

EFEITOS DA DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA APLICADA A FRIO POR ECAP VIA ROTA C EM UMA LIGA AL AA1070*

Gabriel Gonçalves Pessoa de Castro¹

Jefferson Fabrício Cardoso Lins²

Ana Carolina Ribeiro Duarte¹

Raquel Santos Mendes¹

Manuela Fontana¹

Resumo

O trabalho teve por objetivo produzir uma liga Al AA1070 com granulometria fina a partir de um material com granulometria grosseira, por meio de deformação plástica severa (DPS) aplicada por prensagem por canais equiangulares (ECAP) via rota C, bem como esclarecer e avaliar os mecanismos responsáveis pela evolução microestrutural durante este processo de prensagem. O processo empregou a rota C com 5 passes consecutivos a frio e acumulou uma deformação $\epsilon_5 = 5,95$. O material de partida é proveniente de um processo de laminação a quente, com uma microestrutura de grãos grosseiros com tamanho de grão de $16 \pm 18 \mu\text{m}$. Foi realizada a caracterização microestrutural com o auxílio das técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e de difração de elétrons retroespalhados. O refinamento microestrutural foi realizado eficientemente alcançando uma microestrutura fina, observou-se uma redução de 80% alcançando um tamanho de grão de $3,38 \mu\text{m}$, e um aumento da fração de contornos de alto ângulo passando de 23% a 46%. A partir dos resultados obtidos nas análises conclui-se que os mecanismos responsáveis pela evolução microestrutural foram os processos de subdivisão por meio de fragmentação e rotação de grãos, recuperação e recristalização dinâmica.

Palavras-chave: Microscopia eletrônica de varredura; Prensagem por canais equiangulares; Liga de alumínio; Deformação plástica severa.

EFFECTS OF SEVERE PLASTIC DEFORMATION APPLIED THE COLD BY ECAP VIA ROUTE C IN A LEAGUE AL AA1070

Abstract

The study aimed to produce an alloy Al AA1070 with fine grains from a material with coarse particle size, by DPS applied by ECAP route C, and clarify and assess the mechanisms responsible for the microstructural evolution during this pressing process. Will be held 5 consecutive passes where the deformation accumulated is $\epsilon_5 = 5.95$. The starting material is manufactured from a hot-rolling process, and has a coarse grain microstructure with a grain size of 15.7 ± 17.5 . Microstructural characterization was performed with the aid of scanning electron microscopy techniques (SEM) and electron backscatter diffraction was performed. The microstructural refinement was carried reaching a fine microstructure, there was a 80% reduction reaching a in achieving a grain size of 3.38 microns, and an increase of the fraction of high angle boundaries from 23% to 46%. From the results obtained in this study it is concluded that the mechanisms responsible for microstructural evolution were the subdivision processes through fragmentation and rotation grains dynamic recovery and recrystallization.

Keywords: Scanning electron microscopy; Pressing by equiangular channels; Aluminum alloy; Severe plastic deformation.

¹ Aluno-Cursando Doutorado em Engenharia Metalúrgica, Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, RJ, Brasil.

² Professor Orientador, Doutor em Engenharia Metalúrgica, Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, RJ, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

A técnica de ECAP é uma forma eficiente de se obter refinamento microestrutural de materiais cristalinos [1, 2], essa técnica consiste na passagem de um tarugo por canais com secção transversal constante, perpendiculares um ao outro, onde é aplicado sobre o material uma deformação de cisalhamento simples no decorrer que ele passa sobre a intersecção dos canais, que promove mudanças microestruturais. Além de apresentar diferenciais tecnológicos particulares, tais como a conservação das dimensões e propriedades químicas originais, independente do número de passes de deformação realizados [2-4]. O intenso processo de refinamento microestrutural, por meio de deformação plástica severa (DPS), vem se mostrando eficaz para obtenção de materiais com diferentes

Esta técnica pode ser conduzida em quatro rotas fundamentais de processamento, nomeadas de rotas A, B_A, B_C e C, que favorecem a ativação de diferentes sistemas de deslizamento produzindo diferenças na microestrutura do material processado [3].

