

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS**  
**Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas**

Denise Cristina Machado

**COMPORTAMENTO MECÂNICO, EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL E  
ESTABILIDADE TÉRMICA DA LIGA AL-3%MG PROCESSADA POR TORÇÃO  
SOB ALTA PRESSÃO EM DIFERENTES TEMPERATURAS**

Belo Horizonte

2022

Denise Cristina Machado

**COMPORTAMENTO MECÂNICO, EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL E  
ESTABILIDADE TÉRMICA DA LIGA AL-3%MG PROCESSADA POR TORÇÃO  
SOB ALTA PRESSÃO EM DIFERENTES TEMPERATURAS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas.

Orientador: Prof. Pedro Henrique R. Pereira.

Belo Horizonte

2022

M149c Machado, Denise Cristina.  
Comportamento mecânico, evolução microestrutural e estabilidade térmica da liga Al-3%Mg processada por torção sob alta pressão em diferentes temperaturas [recurso eletrônico] / Denise Cristina Machado. – 2022.  
1 recurso online (91 f.: il., color.): pdf.

Orientador: Pedro Henrique Rodrigues Pereira.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.

Bibliografia: f. 78-91.  
Exigências do sistema: Adobe Acrobat Reader.

1. Engenharia Metalúrgica - Teses. 2. Ligas de alumínio – Teses. 3. Torção – Teses. 4. Testes de dureza - Teses. 5. Metais – Propriedades plásticas – Teses. I. Pereira, Pedro Henrique Rodrigues. II. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. III. Título.

CDU: 669(043)



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS**  
**ESCOLA DE ENGENHARIA**  
Programa de Pós-Graduação em Engenharia  
Metalúrgica, Materiais e de Minas



A dissertação intitulada "**Comportamento Mecânico, Evolução Microestrutural e Estabilidade Térmica da Liga Al-3%Mg Processada por Torção sob Alta Pressão em Diferentes Temperaturas**", área de concentração: Metalurgia Física, apresentada pela candidata **Denise Cristina Machado**, para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas, foi aprovada pela comissão examinadora constituída pelos seguintes membros:

Dr. Pedro Henrique Rodrigues Pereira  
Orientador (UFMG)

Dra. Berenice Mendonça Gonzalez  
(UFMG)

Dr. Witor Wolf  
(UFMG)

Dra. Nayara Aparecida Neres da Silva  
(CEFET)

---

Coordenador do Programa de Pós-Graduação em  
Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas/UFMG

Belo Horizonte, 27 de outubro de 2022

## **DEDICATÓRIA**

Dedico essa conquista à minha família que me apoia e incentiva. Especialmente minha mãe Selma, minha avó Maria Clara, meu padrinho Marcelo e à estrela que lá do céu ilumina meus caminhos, meu avô e pai do coração Belchior.

## **AGRADECIMENTO**

A autora agradece a todos aqueles que, direta ou indiretamente, colaboraram na preparação deste trabalho e, em particular:

Agradeço a Deus pela oportunidade de estar finalizando este trabalho. À minha família pelo apoio incondicional, apesar de toda distância sempre se mantiveram presentes.

Ao meu orientador professor Dr. Pedro Henrique, pelo apoio, orientação e ajuda no meu crescimento profissional. Sempre disposto a compartilhar o conhecimento de forma generosa, paciente e excepcional. Agradeço por transmitir seu conhecimento, pelo incentivo na pesquisa, pelo cuidado, por todas as reuniões, pelas conversas e desabafos. Sou imensamente grata por ter vivido esta etapa da minha vida com um ser humano tão incrível. Muito obrigada por tudo!

A profa. Dra. Berenice, quem tenho enorme admiração e carinho, agradeço por todo ensinamento e exemplo de dedicação.

Aos meus colegas de pós-graduação, que se tornaram grandes amigos e me acompanharam durante esse processo: Igor, por toda parceria e aprendizagem mútua. Dircilene, Luana e Guilherme Ramos, por serem meu porto seguro nesta jornada. Athos, Darlan e Guilherme Stumpf, por sempre estarem presentes sendo meus conselheiros e parceiros de estudo. Priscila e Ricardo pelo companheirismo ao longo dos dias na sala da pós.

Aos doutorandos Natanael e Nayara pelo auxílio no desenvolvimento de alguns métodos e análises.

Aos técnicos Samuel, Leonardo e Patrícia, que sempre foram solícitos me ajudando nas análises e utilização dos equipamentos dos laboratórios.

Aos professores Witor, Eduardo, Brandão, Andréia, Roberto pelo conhecimento disseminado dentro e fora da sala de aula.

Aos professores Dr. Cetlin e Dra. Paula pela inestimável colaboração neste trabalho.

Ao Centro de Microscopia e ao professor Dagoberto pela utilização dos espaços para realização das minhas análises.

Ao órgão de fomento CAPES, ao PPGEM e a Cida por todo o apoio.

Agradeço também aos amigos de longa data que me acompanharam: Ludy, Taine, Naiane, Lidiane, Marcelo, João e Carol. Aos meus queridos e queridas da república Hipnose e “Povo de Deus”.

Às professoras Dra. Maria Aparecida (UFOP) e Dra. Kátia Novack (UFOP) por me apresentarem o mundo da pesquisa e sempre incentivarem a busca de novos conhecimentos.

À AMG Brasil, empresa que me ensinou tanto, onde pude aplicar os conhecimentos adquiridos neste trabalho. Agradeço a toda equipe da Anteligas, em especial meus estimados amigos: Thais, Mayara, Francisco, Carol, Roberto, Moacir e “meus meninos do laboratório”.

Agradeço também a minha atual empresa ArcelorMittal Piracicaba-SP e aos colegas que me acompanharam na etapa final deste trabalho.

## RESUMO

Os processos de Deformação Plástica Severa – *Severe Plastic Deformation* (SPD) são utilizados em materiais policristalinos com o objetivo de promover refino de grãos até atingirem tamanhos médios na ordem submicrométrica ( $<1 \mu\text{m}$ ). Consequentemente, técnicas de SPD são responsáveis por alterar propriedades físicas e mecânicas desses materiais, como o aumento da resistência mecânica e difusividade em baixas temperaturas. Dentre as técnicas de SPD destaca-se a Torção sob Alta Pressão – *High-Pressure Torsion* (HPT) por meio da qual são impostos esforços de compressão e torção em amostras na forma de discos, posicionados entre as duas matrizes do equipamento. Investigações recentes revelaram que metais processados por HPT na temperatura ambiente apresentam baixa estabilidade térmica devido à ocorrência de recristalização durante recozimento em temperaturas relativamente baixas. Experimentos foram conduzidos para examinar o efeito da temperatura de processamento na evolução da dureza, microestrutura e as propriedades de fluxo de uma liga de Al-3Mg recozida processada por torção de alta pressão (HPT) a 300 ou 450 K. Os resultados demonstram que o processamento HPT em temperatura ambiente (*RT*) leva a valores de microdureza mais altos com uma distribuição de dureza mais uniforme na liga de Al em comparação com o processamento a 450 K. Após 10 voltas HPT em *RT*, a microestrutura apresentou um refinamento de grão mais intenso, uma maior densidade de deslocamentos e precipitados de  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  menores do que após HPT a 450 K. Consequentemente, o metal processado em *RT* apresentou maior resistência em *RT* e exibiu consistentemente fluxo superplástico durante a deformação a 523 K, com alongamentos de tração de  $\sim 530\text{-}650\%$  para taxas de deformação de  $10^{-3}$  e  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Por outro lado, um alongamento máximo de  $\sim 110\%$ , foi registrado em 523 K na liga processada por HPT a 450 K. Esse comportamento é atribuído a uma estabilidade térmica aprimorada no metal processado em *RT* a 450 K, onde a deformação em 523 K levou ao início do crescimento anormal de grãos devido a uma distribuição mais dispersa de tamanhos de grãos, dissolução parcial e coalescência de precipitados de  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  após o processamento HPT.

Palavras-chave: Ligas de alumínio; dureza; torção de alta pressão; deformação plástica severa; estabilidade térmica.

## ABSTRACT

The Severe Plastic Deformation (SPD) processes are used in polycrystalline materials with the objective of promoting the refining of grains until they reach average sizes in the submicrometric order ( $<1 \mu\text{m}$ ). Consequently, SPD techniques are responsible for changing physical and mechanical properties of these materials such as increasing mechanical strength and diffusivity at low temperatures. Among the SPD techniques is High-Pressure Torsion (HPT), through which compressive and torsional stresses are imposed on specimens in the form of disks, positioned between the two dies of the equipment. Recent investigations have revealed that metals processed by HPT at room temperature exhibit poor thermal stability due to the occurrence of recrystallization during annealing at relatively low temperatures. Experiments were conducted to examine the effect of processing temperature on the hardness evolution, microstructure, and the flow properties of an annealed Al-3Mg alloy processed by high-pressure torsion (HPT) at either 300 or 450 K. The results demonstrate that HPT processing at room temperature (*RT*) leads to higher microhardness values with a more uniform hardness distribution in the Al alloy compared with processing at 450 K. After 10 HPT turns at *RT*, the microstructure displayed a more intense grain refinement, a higher dislocation density and smaller  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  precipitates than after HPT at 450 K. Accordingly, the metal processed at *RT* showed enhanced strength at *RT* and consistently exhibited superplastic flow during deformation at 523 K, with tensile elongations of  $\sim 530\text{-}650\%$  for strain rates from  $10^{-3}$  to  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Conversely, a maximum elongation of  $\sim 110\%$  was recorded at 523 K in the alloy processed by HPT at 450 K. This behaviour is attributed to an enhanced thermal stability in the metal processed at *RT* compared with HPT at 450 K where deformation at 523 K led to the onset of abnormal grain coarsening due to a more disperse distribution of grain sizes and the partial dissolution and coalescence of  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  precipitates after HPT processing.

Keywords: Aluminium alloys; Hardness; High-pressure torsion; Superplasticity; Thermal stability.

## LISTA DE FIGURAS

- Figura 2.1 - Ilustração esquemática da instalação de HPT mostrando a incorporação de um sistema de aquecimento. Adaptado (KAI; HORITA; LANGDON, 2008a)..... 24
- Figura 2.2 – Matrizes de HPT não restringido (a), restringido (b) e semi-restringido (c). Adaptado (HOHENWARTER *et al.*, 2009b). ..... 25
- Figura 2.3 - Evolução da microdureza no Al de alta pureza processado por 1 (a), 3 (b) e 5 (c) voltas de HPT à temperatura ambiente. Adaptado (XU; HORITA; LANGDON, 2007).... 28
- Figura 2.4 - Evolução da microdureza ao longo da espessura de discos de Al de alta pureza processados por até 20 voltas de HPT. Adaptado (KAWASAKI; FIGUEIREDO; LANGDON, 2012). ..... 29
- Figura 2.5 - Parâmetro de rede em função da fração percentual em massa de Mg em solução sólida. Adaptado (GUBICZA; CHINH; *et al.*, 2004)..... 32
- Figura 2.6 - Microestruturas após deformação à temperatura ambiente para o Al puro comprimido por até  $\epsilon \sim 0,05$  (a) e 0,2 (b) ou processado por 8 passes de ECAP (c). E para a liga Al-3%Mg comprimida até  $\epsilon \sim 0,05$  (d) e 0,2 (e) ou processada por 8 passes de ECAP (f). Adaptado (GUBICZA; CHINH; *et al.*, 2004). ..... 32
- Figura 2.7 - Variação dos valores de microdureza Vickers ao longo dos diâmetros dos discos após o processamento HPT para diferentes números de voltas em uma liga Al-3%Mg: a linha tracejada inferior indica os valores de microdureza antes do processamento. Adaptado (LEE, HAN JOO *et al.*, 2016). ..... 35
- Figura 2.8 - Micrografias da liga Al-3%Mg processada por ECAP e recozida em diferentes temperaturas e tempos. As imagens à esquerda foram obtidas por MEV após recozimento por 1 h à 150°C (a), recozimento por 1 h à 200°C (b), recozimento por 15 min à 250 °C (c) ou recozimento por 1 h à 250 °C (d-e). As imagens à direita foram obtidas por MET após recozimento por 1 h à 200°C (f-h) Adaptado (MORRIS; MUN, 2002)..... 37
- Figura 2.9 - Tamanho do grão versus temperatura de recozimento para amostras recozidas por uma hora após ECAP através de 4, 6 ou 8 passes. Adaptado (LEE, S. *et al.*, 2002). ... 39
- Figura 2. 10 - Curvas tensão x deformação para a liga Al-1% Mg recozida, após 10 voltas de HPT e após 10 voltas de HPT e recozidas em 423, 473 e 523 K. As taxas de deformação inicial dos testes de tração realizados foram  $1,0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (a),  $1,0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (b) e  $1,0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  (c). Adaptado (ANDREAU *et al.*, 2014a). ..... 41
- Figura 2.11 - Tamanho do grão em função da temperatura de recozimento da liga Al-3%Mg-0,2%Sc processada por 10 voltas de HPT por 6.0 GPa, por 300 K e por 450 K. Após o processo as ligam foram recozidas por 1 hora a temperaturas de 423 a 773 K, em condições idênticas. Adaptado [47]. ..... 42

Figura 2.12 - Estruturas de grão de a liga Al-3%Mg-0.2Sc processada por HPT a 300 K, recozido por 1 h em (a) 573, (b) 623 e (c) 773 K, avaliadas por OIM/EBSD. Adaptado de Pereira <i>et al.</i> , (2017a). .....	44
Figura 2.13 - Estruturas de grão de a liga Al-3%Mg-0.2Sc processada por HPT a 450 K, recozido por 1 h em (a) 573, (b) 623 e (c) 773 K, avaliadas por OIM/EBSD. Adaptado de Pereira <i>et al.</i> , (2017b). .....	45
Figura 2.14 – Curvas de DSC normalizadas à massa da amostra após a subtração da linha de base para as amostras deformadas por 0,5 e 15 voltas (a). Tamanho médio do cristalito, <i>x̄</i> e a densidade de deslocações, $\rho$ , da liga deformada por 15 voltas. ....	46
Figura 2.15 - Amostras da liga Al-3%Mg-0.2Sc processadas através de 10 voltas de HPT a 300 K (a) e 450 K (b) e posteriormente submetidas à falha em 523 K. Adaptado (PEREIRA, PEDRO HENRIQUE R.; HUANG; LANGDON, 2017b). .....	48
Figura 3.1 - Esquema da Metodologia utilizada.....	49
Figura 3.2 - Ilustração esquemática do procedimento para as medições de microdureza ao longo do diâmetro, separadas por 0,3 mm, em uma amostra de um quarto após o processamento por HPT. Adaptado (KAWASAKI; LANGDON, 2008).....	53
Figura 4.1 – Variação da microdureza Vickers registada nas posições de seção média com distância do centro dos discos Al-3Mg processados por HPT em (a) 300 ou (b) 450 K. ...	55
Figura 4.2 – Padrões XRD para a liga Al-3Mg processada por HPT a (a) 300 ou (b) 450 K..	56
Figura 4.3 – (a) Tamanho dos cristais e (b) densidade de deslocações em função do número de voltas dos discos de Al-3Mg processados por HPT em 300 ou 450 K.....	58
Figura 4.4 – Imagens TEM e padrões SAED correspondentes mostrando grãos e estruturas de deslocações da liga Al-3Mg processados por 10 voltas de HPT a (a) 300 ou (b) 450 K. ....	59
Figura 4.5 – Imagens TEM revelando a presença de precipitados para a liga Al-3Mg processada por 10 voltas de HPT a (a e b) 300 ou (c e d) 450 K. ....	61
Figura 4.6 – Curvas de tensão de engenharia vs. curvas de tensão de engenharia para a liga Al-3Mg processada por HPT a 300 ou 450 K e testada posteriormente em tensão a $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e 300 K. ....	63
Figura 4.7 – (a) Tensão real vs tensão real e (b) tensão real em $\epsilon = 0,1$ vs curvas de taxa de deformação da liga Al-3Mg processada por HPT a 300 ou 450 K e subsequentemente testada à tração a 523 K usando taxas de deformação de $1.0 \times 10^{-2}$ , $3.3 \times 10^{-3}$ e $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ...	63
Figura 4.8 – Forma das amostras da liga Al-3Mg processadas através de 10 voltas de HPT a 300 ou 450 K e subsequentemente puxadas para a falha a 523 K.....	65
Figura 4.9 – Imagens SEM tiradas ao longo da área de medição de amostras de Al-3Mg processadas através de 10 voltas de HPT a (a e b) 300 ou (c e d) 450 K e testadas posteriormente em tensão a 523 K a taxas de deformação de $10^{-3}$ e $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .....	67

Figura 5.1 - Microdureza Vickers em função da tensão equivalente para a liga Al-3Mg processada por HPT a 300 ou 450 K. ....	69
Figure 5.2 - Microdureza Vickers em função de $L - 1/2$ para ligas de Al-Mg com composições semelhantes sujeitas a qualquer HPT (DOBATKIN <i>et al.</i> , 2006; LIU, MANPING P. <i>et al.</i> , 2013; SAKAI, GENKI; HORITA; LANGDON, 2005; WANG, J. <i>et al.</i> , 1996), ECAP (DÁM; LEJČEK; MICHALCOVÁ, 2013; FURUKAWA, MINORU <i>et al.</i> , 1998; TAŃSKI <i>et al.</i> , 2017) e ARB (REZA TOROGHINEJAD; ASHRAFIZADEH; JAMAATI, 2013) em diferentes condições de processamento. ....	72
Figura 5.3 - Temperatura e granulometria compensada em função da tensão normalizada para a liga Al-3Mg processada por HPT a 300 K e testada em tensão a 523 K: a linha sólida exhibe a previsão teórica de fluxo superplástico.....	74

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Parâmetro de rede,  $a$ , concentração de Mg em solução sólida e parâmetros microestruturais determinados a partir de DRX para a mistura de pós de Al e Mg com composição nominal de Mg de 6 % em massa processada por diferentes períodos (a) e pós com diferentes teores iniciais de Mg (b). Adaptado (GUBICZA; KASSEM; *et al.*, 2004).30

Tabela 2.2 – Parâmetros obtidos por meio do refinamento pelo CMWP para a liga Al-5.9Mg-0.3%Sc-0.18%Zr processada por HPT à 4 GPa. Adaptado (FÁTAY *et al.*, 2003).  
..... 34

Tabela 2.3 - Tamanho médio de grão e desvio padrão para a liga Al-3%Mg após HPT por 0,5, 1, 5 e 10 voltas. Adaptado (LEE, HAN JOO *et al.*, 2016). ..... 34

## LISTA DE NOTAÇÕES

$\sigma_y$  – Tensão de escoamento

$\sigma_0$  – Tensão de atrito na Equação de Hall-Petch

$\dot{\epsilon}$  – Taxa de deformação

$\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$  – Microdeformação

$\epsilon_{eq}$  – Deformação equivalente de Von Mises

$k_y$  – Constante do material na Equação de Hall-Petch

$\langle x \rangle_{\text{área}}$  – Tamanho de Cristalito

$\rho$  – Densidade de deslocações

$Y_s$  – Energia de superfície dos contornos

$2\theta$  – Ângulos de varredura da análise por DRX

$d$  – Tamanho de grão

$N$  – Número de voltas

$R$  – Constante universal dos gases

$h$  – Espessura da amostra de HPT

$T_H$  – Temperatura homóloga

$Z$  – Parâmetro de Zener-Hollomon

$Q$  – Energia de ativação para deformação plástica

$T$  – Temperatura

$T_{amb}$  – Temperatura ambiente

$t$  – Tempo

$q$  – Parâmetro que descreve o caráter médio das deslocações

$a$  – Parâmetro de rede

$P_c$  – Pressão motriz para ancoramento de Zener

$P_d$  – Pressão motriz para relacionada às deslocações

$P_g$  – Pressão motriz para relacionada aos contornos de grãos

$r_p$  – Raio médio dos precipitados

$f_p$  – Fração volumétrica dos precipitados

$G$  – Módulo de Cisalhamento

$b$  – Módulo do Vetor de Burgers

## LISTA DE SIGLAS

- CAAD – Contorno de Alto Ângulo de Desorientação
- CBAD – Contorno de Baixo Ângulo de Desorientação
- CMWP – *Convolutional Multiple Whole Profile* (Método de Ajustes Múltiplos de Perfis)
- DRX – Difração de Raios-X
- DSC – *Differential Scanning Calorimetry* (Calorimetria Exploratória Diferencial)
- EBSD – *Electron Backscatter Diffraction* (Difração de Elétrons Retroespalhados)
- ECAP – *Equal-Channel Angular Pressing* (Pressão Angular em Canais Iguais)
- EFE – Energia de Falha de Empilhamento
- HPT – *High-Pressure Torsion* (Torção sob Alta Pressão)
- MA – *Mechanical alloying* (Mistura mecânica)
- MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura
- MET – Microscopia Eletrônica de Transmissão
- MWP – *Multiple Whole Profile* (Método de Ajustes Múltiplos)
- OIM – *Orientation Imaging Microscopy* (Orientação de Imagem pelo Microscópio)
- SPD – *Severe Plastic Deformation* (Deformação Plástica Severa)
- UFG – *Ultrafine-grained* (que possui grãos ultrafinos)

## SUMÁRIO

RESUMO .....	8
ABSTRACT .....	9
LISTA DE FIGURAS .....	10
LISTA DE TABELAS .....	13
LISTA DE NOTAÇÕES .....	14
LISTA DE SIGLAS .....	15
INTRODUÇÃO.....	18
1.1 MOTIVAÇÃO .....	18
1.2 OBJETIVOS .....	21
Objetivo Geral .....	21
Objetivos Específicos .....	21
1.3 JUSTIFICATIVA .....	22
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	23
2.1 Deformação plástica severa – SPD .....	23
2.2 Processamento de ligas de alumínio por SPD .....	27
2.3 Estabilidade térmica de metais com grãos ultrafinos.....	36
3 METODOLOGIA.....	49
3.1 Material .....	49
3.2 Processamento por HPT.....	50
3.3 Difração de Raios X - DRX.....	50
3.4 Ensaio de Microdureza .....	52
3.5 Microscopia Eletrônica de Transmissão - MET .....	53
3.6 Ensaio de Microtração .....	53
3.7 Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV.....	54
4 RESULTADOS EXPERIMENTAIS .....	55
4.1 Variação da Microdureza.....	55

4.2	Evolução microestrutural .....	56
4.3	Propriedades de tração e microestrutura após ensaio .....	62
5	DISCUSSÃO .....	68
5.1	O efeito da temperatura de processamento na resistência mecânica das ligas de Al-Mg .....	68
5.2	Superplasticidade e estabilidade microestrutural em ligas de Al-Mg.....	73
6	CONCLUSÕES .....	77
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	79

## INTRODUÇÃO

### 1.1 MOTIVAÇÃO

Procedimentos de Deformação Plástica Severa (SPD) têm sido amplamente utilizados para produzir metais com grãos ultrafinos ( $<1 \mu\text{m}$ ) (LANGDON, TERENCE G., 2013; VALIEV, R. Z.; ISLAMGALIEV; ALEXANDROV, 2000) e, portanto, excelentes capacidades de carga em baixas temperaturas homólogas devido ao reforço Hall-Petch (HALL, 1951; PETCH, 1953). Apesar da grande variedade de métodos SPD, a torção de alta pressão (HPT) (EDALATI; HORITA, 2016; ZHILYAEV, ALEXANDER P.; LANGDON, 2008) é um procedimento importante, pois requer um aparato experimental relativamente simples (HOHENWARTER *et al.*, 2009a; PEREIRA, PEDRO HENRIQUE R.; FIGUEIREDO, 2019) e permite a imposição de altas pressões compressivas hidrostáticas concomitantemente com a torção de deformação sob o controle da temperatura de processamento (EDALATI *et al.*, 2018; PEREIRA, P. H.R. *et al.*, 2014; PEREIRA, PEDRO HENRIQUE R. *et al.*, 2014; PEREIRA, PEDRO H.R. *et al.*, 2017a). No processamento por HPT, utilizou-se matrizes semi-restringida, configuração do HPT mais comumente empregada, na qual as amostras são acomodadas de maneira a dificultar o fluxo plástico radial (FIGUEIREDO *et al.*, 2012; FIGUEIREDO; CETLIN; LANGDON, 2011). As amostras em forma de discos foram inseridas no interior das matrizes, sendo comprimidas e severamente deformadas pela imposição de tensões de torção através da rotação da matriz superior ou inferior.

A alta energia interna armazenada em metais processados por HPT devido às suas altas densidades de deslocamentos e contornos de grão aumenta a suscetibilidade das microestruturas a sofrer recristalização incipiente em temperaturas relativamente baixas (WANG, J. *et al.*, 1996; WANG, JINGTAO *et al.*, 1996) Portanto, diferentes estratégias têm sido realizadas para melhorar a estabilidade microestrutural de materiais processados por SPD, como (i) o desenvolvimento de ligas contendo elementos que se originam como precipitados nanométricos durante o aquecimento (DUAN *et al.*, 2015; HASEGAWA *et al.*, 1999; KOMURA, S *et al.*, 2000; RØYSET; RYUM, 2005), (ii) a aplicação de procedimentos SPD elevadas temperaturas de processamento (ABRAMOVA; ENIKEEV, 2015; DOBATKIN *et al.*, 2016; GHOSH; RENK; PIPPAN, 2017; PEREIRA, P. H.R.; HUANG; LANGDON,

2017; PEREIRA, PEDRO HENRIQUE R.; HUANG; LANGDON, 2017a), (iii) o uso de deformação cíclica com amplitudes de deformação baixas (ALVES FLAUSINO *et al.*, 2022; FLAUSINO *et al.*, 2019, 2020) e (iv) a formação de partículas nanométricas e segregação de soluto nos contornos de grão concomitantemente com deformação em microestruturas com fases secundárias antes do processamento (ABDELJAWAD; FOILES, 2015; DE OLIVEIRA *et al.*, 2021; DEVARAJ *et al.*, 2019; SAUVAGE; DUCHAUSSOY; ZAHER, 2019; SHA *et al.*, 2011; ZHANG; JIN; TRIMBY; LIAO; MURASHKIN; VALIEV; LIU; *et al.*, 2019).

As adições de escândio em ligas de Al aumentam a estabilidade das matrizes de Al durante o aquecimento devido à formação de dispersóides Al<sub>3</sub>Sc (JONES; HUMPHREYS, 2003; MARQUIS; SEIDMAN, 2001), conseqüentemente, as ligas de Al-Mg-Sc processadas por SPD podem reter grãos ultrafinos em temperaturas adequadas para atingir o fluxo superplástico ideal (DÁM; LEJČEK; MICHALCOVÁ, 2013; KOMURA, S *et al.*, 2000, 2001; LIU, F. C.; MA, 2008; MÁLEK *et al.*, 2007; MIKHAYLOVSKAYA *et al.*, 2016; PEREIRA, P. H.R.; HUANG; LANGDON, 2015, 2017; PEREIRA, PEDRO H.R. *et al.*, 2017b). Foi demonstrado que após o processamento através de 8 passes por Pressão Angular em Canais Iguais – *Equal-Channel Angular Pressing (ECAP)* à temperatura ambiente (RT) uma liga Al-3Mg-0,2Sc alcançou um alongamento máximo de ~2580% a 723 K para uma taxa de deformação de  $3,3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (KOMURA, S *et al.*, 2001). Além disso, o alongamento recorde de ~4100% foram alcançados na liga Al-5Mg-0,2Sc-0,08Zr processada por 10 passes de ECAP a ~600 K, embora essa condição de processamento tenha levado a tamanhos de grão maiores do que para materiais processados por ECAP em RT (AVTOKRATOVA *et al.*, 2012; SITDIKOV, O. *et al.*, 2008; SITDIKOV, O. SH; AVTOKRATOVA; BABICHEVA, 2010).

