

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas

Tese de Doutorado

“Determinação da influência do refino de grão por ECAP no comportamento em compressão do magnésio comercialmente puro”

Autora: Flávia Spitale Jacques Poggiali
Orientador: Prof. Roberto Braga Figueiredo
Co-orientador: Prof. Paulo Roberto Cetlin

Junho/2015

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas

Flávia Spitale Jacques Poggiali

**DETERMINAÇÃO DA INFLUÊNCIA DO REFINO DE GRÃO POR
ECAP NO COMPORTAMENTO EM COMPRESSÃO DO MAGNÉSIO
COMERCIALMENTE PURO**

Tese de Doutorado apresentada ao Curso de Pós-
Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da
Universidade Federal de Minas Gerais

Área de Concentração: Ciências dos Materiais
Orientador: Prof. Roberto Braga Figueiredo
Co-orientador: Prof. Paulo Roberto Cetlin

Belo Horizonte
Escola de Engenharia da UFMG
2015

AGRADECIMENTOS

À Deus por estar ao meu lado e me dar forças, saúde, paz e perseverança para realizar todos os meus sonhos e projetos.

Aos familiares e amigos pela credibilidade e incentivo ao meu trabalho e pela compreensão de minha ausência em tantos momentos importantes. Em especial aos amigos do laboratório Marcela Maira, Paula, Pedro Henrique, Dickson, Daniela, Gustavo, Bruno e Marcelo Singulani: vocês foram mais do que amigos e companheiros.

À Heloísa Bahia, que eu tanto amo e sempre me apoiou, me segurou, me deu forças, me colocou de pé e me fez acreditar que eu era capaz de realizar esse sonho.

Ao Prof. Dr. Paulo Roberto Cetlin, pelo incentivo, dedicação, competência, amizade e presença constante durante todo o processo de execução do trabalho.

Ao Prof. Dr. Roberto Braga Figueiredo, pela orientação, apoio, ensinamentos, paciência, ajuda, amizade, confiança e incentivo.

Ao Centro de Microscopia, em especial à Prof. Dra. Karla Balzuweit, pela dedicação, paciência e ensinamentos.

Aos professores do Departamento de Metalurgia, Materiais e Minas / UFMG, pelas valiosas colaborações na ajuda da pesquisa bibliográfica e colaborações técnicas.

À Cida e Nelson, por todo apoio e carinho.

Em especial, ao meu marido Guilherme, pelo amor, carinho, atenção, paciência, companheirismo e dedicação.

Ao meu maior tesouro, meu filho Leonardo, que hoje é a razão do meu viver. É por você que me torno cada dia uma pessoa melhor.

“Na natureza nada se perde e nada se cria, tudo se transforma.”

Lavoisier

RESUMO

ECAP (Equal Channel Angular Pressing) é um procedimento de deformação plástica severa caracterizado pela prensagem de amostras através de uma matriz com canais de seção transversal semelhante que se interceptam em um determinado ângulo. O processamento por ECAP refinou a estrutura do magnésio comercialmente puro, utilizando duas matrizes (com canais internos de 90° e 135°). Os resultados mostram que a estrutura do material foi apenas parcialmente refinada após um passe, mas se tornou totalmente refinada após 4 passes, e o tamanho de grão médio foi de $\sim 2,7\mu\text{m}$. Amostras foram recozidas em diferentes temperaturas. Ensaio de compressão foram utilizados para caracterizar o comportamento mecânico do material após o processamento. Os resultados mostram que o material apresenta comportamento anisotrópico após o processamento por ECAP e que o refino de grão levou a uma alteração no comportamento mecânico do material quando submetido a taxas de deformação reduzida e em temperaturas moderadas. Por fim, os resultados do presente trabalho sugerem que o magnésio pode alterar o mecanismo de deformação e comportar-se de forma dúctil quando a estrutura de grãos é bastante refinada e a deformação ocorre em baixas taxas de deformação ou temperaturas moderadas.

Palavras-chave: ECAP, magnésio, deformação plástica severa, ductilidade.

ABSTRACT

ECAP (Equal Channel Angular Pressing) is a severe plastic deformation technique in which a billet is pressed through a die with two intercepting channels with equal cross section. ECAP processing, through dies with 90° and 135° , was used to refine the grain structure of commercially pure magnesium. The results show partial refinement of the structure after one pass but complete structure refinement is observed after 4 passes of ECAP processing leading to a final grain size of $\sim 2.7\mu\text{m}$. Some samples were subjected to annealing at different temperatures. Compression testing was used to evaluate the mechanical behavior of the processed material. The results show the material exhibits anisotropic behavior after ECAP. It is also shown that grain refinement promotes a change in deformation behavior at low strain-rates. Finally, the results suggest magnesium may change the deformation mechanism and exhibit ductile behavior when the grain structure is fine and deformation takes place at low strain rates or moderate temperatures.