A distinção entre as rotas do ECAP esta entre as rotações em relação à direção de aplicação de carga do material após cada passe de deformação. Na rota A o material processado não sofre rotação entre os passes de deformação. Na rota B_A o material sofre rotações alternadas de 90°, em relação à direção de prensagem, nos sentidos horário e anti-horário. Na rota B_C o material sofre após cada passe uma rotação de 90° no sentido horário. Por fim, na rota C o material sofre uma rotação de 180° entre cada passe.

Para o presente estudo, foi escolhida uma liga de alumínio Al AA1070, com tamanho de grão da ordem de $15,7 \pm 17,5 \mu\text{m}$.

Estudar materiais pouco investigados, como a liga Al AA1070, pode esclarecer algumas dúvidas sobre os efeitos no refinamento da microestrutura pelas diferentes rotas de processamento. *Tolaminyad and Dehghani* [4] realizaram a caracterização microestrutural e avaliaram algumas propriedades mecânicas dessa liga via processada via ECAP através da rota B_C. Onde foram verificados dois tipos de comportamento, entre o primeiro e o quarto passe a microestrutura evoluiu de subgrãos alongados para uma matriz de grãos finos e equiaxiais e que a fração de contornos de alto ângulo e a diferença cristalográfica cresceram rapidamente até o quarto passe. Entre o quarto e o oitavo passe a velocidade de crescimento se reduziu e não foi notada nenhuma alteração significativa no tamanho dos grãos.

Neste contexto, a investigação da liga AA1070 consistiu na análise sistemática de seu comportamento após a deformação via ECAP ao longo de 5 passes de deformação utilizando a rota C, com o auxílio da caracterização microestrutural. A caracterização microestrutural do material após sofrer DPS foi realizada através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e através da técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD).

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Material

O corpos de prova utilizados no proposto trabalho são provenientes de uma liga de alumínio AA 1070, fornecida pela empresa Novelis do Brasil Ltda., cuja composição química é apresentado na tabela 1. A chapa foi lingotada para a confecção de uma placa de 610 mm de espessura e em seguida, desbastada via laminação a quente

até a espessura de 32 mm cuja temperatura de saída foi estimada como sendo acima de 380°C.

Tabela 1. Composição química da liga de alumínio AA1070 (Teores expressos em % de peso)

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

2.2 Método

2.2.1 Processo ECAP

No processamento ECAP tarugos de alumínio com formato de paralelepípedos retangulares (tarugos) com dimensões de 70 x 10 x 10 mm, serão forçados a escoar por dois canais de seção transversal igual e constante no interior de uma matriz totalmente rígida, sofrendo deformações de natureza de cisalhamento simples conforme passam pela zona de interseção entre os dois canais. Os canais foram lubrificados com graxa de alto desempenho de sulfonato de cálcio. A rota utilizada no processamento é a rota C, que consiste em girar o corpo 180° após cada deformação, foram realizados 5 passes.

O processamento ECAP foi realizado no Laboratório de Ensaios Mecânicos da EEIMVR/UFF, utilizando uma máquina de Tração e Compressão universal EMIC DL-60 com capacidade máxima de carga de 600 KN, uma matriz ECAP bipartida de aço ferramenta H13 com dois canais idênticos com dimensões de 10x10 mm formando um ângulo de 90° e um punção de aço ferramenta H13;

O raio de adoçamento dos canais é de 5 mm ($\Psi \approx 37^\circ$) a fim de facilitar o fluxo do tarugo entre os canais e reduzir a carga de prensagem. O processo de deformação ocorreu a uma velocidade de 5mm/min e acumulou uma deformação verdadeira de $\varepsilon_5 = 5,95$. Durante o processamento foram gerados gráficos força x deformação a fim de avaliar o comportamento mecânico das amostras no decorrer dos passes de deformação.

