante dos limites da ferramenta, tornando-se o núcleo da forma extrudada. Toda a deformação nessa região ocorre por alongamento. O cone externo é deformado quase que exclusivamente por forças de cisalhamento e forma a camada externa do extrudado <sup>[27]</sup>. A Figura 10 apresenta uma seção longitudinal de um tarugo durante a extrusão, evidenciando as regiões que sofrem maiores deformações.



Figura 10: Seções longitudinais de lingotes compostos por discos de duas ligas de alumínio com características de extrusão similares <sup>[30]</sup>.

Isso implica que a região central da secção transversal de um produto extrudado sofreu muito menos deformação do que a região mais próxima à superfície. Devido à temperatura atingida durante a extrusão, ou mesmo em tratamentos térmicos subsequentes, a região com deformação mais aguda pode recristalizar e apresentar crescimento de grão, formando uma estrutura mais grosseira que o núcleo <sup>[27]</sup>.

O controle sobre o tamanho de grão do material extrudado é especialmente importante quando o perfil – ou uma peça produzida a partir dele – passar por processo de anodização. Um dos defeitos observados em peças de alumínio anodizadas é a presença de manchas aparentemente aleatórias <sup>[31]</sup>, como mostrado na Figura 11. Esse tipo de padrão de manchas está associado a grãos de tamanho elevado no metal subjacente <sup>[31]</sup>.



Figura 11: Imagem de anodização com manchas causadas por tamanho de grão grosseiro no metal<sup>[32]</sup>

#### 2.4 Anodização

Anodização é um processo que faz uso de corrente elétrica para aumentar a espessura da camada de óxidos naturalmente formada sobre certos metais. O nome deriva do fato de a peça ser colocada na qualidade de anodo na célula eletrolítica durante o processo. Os principais objetivos da anodização são incrementar a resistência do componente à corrosão e ao desgaste, mas também é utilizado para melhorar a adesão de tintas e também para realizar a coloração das superfícies, seja por razões puramente estéticas ou para codificação por cores <sup>[33]</sup>.

Por conta da alta reatividade do metal, peças de alumínio expostas a atmosferas contendo oxigênio sofrem oxidação em sua superfície formando uma camada passiva de óxido de alumínio amorfo com espessura variando entre 2 nm e 3 nm garantindo boa proteção <sup>[34]</sup>. Nas ligas de alumínio a espessura da camada passiva é maior, entre

5 nm e 15 nm, dependendo da composição, no entanto essa camada mais espessa não protege o material da mesma forma que ao alumínio não ligado<sup>[12]</sup>.

Na realidade, essa espessura maior é indicativa de uma maior suscetibilidade do material à oxidação. Como colocado na seção anterior, alguns elementos de liga e impurezas são os responsáveis pela diminuição da resistência à corrosão. Pelo exposto justifica-se a utilização de anodização sobre peças de ligas de alumínio.

O primeiro processo de anodização fazia uso do ácido crômico como eletrólito. Atualmente ele praticamente não vê uso por conta do risco à saúde e ao ambiente que esse ácido apresenta e por conta do desenvolvimento do processo utilizando ácido sulfúrico. Esse processo mais recente é capaz de produzir camadas anódicas de maior qualidade e sem oferecer os mesmos riscos de seu antecessor <sup>[33]</sup>.

Com o uso do ácido sulfúrico como eletrólito em variadas concentrações, e controlando os outros parâmetros de anodização – temperatura, voltagem e densidade de corrente – é possível produzir camadas anódicas de diferentes espessuras. Cada faixa de espessura é adequada a uma gama de aplicações que variam suas exigências quanto à resistência ao desgaste e à corrosão. A

relaciona a variação dos parâmetros de acordo com a espessura de camada pretendida e a aplicação própria. O fluxograma – Figura 12 – em seguida indica quais as etapas do processo completo são aplicadas dependendo da aplicação pretendida [35].

Condições de trabalho	Arquitetura	Fins técnicos	Bens de
			consumo
Concentração de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (g/L)	160 a 210	100 a 180	100 a 130
Voltagem (V)	14 a 20	20 a 80 por fase	12 a18
Temperatura (°C)	17 a 21	-2 a 2	18 a 24
Densidade de corrente A/dm <sup>2</sup> )	1,2 a 2,0	2,5 a 4,0	1,0 a 1,5
Espessura pretendida (µm)	15 a 25	50 a 100	3 a 8

Tabela 2: Relação entre os parâmetros de anodização e a aplicação da peça<sup>[36 modificado]</sup>



Figura 12: Fluxograma das etapas do processo de anodização

#### 2.4.1 Enganchamento

O enganchamento nada mais é do que a colocação das peças a serem anodizadas em suportes de alumínio ou titânio. Esses suportes devem apresentar certas características a fim de garantir o bom andamento do processo e sua qualidade. Em prol da produtividade devem garantir que a montagem e desmontagem das peças seja simples, fácil e ágil <sup>[31]</sup>.

Os pontos de contato entre o suporte e as peças anodizadas além de ficarem inacessíveis ao banho e, portanto, não recebem a camada de proteção possuem outras particularidades que devem ser observadas. O dimensionamento cuidadoso dos pontos de contato deve garantir que a densidade de corrente no local não ultrapasse 1 A/mm<sup>2</sup>, caso contrário ocorrerá aquecimento excessivo (por efeito Joule) e a região ficará escurecida <sup>[37]</sup>. Sua distribuição deve garantir firmeza de fixação evitando que a peça se desloque por conta da movimentação da gancheira, da submersão, emersão e agitação do banho <sup>[31]</sup>.
O projeto das gancheiras também tem de observar alguns cuidados. Deve garantir que as peças estejam posicionadas de forma a que, ao emergir de um banho, a solução seja drenada rápida e completamente, impedindo a contaminação do banho seguinte. O posicionamento também deve garantir que não haja acumulo do gás desprendido durante a anodização em nenhum ponto. Caso bolhas se formem, o local não apresentará cobertura suficiente (ou por completo) apresentando uma mancha e propriedades aquém das desejadas <sup>[31]</sup>.

#### 2.4.2 Preparação mecânica

São diversos os processos de preparação mecânica aos quais peças em alumínio e suas ligas podem ser submetidos nessa etapa. Cada um deles tem efeitos particulares sobre a peça acabada, mas todos objetivam um melhor acabamento superficial pela eliminação de defeitos que possam estar presentes <sup>[38]</sup>.

Uma das maneiras mais simples de preparar a superfície de uma peça de alumínio é com o jateamento de abrasivos secos (que podem ser metálicos ou não) para realizar a limpeza. Ideal para a remoção de resíduos de fundição, normalmente não causa deformações no material devido à espessura relativamente grande de peças fundidas. As tensões causadas pelo jateamento podem distorcer as formas de peças de paredes finas e por isso não é recomendável. Essa modalidade de preparação mecânica gera um acabamento fosco altamente suscetível à riscos e marcas causadas pelo contato com a pele (devido à oleosidade), por isso não é muito utilizado como acabamento final <sup>[39]</sup>.

O brunimento é outra maneira de tratar a superfície de uma peça de alumínio antes da aplicação de camada de proteção por anodização. É um processo majoritariamente aplicado a superfícies internas cilíndricas, mas pode também ser utilizado no acabamento de superfícies externas <sup>[38]</sup>. Faz-se brunimento sobre peças brutas de usinagem para se obter um acabamento com menor rugosidade superfícial. A peça brunida apresenta acabamento menos fino do que o obtido em processos de polimento, no entanto um banho químico de abrilhamento pode produzir uma superfície com alto poder de reflexão <sup>[40]</sup>.

O escovamento é um tratamento mais grosseiro também aplicado a peças de alumínio. Ele é realizado com pequenas escovas de aço ou nylon. O resultado é uma superfície pouco brilhante e de baixo poder de reflexão, já que apresenta riscos paralelos bem próximos à superfície do metal. A irregularidade da superfície implica

que há grande área de contato entre o metal e o oxigênio do ar. Por conta disso, peças tratadas dessa forma devem ser encaminhadas para o processo de anodização o quanto antes, a fim de evitar corrosão <sup>[39]</sup>.

O lixamento proporciona um acabamento de aparência intermediária entre o escovamento e o polimento. Como o escovamento, cria sulcos no material criando uma superfície de menor brilho e refletividade. No entanto, esse processo só pode ser aplicado a superfícies lisas, sendo contraindicado no caso de irregularidades ou bordos <sup>[39]</sup>.

