

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica

Adriano Amâncio Trajano

**ESTUDO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E DA ADESÃO DE
COMPÓSITOS DE ALUMÍNIO REFORÇADOS COM NANOTUBOS DE
CARBONO E PROCESSADOS POR ACCUMULATIVE ROLL BONDING
(ARB) E CROSS ACCUMULATIVE ROLL BONDING (CARB)**

Belo Horizonte
2024

Adriano Amâncio Trajano

**ESTUDO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E DA ADESÃO DE
COMPÓSITOS DE ALUMÍNIO REFORÇADOS COM NANOTUBOS DE
CARBONO E PROCESSADOS POR ACCUMULATIVE ROLL BONDING
(ARB) E CROSS ACCUMULATIVE ROLL BONDING (CARB)**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial à obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica.

Área de concentração: Engenharia de Manufatura e Materiais.

Orientador(a): Dr(a). Maria Teresa Paulino Aguilar (UFMG)

Coorientador: Dr. Paulo Roberto Cetlin (UFMG)

Belo Horizonte
2024

T768e

Trajano, Adriano Amâncio.

Estudo das propriedades mecânicas e da adesão de compósitos de alumínio reforçados com nanotubos de carbono e processados por *Accumulative Roll Bonding* (ARB) e *Cross Accumulative Roll Bonding* (CARB) [recurso eletrônico] / Adriano Amâncio Trajano. – 2024.

1 recurso online (127 f. : il., color.) : pdf.

Orientadora: Maria Teresa Paulino Aguiar.

Coorientador: Paulo Roberto Cetlin.

Tese (doutorado) – Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.

Bibliografia: f. 115-127.

1. Engenharia mecânica – Teses. 2. Metais – Deformação – Teses. 3. Metais – Plasticidade – Teses. 4. Compósitos – Teses. 5. Alumínio – Teses. 6. Nanotubos de carbono – Teses. I. Aguiar, Maria Teresa Paulino. II. Cetlin, Paulo Roberto, 1946-. III. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. IV. Título.

CDU: 621(043)



UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
ESCOLA DE ENGENHARIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

ATA DE DEFESA DE TESE

Ata da Sessão Pública da defesa de tese de **ADRIANO AMÂNCIO TRAJANO**, de registro número **2020723250**, aluno do Curso de Doutorado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Escola de Engenharia, da Universidade Federal de Minas Gerais, realizada às 16h00min do dia três de dezembro de 2024, ocorrida por videoconferência. A Banca Examinadora indicada pelo Colegiado do Curso foi constituída pelos professores: Dra. Maria Teresa Paulino Aguilar (Orientadora-Departamento de Engenharia Civil/UFMG), Dr. Paulo Roberto Cetlin (Coorientador-Departamento de Engenharia Mecânica/UFMG), Dra. Elaine Carballo Siqueira Corrêa (Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais-CEFET-MG), Dr. Wellington Lopes (Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais-CEFET-MG), Dr. Pedro Henrique Rodrigues Pereira (Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais-UFMG) e Dr. Marcelo Araújo Câmara (Departamento de Engenharia Mecânica/UFMG). A Presidente da Banca Examinadora, Dra. Maria Teresa Paulino Aguilar, abriu a Sessão Pública de defesa Nº 262/2024, para avaliar a tese do aluno **Adriano Amâncio Trajano**, intitulada: **"Estudo das Propriedades Mecânicas e da Adesão de Compósitos de Alumínio Reforçados com Nanotubos de Carbono e Processados por Accumulative Roll Bonding (Arb) e Cross Accumulative Roll Bonding (Carb)"**, requisito final para obtenção do Grau de Doutor em Engenharia Mecânica, na área de concentração **"Engenharia de Manufatura e Materiais"** e, após dar conhecimento aos presentes do teor das normas regulamentares do trabalho final, passou a palavra ao candidato para apresentação de seu trabalho. Seguiu-se a arguição pelos examinadores com a respectiva defesa do candidato. Após a defesa, os membros da Banca Examinadora realizaram a avaliação do trabalho sem a presença do candidato, para julgamento e expedição do resultado final. Foi atribuída a seguinte indicação: o candidato foi considerado **APROVADO**, por unanimidade. O resultado final foi comunicado ao candidato pela Senhora Presidente da Banca Examinadora. Nada mais havendo a tratar, lavrou-se a presente Ata que será assinada eletronicamente pelos membros da Banca.



Documento assinado eletronicamente por **Maria Teresa Paulino Aguilar, Professora do Magistério Superior**, em 08/01/2025, às 20:21, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Elaine Carballo Siqueira Corrêa, Usuário Externo**, em 27/01/2025, às 16:06, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Marcelo Araujo Camara, Professor do Magistério Superior**, em 27/01/2025, às 16:30, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Wellington Lopes, Usuário Externo**, em 27/01/2025, às 17:44, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Paulo Roberto Cetlin, Servidor aposentado**, em 28/01/2025, às 09:37, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Pedro Henrique Rodrigues Pereira, Professor do Magistério Superior**, em 28/01/2025, às 09:53, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site https://sei.ufmg.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **3857302** e o código CRC **A263E12C**.

Referência: Processo nº 23072.200121/2025-78

SEI nº 3857302

AGRADECIMENTOS

À Professora Maria Teresa Paulino Aguiar, pela atenção, carinho e orientação.

Ao técnico Tiago Elias Gomes Oliveira, do Departamento de Engenharia Metalúrgica e Materiais da UFMG, pelo fundamental suporte nos ensaios experimentais de laminação.

Ao técnico Leonardo Meyer Reis, do Departamento de Materiais e Construção da UFMG, pelo suporte nos ensaios experimentais de tração.

Ao amigo Vinícius Melo Cangussu, para importante contribuição nos ensaios de perfilometria.

Ao amigo Olavo Carvalho Haase, pelas diversas contribuições nas simulações numéricas contidas neste trabalho.

Ao Professor Paulo Roberto Cetlin, pela sabedoria, paciência e dedicação, que foram fundamentais para que eu pudesse enfrentar os desafios que surgiram pelo caminho. Minha profunda gratidão.

RESUMO

Técnicas de deformação plástica severa, utilizando altos níveis de deformação plástica, têm sido comumente utilizadas no refino de grão de metais, principalmente com o objetivo de produzir o aumento da resistência mecânica. Dentre as técnicas utilizadas, a união por laminação acumulativa (*Accumulative Roll Bonding*, ARB) têm-se mostrado um método eficiente e de baixo custo utilizado na fabricação de compósitos de matriz metálica (*Metal Matrix Composites*, MMC) de alta resistência mecânica, envolvendo imensa variedade de combinações de metais de base e reforços, visando melhorias nas propriedades mecânicas, como o aumento na tensão de escoamento e no limite de resistência à tração, sem perda acentuada no alongamento percentual e tenacidade. Variações deste método, como a união por laminação cruzada acumulativa (*Cross Accumulative Roll Bonding*, CARB), caracterizado pela mudança alternada do eixo de laminação à medida que os ciclos se sucedem, tem sido relatada na literatura como uma evolução de técnica original, uma vez que a mudança do caminho de deformação tende a proporcionar maior refino de grãos. Diversos estudos também têm sido realizados sobre os mecanismos pelos quais se processam a adesão entre chapas utilizando os referidos métodos. Neste contexto, o presente estudo propõe estudar as propriedades mecânicas de compósitos de matriz metálica de Alumínio Al 1200 H14, processados por do ARB e CARB, com e sem adição de reforços de nanotubos de carbono (NTCs) e, particularmente, a adesão de compósitos de matriz metálica de Alumínio Al 1200 H14, processados por do ARB, sem adição de reforços. Os resultados obtidos por ensaios de tração apontaram um aumento máximo de 338,8 % e 298,5 % da tensão de escoamento e do limite de resistência à tração, respectivamente, para os compósitos processadas por 6 ciclos de ARB+NTC, em comparação as amostras ensaiadas em estado recozido. Além disso, estudos utilizando ensaios experimentais e simulações por elementos finitos permitiram propor uma interpretação complementar à teoria do filme, modelo mais usado para explicar os mecanismos de adesão entre chapas laminadas.

Palavras-chave: Deformação Plástica Severa; refino de grãos; Accumulative Roll Bonding; Cross Accumulative Roll Bonding; compósitos de matriz metálica.

ABSTRACT

Severe plastic deformation techniques, using high levels of plastic deformation, have been commonly used in the refinement of metal grains, mainly with the objective of producing an increase in mechanical strength. Among the techniques used, Accumulative Roll Bonding (ARB) has been shown to be an efficient and low-cost method, which has also been used in the manufacture of Metal Matrix Composites (MMC) of high mechanical strength, involving an immense variety of combinations of base metals and reinforcements, aiming at improvements in mechanical properties, such as an increase in yield stress and in the tensile strength limit, without a marked loss in percentage elongation and toughness. Variations of this method, such as cross accumulating roll bonding (CARB), characterized by the alternating change of the rolling axis as the cycles occur, have been reported in the literature as an evolution of the original technique, since the change in the deformation path tends to provide greater grain refinement. Several studies have also been carried out on the mechanisms by which adhesion between sheets occurs using the mentioned methods. In this context, the present study proposes to investigate the mechanical properties of aluminum Al 1200 H14 metal matrix composites, processed by ARB and CARB, with and without the addition of carbon nanotube (CNT) reinforcements, and, in particular, the adhesion of aluminum Al 1200 H14 metal matrix composites processed by ARB, without the addition of reinforcements. The results obtained by tensile tests indicated a maximum increase of 338.8% and 298.5% in the yield stress and ultimate tensile strength, respectively, for the composites processed by 6 cycles of ARB+CNT, compared to the samples tested in the annealed state. In addition, studies using experimental tests and finite element simulations allowed proposing a complementary interpretation to the film theory, the most widely used model to explain the adhesion mechanisms between laminated sheets.

Keywords: Severe Plastic Deformation; grain refinement. Accumulative Roll Bonding; Cross Accumulative Roll Bonding; metal matrix composites.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Imagens por Microscopia Eletrônica de Varredura de amostras de grafenos e nanotubos de carbono presentes em compósitos fabricados por ARB.....	24
Figura 2. Imagem ilustrativa dos parâmetros de composição de nanotubos de carbono a partir de uma folha de grafeno.....	25
Figura 3. Estrutura de nanotubos de carbono tipo (a) <i>armchair</i> e (b) <i>zigzag</i>	27
Figura 4. Imagem ilustrativa de nanotubos de (a) parede única, (b) dupla e (c) multi-paredes...	27
Figura 5. Imagem ilustrativa do princípio de operação do método ARB.....	31
Figura 6. Imagem representativa da teoria de quebra do filme de óxido.....	32
Figura 7. Gráfico típico de força de delaminação em função da distância.....	33
Figura 8. Simulação por elementos finitos da variação da tensão de compressão e de tração das superfícies em adesão e descolamento, indicando que a influência da (a, b) pressão de contato no processo. No início do (c, d) carregamento de tração, a tensão aumenta e durante o descolamento e separação das superfícies aderidas, a tensão diminui, para um valor próximo de zero.....	35
Figura 9. (a) Simulação computacional do processo de delaminação e (b) comparação experimental e simulação por elementos finitos da curva do ensaio delaminação para as ligas de alumínio AA5754 e AA1050.....	36
Figura 10. Simulação do processo de adesão em nível de microescala: (a) a interface óxido-óxido é descolada, uma trinca começa a se abrir; (b) a fenda é aberta e o substrato de metal é extrudado sob a pressão aplicada; (c) os metais virgens entram em contato e a ligação é iniciada; (d) os substratos são ligados.....	37
Figura 11. (a) Simulação de ensaios de delaminação, com carregamento simétrico; (b) Curvas força-deslocamento durante o teste de descascamento para diferentes reduções de espessuras e (c) evolução da resistência de adesão em relação à redução da espessura.....	37
Figura 12. Variação da resistência à delaminação em função da redução total da chapa compósitos alumínio/aço, para dois tipos diferentes de tratamento.....	39
Figura 13. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) de fraturas na superfície de uma chapa de aço com tratamento por escova (a) de aço e por (b) lixa.....	40
Figura 14. Relação de resistência à delaminação de chapas de alumínio em função da redução com o efeito (a) do recozimento pré e pós-laminação e normal e (b) o efeito da velocidade de laminação na resistência à delaminação de chapas de alumínio.....	41
Figura 15. Variação na largura da camada de difusão com a (a) temperatura de laminação e a influência da temperatura de laminação e da (b) velocidade de laminação na tenacidade de ligação de compósitos de alumínio/titânio, submetidas a laminação por ARB.....	42
Figura 16. Comparação do limite de resistência à tração (R.T.), tensão de escoamento (T.E) de compósitos processados por dez ciclos de (a) Cold ARB e (b) Warm ARB nas direções radial laminação (RL), transversal (TL) e diagonal (DL).....	42
Figura 17. Relação da força de delaminação em função da distância de delaminação para diferentes reduções na espessura.....	44

Figura 18. Valores encontrados da tensão de escoamento (T.E.), (a) limite de resistência à tração (L.R.T.), alongamento percentual (%) e (b) dureza (HV) de chapas laminadas por TARB e FARB.....	47
Figura 19. Tamanho de grão e espessura da camada das chapas de Mg-14Li-3Al-2Gd processadas com TARB e FARB, em diferentes ciclos.....	48
Figura 20. Curvas de tensão de escoamento (MPa) x deformação (%) em função dos ciclos de laminação para o alumínio comercialmente puro e o compósito Al/Cu.....	49
Figura 21. Curvas de tensão-deformação de engenharia da liga recozida, UFG e bimodal.....	50
Figura 22. Tensão de escoamento (MPa) em função dos ciclos de laminação, da deformação e do alongamento (%), para o (a) AA1050, (b) AA1100, (c) AA5083 e (d) AA2024.....	51
Figura. 23. Variação do limite de resistência após 8 ciclos de ARB de compósitos de Alumínio 1050 reforçadas com nanopartículas de Al_2O_3 , ZrO_2 , SnO_2 e SiC de variados diâmetros.....	53
Figura 24. Relação do limite de resistência à tração, alongamento, número de passes em compósitos de (a) Al1050, com porcentagem de (b) 1% vol. (c) 2% vol. (d) Al-4% vol. de SiC.....	54
Figura 25. Micrografia por feixe de elétrons da superfície de fratura de nanocompósitos de (a) Al e (b) de Al-4% SiC, após cinco ciclos de ARB.....	54
Figura 26. Curvas de tensão-deformação e tensão de escoamento em função do número de ciclos para o (a) Al1100 recozido, monolítico e (b) com 0,3% de NTCs.....	55
Figura 27. Curvas de tensão-deformação da liga recozida, NTCs uniformemente disperso, e NTCs randomicamente disperso.....	56
Figura 28. Fratura de um corpo de prova de um compósito de alumínio com (a) NTCs alinhados e submetidos ao ensaio de tração e (b) descolamento do reforço da matriz de alumínio.....	56
Figura 29. Curvas de Tensão de escoamento x deformação (a) e variação do limite de resistência à tração (b) em função dos ciclos de laminação.....	57
Figura 30. Variação do (a) limite de resistência, limite de escoamento e alongamento percentual dos compósitos obtidos, para concentrações de 0, 0,5 e 1% vol.% de NTCs e imagens por MEV do (b) alumínio recozido e (c) 1% vol.% de Al+ NTCs.....	58
Figura 31. Variação da (a) tensão de escoamento do compósito AlMg6/NTC - Al em função da porcentagem (%vol.) de NTCs e (b) em comparação com compósitos AlMg6, AlMg6/CNT, em função dos ciclos de laminação por ARB.....	58
Figura 32. Imagens por microscopia de varredura de alta intensidade (MEV) mostrando a mistura de NTC e pó de alumínio: (a) 1 vol%, (b) 2 vol%, (c) 3 vol% de NTCs. As setas amarelas mostram NTCs na matriz.....	59
Figura 33. Imagem ilustrativa do processo de fabricação dos compósitos de Al 1060/Al (pó)- Al_2O_3 : (a) aspersão a frio; (b) recozimento; (c) ARB.....	59
Figura 34. Valores do limite de resistência à tração e o alongamento percentual dos compósitos em diferentes estágios de laminação por ARB.....	60
Figura 35. Imagem ilustrativa de fraturas laterais e longitudinais em chapas de alumínio após diversos ciclos de (a) ARB e (b) CARB.....	61
Figura 36. Defeitos encontrados utilizando a técnica de (a) ARB e (b) observação por Microscopia Eletrônica de Varredura	61

Figura 37. (a) Curvas tensão deformação de engenharia de compósitos de Zn/Al laminados por ARB e (b) variação da tensão e do alongamento percentual em função dos 9 ciclos de laminação.....	62
Figura 38. Curvas tensão-deformação de engenharia de compósitos de Al-1100 com (a) 6 ciclos de laminação por ARB e chapa de Al 6061 recozida e (b) 6 ciclos de laminação por ARB de compósitos de Al-1100/1.25 wt % de grafite por ciclo e imagem por Microscopia Eletrônica de Varredura ilustrando (c) afinamento do grafite na matriz de alumínio, (d) regiões com concentrações de tensão, e (e) decoesão da matriz de Al 1100.....	63
Figura 39. Imagem do processo de cross accumulative roll bonding (CARB).....	64
Figura 40. Curvas tensão x deformação de alumínio AA1050 recozido e processado por (a) ARB e (b) CARB.....	65
Figura 41. Comparação dos valores de limite de resistência à tração (a), alongamento percentual (b) de alumínio AA1050 recozido e processado por ARB e CARB.....	66
Figura 42. Curva tensão x deformação de alumínio AA1050 recozido e processado por ARB e CARB.....	66
Figura 43. Comparação dos valores da (b) tensão de escoamento e da (a) curva tensão x deformação de alumínio AA1050 recozido e de compósitos de alumínio AA1050 com reforço de B4C e SiC, processados por ARB e CARB.....	67
Figura 44. Comparação do limite de resistência à tração (R.T.), tensão de escoamento (T.E.), alongamento total (A.T.) e alongamento uniforme (A.P.) entre compósito processados por ARB e CARB nas direções (a) radial laminação (RL), (b) transversal (TL) e (c) diagonal (DL), após quatorze ciclos dos processos.....	68
Figura 45. Curvas tensão-deformação de engenharia de compósitos de Al 6061 com 7 ciclos de laminação por ARB, 7 ciclos de laminação por CARB e chapa de Al 6061 recozida.....	69
Figura 46. Fluxograma esquemático das etapas do trabalho.....	70
Figura 47. Imagens ilustrativas de nanotubos de carbono, imagens obtidas por (a) Microscopia Eletrônica de Varredura e (b) microscopia eletrônica de transmissão (MET).....	72
Figura 48. Laminador de marca Fröhling.....	73
Figura 49. Imagem ilustrativa (a) das dimensões do corpo de prova (b) e uma amostra instalada na máquina de ensaio de tração para o ensaio de delaminação (peeling test)	75
Figura 50. Ilustração esquemática de amostras processadas por ARB, sem inserção de NTCs, (a) da região delaminadas (delaminação completa) e (b) da região de intercessão entre as chapas (delaminação parcial), por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura.....	75
Figura 51. Imagem ilustrativa das geometrias e malhas utilizadas para as simulações (a) bidimensionais e (b) tridimensionais.....	77
Figura 52. Imagem ilustrativa dos ensaios realizados por ARB (a) sem e (b) com nanotubos de carbono e CARB (c) sem nanotubos de carbono e (d) com nanotubos de carbono.....	78
Figura 53. Desenho contendo as medidas do corpo de prova que foram submetidos ao ensaio de tração.....	78
Figura 54. Máquina de ensaios de tração Instron, modelo 5582.....	79
Figura 55. Aspecto das chapas com 1mm de espessura, 150 mm de comprimento e 50 mm de largura após ARB em 3 ciclos com (a) chapas sem adesão e (b) com fraturas laterais e acabamento superficial insatisfatório.....	80
Figura 56. Aspecto das chapas de 80 mm de largura, 120 mm de comprimento e 1 mm de espessura após seis ciclos de (a) ARB e (c) CARB, à temperatura ambiente e ilustração do (a, c) aspecto geral e (b, d) detalhe das fraturas de bordas.....	81

Figura 57. Aspecto das chapas de 80 mm de largura, 120 mm de comprimento e 1 mm de espessura após ARB em 6 ciclos com aquecimento a 450 °C por 10 minutos, antes e entre passes, apresentando lascamentos acentuados na superfície.....	82
Figura 58. Aspecto de chapas processadas por (a) ARB em 6 ciclos com recozimento inicial e aquecimento intermediário nos ciclos três e cinco, a 400 °C por 5 minutos e (b) CARB, processadas nos mesmos parâmetros.....	82
Figura 59. Gráfico da força pelo deslocamento obtidas por meio de ensaio de delaminação, para amostras laminadas por 2 ciclos, 4 ciclos e 6 ciclos de ARB, para um deslocamento de 200 mm da amostra, na direção longitudinal.....	83
Figura 60. Aspecto da chapa submetida a 6 ciclos de ARB durante o ensaio de delaminação (<i>peeling test</i>) até 100mm de abertura das chapas indicando delaminação regular.....	83
Figura 61. Gráfico da força pelo deslocamento obtidas por meio de ensaio de delaminação, para chapas de Al 1200 H14 laminadas por 2 ciclos, 4 ciclos e 6 ciclos de ARB, para um deslocamento de 180 mm da amostra, na direção longitudinal.....	84
Figura 62. Aspecto das chapas submetidas ao ensaio de delaminação, após (a) 2 e (b) 6 ciclos de ARB, indicando delaminação irregular e fratura.....	84
Figura 63. Representação de (a) chapas de Al 1200 H14 submetidas a dois ciclos de ARB e posterior ensaio de delaminação e (b) representação das superfícies da região fraturada que foram analisadas por Microscopia Eletrônica de Varredura.....	85
Figura 64. Imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura na região fratura na (a) interface entre duas chapas de Al 1200 H14 submetidas a dois ciclos de ARB e posterior ensaio de delaminação, na região de fratura e (b) ampliação da imagem.....	85
Figura 65. Imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura na região de (a) interface entre duas chapas de Al 1200 H14 submetidas a dois ciclos de ARB e posterior ensaio de delaminação, obtida na região de fratura e (b) ampliação da imagem.....	86
Figura 66. Imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura da (a) região de delaminação e (b) região superior laminada, de chapas de Al 1200 H14 laminadas por dois ciclos de ARB e posterior ensaio de delaminação.....	87
Figura 67. Imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura da superfície ao longo da região longitudinal de observação de chapas de Al 1200 H14 laminadas por dois ciclos de ARB e posterior ensaio de delaminação, ilustrando o relevo da região delaminada, com ampliações de (a) 50 µm, (b) 10 µm.....	87
Figura 68. Representação de (a) chapas de Al 1200 H14 submetidas a seis ciclos de laminação ARB e fratura durante ensaio de delaminação e (b) representação das superfícies da região fraturada que foram analisadas por (c) Microscopia Eletrônica de Varredura.....	88
Figura 69. Imagens de chapas de Al 1200 H14 obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura e posterior ensaio de delaminação, obtidas na região de fratura após (a) dois ciclos de ARB e (b) seis ciclos de ARB, respectivamente.....	88
Figura 70. Imagens de chapas de Al 1200 H14 obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura e posterior ensaio de delaminação das superfícies delaminadas após (a) dois ciclos de ARB e (b) seis ciclos de ARB.....	89
Figura 71. Imagens de chapas de Al 1200 H14 obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura após dois ciclos de ARB e posterior ensaio de delaminação ilustrando a região de (a) fissura na base de um degrau maior na superfície delaminada; (b) detalhe da fissura indicada na figura (a); (c e d) detalhe de uma das faces da fissura, indicando, com linha vermelha, a continuidade das linhas superficiais ao longo da superfície e da face da fissura; (e) detalhe da outra superfície da	

fissura, indicando novamente com uma linha vermelha a continuidade das linhas dentro e fora da fissura.....	90
Figura 72. Imagens de chapas de Al 1200 H14 obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura após seis ciclos de ARB e posterior ensaio de delaminação ilustrando a região (a) fissura na base de um degrau maior na superfície delaminada após 6 ciclos de ARB; (b) detalhe da fissura indicada na figura (a), indicando, com uma linha vermelha, a continuidade das linhas superficiais fora e dentro da fissura; (e) detalhe da outra superfície da fissura, indicando novamente com uma linha vermelha a continuidade das linhas fora e dentro da fissura.....	90
Figura 73. Imagens de chapas de Al 1200 H14 obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura e posterior ensaio de delaminação, ilustrando a topografia das regiões delaminadas após (a) dois ciclos de ARB, (b) dois ciclos de ARB com maior ampliação, (c) seis ciclos de ARB e (d) seis ciclos de ARB, com maior ampliação, obtidas na direção longitudinal de observação.....	91
Figura 74. Imagens de chapas de Al 1200 H14 após (a) 2 ciclos, (b) 3 ciclos e (c) 5 ciclos de ARB, obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura e posterior ensaio parcial de delaminação, ilustrando cordilheiras correspondentes dos dois lados das superfícies.....	92
Figura 75. Imagem chapas de Al 1200 H14 obtida por Microscopia Eletrônica de Varredura da superfície de chapas submetidas a (a) dois ciclos de laminação ARB com posterior delaminação e estrutura (b) espacial e frontal, respectivamente, obtidas pelo programa IMAGEJ e comparação com imagem obtida por Microscopia Eletrônica de Varredura da superfície de chapas submetidas a (c) seis ciclos de laminação ARB com posterior delaminação e estrutura (d) espacial e frontal, respectivamente, obtidas pelo programa IMAGEJ.....	93
Figura 76. Imagem de chapa de Al 1200 H14 produzida por perfilometria na amostra a ser processada por ARB na condição recozida e escovada.....	94
Figura 77. Imagem de chapas de Al 1200 H14 obtida por Microscopia Eletrônica de Varredura da superfície de chapas submetidas a (a) dois ciclos de laminação ARB com posterior delaminação e (a) seis ciclos de laminação ARB com posterior delaminação e resultados de perfilometria das superfícies delaminadas após 2 ciclos ARB (b, c, d) e 6 ciclos ARB (f, g, h)	95
Figura 78. Resultado das simulações computacionais em 3D e comparação com imagem de chapas de Al 1200 H14 obtida por Microscopia Eletrônica de Varredura da superfície de chapas submetidas a dois ciclos de laminação ARB com posterior delaminação; (a) Perspectiva das ligações sinuosas entre duas chapas metálicas, onde a chapa superior ficou oculta; (b) detalhe de uma ligação sinuosa entre as duas chapas prevista pela simulação de elementos finitos, após delaminação, com a chapa superior oculta e (c); comparação do cume da montanha simulado com o observado experimentalmente.....	96
Figura 79. Resultado das simulações computacionais em 2D para ligações entre as chapas superior e inferior com dimensões (altura x largura) de (a) 1 x 1 mm (b) 1 x 1,5mm (c) 1,5 x 1 mm e (d) 1,5 x 1,5 mm.....	97
Figura 80. Cargas necessárias para a delaminação das diversas uniões mencionadas na Figura 80, por unidade de largura da união.....	97
Figura 81. Evolução da ultra microdureza ao longo da espessura de chapas de aço de alumínio recozido escovado.....	98
Figura 82. Curvas Tensão deformação para 2, 4 e 6 ciclos de ARB e CARB, com e sem nanotubos de carbono e para o alumínio recozido.....	99

Figura 83. Gráfico comparativo do limite de resistência à tração para o alumínio recozido e para dois, quatro e seis ciclos de laminação por ARB e CARB, com e sem adição de nanotubos de carbono.....	100
Figura 84. Gráfico comparativo da tensão de escoamento para o alumínio recozido e para dois, quatro e seis ciclos de laminação por ARB e CARB, com e sem adição de nanotubos de carbono.....	100
Figura 85. Gráfico comparativo do alongamento percentual para o alumínio recozido e para dois, quatro e seis ciclos de laminação por ARB e CARB, com e sem adição de nanotubos de carbono.....	101
Figura 86. Possível formação inicial de uma sobreposição na raiz de um degrau maior na superfície delaminada, no detalhe indicado por um retângulo branco.....	107
Figura 87. (a) Contato inicial esquemático entre duas chapas a serem delaminadas antes de 1 passagem de ARB. (b, c, d) configurações sucessivas entre duas chapas a serem delaminadas à medida que o ARB avança.....	108
Figura 88. Superfície delaminada esquemática na Figura 9 com dimensões aproximadas.....	109
Figura 89. (a) Formação esquemática do processo de adesão de camadas metálicas de acordo com a teoria do filme e (b) possibilidade alternativa de formação de adesão pela profusa fissuração das camadas superficiais de óxido.....	110

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Propriedades mecânicas gerais do alumínio, série 1XXX.....	21
Tabela 2. Propriedades mecânicas das ligas de alumínio 1050, aço 1020 e cobre C11000.....	23
Tabela 3. Propriedades mecânicas de materiais usados como reforço em compósitos.	28
Tabela 4. Modelos teóricos de resistência da ligação no processo de delaminação.....	35
Tabela 5. Parâmetros obtidos com duas chapas laminadas por ARB em diferentes ciclos.....	45
Tabela 6. Relações matemáticas de quatro chapas laminadas por ARB em diferentes ciclos.....	46
Tabela 7. Comparação dos valores encontrados para tensão de escoamento (MPa) e alongamento (%)	49
Tabela 8. Composição química (% em massa) da liga AL 1200 H14.....	71
Tabela 9. Propriedades dos nanotubos de carbono de paredes múltiplas.....	71

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

AFM – Microscopia de força atômica

ARB – *Accumulative roll bonding* – União por laminação cumulativa

AARB - *Assimetric accumulative roll bonding* - União por laminação cumulativa assimétrica

CP – Corpo de prova

CARB - *Cross accumulative roll bonding*- União por laminação cruzada cumulativa

ECAP – *Equal channel angular pressing* – Extrusão angular em canais iguais

FARB -*Fourlayer accumulative roll bonding*-União por laminação cumulativa (4 chapas)

HPT – *High Pressure Torsion* – Torção sob elevada pressão

MAC – *Multi-axial compression* – Compressão multiaxial

MDF – *Multi-directional forging* – Forjamento multidirecional

MEV – Microscopia eletrônica de varredura

MMC - *Metal Matrix composites* - Compósitos de matriz metálica

NTCs – Nanotubos de carbono

SPD – *Severe Plastic Deformation* – Deformação plástica severa

TARB - *Two layer accumulative roll bonding*- União por laminação cumulativa (2 chapas)

UFG - *Ultra Fine Grain* - Grãos ultrafinos

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	18
2.1 Objetivo geral	20
2.2 Objetivos específicos	20
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	21
3.1 Alumínio e suas ligas	21
3.2 Nanotubos de carbono	24
3.2.1 <i>Estrutura geométrica dos NTCs.....</i>	24
3.2.2 <i>Propriedades mecânicas dos NTCs</i>	28
3.2.3 <i>Funcionalização dos nanotubos de carbono</i>	29
3.3 Accumulative Roll Bonding (ARB).....	30
3.3.1 <i>Considerações gerais.....</i>	30
3.3.2 <i>Adesão de chapas no processo ARB</i>	31
3.3.2.1 <i>Mecanismos de adesão.....</i>	31
3.3.2.2 <i>Avaliação da adesão</i>	33
3.3.2.3 <i>Estudos sobre adesão utilizando simulações computacionais.....</i>	34
3.3.3 <i>Aspectos operacionais do processo ARB</i>	38
3.3.3.1 <i>Efeito da preparação superficial</i>	38
3.3.3.2 <i>Efeito da temperatura e recozimento inicial do material</i>	40
3.3.3.3 <i>Influência da redução de espessura e do número de chapas.....</i>	43
3.3.4 <i>Propriedades mecânicas de compósitos de alumínio processados por ARB.....</i>	48
3.3.5 <i>Compósitos utilizando material nano-particulado, produzidos via ARB</i>	51
3.3.6 <i>Defeitos durante o processamento por ARB</i>	60
3.4 Cross Accumulative Roll Bonding (CARB).....	64
3.4.1. <i>Parâmetros operacionais.....</i>	64
3.4.2. <i>Efeito da mudança do caminho de deformação</i>	67
4 MATERIAIS E MÉTODOS	70
4.1 Materiais	71

4.2 Métodos	72
4.2.1 <i>Ensaaios preliminares utilizando ARB e CARB</i>	72
4.2.1.1 <i>Processamento por ARB e CARB.....</i>	72
4.2.1.2 <i>Análise dimensional das chapas utilizadas nos ensaios</i>	73
4.2.1.3 <i>Análise quanto à propagação de trincas nas chapas</i>	74
4.2.2 <i>Estudo sobre adesão</i>	74
4.2.2.1 <i>Ensaio de delaminação (peeling test)</i>	74
4.2.2.2 <i>Análise da superfície de adesão.....</i>	75
4.2.2.3 <i>Ensaaios de Perfilometria.....</i>	76
4.2.2.4 <i>Simulações por elementos finitos.....</i>	76
4.2.3 <i>Laminação por ARB e CARB.....</i>	77
4.2.4 <i>Ensaio de tração uniaxial</i>	78
4.2.5 <i>Microdureza Vickers</i>	79
5 RESULTADOS.....	80
5.1 <i>Ensaaios preliminares por Accumulative Roll Bonding.....</i>	80
5.2 <i>Estudo sobre adesão.....</i>	82
5.2.1 <i>Ensaio de delaminação (peeling test)</i>	82
5.2.2 <i>Microscopia Eletrônica de Varredura das superfícies de adesão.....</i>	84
5.2.3 <i>Ensaaios de perfilometria</i>	93
5.2.4 <i>Simulações Computacionais</i>	95
5.3 <i>Ensaaios de Tração</i>	98
6 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	102
7 CONCLUSÕES	113
REFERÊNCIAS	115

1 INTRODUÇÃO

Os mecanismos comumente utilizados para melhoria da resistência mecânica de metais envolvem o encruamento, a introdução de solutos e/ou precipitados, refino de grão e a introdução de reforços, geralmente utilizados na produção de materiais compósitos (SCHMIDT *et al.*, 2011; HASSANPOUR *et al.*, 2021; OGAWA *et al.*, 2021). Especificamente sobre o refino de grão, estudos tem se voltado para a produção de grãos ultrafinos (*Ultra Fine Grains*, UFG), por meio de técnicas de deformação plástica severa (*Severe Plastic Deformation* - SPD), em que os materiais são submetidos a elevados níveis de deformação plástica.

Dentre as técnicas mais utilizadas de SPD podem ser citadas: (i) extrusão angular em canais iguais (*Equal Channel Angular Pressing* - ECAP), (ii) torção sob alta pressão (*High Pressure Torsion* – HPT), (iii) forjamento multi-direcional (*Multidirectional forging* - MDF) e (iv) união por laminação acumulativa (*Accumulative Roll Bonding* - ARB) (MANSOOR *et al.*, 2020). Das técnicas citadas, o ARB tem se mostrado um processo eficiente e de baixo custo, com fácil aplicação em processos contínuos e de alta produção em escala industrial, e tem sido utilizado nos últimos 10 anos na fabricação de compósitos de matriz metálica (*Metal matrix composites* – MMC), com diversos materiais metálicos e reforços (PIRGAZI *et al.*, 2008; ROY *et al.*, 2012; EIZADJOU *et al.*, 2015; JAMAATI *et al.*, 2014, 2015; KRALLICS *et al.*, 2015).

Algumas publicações avaliam a influência de variações na técnica ARB na melhoria das propriedades mecânicas do compósito processado (NASERI *et al.*, 2015; NASERI *et al.*, 2016; GASHTI *et al.*, 2016; MCBRIDE *et al.*, 2020), tais como a variação na direção de laminação entre os diversos passes de laminação, técnica denominada de *Cross accumulative roll bonding* - CARB (ALIZADEH *et al.*, 2014, NASERI *et al.*, 2015; YOU *et al.*, 2021). As matrizes de MMC com o Alumínio são comumente estudadas nos processamentos por ARB e CARB, (GHALANDARI *et al.*, 2016; MAHDAVIAN *et al.*, 2017; GHALEHBANDI *et al.*, 2019), pois esse material possui boa resistência mecânica específica, custo reduzido, resistência à oxidação e corrosão, sendo empregado, especialmente, na indústria aeroespacial.

Além disso, estudos realizados utilizando a técnica de ARB, publicados nos últimos dez anos, evidenciam a importância e atualidade da fabricação de compósito de matriz metálica, utilizando materiais diversos (EIZADJOU *et al.*, 2015; JAMAATI *et al.*, 2015; KRALLICS *et al.*, 2015). Em particular, um dos aspectos importantes de que trata a fabricação de compósito de matriz metálica (CMM) é o processo pelos quais se processa a adesão das chapas metálicas, denominado de *Solid state welding* (SSW), tema que foi pesquisado, ao longo dos anos, por meio da utilização de teorias que procuram explicar o processo com o auxílio de ensaios experimentais (VAIDYANATH *et al.*, 1959; MOHAMED *et al.*, 1975; BAY, 1979), modelos

matemáticos (MADAAH-HOSSEINI and KOKABI , 2002; GOVINDARAJ *et al.* ; 2013) e, mais recentemente, utilizando ferramentas computacionais (KEBRIAEI *et al.*, 2014;. KHALEDI *et al*, 2018) para simular o caldeamento em materiais metálicos similares e dissimilares.

A fabricação de compósitos utilizando o alumínio como matriz e nanotubos de carbono (NTC) como material de reforço tem sido frequentemente reportada na literatura (STEIN *et al.*, 2014; NASRESFAHANI *et al.*, 2018 SHAHSAVAR *et al.*, 2019). No entanto, não foram encontrados na literatura estudos sobre a fabricação destes compósitos por meio de variantes do ARB, tais como o CARB, o que influenciaria na variação do processamento e abriria nova possibilidade de análise do efeito do reforço citado nas propriedades mecânicas do compósito produzido.

Neste contexto, esta tese se propõe a estudar o processo de fabricação de compósito de alumínio, com e sem inclusão de nanotubos do carbono, processados por *Accumulative Roll Bonding* (ARB) e *Cross Accumulative Roll Bonding* (CARB) e o efeito nas propriedades mecânicas e, em uma segunda etapa, aprofundar os mecanismos pelos quais ocorrem a adesão entre os as amostras de alumínio processadas por ARB, sem NTCs.

2 OBJETIVO

2.1 Objetivo geral

Avaliar a influência do processamento por *Accumulative Roll Bonding* (ARB) e *Cross Accumulative Roll Bonding* (CARB) nas propriedades mecânicas (tensão de escoamento e o limite de resistência à tração) de compósitos de alumínio Al 1200 H14 com e sem adição de nanotubos do carbono.

2.2 Objetivos específicos

Como propósito de se atingir o objetivo geral, os seguintes objetivos específicos foram estabelecidos:

- Identificar as variáveis para o processamento por ARB e CARB, por meio de ensaios preliminares de laminação;
- Analisar a evolução da resistência mecânica e da ductilidade dos compósitos em função dos ciclos de ARB e CARB;
- Estudar a adesão envolvida no processamento por ARB, utilizando ensaios experimentais e simulações por elementos finitos

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Alumínio e suas ligas

O alumínio é um metal comumente utilizado em aplicações industriais, em função de suas propriedades mecânicas e físicas, tais como baixa densidade, elevada resistência à corrosão e excelentes condutividade elétrica e térmica, serem atraentes na produção de diversos itens, como ligas metálicas, laminados e extrudados (ASM HANDBOOK, 1992). A classificação do alumínio é dada pelo sistema de classificação da *Aluminum Association* (AA), que organiza o metal em termos de elementos de liga presentes em sua formação.

Por exemplo, a série 1XXX identifica o alumínio comercialmente puro em diferentes níveis de pureza, desde 99 % (denominado 1000) até 99,99 % (denominado 1099). Os dois últimos algarismos tratam do grau de pureza da liga; assim sendo, o alumínio comercialmente puro com 99,50 % é conhecido como 1050, enquanto que o alumínio com 99,70 % de pureza é denominado 1070 e assim por diante.

O alumínio comercialmente puro caracteriza-se pela elevada condutividade térmica e elétrica, excelente trabalhabilidade e alta resistência à corrosão. Devido a essas características, é utilizado na fabricação de componentes cujas propriedades exigem alta condutividade sem que haja a necessidade de altas propriedades mecânicas. Outros materiais, como cobre, exibem maiores condutividades térmica e elétrica, porém, apresentam custo mais elevado e maior densidade, o que torna o alumínio um metal interessante em diversas aplicações, como as indústrias automotiva, aeronáutica, naval, bens de consumo, construção civil, dentre outras aplicações (ALAM *et al.*, 2017).

A série 1XXX tem composição de, no mínimo, 99% de alumínio, sendo o restante da liga composta por impurezas decorrentes do processo de produção, que não alteram significativamente as propriedades mecânicas ou elétricas do material. A Tabela 1 ilustra a composição nominal de algumas ligas de alumínio da série 1XXX.

Tabela 1 - Propriedades mecânicas gerais do alumínio, série 1XXX.

Liga ASTM	Densidade (g/cm ³)	Temperatura de fusão (°C)	Condutividade elétrica (% IACS)	Módulo de rigidez (MPa)	Módulo de elasticidade (MPa)
1050	2,70	650 - 660	60	26500	70000
1100	2,71	643 - 657	59	26500	70000
1350	2,70	650 - 660	62	26500	70000

Fonte: ASM HANDBOOK, 1992.

O alumínio 1050 é classificado como liga não tratável termicamente e constituído, principalmente, por Fe e Si, que formam dispersões insolúveis, que possuem até 0,5% de impurezas, como silício, ferro, cobre, manganês, magnésio, zinco, titânio, dentre outros (ASM *Specialty Handbook - Aluminum and Aluminum Alloys*, 2015).

Os elementos Fe e Si, comumente encontrados, em maior ou menor grau, como impurezas no alumínio comercialmente puro, formam fases intermetálicas, como FeAl_3 ou FeSiAl_5 , devido à baixa solubilidade do ferro no alumínio. Estas fases apresentam-se com diferentes tamanhos e distribuições, porém tendem a prejudicar as propriedades da matriz quando se apresentam na forma alongada e concentrada nos contornos de grão (ASM *Specialty Handbook - Aluminum and Aluminum Alloys*, 2015).

Outra característica relevante do alumínio comercialmente puro é sua elevada resistência à corrosão, causada pela formação de uma camada fina de óxido de alumínio (Al_2O_3), que recobre a superfície do metal. Essa resistência à corrosão pode ser diminuída pela introdução de elementos de liga, principalmente de elementos mais afastados do alumínio na tabela de potencial eletroquímico, como, por exemplo, o cobre e o níquel, dentre outros (*Handbook of Aluminum*, 2005).

Por outro lado, elementos mais próximos do alumínio na tabela periódica, como o magnésio, não alteram de modo significativo a resistência à corrosão do alumínio. Por este motivo, as ligas Al-Mg são aquelas que apresentam a maior resistência à corrosão, inferior somente à do alumínio comercialmente puro e superior à das ligas Al-Cu, por exemplo. Devido a essa maior resistência à corrosão, outra aplicação importante para o alumínio comercialmente puro é no revestimento de ligas de aplicação aeronáutica, o chamado *cladding* (ASM *Specialty Handbook - Aluminum and Aluminum Alloys*, 2015).

As ligas de alumínio surgiram com a necessidade de adequar as propriedades do alumínio comercialmente puro às diversas necessidades industriais, aproveitando suas características, adequando-os às novas características mecânicas para atender as exigências de projeto. Neste contexto, as ligas de alumínio da série 2xxx (2011, 2014, 2017, 2018, etc...), por exemplo, são mais utilizadas nas indústrias aeronáutica (limites de escoamento de até 455 MPa), automotiva e náutica.

As ligas de alumínio da série 3xxx (3003, 3004, 3105, etc...) em que o manganês é o principal elemento de liga, são usadas como ligas de uso geral, para aplicações arquitetônicas e de processamento; não são tratáveis termicamente, mas são cerca de 20% mais resistentes mecanicamente que as ligas de alumínio da série 1xxx (ASM *HANDBOOK, Alloy Phase Diagrams*, 1992).

O principal elemento de liga na série 4xxx (4032, 4043, 4145, etc...) é o silício, que ao ser adicionado (até 12%) na liga de alumínio, diminui o seu ponto de fusão. Devido a isso, as ligas de alumínio-silício são usadas em soldagem de cabos e fios ou como ligas utilizadas no processo de brasagem, onde há a necessidade da manutenção do ponto fusão menor que o do metal de base. As principais limitações encontradas para aplicações do alumínio e suas ligas são o baixo ponto de fusão (670°C) e baixa resistência mecânica, quando comparado ao aço e as ligas de cobre, conforme Tabela 2.

Tabela 2. Propriedades mecânicas das ligas de alumínio 1050, aço 1020 e cobre C11000.

Propriedades	Alumínio 1050	Aço 1020	Cobre C11000
Densidade (g/cm ³)	2,70	7,87	8,90
Temperatura de fusão (°C)	660	1500	1083
Módulo de elasticidade (MPa)	70000	205000	110000
Elongamento (%)	30	25	28,5
Tensão de escoamento (MPa)	45	250	120
Limite de resistência à tração (MPa)	75	380	220

Fonte: ASM HANDBOOK, 1992.

O aumento da resistência mecânica do alumínio puro e de suas ligas pode ocorrer de diversas maneiras, como a diminuição do tamanho do grão, pelo encruamento ou por meio da adição de outros elementos metálicos, como o cobre ou manganês, por exemplo, com o objetivo de proporcionar endurecimento por precipitação (ASM HANDBOOK, *Alloy Phase Diagrams*, 1992; JUNIOR *et al.*, 2016).

O encruamento, ou trabalho a frio, torna o metal mais resistente devido à deformação plástica aplicada, que causa a multiplicação das discordâncias e sua consequente dificuldade da movimentação. Essa acumulação de discordâncias dificulta a movimentação dos átomos um sobre o outro, o que resulta em um aumento na resistência mecânica do material.

A diminuição do tamanho dos grãos aumenta a densidade de contornos de grão no metal, que atuam como barreira à movimentação das discordâncias, dentre outros fatores. Normalmente, são utilizados códigos quando as liga de alumínio apresentam algum tipo de tratamento: como fabricada (F), recozida (O), encruada (H), solubilizada (W) e tratada termicamente (T). Números após a letra indicam algum tratamento específico, por exemplo, H₁ - apenas encruada, H₂ - encruada e parcialmente recozidas, T₁ - resfriado a temperatura elevada e envelhecimento e T₂ - resfriado de um processo de conformação a temperatura elevada, encruado e envelhecido (*Handbook of Aluminum*, v. 7, *Physical Metallurgy and Processes*, 2005).

Portanto, levando em consideração os mecanismos de aumento da resistência disponíveis para o alumínio, conclui-se que os processos de deformação plástica severa se apresentam como uma alternativa promissora para contornar a sua baixa resistência mecânica, que pode ser observado pelo seu baixo limite de resistência à tração (MPa) e baixa tensão de escoamento (MPa) (SU *et al.*, 2014).

3.2 Nanotubos de carbono

3.2.1 Estrutura geométrica dos NTCs

Nanotubos de carbono (NTCs) foram descobertos por Sumio lijima (1991), utilizando o método de evaporação por arco simples, técnica que era comumente utilizada na sintetização do fulereno (KROTO *et al.*, 1985), cuja característica principal é gerar menores defeitos estruturais nos materiais produzidos, em comparação com outros métodos. NTCs são constituídos por átomos de carbono com diâmetro de 3–15 nm, que são organizados no formato hexagonal e pentagonal e formados pelo enrolamento de uma folha de grafeno, (RATHINAVEL *et al.*, 2021) formando uma estrutura cilíndrica oca com um ângulo e raio fixo específico. A Figura 1 ilustra uma imagem por Microscopia Eletrônica de Varredura de amostras de grafenos e nanotubos de carbono presentes em compósitos fabricados por ARB (GHAZANLOU *et al.*, 2021).