2.2.2 Preparação metalográfica

As amostras deformadas via processamento ECAP após cada ciclo e uma amostra sem deformação, foram cortadas, com dimensões aproximadas de 10x10x5 mm³ para a análise microestrutural. Primeiramente as amostras foram lixadas e em seguida submetidas ao polimento eletrolítico. O polimento foi realizado através de duas células eletrolíticas no equipamento padrão, empregando-se uma solução composta por 59 partes de CH₄O (metanol), 35 partes de C₂H₄(OH)₂ (etileno-glicol) e 6 partes de HClO₄ (ácido perclórico) (em volume). A diferença de potencial (ddp) aplicada foi de 8V por 90 segundos a temperatura ambiente.

2.2.3 Microscopia eletrônica de varredura – MEV

A microestrutura das amostras foi observada e avaliada com auxílio de um microscópio eletrônico de varredura EVO MA10 da Zeiss com filamento LaB₆ que se encontra instalado no Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica (LMME) da EEIMVR/UFF.

2.2.4 Difração de elétrons retroespalhados – EBSD

As medidas de tamanho de grão e fração de contornos de alto e baixo ângulo foram realizadas com o auxílio da técnica de Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD) e o sistema do modelo Pegasus MX4i da marca EDAX, com câmera de alta

velocidade modelo HIRAKI, integrado ao MEV. Uma área com dimensões aproximadas de $60 \times 100 \mu\text{m}^2$ de cada amostra foi mapeada, de acordo com a morfologia dos elementos da subestrutura presentes, com um passo de varredura (*step size*) de $0,3 \mu\text{m}$, com ampliação de 8000x.

As informações geradas por essas varreduras serão integradas e processadas pelo software OIM 5.3 da EDAX.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.2 Material de Partida

O material de partida apresentou uma microestrutura proveniente do processo de laminação a quente conforme apresentada na Figura 1. Analisando a seção longitudinal das amostras foi verificado que a microestrutura é formada por grãos alongados e alinhados na direção de laminação, Figura 1(a). Observa-se na seção transversal, grãos com morfologia e tamanho irregulares e a presença de subestruturas em torno dos grãos provenientes de recristalização secundária, Figura 1(b). Tais resultados se encontram em concordância com os estudos de *Oliveira* [5] e *Alvi e colaboradores* [6], ambos observaram microestruturas recristalizadas e recuperadas ao analisar alumínio comercialmente puro laminado a quente.

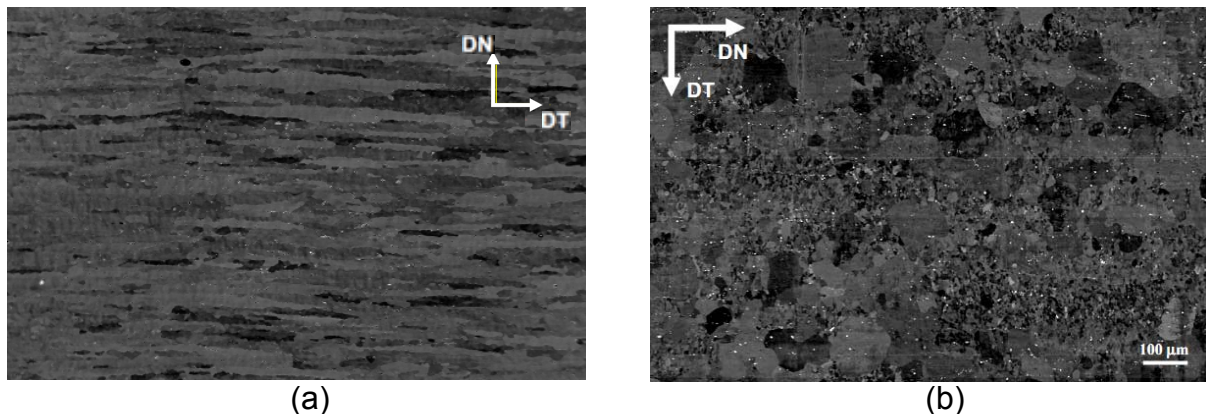


Figura 1. Micrografia apresentando a microestrutura do material de partida: a) seção longitudinal; b) seção transversal. (MEV – Imagens de elétrons retroespalhados 10 kV). DL– Direção Longitudinal, DN – Direção Normal e DT – Direção Transversal.[7].

