



CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA LIGA AL1070 DEFORMADA VIA Prensagem em Canais Equiângulares a Frio¹

Christien Guisard Haueger²
 Jéssica Alves Alberice Benedicto²
 André Luiz de Andrade Abrantes³
 Monica Costa Rezende³
 Jefferson Fabrício Cardoso Lins⁴

Resumo

A Deformação Plástica Severa (DPS) atualmente é considerada um método eficiente para se produzir materiais metálicos com grãos nanocristalinos e/ou ultrafinos. O principal objetivo deste projeto foi estudar o refinamento microestrutural da liga comercial Al1070 durante a prensagem em canais equiângulares. Esta técnica de DPS consiste numa operação de prensagem em que um tarugo previamente lubrificado é forçado a escoar repetidas vezes através de dois canais idênticos. A análise se resumiu em estudar o efeito da rota B_C (o tarugo é rotacionado em 90° sempre no mesmo sentido entre os passes) aplicada em amostras da liga comercial através de deformação plástica severa a frio entre 1 e 5 passes em uma matriz em que os canais perfazem um ângulo de 90° entre si. O estudo foi investigado por meio de uma caracterização sistemática tanto da evolução microestrutural quanto da textura cristalográfica desenvolvida nos materiais.

Palavras-chave: Deformação plástica severa; Difração de elétrons retroespalhados; Evolução microestrutural; Textura cristalográfica.

MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF AL1070 ALLOY BENT BY COLD EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING

Abstract

The Severe Plastic Deformation (SPD) is currently considered an efficient method to produce metallic materials with nanocrystalline grains and/or ultrafine. The main objective of this project was to study the microstructural refinement commercial Al1070 alloy during equal channel angular pressing. This technique of SPD is a pressing operation in which a billet prelubricated is forced to flow repeatedly through two identical channels. The analysis is summarized in studying the effect of route B_C (the billet is rotated 90 ° in the same direction during the passes) applied to commercial samples of the alloy through severe plastic cold deformation between 1 and 5 passes in an array of channels that make up a 90 ° angle between them. The study was investigated by a systematic characterization of both the microstructural evolution and crystallographic texture developed in the materials.

Keywords: Severe plastic deformation; Electron backscatter diffraction; Microstructural evolution; Crystallographic texture.

¹ Contribuição técnica ao 66º Congresso Anual da ABM, 18 a 22 de julho de 2011, São Paulo, SP, Brasil.

² Alunos de Iniciação Científica.

³ Alunos da Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica.

⁴ Doutor, Professor Adjunto do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.



1 INTRODUÇÃO

O refinamento microestrutural dos materiais metálicos pode ser intensificado com o auxílio de técnicas de Deformação Plástica Severa (DPS). Com os elevados níveis de deformação proporcionados por esta técnica é possível obter consideráveis alterações nas propriedades mecânicas destes materiais. A aplicação das técnicas de DPS torna capaz a redução do tamanho de grão até a escala ultrafina.⁽¹⁾ Diversas técnicas de processamento por DPS estão disponíveis atualmente, incluindo-se a prensagem em canais equiangulares (ECAP – *Equal Channel Angular Pressing*), torção sob alta pressão (HPT – *High-Pressure Torsion*) e o processo ARB (*Accumulative Roll-Bonding*).

A técnica escolhida para o presente trabalho foi o ECAP, sendo esta uma simples operação de prensagem de um tarugo previamente lubrificado forçado a escoar através de dois canais idênticos. O ângulo adotado entre os canais foi de 90° para a obtenção de um refinamento microestrutural mais intenso.

De acordo com Valiev e Langdon,⁽²⁾ um estudo sobre a natureza da evolução das orientações predominantes cristalográficas resultantes da DPS é de primordial importância no processo ECAP. A textura cristalográfica impõe um efeito significativo sobre muitas propriedades dos materiais, sendo assim, uma cuidadosa análise da textura torna possível esclarecer os mecanismos responsáveis pelo refinamento microestrutural. Foram levantados, por Kim et al.,⁽³⁾ estudos a respeito da evolução microestrutural de uma liga comercialmente pura de alumínio submetida ao processo ECAP através de duas rotas de processamento. O trabalho realizado por esta equipe teve como referência um material de partida com grãos extremamente grosseiros. Qiao et al.⁽⁴⁾ estudaram os mecanismos de endurecimento e a heterogeneidade dos defeitos cristalinos gerados numa liga AA1050 após um passe via ECAP por meio da rota B_C. Em 2006, Zhilyaev et al.⁽⁵⁾ avaliaram a evolução da microtextura e microestrutura de um alumínio puro e observou que este estudo pode se dividir em duas etapas. A primeira fase do estudo ocorre até o quarto passe no qual ainda existe uma considerável presença de contornos de baixo ângulo associado a uma textura não homogênea aparente após o primeiro passe. Após 12 passes utilizando-se a rota B_C, foi observado uma homogeneização da textura do material e um nivelamento nos índices de fração volumétrica de contornos de grão.⁽⁵⁾ Recentemente, Kawasaki et al.⁽⁶⁾ afirmaram que de acordo com seus resultados houveram também duas etapas. Inicialmente, até o 4º passe, a microestrutura apresentou grãos alongados. A partir do 4º passe de deformação observou-se uma matriz composta por grãos equiaxiais ultrafinos que através de todo processamento, não apresentou variação significativa no tamanho médio de grão e em sua proporção.