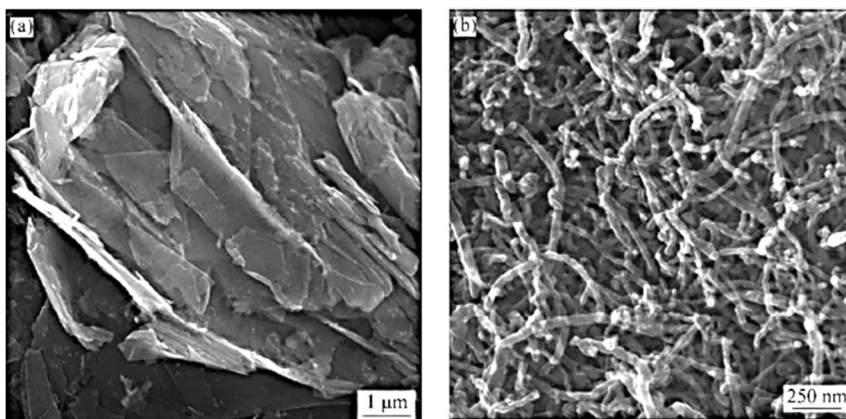


Figura 1. Imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura de amostras de grafenos e nanotubos de carbono presentes em compósitos fabricados por ARB.

Fonte: GHAZANLOU *et al.*, 2021(adaptado).

Uma vez que as propriedades dos NTCs dependem diretamente do seu arranjo, ou seja, de como as folhas de grafeno são enroladas e da morfologia obtida após enrolamento, a estrutura geométrica dos nanotubos é fundamental e é estabelecida em termos dos vetores unitários e dos ângulos de enrolamento das redes de grafeno.

Deste modo, a morfologia dos NTCs a ser obtida pelo enrolamento de uma folha de grafeno de simetria hexagonal (Figura 2) depende de parâmetros como o ângulo quiral θ , o valor e a direção dos vetores quirais $\vec{T}$ e $\vec{C}$, que definem a célula unitária do nanotubo e os vetores bases de direção $\vec{a}_1$ e $\vec{a}_2$, que definem suas células unitárias (THIRUGNANASAMBANTHAM *et al.*, 2021).

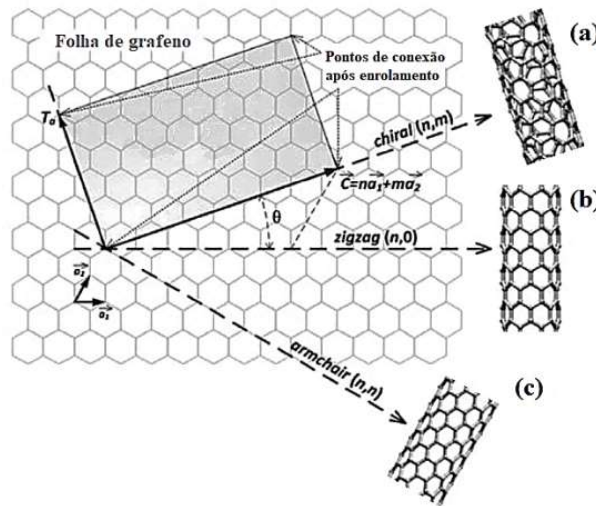


Figura 2. Imagem ilustrativa dos parâmetros de composição de nanotubos de carbono a partir de uma folha de grafeno.

Fonte: THIRUGNANASAMBANTHAM *et al.*, 2021 (adaptado).

Uma medida na formação dos NTCs é o ângulo quiral θ , que é o ângulo entre o vetor quiral e a direção do vetor base $\vec{a}_1$, além de identificar a orientação dos hexágonos nas paredes do tubo em relação ao seu eixo (MANIKANDAN *et al.*, 2021). O ângulo quiral θ , que pode variar entre $0^\circ \leq \theta \leq 30^\circ$ (os outros intervalos de θ são equivalentes, devido à simetria hexagonal do grafeno) pode ser escrito em função dos índices quirais (n_1, n_2), conforme equação:

$$\theta = \cos^{-1} \left[\frac{n_1 + 0,5n_2}{(n_1^2 + n_1n_2 + n_2^2)^{1/2}} \right] \quad (1)$$

O ângulo quiral pode ser entendido como o ângulo produzido pela enrolação do nanotubo, quando não ocorrer perfeito alinhamento entre as pontas formadoras que saem pelas extremidades do nanotubo. Conforme Figura 2, os NTCs podem ser construídos por meio do enrolamento de uma folha de grafeno de tal modo que os sítios cristalograficamente equivalentes coincidam. O vetor quiral $\vec{C}$ define a direção de enrolamento e é definido por meio de um par de números inteiros (n_1, n_2) e os vetores bases da célula unitária do grafeno no espaço real $\vec{a}_1$ e $\vec{a}_2$ (KURTI *et al.*, 2003):

$$\vec{C} = n_1 \vec{a}_1 + n_2 \vec{a}_2 \quad (2)$$

Os vetores base da célula unitária do grafeno no espaço real $\vec{a}_1$ e $\vec{a}_2$ possuem o mesmo comprimento, ou seja, $\sqrt{3}a_{c-c} = 2.461$, onde a_{c-c} é a distância entre dois átomos de carbono adjacentes. Os valores inteiros n_1 e n_2 (para $n_1 \geq n_2$), também chamados de índices quirais, indicam o número de vetores unitários ao longo da rede hexagonal no vetor quiral. Esses números descrevem unicamente a estrutura de cada NTCs. O diâmetro do nanotubos, dado em função de (n_1, n_2) , pode ser obtido a partir do vetor quiral $\vec{C}$ (KURTI *et al.*, 2003):

$$d = \frac{\bar{C}}{\pi} \left[\frac{\sqrt{3}a_{c-c}(n_1^2 + n_1n_2 + n_2^2)^{1/2}}{\pi} \right] \quad (3)$$

Nos NTCs com diâmetros pequenos ($d_t < 0.8$ nm), os efeitos de curvatura geram modificações no padrão de enrolamento. Tais tipos de enrolamento são fundamentais, uma vez que eles denotam os tipos de NTCs. Assim, os nanotubos do tipo *zigzag* são chamados desta maneira pelo fato de exibirem este padrão ao longo de sua circunferência (Figura 2b). Os tubos (n, n) são denominados de nanotubos *armchair* e seu ângulo quiral é $\theta = 30^\circ$ (Figura 2c). Tanto os tubos *zigzag* quanto *armchair* são tubos aquirais, em contraste com os tubos quirais quando $n_1 \neq n_2 \neq 0$ (Figura 2a).

A estrutura *armchair* é caracterizada pela presença de duas ligações carbono (C-C) em lados opostos de cada hexágono e perpendicular ao eixo dos nanotubos, ao passo que na estrutura com estrutura tipo *zigzag* estas ligações são paralelas ao eixo do nanotubo (Figura 2b) (THIRUGNANASAMBANTHAM *et al.*, 2021).

Nanotubos de carbono podem ser classificados de acordo com a quantidade de camadas externas enroladas entre si. Os nanotubos de carbono de parede única são formados por uma folha de grafeno com diâmetro de 1–2 nm (Figura 3a) e os hexágonos de grafeno nos nanotubos de parede única são representados pelos índices (n, m) que especificam o número de vetores unitários com duas direções na estrutura cristalina do grafeno. Se $m = 0$, o padrão *zigzag* irá predominar (Figura 3b). Se $n = m$, o arranjo será chamado de *armchair* (THOSTENSON *et al.*, 2010).

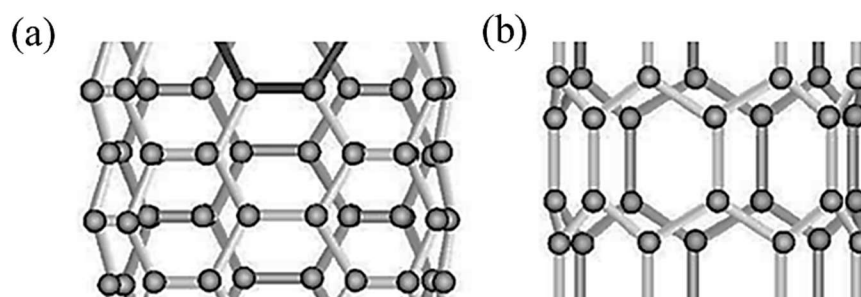


Figura 3. Estrutura geométrica de nanotubos de carbono tipo *armchair*(a) e *zigzag*(b).

Fonte: THOSTENSON *et al.*, 2010 (adaptado).

Os nanotubos de carbono de parede única (Figura 4a) não apresentam os efeitos de deslizamento entre as camadas dos nanotubos de carbono de parede dupla (Figura 4b) e de parede múltipla (Figura 4c), tornando-o uma possibilidade de aplicação em reforços de materiais compósitos com o objetivo de, por exemplo, aumento das propriedades mecânicas, como o aumento da resistência à tração (STEIN *et al.*, 2014).

Contudo, devido à pequena largura (1–2 nm), os nanotubos de carbono de parede única apresentam o problema de obtenção de espalhamento uniforme, pois, principalmente quando laminado em compósitos, aglomeram-se ao longo da superfície ou dentro dos poros no material processado (THIRUGNANASAMBANTHAM *et al.*, 2021).

Os nanotubos de carbono de parede múltipla são caracterizados pela presença de várias camadas de folhas de grafeno enroladas com uma faixa de diâmetro de 2 a 50 nm, dependendo da presença de grafeno, podendo ser misturados com outras substâncias de maneira mais rápida quando comparados aos de parede única. Entretanto, ele apresenta os efeitos de deslizamento entre as camadas de carbono vizinhas no interior do cilindro durante processamento, devido à fraca associação forças de *Van Der Waals* entre as camadas de carbono (JAGANNATHAM *et al.*, 2020).

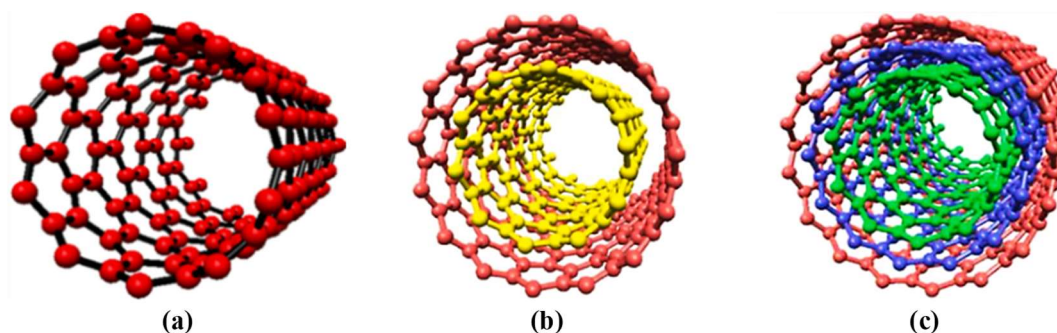


Figura 4. Imagem ilustrativa de nanotubos de (a) parede única, (b) dupla e (c) multi-paredes.

Fonte: JAGANNATHAM *et al.*, 2020 (adaptado).

3.2.2 Propriedades mecânicas dos NTCs

Nanotubos de carbono são materiais caracterizados por possuir superiores propriedades mecânicas, majoritariamente na direção axial, o que pode ser confirmado pelo alto valor do limite de resistência à tração (entre 11 e 63 GPa) e do módulo de Young (entre 270 a 950 GPa), para nanotubos de parede única, nesta direção. Pesquisas iniciais utilizando microscopia eletrônica de transmissão (PALACI *et al.*, 2005) e ensaios com microscopia de força atômica (YANG *et al.*, 2010) demonstraram que os nanotubos possuem menor resistência mecânica ao longo da direção radial.

Entretanto, a elasticidade da direção radial dos NTCs é importante, especialmente em relação às propriedades mecânicas dos nanocompósitos. A capacidade de inserção de múltiplos tubos embutidos provê ao NTCs capacidade de flexão e grandes deformações quando submetidos a uma carga aplicada na direção transversal (IBRAHIM *et al.*, 2013), o que garante uma estrutura mais resistente com potencial de flexão (SONI *et al.*, 2015).

A primeira tentativa para determinar o Módulo de Young de nanotubos de carbono de paredes múltiplas foi realizada por Treacy *et al.* (1996) que, utilizando microscopia eletrônica de transmissão em amostras de NTCs submetidas a diferentes amplitudes de vibrações térmicas, demonstraram que os nanotubos possuem módulo de Young entre 1 e 1,8 TPa, valor extremamente alto em comparação com as fibras de carbono disponíveis comercialmente (Tabela3).

Tabela 3. Propriedades mecânicas de materiais usados como reforço em compósitos.

Partículas	Módulo de Young (GPa)	Resistência à tração (MPa)	Densidade(g/cm ³)
NTCs - parede múltipla	1800	30000	0,03 - 0,06
NTCs – parede única	1002	22200	0,03 - 0,06
Fibra de vidro	72,5	3450	2,58
Fibra de carbono	230 - 400	2500 - 4500	1,81
Fibra de aramida	131	3600 - 4100	1,44
Fibra de boro	400	3600	2,57

Fonte: TREACY *et al.* (1996).

Li *et al.* (2005) determinaram a resistência à tração de feixes de nanotubos de parede única entre 2,3 e 14,2 GPa, além de terem estimado a resistência a tração em 22,2 GPa para um único nanotubo de parede simples.

Yu *et al.* (2005) determinaram o módulo de Young e a resistência à tração de nanotubos de 1000 GPa e 30 GPa, respectivamente. Estudos posteriores realizados por Guanhua *et al.* (2014) mostraram que as propriedades mecânicas dos NTCs, tanto de parede simples quanto de parede dupla, dependem principalmente da relação comprimento/diâmetro destes materiais.

Os autores estimaram que o módulo teórico de Young dos nanotubos de carbono de parede única para diâmetros menores que 1 nm, está na faixa de 0,6 a 0,7 TPa. Hernandez *et al.* (2015) também obtiveram valores teóricos do módulo de Young que estavam em concordância com valores obtidos experimentalmente para nanotubos de carbono de parede múltipla (1–1,2 TPa), além de corroborar que o aumento do diâmetro é proporcional ao aumento das propriedades mecânicas do material.

3.2.3 Funcionalização dos nanotubos de carbono

Nanotubos de carbonos se caracterizam por possuir uma estrutura superficial estável, o que torna a interação de materiais com suas ligações químicas difíceis. Especificamente, quando nanotubos de carbono são utilizados como reforço para um compósito, a elevada estabilidade superficial se torna um empecilho na interação da matriz com as partículas de reforço.

Um dos problemas característicos da utilização dos nanotubos como reforço na fabricação de compósitos é a aglomeração desses materiais durante o processamento, o que gera inclusões que podem resultar no aumento de porosidades no compósito final. As aglomerações atuam como concentradores de tensão que podem influenciar na formação de fissuras, que se propagam formando trincas (RUBEL *et al.*, 2019).

Assim, para aumentar a interação dos NTCs com outra superfície, uma alternativa é o processo de funcionalização, que consiste na inserção de grupos funcionais nas paredes e extremidades do material, fazendo com que a interação entre eles se torne possível. Com o aumento da dispersão dos nanotubos de carbono, permite-se o aumento de sua solubilidade e compatibilidade, parâmetro importante na obtenção dos compósitos, representando processo fundamental na dispersão destes materiais e no aumento de propriedades mecânicas.

A análise está de acordo com estudos realizados por Jagannatham *et al.* (2020), que observaram um aumento do módulo de elasticidade de um compósito Al / NTCs de 70 GPa a cerca de 110 GPa para adição de NTCs de 1 a 5% em volume. Entretanto, em casos onde a dispersão era insuficiente na microestrutura final do conjunto, os nanotubos de carbono formavam grandes aglomerados não infiltrados no metal (THIRUGNANASAMBANTHAM *et al.*, 2021), agindo de forma semelhante a porosidades, que tendem a prejudicar as propriedades mecânicas almejadas, como a diminuição do módulo de Young e da tensão de escoamento.

Deste modo, trabalhos mais recentes têm focado em estratégias de dispersão para obter uma distribuição homogênea de nanotubos de carbono ou grafeno em matrizes (poliméricas, cerâmicas ou metálicas) e na modificação da interface entre eles para explorar ainda mais seus potenciais em termos de propriedades mecânicas e físicas para aplicações de engenharia, em especial, como melhorar as propriedades elétricas e térmicas de polímeros para estender seu uso nos campos de dispositivos eletrônicos portáteis, além de melhorar a tenacidade à fratura de materiais cerâmicos, com o objetivo de facilitar suas aplicações, por meio da melhoria da resistência / rigidez específica destes materiais (ZHANG *et al.*, 2020).

3.3 *Accumulative Roll Bonding* (ARB)

3.3.1 Considerações gerais

O aumento da resistência mecânica dos materiais cristalinos é um aspecto importante na utilização de materiais na indústria metalúrgica e pode ser obtido por meios de diversos métodos e mecanismos, como o encruamento, precipitação de solutos e refino de grãos. Assim, processos de deformação plástica severa (SPD) surgiram como uma alternativa para a melhoria das propriedades mecânicas de metais a partir da formação de uma estrutura de grãos ultrafinos sem que ocorram quaisquer alterações substanciais da forma e dimensões da peça deformada, o que no passado era conseguido apenas com adição de elementos de liga e/ou aplicação de complexos tratamentos termomecânicos (LANGDON, 2011; ROSOCHOWSKI, 2017).

Processamentos por SPD permitem a obtenção de uma microestrutura com maior grau de refinamento final com a aplicação de diferentes rotas e geometrias da matriz. Destaca-se ainda que os métodos são relativamente simples e de baixo custo operacional (FARAJI *et al.*, 2018). Várias técnicas de processamento por SPD são utilizadas atualmente, destacando-se: extrusão angular por canais iguais (*Equal Channel Angular Pressing* - ECAP) (VALIEV; LANGDON, 2006), torção sob elevada pressão (*High Pressure Torsion* - HPT) (ZHILYAEV; LANGDON, 2008), forjamento multi direcional (*Multi-directional Forging* - MDF) (KAPOOR *et al.*, 2013; SAKAI *et al.*, 2014), e a união por laminação cumulativa (*Accumulative Roll Bonding* – ARB) (MANSOOR *et al.*, 2020).

Das técnicas citadas, o ARB tem se mostrado um processo eficiente e de baixo custo, podendo ser empregado em processos contínuos e de alta produção, o que possibilitaria o emprego da técnica em escala industrial. O processo foi criado por Saito *et al.* (1998) e consiste na realização de laminação de duas ou mais chapas, que são posteriormente cortadas, sobrepostas e relaminadas por vários ciclos ou passes, com reduções de aproximadamente 50% por passe e

impondo elevados níveis de deformação durante o processo, resultando no refino de grãos que compõem a sua estrutura e aumento da resistência mecânica do metal (LENARD, 2014; FARMANESHB *et al.*, 2017). A Figura 5 ilustra o princípio de operação do método ARB.

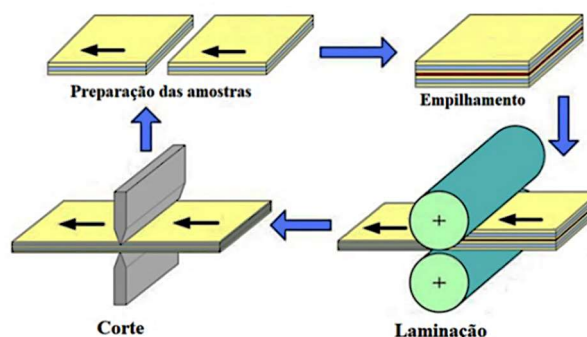


Figura 5. Imagem ilustrativa do princípio de operação do método ARB.

Fonte: Saito *et al.*, 1998 (adaptado).

A alta deformação imposta resulta em pronunciado refino de grãos, que atuam como barreiras ao movimento de discordâncias e dos planos de escorregamento, dificultando a deformação do material e assim aumentando a resistência mecânica do material (HALL, 1951; PETCH, 1953). A relação entre o tamanho do grão e a tensão de escoamento pode ser descrita pela equação de Hall-Petch, onde " σ_y " é o limite de escoamento, " d " é o tamanho médio do grão e " σ_0 " e " k_y " são constantes do material (DIETER, 1981):

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{K_y}{\sqrt{d}} \quad (4)$$

A capacidade de adesão entre as chapas laminadas por ARB é afetada por diversos parâmetros que atuam durante o processamento, como: o tipo de material, a redução imposta durante a laminação, preparação das interfaces dos materiais a serem laminados, partículas de reforço inseridas entre as chapas, temperatura do processo, dentre outros parâmetros. Tais condições impactam diretamente no resultado obtido e influenciam as propriedades do material produzido (LI *et al.*, 2008).

3.3.2 Adesão de chapas no processo ARB

3.3.2.1 Mecanismos de adesão

Os mecanismos que explicam a adesão de materiais são complexos, o que tem levado a diversas pesquisas sobre o tema. Dentre as principais teorias destacam-se: a da quebra do filme de óxido, a da barreira de energia e a da adesão por difusão (LI *et al.*, 2008).

Segundo Vaidyanath *et al.* (1960), uma ligação será criada se duas superfícies metálicas virgens estiverem em contato próximo e forem submetidas a uma pressão suficiente para a quebra do filme de óxido que separa as duas superfícies. Mohamed e Washburn (1975), utilizando ensaios de compressão e tração, concluíram que a teoria do filme exerce importante papel no caldeamento de metais.

Em relação à teoria da barreira de energia, além do contato entre as superfícies metálicas previamente limpas, a ligação ocorre quando a barreira de energia existente em cada metal for superada, o que estaria de acordo com os estudos realizados por Semenov (1961), que também concluiu que a barreira de energia presente nos materiais provém da desorientação dos cristais na sua interface. Na teoria de adesão por difusão ocorre a movimentação de átomos e a temperatura de processamento exerce uma função fundamental para superar a barreira de energia da superfície (PARKS, 1953).

Com relação à laminação, BAY *et al.* (1979, 1983), em diferentes estudos sobre adesão de chapas laminadas a frio, concluíram que a teoria da quebra do filme de óxido é o mecanismo dominante em processos de conformação por contato, principalmente quando as superfícies metálicas são expostas a grandes deformações e baixa temperatura. Foi observado que, sob alta pressão, as camadas de óxido nas chapas fraturam, com posterior alargamento das fissuras devido à pressão normal do rolo nas chapas, provocando adesão nas interfaces das camadas superficiais. Este mecanismo foi posteriormente estudado e confirmado por outros autores (PAN *et al.*, 1989, JAMAATI *et al.*, 2010).

A Figura 6 representa o processo de quebra do filme de óxido (BAY *et al.*, 1985); em que as regiões onde houve deformação aumentem a pressão normal necessária para a quebra do filme de óxido, fazendo com que os materiais se extrudem, aderindo-se nessas regiões.

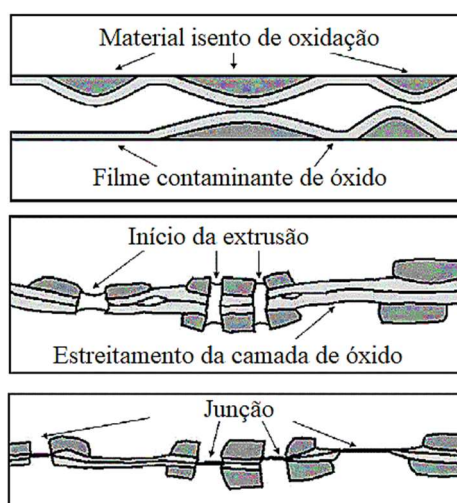


Figura 6. Imagem representativa da teoria de quebra do filme de óxido.

Fonte: BAY *et al.*, 1985 (adaptado).

Ao contrário do processo de adesão a frio realizado por laminação, diversos estudos (YAN *et al.*, 2004; NEZHAD *et al.*, 2009) relatam que o mecanismo dominante na laminação a quente é a difusão em estado sólido, pois a união acontece em função da mescla de átomos ou moléculas por causa do movimento browniano, apesar do resultado influenciar no comportamento das propriedades mecânicas (EIZADJOU *et al.*, 2009).

3.3.2.2 Avaliação da adesão

Um ensaio comumente utilizado para verificar a força de adesão entre materiais laminados é chamado de *peeling test* (ensaio de delaminação), por meio do qual as chapas aderidas por laminação são tracionadas em sentidos opostos, utilizando uma máquina de ensaios universais (VINI *et al.*, 2018; GHALEHBANDI *et al.*, 2019). Como resultado, obtém-se a força utilizada na separação do compósito em função da distância de delaminação da chapa. A Figura 07 representa um exemplo de um resultado de ensaio de delaminação em função da distância delaminada (EIZADJOU, *et al.*, 2008).

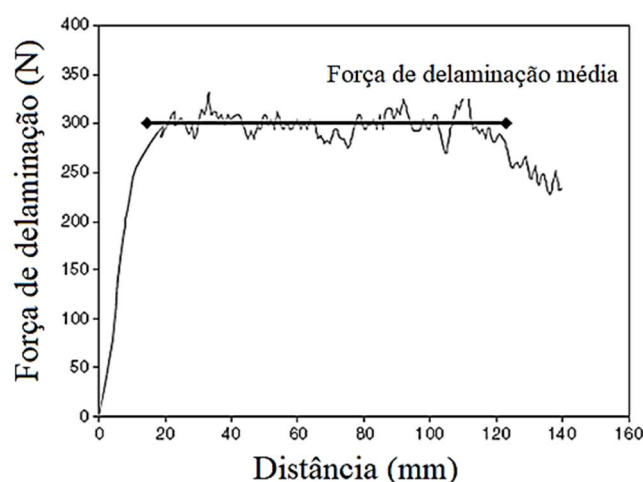


Figura 7. Gráfico típico de força de delaminação em função da distância.
Fonte: EIZADJOU, *et al.*, 2008 (adaptado).

A utilização de modelos matemáticos para previsão da força de adesão da interface de vários materiais conformados por laminação e de como esses mecanismos operam tem sido também pesquisado. Em muitos casos, simulações computacionais têm sido utilizadas para descrever o comportamento de adesão dos ensaios experimentais.

A Tabela 1 (YU *et al.*, 2014) ilustra os modelos matemáticos utilizados na previsão da força de adesão propostos por Bay *et al.* (1985), Zhang and Bay (1996), Madaah-Hosseini and Kokabi (2002) e Govindaraj *et al.* (2013).

Os parâmetros de trabalho das equação são: σ_b é a tensão nominal de adesão entre chapas, σ_0 a tensão de tração das chapas, ψ a fração da camada da chapa aderida, dada em relação a área inicial e final, Y é a região superficial exposta devido ao processo de deformação do metal base, P é a pressão normal na superfície de adesão do metal, P_E é a pressão de extrusão necessária para ocorrência de adesão do metal, Y' é o limite de expansão da área deformada, necessário para quebrar o filme de superfície e iniciar a adesão entre metais, R_f é a redução final após laminação, n , K são constantes relacionadas à deformação plástica em função do tipo de metal, ϵ_e é a deformação equivalente em função da redução de laminação e K_1 e K_2 são constantes que dependem da preparação das superfícies das chapas dos materiais e serem caldeadas.

Tabela 4. Modelos teóricos de resistência da ligação no processo de laminação.

AUTORES	Modelo de força de adesão
Bay <i>et al.</i> (1985)	$\sigma_b = (1 - \psi^2) Y(P - P_E) + \psi^2 \frac{Y-Y'}{1-Y'} p$
Zhang and Bay (1996)	$\sigma_b = \psi p_b$
Madaah-Hosseini and Kokabi (2002)	$\sigma_b = \left(\frac{\sqrt{3}}{2}\right)^n \frac{\sigma_0}{K} \ln\left(\frac{1}{1-R_f}\right)$
Govindaraj <i>et al.</i> (2013)	$\sigma_b = K_1 \sigma_0 \exp\left(-\frac{\sqrt{3}}{2} K_2 \epsilon_e\right)$

Fonte: YU *et al.* 2014 (adaptado).

3.3.2.3 Estudos sobre adesão utilizando simulações computacionais

Paralelamente aos estudos baseados em ensaios experimentais, simulações computacionais têm sido utilizadas para analisar o comportamento dos materiais submetidos ao processo de ARB, bem como o efeito da variação de parâmetros de processos, tais como a redução utilizada, tipos de metais, temperatura, variação da adesão do material, dentre outros, no produto obtido. Os modelos computacionais são capazes de descrever processos que ocorrem em microescala, como simular os micromecanismos que ocorrem durante o processo de formação da ligação durante o processamento e variá-los de acordo com o estudo realizado (LI *et al.*, 2022).

Estudos utilizando simulações por elementos finitos para descrever processos de adesão na laminação foram realizados por Zhang e Bay (1997) com o objetivo de comprovar um modelo que confirmava que, por meio da deformação plástica, era possível superar a barreira de energia dos átomos que impedia o contato entre as superfícies fraturadas. Cooper e Allwood (2014) complementaram o estudo realizado pelos autores referidos anteriormente, apontando que o aumento de parâmetros como a tensão de contato normal, aumento da temperatura ou tensão de cisalhamento incidem diretamente na tensão necessária para a ocorrência da adesão.

Com o objetivo de estabelecer uma metodologia para estudar os processos de adesão e delaminação por meio de simulação por elementos finitos de ligas de alumínio AA5754 e AA1050 laminadas, Kebriaei *et al.* (2014) estabeleceram um modelo matemático analítico baseado em um método de interação entre elementos de zona coesa (nesses elementos, as forças de coesão atuam, permitindo que o material resista à separação até um certo limite) e implementado usando elementos de interface de discretização contínua e dados sobre a microestrutura dos metais baseados em ensaios experimentais realizados previamente. Isso permitiu refinar o modelo computacional, de modo a tornar a simulação mais realista no que se refere aos estudos de adesão e delaminação, implementados em uma sub-rotina no software ABAQUS.

Os resultados da simulação do processo de adesão (compressão até união e tração até descolamento) dos dois metais indicaram que a pressão de contato tangencial (deslizamento) e normal (aderente) influenciam no processo (Figura 8a). Pôde-se também observar que a tensão de adesão aumenta no final da carga compressiva. Além disso, como resultado da interação normal e tangencial na interface, o maior valor da tensão é registrado na interface de adesão (Figura 8b). Após o início do carregamento de tração (Figura 8c), a tensão aumenta, pois é necessária uma tensão adicional para superar a força de adesão. Finalmente durante o descolamento e separação das superfícies aderidas, a tensão diminui, para um valor próximo de zero (Figura 8d).

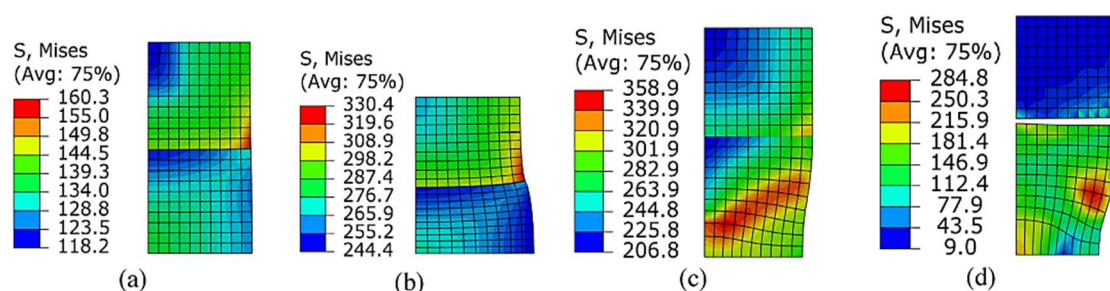


Figura 8. Simulação por elementos finitos da variação da tensão de compressão e de tração das superfícies em adesão e descolamento, indicando que a influência da (a, b) pressão de contato no processo. No início do (c, d) carregamento de tração, a tensão aumenta e durante o descolamento e separação das superfícies aderidas, a tensão diminui, para um valor próximo de zero.

FONTE: Kebriaei *et al.*, 2014 (adaptado).

Finalmente, a força de adesão das estruturas laminadas foi medida por meio de um ensaio experimental de delaminação e os resultados comparados com ensaios de delaminação simulados. As imagens em destaque na Figura 9a ilustram a formação de microtrincas internas ilustrando que o modelo foi eficiente para descrever os comportamentos observados nos ensaios experimentais.

Apesar dos resultados da curva de delaminação do modelo e do ensaio experimental terem apresentado similaridade, a variação apresentada indica que na simulação a questão do atrito entre as superfícies de delaminação influenciam nos resultados obtidos na relação força de delaminação/deslocamento (Figura 9b).

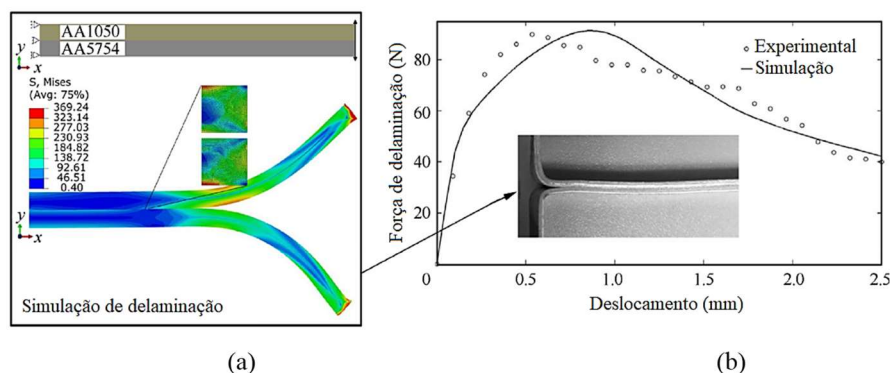


Figura 9. (a) Simulação computacional do processo de delaminação e (b) comparação experimental e simulação por elementos finitos da curva do ensaio delaminação para as ligas de alumínio AA5754 e AA1050. FONTE: Kebriaei *et al.*, 2014 (adaptado).

Posteriormente, Khaledi *et al.* (2018) desenvolveram um modelo baseado no método de elementos finitos desenvolvido para descrever o processo de adesão de metal no nível microscópico. O modelo matemático que fundamentou o modelo numérico foi baseado na teoria de quebra do filme de óxido (BAY, 1985), o que permitiu simular o processo de adesão entre camadas metálicas submetidas a grandes deformações plásticas.

O modelo leva em consideração a simulação dos micromecanismos físicos que ocorrem durante o processo de formação de ligação, ou seja, (1) a quebra da camada de óxido frágil acima das superfícies metálicas, (2) o processo de delaminação que ocorre entre a camada de óxido e o substrato de metal, (3) a extrusão do substrato nas rachaduras criadas sob grandes deformações plásticas e (4) a formação de ligações entre as camadas de óxido fraturadas.

Além disso, um modelo de coesão das zonas foi proposto para descrever a formação de ligações entre as superfícies metálicas. A Figura 10a ilustra os primeiros estágios da simulação, em que a ligação óxido-óxido foi quebrada. Conforme o carregamento compressivo continua, o espaço entre os segmentos de óxido fraturado aumenta, permitindo o início e a descoesão ocorre ao longo da interface óxido-substrato (Figura 10b).

A extrusão de metal continua, enquanto os substratos metálicos entram em contato após um certo nível (Figura 10c) de deformação, ao passo que a tensão normal (pressão) aumenta ao longo do contato entre as camadas substrato-substrato, indicando que a formação de ligação se iniciou. A Figura 10d mostra a última etapa da compressão, na qual a espessura dos substratos de metal foi reduzida para 4 μm , estabelecendo a ligação entre as duas camadas.

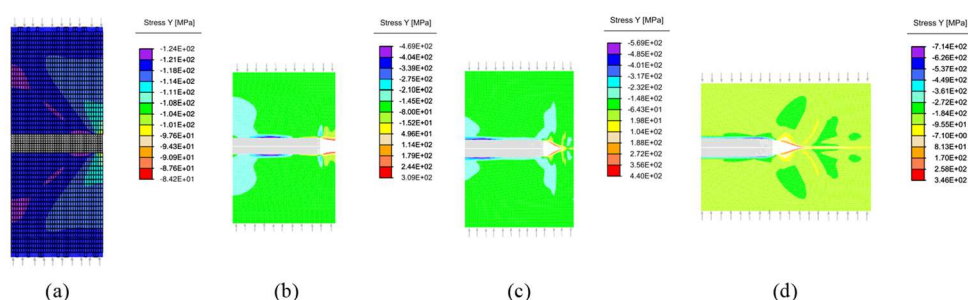


Figura 10. Simulação do processo de adesão em nível de microescala: (a) a interface óxido-óxido é descolada, uma trinca começa a se abrir; (b) a fenda é aberta e o substrato de metal é extrudado sob a pressão aplicada; (c) os metais virgens entram em contato e a ligação é iniciada; (d) os substratos são ligados.

FONTE: Khaledi *et al.*, 2018 (adaptado).

Posteriormente, Khaledi *et al.* (2019) aprofundaram estudos sobre adesão e delaminação, por meio da utilização de um modelo baseado no conceito matemático de coesão de zona para descrever os processos de adesão e delaminação na simulação por elementos finitos, no qual a força de adesão das camadas metálicas é calculada com base nos parâmetros governantes do processo de caldeamento, como pressão, deformação plástica e limpeza da superfície (MO *et al.*, 2019).

No caso da delaminação (Figura 11a), foi demonstrado que a redução da espessura tem uma influência significativa na adesão obtida (Figura 11b). Quanto mais a espessura é reduzida, mais forte é a adesão. Maiores reduções de espessura resultam em maiores deformações plásticas dentro das camadas metálicas. Portanto, na superfície, o fator de expansão de superfície ψ (parâmetro que varia de 0 a 1 e depende a deformação plástica ao longo da interface da junta) aumenta ao longo da interface.

A evolução da resistência de adesão após a laminação em relação à redução da espessura é mostrada na Figura 11c. Como pode ser observado, até a expansão da superfície de 0,3, o valor da força de ligação é zero. A partir deste valor, a adesão é iniciada. Esse valor coincide com ensaios experimentais encontrados na literatura (MEHR *et al.*, 2014; NASERI *et al.*, 2016).

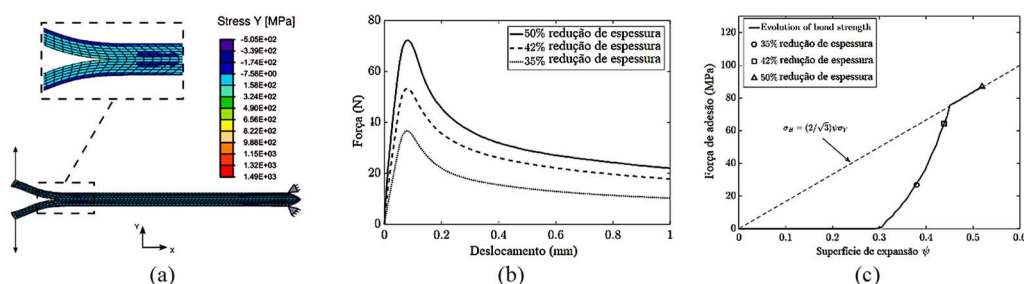


Figura 11. (a) Simulação de ensaios de delaminação, com carregamento simétrico; (b) Curvas força-deslocamento durante o teste de descascamento para diferentes reduções de espessuras e (c) evolução da resistência de adesão em relação à redução da espessura.

Fonte: Khaledi *et al.*, 2019 (adaptado).

3.3.3 Aspectos operacionais do processo ARB

A capacidade de adesão dos materiais obtidos por ARB é afetada por diversos parâmetros que atuam diretamente na fabricação das amostras, como: o tipo de material, a velocidade de laminação, preparação das interfaces dos materiais a serem laminados, partículas de reforço a serem inseridas entre as chapas, geometria da zona deformada, temperatura do processo, redução de espessura na laminação e número de chapas sendo processadas, dentre outros parâmetros. Tais condições impactam diretamente no processamento e influenciam nas propriedades do material produzido (LI *et al.*, 2008). Discutem-se a seguir algumas dessas variáveis.

3.3.3.1 Efeito da preparação superficial

A preparação das interfaces dos materiais a serem laminados é um dos principais parâmetros que influenciam o processo de adesão. Caso não ocorra tal adesão, a integridade do compósito pode ficar comprometida (CLEMENSEN, *et al.*, 1986). A qualidade de adesão, especialmente para o processamento à temperatura ambiente, pode ser afetada por agentes contaminantes nas superfícies a serem aderidas, como a presença de óxidos, que permanecem nas interfaces e agem como barreiras de ligação (BAY *et al.*, 1997; EIZADJOU *et al.*, 2008). No caso do alumínio a umidade e a alta taxa de passivação da camada de óxido influenciam a capacidade de adesão, que diminui após cerca de 10 minutos do preparo da superfície das chapas a serem laminadas (JAMAATI e TORORGHINEJAD, 2011).

Buchner *et al.* (2008) concluíram que a preparação das chapas por esmerilhamento e posterior desengraxamento conduziam a maior resistência de ligação, ou seja, adesão mais eficiente, do que amostras submetidas apenas ao desengraxamento (MANESH *et al.*, 2009).

A técnica de escovação seguida de desengraxamento também se mostrou eficaz de tratamento das superfícies (CHEN *et al.*, 2005; MEHR *et al.*, 2014), uma vez que é efetivo em eliminar a camada de óxido do metal e criar uma superfície quebradiça, que se expande à medida que a pressão de laminação aumenta, incidindo diretamente na melhoria na adesão das chapas (HOSSEINI *et al.*, 2011). No caso da união de chapas de materiais dissimilares o efeito da preparação da superfície na resistência de adesão é fundamental para o êxito do processo. Gao *et al.* (2016) pesquisaram o efeito da preparação da superfície na resistência de adesão de chapas de alumínio e aço, submetidas ao ARB. Amostras de aço e alumínio foram tratadas com escova de arame e lixa e a diferença produzida entre essas técnicas na produção dos compósitos de alumínio/aço foram avaliados por ensaio de delaminação (peeling test) e ensaios metalográficos.

A Figura 12 ilustra a relação da resistência à delaminação em função da redução total da espessura das amostras de compósitos alumínio/aço, laminadas por ARB, em função dos tipos de preparação citados, cujos resultados indicam que a força de adesão aumenta com o aumento da redução das chapas laminadas. À medida que se aumenta a redução, o número de fissuras no material aumenta, expondo as camadas internas das chapas e proporcionando uma ligação átomo a átomo, que são fundamentais para o aumento da resistência de união (MANESH *et al.*, 2004).

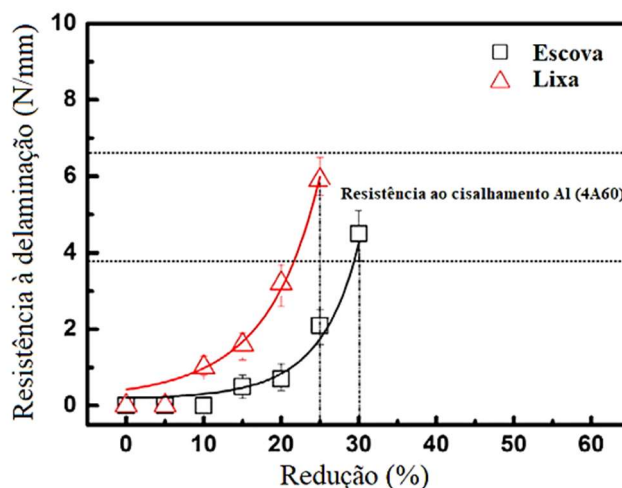


Figura 12. Variação da resistência à delaminação em função da redução total da chapa compósitos alumínio/aço, para dois tipos diferentes de tratamento.

Fonte: GAO *et al.*, 2016 (adaptado).

Conforme exposto no gráfico, o tratamento realizado por meio de lixa foi mais eficiente na retirada do filme de óxidos das chapas laminadas, com baixo grau de encruamento da superfície, o que permitiu o aumento da resistência à delaminação.

Tal fato pode ser confirmado pela Figura 13, que apresenta imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura das superfícies das chapas de aço tratada pelos dois métodos, com redução de 10%, após o teste de delaminação. As rachaduras observadas na superfície de aço tratada por escova (Figura 13a) apresentaram fissuras estreitas e com baixa presença de alumínio, ao passo que a superfície de aço tratada por lixa (Figura 13b), apresentou rachaduras mais amplas e maiores, que revelam que o material abaixo da camada original do aço se ligou ao alumínio que penetrou por extrusão entre as fissuras, provocando maior adesão entre as chapas e um aumento da força de ligação (NEZHAD *et al.*, 2009).

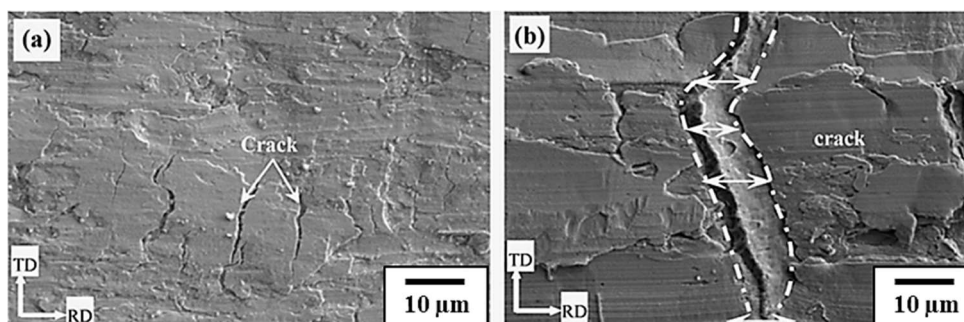


Figura 13. Microscopia Eletrônica de Varredura de fraturas na superfície de uma chapa de aço com tratamento por escova (a) de aço e por (b) lixa.

Fonte: GAO *et al.*, 2016 (adaptado).

Especificamente sobre o estudo da influência da preparação por meio da abrasão mecânica (escovação) na adesão de compósito, BIRADAR *et al.* (2023), seguindo trabalhos clássico sobre o assunto (VAIDYANATH *et al.*, 1960; BAY *et al.*, 1985), realizaram estudos de adesão variando a rugosidade de amostras a serem submetidas a laminação, nos quais foi constatado que a adesão aumentou com o aumento da rugosidade da superfície. A deformação causada pela escovação alterou o perfil de rugosidade da superfície, principal razão para a variação da resistência à adesão. Aumentando a rugosidade, são criados picos e vales com asperezas de perfil discreto e pontas afiadas, influenciando a formação de junções localizadas, influenciando o aumento da resistência da ligação entre as chapas.

3.3.3.2 Efeito da temperatura e recozimento inicial do material

A difusão é um fator relevante para otimizar os mecanismos de adesão, de modo que a temperatura e o tempo de aquecimento são parâmetros importantes no processo de laminação por ARB. Quadir *et al.* (2008) estudaram o comportamento de delaminação de chapas processadas por ARB, onde foi constatado que um aumento da temperatura resultou em um aumento na resistência de união, quando analisados em termos de tenacidade, calculada após ensaio de delaminação.

Este comportamento apresenta um limite na elevação da força de adesão, uma vez que o aumento acima da temperatura de recristalização acarreta uma redução na resistência final obtida (QUADIR *et al.*, 2007). Com base nos ensaios de delaminação, Jamaati e Toroghinejad (2010) realizaram estudos iniciais relacionando o efeito do recozimento na fase de pré-laminação e pós-laminação de chapas de alumínio AA1100 laminadas por ARB, com reduções entre 15% e 75%. O estudo também levou em consideração a influência da direção de laminação na força de ligação obtida após os ensaios. A Fig. 14a ilustra as variações na resistência à delaminação em função da redução para chapas recozidas antes e depois da laminação.