O polimento com correias ou discos é bastante utilizado e proporciona um acabamento com bastante brilho e de alto poder de reflexão. Fazendo uso de abrasivos de granulometrias bastante finas (incluindo 240 *mesh* ou, aproximadamente, 70 micra) discos e correias de feltro podem polir as faces externas de peças de praticamente qualquer geometria. No entanto um bom acabamento requer grande habilidade do operador <sup>[39]</sup>.

#### 2.4.3 Desengraxe e Lavagem

O desengraxe, como explicita o próprio nome, é o processo pelo qual resíduos graxas, óleos e outros lubrificantes são removidos das peças. A presença desses resíduos interfere com o processo de anodização, impedindo a passagem de corrente onde se encontra e prejudicando a formação da camada anódica <sup>[31]</sup>. Isso gera irregularidades na espessura da camada e em sua capacidade de proteção do substrato metálico. Essas irregularidades também podem gerar manchas na coloração <sup>[41]</sup>.

Solventes orgânicos podem ser usados na remoção de grandes quantidades de lubrificantes, mas dificilmente são suficientes para proporcionar a limpeza necessária para a execução das etapas subsequentes. Posteriormente são utilizados solventes alcalinos para a conclusão do desengraxe. A escolha de solventes – tanto orgânicos quanto alcalinos – depende dos tipos de óleos e graxas presentes no material. Diferentes lubrificantes apresentam diferentes respostas a diferentes solventes [<sup>31; 41]</sup>. A limpeza desses resíduos é tão mais fácil quanto mais rapidamente for executada. Graxas tendem a endurecer com o tempo, o que torna sua remoção exclusivamente por solventes extremamente difícil. Nesse caso se torna necessário aplicar métodos adicionais, como aquecimento dos banhos de limpeza, agitação ultrassônica ou força física para que haja desengraxe satisfatório [<sup>31; 41]</sup>.

Além dos desengraxantes orgânicos, alguns produtos ácidos podem ser utilizados na mesma função. Podendo agir sozinhos ou em conjunto com outros sistemas de limpeza, a principal função dos desengraxantes ácidos é a remoção da camada de óxido formada na superfície do alumínio. Isso deixa o metal exposto beneficiando processos de soldagem, pintura e anodização. Deve se tomar o cuidado, no entanto, para que a solução de ácidos utilizada não ataque o alumínio <sup>[31; 41]</sup>.

Quando mergulhadas em soluções ácidas, peças de alumínio devem ser isoladas de suportes de metais ferrosos pois, sob a ação do banho, pode ocorrer a formação de par galvânico e consequente oxidação do alumínio. Diversos polímeros – como plásticos vinílicos e polietileno, entre outros – são utilizados para realizar esse isolamento. Idealmente os cestos e suportes são do mesmo material, ou com muito próximo, que as peças sendo tratadas <sup>[41]</sup>.

A lavagem ácida tem também o benefício de eliminar alguns defeitos superficiais, como manchas produzidas em tratamentos térmicos, pela ação de produtos corrosivos e pela presença de óxidos formados pelo processo de extrusão. Esses últimos devem ser eliminados para evitar que criem manchas no acabamento anodizado <sup>[31]</sup>.

O método mais utilizado em peças de ligas de alumínio é o desengraxe alcalino. É um método de fácil aplicação e de baixo custo, mas não sem seus problemas. O alumínio é muito suscetível ao ataque por produtos alcalinos. Por conta disso as soluções são geralmente inibidas para minimizar ou prevenir o ataque ao metal, apesar de seu pH se encontrar na faixa entre 9 e 11 <sup>[31]</sup>. É necessário que os desengraxantes sejam isentos de silicatos, o que significa um excesso de compostos surfactantes. Isso aumenta a importância das etapas de lavagem, já que esses compostos não podem ser levados como contaminantes aos banhos de anodização <sup>[41]</sup>.

O desengraxe alcalino é realizado com banhos aquecidos e o controle de temperatura é fundamental. Alguns dos compostos utilizados nesse processo, quando aquecidos a temperaturas acima de 70°C, atacam a superfície do alumínio, corroendo o material e deteriorando o acabamento mecânico realizado previamente<sup>[41]</sup>.

Etapas de lavagem são realizadas para impedir que resíduos de etapas anteriores interfiram em etapas posteriores. O ocasional transporte de material contaminante para esses processos pode produzir defeitos na peça ou mesmo contaminar os

banhos utilizados, comprometendo todas as peças do lote e forçando parada na produção [31].

A sequência de operações comumente aplicada a peças de alumínio polidas ou lustradas é: limpeza com solvente, limpeza com detergente alcalino, lavagem, remoção dos óxidos da superfície, lavagem e aplicação da anodização <sup>[41]</sup>.

## 2.4.4 Fosqueamento e Neutralização

O fosqueamento é um processo de limpeza em meio alcalino que produz também um acabamento acetinado na superfície do alumínio. Ele é comumente aplicado à perfis de uso arquitetônico por razões estéticas. O banho mais utilizado para esse processo contém entre 5% e 10% de hidróxido de sódio com aditivos para impedir que o alumínio seja atacado <sup>[42]</sup>.

A neutralização consiste em nada mais que a neutralização do filme de solução de fosqueamento que permanece aderido ao material após a lavagem com água corrente. O objetivo principal é a neutralização dos resíduos alcalinos e a dissolução de compostos intermetálicos e hidróxidos formados no processo <sup>[31]</sup>.

## 2.4.5 Anodização e a camada anódica

A camada de óxido formada no processo de anodização apresenta características diferentes daquelas formadas naturalmente. A camada passiva, formada pela oxidação do metal no contato com o oxigênio do ar, apresenta irregularidade na formação dos cristais de alumina, levando a descamação e presença de poros, espessura na ordem de 0,2 micrômetros e facilidade de dissolução pelas condições ambientais <sup>[34]</sup>.

A camada de óxido formada pelo processo de anodização difere em estrutura da camada passiva. A camada anódica cobre por completo a superfície do material, mas apresenta estrutura alveolar hexagonal, semelhante a um favo. Cada hexágono possui um poro do mesmo formato em seu centro, como representado na Figura 13. Existe no fundo dos poros uma camada barreira fina, separando o substrato metálico do óxido em formação <sup>[43]</sup>.



Figura 13: Representação da estrutura da camada anódica, formada por alvéolos hexagonais com poros centrais <sup>[44 modificado]</sup>

A formação da camada anódica se dá pela ação conjunta da corrente elétrica aplicada, gerando oxidação da camada superficial do alumínio, e do eletrólito ácido, que dissolve parte da alumina recém-formada e cria os poros centrais <sup>[45]</sup>.

No início do processo de anodização, a corrente aplicada oxida a superfície da uniformemente. Como o óxido não é condutor de eletricidade, o espessamento da camada oxidada reduz a densidade de corrente formando uma camada isolante chamada de "camada barreira". A espessura dessa camada representa a distância que um íon metálico pode transpor em seu próprio óxido dada a diferença de potencial aplicada. A espessura da camada barreira depende da concentração de ácido no banho, sua temperatura e da tensão aplicado <sup>[36]</sup>.

A camada de alumina compacta formada pela corrente nos primeiros segundos da anodização já apresenta a estrutura alveolar hexagonal. A alumina cristalina é bastante resistente a ataques ácidos, no entanto, o centro dos alvéolos é composto de alumina amorfa, muito menos resistentes. O banho ácido ataca o material mais suscetível dando início à formação dos poros, como ilustrado na Figura 14 <sup>[36]</sup>.



Figura 14: Representação do início da dissolução da alumina amorfa na camada barreira formada sobre alumínio [46]

Com a dissolução da alumina amorfa pelo banho ácido há o estreitamento pontual da camada de óxido. Nesses pontos de menor espessura há menos resistência à passagem de corrente e, por tanto, passam a poder se considerados como fontes de corrente das quais se estabelecem campos de potencial. Dessa forma se reestabelece o fluxo de íons e a formação da camada anodizada <sup>[36]</sup>.

O processo de dissolução e reconstituição do óxido amorfo produz o aprofundamento dos poros e proporciona o espessamento da camada anodizada, como esquematizado na Figura 15 a seguir. A corrente flui para o material metálico a partir dos poros oxidando uma camada cada vez mais espessa do substrato metálico <sup>[36]</sup>.



Figura 15: Representação esquemática do aprofundamento dos poros e espessamento da camada anódica [46]

A estrutura final da camada anódica não é simplesmente composta por óxido de alumínio. A camada anódica acaba por incorporar íons provenientes do eletrólito, podendo chegar à concentração de 15 g/L no caso de anodização em meio sulfúrico. Há um gradiente de concentração de íons de alumínio que decresce quanto mais distante do substrato metálico. A concentração dos íons do ácido provenientes do eletrólito apresenta gradiente inverso <sup>[36]</sup>.