Os estudos têm focado na avaliação das mudanças na microestrutura e/ou nas propriedades mecânicas de materiais submetidos ao processo ECAP.⁽²⁻⁶⁾ Logo, se torna necessário um estudo mais específico a respeito dos fenômenos envolvidos nessa técnica, a partir de uma investigação sistematizada, aplicada a materiais com tamanho de grão grosseiro inicialmente.

O objetivo do trabalho foi verificar a evolução microestrutural e da textura da liga de alumínio comercialmente pura após cinco passes de ECAP a frio seguindo a rota B_C utilizando-se as técnicas de microscopia eletrônica de varredura e difração de elétrons retroespalhados.

2 MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Material

A liga de alumínio Al1070 utilizada neste trabalho foi gentilmente doada pela empresa Novelis do Brasil Ltda. O material foi lingotado para a confecção de uma placa de 610 mm de espessura. Em seguida, a placa foi desbastada via laminação a quente até a espessura de 32 mm totalizando uma deformação verdadeira total de 3,40. A temperatura de saída da placa foi estimada como sendo acima de 380°C. A Tabela 1 apresenta a composição química nominal da liga estudada.

Tabela 1. Composição Química da liga de alumínio AA1070 (teores expressos em % em peso).

Mn	Mg	Si	Pb	Fe	Ti	Cu	Ga	Al
ND*	ND*	0,07	0,002	0,18	0,02	ND*	0,001	99,72

*ND – Não detectado

2.2 Métodos

O material foi deformado numa matriz bipartida de aço ferramenta pela ação de um punção acoplado a uma máquina de ensaios marca Wolpert-Amsler, modelo 20 TUZ, de capacidade de 200 kN. Foram cortadas amostras em formato de tarugos na dimensão de 10 x 10 x 70 mm da placa laminada a quente para posterior processamento via ECAP. As análises seguiram um sistema de referências adotado inicialmente (Figura 1). Os tarugos foram prensados à velocidade de até 5 mm/s em 5 passes a temperatura ambiente seguindo a rota B_C. A lubrificação entre a matriz e os tarugos que foram deformados utilizou-se um spray à base de MoS₂.

As amostras foram preparadas seguindo-se os procedimentos convencionais de metalografia. O polimento foi realizado numa célula eletrolítica empregando-se uma solução composta por 59 partes de CH₄O, 35 partes de C₂H₄(OH)₂ e 6 partes de HClO₄ (em volume). A diferença de potencial aplicada foi de 14 V por 10 s a temperatura ambiente.

As microestruturas de todas as amostras foram observadas junto a um microscópio eletrônico de varredura EVO MA10 da Zeiss com filamento de LaB₆. O microscópio foi operado no modo de elétrons retroespalhados com tensão de aceleração de 10 kV com um detector de estado-sólido de quatro quadrantes.

As medidas de difração de elétrons retroespalhados (*Electron Backscattered Diffraction* – EBSD) foram realizadas utilizando-se um sistema da EDAX que se encontrava acoplado ao microscópio eletrônico de varredura mencionado anteriormente. Os dados gerados foram analisados e interpretados por meio de perfis de distribuição de diferenças de orientação, distribuições de tamanho de grão e as funções distribuição de orientação. O sistema da EDAX contava com uma câmera de ultra-alta velocidade de modelo HIKARI. A área de cada amostra foi mapeada com *step size* variando de 2,00 a 0,05 μm, dependendo da morfologia dos elementos da subestrutura presentes.

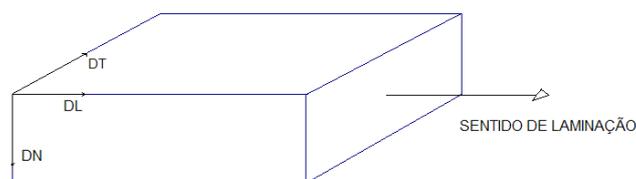


Figura 1. Sistema de referência adotado para a caracterização microestrutural. DT, DL e DN representam: Direção Transversal, Direção Longitudinal e Direção Normal, respectivamente.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Material de Partida

O material de partida apresentou uma microestrutura originada do processo de laminação a quente. Este processamento gerou uma microestrutura formada por grãos alongados e alinhados paralelamente à direção de laminação (Figura 2a). Com a recuperação do material durante a laminação ocorre também o crescimento anormal dos grãos (Figura 2b), esta alteração morfológica pode ser observada preferencialmente na seção transversal.