Foi observado que o efeito do recozimento pré-laminação reforçou a resistência à delaminação, além de ser mais pronunciado à medida que se aumenta a redução. Com relação ao efeito do recozimento pós-laminação, ocorreu também um aumento na adesão, que foi mais pronunciado à medida que se aumenta a redução de espessura. Entretanto, o efeito do recozimento pré-laminação na resistência à delaminação foi mais pronunciado que recozimento pós-laminação e à laminação em estado normal. Os resultados mostrados através da Figura 14b indicam que a resistência à delaminação aumenta à medida que se reduziu a velocidade de laminação, considerando uma redução de 35% na espessura.

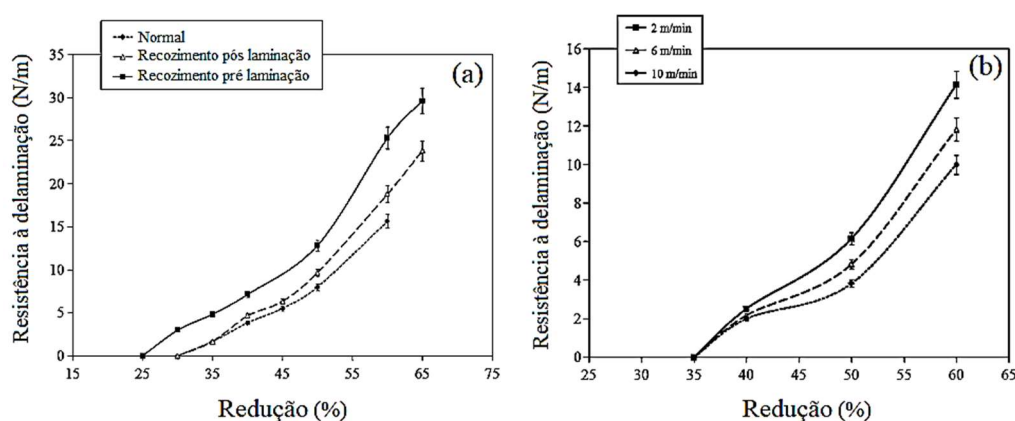


Figura 14. Relação de resistência à delaminação de chapas de alumínio em função da redução com o efeito (a) do recozimento pré e pós-laminação e normal e (b) o efeito da velocidade de laminação na resistência à delaminação de chapas de alumínio.

Fonte: JAMAATI E TOROGHINEJAD, 2010 (adaptado).

EIZADJOU *et al.* (2009) analisaram o efeito da adesão por meio de ensaios de delaminação em compósitos de alumínio 1100 submetidos ao ARB, com temperaturas de laminação de 25 °C, 150 °C, 200 °C e 250 °C. À temperatura ambiente (25 °C) a resistência de união dos compósitos aumentou com o aumento da redução da espessura, devido ao aumento do número de rachaduras que são formadas nas interfaces das camadas que fornecem novos canais para a junção dos metais nas regiões internas dos materiais que estão sendo processados.

Quando a energia térmica de laminação é aumentada, a viscosidade do metal diminui, o que facilita a sua penetração nos interstícios entre as superfícies, provocando um incremento nas áreas de contato entre as camadas e aumentando a extrusão de metais (YAN *et al.*, 2004; NEZHAD *et al.*, 2009). Cooper e Allwood (2014), concluíram que a resistência de adesão do Alumínio processado por ARB é muito sensível ao aumento da temperatura, devido à ativação dos mecanismos de difusão atuantes que acarretaram um aumento na resistência à adesão. Tais resultados foram corroborados por Ma *et al.* (2015), que constatarem que a qualidade de adesão de compósitos de alumínio/titânio submetidos ao ARB é afetada pela temperatura, por meio do aumento da espessura da camada de difusão ao longo das interfaces dos metais (Figura 15a).

Tal parâmetro tende a ativar processos de recuperação e recristalização, que, de modo inverso, ocasionam a redução da tenacidade (Figura 15b).

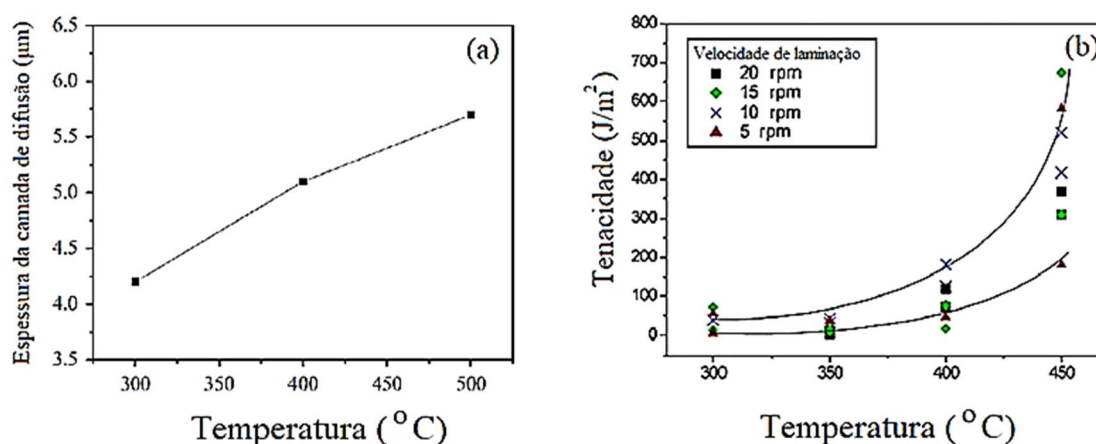


Figura 15. Variação na largura da camada de difusão com a (a) temperatura de laminação e a influência da temperatura de laminação e da (b) velocidade de laminação na tenacidade de ligação de compósitos de alumínio/titânio, submetidas a laminação por ARB.

Fonte: MA *et al.*, 2015 (adaptado).

O efeito do tratamento térmico nas propriedades mecânicas de uma liga de alumínio 1050 foi estudado por Dehghan *et al.* (2020) em duas condições de processamento: *cold ARB* e *warm ARB* (ARB a frio e a morno, respectivamente). Foram utilizados dez ciclos de laminação e, no caso do *warm ARB* as amostras foram pré-aquecidas a 200°C por 5 minutos antes de cada ciclo.

A figura 16 ilustra a comparação do limite de resistência à tração (LRT) e a tensão de escoamento (TE) de compósitos processados por dez ciclos de (a) *Cold ARB* e (b) *Warm ARB* nas direções de laminação (RL), transversal (TL) e diagonal (DL).

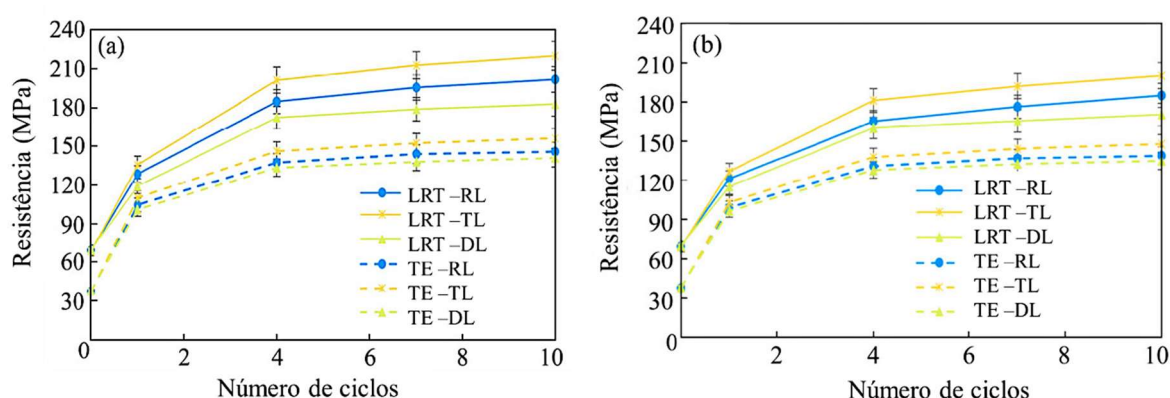


Figura 16. Comparação do limite de resistência à tração (LRT.), tensão de escoamento (TE) de compósitos processados por dez ciclos de (a) *Cold ARB* e (b) *Warm ARB* nas direções de laminação (RL), transversal (TL) e diagonal (DL).

Fonte: DEHGHAN *et al.*, 2020 (adaptado).

Conforme ilustrado, o aumento do limite de resistência à tração (LRT) e da tensão de escoamento (TE), na direção transversal de laminação (RL), com o aumento dos ciclos de laminação do processo de *cold ARB* é maior em comparação com o processo de *warm ARB*.

À medida que ciclos subsequentes são implementados no processamento por *warm ARB*, a densidade de discordâncias se mantém estável, devido à ocorrência de fenômenos de endurecimento e amaciamento do material, predominando recuperações estática e dinâmica durante o aquecimento entre ciclos de laminação.

Além disso, o aumento das propriedades mecânicas na direção transversal ocorreu devido ao aumento da anisotropia planar. A ocorrência de recuperação estática, recristalização e até mesmo crescimento de grãos durante o estágio de aquecimento entre ciclos e recuperação dinâmica e recristalização durante o estágio de aquecimento podem ocorrer no alumínio processado a quente, reduzido a anisotropia, o que se reflete em grãos mais equiaxiais que afetariam as propriedades mecânicas (SCHARNWEBER *et al.* 2010).

O efeito do recozimento inicial no processo ARB foi estudado por Mehr *et al.* (2021), que investigaram a superfície de fratura dos compósitos de Al-Cu, preparados com diferentes temperaturas de recozimento de 300°C e 400°C, por 30 minutos, após 7 ciclos de ARB e posterior ensaio de tração. Foi observado, por Microscopia Eletrônica de Varredura, que superfícies fraturadas do compósito não recozido foram formadas na região central do compósito e se propagaram paralelamente à direção transversal de laminação e da direção de laminação. Esse comportamento também foi observado nas superfícies fraturadas do compósito recozido a 300°C, por 30 minutos.

Entretanto, a propagação das fraturas observadas no compósito recozido a 400°C por 30 minutos se apresentaram mais difusas e menores, com a nucleação de microfissuras se iniciando em intermetálicos frágeis e depois se propagando através do alumínio, indicando que o tratamento térmico levou a uma melhor ligação entre as camadas metálicas e à redução da separação (CARRILLO *et al.* 2010).

3.3.3.3 Influência da redução de espessura e do número de chapas

A deformação causada pela redução de espessura também é um parâmetro muito importante no processo ARB. Para que ocorra a junção, a quantidade de deformação deve ser suficiente para ocorrer a quebra do filme metálico que é característico para cada material e para permitir a extrusão do material base através dessas quebras. Caso a redução imposta não promova a quebra do filme de óxido a adesão será dificultada (EIZADJOU *et al.*, 2008).

À medida que se aumenta a quantidade de deformação plástica imposta, mais superfícies metálicas tendem a serem caldeadas, e, portanto, maior será a força necessária para a delaminação. Além disso, o aumento da redução tende a aumentar também o tamanho e o número de fraturas formadas na superfície das camadas dos materiais laminados (LI *et al.*, 2008, YU *et al.*, 2016).

A relação da redução de laminação imposta ao material com a adesão foi estudada por Naseri *et al.* (2016), que investigaram o efeito da redução de espessura em compósitos de alumínio/cobre/ alumínio, submetidos a reduções de 20%, 30%, 40%, 50%, 60% e 70%, na força de delaminação e na qualidade de adesão do compósito final.

Os resultados indicam que a força de delaminação aumenta à medida que se aumenta a redução da espessura, de um valor médio de 55 N para uma amostra com 30% de redução na espessura, até um valor médio na força de delaminação de 520 N, para a amostra com redução de 70% na espessura.

Assim, com o aumento da redução, o tamanho das fissuras superficiais aumenta, provocando maior contato entre as camadas, o que leva a maior adesão e força de ligação (MEHR *et al.*, 2014; HOSSEINI *et al.*, 2015). A Figura 17 ilustra a relação da força de delaminação em função da distância de delaminação para diferentes reduções na espessura.

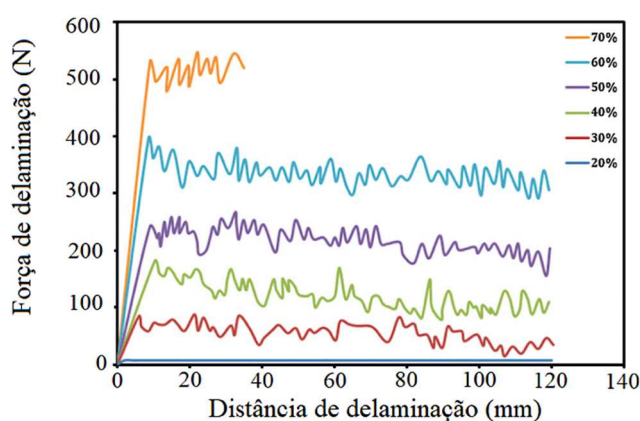


Figura 17. Relação da força de delaminação em função da distância de delaminação para diferentes reduções na espessura.

Fonte: NASERI *et al.*, 2016 (adaptado).

Análises da microestrutura mostraram que, com o aumento da redução, o tamanho das fissuras superficiais aumenta, devido ao aumento da expansão da superfície. Isso sugere que área total de rachaduras e a expansão de metais internos extrudados aumenta, o que leva a maior adesão e força de ligação (MEHR *et al.*, 2014). No caso da simulação computacional da delaminação após o ARB, foi demonstrado que a redução da espessura tem uma influência significativa na adesão obtida. Quanto mais a espessura é reduzida, mais forte é a adesão.

VINI *et al.* (2018) realizaram estudos sobre a adesão entre as camadas de um compósito bimetálico AA1050/AA5083 processado por ARB, com reduções de espessura de 25, 50 e 75% e posterior delaminação. Foi observado que a carga de adesão de delaminação aumenta de 32,5N, 42N e 73N para amostras produzidas com 25, 50 e 75% de redução de espessura, respectivamente.

A redução imposta no ARB exerce também um importante papel na deformação plástica equivalente, redução total e na espessura final das chapas laminadas. Quando são consideradas duas chapas laminadas por ARB, com uma redução de 50% por ciclo, a espessura da chapa após n ciclos é calculada por meio da fórmula abaixo, em que t_o é a espessura inicial das tiras (SAITO *et al.*, 1998):

$$t = \frac{t_o}{2^n} \quad (4)$$

A redução total r_t após n ciclos é calcula para fórmula:

$$r_t = 1 - \frac{t}{t_o} = \left(1 - \frac{1}{2^n}\right) \times 100\% \quad (5)$$

A deformação plástica equivalente ε , assumindo o critério de escoamento de Von Mises, é dado por:

$$\varepsilon = \left[\frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left(\frac{1}{2} \right) \right] \times n = 0.80n \quad (6)$$

Conforme exposto acima, os valores encontrados para a redução total (%), a espessura (mm) e a deformação equivalente variam diretamente em função do número de ciclos (n) imposto nas duas chapas laminadas. A variação de tais parâmetros em função do número de ciclos é ilustrada na Tabela 5 (SAITO *et al.*, 1998).

Tabela 5. Parâmetros obtidos com duas chapas laminadas por ARB em diferentes ciclos.

Ciclo	Número de chapas	Espessura final (mm)	Redução total (%)	Deformação equivalente
1	2	1	50	0,8
2	4	0,5	75	1,6
3	8	0,25	87,5	2,4
4	16	0,125	93,5	3,2
5	32	0,0625	96,88	4,0
6	64	0,03125	98,44	4,8
n	2ⁿ	$t = \left(\frac{t_o}{2^n} \right)$	$r_t = \left(1 - \frac{1}{2^n} \right) \times 100\%$	$\varepsilon = \left[\frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left(\frac{1}{2} \right) \right] \times n$

FONTE: Saito *et al.*, 1998.

Embora a técnica inicial proposta por Saito *et al.* (1998) utilizar o empilhamento de duas chapas para a fabricação de compósitos por ARB fizesse com que trabalhos posteriores mantivessem tal parâmetro (ABBASI *et al.*, 2018, ELWAN *et al.*, 2019), diversos estudos foram realizados variando a quantidade de chapas utilizadas na laminação, o que influencia nos parâmetros de processos obtidos em função no número de ciclos (n).

Neste contexto, Yu *et al.* (2014) realizaram estudos iniciais sobre o efeito do empilhamento de quatro chapas no processamento final de chapas de alumínio 1235 (denominada pelo autor de FARB-*four-layer accumulative roll bonding*), capaz de produzir o dobro de deformação equivalente (1,6) e redução de 75% quando comparada com os valores obtidos (deformação equivalente de 0,8, com redução de 50%) na laminação utilizando duas chapas empilhadas.

Após três ciclos de laminação por FARB, o tamanho de grão do alumínio puro foi reduzido para 380 nm, valor abaixo do obtido por Saito *et al.* (1998), de aproximadamente 670 nm, após seis ciclos de laminação. Além disso, cálculos teóricos realizados pelo autor mostraram que a resistência de união das chapas processadas por FARB é 2 a 2,2 vezes maior do que a técnica ARB tradicional.

ZHENG *et al.* (2020) aprofundaram os estudos realizados por Yu *et al.* (2014), por meio da análise do efeito da microestrutura nas propriedades mecânicas em chapas de um liga de alumínio/lítio/magnésio/gadolínio (Mg-14Li-3Al-2Gd), laminadas por FARB, uma vez que tais propriedades são afetadas pelo resultado superior da laminação utilizando quatro chapas na deformação equivalente, redução total e espessura final (Tabela 6), em relação ao ARB, denominado pelos autores de TARB (*two-Layer Accumulative Roll Bonding*).

Tabela 6. Relações matemáticas de quatro chapas laminadas por ARB em diferentes ciclos.

Ciclo	Número de chapas	Espessura final (mm)	Redução total (%)	Deformação equivalente
1	4	1	75	1,6
2	16	0,125	93,5	3,2
3	64	0,3125	98,44	4,8
4	256	0,00781	99,61	6,4
n	4 ⁿ	$t = \left(\frac{t_o}{4^n}\right)$	$r_t = \left(1 - \frac{1}{4^n}\right) \times 100\%$	$\varepsilon = \left[\frac{2}{\sqrt{3}} \ln(2^2)\right] \times n$

Fonte: ZHENG *et al.*, 2020 (adaptado).

Após ensaio de tração foi encontrado o valor de 96,2MPa para a tensão de escoamento (TE), 128,6 MPa para o limite de resistência à tração (LRT), alongamento até a fratura de 36,2% e dureza de 40,9 HV.

Os resultados destes parâmetros após aplicação de seis ciclos de TARB e 4 ciclos de FARB são ilustrados na Figura 18a. As chapas submetidas a seis ciclos de TARB apresentaram uma tensão de escoamento (TE) de 201,6 MPa, valor 209,6% superior ao encontrado na liga não processada, e as chapas submetidas a quatro ciclos de FARB apresentaram tensão de escoamento (TE) de 231,6 MPa, valor 240,7% superior ao encontrado na liga não processada.

Com relação aos valores encontrados para a dureza (Figura 18b), as chapas submetidas a seis ciclos de TARB apresentaram dureza de 73,2 HV, valor 171,63% superior ao encontrado na liga não processada, e as chapas submetidas a quatro ciclos de FARB apresentaram dureza de 76,6 HV, valor 187,29% superior ao encontrado na liga não processada. Assim, os resultados para a laminação por FARB apresentaram valores superiores que na laminação por TARB, inclusive no fato da laminação por FARB apresentar menor perda no alongamento percentual até a fratura quando comparado com o TARB.

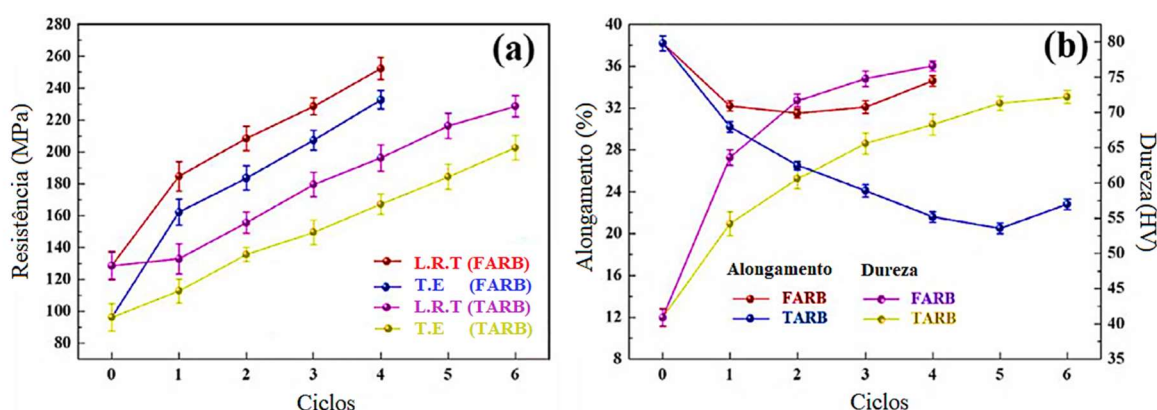


Figura 18. Valores encontrados da tensão de escoamento (TE), (a) limite de resistência à tração (LRT), alongamento percentual (%) e (b) dureza (HV) de chapas laminadas por TARB e FARB.
Fonte: ZHENG *et al.*, 2020 (adaptado).

O processamento por FARB também foi mais eficiente, quando comparado com o TARB, no processo de refino de grãos. Após quatro ciclos de laminação por FARB, o tamanho médio de grão foi de 7,8 μm , valor inferior ao valor médio encontrado para seis ciclos de TARB (31,3 μm). Como no processo TARB o número de camadas é maior, ao final a quantidade de interfaces acumuladas tem um efeito significativo no tamanho e na morfologia do grão, como mostrado através dos resultados na Figura 19.

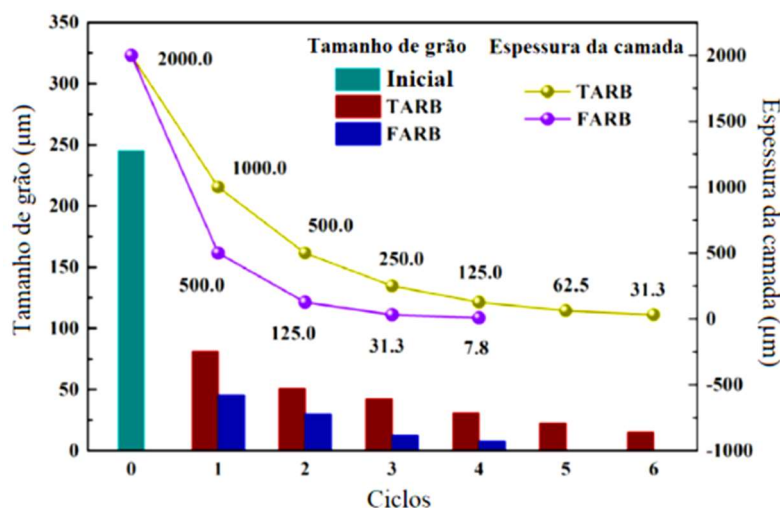


Figura 19. Tamanho de grão e espessura da camada das chapas de Mg-14Li-3Al-2Gd processadas com TARB e FARB, em diferentes ciclos.

Fonte: ZHENG *et al.*, 2020 (adaptado).

3.3.4 Propriedades mecânicas de compósitos de alumínio processados por ARB

A utilização de Alumínio como material de base para estudos do processamento por ARB sempre encontrou alta aplicabilidade, principalmente devido às suas características mecânicas, como ductilidade, tenacidade, alta conformabilidade, resistência à corrosão, motivo pelo qual o tornou um material comumente usados em processos utilizando deformação plástica severa (HARSHAA *et al.*, 2018; ELWAN *et al.*, 2019, RAHMATABADI *et al.*, 2020; RAO *et al.*, 2022; SAJJADI *et al.*, 2023).

Nos primeiros estudos realizados por Saito *et al.* (1998), que deram origem à técnica de ARB, foram utilizadas chapas de alumínio AA1100, laminadas a 200 °C e com 50% de redução por passe. Após o 8º passe de laminação constatou-se refinamento do tamanho médio dos grãos do compósito desde 37 μm para menos de 1μm e um aumento do limite de resistência à tração de 84 MPa para 304 MPa.

O ARB foi utilizado por Roy *et al.* (2012) para a fabricação de um compósito formado por duas ligas de alumínio, A2219 e A5086, com o objetivo de estudar a microestrutura e as propriedades mecânicas desses materiais conformados juntos, obtendo-se, após 8 passes de ARB, um refinamento de grão substancial (200–300 nm), que se refletiu nas propriedades mecânicas, como o aumento da tensão de escoamento e do limite de resistência à tração.

Resultados obtidos por Eizadjou *et al.* (2009) e mostrados através da Figura 20 ilustram o efeito dos ciclos de laminação ARB para a produção do compósito Al/Cu nos valores encontrado para a tensão de escoamento e do limite de resistência à tração.

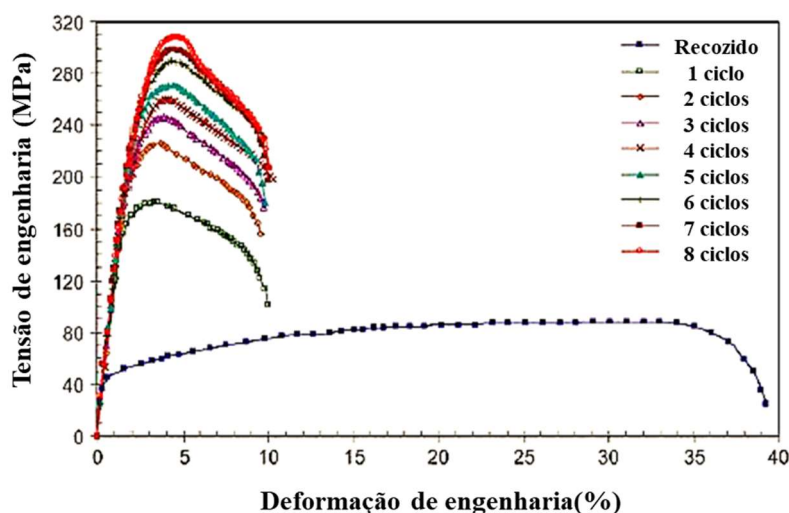


Figura 20. Curvas de tensão de escoamento (MPa) x deformação (%) em função dos ciclos de laminação para o alumínio comercialmente puro e o compósito Al/Cu.

Fonte: EIZADJOU *et al.*, 2009 (adaptado).

A Tabela 7 compara alguns resultados para a tensão de escoamento (MPa) e o alongamento percentual obtidos por Eizadjou *et al.* (2009), juntamente com os resultados de outros artigos relacionados ao processamento por Accumulative Roll Bonding (ARB), utilizando alumínio comercialmente puro, ligas de alumínio e de ligas de alumínio laminados com outros materiais (EIZADJOU *et al.*, 2009; PIRGAZI *et al.*, 2008; MOZAFFARI *et al.*, 2010, TOROGHINEJAD *et al.*, 2013; ALVAND *et al.*, 2017).

Tabela 7. Comparação dos valores encontrados para tensão de escoamento (MPa) e alongamento (%).

Autores	Materiais	Ciclos	Tensão de escoamento (MPa)	Alongamento (%)
Pirgazi <i>et al.</i> (2008)	AA1100	10	333	5
Eizadjou <i>et al.</i> (2009)	Alumínio puro	8	308	4,6
Mozaffari <i>et al.</i> (2010)	AA1060/Ni	6	370	5
Roy <i>et al.</i> (2012)	AA2219/AA5086	8	376	2,7
Toroghinejad <i>et al.</i> (2013)	AA5083	6	552	5,6
Alvand <i>et al.</i> (2017)	AA2024	7	350	9,6

Fonte: Autor.

A tabela evidencia um problema característico do processamento por ARB, ou seja, a perda acentuada do alongamento percentual (%). Neste contexto, algumas abordagens têm sido propostas para melhoria da ductilidade. Naseri *et al.* (2016) propuseram uma nova estratégia para aumentar tanto a resistência mecânica quanto a ductilidade, por meio da introdução de chapas recozidas da liga de Alumínio AA2024 no meio de chapas previamente processadas por ARB, utilizando 4 passes de laminação.

Formou-se, assim, um compósito bimodal com limite de resistência à tração em torno de 365 MPa e 10% de alongamento, valores intermediários quando comparados com os obtidos com o Alumínio recozido (216 MPa e 21% de deformação) e o compósito de alumínio obtido sem a utilização da técnica proposta (420 MPa e 1,3% de deformação), conforme ilustrado nos gráficos abaixo (Figura 21).

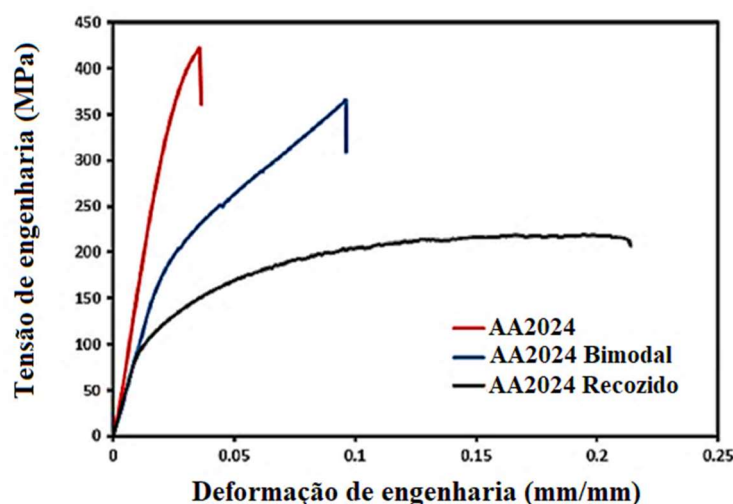


Figura 21. Curvas de tensão-deformação de engenharia da liga recozida, UFG e bimodal.
Fonte: NASERI *et al.*, 2016 (adaptado).

Gashti *et al.* (2016) estudaram o efeito do processo ARB sobre a microestrutura, propriedades mecânicas do alumínio AA1050. Como resultado, a tensão de escoamento aumentou de 50 MPa para 160 MPa e o limite de resistência à tração teve um aumento de 118 MPa para 192 MPa, devido ao alto grau de refino de grãos causado pelo método.

À semelhança do que já foi relatado em outros artigos relacionados ao tema, o alongamento percentual sofreu uma redução acentuada nos valores de deformação uniforme e deformação total, de 22% e 27% para 7% e 9%, respectivamente.

Abaixo estão ilustrados os gráficos fornecidos por EIZADJOU *et al.* (2009) (Figura 22a), MOZAFFARI *et al.* (2010) (Figura 22b), TOROGHINEJAD *et al.* (2013), (Figura 22c) e ALVAND *et al.*, (2017) (Figura 22d) da tensão de escoamento e do limite de resistência à tração, em função do número de ciclos e do alongamento, para o alumínio AA1050, AA1100, AA5083 e AA2024, respectivamente.

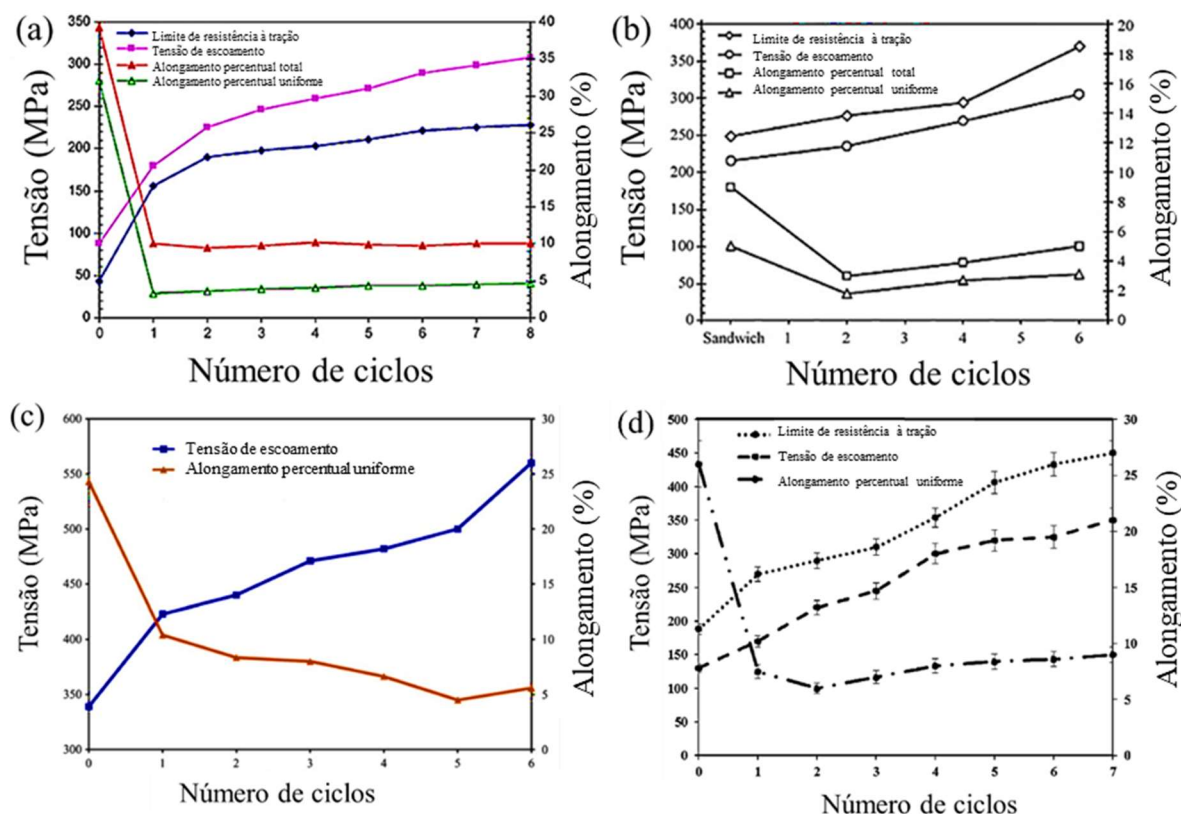


Figura 22. Tensão de escoamento (MPa) em função dos ciclos de laminação, da deformação e do alongamento (%), para o (a) AA1050, (b) AA1100, (c) AA5083 e (d) AA2024.

Fonte: EIZADJOU *et al.*, 2009; MOZAFFARI *et al.*, 2010, TOROGHINEJAD *et al.*, 2013; ALVAND *et al.*, 2017 (adaptado).

3.3.5 Compósitos utilizando material nano-particulado, produzidos via ARB

O ARB tem sido também utilizado na fabricação de compósitos de matriz metálica (CMM), que combinam uma matriz metálica e um material particulado, especialmente de escala micro ou nanométrica. Esses compósitos tem apresentado grande potencial de aplicação na indústria aeronáutica e automobilística, devido à sua alta resistência mecânica e peso reduzido (NASERI *et al.*, 2016). A utilização de reforços proporciona a redução da mobilidade das discordâncias na matriz metálica, e consequente aumento da resistência mecânica e diminuição da ductilidade (GHAZANLOU *et al.*, 2021).

Além disso, a utilização de partículas de reforço contribui para a formação de novos grãos e evitam o crescimento excessivo de grãos durante a deformação. Esse processo resulta em um material mais forte e mais resistente, com uma microestrutura mais refinada e melhorada e afetando a resistência mecânica geral do compósito produzido (JAMAATI *et al.*, 2011; THIRUGNANASAMBANTHAM *et al.*, 2021).

Finalmente, as dimensões das nano partículas, sua distribuição ao longo da matriz e a fração volumétrica utilizada influenciam diretamente nas propriedades mecânicas dos compósitos produzidos (GHALANDARI *et al.*, 2016, GHALEHBANDIV *et al.*, 2019).

Apesar da interface matriz/reforço ser região propícia à nucleação e propagação de trincas na matriz, o efeito do número de ciclos de laminação por ARB propicia melhor distribuição das partículas nas matrizes metálicas, reduzindo a tendência à propagação de trincas na matriz (REZAYAT *et al.*, 2012; STEIN *et al.*, 2014).

Muitos estudos concentraram-se na caracterização e fabricação dos compósitos reforçados com nanotubos de carbono, grafeno e carbetos de silício, dentre outros, estabelecendo para os mesmos a metodologia de produção dos compósitos fabricados via ARB com material particulado. Estudos iniciais foram realizados por Lahiri *et al.* (2009), por meio da fabricação de compósitos de alumínio com nanotubos de carbono (NTCs). Os compósitos foram fabricados utilizando quatro chapas de alumínio com três camadas de NTCs, com quantidades de 2 a 12 vol.%, pulverizadas nas interfaces, empilhadas e laminadas por quatro ciclos, seguidos por recozimento em 250 °C por 1 hora e mais cinco passes de laminação, com reduções de 50%. Foi constatado que o módulo de elasticidade do compósito aumentou para um valor 59% acima daquele para o material recozido, para concentrações de 2 vol.% de NTCs, enquanto a resistência à tração aumentou até 97MPa, representando um aumento de 250% em relação ao valor para o material sem nanotubos de carbono (28MPa).

A diferença de comportamento dessas propriedades reside no fato de que ocorre alta ligação interfacial e dispersão homogênea na matriz até a concentração de 2 vol.% de NTCs, enquanto que houve formação de aglomerados para concentrações de 7,5 e 9,5 em vol.% de NTCs, formando clusters (aglomerados) que se comportam como precipitados em altas concentrações de NTCs, que não contribuem para o aumento do módulo de elasticidade do compósito.

SCHMIDT *et al.* (2011) estudaram o refino de grão resultante do ARB do Alumínio 1050 na presença de nanopartículas de óxido de alumínio (Al_2O_3), óxido de zinco (ZrO_2), óxido de estanho (SnO_2) e carbetos de silício (SiC), diluídos em água (H_2O).

Foram aplicados 10 ciclos de laminação, com o material aquecido a 125°C. Os autores indicaram que a penetração das nanopartículas nas chapas foi da ordem de 4 μm , o que corresponde às espessuras das chapas após 8 ciclos de ARB; desta forma, conclui-se que a partir desse número de ciclos a distribuição das nanopartículas seria homogênea no compósito.

A Figura 23 mostra que o efeito dessas partículas na resistência mecânica do compósito depende de sua natureza e de seu diâmetro. A linha tracejada horizontal corresponde à resistência obtida para o ARB na ausência de reforço com nanopartículas. A figura indica também que, para o Al_2O_3 e para o ZrO_2 , existe um diâmetro das partículas que corresponde a um máximo ganho de resistência. Os autores também determinaram que a presença das nanopartículas causou uma aceleração do refino de grão, em relação a observada durante o ARB na ausência dessas partículas, provocando aumento do limite de resistência através do efeito Hall-Petch.

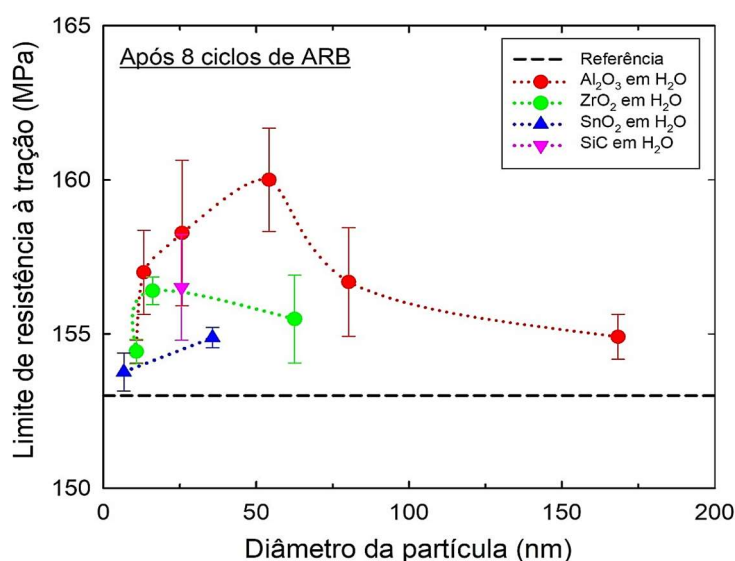


Figura. 23. Variação do limite de resistência após 8 ciclos de ARB de compósitos de Alumínio 1050 reforçadas com nanopartículas de Al_2O_3 , ZrO_2 , SnO_2 e SiC de variados diâmetros.

Fonte: SCHMIDT *et al.*, 2011 (adaptado).

Estudos referentes aos compósitos de matriz metálica com reforço particulado obtido por meio do processamento por ARB têm sido relatados por diversos autores, utilizando variações de materiais de base, materiais de reforço, modificações da técnica proposta por Saito *et al.*, (1998).

Khdaier *et al.* (2020) propuseram a fabricação de nanocompósitos fabricados por ARB, utilizando alumínio Al 1050 em estado recozido (Figura 24a) e utilizando como reforço com diferentes porcentagens de SiC (1, 2 e 4%) e recozimento a 400 °C por 1 hora após cada ciclo. Após 5 ciclos, a adição de partículas de SiC a 1% (Figura 24b) aumentou a resistência à tração para 220 MPa, com adição de SiC a 2% (Figura 24c) houve um aumento de resistência para 229 MPa e a adição de 4% de SiC (Figura 24d) gerou um aumento de resistência para 233 MPa, alcançando 308% de aumento na resistência à tração em relação ao material recozido.

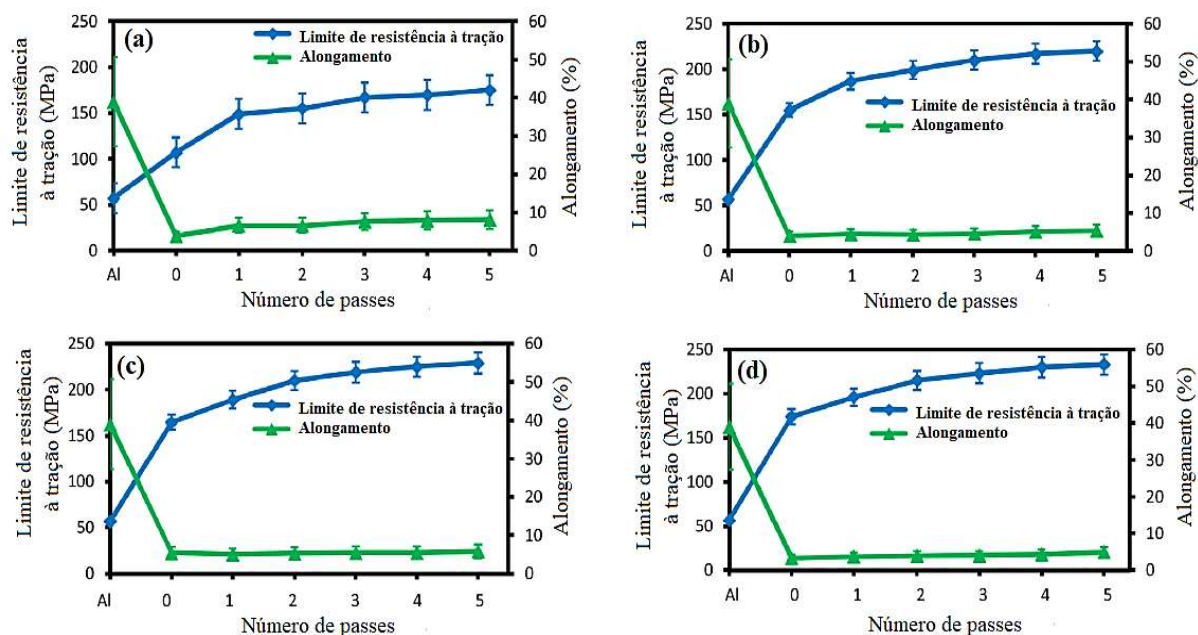


Figura 24. Relação do limite de resistência à tração, alongamento, número de passes em compósitos de (a) Al1050, com percentagem de (b) 1% vol. (c) 2% vol. (d) Al-4% vol. de SiC.

Fonte: KHDAIR *et al.*, 2020 (adaptado).

O alongamento das amostras foi menor do que para o alumínio recozido, devido ao efeito de endurecimento causado pelo refinamento de grãos, produzidos pelos ciclos de laminação. Durante os ensaios de tração, *dimples* aparecem devido à deformação plástica sofrida pelo material, que apresentaram na microestrutura da superfície de fratura ondulações mais profundas e largas no alumínio recozido, como mostrado na Figura 25a.

Em relação aos compósitos de alumínio com 4% de SiC, a largura e a profundidade dos *dimples* nas superfícies de fratura são menores que aquelas observadas no alumínio recozido (Figura 25b), devido à presença de nanopartículas de SiC nas fronteiras do grão, o que torna a nucleação de poros mais fácil, facilitando a separação na interface entre eles (ELWAN *et al.*, 2019; KHDAIR *et al.*, 2020).

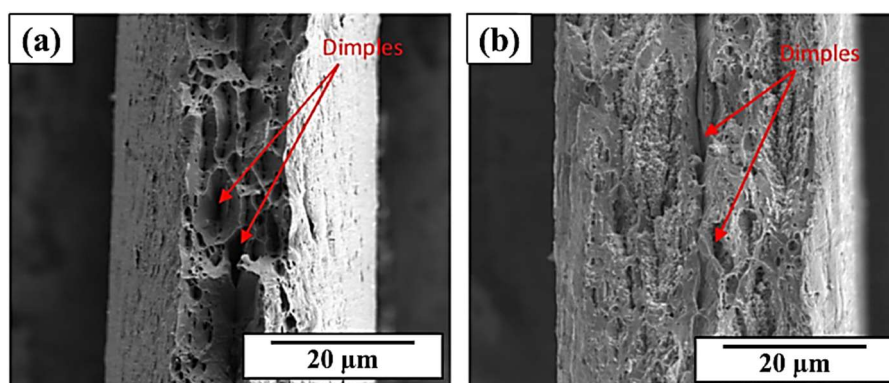


Figura 25. Micrografia por feixe de elétrons da superfície de fratura de nanocompósitos de (a) Al e (b) de Al-4% SiC, após cinco ciclos de ARB.

Fonte: KHDAIR *et al.*, 2020 (adaptado).

Nasresfahani *et al.* (2018) propuseram a fabricação de um compósito trimodal composto por placas de alumínio e reforço de nanotubos de carbono multi-parede e Al_2O_3 , o que contribuiu no aumento da tensão de escoamento, porém com perda expressiva da ductilidade. Após dez ciclos de ARB, o compósito atingiu resistência cerca de 300% maior do que o alumínio recozido 1100. Entretanto, o alongamento percentual do material tendeu a diminuir à medida que foram adicionados reforços na estrutura.

Os gráficos das tensões de escoamento no estado monolítico e com reforço, em função dos ciclos de ARB (Figura 26a), e as curvas de tensão x deformação de amostras submetidas ao ensaio de tração, no estado monolítico, recozido e em função do reforço (Figura 26b), estão ilustrados a seguir.

