

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS

**CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA DA LIGA AA2024
CONFORMADA POR SPRAY E PROCESSADA TERMOMECHANICAMENTE**

Gabriel Hitoshi Asato

São Carlos – SP

2019

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS

**CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA DA LIGA AA2024
CONFORMADA POR SPRAY E PROCESSADA TERMOMECHANICAMENTE**

Gabriel Hitoshi Asato

Tese apresentada ao Programa de
Pós-Graduação em Ciência e Engenharia
de Materiais como requisito parcial à
obtenção do título de DOUTOR EM
CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Orientador: Dr. Alberto Moreira Jorge Jr.

Coorientador: Dr. Claudemiro Bolfarini

Agência Financiadora: CAPES

São Carlos - SP

2019

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais, Hitoshi e Aparecida

VITAE DO CANDIDATO

Mestre em Engenharia de Materiais pela UFSCar (2015), Bacharel em
Engenharia de Materiais pela UFSCar (2013)



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

Folha de Aprovação

Assinaturas dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a Defesa de Tese de Doutorado do candidato Gabriel Hitoshi Asato, realizada em 22/03/2019:

Prof. Dr. Alberto Moreira Jorge Junior
UFSCar

Prof. Dr. Claudio Shyinti Kiminami
UFSCar

Prof. Dr. Tomaz Toshimi Ishikawa
UFSCar

Prof. Dr. Eric Marchezini Mazzer
UFMG

Prof. Dr. João Manuel Domingos de Almeida Rollo
USP

Certifico que a defesa realizou-se com a participação à distância do(s) membro(s) Eric Marchezini Mazzer e, depois das arguições e deliberações realizadas, o(s) participante(s) à distância está(ão) de acordo com o conteúdo do parecer da banca examinadora redigido neste relatório de defesa.

Prof. Dr. Alberto Moreira Jorge Junior

AGRADECIMENTOS

Ao professor Dr. Alberto Moreira Jorge Jr. pela orientação, compreensão e paciência para realizar este trabalho. Ao professor Dr. Claudemiro Bolfarini pela co-orientação e ajuda nos momentos difíceis.

Ao professor Dr. Cláudio Shyinti Kiminami pelo apoio e amizade.

Aos meus pais, Hitoshi e Aparecida e meus tios, Tokio e Alice pelo incentivo e apoio.

Aos amigos: Volta, Cibele, Mono, Bia, Fer, Zigoto, Marcio, Jana, Tucu, Jeremias, Guloso, Debby, Ferrugem, Negão, Eric, Pistola, Jack pelo apoio desde a graduação.

Aos amigos do Temático: Otani, Diego, Vidilli, Brenda, Koga, Giordanno, Odney pela ajuda neste trabalho.

Aos técnicos Beto, Rover, Zé Luis, Alemão pela ajuda na etapa experimental.

Ao LCE e aos técnicos Vitor, Eduardo, Yoshi, Michelle e Diego pela ajuda e treinamento quanto à utilização das técnicas de caracterização microestrutural.

Ao DEMa pela sua estrutura de ensino e pesquisa.

Agradeço a FAPESP - pelo financiamento da pesquisa através do projeto TEMÁTICO-processo N. 2013/05987-8

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

RESUMO

Este trabalho teve como objetivo avaliar a possibilidade de combinar o processamento por conformação por spray com técnicas de processamento mecânico (por exemplo, extrusão, forjamento rotatório e extrusão por canal angular (ECA)) para serem utilizadas como rotas de processamento para reutilização de ligas de alumínio. No caso específico da liga AA2024, em aplicações mais nobres do que as destinadas à produção de ligas de fundição. Para atingir o objetivo, a liga final deve ter uma microestrutura refinada, fases secundárias solubilizadas, ser totalmente homogênea, sem porosidade e composição química similar à liga como recebida. Nossos resultados mostraram que, após a conformação por spray, a microestrutura apresentou grãos equiaxiais com tamanho médio de 50 μm , elementos de liga mais solubilizados que a liga como recebida e uma fração significativa de porosidade. A análise química do depósito mostrou composição química com pequena variação na composição, mas ainda dentro dos valores permitidos pelo padrão ASTM. O depósito foi usinado em amostras cilíndricas para serem processadas por extrusão e forjamento rotativo e amostras quadradas para serem processadas pelo ECAP. A combinação de forjamento rotativo e ECAP também foi realizada. Após o processamento, caracterizações microestruturais foram realizadas para verificar o fechamento da porosidade e o refinamento da microestrutura. Testes mecânicos de compressão foram realizados para avaliar a resistência mecânica das ligas processadas em relação à como recebida. Os resultados obtidos nos ensaios mecânicos das ligas processadas por extrusão e forjamento rotativo apresentaram valores superiores aos da liga inicial. No entanto, o ECAP apresentou uma diminuição na resistência mecânica. Em relação à microestrutura, os grãos permaneceram alongados, característicos das ligas processadas mecanicamente a frio sem recristalização, as fases secundárias foram suficientemente solubilizadas, não foi observado efeito de microsegregação (*coring*) nos grãos e a porosidade foi significativamente reduzida.

Palavras chave: Conformação por spray; AA2024; extrusão; forjamento rotativo; ECAP

MICROSTRUCTURAL AND MECHANICAL CHARACTERIZATION OF THE SPRAY FORMED AA2024 ALLOY THERMOMECHANICALLY PROCESSED

ABSTRACT

This work aimed to evaluate the possibility of combining spray forming processing with mechanical processing techniques (for instance, extrusion, rotary forging, and equal-channel angular pressing (ECAP)) to be used as processing routes for reuse of aluminum alloys. In the specific case of the AA2024 alloy, in applications nobler than the intended for production of casting alloys. For such an aiming, the final alloy must have a refined microstructure, solubilized alloying elements, be entirely homogeneous, absent of porosity that can affect mechanical properties, and chemical composition similar to the as received alloy. Our results have shown that, after spray forming, the microstructure presented equiaxed grains with an average size of 50 μm , alloying elements more solubilized than the as received alloy and a significant fraction of porosity. Chemical analysis of the deposit showed chemical composition with a small variation in composition, but still inside the allowed values imposed by the ASTM standard. The deposit was machined into cylindrical samples to be processed by extrusion and rotary forging and square-like samples to be processed by ECAP. The combination of rotary forging and ECAP were also performed. After processing, microstructural characterizations were accomplished to verify porosity closing and microstructure refinement. Mechanical compression tests were conducted to evaluate the mechanical strength of the processed alloys compared to the as received one. Results obtained from mechanical tests for the alloys processed by extrusion and rotary forging presented higher values than for the initial alloy. However, ECAP presented a decrease in mechanical resistance. Concerning the microstructure, the grains remained elongated, characteristic of mechanically processed alloys without recrystallization, secondary phases were sufficiently solubilized, no coring effect was observed in grains, and the porosity was significantly reduced.

Keywords: Spray Forming; AA2024; extrusion; rotary forging; ECAP

PUBLICAÇÕES

Asato, G.H.; Bolfarini, C.; Kiminami, C.S.; Botta, W.J.; Jorge. Recycling of aerospace alloy AA2024 by Spray Forming: microstructure characterization in the “as cast” and after homogenization conditions. **Materials Research** (22° CBECIMAT). Dezembro 2016. Submetido em 12/12/2016

Pereira, L.H.; Asato, G.H.; Otani, L.B.; Jorge Jr, A.M.; Kiminami, C.S.; Bolfarini, C.; Botta, W.J. Changing the solidification sequence and the morphology of iron-containing intermetallic phases in AA6061 aluminum alloy processed by spray forming. **Materials Characterization**, v.145, p. 507-515. 2018.

Brondino, O.C.; Brondino, N.C.M.; Asato, G.H.; Bolfarini, C. Efeitos da adição de magnésio e silício sobre a densidade, microestrutura e propriedades mecânicas de uma liga da série 7XXX processada por spray forming. In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. **Anais**. Foz do Iguaçu-PR. Novembro 2018.

Asato, G.H.; Segatin, E.; Brondino, O.C.; Bolfarini, C.; Jorge Jr, A.M. Estudo da liga de alumínio 2024 conformada por spray e processada termomecanicamente por forjamento rotativo. In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. **Anais**. Foz do Iguaçu-PR. Novembro 2018.

ÍNDICE DE ASSUNTOS

FOLHA DE APROVAÇÃO.....	i
AGRADECIMENTOS	iii
RESUMO.....	v
ABSTRACT	vii
PUBLICAÇÕES.....	ix
ÍNDICE DE ASSUNTOS	xi
ÍNDICE DE TABELAS	xv
ÍNDICE DE FIGURAS	xvii
1. INTRODUÇÃO.....	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1. Ligas da série 2XXX.....	3
2.2. Mecanismos de endurecimento em ligas 2024	4
2.2.1. Precipitação	4
2.2.2. Encruamento	7
2.3. Mecanismos de Amaciamento: Recuperação e Recristalização	8
2.4. Conformação por spray.....	11
2.4.1. Visão geral/Princípios do processamento.....	11
2.4.2. Solidificação de metais conformados por spray	12
2.4.3. Formação de porosidade.....	15
2.5. Processamentos mecânicos	16
2.5.1. Extrusão	16
2.5.2. Forjamento rotativo.....	18
2.5.3. ECAP	20
3. MATERIAIS E MÉTODOS	27
3.1. Material	27

3.2.	Metodologia de reciclagem/processamento da liga 2024.....	29
3.3.	Procedimento experimental.....	32
3.3.1.	Refusão (Bloco 1: Fundição)	32
3.3.2.	Processamentos mecânicos (Bloco 2: Conformação mecânica) ..	33
3.3.2.1.	Processamento por extrusão	34
3.3.2.2.	Processamento por forjamento rotativo	34
3.3.2.3.	Processamento por ECAP	35
3.4.	Caracterização química, microestruturalestrutural e térmica	36
3.5.	Tratamentos térmicos.....	37
3.6.	Ensaio de compressão	37
4.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	39
4.1.	Depósito conformado por spray	39
4.2.	Processamentos termomecânicos e mecânicos	47
4.2.1.	Processamento de extrusão a quente	47
4.2.1.1.	Amostra V24-300	48
4.2.1.2.	Amostra V24-400	51
4.2.1.3.	Amostra V100-300	54
4.2.1.4.	Amostra V100-350	55
4.2.1.5.	Amostra V100-400	57
4.2.1.6.	Ensaio mecânico de compressão dos CPs extrudados	62
4.2.1.7.	Discussões sobre a rota de processamento por Extrusão	63
4.2.2.	Forjamento rotativo	65
4.2.2.1.	Forjamento rotativo a 25°C (FR25)	66
4.2.2.2.	Forjamento rotativo a 150°C (FR150)	68
4.2.2.3.	Forjamento rotativo a 250°C (FR250)	70
4.2.2.4.	Forjamento rotativo a 350°C (FR350)	72
4.2.2.5.	Ensaio mecânico de compressão das CPs como forjados.....	73

4.2.2.6. Tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento para as ligas forjadas rotativamente	74
4.2.2.6.1. FR25-T6	77
4.2.2.6.2. FR150-T6	79
4.2.2.7. Discussão sobre a rota de processamento por forjamento rotativo	80
4.2.3. Forjamento rotativo seguido de ECAP	83
4.2.3.1. FR25-ECAP	84
4.2.3.2. FR150-ECAP	85
4.2.3.3. FR250-ECAP	86
4.2.3.4. FR350-ECAP	87
4.2.3.5. Ensaio mecânico de compressão das CPs processadas por ECAP após forjamento rotativo	88
4.2.4. CS-ECAP	90
4.2.4.1. Ensaio de compressão	94
4.2.4.2. Discussões sobre a rota de processamento por ECAP	95
5. CONCLUSÕES	97
6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	99
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	101

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.1. Designação de ligas de alumínio trabalháveis mecanicamente[12,13].	3
Tabela 3.1. Composição química da liga AA2024 segundo ASTM B221-14, da liga como recebida e conformada por spray.	27
Tabela 4.1. Composição química do material como recebido e da liga conformada por spray.	39
Tabela 4.2. Valores de limite de escoamento e tensão máxima dos corpos de prova da liga como recebida e conformada por spray.....	47
Tabela 4.3. Valores de limite de escoamento e tensão máxima das ligas extrudadas comparadas com a liga como recebida.	63
Tabela 4.4. Passes de forjamento rotativo para FENN 5F.	65
Tabela 4.5. Valores de limite de escoamento e tensão máxima das ligas forjadas rotativamente comparadas com a liga como recebida.	74
Tabela 4.6. Medidas de dureza da liga FR25.....	75
Tabela 4.7. Medidas de dureza da liga FR150.....	76
Tabela 4.8. Medidas de dureza da liga FR250.....	76
Tabela 4.9. Medidas de dureza da liga FR350.....	76
Tabela 4.10. Valores de limite de escoamento e tensão máxima das ligas FR25- T6 comparada com a liga como recebida.	79
Tabela 4.11. Valores de limite de escoamento e tensão máxima das ligas FR150- T6 comparada com a liga como recebida.	80
Tabela 4.12. Valores de limite de escoamento e tensão máxima das amostras de FR seguida de ECAP comparadas com os valores da amostra como recebida.	89
Tabela 4.13. Valores de limite de escoamento e tensão máxima das amostras de FR seguida de ECAP comparadas com os valores da amostra como recebida.	94

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1. Estágios de recuperação de um material deformado plasticamente. (a) emaranhados de discordâncias, (b) formação de células, (c) aniquilação de discordâncias dentro das células ou absorvidas pelas paredes dos subgrãos, (d) formação de subgrãos e (e) crescimento de subgrão [29].	8
Figura 2.2. Sobreposição dos fenômenos de recuperação e recristalização em relação à taxa de evolução de energia armazenada por tempo de recozimento [34].	10
Figura 2.3. Representação do processo de conformação por spray [35].	11
Figura 2.4. Medição de temperatura na superfície do depósito ao longo do tempo ($T_{\text{liquidus}} = 1275^{\circ}\text{C}$, $T_{\text{solidus}} = 1400^{\circ}\text{C}$) [6].	13
Figura 2.5. Evolução da fração sólida das gotas pela distância de voo [40]. ...	14
Figura 2.6. Representação esquemática da solidificação de uma liga conformada por spray [6].	14
Figura 2.7. Forjamento rotativo [51].	19
Figura 2.8. Figura esquemática do processamento por ECAP [58,60].	21
Figura 2.9. Distorções desenvolvidas nos três planos ortogonais, X, Y e Z. Após 1-8 passes pelas rotas A, B _A , B _C e C [57].	23
Figura 2.10. Microestrutura após um passe de ECAP [66].	24
Figura 2.11. Microestrutura após quatro passes de ECAP, (a) rota A, (b) rota B _C e (c) rota C [66].	24
Figura 3.1. (a) e (b) são as análises de MO da liga como recebida e (c) análise por MEV, é visto uma fase de morfologia alongada nos contornos de grão. (d) Mostra as três segundas fases mais presentes na liga, 1 - Al ₂ Cu, 2 - Al ₂ CuMg e 3 - Al ₇ Cu ₂ Fe.	28
Figura 3.2. Diagrama/Fluxograma da rota de processamento da liga 2024.....	31
Figura 3.3. Depósito da conformação por spray.....	32
Figura 3.4. Cilindro usinado a partir do depósito.	33
Figura 3.5. (a) Croqui de corte por eletroerosão e cilindro após corte para obtenção de amostras para conformação e (b) corpos de prova e amostras usinados para processamentos e caracterização microestrutural.....	33
Figura 3.6. Matriz de ECAP com ângulo de 110°.	35

Figura 4.1. (a) Região do topo do cilindro usinado do depósito conformado por spray. (b) Região central e (c) base.	41
Figura 4.2. MO do topo do tarugo. (a) aumento de 50X; (b) 200X e (c) 500X. Ataque químico com solução de Flick.	42
Figura 4.3. Meio do tarugo, mais ou menos 40 mm da base. Mesmas características vistas no topo do tarugo. (a) 50X, (b)100X, (c)200X e (d) 500X. Ataque com solução de Flick.....	42
Figura 4.4. Base do tarugo, muita porosidade e grãos um pouco menor que 50 μm (a) 50X, (b)100X, (c)200X e (d) 500X. Ataque químico com solução de Flick.	43
Figura 4.5. (a) Poros pequenos, localizados dentro do grão; (b) poro grande, vista com detector SE.....	43
Figura 4.6. Difrátogramas da (a) liga como recebida e (b) após conformação por spray.	44
Figura 4.7. Termograma da liga conformada por spray.	45
Figura 4.8. Volume de fase x temperatura, calculada pelo software Thermo-calc. O círculo indica a formação da fase S. A inserção mostra as fases principais observadas por MO e MEV na liga como recebida.	45
Figura 4.9. (a) Mapeamento de qualidade de imagem da liga conformada por spray e (b) inverso de figura de polo.	46
Figura 4.10. Ensaio de compressão da liga conformada por spray e a liga como recebida para comparação.....	47
Figura 4.11. (a) MO do da liga extrudada com aumento de 200X, (b) MEV da liga extrudada e (c) Fase secundária mais comum é a fase Al_2CuMg (1), com morfologia mais arredonda com aproximadamente 5 μm . Al_2Cu (2) são maiores e bem distribuídas na matriz, assim como a fase com teor de Fe (3).	49
Figura 4.12. Difrátograma da liga V24-300 extrudada.....	49
Figura 4.13. (a) Qualidade de imagem (IQ), (b) Inverso da figura de polo (IPF), (c) Contornos de grão de alto e baixo ângulo (GB).	50
Figura 4.14. (a) MO e (b) MEV da liga V24-400.	52
Figura 4.15. Difrátograma da liga V24-400 extrudada.....	52
Figura 4.16. (a) Qualidade de imagem (IQ), (b) Inverso da figura de polo (IPF), (c) sobreposição de IQ e IPF, e (d) Contornos de grão de alto e baixo ângulo (GB).....	53

Figura 4.17. (a) e (b) Grãos alongados com fases Al ₂ Cu e Al ₂ CuMg.	54
Figura 4.18. Difratoograma da liga V100-300 extrudada.....	54
Figura 4.19. (a) Qualidade de imagem (IQ), (b) Inverso da figura de polo (IPF), (c) sobreposição de IQ e IPF, e (d) Contornos de grão de alto e baixo ângulo (GB).....	55
Figura 4.20. MEV da microestrutura da liga V100-350. (a) 300X, (b) 1000X. ...	56
Figura 4.21. Difratoograma da liga V100-350 extrudada.....	56
Figura 4.22. (a) Qualidade de imagem (IQ), (b) Inverso da figura de polo (IPF), (c) sobreposição de IQ e IPF, e (d) Contornos de grão de alto e baixo ângulo (GB).....	57
Figura 4.23. MEV da seção longitudinal do extrudado V100-400.....	58
Figura 4.24. Difratoograma da liga V100-400 extrudada.....	59
Figura 4.25. (a) Qualidade de imagem (IQ), (b) Inverso da figura de polo (IPF), (c) sobreposição de IQ e IPF, e (d) Contornos de grão de alto e baixo ângulo (GB) com 58,9% de contornos de alto ângulo e 41,1% de baixo ângulo.	60
Figura 4.26. Ensaio de compressão da liga extrudada em comparação com a liga como recebida.....	63
Figura 4.27. Amostra antes do processamento de forjamento rotativo, abaixo; e após o passe 8, acima.	65
Figura 4.28. MO da amostra forjada rotativamente a temperatura ambiente. A seta dupla indica a direção de forjamento e a linha tracejada indica um padrão a 45°.....	66
Figura 4.29. (a) MO dos grãos alongados com um aumento de 200X, (b) e (c) MEV dos grãos alongados com presença de fases com teor de Fe (1) e S (2) e (d) Morfologia arredondada da fase S e a fase com Fe fraturada devido ao processo mecânico.	67
Figura 4.30. Difratoograma da amostra forjada rotativamente a temperatura ambiente.....	68
Figura 4.31. MO da microestrutura com aumento de 200X.....	69
Figura 4.32. Difratoograma da amostra FR150.....	69
Figura 4.33. MO da microestrutura com aumento de (a)100X, (b)200X, (c)200X e (d)500X.....	70
Figura 4.34. Difratoograma da amostra FR250.....	71

Figura 4.35. (a) Qualidade de imagem (IQ), (b) sobreposição de IQ e IPF, (c) Inverso da figura de polo (IPF), e (d) Contornos de grão de alto e baixo ângulo (GB).....	71
Figura 4.36. (a) MO da liga forjada com aumento de 200X e (b) MEV da microestrutura.	72
Figura 4.37. Difratoograma da amostra FR350.....	72
Figura 4.38. (a) Qualidade de imagem (IQ), (b) Inverso da figura de polo (IPF), (c) sobreposição de IQ e IPF, e (d) Contornos de grão de alto e baixo ângulo (GB).....	73
Figura 4.39. Ensaio de compressão da liga forjada rotativamente em comparação com a liga como recebida.....	74
Figura 4.40. Dureza Rockwell B x tempo (em horas) para a liga FR25.....	75
Figura 4.41. Dureza Rockwell B x tempo (em horas) para a liga FR150.....	76
Figura 4.42. Dureza Rockwell B x tempo (em horas) para a liga FR250.....	76
Figura 4.43. Dureza Rockwell B x tempo (em horas) para a liga FR350.....	77
Figura 4.44. MO da liga após tratamento de solubilização e envelhecimento por 15 horas. Com aumento de 200X para (a) e (b), e 500X para (c) e (d).	78
Figura 4.45. Ensaio de compressão da liga FR25 tratada termicamente (FR25-T6).....	78
Figura 4.46. MO da liga após tratamento de solubilização e envelhecimento por 15 horas. Com aumento de 200X para (a) e (b), e 500X para (c) e (d).	79
Figura 4.47. Ensaio de compressão da liga FR150 tratada termicamente (FR150-T6).....	80
Figura 4.48. Comparação entre as curvas de compressão para as ligas como forjadas e tratadas termicamente por T6.....	82
Figura 4.49. Comparação entre as curvas das amostras forjadas e tratadas com as amostras extrudadas. Setas indicam as amostras FRXX-T6.	83
Figura 4.50. Microestrutura da liga forjada a 25°C e processada por ECAP em 4 passes BC, (a)200X e a seta dupla indica a direção de forjamento e de ECAP, (b)500X e (c)1000X.	84
Figura 4.51. Difratoograma da amostra FR25-ECAP.	85
Figura 4.52. Microestrutura da liga forjada a 250°C e processada por ECAP em 4 passes BC. (a) 200X e (b)500X.....	85
Figura 4.53. Difratoograma da liga FR150-ECAP.	86

Figura 4.54. Microestrutura da liga forjada a 250°C e processada por ECAP em 4 passes BC, (a) aumento de 50X e a seta dupla representa a direção de avanço do FR; (b) 100X e (c)200X.	87
Figura 4.55. Difratoograma da liga FR250-ECAP.	87
Figura 4.56. MO da liga FR350-ECAP com aumento de (a) 100X e (b) 200X. Setas duplas indicam a direção de forjamento/ECAP.	88
Figura 4.57. Difratoograma da liga FR350-ECAP.	88
Figura 4.58. Ensaio de compressão da liga forjada rotativamente e seguida de ECAP em comparação com a liga como recebida.	89
Figura 4.59. Ligas processadas por conformação por spray seguida de ECAP. Com aumento de (a)50X, (b) 100X, (c)200X (d)500X.	90
Figura 4.60. Liga conformada por spray processada por um único passe de ECAP. (a) e (b) apresentam porosidade remanescente alinhadas, 50X, (c) região densificada pelo processo, 100X e (d) 200X. Sem ataque.	91
Figura 4.61. (a) Microestrutura com poro intergranular causada por falta de líquido entre as partículas adjacentes (não há gases presos que impeçam seu fechamento); (b), (c) e (d) Aplicação de tensões cisalhantes na microestrutura gera uma redução do volume interno.	92
Figura 4.62. (a) e (b) MO da seção transversal (plano Y) da liga após um passe de ECAP. Tamanho de grão similar com a liga conformada por spray. Sem ataque.	93
Figura 4.63. Ensaio de compressão da liga forjada rotativamente e seguida de ECAP em comparação com a liga como recebida e conformada por spray. ...	94

1. INTRODUÇÃO

A liga de alumínio AA2024 tem o cobre e o magnésio como principais elementos de liga e possui excelentes propriedades mecânicas e baixa densidade, que são muito favoráveis para a fabricação de asas e outros componentes no setor aeronáutico, e de engrenagens, eixos e pinos, blocos e componentes de válvulas no setor automobilístico. Essa liga é usinada para adquirir a forma final de acordo com a aplicação. Durante a usinagem, grande parte do material é transformada em cavaco, cujo destino é o descarte como sucata, sendo revendido como liga de baixo valor agregado para a indústria de fundição. Uma das alternativas de reaproveitamento que vem sendo proposta é a rota de fusão por conformação por spray seguida de processamento termomecânico para obter um material denso e homogêneo [1–4].

Processamentos convencionais de solidificação não conseguem obter as propriedades originais devido à baixa solubilidade do alumínio para os principais elementos de liga. No caso de tarugos de grande volume, a microestrutura varia da superfície para seu interior. A variação da taxa de resfriamento é maior na superfície e cada vez menor na direção do centro da peça o que causa uma heterogeneidade na microestrutura e macrossegregação dos elementos de liga no centro da peça.

A conformação por spray é um processo de manufatura de tarugos que consiste em atomizar uma carga de metal líquido produzindo-se um spray composto de partículas com diâmetros que variam de 10 a 500 μm , o qual atinge um substrato com velocidades entre 100-200 ms^{-1} com uma distribuição de partículas em estado sólido, líquido ou semissólido [5,6]. Quando essas partículas são depositadas no substrato, a solidificação continua na zona de deposição e se obtém ao final um depósito sólido e homogêneo [4]. Uma microestrutura típica de uma liga conformada por spray consiste em grãos equiaxiais/poligonais com diâmetro que varia entre 20-50 μm , sem a presença de morfologias dendrítica/colunar, homogêneas e baixos níveis de

microsegregação independentemente da posição no depósito [7]. No entanto, a porosidade é um problema inerente a esse tipo de processamento.

Processos termomecânicos posteriores são utilizados por dois motivos: (i) o fechamento da porosidade através da redução da seção transversal de um tarugo e (ii) a deformação plástica quebra a microestrutura primária e os precipitados de segunda fase, promovendo o refinamento microestrutural [8–11]. Neste trabalho, três métodos de conformação plástica foram utilizados: extrusão, forjamento rotativo e extrusão de canal angular (*equal-channel angular pressing-ECAP*).

O aumento contínuo do grau de deformação gerado pelos processamentos de conformação plástica leva a um aumento das propriedades mecânicas da liga por encruamento e a perda de ductilidade se o processo é conduzido em baixas temperaturas. Tratamentos térmicos controlados podem melhorar a ductilidade da liga processada com uma diminuição da resistência mecânica.

O objetivo deste trabalho foi o de investigar as potenciais rotas de processamento para obtenção de um produto final homogêneo, refinado, com baixa porosidade e propriedades mecânicas similares ou superiores ao material como recebido, utilizando primeiramente a conformação por spray seguido de um ou uma combinação de processamentos termomecânicos tendo como critérios de avaliação o fechamento da porosidade, possível refinamento da microestrutura, resistência mecânica à compressão e elementos de liga solubilizados.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Ligas da série 2XXX

O sistema americano para designação de ligas de alumínio pela *Aluminum Association* é, atualmente, padrão em todo mundo. É conveniente dividir as ligas de alumínio em duas categorias majoritárias de acordo com a sua utilização: as ligas com composição para fundição e ligas para trabalho mecânico, sendo que os produtos desta última categoria podem ser produzidos por conformação mecânica como laminação, extrusão ou forjamento [12,13].

Tabela 2.1. Designação de ligas de alumínio trabalháveis mecanicamente[12,13].

Designação da série	Principal elemento de liga
1XXX	Alumínio comercialmente puro
2XXX	Cobre
3XXX	Manganês
4XXX	Silício
5XXX	Magnésio
6XXX	Magnésio e Silício
7XXX	Zinco
8XXX	Estanho e Lítio
9XXX	Aplicações futuras

Como visto na Tabela 2.1, o cobre é o principal elemento de liga nas ligas da série 2XXX, frequentemente com magnésio como segundo elemento em quantidade. Estas ligas requerem tratamento térmico de solubilização e envelhecimento para um adicional aumento nas propriedades através da formação de precipitados endurecedores finamente dispersos e coerentes com a matriz. Este tratamento aumenta o limite de escoamento com alguma perda no alongamento. Estas ligas são adequadas para serem usadas como partes e estruturas que necessitem alta razão entre resistência mecânica e peso e

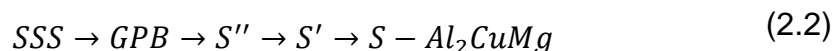
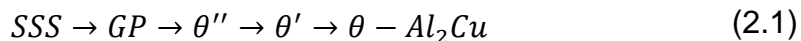
comumente utilizada em rodas de caminhões e aeronaves, partes de suspensão, fuselagem e de asas além de componentes que necessitem boa resistência para temperaturas acima de 150°C [12]. Esta liga pode ser subdividida em dois grupos: com teores de magnésio relativamente baixos como as ligas AA2017, AA2025 e AA2219, e com teores altos (Al-Cu-Mg), acima de 1,0% em peso, como a liga estudada nesse trabalho AA2024, com 1,5% e 2618, com 1,6%. A diferença entre os dois tipos é a fase majoritária que contribui para o endurecimento por precipitação de acordo com o teor de Mg (ou razão Cu/Mg), se é a fase θ -Al₂Cu ou S- Al₂CuMg [14].

2.2. Mecanismos de endurecimento em ligas 2024

2.2.1. Precipitação

Precipitação é o principal mecanismo de aumento de resistência para ligas de alta resistência mecânica, e o tipo da fase precipitada depende dos elementos de liga. Para a liga Al-Cu-Mg, os tipos de precipitados dependem da razão Cu/Mg. Quando o teor de Mg é baixo (ou a razão Cu/Mg é alta), o principal precipitado é a fase θ -Al₂Cu, cuja quantidade diminui na medida em que o teor de Mg aumenta (ou a razão diminui). Quando Cu/Mg atinge uma razão de 4, o principal precipitado é a fase S-Al₂CuMg, que possui excelente resistência a altas temperaturas. No entanto, se o valor de Mg continuar a subir (a razão Cu/Mg diminui cada vez mais), formam-se outras fases que reduzem as propriedades mecânicas das ligas. Em suma, ligas onde a razão Cu/Mg é maior que 8, os agentes endurecedores dominantes são as fases precursoras da fase θ , para faixas de valores entre 8 e 4, tanto as fases precursoras de θ e S são ativas, e para razões entre 4 e 1,5, as fases precursoras de S controlam a propriedade mecânica [15,16]. Utilizando os valores da norma ASTM-B221-14 [17], e utilizando os valores de máximos e mínimos, a faixa de valores da razão Cu/Mg consiste entre 4,0 e 2,1, na qual o processo de precipitação dominante são as fases precursoras de S-Al₂CuMg [15].

Alguns autores [18–23] propuseram a seguinte sequência de precipitação para as fases θ e S.



Onde SSS representa solução sólida supersaturada. GP são as zonas de Guinier-Preston e GPB são as zonas de Guinier-Preston-Bagaryatsky

O tratamento térmico de solubilização e envelhecimento artificial para esta liga (T6), consiste em solubilizar a liga em 493°C seguida de têmpera até a temperatura ambiente e, em seguida, tratamento térmico de envelhecimento a 193°C para que ocorram as precipitações das fases que são divididas de acordo com as sequências vistas de precipitação (2.1) e (2.2).

No início do tratamento térmico de envelhecimento artificial, para temperaturas elevadas, ocorre a distribuição de átomos de soluto dentro da solução sólida, onde formam os clusters ou zonas GP, na qual estão coerentes com a matriz e dificultam a movimentação das discordâncias. Após certo tempo de envelhecimento, as zonas GP se convertem ou se substituem por precipitados de transição metaestáveis (θ'' e θ'), que são coerentes e causam distorção na rede, impedindo a movimentação de discordâncias e aumentando a dureza da liga [14]. As fases S'' e S' também são coerentes causam distorções na rede. Eventualmente, a fase S' e a fase θ' cresce até um ponto na qual perde a coerência e o precipitado estável S e θ toma seu lugar [15].

Devido à adição de diversos elementos de liga, a liga 2024 possui uma composição complexa que vai desde a matriz de alumínio até uma quantidade de intermetálicos (IM) que não foram totalmente caracterizados [24]. Um artigo de Buchheit et al. [25] é frequentemente utilizado como guia de composição de IM. É reportado que 60% dos intermetálicos são partículas da fase S e boa parte do resto são partículas Al-Cu-Fe-Mn com uma grande variedade de composição.

As partículas de segunda fase podem ser divididas em quatro classes baseadas no seu modo de formação e a capacidade de dissolverem: partículas primárias, constituintes, dispersóides e precipitados [26]. Este último já discutido.

As partículas primárias formam quando alguma fase além da fase de α – alumínio se forma na fase líquida. Normalmente são indesejáveis, pois podem atingir tamanhos relativamente grandes que não são possíveis de solubilizar.

Os constituintes são compostos intermetálicos que formam por reação eutética durante a solidificação. Para a liga 2024, os constituintes insolúveis são compostos tanto por Fe ou Si com adição de outros elementos de liga. Podem incluir alumínio como um dos componentes, como $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$. A fração volumétrica não pode ser reduzida por dissolução devido à baixa solubilidade dessas fases. O tamanho e a distribuição dessas fases insolúveis que não passam por transformação de fase são controladas pela taxa de solidificação, composição química e/ou deformação. O tamanho diminui à medida que a taxa de solidificação aumenta. Se não houver Fe na composição, é possível que sejam solúveis. Essas partículas tem uma interface não coerente com a matriz e são grosseiras demais para interferir no movimento das discordâncias ou nos contornos de grão. Consequentemente, não causam aumento de resistência. No entanto, é prejudicial à resistência à fadiga e à tenacidade a fratura, pois fornecem sítios de baixa energia para início de crescimento de trincas.

Dispersóides são precipitados finos e bem distribuídos que atrasam ou previnem recristalização estática, e devido ao ancoramento na direção de trabalho, eles mantêm os grãos deformados. O alumínio combina com metais de transição como o cromo, manganês e zircônio para formar intermetálicos com pouca ou nenhuma solubilidade na matriz. Devido à baixa difusão no alumínio, estes elementos de liga formam pequenos precipitados com menos de 1 μm em tamanho, durante a solidificação ou recozimento. Dispersóides tem dois papéis: suprimir a recristalização e limitar o movimento dos grãos. A efetividade de um dispersóide em controlar a estrutura do grão depende do seu tamanho, espaçamento na matriz e coerência. Pequenas partículas, com menos de 0,4 μm

em diâmetro, retardam a recristalização e ancoram os contornos de subgrão e previnem seu movimento [14,26–28].

2.2.2. Encruamento

O fenômeno de encruamento é explicado com base nas interações entre campos de discordâncias. Na média, as interações entre elas são repulsivas e o resultado final consiste no bloqueio do movimento das discordâncias [27,29,30].

A microestrutura do metal deformado é afetada em função do grau de deformação, da taxa na qual foi deformada, temperatura, orientação dos grãos, o grau de pureza do material e sua energia de falha de empilhamento (EFE).

No caso da EFE, a adição de átomos de soluto pode configurar uma mudança na EFE dos metais puros, na qual influencia na distribuição de discordâncias após a deformação. A adição de certos elementos de liga pode aumentar ou diminuir a EFE. À medida que se adiciona átomos de soluto em um metal, há um gradativo aumento na densidade de discordâncias e da energia armazenada na deformação, assim como a diminuição do tamanho médio da célula no interior dos grãos.

A densidade e a distribuição de discordâncias e, portanto, a energia armazenada na deformação são fatores que dependem da temperatura na qual o metal foi deformado. Em baixas temperaturas, a formação de células é mais difícil e a energia armazenada é maior em comparação com temperaturas mais altas. Menores temperaturas reduz o movimento das discordâncias, e podem ocasionar a diminuição da EFE. Temperaturas de deformação a frio crescentes favorecem a formação de células (ou subgrãos) maiores e bem definidas [28,31].

2.3. Mecanismos de Amaciamento: Recuperação e Recristalização

O amaciamento é um fenômeno de eliminação de defeitos cristalinos (pontiformes e/ou discordâncias) por aniquilação ou consumo de defeitos no crescimento de novos grãos que ocorre em materiais deformados plasticamente. O estado deformado necessita de ativação térmica para que a energia armazenada seja liberada para vencer a energia potencial.

A recuperação restaura parcialmente as propriedades iniciais antes da deformação através de uma série de eventos detalhados na Figura 2.1.