A influência da temperatura de processamento nas propriedades de fluxo e estabilidade térmica das ligas Al-Mg-Sc também foi examinada após o processamento HPT (DOBATKIN *et al.*, 2006; PEREIRA, P. H.R.; HUANG; LANGDON, 2017; PEREIRA, PEDRO HENRIQUE R.; HUANG; LANGDON, 2017b, a). Foi demonstrado que a aplicação desta técnica a 300 ou 450 K promove maior refinamento de grão em comparação com ECAP e permite a obtenção de superplasticidade de baixa temperatura com alongamentos maiores do que após ECAP para espécimes de tração em miniatura

comparáveis (GHOSH; RENK; PIPPAN, 2017; PEREIRA, P. H.R.; HUANG; LANGDON, 2015; PEREIRA, PEDRO H.R. *et al.*, 2017b)

O processamento HPT pode levar à fragmentação e dissolução parcial de grandes fases secundárias em ligas de Al (MOHAMMADI *et al.*, 2021; XU *et al.*, 2003). Isso também pode ser seguido por segregação de soluto nos contornos de grão e/ou precipitação de nanopartículas concomitantemente com deformação (LIDDICOAT *et al.*, 2010; XUE, KE MIN *et al.*, 2019; ZHANG; JIN; TRIMBY; LIAO; MURASHKIN; VALIEV; LIU; *et al.*, 2019; ZHANG; JIN; TRIMBY; LIAO; MURASHKIN; VALIEV; SHA, 2019). Essas características microestruturais demonstram um potencial para melhorar a estabilidade microestrutural de ligas de Al devido à estabilização do contorno de grão (DEVARAJ *et al.*, 2019; HOHL *et al.*, 2021; KOJU; MISHIN, 2020; PUN *et al.*, 2017) e, assim, permitem a obtenção de ductilidades superplásticas em ligas comercialmente disponíveis sem a adição de elementos caros.

Assim, a presente pesquisa foi projetada especificamente para investigar o efeito da temperatura de processamento na evolução microestrutural, endurecimento e propriedades superplásticas de uma liga Al-3Mg processada por HPT a 300 ou 450 K. Para aumentar a estabilidade microestrutural através do desenvolvimento de partículas fragmentadas de segunda fase, a liga de Al foi recozida antes do processamento HPT.

## 1.2 OBJETIVOS

### Objetivo Geral

Examinar o comportamento mecânico e evolução microestrutural da liga Al-3%Mg (% em massa) processada por HPT em diferentes temperaturas homólogas e avaliar o efeito das diferentes condições de processamento em sua estabilidade térmica.

### Objetivos Específicos

- Examinar a homogeneidade e evolução microestrutural por meio de medições de dureza e microscopia eletrônica para a liga Al-3%Mg processada por HPT nas temperaturas de 300 e 450 K por diferentes números de voltas.
- Estimar a densidade de deslocamentos dos materiais deformados por HPT à 300 e 450 K em diferentes condições e comparar as características obtidas para as temperaturas de processamento escolhidas.
- Analisar a evolução microestrutural da liga Al-3%Mg processada por 10 voltas de HPT à 300 K e 450 K por meio de ensaio de tração realizado em diferentes taxas e temperaturas, sendo posteriormente comparado com os valores obtidos na literatura para verificar a estabilidade dos grãos.

### 1.3 JUSTIFICATIVA

Pesquisas são realizadas constantemente para aprimorar propriedades de ligas, buscando expandir suas aplicações. O alumínio é um metal leve, porém com baixa resistência mecânica. Ao ser processado por SPD, sua microestrutura é intensamente refinada atingindo tamanhos de grão na ordem submicrométrica (LANGDON, TERENCE G., 2013). A adição de Mg em solução sólida em uma matriz de Al contribui para o aumento da resistência mecânica em ligas Al-Mg juntamente com o nível de refino de grão após deformação plástica severa (GUBICZA; CHINH; *et al.*, 2004). No entanto, ligas Al-Mg deformadas por ECAP e HPT na temperatura ambiente apresentam estabilidade térmica insuficiente e recristalizam em temperaturas relativamente baixas por apresentarem elevada densidade de defeitos cristalinos na forma de deslocamentos e contornos de grão/subgrão (WANG, J. *et al.*, 1996) e (LEE, HAN JOO *et al.*, 2016). Portanto, este trabalho busca investigar estratégias para melhorar a estabilidade microestrutural da liga Al-3%Mg processada por HPT utilizando temperaturas de processamento mais elevadas para assim diminuir seu potencial termodinâmico de recristalização e reter os benefícios do refinamento estrutural em condições de serviço no qual o material será, eventualmente, exposto a altas temperaturas.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Deformação plástica severa – SPD

Os processos de deformação plástica severa - *Severe Plastic Deformation* (SPD) consistem na aplicação de elevadas deformações em sólidos massivos, visando a produção de materiais com grãos ultrafinos cujo tamanho médio é inferior a 1  $\mu\text{m}$ . Esses esforços podem aprimorar características dos materiais tais como a resistência mecânica (HUANG, YI; LANGDON, 2013). Existem relatos do uso de SPD na história antiga: fabricação de espadas na China e Japão, desenvolvimento do aço “*wootz*” e produção do aço damasco no Oriente Médio. Entretanto, esse conhecimento desenvolvido na Ásia foi perdido na metade do século XVIII (LANGDON, TERENCE G., 2013).

As técnicas mais comuns de SPD são Pressão Angular em Canais Iguais - *Equal-Channel Angular Pressing* (ECAP) e Torção sob Alta Pressão - *High-Pressure Torsion* (HPT). Na primeira, um tarugo é submetido a cisalhamento simples ao ser pressionado por um êmbolo através de canais que se interceptam com uma determinada angulatura (VALIEV, RUSLAN Z.; LANGDON, 2006). Já no HPT, uma amostra em forma de disco, é colocada entre duas matrizes que impõe no material esforços de compressão e torção simultâneos (ZHILYAEV, ALEXANDER P.; LANGDON, 2008). Ambos os processos promovem refino de grão superior aos processos convencionais de conformação mecânica: laminação, extrusão, forjamento, etc.

Estudos anteriores apontaram vantagens importantes em relação ao HPT, evidenciando que este processo exhibe um maior refinamento em comparação com o ECAP (FURUKAWA, M. *et al.*, 1996). Foi apresentado também maior facilidade na montagem do processo, permitindo o controle de temperatura, pressão e taxa de deformação efetiva nas amostras (ZHILYAEV, A P *et al.*, 2003). Além disso, este processo permitiu a possibilidade de processar materiais frágeis devido à imposição de elevadas pressões hidrostáticas (HUANG, YI *et al.*, 2012). A principal desvantagem do HPT em relação ao ECAP se dá pelo tamanho das amostras, que são muito pequenas, limitando a aplicação. Seria necessário o uso de equipamentos bem mais robustos, com potências nominais superiores às das máquinas geralmente utilizadas em laboratórios ao redor do mundo, para processar amostras com dimensões comparáveis a peças forjadas (HOHENWARTER *et al.*, 2009a)

Pesquisas utilizando o processamento por HPT iniciaram-se entre as décadas de 30 e 40, porém a utilização da técnica para refino estrutural foi reconhecida décadas depois, uma vez que se fazia necessário maiores resoluções, alcançadas por meio de microscopia eletrônica, para visualização das microestruturas obtidas (LANGDON, TERENCE G., 2013). Seu princípio de funcionamento é representado esquematicamente na Figura 2.1, por meio de uma seção transversal, onde tem-se o disco de HPT e as matrizes superior e inferior (KAI; HORITA; LANGDON, 2008a). No processamento por HPT um disco fino, normalmente com 10 mm de diâmetro, é inicialmente colocado entre duas matrizes. Estas matrizes pressionam os discos com uma pressão nominal,  $P$ , enquanto uma das matrizes gira a uma dada velocidade de rotação (EDALATI; HORITA, 2016) .

O processamento por HPT inicialmente realizado em temperatura ambiente, também pode ser realizado em temperaturas elevadas (PEREIRA, PEDRO HENRIQUE R.; HUANG; LANGDON, 2017a). Neste caso, como ilustrado na Figura 2.1, deve-se utilizar resistências para o aquecer o conjunto, disco e matrizes, e um termopar de controle, visando garantir a constância da temperatura da amostra durante o processo (KAI; HORITA; LANGDON, 2008a).

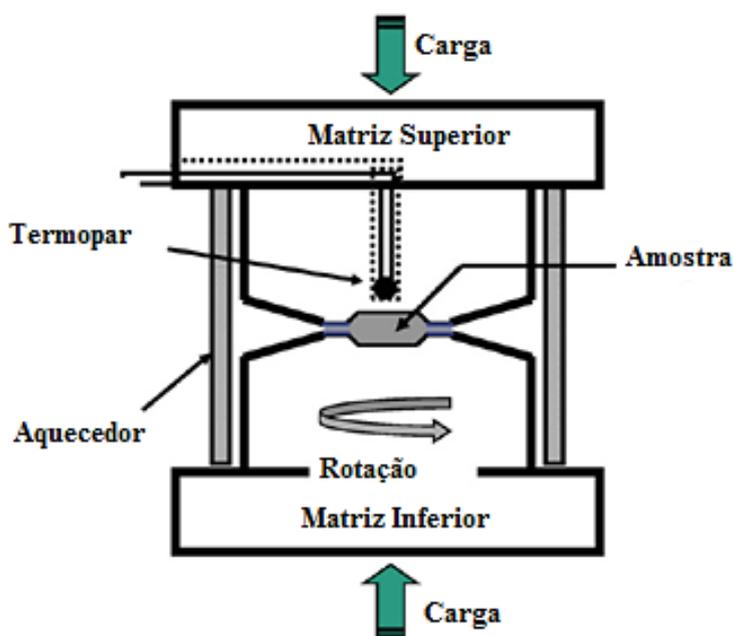


Figura 2.1 - Ilustração esquemática da instalação de HPT mostrando a incorporação de um sistema de aquecimento. Adaptado (KAI; HORITA; LANGDON, 2008a).

Existem três tipos configurações diferentes para o HPT, dependentes da geometria das matrizes e do grau de restrição do fluxo lateral durante o processamento. Desta forma, o HPT é classificado como restringido, semi-restringido e não restringido como representado na Figura 2.2 (HOHENWARTER *et al.*, 2009b). No processo não restringido, Figura 2.2 (a), as matrizes não oferecem barreiras mecânicas ao escoamento radial, em contraste com a condição restringida, Figura 2.2 (b), onde o fluxo lateral é impedido por um componente tubular.

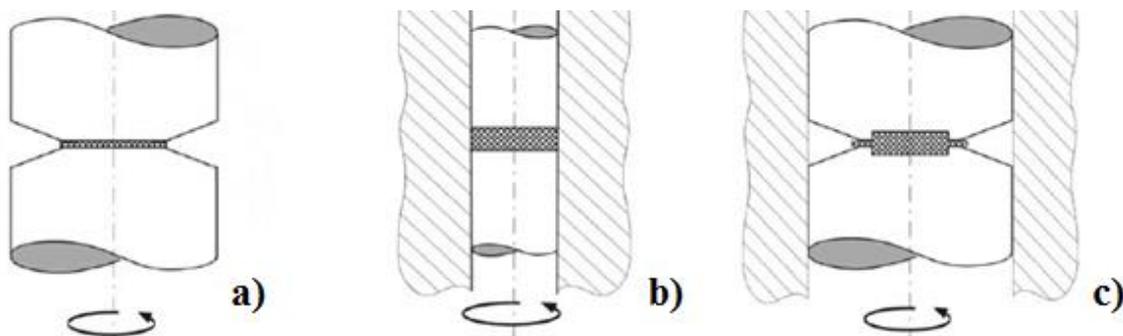


Figura 2.2 – Matrizes de HPT não restringido (a), restringido (b) e semi-restringido (c). Adaptado (HOHENWARTER *et al.*, 2009b).

Na condição semi-restringida, Figura 2.2b, configuração do HPT mais comumente empregada, os discos são acomodados em cavidades situadas nas superfícies das matrizes dificultando o fluxo plástico radial. A profundidade das cavidades somadas, deve ser menor que a espessura da amostra para impedir o contato e desgaste das matrizes durante o processamento (HOHENWARTER *et al.*, 2009b).

A deformação equivalente de Von Mises,  $\varepsilon_{eq}$ , imposta nos discos em decorrência do processamento por HPT é expressa pela seguinte equação (WETSCHER *et al.*, 2004):

$$\varepsilon_{eq} = \frac{2\pi Nr}{h\sqrt{3}} \quad (2.1)$$

onde  $N$  é o número de voltas de HPT,  $r$  é a distância radial medida a partir do centro do disco e  $h$  é a espessura inicial da amostra. A Equação 2.1 apresenta que a deformação equivalente é diretamente proporcional ao número de voltas e é maior nas regiões mais próximas à periferia dos discos. No entanto, como o processamento por HPT promove refino de grão até uma dimensão de equilíbrio após alcançado um nível crítico de deformação, torna-se

possível a obtenção de microestruturas razoavelmente uniformes, ainda que a distribuição de deformação ao longo do diâmetro dos discos seja inerentemente heterogênea (ZHILYAEV, A P *et al.*, 2003) e (XU; HORITA; LANGDON, 2008).

## 2.2 Processamento de ligas de alumínio por SPD

O alumínio é um metal leve e abundante na crosta terrestre e essas características têm motivado estudos com o intuito de substituir materiais mais densos, como ligas de aço, em componentes de veículos por ligas de alumínio. Esta substituição prevê a redução do consumo de energia na indústria de transportes (HIRSCH, 2014). Desta maneira, há um grande interesse no desenvolvimento de ligas de Al com propriedades mecânicas adequadas para aplicações estruturais como alta resistência mecânica e boa ductilidade (LANGDON, TERENCE G., 2013).

Ao longo do desenvolvimento dos processos por SPD, foram avaliados materiais comercialmente puros e suas ligas com diferentes proporções de elementos químicos. O processamento do alumínio e suas ligas por SPD na temperatura ambiente tem sido bem-sucedido no tocante à produção de metais com grãos ultrafinos (SABIROV; MURASHKIN; VALIEV, 2013). O refino de grão por SPD proporciona o aumento da resistência mecânica das ligas de alumínio como previsto pela equação de Hall-Petch (HALL, 1951; PETCH, 1953) proporcionando também o aumento de sua difusividade.

Xu e colaboradores (XU; HORITA; LANGDON, 2007) compararam a microdureza do Al com pureza igual a 99,99 % recozidos a 773 K, condição inicial e, em seguida, processados por 1, 3 e 5 voltas de HPT à temperatura ambiente. A microdureza foi medida ao longo de toda a área disco, sendo os resultados plotados em forma de mapas de cores como mostrado na Figura 2.3. A amostra recozida apresentou microdureza homogênea de  $\sim 25 HV$ . Ao analisar os resultados da Figura 2.3, observam-se valores assimétricos na distribuição da dureza. Em 1 volta, Figura 2.3 (a), a microdureza é de  $\sim 50 HV$  no centro e  $\sim 40 HV$  na borda. Essa região de maior dureza é reduzida depois de 3 voltas, apresentando  $\sim 45 HV$ , já nas bordas os valores permanecem semelhantes à volta anterior, Figura 2.3 (b). Com 5 voltas, a microdureza alcança  $\sim 40 HV$  nas regiões central e periférica, Figura 2.3 (c). Nota-se então, que microdureza após o processo por HPT é superior ao estado inicial, e torna-se homogênea à medida que se aumentou o número de voltas durante processamento. Um dos principais fatores para o desenvolvimento da homogeneidade no HPT se deve à quantidade de deformação imposta, representada pelo número de voltas correspondentes (XU; HORITA; LANGDON, 2007).

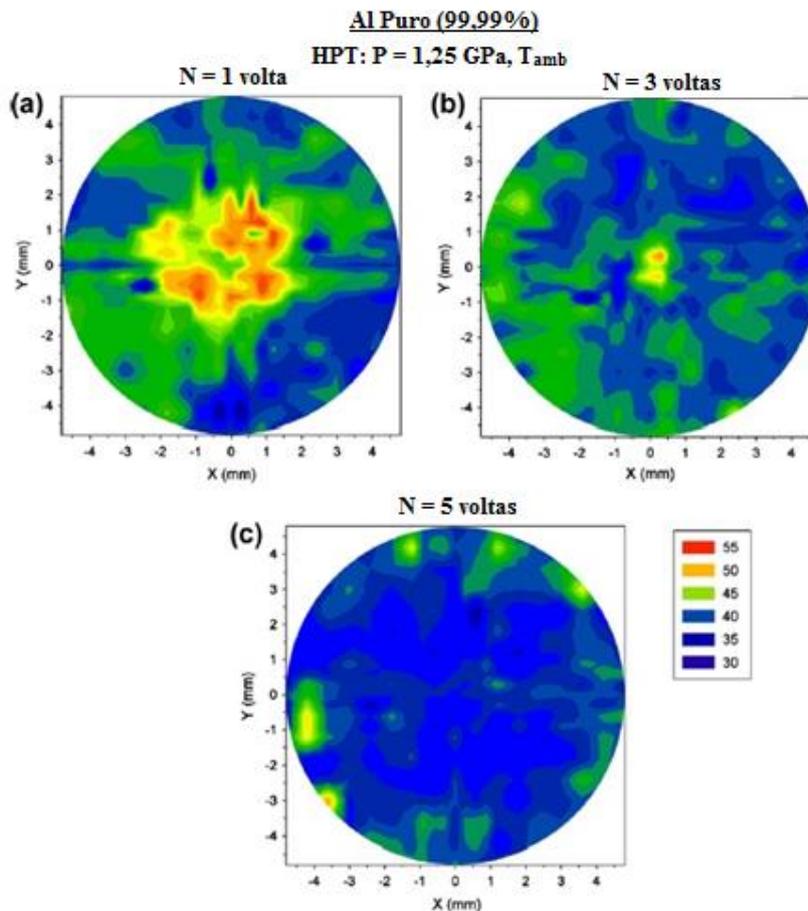


Figura 2.3 - Evolução da microdureza no Al de alta pureza processado por 1 (a), 3 (b) e 5 (c) voltas de HPT à temperatura ambiente. Adaptado (XU; HORITA; LANGDON, 2007).

Além da investigação da microdureza no Al puro na seção longitudinal dos discos de HPT, sua evolução também foi analisada ao longo de suas espessuras, utilizando mapas de cores, como apresentado na Figura 2.4. Nos estágios iniciais do processamento por HPT,  $\frac{1}{4}$  e  $\frac{1}{2}$  de volta, verifica-se variações na microdureza Vickers ao longo do raio dos discos, com valores entre  $\sim 40$  HV no centro,  $\sim 50$  HV ao longo do disco até  $\sim 40$  HV na periferia. Em 1 volta, observa-se  $\sim 45$  HV centro e  $\sim 35$  HV na borda, com menor variação de dureza ao longo do raio. Após 5 voltas é atingido  $\sim 40$  HV e  $\sim 35$  HV nas regiões central e periférica, respectivamente. Os valores de dureza no Al puro tornam-se homogêneos ao longo do raio e da espessura após 20 voltas, com  $\sim 35$  HV, evidenciando a possibilidade de atingir homogeneidade na propriedade. Analisando o mapa de cores dos gráficos, nota-se que não há variações significativas da microdureza na direção da espessura dos discos (KAWASAKI; FIGUEIREDO; LANGDON, 2012).

Tendências semelhantes em relação a evolução estrutural foram relatadas também para o Mg (EDALATI *et al.*, 2011) e Zn de altas purezas (EDALATI; HORITA, 2011). No caso do Al de alta pureza foi indicada a hipótese de que o amaciamento, após um número crítico de voltas de HPT, estaria relacionado com sua alta energia de falha de empilhamento (EFE) que facilitaria a recuperação dinâmica (KAWASAKI; FIGUEIREDO; LANGDON, 2012). Já estudos mais recentes sugerem que uma mudança do mecanismo de deformação no Al, de deslizamento de deslocações para escorregamento de contornos seria uma razão mais provável para a queda da dureza após um número crítico de voltas de HPT (WANG, CHUAN TING; HE; LANGDON, 2020).

Buscando melhorar propriedades mecânicas por meio da intensificação do refino dos grãos de alumínio após o processamento por SPD, utiliza-se a adição de elementos de liga em suas composições. O acréscimo de Mg, por exemplo, reduz a EFE e promove o aumento do parâmetro de rede ( $a$ ) deste material (GUBICZA; KASSEM; *et al.*, 2004).

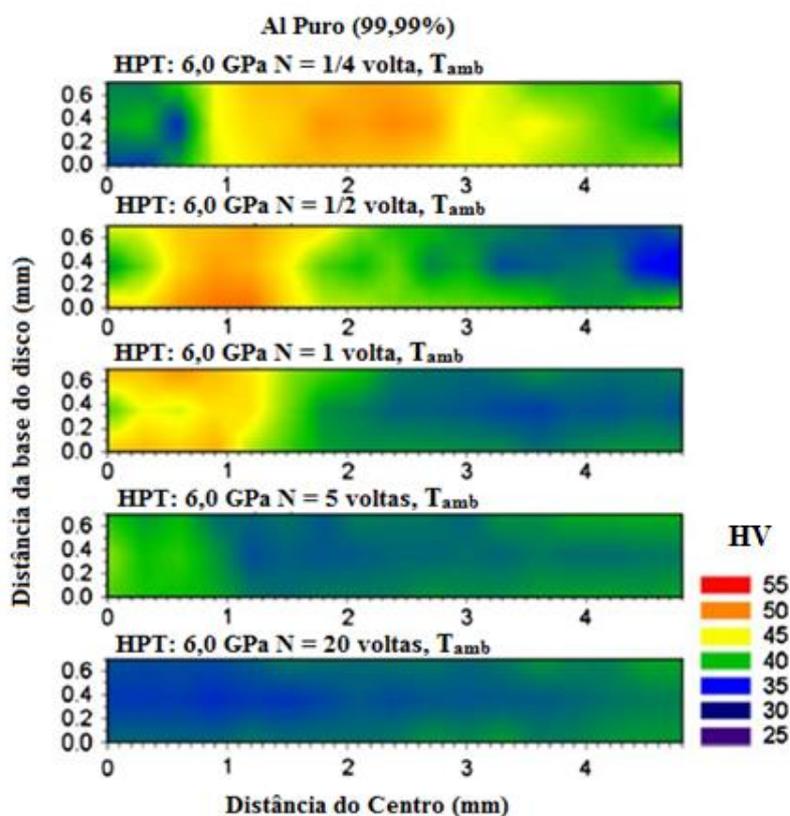


Figura 2.4 - Evolução da microdureza ao longo da espessura de discos de Al de alta pureza processados por até 20 voltas de HPT. Adaptado (KAWASAKI; FIGUEIREDO; LANGDON, 2012).

Para elencar essas influências investigou-se uma série de amostras de Al-Mg utilizando pó de Al puro (99,9%) e fragmentos de Mg puro em diferentes proporções, realizando a junção dos metais por mistura mecânica – *Mechanical Alloying* (MA) (GUBICZA; KASSEM; *et al.*, 2004). Feito o processo, realizou-se análises por Difração de Raios-X (DRX). Os dados obtidos, foram avaliados pelo método de ajustes múltiplos de perfis – *Convolutional Multiple Whole Profile* (CMWP), descrito em detalhes por Ungár e colaboradores (RIBÁRIK; UNGÁR; GUBICZA, 2001). Uma função derivada por Wilkens e colaboradores (1970), foi usada nesta investigação no procedimento de ajuste CMWP para descrever a deformação, a concentração de Mg, estimar a densidade de deslocações ( $\rho$ ) e tamanho do cristalito  $\langle x \rangle_{\text{área}}$  após a mistura mecânica no sistema Al-Mg (GUBICZA; KASSEM; *et al.*, 2004). Os valores obtidos são apresentados na Tabela 2.1 (a) exhibe a concentração de Mg em solução sólida em função do tempo de processamento por mistura mecânica em um sistema com 6% em massa de Mg. Pode-se observar que a concentração de Mg aumenta com o período de processamento. Nas misturas mecânicas por 0,5 h, 1 h, 3 h e 6 h, a concentração de Mg medida é 0,39%, 2,01%, 5,52% e 5,64%, respectivamente. Já a Tabela 4.1 (b) apresenta sistemas com diferentes proporções em massa de Al e Mg e revela a concentração de Mg em solução sólida na matriz de Al para um intervalo de processamento de 3 h. Após o processo, as concentrações de Mg em solução sólida encontradas foram 0%, 2,26% e 5,52% em volumes de controle com 0%, 3% e 6% de Mg em massa, respectivamente.

Tabela 2.1 - Parâmetro de rede,  $a$ , concentração de Mg em solução sólida e parâmetros microestruturais determinados a partir de DRX para a mistura de pós de Al e Mg com composição nominal de Mg de 6 % em massa processada por diferentes períodos (a) e pós com diferentes teores iniciais de Mg (b). Adaptado (GUBICZA; KASSEM; *et al.*, 2004).

a)					
Tempo de processamento (h)	$a$ (nm)	Mg (% em massa)	$\langle x \rangle_{\text{área}}$ (nm)	$\rho \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$	
0,5	0,40503	0,39	50	14	
1	0,40582	2,01	29	72	
3	0,40754	5,52	33	72	
6	0,40760	5,63	31	83	
b)					
Mg nominal (% em massa)	$a$ (nm)	Mg (% em massa)	$\langle x \rangle_{\text{área}}$ (nm)	$\rho \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$	
0	0,40491	0,00	67	19	
3	0,40593	2,26	39	40	

---

6	0,40754	5,52	33	72
---	---------	------	----	----

---

Ambos os casos analisados indicam aumento nos valores  $a$  (parâmetro de rede) e  $\rho$  (densidade de deslocações) e decréscimo em  $\langle x \rangle_{\text{área}}$  (tamanho de cristalito). O processamento do pó contendo 6% em massa de Mg por 3 h, atinge 5,52% de concentração de Mg em solução sólida. Este valor não aumenta significativamente quando os materiais são processados por 6 h revelando que quase todo o teor de Mg (cerca de 6% em massa) se encontra em solução sólida e atinge o equilíbrio de solubilidade já após 3 h de processamento (GUBICZA; KASSEM; *et al.*, 2004).

Esta experiência elucida a influência da concentração de Mg na microestrutura uma vez durante o processamento uma maior quantidade de átomos de Mg passa a ocupar posições substitucionais da matriz de Al e induz o aumento da densidade de deslocações e, como consequência, características tais como o refino dos grãos (GUBICZA; KASSEM; *et al.*, 2004). Os valores apresentados na Tabela 4.1 foram plotados em forma de gráfico para facilitar visualização na Figura 2.5.

A influência da adição de Mg no Al também foi estudada em ligas processadas por deformação plástica severa. Neste estudo, as amostras de Al puro e da liga Al-3%Mg foram recozidas e submetidas a ensaios de compressão por diferentes níveis de deformação efetiva ( $\sim 0,05$  e  $\sim 2$ ) ou processados por 8 passes de ECAP na temperatura ambiente seguindo a rota Bc. Após a deformação, as amostras foram analisadas por Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) e as micrografias são apresentadas na Figura 2.6 (GUBICZA; CHINH; *et al.*, 2004).