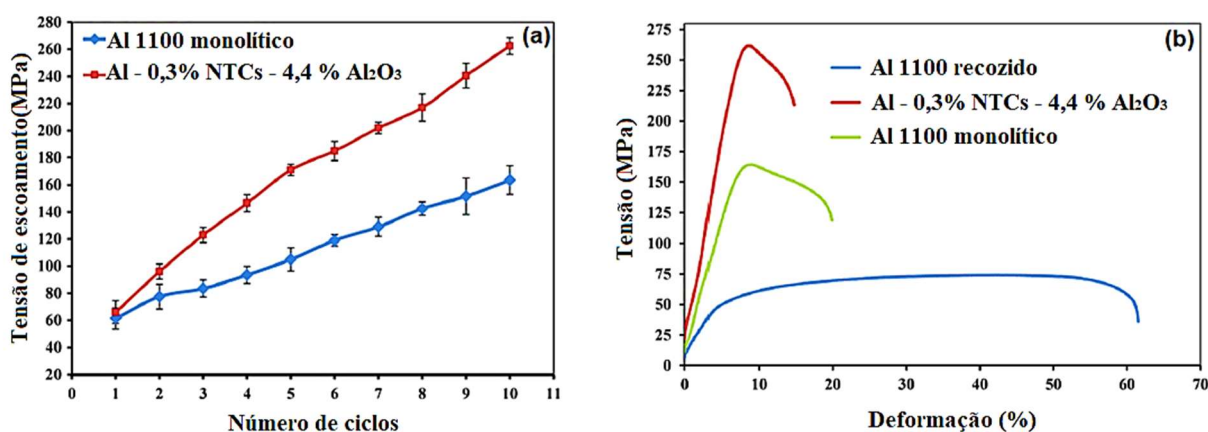


Figura 26. Curvas de tensão-deformação e tensão de escoamento em função do número de ciclos para o (a) Al1100 recozido, monolítico e (b) com 0,3% de NTCs.

Fonte: NASRESFAHANI *et al.*, 2018 (adaptado).

Shahsavari *et al.* (2019) propuseram a fabricação de compósitos compostos por nanotubos de carbono e alumínio, uniformemente dispersos e randomicamente dispersos (aleatoriamente dispersos), utilizando agitação ultrassônica e laminação por ARB. O processo de agitação ultrassônica foi utilizado para alinhar as partículas de nanotubos no substrato de alumínio. Ao analisar os gráficos mostrados na Figura 27, percebe-se que tal método foi efetivo, uma vez que o compósito onde as partículas foram uniformemente dispersas na matriz de Alumínio apresentou maiores valores de resistência mecânica do que os compósitos compostos por nanotubos de carbono randomicamente espalhados.

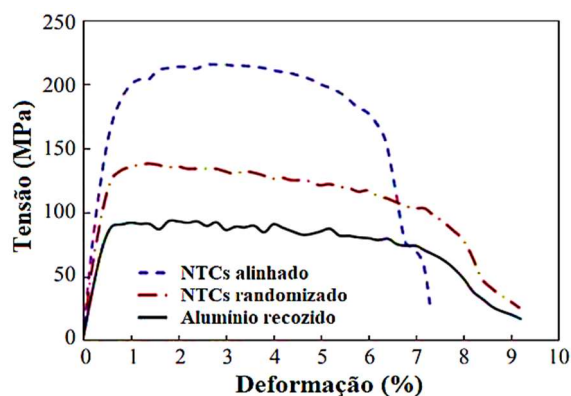


Figura 27. Curvas de tensão-deformação da liga recozida, NTCs uniformemente disperso, e NTCs randomicamente disperso.
Fonte: SHAHSAVAR *et al.*, 2019 (adaptado).

A adição e o alinhamento dos NTCs na matriz de alumínio afetaram inclusive o modo de falha que nos compósitos produzidos. A Figura 28a ilustra a região de fratura de um corpo de prova de um compósito de alumínio com NTCs alinhados e submetidos ao ensaio de tração. A tensão imposta aos NTCs causou uma fratura na matriz, produzindo rachaduras e descolamento do reforço da matriz de alumínio (Figura 28b).

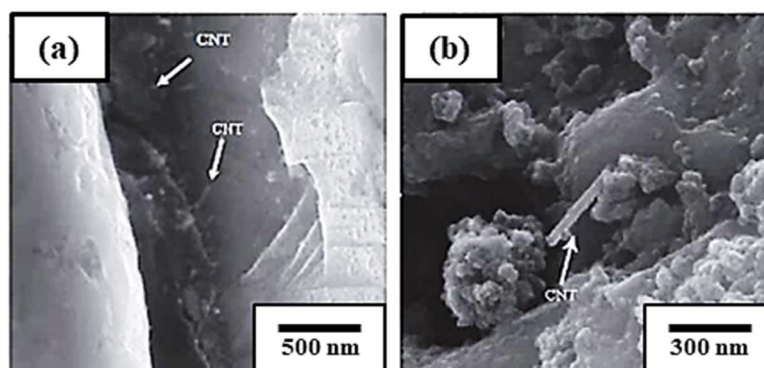


Figura 28. Fratura de um corpo de prova de um compósito de alumínio com (a) NTCs alinhados e submetidos ao ensaio de tração e (b) descolamento do reforço da matriz de alumínio.
Fonte: SHAHSAVAR *et al.*, 2019 (adaptado).

Estudos sobre o processo de fabricação e o comportamento dos compósitos de nanotubos de carbono e alumínio por meio de ARB podem ser realizados também em função da porcentagem de nanotubos de carbono inseridos na matriz de alumínio a ser laminada. Esta abordagem foi estudada por Morovvati *et al.* (2018), que analisaram a variação do limite de resistência à tração em função da concentração de NTCs dispersos na matriz de alumínio.

Inicialmente, placas de alumínio 1200 foram conformadas por ARB até 7 ciclos. Os resultados, ilustrados na Figura 29a, indicam que, o efeito da interação de nanotubos de carbono com alumínio 1200 recozido, processados por ARB, causou um aumento do limite de resistência à tração de até 2,7 vezes após o sétimo ciclo, em comparação com o valor de inicial de alumínio 1200 recozido.

Com relação à porcentagem de nanotubos de carbono dispersos, foi verificado que a utilização de 0,5% em massa de nanotubos de carbono produz um aumento de 8% no limite de resistência à tração do compósito em relação ao valor inicial obtido para o alumínio 1200 recozido. Foi observado um aumento no limite de resistência até a adição de 0,15% em massa (Figura 29b) de nanotubos de carbono disperso na matriz, que produziu um aumento no limite de resistência à tração do compósito de 10% em relação ao valor inicial de alumínio recozido, regredindo o valor após o aumento desta concentração, o que estaria relacionado à aglomeração de NTCs acima da quantidade mencionada.

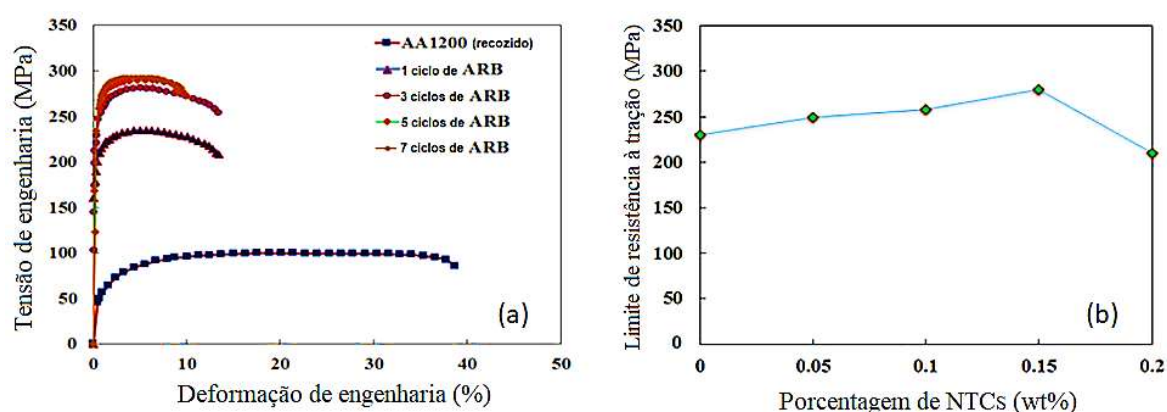


Figura 29. Curvas de Tensão de escoamento x deformação (a) e variação do limite de resistência à tração (b) em função dos ciclos de laminação.

Fonte: MOROVVATI *et al.*, 2018 (adaptado).

WANG *et al.* (2021) analisaram a evolução da microestrutura e propriedades mecânicas em compósitos de Alumínio 1060 com espessura inicial de 0,6 mm e NTCs com diâmetros de 10-30 nm e comprimentos de 10-20 μm , fabricados por ARB. Os autores imergiram as lâminas de alumínio em suspensão de NTCs em soluções de etanol com dispersantes, e o ARB foi realizado com as chapas preparadas e aquecidas a 400°C, com até 12 ciclos de ARB.

Foram empregadas concentrações de 0, 0,5 e 1,0 vol% de NTCs. A Figura 30a fornece resultados para a variação das propriedades mecânicas sob tração (limite de escoamento, limite de resistência e alongamento percentual até a fratura) dos compósitos obtidos, para os seguintes conteúdos de NTCs: 0, 0,5 vol% e 1,0 vol%. A figura indica que a adição de 1,0 vol% de NTCs causou um aumento no limite de resistência do material de ≈ 118 MPa (sem adição de NTCs) até ≈ 145 MPa (aumento de ≈ 27 MPa). Houve uma queda no alongamento percentual, de $\approx 30\%$ para $\approx 17,5\%$. Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura indicaram um ótimo caldeamento das lâminas de alumínio; foram observados, através de microscopia eletrônica de transmissão (MET), grupos de NTCs junto aos contornos de grão da matriz.

Além disso, imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura da superfície de fratura dos compósitos após ensaio de tração indicaram que os *dimples* provenientes da fratura das chapas laminadas de alumínio puro são extensos e profundos (Figura 30b). O alongamento percentual após a fratura diminui até certo ponto com a fração de volume aumentada de NTCs (Figura 30c), indicando menor ocorrência de *dimples*.

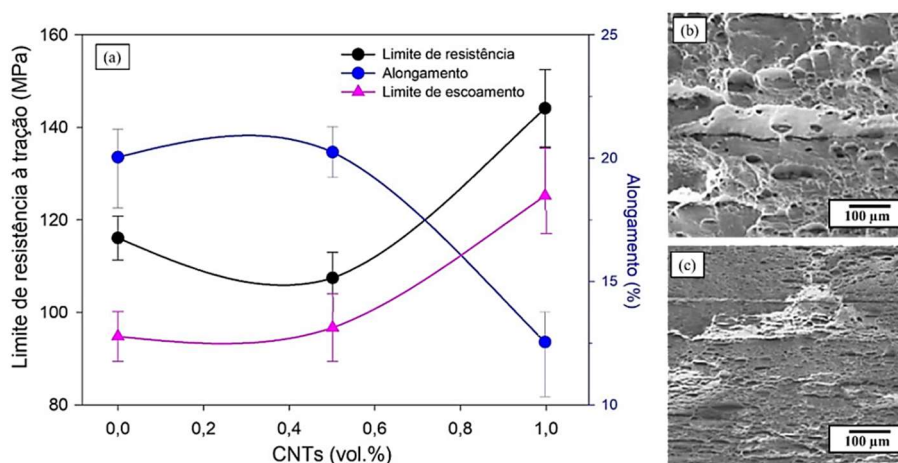


Figura 30. Variação do (a) limite de resistência, limite de escoamento e alongamento percentual dos compósitos obtidos, para concentrações de 0, 0,5 e 1% vol.% de NTCs e imagens feitas por Microscopia Eletrônica de Varredura do (b) alumínio recozido e (c) 1% vol.% de Al+ NTCs.

Fonte: WANG *et al.*, 2021 (adaptado).

Eventualmente, a utilização de variações da utilização de materiais nano particulados tem aberto novas abordagens, com o objetivo de resolver problemas inerentes à utilização desses materiais na fabricação de compósitos por ARB. Neste contexto, Sasani *et al.* (2022) realizaram estudos sobre a influência da quantidade de NTCs nas propriedades mecânicas de um compósito de AlMg6/NTC+Al (pó) (Figura 31a). Os resultados indicaram que a adição de até 2 vol. % de NTCs com pó de alumínio para suprimir aglomerações melhorou a resistência à tração do ARB após quatro passes de ARB, o que refletiu no aumento da tensão de escoamento (Figura 31b), em comparação com o compósito de AlMg6/NTC e o compósito de AlMg6.

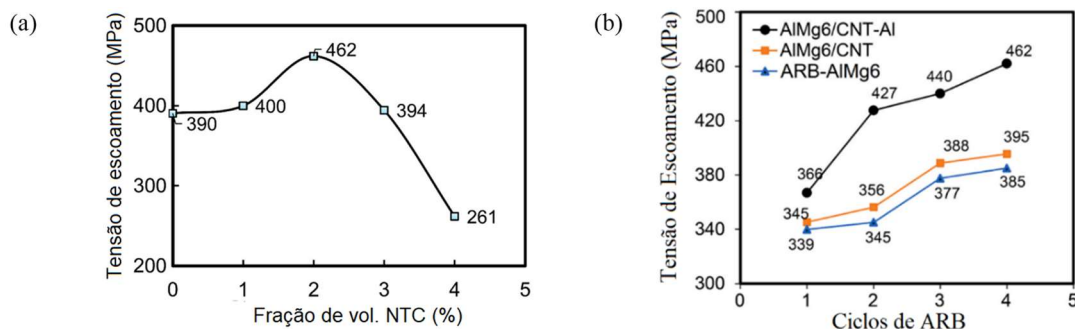


Figura 31. Variação da (a) tensão de escoamento do compósito AlMg6/NTC - Al em função da porcentagem (%vol.) de NTCs e (b) em comparação com compósitos AlMg6/CNT, em função dos ciclos de laminação por ARB.

Fonte: SASANI *et al.*, 2022 (adaptado).

A Figura 32 ilustra a distribuição dos NTCs com o pó de alumínio, indicando que a distribuição permanece estável para 1 vol%, e 2 vol%, (Figura 32a, b). A partir de 3 vol % (Figura 32c), os NTCs apresentam-se em aglomerados. Com relação à microestrutura observada, concluiu-se que as células de deslocações que se formam nos estágios iniciais da deformação plástica provocada pelo ARB transformam-se gradualmente na estrutura final de grãos finos, através da diminuição contínua no tamanho médio do grão acompanhada de aumento na desorientação entre células vizinhas, indicando uma relação inversa entre a densidade total de discordâncias e o tamanho de grão.

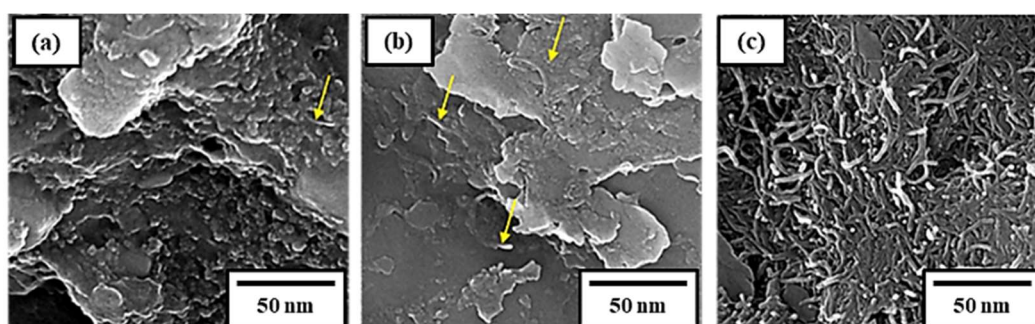


Figura 32. Imagens por microscopia de varredura de alta intensidade, mostrando a mistura de NTC e pó de alumínio: (a) 1 vol%, (b) 2 vol%, (c) 3 vol% de NTCs. As setas amarelas mostram NTCs na matriz.

Fonte: SASANI *et al.*, 2022 (adaptado).

Pesquisas estão em andamento para compreender melhor os mecanismos subjacentes à perda de alongamento percentual no processo ARB e desenvolver estratégias para minimizar seus efeitos (NASERI *et al.*, 2016, FARID *et al.*, 2023).

Uma abordagem utilizada para resolver este obstáculo foi utilizada por Zhang *et al.* (2023), que consistiu na produção de um compósito constituído por Al 1060/Al(pó)-Al₂O₃, usando aspersão a frio, recozimento e 6 ciclos de ARB. O estudo comparou o efeito de pós de alumínio com diâmetros diferentes, Al-1 e Al-2 (µm), e concentrações diferentes de Al₂O₃ na fabricação dos compósitos e o efeito na microestrutura e nas propriedades mecânicas, como ilustrado através da Figura 33.

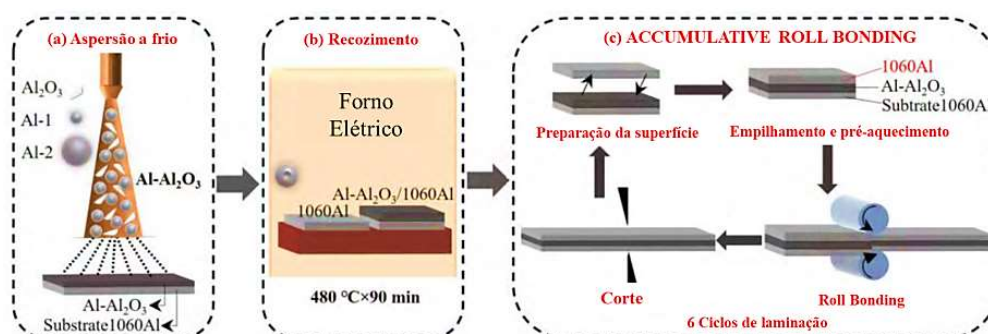


Figura 33. Imagem ilustrativa do processo de fabricação dos compósitos de Al 1060/Al (pó)-Al₂O₃: (a) aspersão a frio; (b) recozimento; (c) ARB.

Fonte: ZHANG *et al.*, 2023 (adaptado).

Os resultados mostraram que, em comparação com o compósito #1 com um maior teor de partículas de Al_2O_3 (20,1% em volume), o compósito #2 com um teor mais baixo de partículas de Al_2O_3 (8,4% em volume), após 6 ciclos de ARB, o limite de resistência à tração e o alongamento percentual foi de 345 MPa e 16,1%, e 293 MPa, 22,2%, respectivamente. Isso sugere que as propriedades mecânicas da camada depositada de $\text{Al}(\text{pó})\text{-Al}_2\text{O}_3$ têm um impacto significativo nas propriedades mecânicas dos compósitos (Figura 34).

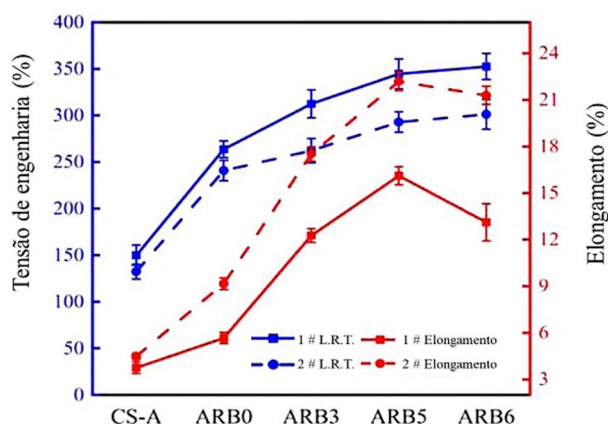


Figura 34. Valores do limite de resistência à tração e o alongamento percentual dos compósitos em diferentes estágios de laminação por ARB.

Fonte: ZHANG *et al.*, 2023 (adaptado).

A variação observada no limite de resistência à tração e do alongamento percentual dos compósitos mostrou que ambos parâmetros aumentaram com o acréscimo dos ciclos de laminação. Com o aumento da deformação acumulada nos passes de laminação, a ligação da interface entre as chapas componentes dos compósitos e as partículas depositadas foram aprimoradas, reduzindo a propagação das fissuras.

Foi observado também que a microestrutura final do compósito foi refinada de maneira uniforme. Como resultado, a resistência e o alongamento dos compósitos foram melhorados sinergicamente. Isso sugere que as propriedades mecânicas da camada depositada de Al_2O_3 têm um impacto significativo nas propriedades mecânicas dos compósitos. Com o aumento dos passes de ARB, o modo de fratura dos mudou de fratura frágil para fratura dúctil, caracterizada por cavidades equiaxiais e de cisalhamento.

3.3.6 Defeitos durante o processamento por ARB

Apesar das pesquisas sobre ARB terem avançado nos últimos anos, defeitos inerentes ao processo são comumente reportados nos estudos sobre o assunto, não somente na fase de preparação dos compósitos, como em função do processamento dos metais (SAITO *et al.*, 1999; JAMAATI *et al.*, 2014; TSUJI, 2017; MCBRIDE *et al.*, 2020).

Dentre os principais defeitos relatados pode-se destacar: fratura longitudinal e laterais nas chapas e falta de adesão entre as camadas e delaminação. Esses defeitos afetam a resistência do composto fazendo com que ela diminua com o aumento do número de ciclos. A formação de fraturas laterais e longitudinais, que se iniciam nas bordas do material e se propagam ao longo do comprimento da chapa, são causados pelas altas reduções impostas ao metal. No entanto, fraturas laterais também podem surgir durante o processo de laminação e estender-se ao longo da amostra. Exemplos de fraturas laterais e longitudinais em chapas de alumínio, após alguns ciclos de ARB, são ilustrados na Figura 35.



Figura 35. Imagem ilustrativa de fraturas laterais e longitudinais em chapas de alumínio após diversos ciclos de (a) ARB e (b) CARB.

Fonte: Autor.

A deformação lateral que ocasiona a fratura nas bordas resulta da distribuição da deformação da chapa ao longo dessa região, devido a atuação de tensões triaxiais nas bordas e tensão plana na linha central da chapa, que leva a tensões de tração na região longitudinal, fazendo com que, caso as tensões de tração se tornem grandes (SCHEY, 1980) a fratura se propague nesta região (GHALEHBANDI *et al.*, 2109).

Nasresfahani *et al.* (2019), utilizando a técnica de ARB na fabricação de compósitos Al/MWCNT–Al₂O₃, relataram problemas de fraturas laterais e longitudinais durante o processo (Figura 36a). Após dez ciclos de ARB, as bordas das folhas foram rompidas por propagação de trincas e o surgimento de *dimples* (Figura 36b).

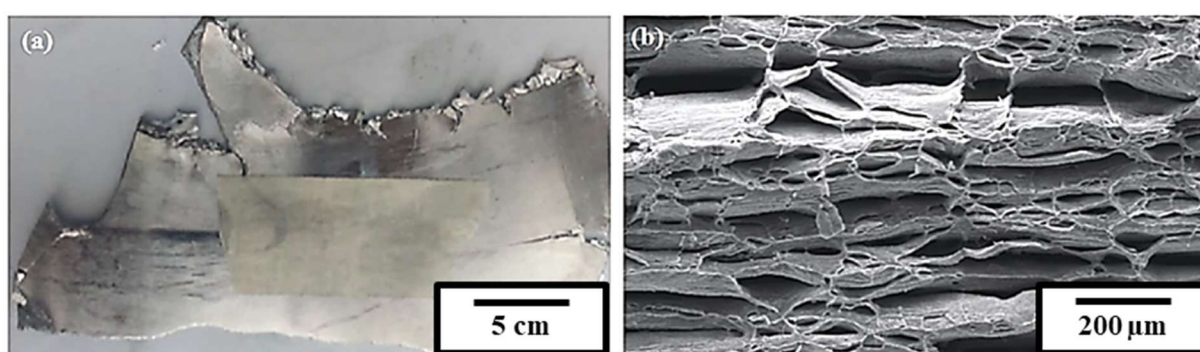


Figura 36. Defeitos encontrados utilizando a técnica de (a) ARB e (b) observação por Microscopia Eletrônica de Varredura.

Fonte: NASRESFAHANI *et al.*, 2109 (adaptado).

A delaminação é outro defeito ocasionalmente encontrado em processos ARB e é causado pela falta de adesão entre as chapas laminadas, que interfere na resistência da ligação entre as camadas. Nos primeiros ciclos de laminação a força de ligação, em alguns casos, não é suficiente para romper a camada de óxido em toda a extensão da superfície do metal e promover a adesão uniforme na região. Estas características geram concentração de tensões na chapa sob tração, afetando a resistência mecânica (BAY *et al.*, 1985).

Mosafajahanabad *et al.* (2021) observaram na análise do comportamento das curvas tensão deformação de engenharia de compósitos de Zn/Al laminados com 9 ciclos de ARB que a resistência mecânica dos compósitos aumenta inicialmente e depois diminui com a progressão do processo de ARB (Figura 37a, b). Isto estaria relacionado a heterogeneidade de deformação durante o processo, resultantes da variação das tensões atuantes durante o processamento do compósito.

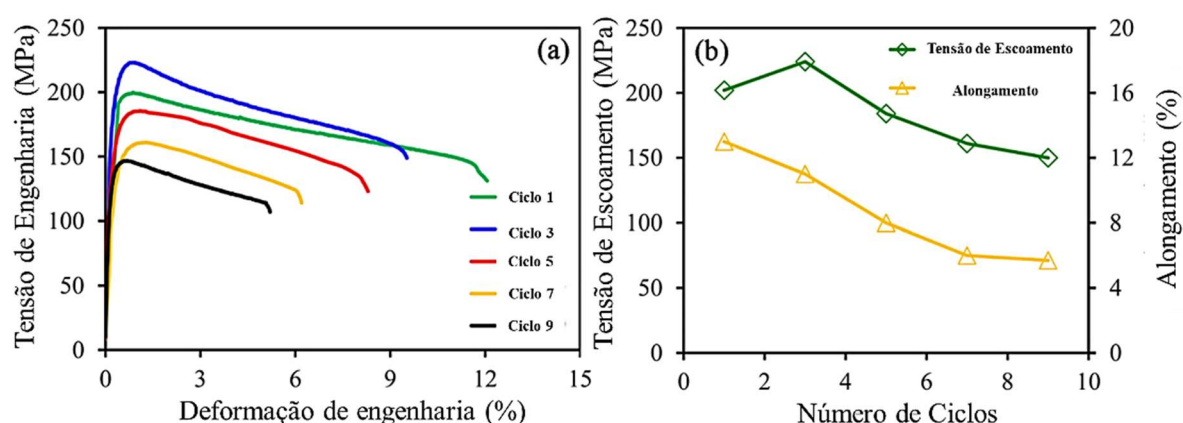


Figura 37. (a) Curvas tensão deformação de engenharia de compósitos de Zn/Al laminados por ARB e (b) variação da tensão e do alongamento percentual em função dos 9 ciclos de laminação.

Fonte: MOSAJAHANABAD *et al.*, 2021 (adaptado).

Conforme pôde ser observado, a resistência dos compósitos aumenta inicialmente e depois diminui com a progressão do processo de ARB. Além disso, o alongamento percentual diminui com o aumento do número de ciclos de ARB. Instabilidades plásticas são apontadas por essa tendência, como bandas de cisalhamento, fratura decorrente de delaminação interna do compósito e diferença nas propriedades mecânicas dos constituintes do compósito.

Biradar *et al.* (2023) observaram o impacto da adição de reforço de grafite durante a produção de compósitos de alumínio/grafite utilizando processamento por ARB. As curvas de tensão-deformação de engenharia de compósitos recozidos de Al 6061 após (Figura 38a) 6 ciclos de ARB e (Figura 38b) 6 ciclos de laminação ARB de compósitos Al-1100/1,25 em peso% de grafite por ciclo são mostradas abaixo.

A caracterização revelou que, com o aumento dos passes ARB, a adesão entre as interfaces é significativamente melhorada. Imagens obtidas por microscopia eletrônica por varredura dos compósitos de grafite Al-1100/1,25% em peso (Figura 38c) mostrou um alongamento das partículas de grafite na matriz de alumínio (Figura 38d) e regiões de decoesão entre o grafite e a matriz de alumínio (Figura 38e).

No entanto, no presente estudo, a menor resistência ao cisalhamento intercamadas de grafite permitiu que a camada de grafite deslizasse facilmente, ou seja, quaisquer discordâncias que se movessem na matriz durante a deformação podem ser aniquiladas ao atingir as partículas de grafite; uma vez que a tensão de cisalhamento é responsável pela deformação das partículas ao longo do caminho de laminação da matriz, o deslizamento das camadas de grafite dificultou a adesão entre chapas e reduziu as propriedades mecânicas do compósito final.

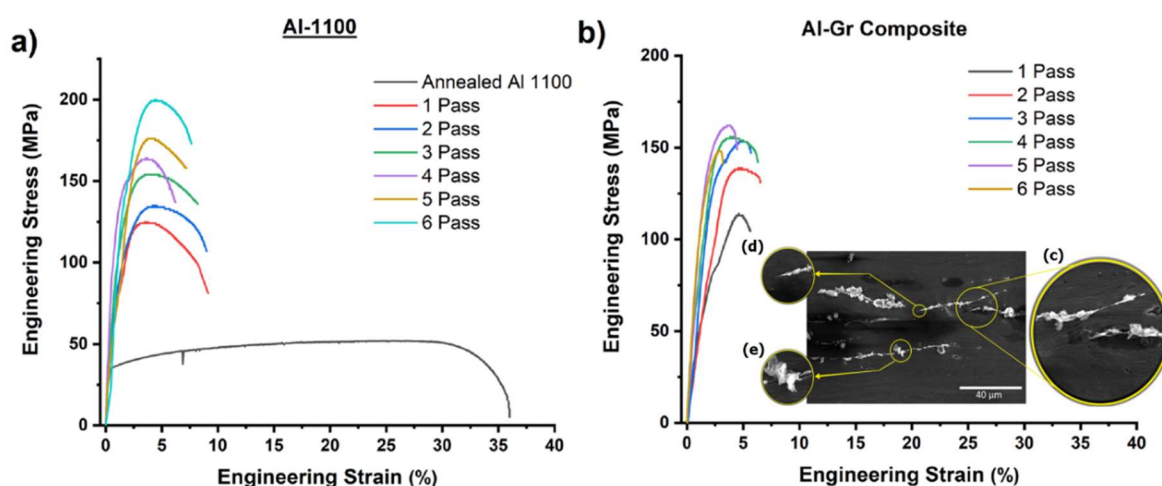


Figura 38. Curvas tensão-deformação de engenharia de compósitos de Al-1100 com (a) 6 ciclos de laminação por ARB e chapa de Al 6061 recozida e (b) 6 ciclos de laminação por ARB de compósitos de Al-1100/1,25 wt % de grafite por ciclo e imagem por Microscopia Eletrônica de Varredura ilustrando (c) afinamento do grafite na matriz de alumínio, (d) regiões com concentrações de tensão, e (e) decoesão da matriz de Al 1100.

Fonte: BIRADAR *et al.*, 2023 (adaptado).

Com relação às propriedades mecânicas, não foi observado uma correlação destas com do número de ciclos de laminação em estudos realizados por Habba *et al.* (2023) em análises da correlação entre alterações microestruturais e mecânicas em compósitos de matriz Al-Ni/SiC, processados por ARB, com três diferentes concentrações de SiC, 1%, 3% e 5%, utilizados para reforçar a matriz Al-Ni.

A adição de 5% de SiC provocou fraturas ao longo do compósito a partir do quarto ciclo de ARB, indicando uma excesso do percentual de SiC na matriz, devido à falta de distribuição na matriz e formação de clusters, o que pode promover a nucleação de concentradores de tensões que podem propagar trincas e decoesão no compósito produzido.

A delaminação também pode afetar a resposta do material a ensaios de resistência, como indicado por JAMAATI *et al.* (2014), em estudos sobre a resistência ao desgaste entre compósitos produzidos com alumínio comercialmente puro e partículas de Al_2O_3 ($<50\ \mu\text{m}$) processados por ARB;

Durante os testes, foi constatado que, apesar da detecção de mecanismos de desgaste adesivo e abrasivo, os mecanismos de delaminação foram dominantes à medida que os ciclos se sucedem e responsáveis predominantes pela fratura do compósito, devido principalmente à indução de tensões residuais nas chapas, que tenderam a aumentar a probabilidade de delaminação. Além disso, o desgaste das superfícies das chapas durante os ensaios gerou microfissuras, que se propagaram com o aumento dos ciclos e levaram à delaminação.

3.4 Cross Accumulative Roll Bonding (CARB)

3.4.1. Parâmetros operacionais

Processos derivados do ARB surgiram a partir pesquisas envolvendo variações de alguns parâmetros de operação do processo original. Buscava-se, assim, a otimização das características mecânicas e metalúrgicas do material processado. Neste contexto, uma alternativa proposta ao processo ARB foi a laminação dos compósitos girando as amostras 90° em torno do eixo após cada ciclo de laminação, técnica denominada de *cross accumulative roll bonding* (CARB) (KANEKO *et al.*, 2003). A Figura 39 ilustra uma imagem esquemática do processo de *cross accumulative roll bonding* (CARB).

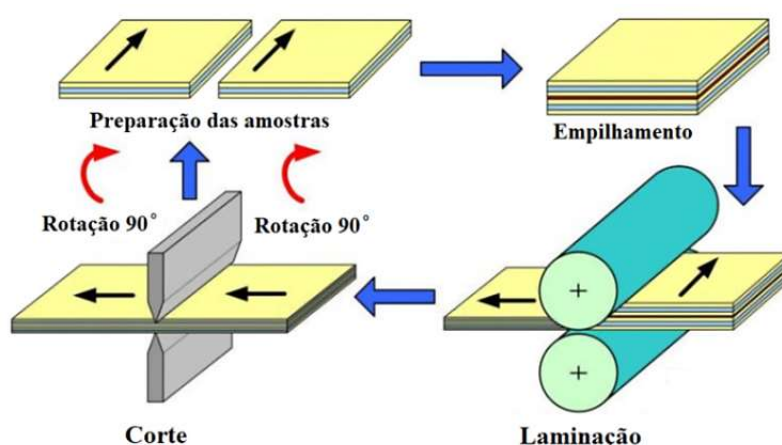


Figura 39. Imagem esquemática do processo de *cross accumulative roll bonding* (CARB).
Fonte: KANEKO *et al.*, 2003 (adaptado).

A utilização do processamento por *cross accumulative roll bonding* (CARB) juntamente com material particulado foi realizado por Ardakani *et al.* (2014), em compósitos de alumínio reforçados com Al_2O_3 , cujos resultados mostraram que a microestrutura do nanocompósito, após oito ciclos de CARB, apresentou excelente distribuição das nanopartículas de alumina na matriz de alumínio; os resultados experimentais indicaram que a resistência à tração final e o alongamento percentual do nanocompósito aumentaram à medida que o número de ciclos CARB aumentou, atingindo um valor final de 344MPa para o limite de resistência à tração e um alongamento percentual de 6,4%, valores 3,13 e 3,05 vezes maiores, respectivamente, do que aqueles encontrados após o primeiro ciclo.

Tais resultados foram semelhantes aos obtidos por Alizadeh *et al.* (2015), que analisaram comparativamente compósitos de alumínio reforçados com Al_2O_3 processados por ARB e CARB. Após 8 ciclos de processamento, os compósitos obtidos por ambos processos apresentaram aumento tanto da tensão de escoamento quanto do limite de resistência à tração e do alongamento (Figura 40b). No entanto, os processados por CARB apresentam valores superiores aos alcançados pelos processados por ARB (Figura 40a).

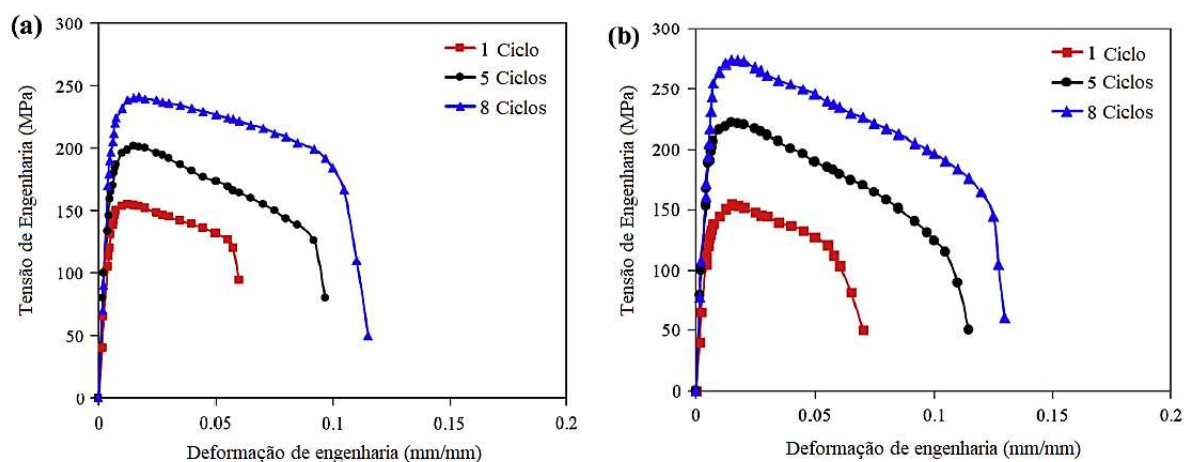


Figura 40. Curvas tensão x deformação de alumínio AA1050 recozido e processado por (a) ARB e (b) CARB. Fonte: ALIZADEH *et al.*, 2015 (adaptado).

Naseri *et al.* (2016) realizaram estudos acerca da influência do processamento por ARB e CARB nas propriedades mecânicas de chapas de alumínio AA1050. Após o primeiro ciclo de laminação, para ambos os processos, foi constatado um aumento acentuado do limite de resistência à tração, de 78 MPa (alumínio recozido) para 140 MPa. A partir do segundo ciclo, o limite de resistência à tração continuou aumentando continuamente até o oitavo ciclo, onde alcançou cerca de 180 MPa, para ARB, e 230 MPa, para CARB (Figura 41).

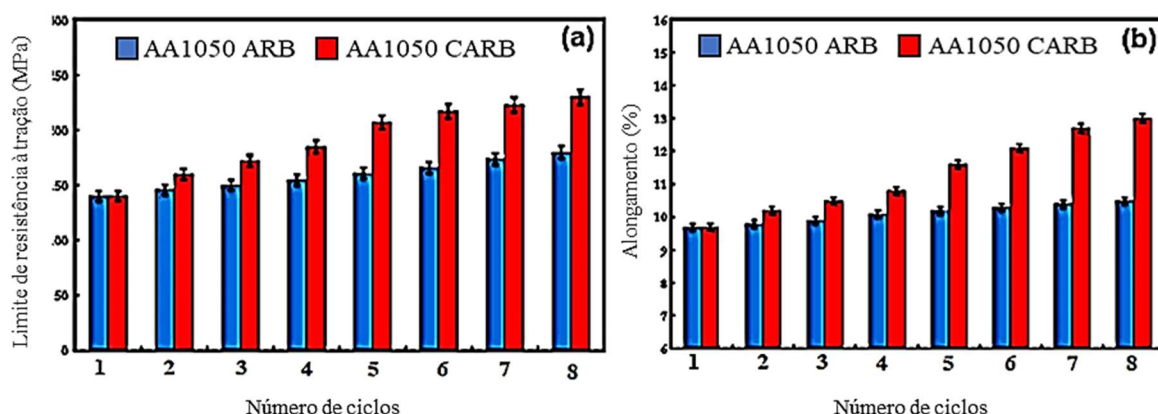


Figura 41. Comparação dos valores de limite de resistência à tração (a), alongamento percentual (b) de alumínio AA1050 recozido e processado por ARB e CARB.

Fonte: NASERI *et al.*, 2016 (adaptado).

Com relação ao alongamento percentual, depois de oito ciclos, o alongamento melhorou de 9,7% (após o primeiro ciclo) para 10,5% quando o material é processado por ARB. Com relação ao processamento por CARB, depois de oito ciclos, o alongamento atingiu 13,1%, registrando uma melhoria de 35%, em relação à amostra em estado recozido. (Figura 42).

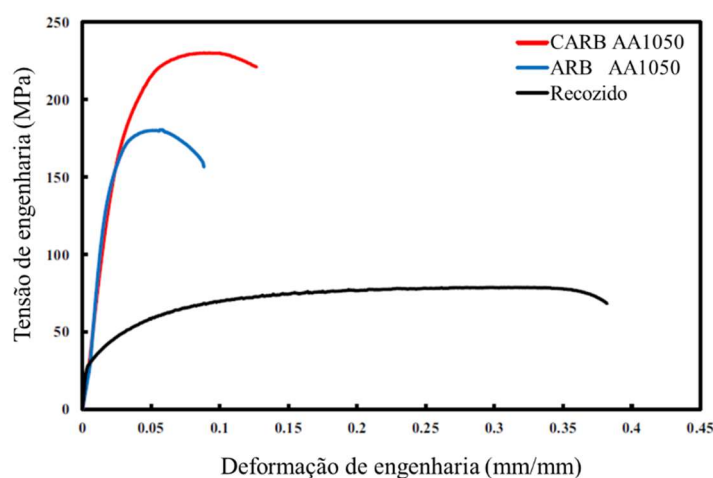


Figura 42. Curva tensão x deformação de alumínio AA1050 recozido e processado por ARB e CARB.

Fonte: NASERI *et al.*, 2016 (adaptado).

Estudos relativos ao processamento de compósitos híbridos utilizando CARB também têm sido realizados, aproveitando a alta capacidade de refino microestrutural e o aumento das propriedades mecânicas característica de processos CARB em relação ao ARB (ALIZADEH *et al.* 2014). Essa abordagem foi pesquisada por Naseri *et al.* (2015), através de produção de compósitos de alumínio AA1050 com reforço de B₄C e SiC, processados tanto por ARB quanto por CARB.

Com relação ao uso do reforço de B₄C e SiC, a tensão de escoamento atingiu o valor de 240 MPa para o processo ARB e 280 MPa para o processo CARB (Figura 43a). Os limites de resistência à tração dos compósitos obtidos por ARB e CARB tiveram um aumento de 85 MPa (alumínio recozido) para 205 MPa para o processo ARB e 230 MPa para CARB, após os quatro ciclos, registrando 141% de aumento para ARB e 170% para CARB (Figura 43b). Esses resultados são consistentes com outros estudos entre ARB e CARB (JAMAATI *et al.*, 2010).

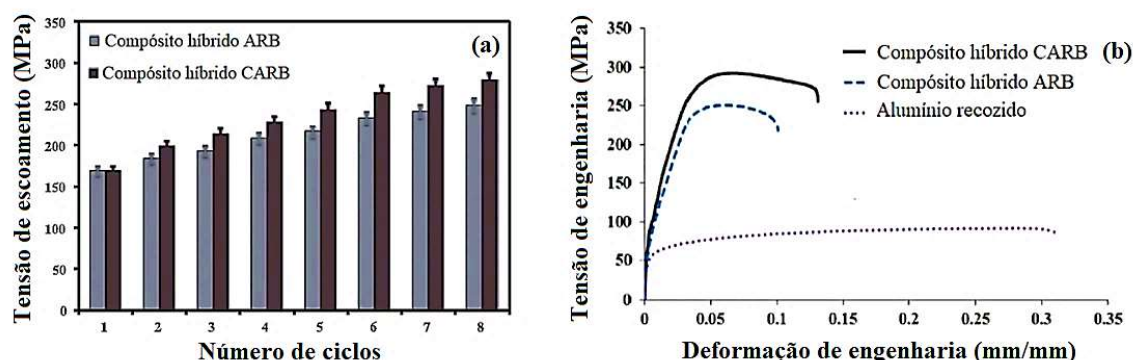


Figura 43. Comparação dos valores da(b) tensão de escoamento e da (a) curva tensão x deformação de alumínio AA1050 recozido e de compósitos de alumínio AA1050 com reforço de B₄C e SiC, processados por ARB e CARB.

Fonte: NASERI *et al.*, 2015 (adaptado).

3.4.2. Efeito da mudança do caminho de deformação

Um dos aspectos da utilização do processamento por CARB em relação ao ARB diz respeito ao estudo da mudança da direção ou caminho de deformação durante o processamento. Ao investigar as diferenças entre a laminação CARB e o ARB, pode-se compreender como a mudança na rota de deformação afeta a formação das texturas cristalográfica e influência nas propriedades mecânicas dos compósitos, como o limite de resistência à tração e o alongamento percentual (REED-HILL, 1982).

Também se observa o aumento da dureza (NAJAFZADEH *et al.*, 2015), uma vez que a mudança do caminho de deformação em processos CARB leva à desestabilização da subestrutura de discordâncias formada durante a laminação e aumento da densidade de discordâncias. No caso de ligas de alumínio processadas por CARB, observa-se o desenvolvimento de uma textura cristalográfica específica, que contribui para a anisotropia nas propriedades mecânicas das amostras laminadas (NAYAN *et al.*, 2019).

Naseri *et al.* (2016) realizaram estudos do efeito do caminho de deformações e das estruturas de discordâncias em amostras de AA1050 laminadas por ARB e CARB. Foi constatado que a mudança do caminho de deformações causado pelo processo CARB impacta na orientação e na redução do tamanho de grãos.

Amostras processadas por ARB e CARB apresentaram variações significativas na orientação dos grãos, fazendo com que os grãos maiores do alumínio recozido fossem divididos em grãos finos e subgrãos, indicando alta deformação por cisalhamento, responsável pelo refino de grãos mais eficiente em comparação com o ARB. Além disso, o tamanho médio dos grãos passou de 30 μm para as amostras de alumínio recozidas para cerca de 380 nm para as amostras processadas por ARB e 155 nm para as amostras processadas por CARB.

Wu *et al.* (2019) em processamento por CARB de uma liga de alumínio/ magnésio/lítio mostraram que o mecanismo de deformação predominante é o deslizamento no plano basal, prismático e piramidal provocado pelo magnésio. O refino de grãos obtido está relacionado com as características da recristalização dinâmica contínua e rotacional e principalmente deformação por cisalhamento. Além disso, foi observado que a microestrutura das chapas nos estágios iniciais revelou a presença de maclas, que foram substituídas por grãos dinamicamente recristalizados, o que indica recristalização dinâmica induzida por maclação.

As propriedades em diferentes direções do plano de laminação de chapas processadas por ARB e CARB também apresentam comportamento distinto, conforme estudo realizado por DEGHAN *et al.* (2020), utilizando chapas de alumínio AA1050 processadas por ARB e CARB com pré-aquecimento de 200 °C por 5 minutos, e laminadas por até 14 ciclos. Na pesquisa, as propriedades de tração em várias direções do plano de laminação das amostras (longitudinal (RL), transversal (TL) e diagonal ($\pm 45^\circ$ em relação a RL)) foi analisada.

Os resultados indicaram que a resistência mecânica da amostra processada pelo CARB, no sentido transversal, é ligeiramente superior àquela processada pelo ARB, devido à tendência de ativação de sistemas de deslizamento causados pela alteração do caminho de deformação (Figura 44). Além disso, o alongamento das amostras CARB foi maior em comparação com as chapas processadas por ARB, denotando a influência do menor tamanho médio de grão e maior razão de aspecto do tamanho de grão em comparação com o ARB.

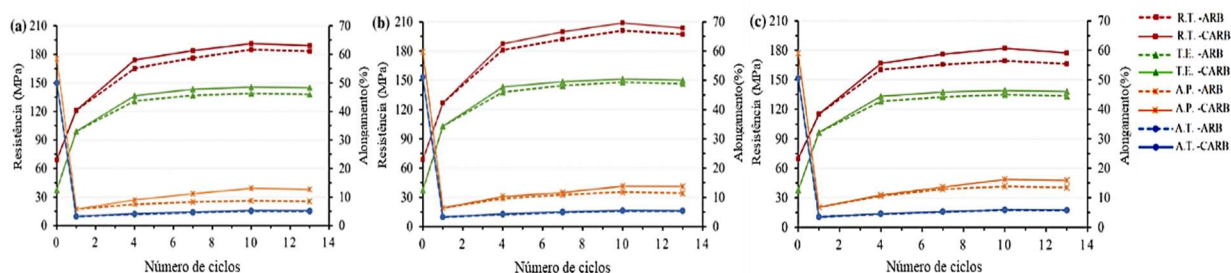


Figura 44. Comparação do limite de resistência à tração (R.T.), tensão de escoamento (T.E.), alongamento total (A.T.) e alongamento uniforme (A.P.) entre compósito processados por ARB e CARB nas direções (a) radial laminação (RL), (b) transversal (TL) e (c) diagonal (DL), após quatorze ciclos dos processos.