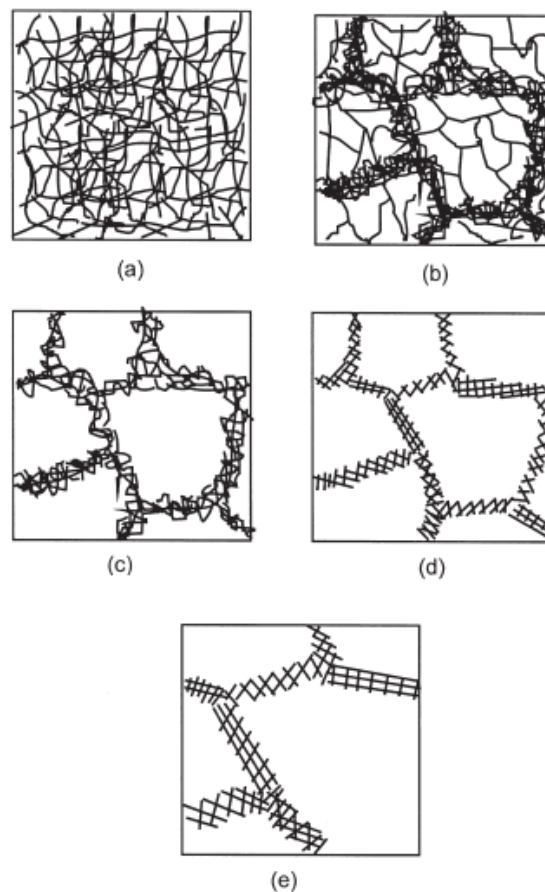


Figura 2.1. Estágios de recuperação de um material deformado plasticamente. (a) emaranhados de discordâncias, (b) formação de células, (c) aniquilação de discordâncias dentro das células ou absorvidas pelas paredes dos subgrãos, (d) formação de subgrãos e (e) crescimento de subgrão [29].

Parte da energia interna de deformação armazenada é liberada devido ao movimento das discordâncias devido a uma melhor difusão atômica a altas temperaturas. Essas operações dos mecanismos termicamente ativados, como deslizamento cruzado e escalagem promovem rearranjo e aniquilação de discordâncias fazendo com que se rearranjem formando uma estrutura celular. Com isso, a densidade de discordâncias é reduzida e a microestrutura mantém uma configuração menos deformada, logo com menos energia armazenada.

Para metais de alta e média energia de falha de empilhamento (EFE), como alumínio e suas ligas. A recuperação é o principal mecanismo de amaciamento, na qual pode ser avaliada pela medição de alterações nas propriedades mecânicas.

Mesmo após o processo de recuperação estar completo, os grãos podem apresentar um estado de energia de deformação relativamente elevado. Essa energia, assim como foi para a recuperação, a força motriz para a recristalização. Esta produz um novo conjunto de grãos livres de deformação e que são equiaxiais e com baixas densidades de discordâncias [31].

A composição afeta o processo de recristalização, sendo mais rápido em metais puros do que em ligas. Praticamente todos os elementos de liga em solução sólida aumentam substancialmente a temperatura e o tempo de recristalização. Quando o limite de solubilidade de um elemento em alumínio é atingido, os efeitos de recristalização podem ser complexos. A precipitação dessas fases podem acelerar ou retardar o processo de recristalização dependendo do seu tamanho, espaçamento entre as partículas e a estabilidade na temperatura de recozimento. Partículas com tamanhos menores que $0,1 \mu\text{m}$ e dispersão abaixo de $1,5 \mu\text{m}$ podem inibir a recristalização devido ao ancoramento e a estabilização por essas partículas. O formato dos grãos recristalizados nas ligas de alumínio trabalhadas mecanicamente varia consideravelmente, desde quase equiaxiais em ligas comercialmente puras e com baixo teor de elementos de liga, para alongadas em ligas com alto teor de elementos. Estes elementos são distribuídos de forma heterogênea e formam precipitados bem finos (dispersóides). Os grãos recristalizados tendem a ter seu crescimento obstruído por elas e produzem grãos alongados comuns para as

ligas de alta resistência [14,27]. Essa dificuldade em migrar os contornos é devida que parte da energia armazenada disponível é usada para vencer tanto a força retardadora das partículas assim como a força retardadora dos átomos de soluto. Quanto maior o teor de soluto em solução sólida, maior o atraso na recristalização [28,32,33].

É preciso notar que recuperação e recristalização são processos competitivos entre si, sendo a força motriz para ambos os fenômenos a energia armazenada do estado deformado. Por isso o fenômeno de recuperação e recristalização sobrepõe-se em um mesmo momento em uma mesma amostra, como é visto na Figura 2.2.

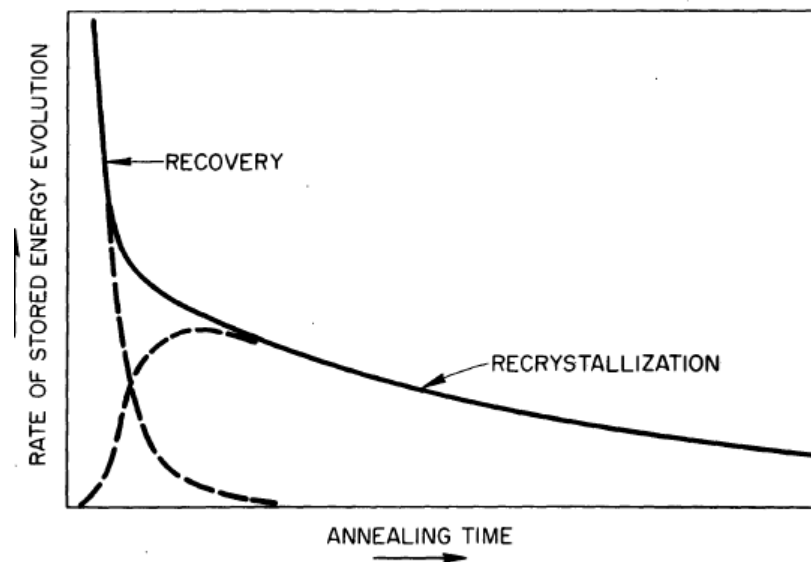


Figura 2.2. Sobreposição dos fenômenos de recuperação e recristalização em relação à taxa de evolução de energia armazenada por tempo de recozimento [34].

A taxa de energia relacionada à recuperação inicia rapidamente e diminui ao longo do tempo enquanto a força motriz para recuperação é consumida. Ao mesmo tempo, a recristalização inicia lentamente, na qual corresponde a nucleação e seguida por um crescimento exponencial, onde este cruza com a curva de recuperação e se torna o fenômeno dominante, até atingir um máximo e, por fim, diminuição na taxa de recristalização.

2.4. Conformação por spray

2.4.1. Visão geral/Princípios do processamento

Conformação por spray (*Spray Forming*) é uma técnica de processamento de materiais que ocorre em duas etapas: atomização e deposição. Na etapa de atomização, um fluxo contínuo de metal líquido (\dot{M}) aquecido a uma temperatura acima do ponto de fusão (ΔT) é acelerado por um gás pressurizado e inerte, na qual se produz partículas/gotas de vários tamanhos que percorre uma distância de voo (z). A segunda etapa consiste na interrupção da trajetória das partículas por um substrato que coleta e forma um depósito [5]. A Figura 2.3 mostra uma representação esquemática do processamento.

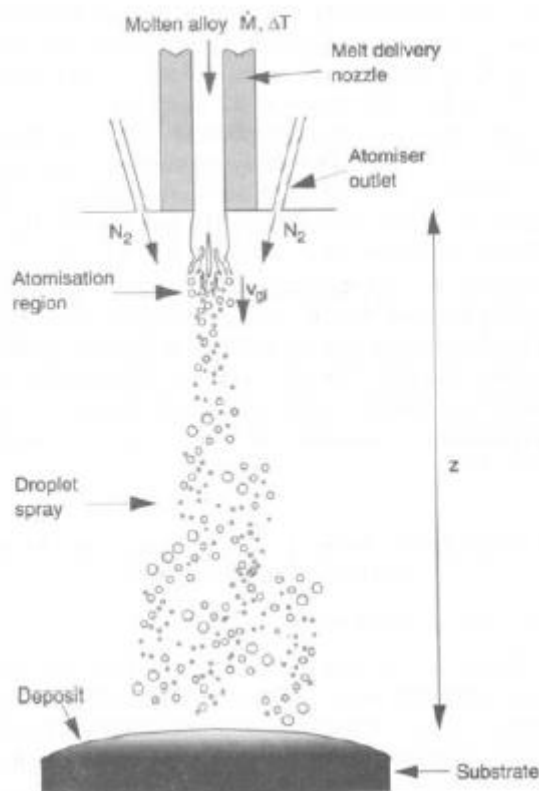


Figura 2.3. Representação do processo de conformação por spray [35].

Durante a primeira etapa de atomização, o gás atomizador produz uma aceleração no fluxo de metal líquido na qual se atinge velocidades (v_{gi}) entre 50

a 100m/s ao mesmo tempo em que uma elevada taxa de resfriamento é aplicada, de ordem de 10^2 a 10^6 K/s. O tamanho das partículas formadas pode variar, podendo chegar ao substrato no estado sólido, líquido ou mesmo semissólido. Partículas líquidas tendem a preencher o espaço vazio entre as partículas sólidas e semissólidas no depósito. À medida que as partículas são depositadas no substrato, a solidificação continua na zona de deposição até a formação do depósito final. As principais características são a formação de grãos equiaxiais na faixa de 10 a 50 μm , com completa ausência de morfologias dendríticas/colunares, alto nível de homogeneização microestrutural e livre de macrossegregação, segundas fases refinadas assim como a sua distribuição homogênea na microestrutura. A principal desvantagem é a presença de porosidade na sua estrutura, sendo necessário processos mecânicos para seu fechamento, além de perdas da carga inicial, pois nem toda partícula termina no substrato ou na zona de deposição, tais partículas denominadas de *overspray* podem ser utilizadas para caracterização ou mesmo utilizadas em outras aplicações [5–7,36,37].

2.4.2. Solidificação de metais conformados por spray

Grant [7] propôs um modelo de solidificação de ligas conformadas por spray, na qual foi aplicada por Zepon *et al.* [6] para explicar os fenômenos que ocorrem em um aço inoxidável supermartensítico modificado com boro e um aço ferramenta D2.

A solidificação inicia logo na etapa de atomização, onde elevadas taxas de resfriamento da ordem de 10^2 a 10^6 K/s são aplicadas nas partículas, onde as menores chegam sólidas e semissólidas na região de deposição, com estrutura dendrítica/colunar. Gotas maiores tendem a permanecer líquidas e preencher os vazios entre partículas sólidas vizinhas e, além disso, por estarem em temperaturas acima da *solidus*, fornecem calor para as partículas sólidas e algumas fases de baixo ponto de fusão, na qual refundem e a fase primária (dendritas) é somente refundida parcialmente [7].

A Figura 2.4, mostra que durante o processo de conformação do aço ferramenta D2, a temperatura na zona de deposição se manteve constante e acima da temperatura *solidus* para a liga utilizada ($\sim 1275^{\circ}\text{C}$) [6]. Estudos confirmaram que para que o depósito tenha ótimas qualidades (para baixas porosidades, tamanhos de grãos pequenos, etc.), deve haver uma fração significativa de líquido na zona de deposição [38,39].

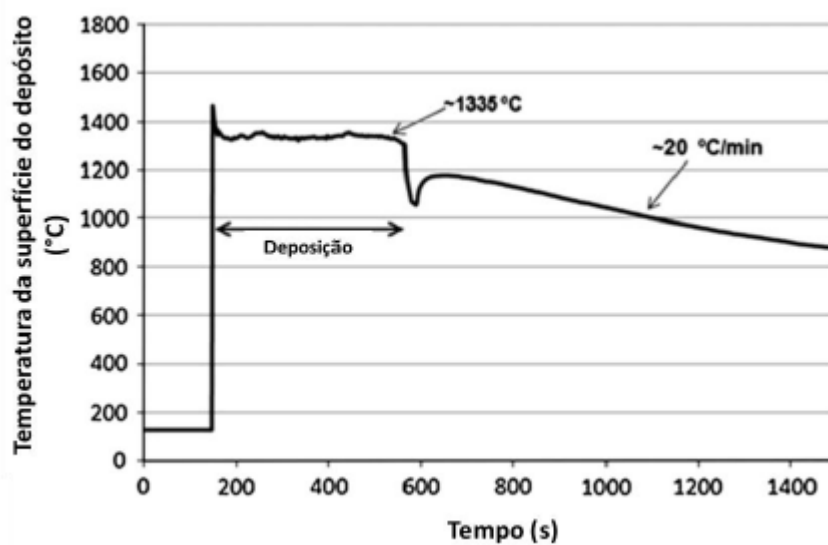


Figura 2.4. Medição de temperatura na superfície do depósito ao longo do tempo ($T_{liquidus} = 1275^{\circ}\text{C}$, $T_{solidus} = 1400^{\circ}\text{C}$) [6].

A Figura 2.5 mostra a fração de sólido de acordo com o tamanho das partículas formadas. Nota-se que partículas grandes possuem uma fração de sólido menor e para grandes distâncias de voo é necessário tamanho de gotas relativamente grandes para que tenha uma fração de líquido significativa.

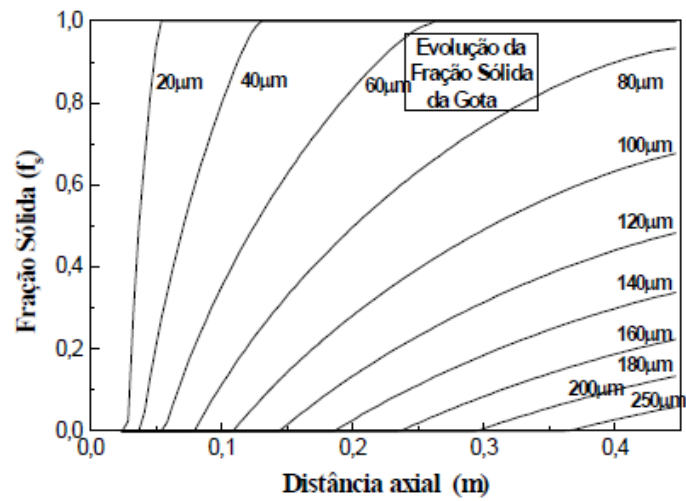


Figura 2.5. Evolução da fração sólida das gotas pela distância de voo [40].

Quando as partículas chegam à zona de deposição ocorrem as seqüências vistas na Figura 2.6 [6,7].

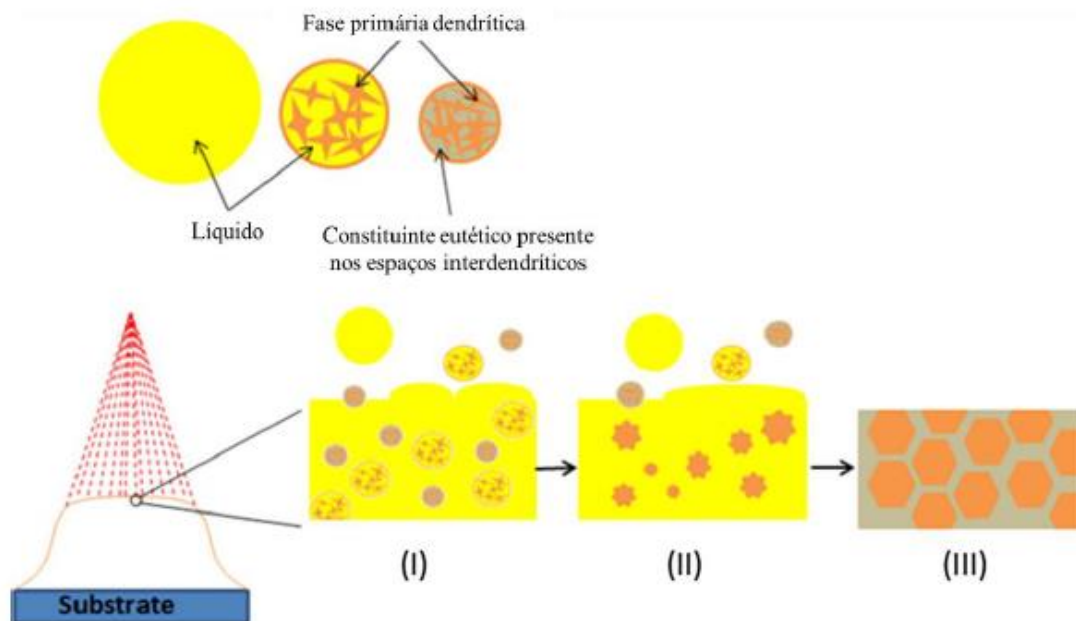


Figura 2.6. Representação esquemática da solidificação de uma liga conformada por spray [6].

Partículas líquidas ou parcialmente líquidas resfriam até uma temperatura de equilíbrio (ou temperatura de superfície da zona de deposição) onde parte é solidificada até que se atinja uma fração de líquido em equilíbrio na dada

temperatura e, para as partículas totalmente solidificadas, são aquecidas, e parte do sólido é refundida no líquido presente, até a fração de líquido ser atingida. O tempo para que este equilíbrio seja atingido é dado pela Equação (2.3) [7].

$$t_{eq}^T \approx \frac{x^2}{\alpha} \quad (2.3)$$

Onde x corresponde à distância de equilíbrio representativa e α é a difusividade térmica. Para valores de x altos e difusividade térmica da ordem de $10^{-5} \text{m}^2/\text{s}$ para metais, o tempo para uma dada temperatura de equilíbrio é inferior a um décimo de segundo.

A partir deste ponto, existem somente fases sólidas dispersas originadas da solidificação parcial do líquido e dos remanescentes das partículas sólidas que foram refundidas ou dissolvidas. Com o resfriamento da zona de deposição, estes núcleos começam a crescer. Como a temperatura do depósito é homogênea, não há gradiente preferencial de temperatura para extração de calor, fazendo com que os núcleos cresçam equiaxialmente e, seguindo o modelo de Scheil (para sistemas com $k < 1$), rejeitando o soluto na frente de solidificação (a taxa de resfriamento após a deposição é relativamente lenta, como se pode observar na Figura 2.4).

Quando o líquido remanescente atinge a temperatura eutética, todo líquido é solidificado pela reação eutética a uma temperatura constante. Quando a solidificação é finalizada, a microestrutura final é composta por grãos equiaxiais com constituintes eutéticos nos contornos de grão [6].

2.4.3. Formação de porosidade

Os depósitos conformados por spray sempre vão apresentar porosidade inerente do processo. Estes poros podem ser intergranulares esféricos e elípticos ou podem ser intragranulares pequenos resultantes de aprisionamento de gás [5]. É proposto três mecanismos de formação de porosidade [5,41,42]:

Líquido insuficiente para preencher os vazios entre as partículas:

Ocorre quando uma camada na superfície do depósito solidifique antes que preencha os vazios da camada inferior, o que resulta em poros irregulares e interconectados na vizinhança do substrato. Um substrato refratário ou aquecido mitiga uma densidade alta de porosidade.

Aprisionamento de gases: Ocorre durante as duas etapas de conformação por spray. É inerente à aplicação de gases insolúveis e pode ser evitado com um gás que reaja com os elementos de liga ou seja solúvel.

Contração de solidificação: é associado a baixas taxas de resfriamento/solidificação. Ocorre quando há uma quantidade excessiva de fração líquida na zona de deposição, devido ao decréscimo no volume molar.

2.5. Processamentos mecânicos

Na condição de depositado, a microestrutura apresenta muita porosidade, além de um efeito de microsegregação (*coring*) dentro dos grãos equiaxiais, conferindo uma heterogeneidade de resistência mecânica dentro do grão. A fim de reduzir a porosidade, homogeneizar e modificar a microestrutura processos mecânicos de extrusão, forjamento rotativo e ECAP foram adotados.

2.5.1. Extrusão

Extrusão é o processo na qual um bloco de metal é reduzido pela seção transversal através de uma aplicação de força através de um orifício sob pressão. A operação normalmente ocorre em altas temperaturas, onde a resistência a deformação do material é baixa. Durante o processamento, o tarugo exerce sobre as paredes da matriz e sobre a redução grandes tensões de compressão na qual são efetivas para reduzir trincas no material durante o processamento [43]. A conformação plástica quebra a estrutura primária de

fundição em metais, deformando-a em tamanhos menores e promovendo seu refinamento microestrutural [44].

As principais variáveis que influenciam a força a ser aplicada são: o tipo de extrusão, a razão de extrusão, a temperatura de processamento, a velocidade de avanço e as condições de atrito/lubrificação na parede da matriz.

A razão de extrusão (RE) é a razão entre a área de seção transversal inicial (A_0) e a final após a extrusão (A_f). Dada pela Equação (2.4).

$$RE = \frac{A_0}{A_f} \quad (2.4)$$

Em extrusão a quente, a quantidade de deformação e pressão aplicada que afetam o material é determinada pela razão de extrusão, assim como pela geometria da matriz e da redução [45,46]. Para extrusões com baixa RE, além de pouca deformação aplicada, o fechamento de porosidade pode não ser tão efetiva. Em altos valores de RE, a deformação aplicada é maior, conferindo um aumento das propriedades mecânicas.

A velocidade de avanço se correlaciona com a taxa de deformação média através da Equação (2.5) proposta por A.F. Castle e T. Sheppard e utilizada em trabalhos anteriores [47].

$$\dot{\epsilon} = \frac{6 * V * D_C^2 * \tan \alpha}{(D_C^3 - D_E^3)} * 2 * \ln\left(\frac{D_C}{D_E}\right) \quad (2.5)$$

Onde V é a velocidade de avanço (ou de trava), D_C é o diâmetro inicial do corpo de prova (25 mm), D_E é o diâmetro do material extrudado (10,5 mm) e α é o semi-ângulo de zona morta da redução.

A relação entre temperatura, velocidade de avanço e razão de extrusão são fatores que interagem entre si, na qual podem definir condições de processamento na qual se obtenha um produto final sem trincas ou defeitos. O aumento da velocidade de avanço ocasiona no aumento da pressão de extrusão, gerando um aquecimento no tarugo que podem gerar fragilidade a quente. A

temperatura é limitada pelo ponto de fusão na qual pode ser atingida, a fragilidade a quente que possa ocorrer e a possibilidade de favorecer os mecanismos de amaciamento se forem conduzidos em temperaturas mais altas. O aumento da razão de extrusão dificulta mais ainda o fluxo do metal, sendo necessário maior temperatura ou pressões mais baixas.

Lubrificação é um passo importante durante a extrusão direta. A pressão requerida na extrusão é dependente do modo na qual o metal flui na matriz, e é totalmente determinado pelas condições de lubrificação. Deve manter um filme contínuo para que não haja lacunas que podem servir de iniciação de zonas de cisalhamento que podem evoluir por trincas na superfície.

2.5.2. Forjamento rotativo

Forjamento rotativo é um processamento mecânico incremental que pode ser conduzido a quente ou a frio com aplicações na indústria automotiva na fabricação de eixos e fusos. Esse processamento permite a redução do diâmetro de tarugos e eixos ocos, além do aumento de resistência mecânica. A formação do material final é alcançada incrementalmente pelo movimento oscilante dos martelos, na qual impõem forças radiais compressivas diametralmente a superfície da amostra [11,48–50] (na Figura 2.7, é representado por h_T). A Figura 2.7, mostra o tarugo inicial de diâmetro d_0 sendo alimentado no cabeçote. Devido a força radial F_{Ri} na zona de redução (I) e o ângulo de entrada, uma força F_A é a reação da F_f . Os martelos são revestidos com uma camada de carbeto de tungstênio para reduzir a força de reação axial causado pelo atrito efetivo na zona de redução [11,51].

Os incrementos de pequenos impactos causados pelo martelo ajudam a evitar grandes gradientes de tensões. Isso permite que metais e ligas possam ser conformadas a frio quando não são facilmente deformados por outros métodos como laminação e extrusão. As pequenas tensões e deformações aplicadas permitem o refinamento do grão e a fragmentação de segundas fases

com a ausência de nucleação ou propagação de trincas [52]. Isso permite a combinação com outros métodos de conformação mecânica [11,52]. Deformações a frio permite que o material um aumento no limite de escoamento e no limite de resistência através do encruamento, pois a baixas temperaturas, mecanismos de amaciamento são pouco relevantes. Tratamentos térmicos posteriores são utilizados para aumentar a ductilidade da liga encruada, com uma perda dos valores de escoamento.

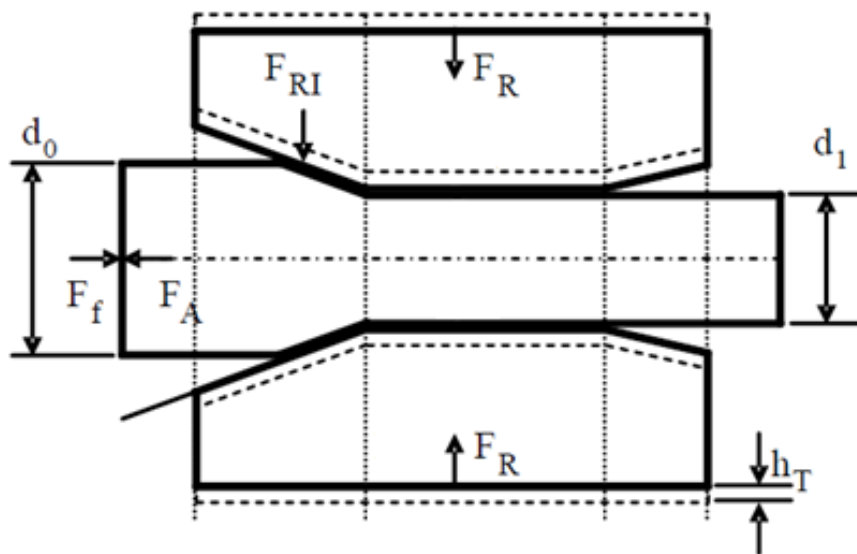


Figura 2.7. Forjamento rotativo [51].

O grau de encruamento é expresso como uma medida de redução percentual da área de seção transversal da peça, dada pela equação (2.6).

$$r = \frac{(A_0 - A_f)}{A_0} \quad (2.6)$$

Onde A_0 e A_f são, respectivamente, as áreas antes e depois do processamento.

Muitos autores [8,11,53,54] utilizam graus de deformação, φ , (deformação verdadeira) como um parâmetro de deformação em um material após forjamento rotativo. É calculada pela equação (2.7).

$$\varphi = \ln\left(\frac{A}{A_0}\right) \quad (2.7)$$

Abdulstaar *et al.* [53] mostraram que, para graus de deformação entre 2 e 3, a microestrutura é caracterizada por uma estrutura celular de contornos de baixo ângulo dentro do grãos para alumínio comercialmente puro.

Apesar das vantagens do forjamento rotativo, uma das potenciais desvantagens se deve na distribuição de deformação de deformações pela seção transversal não ser homogênea. Isto pode resultar em gradientes de microestrutura e propriedades, sendo mais deformado as regiões mais externas que nas regiões centrais. A temperatura na amostra e nos martelos também não são uniformes durante forjamento. Isso é devido ao trabalho mecânico fornecido pela alta taxa de deformação ser convertida em calor.

As magnitudes de tensão e temperatura durante o processamento influencia a vida útil dos martelos e a economia do processo inteiro. É, portanto, importante em determinar como as forças máximas, a energia dissipada, resistência a deformação durante o forjamento rotativo dependem nos parâmetros de controle de processo como taxa de rotação dos martelos e a velocidade de avanço do tarugo.

2.5.3. ECAP

Extrusão por canal angular (ECA) ou *equal-channel angular pressing* (ECAP) é um processo na qual é introduzida uma alta quantidade de deformação de cisalhamento no material na qual conduz a um refinamento de grão generalizada, com uma dispersão de precipitados e uma redistribuição de discordâncias, dependendo das condições experimentais [55–58]. É feito em uma matriz na qual dois canais de mesma seção transversal se conectam de acordo com um ângulo de intersecção (Φ) normalmente entre 90° e 120° [59], conforme Figura 2.8.

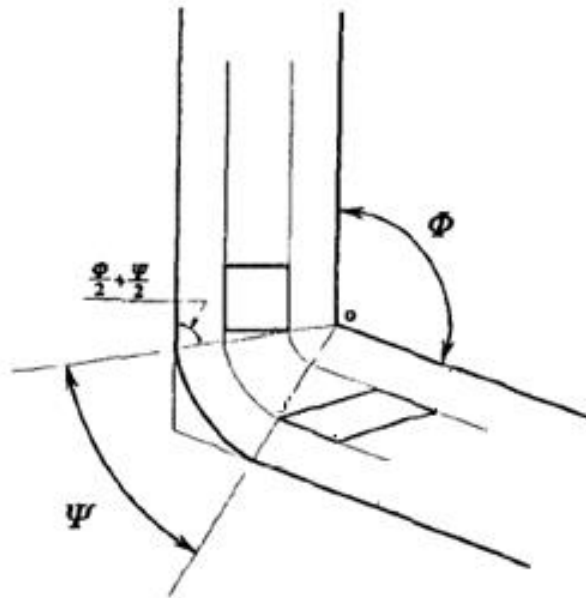


Figura 2.8. Figura esquemática do processamento por ECAP [58,60].

Além do ângulo de intersecção, o ângulo de curvatura (ψ) é subentendido pelo arco de curvatura exterior da intersecção dos canais. Uma amostra é usinada de acordo com as dimensões da seção transversal da matriz e esta é pressionada através dos canais por um punção e, quando atinge outro canal, pela amostra seguinte. Essa amostra é deformada por cisalhamento simples em toda sua extensão. Quanto menor o ângulo de intersecção (mais próximo de 90°), melhores resultados.

A deformação de cisalhamento imposta pode ser determinada pela equação (2.8). Na qual está em função da geometria da matriz [57,58,60,61].

$$\gamma = \left[2 \cot \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right] \quad (2.8)$$

Utilizando o critério de Von Mises, a deformação equivalente é definida de acordo com a equação (2.9).

$$\varepsilon_{eq} = \frac{\gamma}{\sqrt{3}} \quad (2.9)$$

E, por fim, a equação equivalente para múltiplos passes (N) é expressa pela equação (2.10).

$$\varepsilon_N = N * \varepsilon_{eq} \quad (2.10)$$

Após um único passe, um alumínio de alta pureza exibe microestruturas que consistem em bandas alongadas de subgrãos, na qual, experimentos feitos em materiais monocristalinos, mostraram que estas bandas se encontram paralelamente aos sistemas de deslizamentos primários. Análises de diferentes padrões de cisalhamento para diferentes rotas de processamento leva a conclusão que uma microestrutura equiaxial é alcançada mais rapidamente em ECAP quando deslizamentos ocorrem nos três planos ortogonais sobre uma variedade de ângulos (0°, 90° e 180°).

Para amostras pressionadas repetitivamente, sistemas de deslizamentos diferentes podem ser introduzidas através da rotação das amostras. Quatro rotas foram identificadas: rota A, na qual passes seguidos são feitos sem que haja rotação da amostra; rota B_A, na qual a amostra é rotacionada em 90° em direções alternadas; rota B_C, onde são rotacionadas em 90°, mas na mesma direção e rota C, onde se rotaciona em 180° [62]. Cada rota introduz diferentes padrões de cisalhamento nas amostras [63] levando a variações em distorções macroscópicas de grãos individuais de materiais policristalinos e a capacidade de desenvolver uma microestrutura refinada, homogênea e equiaxial [61,64,65]. A Figura 2.9 mostra as orientações dos padrões de cisalhamento para cada rota em até quatro passes.

Route	Plane	Number of pressings								
		0	1	2	3	4	5	6	7	8
A	X	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Y	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Z	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
B _A	X	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Y	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Z	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
B _C	X	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Y	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Z	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
C	X	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Y	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Z	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭

Figura 2.9. Distorções desenvolvidas nos três planos ortogonais, X, Y e Z. Após 1-8 passes pelas rotas A, B_A, B_C e C [57].

Após cada passe, a microestrutura apresenta uma alta densidade de discordâncias. O ângulo de curvatura entre 20-30° não apresenta heterogeneidades na microestrutura pois não forma uma zona morta nas vizinhanças do canto da curvatura.

Experimentos feitos por Langdon [66] em alumínio de alta pureza com grão inicial de 1 mm e feitas em uma matriz com $\Phi=90^\circ$ e $\psi=20^\circ$ mostraram a microestrutura inicial em um e quatro passes. A Figura 2.10 apresenta a microestrutura após um único passe de ECAP. É visto que se forma um alinhamento de subgrãos alongados onde os contornos primariamente têm baixos ângulos de desorientação e com alinhamento de subgrão do plano X e Z paralelo à direção de fluxo (longitudinal) e, no eixo Y, grãos alongados formando um ângulo de 45° à seção transversal

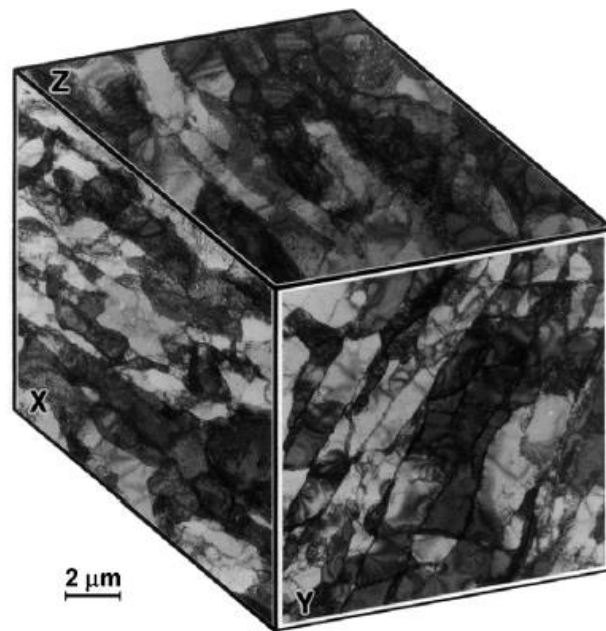


Figura 2.10. Microestrutura após um passe de ECAP [66].

Após quatro passes, seguindo as rotas A e C, os subgrãos se mantêm alongados, no entanto, para a rota Bc, a microestrutura se mantém mais homogênea e equiaxial nos três planos ortogonais além de providenciar maior deformação entre as rotas existentes [67], como visto na Figura 2.11.

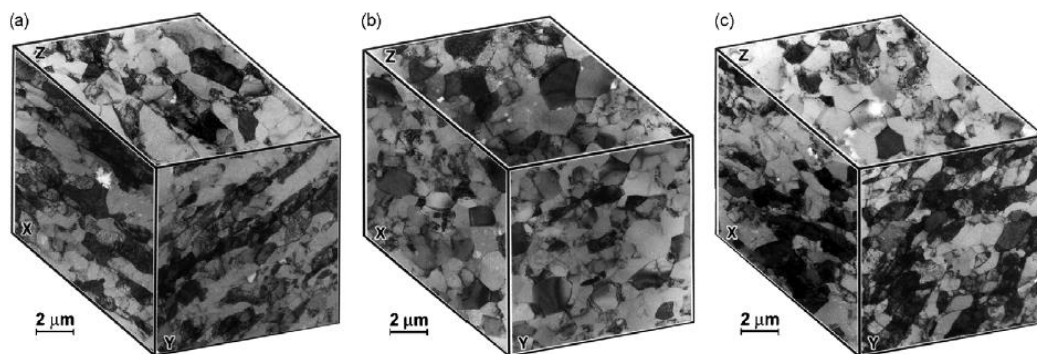


Figura 2.11. Microestrutura após quatro passes de ECAP, (a) rota A, (b) rota Bc e (c) rota C [66].

É notável que padrões de cisalhamento com diferentes orientações produzem uma microestrutura mais refinada e equiaxial. O tamanho médio obtido após os quatro passes tem cerca de 1,2-1,3 µm, que consiste com a espessura dos subgrãos alongados vistos após um único passe [66].

O objetivo de um processamento por ECAP é obter um alto grau de deformação, de forma homogênea, com menor carga e tempo de processamento (devido aos mecanismos de amaciamento, principalmente a recuperação). Vários parâmetros podem ser controlados, como a rota a ser seguida, a velocidade de prensagem (velocidade de avanço do punção) e a temperatura.

Kim e Namkung [68] e Gholinia [69] avaliaram a influência das rotas de processamento em ligas de alumínio. A rota A apresentou maior grau de deformação, mas foi observado gradientes de deformação, demonstrando grande heterogeneidade. A rota C, gerou menor grau de deformação, apesar de estar mais homogêneo. A deformação pela rota B_A teve menor deformação e mais heterogênea que a rota A. A melhor combinação foi a rota B_C, com melhor combinação entre deformação e homogeneidade.

Berbon *et al.* [70] variou a velocidade entre 0,01 a 10 mm/s para uma liga Al-1%Mg e não foi observado nenhuma influência no tamanho de grão final formado. No entanto, é percebido que, após o quarto passe, o limite de escoamento atinge seu valor máximo. Outros autores [59,71], observaram que maior velocidade favorece grãos mais refinados.

De todos os parâmetros, a temperatura tem papel fundamental para o ECAP. Yamashita *et al.* [72], conduziu os processamentos em alumínio puro e em ligas de Al-3%Mg e Al-3%Mg-0.2%Sc em temperaturas que vão de temperatura ambiente a 300°C. Os resultados mostraram dois efeitos: primeiro, o tamanho de grão tende a aumentar com o aumento da temperatura e, segundo, o refinamento de grão é atingido em todas as temperaturas. No entanto, existe uma transição de subgrãos alongados separados por contornos de alto ângulo em baixas temperaturas para baixos ângulos em temperaturas acima de 200°C para alumínio puro e a 300°C para Al-3%Mg, a liga Al-3%Mg-0.2%Sc apresentou contornos de alto ângulo para todas as temperaturas. A incapacidade de atingir um contorno de alto ângulo para maiores temperaturas para as duas primeiras amostras é atribuída a altas taxas de recuperação que aniquilam as discordâncias e impedem que sejam absorvidas pelos contornos de subgrão.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Material

A matéria prima utilizada para realizar esse trabalho foi um pedaço de tarugo AA2024-T351 produzida pela ALCOA conforme ASTM B221 [17]. O material foi então separado em lotes entre 4 – 5 kg para serem processadas por conformação por spray (CS).