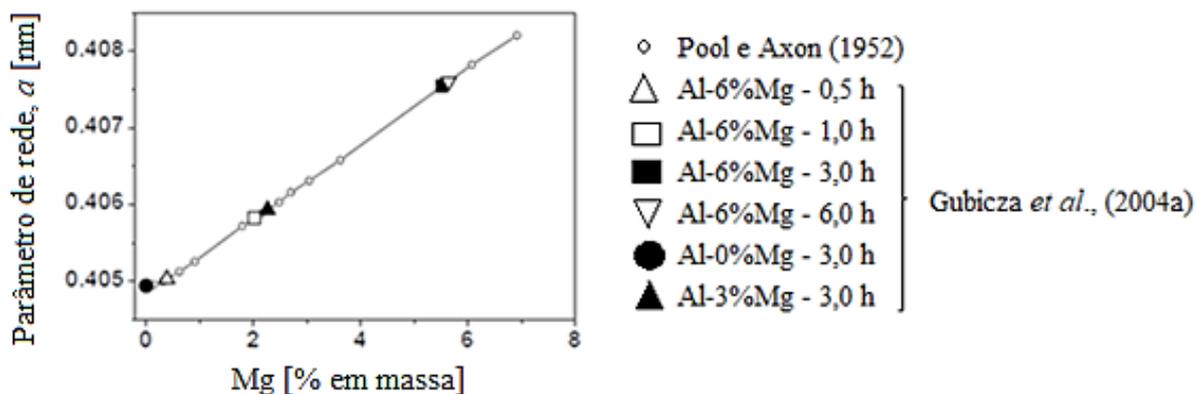


Figura 2.5 - Parâmetro de rede em função da fração percentual em massa de Mg em solução sólida. Adaptado (GUBICZA; CHINH; *et al.*, 2004).

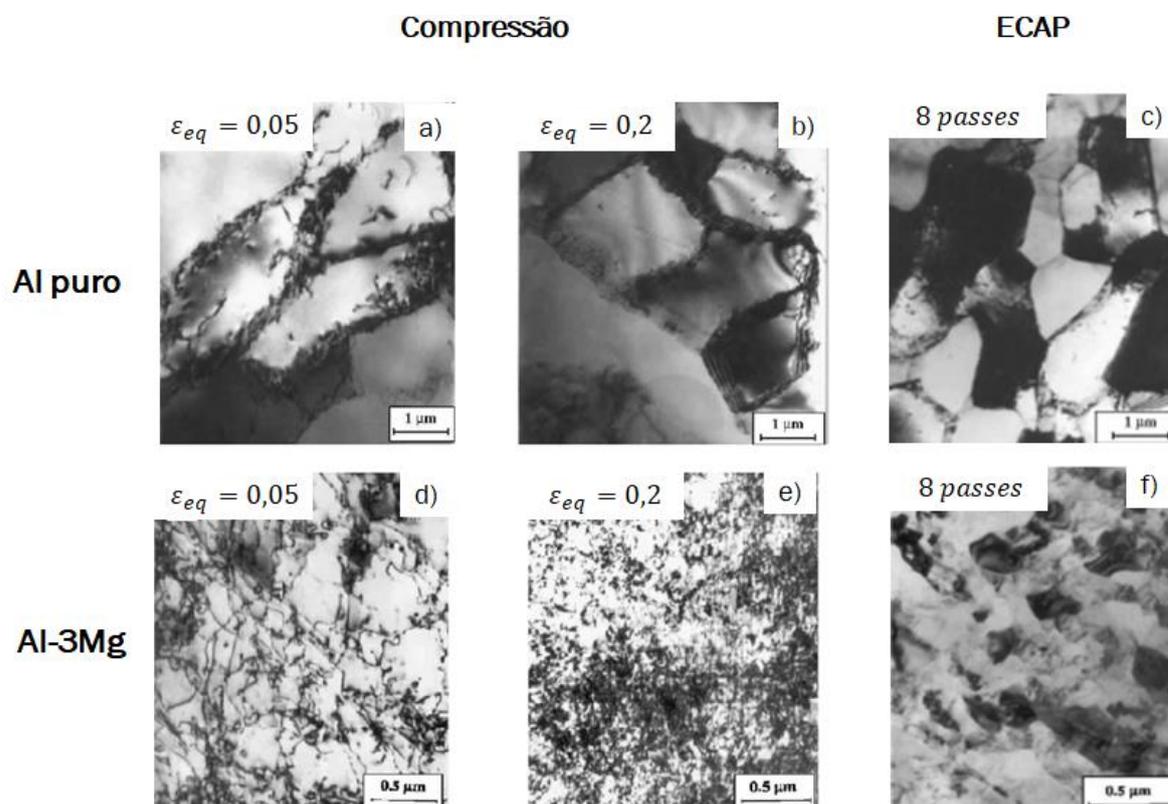


Figura 2.6 - Microestruturas após deformação à temperatura ambiente para o Al puro comprimido por até  $\varepsilon \sim 0,05$  (a) e  $0,2$  (b) ou processado por 8 passes de ECAP (c). E para a liga Al-3%Mg comprimida até  $\varepsilon \sim 0,05$  (d) e  $0,2$  (e) ou processada por 8 passes de ECAP (f). Adaptado (GUBICZA; CHINH; *et al.*, 2004).

Para o Al puro, observa-se a formação de uma estrutura celular de deslocações após compressão por uma deformação efetiva,  $\varepsilon_{ef} \sim 0,05$ . Os contornos das células tornam-se mais definidos com o aumento da deformação como visível após compressão por uma

deformação verdadeira de 0,2. No processamento por ECAP (c), os subcontornos são bem definidos o que sugere o desenvolvimento de subgrãos. Além disso, após o ECAP há menos deslocamentos internos e um tamanho de células/subgrãos inferior ao Al após compressão.

As microestruturas da liga Al-3%Mg exibem uma estrutura uniforme de deslocamentos após compressão. Como observado na Figura 2.6 (d) para uma deformação por compressão de  $\sim 0,05$ , a liga Al-3%Mg apresenta alta densidade de deslocamentos livres, aparentemente sem formação de células. A densidade de deslocamentos na liga Al-3%Mg submetida à compressão aumenta com a deformação efetiva como evidente na Figura 2.6 (e) e elas continuam distribuídas uniformemente. O ECAP promove o desenvolvimento de uma estrutura de grãos ultrafinos na liga Al-3%Mg que possui tamanho de grão de  $\sim 0,2\mu m$  e densidade de deslocamentos de  $\sim 25 \times 10^{14} m^{-2}$ . Percebe-se, portanto, uma taxa de recuperação mais lenta na liga Al-Mg comparada ao Al puro, resultando na prevalência de uma estrutura uniforme de deslocamentos após a compressão e em grãos mais refinados após o ECAP (GUBICZA; CHINH; *et al.*, 2004).

Estudos avaliaram a liga Al-5.9%Mg-0.3%Sc-0.18%Zr, anteriormente deformada por HPT à 4 GPa, por 0,5 até 15 voltas, utilizando o método de ajustes múltiplos de perfis de raios X (Convolutional Multiple Whole Profile - CMWP) (FÁTAY *et al.*, 2003). Os perfis dos picos de difração de raios X foram avaliados conforme descrições anteriores de (RIBÁRIK; UNGÁR; GUBICZA, 2001) e (UNGÁR, T. *et al.*, 2001) com base nos cálculos desses pesquisadores (FÁTAY *et al.*, 2003) e (UNGÁR, TAMÁS, 2003).

Os resultados exibidos na Tabela 2.2 apresentam a mediana ( $m$ ), a variância ( $\sigma$ ) da distribuição do tamanho do cristalito, o tamanho médio ponderado da superfície do cristalito,  $\langle x \rangle_{\text{área}}$ , a densidade de deslocamentos ( $\rho$ ) e o parâmetro ( $q$ ) para diferentes voltas processadas por HPT (FÁTAY *et al.*, 2003).

O tamanho médio do cristalito foi obtido por meio da relação  $\langle x \rangle_{\text{área}} = m \exp(k\sigma^2)$ , (UNGÁR, TAMÁS, 2003). É possível verificar que o processamento por HPT resulta em uma microestrutura nanocristalina com  $\langle x \rangle_{\text{área}} \approx 54 \text{ nm}$ , após 1/2 volta. Os valores se tornam ligeiramente mais refinados até 5 voltas e atingem a saturação para outras voltas, obtendo  $\sim 40 \text{ nm}$  para 15 voltas. A densidade de deslocamentos da liga avaliada apresenta o valor de  $\sim 16 \times 10^{14} m^{-2}$  após ser processada por 1/2 volta. Os valores aumentam com o aumento do

número de voltas até 5 voltas e depois se mantêm constante,  $\rho \approx 24 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$  em 15 voltas (FÁTAY *et al.*, 2003).

Tabela 2.2 – Parâmetros obtidos por meio do refinamento pelo CMWP para a liga Al-5.9Mg-0.3%Sc-0.18%Zr processada por HPT à 4 GPa. Adaptado (FÁTAY *et al.*, 2003).

Voltas	$m(\text{nm})$	$\sigma$	$\langle x \rangle_{\text{área}} (\text{nm})$	$q$	$\rho (10^{14} \text{ m}^{-2})$
0,5	$39 \pm 4$	$0,36 \pm 0,03$	$54 \pm 5$	$0,64 \pm 0,04$	$16 \pm 2$
1	$37 \pm 3$	$0,32 \pm 0,02$	$48 \pm 4$	$0,59 \pm 0,0$	$16 \pm 2$
3	$29 \pm 3$	$0,29 \pm 0,02$	$36 \pm$	$0,44 \pm 0,03$	$14 \pm 2$
5	$26 \pm 3$	$0,37 \pm 0,03$	$37 \pm$	$0,46 \pm 0,04$	$24 \pm 2$
10	$30 \pm 3$	$0,30 \pm 0,02$	$37 \pm$	$0,42 \pm 0,03$	$23 \pm 2$
15	$31 \pm 3$	$0,33 \pm 0,03$	$40 \pm$	$0,49 \pm 0,04$	$24 \pm 2$

Lee e colaboradores processaram a liga Al-3%Mg por 0,5, 1, 5 e 10 voltas de HPT e atingiu diferentes tamanhos de grão ao longo dos discos como mostrado na Tabela 2.3. Os valores apresentados indicam que o aumento do número de voltas leva à diminuição do tamanho de grão nesta liga. Após 0,5 volta, o tamanho de grão é  $\sim 1000 \text{ nm}$  no centro e  $\sim 600 \text{ nm}$  na borda do disco. Seguindo as demais condições, observa-se que o tamanho de grão foi diminuindo, tornando-se mais equiaxial em 10 voltas, com valores de  $\sim 90 \text{ nm}$  no centro e  $\sim 80 \text{ nm}$  na borda (LEE, HAN JOO *et al.*, 2016).

A evolução da microdureza ao longo do diâmetro de discos da liga Al-3%Mg processados por HPT é apresentada na Figura 2.7. O estado de inicial, recozido, exibe dureza homogênea de  $\sim 50 \text{ HV}$ . Assim como no Al puro, o processamento por HPT da liga Al-3%Mg leva a um aumento da microdureza comparando-se com o estado inicial. Porém na liga, os valores apresentados são maiores nas bordas e menores no centro das amostras, exceto após 10 voltas de HPT quando a distribuição se tornou uniforme.

Tabela 2.3 - Tamanho médio de grão e desvio padrão para a liga Al-3%Mg após HPT por 0,5, 1, 5 e 10 voltas. Adaptado (LEE, HAN JOO *et al.*, 2016).

Localização		Número de Voltas			
		0,5	1	5	10
Centro	Tamanho de grão (nm)	1000	400	300	190
	Desvio padrão	250	90	90	30
Borda	Tamanho de grão (nm)	600	240	220	180

Desvio padrão

180

90

60

30

A evolução da microdureza alcançada da liga Al-3%Mg processada por HPT, indicada na Figura 2.7, ocorre como consequência primordial do refinamento de grãos. Os autores demonstram que os valores do inverso da raiz quadrada dos tamanhos de grão apresentados na Tabela 2.3 ajustam-se com qualidade razoável com a microdureza medida em posições equivalentes. Sendo assim, a relação de Hall-Petch mostra-se apropriada para a descrição do endurecimento da liga de Al-3%Mg processada por HPT (LEE, HAN JOO *et al.*, 2016).

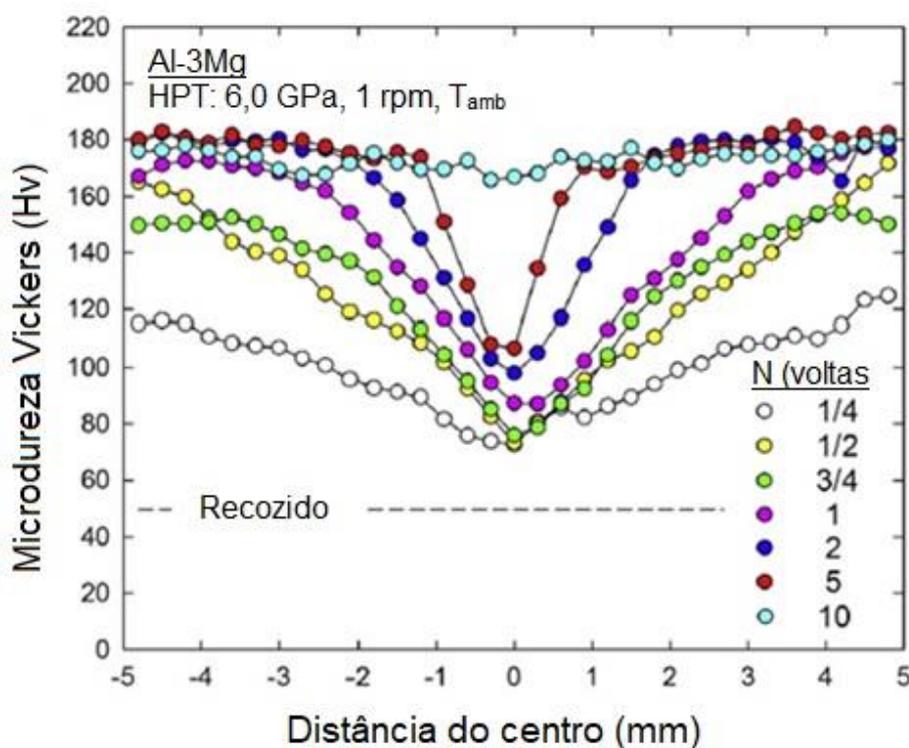


Figura 2.7 - Variação dos valores de microdureza Vickers ao longo dos diâmetros dos discos após o processamento HPT para diferentes números de voltas em uma liga Al-3%Mg: a linha tracejada inferior indica os valores de microdureza antes do processamento. Adaptado (LEE, HAN JOO *et al.*, 2016).

### 2.3 Estabilidade térmica de metais com grãos ultrafinos

As ligas Al-Mg processadas por SPD exibem estruturas de grãos ultrafinos – *ultrafine-grained structures* (UFG structures) e apresentam maior resistência mecânica na temperatura ambiente quando comparadas a materiais submetidos a outros processos convencionais de conformação (LANGDON, TERENCE G., 2013). Nestas ligas, a maior parte do Mg está presente na forma de solução sólida e contribui para reduzir a mobilidade das deslocações e assim atrasar a cinética de recuperação dinâmica durante a deformação (CHEN *et al.*, 2012).

Deste modo, a adição de Mg permite a obtenção de grãos mais refinados após processamento por ECAP (GUBICZA; CHINH; *et al.*, 2004) e HPT (LEE, HAN JOO *et al.*, 2016) em comparação com ligas de Al de maior pureza. Porém, apesar de microestruturas refinadas, quando expostas à temperaturas relativamente baixas, durante o recozimento, estas apresentam crescimento dos grãos, indicando instabilidade dos mesmos (MORRIS; MUN, 2002).

Esse fenômeno foi observado para uma liga Al-3%Mg processada por 8 passes de ECAP, em temperatura ambiente, utilizando a rota A (MORRIS; MUN, 2002), descrita em literaturas anteriores (NAKASHIMA *et al.*, 2000). Em seguida, amostras deste material foram recozidas por diferentes temperaturas e durações de tratamento, e suas microestruturas foram examinadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET).

Ao processar o material por ECAP, obteve-se o tamanho de grão inicial,  $d$ , de  $\sim 0,25 \mu\text{m}$ , caracterizando grãos mais alongados, conforme observado na Figura 2.8. Após recozimento por 1 h à  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  (423 K); (Figura 2.8a), a microestrutura da liga Al-3%Mg é virtualmente idêntica ao material processado por ECAP indicando pouca alteração da estrutura de grãos nesta condição de recozimento (Figura 2.8b). Depois do recozimento por 1 hora à  $200 \text{ }^\circ\text{C}$  (473 K), os grãos se tornaram menos alongados e continuaram apresentando  $d \approx 0,25 \mu\text{m}$ . Ao recozer por 15 min à  $250 \text{ }^\circ\text{C}$  (523 K) (Figura 2.8c), a microestrutura se tornou mais uniforme e equiaxial, com  $d \approx 0,5 - 1 \mu\text{m}$ . Após 1 hora a  $250 \text{ }^\circ\text{C}$  (Figuras 2.8d-e), a microestrutura se apresenta em forma de bandas com distribuições distintas de tamanho de grão. Há faixas com grãos ultrafinos justapostas a outras cujos grãos apresentam  $d \approx 1 - 10 \mu\text{m}$ . Essa microestrutura é caracterizada como duplex (MORRIS; MUN, 2002).

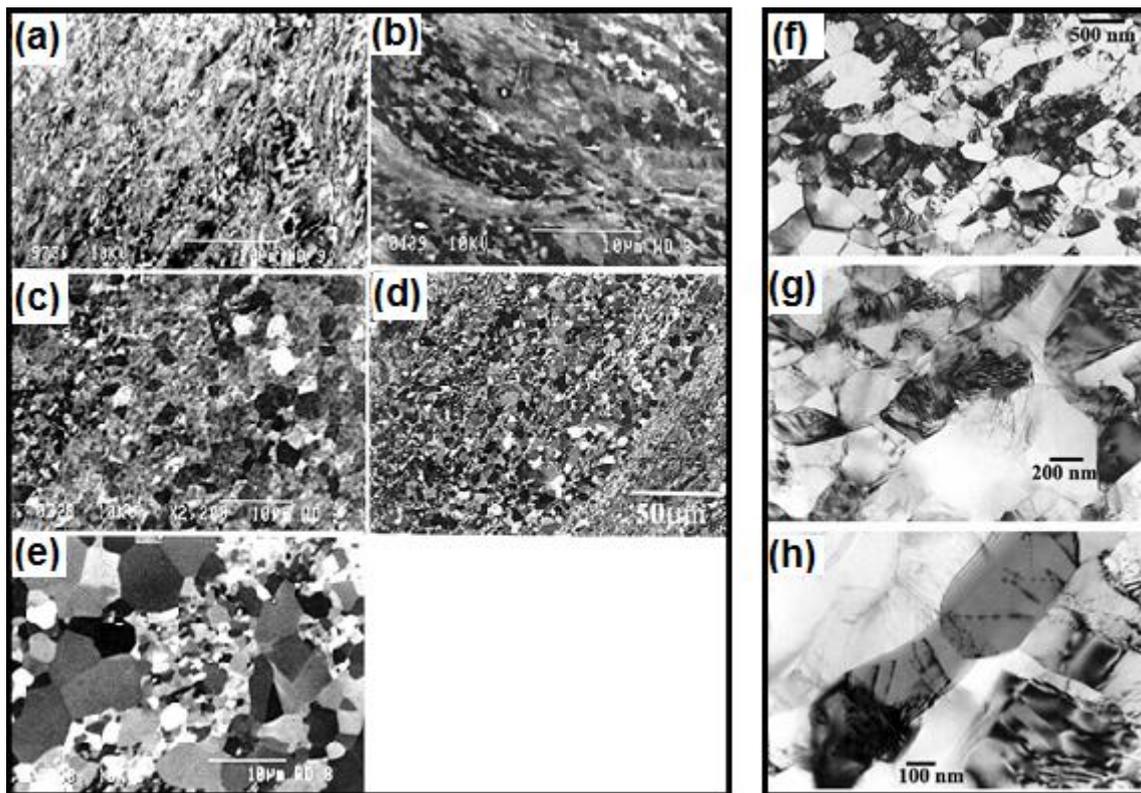


Figura 2.8 - Micrografias da liga Al-3%Mg processada por ECAP e recozida em diferentes temperaturas e tempos. As imagens à esquerda foram obtidas por MEV após recozimento por 1 h à 150°C (a), recozimento por 1 h à 200°C (b), recozimento por 15 min à 250 °C (c) ou recozimento por 1 h à 250 °C (d-e). As imagens à direita foram obtidas por MET após recozimento por 1 h à 200°C (f-h) Adaptado (MORRIS; MUN, 2002).

As micrografias apresentadas na Figura 2.8 (f-h), à direita, foram analisadas por MET, com objetivo de verificar alterações dos defeitos lineares durante o recozimento das amostras por 1 h à 200 °C. Observou-se que houve uma recuperação significativa do material e eliminação das deslocações. Nota-se também, um pequeno aumento na largura dos grãos (Figura 2.8f). Alguns grãos não apresentam deslocações, enquanto outros mantêm as mesmas próximas aos contornos e em seu interior (Figuras 2.8g-h) (MORRIS; MUN, 2002).

Nesta faixa de temperatura, os grãos se apresentam mais equiaxiais após o recozimento, em relação ao estado deformado. No entanto, devido a ação da temperatura que aumenta a mobilidade dos contornos pré-existentes e os gradientes de deformação e orientação cristalográfica, o crescimento anormal dos grãos se torna evidente, mesmo em temperaturas relativamente baixas, indicando instabilidade microestrutural nestas faixas de temperatura (MORRIS; MUN, 2002).

Esses dados se assemelham aos resultados obtidos, os autores utilizaram também uma liga Al-3%Mg processada por ECAP, e recozida por 1 hora em diferentes temperaturas por (LEE, S. *et al.*, 2002) e (HAYES, 2000). Comparando todos os resultados, inicialmente, até ~150 °C (423 K), não houve crescimento de grão significativo, mas ao observar o recozimento após essa temperatura, verificou-se que o grão cresce significativamente. Neste estudo, foi constatado crescimento de grão um pouco mais lento em comparação aos demais (MORRIS; MUN, 2002).

Ligas com diferentes composições nominais também foram analisadas para avaliar o efeito da estabilidade térmica por meio do processamento por ECAP e tratamento térmico. As amostras foram tratadas em diferentes temperaturas por 1 h. Os processos foram realizados em temperatura ambiente, por um total de 4, 6 e 8 passes até ser atingido o tamanho de grão mínimo para cada material. Na Figura 2.9 são exibidas comparações dessas ligas após serem processadas e recozidas, com o intuito de estudar a estabilidade dos grãos refinados após o recozimento (LEE, S. *et al.*, 2002).

Analisando a Figura 2.9, nota-se que o Al puro (círculo cheio) se apresenta instável às temperaturas mais altas, os grãos tendem a crescer com maior velocidade em temperaturas acima de ~500 K. A falta de estabilidade térmica não permite a obtenção de alongamentos superplásticos nesse material, (WANG, J. *et al.*, 1996) limitando sua aplicação. A liga de Al-3%Mg (triângulo cheio) exibe um tamanho de grão comparativamente menor após o processamento do ECAP devido à influência do Mg no retardo do processo de recuperação dinâmica. Todavia, ao observar sua curva durante o recozimento, ela indica um rápido crescimento de grãos também em temperaturas acima de ~500 K (LEE, S. *et al.*, 2002).

As demais ligas exibiram o refino próximo de Al-3%Mg, também apresentaram crescimento de grão, porém mais lento quando comparado com a liga anterior, Al-3%Mg. As ligas Al-3%Mg-0,2%Sc-0,12%Zr (círculo aberto), Al-3%Mg-0,2%Sc (triângulo aberto) e Al-3%Mg,0,2%Zr (quadrado aberto) indicaram crescimento de grão evidente e, tratamentos a, aproximadamente, 600-650 K, sendo que as ligas Al-3%Mg-0,2%Sc (triângulo aberto) e Al-3%Mg,0,2%Sc-0,12%Zr (círculo aberto) mostraram menores tamanhos de grão quando recozidas por 800 K, devido a influência dos elementos de liga formadores de nanoprecipitados nestas ligas (LEE, S. *et al.*, 2002).

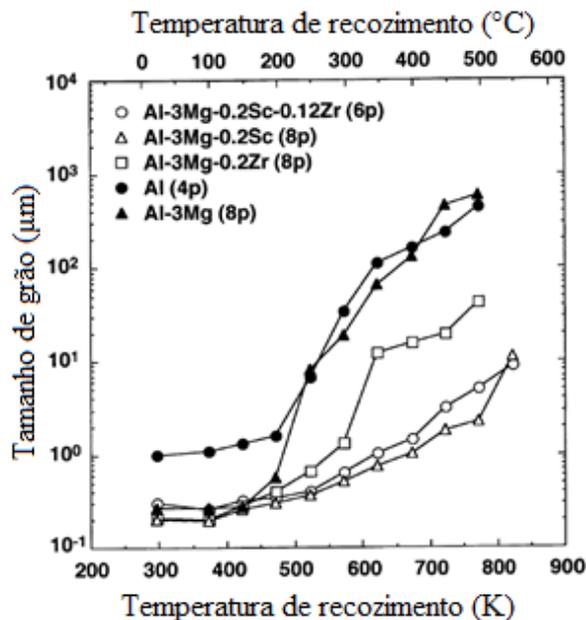


Figura 2.9 - Tamanho do grão versus temperatura de recozimento para amostras recozidas por uma hora após ECAP através de 4, 6 ou 8 passes. Adaptado (LEE, S. *et al.*, 2002).

Experiências realizadas com adição de elementos de liga confirmam que as ligas Al-3%Mg com adição de Sc e Zr não exibiram crescimento significativo de grãos na faixa de temperatura de 423 a 473 K. Isto se deve a ocorrência de formação de precipitados devido a ação dos elementos de liga, que auxiliam a manter o refino dos grãos, retardando o crescimento dos grãos durante o recozimento (LEE, S. *et al.*, 2002) e (HAYES, 2000).

A presença dos precipitados diminui a velocidade de migração dos contornos de grão, isso pode ser explicado pelo equacionamento das pressões motrizes para migração de contornos devido a presença de contornos de grão ( $P_c$ ) e deslocações ( $P_d$ ) e pela ação retardadora da pressão de ancoramento de Zener ( $P_z$ ):

$$P_c \approx \frac{3Y_s}{d} \quad (4.4)$$

$$P_d \approx 0,5 \rho G b^2 \quad (4.5)$$

$$P_z = \frac{3Y_s f_p}{2r_p} \quad (4.6)$$

onde,  $Y_s$  é a energia da superfície de contornos,  $d$  é o diâmetro equivalente dos grãos,  $\rho$  é a densidade de deslocações,  $G$  o módulo de cisalhamento,  $b$  o módulo do vetor de Burgers,

$f_p$  a fração volumétrica de precipitados e  $r_p$  o raio médio dos precipitados. Quando  $P_z \gg P_d + P_c$ , não ocorre migração de contornos. Sendo assim, quando existe a presença de precipitados a migração dos contornos de grão, núcleos da recristalização, é dificultada e o material tende a apresentar melhor estabilidade estrutural (HUMPHREYS; HEATHERLY, 2004) e (MCQUEEN; JONAS, 1975).