A concentração do eletrólito influencia a velocidade de formação de camada anódica, bem como sua espessura. Influenciam também esses parâmetros a corrente aplicada e a temperatura <sup>[47]</sup>. A agitação do banho se faz importante para homogeneizar sua concentração e para dissipar o calor gerado no processo, evitando o aquecimento exagerado próximo às peças <sup>[48]</sup>.

A presença de impurezas no banho pode gerar a formação de inclusões metálicas na camada anódica, mas pouco se sabe sobre seu efeito. Além disso, impurezas no eletrólito reduzem a condutividade, aumentando a diferença de potencial necessária para a realização do processo <sup>[36]</sup>.

Dependendo dos parâmetros de anodização, também podem acabar por ser oxidados outros elementos presentes na liga, sendo esses óxidos incorporados também à camada anódica. No caso de precipitados formados por chumbo e bismuto, por exemplo, não há a formação de óxido e o precipitado fica intacto e incrustado na camada anódica. Isso altera levemente o processo de formação da camada deixando a mais fina na região próxima ao precipitado <sup>[22]</sup>, como representado na Figura 16.

A presença da inclusão de bismuto e chumbo na camada anódica pode ser fonte de tensões residuais e potencialmente um concentrador de tensões. Além disso, a espessura reduzida da camada anódica nesse ponto significa uma menor proteção ao substrato metálico podendo deixa-lo vulnerável a ataques de meios fortemente corrosivos <sup>[22]</sup>.



Figura 16: Representação da interferência do bismuto na formação da camada anódica. Em a) a inclusão está próxima à superfície. Em b) a inclusão interfere no crescimento da camada anódica em formação. Em c) a inclusão de bismuto está retida na camada anódica [22 modificado]

A espessura da camada anódica é diretamente influenciada pela corrente aplicada e o tempo de processamento. A determinação da espessura desejada é feita com base na aplicação que a peça terá, como determinado pela norma ASTM B580 – 79. De forma geral, quanto mais agressivo ou maior o tempo de uso de uma peça, maior será a espessura de camada anódica recomendada, como indicado na Tabela 3<sup>[49]</sup>.

Tipo	Descrição da cobertura	Espessura mínima da camada (µm)
А	Revestimento duro	50
В	Arquitetura – Classe II	18
С	Arquitetura – Classe I	10
D	Automotiva – Exterior	8
E	Interior – Abrasão moderada	5
F	Interior – Abrasão leve	3
G	Ácido crômico	11

Tabela 3: Categoria e espessura de camadas anódicas pela norma ASTM B580 -79<sup>[49]</sup>

A espessura da camada anódica não é determinada apenas por essa tabela. Diferentes técnicas de coloração exigem muitas vezes espessuras mínimas para que sua eficácia seja garantida. Na situação em que a especificação técnica seja inferior à necessária para a aplicação da coloração, o filme anódico deve atingir a espessura necessária para o processo subsequente <sup>[49]</sup>.

## 2.4.6 Coloração da camada anódica

A camada anódica é utilizada não só para a proteção do substrato e prolongamento da vida útil de uma peça, mas também para proporcionar um acabamento de estética agradável. Com essa finalidade é possível tingir a camada anódica em praticamente qualquer tom e cor desejado, desde que empregados o processo e o insumo correto. São quatro as formas pelas quais se faz a coloração da camada anódica:

- Coloração integral: conhecido com um processo de um passo por a coloração ser aplicada durante a formação da camada anódica, esse método é capaz de produzir diversos tons de bronze e preto, dependendo do elemento adicionado ao banho eletrolítico<sup>[50]</sup>. A espessura da camada e a composição da liga sendo anodizada também influenciam a tonalidade obtida. Por ser bastante espessa, a camada anódica obtida por esse processo é altamente resistente à abrasão e apresenta alta dureza. No entanto, esse processo não é muito utilizado por requerer altas correntes, tendo assim custo elevado <sup>[36]</sup>. Na Figura 17 vemos a camada anódica – indicada pela letra A – com a coloração como parte integrante e o substrato metálico – indicado pela letra B.



Figura 17: Representação de corte transversal da camada anódica com coloração integrada (A) sobre substrato metálico (B) [51 modificado]

- Adsorção de corantes: por esse método a coloração é adicionada após a formação da camada anódica, dessa forma incluindo uma etapa adicional ao processo. As peças são submersas em um banho contendo os corantes selecionados – podendo estes ser orgânicos ou inorgânicos – que preenchem os poros presentes na camada anódica<sup>[47]</sup>. Como indicam a Figura 18 e a Figura 19 abaixo, os poros são preenchidos por completo por corantes orgânicos e somente em sua porção superior pelos corantes inorgânicos. Para que essa técnica de coloração seja aplicável, a camada anódica não pode apresentar espessura inferior à 20 μm <sup>[36]</sup>.



Figura 18: Representação de corte transversal da camada anódica (A) tingida por corante orgânico (B) sobre substrato metálico (C) <sup>[53 modificado]</sup>



Figura 19: Representação de corte transversal da camada anódica (A) tingida por corante inorgânico (B) sobre substrato metálico (C) <sup>[51 modificado]</sup>

O uso de corantes orgânicos permite a obtenção de praticamente qualquer tonalidade que se possa desejar, enquanto corantes inorgânicos não são tão versáteis. No entanto, colorações produzidas por pigmentos inorgânicos tem maior resistência ao desbotamento, já que corantes orgânicos tendem a se deteriorar pela ação de raios ultravioleta (UV). Após a adsorção da pigmentação é feito um processo de selagem <sup>[47]</sup>.

- Coloração eletrolítica: como no método de adsorção de corantes, a coloração eletrolítica acrescenta uma etapa ao processo. Após a anodização as peças são submersas em um banho ácido contendo sais metálicos e corrente alternada é aplicada de forma a precipitar os íons dos metais em solução no fundo dos poros da camada anodizada, como representado na Figura 20. Os sais mais comumente empregados são de cobalto, níquel e estanho. As cores obtidas variam de acordo com o sal utilizado e dependem fortemente da espessura da camada anódica <sup>[52]</sup>.



Figura 20: Representação de corte transversal da camada anódica (A) tingida por deposição eletrolítica de íons metálicos (B) sobre substrato metálico (C) [51 modificado]

 Interferência: consiste em combinar os processos de coloração eletrolítica e por adsorção de corantes orgânicos. A fina camada de metais depositada na etapa de coloração eletrolítica é coberta por pigmentos orgânicos, permitindo uma gama virtualmente infindável de tonalidades <sup>[36]</sup>. A Figura 21 representa a estrutura da coloração para esse processo.



Figura 21: Representação de corte transversal da camada anódica (A) com deposição eletrolítica de íons metálicos (B) e corante orgânico (C) sobre substrato metálico (D) [51 modificado]

## 2.4.7 Selagem

Após o processo de coloração, a camada anódica ainda é extremamente absorvente e pode ser manchada por uma miríade de contaminantes. O simples contato com a pele descoberta de um operador é suficiente para criar uma mancha. A fim de evitar essas situações, após o processo de coloração – ou anodização, caso não seja aplicada coloração – é realizado um procedimento de selagem da camada anódica<sup>[53]</sup>. O processo de selagem se baseia na transformação do óxido de alumínio amorfo em boemita, uma forma hidratada estável do óxido. A equação química abaixo descreve essa reação:

## $AI_2O_3 + H_2O \rightarrow 2 \text{ AIOOH}$

O óxido hidratado apresenta volume específico superior ao da alumina e é ainda mais resistente à passagem de corrente <sup>[53]</sup>.

A transformação do óxido amorfo ocorre pela difusão de íons hidroxila através da camada anódica, o que significa que a selagem não ocorre uniformemente ao longo de toda a superfície e que a reação é tão mais rápida quanto mais próximo da superfície <sup>[53]</sup>.

O processo de selagem usualmente é realizado a temperaturas próximas a da ebulição da água e com pH controlado levemente ácido – entre 5,5 e 6,5. A sequência de formação da boemita se inicia com a hidratação do óxido na superfície da camada anódica que se expande formando uma espécie de gel. Conforme a difusão dos íons OH<sup>-</sup> prossegue o material se condensa formando pseudoboemita amorfa. Por fim, a boemita se recristaliza, formando uma camada contínua por toda a superfície da camada camada de alumina <sup>[53]</sup>. Esse mecanismo está representado esquematicamente na Figura 22.