A incidência de contornos de baixo ângulo foi de 73% e de alto ângulo 23%, uma elevada fração de contornos de baixo ângulo, indicando que o material sofreu recuperação dinâmica durante o processo termomecânico. O tamanho médio de grãos foi de $15,7 \pm 17,5 \mu\text{m}$, obtido através da técnica de medição por linha. O alto desvio padrão referente ao tamanho de grão, se deve a heterogeneidade do material, foi observado grãos com tamanhos de até 2,5 vezes a média obtida. Alvi e colaboradores [6], através de simulação computacional constataram que o tamanho grão de alumínio comercialmente puro laminado a quente podem chegar a até 3 vezes o valor da média.

3.2 Caracterização microestrutural após processamento ECAP

Após o processamento via ECAP a microestrutura da liga AA1070, previamente laminada a quente, se alterou consideravelmente. Esta alteração é devido à intensa deformação a que o material é submetido durante o processamento.

O mapa de qualidade, Figura 2b, mostra intensa formação de subestrutura no interior dos grãos. A fração de contornos de baixo ângulo referente à Figura 2a corresponde a 68%, e 32% de contornos de alto ângulo. A formação de subestrutura é explicada pela deformação severa, em que é gerada uma alta densidade de discordâncias. Para *Langdom* [8], estas discordâncias se rearranjam e se aniquilam para formar estruturas com a intenção de minimizar energia. Observa-se uma estrutura bandeada com 45° com a direção de prensagem, medindo de 11-30µm de largura. A formação destas bandas de deformação se deve provavelmente a tensões cisalhantes que atuaram no material durante a deformação, podendo-se concluir que estas bandas são bandas regulares, uma vez que se apresentam paralelas umas as outras.

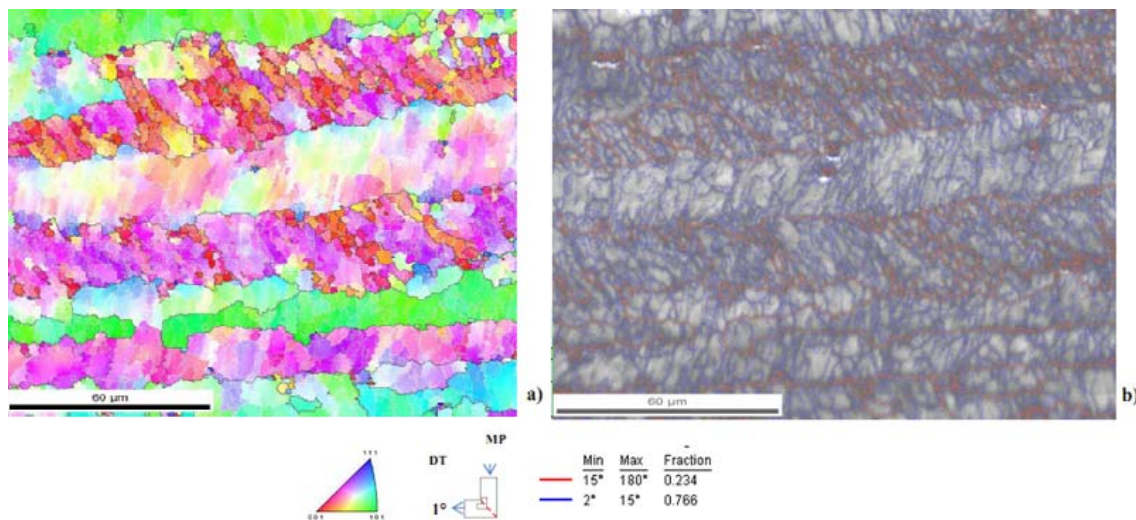


Figura 1. a) Mapa de orientação após o 1º passe, seção transversal; b) Mapa de qualidade com contornos delineados. (MEV – EBSD, 20 kV) [7].