Através das micrografias foi possível observar a dispersão dos precipitados na matriz. Ocorreu uma parcial remoção desses precipitados presentes na superfície da amostra devido à ação da diferença de potencial aplicada durante o polimento eletrolítico.

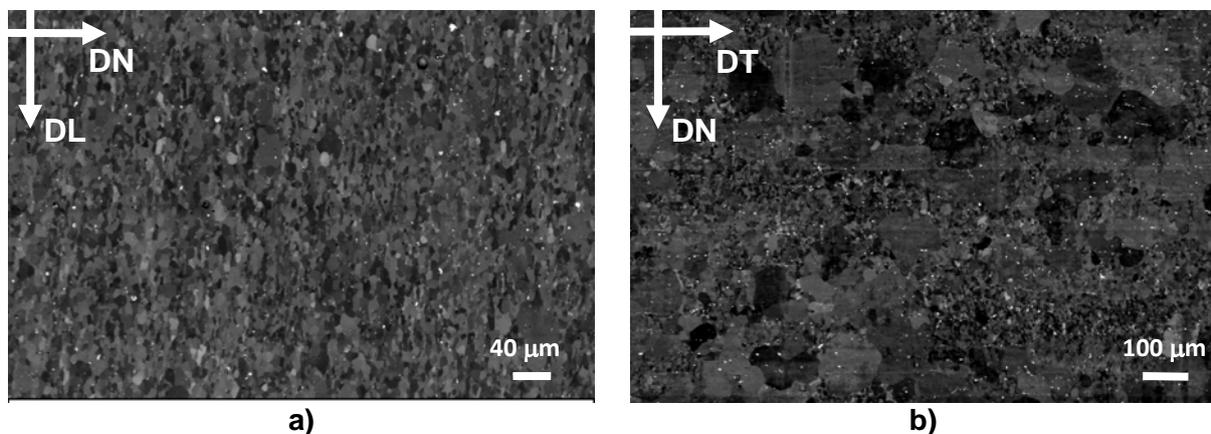


Figura 2. Análise de micrografias do material de partida no a) plano de laminação e na b) seção transversal.

A partir dos dados obtidos calculou-se, referente ao material de partida, um tamanho de grão da ordem de $10,4 \pm 17,0 \mu\text{m}$ e a distribuição das orientações, de acordo com a natureza dos contornos presentes (Figura 3a).

Foi observada uma subestrutura formada por uma elevada fração volumétrica de aproximadamente 58,2 % de contornos de baixo ângulo (ângulo de rotação entre 2 e 15°). O processo de recuperação dinâmica presente na laminação a quente foi o responsável pela formação dos subgrãos existentes na subestrutura do material.

Foram levantadas funções distribuição de orientação (FDO), para o estudo da textura do material de partida, através da observação da maior intensidade das fibras (Figura 4a). A textura cristalográfica do material corresponde ao processo de laminação estando em direção à $(110)[\bar{1}\bar{1}0]$.

3.2 Estado Deformado

A evolução da microestrutura e da textura cristalográfica do material a partir dos mapas de orientação obtidos encontra-se apresentada na Figura 3. O material submetido a cinco passes por meio da rota B_C apresentou um refinamento microestrutural final com a formação de grãos ultrafinos de morfologia parcialmente equiaxial.

Devido ao calor associado à deformação elevada e ao atrito do sistema, observa-se a formação de uma nova subestrutura durante o processamento do

material. Os passes ímpares geram uma elevada fração de contornos de baixo ângulo em relação aos demais.