Uma característica apresentada pelas ligas de Al-Mg processadas por SPD é a diminuição da ductilidade. Sendo assim, utiliza-se também o recozimento com intuito de melhorar essa característica após o processamento das técnicas de SPD. Para exemplificar essa prática, pesquisadores processaram uma liga de Al-1% Mg processada por HPT à temperatura ambiente até um total de 10 voltas. Depois de processadas por HPT, as amostras foram recozidas por 10 min a temperaturas de 373, 423, 473 e 523 K (ANDREAU *et al.*, 2014a).

Posteriormente, as amostras foram usinadas como corpos de prova para ensaios de tração nas condições: (i) recozidas e não processadas, (ii) processadas por 10 voltas de HPT e (iii) processadas por 10 voltas de HPT e novamente recozidas nas diferentes temperaturas citadas. As curvas tensão de engenharia x deformação de engenharia obtidas nos ensaios de tração são apresentadas na Figura 2.10 para diferentes taxas de deformação. As amostras no estado inicial, antes do processamento, exibiram os maiores alongamentos totais e as menores tensões de fluxo, nas três taxas de deformação. As tensões de fluxo foram próximas nas três taxas de deformação na ordem de  $\sim 100$  MPa, e a maior deformação obtida é exibida na Figura 2.10c. Os corpos de prova processados por 10 voltas por HPT atingiram tensões mais altas e alongamentos totais muito pequenos, sendo a menor deformação total atingida no ensaio com velocidade de deformação mais elevada (ANDREAU *et al.*, 2014a).

Analisando todas as curvas tensão x deformação de tração fica evidente que na condição processada por HPT, o material exibiu alta resistência à tração, atingindo  $\sim 380$  a  $450$  MPa (Figuras 2.10 a-b). Mas, pouca ou nenhuma ductilidade na temperatura ambiente (Figuras 2.10 c) (ANDREAU *et al.*, 2014a). Já com o recozimento após o processamento por HPT, mesmo que em tempo curto, ocorre a diminuição do limite de resistência mecânica de  $\sim 400/450$  MPa para  $\sim 300$  MPa para o recozimento à 423 K,  $\sim 200$  MPa para 473 K e  $\sim 150$  MPa para 523 K. Além disso, nota-se o aumento do alongamento total, conforme observado na Figura 2.10. A elevação da temperatura de recozimento, indica condições para atingir

valores de resistência maiores do que nas condições inicial, e ductilidade maiores do que as apenas processadas (ANDREAU *et al.*, 2014a).

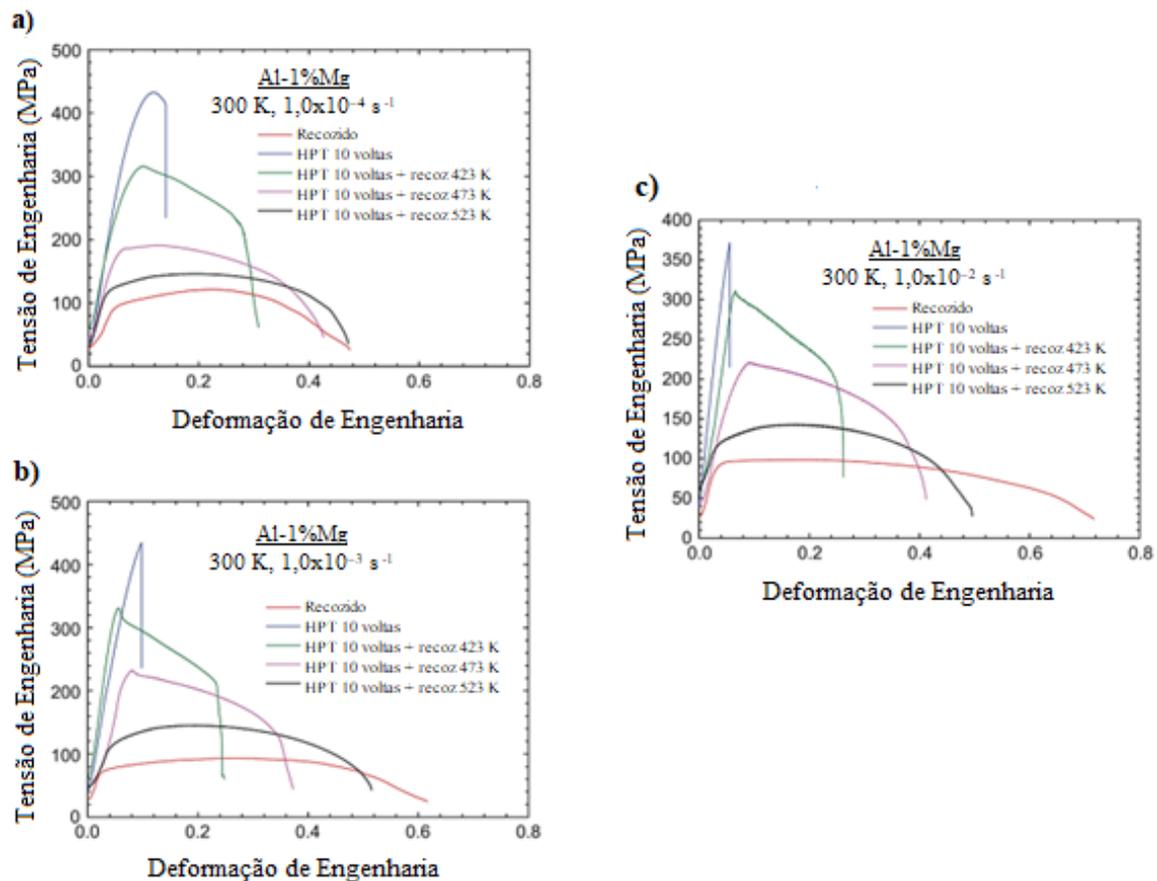


Figura 2. 10 - Curvas tensão x deformação para a liga Al-1% Mg recozida, após 10 voltas de HPT e após 10 voltas de HPT e recozidas em 423, 473 e 523 K. As taxas de deformação inicial dos testes de tração realizados foram  $1,0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (a),  $1,0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (b) e  $1,0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  (c). Adaptado (ANDREAU *et al.*, 2014a).

O processamento por HPT impõe maiores deformações nos materiais do que o processamento por ECAP. Consequentemente, o material deformado por HPT, normalmente, apresenta maior densidade de estruturas de alta energia (LANGDON, TERENCE G., 2013). Logo, ao serem recozidos, os grãos refinados por HPT tendem a migrar com maiores velocidades, até mesmo em temperaturas relativamente baixas.

A liga Al-3%Mg-0,2%Sc foi processada por 10 voltas de HPT em diferentes temperaturas e posteriormente recozida por 1 h nas temperaturas de 423 a 773 K. Esta série de tratamentos térmicos foi conduzida com o intuito de investigar a influência da temperatura de processamento por HPT na cinética de amaciamento desta liga. Os tamanhos de grão médios

obtidos foram calculados para cada temperatura de recozimento e comparados, avaliando a estabilidade térmica da microestrutura e os resultados são apresentados na Figura 2.11 (PEREIRA, PEDRO HENRIQUE R.; HUANG; LANGDON, 2017a).

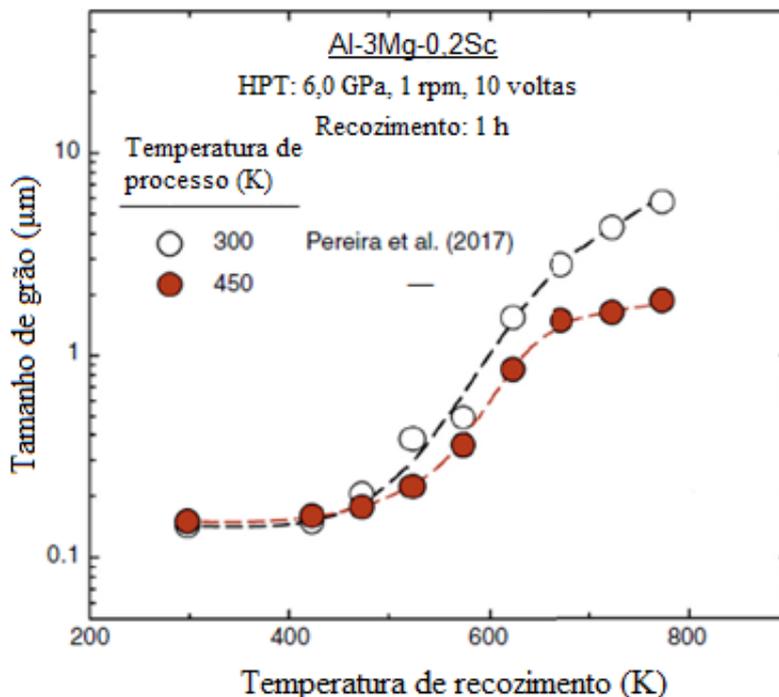


Figura 2.11 - Tamanho do grão em função da temperatura de recozimento da liga Al-3%Mg-0,2%Sc processada por 10 voltas de HPT por 6.0 GPa, por 300 K e por 450 K. Após o processo as ligas foram recozidas por 1 hora a temperaturas de 423 a 773 K, em condições idênticas. Adaptado [47].

Antes do processamento por HPT, o tamanho de grão da liga Al-3%Mg-0,2%Sc foi estimado como  $\sim 300 \mu\text{m}$  (PEREIRA, PEDRO HENRIQUE R.; HUANG; LANGDON, 2017b). Ao ser processada por HPT à 300 K, a microestrutura foi refinada até  $d \approx 0,14 \mu\text{m}$ . As curvas exibidas na Figura 2.11, não apresentam um crescimento dos grãos significativo durante o recozimento em temperaturas entre 300 e  $\sim 423$  K, para ambas as condições de processamento. A partir de  $\sim 473$  K, é notado o crescimento dos grãos, sendo mais evidente na condição de processamento por HPT a 300 K, onde grãos com tamanho médio na ordem de  $\sim 6 \mu\text{m}$  são observados após recozimento por 1 h a 773 K.

Já o material processado por HPT a 450 K teve sua microestrutura refinada a até  $\sim 0,15 \mu\text{m}$ . Os grãos apresentaram maior taxa de crescimento no recozimento no intervalo de temperaturas entre 573 a 673 K, onde grãos com tamanho médio igual a  $\sim 0,35$  e  $1,48 \mu\text{m}$  foram alcançados em suas temperaturas limítrofes. O aumento do tamanho de grão médio

com a temperatura de processamento ocorreu em menores taxas em temperaturas acima de 673 K, de modo que grãos  $d \approx 2 \mu\text{m}$  após o recozimento à 773 K (PEREIRA, PEDRO HENRIQUE R.; HUANG; LANGDON, 2017a).

Comparando as duas temperaturas de processamento, verifica-se que o tamanho médio de grão na liga Al-3%Mg-0,2%Sc processada por HPT à temperatura ambiente foi ligeiramente maior que os valores medidos no mesmo material processado por HPT à 450 K. Além disso, há, comparativamente, uma menor densidade de defeitos cristalinos no material processado à 450 K. Estes resultados corroboram com a maior estabilidade térmica do material processado em uma temperatura mais alta que apresenta menor pressão motriz para migração de contornos devido ao aumento da cinética de recuperação dinâmica durante o processamento em temperaturas homólogas ( $T_H$ ) mais elevadas, sendo a última a razão entre a temperatura de trabalho e a temperatura de fusão do metal (PEREIRA, PEDRO HENRIQUE R.; HUANG; LANGDON, 2017a).

Continuando esta investigação [47], foram escolhidas as temperaturas de (a) 573, (b) 623 e (c) 773 K, para análise microestrutural pela técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) como mostrado nas Figuras 2.12 e 2.13 para o material processado a 300 e 450 K, respectivamente. As imagens revelam que a liga de Al apresenta distribuição de grãos uniforme após recozimento a 573 K, sendo o material processado a 450 K um pouco mais refinado. O recozimento a 623 K leva ao desenvolvimento de uma microestrutura duplex, onde alguns grãos apresentaram crescimento em taxas muito maiores em relação aos demais. Este fenômeno é mais evidente no material processado por HPT na temperatura ambiente que exhibe grãos mais grosseiros, provavelmente, devido à maior densidade de defeitos após o processamento.

A estabilidade microestrutural também pode ser avaliada pela técnica denominada calorimetria diferencial (DSC), como realizado pelos pesquisadores Fátay et al., (2003) para a liga Al-5.9Mg-0.3%Sc-0.18%Zr. O estudo avaliou o metal processado por HPT na temperatura ambiente após 0,5 e 15 voltas. A técnica de DSC foi conduzida na faixa de temperaturas de ~320-800 K, com taxa de aquecimento de 20 K/min, e os resultados obtidos são apresentados na Figura 2.14a. Além disso, na Figura 2.14b são apresentados os valores correspondentes ao tamanho de cristalito e densidade de deslocamentos na liga processada por 15 voltas após o tratamento térmico a diferentes temperaturas (FÁTAY *et al.*, 2003).

Nota-se que o armazenado da energia aumenta com o número de voltas, e o valor máximo do pico exotérmico foi deslocado para temperaturas mais elevadas, de 450 para 520 K. O aumento da energia libertada durante o processo de restauração pode ser explicado pelo aumento da tensão e das energias de superfície devido as deslocações e aos nanocristalitos, respectivamente (FÁTAY *et al.*, 2003).

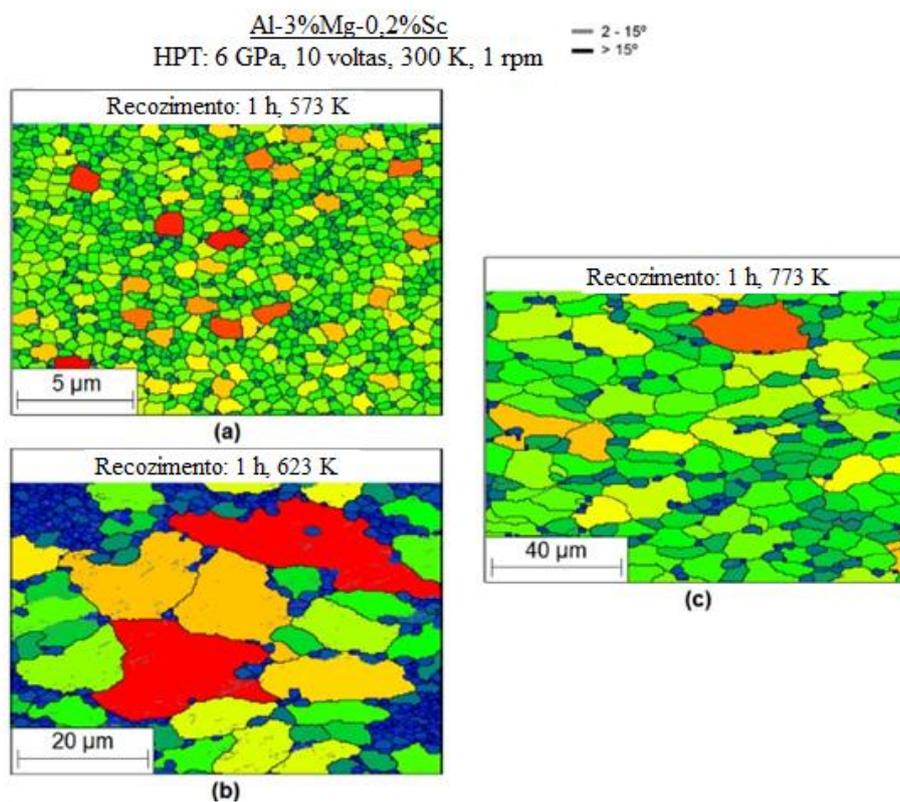


Figura 2.12 - Estruturas de grão de a liga Al-3%Mg-0.2%Sc processada por HPT a 300 K, recozido por 1 h em (a) 573, (b) 623 e (c) 773 K, avaliadas por OIM/EBSD. Adaptado de Pereira *et al.*, (2017a).

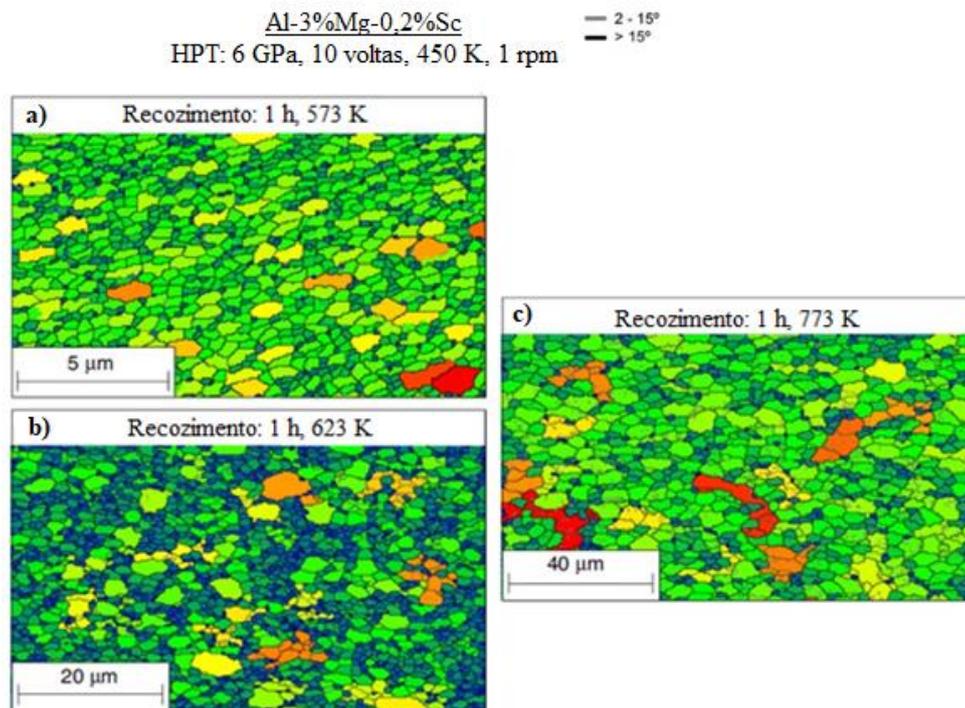


Figura 2.13 - Estruturas de grão de a liga Al-3%Mg-0.2%Sc processada por HPT a 450 K, recozido por 1 h em (a) 573, (b) 623 e (c) 773 K, avaliadas por OIM/EBSD. Adaptado de Pereira *et al.*, (2017b).

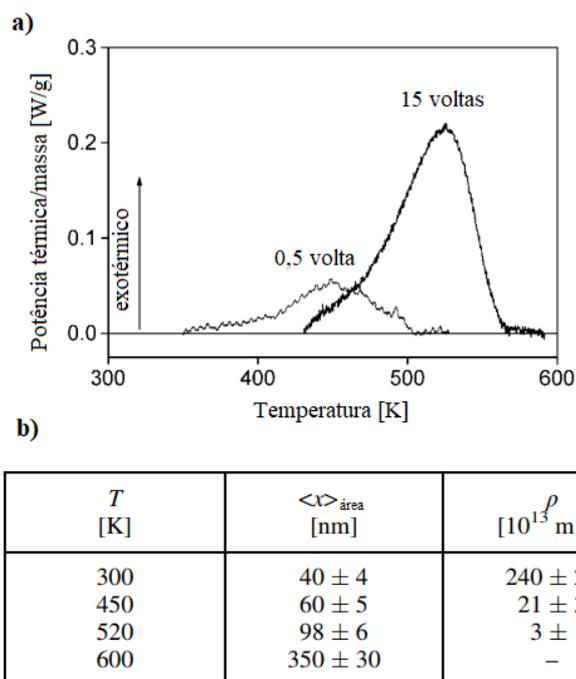


Figura 2.14 – Curvas de DSC normalizadas à massa da amostra após a subtração da linha de base para as amostras deformadas por 0,5 e 15 voltas (a). Tamanho médio do cristalito,  $\langle x \rangle_{\text{área}}$  e a densidade de deslocações,  $\rho$ , da liga deformada por 15 voltas.

Ao aumentar a temperatura do tratamento térmico, percebe-se, na Figura 2.14b, que a densidade de deslocações diminui e o valor do tamanho do cristalito aumenta. Indicando instabilidade dos grãos, que crescem à medida que foi aumentado o valor da temperatura de tratamento. Verifica-se também, que decaimento dos valores da densidade de deslocações foi mais proeminente do que o aumento do tamanho do cristalito. Ao elevar a temperatura ocorre a reorganização e eliminação das deslocações. Sendo assim estas se eliminam com maior frequência do que a mobilidade dos contornos dos grãos durante o crescimento dos grãos. A 600 K a densidade de deslocações foi inferior a  $10^{13} \text{ m}^{-2}$ , não sendo possível sua determinação a partir dos perfis de pico (FÁTAY *et al.*, 2003).

Outro fator interessante do processamento em temperaturas mais altas é o alcance da superplasticidade nos materiais. Define-se por superplasticidade a propriedade que alguns materiais metálicos apresentam, quando permitem que a sua deformação plástica homogênea não apresente estrição localizada. A caracterização do comportamento superplástico é feita pelo alongamento total obtido ( $>400\%$ ) em função da temperatura e da taxa de deformação impostas ao material. Alguns autores caracterizam o comportamento superplástico do ponto

de vista mecânico, isto é, pelo estudo da sensibilidade da tensão à taxa de deformação que o material pode apresentar (ANDREAU *et al.*, 2014b; PEREIRA, P. H.R.; HUANG; LANGDON, 2017; PEREIRA, PEDRO H.R. *et al.*, 2017a, b). Estudos também foram realizados com objetivo de investigar a superplasticidade dos materiais processados por SPD em diferentes temperaturas homólogas. A Figura 2.15 apresenta amostras de Al-3%Mg-0.2%Sc após o teste de tração para o material processado por 10 voltas de HPT a 300 (a) e 450 K (b) (PEREIRA, PEDRO HENRIQUE R.; HUANG; LANGDON, 2017b).

Os ensaios de tração foram realizados utilizando as taxas de deformação inicial na ordem de  $10^{-1}$  e  $10^{-2}$   $s^{-1}$  e na temperatura de 523 K. Ao comparar os testes, verificou-se que as amostras processadas por HPT a temperatura de 450 K apresentaram maior alongamento percentual do que as amostras processadas por 300 K, os valores comparados entre as duas temperaturas estão indicados na imagem (PEREIRA, PEDRO HENRIQUE R.; HUANG; LANGDON, 2017b). Portanto, a liga de Al-Mg-Sc processada por HPT a 450 K exibe maior desempenho à conformação superplástica em relação ao processamento a 300 K.

O processamento por HPT em temperaturas maiores, indica melhor estabilidade microestrutural e apresenta melhoria na ductilidade do material, quando submetido ao recozimento. Essas evidencias servem de motivação para também utilizar esta estratégia na melhoria da estabilidade estrutural da liga Al-3%Mg após o HPT e assim, torná-la adequada para conformação superplástica e aplicações estruturais onde se exige melhor ductilidade e eventual exposição a elevadas temperaturas.

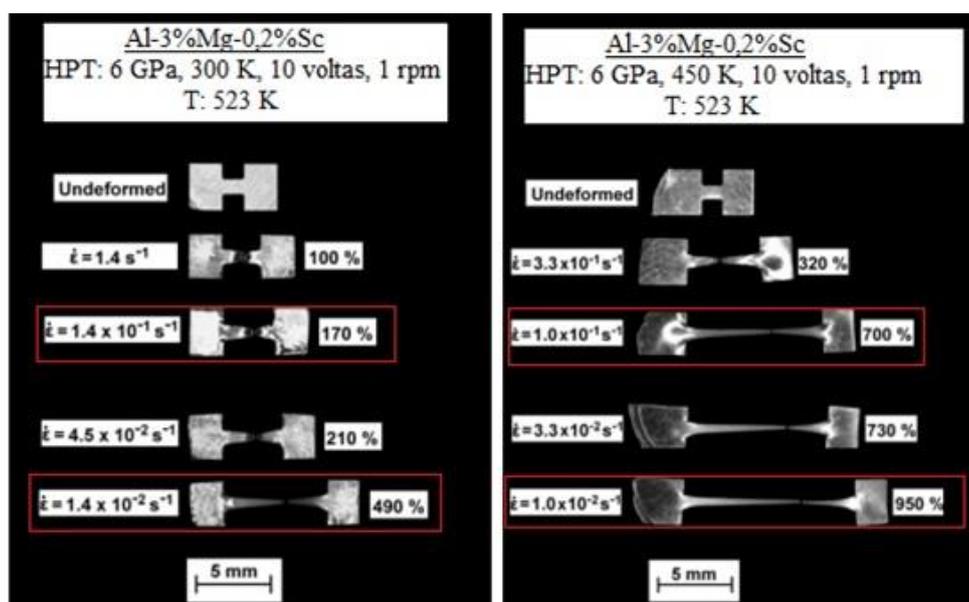


Figura 2.15 - Amostras da liga Al-3%Mg-0.2Sc processadas através de 10 voltas de HPT a 300 K (a) e 450 K (b) e posteriormente submetidas à falha em 523 K. Adaptado (PEREIRA, PEDRO HENRIQUE R.; HUANG; LANGDON, 2017b).

### 3 METODOLOGIA

O presente estudo foi iniciado com o objetivo de avaliar a influência da temperatura de processamento por HPT na estabilidade térmica da liga Al-3%Mg. O esquema apresentado na Figura 3.1, revela a metodologia utilizada nos experimentos, bem como as análises executadas.

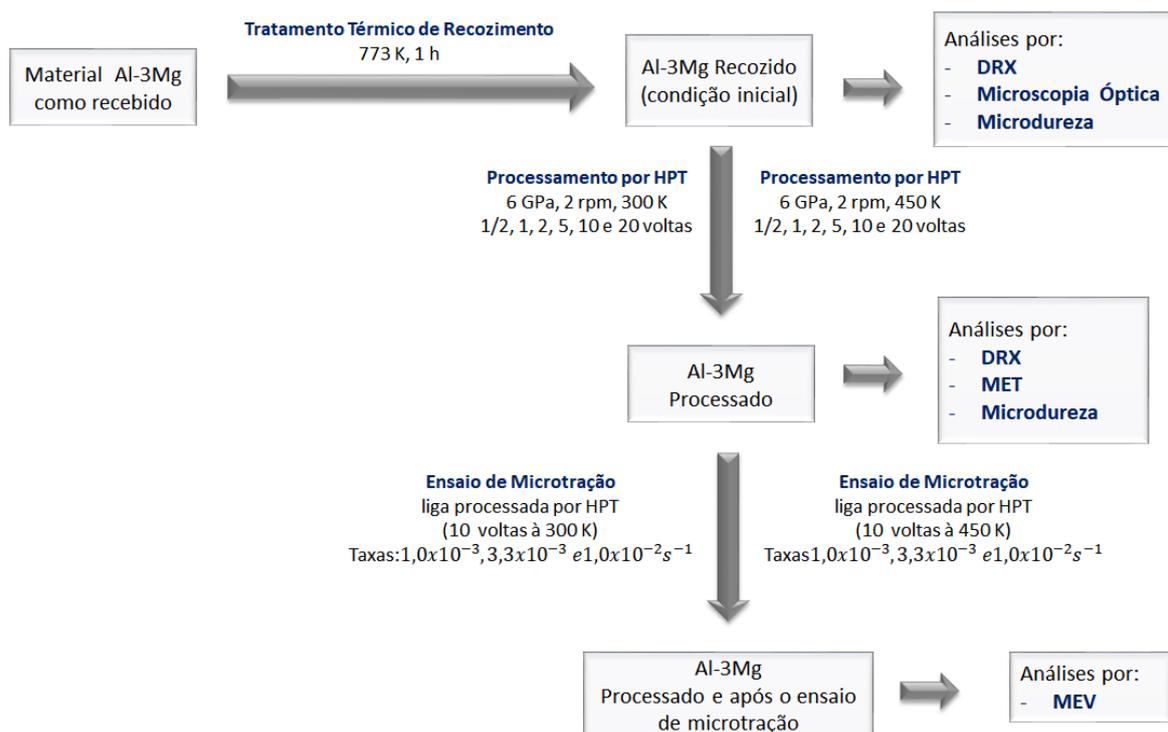


Figura 3.1 - Esquema da Metodologia utilizada

#### 3.1 Material

Uma liga Al-3%Mg (% em massa) foi usada na presente investigação. Esta liga foi recebida na forma de barras com diâmetros de 10 mm e comprimentos de ~65 mm. As barras foram recozidas a  $773 \pm 2$  K por 1 h e resfriadas ao ar para desenvolver uma matriz homogênea de grãos com um tamanho médio de ~300  $\mu\text{m}$  conforme determinado pelo método de interceptação linear.