Após o primeiro passe do processamento ECAP foi constatado um severo refino de grãos, aproximadamente 65% de refinamento, chegando a $5,2 \pm 5,4\mu\text{m}$ e uma redução da fração dos contornos de baixo ângulo para 68%. É importante salientar que primeiro passe de deformação é comum para todas as rotas aplicadas pelo ECAP. *Iwahashi* e seus colaboradores [9] ao investigarem a evolução microestrutural do alumínio de alta pureza durante o ECAP via rota C, concluíram que os contornos de grão aumentam no decorrer dos passes e que para alumínios de alta pureza, uma microestrutura fina considerada ideal pode ser obtida após quatro passes quando processada via rota C.

No segundo passe da rota foi observada novamente a redução do tamanho de grão onde o refino alcançou aproximadamente 30% de redução em relação ao primeiro passe alcançando $3,67 \pm 3,67\mu\text{m}$, havendo também uma redução da fração dos contornos de baixo ângulo. No terceiro passe de processamento o tamanho de grão alcançou uma média de $3,39 \pm 3,44\mu\text{m}$, já nos passes posteriores os valores de tamanho de grão e fração de contornos de baixo e alto ângulo se mantêm praticamente estáveis como se pode observar na Figura 3. Com o material de partida parcialmente recristalizado, o terceiro passe de deformação foi suficiente para alcançar o refinamento máximo da liga aproximadamente $3,4\mu\text{m}$ de tamanho de grão e 43% de contornos de alto ângulo.