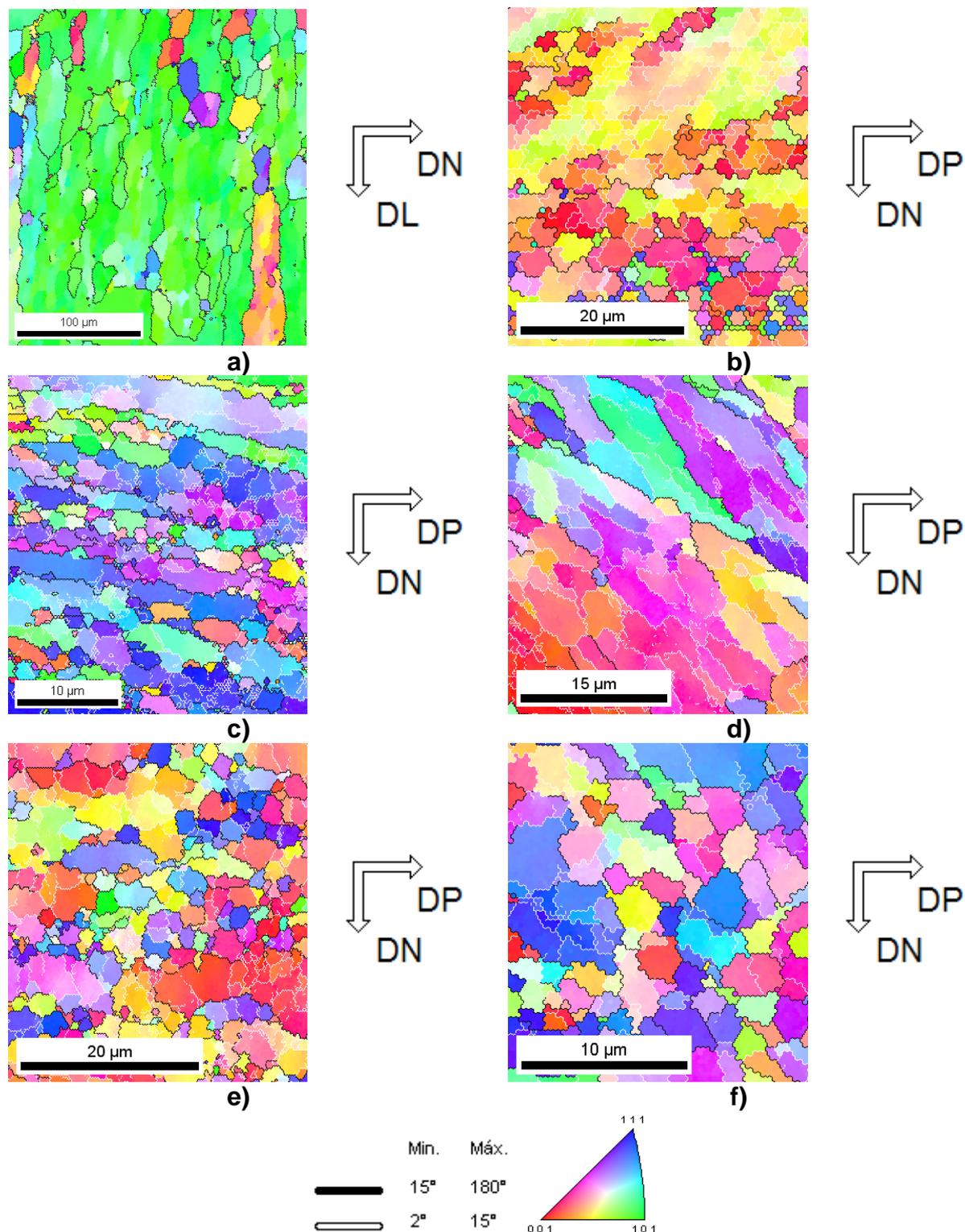


Figura 3. Evolução microestrutural e da textura cristalográfica a partir da análise do: a) material de partida, b) 1º passe, c) 2º passe, d) 3º passe, e) 4º passe e f) 5º passe.



Devido à aplicação da técnica de DPS foi observado ao primeiro passe de processamento termomecânico um elevado nível de deformação associado a um significativo refinamento microestrutural associado a uma intensa alteração na textura inicial do material. Com o primeiro passe obteve-se aproximadamente 70% de refinamento. A primeira etapa do processo ECAP é idêntica para todas rotas convencionais, esta etapa do processamento devido aos planos de deslizamento presentes, promove um aumento considerável da fração de contornos de baixo ângulo.

Com a rotação da amostra devido ao emprego da rota B_C ativam-se novos planos de deslizamento no material. O refinamento da microestrutura continua em vigor devido ao elevado nível de deformação associado por passe. Observa-se presente a formação contínua de contornos lamelares associada a uma redução da fração volumétrica de contornos de baixo ângulo. O segundo passe proporcionou um refinamento microestrutural de aproximadamente 40% em relação ao primeiro passe de deformação. Foi observado nos passes posteriores um comportamento constante do tamanho de grão.

Através das sucessivas rotações relacionadas à rota B_C, em conjunto com a ativação de novos planos de deslizamento, ocorre no terceiro passe a formação de uma nova subestrutura com a elevação da fração de subgrãos no interior de grãos ultrafinos gerados pelos passes anteriores. A microestrutura passa a ter uma fração volumétrica de contornos de baixo ângulo equivalente ao material de partida, porém associada a grãos ultrafinos obtidos a partir do refinamento microestrutural.

Com a aplicação do quarto passe observa-se um novo estágio de redução da fração volumétrica de contornos de baixo ângulo, porém este índice está correlacionado ao início de formação de novos grãos que deixam de possuir contornos lamelares e tornam-se equiaxiais.