Figura 22: a) estrutura da camada anódica sem selagem. b) precipitação do gel nas paredes dos poros e no lado externo do filme. c) condensação do gel e formação da pseudoboemita. d) recristalização da boemita<sup>[53]</sup>

# 3. Materiais e Métodos

## 3.1 Objeto de estudo

A peça que foi objeto de estudo do presente trabalho foi usinada a partir de tarugo cilíndrico de liga de alumínio 6262 com tempera T6 (normalização e envelhecimento artificial). O formato dado à peça é o de um tronco de cone com um orifício também em formato de tronco de cone aberto a partir da extremidade de maior diâmetro. A peça foi então submetida à processo de anodização com coloração por pigmentação adsorvida. A Figura 23 mostra uma peça idêntica à estudada, mas sem a presença de nenhuma imperfeição.



Figura 23: Foto de peça idêntica à estudada, sem a presença de imperfeições

No entanto a anodização apresentou manchas que podem ser observadas na Figura 24. Como a peça em questão tem função decorativa, a qualidade e uniformidade da coloração é de fundamental importância. Sendo assim, se faz necessário descobrir quais as causas das manchas observadas.



Figura 24: Foto do objeto de estudo evidenciando as manchas na coloração

#### 3.2 Abordagem

A abordagem adotada no presente estudo consistiu nas seguintes etapas:

- Acumulação de conhecimento preestabelecido à cerca do tema.

 Formulação de hipóteses embasadas na observação do objeto de estudo e nos conhecimentos acumulados.

- Preparação de amostras e realização de testes a fim de estabelecer as características de composição e metalográfica do objeto de estudo

 Observação de amostras sob microscópio ótico de luz refletida para observação do filme anódico

- Observação de amostras sob microscópio ótico de luz refletida após ataque ácido para observação da estrutura de grãos presente no material

 Preparação de macrografia de secção da peça para observação da distribuição de grãos e identificar possíveis regiões distintas

 Observação de amostras sob microscópio eletrônico de varredura (MEV) para melhor observação do filme anódico e da distribuição de precipitados

- Exames por dispersão de raio-X (EDS) para aferir a composição da liga, da matriz e dos precipitados, de forma a caracterizar o material

 Confronto dos resultados das análises com as hipóteses para que sejam aperfeiçoadas ou descartadas

 Conclusão da causa – ou causas – do defeito observado e recomendações para que o problema seja sanado e não se repita

#### 3.3 Hipóteses

A partir da análise da bibliografia apresentada foram formuladas algumas hipóteses quanto às possíveis causas das manchas observadas.

A mais simples é a de que houve descontrole durante o processo de anodização, o que levou a passagem de corrente com densidade fora das especificações. Isso pode ter causado irregularidade na espessura da camada anódica, causando a variação de cor observada<sup>[54]</sup>.

Também é bastante plausível que alguma característica presente na peça anteriormente seja responsável por interferir no processo de anodização levando aos mesmo problemas<sup>[55]</sup>.

Um desvio na composição da liga poderia levar à uma diferença nas propriedades da peça. Se as propriedades mecânicas e de condutividade da peça sofreram alguma alteração por conta do desvio de composição, os parâmetros estabelecidos para o processo de anodização deixam de ser os ideais, causando os problemas detectados<sup>[55]</sup>.

Outra possibilidade é a de o processo de extrusão ter introduzido alguma distorção à estrutura cristalográfica do material, alterando assim suas propriedades e também tornando os parâmetros do processo de anodização equivocados. O processo de extrusão introduz, por sua própria natureza, alterações à distribuição e morfologia dos grãos. Caso tenha ocorrido algum problema ou equivoco com o controle de temperatura do tarugo, é possível que tenha havido a continuação do processo de envelhecimento e mesmo o crescimento de grão.

No caso de haver de fato um crescimento indesejado de grão, seu tamanho pode ter sido suficiente para causar as manchas<sup>[55]</sup>. Sendo esse o caso, se faz necessário averiguar o que levou ao descontrole do tamanho de grão. O aquecimento durante a extrusão poderia ter, por si, sido suficiente para isso. No entanto a presença de elementos com o efeito de retardar a recristalização da estrutura e o crescimento exagerado de grão deveriam ser suficientes para impedi-lo. Teores inferiores aos

determinados em norma desses elementos poderiam contribuir para um crescimento de grãos eventualmente causado pelo aquecimento durante o processo de extrusão. O aquecimento excessivo em si pode ter mais de uma causa. A primeira, um simples descontrole do processo, por falta de resfriamento a temperatura se mantém acima da temperatura de recozimento por tempo suficiente para que ocorra o crescimento de grão. A segunda, uma distorção na composição da liga, excesso de silício ou magnésio dificultam a extrusão, fazendo com que o aquecimento decorrente da deformação da matéria prima seja superior ao esperado. Sendo atingida uma temperatura mais alta do que a esperada, os mecanismos de resfriamento empregados podem não ser suficientes para impedir o crescimento dos grãos.

#### 3.4 Amostras

Objetivando identificar a causa das manchas observadas na anodização, foram analisados 4 corpos de prova obtidos a partir da peça original. Inicialmente a peça foi dividida em duas metades ao longo da direção axial. Em uma das metades foi feito o corte da faixa superior do bordo, no sentido transversal, resultando em um semi-aro. Dessa peça foram obtidas as amostras A e C. Um corte também em sentido transversal foi realizado na parte inferior da peça, resultando em um semicírculo, do qual foi extraída a amostra B.

O restante da peça foi novamente cortado na metade ao longo do eixo. Umas das partes foi separada para macrografia, sendo denominada amostra D.

As amostras A, B e C foram embutidas em baquelite. A amostra A foi posicionada de forma que a seção longitudinal ficasse exposta, permitindo visualizar a camada anodizada nas faces interna e externa do copo e na parte superior do bordo. A amostra B foi posicionada de forma a também expor a seção longitudinal, permitindo a visualização da camada anodizada na base do copo. A amostra C foi posicionada de forma a também expor a seção transversal da base da peça, permitindo a visualização da camada na face exterior da peça.

As três amostras embutidas foram preparadas por lixamento com lixas progressivamente mais finas, principiando pela 100, seguindo pela 200, 320, 400, 600 e por fim 1200. Em seguida as amostras foram polidas com o uso de pasta de diamante com partículas abrasivas de granulometrias 6 micras, 3 micras e por último 1 microm.

Nesse momento foram realizadas observações em microscópio ótico de luz polarizada/refletida para análise preliminar da estrutura da camada anódica e da distribuição dos precipitados.

Duas amostras – A e B – foram submetidas à exame em microscópio eletrônico para melhor visualização dos precipitados e análise de sua composição por EDS. Também foi levantada a composição da liga calculando a média da composição medida em 6 diferentes áreas.

A amostra D foi preparada para macrografia. A face na qual foi realizada corre toda a extensão da peça em um corte axial. A amostra foi cortada com serra fita, depois retificada em fresa e em seguida lixada com lixas de granulometria progressivamente mais fina. Foram usadas as lixas de mesh 80, 180, 400, 600 e 1200. Em seguida foi feito ataque com mistura de ácidos contendo 66% de HCl, 33% de HNO<sub>3</sub> e 1% de HF para revelar a estrutura de grãos. Uma vez preparada, imagem da peça foi digitalizada com uso de equipamento de scanner em alta resolução.

#### 3.5 Resultados e Análise

#### 3.5.1 Visual

O primeiro passo da análise da peça foi a inspeção visual. A Figura 25 mostra claramente as manchas presentes na superfície exterior da peça. A Figura 26 mostra as manchas presentes na face interna, próximo ao bordo superior. A Figura 27: foto evidenciando a ausência de manchas observáveis à olho nu na base da cavidade interna da peça mostra o fundo da cavidade interna, sem manchas observáveis à olho nu.

Isso parece indicar que, qualquer que seja a causa das manchas, não está presente – ou apenas não o suficiente para a observação a olho nu – na região mais profunda da cavidade interna. Essa observação parece favorecer a hipótese de que uma alteração na estrutura de grãos durante a extrusão seria a origem do defeito observado.



Figura 25: Foto evidenciando as manchas observadas na face externa do objeto de estudo



Figura 26: Foto evidenciando as manchas presentes na face interna da peça, próximo ao bordo superior



Figura 27: foto evidenciando a ausência de manchas observáveis à olho nu na base da cavidade interna da peça

#### 3.5.2 Microscopia ótica

A partir da observação das amostras em microscópio ótico de luz refletida, foi possível observar a camada gerada pela anodização em diferentes regiões da peça. A Figura 28 da amostra A mostra a camada anódica na face externa da peça. Podemos observar que sua espessura é constante e sua estrutura é uniforme, sem falhas ou descontinuidades que possam explicar as manchas observadas.