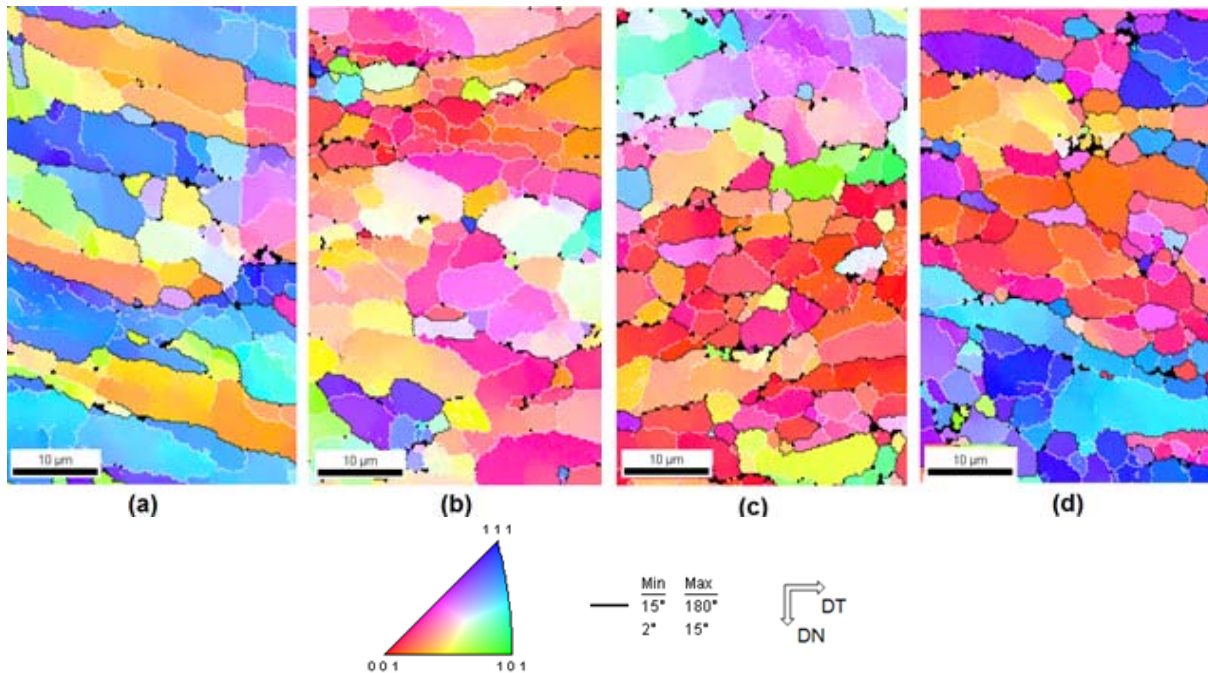


Figura 2. Evolução microestrutural, textural e da natureza dos contornos. (a) 2º Passe; (b) 3º Passe; (c) 4º Passe; (d) 5º Passe. (MEV – EBSD, 20 kV).

Valiev e Langdon [10] sugerem em seu trabalho que os principais mecanismos responsáveis pela redução do tamanho de grão se dão partir da fragmentação e rotação dos grãos, segundo modelo de refinamento de grãos proposto por *Langdon [11]*, Através dos consecutivos passes também foi evidenciado a ocorrência de recristalização dinâmica devido ao calor gerado pelo atrito presente no sistema.

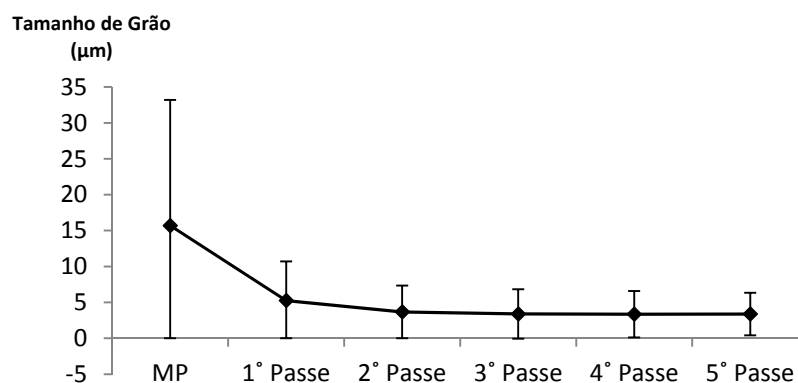
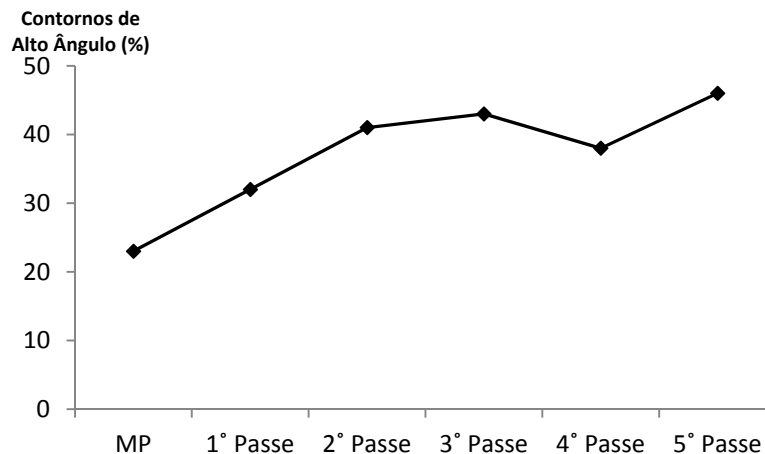
Analisando a microestrutura e comparando com a ilustração esquemática do modelo de refinamento de grãos proposto por *Langdon [11]*, Figura 6a, foi verificado similaridade. Uma vez que a rota C retêm os grãos ou subgrãos alongados devido à baixa variação angular, η . Na rota C os planos de cisalhamento se encontram de forma consistente a 45° com a direção de prensagem, quando visto da seção transversal. A microestrutura encontrada está em conformidade com o proposto por *Langdon [11]*.

Nota-se que com a alteração da morfologia dos grãos 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 igual entre grãos e subgrãos na microestrutura com a aplicação do 5º passe.