Devido à ausência de refinamento microestrutural através do quarto passe foi esperada a confirmação dos resultados referentes aos autores citados na introdução deste trabalho. A alteração da morfologia dos grãos permitiu um novo comportamento do material mediante as tensões cisalhantes presentes no processamento. A fração volumétrica de contornos de baixo ângulo alcançou o nível de aproximadamente 50 %, sendo assim gerada uma proporção equivalente entre grãos e subgrãos na microestrutura.

A evolução da textura cristalográfica do material foi analisada a partir de funções distribuição de orientação calculadas para o material de partida e todos os passes de DPS (Figura 4). Observando-se o corte no qual se encontra a maior intensidade é possível determinar a macrot textura do material.

Para uma análise precisa da macrot textura do material foi empregada uma estatística sistematizada na qual foram analisados mapas que continham a partir de 2.000 grãos.

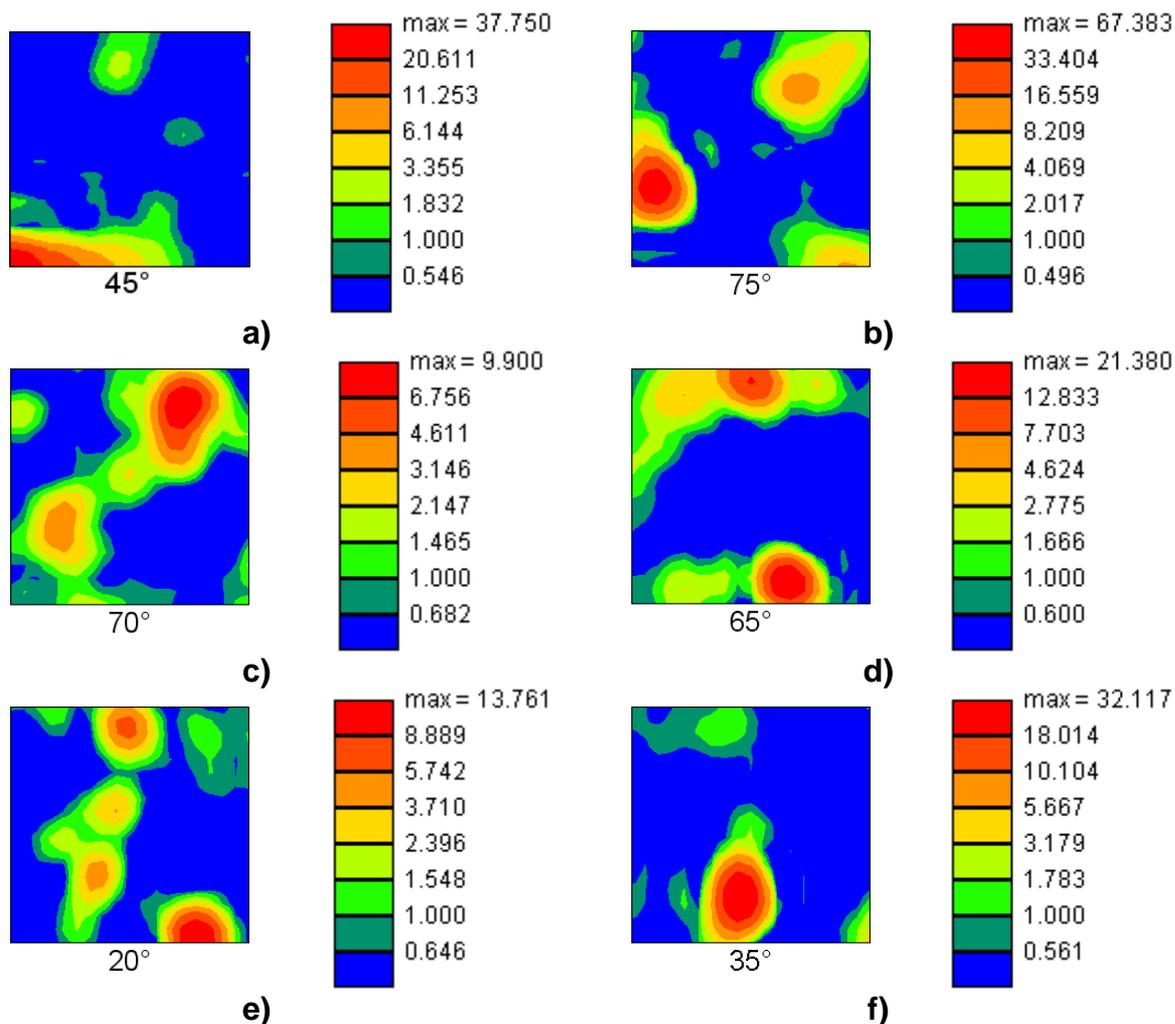


Figura 4. Funções Distribuição de Orientação para a análise da textura do: a) material de partida, b) 1º passe, c) 2º passe, d) 3º passe, e) 4º passe e f) 5º passe.