Ainda da amostra A temos a Figura 29 e a Figura 30 que mostram a camada anódica na face interna e superior do copo. Podemos observar que nessas regiões a camada anódica apresenta as mesmas características, sem que haja qualquer anomalia capaz de causar as manchas observadas.



Figura 28: Imagem da camada anódica na face externa da amostra A, com espessura e estrutura uniformes



Figura 29: Imagem da camada anódica na face interna da amostra A, com espessura e estrutura uniformes



Figura 30: Imagem da camada anódica na face superior da amostra A, com espessura e estrutura uniformes



Figura 31: Imagem da camada anódica na amostra B, mostrando a base da peça

Na Figura 31 feita da amostra B, vemos a camada anódica da base da peça. Podemos observar que ela acompanha as mesmas características das observações da amostra A. O mesmo pode ser dito da Figura 32 feita da amostra C, exibindo a camada anódica na face externa próxima à base da peça.



Figura 32: Imagem da camada anódica na amostra C, exibindo a face externa da peça, próxima à base

É possível observar em todas como a camada de óxido é continua e de espessura constante, acompanhando o perfil do substrato metálico.

A espessura da camada, como indicado nas figuras é de cerca de 22 micra, condizente com aplicações arquitetônicas – como determina a norma ASTM B580 – 79 – e que fazem uso de coloração por corantes orgânicos.

Destacada na Figura 33 é possível observar a presença de uma inclusão na camada anódica. Como indicam Deflorian et al, supõe-se que seja composto por bismuto. Análise dessa fase por EDS foi realizada para confirmar essa afirmação.



Figura 33: Imagem destacando inclusão na camada anódica que se supõe ser de bismuto e chumbo

Em vários pontos da camada anódica é possível observar inclusões semelhantes e, embora sejam responsáveis pela redução local da resistência à corrosão, não estão presentes em número suficiente para ser a causa do defeito de anodização. A baixa fração do elemento constituinte dessa fase na liga significa que não podem ocorrer precipitados desse tipo o bastante para gerar o problema observado.

A Erro! Fonte de referência não encontrada. apresenta uma imagem da amostra B c om baixo aumento. Chamam a atenção a quantidade de precipitados e seu formato. Considerando a composição da liga não era esperada a formação de tantos precipitados. Esperava-se também que seu formato fosse alongado, devido à deformação sofrida durante a extrusão e apresentassem características morfológicas compatíveis com precipitados de beta' (bastonetes), beta" (agulhas) e chumbo (esférico). O tratamento térmico T6 deveria ter criado precipitados de pequenas dimensões das fases compostas por magnésio e silício finamente distribuídos pela matriz. No entanto, por conta de seu pequeno tamanho e de serem vistos em coloração muito semelhante à da matriz – no microscópio eletrônico – esses precipitados são bastante difíceis de detectar. O que foi visto, e a imagem representa, é um grande número de precipitados de cor cinza clara e morfologia variada que não eram esperados.



Figura 34: Imagem de microscopia eletrônica com destaque para exemplos de precipitados de bismuto (amarelo), chumbo (vermelho) e um terceiro desconhecido (azul)

Podemos supor que os precipitados destacados pelos círculos amarelos na figura são de bismuto e os indicados pela cor vermelha, de chumbo. Já os indicados pelos círculos azuis são os precipitados inesperados de composição até então desconhecida. Todos os precipitados destacados o foram apenas como exemplo. Todas as fases encontradas foram posteriormente analisadas por EDS a fim de determinar sua composição.

## 3.5.3 Macrografia

A macrografia realizada revela a distribuição e morfologia dos grãos do material, como visto na Figura 35 abaixo.



Figura 35: Imagem da macrografia realizada, revelando a estrutura de grãos

Observa-se que os grãos mais próximos da superfície da peça – e do exterior do tarugo original – são bastante grandes quando comparados aos mais próximos ao centro. Nota-se também como a linha dos grãos grosseiros corre paralela ao eixo do vaso – e do tarugo que lhe deu origem – mas não à superfície do vaso, devido ao formato cônico. A partir disso podemos supor que o surgimento dessa região de grãos grosseiros esteja ligado a gradientes de temperatura presentes no tarugo durante o processo de extrusão, seja no pré-aquecimento, no aquecimento devido à deformação mecânica ou no resfriamento após o processo.

A região dos grãos grandes pode ser dividida em três distintas, como destacado na Figura 36.



Figura 36: Detalhe da macrografia indicando as diferentes regiões com grãos grandes

Utilizando o software ImageJ, foram realizadas medidas dos grãos nas três regiões indicadas na Figura 36. Foram tomadas 30 (trinta) medidas para cada direção – axial e radial – em cada uma das três regiões. Dessas medidas foram calculados médias e desvios padrão apresentados na Tabela 4 abaixo.

		Média (mm)	Desvio Padrão	Máximo	Mínimo (mm)
			(mm)	(mm)	
Região A	Axial	1,5143	0,4332	2,6650	1,0217
	Radial	0,5522	0,1909	0,9471	0,2391
Região B	Axial	0,3728	0,1062	0,5507	0,1884
	Radial	0,2009	0,0616	0,3346	0,0882
Região C	Axial	2,3252	0,9583	4,8831	1,2828
	Radial	0,5647	0,2484	1,1095	0,1957

Tabela 4: Médias, desvios padrão máximos e mínimos para os tamanhos de grão medidos nas regiões indicadas na Figura 36

É possível ver como as regiões (A) e (C) apresentam grãos alongados e de dimensões bastante elevadas, sendo a região (C) a com os maiores valores. A região (B) apresenta grãos de proporções menos alongadas e dimensões absolutas menores em relação às outras duas. Com o aquecimento e deformação decorrentes do processo de extrusão, um leve crescimento de grão nas regiões mais externas do tarugo pode ser esperado, mas não na escala observada.

Ao observar a região mais interna da peça – observada nas Erro! Fonte de referência n ão encontrada. e Erro! Fonte de referência não encontrada. - vemos grãos bastante finos e de aparência bastante alongada, como esperado considerando a liga e o processo de extrusão.

O tamanho de grão apresentado nas regiões externas indica que houve aquecimento durante o processo de extrusão suficiente para que houvesse crescimento acentuado dos grãos. É bem provável que a temperatura tenha sido alta o suficiente para levar ao crescimento dos grãos. A morfologia similar das regiões (A) e (C) provavelmente se deve à velocidade de resfriamento. A região mais externa (A) foi resfriada forçadamente – por ar ou água – levando à orientação observada dos grãos. Já a

região mais interna (C) foi resfriada pelo escoamento de calor através do centro do tarugo que estava com temperatura inferior por ter sofrido muito menos deformação. A liga 6262 contém elementos que tem como função o refino do grão. O silício, um dos elementos de liga principais, também tem o efeito de aumentar a temperatura de recristalização. É possível supor que haja deficiência desses elementos, o que poderia acarretar o crescimento de grão observado, mesmo que as condições de resfriamento ideais para a liga tenham sido observadas.



Figura 37: Detalhe mostrando os grãos alongados de tamanho diminuto na região mais interna da peça

Na Figura 37 vê-se a ampliação da região central da peça – e do tarugo original. Observa-se como o tamanho de grão é muito inferior ao exibido na Figura 36 para as regiões externas. Os grãos sofreram muito menos deformação do que os externos, sendo apenas alongados, e com muito pouco aquecimento durante o processo. Sendo assim, essa região não atingiu temperatura alta o suficiente para que houvesse crescimento de grão.

A Figura 38 (A) mostra a face externa da peça, onde podem ser observadas as manchas. A Figura 38 (B) mostra a face interna da peça, na área próxima à borda superior, onde podemos observar manchas também. A Figura 38 (C) mostra a face interna da peça na área próxima ao fundo da cavidade interna, onde não são

observadas manchas. A Figura 39 é uma imagem da macrografia indicando as regiões da peça indicando a que se referem as imagens mencionadas anteriormente.



Figura 38: [A] Face externa com manchas visíveis; [B] Face interna com manchas visíveis; [C] Fundo da cavidade sem manchas visíveis



Figura 39: Macrografia indicando a que áreas da peça se referem as imagens da figura anterior

Sendo assim, podemos associar a presença das manchas às áreas onde grãos de dimensões maiores afloram à superfície.