A Tabela 2 apresenta a evolução microestrutural promovida pelos 5 passes de processamento a partir do material de partida, as Figuras 3 e 4 ilustram por meio de gráficos os dados da tabela 2 onde pode-se observar respectivamente a estagnação do processo de refino e de evolução dos contornos de alto ângulo.

Tabela 2. Evolução microestrutural durante processamento ECAP em 5 passes

	Tamanho de Grão (μm)	Desvio Padrão (μm)	Contornos de Baixo Ângulo (%)	Contornos de Alto Ângulo (%)
MP	15,7	17,5	73	23
1º Passe	5,25	5,45	68	32
2º Passe	3,67	3,67	59	41
3º Passe	3,39	3,44	57	43
4º Passe	3,36	3,23	62	38
5º Passe	3,38	2,97	54	46

**Figura 4.** Gráfico do refinamento de grãos durante processo ECAP ilustrando dados da tabela 2.**Figura 5.** Gráfico evolução dos contornos de alto ângulo durante processamento ECAP.

Durante a análise dos mapas de orientação, qualidade de imagem e de índices de indexação, foi observado fortes indícios, que comprovam que o material sofreu recristalização e recuperação dinâmica durante o processamento ECAP, o que poderia explicar a estagnação do refino microestrutural após o 3º Passe.

A Figura 6, proveniente de uma amostra do segundo passe, apresenta evidências da existência de regiões que sofreram recuperação e/ou recristalização dinâmica. Onde pode observa-se na Figura 6b, 6c áreas mais claras, pouco deformadas com alto

Índice de qualidade e indexação rodeadas por áreas mais escuras de baixo índice, sugerindo recuperação dinâmica. Foi Verificado também indícios de recristalização dinâmica, onde observa-se o surgimento de um grão muito finos da ordem de $1,3\mu\text{m}$ com orientação muito distinta de sua vizinhança, destacado em vermelho na Figura 6a com alto índice de qualidade e indexação situado no contorno de grãos deformados. Tais evidências foram observadas em todos os passes seguintes.

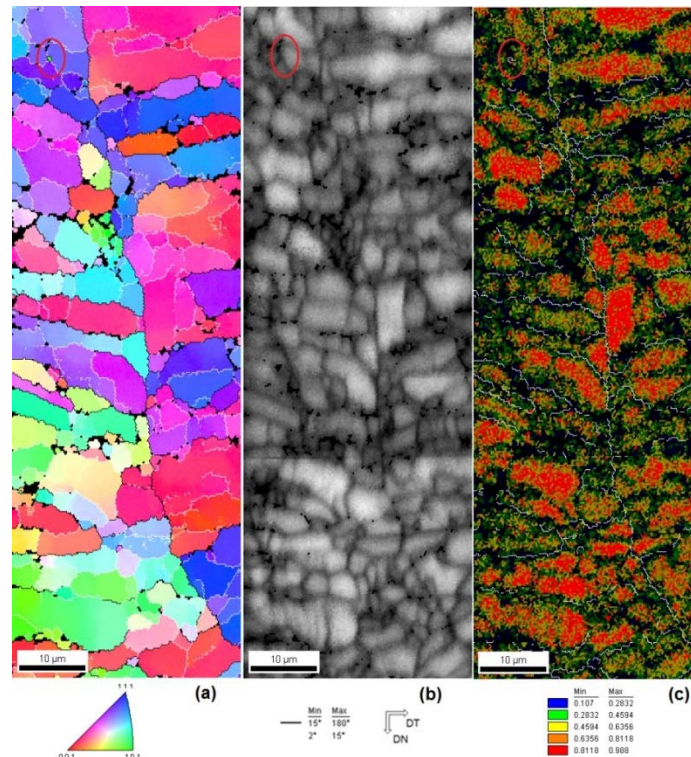


Figura 6. Ocorrência de recuperação dinâmica, 2 passe. (a) Mapa de orientação (b) Mapa qualidade; (b) Índice de qualidade; (c) Índice de indexação (MEV - EBSD, 20KV).