Os tarugos recozidos foram cortados em discos com espessuras de ~1 mm e lixados até uma espessura de ~0,85 mm usando papéis abrasivos.

Os discos foram cortados e preparados na Universidade de Southampton seguindo metodologias anteriormente descritas (LEE, HAN JOO *et al.*, 2016).

### 3.2 Processamento por HPT

Os discos da liga Al-3%Mg foram processados por HPT na Universidade de Southampton, adotando uma pressão nominal de 6 GPa e uma velocidade de rotação de 2 rpm. A condição de processamento foi semi-restringida, metodologia é descrita em (FIGUEIREDO *et al.*, 2012; FIGUEIREDO; CETLIN; LANGDON, 2011; PEREIRA, PEDRO HENRIQUE R.; FIGUEIREDO, 2019). Amostras foram submetidas a até 0,5, 1, 2, 5, 10 e 20 voltas de HPT utilizando as temperaturas de processamento de  $\sim 300 \pm 5 K$  (temperatura ambiente) e  $450 \pm 5 K$ . No procedimento realizado a  $450 K$ , a temperatura de processamento foi alcançada por meio da utilização de um sistema de aquecimento composto por uma resistência térmica em formato tubular colocada no entorno das matrizes e um termopar de controle posicionado no eixo central da matriz superior a  $\sim 10 mm$  da amostra de HPT, conforme descrito em detalhe em um estudo recente (FIGUEIREDO; LANGDON, 2011; KAI; HORITA; LANGDON, 2008b; PEREIRA, PEDRO HENRIQUE R.; HUANG; LANGDON, 2017a).

### 3.3 Difração de Raios X - DRX

Após o processamento por HPT, as amostras nas diferentes condições foram avaliadas por Difração de Raios-X, DRX. O preparo das amostras para esta análise foi realizado seguindo o mesmo procedimento para a avaliação por Microscopia Óptica descrita na sessão acima, somado ao polimento feito com pasta de diamante de 9, 3 e 1  $\mu m$ .

Os discos processados e polidos até 1  $\mu m$  com pasta de diamante foram examinados por DRX utilizando o equipamento Philips Panalytical, operando com radiação Cu  $K\alpha$  de comprimento de onda  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ . A varredura por DRX foi feita com ângulos de difração ( $2\theta$ ) variando de 10 a  $90^\circ$ , com passo e tempo de permanência de  $0,02^\circ$  e 2,5 s, respectivamente.

Todas as condições de processamento foram avaliadas por esta técnica. Por meio dos difratogramas gerados e com auxílio de um software, foi realizado o refinamento de cada condição. Com esses dados obtidos foi possível caracterizar microestruturalmente estimando a densidade de deslocações contidas no material e o tamanho do cristalito.

O refinamento dos difratogramas obtidos pelo DRX foi realizado com o auxílio do software ““Convolutional Multiple Whole Profile fitting Main Page” (CMWP). O CMWP é um programa computacional desenvolvido por Gábor Ribárik e Tamás Ungár, ambos da Universidade Eötvös Loránd – Hungria. O software determina os parâmetros microestruturais por meio dos perfis de difrações, gerados a partir de difratogramas pela técnica de difração de raios X. Os parâmetros microestruturais possíveis de serem estabelecidos são o tamanho de cristalito e a densidade de deslocações.

No CMWP, o padrão de difração teórico é gerado, basicamente, somando-se a função do background com a função perfil, Equação 5.3 (RIBÁRIK, 2008).

$$I_{teórico} = BG(2\theta) + \sum_{hkl} I_{Máx}^{hkl} I^{hkl}(2\theta - 2\theta_0^{hkl}) \quad (5.3)$$

onde  $BG(2\theta)$  representa a função background,  $I_{Máx}^{hkl}$  é a intensidade do pico,  $2\theta_0^{hkl}$ , é o valor  $2\theta$  no centro do pico e  $I^{hkl}$  é a função perfil teórica para a reflexão  $hkl$ .

A função perfil teórica é expressa por uma transformada de Fourier obtida pela convolução da função perfil instrumental medido,  $I_{instr}^{hkl}$ , a função perfil teórica do tamanho de cristalito,  $I_{size}^{hkl}$ , a função perfil teórica da microdeformação para deslocações,  $I_{disl}^{hkl}$  e a função perfil teórica do defeito planar,  $I_{def.planares}^{hkl}$ , como mostrada na Equação 5.4 (RIBÁRIK, 2008):

$$I^{hkl} = I_{instr}^{hkl} * I_{size}^{hkl} * I_{disl}^{hkl} * I_{def.planares}^{hkl} \quad (5.4)$$

Os valores medidos do raios-X refinadas pelo programa CMWP, fornecem resultados dos tamanhos de cristalitos devido à convolução da função perfil teórica do tamanho de cristalito no cálculo da função perfil teórica. Durante o refino realizado pelo CMWP pode-se escolher no ajuste, dois formatos para os cristalitos: esférico, que corresponde ao efeito isotrópico, ou a forma elipsoidal, que corresponde à anisotropia, dependendo dos índices  $hkl$ . Para ambos os formatos, assume-se que o tamanho do cristalito determinado está disperso de acordo com

uma função de distribuição do tamanho, no caso, a distribuição lognormal (SCARDI; LEONI, 2002).

A amostra padrão utilizada para gerar o difratograma do perfil instrumental foi o pó de hexaboreto de lantânio (LaB6). Esta amostra foi escolhida devido às suas características, pois, apresenta um grande número de reflexões bem separadas em toda a faixa angular, livre de deformação e com um tamanho de grão suficientemente grande. O cálculo do perfil instrumental e dos perfis da linha de difração de raios-X referente às amostras analisadas foram obtidos em literaturas anteriores (RIBÁRIK, 2008).

O valor da densidade de deslocamentos é fornecido pelo programa. E o tamanho do cristalito deve ser calculado por meio da Equação 5.5 (UNGÁR, TAMÁS, 2003):

$$\langle x_{\text{área}} \rangle = m \exp(k\sigma^2) \quad (5.5)$$

onde k pode ser os valores de 0,5; 2,5 e 3,5 para casos média aritmética, área e volume, respectivamente. Neste trabalho o valor da constante k utilizado será o de 2,5 referente à área, como em trabalhos anteriores (FÁTAY *et al.*, 2003).

### 3.4 Ensaio de Microdureza

A liga Al-3%Mg processada por HPT nas diferentes temperaturas também foram avaliadas por microdureza. Buscando analisar a evolução da microdureza nas diferentes circunstâncias. O preparo seguiu o mesmo procedimento da análise de DRX.

O ensaio de microdureza foi feito também no laboratório de metalografia, utilizando o microdurômetro Microhardness Tester FM-700 – Future-Tech, operando com carga de 100 gf e tempo por indentação de 10 s. O esquema utilizado para o procedimento durante a medição da microdureza ao longo do diâmetro do disco é realizado com base em estudos anteriores, (KAWASAKI; LANGDON, 2008). O disco foi devidamente posicionado no microdurômetro, onde foi feita medição do centro da amostra para garantir que o real diâmetro. A microdureza média, Figura 3.2, em cada posição e seu desvio padrão foram estimados usando os valores registrados em 4 indentações equidistantes separadas por 0,15 mm dos pontos selecionados (KAWASAKI; LANGDON, 2008).

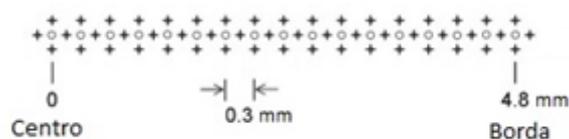


Figura 3.2 - Ilustração esquemática do procedimento para as medições de microdureza ao longo do diâmetro, separadas por 0,3 mm, em uma amostra de um quarto após o processamento por HPT. Adaptado (KAWASAKI; LANGDON, 2008).

### 3.5 Microscopia Eletrônica de Transmissão - MET

O estudo da caracterização microestrutural dos materiais utiliza microscópios eletrônicos para garantir a qualidade na resolução das imagens. Análises microestruturais por Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM) foram realizadas nas amostras de Al-3Mg processadas por 10 voltas HPT a 300 ou 450 K usando um microscópio FEI Tecnai G2-12-Spirit Biotwin, operando sob 120 kV. As lamelas TEM foram extraídas dos discos em posições localizadas a ~ 3 mm de seus centros aplicando moagem de feixe de íons focado usando um microscópio FEI Quanta 3D FEG.

A preparação foi feita por FIB e o local escolhido para retirada das lâminas para análise foi a 3 mm da região central. As amostras da liga foram preparadas e analisadas no Centro de Microscopia da UFMG.

### 3.6 Ensaio de Microtração

Os comportamentos de deformação da liga Al-3Mg processada por 10 voltas por HPT a 300 e 450 K foram avaliados por testes de tração usando uma máquina universal Shimadzu Autograph AGS-X. As superfícies dos discos HPT ficaram curvadas após o processamento devido à distorção elástica das matrizes (PEREIRA, PEDRO HENRIQUE R. *et al.*, 2015) para obter superfícies planas, as amostras foram retificadas e polidas até uma espessura de ~0,60 mm. Em seguida, usando o mesmo método descrito anteriormente (PEREIRA, P. H.R.; HUANG; LANGDON, 2015, 2017; PEREIRA, PEDRO HENRIQUE R. *et al.*, 2017), dois corpos de prova de tração descentralizados em miniatura com larguras e comprimentos de calibre de ~ 1,0 e 1,1 mm, respectivamente, foram cortados de cada disco usando usinagem de descarga de elétrons e, posteriormente, foram polido para obter superfícies

espelhadas ao longo das áreas do medidor. Essas amostras foram testadas em *RT* usando uma velocidade constante da cruzeta para fornecer uma taxa de deformação inicial ( $\dot{\epsilon}$ ) de  $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  e também em  $523 \pm 2 \text{ K}$  em taxas de deformação de  $\sim 1.0 \times 10^{-3}$ ,  $3.3 \times 10^{-3}$  e  $1.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .

As taxas foram escolhidas com base nas melhores condições encontradas em estudos anteriores [47].

### **3.7 Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV**

Após o teste de tração a 523 K, a topografia das amostras foi analisada por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) usando um microscópio FEI Quanta 200 FEG e as imagens resultantes foram usadas para estimar os tamanhos médios de grão. Utilizou-se o método de interceptos lineares para estimar o tamanho. A preparação da superfície das amostras foi realizada antes do ensaio de tração, não sendo utilizada outra preparação para avaliação no MEV.

## 4 RESULTADOS EXPERIMENTAIS

### 4.1 Variação da Microdureza

A Figura 4.1 mostra a variação da microdureza Vickers ao longo da seção média dos discos de Al-3Mg na condição não deformada e após processamento para até 20 voltas de HPT a 300 ou 450 K. Investigando a Figura 4.1(a) que a liga recozida apresenta uma distribuição razoavelmente uniforme da microdureza com um valor médio de  $\sim 55$  Hv. Após 1/2 volta de HPT a RT há um aumento acentuado dos valores de dureza envolvendo uma dureza mínima de  $\sim 80$  Hv no centro do disco que sobe para  $\sim 160$  Hv nas extremidades. Uma tensão adicional leva a um aumento gradual dos valores de dureza na área central de tal forma que, semelhante a um estudo anterior, (LEE, HAN JOO *et al.*, 2016) o material sujeito a 10 voltas apresenta uma microdureza Vickers de  $\sim 180$  Hv em todo o diâmetro do disco. A microdureza continua a aumentar ligeiramente e atinge um valor médio de  $\sim 200$  Hv após 20 voltas.

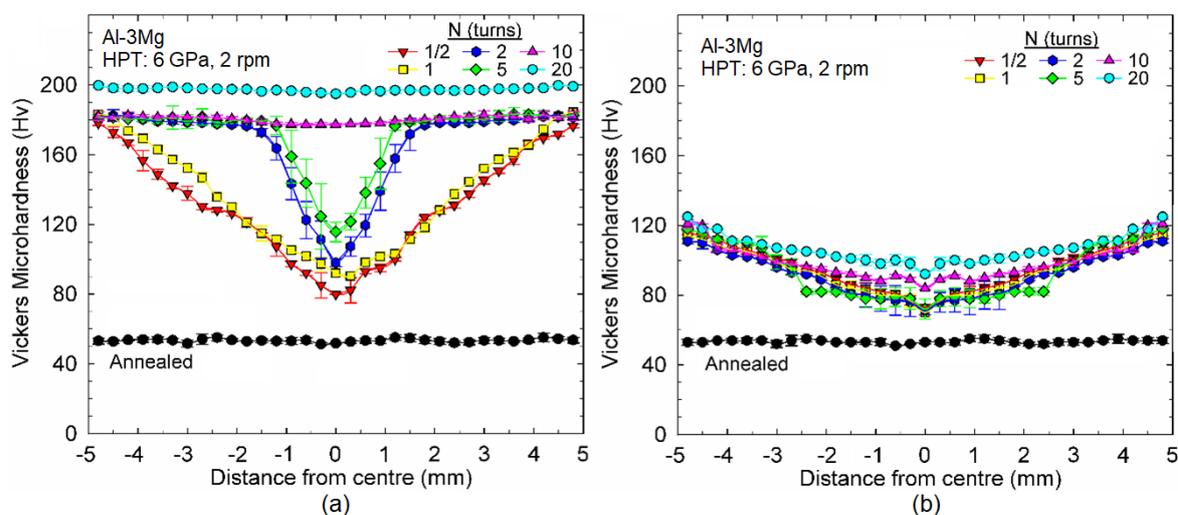


Figura 4.1 – Variação da microdureza Vickers registada nas posições de seção média com distância do centro dos discos Al-3Mg processados por HPT em (a) 300 ou (b) 450 K.

Uma comparação das Figuras 4.1(a) e (b) mostra que a liga Al-3Mg processada por HPT a 450 K atinge valores de microdureza muito mais baixos do que o mesmo material processado por HPT a RT. Após 1/2 volta de HPT a 450 K, a microdureza Vickers varia de  $\sim 80$  a 120 Hv para posições localizadas no centro e perto da periferia do disco, respectivamente. As

distribuições dos valores de microdureza permanecem essencialmente inalteradas após o processamento através de 1, 2 e 5 rotações do HPT a 450 K. Note-se também que a microdureza satura-se a  $\sim 125$  HV nas bordas da amostra e, embora haja um ligeiro aumento da dureza na região central dos discos após 10 e 20 rotações, a distribuição permanece não homogênea, contrastando com os resultados obtidos para o HPT a *RT*.

## 4.2 Evolução microestrutural

Os perfis XRD do disco Al-3Mg antes e depois de vários números de voltas do HPT são mostrados na Figura 4.2 onde o perfil rotulado "Recozido" corresponde ao material não processado. As curvas na Figura 4.2 indicam que as posições de pico não são significativamente afetadas pelo processamento de HPT mas, no entanto, os picos de XRD apresentam um alargamento acentuado após HPT, especialmente no processamento em *RT*. O material recozido exhibe picos para os (200), (111) e (222) planos da matriz Al e há também um pico em  $2\theta \approx 40,3^\circ$  que sugere a presença de uma segunda fase.

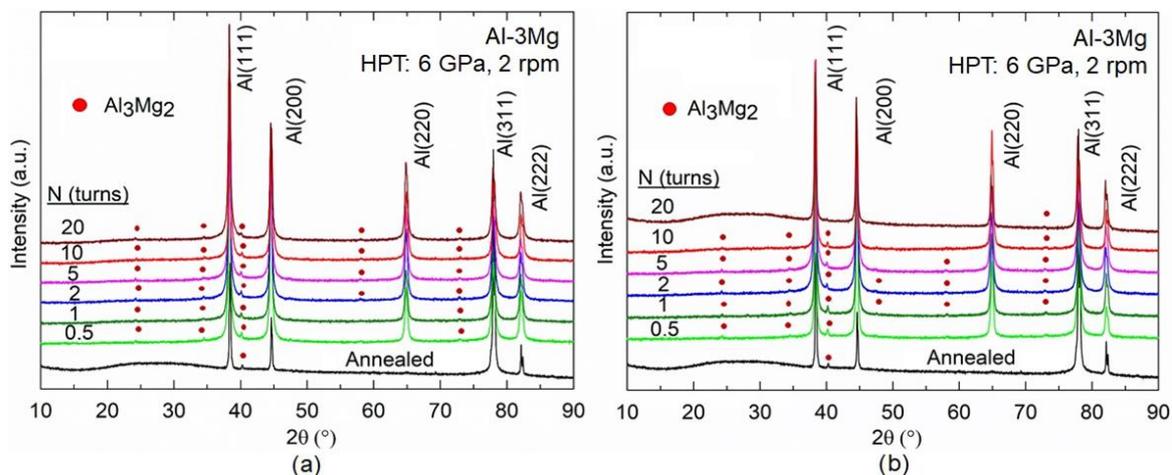


Figura 4.2 – Padrões XRD para a liga Al-3Mg processada por HPT a (a) 300 ou (b) 450 K.

O processamento de HPT a 300 ou 450 K leva ao início de um pico correspondente ao plano (220) da matriz Al. Além disso, à medida que o número de voltas aumenta, os padrões XRD exibem picos adicionais seguindo um padrão esperado para a fase de Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub>. No entanto,

após  $N > 5$  para HPT a 450 K, alguns dos picos da fase secundária desaparecem ou tornam-se desfocados e indetectáveis. Isto pode ser atribuído quer à fragmentação gradual e/ou dissolução parcial das fases de Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> (CERRI; LEO, 2005; KORNEVA *et al.*, 2019; XUE, KE-MIN *et al.*, 2019)

Os perfis XRD foram avaliados utilizando o software Convolutional Multiple Whole Profile (CMWP). Os resultados são mostrados na Figura 4.3 que mostra as variações do tamanho médio dos cristais ( $x_{<area>}$ ) e a densidade de deslocação ( $\rho$ ) na liga Al-3Mg com números crescentes de voltas de HPT a 300 ou 450 K. A condição não processada é designada por  $N = 0$  e exhibe  $x_{<area>} \approx 1000$  nm e  $\rho \approx 1 \times 10^{12}$  m<sup>-2</sup>. Decorre da Figura 4.3 que o tamanho médio dos cristais diminui rapidamente com o aumento do número de rotações até haver uma saturação aparente a valores mínimos de ~140 nm e 240 nm para a liga Al-3Mg processada por HPT a 300 e 450 K, respectivamente. Os resultados na Figura 4.3(b) revelam que, em comparação com o estado recozido, a densidade de deslocações aumenta em cerca de duas ordens de magnitude após 1/2 rotações de HPT a 300 K, atingindo  $\sim 4 \times 10^{14}$  m<sup>-2</sup>. Os valores de  $\rho$  aumentam então a uma taxa mais baixa para  $\sim 9 \times 10^{14}$  m<sup>-2</sup> após 5 voltas e permanecem quase constantes até 20 revoluções de HPT. É de notar que os valores da densidade de deslocações neste estudo mostram a mesma tendência que num estudo recente, embora tenha sido utilizado um método diferente para estimar  $\rho$  (LEE, HAN JOO *et al.*, 2016).

É surpreendentemente demonstrado na Fig 3(b) que a liga Al-3Mg processada através de 1/2 volta de HPT a 450 K exhibe uma densidade de deslocações mais elevada ( $\sim 10^{15}$  m<sup>-2</sup>) pós HPT a RT numa condição equivalente. Uma maior tensão leva a uma rápida redução da densidade de luxações que se torna inferior à da liga Al-3Mg processada por HPT a RT. Após 10 voltas de HPT a 450 K,  $\rho \approx 3 \times 10^{14}$  m<sup>-2</sup> e a partir daí cai apenas marginalmente até 20 revoluções.

As figuras 4.4 e 4.5 apresentam imagens TEM típicas obtidas em posições localizadas a ~3,5 mm dos centros dos discos Al-3Mg processados por 10 voltas de HPT a 300 e 450 K voltas, respectivamente. Para simplificar, os discos de Al-3Mg sujeitos a 10 voltas de HPT a 300 ou 450 K são doravante denominados 10-HPT-RT e 10-HPT-HT, respectivamente. A inspeção das figuras 4.4(a) e (b) revela que, para ambas as temperaturas de processamento, o processamento de HPT promoveu o desenvolvimento de estruturas de granulação ultrafina na liga Al-3Mg.

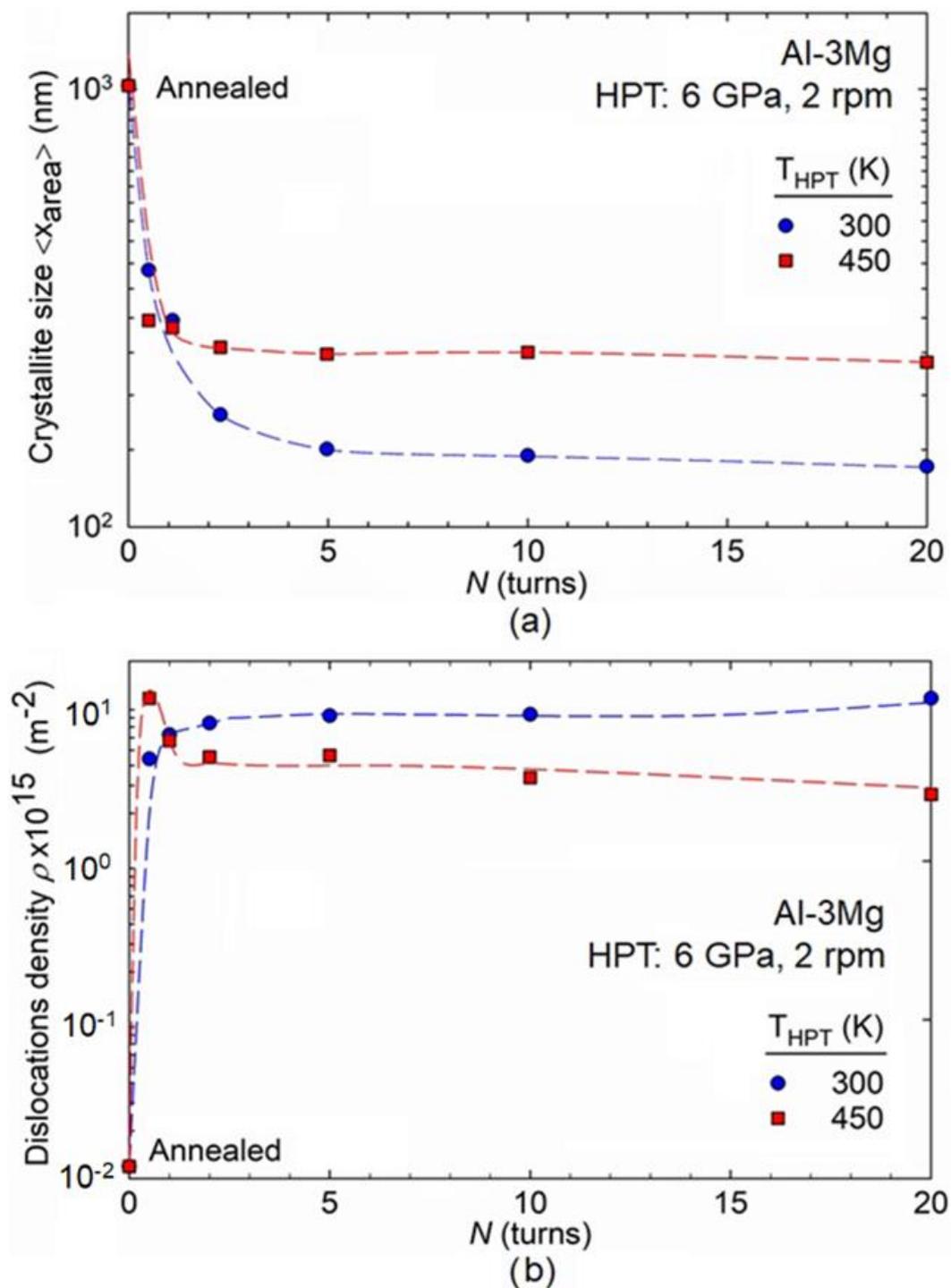


Figura 4.3 – (a) Tamanho dos cristais e (b) densidade de deslocações em função do número de voltas dos discos de Al-3Mg processados por HPT em 300 ou 450 K.

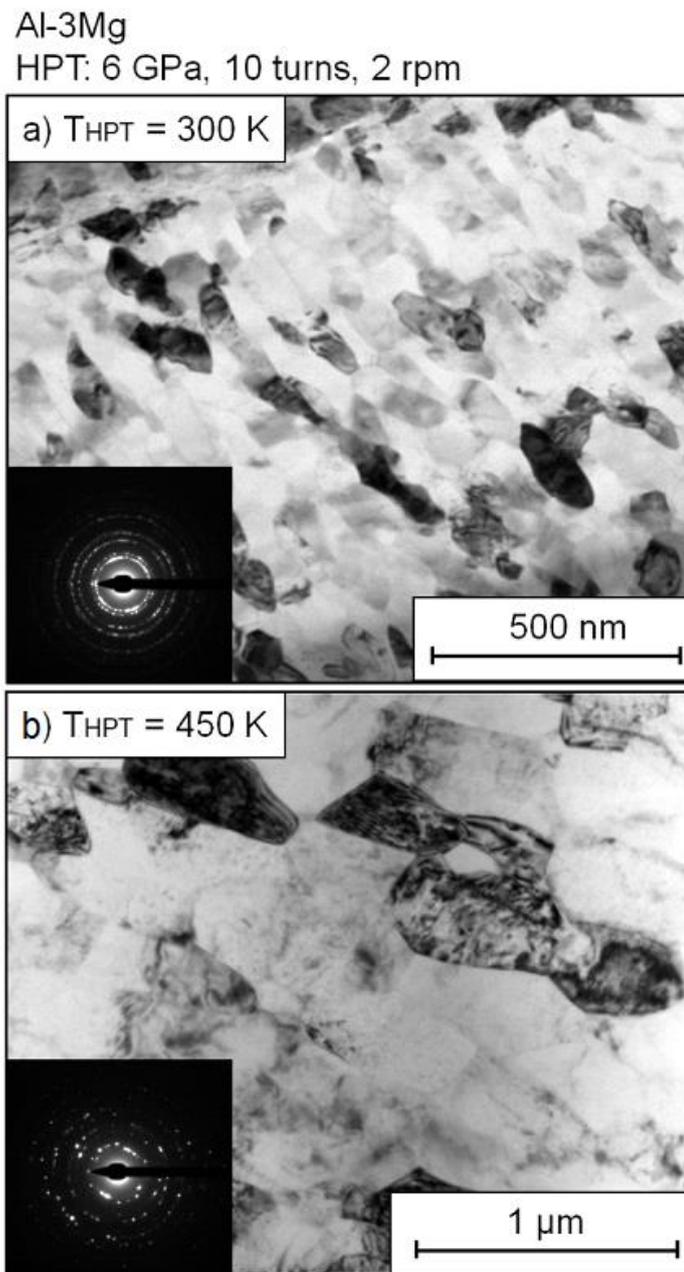


Figura 4.4 – Imagens TEM e padrões SAED correspondentes mostrando grãos e estruturas de deslocações da liga Al-3Mg processados por 10 voltas de HPT a (a) 300 ou (b) 450 K.