#### 3.5.4 Microscopia eletrônica

No exame em microscópio eletrônico foi possível observar com mais detalhes a camada anódica e os precipitados presentes no material e, por meio de EDS, obter sua composição a fim de identificá-los com maior segurança.

As Figura 40Figura 41mostram a medida da espessura da camada anódica na face externa, próximo ao topo do copo, e próximo à base do copo, respectivamente.

Vemos que a espessura da camada não tem diferenças apreciáveis de uma região para outra, mantendo-se sempre compatível com a espessura esperada de 20 µm. Análise de EDS foi realizada sobre a camada anódica a fim de averiguar se apresenta contaminantes. Os resultados estão expressos na Tabela 5.



Figura 40: Imagem em microscopia eletrônica indicando a espessura da camada anódica na face externa próximo ao topo do copo

Tabala F:	Composição de	aamada	onódioo	00m0	indiaada	nor	ovomo	da	EDS
Tabela J.	Composição de	Camaua	anouica	COIIIO	inuicauo	ροι	Crame	ue	LDS

Elemento	% em massa	% atômica
0	28,98 ± 3,11	42,00 ± 4,51
AI	48,47 ± 1,81	41,89 ± 1,55
S	22,29 ± 1,50	16,12 ± 1,08



Figura 41: Imagem em microscopia eletrônica indicando a espessura da camada anódica na face externa próximo à base do copo

A camada é composta quase que exclusivamente por alumínio e oxigênio, com presença de enxofre em quantidade menor. Isso é o esperado. O enxofre é oriundo do ácido sulfúrico do eletrólito utilizado no processo de anodização que fica retido em alguns pontos.

A análise dos precipitados, no entanto, retornou resultados inesperados. Dadas as características da liga 6262 espera-se a presença de precipitados contendo magnésio em conjunto com silício, precipitados de chumbo e precipitados de bismuto, podendo esses dois últimos precipitarem em conjunto. Outros elementos com presença menor podem precipitar em conjunto, mas tenderiam a ficar dissolvidos na matriz.

Precipitados de chumbo foram encontrados e identificados. Como esperado possuem formato esférico e tamanho diminuto. No entanto, foi identificada a presença de magnésio nessa fase, o que não era esperado. A Figura 42 apresenta um precipitado desses e a Tabela 6 sua composição como determinada por exame de EDS.



Figura 42: Imagem em microscopia eletrônica com precipitado de chumbo em destaque

Elemento	% em massa	% atômica
0	$3,56 \pm 0,74$	11,98 ± 2,48
Mg	$0,91 \pm 0,28$	$2,02 \pm 0,61$
Al	35,31 ± 1,98	70,37 ± 3,95
Pb	60,21 ± 2,11	15,63 ± 0,55

Tabela 6: Composição do precipitado indicado na Figura 42 por exame de EDS

Precipitados de bismuto também foram identificados. Apresentando formato alongado e dimensões grandes. Podemos afirmar que os precipitados vistos na microscopia ótica que se suspeitava serem de bismuto de fato o são. A Figura 43 apresenta um desses precipitados como visto no microscópio eletrônico e a Tabela 7, sua composição como determinada por EDS.



Figura 43: Imagem em microscópio eletrônico de precipitado composto majoritariamente por bismuto

Elemento	% em massa	% atômica
0	10,49 ± 1,53	$42,00 \pm 6,14$
Mg	11,22 ± 1,17	29,59 ± 3,10
AI	2,11 ± 0,43	5,02 ± 1,02
Pb	$12,67 \pm 0,95$	$3,92 \pm 0,29$
Bi	63,51 ± 3,26	19,47 ± 1,00

Tabela 7: Composição do precipitado destacada na Figura 43 por exame de EDS

Vê-se que o precipitado na figura contém também magnésio e chumbo. Diferentes precipitados formados majoritariamente por bismuto apresentaram composições variadas. Alguns com presença de magnésio e ausência de chumbo ou silício e outros onde o bismuto está apenas associado ao chumbo.

Mesmo sendo os responsáveis pelo endurecimento da liga, não foram identificados muitos precipitados formados principalmente por silício e magnésio. Um dos poucos que foi encontrado está apresentado na Figura 44. A Tabela 8 apresenta a composição desses precipitado como determinado por EDS.



Figura 44: Imagem em microscópio eletrônico de precipitado de magnésio e silício (em destaque)

Elemento	% em massa	% atômica
0	2,65 ± 0,51	4,32 ± 0,83
Mg	$21,94 \pm 0,69$	$23,54 \pm 0,74$
AI	$55,20 \pm 2,46$	53,37 ± 2,37
Si	20,22 ± 1,54	18,78 ± 1,43

Tabela 8: Composição do precipitado destacado na Figura 44 por exame de EDS

Identificamos precipitados, como o apresentado na Figura 45, formados principalmente por ferro, com teor apreciável de silício e presença de cobre, como indica a Tabela 9. Outros precipitados com características morfológicas e composição semelhantes foram analisados, levando à conclusão de que todos os precipitados de morfologia similar apresentam também esse perfil de composição.



Figura 45: Imagem em microscopia eletrônica com precipitado de ferro e silício em destaque

Elemento	% em massa	% atômica
Cu	$2,18 \pm 0,67$	1,11 ± 0,34
AI	60,41 ± 2,82	72,43 ± 3,38
Si	8,38 ± 0,81	$9,65 \pm 0,93$
Fe	$29,03 \pm 2,04$	16,81 ± 1,18

Tabela 9: Composição do precipitado destacado na Figura 45 por exame de EDS

Também foi realizada medida da composição da matriz por EDS em área. A composição obtida está indicada na Tabela 10.

Como o esperado, a matriz da liga é composta majoritariamente por alumínio, com pequena presença dos principais elementos de liga em solução. Outros elementos componentes da liga – cromo, manganês, titânio e zinco – possivelmente estão presentes em solução, mas em frações abaixo do limite de detecção da técnica de EDS.

Elemento	% em massa	% atômica
Mg	1,37 ± 0,12	$1,53 \pm 0,13$
AI	97,32 ± 1,70	97,67 ± 1,71
Si	$0,47 \pm 0,20$	$0,45 \pm 0,20$
Pb	$0,06 \pm 0,04$	0,01 ± 0,01
Bi	$0,05 \pm 0,03$	0,01 ± 0,01
Fe	$0,32 \pm 0,20$	$0,15 \pm 0,09$
Cu	0,42 ±0,27	0,18 ± 0,11

Tabela 10: Composição da matriz da liga indicada por EDS

Foram identificados em grande número precipitados compostos por ferro e silício, o que é natural. Esperava-se encontrar principalmente precipitados compostos por silício e magnésio, já que são os responsáveis pelo endurecimento da liga. De fato, a Figura 46, representativa das observações em microscópio eletrônico, indica uma preponderância dos precipitados contendo ferro e silício – apresentados em cor clara. Essas observações podem ser indicativas de desvio na composição da liga.



Figura 46: Imagem em microscópio eletrônico retratando a distribuição de precipitados na liga

No entanto, os precipitados contendo magnésio e silício gerados pelo tratamento térmico apresentam dimensões diminutas e se encontram distribuídos por toda a matriz, dificultando sua detecção. Soma-se a isso a coloração escura com que esses precipitados são vistos no microscópio eletrônico. De fato, é bastante possível, e de fato mais provável, que a peça estudada apresente os precipitados esperados de silício e magnésio, sendo que a observação no microscópio eletrônico foi apenas incapaz de detectá-los.

### 3.5.5 Composição da liga

A Tabela 11 compara a composição da liga como determinada pela norma ASTM à do certificado apresentado pelo fornecedor do material e à obtida por EDS.

Elementos					
	Norma	Certificado	Medido		
Mg	0,8 – 1,2	1,030	1,47 ± 0,31		
Si	0,40 - 0,8	0,630	0,71 ± 0,53		
Fe	0,7 máx.	0,470	0,42 ± 0,65		
Cu	0,15 – 0,40	0,340	$0,47 \pm 0,74$		
Mn	0,15 máx.	0,040	-		
Cr	0,04 - 0,14	0,050	-		
Zn	0,25 máx.	0,010	-		
Ti	0,15 máx.	0,010	-		
Bi	0,40 - 0,7	0,440	0,12 ± 0,18		
Pb	0,40 - 0,7	0,330	0,20 ± 0,24		
Outros (Cada)	0,05 máx.	-	-		
(Total)	0,15 máx.	0,046	-		
Al	Bal.	Bal.	Bal.		