A composição química da liga AA2024 é apresentada na Tabela 3.1, de acordo com ASTM B221-14 e comparada com a amostra recebida e conformada por spray.

Tabela 3.1. Composição química da liga AA2024 segundo ASTM B221-14, da liga como recebida e conformada por spray.

Elemento	Composição química (% em peso)			
	Mínimo	Máximo	Como recebida	Conformada por spray
Si %	-	0,5	0,12	0,11
Fe %	-	0,5	0,22	0,21
Cu %	3,8	4,9	4,48	4,32
Mn %	0,3	0,9	0,51	0,51
Mg %	1,2	1,8	1,41	1,4
Cr %	-	0,1	0,005	0,005
Zn %	-	0,25	0,05	0,05
V %	-	0,02	0,07	0,07
Outros	-	0,15	0,05	0,05
Al %	Balanço			

As Figura 3.1(a) e Figura 3.1(b) apresentam micrografias óticas da amostra como recebida. Os grãos possuem tamanhos variados, com tamanho

médio de 100 μm . Pelas imagens é possível observar a existência de pelo menos duas fases distintas, uma fase menor clara, e uma fase escura.

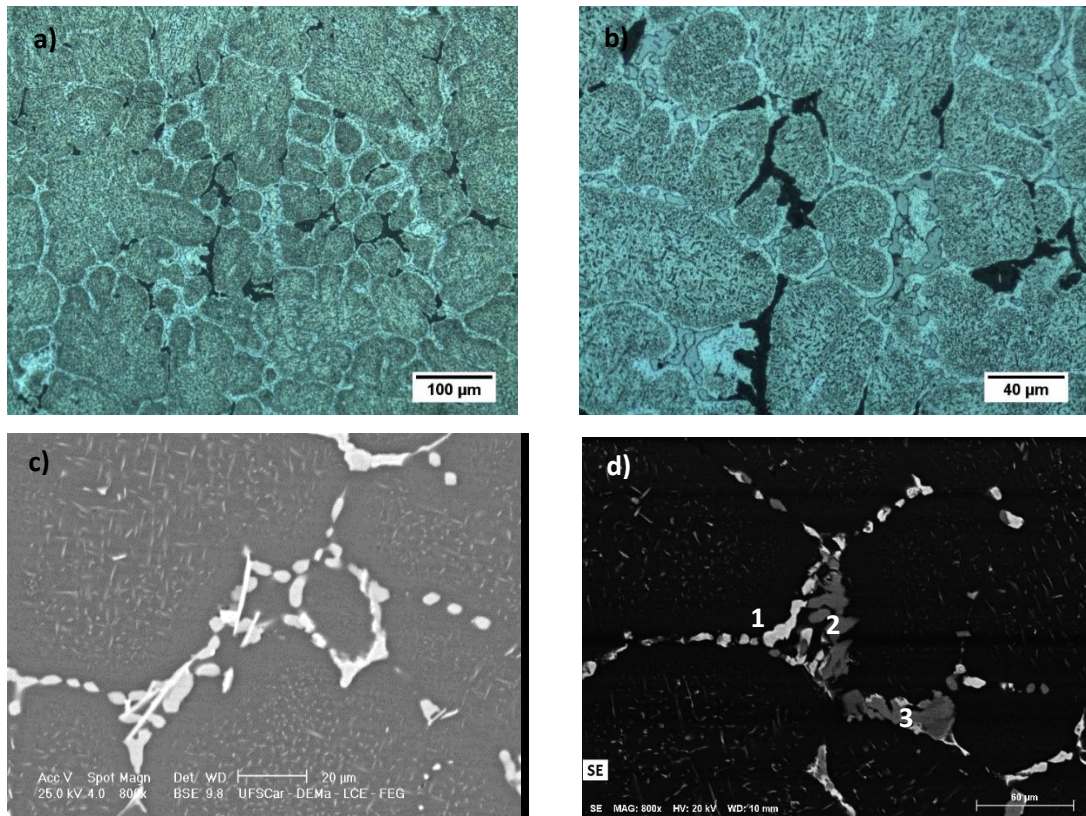


Figura 3.1. (a) e (b) são as análises de MO da liga como recebida e (c) análise por MEV, é visto uma fase de morfologia alongada nos contornos de grão. (d) Mostra as três segundas fases mais presentes na liga, 1 - Al_2Cu , 2 - Al_2CuMg e 3 - $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$.

A análise por MEV (Figura 3.1 (c) e Figura 3.1(d)) revelou algumas fases que não foram resolvidas na MO. A Figura 3.1(c) mostra uma fase de morfologia alongada nos contornos de grão. Análise de EDS foi realizada. Entretanto, devido à espessura da amostra, apenas uma análise qualitativa foi realizada. Essa fase apresentou Fe e Si sendo possível sugerir que essa fase seja um intermetálico rico em Fe que possam prejudicar a resistência da liga. A Figura 3.1 (d) mostra três fases localizados nos contornos de grão identificados por EDS e mapeamento de elementos inferidos como sendo: 1 - Al_2Cu , 2 - Al_2CuMg e 3 - $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$.

3.2. Metodologia de reciclagem/processamento da liga 2024

O diagrama da Figura 3.2 mostra de forma macroscópica a proposta deste trabalho no reprocessamento da liga de alumínio. O diagrama é dividido em dois blocos:

- ✓ **Bloco 1: Fundição**, onde ocorre a separação dos lotes da liga como recebida e do processamento de conformação por spray, e
- ✓ **Bloco 2: Conformação mecânica**, onde foram realizados os processamentos termomecânicos posteriores (nesta etapa, existem subdivisões de rotas de processamentos). Ensaios de compressão onde foram realizados os testes mecânicos das ligas processadas em cada etapa.

O **primeiro bloco**, após a aquisição da liga na ALCOA, o material foi separado em lotes para ser fundida por conformação por spray. Em seguida, a fusão da liga é realizada e é obtido um depósito do qual foram usinados corpos de prova para processos termomecânicos, para ensaios de compressão e para a caracterização microestrutural.

Para efeito de comparação, os valores máximos de limite de escoamento em compressão nas ligas como recebida e após processo de conformação por spray serviram de parâmetros para comparação com as ligas processadas mecanicamente.

No **segundo bloco**, foram seguidas rotas de processamento mecânico com o intuito de fechamento de porosidade intrínseca ao processamento por conformação por spray, modificação da microestrutura para obter uma microestrutura mais refinada e propriedades mecânicas superiores à liga como recebida e após fusão por conformação por spray.

As rotas de processamento mecânico foram: (i) extrusão, na qual foram realizados ensaios de compressão com a liga depois de extrudada, (ii) forjamento rotativo, onde foram realizados ensaios de compressão da liga após forjamento e depois se seguiram duas sub-rotas: (a) tratamento térmico T6 das ligas com maiores valores de limite de escoamento e, a seguir, ensaios de compressão e (b) ECAP, e ensaios de compressão da liga após processamento

por ECAP. Por último, (iii) ECAP da liga após conformação por spray e realizado ensaio de compressão.

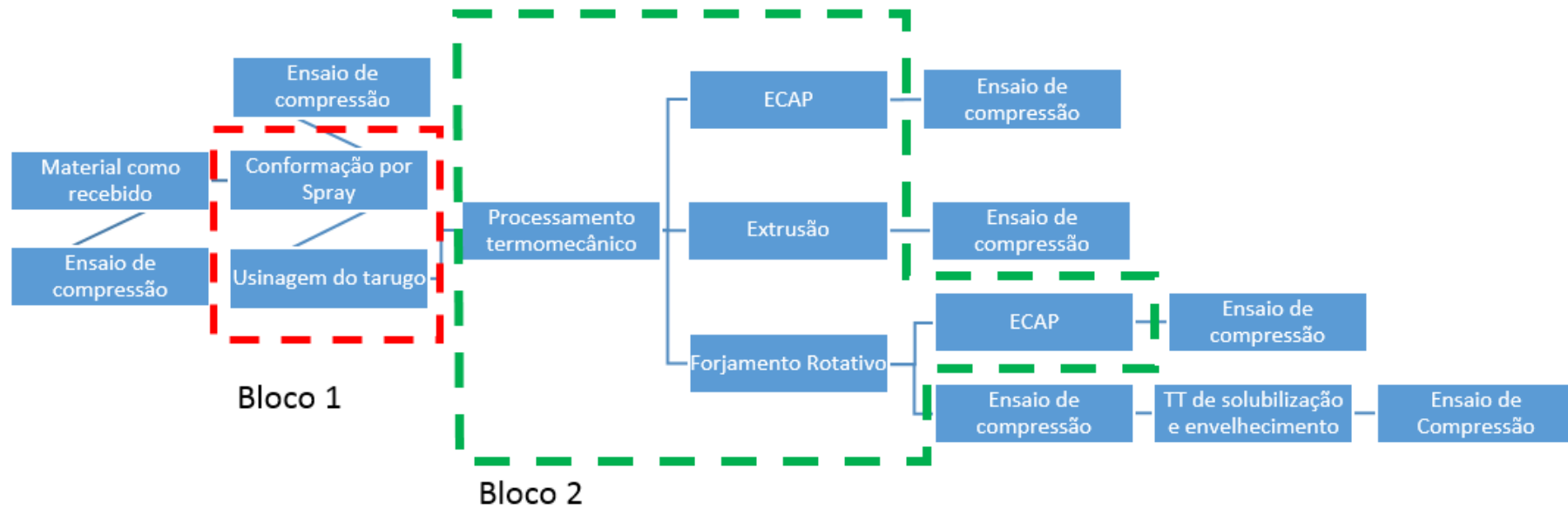


Figura 3.2. Diagrama/Fluxograma da rota de processamento da liga 2024

3.3. Procedimento experimental

3.3.1. Refusão (Bloco 1: Fundição)

Lotes do material como recebido foram cortados com serra de fita e lavados para remoção de fluidos de corte. Em seguida, foi posicionado em um cadinho revestido com um refratário acoplado a um sistema de indução para ser, em seguida, levado ao processamento por conformação por spray.

A carga foi aquecida a uma temperatura de vazamento de 740°C (100°C acima da temperatura *liquidus*) e então foi vazado em um funil acoplado à câmara. O funil está conectado a um tubo de quartzo com bocal de saída de 6 mm de diâmetro. A distância entre a saída do bocal até o substrato, chamada de distância de voo foi de aproximadamente 360 mm. Durante o vazamento foi injetado nitrogênio gasoso, com pressão de atomização de 5 bar para a atomização. As partículas atingem o substrato de aço com rotação de 60 rpm e formam um depósito sobre ele. A razão gás-metal foi de 2,39 (kg/kg).

O depósito pode ser observado na Figura 3.3 e tem o diâmetro de 250 mm e altura de 90 mm. A massa final foi de cerca de 3,27 kg ou 70% da carga inicial. As perdas estão relacionadas aos pós do *overspray* e pela liga que solidificou no funil e no tubo de quartzo.



Figura 3.3. Depósito da conformação por spray.

A parte útil deste depósito foi usinada no formato de um cilindro com 80 mm de diâmetro por 80 mm de comprimento apresentado na Figura 3.4, o restante do material pôde ser utilizado em conformações por spray que se seguiram, já que não houve variações na composição química antes e depois desse processo, conforme análise química na Tabela 3.1. Com os parâmetros utilizados, foi obtido o maior volume útil possível.



Figura 3.4. Cilindro usinado a partir do depósito.

Do tarugo obtido, foram usinados corpos de prova de 25 mm de diâmetro para serem processados mecanicamente por extrusão e forjamento rotativo e corpos de prova de seção transversal quadrada de lado 10 mm para processamento por ECAP. Cilindros de 10 mm de diâmetro foram utilizados para caracterização microestrutural. A Figura 3.5 mostra o esboço de usinagem (Figura 3.5(a)) e o tarugo usinado (Figura 3.5(b)) com a visão da seção transversal das amostras e corpos de prova.

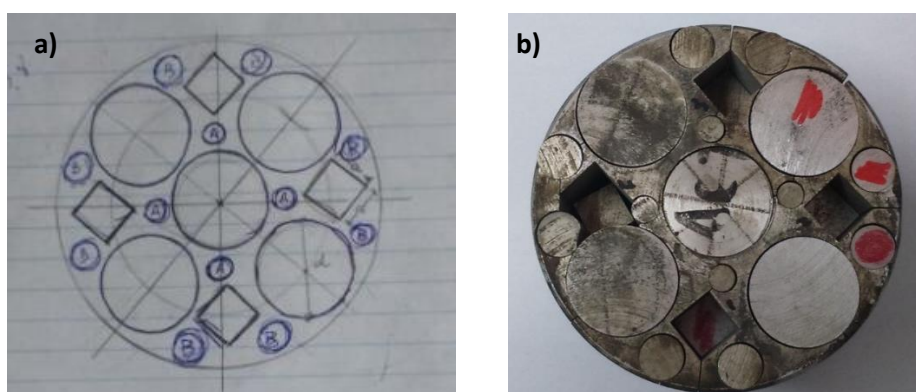


Figura 3.5. (a) Croqui de corte por eletroerosão e cilindro após corte para obtenção de amostras para conformação e (b) corpos de prova e amostras usinados para processamentos e caracterização microestrutural.

3.3.2. Processamentos mecânicos (Bloco 2: Conformação mecânica)

Nessa etapa, ocorrem os processamentos de **extrusão, forjamento rotativo e ECAP**, sendo que o primeiro e o terceiro foram realizados no Laboratório de Nanomateriais do DEMa, onde se encontra a máquina universal

de ensaios EMIC DL 60000 e o segundo processamento foi realizado no Laboratório de Processamento de Materiais do Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA) utilizando uma máquina de forjamento rotativo FENN 5F.

Após a análise da liga pós-conformação por spray, foram usinados cinco corpos de prova de 25 mm de diâmetro e comprimento entre 50 e 60 mm.

As rotas seguidas foram conforme apresentadas na Figura 3.2. Em primeiro lugar, a rota de extrusão; a segunda rota foi a de forjamento rotativo na qual, em uma sub-rota, foi realizado o tratamento T6 (solubilização e envelhecimento artificial) nos corpos de prova que obtiveram o maior valor de resistência à compressão na condição de forjados, e outra sub-rota seguiu o processamento por ECAP; e por último, a rota de ECAP logo após a conformação por spray.

3.3.2.1. Processamento por extrusão

O processo de extrusão foi realizado na máquina universal de ensaios EMIC DL 60000 com velocidades de avanço/trava de 24 mm/min e 100 mm/min acoplado a um forno com temperatura controlada. O sistema de aquecimento é independente do processo de extrusão e a temperatura é medida por termopares acoplados em contato com a superfície do material. A matriz tem diâmetro inicial de 25 mm e final de 10,5 mm. As temperaturas de processamento foram, para a velocidade de 24 mm/min, 300°C e 400°C e, para a 100 mm/min, 300°C, 350°C e 400°C. Estas taxas de deformação e temperaturas permitem analisar a influência desses parâmetros na precipitação de segundas fases e na resistência mecânica.

3.3.2.2. Processamento por forjamento rotativo

O processo de forjamento rotativo foi realizado no Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), em uma máquina de forjamento rotativo FENN 5F. Nessa máquina, a redução é feita em passos na qual se reduz o diâmetro em pequenos incrementos da seção transversal do tarugo aos poucos até atingir o diâmetro desejado. A velocidade de avanço foi realizada manualmente e o sistema de

aquecimento foi realizado externamente por fornos de indução à temperatura ambiente, 150°C, 250°C e 350°C. Estas temperaturas permitem a análise entre dos mecanismos de amaciamento da liga a cada temperatura.

3.3.2.3. Processamento por ECAP

Utilizando também a máquina de ensaios EMIC DL 60000, o processamento por ECAP foi realizado utilizando a matriz de perfil quadrado, de lado 11 mm (área de 121 mm²) com ângulo de 110°, conforme Figura 3.6, com uma velocidade de avanço de 9 mm/min e 4 passes, seguindo a rota Bc (rotação de 90° após cada passe no mesmo sentido). Antes de cada passe, o corpo de prova e a matriz foram lubrificadas previamente com bissulfeto de molibdênio (MoS₂) para a amostra em contato com a matriz e com grafite para o contato entre punção e amostra. A temperatura utilizada foi de 300°C. A velocidade de processamento foi mais alta que observada em trabalhos anteriores [73,74], para manter a amostra no menor tempo possível em altas temperaturas e a temperatura de 300°C foi a menor possível para que não ocorra a fratura dos corpos de prova.

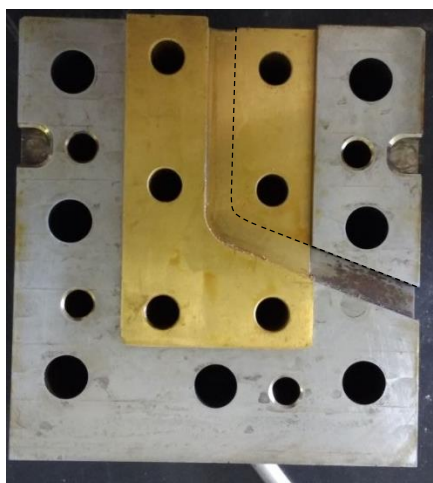


Figura 3.6. Matriz de ECAP com ângulo de 110°.

3.4. Caracterização química, microestruturalestrutural e térmica

A análise química foi realizada nas ligas como recebida e após-spray por espectrometria de emissão ótica por centelhamento, em um equipamento SpectromaXx da marca Spectra.

A microscopia ótica foi realizada com um microscópio Olympus BX41M-LED e a amostra foi lixada, polida com alumina de granulometria de 1 μ m e atacada com reagente Flick (90 ml de água, 15 ml de HCl e 10 ml de HF). A microscopia eletrônica de varredura foi conduzida nos equipamentos Philips XL-30 FEG e FEI Inspect S50, ambos possuem detectores EDS acoplados.

Análise de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) foi realizada utilizando um microscópio eletrônico de varredura FEI Inspect S50 com um sistema de EBSD EDAX-AMETEK™. A preparação das amostras foi realizada por polimento eletrolítico pela dissolução anódica da liga em um eletrólito. O eletrólito utilizado foi uma solução de 34 ml de ácido perclórico (70%), 50 ml de butilglicol, 350 ml de etanol e 60 ml de água destilada e os polimentos foram realizados a uma voltagem de 25 V por cerca de 10 segundos. As análises de EBSD foram realizadas com a amostra inclinada a 70° e os parâmetros utilizados foram voltagem de aceleração de elétrons de 30kV, tamanho de spot de 7 e distância de trabalho de 14 mm.

A difratometria de raios-X (DRX) foi realizada em um equipamento Siemens D5005, utilizando a radiação K_{α} do cobre, utilizando uma velocidade de varredura de 2°/min, dentro da faixa de ângulos 5° a 90°. As fases foram identificadas utilizando-se a base de dados do JCPDS utilizando-se o software EVA para tal.

A calorimetria diferencial de varredura (DSC) foi realizada em um equipamento Netzsch DSC 404 com uma taxa de aquecimento e resfriamento de 20K/min de 25°C a 700°C. Essa análise foi realizada de acordo com os dados obtidos pelo software Thermo-calc para identificação dos picos de transformação de fase.

3.5. Tratamentos térmicos

Após o processamento por forjamento rotativo, os corpos de prova passaram por tratamento térmico T6 [14] de solubilização e envelhecimento artificial a fim de verificar se a temperatura de forjamento afetou os tempos de envelhecimento. Para isso, tratamento de solubilização a 493°C por 2 horas, seguida de envelhecimento a 193°C até 40 horas foram realizados e a dureza Rockwell B foi medida em nove intervalos durante o tratamento de envelhecimento.

3.6. Ensaios de compressão

Os comportamentos mecânicos da liga 2024 como recebida, conformada por spray, e processada termomecanicamente foram avaliados por ensaios de compressão. O ensaio segue a norma ASTM E9-09 [75] e foi conduzido em uma máquina INSTRON 5500R com célula de carga de 25 ton com extensômetro óptico INSTRON AVE acoplado. Os ensaios foram realizados à temperatura ambiente e com taxa de deformação de $0,001s^{-1}$. A razão do comprimento pelo diâmetro (L/D) foi de 3, se considerado o comprimento médio. Na base e no topo foram realizados sulcos para amparar a graxa de MoS_2 para evitar o atrito no contato do material no dispositivo de compressão. Para o corpo de prova conformado por spray e processado por ECAP, os corpos de prova possuíam uma razão do comprimento pelo diâmetro de aproximadamente 1,5 e foram ensaiados com os mesmos parâmetros descritos acima.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Depósito conformado por spray

A Tabela 4.1 mostra apenas uma pequena diferença entre composição da liga como recebida e conformada por spray no teor de cobre, qual seja de 0,16%. Independente da origem dessa diferença, perda ou precisão da análise, o valor de cobre ainda se mantém dentro dos valores admissíveis pela norma ASTM B221-14. Como se pode observar, além do cobre, o magnésio, como o segundo elemento principal dessa liga também está dentro da faixa de composição química. Fe é considerado uma impureza, devido à formação de segundas fases que prejudicam a resistência mecânica [76,77], está com baixo teor, assim como Si, Cr, Zn e V e outros elementos. O Fe está presente nas ligas de alumínio como impureza que, em teores elevados (normalmente acima de 1,0% em peso) leva à formação de partículas grosseiras da fase AlFeSi, afetando negativamente as propriedades mecânicas [14].

Tabela 4.1. Composição química do material como recebido e da liga conformada por spray.

Elemento	Composição química		Δ
	Como recebido	Após Spray	
Si %	0,12	0,11	0,01
Fe %	0,22	0,21	0,01
Cu %	4,48	4,32	0,16
Mn %	0,51	0,51	0,0
Mg %	1,41	1,4	0,01
Cr %	0,005	0,005	0,0
Zn %	0,05	0,05	0,0
V %	0,007	0,007	0,0
Outros	0,05	0,05	0,0
Al %	Balanço		

A Figura 4.1 apresenta três pontos distintos do cilindro. A Figura 4.1(a) representa a região 10 mm abaixo do topo do cilindro, a Figura 4.1(b) a região no meio do cilindro e Figura 4.1(c) região 10 mm acima da base. É possível verificar um tamanho de grão menor e mais homogêneo distribuído em toda a extensão comparado com a liga original. Segundas fases nos contornos de grão foram analisadas por EDS que identificou uma predominância de fase Al_2Cu , de coloração mais branca e uma fase que contém teor de Fe significativo, de coloração mais acinzentada.

Na região superior vista por análise de MO, na Figura 4.2, é possível ver alguma porosidade de pequeno tamanho (entre 5 μm e 10 μm). Assim como o tamanho de grão médio de 50 μm , evidenciada também pelas análises de MEV da Figura 4.1. Além disso, é possível verificar um efeito de microsegregação (*coring*), onde o teor de soluto no centro do grão é menor que o teor apresentado na região periférica.

Em sua dissertação, Otani [37] analisou a liga 2024 (mesmo lote do material deste trabalho) e verificou que, para o cobre e magnésio, houve uma variação do teor de soluto do centro do grão para a região próxima aos contornos de grão. No entanto, nenhuma análise conseguiu identificar um teor de ferro no centro do grão. A manutenção do ferro em solução sólida poderia reduzir o teor de intermetálicos na microestrutura final, pois não haveria quantidade suficiente para formação de fases com tal teor de Fe.

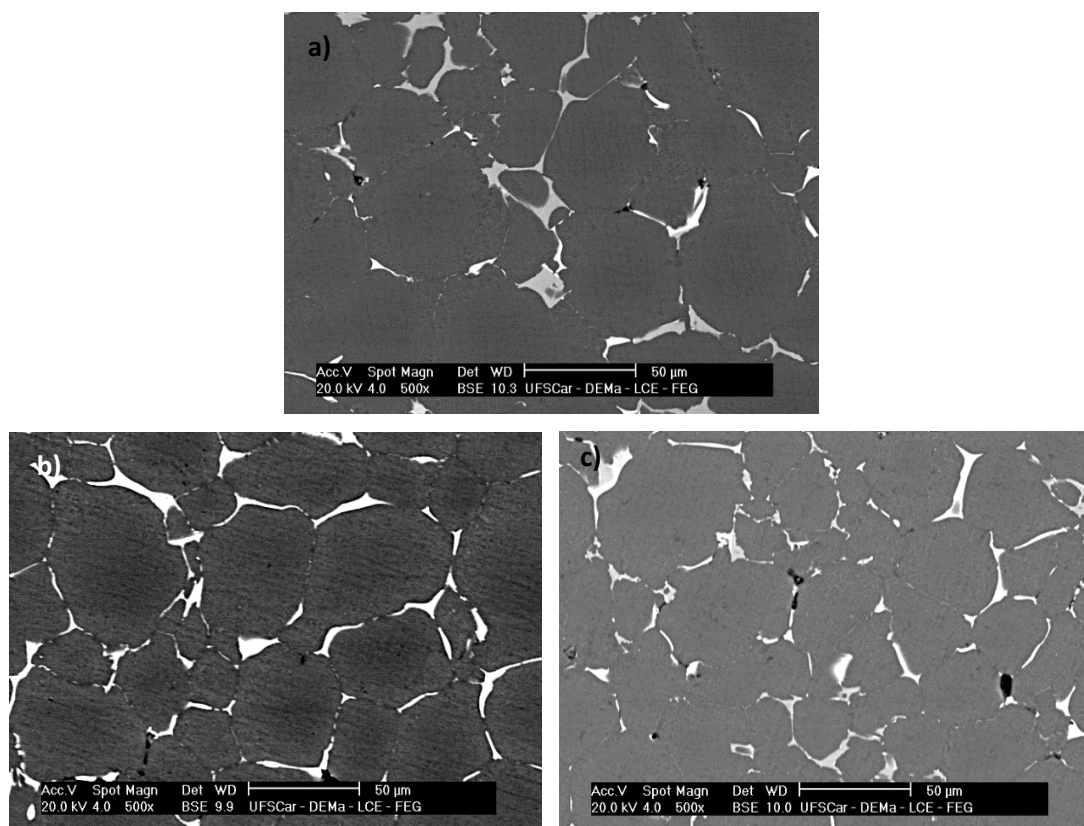


Figura 4.1. (a) Região do topo do cilindro usinado do depósito conformado por spray. (b) Região central e (c) base.

De acordo com o modelo de Scheil-Gulliver, para que ocorra microsegregação é necessário que o soluto apresente dois parâmetros: um valor alto de coeficiente de partição (k) e que tenha uma alta solubilidade na matriz. O ferro não possui nenhum desses requisitos e, portanto, possui uma tendência em formação de fases ricas desse soluto no final da solidificação.

Como pode ser observado nas Figura 4.2, Figura 4.3 e Figura 4.4, a porosidade é uma característica intrínseca do processo de conformação por spray. A sua origem se deve a duas razões. A **primeira** em que poros pequenos, observáveis na Figura 4.5(a), são intragranulares e esféricos gerados por aprisionamento de gases durante a fusão, atomização, durante o voo até o substrato, ao atingir o substrato e por agitação da superfície do depósito pelo gás de atomização. A **segunda** em que poros grandes, observáveis na Figura 4.5(b), que são intergranulares e que se formam devido à pouca quantidade de fase líquida presente que é insuficiente em preencher vazios entre grãos adjacentes [5,78,79].

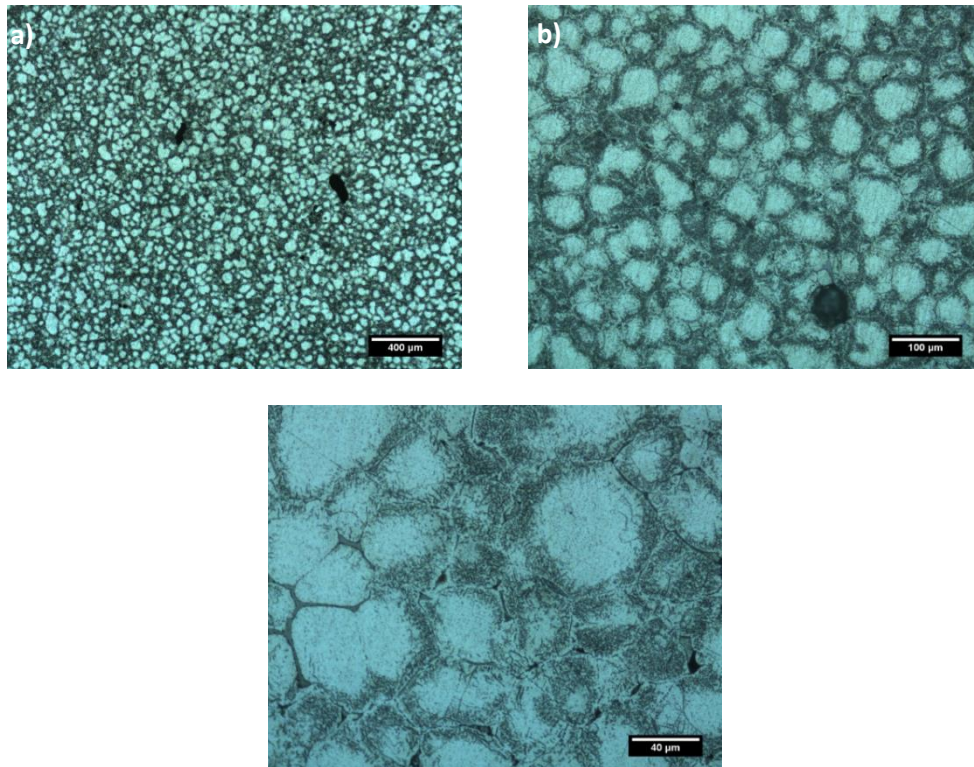


Figura 4.2. MO do topo do tarugo. (a) aumento de 50X; (b) 200X e (c) 500X. Ataque químico com solução de Flick.

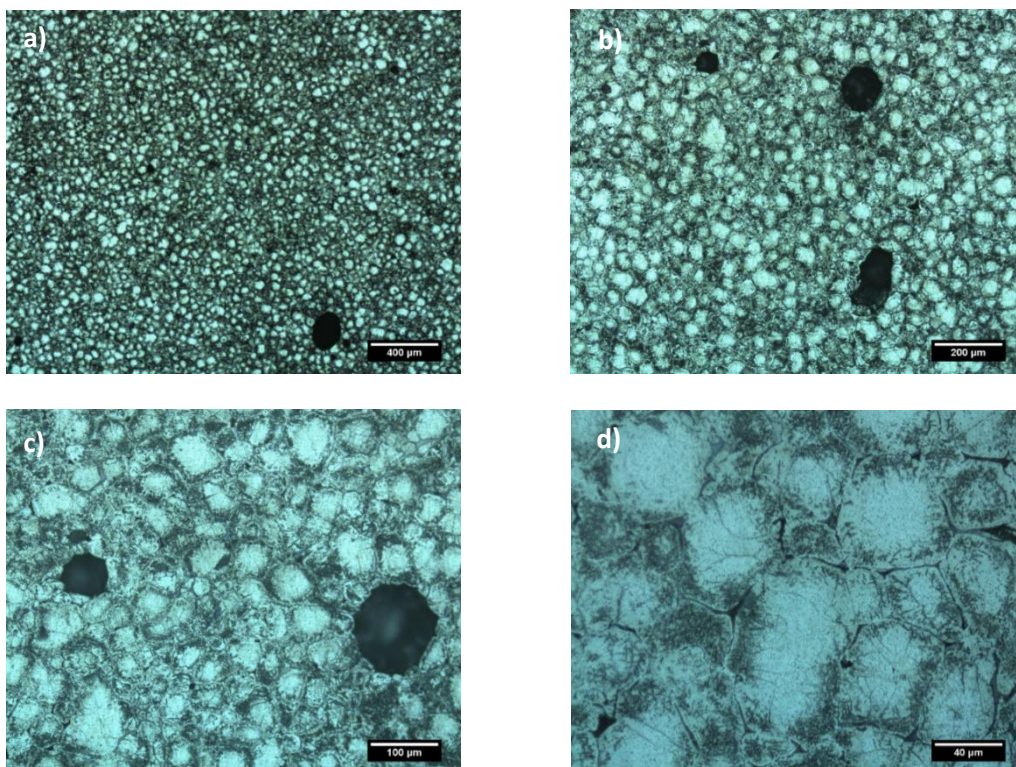


Figura 4.3. Meio do tarugo, mais ou menos 40 mm da base. Mesmas características vistas no topo do tarugo. (a) 50X, (b) 100X, (c) 200X e (d) 500X. Ataque com solução de Flick.

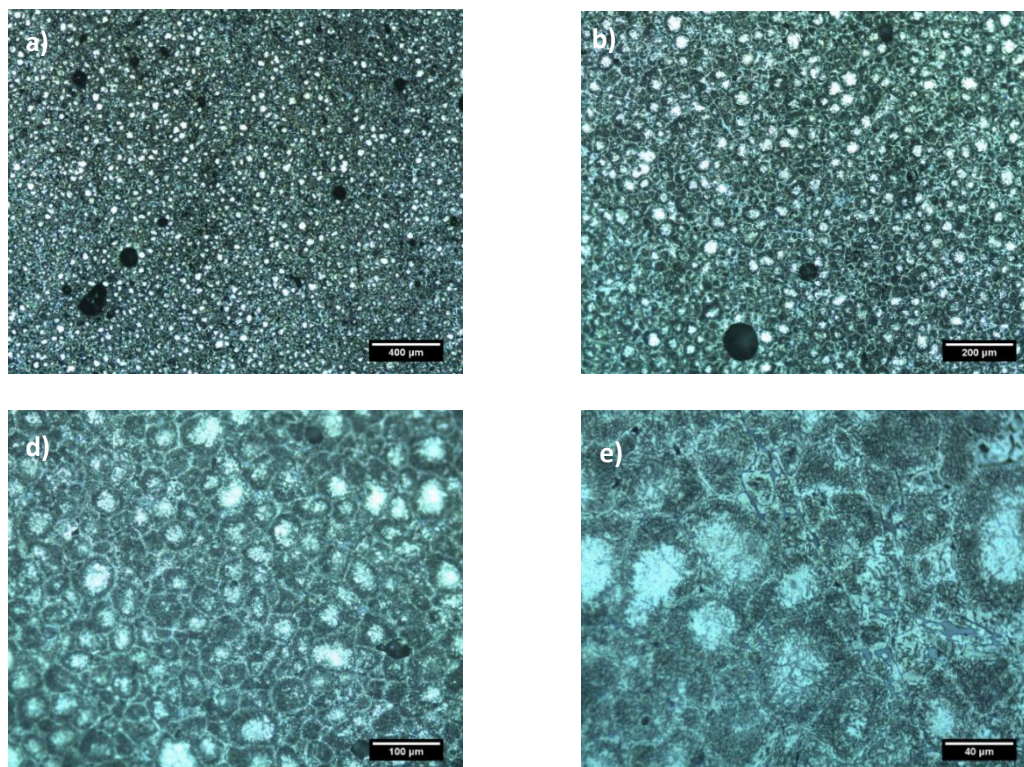


Figura 4.4. Base do tarugo, muita porosidade e grãos um pouco menor que 50 µm (a) 50X, (b)100X, (c)200X e (d) 500X. Ataque químico com solução de Flick.

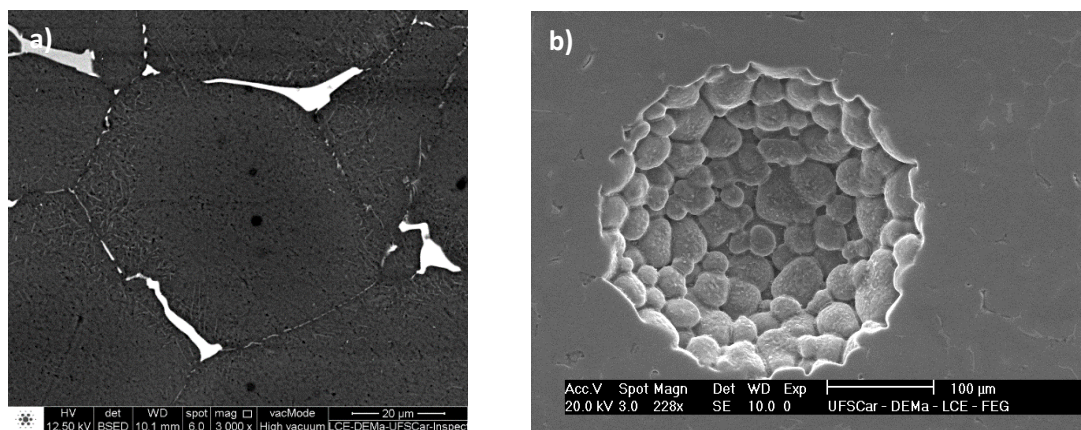


Figura 4.5. (a) Poros pequenos, localizados dentro do grão; (b) poro grande, vista com detector SE.

Uma varredura sobre todas as amostras processadas por conformação por spray dessa liga mostrou que porosidade do primeiro tipo, apresentadas na Figura 4.5(a), são raras e é possível dizer que porosidade na microestrutura é devida à falta de líquido para preencher os vazios quando há contração do sólido.

O fechamento dessa porosidade por processos mecânicos tende a ser mais fácil em comparação com a porosidade causada por aprisionamento de

gases, já que o fechamento deste é dificultado pois não há escape para os gases internos.