Resende [7] e Haugem [12] estudaram ligas de alumínio processadas via ECAP que apresentaram evidências de recristalização dinâmica através da evolução da fração de contornos de alto ângulo nos quatro primeiros passes de DPS, esse conjunto de passes é classificado como uma primeira fase do processamento ECAP [13].

4 CONCLUSÃO

O refinamento microestrutural após o processamento via ECAP foi realizado eficientemente, partindo de uma estrutura com granulometria grosseira e alcançando uma microestrutura fina. A partir dos resultados obtidos nas análises pode-se concluir que os mecanismos responsáveis pelo refino microestrutural foram os processos de subdivisão por meio de fragmentação e rotação de grãos e recristalização dinâmica. Observa-se também que o processo de refinamento microestrutural se estagnou após o terceiro passe, este fato pode estar ligado ao processo de competição microestrutural entre recuperação e recristalização dinâmicas, uma vez que observamos estes indícios desta competição com maior frequência a partir do segundo passe. Logo, pode se concluir que processo ECAP se apresenta efetivo para a liga Al AA1070 apenas até o terceiro passe de

processamento, não mostrando alterações significativas em sua microestrutura após esse passe devido à competição entre recristalização e recuperação dinâmica.

Agradecimentos

À Universidade Geraldo Di Biase (UGB), CAPES, CNPq e FAPERJ pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

- 1 Azushima A, Koop R, Korhonen A., Severe plastic deformations (SPD) processes for metals. CIRP Annals – Manufacturing Technology. 2008;57:716-735.
- 2 Lins J.F.C. Caracterização Microestrutural da Liga A1070 Deformada. Universidade Federal Fluminense, 2009.
- 3 Valiev RZ, Islamgaliev RK, Alexandrov IV. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. Progress in Materials Science. 2000;45:103-189.
- 4 Tolaminejad, B.; Dehghani, K. Microstructural characterization and mechanical properties of nanostructured AA1070 aluminum after equal channel angular extrusion. Materials & Design, v. 34, p. 285-292, 2012.
- 5 Oliveira, J.C.P.T., Evolução da Microestrutura e da Textura Durante a Laminação a Frio e a Recristalização de Alumínio de Diferentes Níveis de Pureza, Tese de Doutorado, USP, 2009.
- 6 Alvil, M.H., Cheong, S.W., Sune, J.P., Weiland, H. Rollet, A.D., Cube texture in hot rolled aluminum alloy (AA1050) – Nucleation and Growth Behavior. Acta Materialia, v. 56, p. 3098-3108, 2008.
- 7 Resende, M.C., Caracterização Microestrutural e da Textura Cristalográfica de uma liga de alumínio AA1070 Deformada a Frio Via Prensagem em Canais Equiangulares, dissertação de Mestrado, UFF, 2011.
- 8 Langdom, T.G., The Principles of grain refinement in equal-channel angular pressing. Materials Science and Engineering A, v. 462, p. 3-11, 2007.
- 9 Iwahashi, Y. et al. An investigation of microstructural evolution during equal-channel angular pressing. Acta Materialia, v. 45, n. 11, p. 4733-4741, 1997.
- 10 Valiev, R. Z.; Langdom, T. G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. Progress in Materials Science, v. 51, n. 7, p. 881-981, 2006.
- 11 Langdom, T.G., The Principles of grain refinement in equal-channel angular pressing. Materials Science and Engineering A, v. 462, p. 3-11, 2007.
- 12 Haugen, C.G., Caracterização Microestrutural da Liga Al AA1070 Defromada via Prensagem em Canais Equiangulares a Frio Atravéz das Rotas BA e BC. Dissertação de Mestrado, UFF, 2014.
- 13 Suh, J.Y., Kim, H.S., Park, J.W., Chang, J.Y., Finite element analysis of material flow in equal channel angular pressing. Scripta Materialia, v. 44, p. 677-681, 2001.