Tabela 11: Tabela de comparação entre a composição especificada por norma, indicada no certificado de qualidade do fornecedor e medida por EDS

A Figura 47 é uma representação gráfica da Tabela 11, onde os limites de composição determinados por norma estão indicados por regiões verdes – quando há máximo e mínimo – e linhas vermelhas – quando há limite máximo. A composição indicada no certificado do controle de qualidade está representada por barras azuis e a medida em laboratório, por barras rosadas.


Figura 47: Gráfico comparando a composição determinada pela norma com o certificado de qualidade e a medida por EDS

As frações apresentadas na Tabela 11 referentes ao ensaio por EDS foram obtidas a partir da média de seis medições realizadas em diferentes áreas das amostras A e B. Sendo um método semi-quantitativo, os erros obtidos são relativamente grandes, mas não impedem a análise e elaboração de conclusões. Vê-se que, dentro da margem de erro, a liga tem sua composição de acordo com a norma e que o certificado de qualidade apresentado pelo fornecedor é confiável.

Vemos que o certificado de qualidade do material indica desvio de composição. Especificamente, o teor de chumbo é inferior ao especificado por norma e muito abaixo do teor de bismuto – o desejado é que os dois elementos tenham frações iguais ou muito próximas.

Essa deficiência de chumbo não deve trazer problemas significativos. A única função desse metal na liga 6262 é a formação de precipitados de baixo ponto de fusão para melhorar a usinabilidade e não interfere em outras propriedades. A presença de bismuto em teores superiores aos de chumbo também não traz problemas, já que sua função na liga é a mesma que o chumbo. No entanto, isso pode ser indicativo de deficiências no controle do processo de produção da liga que, embora não tenham

efeitos significativos sobre as amostras estudadas – e possivelmente, o lote todo – tem o potencial de causar distorções mais graves de composição.

Dado que a composição da liga está de acordo com a norma vigente, os teores de magnésio e silício são tais que a formação das fases beta" e beta' é certa. Sendo assim, a não detecção desses precipitados nos exames por microscópio eletrônico se deve aos fatores anteriormente propostos – distribuição fina e baixo contraste com a matriz. Podemos afirmar que a liga apresenta a composição desejada e todas as fases esperadas.

## 4. Conclusões e Recomendações

-A análise do certificado de composição apresentado pelo fornecedor indica desvio de composição. Embora tal desvio possa ser suficiente para rejeição do material no recebimento, não há qualquer correlação teórica ou evidenciada experimentalmente com o defeito observado.

-A observação da camada anódica sob microscópio indica que sua morfologia e espessura é a indicada para o processo de coloração e para a aplicação desejada. As inclusões encontradas são esperadas para a liga utilizada e, dada a fração de bismuto e chumbo encontradas no material, não há possiblidade dessas inclusões se encontrarem em número suficiente para causar o defeito observado.

-A constatação de que a estrutura da camada anódica, incluindo espessura, é uniforme a longo da peça e de acordo com as normas vigentes para o processo indica que não houve erro durante as etapas de preparação do material para anodização nem erro de determinação dos parâmetros do processo. Sendo assim, não há qualquer indicação de que a causa do defeito se encontre nessa etapa da produção.

-A macrografia apresentou grãos de tamanho bastante grande e a coincidência da presença desses grãos na superfície anodizada com a presença de manchas indica ser essa a causa principal do defeito observado. A distribuição dos tamanhos de grãos ao longo da distância radial da peça indica que houve controle inadequado dos gradientes de temperatura durante o processo de extrusão e posterior resfriamento, levando ao crescimento indesejado dos grãos.

-A análise da composição realizada por EDS indica adesão à norma vigente, com exceção da proporção reduzida de chumbo indicada pelo certificado de qualidade. Como colocado, essa discrepância não causaria o defeito observado, levando à conclusão de que a falta de controle de temperatura no processo de extrusão é a única causa do crescimento anômalo de grãos causador do defeito observado.

Recomenda-se a recusa de qualquer lote de material que apresentar certificado de qualidade incompatível com a norma vigente.

Teste da dureza de superfície dos tarugos realizado com um durômetro manual é suficiente para determinar se o defeito (tamanho de grão elevado) se faz presente. A dureza esperada fica entre 90 e 95 na escala Brinell e o tamanho de grão elevado causa sua queda para valores inferiores a essa janela.

72

Maior controle sobre a temperatura e a velocidade de resfriamento do material durante o processo de extrusão são necessários para que o defeito apresentado não volte a ocorrer. Isso pode ser conseguido com a utilização de lubrificação adequada, redução da velocidade de extrusão, garantia da uniformidade de temperatura de préaquecimento e resfriamento mais acelerado do material após o processo. Pode ser necessária uma combinação dessas ações para garantir a adequação do material às especificações de qualidade.

## Bibliografia

1. SVERDIN, A. Introduction to Aluminum. In: TOTTEN, G. E.; MACKENZIE, D. S. (Eds.). . Handbook of Aluminum - Volume 1 - Aluminum Physical Metallurgy and Analytical Techniques2. 1. ed. Boca Raton: CRC Press, 2003a. p. 1–32.

2. Introduction to Aluminum and Aluminum Alloys. In: **Metals Handbook Volume 2** - **Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Puroose Materials**. 10. ed. Metals Park, Ohio: ASM International, 1990b. p. 3–14.

3. POLMEAR, I. J. The light metals. In: Light Alloys - Metallurgy of the Light Metals. 2. ed. Melbourne: Edward Arnold, 1989c. p. 1–7.

4. TIRYAKIOGLU, M.; STALEY, J. T. Physical Metallurgy and the Effects of Alloying Additions in Aluminum Alloys. In: TOTTEN, G. E.; MACKENZIE, D. S. (Eds.). . Handbook of Aluminum - Volume 1 - Aluminum Physical Metallurgy and Analytical Techniques. 1. ed. Boca Raton: CRC Press, 2003d. p. 81–210.

5. INTERNATIONAL, A. **B221-13 - Standard Specification for Aluminum and Aluminum-Alloy Extruded Bars , Rods , Wire , Profiles , and Tubes 1**ASTM International, , 2013e.

6. WEINGAERTNER, W. L.; SCHROETER, R. B. Composição Química e Tratamento Térmico das Ligas Trabalháveis. In: **Tecnologia de Usinagem do Alumínio e suas Ligas**. segunda ed. São Paulo: Alcan Alumínio do Brasil S.A, 1991f. p. 15–20.

 HATCH, J. E. (ED.). Effects of Alloying Ellements and Impurities on Properties. In: Aluminum - Properties and Physical Metalurgy1. 5. ed. Metals Park, Ohio: American Society for Metals, 1993g. p. 200–241.

 HATCH, J. E. (ED.). Constitution of Alloys. In: Aluminum - Properties and Physical Metalurgy. 5. ed. Metals Park, Ohio: American Society for Metals, 1993h.
 p. 25–57.

9. GOMES, M. R.; FILHO, E. B. Classificação das Ligas. In: **Propriedades e Usos de Metais Não Ferrosos**. 1. ed. São Paulo: ABM - Associação Brasileira de Metais, 1987i. p. 6–14.

10. BRAY, J. W. Aluminum Mill and Engineered Wrought Products. In: **Metals** Handbook Volume 2 - Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Puroose Materials. 10. ed. Metals Park, Ohio: ASM International, 1990j. p. 29–61.

11. HATCH, J. E. (ED.). Properties of Pure Aluminum. In: **Aluminum - Properties and Physical Metalurgy**. 5. ed. Metals Park, Ohio: American Society for Metals, 1993k. p. 1–24.

12. Alloy and Temper Designations for Aluminum and Aluminum Alloys. In: Metals Handbook Volume 2 - Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-

Puroose Materials. 10. ed. Metals Park, Ohio: ASM International, 1990l. p. 15–28.

13. WILM, A. The Discovery of Age Hardening. In: MARTIN, J. W. (Ed.). . **Precipitation Hardening**. 1. ed. Oxford: Pergamon Press, 1968m. p. 103–111.

14. MARTIN, J. W. Tha Basis of Age-hardening. In: MARTIN, J. W. (Ed.). . **Precipitation Hardening**. 1. ed. Oxford: Pergamon Press, 1968n. p. 3–24.

15. HEAL, T. J.; HARDY, H. K. X-ray Metallography of Ageing. In: MARTIN, J. W. (Ed.). . **Precipitation Hardening**. 1. ed. Oxford: Pergamon Press, 1968o. p. 134–147.