A textura cristalográfica do material é calculada a partir das componentes principais observadas nas FDO's. A Tabela 2 apresenta a evolução da macrotextura do material deformado a frio através de cinco passes do processamento ECAP via rota B_C.

Tabela 2. Evolução da textura cristalográfica da liga Al1070 submetida ao processamento ECAP

	Textura
Material de partida	(110)[$\bar{1}10$]
Primeiro passe	(311)[130]
Segundo passe	(001)[110]
Terceiro passe	(210)[123] e (001)[$\bar{1}30$]
Quarto passe	(130)[001]
Quinto passe	(231)[$\bar{1}11$]

A Figura 5 mostra a transição existente para o quinto passe onde ocorre um intenso refinamento microestrutural em conjunto com a redução da fração de contornos de baixo ângulo. Nota-se a presença de uma pequena formação de grãos ultrafinos situados nos contornos de alto ângulo.

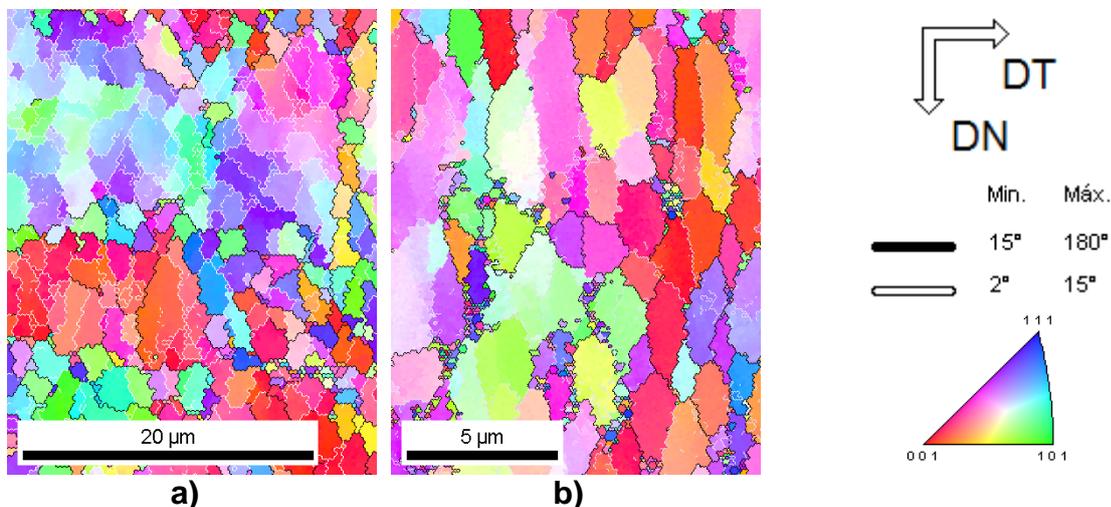
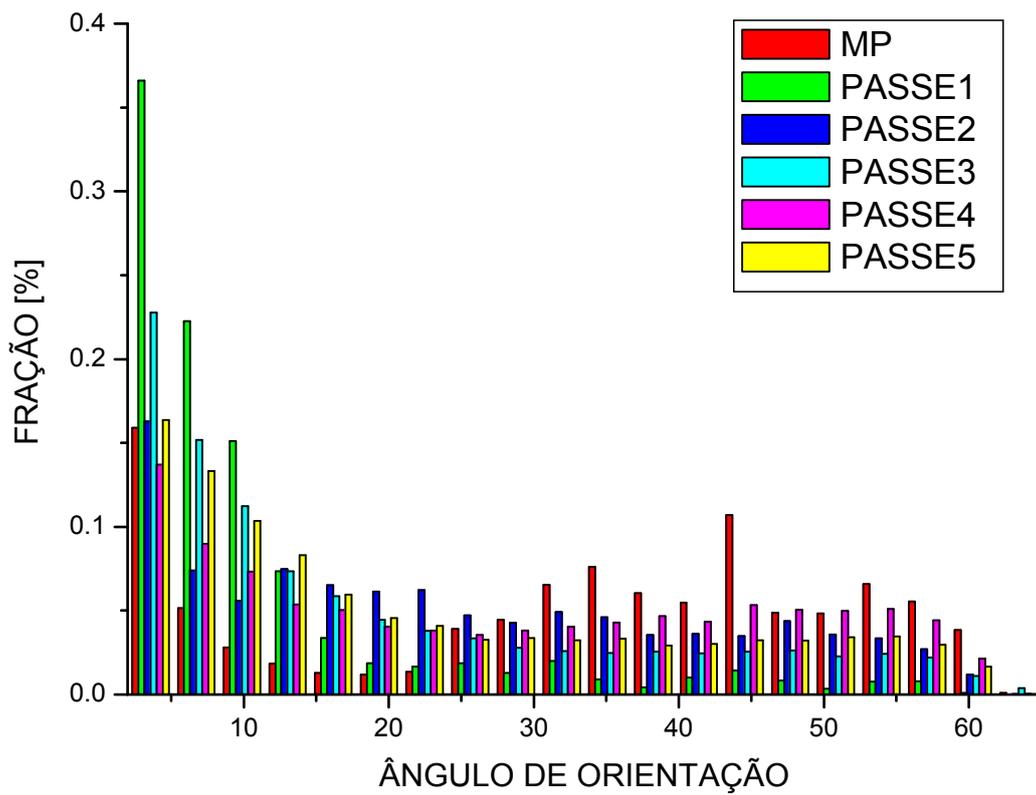