Como é visto nas análises de MO/MEV boa parte das segundas fases são θ - Al_2Cu , S- Al_2CuMg e fases que contém ferro. No entanto, na Figura 4.6, que mostra difratogramas da liga (a) como recebida e (b) após conformação por spray. Ampliando o intervalo de 15° a 47° , é possível observar os picos da fase S na amostra como recebida. Após conformação por spray, nota-se que nesse mesmo intervalo não há formação de picos, indicando que os elementos que compõe a fase S estão presentes em solução sólida.

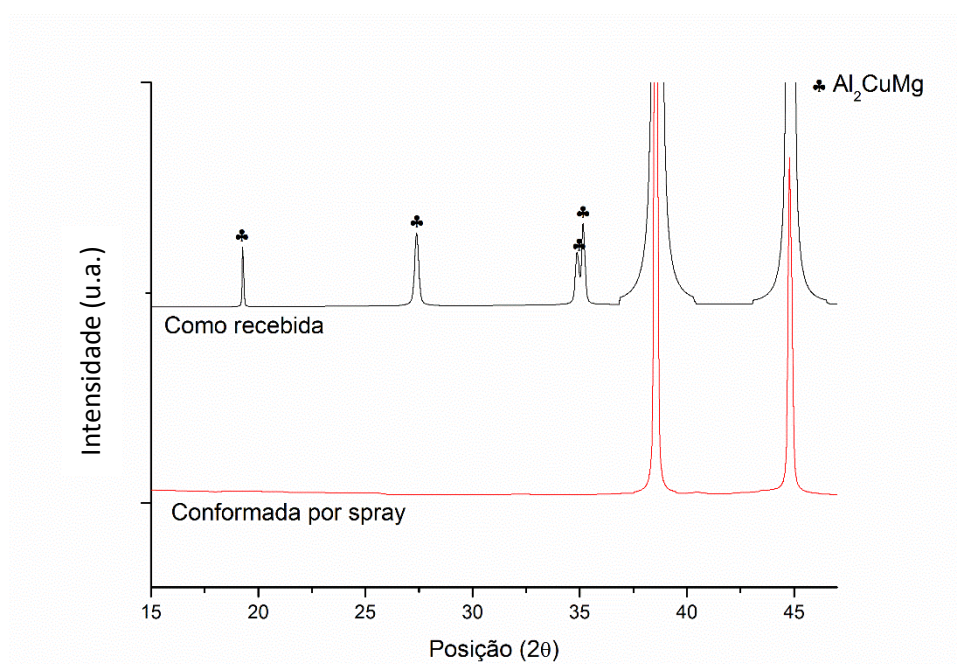


Figura 4.6. Difratogramas da (a) liga como recebida e (b) após conformação por spray.

A análise por DSC, apresentada na Figura 4.7, mostra a curva de aquecimento e resfriamento da liga conformada por spray a uma taxa de 20K/min até 700°C . É possível observar na curva de aquecimento um pico com início em 501°C indicando a solubilização da fase S.

Durante o resfriamento, é visto um pico se formando em 489°C . Observando conjuntamente com a análise por Thermo-calc (equilíbrio) da Figura 4.8, é visto que nessa temperatura, a fase que se forma é a fase S (Al_2CuMg).

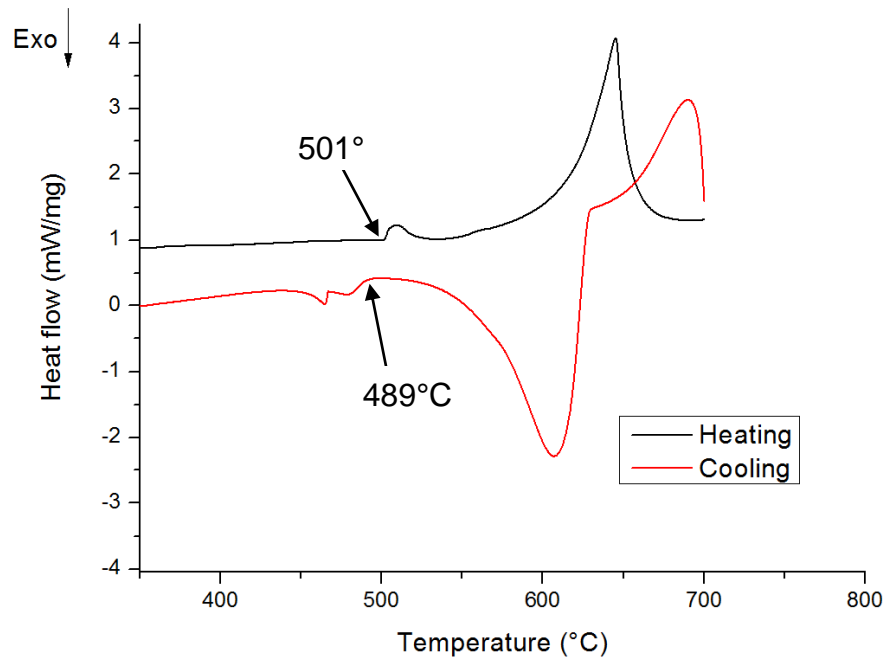


Figura 4.7. Termograma da liga conformada por spray.

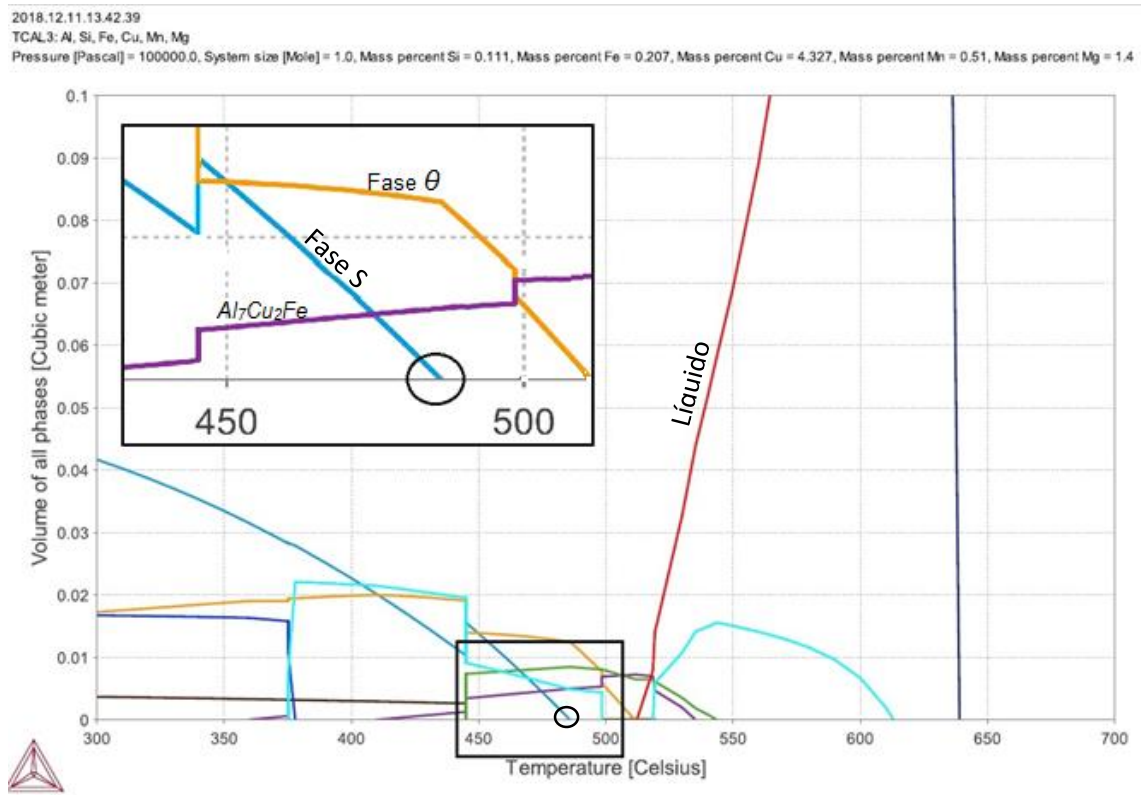


Figura 4.8. Volume de fase x temperatura, calculada pelo software Thermo-calc. O círculo indica a formação da fase S. A inserção mostra as segundas fases principais observadas por MO e MEV na liga como recebida.

Devido à composição química da liga como recebida e após o spray serem virtualmente iguais, o diagrama do Thermo-calc se mantém o mesmo. A linha vermelha representa a quantidade de líquido que decresce à medida que a temperatura diminui. Quando se atinge o valor de zero, a temperatura atingida é a *solidus*.

Como se pode ver no diagrama de DSC, a temperatura observada de início do pico, em torno de 489°C, é muito próxima ao início de formação da fase S (Al₂CuMg), vista na Figura 4.8.

A Figura 4.9 apresenta dados da liga conformada por spray obtida por difração de elétrons retroespalhados (EBSD), na qual a Figura 4.9(a) determina a qualidade de imagem (IQ) a qual é função da intensidade de sinais das linhas de Kikuchi e Figura 4.9(b) que se refere à figura de inverso de polo (IPF) que se baseia nas orientações cristalográficas de cada grão. Quanto menos deformação, mais focado são os sinais das linhas de Kikuchi e melhor a visualização da imagem. Pelas figuras, é possível observar grãos equiaxiais, com tamanho médio de 40 μm, e distribuição de grãos com orientações cristalográficas aleatórias, indicando anisotropia da microestrutura.

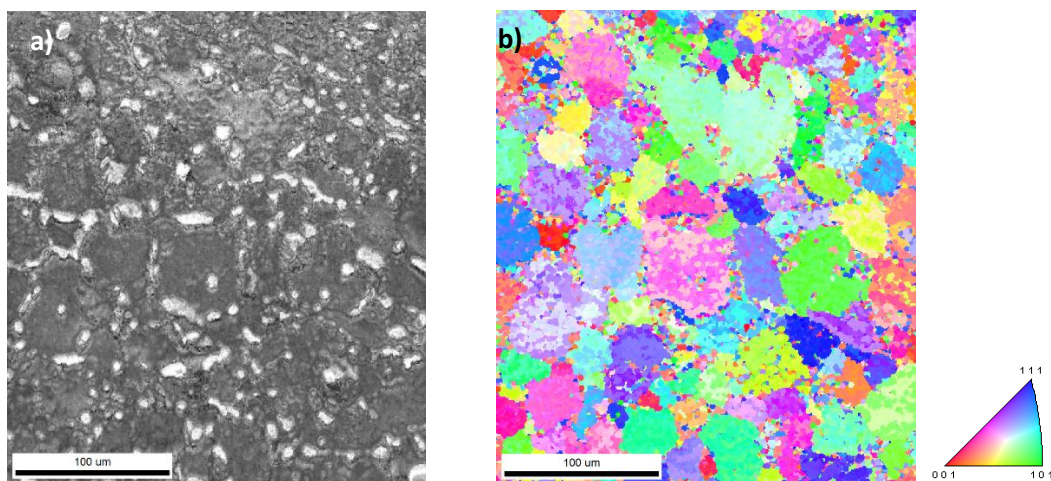


Figura 4.9. (a) Mapeamento de qualidade de imagem da liga conformada por spray e (b) inverso de figura de polo.

Os resultados de ensaios mecânicos de compressão podem ser visualizados na Figura 4.10 a qual apresenta as curvas da liga conformada por spray e da liga como recebida, e a Tabela 4.2 que resume os dados obtidos. É observável que houve um aumento no limite de escoamento da liga, assim como

o valor de tensão máxima. No entanto, regiões serrilhadas na curva da liga conformada por spray aparecem em todo o ensaio devido à presença de porosidade que ocasiona quedas bruscas de tensão e mantém esse padrão.

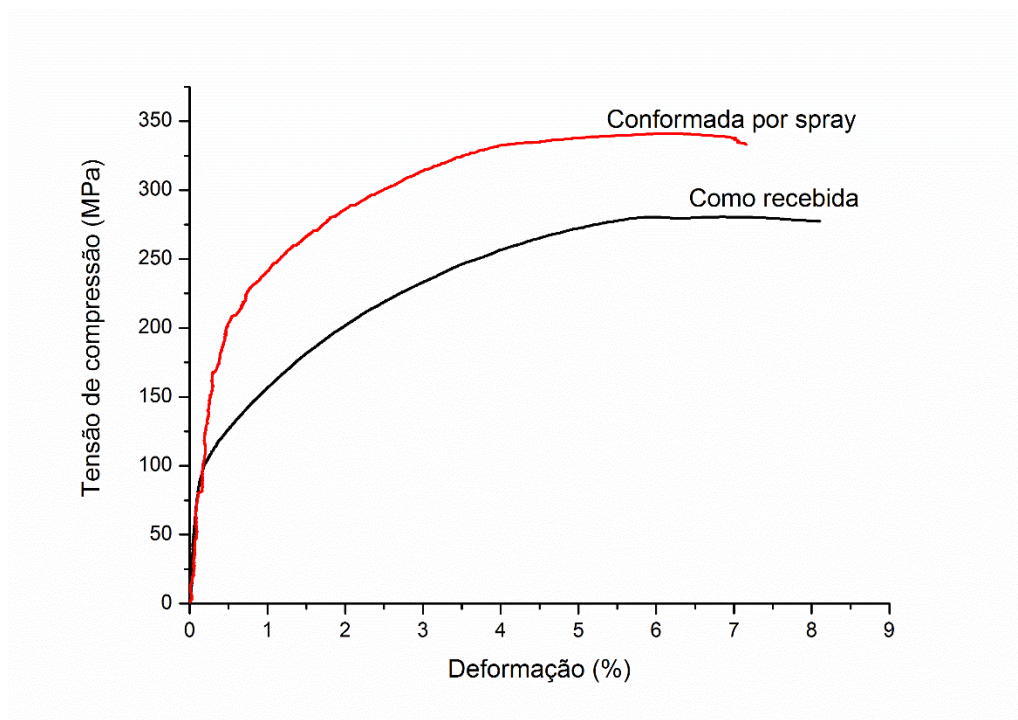


Figura 4.10. Ensaio de compressão da liga conformada por spray e a liga como recebida para comparação.

Tabela 4.2. Valores de limite de escoamento e tensão máxima dos corpos de prova da liga como recebida e conformada por spray.

	Limite de escoamento	Tensão máxima
Como recebida	121 MPa	269 MPa
Conformada por spray	182 MPa	327 MPa

4.2. Processamentos termomecânicos e mecânicos

4.2.1. Processamento de extrusão a quente

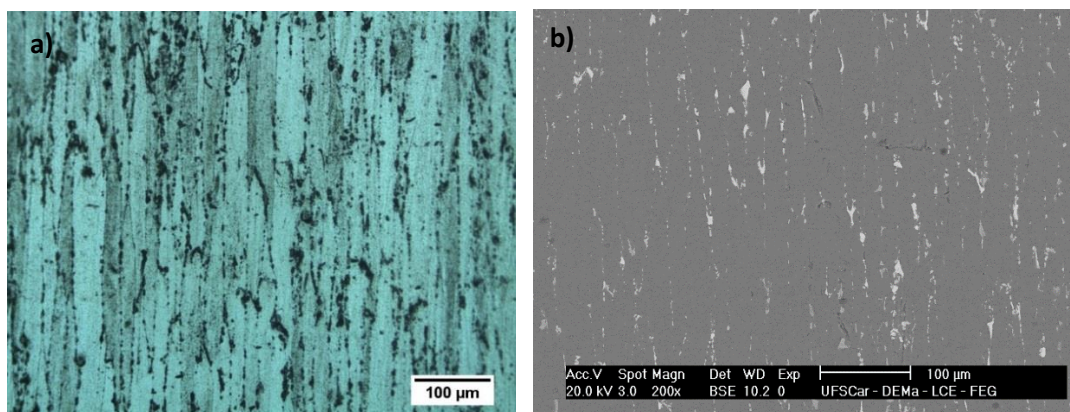
Corpos de prova usinados do tarugo conformado por spray com 25 mm de diâmetro e cerca de 60 mm de comprimento foram processados mecanicamente por extrusão em duas velocidades de avanço: 24 mm/min e 100

mm/min. A redução imposta foi de 25:10,5 mm, e razão de extrusão de 5,67. O semi-ângulo, no qual o trabalho redundante é efetivo, é de 48,58°.

Utilizando a equação (2.5), as taxas de deformação para as velocidades de 24 mm/min e 100 mm/min são $0,2 \text{ s}^{-1}$ e $0,85 \text{ s}^{-1}$, respectivamente. Para o primeiro valor, foram utilizadas duas temperaturas de processamento, a 300°C e 400°C, enquanto que para a segunda foram realizadas a 300°C, 350°C e 400°C. A nomenclatura de cada amostra se baseia na velocidade de extrusão e a sua temperatura.

4.2.1.1. Amostra V24-300

Essa amostra foi processada mecanicamente com taxa de deformação de $0,2 \text{ s}^{-1}$ (24 mm/min) a 300°C. A Figura 4.11(a) apresenta a microestrutura da seção longitudinal da porção do tarugo que foi extrudado vista por MO a qual revela grãos alongados com razão de aspecto médio de 5; A Figura 4.11(b) mostra segundas fases localizadas nos contornos de grão que parecem mais finas e dispersas na matriz, e o efeito de microsegregação (*coring*), observadas na liga conformada desapareceu. Na Figura 4.11(c), as segundas fases identificadas por EDS, revelaram a fase S com morfologia mais arredondada e pequena, próximas de 5 μm e presentes na maioria dos contornos de grão; a fase θ tem tamanho maior e está mais dispersa na matriz.



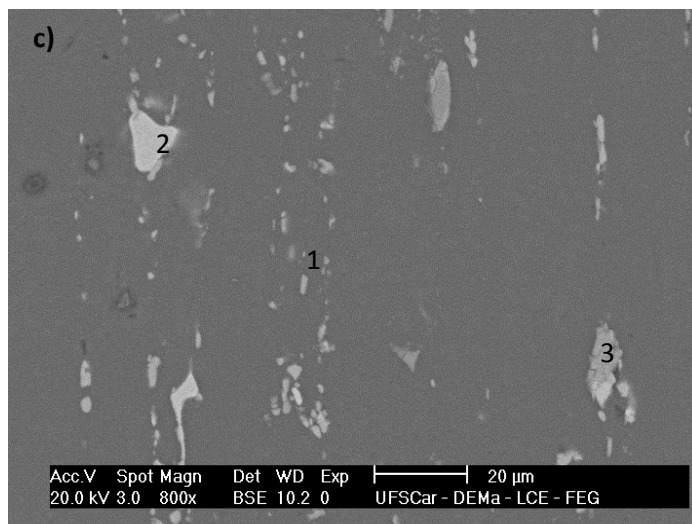


Figura 4.11. (a) MO do da liga extrudada com aumento de 200X, (b) MEV da liga extrudada e (c) Fase secundária mais comum é a fase Al_2CuMg (1), com morfologia mais arredonda com aproximadamente $5\ \mu\text{m}$. Al_2Cu (2) são maiores e bem distribuídas na matriz, assim como a fase com teor de Fe (3).

A análise de DRX, apresentada na Figura 4.12, mostrou que apesar do processo manter a peça por longos períodos na temperatura de processamento, houve precipitação das fases S e θ , no entanto, com fração volumétrica muito menor que da liga como recebida, o que mostra que grande parte do soluto ainda está em solução sólida.

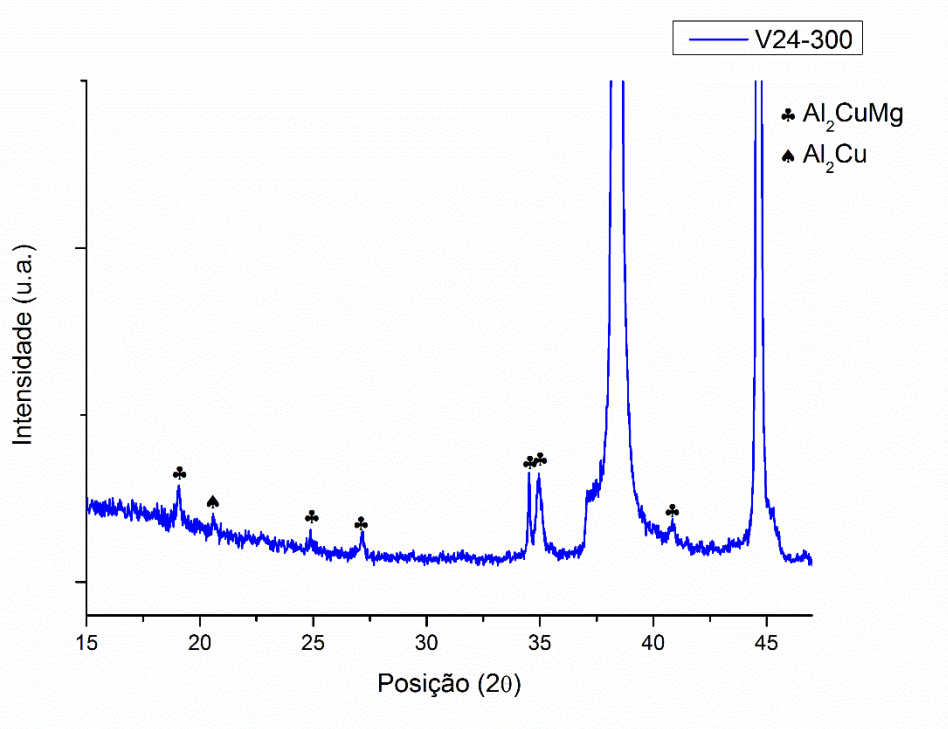


Figura 4.12. Difratoograma da liga V24-300 extrudada.

A Figura 4.13 mostra os dados obtidos por EBSD de uma área da seção longitudinal. Na Figura 4.13(a) tem-se o mapa de qualidade de imagem (IQ), a qual, como foi dito anteriormente, deve apresentar um padrão de difração mais difusa e a imagem fica menos clara. No entanto, para essa amostra, é possível verificar com clareza alguns grãos, e os detalhes do mesmo que não são vistas por MO e MEV. Regiões difusas na imagem se devem ao processo de polimento na qual o ataque químico gerou alguns pites na amostra. Na Figura 4.13(b), a figura de inverso de polo revela as orientações cristalográficas dos grãos alongados. É possível verificar que as orientações dos grãos estão preferencialmente em algumas direções específicas, de acordo com a coloração dos grãos, o que sugere formação de textura cristalográfica. A Figura 4.13(c) indica os contornos de baixo ($2^\circ < \theta < 15^\circ$) e alto ângulo ($>15^\circ$), além de quantificar a fração de cada contorno de grão, sendo 35,5% de contornos de baixo ângulo, que indica contornos de subgrãos, e 64,5% de alto ângulo, que indica contornos de grãos.

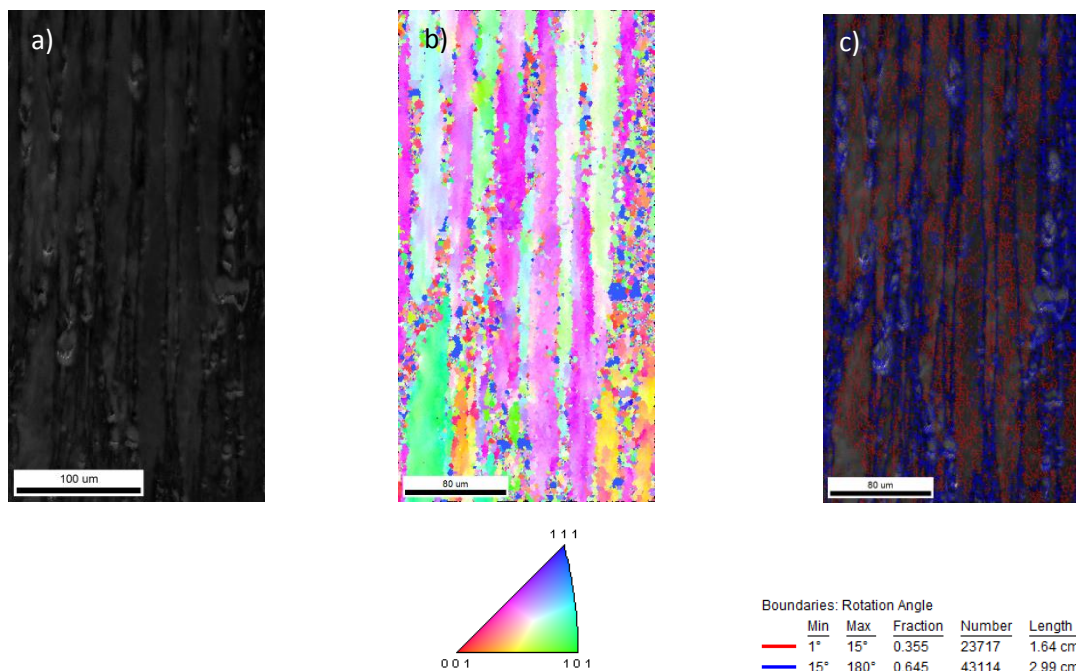


Figura 4.13. (a) Qualidade de imagem (IQ), (b) Inverso da figura de polo (IPF), (c) Contornos de grão de alto e baixo ângulo (GB).

Contudo, a amostra visivelmente passou por processo de recuperação, pois os grãos estão alongados e não há sinal de formação de grãos recristalizados. Além disso, o processo foi feito em temperaturas elevadas, na

qual ocorre a ativação de processos de amaciamento. Portanto, a fração de contornos de baixo ângulo deveria ser alta, mas não é o que é observado.

Existem vários fatores que interferem na análise de EBSD, mostrando uma fração de contornos de alto ângulo mais alta que o real, como a presença de segundas fases nos contornos de grão, deformação e pites gerados pelo polimento eletrolítico. Para o primeiro, os padrões de EBSD para as fases S e θ , interferem na análise do padrão de Al, inviabilizando a análise com mais de um padrão. Segundo, a qualidade da análise tem grande influência dos processos mecânicos feitos previamente. A deformação plástica gera distorções na microestrutura, impedindo um padrão de Kikuchi bem definido, não sendo possível a análise devido à sensibilidade da técnica a superfícies deformadas, levando a uma grande quantidade de filtragem, como consequência criando contornos de alto ângulo e que reduz a fração de baixo ângulo. Terceiro, a formação de pites durante o polimento eletrolítico que, apesar do controle na aplicação de tensão, a presença de pites é inerente ao polimento.

Os ruídos causados pelos fatores descritos fazem com que o programa reconheça-os como contornos de alto ângulo, o qual analisa de forma enviesada a fração de contornos de alto e baixo ângulo.

4.2.1.2. Amostra V24-400

Essa amostra foi processada mecanicamente com taxa de deformação de $0,2\text{s}^{-1}$ (24 mm/min) a 400°C . A Figura 4.14(a) apresenta a microestrutura da seção longitudinal do tarugo, cujas imagens revelam grãos também alongados, mas com razão de aspecto menor que a amostra V24-300. A precipitação no centro do grão é mais evidente do que na condição anterior, mostrada na Figura 4.14(b). Segundas fases e morfologias são similares às vistas na amostra V24-300.

O difratograma da Figura 4.15 mostra uma grande fração de precipitados da fase S, maior que da liga V24-300, indicando que a temperatura teve grande influência na precipitação de segundas fases para taxa de deformação de $0,2\text{ s}^{-1}$.

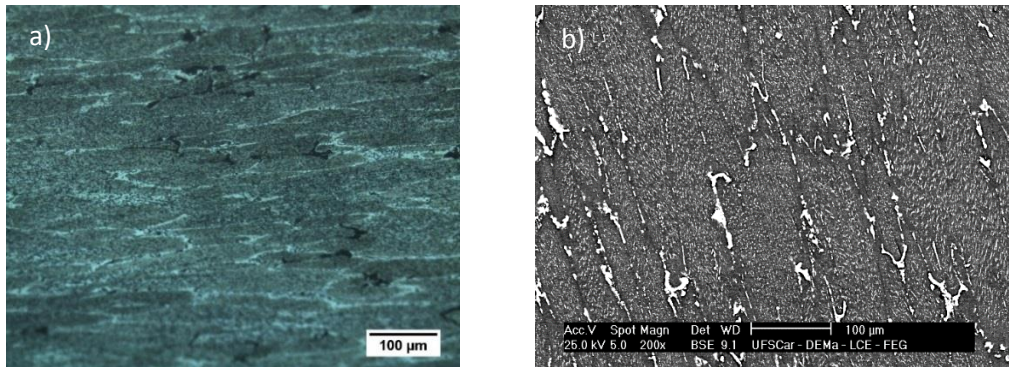


Figura 4.14. (a) MO e (b) MEV da liga V24-400.

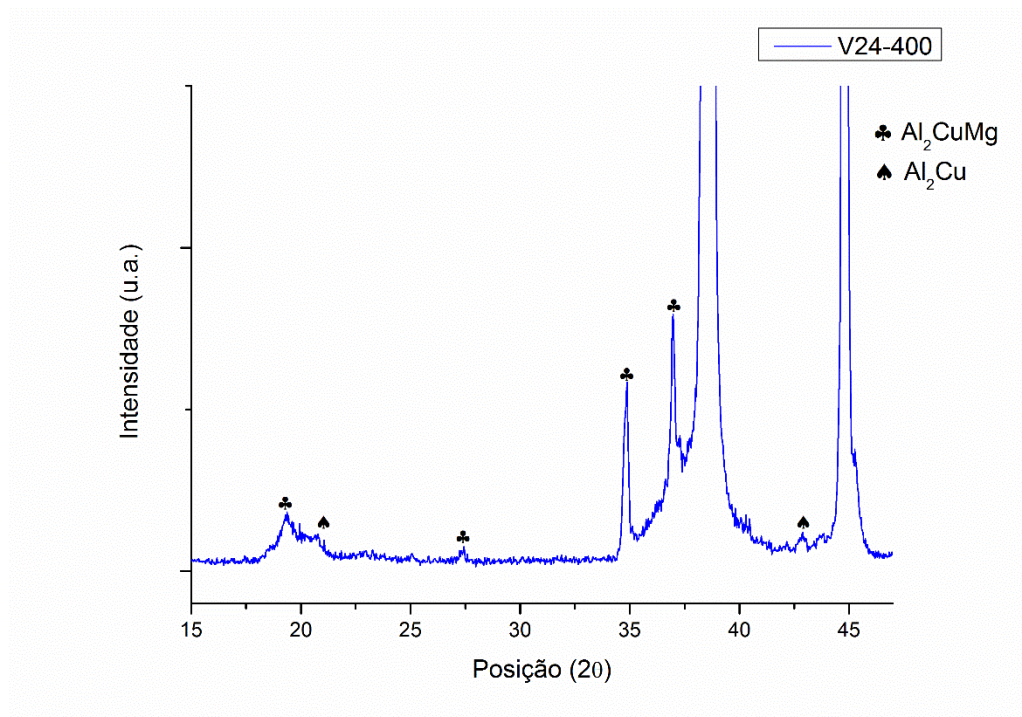


Figura 4.15. Difratograma da liga V24-400 extrudada.

A Figura 4.16(a), de uma seção longitudinal do extrudado, mostra um mapeamento por IQ apresentando detalhes que não são vistos tanto em MO quanto em MEV. No canto inferior esquerdo, é possível observar a formação de subgrãos dentro de um grão específico. A Figura 4.16(b) indica que uma orientação cristalográfica específica tem formação de subgrãos e, fica mais evidente na Figura 4.16(c) que sobrepõe ambas as figuras anteriores. Pela Figura 4.16(d) é visto como é a formação de células dentro do grão a partir de contornos de baixo ângulo. É notável que houve um acúmulo de discordâncias na orientação [001] e que com uma temperatura mais elevada, essas puderam

se organizar e formar células de contornos de baixo ângulo. Para a orientação [111], em azul, praticamente não houve formação de contornos de baixo ângulo apesar de o grão estar deformado.

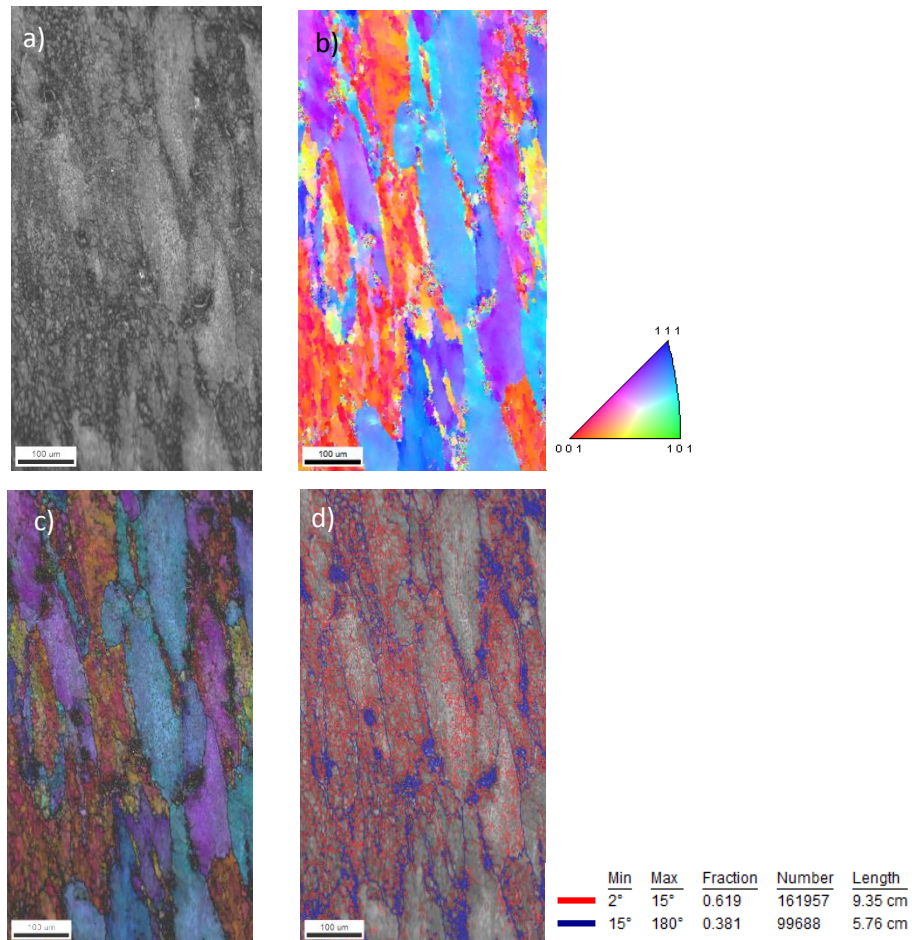


Figura 4.16. (a) Qualidade de imagem (IQ), (b) Inverso da figura de polo (IPF), (c) sobreposição de IQ e IPF, e (d) Contornos de grão de alto e baixo ângulo (GB).

Ao contrário da amostra V24-300, para a condição V24-400 a fração de contornos de baixo ângulo é cerca de 62%, provavelmente devido a uma temperatura de extrusão maior, a qual favoreceu a formação de células e possivelmente iniciaria a recristalização dinâmica se a taxa de deformação fosse maior, além da imagem analisar uma região com menos ruído comparada com a amostra V24-300.

4.2.1.3. Amostra V100-300

Essa amostra foi processada mecanicamente com taxa de deformação de $0,85s^{-1}$ (100 mm/min) a $300^{\circ}C$. Similarmente às micrografias anteriores, a Figura 4.17 também apresentam micrografias de um corte da seção longitudinal do tarugo, apresentando grãos alongados de alta razão de aspecto e segundas fases nos contornos desses grãos. Pelo difratograma da Figura 4.18 é possível verificar que não houve precipitação relevante comparada com a amostra V24-300, indicando que a alta taxa de deformação influenciou no nível de precipitação dessa liga.

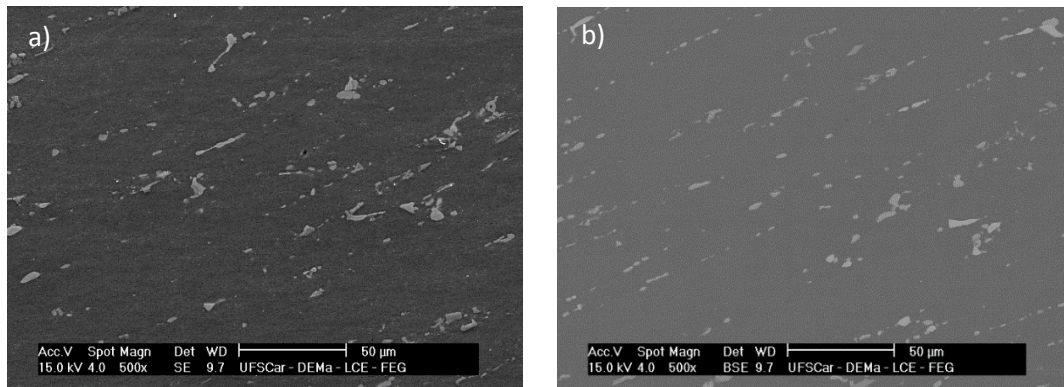


Figura 4.17. (a) e (b) Grãos alongados com fases Al_2Cu e A_2CuMg .