Fonte: DEGHAN *et al.*, 2020 (adaptado).

O efeito do tipo de processamento na microestrutura, responsável pela alteração nas propriedades mecânicas de chapas de Al 6061 processadas por ARB e CARB foi estudado por Ou *et al.* (2023). A Figura 45 mostra as curvas tensão-deformação de tração das amostras de placas de Al 6061 processadas por ARB e CARB. O limite de resistência à tração das amostras processadas por ARB com 7 ciclos foi de 412 MPa e o alongamento foi de 9,9 % e das amostras processadas por CARB com 7 ciclos foi de 458 MPa e o alongamento foi de aproximadamente 12 %.

Comparado com os valores de limite de resistência e alongamento de amostras da liga de Al 6061 recozido (234 MPa, 15,7 %, respectivamente), os compósitos de Al 6061 processados por ARB ou CARB tiveram as propriedades mecânicas das significativamente melhoradas, mas o alongamento foi reduzido.

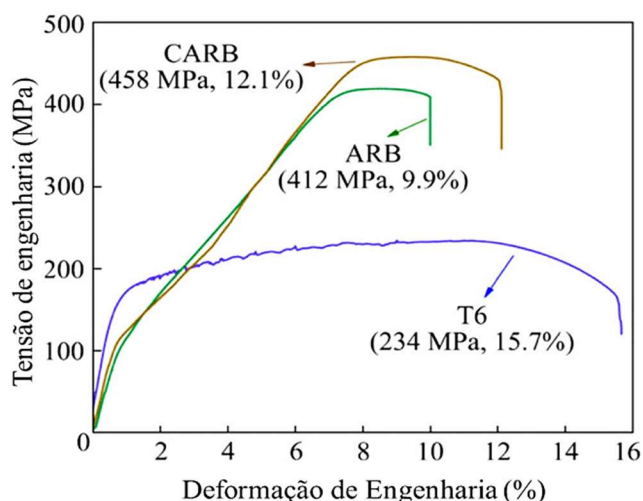


Figura 45. Curvas tensão-deformação de engenharia de compósitos de Al 6061 com 7 ciclos de laminação por ARB, 7 ciclos de laminação por CARB e chapa de Al 6061 recozida.

Fonte: Ou *et al.*, 2023 (adaptado).

De acordo com Sarvi *et al.*, (2022), uma vez que, durante o processamento CARB o compósito é frequentemente girado em 90° em torno da direção de laminação, essas mudanças no caminho de deformação contribuem para um maior refino dos grãos, permitindo alcançar maior ductilidade, pois os contornos de grãos de alto ângulo (HAGBs) assim obtidos proporcionam uma ductilidade aprimorada, porque fornecem obstáculos ao movimento de discordâncias, requerendo energia adicional para deformação, que torna mais difícil que estas se movam, o que melhora a ductilidade do material. Além disso, a laminação CARB proporciona uma textura mais fraca, proporcionando a melhoria da ductilidade do material, pois o escorregamento entre planos cristalográficos é ativado (NASERI *et al.*, 2016).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

O material analisado foi a liga Al 1200 H14 recozida. Estudos preliminares foram realizados para avaliação de algumas das variáveis que influenciam no processamento por ARB e CARB. Também se analisou o processo de adesão das chapas processadas por ARB, experimentalmente e por simulação.

De posse dos dados obtidos, foram produzidos compósitos de Al 1200 H14 por ARB e CARB, com e sem nanotubos de carbono (NTCs), utilizando diversos passes de laminação. Os compósitos produzidos foram submetidos a ensaios de tração. O fluxograma da Figura 46 ilustra as etapas do trabalho.

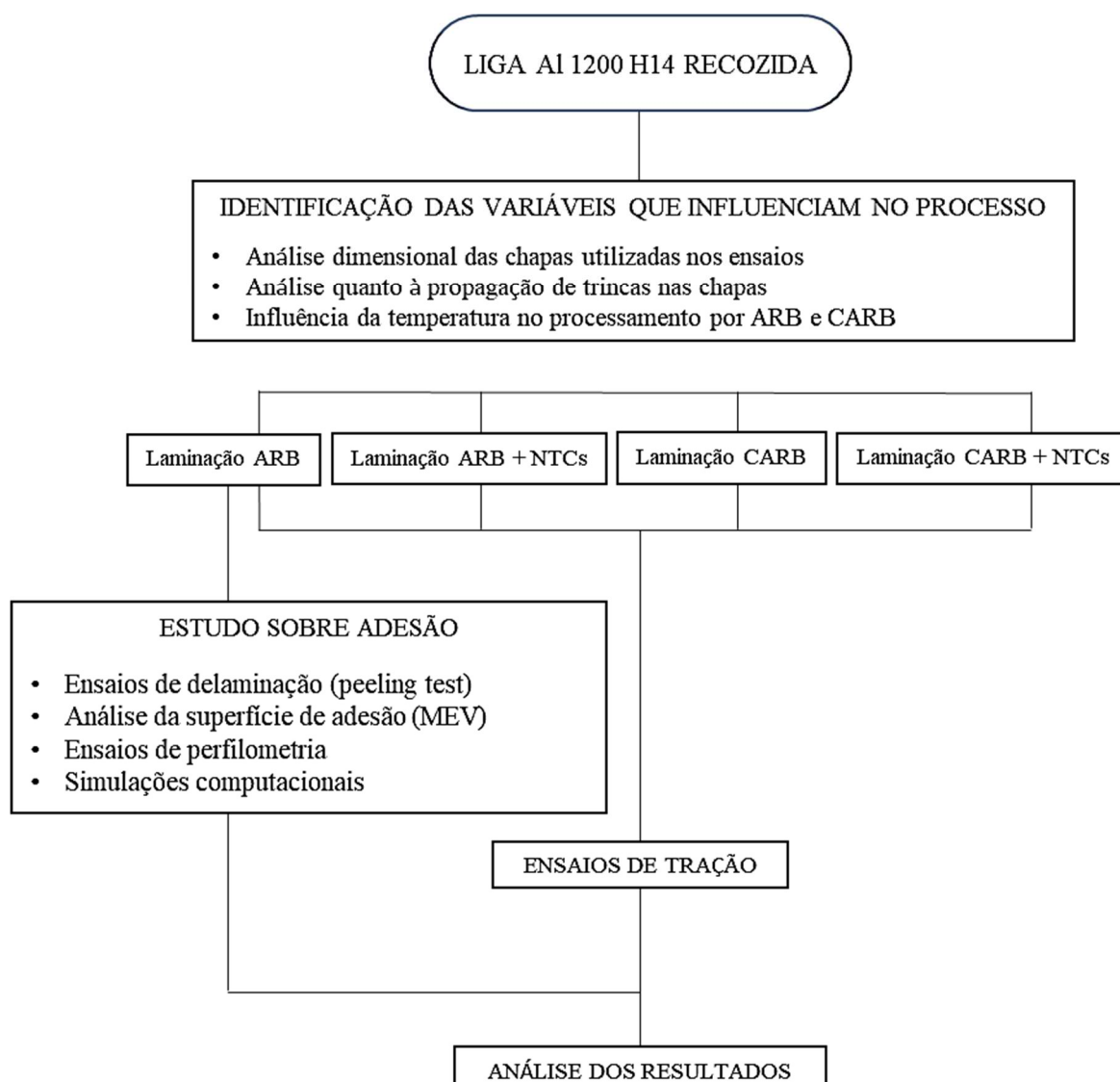


Figura 46. Fluxograma esquemático das etapas do trabalho.

4.1 Materiais

O material utilizado neste estudo foi a liga de alumínio Al 1200 H14, na forma de chapas de espessura de 1mm. A composição química (% em massa) apresentada na Tabela 8, conforme análise química emitida pelo fornecedor, está em conformidade com a norma ASTM B 209M: 2014.

Tabela 8. Composição química (% em massa) da liga Al 1200 H14.

Elemento	Al	Si+Fe	Ti	Mg	Ga	V	Ti	Cd	Outros
% em peso	99,40	0,55	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,00	0,03

Fonte: Companhia Brasileira de Alumínio.

As chapas de Al 1200 H14 disponíveis no mercado, comumente, apresentam-se encruadas devido o processo de fabricação. Assim, com o intuito de remover os efeitos de quaisquer processamentos anteriores, foi realizado o tratamento térmico de recozimento das chapas à temperatura de 400 °C, por uma hora (ASM HANDBOOK VOL 4, 1991), em um forno modelo INTI, com sistema de controle *Flycon*.

Como material de reforço nos compósitos utilizou-se nanotubos de carbono de paredes múltiplas (NTCs) funcionalizados, produzidos pelo método de deposição química da fase vapor (método CVD). As principais características desse material são descritas na Tabela 9, segundo dados do Centro de Tecnologia em Nanomateriais e Grafeno da UFMG (CTNano), fabricante dos nanotubos de carbono.

Tabela 9. Propriedades dos nanotubos de carbono de paredes múltiplas.

Propriedades	Valor	Método de medição
Pureza	>90 %	Análise termogravimétrica (TGA)
Distribuição de diâmetro	8 - 45 nm	Microscopia eletrônica de transmissão (MET)
Diâmetro Médio	20 nm	Microscopia eletrônica de transmissão (MET)
Distribuição de comprimento	0,5 - 15 µm	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)
Grau de funcionalização:	~ 9% em massa	Análise termogravimétrica (TGA)
Área superficial específica	100 m ² /g	Adsorção de nitrogênio (BET)
Contaminantes	~2% (Fe, Co, Al)	Microscopia espectroscópica de energia (EDS)

Fonte: Centro de Tecnologia em Nanomateriais e Grafeno da UFMG (CTNano).

As imagens da Figura 47 ilustram a microestrutura dos nanotubos de carbono de paredes múltiplas, obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura (Figura 47a) e microscopia eletrônica de transmissão (MET) (Figura 47b).

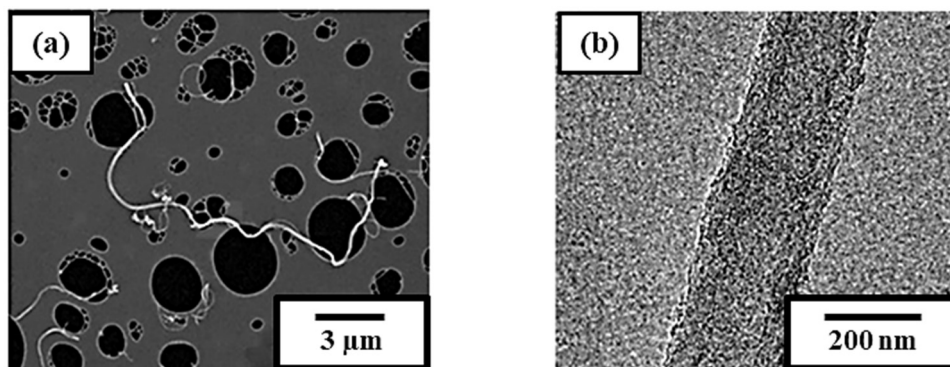


Figura 47. Imagens ilustrativas de nanotubos de carbono, imagens obtidas por (a) Microscopia Eletrônica de Varredura e (b) microscopia eletrônica de transmissão (MET).

Fonte: Centro de Tecnologia em Nanomateriais e Grafeno da UFMG (CTNano).

4.2 Métodos

Estudos preliminares realizados com as chapas recozidas permitiram estabelecer as melhores condições para as laminações por ARB e CARB, com e sem inserção de nanotubos de carbono. Em seguida, estudou-se a adesão das chapas processadas, tomando-se como referência os compósitos produzidos por ARB sem NTCs. Utilizou-se para esse fim ensaios de delaminação, perfilometria, Microscopia Eletrônica de Varredura e simulações computacionais. De posse dos dados desse estudo, foram produzidos compósitos de Al 1200 H14 por ARB e CARB, com e sem nanotubos de carbono, utilizando diversos passes de laminação, cujo desempenho foram avaliados em ensaios de tração.

4.2.1 Ensaios preliminares utilizando ARB e CARB

Compósitos de liga de Al 1200 H14 foram produzidos preliminarmente pelos processos de *Accumulative Roll Bonding* (ARB) e *Cross Accumulative Roll Bonding* (CARB), sem adição de nanotubos de carbono, utilizando de um a seis passes de laminação. O objetivo desta análise foi estabelecer condições adequadas quanto às dimensões das chapas, adesão e acabamento superficial e avaliar a necessidade de tratamento superficial entre os passes.

4.2.1.1 Processamento por ARB e CARB

Inicialmente, foi avaliado o comportamento sob laminação por ARB e CARB de duas chapas empilhadas, recozidas inicialmente a 400°C por 1 hora, cada uma com espessura de 1 mm, 150 mm de comprimento e 50 mm de largura, laminadas por até seis ciclos, com reduções de 50%, à temperatura ambiente. Essas dimensões foram escolhidas em função de dados da literatura (NASERI *et al.*, 2015, 2016; MOROVVATI *et al.*, 2018).

A preparação da superfície das chapas é uma etapa importante no processo, pois a camada de óxido que se forma naturalmente nas amostras de alumínio afeta consideravelmente a adesão (NASERI *et al.*, 2015). Dessa forma, para a limpeza da camada de óxidos das amostras, foi utilizado o processo de lixamento manual entre as chapas de alumínio, com lixa 600, para retirada do filme de óxido (GAO *et al.*, 2016).

Após o recozimento e preparo das amostras, duas chapas de Al 1200 H14 a serem submetidas ao processo ARB foram empilhadas e laminadas. Após o passe inicial, as chapas foram cortadas em partes iguais, lixadas, empilhadas e submetidas a outro passe, sempre no mesmo sentido de laminação, por mais 5 passes, totalizando 6 passes de laminação. As chapas submetidas ao CARB passaram pelo mesmo processo de recozimento, preparação, empilhamento, laminação e corte, porém a cada passe de laminação a amostra foi rotacionada 90° graus. Tanto os ensaios preliminares quanto o processamento final foram realizados em um laminador de marca *Fröhling* (Figura 48), de carga máxima de 60 toneladas, com diâmetro dos cilindros de 200 mm e velocidade de 25m/min (4,16 rad/s), sem lubrificação. A cada passe de laminação os compósitos sofreram redução de aproximadamente 50 % por passe, em todos os seis ciclos de laminação.



Figura 48. Laminador de marca Fröhling.

4.2.1.2 Análise dimensional das chapas utilizadas nos ensaios

Após o processamento inicial por até seis ciclos de ARB e CARB, foi analisada a qualidade superficial e a adesão das amostras laminadas. Essa etapa se justifica uma vez que, devido às dimensões escolhidas, a carga necessária para permitir 50% de redução pode promover danos, fazendo com que haja necessidade de alteração das dimensões das amostras. Deve ser lembrado que chapas de maiores dimensões tendem a diminuir a carga exercida pelos rolos, influenciando no processo de adesão.

4.2.1.3 Análise quanto à propagação de trincas nas chapas

Após à análise dimensional das chapas utilizadas no ARB e CARB, foi avaliada a propagação de trincas, a fratura e o acabamento superficial nas chapas processadas por ambos os processos em função dos ciclos de laminação. Nessa análise, considerou-se que os compósitos processados precisam manter a integridade superficial em todos os ciclos de laminação.

Em função dos resultados obtidos quanto à propagação de trincas nas chapas, constatou-se a necessidade de aquecimento das chapas antes do primeiro passe e entre passes de forma a ser ter alívio de tensões e redução de fraturas, que influenciam diretamente na manutenção da qualidade superficial (NATTAR *et al.*, 2021), mesmo com um possível comprometimento, dependendo do tempo e da temperatura, das propriedades mecânicas dos compósitos obtidos (CAGLIARI *et al.*, 2021).

Deste modo, ensaios variando a temperatura e o tempo foram realizados antes do primeiro passe e entre passes com o objetivo de obter compósitos sem perda da qualidade superficial. Foram adotadas as temperaturas de 300°C, 400°C e 450°C para tratamento de alívio de tensões, com variação de tempo de 5 e 10 minutos, para cada temperatura. Tais parâmetros foram definidos com base na literatura sobre o assunto (GHALEHBANDI *et al.*, 2019; ROGHANI *et al.*, 2022). Foi utilizado neste estudo um forno modelo INTI.

4.2.2 Estudo sobre adesão

Estudos relativos ao processo de adesão entre as chapas processadas foram realizados, utilizando como base a laminação por ARB, sem inserção de nanotubos de carbono. Foram realizados, para este fim, ensaios de delaminação (*peeling test*), análise microestrutural e ensaios de perfilometria das superfícies obtidas após ensaios de delaminação, e simulações por elementos finitos. Para efeitos de comparação, analisou-se também a microestrutura das amostras cuja delaminação foi interrompida antes da delaminação total (delaminação parcial), com o objetivo de estudar o comportamento de adesão em função dos ciclos de laminação.

4.2.2.1 Ensaio de delaminação (*peeling test*)

Amostras retiradas após dois, quatro e seis ciclos de ARB (Figura 49a) foram utilizadas para avaliar o grau de adesão entre materiais laminados, por meio de ensaio de delaminação (Figura 49b). As amostras sofreram delaminação completa, ou seja, até separação completa das chapas. Também foram realizados ensaios de delaminação parcial, em chapas submetidas a ARB por 1, 3 e 5 ciclos, com o objetivo de estudar a região da seção transversal de adesão por MEV.

Nestes casos, o ensaio de adesão foi interrompido antes da total delaminação. Foi utilizada uma máquina de ensaios universais *Instron*, modelo 5582, que forneceu a força necessária para a separação do compósito em função da distância. As dimensões e o procedimento foram baseados na norma ASTM-D1876-01. A velocidade da garra de tração utilizada foi de 20 mm/min. As figuras 49a e 49b ilustram, respectivamente, as dimensões dos corpos de prova e uma amostra instalada na máquina de ensaio de tração.

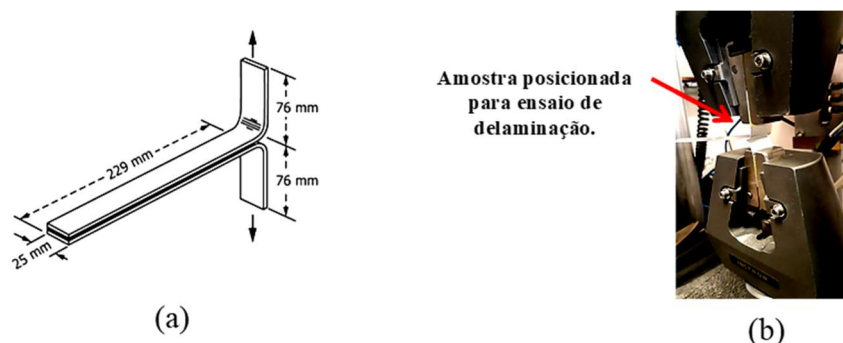


Figura 49. Imagem ilustrativa (a) das dimensões do corpo de prova (b) e uma amostra instalada na máquina de ensaio de tração para o ensaio de delaminação (*peeling test*).
Fonte: Norma ASTM-D1876-01.

4.2.2.2 Análise da superfície de adesão

Amostras retiradas dos ensaios de delaminação (*peeling test*) foram analisadas por Microscopia Eletrônica de Varredura, na região longitudinal, conforme ilustrado na Figura 50a, utilizando um microscópio FEI Quanta 3D. Pôde-se, assim, analisar a morfologia da superfície de adesão e possíveis regiões de delaminação irregular e possíveis regiões de fraturas, ao longo das regiões processadas por dois e seis ciclos de laminação. Também foram obtidas imagens por Microscopia Eletrônica de Varredura da região de interseção entre as chapas fabricadas por um, três e cinco ciclos de ARB sem inserção de NTCs e delaminadas parcialmente. A análise antes da total delaminação visou avaliar a variação dos mecanismos da adesão/descolamento da região entre duas chapas causada pela delaminação, conforme ilustrado na Figura 50b.

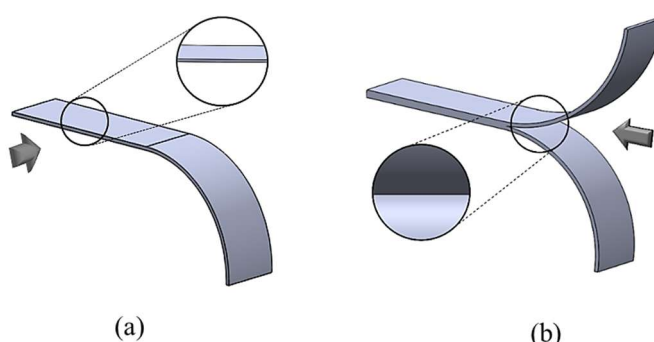


Figura 50. Ilustração esquemática de amostras processadas por ARB, sem inserção de NTCs, (a) da região delaminadas (delaminação completa) e (b) da região de interseção entre as chapas (delaminação parcial), por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura.

4.2.2.3 Ensaios de Perfilometria

Chapas laminadas por dois e seis ciclos de ARB, sem inserção de NTCs, bem como do Al 1200 H14 recozida, foram submetidas a ensaios de perfilometria para analisar a rugosidade e a topografia dos compósitos obtidos. Estudou-se, assim, o comportamento da morfologia da superfície entre os referidos ciclos de ARB. Foi utilizado o perfilômetro *Hommel Etamic* T8000 da *Hommelwerke* e um apalpador de superfície modelo TKU 300. A medição da rugosidade e da microtopografia ocorrem por meio do deslocamento de 1 cm² de uma ponta cônica de diamante (90° e raio de 5 µm) sobre a superfície.

Os dados foram analisados a partir do software *Hommelmap* 6.2, sendo utilizado o módulo *Continuous wavelet transform analysis* do programa, que permitiu uma análise estatística dos diversos tipos de microtopografias presentes nas superfícies analisadas. A análise foi realizada em termos de intensidade (magnitude de 0 a 1500), do comprimento de rugosidade (eixo x) e dos perfis de rugosidade (eixo y), plotados em escala logarítmica.

4.2.2.4 Simulações por elementos finitos

Inicialmente, foram realizados estudos comparativos da morfologia das superfícies delaminadas obtidas por MEV após dois e seis ciclos de ARB, sem adição de NTCs, utilizando o software IMAGEJ. Posteriormente, modelos elaborados por elementos finitos do processo de separação de camadas aderidas foram simulados usando o software QForm (versão QForm Cloud 10.2.1), considerando tanto condições de deformação plana 2D quanto condições de deformação 3D. As simulações consideraram as propriedades mecânicas do Al 1100 H14 como material de análise, disponíveis na biblioteca de materiais do software. A delaminação foi considerada como uma tração pura entre duas camadas de material unidas por várias geometrias de ligação.

As simulações 2D (Figura 51a) consideraram duas chapas de 1 mm de espessura e 5 mm de comprimento, unidas por uma única junção, com alturas e comprimentos variados. A primeira simulação utilizou uma junção de 1 mm de altura e 1 mm de comprimento, a segunda considerou um aumento de comprimento de 1,5 mm, a terceira adotou um aumento de espessura de 1,5 mm e a última um aumento de espessura e comprimentos de 1,5 mm.

A simulação 3D (Figura 51b) utilizou chapas de 0,5 mm de espessura, 5 mm de comprimento e 5 mm de largura. Três uniões entre chapas sinuosas foram construídas ao longo da profundidade da chapa, com seção transversal constante de 0,1 mm de altura e largura. Ambas simulações adotaram uma malha adaptativa com remalhagem, com velocidade vertical de 1 mm/s, simulando a delaminação.

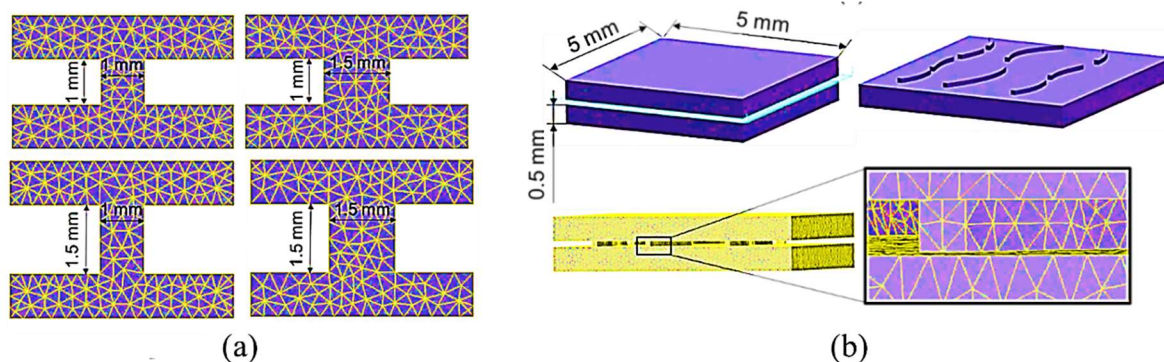


Figura 51. Imagem ilustrativa das geometrias e malhas utilizadas para as simulações (a) bidimensionais e (b) tridimensionais.

4.2.3 Laminação por ARB e CARB

Compósitos de matriz metálica foram produzidos pelos processos *accumulative roll bonding* (ARB) e *cross accumulative roll bonding* (CARB), utilizando chapas de Al 1200 H14 como material base e nanotubos de carbono (NTCs), como material de reforço nanoestruturado, que foram dispersos nas superfícies das chapas do alumínio. Baseados nos resultados obtidos nos ensaios preliminares foram estabelecidas as dimensões das chapas a serem laminadas, assim como os tratamentos térmicos e superficiais que possibilitaram melhor estabilidade, adesão, e acabamento superficial das chapas durante o processamento por ARB e CARB.

Os equipamentos e procedimentos foram os mesmos descritos nos ensaios preliminares (item 4.2.1.1). No caso das chapas de Al 1200 H14 submetidas à laminação por ARB e CARB com nanotubos de carbono, a preparação inicial do material seguiu o mesmo processo citado anteriormente, porém para cada compósito produzido, as chapas foram borrifadas nas superfícies de contato e antes de cada passe, com uma solução contendo nanotubos de carbono em suspensão, preparada adicionando-se 1% em massa de nanotubo a 200 ml de álcool etílico absoluto (99,9% em massa de álcool e 0,1% em massa de água); a suspensão foi então homogeneizada em um agitador mecânico por meia hora.

A dispersão das partículas de nanotubos de carbono nas chapas laminadas por ARB e CARB é um processo importante na formação dos compósitos, pois os nanotubos de carbono possuem a tendência de se aglomerar devido à forte interação da força de *Van der Waals* entre os átomos de carbono dos nanotubos (RATHINAVEL *et al.*, 2018; ZHANG *et al.*, 2020), gerando *clusters* que pode prejudicar a fabricação dos compósitos. Assim, a solução com nanotubos de carbono foi dividida em partes iguais e dispersas entre os 6 ciclos de laminação por ARB e CARB, antes de cada passe. Um resumo dos processos é ilustrado na Figura 52.

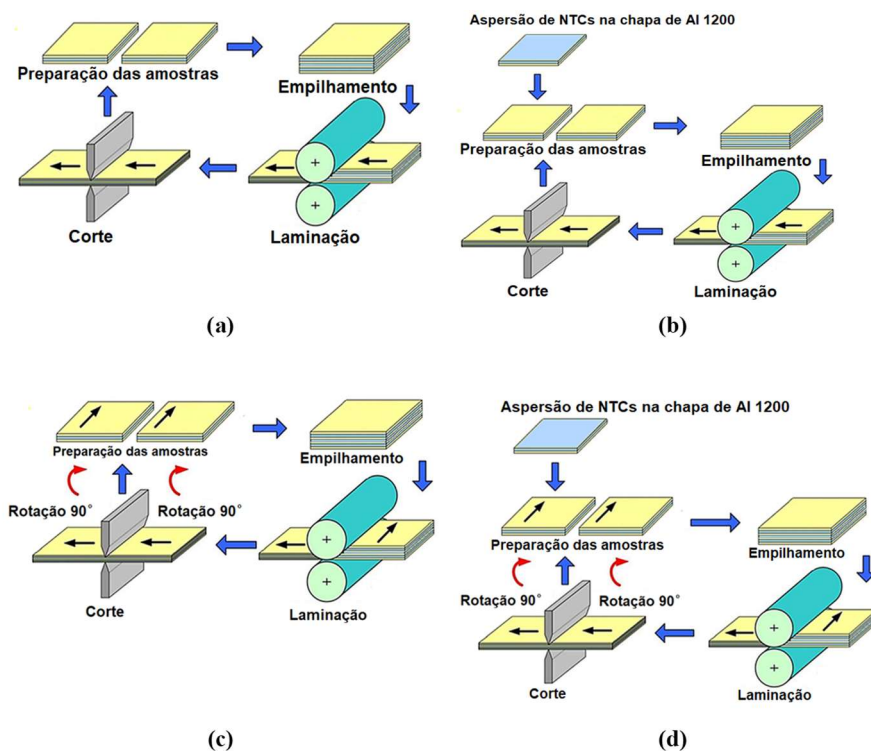


Figura 52. Imagem ilustrativa dos ensaios realizados por ARB (a) sem e (b) com nanotubos de carbono e CARB (c) sem nanotubos de carbono e (d) com nanotubos de carbono.

4.2.4 Ensaio de tração uniaxial

Os ensaios de tração foram realizados em duplicidades de amostras, tanto do material recozido quanto dos processados por ARB e por CARB, com e sem nanotubos de carbono, no segundo, quarto e sexto ciclo de laminação, totalizando 26 amostras a serem submetidas aos ensaios de tração. Limitou-se os ensaios de tração uniaxial aos ciclos pares com o objetivo de melhor analisar os efeitos efetivos do processamento nas propriedades mecânicas dos compósitos produzidos por ARB e por CARB.

Para o Al 1200 H14 recozido, foi utilizada a norma ASTM E345 - 16, específica para chapas metálicas, conforme Figura 53. Após o processamento do metal por ARB e CARB, com e sem nanotubos de carbono, corpos de prova foram retirados dos compósitos de matriz metálica, com base na mesma norma ASTM E345 – 16, adaptada para as dimensões reduzidas obtidas após os ensaios por ARB e CARB. Os ensaios de tração foram realizados com velocidade de 5 mm/min (MOROVVATI *et al.*, 2018).

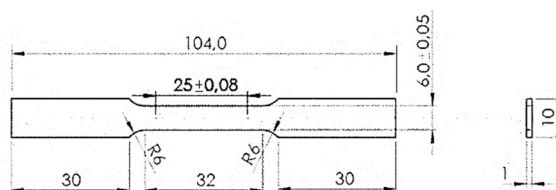


Figura 53. Desenho contendo as medidas do corpo de prova que foram submetidos ao ensaio de tração.
Fonte: ASTM E345 – 16.

Os ensaios de tração foram realizados em uma máquina universal de ensaios marca *Instron*, modelo 5582, com sistema de controle e aquisição de dados Blue Hill 2. A Figura 54 ilustra o equipamento utilizado nos ensaios de tração.



Figura 54. Máquina de ensaios de tração *Instron*, modelo 5582.

Durante os ensaios, a partir dos valores de carga e de variação na abertura das garras do extensômetro, o equipamento fornece os resultados na forma de carga e deslocamento foram transformados em valores de tensão e de deformação de engenharia. O cálculo da deformação uniforme real sofrida pelos corpos de prova laminados por ARB e CARB, com e sem NTCs, foi calculado em função dos valores obtidos para carga e deslocamento registrados por meio de sistema de aquisição de dados *Blue Hill 2*, até o início da estricção.

4.2.5 Microdureza Vickers

Medições de ultramicrodureza foram realizadas ao longo da espessura, em três locais distintos da seção transversal no material recozido após lixamento da superfície, com o objetivo de estudar a variação deste procedimento na microdureza das chapas de alumínio. Ao todo, foram realizadas 7 medidas em cada seção, utilizando um ultramicrodurômetro modelo Shimadzu HMV-2T. As identações foram realizadas com carga de 0,02 kgf, durante 15 s, seguindo a norma ASTM E384 - 11.

5 RESULTADOS

5.1 Ensaios preliminares por *Accumulative Roll Bonding*

O aspecto macroscópico das duas primeiras chapas (cada uma com espessura de 1 mm, 150 mm de comprimento, 50 mm de largura, recozidas a 400°C por 1 hora) empilhadas e submetidas a 3 ciclos de ARB, com reduções de 50%, à temperatura ambiente pode ser visualizado na Figura 55. Tal situação não permitiu que se submetesse o material aos 6 passes planejados. Observa-se que as chapas no terceiro ciclo de laminação por ARB apresentaram irregularidades superficiais (Figura 55a), falta de adesão (que provocou delaminação da amostra conformada), curvaturas no plano de laminação, fraturas laterais e deterioração na qualidade superficial (Figura 55b). Tais ocorrências exigiram modificações nas dimensões das chapas)



Figura 55. Aspecto das chapas com 1mm de espessura, 150 mm de comprimento e 50 mm de largura após ARB em 3 ciclos com (a) chapas sem adesão e (b) com fraturas laterais e acabamento superficial insatisfatório.

Após alguns testes variando a largura e o comprimento da amostra, verificou-se que as chapas com largura de 80 mm, comprimento de 120 mm e 1 mm de espessura, recozidas e processadas por 3 ciclos de ARB e CARB, com reduções em torno de 55%, à temperatura ambiente, apresentaram melhor adesão, menor incidência de trincas laterais e melhor acabamento superficial. Estabelecidas as dimensões adequadas para o processamento, as chapas foram submetidas a seis ciclos de laminação por ARB e CARB, com reduções de aproximadamente 50%. A Figura 56a ilustra o aspecto macroscópico das chapas laminadas por seis ciclos de ARB e CARB. Na Figura 56b pode-se visualizar com maior ampliação a superfície das bordas das chapas. Observa-se que ainda há ocorrência de fraturas laterais. De acordo com a literatura, em etapas sucessivas de laminação é comum o surgimento de trincas laterais e longitudinais à medida que os ciclos se sucedem (NASRESFAHANI *et al.*, 2019). Fatores como o encruamento do material e a ausência de tratamento térmico entre os ciclos de ARB devem ser levados em consideração para explicar o fato das chapas apresentarem trincas laterais após os passes de ARB (PEREIRA *et al.*, 2021).

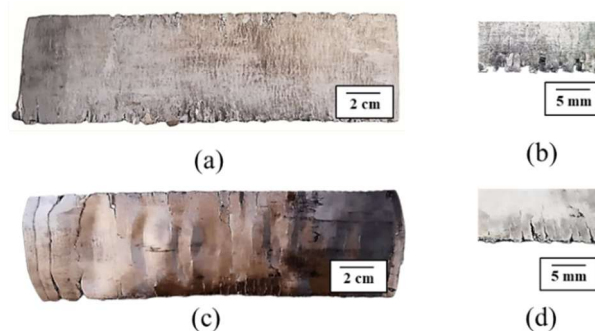


Figura 56. Aspecto das chapas de 80 mm de largura, 120 mm de comprimento e 1 mm de espessura após seis ciclos de (a) ARB e (c) CARB, à temperatura ambiente e ilustração do (a,c) aspecto geral e (b, d) detalhe das fraturas de bordas.

Uma das alternativas para evitar o surgimento dessas trincas seria o tratamento para alívio de tensões antes de cada passe de laminação no ARB/CARB (PIRGAZI *et al.*, 2008; SHAHSAVAR *et al.*, 2019). O aquecimento poderia, também, contribuir para uma melhor adesão das chapas (YU *et al.*, 2014). Assim, a adoção do aquecimento das chapas antes de cada passe de ARB e CARB, visando o alívio de tensões e a manutenção da qualidade de adesão, seria uma alternativa para se obter as propriedades mecânicas desejadas e permitir que se utilizem mais ciclos de laminação, bem como para manter a qualidade superficial necessária para a retirada de amostras para os ensaios mecânico (DEHGHA *et al.*, 2020).

A partir dessas considerações, antes de cada passe foram realizados testes nas temperaturas de 300°C, 400°C e 450 °C, com variação de tempo de 5 e 10 minutos. Essas temperaturas foram escolhidas por estarem abaixo da temperatura de recozimento do alumínio e por se encontram dentro do intervalo de temperaturas utilizadas entre passes de ARB e CARB, de acordo com Younis *et al.* (2020) e Pereira *et al.* (2021). Também se adotou, nos novos testes, a retirada das bordas laterais das chapas após cada passe, uma vez que a presença de trincas tende a se propagar para o interior do material à medida que os ciclos de laminação por ARB e CARB se sucedem, contribuindo para o rompimento completo do compósito nas direções transversal ou longitudinal.

Após a laminação por 6 ciclos de ARB e CARB, com o aquecimento nas temperaturas e tempos descritos antes e entre os passes de laminação, foi observado que algumas amostras processadas de 450°C por 10 minutos apresentaram acentuado lascamento devido à adesão de chapas nas faces dos rolos de laminação, conforme exemplificado na amostra obtida após 6 ciclos de ARB (Figura 57), indicando que o aquecimento utilizado foi acima do necessário e poderia afetar na qualidade superficial dos compósitos. Por outro lado, as amostras processadas por 300°C por 10 minutos ainda apresentavam alta incidência de fraturas, mesmo com o corte de bordas laterais.

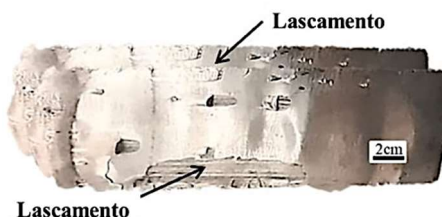


Figura 57. Aspecto das chapas de 80 mm de largura, 120 mm de comprimento e 1 mm de espessura após ARB em 6 ciclos com aquecimento a 450 °C por 10 minutos, antes e entre passes, apresentando lascamentos acentuados na superfície.

Foi observado também que o aquecimento intermediário nos ciclos três e cinco, à 400°C por 5 minutos, e não entre todos os passes de laminação, apresentou melhores resultados, eliminando o surgimento de lascamentos e adesão com os rolos, mantendo o bom acabamento superficial e a redução acentuada da ocorrência de fraturas e de trincas da maioria das amostras ensaiadas (Figura 58a). Posteriormente, ensaios foram realizados com uma amostra processada por CARB (Figura 58b), nos mesmos parâmetros, obtendo-se resultados semelhantes em termos de acabamento superficial do material processado. Desta forma, o aquecimento intermediário nos ciclos três e cinco, à 400°C por 5 minutos e a retirada das bordas entre os passes foram adotados como parâmetros de trabalho de fabricação dos compósitos produzidos por ARB e CARB.



Figura 58. Aspecto de chapas processadas por (a) ARB em 6 ciclos com recozimento inicial e aquecimento intermediário nos ciclos três e cinco, a 400 °C por 5 minutos e (b) CARB, processadas nos mesmos parâmetros.

5.2 Estudo sobre adesão

5.2.1 Ensaio de delaminação (*peeling test*)

A figura 59 ilustra o comportamento da força de adesão quando se considera o deslocamento de até 100 mm de abertura das chapas, obtidas por meio dos ensaios de *peeling*, para as amostras por 2 ciclos, 4 ciclos e seis ciclos de ARB. Até 100 mm, as amostras apresentaram um comportamento estável em relação à força de delaminação, com as amostras com 2, 4 e 6 ciclos de ARB. Constata-se que a força de adesão cresceu linearmente em relação às amostras processadas por, 2, 4 e 6 ciclos de ARB, atingindo picos de aproximadamente 27 N, 42 N e 76 N, respectivamente, indicando que a adesão aumentou à medida que o número de passes de ARB aumenta, comportamento observado na literatura (NASERI *et al.*, 2016).

Foi observado também que, até 100 mm, a amostra submetida a 6 ciclos de ARB apresentou mais oscilações da força de delaminação que as amostras submetidas a 2 ciclos e 4 ciclos de ARB. Essas oscilações podem indicar a incidência de pontos de adesão em diferentes regiões da superfície das chapas, que se apresentaram especificamente neste ciclo.

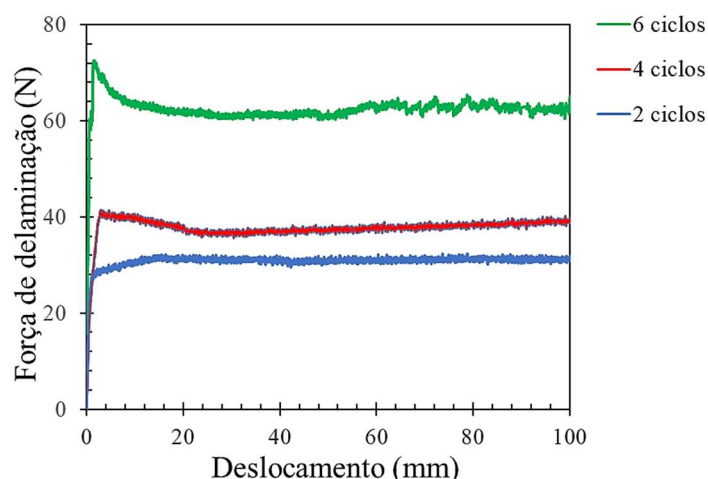


Figura 59. Gráfico da força de delaminação pelo deslocamento obtidas por meio de ensaio de delaminação, para amostras laminadas por 2 ciclos, 4 ciclos e 6 ciclos de ARB, em um deslocamento de 100 mm da amostra, na direção longitudinal.

A Figura 60 ilustra o aspecto da amostra após deslocamento de até 100 mm de abertura das chapas no ensaio de ensaio de delaminação (*peeling test*).

**Ensaio de
delaminação em
progresso.**

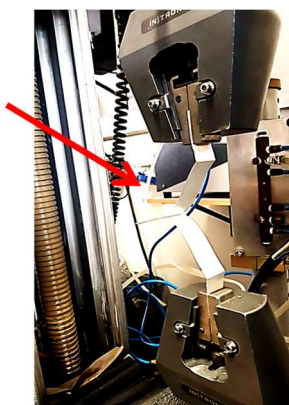


Figura 60. Aspecto de uma chapa submetida a 6 ciclos de ARB durante o ensaio de delaminação (*peeling test*) até 100mm de abertura das chapas indicando delaminação regular.

Na Figura 61 pode-se visualizar comportamento da força de adesão quando se considera deslocamentos acima de 100 mm de abertura até o início da ruptura, obtidos por meio dos ensaios de *peeling*, para as amostras por 2 ciclos, 4 ciclos e seis ciclos de ARB. Após 100 mm, observa-se um comportamento irregular da força de adesão para as amostras de 2, 4 e 6 passes de ARB, caracterizado pela alta variação da força de adesão, associada a pontos específicos de maior ou menor adesão; no ciclo 2 a força de adesão apresentou um pico de em torno de 100 N.

No ciclo 4 a força de adesão apresentou um pico de aproximadamente de 130 N, enquanto no ciclo 6 o comportamento irregular mais pronunciado da força de adesão no ciclo seis, atingindo picos de aproximadamente 140 N, indicando que a força de adesão variou em relação aos ciclos de processamento, além do fato de que a variação irregular denota a ocorrência de pontos de maior e menor adesão.

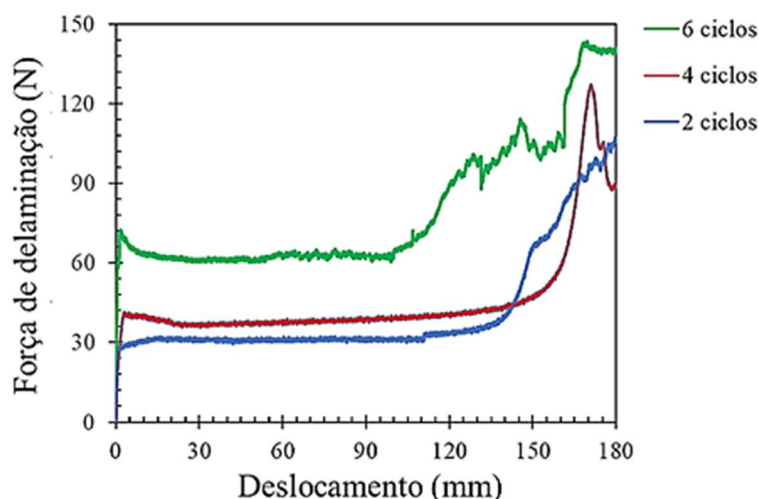


Figura 61. Gráfico da força pelo deslocamento obtidas por meio de ensaio de delaminação, para chapas de Al 1200 H14 laminadas por 2 ciclos, 4 ciclos e 6 ciclos de ARB, para um deslocamento de 180 mm da amostra, na direção longitudinal.

A Figura 62 e 62b ilustram por meio das amostras submetidas a 2 ciclos e 6 ciclos de ARB, respectivamente, a fratura durante o processo de delaminação.

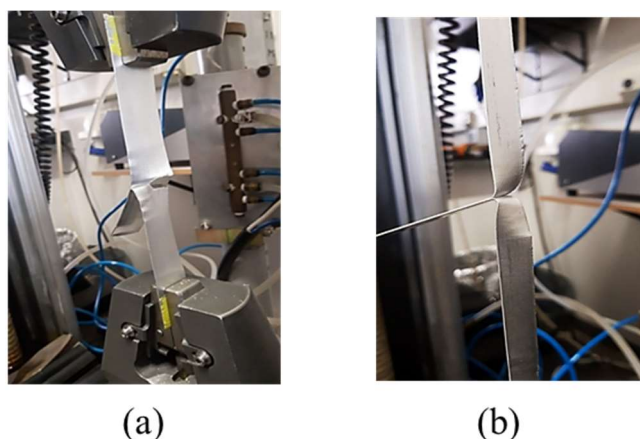


Figura 62. Aspecto das chapas submetidas ao ensaio de delaminação, após (a) 2 e (b) 6 ciclos de ARB, indicando delaminação irregular e fratura.

5.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura das superfícies de adesão

Foram realizados estudos por Microscopia Eletrônica de Varredura nas chapas submetidas a 2 e 6 ciclos de laminação por ARB e, posterior ensaio de delaminação. Foram analisadas regiões de adesão e de fratura visando observar as variações superficiais entre as chapas submetidas a diferentes ciclos de ARB.

As Figuras de 63 a 67 se referem às chapas submetidas a 2 ciclos de laminação por ARB e, posterior ensaio de delaminação. A Figura 63 representa esquematicamente a região de onde foram obtidas imagens por Microscopia Eletrônica de Varredura da amostra fraturada (Figura 63a) e as regiões onde estão localizadas as superfícies a serem analisadas (Figura 63b), aqui representadas pela (i) região superior de laminação, (ii) a região de fratura, e a (iii) região inferior de adesão entre chapas (Figura 63c).