A microestrutura do material 10-HPT-RT tem estruturas de grão ligeiramente alongadas com um tamanho médio de  $\sim 150 \text{ nm}$ , onde isto é semelhante a investigações anteriores após o processamento de diferentes ligas de Al-3Mg por HPT na RT (LAGE *et al.*, 2019; PEREIRA, P. H.R.; HUANG; LANGDON, 2017; PEREIRA, PEDRO HENRIQUE R.; HUANG; LANGDON, 2017b; PEREIRA, PEDRO H.R. *et al.*, 2017b; SAKAI, GENKI; HORITA;

LANGDON, 2005). Adicionalmente, os anéis claramente definidos no padrão SAED da Figura 4.4(a) sugerem que os domínios da Figura 4.4(a) são altamente desorientados e, portanto, são predominantemente grãos e não subgrãos. Pelo contrário, a liga Al-3Mg processada por HPT a 450 K exibe grãos bastante equiaxiais com um tamanho médio de ~500 nm. É importante notar que este valor é muito maior do que o tamanho do grão reportado para uma liga Al-3Mg-0,2Sc submetida a 10 voltas de HPT à mesma temperatura, embora esta última liga tenha sido tratada antes do processamento (PEREIRA, P. H.R.; HUANG; LANGDON, 2017; PEREIRA, PEDRO HENRIQUE R.; HUANG; LANGDON, 2017a). Além disso, com base na forma de anel do padrão SAED para o disco de 10-HPT-HT e considerando o menor número de cristais na área examinada, é também provável que as estruturas da Fig 4(b) estejam na sua maioria separadas por limites de grão de grande ângulo.

Al-3Mg

HPT: 6 GPa, 10 turns, 2 rpm

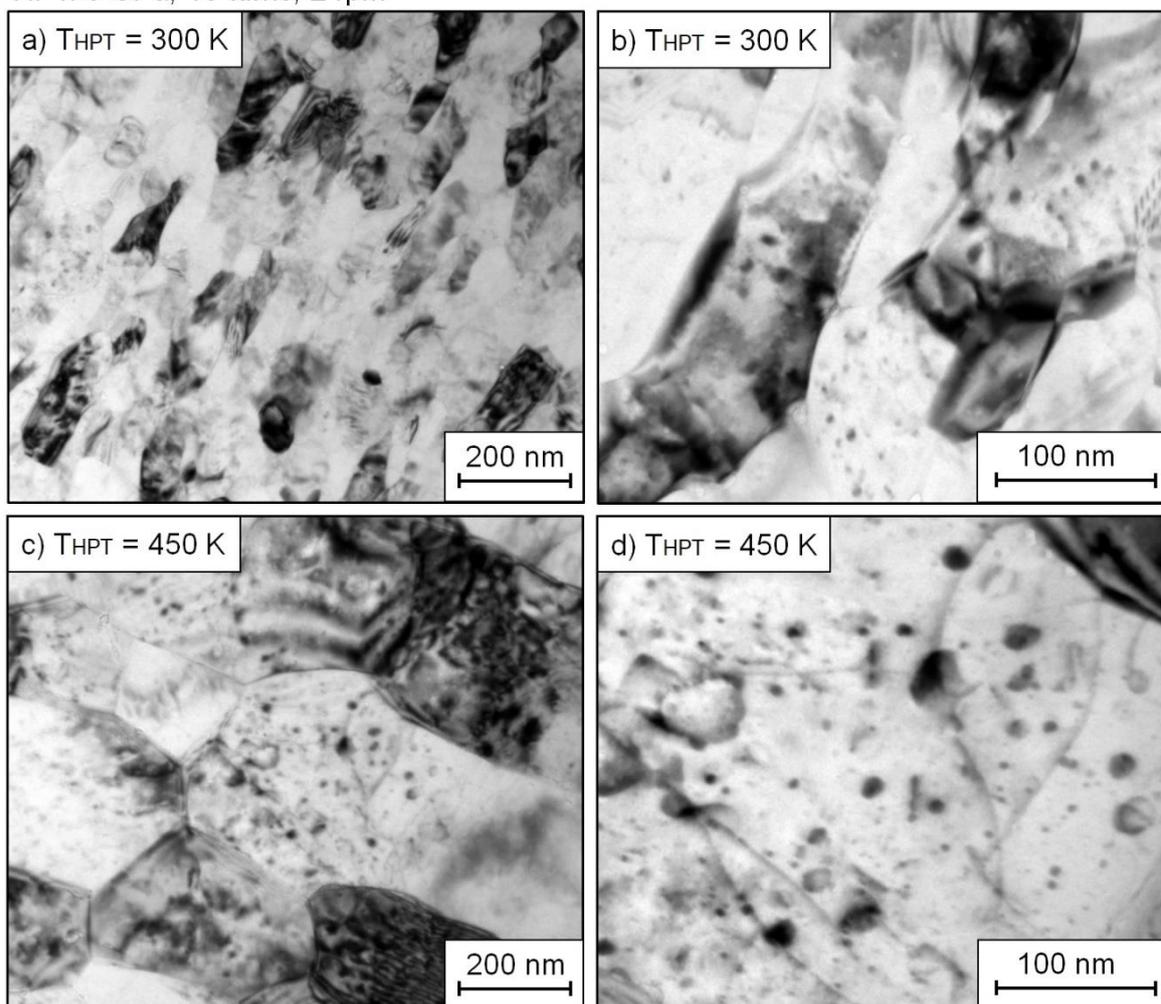


Figura 4.5 – Imagens TEM revelando a presença de precipitados para a liga Al-3Mg processada por 10 voltas de HPT a (a e b) 300 ou (c e d) 450 K.

É evidente a partir das imagens TEM de maior ampliação na Figura 4.5 que a liga processada por HPT exibe estruturas de deslocações e um grande número de partículas da segunda fase dentro dos grãos recém-desenvolvidos. A presença de deslocações livres e emaranhados é mais evidente no material processado por HPT a 450 K, como se observa nas figuras 4.5(c) e (d). Estas deslocações são por vezes retardados pelas partículas nanométricas que correspondem aos precipitados de  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ , como mostram as análises de XRD na Figura 4.2. O diâmetro médio equivalente destas partículas em forma redonda foi estimado utilizando um procedimento que envolveu uma medição da área de  $>300$  precipitados, e isto deu valores de  $\sim 10$  e  $\sim 16$  nm para a liga Al-3Mg processada através de 10 voltas de HPT a 300 K e 450 K, respectivamente.

### 4.3 Propriedades de tração e microestrutura após ensaio

As amostras da liga Al-3Mg foram submetidas a 10 voltas de processamento de HPT a 300 ou 450 K e posteriormente testadas em tensão a 300 e 523 K utilizando diferentes taxas de deformação. Estas condições foram escolhidas com intuito de comparar os resultados com trabalhos anteriores [47]. A figura 4.6 mostra um gráfico representativo da tensão de engenharia vs tensão de engenharia para a liga processada por HPT puxada até à falha em *RT* utilizando uma taxa de tensão de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Os resultados demonstram que o material processado por HPT a 450 K apresenta tensões de fluxo mais baixas, mas um alongamento marcadamente mais elevado quando comparado com a liga processada em *RT*. Este último deu uma tensão de engenharia significativamente maior sem deformação perceptível, indicando um comportamento frágil sob tensões de tração. Foram relatados recentemente resultados análogos para uma liga Al-4.4Mg-0.26Sc-0.09Zr (MATHEW *et al.*, 2022) processados por 10 rotações de HPT a diferentes temperaturas e testados à tração em condições semelhantes. No entanto, o Al-3Mg no presente estudo apresenta um stress de rendimento mais baixo e uma ductilidade melhorada após HPT a 450 K.

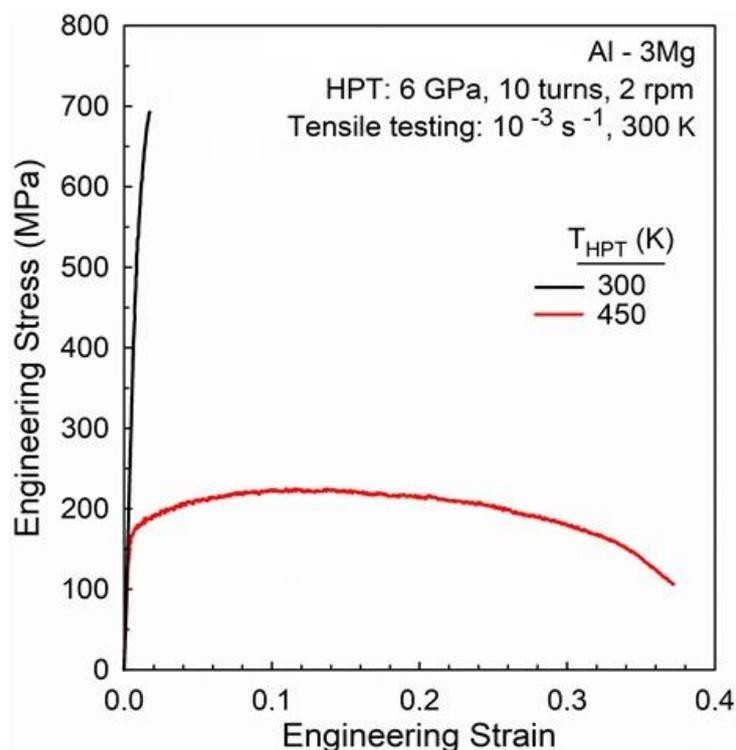


Figura 4.6 – Curvas de tensão de engenharia vs. curvas de tensão de engenharia para a liga Al-3Mg processada por HPT a 300 ou 450 K e testada posteriormente em tensão a  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  e 300 K.

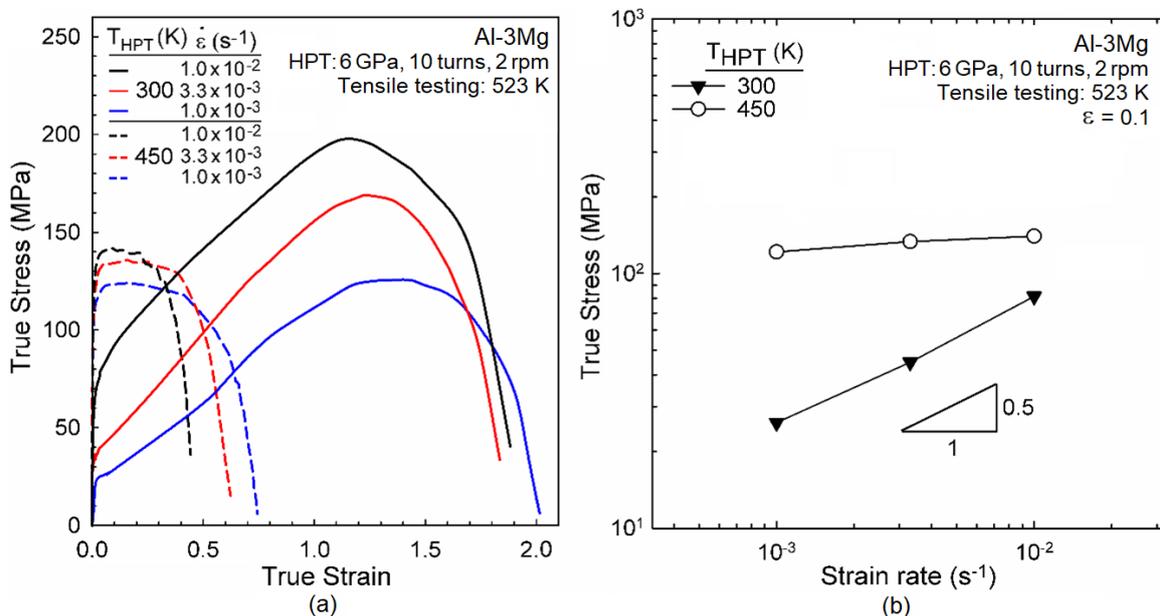


Figura 4.7 – (a) Tensão real vs tensão real e (b) tensão real em  $\epsilon = 0,1$  vs curvas de taxa de deformação da liga Al-3Mg processada por HPT a 300 ou 450 K e subsequentemente testada à tração a 523 K usando taxas de deformação de  $1.0 \times 10^{-2}$ ,  $3.3 \times 10^{-3}$  e  $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

A figura 4.7(a) mostra gráficos de tensão verdadeira vs tensão verdadeira para amostras processadas por 10 voltas de HPT a 300 e 450 K e mais puxadas até à falha a 523 K usando taxas de tensão que variam de  $1.0 \times 10^{-3}$  a  $1.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Estas parcelas foram obtidas a partir de dados adquiridos utilizando amostras em miniatura após a eliminação da deformação elástica do aparelho de ensaio e, além disso, assumiu-se que a ocorrência de deformação uniforme convertia a tensão de engenharia em tensão verdadeira. Por conseguinte, os valores de tensão verdadeira em estirpes para além da tensão máxima não refletem o comportamento do fluxo verdadeiro.

A inspeção da Figura 4.7(a) mostra que o aumento da temperatura de ensaio de 300 para 523 K utilizando uma taxa de deformação de  $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  leva a alongamentos mais elevados, mas níveis de tensão significativamente mais baixos para a liga processada por HPT. É evidente a partir das curvas da Figura 4.7(a) que, para taxas de deformação comparáveis, o

metal processado por HPT em *RT* apresenta um endurecimento significativo do trabalho, enquanto a liga processada a 450 K apresenta apenas um endurecimento de deformação menor e atinge deformações máximas mais baixas. Os resultados na Figura 4.7(a) também revelam um aumento involuntário da ductilidade do Al-3Mg processado por HPT a *RT* após o aumento da temperatura de deformação de 300 para 523 K: as deformações verdadeiras acima de ~1,8 são agora atingidas durante os testes de tração com uma deformação máxima de ~2.0 para  $\dot{\epsilon} \approx 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

A Figura 4.7(b) mostra a variação da tensão de fluxo em  $\epsilon = 0.1$  com a taxa de deformação inicial para amostras processadas por 10 voltas de HPT a 300 ou 450 K. Os pontos de referência experimentais da Figura 4.7(b) foram traçados utilizando escalas logarítmicas tanto para a tensão verdadeira como para a taxa de deformação verdadeira, de modo a que as inclinações destas curvas representem a sensibilidade da taxa de deformação ( $m$ ) e fornece informações sobre os mecanismos de deformação prevaletentes (PEREIRA, PEDRO HENRIQUE R. *et al.*, 2017). É facilmente visível que o material 10-HPT-HT apresenta tensões de fluxo mais elevadas a  $\epsilon = 0.1$  quando comparado com a liga 10-HPT-*RT* em condições equivalentes. Além disso, a inclinação da curva aumenta com a diminuição da temperatura do HPT de tal forma que  $m \approx 0.5$  para o metal 10-HPT-*RT* a 523 K dentro da gama de taxas de deformação utilizada neste estudo.

A figura 4.8 mostra as formas das amostras de Al-3Mg após ensaios de tração a alta temperatura para o material originalmente submetido a 10 voltas de processamento de HPT a 300 ou 450 K. Os valores de alongamento são também exibidos no lado direito das amostras deformadas. Decorre da Figura 4.8 que a liga de Al-3Mg processada por 10 voltas de HPT a *RT* atinge alongamentos de tração mais elevados do que as amostras de 10-HPT-HT a 523 K.

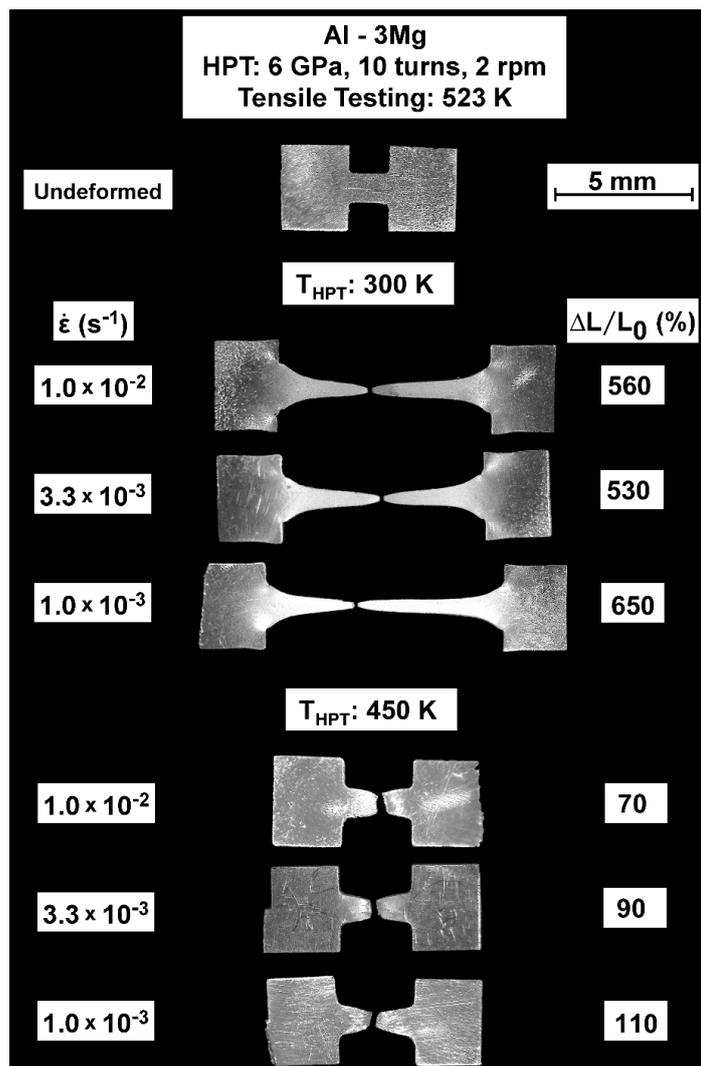


Figura 4.8 – Forma das amostras da liga Al-3Mg processadas através de 10 voltas de HPT a 300 ou 450 K e subsequentemente puxadas para a falha a 523 K.

As imagens da Figura 4.8 revelam que os alongamentos superplásticos, definidos como alongamentos a falhas superiores a 400% (KAWASAKI; LANGDON, 2014; LANGDON, TERENCE G., 2009), são consistentemente atingidos nas amostras de 10-HPT-RT ao longo de toda a gama de taxas de deformação utilizadas neste estudo. Pelo contrário, foram alcançados alongamentos que variam entre ~70% e 110% nas amostras de 10-HPT-HT testadas a 523 K. Um exame mais detalhado destas imagens revela que, para todas as condições, a largura das amostras em miniatura apresenta provas de um pescoço localizado na proximidade da sua ponta de fratura, mas isto corresponde a uma região mais pequena em comparação com a área total do calibre nas amostras de 10-HPT-HT.

É agora reconhecido que a superplasticidade ocorre através do movimento relativo dos grãos adjacentes através do deslizamento dos limites dos grãos (GBS) (LANGDON, TERENCE G., 1994) e isto significa que as estruturas de grãos se destacam nas superfícies dos espécimes após os testes de tração. Assim, a fim de avaliar a distribuição e morfologia geral dos grãos nas superfícies das amostras deformadas, a Figura 4.9 apresenta imagens SEM que mostram as topografias de superfície nas áreas de calibre das amostras de Al-3Mg processadas por HPT a 300 e 450 K e outras testadas à tração a 523 K, utilizando taxas de deformação de  $10^{-3}$  e  $10^{-2}$  s<sup>-1</sup>.

É claramente visível nas imagens SEM das figuras 4.9(a) e (b) que a liga 10-HPT-RT exhibe microestruturas uniformes formadas por grãos quase equiaxiais com tamanhos médios ( $\bar{L}$ ) de ~1.0 e 2.0  $\mu\text{m}$ , como estimado pelo método de intercepção linear para os espécimes testados em  $10^{-2}$  e  $10^{-3}$  s<sup>-1</sup>, respectivamente. É também aparente que as microcavidades se formam em junções triplas e limites de grãos, como indicado pelas setas. Pelo contrário, as microestruturas do material processado por HPT a 450 K são muito pouco homogêneas e as suas estruturas granulares podem ser divididas em dois grupos separados. Como se mostra nas Figuras 9(c) e (d), alguns dos grãos são quase equiaxiais e têm diâmetros da ordem de alguns micrómetros.

Contudo, estas estruturas de grãos são misturadas com grãos muito maiores dando origem a uma estrutura bimodal com  $\bar{L} \approx 8$  e  $\sim 25$   $\mu\text{m}$  após testes a 523 K em  $10^{-2}$  e  $10^{-3}$  s<sup>-1</sup>, respectivamente. É também evidente nas Figuras 4.9(c) e (d) que existem numerosas cavidades nos limites dos grãos e junções triplas para ambos os grupos de grãos.

Al - 3%Mg (Solution Treated)  
HPT: 6 GPa, 10 turns, 2 rpm  
Tensile Testing: 523 K

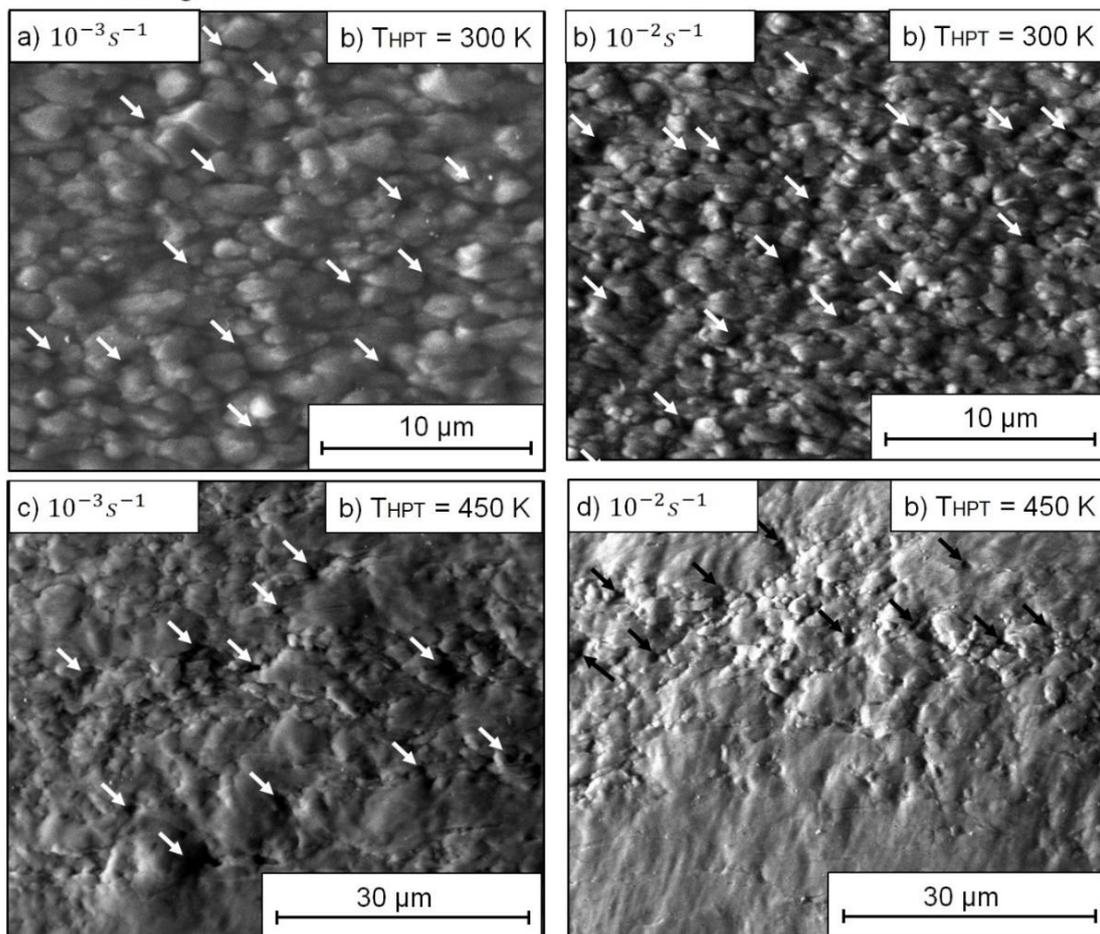


Figura 4.9 – Imagens SEM tiradas ao longo da área de medição de amostras de Al-3Mg processadas através de 10 voltas de HPT a (a e b) 300 ou (c e d) 450 K e testadas posteriormente em tensão a 523 K a taxas de deformação de  $10^{-3}$  e  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .

## 5 DISCUSSÃO

### 5.1 O efeito da temperatura de processamento na resistência mecânica das ligas de Al-Mg

Os resultados atuais demonstram que o processamento de HPT de uma liga Al-3Mg através de 10 voltas leva a um refinamento significativo do grão até um tamanho médio de ~150 nm no metal processado em *RT* juntamente com o endurecimento até uma microdureza Vickers de ~180 Hv. Em contraste, o processamento a 450 K promove um endurecimento menos pronunciado e um refinamento do grão ( $\bar{L} \approx 500$  nm) combinado com o desenvolvimento de uma distribuição de dureza mais não homogênea. Estas tendências são consistentes com experiências anteriores realizadas com outros metais processados por HPT a diferentes temperaturas e com os valores reportados para ligas de Al-Mg com conteúdo semelhante de Mg e pequenas adições de Sc (DOBATKIN *et al.*, 2006; PEREIRA, P. H.R.; HUANG; LANGDON, 2017; PEREIRA, PEDRO HENRIQUE R.; HUANG; LANGDON, 2017a, b) embora as ligas Al-Mg-Sc exibam consistentemente tamanhos de grão menores.