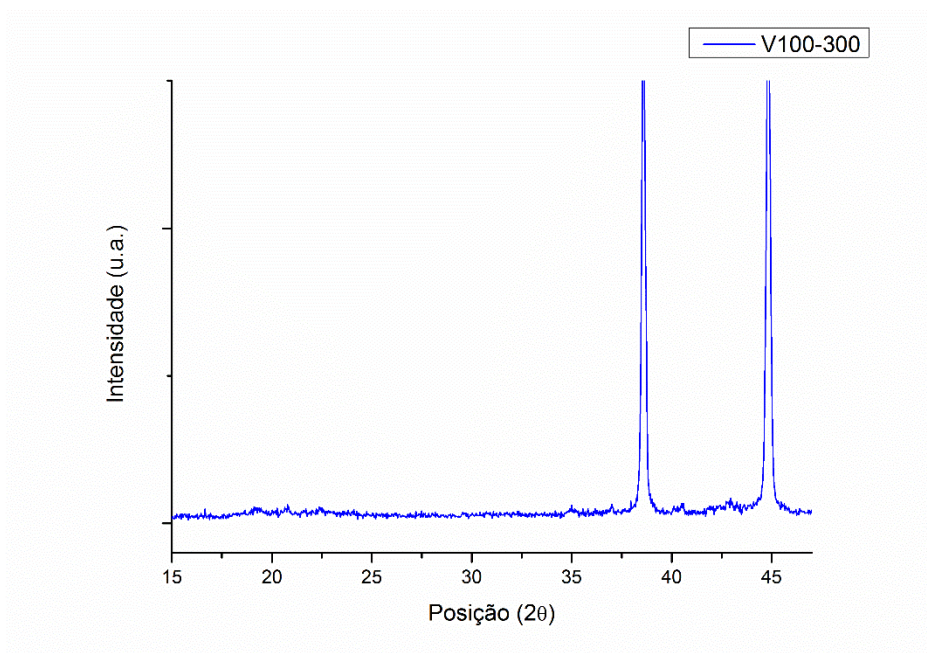


Figura 4.18. Difratograma da liga V100-300 extrudada.

A figura de qualidade de imagem, Figura 4.19(a), mostra detalhes mais precisos que a análise de MEV, como algumas células dentro de grãos na região superior direita e na esquerda ao centro da figura. A Figura 4.19(b) revela outros detalhes importantes, onde se pode observar as orientações cristalográficas dos grãos. A orientação representada por uma coloração vermelho-amarela foi onde se teve início de formação de subgrãos, com orientação próxima da amostra V24-400 e que na orientação representada por uma coloração azul mais clara não é observado nenhuma formação de células – Figura 4.19(c), com uma densidade de contornos de baixo ângulo de 51,4% – Figura 4.19(d).

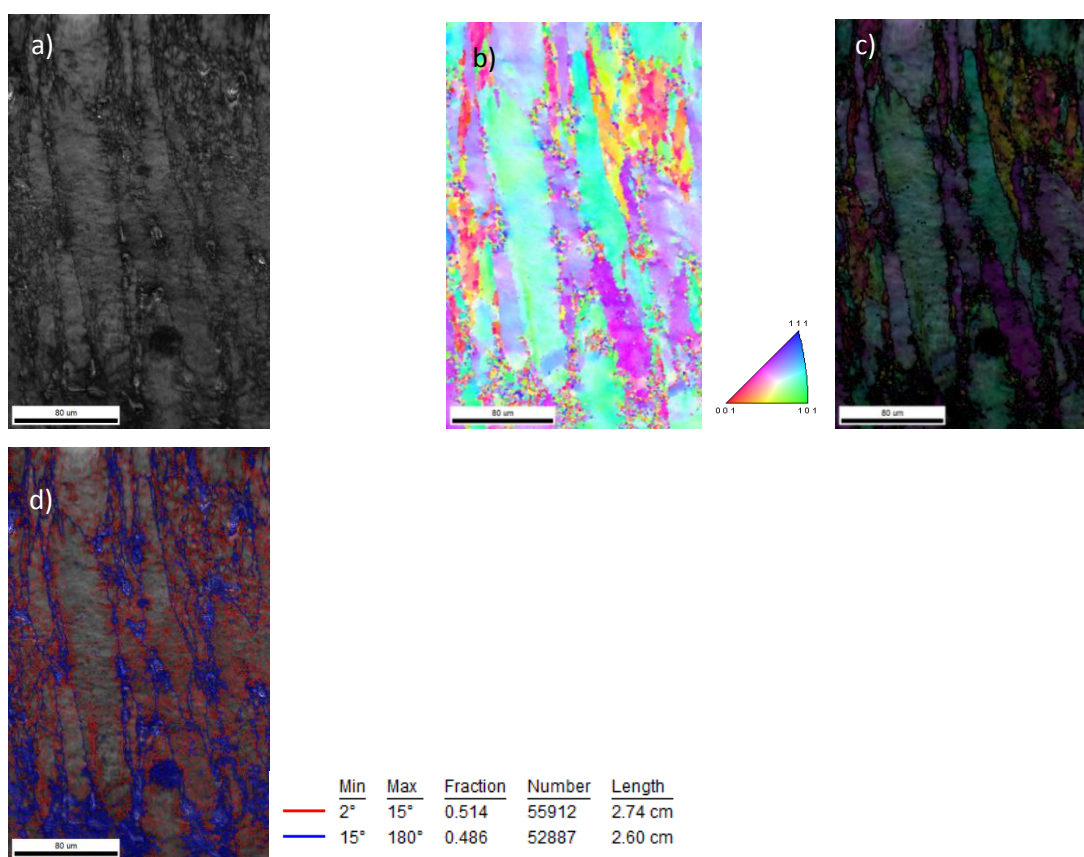


Figura 4.19. (a) Qualidade de imagem (IQ), (b) Inverso da figura de polo (IPF), (c) sobreposição de IQ e IPF, e (d) Contornos de grão de alto e baixo ângulo (GB).

4.2.1.4. Amostra V100-350

Essa amostra foi processada mecanicamente com taxa de deformação de $0,85s^{-1}$ (100 mm/min) a $350^{\circ}C$. A Figura 4.20 da seção longitudinal do tarugo revela grãos alongados e o difratograma da Figura 4.21 revela picos da fase S.

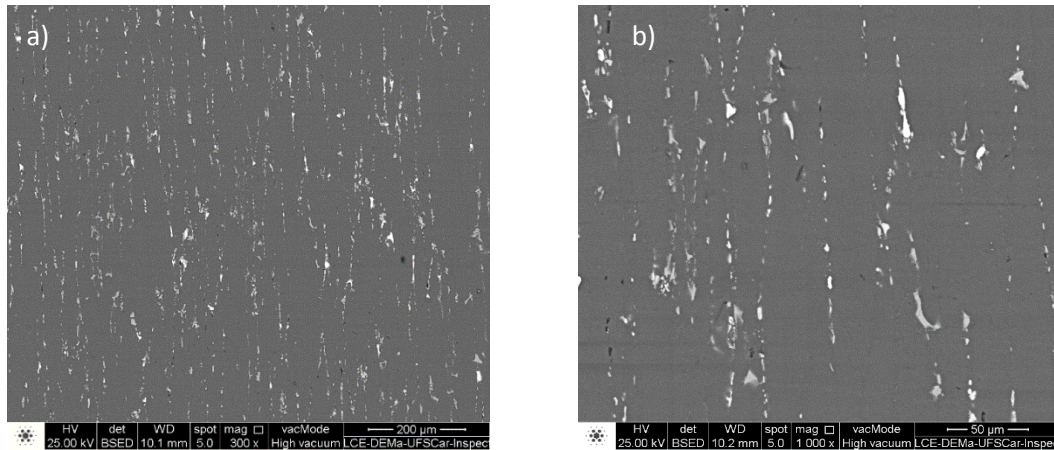


Figura 4.20. MEV da microestrutura da liga V100-350. (a) 300X, (b) 1000X.

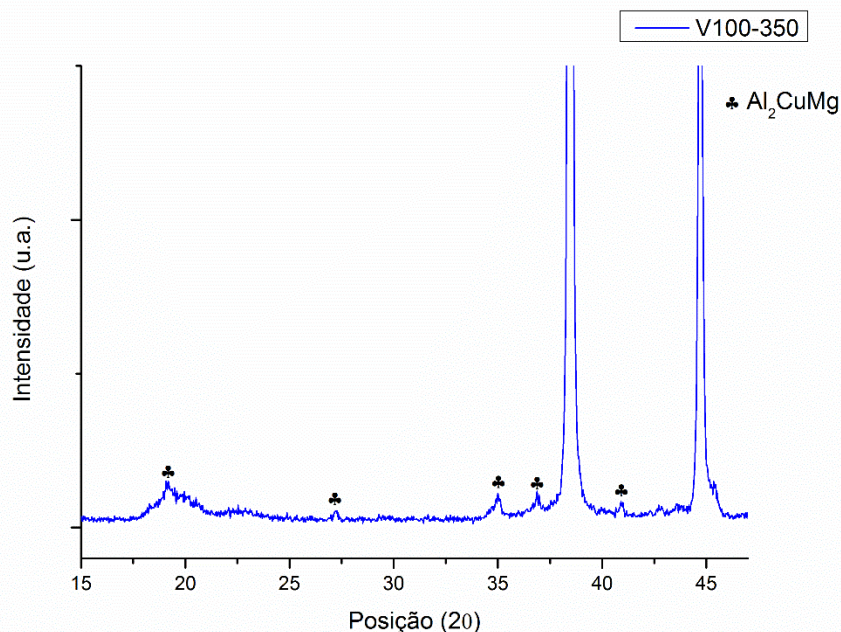


Figura 4.21. Difratograma da liga V100-350 extrudada.

A Figura 4.22(a) mostra o mapeamento da qualidade de imagem da amostra. Os grãos alongados revelados nas Figura 4.22(b) e Figura 4.22(c) possuem orientações cristalográficas similares à amostra V100-300, mas não é notado nenhuma formação de células no interior dos grãos, somente um acúmulo de contornos de subgrão em alguns grãos específicos, com uma fração

de 70,4% desse tipo, como visto na Figura 4.22(d). Pode ser visto que a influência dos ruídos é quase nula, indicando que esta fração de contornos de baixo ângulo se aproxima da realidade.

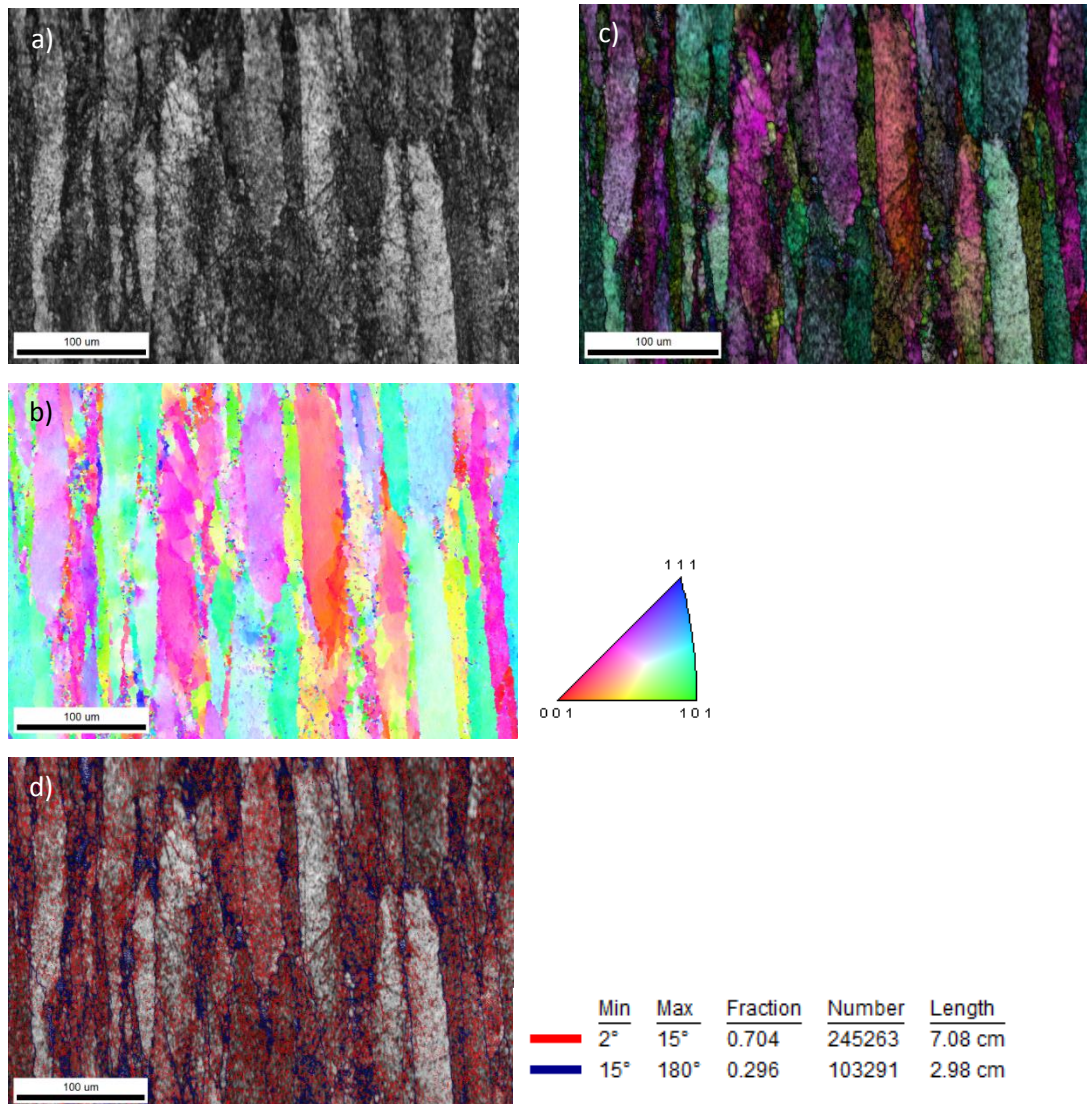


Figura 4.22. (a) Qualidade de imagem (IQ), (b) Inverso da figura de polo (IPF), (c) sobreposição de IQ e IPF, e (d) Contornos de grão de alto e baixo ângulo (GB).

4.2.1.5. Amostra V100-400

Essa amostra foi processada mecanicamente com taxa de deformação de $0,85\text{s}^{-1}$ (100 mm/min) a 400°C . A vista da seção longitudinal do tarugo é

apresentada nas Figura 4.23(a), Figura 4.23(b) e Figura 4.23(c), onde se observa que a fração de segundas fases é maior que nas micrografias vistas nas amostras anteriores. O difratograma da Figura 4.24 revela picos intensos da fase S em comparação com as amostras anteriores.

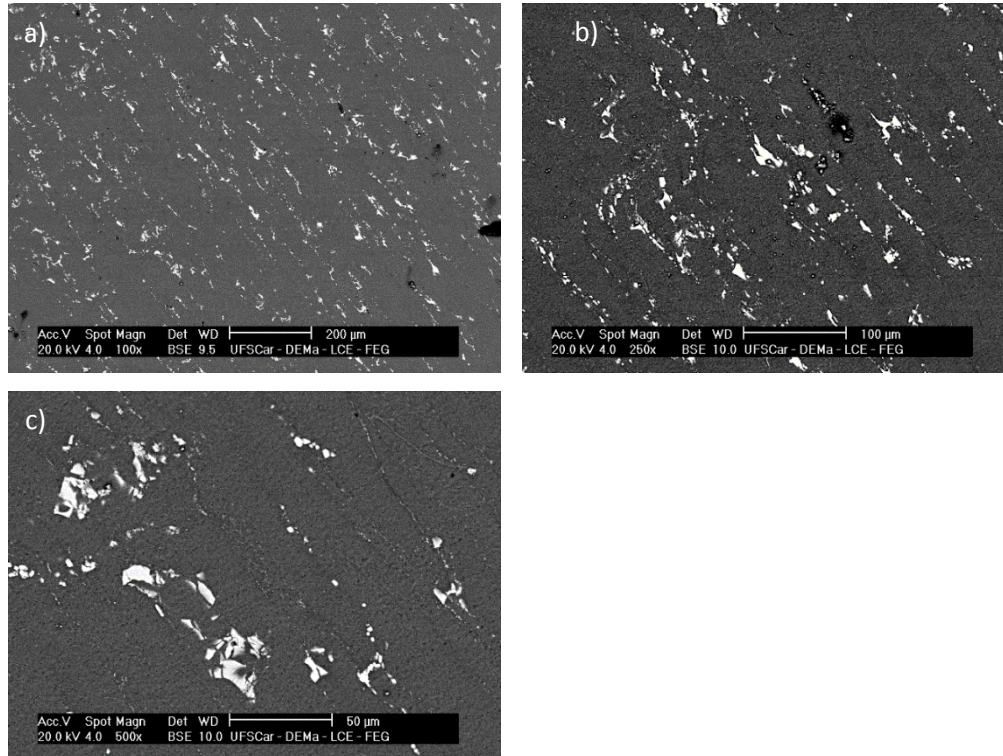


Figura 4.23. MEV da seção longitudinal do extrudado V100-400.

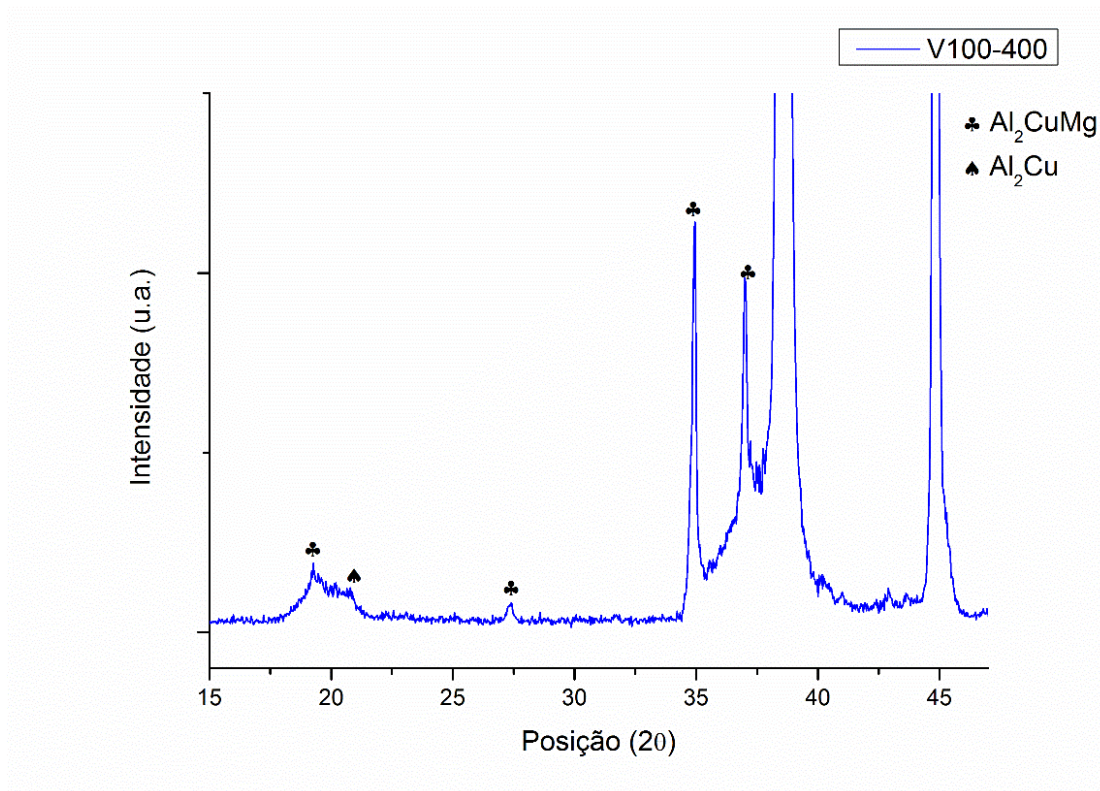


Figura 4.24. Difratoograma da liga V100-400 extrudada.

As imagens da Figura 4.25, obtidas da seção longitudinal da amostra, revelou uma microestrutura alongada, similar às anteriores. No entanto, uma informação importante é observada na Figura 4.25(d) onde, dentro da maioria dos grãos, existe uma alta densidade de contornos de baixo ângulo em todos os grãos observados nessa análise, apesar da fração de contornos de baixo ângulo ser de apenas 41,1%. Devido à presença de alguns pites, causadas pelo polimento eletrolítico, o sinal obtido foi mais difuso e o software erroneamente correlacionou variações de orientações nessas regiões como contornos de alto ângulo e alterando o valor real da fração de contornos de alto e baixo ângulo. É possível sugerir que, se o processo fosse conduzido a uma taxa de deformação maior, tais grãos poderiam ter uma fração recristalizada maior, como é vista na amostra V24-400.

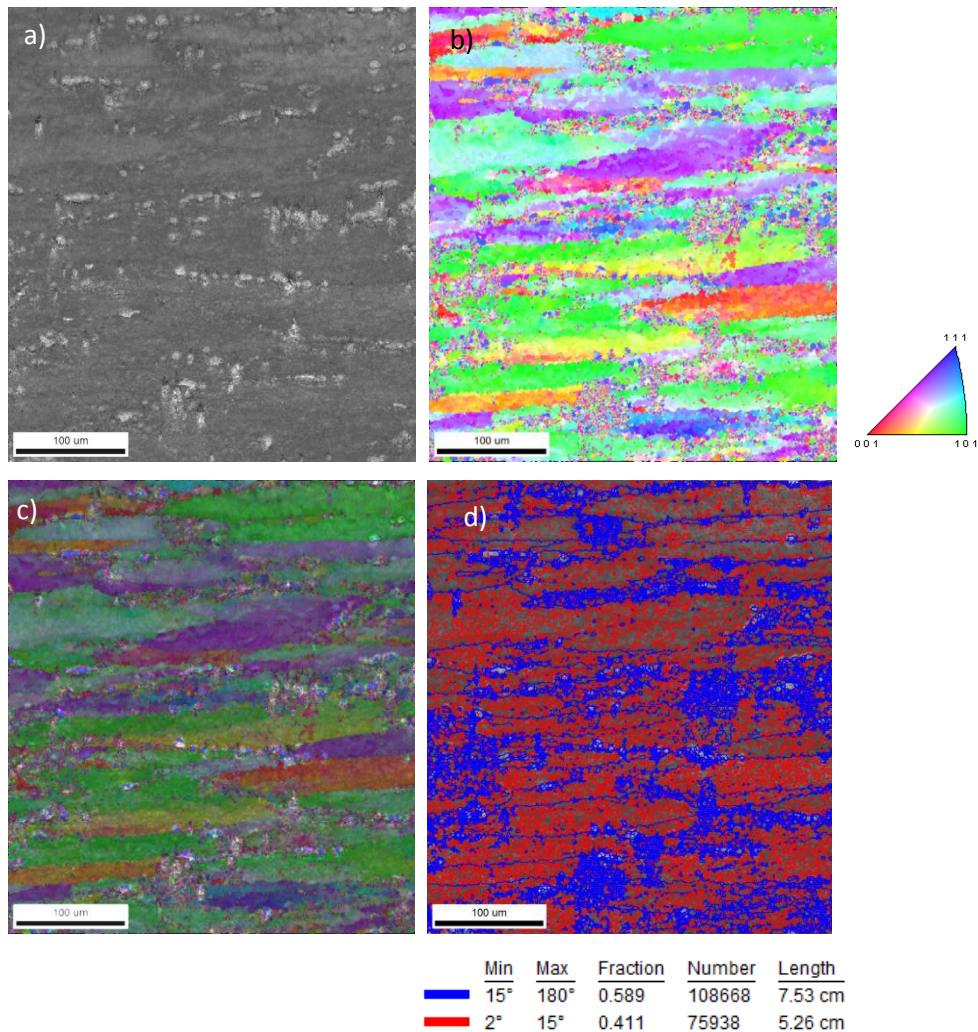


Figura 4.25. (a) Qualidade de imagem (IQ), (b) Inverso da figura de polo (IPF), (c) sobreposição de IQ e IPF, e (d) Contornos de grão de alto e baixo ângulo (GB) com 58,9% de contornos de alto ângulo e 41,1% de baixo ângulo.

É observável nas amostras extrudadas que ligas processadas com maiores temperaturas e menores taxas de deformação produzem microestruturas com maior tendência à recuperação dinâmica, onde a formação de subgrãos dentro dos grãos deformados é preponderante. Se houvesse uma taxa de deformação maior, haveria um aumento na energia armazenada, pois haveria maior densidade de discordâncias em um intervalo de tempo, na qual a taxa de amaciamento por mecanismo de recuperação não seria capaz de reduzir o suficiente, sobrando energia para a recristalização. No entanto, o excesso de soluto em solução sólida retarda a recristalização, pois é necessário utilizar parte dessa energia para vencer o ancoramento causado pelo soluto.

Do grupo do DEMa-UFSCar, Hyodo [74], em sua tese, realizou quarenta ensaios de torção para uma liga de alumínio 7050, conformada por spray e pré-extrudada para determinar os parâmetros de taxa de deformação e temperatura ideais para confeccionar uma nova matriz de extrusão. Tal matriz deveria conseguir obter a melhor trabalhabilidade do material assim como promover a melhoria de microestrutura durante o processamento. Os ensaios variaram de 174°C (0,5 T/T_{PF}) A 450°C (0,81 T/T_{PF}) e taxas de deformação que variaram de 0,01 s⁻¹ a 10 s⁻¹.

Em função de grau de refinamento da microestrutura obtida em sua tese, os parâmetros considerados adequados foram $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ a 450°C, maior temperatura e taxa de deformação adequada. Nesse caso, o refino do grão foi causado tanto pela ativação térmica da recristalização quanto pelo maior tempo proporcionado pela taxa de deformação.

Ana Guerra [79], em sua dissertação, realizou ensaios de compressão também para ligas 7050 em três temperaturas distintas, 300°C, 360°C e 420°C e aplicou três taxas de deformação, 0,001s⁻¹, 0,01s⁻¹ e 0,1s⁻¹. Foi observado curvas de tensão versus deformação típicas de recuperação para as taxas de deformação mais altas e uma combinação entre recuperação e recristalização para a taxa de 0,001s⁻¹, para as três temperaturas sendo mais pronunciado para a maior temperatura de ensaio. É preciso observar que tanto para a liga deste trabalho, quanto para a liga utilizada por Hyodo e Ana Guerra são ligas de alumínio com um alto teor de elementos de liga, na qual o soluto tem um efeito que não pode ser ignorado. Sendo que o alumínio puro tem uma alta energia de falha de empilhamento (160-200 mJ/m²), a adição de soluto reduz a EFE, pois sua presença em solução sólida dificultam a mobilidade das discordâncias dentro dos grãos deformados. Mesmo com a redução para valores intermediários de EFE, a recuperação ainda é o mecanismo de amaciamento predominante. Por outro lado, a composição também afeta o processo de recristalização, sendo este mecanismo mais rápido em metais puros do que em ligas. Os grãos alongados devido aos processamentos mecânicos tem seu crescimento obstruído (ou atrasados), produzindo grãos alongados comuns para ligas de alta resistência [14,27].

No trabalho de Hu [80], uma liga 7050 com deformação de 50% e a 430°C foram deformadas em quatro taxas de deformação diferentes (0,1s⁻¹, 1 s⁻¹, 10 s⁻¹

¹ e 20 s^{-1}). Da menor taxa para a maior, a fração recristalizada diminuía, sendo o motivo o tempo proporcionado pelas taxas mais baixas. Com maior tempo e a uma temperatura alta, os mecanismos de recristalização puderam ser ativados.

Em suma, o efeito do soluto tem duas implicações: (i) reduz a EFE e dificulta um pouco a recuperação nas ligas de Al; no entanto, a recuperação ainda é o principal mecanismo de amaciamento e (ii) atrasa a recristalização pois tanto o soluto em solução sólida, como os dispersóides finos ancoram os contornos dos núcleos de recristalização, sendo necessário mais tempo para que, dada uma certa temperatura, ocorra a recristalização.

4.2.1.6. Ensaio mecânico de compressão dos CPs extrudados

Pela Figura 4.26 e pela Tabela 4.3, praticamente não houve diferença entre o limite de escoamento dos corpos de prova processados à mesma temperatura e diferentes taxas de deformação. V24-300 e V100-300 possuem valores de limite de escoamento virtualmente iguais, assim como a máxima tensão atingida, implicando que as taxas de deformação escolhidas não foram suficientes para obter uma diferença na resistência à compressão. O mesmo ocorre com V24-400 e V100-400, na qual os limites de escoamento são similares, apesar de a tensão máxima ter um valor menor. Os maiores valores de limite de escoamento para as ligas processadas em temperaturas menores são causados pelo grau de encruamento do processamento a baixas temperaturas ter mais efeito. Ao aproximar do valor de tensão máxima, o corpo de prova se desestabiliza e nenhum valor após se torna confiável. Para todas as amostras extrudadas, os valores de limite de escoamento foram superiores em 30-90% em relação com a liga como recebida.

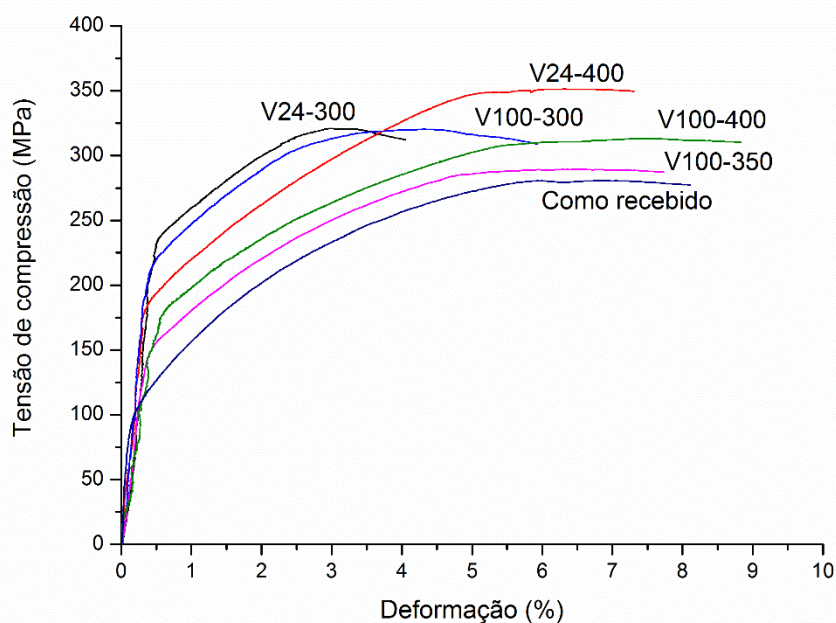


Figura 4.26. Ensaio de compressão da liga extrudada em comparação com a liga como recebida.

Tabela 4.3. Valores de limite de escoamento e tensão máxima das ligas extrudadas comparadas com a liga como recebida.

	Limite de escoamento	Tensão máxima
Como recebida	121 MPa	269 MPa
V24-300	228 MPa	314 MPa
V24-400	198 MPa	351 MPa
V100-300	225 MPa	320 MPa
V100-350	160 MPa	289 MPa
V100-400	185 MPa	313 MPa

4.2.1.7. Discussões sobre a rota de processamento por Extrusão

Como foi visto anteriormente, os processos mecânicos têm como finalidade fechar a porosidade intrínseca da fusão por conformação por spray, ao mesmo tempo em que promove refinamento da microestrutura e ganhos de

propriedades mecânicas que possam superar as propriedades da liga como recebida.

O processamento por extrusão a quente se mostrou eficaz no fechamento de porosidade. Os parâmetros principais que controlam esse processo são a taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$) e a temperatura (T). Não foi obtido refino da microestrutura por recristalização em nenhuma taxa de deformação ou temperatura. Para os parâmetros escolhidos nesse trabalho, não foram visualizados uma microestrutura recristalizada por MO ou mesmo por MEV. Mas, com uma análise por EBSD, foi visto a formação de subgrãos e células dentro dos grãos deformados, na qual, sendo feito um tratamento térmico posterior, poderia ativar os mecanismos de amaciamento do material e favorecer a recristalização. Este efeito pode estar relacionado diretamente à presença de soluto em solução sólida que retarda a recristalização e necessitaríamos de maior tempo para a que a recristalização pudesse ocorrer. No caso das menores taxas, o tempo é grande, mas a taxa de geração de discordâncias não é suficiente para que o processo finalize dentro do período de deformação. Para taxas de deformação menor e, portanto, mais tempo de processamento, a microestrutura poderia evoluir para uma versão mais refinada e para taxas de deformação maiores, deveríamos ter mais tempo para ocorrer o mesmo, mas a deformação imposta não permitiu pois a mesma levava à instabilidade dos corpos de prova

Os ensaios de compressão mostraram um aumento considerável no limite de escoamento de todas os corpos de prova em comparação com o material como recebido. Esse valor é tanto maior quanto menor a temperatura imposta no processamento devido ao efeito do encruamento ser mais pronunciado. Esse ensaio mostrou que o processamento de extrusão a quente é uma ótima rota para fechamento de porosidade que modifica a microestrutura e que pode manter uma resistência mecânica considerável sem a necessidade de tratamentos térmicos posteriores.

4.2.2. Forjamento rotativo

Outra rota mostrada no fluxograma da Figura 3.2 é a por **forjamento rotativo**. Nessa rota, corpos de prova idênticos aos utilizados no processo de extrusão (25 mm de diâmetro e 80 mm de comprimento) foram processados por forjamento rotativo com altas taxas de deformação em quatro temperaturas entre passes diferentes: 25°C (temperatura ambiente), 150°C, 250°C e 350°C, na qual o tempo de encharque foi de 30 minutos entre passes. A taxa de deformação não pôde ser medida. Utilizando um forno independente da máquina, ou seja, não havia controle de temperatura durante o processo (os martelos estavam à temperatura ambiente).

A deformação foi realizada em oito passes, entre os passes 2 e 8 o grau de redução de 25 mm de diâmetro para cerca de 10,4 mm ao final do processo, como é visto na Figura 4.27. Cada passe reduz em incrementos que podem ser observados na Tabela 4.4.



Figura 4.27. Amostra antes do processamento de forjamento rotativo, abaixo; e após o passe 8, acima.

Tabela 4.4. Passes de forjamento rotativo para FENN 5F.

Passes	Diâmetro de saída [mm]
0	33,020
1	28,575
2	24,638
3	21,336
4	18,542
5	16,002
6	13,843
7	11,938
8	10,414

As nomenclaturas para as amostras são descritas com apenas a temperatura na qual foi realizado o processamento.

4.2.2.1. Forjamento rotativo a 25°C (FR25)

A micrografia da Figura 4.28 revela o corpo de prova com corte no sentido longitudinal, que foi processado por forjamento rotativo à temperatura ambiente. É possível observar que os grãos estão alongados; no entanto, um padrão de banda de cisalhamento é formado a uma certa inclinação em relação à direção de avanço no forjamento. Não foi observada a presença de porosidade quando observado por MO.

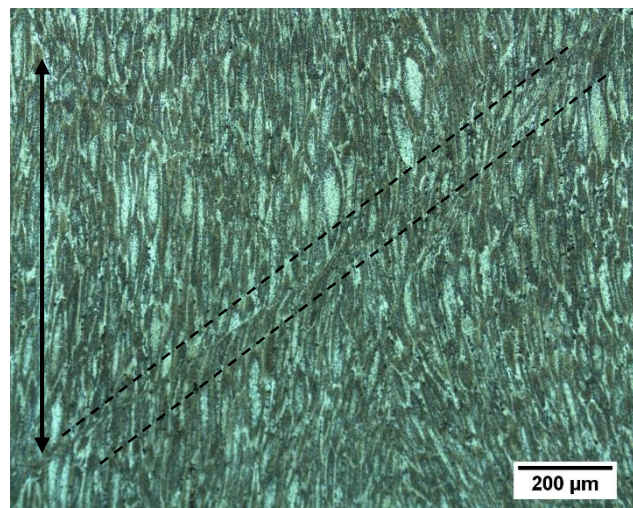


Figura 4.28. MO da amostra forjada rotativamente a temperatura ambiente. A seta dupla indica a direção de forjamento e a linha tracejada indica um padrão a 45°.

Bandas de cisalhamento são regiões finas altamente deformadas normalmente orientadas a 35° em relação a direção de avanço [81]. Ocorrem frequentemente em metais altamente deformados a frio e com grãos grosseiros, com altas taxas de deformação, deformações com predominância de componentes de compressão, em ligas de alumínio contendo elevados teores de magnésio ou cobre e também em ligas contendo partículas cisalháveis. Essas bandas são sítios preferenciais de nucleação de recristalização, pois tem grandes diferenças de orientação entre a estrutura de discordâncias dentro da banda com relação à vizinhança [82].

Nucleação de recristalização nas bandas de cisalhamento tem sido observado em várias ligas, como cobre e suas ligas, alumínio e suas ligas e aço. Os mecanismos de nucleação nas bandas não são conhecidos, mas parecem ser dependentes das orientações dos grãos [81].

A Figura 4.29 revela detalhes da microestrutura observada na Figura 4.28, onde precipitados são mais evidentes. Boas partes dos precipitados observados na Figura 4.29 são incoerentes com a matriz, pois são muito grandes e muito maiores que precipitados coerentes e costumam ser menos eficientes na capacidade de ancoramento de movimento de discordâncias [81,83].