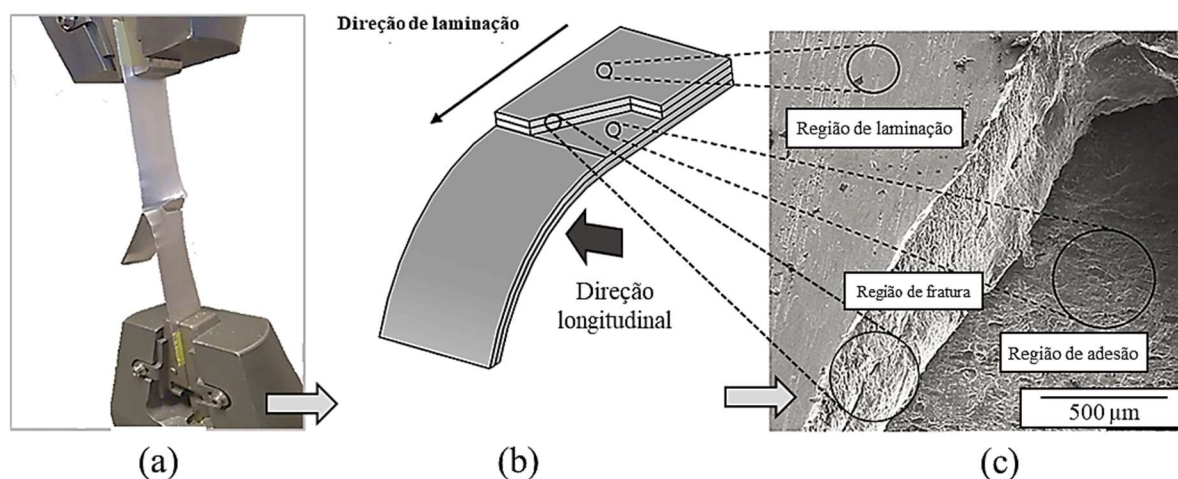


Figura 63. Representação de (a) chapas de Al 1200 H14 submetidas a dois ciclos de ARB e posterior ensaio de delaminação e (b) representação das superfícies da região fraturada que foram analisadas por Microscopia Eletrônica de Varredura.

A Figura 64 ilustra imagens obtidas por MEV da região de fratura entre as chapas submetidas a dois ciclos de laminação ARB que sofreram (Figura 64a) ruptura durante processo de delaminação e a ampliação desta imagem (Figura 64b).

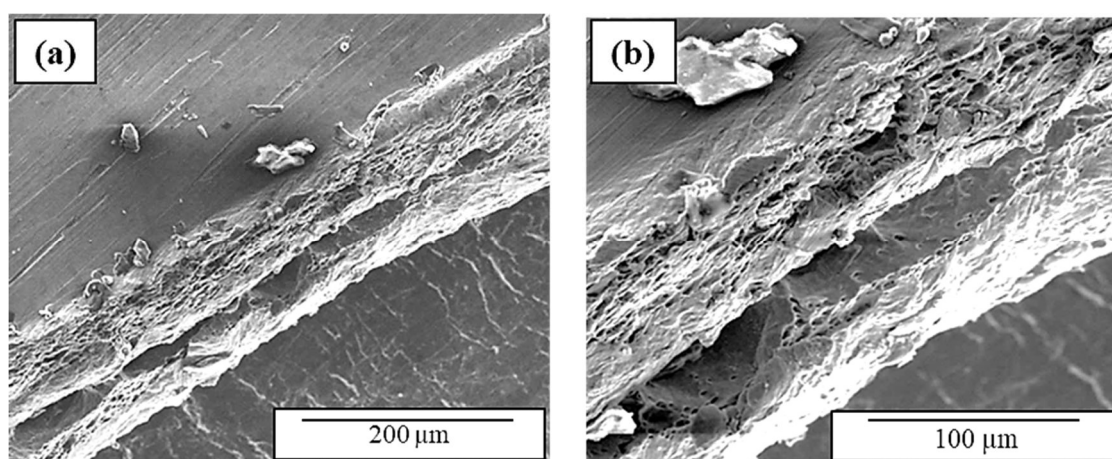


Figura 64. Imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura na região fratura na (a) interface entre duas chapas de Al 1200 H14 submetidas a dois ciclos de ARB e posterior ensaio de delaminação, na região de fratura e (b) ampliação da imagem.

Pode-se observar na Figura 64 que as duas chapas que sofreram fraturas durante o processo de delaminação acusaram a presença de *dimples*, que são estruturas características de fratura dúctil nos metais. A Figura 65 ilustra uma região de interface adjacente à observada na Figura 65 sendo analisada. Na Figura 65a é possível observar regiões com mais detalhes da superfície de ruptura das duas chapas superiores mostradas anteriormente na Figura 64. As identificações 1, 2 e 3 são as mesmas indicadas na Figura 65b. As regiões “A” e “C” indicam regiões onde ocorreu uma adesão entre as chapas centrais co-laminadas, e a região “B” mostra uma região de adesão entre as duas chapas superiores, resultantes dos 2 ciclos de ARB, que também está detalhada na Figura 65b.

As regiões “A” e “C”, mesmo no segundo passe de ARB, resultam de somente um passe de laminação, e a região “B” é resultado de dois passes de laminação. As 4 chapas superpostas, obtidas após os 2 passes de ARB, apresentam o mesmo nível de deformação; os resultados ilustrados na figura 65a indicam que dois passes de co-laminação conduzem a áreas maiores e mais frequentes de adesão das chapas que somente 1 passe. Acredita-se que esse fenômeno se intensifica à medida que chapas superpostas sofram mais passes de co-laminação. As imagens da região 3 em ambas Figuras ilustra a presença de linhas brancas relativamente sinuosas na região, predominantemente perpendiculares à direção de laminação.

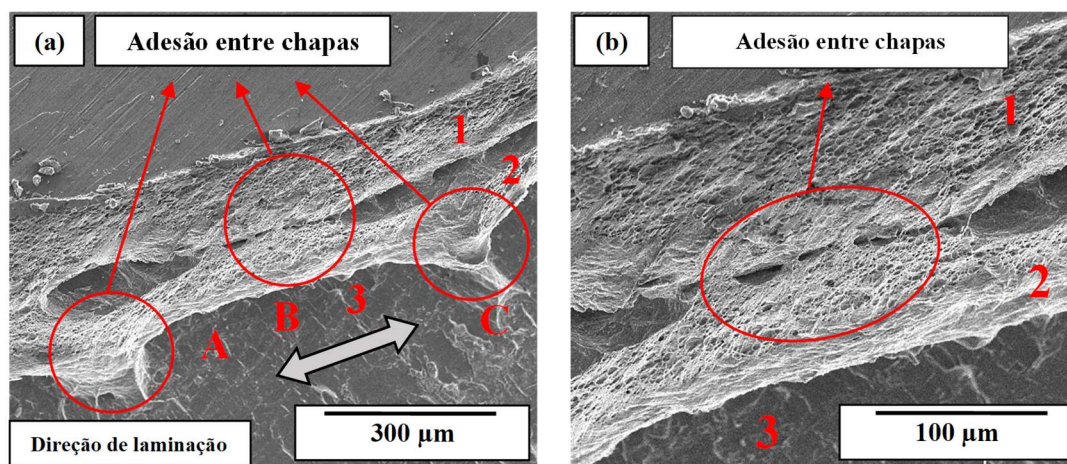


Figura 65. Imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura na região de (a) interface entre duas chapas de Al 1200 H14 submetidas a dois ciclos de ARB e posterior ensaio de delaminação, obtidas na região de fratura e (b) ampliação da imagem.

As Figuras 66a e 66b, referentes à superfície inferior delaminada e a região superior de laminação, respectivamente; a superfície delaminada (Figura 66a) exibe características (indicadas por círculos vermelhos) que não são vistas na superfície superior laminada (Figura 66b); acredita-se que as linhas brancas relativamente sinuosas na região estejam ligadas a regiões aderidas durante o ARB, que foram destacadas durante a delaminação.

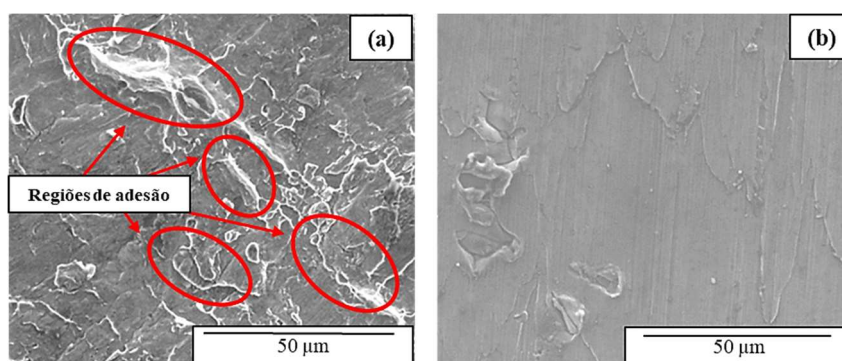


Figura 66. Imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura da (a) região de delaminação e (b) região superior laminada, de chapas de Al 1200 H14 laminadas por dois ciclos de ARB e posterior ensaio de delaminação.

A Figura 67 ilustra imagens obtidas por MEV observadas na direção longitudinal de chapas submetidas a dois ciclos de laminação ARB com posterior delaminação, ilustrando o relevo da região que sofreu delaminação e com ampliações desta região de 50 μm (Figura 67a), e 10 μm (Figura 67b). As imagens foram obtidas com um *tilt angle* (ângulo de inclinação da amostra em relação ao eixo vertical) de em torno de 80%.

De acordo com as imagens, a superfície analisada é caracterizada pela presença de uma sucessão de estruturas puntiformes, ou “picos”, que se estendem ao longo de toda superfície da amostra delaminada e posteriormente analisada por Microscopia Eletrônica de Varredura. Mesmo em maiores ampliações da superfície (10 μm), foi observado que as estruturas se mantêm similares, variando quanto à altura e a extensão. A estrutura destes arranjos, por vezes contínua e por vezes segmentadas, sugere que sua formação está diretamente ligada ao processo de adesão e posterior delaminação das chapas.

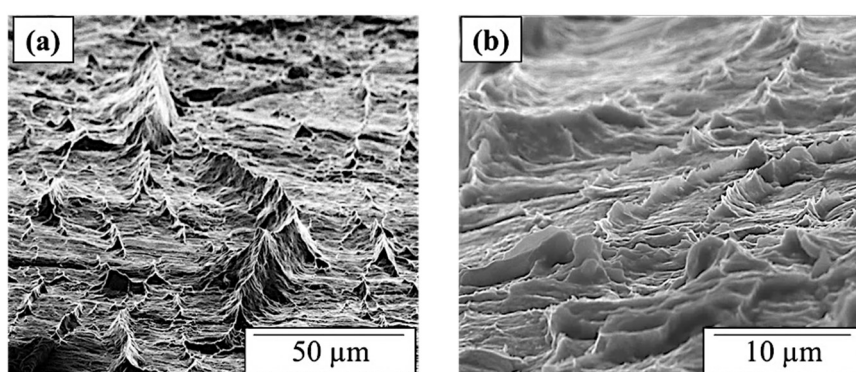


Figura 67. Imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura da superfície ao longo da região longitudinal de observação de chapas de Al 1200 H14 laminadas por dois ciclos de ARB e posterior ensaio de delaminação, ilustrando o relevo da região delaminada, com ampliações de (a) 50 μm , (b) 10 μm .

Com o objetivo analisar a influência dos ciclos de laminação na formação das estruturas observadas após delaminação ao final do processamento por ARB, foram obtidas a imagem obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura de chapas submetidas a seis ciclos de laminação ARB e delaminação, segundo a mesma abordagem seguida para dois ciclos de ARB.

As Figuras de 68 a 74 se referem às imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura de chapas submetidas a 6 ciclos de laminação por ARB e posterior ensaio de delaminação, bem como as imagens relativas a 2 ciclos de laminação por ARB e posterior ensaio de delaminação, trazidas aqui com o objetivo de realizar uma análise comparativa entre os ciclos de ARB referidos.

A imagem representada na Figura 68 representa esquematicamente a região de onde foi retirada a amostra fraturada (Figura 62, aqui referida como Figura 68a) e as regiões onde estão localizadas (Figura 68b) as superfícies que foram analisadas inicialmente por Microscopia Eletrônica de Varredura (Figura 68c), representando (i) a região onde ocorreu a fratura e ruptura durante o processo de delaminação e a (ii) região inferior de adesão entre chapas.

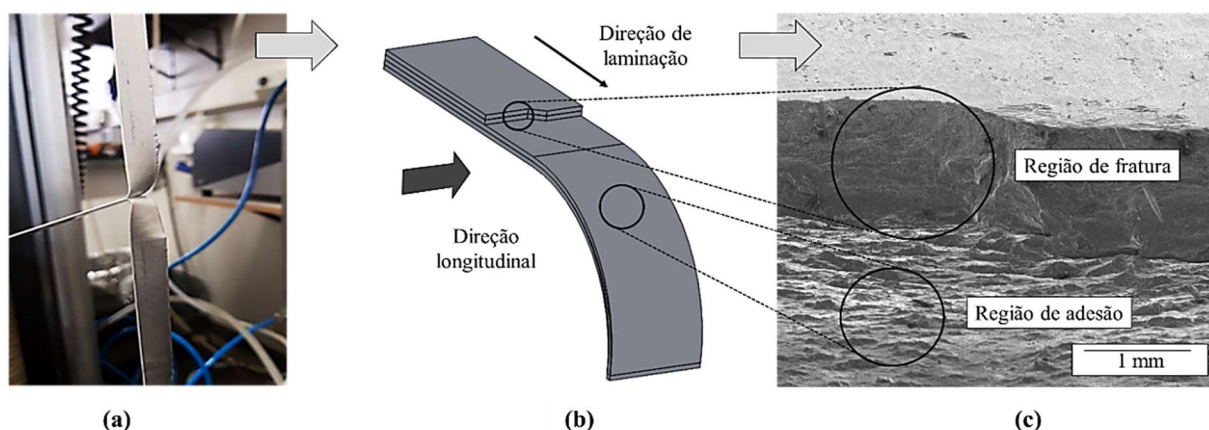


Figura 68. Representação de (a) chapas de Al 1200 H14 submetidas a seis ciclos de laminação ARB e fratura durante ensaio de delaminação e (b) representação das superfícies da região fraturada que foram analisadas por (c) Microscopia Eletrônica de Varredura.

A Figuras 69a (Figura 65, aqui referida como Figura 69a) e 69b ilustram, respectivamente, imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura na região de interface entre chapas que sofreram delaminação e fratura após dois e seis ciclos de ARB.

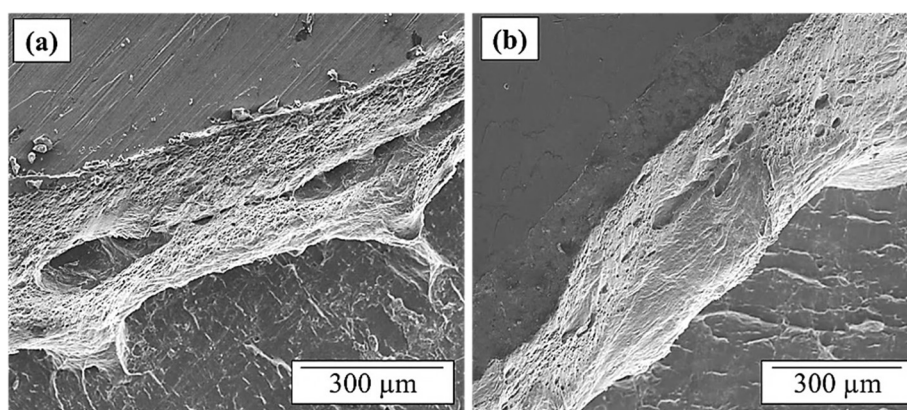


Figura 69. Imagens de chapas de Al 1200 H14 obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura e posterior ensaio de delaminação, obtidas na região de fratura após (a) dois ciclos de ARB e (b) seis ciclos de ARB, respectivamente.

Com relação às imagens obtidas por MEV de chapas submetidas a seis ciclos de laminação por ARB, o efeito da influência dos ciclos na adesão é evidenciado; houve uma redução drástica da ocorrência de *dimples* na região de fratura, que são muito pronunciados na região de fratura para dois ciclos de ARB e maior incidência de regiões de fratura frágil.

Foi observado que, para seis ciclos de ARB, as regiões de interface entre as chapas de alumínio na região de fratura sofreram redução acentuada em comparação com a região de fratura para 2 ciclos de ARB. A Figura 70 ilustra imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura na região de adesão que foi exposta após ensaios de delaminação para 2 ciclos de ARB (Figura 70a) e 6 ciclos de ARB (Figura 70b). Foi observado nas imagens linhas sinuosas brancas típicas nas superfícies delaminadas após 2 e 6 ciclos de ARB. A maioria das linhas brancas na Figura 70a são aproximadamente perpendiculares à direção de laminação, mas também são observadas, em menor grau, linhas paralelas à direção de laminação. Além disso, houve variação na espessura das linhas. Na Figura 70b também são observadas diversas linhas brancas aproximadamente perpendiculares à direção de laminação, com frequência maiores do que na Figura 70a. Também, foram observadas longas fissuras superficiais, sempre localizadas em um dos lados das regiões brancas e perpendicularmente à direção de laminação.

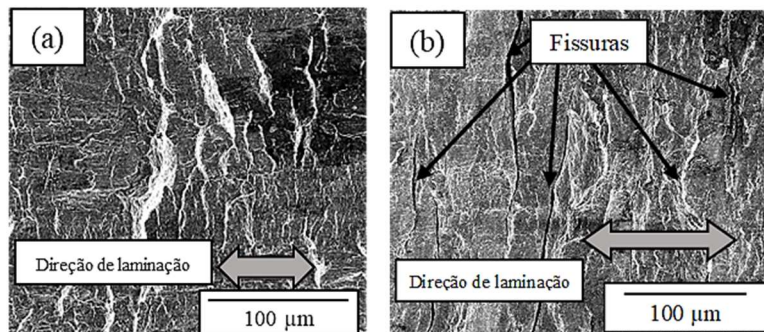


Figura 70. Imagens de chapas de Al 1200 H14 obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura e posterior ensaio de delaminação das superfícies delaminadas após (a) dois ciclos de ARB e (b) seis ciclos de ARB.

Um exame das superfícies delaminadas após 2 ciclos de ARB revelou a presença ocasional de fissuras, conforme indicado na Figura 71a, localizadas na raiz de um dos lados de um degrau mais pronunciado na superfície, como já sugerido pela Figura 71b. A Figura 71b apresenta um detalhe da fissura da Figura 71a, onde se pode observar que sua intersecção com a superfície delaminada é arredondada e mal definida, o que difere de uma situação de fissura normal à superfície delaminada. As imagens das Figuras 71c e 71d (esta última com maior ampliação que a primeira) confirmam essas características e mostram ainda, através de linhas vermelhas sobrepostas nas imagens, que as linhas nas superfícies delaminadas continuam nas faces da fissura, à semelhança da face oposta da fissura.

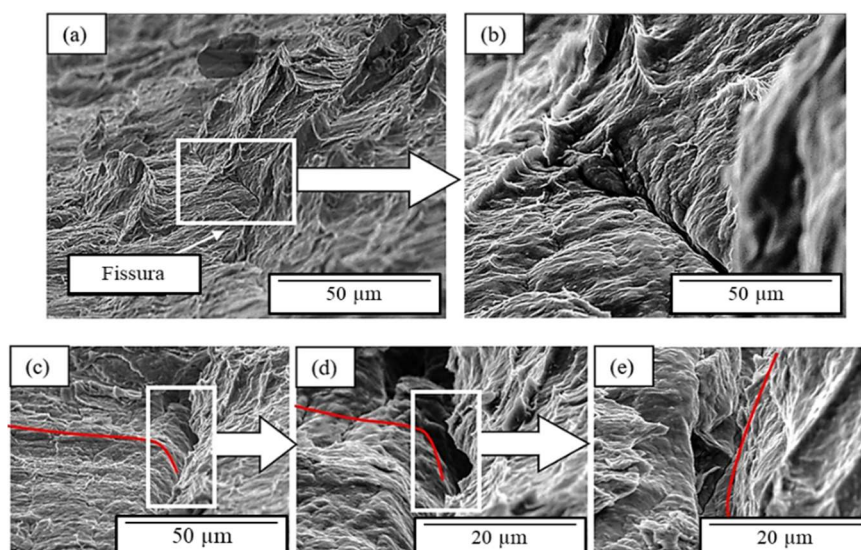


Figura 71. Imagens de chapas de Al 1200 H14 obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura após dois ciclos de ARB e posterior ensaio de delaminação ilustrando a região de (a) fissura na base de um degrau maior na superfície delaminada; (b) detalhe da fissura indicada na figura (a); (c e d) detalhe de uma das faces da fissura, indicando, com linha vermelha, a continuidade das linhas superficiais ao longo da superfície e da face da fissura; (e) detalhe da outra superfície da fissura, indicando novamente com uma linha vermelha a continuidade das linhas dentro e fora da fissura.

As imagens das Figuras 72a, 72b e 72c, correspondentes a superfícies delaminadas típicas após 6 ciclos de ARB, apresentam fissuras com características muito semelhantes às observadas após 2 ARB: intersecções arredondadas e mal definidas com as superfícies delaminadas e linhas contínuas das superfícies delaminadas para as faces laterais das fissuras (ver linhas vermelhas nas Figuras 72b e 72c).

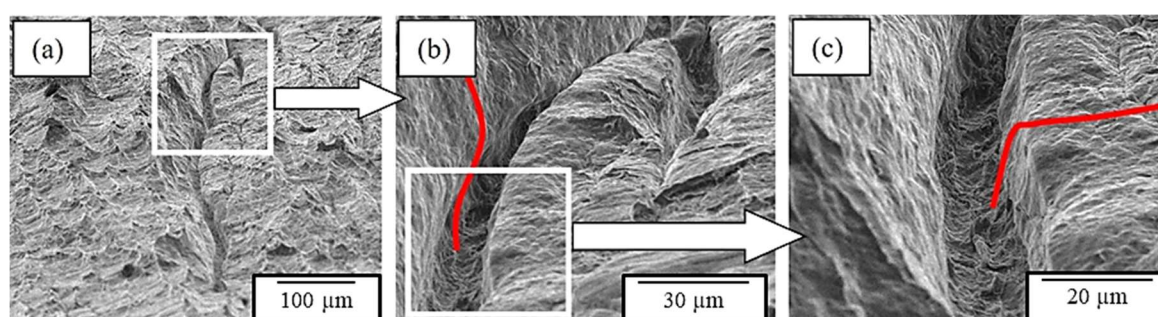


Figura 72. Imagens de chapas de Al 1200 H14 obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura após seis ciclos de ARB e posterior ensaio de delaminação ilustrando a região (a) fissura na base de um degrau maior na superfície delaminada após 6 ciclos de ARB; (b) detalhe da fissura indicada na figura e (c) ampliação da imagem.

As imagens da Figura 73 mostram superfícies delaminadas típicas obtidas por MEV após 2 ciclos de ARB (Figura 67, aqui referida como Figura 73a), e Figura 73b e 6 ciclos de ARB (Figuras 73b e 73d), obtidas na direção longitudinal de observação e com um *tilt angle* (ângulo de inclinação da amostra em relação seção longitudinal) em torno de 80%; as linhas sinuosas brancas correspondem aos “cumes montanhosos”, representadas nas Figuras 73a e 73b, exibindo grande variação de alturas, espessuras de base e comprimentos.

A Figura 73b mostra um detalhe da Figura 73a onde podem ser vistas *dimples* provenientes de fraturas dúcteis em alguns locais das superfícies observadas. As cristas mais altas apresentam alturas na faixa de $\approx 10 - 20 \mu\text{m}$, mas muitas cristas mais baixas podem ser observadas, bem como “picos” isolados. As Figuras 73c e 73d mostram aspectos típicos das vistas laterais das superfícies delaminadas após 6 passes ARB, onde a ampliação na Figura 73d é maior que na Figura 73c. Os “cumes” observados correspondem às linhas brancas na Figura 73b. Uma comparação das imagens nas Figuras 73a e 73c sugere que as superfícies delaminadas tornam-se mais lisas e apresentam picos mais baixos à medida que o número de picos de ARB aumenta.

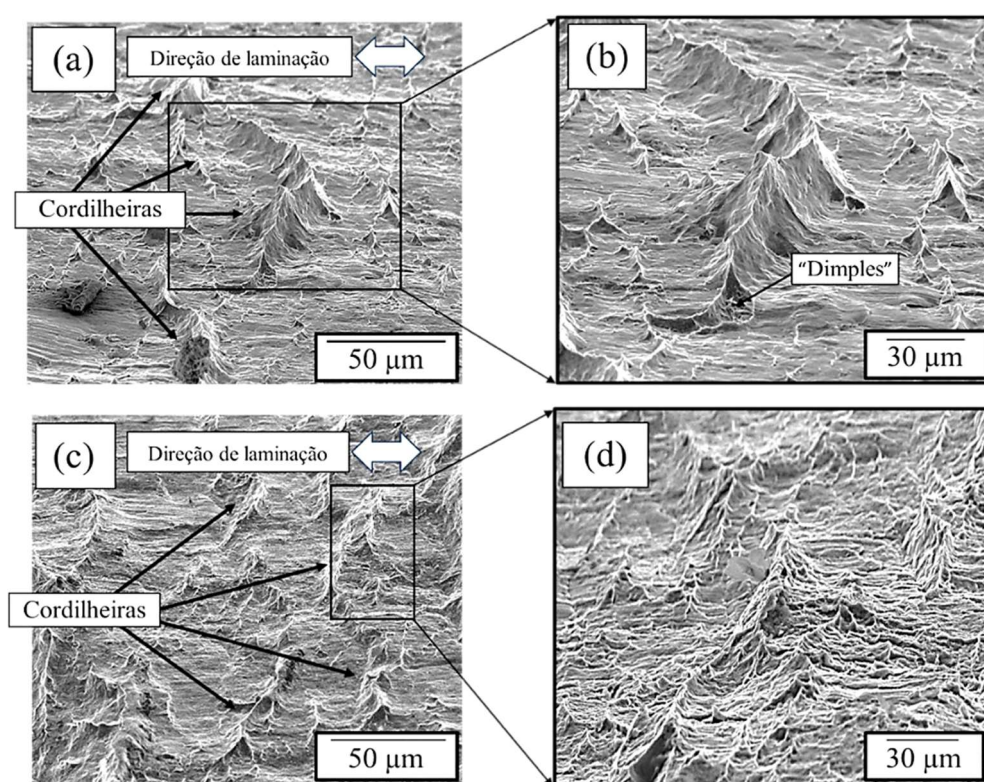


Figura 73. Imagens de chapas de Al 1200 H14 obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura e posterior ensaio de delaminação, ilustrando a topografia das regiões delaminadas após (a) dois ciclos de ARB, (b) dois ciclos de ARB com maior ampliação, (c) seis ciclos de ARB e (d) seis ciclos de ARB, com maior ampliação, obtidas na direção longitudinal de observação.

A Figura 74 mostra imagens da região de intercessão entre as chapas de Al 1200 H14 obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura e posterior ensaio parcial de delaminação, ou seja, interrompidas antes da total delaminação, com um ciclo, três ciclos e cinco ciclos de ARB, com o objetivo de observar o comportamento de delaminação parcial, conforme descrição ilustrada na Figura 50b. A escolha de tais ciclos teve como objetivo de realizar o acompanhamento do processo gradativo do comportamento das amostras analisadas por MEV da delaminação do material em função dos ciclos de laminação e analisar possíveis mudanças na morfologia do material em função dos ciclos de laminação.

As Figuras 74a, obtidas após um ciclo de ARB, mostra que existem “nervuras ou cordilheiras correspondentes” em ambos os lados das superfícies delaminadas; o mesmo pode ser concluído na Figura 74b (após 3 ciclos de ARB) e na Figura 74c (após 5 ciclos de ARB).

Tais cristas correspondentes originam-se da fratura dúctil por tração, durante a delaminação, das ligações localizadas semelhante às descritas na teoria do filme proposta por BAY (1985), utilizada para explicar o comportamento da adesão de chapas. As topografias das superfícies delaminadas dependerão da geometria da ligação localizada original estabelecida durante o processo de adesão, sendo que picos únicos estão associados a ligações localizadas não lineares. A Figura 74c indica cristas correspondentes mais espessas, indicando maior grau de adesão, que pode ser atribuído à relação da atuação de tensões triaxiais de tensão do material (ZHENG *et al.*, 2020).

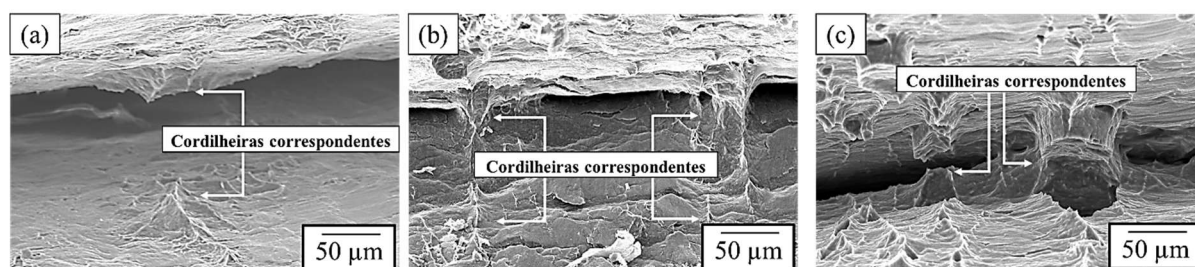


Figura 74. Imagens de chapas de Al 1200 H14 após (a) 2 ciclos, (b) 3 ciclos e (c) 5 ciclos de ARB, obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura e posterior ensaio parcial de delaminação, ilustrando cordilheiras correspondentes dos dois lados das superfícies.

Com o objetivo de fazer uma análise comparativa das superfícies das chapas submetidas a dois e seis ciclos de laminação ARB, com posterior delaminação, foi utilizado o programa IMAGEJ, usado no processamento de imagens. Para tanto foram selecionadas duas imagens com ampliações de 100 µm, de amostras submetidas a dois e seis ciclos de laminação ARB, com posterior ensaio de delaminação, respectivamente, por meio das quais foi estabelecido os mesmos parâmetros de processamento de imagens no programa, para que os resultados pudessem ser comparados.

A Figura 75 ilustra uma análise comparativa da topografia das imagens de chapas de Al 1200 H14, obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura e submetidas a (a) dois ciclos de laminação ARB com posterior ensaio de delaminação, e análise da estrutura (b) espacial e frontal, respectivamente e uma imagem obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura, submetidas a (c) seis ciclos de laminação ARB com posterior ensaio de delaminação e análise da estrutura (d) espacial e frontal, respectivamente. A escala de cores considera 100 para o perfil de maior amplitude volumétrica.

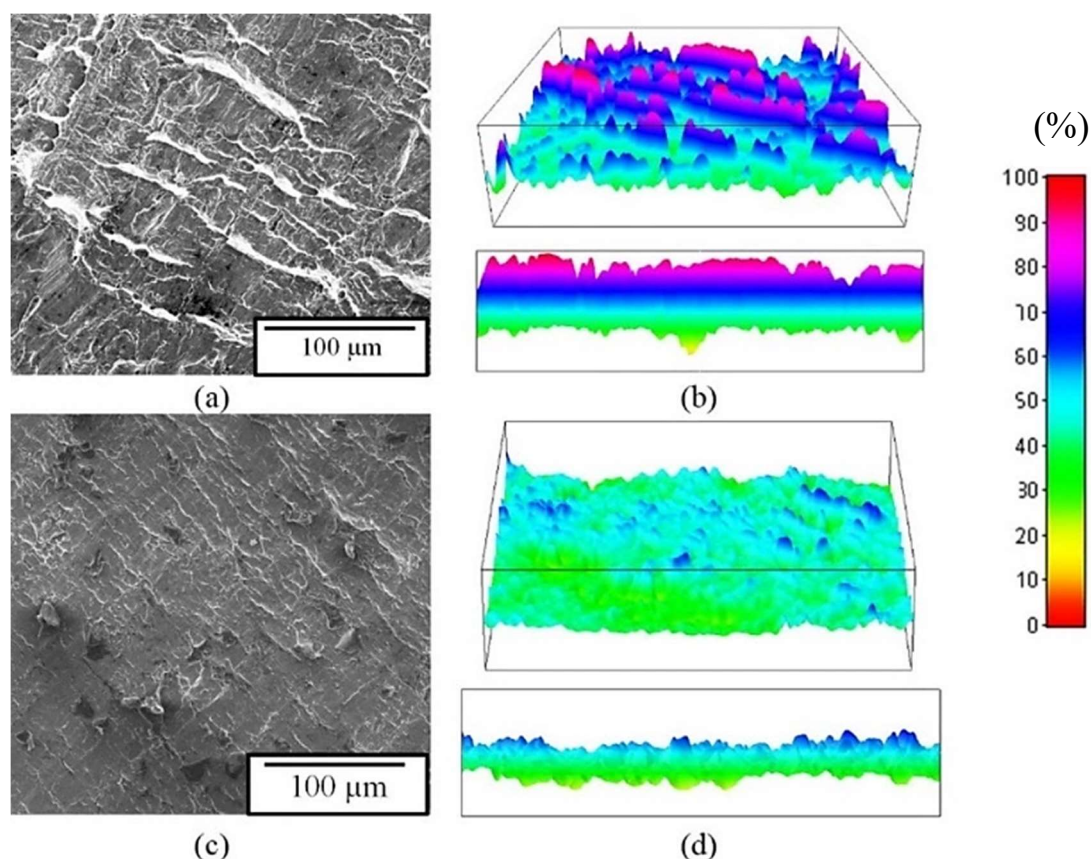


Figura 75. Imagem chapas de Al 1200 H14 obtida por Microscopia Eletrônica de Varredura da superfície de chapas submetidas a (a) dois ciclos de laminação ARB com posterior delaminação e estrutura (b) espacial e frontal, respectivamente, obtidas pelo programa IMAGEJ e comparação com imagem obtida por Microscopia Eletrônica de Varredura da superfície de chapas submetidas a (c) seis ciclos de laminação ARB com posterior delaminação e estrutura (d) espacial e frontal, respectivamente, obtidas pelo programa IMAGEJ.

Foi observado uma predominância de estruturas puntiformes, ou “relevos”, da superfície de chapas submetidas por dois ciclos de laminação ARB e posterior delaminação, que apresentaram dimensões verticais maiores do que as observadas na figura da superfície de chapas submetidas por 6 ciclos de laminação ARB e posterior delaminação.

5.2.3 Ensaios de perfilometria

Inicialmente, foram realizados ensaios de perfilometria na amostra recozida e lixada, antes de serem processadas por ARB. A Figura 76 apresenta os resultados topográficos da perfilometria na amostra na condição ‘como escovado’. A amostra é caracterizada pela presença de cristas paralelas, de até 100 µm de altura.

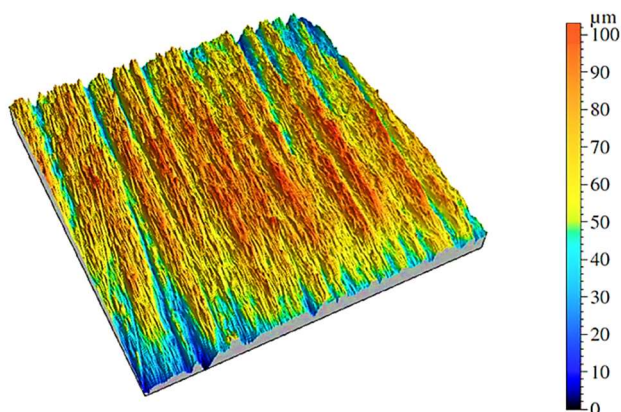


Figura 76. Imagem de chapa de Al 1200 H14 produzida por perfilometria na amostra a ser processada por ARB na condição recozida e lixada.

Os resultados dos ensaios de perfilometria após 2 ciclos e 6 ciclos de ARB podem ser visualizados na Figura 77. As Figuras 77 (a, b, c, d) apresentam resultados para a análise de perfilometria das superfícies delaminadas após 2 ciclos de ARB e as Figuras 77 (e, f, g, h) apresentam os mesmos resultados para 6 ciclos de ARB.

Uma comparação das figuras 77b e 77f confirma que os cumes das “montanhas” observadas após 2 ciclos de ARB são mais altos do que após 6 ciclos de ARB, conforme sugerido pela Figura 73. Além disso, o perfil de altura na Figura 77c (2 passagens ARB) indica a presença de picos $\approx 40 - 50 \mu\text{m}$ de altura, com espaçamento médio de $\approx 5 \text{ mm}$ ao longo da direção de laminação.

Os mesmos valores após 6 ciclos ARB Figura 77g têm $\approx 20 - 25 \mu\text{m}$ de altura e espaçamento $\approx 2 \text{ mm}$. As Figuras 77d e 77h exibem os espectros de frequência típicos para a topografia das superfícies delaminadas após 2 e 6 passagens ARB, respectivamente. A escala de cores está ligada à frequência de picos e vales, e o eixo das ordenadas (no lado esquerdo) indica as características geométricas da superfície.

Da mesma forma que os resultados já mencionados para os perfis lineares superficiais, 2 ciclos de ARB (Figura 77d) levam a uma alta frequência (vermelho na escala de intensidade) de picos macrogeométricos (acima do nível “1” na escala ordenada), associada a depressões mais profundas, como vales (cor azul). A Figura 77h corresponde à superfície delaminada após 6 ciclos de ARB, e a frequência de picos macrogeométricos é muito menor do que para 2 ciclos de ARB e a presença de características microgeométricas (na faixa de 1 a 0,01 na escala ordenada) é maior.

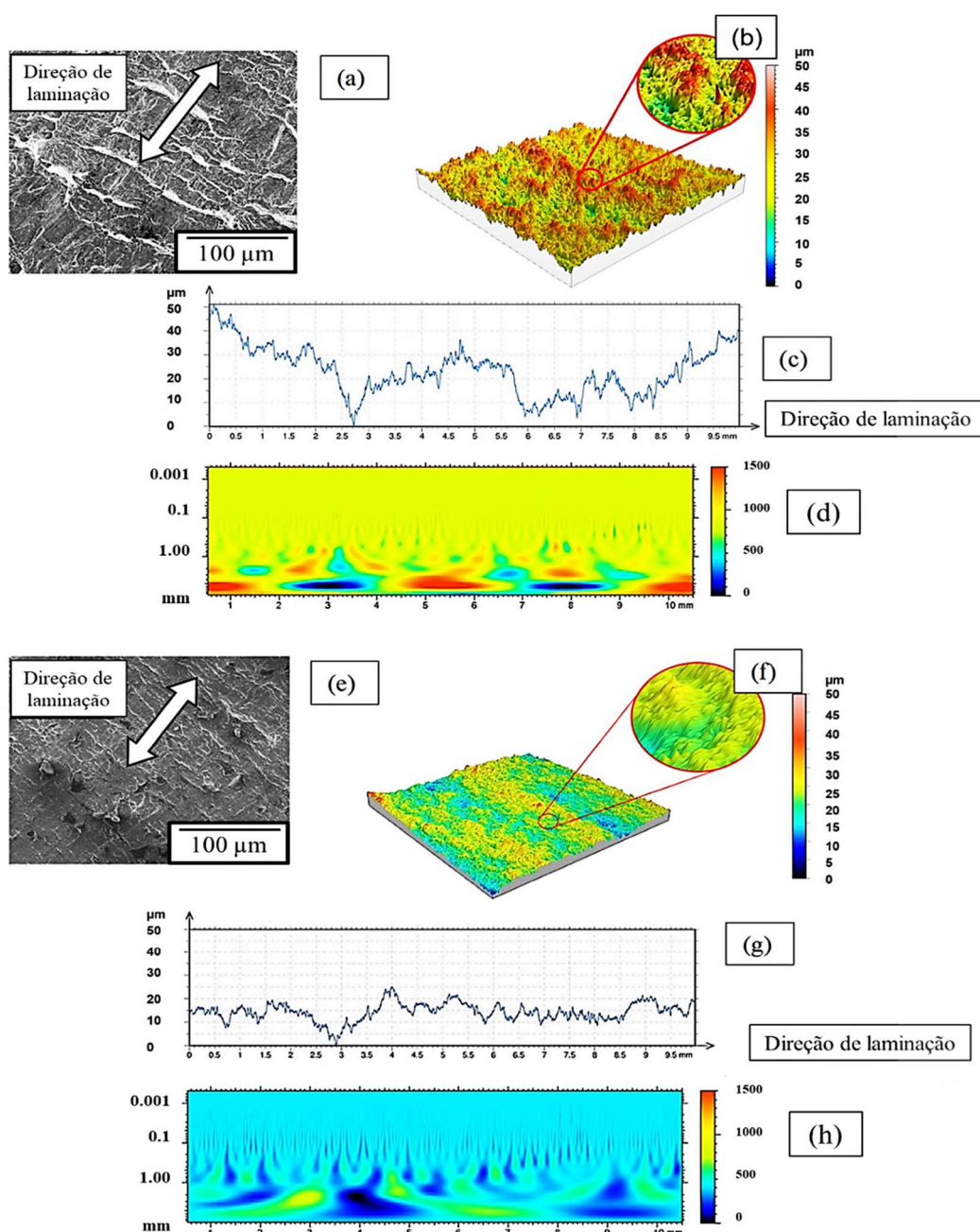


Figura 77. Imagem de chapas de Al 1200 H14 obtida por Microscopia Eletrônica de Varredura da superfície de chapas submetidas a (a) dois ciclos de laminação ARB com posterior delaminação e (a) seis ciclos de laminação ARB com posterior delaminação e resultados de perfilometria das superfícies delaminadas após 2 ciclos ARB (b, c, d) e 6 ciclos ARB (f, g, h).

5.2.4 Simulações Computacionais

A Figura 78 ilustra os resultados encontrados para as simulações em 3D realizadas com o objetivo de investigar processo de delaminação entre duas chapas. A Figura 78a apresenta a configuração inicial para a simulação computacional 3D de elementos finitos de delaminação de duas chapas através de regiões lineares e sinuosas utilizada para emular a propagação da adesão e posterior delaminação entre as superfícies; a chapa superior foi ocultada para melhor visualização da situação.

Após a delaminação por tração, a chapa superior foi ocultada novamente, e um detalhe dos resultados é mostrado na Figura 78b, que é comparado com a imagem obtida por Microscopia Eletrônica de Varredura na Figura 73a, repetida como Figura 78c; há grande semelhança entre as imagens experimentais e simuladas, confirmando novamente que as linhas brancas e sinuosas observadas anteriormente e que correspondem às cadeias montanhosas da Figura 73a, originadas do processo de adesão localizada e separadas por delaminação.

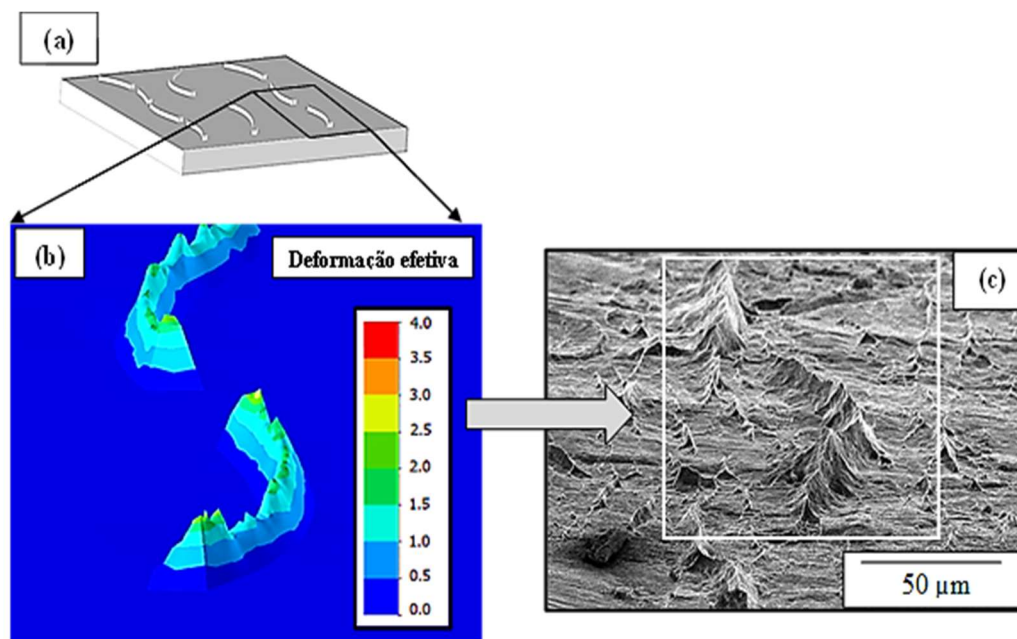


Figura 78. Resultado das simulações computacionais em 3D e comparação com imagem de chapas de Al 1200 H14 obtida por Microscopia Eletrônica de Varredura da superfície de chapas submetidas a dois ciclos de laminação ARB com posterior delaminação; (a) Perspetiva das ligações sinuosas entre duas chapas metálicas, onde a chapa superior ficou oculta; (b) detalhe de uma ligação sinuosa entre as duas chapas prevista pela simulação de elementos finitos, após delaminação, com a chapa superior oculta e (c); comparação do cume da montanha simulado com o observado experimentalmente.

O modelo inicial para a adesão de chapas na Figura 78 supunha que a altura e a largura das ligações eram constantes, o que se torna improvável do ponto de vista experimental da situação. Para testar o efeito da variação dessas alturas e larguras ao longo dos comprimentos de ligação, foi realizada uma simulação computacional de elementos finitos 2D da delaminação com várias relações altura/largura. A Figura 79 apresenta os resultados dessas simulações. Foi observado que as alturas dos picos dependem destas relações; como consequência, espera-se que as cadeias de montanhas experimentais exibam alturas de pico variadas ao longo do seu comprimento. Por outro lado, essas variações na simulação 3D de delaminação (Figura 78a) provavelmente resultam de adaptações complexas da malha durante a simulação.

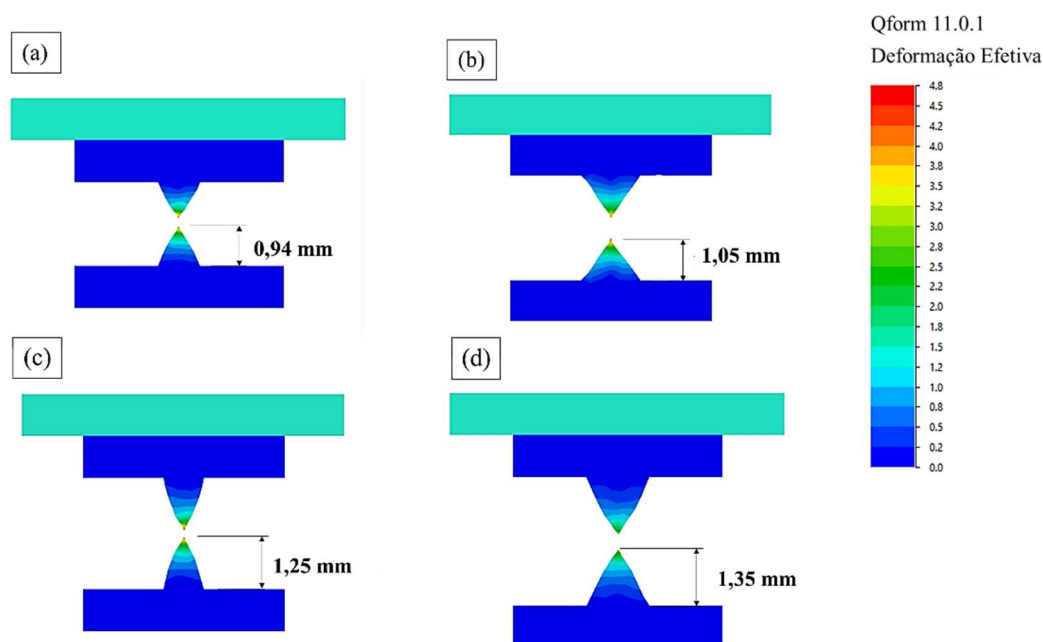


Figura 79. Resultado das simulações computacionais em 2D para ligações entre as chapas superior e inferior com dimensões (altura x largura) de (a) 1 x 1 mm (b) 1 x 1,5mm (c) 1,5 x 1 mm e (d) 1,5 x 1,5 mm.