Os valores de dureza da Figura 4.1 foram utilizados para construir parcelas de microdureza Vickers em função de uma tensão equivalente ( $\varepsilon_{eq}$ ) (VORHAUER; PIPPAN, 2004). A tensão equivalente no processamento de HPT foi calculada considerando os valores médios na mesma posição radial ( $R$ ), para um determinado número de voltas ( $N$ ), foi utilizada uma espessura ( $h$ ) e 0,70 mm nos cálculos com a seguinte expressão (VALIEV, R. Z. *et al.*, 1996):

$$\varepsilon_{eq} = \frac{2\pi Nr}{h\sqrt{3}} \quad (2.1)$$

Os resultados são mostrados na Figura 5.1 e demonstram que o material processado por HPT na *RT* apresenta um aumento inicial rápido da dureza até um valor de ~180 Hv para uma tensão de ~40, seguido de uma saturação aparente nos valores de dureza até 10 rotações. No entanto, há um aumento da microdureza em todo o disco no material sujeito a 20 voltas de HPT. Este comportamento de endurecimento é típico da deformação do HPT em metais com energias defeituosas de empilhamento baixo a moderado durante o processamento a baixas temperaturas homólogas. ( $T_H$ ) (BACHMAIER; HAFOK; PIPPAN, 2010; BAZARNIK *et al.*, 2015; EDALATI *et al.*, 2014; KAWASAKI, 2014; LOUCIF *et al.*, 2012; PEREIRA,

PEDRO HENRIQUE R.; HUANG; LANGDON, 2016). Contudo, com base nos dados actuais, não é possível confirmar que o material atingiu uma saturação total de dureza após 20 voltas de HPT na *RT*. Deve notar-se, contudo, que os valores de dureza são consistentes com experiências anteriores realizadas utilizando Al-3Mg [115] e Al-3Mg-0.2Sc (PEREIRA, PEDRO HENRIQUE R.; HUANG; LANGDON, 2016) ligas recozidas antes do processamento de HPT.

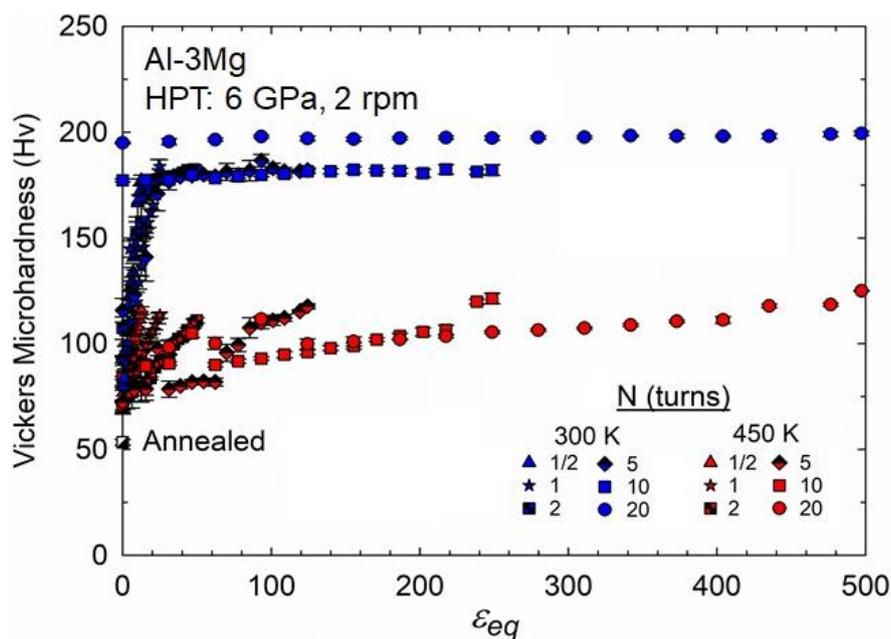


Figura 5.1 - Microdureza Vickers em função da tensão equivalente para a liga Al-3Mg processada por HPT a 300 ou 450 K.

Pelo contrário, a liga Al-Mg processada por HPT a 450 K apresenta um comportamento de endurecimento muito distinto. Assim, a inspeção da variação dos valores de dureza nas posições das extremidades para diferentes números de voltas revela que existe um endurecimento rápido até uma dureza de pico de  $\sim 120$  Hv a  $\epsilon_{eq} \approx 10$ , e isto é seguido de amolecimento de tensão até uma dureza de  $\sim 75$  Hv a  $\epsilon_{eq} \approx 80$ . A dureza na área da borda aumenta novamente e atinge  $\sim 120$  Hv a  $\epsilon_{eq} \approx 120$  e 240, seguido de amolecimento para  $\sim 110$  Hv a  $\epsilon_{eq} \approx 80$ . Este comportamento é consistente com as oscilações recorrentes observadas no torque da curva em relação ao tempo adquirido durante o processamento de HPT de uma liga de Al-3Mg a  $\sim 450$  K (BACHMAIER; HAFOK; PIPPAN, 2010).

A evolução microestrutural dos metais durante a deformação plástica com TH elevada depende da taxa de deformação prevalente (SAKAI, TAKU *et al.*, 2014). Decorre da derivada de Eq. (2.1) com o tempo que a taxa de deformação no processamento de HPT é proporcional à taxa de rotação e à posição radial ( $R$ ). Também, como demonstrado nas Figuras 4.1 e 5.1, a dureza na liga Al-3Mg processada por HPT a 450 K aumenta com raios crescentes mesmo depois de 20 voltas e a dureza máxima aparentemente atingiu os limites superiores nas periferias dos discos.

Conseqüentemente, com base neste comportamento de endurecimento, os diferentes rácios de aspecto das estruturas dos grãos após a deformação (GHOSH; RENK; PIPPAN, 2017; VORHAUER; PIPPAN, 2008) e outras provas bibliográficas para uma liga Al-3Mg (BACHMAIER; HAFOK; PIPPAN, 2010), revela-se assim que existem dois mecanismos diferentes de restauração que operam na liga Al-3Mg durante o processamento de HPT a diferentes temperaturas. A restauração dinâmica em  $RT$  está ligada a uma migração de limite de grão induzida por tensão (PIPPAN *et al.*, 2010; RENK; PIPPAN, 2018, 2019) enquanto o processamento de HPT a 450 K parece estar associado à recristalização dinâmica descontínua como é típico dos procedimentos convencionais de trabalho em metal a altas temperaturas homólogas (SAKAI, TAKU *et al.*, 2014).

A influência do tamanho do grão na resistência mecânica com baixo TH é frequentemente prevista utilizando a relação Hall-Petch (HALL, 1951; PETCH, 1953). Esta relação também pode ser considerada para a variação da microdureza Vickers ( $H$ ) com o tamanho médio dos grãos ( $\bar{L}$ ) como utilizado em estudos anteriores do SPD (BAZARNIK *et al.*, 2015; FURUKAWA, MINORU *et al.*, 1998; LEE, H.-J. *et al.*, 2016) usando a seguinte equação:

$$H = H_0 + k_H \bar{L}^{-1/2} \quad (5.1)$$

onde  $H_0$  e  $k_H$  são constantes do material.

A figura 5.2 mostra uma parcela de microdureza Vickers em função de  $\bar{L}^{-1/2}$  para a liga Al-3Mg processada por 10 voltas de HPT neste estudo considerando a dureza na posição radial em que a microestrutura foi examinada. Estão também incluídos pontos de referência adicionais para as ligas de Al-Mg processadas por HPT (DOBATKIN *et al.*, 2006; LIU, MANPING P. *et al.*, 2013; SAKAI, GENKI; HORITA; LANGDON, 2005; WANG, J. *et al.*, 1996), ECAP (DÁM; LEJČEK; MICHALCOVÁ, 2013; FURUKAWA, MINORU *et al.*,

1998; TAŃSKI *et al.*, 2017) e ARB (REZA TOROGHINEJAD; ASHRAFIZADEH; JAMAATI, 2013). Decorre da Figura 5.2, que embora haja alguma dispersão nos pontos de referência para  $\bar{L} < 1 \mu\text{m}$ , a relação entre  $H$  e  $\bar{L}^{-1/2}$  segue uma tendência linear ascendente  $\bar{L}^{-1/2} \approx 2600 \text{ m}^{-1/2}$  quando os valores de dureza parecem atingir um limite superior. A dispersão nos dados é uma consequência da ação de mecanismos adicionais de endurecimento, tais como a deslocação e o reforço precipitado que dependem da história termomecânica das ligas de Al-Mg. Além disso, os dados experimentais até este ponto estão próximos de uma única linha com  $H_0 = 37.8 \text{ Hv}$  e  $K_H = 0.0524 \text{ Hv m}^{-1/2}$ .

Os resultados da Figura 5.2 indicam também que a temperatura de processamento, a natureza do procedimento do DPS, a composição química e o estado inicial antes do processamento afetam a resistência mecânica das ligas de Al-Mg. O processamento com TH mais elevado para uma determinada liga leva a uma maior granulometria e a uma menor microdureza, devido a uma cinética de difusão mais rápida durante a deformação, o que favorece a eliminação de deslocações. Quanto à natureza do método SPD, em geral, o processamento de HPT leva a estruturas de grão mais finas e a uma maior resistência em comparação com outros procedimentos SPD para metais com composições semelhantes. Isto ocorre devido às tensões mais elevadas obtidas através do processamento de HPT devido à aplicação de tensões compressivas elevadas no disco durante a deformação. (PEREIRA, P. H.R. *et al.*, 2014).

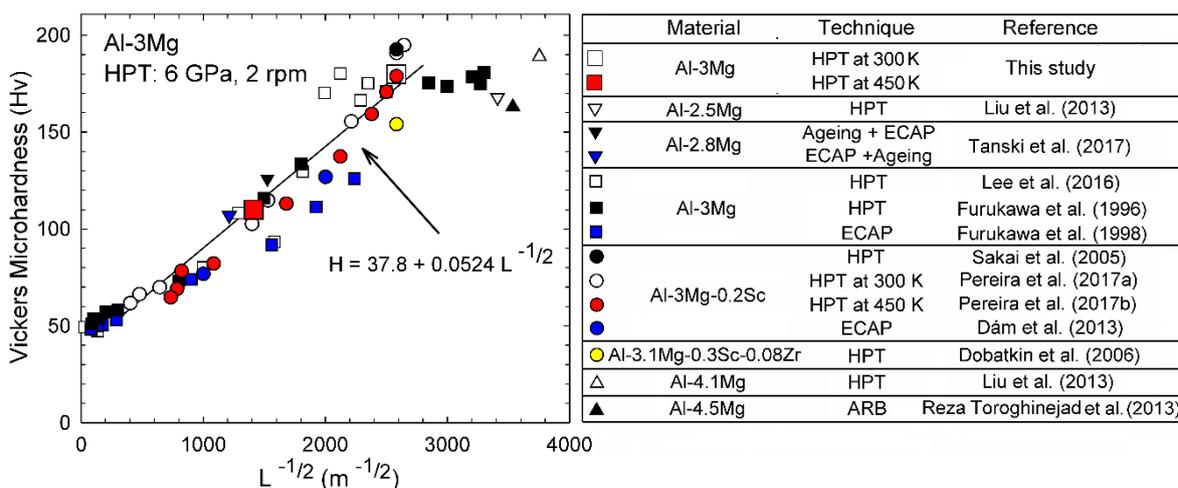


Figure 5.2 - Microdureza Vickers em função de  $\bar{L}^{-1/2}$  para ligas de Al-Mg com composições semelhantes sujeitas a qualquer HPT (DOBATKIN *et al.*, 2006; LIU, MANPING P. *et al.*, 2013; SAKAI, GENKI; HORITA; LANGDON, 2005; WANG, J. *et al.*, 1996), ECAP (DÁM; LEJČEK; MICHALCOVÁ, 2013; FURUKAWA, MINORU *et al.*, 1998; TAŃSKI *et al.*, 2017) e ARB (REZA TOROGHINEJAD; ASHRAFIZADEH; JAMAATI, 2013) em diferentes condições de processamento.

Decorre também dos resultados descritos na Figura 5.2 que o Al-3Mg-0.2Sc processado através de 10 HPT gira a 300 K (PEREIRA, PEDRO HENRIQUE R.; HUANG; LANGDON, 2017b; SAKAI, GENKI; HORITA; LANGDON, 2005) atinge valores de dureza ligeiramente superiores e tamanhos de grão menores quando comparado com a liga Al-3Mg processada por HPT na RT. Deve notar-se, contudo, que os discos de Al-3Mg-0.2Sc eram solução tratada antes do processamento enquanto o Al-3Mg utilizado no presente estudo foi recozido antes do HPT. Consequentemente, a liga de Al-3Mg exibia partículas grosseiras de Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> e quantidades mais baixas de Mg em solução sólida (~2.5% Mg) antes do processamento do HPT. Pelo contrário, não foram detectadas partículas de Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> na liga Al-3Mg-0,2Sc tratada com solução e as quantidades mais elevadas de Mg em solução sólida nesta liga reduziriam a taxa de recuperação e permitiriam assim a obtenção de um refinamento adicional dos grãos.

Isto também pode explicar os maiores tamanhos de grão alcançados na liga Al-3Mg processada por HPT a 450 K em comparação com a Al-3Mg-0.2Sc deformada em condições semelhantes. As quantidades mais baixas de Mg em solução sólida tanto na liga recozida como na processada por HPT aumentam a sua energia de falha de empilhamento e facilitam a recuperação dinâmica. Além disso, como a mobilidade dos limites do grão também aumenta com a diminuição do conteúdo de Mg em solução sólida (HUANG, Y.; HUMPHREYS, 2012; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004), a transição da migração de fronteira mecânica para uma recristalização dinâmica descontínua ocorre provavelmente a temperaturas mais baixas (RENK; PIPPAN, 2018, 2019).

## 5.2 Superplasticidade e estabilidade microestrutural em ligas de Al-Mg

A superplasticidade envolve a realização de alongamentos  $\geq 400\%$  em metais com granulometria  $< 10\ \mu\text{m}$  e com uma sensibilidade de tensão de  $\sim 0,5$  (LANGDON, TERENCE G., 2009). O mecanismo de deformação associado à superplasticidade é o deslizamento do limite do grão onde a taxa de deformação em condições de estado estacionário é dada pela seguinte expressão (LANGDON, T. G., 1994):

$$\dot{\epsilon} = \frac{AD_{gb}G\mathbf{b}}{kT} \left(\frac{\bar{L}}{b}\right)^2 \left(\frac{\sigma}{G}\right)^2 \quad (5.1)$$

onde  $D$  é o coeficiente de difusão para a difusão limite dos grãos,  $G$  é o módulo de cisalhamento,  $b$  é o vector Burgers,  $k$  é a constante de Boltzmann,  $T$  é a temperatura absoluta,  $\sigma$  é a verdadeira tensão aplicada e  $A$  é uma constante sem dimensão igual a  $\sim 10$ .

Há provas consistentes que apoiam a ocorrência de GBS na liga Al-3Mg processada por 10 revoluções de HPT a  $RT$  durante a deformação a 523 K. Como ilustrado nas Figuras 4.7 e 4.8, o material 10-HPT- $RT$  apresenta alongamentos  $\geq 500\%$  e valores de  $m$  de  $\sim 0,5$  a taxas de deformação de  $10^{-3}$  a  $10^{-2}\ \text{s}^{-1}$ , atingindo um alongamento máximo de  $\sim 620\%$  para  $\dot{\epsilon} \approx 10^{-3}\ \text{s}^{-1}$ . Inversamente, após 10 HPT rodar a 450 K o mesmo material atingiu um alongamento máximo de apenas  $\sim 110\%$  devido a uma baixa sensibilidade à taxa de deformação aparente.

Deve notar-se, contudo, que os valores  $m$  estimados a partir da inclinação da Figura 4.7(b) foram calculados utilizando tensões de fluxo em  $\epsilon = 0.1$  e, por conseguinte, pode ter ocorrido um aumento considerável de grãos durante o aquecimento e deformação até esta fase. Assim, e a fim de confirmar inequivocamente a ocorrência de fluxo superplástico na liga Al-3Mg processada por HPT em  $RT$  considerando possíveis efeitos de embrutecimento dos grãos, a Figura 5.3 mostra a relação entre a temperatura e a taxa de deformação compensada do tamanho do grão  $(\epsilon kT/D_{gb}G\mathbf{b})(\bar{L}/b)^2$  e o tensão normalizada  $(\sigma/G)$  para o material testado a 523 K. Neste estudo,  $\sigma$  foi tomado como a tensão de fluxo máximo e  $\bar{L}$  como o tamanho médio do grão de cada espécime após os testes de tração a 523 K. Nos cálculos foram utilizados os seguintes parâmetros para Al puro:  $D_{o,gb} = 1.86 \times 10^{-4}\ \text{m}^2\ \text{s}^{-1}$ ,  $Q_{gb} = 86\ \text{kJ mol}^{-1}$ ,  $b = 2.86 \times 10^{-10}\ \text{m}$ ,  $G\ (\text{MPa}) = (3.022 \times 10^4) - 16T$  (MOHAMED; LANGDON, 1974). A linha rotulada  $\dot{\epsilon}_{sp}$  na Figura 5.3 corresponde à previsão teórica da taxa de superplasticidade

em metais convencionais usando eq. (5.1.) com uma constante adimensional  $A = 10$  (LANGDON, T. G., 1994).

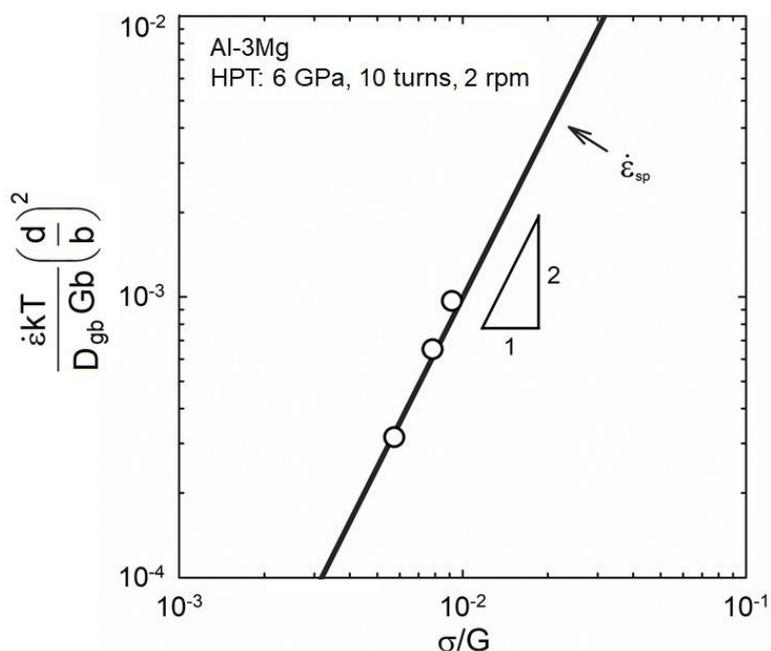


Figura 5.3 - Temperatura e granulometria compensada em função da tensão normalizada para a liga Al-3Mg processada por HPT a 300 K e testada em tensão a 523 K: a linha sólida exibe a previsão teórica de fluxo superplástico.

Os resultados da Figura 5.3 confirmam que existe uma excelente concordância entre os dados experimentais e o modelo teórico de superplasticidade envolvendo um expoente de tensão de 2 e, portanto, conclui-se que o fluxo superplástico é regido por GBS acomodado por deslizamento intragranular através da subida de deslocações na liga Al-3Mg (LANGDON, T. G., 1994). Além disso, como o embrutecimento dos grãos ocorre frequentemente durante os ensaios de tração a temperaturas elevadas, é demonstrado que um procedimento fiável de aplicação do Eq. (5.1) envolve medições do tamanho do grão nas seções do calibre das amostras fraturadas, combinado com a utilização das tensões máximas durante os ensaios.

As características superplásticas superiores da liga Al-3Mg processada por HPT a 300 K derivam da sua menor granulometria, bem como da sua maior estabilidade microestrutural em relação ao mesmo material processado a 450 K. Isto é apoiado pelos dados das figuras

4.9(a) e (b) que mostram que a microestrutura do metal 10-HPT-RT após deformação a 523 K consiste numa matriz homogénea de grãos bastante equiaxiais com tamanhos médios de ~1-2  $\mu\text{m}$ . Assim, o fluxo superplástico ocorre na liga Al-3Mg a uma baixa temperatura homóloga ( $T_H \approx 0.56$ ) e a altas taxas de tensão até  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Em contraste com este resultado, as Figuras 4.9(c) e (d) sugerem a ocorrência de crescimento anormal dos grãos no material originalmente processado por HPT a 450 K e testado posteriormente em tensão a 523 K.

A maior estabilidade térmica na liga Al-3Mg após HPT na RT mostra um acordo razoável com provas experimentais de superplasticidade a baixa temperatura na liga Al-3Mg-0.2Sc processada por HPT [21,22,38]. Note-se que as microestruturas destas ligas antes do processamento e após 10 voltas de HPT são muito distintas, uma vez que as partículas de Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> se distinguem claramente na liga de Al-3Mg recozida e a sua formação é impedida pelo tratamento inicial da solução na liga Al-3Mg-0.2Sc.

Está bem estabelecido que a migração dos limites dos grãos de grande ângulo (HAGB) durante a recristalização para metais gravemente deformados é impulsionada principalmente pela diminuição da energia associada à eliminação de deslocações e contornos dos grãos (SAKAI, TAKU *et al.*, 2014). A pressão de condução para a recristalização é semelhante para ambas as ligas de Al-Mg após 10 voltas de HPT na RT ( $\bar{L} \approx 150 \text{ nm}$ ) (PEREIRA, P.H.R.; HUANG; LANGDON, 2017; SAKAI, GENKI; HORITA; LANGDON, 2005) mas, no entanto, os precipitados finamente dispersos dificultam os limites móveis devido à pressão de fixação Zener e reduzem a taxa de migração (HUMPHREYS, 1997; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). Portanto, enquanto a precipitação de nanoprecipitados de Al<sub>3</sub>Sc é reconhecida como a principal causa da notável estabilidade microestrutural das ligas de Al-Sc (JONES; HUMPHREYS, 2003; KOMURA, S *et al.*, 2000, 2001; KOMURA, SHOGO *et al.*, 1998, 2001), a presença de precipitados de Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> com uma dimensão média de 10 nm é responsável pelo atraso da taxa de migração dos HAGBs e por permitir a obtenção de alongamentos superplásticos a 523 K na liga Al-3Mg. Isto representa uma vantagem económica na utilização de ligas de Al-Mg sem qualquer adição de Sc, uma vez que este elemento de terras raras é caro e pouco disponível. [19].

As microestruturas da liga Al-3Mg processadas a 450 K apresentavam precipitados mais grosseiros (~16 nm de diâmetro) e uma distribuição mais heterogénea de grãos com um tamanho médio de ~500 nm. A taxa de difusão comparativamente mais elevada a esta

temperatura de processamento e a tensão contínua durante o processamento de HPT levaram aparentemente a uma dissolução parcial e coalescência dos precipitados, como anteriormente observado também noutras ligas de Al processadas por HPT a diferentes temperaturas. (XUE, KE-MIN *et al.*, 2019). Consequentemente, podem existir regiões onde o menor número de precipitados e as suas dimensões mais grosseiras podem permitir uma taxa de migração mais rápida dos limites durante o aquecimento e a deformação a altas temperaturas (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

Além disso, as medições de dureza e a análise TEM mostraram que a microestrutura da liga Al-3Mg após HPT a 450 K é mais heterogénea do que após processamento a 300 K. Consequentemente, os limites dos grãos maiores tendem a migrar para regiões mais deformadas que apresentam uma pressão de condução mais elevada em comparação com as áreas com menor dureza. Isto leva à existência de estruturas anormais de grão ultra-fino que podem ser atribuídas à heterogeneidade microestrutural inerente na liga Al-3Mg após o HPT a 450 K, juntamente com um efeito Zener pinning reduzido durante o aquecimento até à temperatura de teste.

Finalmente, é de notar que o aumento da temperatura de processamento pode também afetar a microtextura do material (AZZEDDINE *et al.*, 2022; BACHMAIER; HAFOK; PIPPAN, 2010) e aumentar a fracção de fronteiras com elevada mobilidade. Este tópico exigirá uma investigação mais aprofundada em estudos futuros.

## 6 CONCLUSÕES

Uma liga de Al-3Mg recozido com uma granulometria média de  $\sim 300 \mu\text{m}$  foi submetida a até 20 voltas de HPT à temperatura ambiente (*RT*) ou 450 K. Posteriormente, a liga processada através de 10 voltas foi testada em tensão à *RT* e 523 K para investigar o efeito da temperatura de processamento do HPT no comportamento do fluxo e na estabilidade microestrutural.

**1-** Uma distribuição razoavelmente homogênea da microdureza Vickers foi alcançada na liga Al-3Mg após 10 voltas de HPT a *RT* com um valor médio de  $\sim 180 \text{ Hv}$ . Inversamente, o comportamento de endurecimento durante o HPT a 450 K mostrou uma marcada dependência da taxa de deformação onde o metal exibia uma distribuição de dureza não homogênea com valores mais elevados atingindo  $\sim 120 \text{ Hv}$  nas bordas do disco mesmo após 20 rotações. Isto sugere uma contribuição mais proeminente dos mecanismos assistidos termicamente durante o HPT a 450 K.

**2-** Após 10 voltas de HPT em *RT*, a liga Al-3Mg apresentava um conjunto de grãos ligeiramente alongados com um tamanho médio de  $\bar{L} \approx 150 \text{ nm}$ , uma densidade de deslocação de  $\sim 10^{15} \text{ m}^{-2}$  e uma dispersão de partículas de  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  com diâmetros de  $\sim 10 \text{ nm}$ . Estes resultados são consistentes com as tensões de fluxo que excedem 650 MPa e a ductilidade negligenciável na *RT*. Pelo contrário, o HPT a 450 K levou a uma resistência à tração de apenas  $\sim 220 \text{ MPa}$  devido ao desenvolvimento de grãos equiaxiais ( $\bar{L} \approx 500 \text{ nm}$ ), maiores precipitados e uma densidade de deslocações de  $\sim 3 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$  depois de 10 voltas.

**3-** A liga Al-3Mg processada por 10 voltas de HPT a *RT* alcançou alongamentos superplásticos  $\geq 500 \%$  quando testada à tração a 523 K, atingindo um alongamento máximo de  $\sim 620 \%$  para  $\dot{\epsilon} \approx 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Estas condutas invulgares a uma baixa temperatura homóloga são atribuídas a uma maior estabilidade térmica devido à formação de uma microestrutura homogênea após HPT e à fixação dos limites dos grãos por precipitados de  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ .

**4-** O material processado por 10 HPT gira a 450 K e testado posteriormente em tensão a 523 K mostrou uma distribuição bimodal de grãos com grandes grãos com dezenas de micrómetros de tamanho rodeados por grãos ultrafinos. Assim, o início do crescimento anormal conduziu a uma baixa sensibilidade à taxa de deformação e, portanto, a baixos

alongamentos durante a deformação a 523 K para taxas de deformação na ordem de  $10^{-3}$  a  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABDELJAWAD, Fadi; FOILES, Stephen M. Stabilization of nanocrystalline alloys via grain boundary segregation: A diffuse interface model. *Acta Materialia*, v. 101, p. 159–171, 2015.

ABRAMOVA, Marina M; ENIKEEV, Nariman. Thermal Stability and Extra-strength of an Ultrafine Grained Stainless Steel Produced by High Pressure Torsion. *Advanced Materials Science*, v. 43, p. 83–88, 2015. Disponível em: <<https://www.researchgate.net/publication/285962508>>.

ALVES FLAUSINO, Paula Cibely *et al.* Thermal stability of Copper processed by Multidirectional forging: Effect of deformation amplitude and cumulative Strain. *Materials Science and Engineering A*, v. 846, 27 jun. 2022.

ANDREAU, Olivier *et al.* Effect of short-term annealing on the microstructures and flow properties of an Al-1% Mg alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*, v. 615, p. 231–239, 2014a.

ANDREAU, Olivier *et al.* Effect of short-term annealing on the microstructures and flow properties of an Al-1% Mg alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*, v. 615, p. 231–239, 6 out. 2014b.