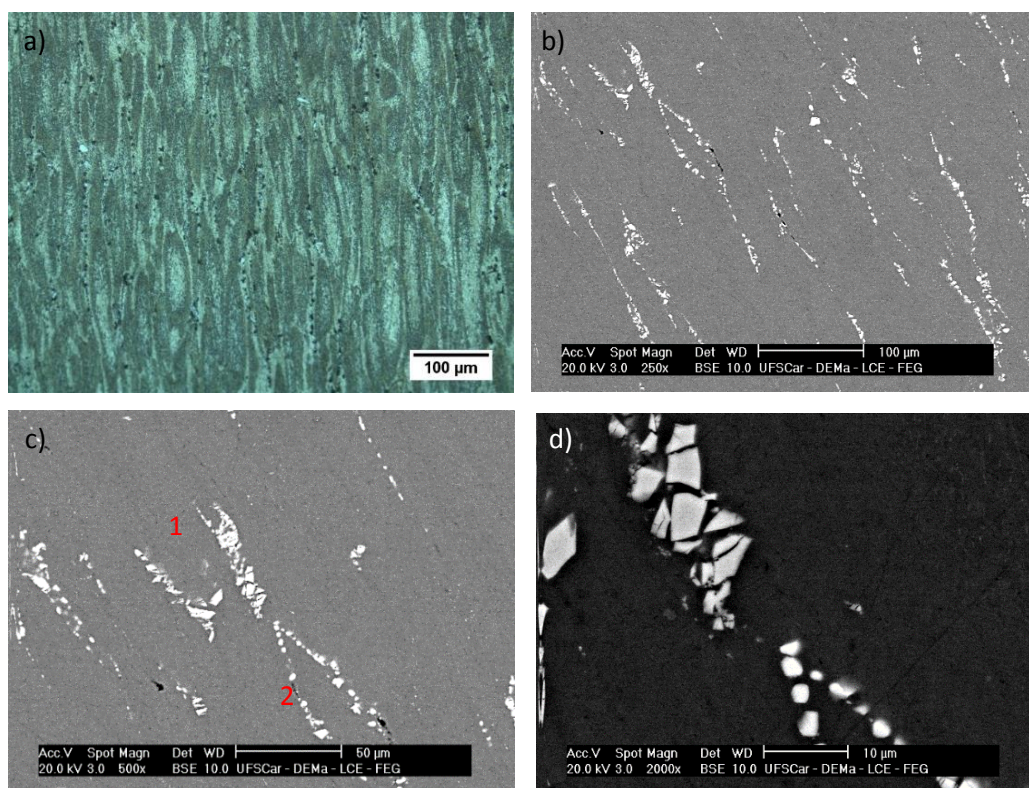


Figura 4.29. (a) MO dos grãos alongados com um aumento de 200X, (b) e (c) MEV dos grãos alongados com presença de fases com teor de Fe (1) e S (2) e (d) Morfologia arredondada da fase S e a fase com Fe fraturada devido ao processo mecânico.

O difratograma da Figura 4.30, assim como o da liga após conformação por spray, apresentou poucos precipitados de segundas fases nos contornos de grão e a baixa densidade volumétrica dessas fases, sendo a energia aplicada pela ativação mecânica o suficiente para precipitação. As imagens de mapeamento de IQ obtidas por EBSD dessa liga não se mostraram satisfatórias,

pois o alto grau de encruamento desta liga causa a distorção no volume e produz um padrão de difração muito difuso, portanto, tais imagens não puderam ser utilizadas para obter informações relevantes para este trabalho.

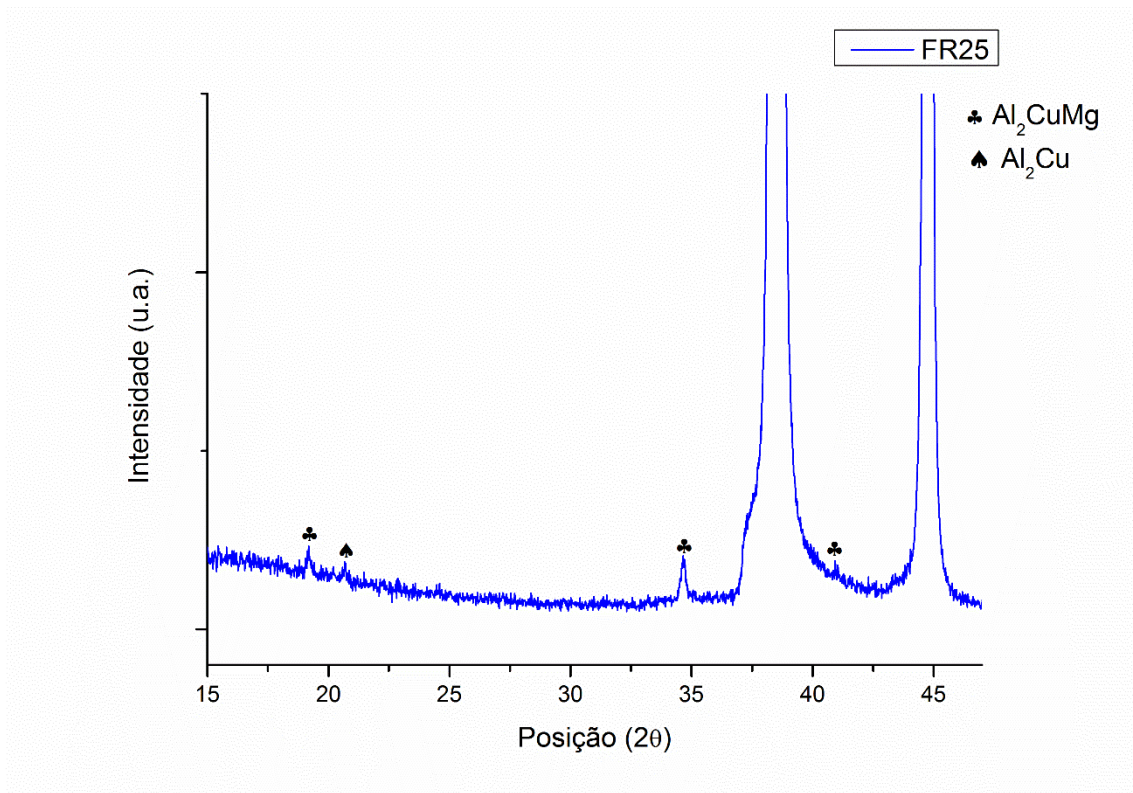


Figura 4.30. Difratograma da amostra forjada rotativamente a temperatura ambiente.

4.2.2.2. Forjamento rotativo a 150°C (FR150)

A micrografia da Figura 4.31 revela a seção longitudinal da amostra que foi processada por forjamento rotativo a 150°C. Ela apresenta uma microestrutura alongada e homogeneizada, devido ao aquecimento da peça entre passes e sem porosidade aparente.

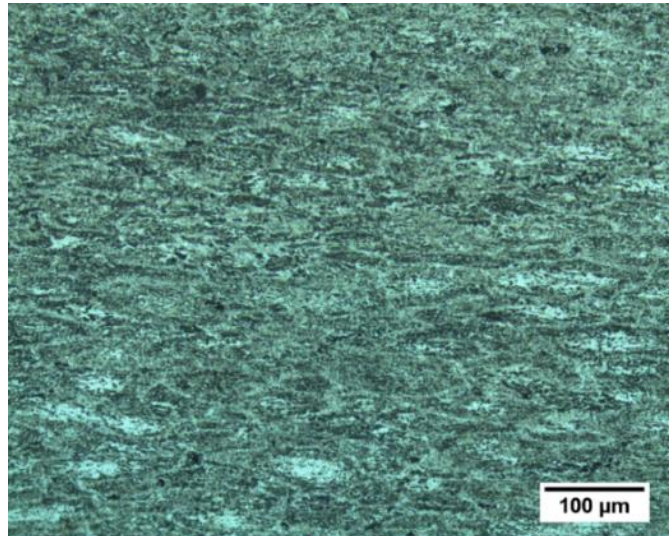


Figura 4.31. MO da microestrutura com aumento de 200X.

A Figura 4.32 mostra o difratograma da liga forjada a 150°C que revelou uma baixa fração volumétrica, com a presença de alguns picos de intensidade semelhante a FR25. Assim como a liga FR25, a deformação aplicada ainda é alta, sendo que não foi possível analisar por EBSD.

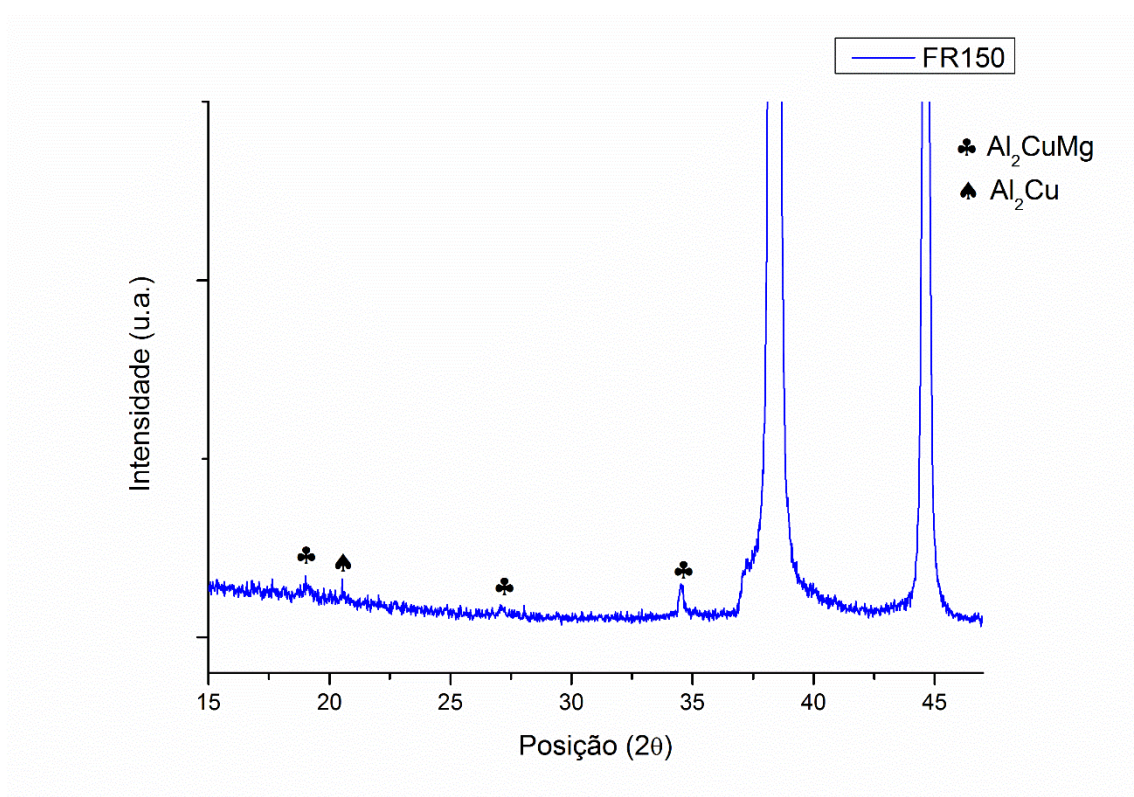


Figura 4.32. Difratograma da amostra FR150.

4.2.2.3. Forjamento rotativo a 250°C (FR250)

Na Figura 4.33, onde são apresentadas seções longitudinais da amostra, nota-se grãos mais deformados e com razão de aspecto maior que nas ligas anteriores. Não há porosidade aparente. O difratograma da Figura 4.34 identifica segundas fases com fração semelhante as ligas forjadas a temperaturas mais baixas.

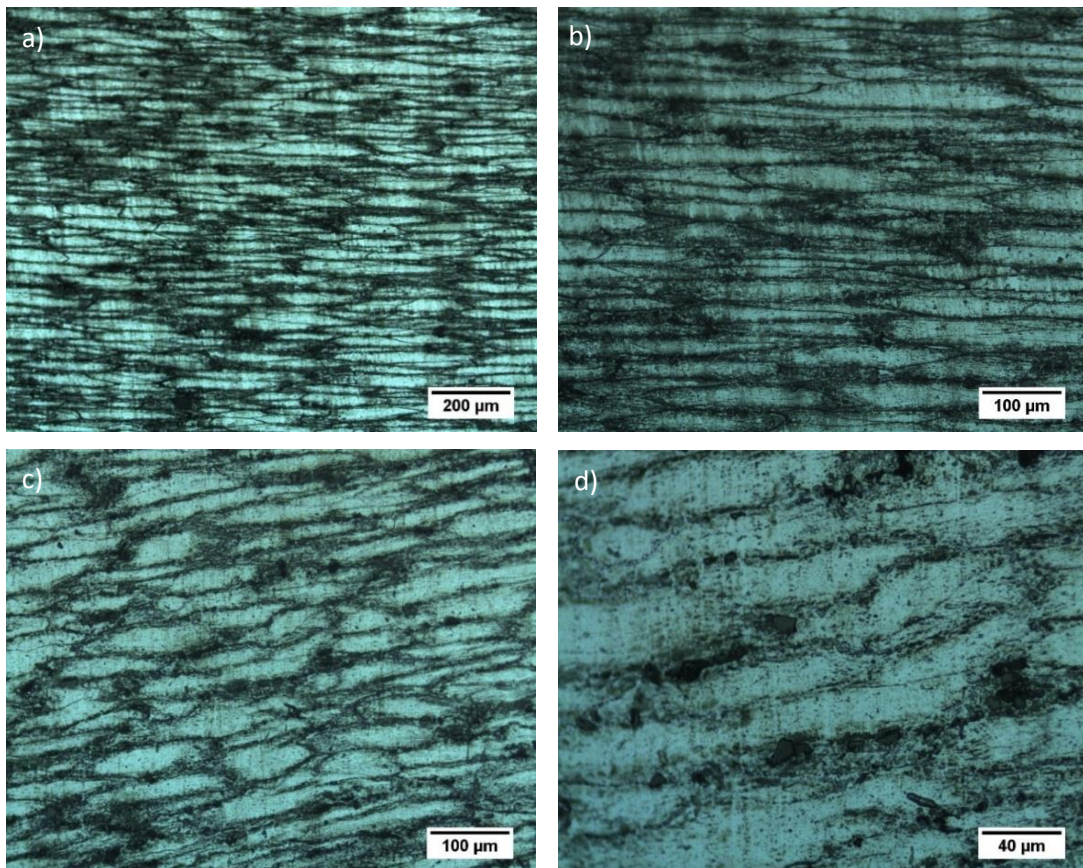


Figura 4.33. MO da microestrutura com aumento de (a)100X, (b)200X, (c)200X e (d)500X.

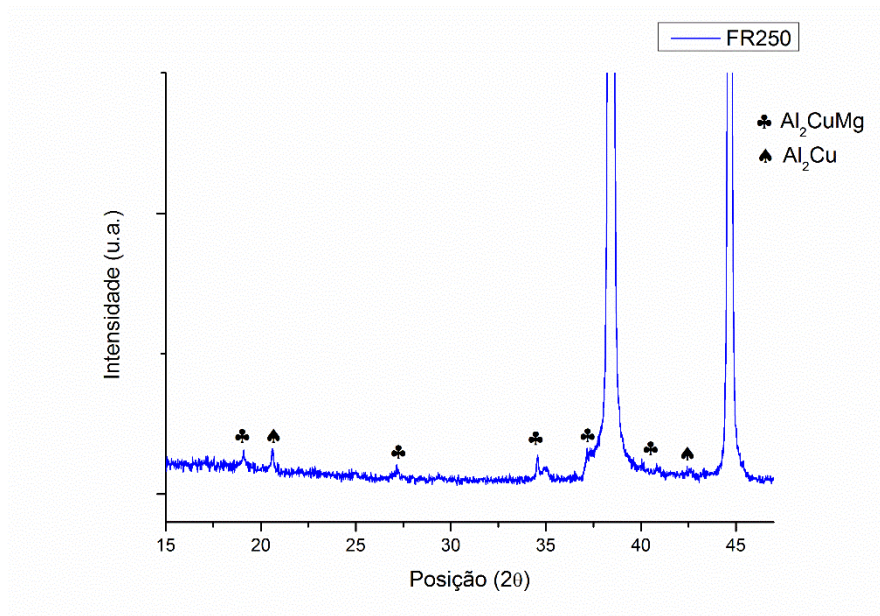


Figura 4.34. Difratoograma da amostra FR250.

A análise de EBSD da Figura 4.35 mostra subgrãos separados por contornos de alto ângulo identificados dentro do quadrado vermelho.

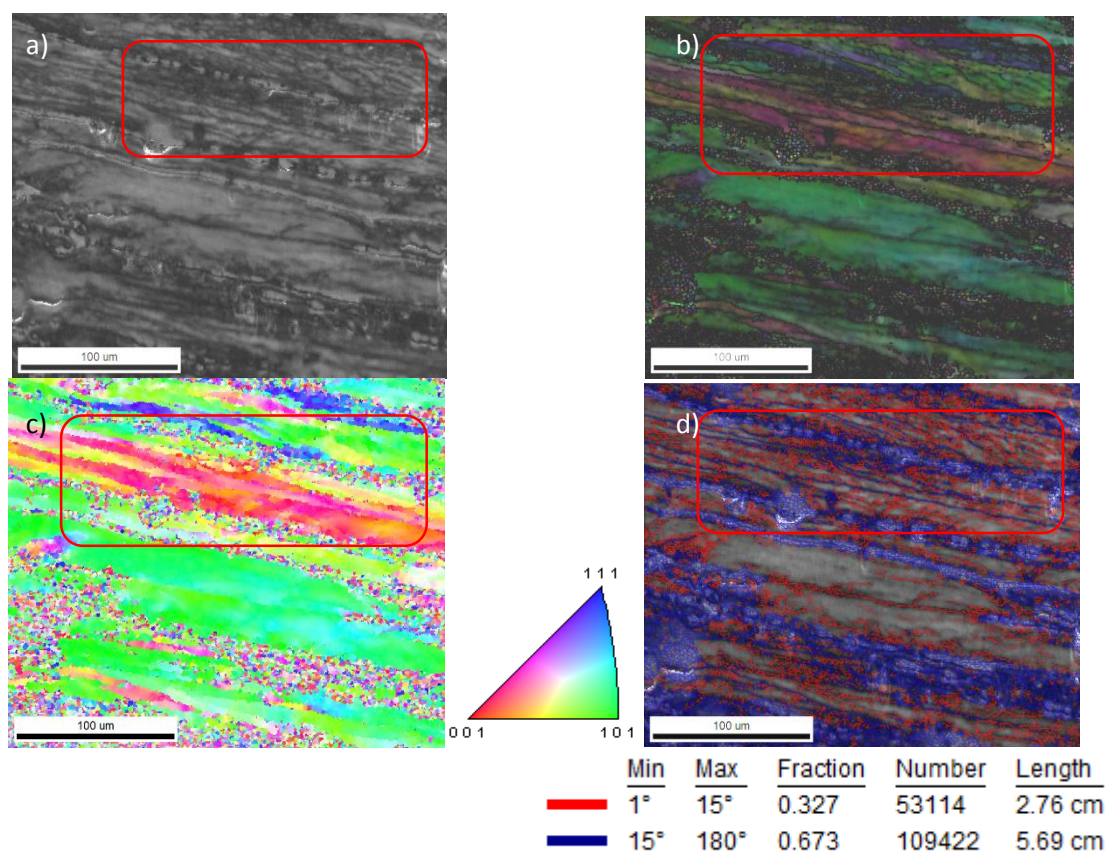


Figura 4.35. (a) Qualidade de imagem (IQ), (b) sobreposição de IQ e IPF, (c) Inverso da figura de polo (IPF), e (d) Contornos de grão de alto e baixo ângulo (GB).

4.2.2.4. Forjamento rotativo a 350°C (FR350)

Na Figura 4.36, observada na longitudinal, nota-se grãos mais deformados e com razão de aspecto maior que nas ligas anteriores. Não há porosidade aparente. O difratograma da Figura 4.37 identifica a presença da fase S, mas com picos de difração com intensidade maiores que as amostras forjadas anteriores.

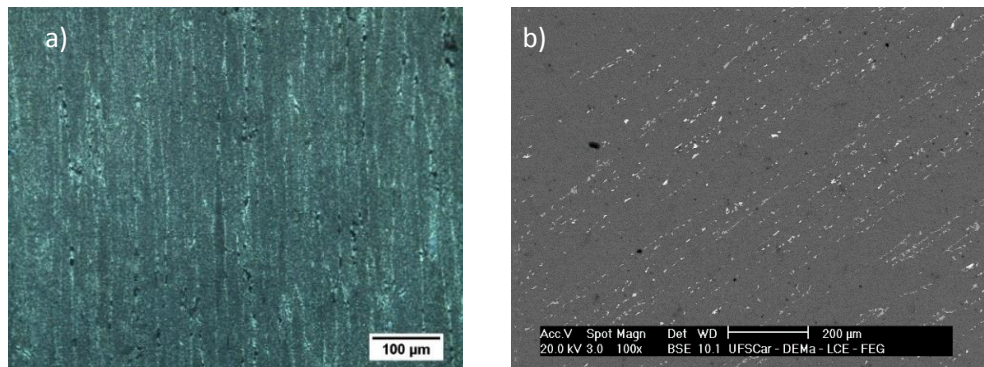


Figura 4.36. (a) MO da liga forjada com aumento de 200X e (b) MEV da microestrutura.

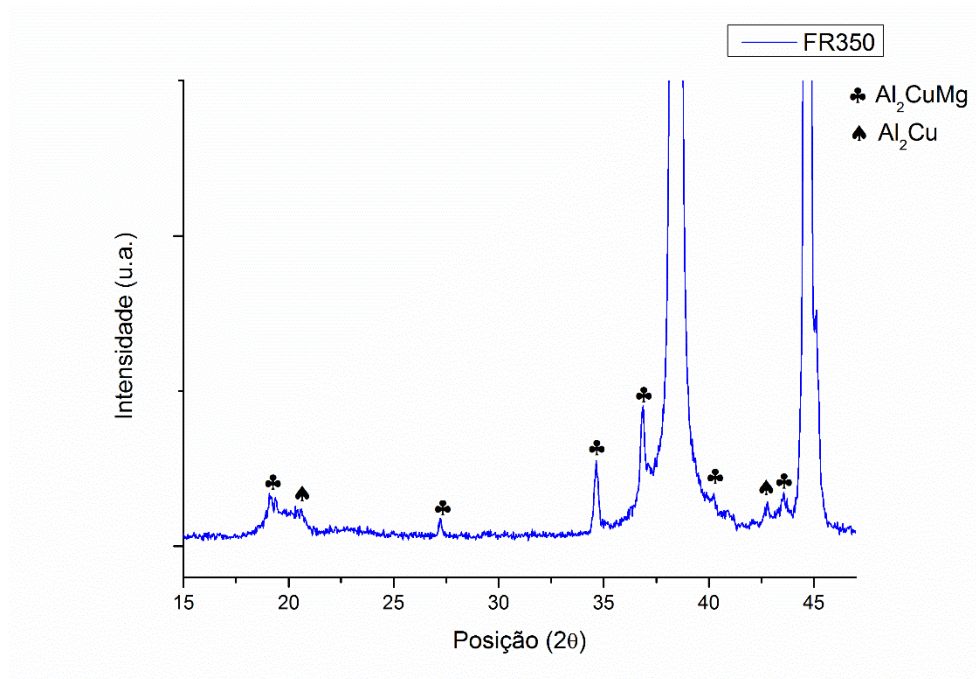


Figura 4.37. Difratograma da amostra FR350.

A Figura 4.38 mostra a análise por EBSD da liga FR350 e revelou que os grãos não apresentaram formação de subgrãos, como é vista nas Figura 4.38(a),

Figura 4.38(b) e Figura 4.38(c), apesar da Figura 4.38(d) mostrar um grão com uma alta densidade de contornos de baixo ângulo.

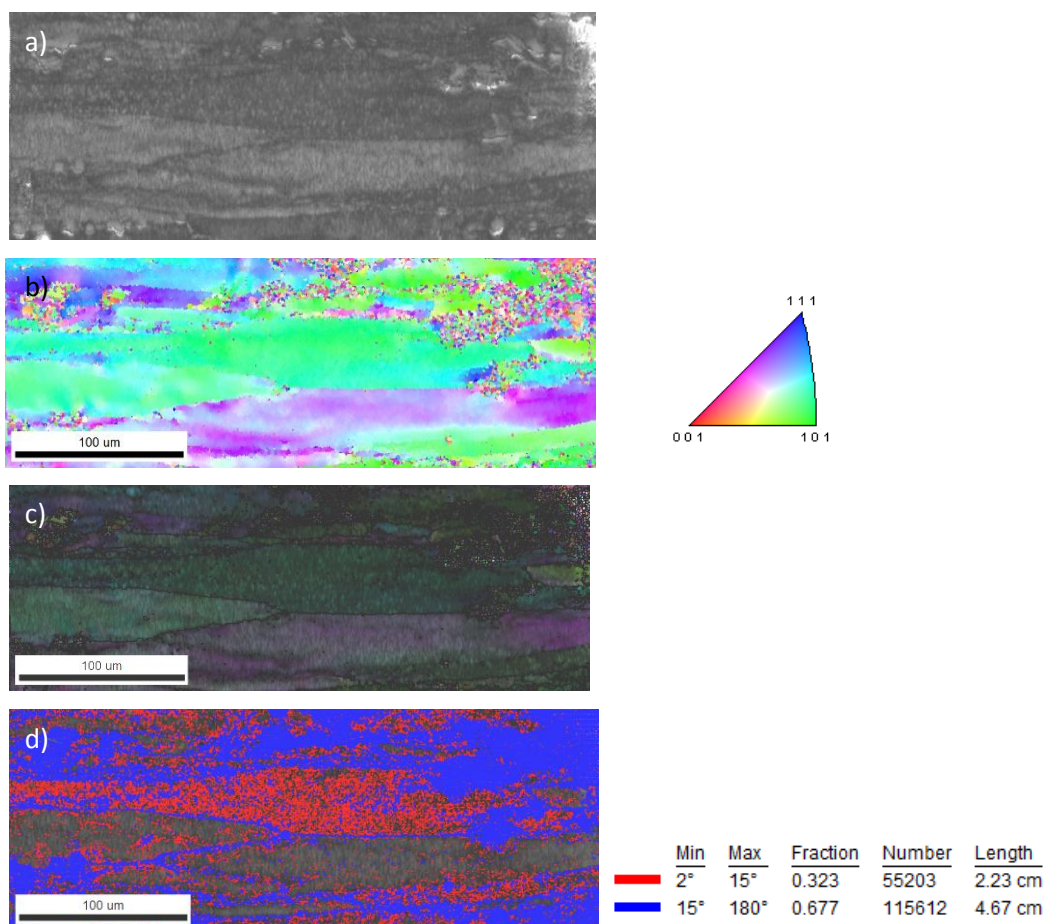


Figura 4.38. (a) Qualidade de imagem (IQ), (b) Inverso da figura de polo (IPF), (c) sobreposição de IQ e IPF, e (d) Contornos de grão de alto e baixo ângulo (GB).

4.2.2.5. Ensaio mecânico de compressão das CPs como forjados

O tempo proposto de 30 minutos de encharque em cada temperatura para o processamento de forjamento rotativo se mostrou altamente influente na determinação dos valores de resistência mecânica à compressão vistas na Figura 4.39. Os limites de escoamento das amostras FR25 e FR150 apresentaram valores muito altos comparados com as amostras FR250 e FR350, observadas na Tabela 4.5. Em baixas temperaturas, mecanismos de amaciamento não estão operantes e o trabalho mecânico é armazenado na

forma de defeitos cristalinos e dissipação de calor. Para as amostras de FR25, realizado na matriz fria, após os últimos passes, apresentou um aumento na temperatura do corpo de prova mostrando que boa parte da energia aplicada no material é liberada na forma de calor.

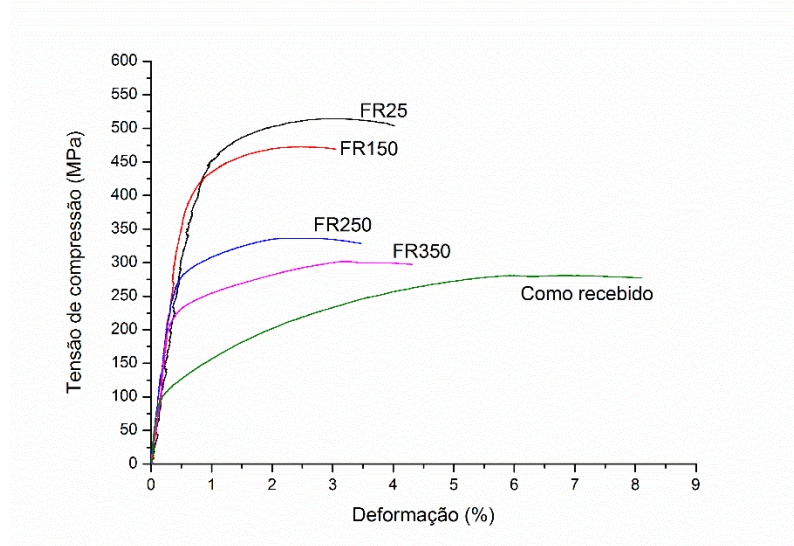


Figura 4.39. Ensaio de compressão da liga forjada rotativamente em comparação com a liga como recebida.

Tabela 4.5. Valores de limite de escoamento e tensão máxima das ligas forjadas rotativamente comparadas com a liga como recebida.

	Limite de escoamento	Tensão máxima
Como recebida	121 MPa	269 MPa
FR25	441 MPa	514 MPa
FR150	402 MPa	471 MPa
FR250	256 MPa	316 MPa
FR350	232 MPa	299 MPa

4.2.2.6. Tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento para as ligas forjadas rotativamente

As ligas processadas por forjamento foram submetidas a um tratamento térmico T6 (solubilização e envelhecimento). Os tratamentos foram conduzidos a 493°C por 2 horas, seguida de precipitação a 193°C até 40 horas. A dureza foi

medida em Rockwell B. As temperaturas utilizadas foram obtidas da ASM Handbook [84]. Para cada medida, foram coletados 5 pontos da seção transversal de cada amostra que variaram do centro até as bordas.

As medidas de dureza apresentadas nas Tabela 4.6, Tabela 4.7, Tabela 4.8, Tabela 4.9, não revelaram um padrão que indique qualquer relação entre a temperatura de forjamento rotativo e dureza, nem a indicação do tempo necessário para obter o valor máximo antes da queda de dureza por superenvelhecimento. Com é visto nas curvas de dureza das Figura 4.40, Figura 4.41, Figura 4.42 e Figura 4.43, as ligas FR25 e FR350 iniciaram uma queda de dureza após 30 horas de tratamento de envelhecimento, a FR150 manteve um patamar até o final das 40 horas e FR250 iniciou o superenvelhecimento logo após atingir o máximo de dureza após 12 horas. Em todas as amostras é visto que um valor relativamente alto é atingido logo nas primeiras horas. Entre 12-16 horas de envelhecimento, outro máximo é atingido onde um patamar é mantido até o momento que ocorra o superenvelhecimento e ocorra uma queda na dureza.

Tabela 4.6. Medidas de dureza da liga FR25

	CR	CS	FR	0	2	4	8	12	16	24	32	40
Média	31,2	73,5	62,6	50,8	70,5	71,6	73,8	77,5	77,5	79	77,1	71
D.P.	1,9	0,4	0,4	1,1	0,1	0,3	0,3	0,6	0,5	0,2	0,1	1,7

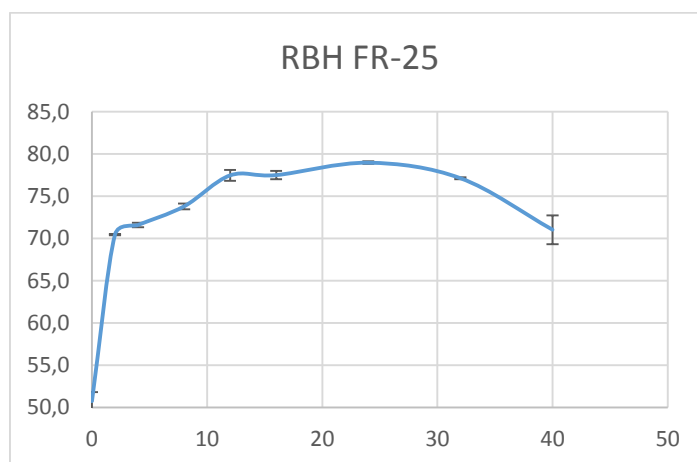


Figura 4.40. Dureza Rockwell B x tempo (em horas) para a liga FR25.

Tabela 4.7. Medidas de dureza da liga FR150

	CR	CS	FR	0	2	4	8	12	16	24	32	40
Média	31,2	73,5	72,5	39,9	63,5	62,5	61,9	58,7	67,9	69,5	68,2	68,1
D.P.	1,9	0,4	0,5	0,1	0,9	0,6	0,9	2,8	0	0,2	0,7	0,3

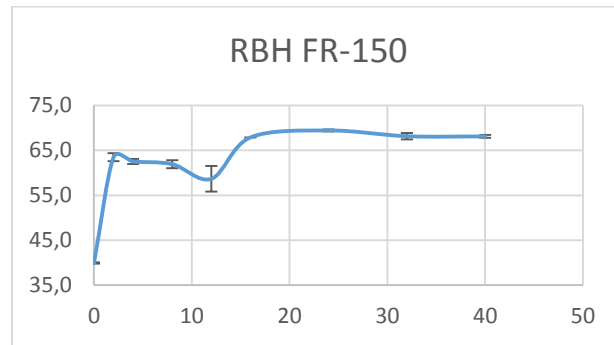


Figura 4.41. Dureza Rockwell B x tempo (em horas) para a liga FR150.

Tabela 4.8. Medidas de dureza da liga FR250.

	CR	CS	FR	0	2	4	8	12	16	24	32	40
Média	31,2	73,5	54,8	61,6	70,8	77,8	78,6	81,2	78,2	74	70,2	66,8
D.P.	1,9	0,4	1,5	0,6	0,3	0,8	0,5	0,6	0,8	0,1	1,7	1

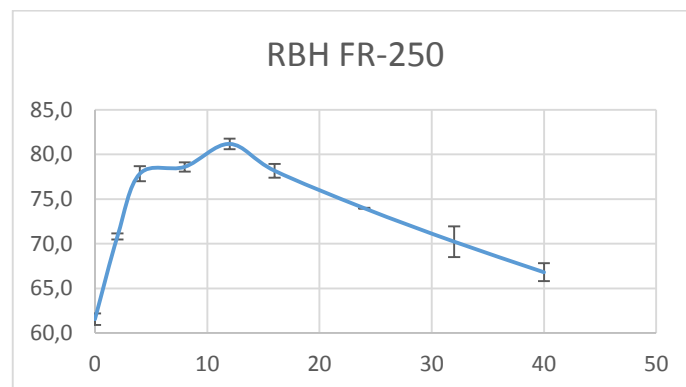


Figura 4.42. Dureza Rockwell B x tempo (em horas) para a liga FR250.

Tabela 4.9. Medidas de dureza da liga FR350.

	CR	CS	FR	0	2	4	8	12	16	24	32	40
Média	31,2	73,5	49	34,1	60	64,2	63,6	63,8	70,4	70,8	74,2	66,5
D.P.	1,9	0,4	1,7	0,3	0,2	0,6	0,6	0,6	0,5	0,6	2,4	2

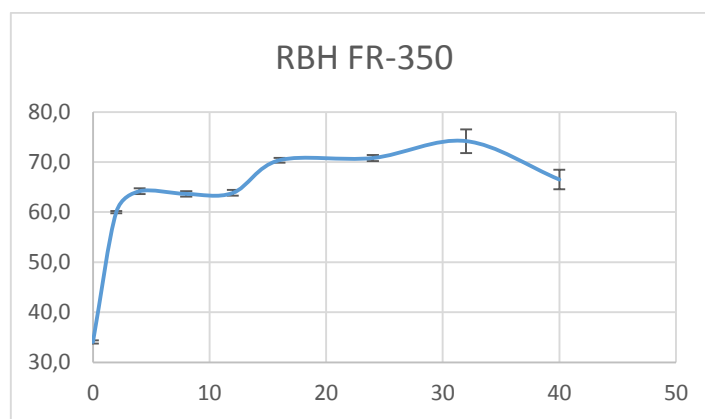


Figura 4.43. Dureza Rockwell B x tempo (em horas) para a liga FR350.

A partir das ligas FR25 e FR150, que apresentaram maiores valores de limite de escoamento, foi realizado o tratamento térmico baseado nos tempos acima a fim de verificar a influência dos mesmos na microestrutura e nos valores de resistência mecânica. O tratamento térmico classificado como T6 [14] ocorre após o material trabalhado mecanicamente ser submetido ao tratamento de solubilização e envelhecimento artificial. O tempo de solubilização foi de cerca de 2 horas a 493°C, a fim de evitar crescimento dos grãos, e o envelhecimento foi de cerca de 15 horas a 193°C, pois, de acordo com as curvas de envelhecimento, elas atingem uma dureza considerável. Os ensaios mecânicos foram realizados com os mesmos parâmetros nos corpos de prova de outras rotas.

4.2.2.6.1. FR25-T6

A Figura 4.44 mostra a modificação de microestrutura da liga após tratamento térmico. Os grãos alongados pré-tratamento são modificados para uma microestrutura com razão de aspecto menor e, como visto nas Figura 4.44(c) e Figura 4.44(d), apresentam algumas regiões recristalizadas. A Figura 4.45 e a Tabela 4.10 mostram os ensaios mecânicos dessa liga. É visto que os mesmos se comportaram de maneira semelhante e que o limite de escoamento foi de 215 MPa e limite de resistência máxima foi de 374 MPa.