16. Diagramas de Fases. Disponível em:

<a href="http://www.infomet.com.br/site/diagrama-de-fases.php">http://www.infomet.com.br/site/diagrama-de-fases.php</a>. Acesso em: 18 maio. 2015p.

17. GOMES, M. R.; FILHO, E. B. Ligas trabalhadas encruáveis. In: **Propriedades e Usos de Metais Não Ferrosos**. 1. ed. São Paulo: ABM - Associação Brasileira de Metais, 1987q. p. 21–28.

 Metalurgia das Ligas do Grupo 6XXX. In: Guia Técnico do Alumínio -Extrusão. 4. ed. São Paulo: ABAL - Associação Brasileira do Alumínio, 2008r. p. 173–190.

 GOMES, M. R.; FILHO, E. B. Ligas trabalhadastratáveis térmicamente. In: Propriedades e Usos de Metais Não Ferrosos. 1. ed. São Paulo: ABM -Associação Brasileira de Metais, 1987s. p. 29–40.

20. HATCH, J. E. (ED.). Metallurgy of Heat Treatment and General Principles of Precipitation Hardening. In: **Aluminum - Properties and Physical Metalurgy**. 5. ed. Metals Park, Ohio: American Society for Metals, 1993t. p. 134–199.

21. EDWARDS, G. A. et al. The precipitation sequence in Al–Mg–Si alloys. **Acta Materialia**, v. 46, n. 11, p. 3893–3904, 1998u.

22. DEFLORIAN, F. et al. Effetto di Inclusioni Metalliche nei Processi di Anodizzazione di Leghe di Alluminio. **La Metallurgia Italiana**, p. 11–16, 2008v.

23. ZHANG, J. et al. Microstructural development of AI – 15wt .% Mg 2 Si in situ composite with mischmetal addition. p. 104–112, 2000w.

24. SONGMENE, V. Global Machinability of Al-Mg-Si Extrusions. Aluminium Alloys - New Trends in Fabrication and Applications, 2012x.

25. Heat Treating of Aluminum Alloys. In: **Metals Handbook Volume 4 - Heat Treating**. 10. ed. Metals Park, Ohio: ASM International, 1990y. p. 1861–1866.

26. Extrusão do Alumínio. In: **Guia Técnico do Alumínio - Extrusão**. 4. ed. São Paulo: ABAL - Associação Brasileira do Alumínio, 2008z. p. 19–24.

27. ANDERSON, C. R.; HURST, A. L. Extrusion. In: VAN HORN, K. R. (Ed.). . **Aluminum Volume III - Fabrication and Finishing**. 3. ed. Metals Park, Ohio: American Society for Metals, 1968aa. p. 81 – 112.

## 28. Direct Extrusion. Disponível em:

<a href="http://www.clihouston.com/images/images/images2/direct-extrusion.jpg">http://www.clihouston.com/images/images/images2/direct-extrusion.jpg</a>. Acesso em: 26 set. 2015ab.

29. DIETER, G. E. Extrusion. In: **Mechanical Metallurgy**. 1. ed. New York: McGraw-Hill Book Company Inc., 1961ac. p. 514–531.

30. ANDERSON, C. R.; HURST, A. L. Ima. In: VAN HORN, K. R. (Ed.). . Aluminum Volume III - Fabrication and Finishing. 3. ed. Metals Park, Ohio: American Society for Metals, 1968ad. p. 102.

31. MENEGHESSO, A. A. Noções Básicas sobre Processo de Anodização do Alumínio e suas Ligas - Parte 1. **Corrosão & Proteção**, p. 36–38, 2006ae.

32. KENNEY, T. **Aluminum Anodizing Defects**. Disponível em: <a href="http://nhml.com/aluminum-anodizing-defects/">http://nhml.com/aluminum-anodizing-defects/</a>>. Acesso em: 12 ago. 2015af.

 GOMES, M. R.; FILHO, E. B. Anodização. In: Propriedades e Usos de Metais Não Ferrosos. 1. ed. São Paulo: ABM - Associação Brasileira de Metais, 1987ag. p. 94–101.

34. MENEGHESSO, A. A. O Metal Alumínio , suas características e as ações corrosivas que estabelecem o conceito da " Confu ... rosão ". **Corrosão & Proteção**, p. 18–19, 2006ah.

 Processo de Anodização. In: Guia Técnico do Alumínio - Tratamento de Superfície. 1. ed. São Paulo: ABAL - Associação Brasileira do Alumínio, 1996ai. p. 11–14.

36. Anodização. In: **Guia Técnico do Alumínio - Tratamento de Superfície**. 1. ed. São Paulo: ABAL - Associação Brasileira do Alumínio, 1996aj. p. 39–56.

37. Enganchamento. In: Guia Técnico do Alumínio - Tratamento de Superfície. 1.
ed. São Paulo: ABAL - Associação Brasileira do Alumínio, 1996ak. p. 15–18.

38. MENEGHESSO, A. A. Alumínio: Tipos de Acabamento. **Corrosão & Proteção**, p. 32–33, 2006al.

 Tratamentos Mecânicos. In: Guia Técnico do Alumínio - Tratamento de Superfície. 1. ed. São Paulo: ABAL - Associação Brasileira do Alumínio, 1996am. p. 19–22.

40. **Telecurso 2000: Processos de Fabricação - Aula 59**. Brasil, [s.d.]. Disponível em: <a href="http://aulas.acervotecnico.com.br/telecurso-2000-processos-fabricacao-aula-59/">http://aulas.acervotecnico.com.br/telecurso-2000-processos-fabricacao-aula-59/</a>

 Desengraxe - Lavagem. In: Guia Técnico do Alumínio - Tratamento de Superfície. 1. ed. São Paulo: ABAL - Associação Brasileira do Alumínio, 1996ao. p. 23–28.

42. Fosqueamento. In: **Guia Técnico do Alumínio - Tratamento de Superfície**. 1. ed. São Paulo: ABAL - Associação Brasileira do Alumínio, 1996ap. p. 33–36.

43. MENEGHESSO, A. A. Noções Básicas sobre Processo de Anodização do Alumínio e suas Ligas - Parte 2. **Corrosão & Proteção**, p. 30–32, 2007aq.

44. Guia Técnico Tratamento de Superfície. In: **Guia Técnico do Alumínio -Tratamento de Superfície**. 1. ed. São Paulo: ABAL - Associação Brasileira do Alumínio, 1996ar. p. 39.

45. SANTA-OLALLA, J. L. G.; FELIU, J. G. **Process for the Electrolytic Coloring** of Aluminum or Aluminum AlloysU.S.A., 1994as.

 Guia Técnico do Alumínio - Tratamento de Superfície. In: Guia Técnico do Alumínio - Tratamento de Superfície. 1. ed. São Paulo: ABAL - Associação Brasileira do Alumínio, 1996at. p. 40.

47. MENEGHESSO, A. A. Noções Básicas sobre Processo de Anodização do Alumínio e suas Ligas - Parte 3. **Corrosão & Proteção**, p. 30–32, 2007au.

48. AERTS, T. et al. Comparison between the influence of applied electrode and electrolyte temperatures on porous anodizing of aluminum. **Electrochimica Acta2**, v. 55, n. 12, p. 3957–3965, 10ADav.

49. INTERNATIONAL, A. **B580: Standard Specification for Anodized Oxide Coatings on Aluminum**, [s.d.].

50. MENEGHESSO, A. A. Noções Básicas sobre Processo de Anodização do Alumínio e suas Ligas - Parte 4. **Corrosão & Proteção**, p. 32–33, 2007ax.

51. Current Anodizing Precesses. Disponível em:

<a href="http://www.anodizing.org/?page=processes#EColoring>">http://www.anodizing.org/?page=processes#EColoring>">http://www.anodizing.org/?page=processes#EColoring></a>. Acesso em: 17 maio. 2015ay.

52. MENEGHESSO, A. A. Noções Básicas sobre Processo de Anodização do Alumínio e suas Ligas - Parte 5. **Corrosão & Proteção**, p. 25, 2007az.

53. MENEGHESSO, A. A. Noções Básicas sobre Processo de Anodização do Alumínio e suas Ligas - Parte 9. **Corrosão & Proteção**, p. 29–31, 2008ba.

54. MENEGHESSO, A. A. Noções Básicas sobre Processo de Anodização do Alumínio e suas Ligas - Parte 12. **Corrosão & Proteção**, p. 22–24, 2009bb.

55. MENEGHESSO, A. A. Noções Básicas sobre Processo de Anodização do Alumínio e suas Ligas - Parte 8. **Corrosão & Proteção**, p. 28–30, 2008bc.