A figura 80 mostra a evolução da força de delaminação para os diferentes picos e diferentes relações altura - largura, à medida que a simulação de delaminação 2D progride. As forças obtidas e ilustradas no gráfico estão normalizadas em relação à largura da união para cada caso, para efeitos de comparação. Foi observado que a evolução é bastante similar para as diversas geometrias, passando por um pico inicial seguida de uma carga decrescente até a separação das duas chapas, com a maior carga necessária para delaminação em relação à largura da união para e espessura de 1,5, porém o maior deslocamento observado foi obtido para a relação 1,5 x 1,5 mm. Em princípio, uniões mais largas e de baixa altura necessitarão de um pouco mais de carga do que as outras configurações, para que ocorra a delaminação.

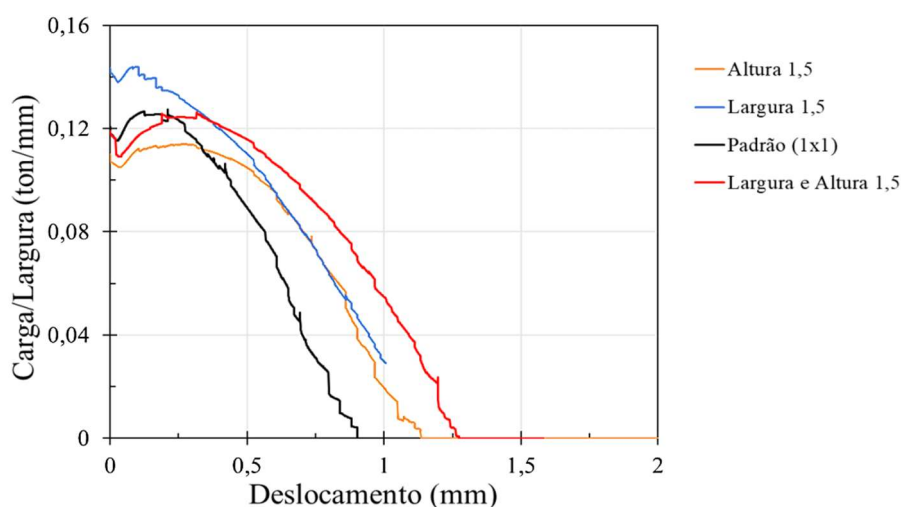


Figura 80. Cargas necessárias para a delaminação das diversas uniões mencionadas na Figura 80, por unidade de largura da união.

A Figura 81 mostra a evolução da ultramicrodureza do material ao longo da espessura de uma chapa de alumínio recozida que teve sua superfície escovada com escova de aço. Perfis de dureza da chapa foram avaliados em três locais distintos da seção transversal (borda direita, centro e borda esquerda), revelando um endurecimento próximo à superfície escovada e profundidades variadas afetadas pela escovação, que podem atingir até $\approx 200 \mu\text{m}$.

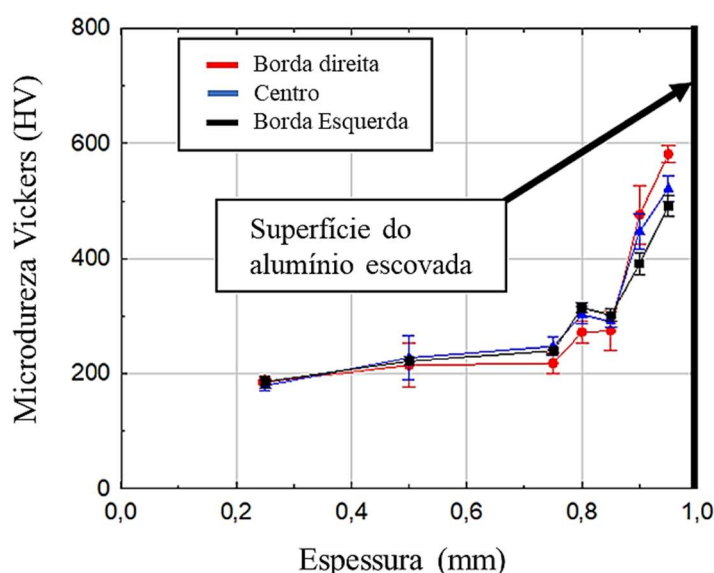


Figura 81. Evolução da ultra microdureza ao longo da espessura de chapas de aço de alumínio recozido escovado.

5.3 Ensaio de Tração

A Figura 82 ilustra as curvas de tensão deformação dos compósitos submetidos a dois, quatro e seis ciclos de ARB (a) e CARB (b), sem inserção de nanotubos de carbono entre os passes, e ARB (c) e CARB (d), com inserção de nanotubos de carbono entre os passes, juntamente com a curva do alumínio recozido utilizado nos ensaios.

Conforme observado, o limite de resistência à tração das amostras de ARB e CARB sem adição de NTC aumentam à medida que o número de ciclos aumenta continuamente até o sexto ciclo, atingindo cerca de 142,65 MPa (para ARB) e 175,6 MPa para CARB, um aumento desta propriedade quando comparado ao alumínio recozido (78 MPa).

A respeito dos valores obtidos do limite de resistência à tração nos compósitos processados por CARB (Figura 82d) e ARB (Figura 82e), com inserção de nanotubos de carbono, foi observado também que estas propriedades aumentaram em função do aumento dos ciclos de laminação, com uma maior tendência de crescimento destas propriedades.

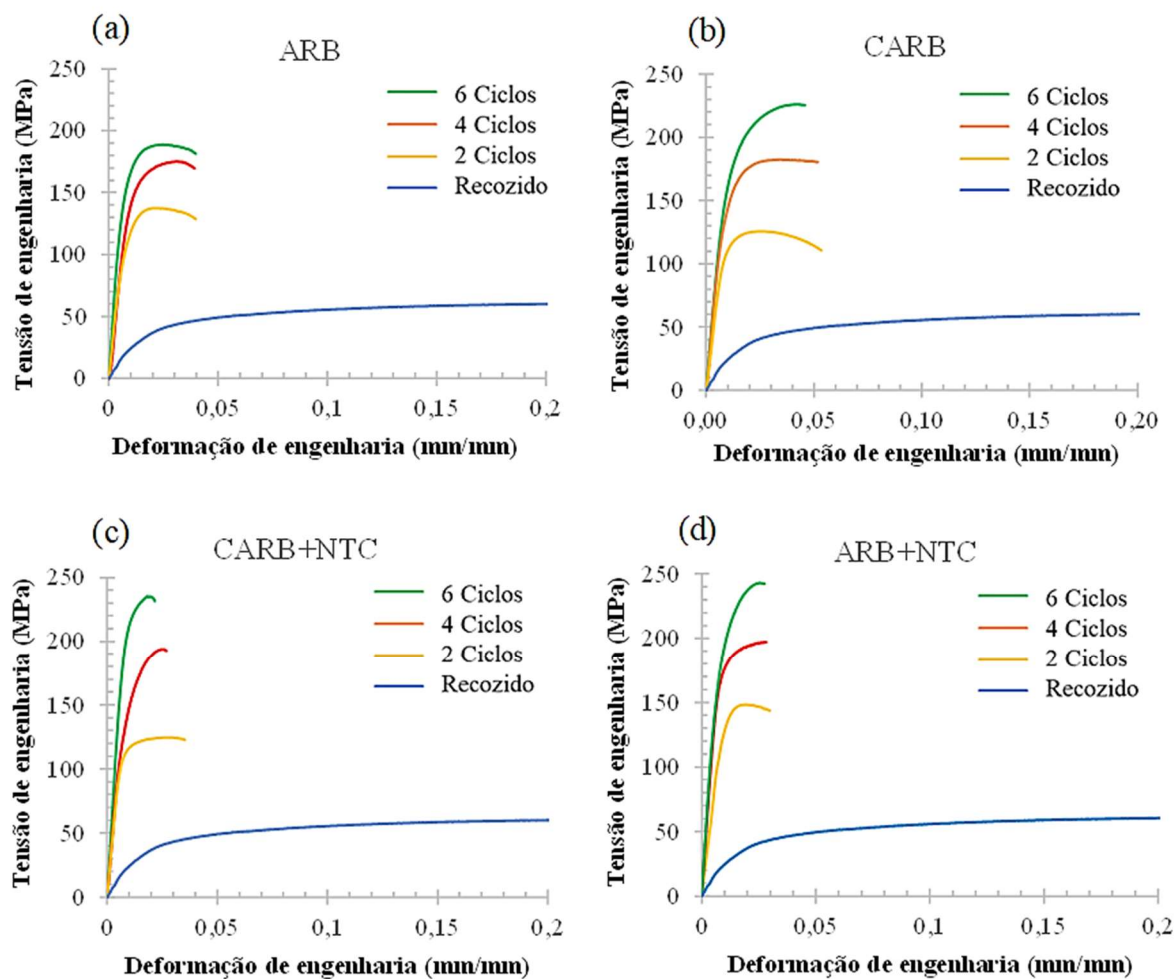
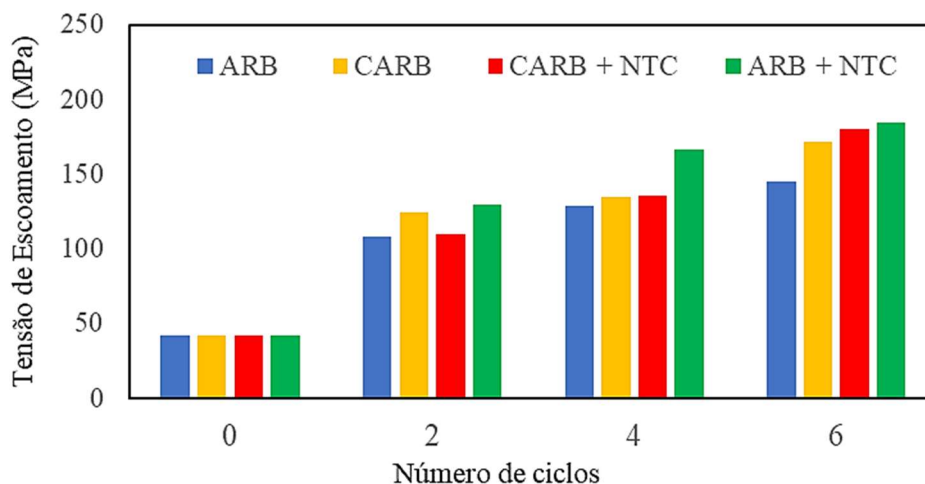


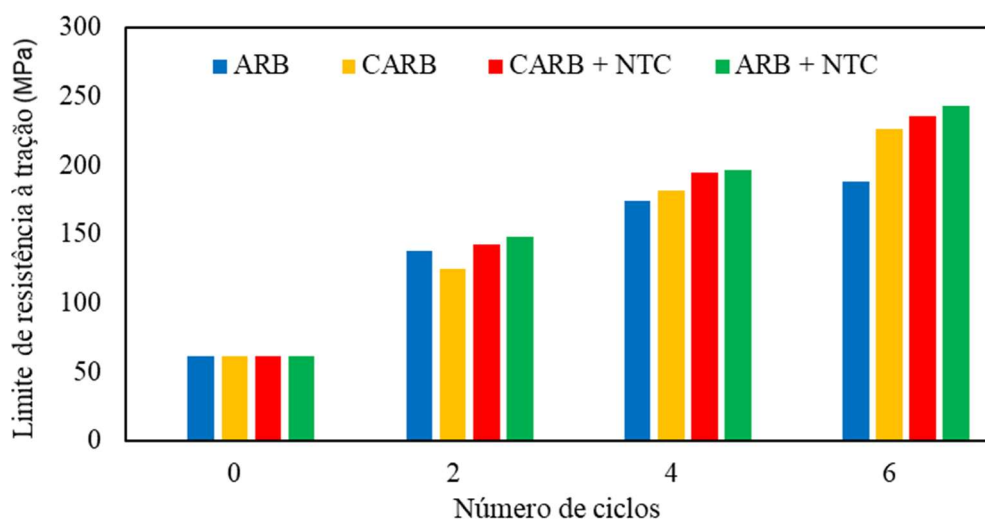
Figura 82. Curvas Tensão deformação para 2, 4 e 6 ciclos de ARB e CARB, com e sem nanotubos de carbono e para o alumínio recozido.

Entretanto, foi observado maiores valores para o limite de resistência à tração (243,1 MPa) nos compósitos produzidos por ARB com inserção de nanotubos de carbono, embora tais valores não terem sido valores significativamente maiores em relação aos valores desta propriedade em relação ao CARB com inserção de nanotubos de carbono (235,3 MPa).

As Figuras 83 e 84 ilustram os gráficos comparativos do limite de resistência à tração e tensão de escoamento, respectivamente, para o alumínio recozido e para dois, quatro e seis ciclos de laminação por ARB e CARB, com e sem adição de nanotubos de carbono.



Figuras 83. Gráfico comparativo do limite de resistência à tração para o alumínio recozido e para dois, quatro e seis ciclos de laminação por ARB e CARB, com e sem adição de nanotubos de carbono.



Figuras 84. Gráfico comparativo da tensão de escoamento para o alumínio recozido e para dois, quatro e seis ciclos de laminação por ARB e CARB, com e sem adição de nanotubos de carbono.

Com relação à variação do alongamento percentual nas chapas processadas por ARB e CARB, sem adição de nanotubos de carbono, os valores apresentaram redução acentuada, quando comparados com o valor do alongamento percentual do alumínio recozido (25 %). Entretanto a perda do alongamento não apresentou redução significativa até o sexto ciclo de laminação (média de aproximadamente 4,5%).

Nos compósitos processados por ARB e CARB, com adição de nanotubos de carbono, a redução do alongamento percentual também foi acentuada, com diminuição mais significativa nos compósitos CARB, com adição de nanotubos de carbono (média de aproximadamente 2,4 %) que os compósitos ARB, com adição de nanotubos de carbono (média de aproximadamente 3,5 %).

Além disso, foi observado que a redução da ductilidade ao longo dos ciclos de ARB + NTC foi menor que o os compósitos CARB + NTC. A Figura 85 ilustra o gráfico comparativo do alongamento percentual para o alumínio recozido e para 2,4 e 6 ciclos de laminação por ARB e CARB, com e sem adição de nanotubos de carbono.

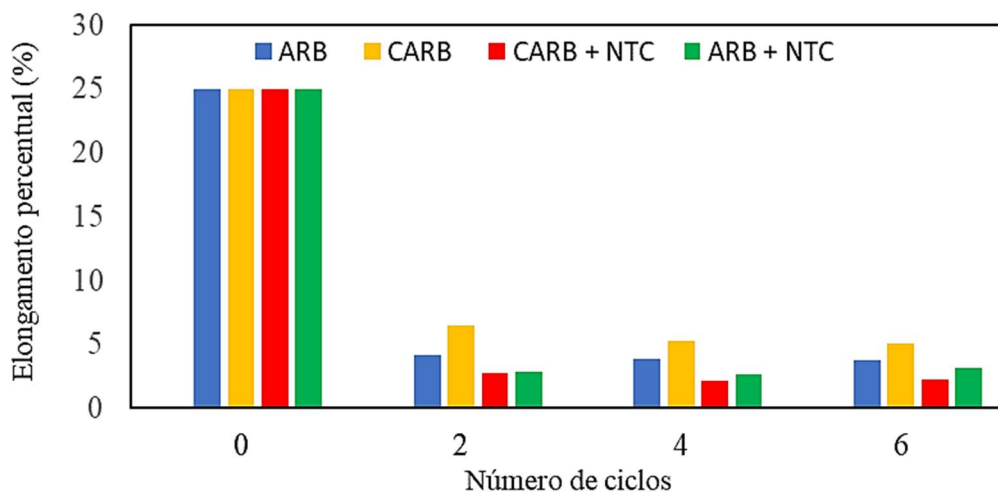


Figura 85. Gráfico comparativo do alongamento percentual para o alumínio recozido e para dois, quatro e seis ciclos de laminação por ARB e CARB, com e sem adição de nanotubos de carbono.

6 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

A ocorrência de fraturas longitudinais e transversais observadas nas Figuras 55 a 57 é um fenômeno comum em processamentos baseados em ARB e CARB e reportados na literatura sobre o assunto (SHEY, 1980; NASRESFAHANI *et al.*, 2019). Apesar de se adotar o corte de faixas laterais antes da laminação, para ambos processos, os resultados indicam que a propagação de trincas e fraturas estariam também relacionados a outros fenômenos, como a mudança na direção de processamento e o aumento do encruamento na superfície das amostras após os passes sucessivos de laminação (YOU *et al.*, 2021).

Uma vez que a qualidade superficial da amostra processada com seis ciclos de ARB (Figura 58) com aquecimento inicial e intermediário de 400 °C por 5 minutos apresentou bons resultados, e que o grau de adesão entre as chapas tende a aumentar nos ciclos subsequentes, sem ocorrência de delaminação da amostra (EIZADJOU *et al.*, 2009; GAO *et al.*, 2016; KHAN *et al.*, 2021), acredita-se que nessas condições experimentais seria possível utilizar até um número maior de passes de laminação, se for julgado adequado, mantendo o acabamento superficial e reduzindo a tendência natural das amostras de endurecimento e surgimento de trincas, devido ao encruamento do material (NATTAR *et al.*, 2021).

A variação irregular nos ensaios de delaminação (Figura 61) após 100 mm da força de adesão para as amostras de 2, 4 e 6 passes de ARB e mesmo as fraturas das chapas observadas no ensaio de delaminação, conforme ilustrado na Figura 62, estariam diretamente relacionados à variação das forças normais e de cisalhamento durante o processamento de laminação, provenientes da deformação elástica dos rolos (PEREIRA *et al.*, 2021), alteração quanto à preparação da superfície das chapas antes da laminação por ARB (GAO *et al.*, 2016) e até mesmo a presença de ar entre as duas superfícies, responsável por causar oxidação de regiões pontuais do metal caldeado, diminuindo a adesão e causando variações na união das amostras e na resistência à delaminação (GHALEHBANDI *et al.*, 2109).

As imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura na região de interface entre duas chapas que sofreram corte e delaminação após dois ciclos de laminação (Figuras 64) indicaram formações características de ocorrência de fratura dúctil nas camadas de alumínio ao mesmo tempo de ocorrência de pontos de adesão entre as chapas se alternando, de forma semelhante às relatadas por Abbasi *et al.* (2014), para a superfície de compósitos produzidos por ARB, para o mesmos ciclos de laminação e posterior ensaios de flexão, indicando que nos ciclos iniciais de laminação por ARB já é possível se obter adesão inicial entre chapas.

O aumento na frequência e intensidade de ligação à medida que aumenta a redução da espessura das camadas individuais no ARB, demonstrado na da Figura 65, mesmo para dois ciclos de ARB, está de acordo com os resultados da literatura. Heydari *et al.* (2018) relatou, em estudos utilizando ARB, que a adesão de sucessivas camadas metálicas é mais efetiva em estágios iniciais, uma vez que a área do metal virgem é mais extensa e susceptível à quebra da camada de óxido, permitindo os mecanismos de ligação se tornam mais frequentes.

A presença de linhas sinuosas brancas (Figura 66a) com orientação aproximada perpendicular à direção de laminação também já foi relatada (JAMAATI *et al.*, 2011). Isto está novamente ligado ao aumento do comprimento do material à medida que a redução da espessura aumenta. Por outro lado, não foi encontrada discussão na literatura, seja pelo seu formato sinuoso ou pela presença de linhas mais finas ao longo do sentido de laminação. Essas linhas sinuosas divergem de topografia da região de laminação (Figura 66b).

A Figura 67 de imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura da superfície ao longo da região longitudinal ilustra que tais regiões brancas e sinuosas correspondem a “montanhas e cumes”, exibindo várias alturas, base espessura e comprimentos. Um detalhe onde a fratura dúctil apresenta *dimples* espalhados em alguns locais das superfícies observadas na região de delaminação, indicando regiões de adesão e de fraturas, que por diferenças de forças do primeiro, fraturaram durante o processo de delaminação.

A interface entre duas chapas que sofreram delaminação e fratura após dois ciclos de ARB (Figura 69a) e seis ciclos de ARB (Figura 69b) ilustra o aumento das regiões caldeadas, entre as chapas, uma vez que os poros entre as duas chapas (onde não houve caldeamento) são maiores e mais frequentes após 2 passes que após 6 passes.

A presença das regiões brancas aproximadamente perpendiculares para a direção de laminação mostrada na Figura 70 já foram relatados na literatura, bem como o fato de sua largura aumentar à medida que a redução na espessura aumenta (JAMAATI *et al.*, 2011). Isto é devido ao aumento do alongamento do material à medida que a redução da espessura e o número de passes aumenta. A superfície analisada na Figura 71(a) corresponde a um aumento de $\approx 50\%$ na área da amostra.

Por outro lado, a área coberta pelas regiões brancas observadas é bastante inferior a 50%. Isto se deve ao fato de que o verdadeiro contato entre as chapas submetidas ao ARB ocorre em picos superficiais, onde a ligação do metal começa e depois se propaga. A área de ligação é, portanto, menor que o aumento da área causado pelo alongamento da chapa por laminação.

As fissuras descritas nas Figuras 71 e 72 apresentam as seguintes características: (i) suas bordas com a superfície delaminada não são nítidas, mas arredondadas, (ii) linhas situadas nas superfícies delaminadas, mas fora de suas faces continuam dentro de suas faces, o que é típico de dobras de material, e não fissuras, (iii) situam-se na raiz de degraus pronunciados nas superfícies delaminadas e (iv) apresentam uma espessura uniforme ao longo da sua profundidade e as linhas nas suas paredes laterais não são contínuas ao longo da superfície.

De acordo com as imagens da Figura 73, as regiões brancas observadas na Figura 70 corresponde aos chamados “cumes montanhosos” nas superfícies delaminadas (MEHR *et al.*, 2014). Essas cristas sinuosas exibem várias alturas e comprimentos e podem apresentar-se dúcteis, com presença de *dimples* (ver detalhes na Figura 73(b)) (AKHAVAN *et al.*, 2021). As Figuras 74 e 75 indicam que elas resultam de fraturas características de rupturas dúcteis completas (redução de até 100% na área) de regiões de adesão localizadas entre as camadas delaminadas. Tal comportamento é típico de materiais com baixo nível de inclusões submetidos a baixo ou negativo estados triaxiais de tensão (EBRAHIMI *et al.*, 2022).

Na situação observada, as tensões normais nos cumes ou cristas devem ser baixas, pois sua baixa espessura (cerca de 20 a 40 μm) não geraria tensões transversais apreciáveis. Para situações em que a ligação ocorre em áreas não lineares maiores, as tensões trativas e tensões transversais do tipo Bridgman podem ser geradas (EDALATI *et al.*, 2022), inclusive levando a formação de *dimples*, como mostrado no detalhe da Figura 74b. Tal mecanismo é relatado no trabalho de Mohamed e Washburn em pesquisas sobre *Solid State Welding* (1975).

Os resultados de perfilometria (Figuras 76 e 77) mostram que a altura dos cumes das montanhas no delaminado superfícies diminui em altura e é mais espalhada à medida que a redução da espessura no ARB aumenta. A espessura das camadas metálicas individuais no ARB diminui à medida que o número de passes aumenta; por exemplo, depois de cinco ciclos ARB, existem 32 camadas de chapa, cada uma com uma espessura de $\approx 30 \mu\text{m}$.

Uma diminuição na altura das intercamadas de adesão também deve ocorrer e, como consequência sua ruptura dúctil resultará em menor “cumes de montanhas” à medida que o número de passes de ARB aumenta, confirmando as observações qualitativas relativas à topografia da superfície delaminada após dois e seis ciclos de ARB.

A análise de elementos finitos da delaminação (Figuras 78) confirmou os resultados para a formação de “cumes montanhosos” observadas experimentalmente, apresentando diversas espessuras e alturas, que são controladas pelas dimensões das fissuras superficiais de óxido/camada de cobertura exibindo uma distribuição de tamanhos (Figura 79), que se refletem no parâmetro carga / largura (Figura 80).

Em relação à camada de cobertura na presente investigação, a Figura 81 mostra que a preparação da superfície com escovas de aço para o primeiro passe ARB com chapas de alumínio inicialmente recozidas leva a alta dureza superficial; além disso, a profundidade da camada afetada atinge até $\approx 200 \mu\text{m}$, o que é muito superior à espessura do óxido sugerida por Mohamed e Washburn ($0,02 - 0,1 \mu\text{m}$) (1975).

No segundo ciclo de ARB as diferenças de dureza longe e perto da superfície escovada diminuirão, uma vez que o material inicial, como um todo, foi deformado com uma redução de espessura de $\approx 50\%$ e já apresenta um alto nível de deformação; o alumínio apresenta uma baixa capacidade de endurecimento por trabalho, e a laminação adicional causará menos endurecimento do que o primeiro ciclo.

Passagens adicionais de ARB levariam, portanto, a gradientes decrescentes de dureza ao longo da espessura da camada. Após 5 passes de ARB existem 32 camadas metálicas com espessura média $\approx 30 \mu\text{m}$, que sofreriam todo o efeito da escovação do aço. Também foi relatado que a espessura das camadas varia ao longo de seu comprimento, com a formação de *necks* sucessivos (ROY *et al.*, 2012). Conclui-se que, à medida que o número de passes ARB aumenta, a camada de cobertura mencionada por Bay (1979) poderia realmente cobrir toda a espessura das camadas metálicas individuais.

Os valores obtidos nos ensaios de tração indicam que a adição dos nanotubos de carbono pode ter afetado os mecanismos responsáveis pela variação das propriedades mecânicas, uma vez que foi observado um comportamento alternado dos resultados obtidos para ARB e CARB, com e sem nanotubos de carbono. As Figuras 82a e 82b ilustram as curvas tensão deformação para 2, 4 e 6 ciclos de ARB e CARB, sem nanotubos de carbono, onde foram observados maiores valores do limite de resistência à tração e do alongamento percentual para todos os ciclos de CARB em relação ao ARB. Esse comportamento tem sido explicado devido à dois mecanismos responsáveis pelo aumento da resistência dos materiais nos processos que utilizam SPD: encruamento e o refinamento de grãos (NASERI *et al.*, 2015). Com relação ao encruamento, com o aumento do número de passes, a densidade de deslocamentos aumenta como resultado de deformação plástica, tornando o material mais resistente, em detrimento da diminuição do alongamento de tração por aumento de passes (MO *et al.*, 2019).

De acordo com a literatura, no refino de grão, a deformação plástica também provoca a redução do tamanho dos grãos existentes. Da mesma forma, ao se aumentar o número de passes no processamento por ARB, normalmente observa-se um aumento no comprimento dos grãos alongados, enquanto sua espessura diminui. Assim, quanto maior é o número de passes, maior seria o processo de subdivisão desses grãos em grãos menores.

No CARB, o aumento do comprimento do grão é menor em comparação com o processo ARB, uma vez que a amostra é girada em 90 graus em torno de direção normal, após cada ciclo, enquanto o mecanismo de subdivisão dos grãos ocorre de maneira semelhante ao processo ARB (ALIZADEH *et al.*, 2014). Portanto, o espaçamento entre os contornos de grãos torna-se menor do que no processo ARB, pois os contornos lamelares estão perpendiculares à direção de laminação em um ciclo e paralelos à direção de laminação no próximo ciclo, fazendo com que haja uma redução no espaçamento dos limites dos contornos de grãos, situação já descrita em diversos artigos na literatura (DEHGHAN *et al.*, 2020, EBRAHIMI *et al.*, 2022; TOROGHINEJAD *et al.*, 2023).

As Figuras 82c e 82d ilustram as curvas tensão deformação para 2, 4 e 6 ciclos de ARB e CARB, com NTCs, onde foi observado, ao contrário do compósito produzidos por ARB e CARB sem adição de nanotubos de carbono, maiores valores do limite de resistência à tração e do alongamento percentual para todos os ciclos de ARB em relação ao CARB.

A inserção dos NTC nas interfaces entre camadas provocaria o refino de grãos, aumentando da densidade de deslocamentos e maior encruamento (SHAHSAVAR *et al.*, 2019), o que aumenta a resistência do compósito ARB+NTC. Além disso, as partículas de reforço atuam como barreiras ao movimento das deslocamentos dificultando a deformação do material. Deve-se lembrar que o diâmetro das partículas de NTC são menores que os reforços normalmente usados, como Al_2O_3 ou SiC , o que contribuiria para o aumento da resistência final (NASRESFAHANI *et al.*, 2018).

Em relação à variação do alongamento percentual nas chapas processadas por ARB e CARB, sem a adição de nanotubos de carbono, observou-se uma redução acentuada em comparação com o alongamento percentual do alumínio recozido. Estudos na literatura (ALVAND *et al.*, 2017) indicam que o ARB leva a uma diminuição do alongamento. Naseri *et al.*, (2023) demonstraram que chapas de alumínio processadas por CARB exibiram uma redução no alongamento percentual em comparação com o alumínio recozido, com valores de alongamento máximo de 8%, após oito ciclos de ARB, e de 12%, para CARB.

Fatores como o endurecimento por deformação e redução da densidade de deslocamentos não tão acentuada no CARB, em relação ao ARB, seriam as causas dessas observações. A literatura sobre compósitos processados por ARB/CARB+NTC (MOROVVATI *et al.*, 2017; RATHINAVEL *et al.*, 2021), apesar de escassa, cita a distribuição e interação dos NTCs com as deslocamentos como possíveis alternativas para a redução mais acentuada do alongamento percentual no ARB.

As Figuras 83, 84 e 85 detalham, respectivamente, os valores obtidos para o limite de resistência à tração, a tensão de escoamento e o alongamento percentual para o alumínio recozido e para dois, quatro e seis ciclos de laminação por ARB e CARB, com e sem adição de nanotubos de carbono de maneira discretizadas que ratificam os fenômenos observados acima.

A Figura 86 mostra um detalhe de uma região próxima à raiz de um degrau maior na superfície delaminada, indicando uma possível formação de uma dobra. Esta observação sugere um mecanismo para a formação posterior de dobras, conforme descrito na Figura 87.

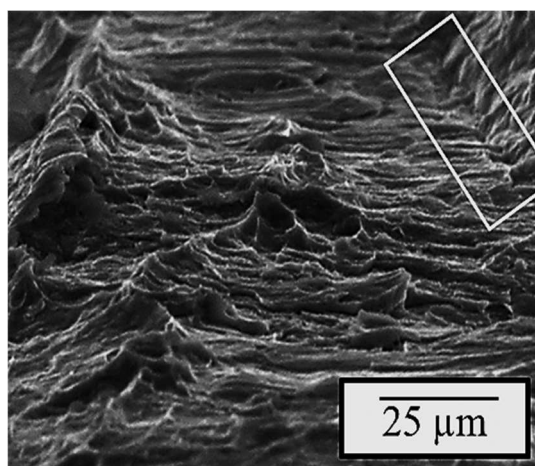


Figura 86. Possível formação inicial de uma sobreposição na raiz de um degrau maior na superfície delaminada, no detalhe indicado por um retângulo branco.

A Figura 87a mostra a superposição inicial das duas chapas a serem delaminadas, que estabelecem um contato local em um pico na superfície escovada da chapa inferior. As Figuras 87b, 87c e 87d ilustram uma progressão da situação, à medida que o ARB avança. Haverá um contato intenso na região do pico, onde a teoria do filme funcionará e estabelecerá soldas que aparecerão como “cumes de montanha” no topo da chapa inferior delaminada.

O processamento inicial do ARB coloca em contato as duas chapas; o lado da folha superior à direita do contato de pico sofre flexão de uma parte dela, conforme mostrado na Figura 87b. Isto causará a aplicação de uma tensão de tração na chapa superior, conforme mostrado, o que induzirá tensões de compressão e cisalhamento na chapa inferior devido ao atrito entre as duas chapas. A lâmina inferior sofre então algum espessamento conforme mostrado, na raiz do degrau maior. As Figuras 87c e 87d ilustram o andamento da situação, resultando na formação de uma dobra na parte inferior do degrau maior.

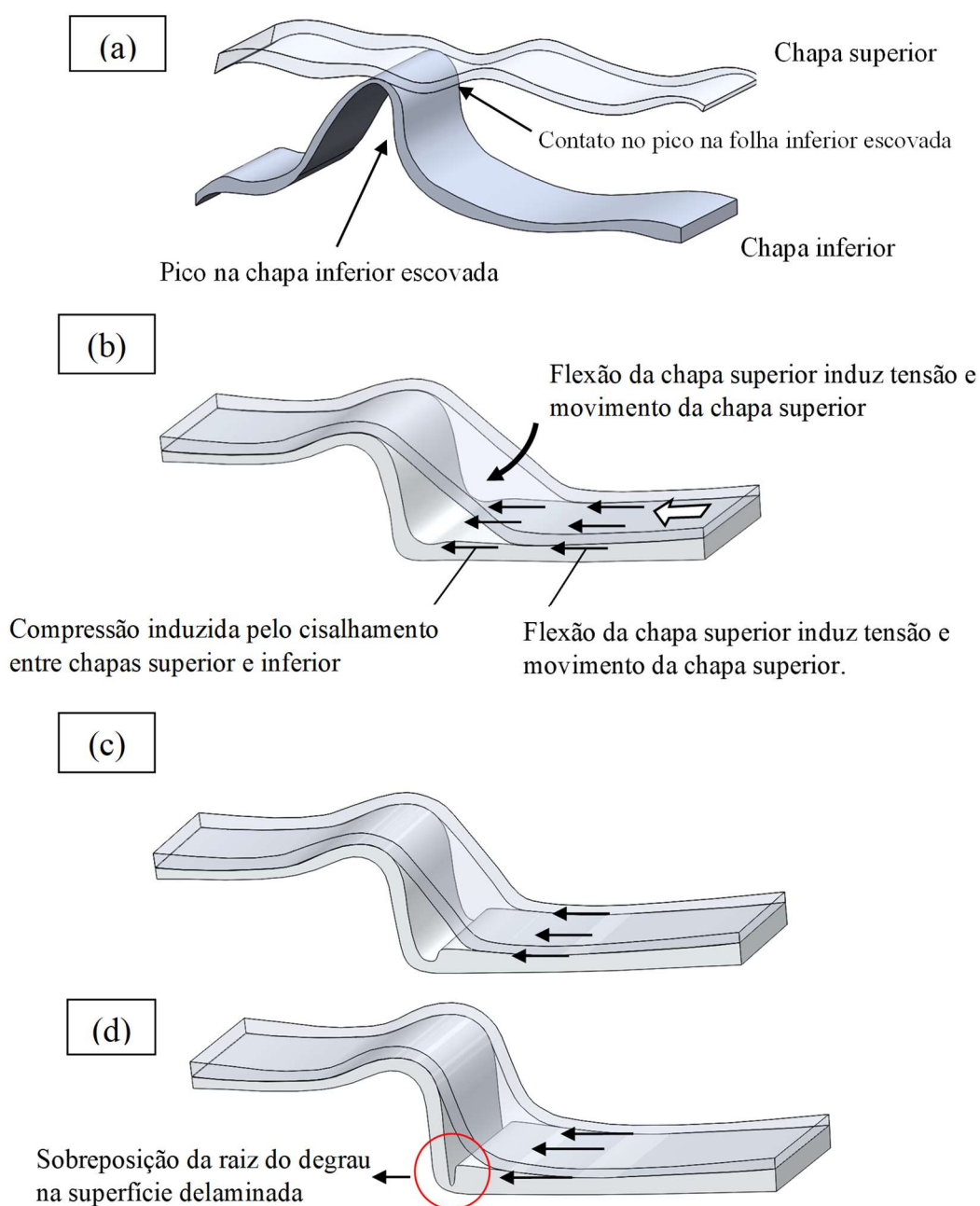


Figura 87. (a) Contato inicial esquemático entre duas chapas a serem delaminadas antes de 1 passagem de ARB. (b, c, d) configurações sucessivas entre duas chapas a serem delaminadas à medida que o ARB avança.

A Figura 88 representa uma descrição esquemática da superfície delaminada da Figura 71, com dimensões bem aproximadas. Se a geometria observada realmente corresponder a uma dobra e não a uma fissura, a espessura uniforme de $\approx 10 \mu\text{m}$ ao longo de sua altura contrasta com uma provável baixa espessura no final do processo ilustrado na Figura 87. A geometria da dobra na Figura 88 pode originar-se da deformação de tração na superfície delaminada desenvolvida na flexão conectada à delaminação.

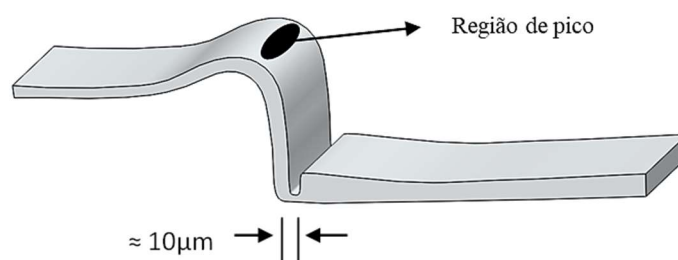


Figura 88. Superfície delaminada esquemática na Figura 9 com dimensões aproximadas.

A teoria do filme (BAY, 1983, 1985) pode explicar a formação das adesões normais à direção laminação: o metal se alonga apenas na direção de laminação sob condições de deformação plana e, portanto, a frágil camada de óxido superficiais e/ou camadas de cobertura de baixa ductilidade tendem a fraturar na direção normal de laminação, de acordo com o mecanismo ilustrado na Figura 81a, que descreve a formação de uma fissura e a extrusão seguida da adesão do material no contato entre duas superfícies ásperas (GAO *et al.*, 2016).

O alongamento do material na direção de laminação aumenta à medida que passes de laminação sucessivos são aplicados no ARB (ROY *et al.*, 2016), aumentando a largura dessas fissuras na direção de laminação (Figura 71b). A adesão formada através deste mecanismo se propaga na direção transversal do material laminado e cresce nessa direção, partindo de núcleos locais originados de asperezas.

Uma suposição no modelo da Figura 89a é que a diferença na velocidade entre o metal e o óxido/ camada de cobertura ocorreria apenas na região onde a trinca se manifesta; a velocidade dessas camadas e do metal base é o mesmo, longe da fenda principal. Isso pode de fato levar à periodicidade observada experimentalmente em a formação de fissuras transversais à medida que a tensão no óxido/camada de cobertura oscila após cada fissura ser formada.

Outra possibilidade é que uma infinidade de fissuras muito mais finas se desenvolverão nas camadas de óxido/cobertura ao longo do seu contato, como ilustrado na Figura 89b; a extrusão do metal-base através dessas rachaduras seria mais difícil do que através uma grande fissura, pois apresentam uma alta taxa de extrusão.

Como sucessivos passes de ARB são aplicados, um alongamento crescente da camada de óxido/cobertura ocorreria na direção de laminação e resultaria em uma fragmentação mais pronunciada destes camadas; como consequência, o mecanismo de extrusão que opera nas lacunas do aumento dos fragmentos e muitos pontos de soldagem localizados se desenvolveriam ao longo de camadas alongadas de óxido/cobertura, semelhante à situação descrito por Bay (1983) para a ligação entre camadas cobertas apenas com contaminantes.

Tais camadas aderidas se estenderiam na direção de laminação, em vez das grandes fissuras iniciais, que correm ao longo da transversal direção de laminação. O alongamento provocado pela laminação não afetaria a espessura dessas linhas, uma vez que a deformação na direção transversal na laminação é ≈ 0 . Esta seria a explicação para as finas linhas brancas, correspondendo à ligação da camada ao longo do direção de laminação (Figura 70).

Situações mistas entre fissuras locais e extensa fragmentação de óxido/cobertura camadas são obviamente possíveis, levando à aparência sinuosa de superfícies exibidos nas Figuras 70 e 73. Uma indicação da presença do mecanismo de fragmentação pode ser observada em resultados de estudos de Mohamed e de Washburn, com alumínio de alta pureza após uma deformação de 360%: a separação das partes soldadas levaram a superfícies exibindo praticamente regiões com *dimples*, muitas das quais nucleadas em partículas com tamanhos $\approx 3 \mu\text{m}$.

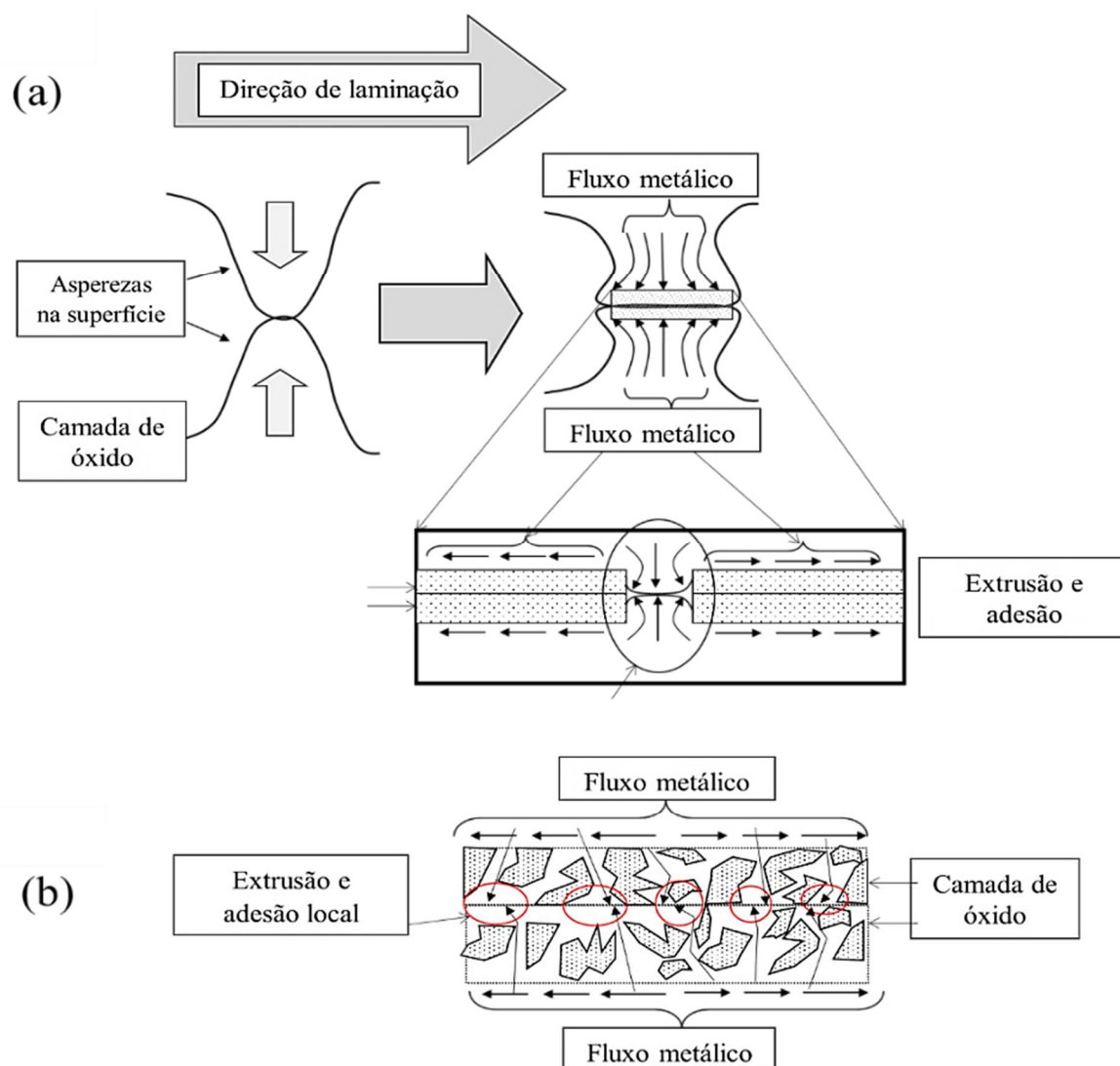


Figura 89. (a) Formação esquemática do processo de adesão de camadas metálicas de acordo com a teoria do filme e (b) possibilidade alternativa de formação de adesão pela profusa fissuração das camadas superficiais de óxido.

Nenhuma informação é dada sobre a natureza destas partículas, mas elas podem se originar do mecanismo descrito de fragmentação de óxido. Em deformações mais baixas (130%) não são observadas tais partículas. O modelo global para o desenvolvimento de adesão entre camadas de metais por ARB envolveria, portanto, os seguintes passos: (i) muitas asperezas localizadas que, ao entrarem em contato, são pressionados uns contra os outros durante a laminação, (ii) rachaduras são geradas nas camadas de óxido/cobertura nessas regiões, (iii) fissuras maiores se propagam na direção de laminação transversal devido ao alongamento do material, (iv) extrusão de material virgem das chapas metal superior e inferior através dessas rachaduras estabelecem ligações metálicas na direção transversal de laminação, (v) ligações localizadas iniciais também pode levar à quebra da camada de óxido/cobertura ao longo da direção de laminação, (vi) com algum grau de fragmentação, o mecanismo de extrusão intervém e as ligações são também estabelecidas na direção de laminação, e (vii) as regiões brancas ao longo da direção de laminação são mais finas do que na direção transversal porque resultam apenas de o alongamento do material, sem qualquer expansão na direção transversal.

Vale ressaltar que as linhas finas geralmente começam e terminam na parte transversal mais espessa linhas brancas, provavelmente onde se originaram ou terminaram.

A análise por elementos finitos da delaminação (Figura 79 e 80) confirma os resultados para a formação de “cumes montanhosos” observadas experimentalmente, apresentando diversas espessuras e alturas, que são controladas pelas dimensões das fissuras superficiais de óxido/camada de cobertura exibindo uma distribuição de tamanhos, que se refletem no parâmetro carga / largura (Figura 80).

Em relação à camada de cobertura na presente investigação, a Figura 81 mostra que a preparação da superfície com escovas de aço para o primeiro passe ARB com chapas de alumínio inicialmente recozidas leva a alta dureza superficial; além disso, a profundidade da camada afetada atinge até $\approx 200 \mu\text{m}$, o que é muito superior à espessura do óxido sugerida por Mohamed e Washburn ($0,02 - 0,1 \mu\text{m}$) (1975). No segundo ciclo de ARB as diferenças de dureza longe e perto da superfície escovada diminuirão, uma vez que o material inicial, como um todo, foi deformado com uma redução de espessura de $\approx 50\%$ e já apresenta um alto nível de deformação; o alumínio apresenta uma baixa capacidade de endurecimento por trabalho, e a laminação adicional causará menos endurecimento do que o primeiro ciclo.

Passagens adicionais de ARB levariam, portanto, a gradientes decrescentes de dureza ao longo da espessura da camada. Após 5 passes de ARB existem 32 camadas metálicas com espessura média $\approx 30 \mu\text{m}$, que sofreriam todo o efeito da escovação do aço.

Também foi relatado que a espessura das camadas varia ao longo de seu comprimento, com a formação de *necks* sucessivos (ROY *et al.*, 2012). Conclui-se que, à medida que o número de passes ARB aumenta, a camada de cobertura mencionada por Bay (1979) poderia realmente cobrir toda a espessura das camadas metálicas individuais. As hipóteses de Mohamed e Washburn (1975) e de Bay (1983) poderiam assim eventualmente fundir-se numa única consideração acerca da “teoria do filme”.