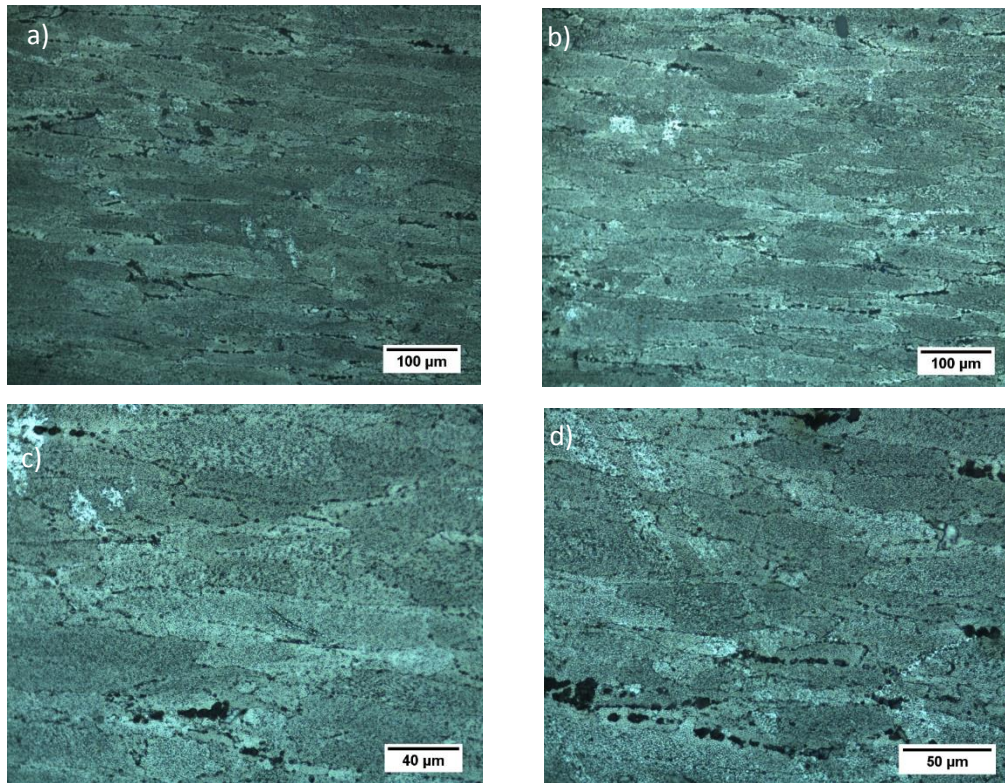


Figura 4.44. MO da liga após tratamento de solubilização e envelhecimento por 15 horas. Com aumento de 200X para (a) e (b), e 500X para (c) e (d).

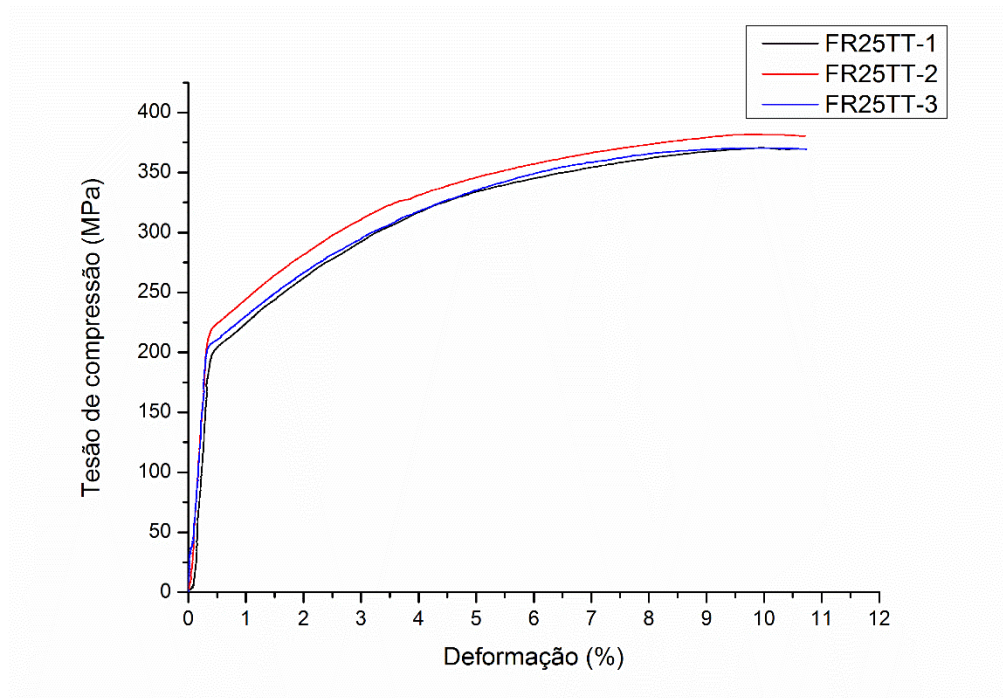


Figura 4.45. Ensaio de compressão da liga FR25 tratada termicamente (FR25-T6)

Tabela 4.10. Valores de limite de escoamento e tensão máxima das ligas FR25-T6 comparada com a liga como recebida.

	Limite de escoamento	Tensão máxima
Como recebida	121 MPa	269 MPa
FR25-T6 (média)	215 MPa	374 MPa

4.2.2.6.2. FR150-T6

Pela análise de MO da Figura 4.46, não há mudança aparente da microestrutura, sendo similar à liga pré tratada termicamente. A Figura 4.47 e a Tabela 4.11 mostram que o valor de limite de escoamento foi de 209 MPa e limite de resistência máxima foi de 375 MPa. Muito semelhantes à amostra FR25-T6.

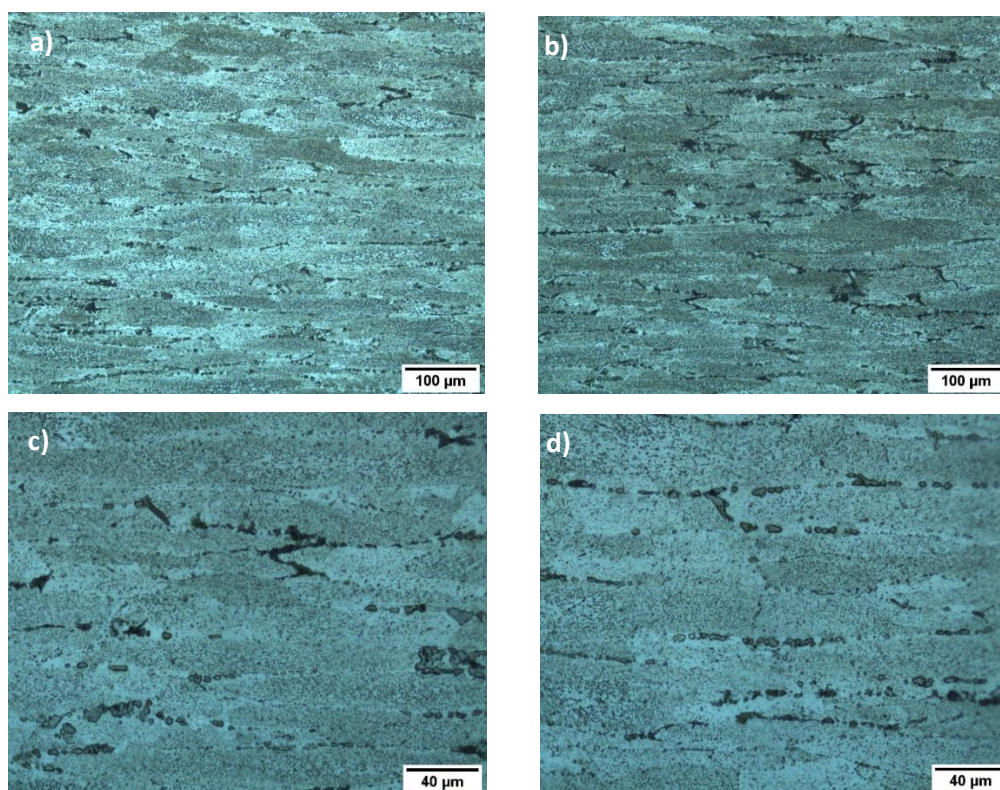


Figura 4.46. MO da liga após tratamento de solubilização e envelhecimento por 15 horas. Com aumento de 200X para (a) e (b), e 500X para (c) e (d).

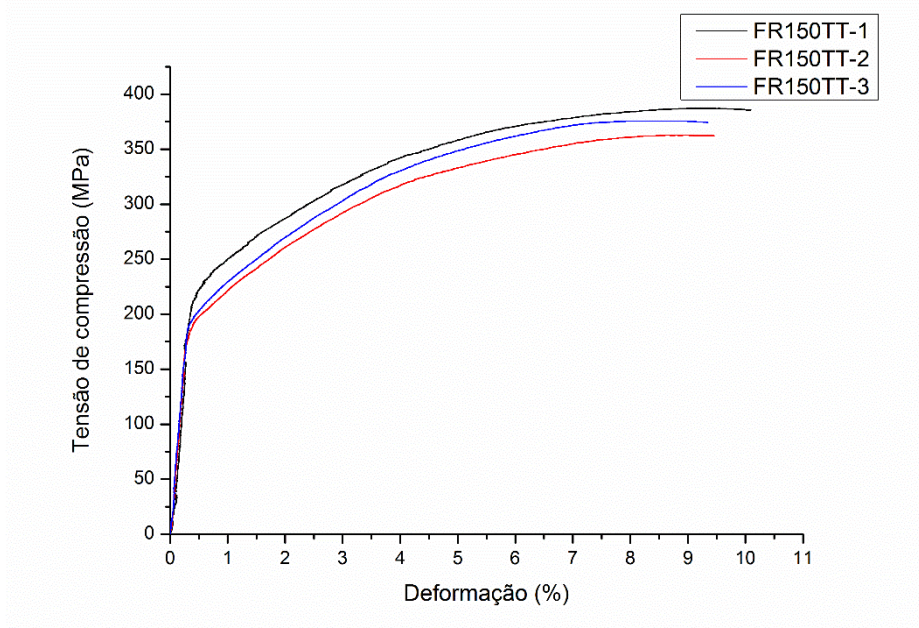


Figura 4.47. Ensaio de compressão da liga FR150 tratada termicamente (FR150-T6).

Tabela 4.11. Valores de limite de escoamento e tensão máxima das ligas FR150-T6 comparada com a liga como recebida.

	Limite de escoamento	Tensão máxima
Como recebida	121 MPa	269 MPa
FR150-T6 (média)	209 MPa	375 MPa

4.2.2.7. Discussão sobre a rota de processamento por forjamento rotativo

A rota de forjamento rotativo também se mostrou efetiva no fechamento de porosidade. Esse processamento mecânico tem como principal característica a de ser conduzida em baixas temperaturas e ter como mecanismo de aumento de resistência mecânica o trabalho mecânico a frio.

Os difratogramas mostraram que segundas fases só apareceram no processamento a 350°C e, mesmo assim, a intensidade dos picos foi baixa.

A deformação ocorre por processos de deslizamento de discordâncias na qual é possível observar regiões com bandas de deformação, como vistas na amostra FR25. Essas discordâncias se combinam para formar as estruturas

celulares. O grau de encruamento também tem seu papel, no qual quanto maior for o encruamento, maior é a densidade de discordâncias e, conseqüentemente, reduzindo o tamanho dos subgrãos. A resistência à deformação é maior quanto menor for o tamanho do subgrão formado. Tais fatores resultam de combinações de taxas de deformação mais elevadas e temperaturas mais baixas [14].

Para o processamento por forjamento rotativo, tendo diâmetro inicial de 25 mm e final, dado pelo passe 8 da Tabela 4.4, como 10,414 mm, o grau de encruamento é de 82,65% e o grau de deformação é de 1,75, o que aumenta drasticamente a energia armazenada. Mas, como os processamentos foram feitos em temperaturas relativamente baixas, os mecanismos de amaciamento dinâmicos não são efetivos. Tratamentos térmicos posteriores são favorecidos com o maior grau de deformação sendo necessário pouco tempo e temperatura para que inicie a recristalização [85].

Para os outros processamentos realizados a temperaturas elevadas, o grau de encruamento diminui devido ao mecanismo de recuperação, gerando uma redução na densidade de discordâncias, mas não com a formação de uma estrutura celular, pois taxa de deformação foi relativamente alta e não há tempo para as discordâncias formarem as paredes de contornos de baixo ângulo.

O ensaio de compressão mostrou que para as ligas FR25, FR150 e FR250, o material estava encruado (em níveis diferentes), com valores de limite de escoamento superiores a 400MPa para FR25 e FR150. Para a liga FR350, o limite de escoamento foi menor devido à atuação do mecanismo de recuperação ter sido bem efetivo.

O recozimento tem como finalidade eliminar o endurecimento causado pelo encruamento e restaurar a condição dúctil antes da deformação. No entanto, buscou-se uma microestrutura com propriedades mecânicas maiores que o estado recozido. Nesse caso, tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial (T6) foram realizados como tentativa de obter propriedades mecânicas elevadas.

Das ligas altamente encruadas, FR25 e FR150, e utilizando as curvas de dureza por tempo de envelhecimento, foram conduzidas solubilização por cerca de 2 horas e envelhecimento de 16 horas. As ligas foram analisadas por MO, de acordo com as Figura 4.44 e Figura 4.46.

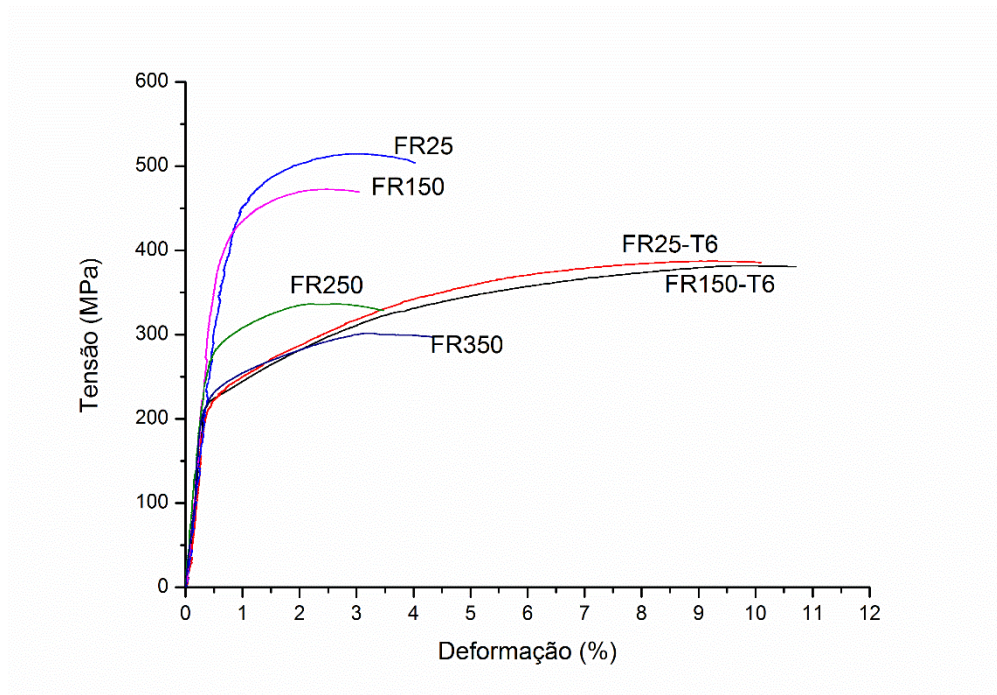


Figura 4.48. Comparação entre as curvas de compressão para as ligas como forjadas e tratadas termicamente por T6.

A liga FR25-T6 apresentou grãos com razão de aspecto menor que na liga forjada e a microestrutura estava mais homogênea. A liga FR150-T6 manteve a aparência igual à da liga forjada. A Figura 4.48, compara duas curvas com maior limite de escoamento das amostras tratadas por T6 com as curvas como forjadas. Observa-se que independente da temperatura imposta pelo forjamento rotativo, na qual o encruamento foi mais intenso para temperaturas menores, após o tratamento térmico T6, os valores de limite de escoamento e de resistência foram praticamente iguais, sendo que as condições de forjamento não influenciaram nas propriedades mecânicas após tratamento térmico. Além disso, os limites de escoamento estão abaixo dos valores para FR25, FR150 e FR250, se mantendo próximos aos valores da liga FR350, com diferença que o limite de resistência foi atingida em uma deformação maior, mostrando-se que a liga está mais dúctil.

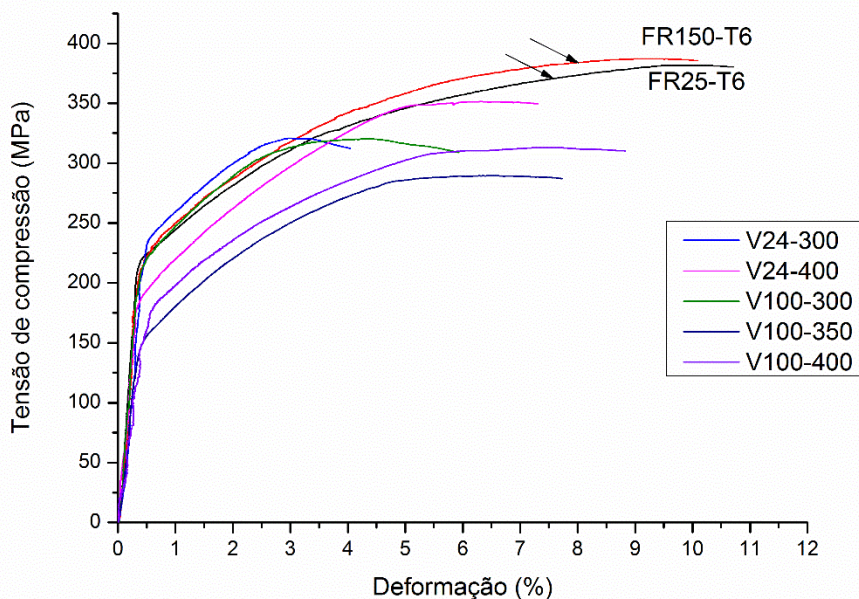


Figura 4.49. Comparação entre as curvas das amostras forjadas e tratadas com as amostras extrudadas. Setas indicam as amostras FRXX-T6.

Outra comparação pode ser feita entre as ligas FRXX-T6 e as ligas extrudadas. A Figura 4.49, compara as curvas de tensão de compressão versus deformação. Nota-se que os valores das ligas forjadas e tratadas termicamente obtiveram limites de escoamento próximos aos maiores valores dos ensaios das amostras extrudadas (V24-300 e V100-300), mas limites de resistência superiores.

4.2.3. Forjamento rotativo seguido de ECAP

A sub-rotina tomada após o processo de forjamento rotativo foi a **extrusão por canal angular (ECAP)**. Os corpos de prova processados por conformação por spray e forjamento rotativo foram submetidos a quatro passes seguindo a rota Bc, a uma taxa de avanço (velocidade do travessão) de 9 mm/min a 300°C. O processamento por ECAP após forjamento rotativo foi realizado a fim de proporcionar uma deformação severa ao material para que o acúmulo de deformações implique em facilitação de recristalização do material. Para cada passe, foi mantido a amostra aquecida na matriz de ECAP a 300°C por cerca de 30-40 minutos.

4.2.3.1. FR25-ECAP

Nota-se na Figura 4.50 que o processamento por ECAP diminuiu a razão de aspecto dos grãos da microestrutura e os grãos foram alongados no plano perpendicular à direção de forjamento rotativo. No entanto, o tamanho do grão apresentou-se maior quando comparado com as amostras após conformadas por spray. Segundas fases localizadas nos contornos de grão diminuíram de tamanho comparadas com as fases vistas antes do ECAP. No entanto, essas fases são, em sua maioria, incoerentes e não afetam substancialmente o movimento dos contornos de grão. O difratograma da Figura 4.51 revelou picos de difração da fase S e θ com uma baixa quantidade.

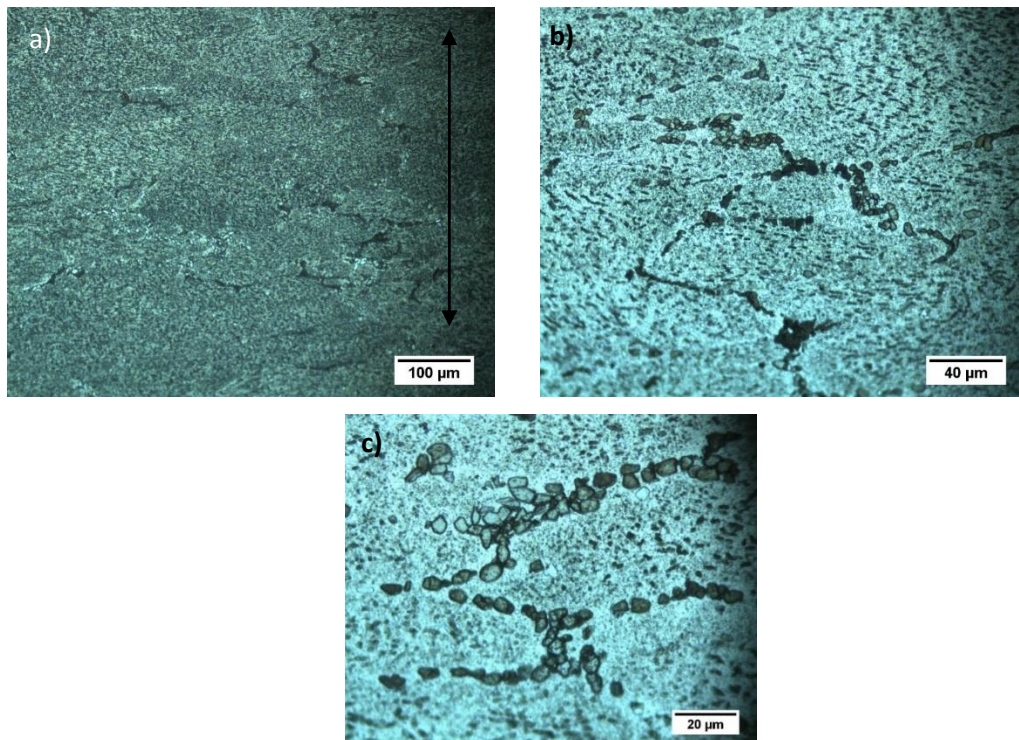


Figura 4.50. Microestrutura da liga forjada a 25°C e processada por ECAP em 4 passes BC, (a)200X e a seta dupla indica a direção de forjamento e de ECAP, (b)500X e (c)1000X.

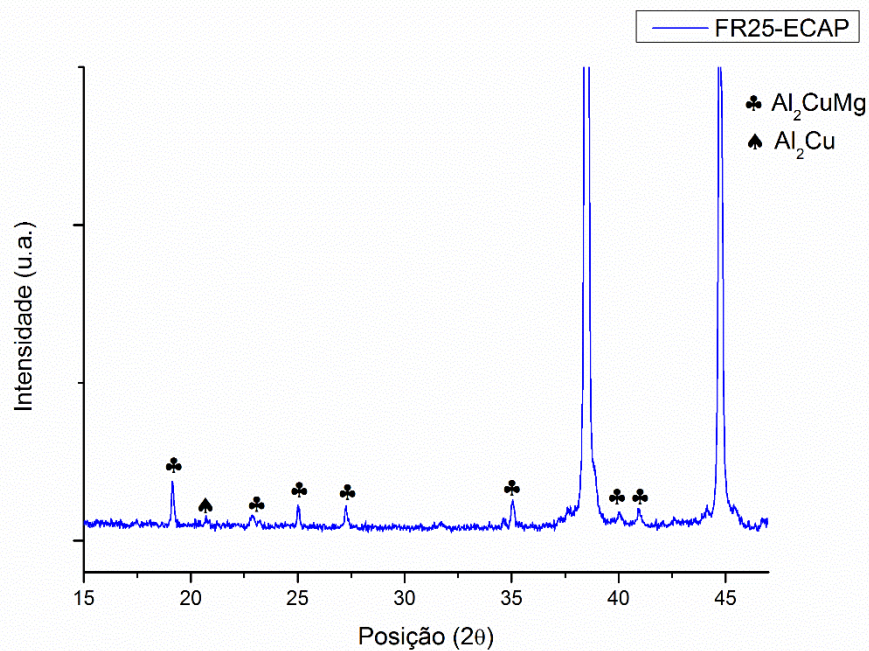


Figura 4.51. Difratoograma da amostra FR25-ECAP.

4.2.3.2. FR150-ECAP

A Figura 4.52 revela que a condição FR150-ECAP apresentou microestrutura similar a liga FR25-ECAP, com grãos alongados no plano perpendicular à direção e forjamento e de ECAP, e tamanho de grão relativamente maior que após conformação por spray. O difratograma da Figura 4.53 revelou picos de difração da fase S e θ com uma baixa quantidade.

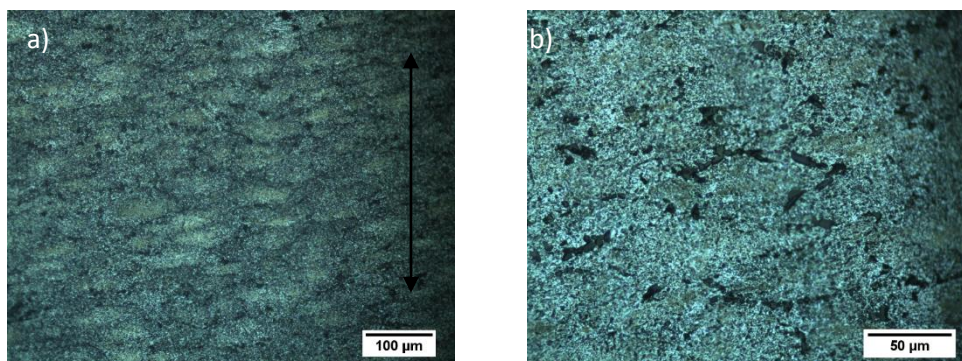


Figura 4.52. Microestrutura da liga forjada a 250°C e processada por ECAP em 4 passes BC. (a) 200X e (b)500X.

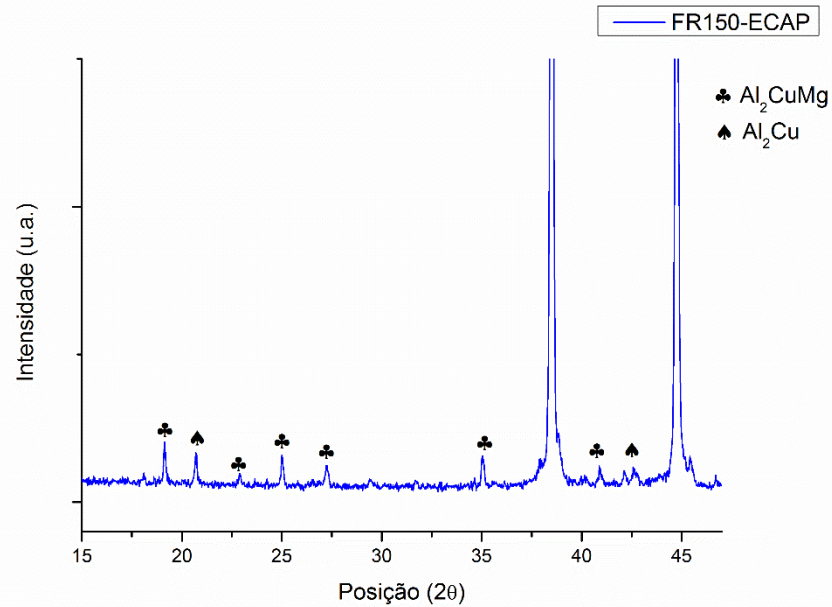
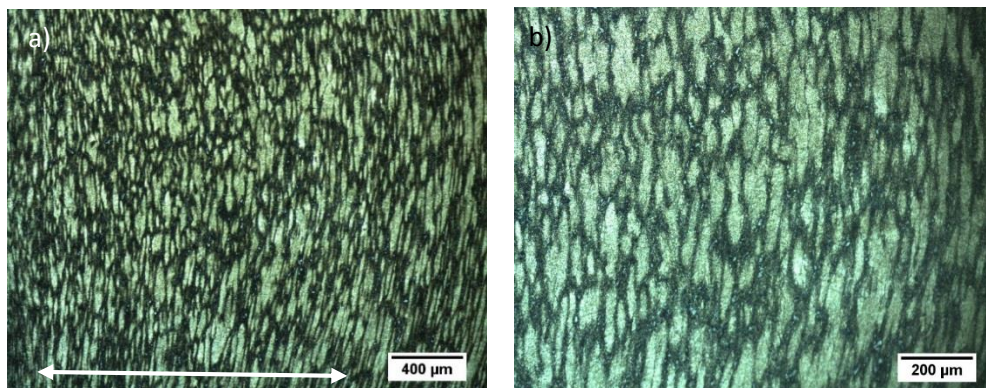


Figura 4.53. Difratograma da liga FR150-ECAP.

4.2.3.3. FR250-ECAP

Para a condição FR250-ECAP, a Figura 4.54 revelou a presença de grãos altamente deformados e, devido ao processo de ECAP, reduziu-se a razão de aspecto deixando alguns grãos mais arredondados. Em algumas regiões, pôde-se observar o refinamento da microestrutura. A Figura 4.55 mostra o difratograma dessa amostra que, assim como a FR150, apresentou baixas intensidades de picos de difração das fases S e θ .



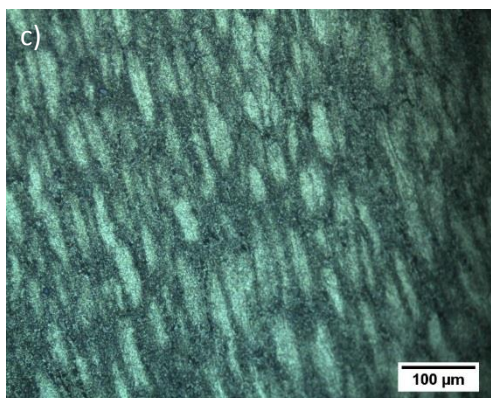


Figura 4.54. Microestrutura da liga forjada a 250°C e processada por ECAP em 4 passes BC, (a) aumento de 50X e a seta dupla representa a direção de avanço do FR; (b) 100X e (c) 200X.

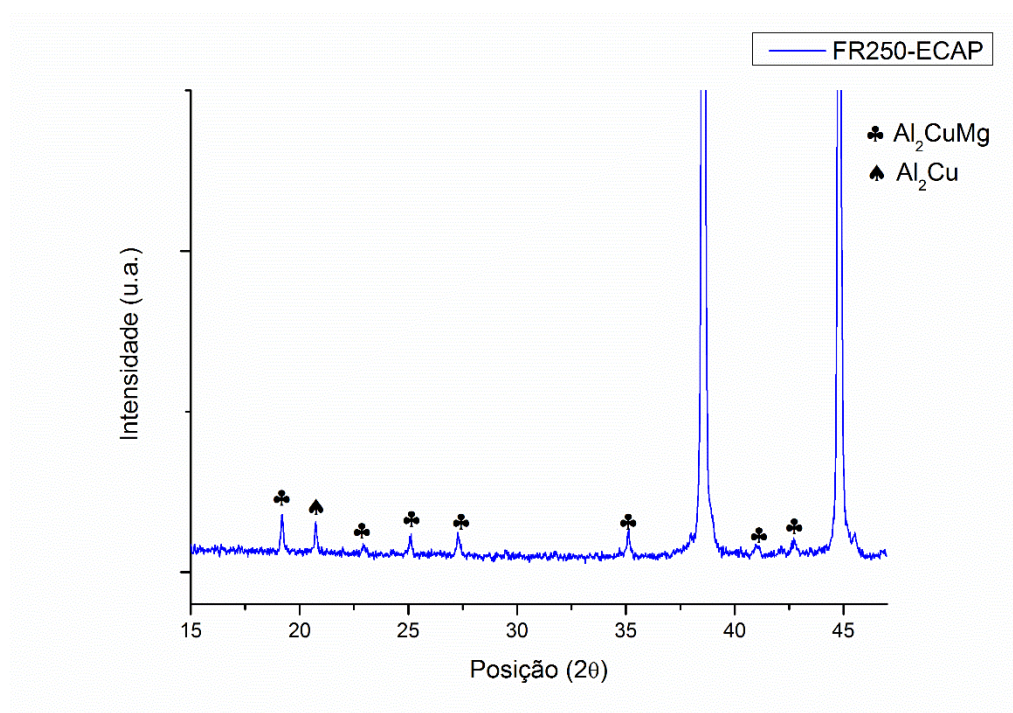


Figura 4.55. Difratoograma da liga FR250-ECAP.

4.2.3.4. FR350-ECAP

A Figura 4.56 mostra a análise de MO da liga FR350-ECAP. Assim como nas ligas anteriores, houve uma redução da razão de aspecto dos grãos da microestrutura, mas o tamanho dos grãos está relativamente grande, similares à FR25-ECAP e FR150-ECAP. A Figura 4.57 revela o difratograma da liga que consiste com as fases S e θ , observadas nas amostras dessa rota.

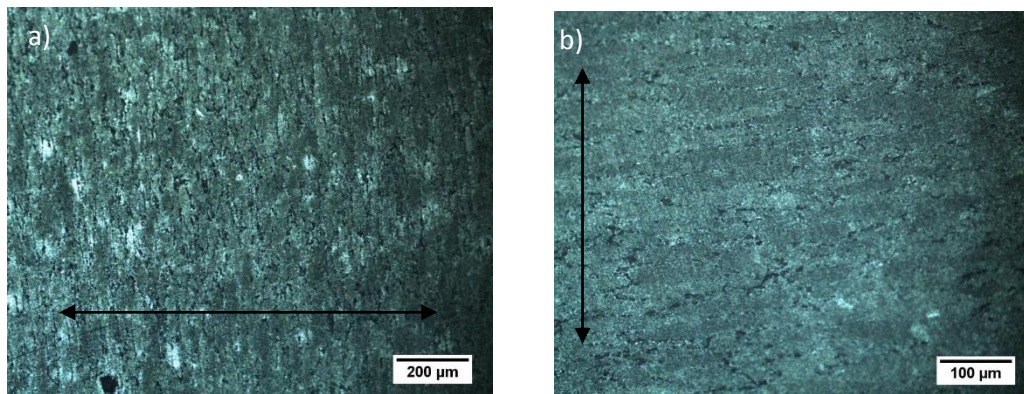


Figura 4.56. MO da liga FR350-ECAP com aumento de (a) 100X e (b) 200X. Seta dupla indica a direção de forjamento/ECAP.

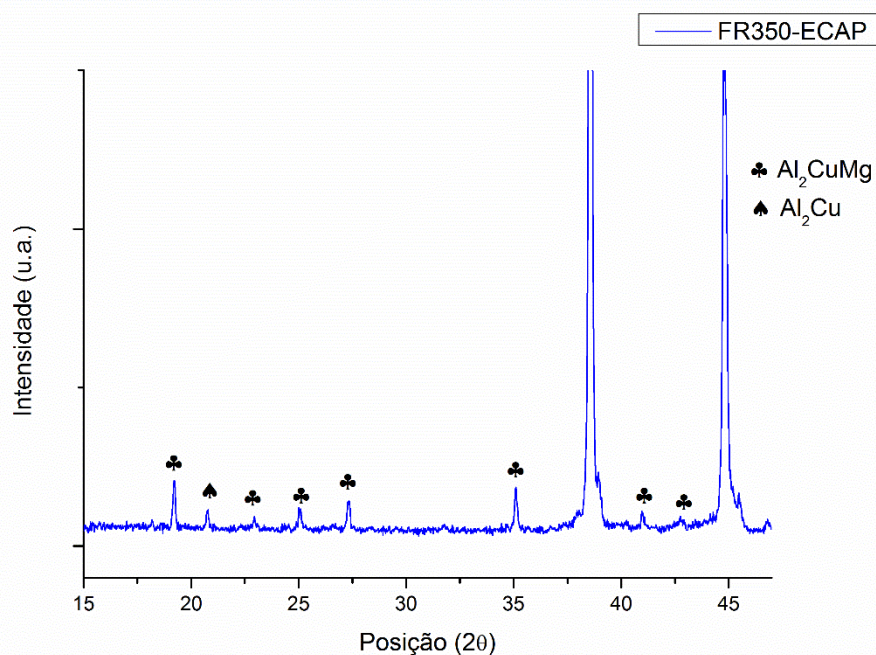


Figura 4.57. Difratoograma da liga FR350-ECAP.

4.2.3.5. Ensaio mecânico de compressão das CPs processadas por ECAP após forjamento rotativo

A Figura 4.58 apresenta os gráficos resultantes dos ensaios de compressão para as condições FRXX-ECAP e a Tabela 4.12 resume os dados obtidos para estes ensaios. A análise revela que, apesar de a tensão máxima estar abaixo da liga como recebida, o limite de escoamento para FR25-ECAP, FR25-ECAP e FR25-ECAP possuem valores maiores que a mesma, mas abaixo

do valor após a liga conformada por spray. A liga FR350-ECAP apresentou valores muito próximos da liga como recebida.

O processamento por ECAP, como uma maneira de aplicar uma deformação severa na liga após conformada por forjamento rotativo não foi efetivo em obter um limite de escoamento satisfatório. Provavelmente, este fato se deve ao longo tempo de exposição dos corpos de prova a altas temperaturas, levando ao crescimento de grão entre os passes, e à consequente redução de limites mecânicos apontados na Tabela 4.12.