AVTOKRATOVA, E. *et al.* Extraordinary high-strain rate superplasticity of severely deformed Al-Mg-Sc-Zr alloy. *Materials Science and Engineering A*, v. 538, p. 386–390, 15 mar. 2012.

AZZEDDINE, Hiba *et al.* *Texture evolution in high-pressure torsion processing. Progress in Materials Science*. [S.l.: s.n.], 2022

BACHMAIER, Andrea; HAFOK, Martin; PIPPAN, Reinhard. Rate independent and rate dependent structural evolution during severe plastic deformation. *Materials Transactions*, v. 51, n. 1, 2010.

BAZARNIK, Piotr *et al.* Structural impact on the Hall-Petch relationship in an Al-5Mg alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*, v. 626, p. 9–15, 2015.

CERRI, Emanuela; LEO, Paola. Influence of severe plastic deformation on aging of Al-Mg-Si alloys. *Materials Science and Engineering A*, v. 410–411, p. 226–229, 2005.

CHEN, Y. J. *et al.* Microstructure and mechanical properties of Al-xMg alloys processed by room temperature ECAP. *Materials Science and Engineering A*, v. 545, n. 7491, p. 139–147, 2012.

DÁM, Karel; LEJČEK, Pavel; MICHALCOVÁ, Alena. In situ TEM investigation of microstructural behavior of superplastic Al-Mg-Sc alloy. *Materials Characterization*, v. 76, p. 69–75, 2013.

DE OLIVEIRA, Paula C. *et al.* Development of segregations in a Mg–Mn–Nd alloy during HPT processing. *Materials Science and Engineering A*, v. 802, 20 jan. 2021.

DEVARAJ, A. *et al.* Grain boundary segregation and intermetallic precipitation in coarsening resistant nanocrystalline aluminum alloys. *Acta Materialia*, v. 165, p. 698–708, 15 fev. 2019.

DOBATKIN, S. V. *et al.* Formation of fully austenitic ultrafine-grained high strength state in metastable Cr-Ni-Ti stainless steel by severe plastic deformation. *Materials Letters*, v. 166, p. 276–279, 2016.

DOBATKIN, S. V. *et al.* Nanocrystalline structure formation in Al-Mg-Sc alloys during severe plastic deformation. *Russian Metallurgy (Metally)*, v. 2006, n. 6, p. 533–540, dez. 2006.

DUAN, Yulu *et al.* Achieving high superplasticity of a traditional thermal-mechanical processed non-superplastic Al-Zn-Mg alloy sheet by low Sc additions. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 638, p. 364–373, 25 jul. 2015.

EDALATI, Kaveh *et al.* Effect of temperature rise on microstructural evolution during high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*, v. 714, p. 167–171, 31 jan. 2018.

EDALATI, Kaveh *et al.* High-pressure torsion of pure magnesium: Evolution of mechanical properties, microstructures and hydrogen storage capacity with equivalent strain. *Scripta Materialia*, v. 64, n. 9, p. 880–883, 2011.

EDALATI, Kaveh *et al.* Influence of dislocation-solute atom interactions and stacking fault energy on grain size of single-phase alloys after severe plastic deformation using high-pressure torsion. *Acta Materialia*, v. 69, p. 68–77, 2014.

EDALATI, Kaveh; HORITA, Zenji. *A review on high-pressure torsion (HPT) from 1935 to 1988. Materials Science and Engineering A*. [S.l.]: Elsevier Ltd. , 15 jan. 2016

EDALATI, Kaveh; HORITA, Zenji. Significance of homologous temperature in softening behavior and grain size of pure metals processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*, v. 528, n. 25–26, p. 7514–7523, 2011.

FÁTAY, D. *et al.* X-ray diffraction study on the microstructure of an Al-Mg-Sc-Zr alloy deformed by high-pressure torsion. *Zeitschrift fuer Metallkunde/Materials Research and Advanced Techniques*, v. 94, n. 7, p. 842–847, 2003.

FIGUEIREDO, Roberto B. *et al.* Using finite element modeling to examine the temperature distribution in quasi-constrained high-pressure torsion. *Acta Materialia*, v. 60, n. 6–7, p. 3190–3198, abr. 2012.

FIGUEIREDO, Roberto B.; CETLIN, Paulo R.; LANGDON, Terence G. Using finite element modeling to examine the flow processes in quasi-constrained high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*, v. 528, n. 28, p. 8198–8204, 25 out. 2011.

FIGUEIREDO, Roberto B.; LANGDON, Terence G. Development of structural heterogeneities in a magnesium alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*, v. 528, p. 4500–4506, 2011.

FLAUSINO, Paula Cibely Alves *et al.* Influence of Strain Amplitude on the Microstructural Evolution and Flow Properties of Copper Processed by Multidirectional Forging. *Advanced Engineering Materials*, v. 22, n. 4, 1 abr. 2020.

FLAUSINO, Paula Cibely Alves *et al.* Microstructural evolution and mechanical behavior of copper processed by low strain amplitude multi-directional forging. *Materials Science and Engineering A*, v. 756, p. 474–483, 22 maio 2019.

FURUKAWA, M. *et al.* Microhardness measurements and the hall-petch relationship in an Al-Mg alloy with submicrometer grain size. *Acta Materialia*, v. 44, n. 11, p. 4619–4629, 1996.

FURUKAWA, Minoru *et al.* Factors influencing the flow and hardness of materials with ultrafine grain sizes. *Philosophical Magazine A*, v. 78, n. 1, p. 203–215, 1998.

GHOSH, P.; RENK, O.; PIPPAN, R. Microtexture analysis of restoration mechanisms during high pressure torsion of pure nickel. *Materials Science and Engineering A*, v. 684, p. 101–109, 27 jan. 2017.

GUBICZA, J.; CHINH, N. Q.; *et al.* Effect of Mg addition on microstructure and mechanical properties of aluminum. *Materials Science and Engineering A*, v. 387–389, n. 1- 2 SPEC. ISS., p. 55–59, 2004.

GUBICZA, J.; KASSEM, M.; *et al.* The microstructure of mechanically alloyed Al-Mg determined by X-ray diffraction peak profile analysis. *Materials Science and Engineering A*, v. 372, n. 1–2, p. 115–122, 2004.

HALL, E O. The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results. *Proceedings of the Physical Society. Section B*, v. 64, n. 9, p. 747–753, 1951.

HASEGAWA, Hideaki *et al.* Thermal stability of ultrafine-grained aluminum in the presence of Mg and Zr additions. *Materials Science and Engineering: A*, v. 265, n. 1–2, p. 188–196, 1999.

HAYES, J. S. Effect of grain size on tensile behaviour of a submicron grained Al-3 wt-%Mg alloy produced by severe deformation. *Materials Science and Technology*, v. 16, n. 11–12, p. 1259–1263, 2000.

HIRSCH, Jürgen. Recent development in aluminium for automotive applications. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, v. 24, n. 7, p. 1995–2002, 2014.

HOHENWARTER, Anton *et al.* Technical parameters affecting grain refinement by high pressure torsion. 2009a, [S.l: s.n.], 2009. p. 1653–1661.

HOHENWARTER, Anton *et al.* Technical parameters affecting grain refinement by high pressure torsion. *International Journal of Materials Research*, v. 100, n. 12, p. 1653–1661, 2009b.

HOHL, Jacob *et al.* Thermodynamic stabilization of nanocrystalline aluminum. *Journal of Materials Science*, v. 56, n. 26, p. 14611–14623, 1 set. 2021.

HUANG, Y.; HUMPHREYS, F. J. The effect of solutes on grain boundary mobility during recrystallization and grain growth in some single-phase aluminium alloys. *Materials Chemistry and Physics*, v. 132, n. 1, p. 166–174, 16 jan. 2012. Acesso em: 17 set. 2022.

HUANG, Yi *et al.* Evolution of strength and homogeneity in a magnesium AZ31 alloy processed by high-pressure torsion at different temperatures. *Advanced Engineering Materials*, v. 14, n. 11, p. 1018–1026, 2012.

HUANG, Yi; LANGDON, Terence G. Advances in ultrafine-grained materials. *Materials Today*, v. 16, n. 3, p. 85–93, 2013.

HUMPHREYS, F. J. A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures - II. The effect of second-phase particles. *Acta Materialia*, v. 45, n. 12, p. 5031–5039, 1997.

HUMPHREYS, F. J.; HEATHERLY, M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. [S.l: s.n.], 2004. v. 2.

HUMPHREYS, F.J.; HATHERLY, M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Second edition*. Oxford: Pergamon Press, 2004.

JONES, M. J.; HUMPHREYS, F. J. Interaction of recrystallization and precipitation: The effect of Al3Sc on the recrystallization behaviour of deformed aluminium. *Acta Materialia*, v. 51, n. 8, p. 2149–2159, 7 maio 2003.

KAI, Masaaki; HORITA, Zenji; LANGDON, Terence G. Developing grain refinement and superplasticity in a magnesium alloy processed by high-pressure torsion. v. 488, p. 117–124, 2008a.

KAI, Masaaki; HORITA, Zenji; LANGDON, Terence G. Developing grain refinement and superplasticity in a magnesium alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*, v. 488, n. 1–2, p. 117–124, 15 ago. 2008b.

KAWASAKI, Megumi. Different models of hardness evolution in ultrafine-grained materials processed by high-pressure torsion. *Journal of Materials Science*, v. 49, n. 1, p. 18–34, 4 jan. 2014. Disponível em: <<http://link.springer.com/10.1007/s10853-013-7687-9>>. Acesso em: 7 jan. 2019.

KAWASAKI, Megumi; FIGUEIREDO, Roberto B.; LANGDON, Terence G. Twenty-five years of severe plastic deformation: Recent developments in evaluating the degree of homogeneity through the thickness of disks processed by high-pressure torsion. *Journal of Materials Science*, v. 47, n. 22, p. 7719–7725, 2012.

KAWASAKI, Megumi; LANGDON, Terence G. Review: Achieving superplasticity in metals processed by high-pressure torsion. *Journal of Materials Science*, v. 49, p. 6487–6496, 2014.

KAWASAKI, Megumi; LANGDON, Terence G. The significance of strain reversals during processing by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*, v. 498, n. 1–2, p. 341–348, 2008.

KOJU, R. K.; MISHIN, Y. Atomistic study of grain-boundary segregation and grain-boundary diffusion in Al-Mg alloys. *Acta Materialia*, v. 201, p. 596–603, 1 dez. 2020. Acesso em: 30 set. 2022.

KOMURA, S *et al.* An evaluation of the flow behavior during high strain rate superplasticity in an Al-Mg-Sc alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, v. 32, n. 13, p. 707–716, 2001.

KOMURA, S *et al.* Influence of scandium on superplastic ductilities in an Al-Mg-Sc alloy. *Journal of Materials Research*, v. 15, n. 11, p. 2571–2576, 2000.

KOMURA, Shogo *et al.* *HIGH STRAIN RATE SUPERPLASTICITY IN AN Al-Mg ALLOY CONTAINING SCANDIUM*. . [S.l: s.n.], 1998.

KOMURA, Shogo *et al.* *Optimizing the procedure of equal-channel angular pressing for maximum superplasticity*. *Materials Science and Engineering*. [S.l: s.n.], 2001. Disponível em: <[www.elsevier.com/locate/msea](http://www.elsevier.com/locate/msea)>.

KORNEVA, Anna *et al.* Dissolution of Ag precipitates in the Cu-8wt.%Ag alloy deformed by high pressure torsion. *Materials*, v. 12, p. 1–12, 2019.

LAGE, M.D.A. *et al.* Effect of high-pressure torsion on corrosion behavior of a solution-treated Al-Mg-Sc alloy in a saline solution. *Materials Research*, v. 22, n. 5, 2019.

LANGDON, T. G. A unified approach to grain boundary sliding in creep and superplasticity. *Acta Metallurgica Et Materialia*, v. 42, n. 7, p. 2437–2443, 1994.

LANGDON, Terence G. An evaluation of the strain contributed by grain boundary sliding in superplasticity. *Materials Science and Engineering: A*, v. 174, n. 2, p. 225–230, fev. 1994. Disponível em: <<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0921509394910928>>. Acesso em: 5 out. 2017.

LANGDON, Terence G. Seventy-five years of superplasticity: Historic developments and new opportunities. *Journal of Materials Science*, v. 44, n. 22, p. 5998–6010, 2009.

LANGDON, Terence G. Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement. *Acta Materialia*, v. 61, n. 19, p. 7035–7059, nov. 2013.

LEE, Han Joo *et al.* Significance of grain refinement on microstructure and mechanical properties of an Al-3% Mg alloy processed by high-pressure torsion. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 686, p. 998–1007, 2016.

LEE, H.-J. *et al.* Significance of grain refinement on microstructure and mechanical properties of an Al-3% Mg alloy processed by high-pressure torsion. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 686, 2016.

LEE, S. *et al.* Influence of scandium and zirconium on grain stability and superplastic ductilities in ultrafine-grained Al-Mg alloys. *Acta Materialia*, v. 50, n. 3, p. 553–564, 2002.

LIDDICOAT, Peter V. *et al.* Nanostructural hierarchy increases the strength of aluminium alloys. *Nature Communications*, v. 1, n. 6, 2010.

LIU, F. C.; MA, Z. Y. Achieving exceptionally high superplasticity at high strain rates in a micrograined Al-Mg-Sc alloy produced by friction stir processing. *Scripta Materialia*, v. 59, n. 8, p. 882–885, out. 2008.

LIU, Manping P. *et al.* Structure and mechanical properties of nanostructured Al-Mg alloys processed by severe plastic deformation. *Journal of Materials Science*, v. 48, n. 13, p. 4681–4688, jul. 2013. Disponível em: <[https://www.researchgate.net/publication/255965100\\_Structure\\_and\\_mechanical\\_properties\\_of\\_nanostructured\\_Al-Mg\\_alloys\\_processed\\_by\\_severe\\_plastic\\_deformation](https://www.researchgate.net/publication/255965100_Structure_and_mechanical_properties_of_nanostructured_Al-Mg_alloys_processed_by_severe_plastic_deformation)>. Acesso em: 17 set. 2022.

LOUCIF, Aicha *et al.* Ultrafine grains and the Hall-Petch relationship in an Al-Mg-Si alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*, v. 532, p. 139–145, 2012.

MÁLEK, P. *et al.* Structure development during superplastic deformation of an Al-Mg-Sc-Zr alloy. *Materials Science and Engineering A*, v. 462, n. 1–2, p. 95–99, 25 jul. 2007.

MARQUIS, E A; SEIDMAN, D N. *NANOSCALE STRUCTURAL EVOLUTION OF Al<sub>3</sub>Sc PRECIPITATES IN Al(Sc) ALLOYS*. *Acta mater.* [S.l: s.n.], 2001. Disponível em: <[www.elsevier.com/locate/actamat](http://www.elsevier.com/locate/actamat)>.

MATHEW, Rohit T. *et al.* The defining role of initial microstructure and processing temperature on microstructural evolution, hardness and tensile response of Al-Mg-Sc-Zr (AA5024) alloy processed by high pressure torsion. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 901, p. 163548, 2022.

MCQUEEN, H.J.; JONAS, J.J. Recovery and Recrystallization during High Temperature Deformation. *Plastic Deformation of Materials*, v. 6, p. 393–493, 1975.

MIKHAYLOVSKAYA, A. V. *et al.* Superplastic behaviour of Al-Mg-Zn-Zr-Sc-based alloys at high strain rates. *Materials Science and Engineering A*, v. 659, p. 225–233, 6 abr. 2016.

MOHAMED, Farghalli A.; LANGDON, Terence G. Deformation mechanism maps based on grain size. *Metallurgical Transactions*, v. 5, n. 11, p. 2339–2345, 1974. Disponível em: <<http://link.springer.com/10.1007/BF02644014>>.

MOHAMMADI, Abbas *et al.* Developing age-hardenable Al-Zr alloy by ultra-severe plastic deformation: Significance of supersaturation, segregation and precipitation on hardening and electrical conductivity. *Acta Materialia*, v. 203, p. 116503, 15 jan. 2021. Acesso em: 30 set. 2022.

MORRIS, D G; MUN, M A. Microstructure of severely deformed Al – 3Mg and its evolution during annealing. v. 50, p. 4047–4060, 2002.

NAKASHIMA, Kiyotaka *et al.* Development of a multi-pass facility for equal-channel angular pressing to high total strains. *Materials Science and Engineering A*, v. 281, n. 1–2, p. 82–87, 2000.

PEREIRA, P. H.R. *et al.* Using finite element modelling to examine the flow process and temperature evolution in HPT under different constraining conditions. 2014, [S.l.]: Institute of Physics Publishing, 2014.

PEREIRA, P. H.R.; HUANG, Y.; LANGDON, T. G. Examining the mechanical properties and superplastic behaviour in an Al-Mg-Sc alloy after processing by HPT. *Letters on Materials*, v. 5, n. 3, p. 294–300, 2015.

PEREIRA, P. H.R.; HUANG, Y.; LANGDON, T. G. Thermal stability and superplastic behaviour of an Al-Mg-Sc alloy processed by ECAP and HPT at different temperatures. 8 maio 2017, [S.l.]: Institute of Physics Publishing, 8 maio 2017. p. 1–6.

PEREIRA, Pedro Henrique R. *et al.* An examination of the elastic distortions of anvils in high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*, v. 631, p. 201–208, 7 abr. 2015.

PEREIRA, Pedro Henrique R. *et al.* Influence of grain size on the flow properties of an Al-Mg-Sc alloy over seven orders of magnitude of strain rate. *Materials Science and Engineering A*, v. 685, p. 367–376, 8 fev. 2017.

PEREIRA, Pedro Henrique R. *et al.* Modeling the temperature rise in high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*, v. 593, p. 185–188, 21 jan. 2014.

PEREIRA, Pedro Henrique R.; FIGUEIREDO, Roberto B. Finite element modelling of high-pressure torsion: An overview. *Materials Transactions*, v. 60, n. 7, p. 1139–1150, 2019.

PEREIRA, Pedro Henrique R.; HUANG, Yi; LANGDON, Terence G. Examining the microhardness evolution and thermal stability of an Al-Mg-Sc alloy processed by high-pressure torsion at a high temperature. *Journal of Materials Research and Technology*, v. 6, n. 4, p. 348–354, 1 out. 2017a.

PEREIRA, Pedro Henrique R.; HUANG, Yi; LANGDON, Terence G. Examining the thermal stability of an Al-Mg-Sc alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Research*, v. 20, p. 39–45, 2017b.

PEREIRA, Pedro Henrique R.; HUANG, Yi; LANGDON, Terence G. Influence of initial heat treatment on the microhardness evolution of an Al-Mg-Sc alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science Forum*, v. 879, p. 1471–1476, 2016.

PEREIRA, Pedro H.R. *et al.* An examination of the superplastic characteristics of Al–Mg–Sc alloys after processing. *Journal of Materials Research*, v. 32, n. 24, p. 4541–4553, 2017a.

PEREIRA, Pedro H.R. *et al.* *An examination of the superplastic characteristics of Al-Mg-Sc alloys after processing. Journal of Materials Research.* [S.l.]: Cambridge University Press. , 28 dez. 2017b

PEREIRA, P.H.R.; HUANG, Y.; LANGDON, T.G. G. Examining the thermal stability of an Al-Mg-Sc alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Research*, v. 20, p. 39–45, 2017. Disponível em: <<http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-85036527207&partnerID=MN8TOARS>>.

PETCH, N. J. The cleavage strength of polycrystals. *J. Iron Steel Inst*, v. 174, n. 19, p. 25–28, 1953.

PIPPAN, R *et al.* Saturation of Fragmentation During Severe Plastic Deformation. *Annual Review of Materials Research*, v. 40, n. 1, p. 319–343, 2010.

PUN, Simon C. *et al.* Nanocrystalline Al-Mg with extreme strength due to grain boundary doping. *Materials Science and Engineering A*, v. 696, p. 400–406, 1 jun. 2017.

RENK, O; PIPPAN, R. Saturation of Grain Refinement during Severe Plastic Deformation of Single Phase Materials: Reconsiderations, Current Status and Open Questions. *Mater.Trans.*, v. 60, n. 7, p. 1270–1282, 2019.

RENK, O; PIPPAN, R. Transition from thermally assisted to mechanically driven boundary migration and related apparent activation energies. *Scripta Materialia*, v. 154, p. 212–215, 2018.

REZA TOROGHINEJAD, Mohammad; ASHRAFIZADEH, Fakhreddin; JAMAATI, Roohollah. On the use of accumulative roll bonding process to develop nanostructured aluminum alloy 5083. *Materials Science and Engineering A*, v. 561, p. 145–151, 2013.

RIBÁRIK, G. *Modeling of diffraction patterns based on microstructural properties.* 2008. 2008.

RIBÁRIK, G.; UNGÁR, T.; GUBICZA, J. MWP-fit: A program for multiple whole-profile fitting of diffraction peak profiles by ab initio theoretical functions. *Journal of Applied Crystallography*, v. 34, n. 5, p. 669–676, 2001.

RØYSET, J.; RYUM, N. Scandium in aluminium alloys. *International Materials Reviews*, v. 50, n. 1, p. 19–44, fev. 2005.

SABIROV, I.; MURASHKIN, M. Yu; VALIEV, R. Z. Nanostructured aluminium alloys produced by severe plastic deformation: New horizons in development. *Materials Science and Engineering A*, v. 560, p. 1–24, 2013.

SAKAI, Genki; HORITA, Zenji; LANGDON, Terence G. Grain refinement and superplasticity in an aluminum alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering: A*, v. 393, n. 1–2, p. 344–351, 25 fev. 2005. Disponível em: <<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509304013310>>. Acesso em: 5 out. 2017.

SAKAI, Taku *et al.* Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions. *Progress in Materials Science*, v. 60, n. 1, p. 130–207, 2014.

SAUVAGE, Xavier; DUCHAUSSOY, Amandine; ZAHER, Ghenwa. Strain induced segregations in severely deformed materials. *Materials Transactions*, v. 60, n. 7, p. 1151–1158, 2019.

SCARDI, P; LEONI, M. Whole powder pattern. *Acta Crystallographica A*, v. 58, p. 190–200, 2002.

SHA, Gang *et al.* Segregation of solute elements at grain boundaries in an ultrafine grained Al–Zn–Mg–Cu alloy. *Ultramicroscopy*, v. 111, n. 6, p. 500–505, 1 maio 2011. Acesso em: 30 set. 2022.

SITDIKOV, O. *et al.* Effect of processing temperature on microstructure development during ECAP of Al-Mg-Sc alloy. 2008, [S.l.]: Trans Tech Publications Ltd, 2008. p. 481–486.

SITDIKOV, O. Sh; AVTOKRATOVA, E. V.; BABICHEVA, R. I. Effect of temperature on the formation of a microstructure upon equal-channel angular pressing of the Al-Mg-Sc 1570 alloy. *Physics of Metals and Metallography*, v. 110, n. 2, p. 153–161, ago. 2010.

TAŃSKI, T. *et al.* The effects of room temperature ECAP and subsequent aging on the structure and properties of the Al-3%Mg aluminium alloy. *Materials Characterization*, v. 133, p. 185–195, 2017.

UNGÁR, T. *et al.* Crystallite size distribution and dislocation structure determined by diffraction profile analysis: Principles and practical application to cubic and hexagonal crystals. *Journal of Applied Crystallography*, v. 34, n. 3, p. 298–310, 2001.

UNGÁR, Tamás. The meaning of size obtained from broadened x-ray diffraction peaks. *Advanced Engineering Materials*, v. 5, n. 5, p. 323–329, 2003.

VALIEV, R. Z. *et al.* Structure and deformation behaviour of Armco iron subjected to severe plastic deformation. *Acta Materialia*, v. 44, n. 12, p. 4705–4712, 1996.

VALIEV, R. Z.; ISLAMGALIEV, R. K.; ALEXANDROV, I. V. *Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation*. [S.l: s.n.], 2000. v. 45.

VALIEV, Ruslan Z.; LANGDON, Terence 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.

VORHAUER, A.; PIPPAN, R. On the homogeneity of deformation by high pressure torsion. *Scripta Materialia*, v. 51, n. 9, p. 921–925, 2004.

VORHAUER, A.; PIPPAN, R. On the onset of a steady state in body-centered cubic iron during severe plastic deformation at low homologous temperatures. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, v. 39, p. 417–429, 2008.

WANG, Chuan Ting; HE, Yong; LANGDON, Terence G. The significance of strain weakening and self-annealing in a superplastic Bi–Sn eutectic alloy processed by high-pressure torsion. *Acta Materialia*, v. 185, p. 245–256, 2020.

WANG, J. *et al.* An investigation of microstructural stability in an Al–Mg alloy with submicrometer grain size. *Acta Materialia*, v. 44, n. 7, p. 2973–2982, 1996.

WANG, Jingtao *et al.* Enhanced grain growth in an Al–Mg alloy with ultrafine grain size. *Materials Science and Engineering: A*, v. 216, n. 1–2, p. 41–46, out. 1996.

WETSCHER, F. *et al.* Structural refinement of low alloyed steels during severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering A*, v. 387–389, n. 1–2, p. 809–816, 2004.

XU, Cheng *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, 8 dez. 2003. Acesso em: 30 set. 2022.

XU, Cheng; HORITA, Zenji; LANGDON, Terence G. The evolution of homogeneity in an aluminum alloy processed using high-pressure torsion. *Acta Materialia*, v. 56, n. 18, p. 5168–5176, 2008.

XU, Cheng; HORITA, Zenji; LANGDON, Terence G. The evolution of homogeneity in processing by high-pressure torsion. *Acta Materialia*, v. 55, n. 1, p. 203–212, 2007.

XUE, Ke Min *et al.* Strain-Induced Dissolution and Precipitation of Secondary Phases and Synergetic Strengthening Mechanisms of Al–Zn–Mg–Cu Alloy during ECAP. *Advanced Engineering Materials*, v. 21, n. 1801182, p. 1–9, 2019.

XUE, Ke-Min *et al.* Strain-Induced Dissolution and Precipitation of Secondary Phases and Synergetic Strengthening Mechanisms of Al–Zn–Mg–Cu Alloy during ECAP. *Advanced Engineering Materials*, v. 21, n. 4, p. 1801182, 28 abr. 2019. Disponível em: <<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/adem.201801182>>. Acesso em: 29 jan. 2020.

ZHANG, Yidong; JIN, Shenbao; TRIMBY, Patrick W.; LIAO, Xiaozhou; MURASHKIN, Maxim Y.; VALIEV, Ruslan Z.; LIU, Jizi; *et al.* Dynamic precipitation, segregation and strengthening of an Al-Zn-Mg-Cu alloy (AA7075) processed by high-pressure torsion. *Acta Materialia*, v. 162, p. 19–32, 1 jan. 2019.

ZHANG, Yidong; JIN, Shenbao; TRIMBY, Patrick; LIAO, Xiaozhou; MURASHKIN, Maxim Y.; VALIEV, Ruslan Z.; SHA, Gang. Strengthening mechanisms in an ultrafine-grained AlZnMgCu alloy processed by high pressure torsion at different temperatures. *Materials Science and Engineering: A*, v. 752, p. 223–232, 3 abr. 2019. Acesso em: 30 set. 2022.

ZHILYAEV, A P *et al.* Experimental parameters influencing grain refinement and microstructural evolution during high-pressure torsion. v. 51, p. 753–765, 2003.

ZHILYAEV, Alexander P.; LANGDON, Terence G. *Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications. Progress in Materials Science.* [S.l.: s.n.], ago. 2008