7 CONCLUSÕES

Estudos preliminares foram eficientes na produção de compósitos produzidos por ARB e CARB, com e sem inserção de NTCs. Foi observado, após os ensaios de tração, que os compósitos com inserção de NTCs apresentaram propriedades mecânicas superiores, em relação ao limite de resistência à tração e à tensão de escoamento; houve um aumento em relação à tensão de escoamento e do limite de resistência à tensão de 244,4% e 208,6%, para as amostras processadas por 6 ciclos de ARB, 308,5% e 270,8 %, para as amostras processadas por 6 ciclos de CARB, 329 % e 285,7% para as amostras processadas por 6 ciclos de CARB+NTC e 338,8 % e 298,5 % para as amostras processadas por 6 ciclos de ARB+NTC, respectivamente, em relação as amostras ensaiadas em estado recozido.

O alongamento percentual apresentou uma redução de aproximadamente 90.8% para as amostras processadas por 6 ciclos de CARB + NTC, 87.2 % para as amostras processadas por 6 ciclos de ARB + NTC, 84.8 % para as amostras processadas por 6 ciclos de ARB e 79.6 % para as amostras processadas por 6 ciclos de CARB, em comparação com as amostras em estado recozido. Tal efeito é reportado na literatura sobre compósitos fabricados por ARB e CARB, com sem adição de nanoreforços.

O processo de adesão a frio, também conhecido como *Solid State Welding* (SSW) foi estudado em amostras processadas por ARB, tomando como base o mecanismo mais aceito na literatura, denominado como "teoria do filme". A presente tese apresentou novos aspectos dos mecanismos de SSW durante ARB de alumínio, envolvendo análise das vistas laterais de superfícies delaminadas utilizando Microscopia eletrônica de varredura, simulações computacionais e perfilometria:

As regiões brancas, observadas nas superfícies delaminadas após ARB, são aproximadamente perpendiculares a direção de laminação correspondem aos chamados "cumes de montanhas", resultante da ruptura totalmente plástica, até 100% redução de área, das regiões de adesão locais.

O número e a largura dessas linhas aumentam com o número de passes de ARB. Regiões brancas também são observadas paralelamente a direção de laminação, correspondendo a "cumes de montanhas" nesta direção. Um novo modelo é proposto para sua formação, envolvendo a fragmentação dos óxidos superficiais ao longo da direção de laminação. Propõe-se que o aspecto sinuoso das regiões brancas está associado a vários graus de superposição, durante o ARB, do filme fino e do modelo atualmente proposto para a formação dessas regiões.

Os resultados da perfilometria indicaram que a frequência e intensidade de ligação aumenta à medida que o número de ARB aumento de passes, causando também uma diminuição na altura dos cumes montanhosos e o aumento da sua frequência; isso é causado pela diminuição no comprimento da ligação à medida que a espessura das camadas metálicas individuais no ARB diminui quando o número de passes ARB aumenta.

As análises baseadas em ensaios experimentais e nas simulações por elementos finitos permitiram propor uma interpretação complementar da teoria do filme, propondo a possibilidade alternativa de formação de adesão por meio da quebra e posterior extrusão na camada de óxido seja realizada por um refinamento deste processo, onde esse fenômeno ocorreria de maneira mais profusa nas camadas superficiais de óxido, conforme modelo proposto na Figura 89.

REFERÊNCIAS

- ABBASI, M.; SAJJADI, S.A. Mechanical properties and interface evaluation of Al/AZ31 multilayer composites produced by ARB at different rolling temperatures. *J. Mater. Eng. Perform.* 27, 3508–3520, 2018.
- ALAM, T; HUSAIN, A. Review on aluminum and its alloys for automotive applications. *International Journal of advanced technology in engineering and science*, v.5, Issue 05, 2017.
- ALIZADEH, M., SALAHINEJAD, E. Processing of ultrafine-grained aluminum by cross accumulative roll-bonding. *Materials Science and Engineering: A*, V. 595, 131-13410, 2014.
- ALIZADEH, M., SALAHINEJAD E. A comparative study on metal–matrix composites fabricated by conventional and cross accumulative roll-bonding processes. *Journal of Alloys and Compounds*, 620, 180–184, 2015.
- ALVAND, M.; NASERI. M.; BORHANI, E.; ABDOLLAH-POUR, H. Nano/ultrafine grained AA2024 alloy processed by accumulative roll bonding: A study of microstructure, deformation texture and mechanical Properties. *Journal of Alloys and Compounds*, 712 517- 525, 2017.
- AMIRKHANLOU, S. et al. Strengthening Mechanisms in Nanostructured Al/SiC Composite Manufactured by Accumulative Press Bonding. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2016.
- ARDAKANI, M.; AMIRKHANLOU, S.; KHORSAND, S. Cross accumulative roll bonding—A novel mechanical technique for improvement of stir-cast Al/Al₂O₃ nanocomposite properties. *Mat Sci Eng A*. 591, 144–149, 2014.
- ARGENTERO, S. Accumulative roll bonding technology of aluminum alloy. *Metal Magazine*, 23 – 25, 5, 2012.
- ASM HANDBOOK, Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials. ASM International: volume 2, 1992.
- ASM HANDBOOK, Alloy Phase Diagrams. ASM International: vol. 3, 1992.
- ASM HANDBOOK, Heat Treatment. ASM International: v.4, 1991.
- ASTM: D1876 – 08. Standard Test Method for Peel Resistance of Adhesives (T-Peel Test).
- ATTAR, A.; NIA, A; MAZAHARI, Y; GHASSEMALI, E. Improving the Fracture Toughness of Multi-Layered Commercial Pure Aluminum via Warm Accumulative Roll Bonding. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2021.
- BAGHERPOUR, E., REIHANIAN, M., MIYAMOTO, H. Tailoring particle distribution non-uniformity and grain refinement in nanostructured metal matrix composites fabricated by severe plastic deformation (SPD). *J Mater Sci.* 52, 3436–3446, 2017.
- BARAKAT, W.; YOUNIS, M.; SADOUN, A.; FATHY, A.; HABBA, M. Optimization of the accumulative roll bonding process parameters and SiC content for optimum enhancement. *Alexandria Engineering Journal*, 76, 131–151, 2023.
- BAY, N. Cold pressure welding—The mechanisms governing bonding, *J. Mater. Sci. Eng.* 101, 121–127, 1979.

- BAY, N. Mechanisms Producing Metallic Bonds in Cold Welding. *Welding Research Supplement*, 1983.
- BAY, N.; CLEMENSEN, C.; JUELSTORP, O.; WANHEIM, T. Bond Strength in Cold Roll Bonding. *Annals of the CIRP*, 34, 221–224, 1985.
- BAY, N. Cold Welding Part 1: Characteristics, bonding mechanisms, bond strength, *Met. Constr.*, 369–372, 1986.
- BEAUSIR, B.; FUNDENBERGER, J. Analysis Tools for Electron and X-ray diffraction, ATEX - software, www.atex-software.eu, Université de Lorraine - Metz, 2017.
- BENCHERIFA, I.; ALILI, B.; BAUDIN, T.; BRISSET, F.; THIAUDIÈRE, D.; MOCUTA, C.; BRADAI, D. On the microstructure and texture of intermetallic in Al/Mg/Al multi-layer composite fabricated by Accumulative Roll Bonding. *Micron*, V.173, 103507, 2023.
- BEYERLEIN I.; DEMKOWICZ M.; MISRA A. Defect interface interactions. *Prog Mater Science*. 74: 125–210, 2015.
- BEYERLEIN I.; WANG J.; ZHANG R. Mapping dislocation nucleation behavior from bimetal interfaces. *Acta Mater*. 61:7488–7499, 2013.
- BIRADAR, A; RIJESH, M. Surface roughness – the key for roll bonding aluminium. *Mater. Sci. Technol.*; 39(7): 785–794, 2023.
- BIRADAR, A; RIJESH, M. Evolution of microstructure and mechanical properties for multi-layered Al-1100 strips and Al-Graphite composites fabricated by ARB. *Materials Today Communications*, 34, 105027, 2023.
- BUCHNER, M.; BUCHNER, B; BUCHMAYR, B. Investigation of different parameters on roll bonding quality of aluminum and steel sheets, *Int. J. Mater. Form.*1, 1279–1282, 2008.
- CARRILLO, O.; PASTOR, F. Thermal stability of microstructure, mechanical properties, formability parameters and crystallographic texture in an Al-7075 alloy processed by ARB. *Journal of Materials research and Engineering*, 11:2208-2220, 2021.
- CARPENTER J.; NIZOLEK T.; MCCABE R. Bulk texture evolution of nanolamellar Zr-Nb composites processed via accumulative roll bonding. *Acta Mater*. 92:97–108, 2015.
- CHARLES C.F., KWAN, Z. W. A composite nature of cyclic strain accommodation mechanisms of accumulative roll bonding (ARB) processed Cu sheet materials. *Materials Science and Engineering. A* 528, 2042–2048, 2014.
- CHEN, L.; YANG, Z.; JHA, B. Clad metals, roll bonding and their applications for SOFC interconnects, *J. Power Sources* 15, 40–45, 2005.
- CHEN B.; ZHOU X.Y; ZHANG B. Microstructure, tensile properties and deformation behaviors of aluminium metal matrix composites co-reinforced by ex-situ carbon nanotubes and in-situ alumina nanoparticles. *Materials Science & Engineering A*, 795, 139930, 2020.
- CHEN, J; HJELEN, J; ROVEN, H. Application of EBSD technique to ultrafine grained and nanostructured materials processed by severe plastic deformation: Sample preparation, parameters optimization and analysis. *Trans. Nonferrous Metals Society of China*, 221, 801-1809, 2012.
- CHOI, S.H.; KIM, K.H.; OH, K.H.; LEE, D.N. Tensile deformation behavior of stainless-steel clad aluminum bilayer sheet. *Mater. Sci. Eng. A.*, 222, 158–165, 1997.

CLEMENSEN, C.; JUELSTORP, O.; BAY, N. Cold welding. Part 3: Influence surface preparation on bond strength. *Met. Constr.* 18, 625–629, 1986.

COOPER, D. R., ALLWOOD, J.M. The influence of deformation conditions in solid-state aluminum welding processes on the resulting weld strength. *Journal of Materials Processing Technology*, 214, 2576–2592, 2014.

DARMIANI, E. DANAEE, I., GOLOZAR, M. A., TOROGHINEJAD, M. Corrosion investigation of Al–SiC nano-composite fabricated by accumulative roll bonding (ARB) process. *Journal of Alloys and Compounds*, 552, 31–39, 2013.

DEHGHAN, M; QODS, F; GERDOOEI, M; MOHAMMADIAN, H. Effect of inter-cycle heat treatment in accumulative roll-bonding (ARB) process on planar isotropy of mechanical properties of AA1050 sheets. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 30, 2381–2393, 2020.

DEHGHAN, M; QODS, F; GERDOOEI, M; MOHAMMADIAN, H. Comparative Study of the Planar Uniformity of the Mechanical Properties of the AA1050 Strips Processed by Conventional and Cross Accumulative Roll-Bonding Techniques. *The Minerals, Metals & Materials Society*. v. 72, n° 4, 2020.

DEHSORKHI, R; QODS, F.; TAJALLY, M. Investigation on microstructure and mechanical properties of Al/Zn composite during ARB process. *Mater Sci Eng, A*. 530:63–72, 2011.

DIETER, G. *Metalurgia Mecânica*. Editora Guanabara - 2a Ed – 1981.

EBRAHIMI, M.; WANG, Q. ARB of aluminum alloys and composites: An overview of properties and performance. *Journal of materials research and technology*, 19, 4381– 4403, 2022.

EIZADJOU, M., DANESHMANESH H, JANGHORBAN K. Microstructure and mechanical properties of ultra-fine grains aluminum strips produced by ARB process. *J Alloys Comp*; 474:406–15, 2009.

EIZADJOU, M., KAZEMITALACHI A, SHAKUR SHAHABI H, JANGHORBAN K. Investigation of structure and mechanical properties of multi-layered Al/Cu composite produced by accumulative roll bonding (ARB) process. *Compos Sci Technol*; 68:2003–9, 2008.

EIZADJOU, M., MANESH, H., JANGHORBAN K. Investigation of roll bonding between aluminum alloy strips. *Materials and Design* 29, 909–913, 2008.

EIZADJOU, M., MANESH, H., JANGHORBAN K. Mechanism of warm and cold roll bonding of aluminum alloy strips. *Materials and Design*, 30, 4156–4161, 2009.

ELWAN, M., FATHY, A., WAGIH A., ESSA, S., ABU-OQAIL, A. Fabrication and investigation on the properties of ilmenite (FeTiO₃)-based Al composite by accumulative roll bonding. *J Compos Mater*, 2019.

FARAHMAND, B. *Fracture mechanics of metals, composites, welds, and bolted joints application of LEFM, EPFM, and FMDM theory*, Kluwer Academic Publishers, 118–179, 2001.

FARAJI, G.; KIM, H. S.; KASHI, H. T. *Severe plastic deformation methods, processing and properties*. United Kingdom: Elsevier, 2018.

FARAJI, M.; SHABESTARI, S.; RAZAVI, S. The Effects of Cold Rolling and Stabilization Treatment on the Improvement of Microstructure, Mechanical Properties, and Corrosion Behavior of AA5083 Sheet. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 32:2097–2108, 2023.

FARD, N., M.; MIRZADEH, H.; REZAYAT, M.; CABRERA, J. Accumulative Roll Bonding (ARB) of Aluminum/Stainless Steel Sheets. *Journal of Ultrafine Grained and Nanostructured Materials*, v. 50, n°1, 1-5, 2017.

FARID, W.; BAH. T.; KONG, C.; YU, H. A novel way to fabricate high elastic modulus and high strength of TiC reinforced aluminum matrix composite. *Materials and Manufacturing Processes*, 38, 14, 2023.

FERREIRA F.; FERREIRA, I.; CAMACHO, E.; LOPES, F.; MARQUES, A.; VELHINHO, A. Graphene oxide-reinforced aluminium-matrix nanostructured Composites fabricated by accumulative roll bonding. *Composites Part B*, 164, 265–271, 2019.

GANDARILLA, A. F.; GARRIDO, M. S.; BOLMARO, A.; THIERRY, B.; VINCENTI N. JOSÉ, M. A. Microstructural Evolution and mechanical properties on an ARB processed IF steel studied by EBSD. *Materials Characterization*, 118, 332-339, 2016.

GAO, H.; CHARLIE K.; YU, H. Lightweight metal laminated plates produced via (hot, cold and cryogenic) roll bonding: A review. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*. 33337–356, 2023.

GAO, C.; LI, L.; CHEN, X.; ZHOU, D.; TANG, C. The effect of surface preparation on the bond strength of Al-Steel strips in CRB process. *Materials & Design*. V. 107, 205-211, 2016.

GASHTI, S., MAZAHERIA, Y., KESHAVARZB, M. Effect of grain refinement on mechanical and electrochemical properties of ultra-fine grained AA1050 fabricated via ARB process. *Journal of Manufacturing Processes*. 22, 269–27, 2016.

GHALANDARI, L., MAHDAVIAN, M., REIHANIAN, M. Production of Al/Sn multilayer composite by accumulative roll bonding (ARB): A study of microstructure and mechanical properties. *Materials Science & Engineering*. 661, 179 – 186, 2016.

GHALEHBANDI, S., MALAKI, M., GUPTA, M. Accumulative Roll Bonding - A Review. *Applied Sciences*. 9, 3627, 2019.

GHAZANLOU, S.; EGHBALI, B., PETROV, R. Microstructural Evolution and Strengthening Mechanisms in Al7075/ Graphene Nanoplates/Carbon Nano-tubes Composite Processed through Accumulative Roll Bonding. *Materials Science & Engineering A*, 2021.

GHAZANLOU, S.; EGHBALI, B., PETROV, R. EBSD characterization of Al7075/graphene nanoplates/carbon nanotubes composites processed through post-deformation annealing. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 31, 2250–2263, 2021.

GOMES, M. A. Caracterização Mecânica e Microestrutural de Compósitos de Matriz Metálica Al/SiCp e Al/Al₂O₃, obtidos via Interação por Laminação Acumulativa. *Escola de Engenharia da USP (Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica)*, 2015.

GOVINDARAJ, N.; LAUVDAL, S.; HOLMEDAL, B. Tensile bond strength of cold roll bonded aluminium sheets. *J Mat Proc Techno* 213(6): 955-960, 2013.

HABBA, M; YOUNIS, M; SADOUN, A; FATHY, A; BARAKAT, W. On the microstructural and mechanical responses of dual-matrix Al-Ni/SiC composites manufactured using accumulative roll Bonding. *Alexandria Engineering Journal*. 78, 1–14, 2023.

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. 742–747, 1951.

HANDBOOK OF ALUMINUM, v. 7, Physical Metallurgy and Processes, 2005.

HOSSEINI, S.A.; HOSSEINI, M.; MANESH, H.D. Bond strength evaluation of roll bonded bilayer copper alloy strips in different rolling conditions, *Mater. Des.* 32, 76–81, 2011.

HASSANPOUR, H; JAMAATI, R; HOSSEINIPOUR, S. Effect of gradient microstructure on the mechanical properties of aluminum alloy. *Materials Characterization*, 174, 111023, 2021.

HOSSEINI, M.; MANESH, H.D. Bond strength optimization of Ti/Cu/Ti clad composites produced by roll-Bonding. *Mater. Des.*, 80, 122–132, 2015

IBRAHIM, K. S. Carbon nanotubes–properties and applications: a review. *Carbon Letters*, V. 14, n° 3, p. 131-144, 2013.

IJIMA, S. Helical microtubules of graphitic carbon. *Nature*, v. 354, p. 56–58, 1991.

IJIMA, S; ICHIHASHI, T. Single-shell carbon nanotubes of 1-nm diameter. *Nature*. 63, 603–60, 1993.

JAGANNATHAM, M., CHANDRAN, P., HARIDOSS, P., NAYAN, N., BAKSHI, S. Tensile properties of carbon nanotubes reinforced aluminum matrix composites: A review. *Carbon* 160, 14–44, 2020.

JAMAATI R, TOROGHINEJAD, R. Effect of friction, annealing conditions and hardness on the bond strength of Al/Al strips produced by cold roll bonding process. *Mater Des*, 4508–1, 2010.

JAMAATI, R., TOROGHINEJAD, M. Manufacturing of high-strength aluminum/alumina composite by accumulative roll bonding. *Mater. Sci. Eng. A*, 527, 4146–4151, 2010.

JAMAATI, R., TOROGHINEJAD, M. Investigation of the parameters of the cold roll bonding (CRB) process. *Materials Science and Engineering, A* 527, 2320–2326, 2010.

JAMAATI, R.; TOROGHINEJAD, M.; ZAHRANI, E. MOHAMMADI, R. A Low-Cost Method for Manufacturing of Aluminum/Alumina Composite by Anodizing and CRB Process. *TMS2011 Supplemental Proceedings, Vol 3: General Paper Selections*, 669-676, 2011.

JAMAATI, R.; TOROGHINEJAD, M. The role of surface preparation parameters on cold roll bonding of aluminum strips. *J. Mater. Eng. Perform.* 20, 191–197, 2011.

JAMAATI, R., MOHAMMAD, R. J., TOROGHINEJAD, M.; EDRIS, H. Production of nanograin microstructure in steel nanocomposite. *Materials Science & Engineering*, 638, 143–151, 2015.

JAMAATI, R.; NASERI, M.; TOROGHINEJAD, M. R. Wear behavior of nanostructured Al/Al₂O₃ composite fabricated via accumulative roll bonding process (ARB). *Mater. Des.*, 59, 540–549, 2014.

JIANG, X.; HU, M; HE, Q.; CAI, P.; ZHANG, L. Microstructural evolution and mechanical properties of multilayered ARB6/3/6 2N Al processed by accumulative roll bonding. *Journal of Mat. Res. & Techn.* 26:2282 – 2290, 2023.

JÚNIOR, M; MACHADO, A; SALES, W; BARROSO, M. Machining of aluminum alloys: a review. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 86, (9-12), 2016.

KHALEDI, K.; REZAEI, S.; WULFINGHOFF, S.; REESE, S. A microscale finite element model for joining of metals by large plastic deformations. *C. R. Mecanique*, 346, 743–755, 2018.

KHALEDI, K.; REZAEI, S.; WULFINGHOFF, S.; REESE, S. Modeling of joining by plastic deformation using a bonding interface finite element. *International Journal of Solids and Structures*, 160, 68–79, 2019.

KANEKO, S.; FUKUDA, K.; UTSUNOMIYA, H; SAKAI, T.; SAITO, Y. Ultra Grain Refinement of Aluminum 1100 by ARB with Cross Rolling. *Mater. Sci. Forum*, 426–432, 2649–2654, 2003.

KAPOOR, R. Softening of Al during multi-axial forging in a channel die. *Materials Science and Engineering A*, v. 560, p. 404–412, 2013.

KHAN, H; ASIM, K; AKRAM, F; KHAN, A; MANSOOR, B. Roll Bonding Processes: State-of-the-Art and Future Perspectives. *Metals*, 11, 1344, 2021.

KHDAIR, A; ADNAN FATHY A. Enhanced strength and ductility of Al-SiC composites synthesized by accumulative roll bonding. *Journal of materials research and technology*, 9, 478–489, 2020.

KEBRIAEI, R.; VLADIMIROV, I.; REESE, S. Joining of the alloys AA1050 and AA5754 -Experimental characterization and multiscale modeling based on a cohesive zone element technique. *Journal of Materials Processing Technology*, 214, 2146–2155, 2014.

KRALLICS, G.; LENARD, J. G. An examination of the Accumulative Roll-Bonding Process. *Journal of Materials Processing Technology*, 152, p. 154–161, 2014.

KROTO, H.; HEATH, J.; O'BRIEN, S.; CURL, R.; SMALLEY, R. C60: Buckminsterfullerene, *Nature*, 318, 162, 1985.

KURTI, J.; ZOLYOMI, V.; KERTESZ, M.; SUN, G. The geometry and the radial breathing mode of carbon nanotubes: beyond the ideal behavior. *New J. Phys.* 5, 125, 2003.

KÜMMEL, F.; HAUSÖL, T.; HÖPPEL, H.W.; GÖKEN, M. Enhanced fatigue lives in AA1050A/AA5005 laminated metal composites produced by ARB. *Acta Mater.* 120, 150–158, 2016.

LANGDON, T. G. Processing by severe plastic deformation: Historical developments and current impact. *Materials Science Forum*, v. 667–669, p. 9–14, 2011.

LAHIRI, D., BAKSHI, SR., LIU, Y., AGARWAL, A. Dual strengthening mechanisms induced by carbon nanotubes in roll bonded aluminum composites. *Mater Sci. Eng A*, 523:263–70, 2009.

LEE S.H., SAITO, Y., UTSUNOMIYA H. Microstructures and mechanical properties of 6061 aluminum alloy processed by accumulative roll-bonding. *Mater Sci Eng A*, 325:228–35, 2002.

LEI, Z.; ZHANG, B.; LIU, G.; ZHAO, T.; ZHANG, Z.; HUAN GAO, G; CAI, J.; WANG, K. Study on microstructure evolution and fracture behavior of Al/Al/Cu multilayer Composites. *journal of materials research and technology*. 25:5307 – 5317, 2023.

LENARD, J. G. *Primer on Flat Rolling*. Elsevier, Second Edition, 2014.

LI, L.; NAGAI, K.; YIN, F. Progress in cold roll bonding of metals. *Science and Technology of Advanced Materials (IOP Publishing)*, 9, 23001-23012, 2008.

LI, Y., HOUSTEN, W., ZHAO, Y., ZHU, Y. Cu/single-walled carbon nanotube laminate composites fabricated by cold rolling and annealing. *Nanotechnology*, 18: 205607, 2007.

LI, X., G. ZU, WANG, P. Interface strengthening of laminated composite produced by asymmetrical roll bonding. *Materials Science & Engineering A*. 562, 96-100, 2013.

LI, G. Y.; WANG, P.M.; ZHAO, X. Mechanical behavior and microstructure of cement composites incorporating surface-treated multi-walled carbon nanotubes. *Carbon*, v. 43, pág.1239–1245, 2005.

LI, Z.; REZAEI, S.; WANG, T.; HAN, J.; SHU, X.; PATER, X. Recent advances and trends in roll bonding process and bonding model: A review. *Chinese Journal of Aeronautics*, 2022.

LIU, C.; WANG, Q.; JIA, Y.; ZHANG, B.; JING, R.; MA, M.; JING, Q.; LIU, R. Evaluation of mechanical properties of 1060-Al reinforced with WC particles via warm accumulative roll bonding process. *Mater. Des.*, 43, 367–372, 2013.

LIU, W.; KE, Y.; SUGIO, K.; LIU, X.; GUO, Y.; SASAKI, G. Microstructure and mechanical properties of Al_2O_3 -particle-reinforced Al-matrix composite sheets produced by accumulative roll bonding (ARB). *Materials Science & Engineering A*. 850, 143574, 2022.

MA, M.; HUO, P.; LIU, W.; WANG, G.; WANG, D. Microstructure and mechanical properties of Al/Ti/Al laminated composites prepared by roll bonding. *Mater. Sci. Eng.*, 636, 301–310, 2015.

MADAAH-HOSSEINI H; KOKABI, A. Cold roll bonding of 5754 aluminum strips *Materials Science and Engineering*. 335:186–190, 2002.

MAGALHÃES, D. C.; CINTHO, O. M.; RUBERT, J.; SORDI, V; KLIAUGA, A. The role of shear strain during Accumulative Roll-Bonding of multilayered composite sheets: Pattern formation, microstructure and texture evolution *Materials Science and Engineering: A*, 796, 140055, 2020.

MAHDAVIAN, M.M., KHATAMI-HAMEDANI H., ABEDI H.R. Macrostructure evolution and mechanical properties of accumulative roll bonded Al/Cu/Sn multilayer composite. *Journal of Alloys and Compounds*. 703, 605 – 613, 2017.

MANESH, H.; SHAHABI, H. Effective parameters on bonding strength of roll bonded Al/St/Al multilayer strips, *J. Alloys Compd.* 476, 292–299, 2009.

MANESH, H.; KARIMI, T. Study of mechanisms of cold roll welding of aluminium alloy to steel strip, *Mater. Sci. Technol.* 20, 1064–1068, 2004.

MANIKANDAN, N.; KUMAR, V.; MURUGAN, S.; RATHIS, G.; SARAN, K.; SHABARIGANESH, T. Carbon nanotubes and their properties-The review. *Materials Today: proceedings*, V. 46, 2021.

MCBRIDE, B., CLARKE, K., CLARKE, A. Mitigation of edge cracking during accumulative roll bonding (ARB) of aluminum strips. *Journal of Manufacturing Processes*, 55, 236–239, 2020.

MEHR, V.; TOROGHINEJAD, R.; REZAEIAN, A. The effects of oxide film and annealing treatment on the bond strength of Al–Cu strips in cold roll bonding process. *Mater.*, 53, 174–181, 2014.

MEHR, V.; TOROGHINEJAD, M; REZAEIAN, A. Mechanical Properties and microstructure evolutions of multilayered Al/Cu composites produced by accumulative roll bonding process and subsequent annealing. *Mater Sci Eng A*. 601, 40-7, 2014.

MEHR, V.; TOROGHINEJAD, R.; REZAEIAN, A. Effects of processing parameters on the fracture behaviour of cold roll bonded and Accumulative roll bonded Al–Cu lamellar Composites. *Materials Science and Technology*. V.37, 13, 1096–1106, 2021.

MEHR, V.; TOROGHINEJAD, R. On the texture Evolution of Aluminum based Composites Manufactured by ARB Process: a review. *Journal of Materials Research and Technology*. 21, 2022.

METALS HANDBOOK, Volume 9 - Metallography and Microstructures –ASL Handbook Committee - American Society for Metals, ASM International, Metals Park, Ohio, 1985.

MO, T.; CHEN, Z.; H. CHEN, H.; HU, C.; HE, W.; LIU, Q. Tailoring of interface structure and mechanical properties in ARBed 1100/7075 laminated composites by cold rolling. *Materials Science & Engineering A* 755, 97–105, 2019.

MO, T.; CHEN, Z.; H. CHEN, H.; HU, C.; HE, W.; LIU, Q. Multiscale interfacial structure strengthening effect in Al alloy laminated metal composites fabricated by accumulative roll Bonding. *Materials Science & Engineering A*. 766, 138354, 2019.

MOHAMED, H., WASHBURN, J. Mechanism of solid-state pressure welding. *Welding research supplement*, 303-S, 54, 1975.

MOSAFAJAHANABAD, N; ALIZADEH, M; SALAHINEJAD, E. Accumulative roll bonding fabrication, tensile and corrosion characterization of Zn/Al multilayered composites *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 22:191, 2022.

MOZAFFARI A, DANESHMANESH H, JANGHORBAN K. Evaluation of mechanical properties and structure of multi-layered Al/Ni composites produced by accumulative roll bonding (ARB) process. *J. Alloys Comp*; 489:103–9, 2010.

MOROVVATI, M. R, DARIANI, B, M. Experimental investigation of the mechanical properties of aluminum sheets reinforced by carbon nanotubes utilizing accumulative roll bonding process. *Amirkabir J. Mech. Eng.*, 52(3), 1-3, 2018.

NAJAFZADEH, N; QUADIR, M.Z.; MUNROE, P. Through Thickness Microstructural and Texture Inhomogeneity Within Al Layers in ARB-Produced Al-Al (Sc) Layered Composite Sheets. *Metallurgical And Materials Transactions A*, 4772, V. 46A, 2015.

NASERI, M., HASSANI, A., TAJALLY, M. An alternative method for manufacturing Al/B₄C/SiC hybrid composite strips by cross accumulative roll bonding (CARB) process. *Ceramics International*.41, 13461–13469, 2015.

NASERI, M., REIHANIAN, M., BORHANI, E. Effect of strain path on microstructure, deformation texture and mechanical properties of nano/ultrafine grained AA1050 processed by accumulative roll bonding. *Materials Science & Engineering*, 673, 2016.

NASERI, M., REIHANIAN, M., BORHANI, E. A new strategy to simultaneous increase in the strength and ductility of A2024 alloy via accumulative roll bonding (ARB). *Materials Science & Engineering*, 656, 12 – 20, 2016.

NASERI, M.; REIHANIAN, M.; BORHANI, E. Bonding behavior during cold roll-Cladding of tri-Layered Al/brass/Al composite. *J. Manuf. Process*. 24, 125–137, 2016.

NASERI, M.; HASSANI, A.; TAJALLY, M. Fabrication and characterization of hybrid composite strips with homogeneously dispersed ceramic particles by severe plastic deformation. *Ceramics International*, 41, 3, 3952-3960, 2015.

NASERI, M; BORHANI, E.; IMANTALAB, O; JANG, H.; FATTAH-ALHOSSEINI, A. Correlation between crystallographic texture and electrochemical behavior of nano/ultrafine-grained AA2024 alloy processed by accumulative roll bonding process. *Journal of Materials Research and Technology*, 18, 4256-4266, 2022.

NASRESFAHANI, M, SHAMANIAN, M. Development and characterization of Al/MWCNT–Al₂O₃ hybrid composite by accumulative roll bonding. *Journal of Materials Science*, 53, 15, 2018.

NAYAN, N; MISHRA, S; PRAKASH, A; MURTY, S; SAMAJDAR, I. Effect of cross-rolling on microstructure and texture evolution and tensile behavior of aluminium-copper-lithium alloy. *Materials Science & Engineering A*, 740–741, 252–261, 2019.

NEZHAD, M.S.A.; ARDAKANI, A.H. A study of joint quality of aluminum and low carbon steel strips by warm rolling, *Mater.Des.*30, 1103–1109, 2009.

OGAWA, F.; MASUDA, C. Fabrication and the mechanical and physical properties of nanocarbon-reinforced light metal matrix composites: A review and future directions. *Materials Science & Engineering A*. June, 2021.

OU, L; LI, L; FAN, C.; NIE, Y; YANG, J. Enhancement of strength and ductility in Al 6061 alloy processed by CARB. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*. 332001–2013, 2023.

PALACI, I.; FEDRIGO.S.; BRUNE, H.; KLINKE, C.; CHEN, M.; RIEDO, E. Radial elasticity of multiwalled carbon nanotubes. *Phys Rev Lett*, 94, 175502, 2005.

PAN, D.; GAO, K.; YU, J. Cold roll bonding of bimetallic sheets and strips. *Mater. Sci. Technol*, 5, 934–939. 1989.

PARKS, J. Recrystallization welding. *Weld J* 209–222, 1953.

PEREIRA, G.; SILVA, E.; REQUENA, G.; AVILA, J; TARPANI, J. Microstructural, Mechanical, and Fracture Characterization of Metal Matrix Composite Manufactured by Accumulative Roll Bonding. *Journal of Materials Engineering and Performance*, v. 30, p. 2645–2660, 2021.

PETCH, N. J. The cleavage strength of polycrystals. *Journal of the Iron and Steel Institute*, v. 174, p. 25–28, 1953.

PIRGAZI, H.; AKBARZADEH, A.; PETROV, R.; KESTENS, L. Microstructure evolution and mechanical properties of AA1100 aluminum sheet processed by accumulative roll bonding. *Mater. Sci. Eng. A* 497:132–8, 2008.

QUADIR, M.Z.; WOLZ, A.; HOFFMAN, M.; FERRY, M. Influence of processing parameters on the bond toughness of roll-bonded aluminum strip. *Scripta Materialia*, 58, 959-962, 2008.

QUADIR, M.Z., AL-BUHAMAD, O.; BASSMAN, L.; FERRY, M. Development of a recovered/recrystallized multilayered microstructure in Al alloys by accumulative roll bonding. *Acta Materialia*, 55, 5438-5448, 2007.

RAHMATABADI, D; PAHLAVANI, M.; GHOLAMI, M; HASHEMIC, R. Production of Al/Mg-Li composite by the accumulative roll bonding process, *j. mater. Res. technol.*, 9(4):7880–7886, 2020.

RAO, G.; KUMAR, V. A review on recent advances in accumulative roll bonding of similar dissimilar and metal matrix composites. *Materials Today: Proceedings*, 56, A13-A18, 2022.

RATHINAVEL, S.; PANDA, D. A review on carbon nanotube: An overview of synthesis, properties, characterization, and the application. *Materials Science and Engineering*, B 268, 115095, 2021.

REED-HILL, R. E. *Princípios de Metalurgia Física*. 2ª edição. Rio de Janeiro: Editora Guanabara Dois, 1982.

REZAYAT, M.; AKBARZADEH, A.; OWHADI, A. Fabrication of high-strength Al/SiC nanocomposite sheets by ARB. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, v. 43, n. 6, p. 2085–2093, 2012.

ROSOCHOWSKI, Andrzej. Severe Plastic Deformation Technology. Scotland: Whittles Publishing, 2017.

ROY, S, SUWAS, S, KUMAR, S., CHATTOPADHYAY, K. Accumulative roll bonding of aluminum alloys 2219/5086 laminates: Microstructural evolution and tensile properties Materials and Design 36 529–539, 2012.

RUBEL, R., ALI, H., JAFOR, A., ALAM, A. Carbon nanotubes agglomeration in reinforced composites: A review. AIMS Materials Science, 6(5): 756–780, 2019.

SAJJADI, S.; QODS, F.; YOUSEFIEH, M. Microstructure evolution and mechanical Properties of the AA2024/AA5083 ultra-fine grained composite fabricated via accumulative roll bonding (ARB). Journal of Materials Research. V 38, 9, 2023.

SALIMI, S., IZADI, H., GERLICH, A. Fabrication of an aluminum–carbon nanotube metal matrix composite by accumulative roll bonding. J Mater Sci, 46:409–415, 2011.

SAITO, Y., TSUJI, N., UTSUNOMIYA, H., SAKAI, T., HONG, R. Ultra-Fine Grained Bulk Aluminum Produced by ARB Process. Scripta Materialia, n° 9, 1221-1227, 1998.

SAITO, Y., UTSUNOMIYA, H., TSUJI N., SAKAI, T. Novel Ultra-High Straining Process for Bulk Materials - Development of The Accumulative Roll-Bonding Process. Acta mater. 47, 579-583, 1999.
SAKAI, T.; BELYAKOV, A.; MIURA, H. Ultrafine grain formation in ferritic stainless steel during severe plastic deformation. Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science, v. 39, n. 9, p. 2206–2214, 2008.

SARVI, Z.; SADEGHI, A.; MASHHADI, M.; GUO, B. Effect of Accumulative Roll Bonding (ARB) strain path on microstructural evolution and crystallographic texture development in aluminium. Journal of Materials Research and Technology, 21, 1061 – 1071, 2022.

SCHEY, J.A. Fracture in rolling processes. J. Appl. Metalwork.1:48–59, 1980.

SASANI, F.; TAHERI, A. MAJID POURANVARI, A. Correlation between microstructure and mechanical properties of AlMg6/ CNT-Al composite produced by accumulative roll bonding process: Experimental and modelling analysis. Materials Science & Engineering A, 850, 143-559, 2022.

SAVAGE D.; BEYERLEIN I.; MARA N. Microstructure and texture evolution in Mg/Nb layered materials made by accumulative roll bonding. Int J Plasticity. 125:1–26, 2020.

SCHARNWEBER, J.; SKROTZKI, W.; OERTEL, G.; BROKMEIER, G.; HÖPPEL, W; JASCHINSKI J. Texture, microstructure and mechanical properties of ultrafine grained aluminum produced by accumulative roll bonding. Advanced Engineering Materials, 12:989–994, 2010.

SEMENOV A, P. The phenomenon of seizure and its investigation, Wear.;4(1):11–9, 1961.

SHABANI, A.; TOROGHINEJAD, M. R; SHAFYEL, A. Effect of post-rolling annealing treatment and thickness of nickel coating on the bond strength of Al–Cu strips in cold roll bonding process. Mater Des; 40:212–20, 2012.

SHAHAJAR, S; KETABCHI, M; BAGHERZADEH, S. Fabrication of robust aluminum–carbon nanotube composites using ultrasonic assembly and rolling process International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials 28, 160–1672, 2019.

SHEIKH, H.; PAIMOZD, E. Effect of hot accumulative roll bonding process on the mechanical properties of AA5083. Open J. Metal. 1:12–5, 2011.

SILVESTRE, N. State-of-the-art Review on Carbon Nanotube Reinforced Metal Matrix Composites. *International Journal of Composite Materials*, 3(6A): 28-44, 2013.

SCHMIDT, C. W.; KNIEKE, C.; MAIER, V.; HÖPPEL, H.; GÖKENA, M. Accelerated grain refinement during accumulative roll bonding by nanoparticle reinforcement. *V.* 64, 245-248, 2011.

STEIN, J.; LENCZOWSK, B.; ANGLARET, E.; FRÉTY, N. Influence of the concentration and nature of carbon nanotubes on the mechanical properties of AA5083 aluminum alloy matrix Composites. *Carbon*. v. 77, 44-52, 2014.

TAHERIAN, M.; YOUSEFPOUR, M.; BORHANIB, E. The effect of ARB process on corrosion behavior of nanostructured aluminum alloys in $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ and $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ PCMs. *Engineering Failure Analysis*, 107, 104222, 2020.

TEGART, W, J, M. The Electrolytic and Chemical polishing of metals in research and industry. London. Pergamon Press; Second Revised Edition. January 1, 1959.

THIRUGNANASAMBANTHAM, K.; SANKARAMOORTHY, T.; KARTHIKEYAN, R.; KUMAR, K. Comprehensive review: Influence of the concentration of carbon nanotubes (CNT) on mechanical characteristics of aluminum metal matrix composites: Part 1. *Materials Today: Proceedings* 45, 2561–2566, 2021.

THIRUGNANASAMBANTHAM, K.; SANKARAMOORTHY, T.; KARTHIKEYAN, R.; KUMAR, K. A critical review: Effect of the concentration of carbon nanotubes (CNT) on mechanical characteristics of aluminum metal matrix composites: Part 2. *Materials Today: Proceedings* 45, 2890–2896, 2021.

THIRUGNANASAMBANTHAM, K.; SANKARAMOORTHY, T.; KARTHIKEYAN, R.; KUMAR, K. A inclusive review: Fatigue behavior and its failure mechanisms of aluminum - carbon nanotubes (CNT) composites: Part 3. *Materials Today: Proceedings* 45, 2606–2611, 2021.

THOSTENSON, E.; REN, Z; CHOU, T. Advances in the science and technology of CNTs and their composites: a review. *Composites Science and Technology*, 61, 1899–1912, 2001.

TOROGHINEJAD, M; ASHRAFIZADEH, F; JAMAATI, R. On the use of ARB process to develop nanostructured aluminum alloy 5083. *Materials Science & Engineering A*. 561, 145–151, 2013.

TOROGHINEJAD, M.; TAALI, S.; ASGARI, H.; SZPUNAR, J. The role of strain path changes on the microstructure, texture, and mechanical properties of unidirectionally and cross-accumulative roll-bonded (ARBed) aluminum. *Journal of Materials Research and Technology*, 2023.

TOTTEN, G.; MACKENZIE, D. Handbook of Aluminum, Volume 7: Physical Metallurgy and Processes, Marcel Dekker, Inc., New York, 2003.

TREACY, M.; EBBESEN, T.; GIBSON, J. Exceptionally high Young's modulus observed for individual carbon nanotubes. *Nature*, 381, 678, 1996.

TSUJI, N. Bulk nanostructured metals and alloys produced by accumulative roll bonding. *Nanostructured Metals and Alloys*, 2011.

WANG H, LU C, TIEU K. Cyclic transition of deformation in $\{123\}$ $\langle 634 \rangle$ single crystal processed by accumulative roll-bonding. *Mater. Sci. Technol.* 18:2150–2156, 2019.

WANG, L.; DU, Q.; LI, C.; CU, X.; ZHAO, X. YU H Enhanced mechanical properties of lamellar Cu/Al composites processed via high-temperature accumulative roll bonding. *Trans Non Met Soc China.* 291621–1630, 2019.

WANG J.; KANG K.; ZHANG R. Structure and property of interfaces in ARB Cu/Nb laminated composites. *JOM.* 64:1208–1217, 2012.

WANG, W; KAM-CHUEN YUNG, K; TANG, A; CHOY, H; LI, Z. Evolution of Microstructure, Texture and Mechanical Properties for Multilayered Al Matrix Composites by ARB. *Materials*, 14, 5576, 2021.

WANG, Y.; TAYYEBI, M.; ASSARI, A. Fracture toughness, wear, and microstructure properties of aluminum/titanium/steel multi-laminated composites produced by cross-accumulative roll-bonding process. *Archives of Civil and Mechanical Engineering.* 22:49, 2022.

VAIDYANATH, L.R.; MILNER, D, R. Significance of surface preparation in cold pressure welding. *Met Constr. Br, Weld J.*;7:1–6, 1960.

VALIEV, R. Z.; LANGDON, T. G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in Materials Science*, v. 51, n. 7, p. 881–981, 2006.

VERSTRAETE, K.; HELBERT, A.; BRISSET, F.; BENOIT, A.; PAILLARD, P.; BAUDIN, T. Microstructure, mechanical properties and texture of an AA6061/AA5754 composite fabricated by cross accumulative roll bonding. *Materials Science & Engineering A.* 640, 235–242, 2015.

VINI, H. M.; SEDIGHI, M.; MONDALI, M. Investigation of Bonding Behavior of AA1050-5083 Bimetallic Laminates by ARB. *Trans Indian Inst Met*, 71(9):2089–2094, 2018.

XING, Z.; KANG, S.; KIM, H. Microstructural evolution and mechanical properties of the AA8011 alloy during the accumulative roll-Bonding process. *Metall. Mater. Trans. A*, 33, 1521–1530, 2002.

YAN, H.; LENARD, J.G. A Study of Warm and Cold Roll-Bonding of Aluminum Alloy, *J. Mater. Sci. Eng. A.*, 385, p 419–428, 2004.

YANG, Y.; LI, W. Radial elasticity of single-walled carbon nanotube measured by atomic force microscopy. *Appl Phys Lett*, 98, 041901, 2011.

YAO, G., MEI, Q. S., LI, J.Y., MA, Y., CHENA, F., LIUA, M. Cu/C composites with a good combination of hardness and electrical conductivity fabricated from Cu and graphite by accumulative roll-bonding. *Materials and Design*, 110, 124–129, 2016.

YOU, C; XIE, W; MIAO, S; LIANG, T; ZENG, L; ZHANGA, X; WANG, H. High strength, high electrical conductivity and thermally stable bulk Cu/Ag nanolayered composites prepared by cross accumulative roll bonding. *Materials and Design*, 200, 109455, 2021.

YU, H; LU, C.; TIEU, K. Fabrication of ultra-thin nanostructured bimetallic foils by Accumulative Roll Bonding and Asymmetric Rolling. *August Scientific Reports* 3(1):2373, 2013.

YU, H; LU, C; TIEU, A; LI, H; GODBOLE, A. An Investigation of Interface Bonding of Bimetallic Foils by Combined Accumulative Roll Bonding and Asymmetric Rolling Techniques. *Metallurgical And Materials Transactions A*. Volume 45A, 2014.

YU, H; LU, C; TIEU, A; LI, H; KONG, C. Fabrication of Nanostructured Aluminum Sheets Using Four-Layer Accumulative Roll Bonding. *Materials and Manufacturing Processes*.29:4, 448-453, 2014.

YU, H, LU, C, TIEU, A, LI, H, GODBOLE, A., ZHANG, S. Special Rolling Techniques for Improvement of Mechanical Properties of Ultrafine-Grained Metal Sheets: a Review. *Advanced Engineering Materials*, V. 18, 754-769. 2016.

YUAN, M.; DENG, Y.; LIN, S.; GUO X.; XIE, Y. Effect of the Cross Accumulative Roll Bonding on the Corrosion Behaviour of AA6082/AA7204 Composite Sheets. *Metals and Materials International* 27:3709–3719, 2021.

ZENG, F; GAO, R; FANG, F. High strength and thermal stability of bulk Cu/Ta nanolamellar multilayers fabricated by cross accumulative roll bonding. *Acta Mater*. 110:341–351, 2016.

ZHANG, W.; BAY, N. Cold Welding - Theoretical modeling of the weld formation, *Weld. J.*, 76 (10), 417–430, 1997.

ZHANG, X.; ZHAO, N.; HE, C. The superior mechanical and physical properties of nanocarbon reinforced bulk composites achieved by architecture design – A review. *Progress in Materials Science*.113, 100672, 2020.

ZHANG, X., YU Y.; LIU, B. Mechanical properties and tensile fracture mechanism investigation of Al/Cu/Ti/Cu/Al laminated composites fabricated by rolling. *J Alloys Compounds*, 805:338, 2019.

ZHANG, Z.; ZHANG, B.; DANG, X.; ZHAO, T.; XIE, Y.; CAI, J.; WANG, K. Effect of Al₂O₃ particle content on microstructure and mechanical properties of 1060Al/Al-Al₂O₃ composites fabricated by cold spraying and accumulative roll bonding. *Journal of Materials Research and Technology*. In Press, 2023.

ZHANG, S; WEI, L.; FU, B.; GUO, Y. Microstructure, Texture and Mechanical Properties of Al-SiC Composite with Bimodal Structure Fabricated by Multi-Layer Accumulative Roll Bonding. *Coatings*, 13, 512, 2023.

ZHENG, H., WU, R., HOU, L., ZHANG, J., ZHANG, M. Mathematical analysis and its experimental comparisons for the accumulative roll bonding (ARB) process with different superimposed layers. *Journal of Magnesium and Alloys*.3:42, 2020.

ZHILYAEV, A; LANGDON, T. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications. *Progress in Materials Science*, v. 53, n. 6, p. 893–979, ago. 2008.