Figura 5. Mapas de orientação referentes à seção transversal avaliada para a análise da alteração da morfologia envolvida da passagem através do a) 4º passe para o b) 5º passe.

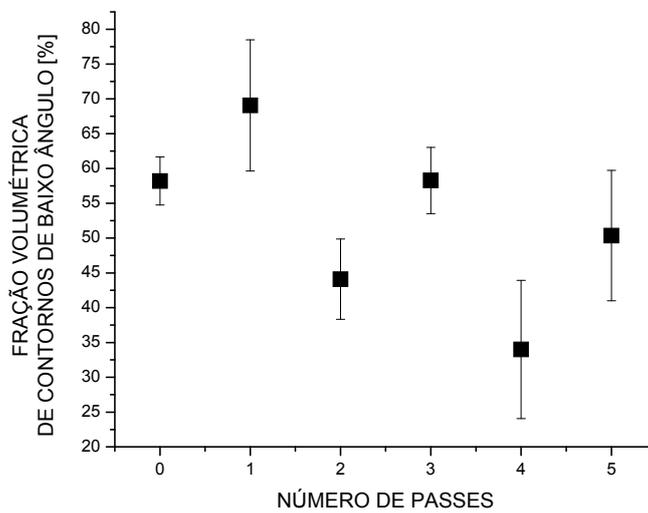
Com a evolução microestrutural do material observa-se a partir de análises quantitativas da seção longitudinal do material, uma expressiva redução da fração volumétrica de contornos de alto ângulo ao primeiro passe de deformação. Com o progresso do processamento, são gerados novos contornos de alto ângulo, estes associados à criação dos grãos ultrafinos esperados mediante a DPS. Até o terceiro passe ocorre um intenso refinamento dos grãos com formação contínua de contornos lamelares diretamente relacionados a regiões com elevada diferença de orientação. Estas lamelas possuíam como subestrutura a presença de subgrãos e uma elevada fração volumétrica de contornos de baixo ângulo. Com a aplicação do quarto passe é possível observar a partir dos perfis de distribuição de diferenças de orientação apresentados na Figura 6a, a formação de novos contornos de caráter de alto ângulo correlacionada à geração de grãos com morfologia diferenciada. Para associar a evolução dos contornos envolvidos no processamento, a Figura 6b revela a oscilação da evolução dos contornos de caráter de baixo ângulo mediante a aplicação da técnica de DPS através da rota B_C.

O refinamento microestrutural alcançado está diretamente relacionado às alterações impostas sobre a quantidade de contornos, sendo assim, o comportamento cíclico das frações de contornos de baixo ângulo resultam na redução de tamanho de grão do material e na nucleação de grãos ultrafinos.

O material apresentou após cinco passes uma fração de contornos de baixo ângulo equivalente aos dados do material de partida, sendo assim presente um efeito de refinamento microestrutural associado às alterações morfológicas da microestrutura, nas quais o material sofre recuperação parcial com a ação do calor gerado durante a deformação devido ao atrito presente no sistema. O tamanho de grão alcançado foi da ordem de $1,1 \pm 0,9 \mu\text{m}$. A recuperação do material também se comporta de forma cíclica, se apresentando mais intensa de acordo com os planos de deslizamento ativos no sistema.



a)



b)

Figura 6. Análise quantitativa do comportamento a) dos contornos apresentado no emprego da rota B_c a frio para todos ângulos e o b) comportamento cíclico presente nos contornos de baixo ângulo.