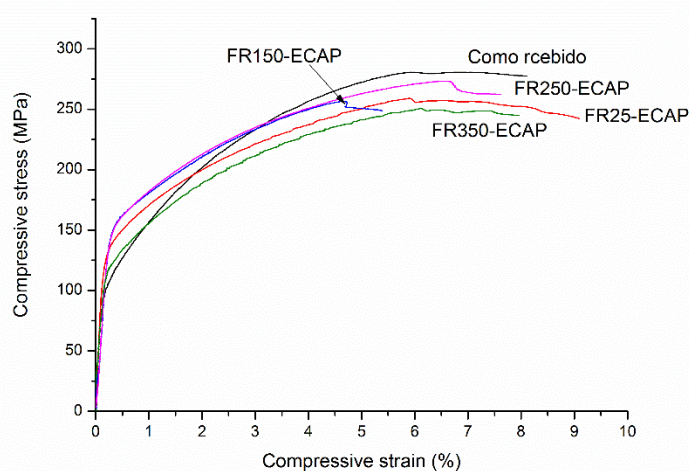


Figura 4.58. Ensaio de compressão da liga forjada rotativamente e seguida de ECAP em comparação com a liga como recebida.

Tabela 4.12. Valores de limite de escoamento e tensão máxima das amostras de FR seguida de ECAP comparadas com os valores da amostra como recebida.

	Limite de escoamento	Tensão máxima
Como recebida	121 MPa	269 MPa
FR25-ECAP	143 MPa	259 MPa
FR150-ECAP	160 MPa	257 MPa
FR250-ECAP	159 MPa	273 MPa
FR350-ECAP	127 MPa	250 MPa
Conformada por spray	182 MPa	327 MPa

4.2.4. CS-ECAP

A terceira rota foi a de ECAP, logo após a conformação por spray. Do tarugo original foram usinados corpos de prova de seção transversal quadrada de lado 10 mm e um comprimento de 60 mm. Os parâmetros utilizados para essa rota são os mesmos utilizados para a sub-rota de ECAP após forjamento rotativo (4 passes seguindo a rota B_c com velocidade de avanço de 9 mm/min a 300°C).

A micrografia da Figura 4.59 mostra a microestrutura final após os 4 passes. A liga apresenta tamanhos de grão médio de cerca de 40 μm, o mesmo tamanho da liga conformada por spray. No entanto, a microestrutura se mostrou mais homogênea, sem o efeito de *microsegregação (coring)* e não foi observado nenhuma porosidade aparente em toda a extensão da amostra.

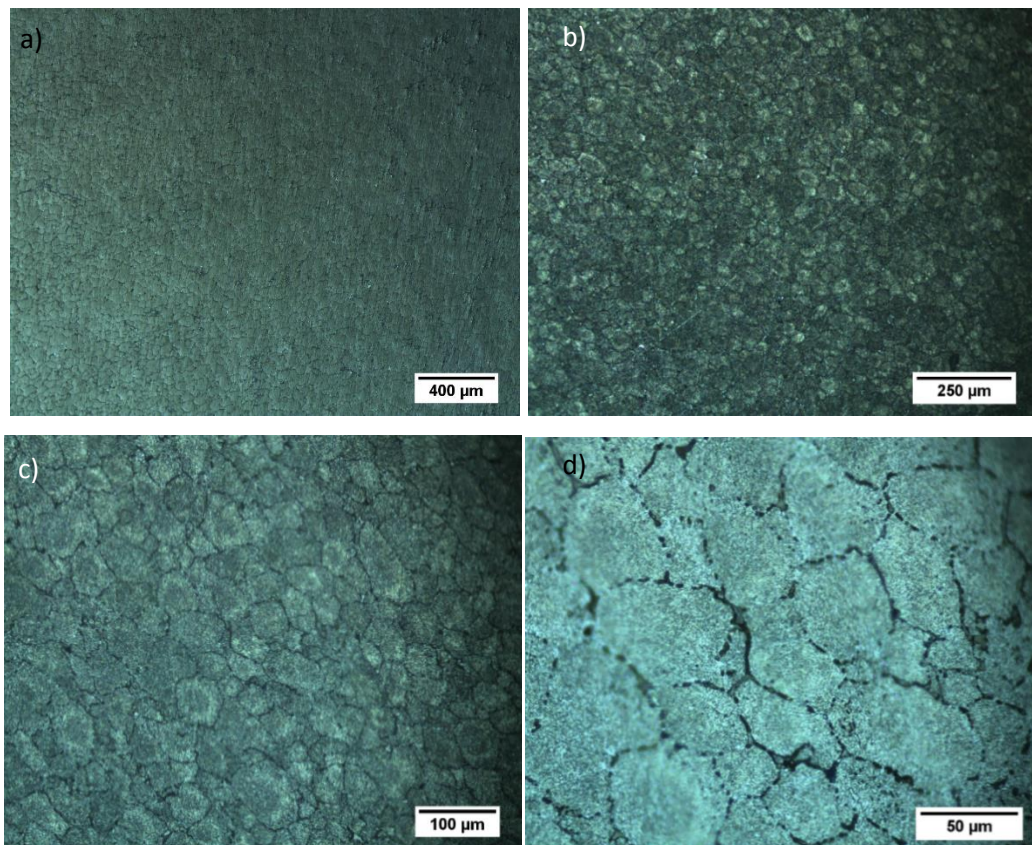


Figura 4.59. Ligas processadas por conformação por spray seguida de ECAP. Com aumento de (a)50X, (b) 100X, (c)200X (d)500X.

Como foi dito anteriormente, devido à maioria da porosidade ser intergranular e de grande escala causada por falta de líquido refundido entre as partículas adjacentes, o fechamento é mais fácil por qualquer processamento

mecânico comparado com porosidade por aprisionamento de gases. Na tese de Hyodo [74], o processo mecânico aplicado por ECAP é dito que não é suficiente para o fechamento dos poros, na qual, concluiu-se que, por manter o processamento com a seção transversal constante, não haveria como reduzir a porosidade.

Utilizando software ImageJ, foram realizadas análises de todas as imagens obtidas da liga conformada por spray com um aumento de 50X, da base do tarugo, do meio e do topo. A fração média de porosidade medida por área da liga conformada por spray foi cerca de 4,9%. Enquanto ao final dos quatro passes Bc não houve constatação de porosidade na matriz.

Para verificar a evolução do fechamento de porosidade foi realizado a análise em MO da liga conformada por spray após um passe. A Figura 4.60 mostra que os grandes poros, vistos na Figura 4.2, Figura 4.3 e Figura 4.4 fecharam facilmente logo no primeiro passe, tendo restado uma fração média de 0,259% de porosidade por área, sendo que os passes seguintes fecharam os vazios restantes.

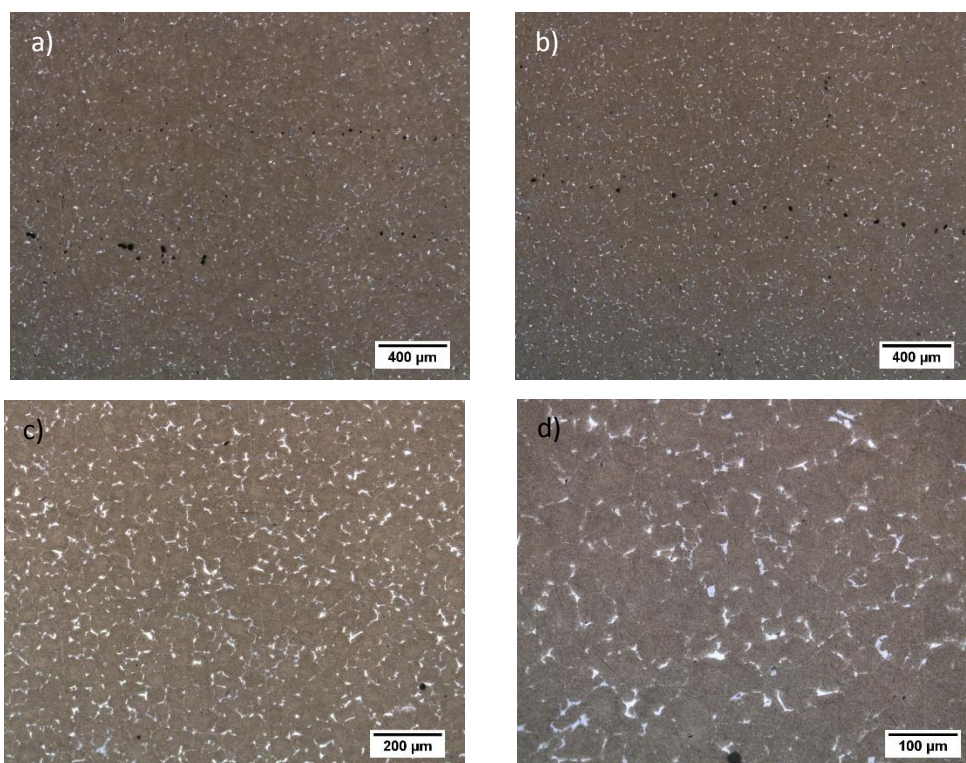


Figura 4.60. Liga conformada por spray processada por um único passe de ECAP. (a) e (b) apresentam porosidade remanescente alinhadas, 50X, (c) região densificada pelo processo, 100X e (d) 200X. Sem ataque.

Nota-se nas Figura 4.60(a) e Figura 4.60(b) que os poros apresentam um padrão onde estão alinhados quase na horizontal. Uma hipótese de como são fechados é descrito na Figura 4.61, onde o cisalhamento aplicado reduz o volume da porosidade, alinhando os poros remanescentes, após um certo número de passes, praticamente não há poros evidentes, como visto na Figura 4.59(a) com aumento de 50X.

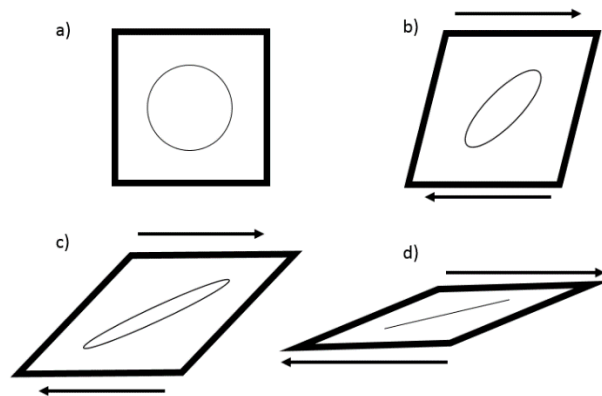


Figura 4.61. (a) Microestrutura com poro intergranular causada por falta de líquido entre as partículas adjacentes (não há gases presos que impeçam seu fechamento); (b), (c) e (d) Aplicação de tensões cisalhantes na microestrutura gera uma redução do volume interno

De acordo com Langdon [66], após o primeiro passe, os grãos no plano Y (seção transversal) apresentam formações de subgrãos separados por contornos de alto ângulo ou bandas de deformação em um ângulo de 45° , como observado na Figura 2.10. Nota-se que a imagem obtida por análise de MO da seção transversal vista na Figura 4.62 não apresenta distorção dos grãos, se mantendo como uma microestrutura equiaxial, como a liga após conformação por spray.

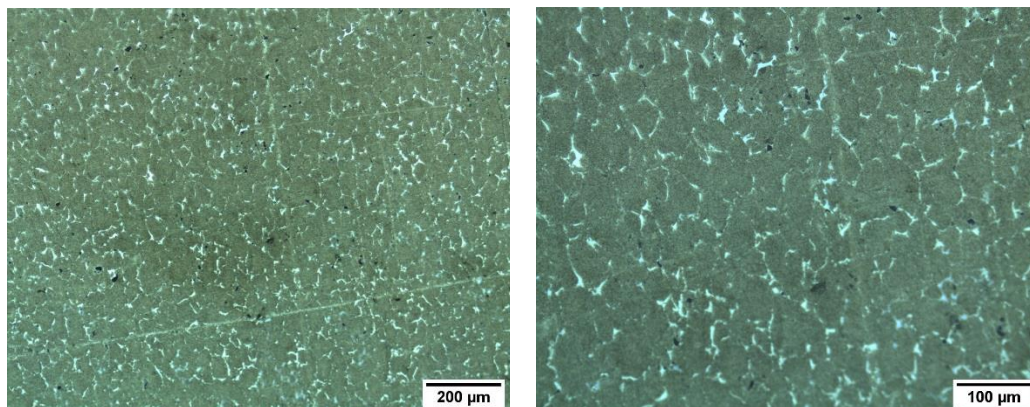


Figura 4.62. (a) e (b) MO da seção transversal (plano Y) da liga após um passe de ECAP. Tamanho de grão similar com a liga conformada por spray. Sem ataque.

Muitos autores [72,86–89] investigaram a influência da temperatura em ligas de alumínio (onde o processamento por ECAP foram conduzidas em temperaturas mais baixas que utilizadas neste trabalho e por Hyodo [74,90]), estas que variaram desde temperatura ambiente até 200°C, e observaram que o tamanho de grão pode chegar a níveis submicrométricos se feitas em temperaturas cada vez menores. Yamashita et al. [72], observaram que as altas temperaturas favoreciam a recuperação e impediam que discordâncias sejam absorvidas pelas paredes de subgrãos e formassem contornos de alto ângulo. Shaeri et al. [88], determinaram que existe uma temperatura ideal para que grãos submicrométricos sejam formados. Entre a temperatura ambiente e 120°C há um aumento nas propriedades mecânicas devido a formação de pequenos precipitados endurecedores. De 120°C para 180°C, ocorre uma redução das propriedades, na qual resulta em um aumento do tamanho de grão e de precipitados, que ocasiona uma diminuição de fração de contornos de alto ângulo e a transformação dos precipitados endurecedores em fases estáveis e incoerentes.

Provavelmente, o efeito do soluto e de dispersóides em ancorar os contornos de grão, aliados à alta temperatura de processamento que favorecia a ocorrência de recuperação, impediram que ocorresse a formação de subgrãos alongados a 45° separados por contornos de alto ângulo nesse plano.

4.2.4.1. Ensaio de compressão

A curva do ensaio de compressão da liga SF-ECAP é mostrada na Figura 4.63 e os valores de limite de escoamento e tensão máxima é dada pela Tabela 4.13.

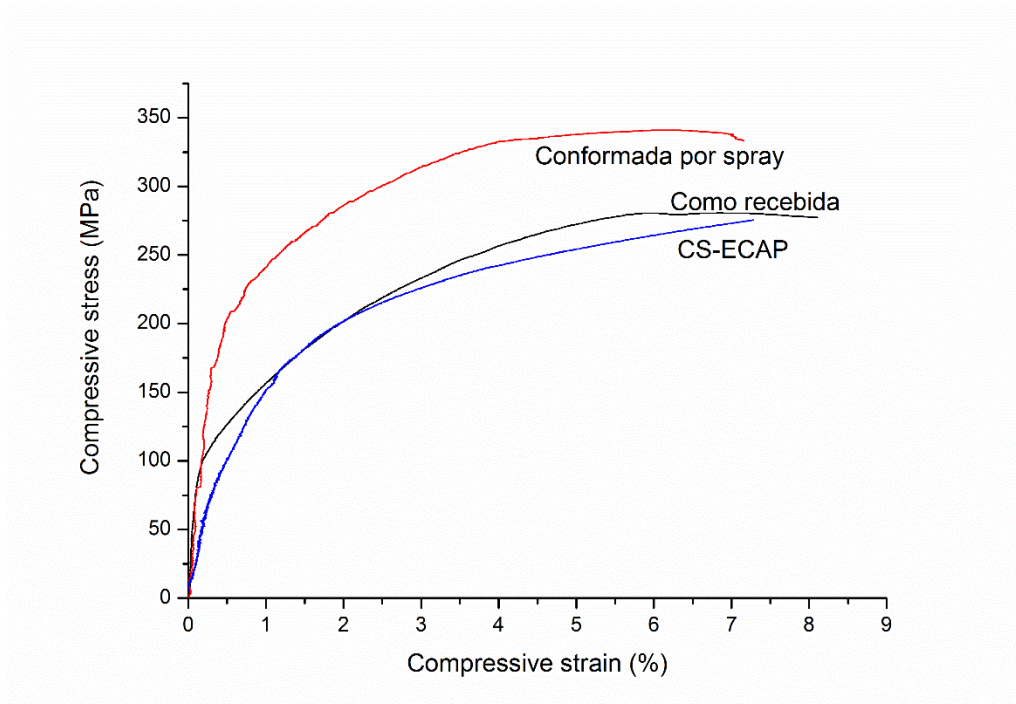


Figura 4.63. Ensaio de compressão da liga forjada rotativamente e seguida de ECAP em comparação com a liga como recebida e conformada por spray.

Tabela 4.13. Valores de limite de escoamento e tensão máxima das amostras de FR seguida de ECAP comparadas com os valores da amostra como recebida.

	Limite de escoamento	Tensão máxima
Como recebida	121 MPa	269 MPa
Conformada por spray	182 MPa	327 MPa
SF-ECAP	154 MPa	---

O ensaio de compressão para essa amostra foi feito em um corpo de prova com razão $L/D = 1.5$, na qual, um dos efeitos indesejáveis é a formação de embarilhamento. Somente foi possível obter o valor do limite de escoamento.

4.2.4.2. Discussões sobre a rota de processamento por ECAP

Segundo essa rota, o fechamento de porosidade após 4 passes seguindo a rota Bc foi efetivo, e foi possível avaliar a evolução do fechamento de porosidade pela medição da fração de poros após um único passe, onde houve uma queda de 4,9% para 0,26% e não houve nenhum indício após 4 passes.

Após o primeiro passe, a microestrutura reduziu drasticamente a fração de porosidade na microestrutura. No entanto, não houve qualquer variação de morfologia dos grãos originais da conformação por spray, tendo em vista planos na seção longitudinal e transversal.

Os valores obtidos por ensaio de compressão também sugerem que o ECAP não foi efetivo, pois os valores foram abaixo da liga como recebida.

Tais quedas em propriedades provavelmente tem as mesmas causas do ocorrido nas ligas conformadas por ECAP após forjamento rotativo, na qual a queda é causada no corpo de prova pela submissão a longos períodos em altas temperaturas que favoreceu a recuperação, além do efeito do soluto.

A microestrutura praticamente não foi alterada do ponto de vista de MO, no entanto, futuras análises devem ser realizadas, no caso de verificação da formação de células e/ou subgrãos por EBSD.

5. CONCLUSÕES

De acordo com a análise dos resultados obtidos, pode-se afirmar que:

Conformação por Spray

1. A conformação por spray se mostrou um processo eficiente e de extrema repetibilidade, pois vários depósitos foram feitos com os mesmos parâmetros e as dimensões dos tarugos já usinados foram similares.
2. O tamanho de grão médio foi de 50 μm
3. A fração de porosidade se manteve abaixo de 5%.
4. Grande parte da porosidade foi identificada como retração do sólido, sendo mais fácil de ser fechar por conformação plástica.
5. A fração de segundas fases comparadas com a liga como recebida foi baixa.

Rotas de conformação mecânica

6. Todas as rotas foram eficientes no fechamento de porosidade.
7. A extrusão a quente obteve uma microestrutura que se manteve alongada e homogênea. Tanto as taxas de deformação e temperatura influenciaram na fração volumétrica de segundas fases.
8. O forjamento rotativo foi um processamento mais rápido e fácil de se utilizar. A vantagem desse processamento foi a possibilidade de se conformar em temperaturas baixas, até a temperatura ambiente. Sendo possível impor grandes deformações sem que houvesse a ativação de mecanismos de amaciamento nem precipitação de segundas fases. Foi possível atingir valores de limite de escoamento acima de 500 MPa. Tratamentos térmicos controlados posteriores podem melhorar a ductilidade com uma redução do limite de escoamento e de resistência.
9. O ECAP após forjamento rotativo mostrou que mesmo altamente encruado, a liga se mostrou resistente em suportar uma deformação severa. A alta temperatura imposta no material causou uma diminuição nas propriedades mecânicas do material. Sendo que o limite de escoamento e de resistência ficaram abaixo do material como recebido.

10. Em todos os processamentos mecânicos, o **efeito do soluto** teve grande influência na microestrutura e nas propriedades mecânicas.
11. Dentre as potenciais rotas observadas, **a rota de Forjamento Rotativo** atende os critérios de avaliação propostas como objetivo e possui valores superiores aos de outras rotas. Além disso, tem ótima produtividade e a possibilidade em trabalhar em um intervalo de temperatura mais amplo, sendo o único processo a trabalhável à temperatura ambiente. **Tratamento térmico posterior de solubilização e envelhecimento artificial** obtém melhores combinações entre limite de escoamento e ductilidade.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

1. Analisar o efeito do soluto nas cinéticas dos mecanismos de amaciamento.
2. Utilização do processo de Forjamento Rotativo e ECAP para processamentos em baixas temperaturas e altas taxas de deformação para obter uma microestrutura recristalizada e mais refinada.
3. Avaliar as propriedades mecânicas de fadiga após os processamentos de Forjamento Rotativo e ECAP para possíveis aplicações dessa liga reprocessada.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] BERETA, L. A. et al. Microstructure and mechanical properties of spray deposited and extruded/heat treated hypoeutectic Al-Si alloy. **Materials Science and Engineering A**, v. 449–451, p. 850–853, 2007.
- [2] SHARMA, M. M. Microstructural and mechanical characterization of various modified 7XXX series spray formed alloys. **Materials Characterization**, v. 59, n. 1, p. 91–99, 2008.
- [3] GODINHO, H. A. et al. Microstructure and mechanical properties of a spray formed and extruded AA7050 recycled alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 586, p. S139–S142, Feb. 2014.
- [4] LAVERNIA, E. J. The evolution of microstructure during spray atomization and deposition. **International Journal of Rapid Solidification**, v. 5, n. 1, p. 47–85, 1989.
- [5] GRANT, P. S. Spray forming. **Progress in Materials Science**, v. 39, n. 4–5, p. 497–545, Jan. 1995.
- [6] ZEPON, G. et al. Solidification Sequence of Spray-Formed Steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 47, n. 2, p. 842–851, 25 Nov. 2015.
- [7] GRANT, P. S. Solidification in spray forming. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 38 A, n. 7, p. 1520–1529, 2007.
- [8] ABDULSTAAR, M. et al. Corrosion behaviour of Al 1050 severely deformed by rotary swaging. **Materials and Design**, v. 57, p. 325–329, 2014.
- [9] WAN, B. et al. Review of solid state recycling of aluminum chips. **Resources, Conservation and Recycling**, v. 125, n. September 2016, p. 37–47, 2017.
- [10] BRIBEAN GUERRA, A. P. DE et al. Microstructure of a recycled AA7050 alloy processed by spray forming followed by hot extrusion and rotary swaging. **Materialwissenschaft und Werkstofftechnik**, v. 45, n. 7, p. 568–573, 2014.

- [11] KOCICH, R. et al. Deformation behavior of multilayered Al-Cu clad composite during cold-swaging. **Materials and Design**, v. 90, p. 379–388, 2016.
- [12] COMMITTEE, A. S. M. I. H. ASM Handbook Metals Handbook V. 02: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials. In: [s.l: s.n.].
- [13] STARKE, E. A.; STALEYT, J. T. Application of modern aluminum alloys to aircraft, Progress in Aerospace Sciences. **Progress in Aerospace Sciences**, v. 32, n. 95, p. 131–172, 1996.
- [14] HATCH, J. E.; ASSOCIATION, A.; METALS, A. S. **Aluminum: Properties and Physical Metallurgy**. [s.l.] American Society for Metals, 1984.
- [15] L. F. MONDOLFO. **Aluminium alloys: Structure and Properties**. Boston: Butterworths, 1976.
- [16] LIN, Y. C. et al. Precipitation in Al-Cu-Mg alloy during creep exposure. **Materials Science and Engineering A**, v. 556, p. 796–800, 2012.
- [17] ASTM B221-14. **Standard Specification for Aluminum and Aluminum-Alloy Extruded Bars, Rods, Wire, Profiles, and Tubes**, 2016.
- [18] RINGER, S. P.; SAKURAI, T.; POLMEAR, I. J. Origins of hardening in aged Al-Cu-Mg-(Ag) alloys. **Acta Materialia**, v. 45, n. 9, p. 3731–3744, 1997.
- [19] RINGER, S. P. et al. Precipitation processes during the early stages of ageing in Al-Cu-Mg alloys. **Applied Surface Science**, v. 94/95, p. 253–260, 1996.
- [20] RINGER, S. P.; HONO, K.; SAKURAI, T. Nucleation and growth of θ' precipitation in Sn-modified AlCu alloys: APFIM/TEM observations. **Applied Surface Science**, v. 87–88, n. C, p. 223–227, 1995.
- [21] ABIS, S. et al. Early ageing mechanisms in a high-copper AlCuMg alloy. **Scripta Materialia**, v. 45, n. 6, p. 685–691, Sep. 2001.
- [22] ZUIKO, I.; KAIBYSHEV, R. Effect of plastic deformation on the ageing behaviour of an Al-Cu-Mg alloy with a high Cu/Mg ratio. **Materials Science and Engineering A**, v. 737, n. June, p. 401–412, 2018.

- [23] ZUIKO, I.; KAIBYSHEV, R. Aging behavior of an Al–Cu–Mg alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 759, p. 108–119, 2018.
- [24] BOAG, A. et al. How complex is the microstructure of AA2024-T3? **Corrosion Science**, v. 51, n. 8, p. 1565–1568, 2009.
- [25] BUCHHEIT, R. G. et al. Local dissolution phenomena associated with S phase (Al₂CuMg) particles in aluminum alloy 2024-T3. **Journal of the Electrochemical Society**, v. 144, n. 8, p. 2621–2628, 1997.
- [26] TOTTEN, G.E., MACKENZIE, D. S. **Handbook of Aluminum Volume 1: Physical Metallurgy and Processes**. New York, Basel: Marcel Dekker, Inc, 2003.
- [27] JR. CALLISTER, W. D. **Ciência e Engenharia dos Materiais**. 7ª Edição ed. [s.l.] LTC, 2008.
- [28] PADILHA, A. F.; SICILIANO, F. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. [s.l.] ABM, 2005.
- [29] HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. Chapter 6 Recovery after Deformation. In: **Recrystallization and Related Annealing Phenomena**. [s.l.: s.n.].
- [30] GLADMAN, T. Precipitation hardening in metals. **Materials Science and Technology**, v. 15, n. 1, p. 30–36, 2004.
- [31] SAKAI, T.; JONAS, J. J. Overview no. 35 Dynamic recrystallization: Mechanical and microstructural considerations. **Acta Metallurgica**, v. 32, n. 2, p. 189–209, 1984.
- [32] EMBURY, J. D. Strengthening Mechanisms in AL Alloys - an Overview of Natural Limits and Engineering Possibilities. **Materials Science Forum**, v. 217–222, p. 57–70, 2009.
- [33] SOUZA, R. C. et al. Dynamic recovery and dynamic recrystallization competition on a Nb- and N-bearing austenitic stainless steel biomaterial: Influence of strain rate and temperature. **Materials Science and Engineering: A**, v. 582, p. 96–107, 2013.
- [34] VANDERMEER, R.A.; GORDON, P. **The influence of Recovery on**

Recrystallization in Aluminum. [s.l: s.n.].

[35] GRANT, P. S.; CANTOR, B. Modelling of droplet dynamic and thermal histories during spray forming-III. Analysis of spray solid fraction. **Acta Metallurgica Et Materialia**, v. 43, n. 3, p. 913–921, 1995.

[36] MAZZER, E. M. **AA7050 RECICLADA POR CONFORMAÇÃO POR SPRAY E EXTRUSÃO**. 2013. 134 f. 2013.

[37] OTANI, L. B. **Solidificação da liga de alumínio 319 conformada por spray**. 2017. 108 f. 2017.

[38] BAIK, K. H.; GRANT, P. S.; CANTOR, B. The equiaxed-banded microstructural transition during low pressure plasma spraying. **Acta Materialia**, v. 52, n. 1, p. 199–208, 2004.

[39] MINGARD, K. P. et al. Direct measurement of sprayform temperatures and the effect of liquid fraction on microstructure. **Acta Materialia**, v. 46, n. 10, p. 3511–3521, 1998.

[40] CACERES, J. A. S. **Modelagem matemática da etapa de deposição do processo de conformação por spray da liga Fe-6%Si**. 1999. UFSCar. 1999.

[41] MATHUR, P.; APELIAN, D.; LAWLEY, A. Analysis of the spray deposition process. **Acta Metallurgica**, v. 37, n. 2, p. 429–443, 1989.

[42] MATHUR, P. et al. Spray casting: an integral model for process understanding and control. **Materials Science and Engineering A**, v. 142, n. 2, p. 261–276, 1991.

[43] DIETER, G. E. **Mechanical metallurgy**. [s.l.] McGraw Hill, 1986.

[44] CELTIN, P. R.; HELMAN, H. **Fundamentos da conformação mecânica dos metais**. São Paulo: Artliber, 2005.

[45] GÜLEY, V. et al. Effect of die design on the welding quality during solid state recycling of AA6060 chips by hot extrusion. **Materials Science and Engineering A**, v. 574, p. 163–175, 2013.

[46] HAASE, M.; TEKKAYA, A. E. Cold extrusion of hot extruded aluminum chips. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 217, p. 356–367, 2015.

- [47] JORGE, A. M. et al. Effect of Dislocation Mechanisms during Extrusion of Nanostructured Aluminum Powder Alloy. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 40, n. 13, p. 3322, 2009.
- [48] HABRAKEN, A. M. et al. Study of a 2024 aluminium rod produced by rotary forging. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 184, n. 1–3, p. 19–26, 2007.
- [49] ZHANG, Q. et al. Rotary swaging forming process of tube workpieces. **Procedia Engineering**, v. 81, n. October, p. 2336–2341, 2014.
- [50] ROY, M. J.; MAIJER, D. M. Analysis and modelling of a rotary forming process for cast aluminium alloy A356. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 226, p. 188–204, 2015.
- [51] HERRMANN, M.; SCHENCK, C.; KUHFUSS, B. Dry Rotary Swaging with Structured Tools. **Procedia CIRP**, v. 40, p. 654–659, 2016.
- [52] PACHLA, W. et al. Effect of severe plastic deformation realized by hydrostatic extrusion and rotary swaging on the properties of CP Ti grade 2. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 221, p. 255–268, 2015.
- [53] ABDULSTAAR, M. A. et al. Severe plastic deformation of commercial purity aluminum by rotary swaging: Microstructure evolution and mechanical properties. **Materials Science and Engineering A**, v. 565, p. 351–358, 2013.
- [54] KOCICH, R. et al. Fabrication and characterization of cold-swaged multilayered Al-Cu clad composites. **Materials and Design**, v. 71, p. 36–47, 2015.
- [55] BRUNI, C. et al. Characterization of double aluminium alloy specimens after ECAP. **Procedia Manufacturing**, v. 15, p. 1517–1524, 2018.
- [56] SHAN, A. et al. Direct observation of shear deformation during equal channel angular pressing of pure aluminum. **Scripta Materialia**, v. 41, n. 4, p. 353–357, 1999.
- [57] 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, n. 7, p. 881–981, 2006.

- [58] VALIEV, R. Z.; KRASIINIKOV, N. A.; TSENEV, N. K. Plastic deformation of alloys with submicron-grained structure. **Materials Science and Engineering: A**, v. 137, p. 35–40, 2000.
- [59] XU, C. et al. Using ECAP to achieve grain refinement, precipitate fragmentation and high strain rate superplasticity in a spray-cast aluminum alloy. **Acta Materialia**, v. 51, n. 20, p. 6139–6149, Dec. 2003.
- [60] IWAHASHI, Y. et al. Principle of Equal-Channel Angular Pressing for the processing of ultra-fine grained materials. **Scripta Materialia**, v. 35, n. 2, p. 143–146, 1996.
- [61] IWAHASHI, Y. et al. The process of grain refinement in equal-channel angular pressing. **Acta Materialia**, v. 46, n. 9, p. 3317–3331, 1997.
- [62] FURUKAWA, M. et al. The shearing characteristics associated with equal-channel angular pressing. **Materials Science and Engineering A**, v. 257, n. 2, p. 328–332, 1998.
- [63] FURUKAWA, M. et al. The use of severe plastic deformation for microstructural control. **Materials Science and Engineering A**, v. 324, n. 1–2, p. 82–89, 2002.
- [64] OH-ISHI, K. et al. Optimizing the rotation conditions for grain refinement in equal-channel angular pressing. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 29, n. 7, p. 2011–2013, 1998.
- [65] IWAHASHI, Y. et al. Microstructural characteristics of ultrafine-grained aluminum produced using equal-channel angular pressing. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 29, n. 9, p. 2245–2252, 1998.
- [66] LANGDON, T. G. The principles of grain refinement in equal-channel angular pressing. **Materials Science and Engineering A**, v. 462, n. 1–2, p. 3–11, 2007.
- [67] REBHI, A. et al. Characterization of aluminum processed by equal channel angular extrusion: Effect of processing route. **Materials Characterization**, v. 60, n. 12, p. 1489–1495, 2009.
- [68] KIM, W. J.; NAMKUNG, J. C. Computational analysis of effect of route on

strain uniformity in equal channel angular extrusion. **Materials Science and Engineering A**, v. 412, n. 1–2, p. 287–297, 2005.

[69] GHOLINIA, A.; PRANGNELL, P. B.; MARKUSHEV, M. V. THE EFFECT OF STRAIN PATH ON THE DEVELOPMENT OF DEFORMATION STRUCTURES IN SEVERELY DEFORMED ALUMINIUM ALLOYS PROCESSED BY ECAE. **Acta Materialia**, v. 48, p. 1115–1130, 2000.

[70] BERBON, P.B., FURUKAWA, M., HORITA, Z., NEMOTO, M., LANGDON, T. G. Influence of pressing speed on microstructural development in equal-channel angular pressing. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 30, n. 8, p. 1989–1997, 1999.

[71] LEE, S.; LANGDON, T. G. Influence of Equal-Channel Angular Pressing on the Superplastic Properties of Commercial Aluminum Alloys. **MRS Proceedings**, v. 601, p. 359, 1999.

[72] YAMASHITA, A; YAMAGUCHI, D; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Influence of pressing temperature on microstructural development in equal-channel angular pressing. **Materials Science and Engineering A**, v. 30, n. 8, p. 1989–1997, 2000.

[73] HYODO, A. **Reciclagem de cavacos de ligas de alumínio 7050-T7451 utilizando conformação por spray e tratamentos termomecânicos**. 2012. 149 f. 2012.

[74] HYODO, A. **Reciclagem de Cavacos de Ligas de Alumínio 7050-T7451 utilizando conformação por spray e tratamentos termo-mecânicos**. 2012. 149 f. 2012.

[75] ASTM. **E9-09. Standard Test Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperature**. [s.l: s.n.]. Disponível em: <www.astm.org>.

[76] MA, Z. et al. A study of tensile properties in Al-Si-Cu and Al-Si-Mg alloys: Effect of β -iron intermetallics and porosity. **Materials Science and Engineering A**, v. 490, n. 1–2, p. 36–51, 2008.

[77] PUNCREOBUTR, C. et al. Influence of Fe-rich intermetallics on solidification

defects in Al-Si-Cu alloys. **Acta Materialia**, v. 68, p. 42–51, 2014.

[78] GEROLD, V.; HABERKORN, H. On the critical resolved shear stress of solid solutions containing coherent precipitates. **Physica Status Solidi (b)**, v. 16, n. 2, p. 675–684, 1966.

[79] GUERRA, A. P. **Caracterização microestrutural e mecânica da liga AA7050 reciclada por conformação por Spray, extrusão e forjamento rotativo**. 2014. 82 f. UFSCar. 2014.

[80] HU, H. E. et al. Deformation behavior and microstructure evolution of 7050 aluminum alloy during high temperature deformation. **Materials Science and Engineering: A**, v. 488, n. 1–2, p. 64–71, Aug. 2008.

[81] HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. Chapter 7 Recrystallization of Single-Phase Alloys. In: **Recrystallization and Related Annealing Phenomena**. [s.l.: s.n.].

[82] OLIVEIRA, J. DA C. P. **Evolução da microestrutura e da textura durante a laminação a frio e a recristalização de alumínio com diferentes níveis de pureza**. 2009. Universidade de São Paulo. 2009.

[83] PORTER, D. A.; EASTERLING, K. . **Phase Transformation in Metals and Alloys**. [s.l.: s.n.].

[84] COMMITTEE, A. I. H. **ASM Handbook, Volume 4: Heat Treating** ASM International Materials Park, Ohio, USA, 1991. Disponível em: <<http://books.google.com.hk/books?id=eC-Zt1J4oCgC>>

[85] REED-HILL, R. E. **Princípios de metalurgia física**. 2ª Edição ed. [s.l.] Guanabara Dois, 1986.

[86] DARBAN, H.; MOHAMMADI, B.; DJAVANROODI, F. Effect of equal channel angular pressing on fracture toughness of Al-7075. **Engineering Failure Analysis**, v. 65, p. 1–10, 2016.

[87] HORITA, Z. et al. Improvement of mechanical properties for Al alloys using equal-channel angular pressing. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 117, n. 3, p. 288–292, Nov. 2001.

[88] SHAERI, M. H. et al. Effect of ECAP temperature on microstructure and mechanical properties of Al-Zn-Mg-Cu alloy. **Progress in Natural Science: Materials International**, v. 26, n. 2, p. 182–191, 2016.

[89] MAZURINA, I. et al. Microstructure development during equal channel angular extrusion of an Al-3%Cu alloy. **Materials Science Forum**, v. 503–504, p. 829–834, 2006.

[90] HYODO, A.; BOLFARINI, C.; ISHIKAWA, T. T. Chemistry and tensile properties of a recycled AA7050 via spray forming and ECAP/E. **Materials Research**, v. 15, n. 5, p. 739–748, Oct. 2012.