Observou-se que ao quinto passe a amostra apresentou uma fração de contornos de baixo ângulo equivalente ao material de partida, porém contendo uma microestrutura refinada de grãos parcialmente equiaxiais. Os grãos ultrafinos existentes nos contornos de alto ângulo se nuclearam preferencialmente possuindo a textura em direção à $\{0\ 0\ 1\}$ e $\{1\ 0\ 1\}$. Esta característica está aplicada diretamente ao processamento, no qual o nível de deformação elevado, associado a uma rota específica, determinou os planos de deslizamento que foram ativados pela ação das tensões cisalhantes presentes no sistema.

O tamanho de grão do material de partida tem uma grande variação associado devido ao crescimento anormal dos grãos e da subestrutura presente. O gráfico inserido na Figura 7 apresenta a evolução do tamanho de grão do material submetido ao ECAP. Observou-se um comportamento no qual o tamanho de grão se mantém relativamente constante a partir do segundo passe através da rota B_C .

A estabilidade do refinamento logo ao segundo passe está relacionada ao material de partida utilizado. O elevado nível de contornos de baixo ângulo e subestruturas, presentes no material laminado, devido à recristalização parcial existente, limitou a evolução do refinamento, mas não determinou sua intensidade final.

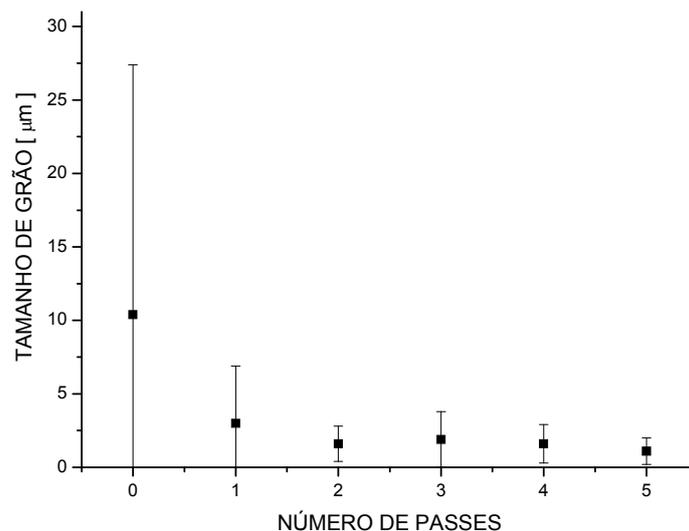


Figura 7. Evolução do tamanho de grão do material submetido ao ECAP via rota B_C .



4 CONCLUSÃO

Ocorreu parcial recristalização do material de partida, devido ao processo de laminação a quente, com a formação de subgrãos e elevadas frações de contornos de baixo ângulo. Com a aplicação do 1º passe observou-se um elevado nível de deformação associada às tensões cisalhantes presentes no processamento. Devido a DPS ocorre um refinamento microestrutural intenso que altera significativamente a textura do material e eleva as frações de contornos de baixo ângulo. A rota B_C emprega o 2º passe de forma que se alteram os planos de deslizamento envolvidos no sistema, logo se observa uma inversão do efeito associado ao passe anterior referente às frações de contornos gerados. Devido às sucessivas rotações dos grãos, o 3º passe ativa novamente os planos presentes no 1º passe, resultando em um novo aumento da fração de contornos de baixo ângulo. Com o 4º passe nota-se o comportamento cíclico dos contornos e este resultou em uma mudança morfológica da microestrutura do material. O material deixou de apresentar contornos lamelares e iniciou a formação de grãos equiaxiais com eventual presença de grãos ultrafinos presente nos contornos de grão. Ao final do 5º passe de deformação observa-se a estabilidade de uma microestrutura composta de grãos potencialmente equiaxiais acompanhados por grãos ultrafinos de textura preferencial situados nos contornos de grão.

Agradecimentos

À FAPERJ, PROPPi/UFF e ao CNPq pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

- 1 LANGDON, T. G., The processing of ultrafine-grained materials through the application of severe plastic deformation, Springer Science+Business Media, p.3388-3397, 2007.
- 2 VALIEV, R.Z., LANGDON, T.G., Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement, Progress in Materials Science, v.51, p.881-981, 2006.
- 3 KIM, K. J., et al., Microstructural evolution and its effect on mechanical properties of commercially pure aluminum deformed by ECAE (Equal Channel Angular Extrusion) via routes A and C, Materials Science and Engineering A, p.7927-7930, 2010.
- 4 QIAO, X. G., et al., Hardness inhomogeneity and local strengthening mechanisms of an Al1050 aluminium alloy after one pass of equal channel angular pressing, Materials Science and Engineering A, p.52-58, 2009.
- 5 ZHILYAEV, A. P., et al., Microtexture and microstructure evolution during processing of pure aluminum by repetitive ECAP, Materials Science and Engineering, p.137-148, 2006.
- 6 KAWASAKI, M., et al., Microstructural evolution in high purity aluminum processed by ECAP, Materials Science and Engineering A, p.143-150, 2009.