Keywords: ECAP, magnesium, severe plastic deformation (SPD), ductility.

SUMÁRIO

SUMÁRIO.....	vi
LISTA DE FIGURAS.....	viii
LISTA DE TABELAS	xiv
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS.....	xv
LISTA DE SÍMBOLOS.....	xvi
1 INTRODUÇÃO	1
2 OBJETIVOS	3
2.1 Objetivo geral.....	3
2.2 Objetivos específicos	3
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
3.1 Magnésio	4
3.1.1 Identificação das ligas de magnésio.....	6
3.1.2 Aplicações.....	10
3.2 ECAP	11
3.2.1 Parâmetros fundamentais em ECAP.....	13
3.2.2 Fatores experimentais que influenciam no ECAP	20
3.2.3 Efeito sobre o comportamento mecânico dos metais.....	28
3.3 ECAP de magnésio.....	32
3.3.1 Dificuldades de processamento por ECAP.....	32
3.3.2 Efeito do ECAP na estrutura	34

3.3.3 Comportamento mecânico do magnésio processado por ECAP e efeito do tamanho de grão	37
4 METODOLOGIA.....	43
4.1 Processamento por ECAP	43
4.1.1 Análise microestrutural	46
4.1.2 Análise do comportamento mecânico.....	47
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	50
5.1 Processamento por ECAP	50
5.2 Microestrutura	52
5.3 Compressão em estrutura bimodal	61
5.4 Compressão nas direções X, Y e Z.....	65
5.5 Comportamento do material com estrutura homogênea de grãos e influência da taxa de deformação	68
5.6 Influência do crescimento de grão	70
5.7 Influência da temperatura	74
6 CONCLUSÕES	78
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	79
8 REFERÊNCIAS COMPLEMENTARES	85

LISTA DE FIGURAS

- Figura 3.1 – Densidades e resistência específica de alguns materiais. 6
- Figura 3.2 – Ilustração esquemática de uma matriz de ECAP típica: os planos X, Y e Z denotam o plano transversal, o plano de fluxo e o plano longitudinal, respectivamente. 12
- Figura 3.3 : Princípio do ECAP mostrando o plano de corte dentro da matriz: os elementos numerados 1 e 2 são transpostos para o corte como indicado na parte inferior da figura..... 13
- Figura 3.4 – Princípio do ECAP, onde Φ é o ângulo de interseção dos dois canais e Ψ é o ângulo subentendido pelo arco de curvatura no ponto de interseção: (a) $\Psi=0$, (b) $\Psi=\pi-\Phi$, (c) valor arbitrário de Ψ que se encontra entre 0 e $(\pi-\Phi)$ 14
- Figura 3.5 – As quatro rotas fundamentais do processamento por ECAP. 16
- Figura 3.6 – Ilustração esquemática do cisalhamento que ocorre no processamento por ECAP para (a) 1 passe, (b) 2 passes na rota A, (c) 2 passes na rota B e (c) 2 passes na rota C. 17
- Figura 3.7 – Distorções introduzidas nos elementos cúbicos quando visualizadas nos planos X, Y e Z para o processamento de rotas A, B_A, B_C, C, B_A-A e B_C-A considerando de 1 a 8 passes..... 19
- Figura 3.8 – Variação da deformação equivalente (ϵ) em relação ao ângulo do canal (Φ), onde Φ varia de 45° a 180°. Os valores do ângulo do arco de curvatura (Ψ) varia de 0° a 90°. As tensões são equivalentes a um único passe (N=1). 21
- Figura 3.9 Ilustração esquemática das matrizes utilizadas para avaliar a influência do ângulo do canal, Φ : os valores de Φ são: (a) 90°, (b) 112,5°, (c) 135° e (d) 157,5°. 2 2
- Figura 3.10 – Mapas de contorno mostrando os valores de microdureza Vickers gravado no plano X de amostras de Al puro processados em 4 passes utilizando a rota B_C em uma matriz ECAP com $\Phi=90^\circ$ e arco de curvatura (a) $\Psi =20^\circ$ e (b) $\Psi =0^\circ$ 23

- Figura 3.11 – Variação da tensão de escoamento com a velocidade do punção para uma liga Al-Mg 1% após ECAP através de 1, 2, 3 e 4 passes: dados gerados à temperatura ambiente utilizando taxa de deformação de $1,0 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 25
- Figura 3.12 – Tamanho de grão após ECAP versus temperatura de processamento para Al puro, ligas Al-3%Mg e Al-3%Mg-0,2%Sc. 27
- Figura 3.13 – Curvas tensão-deformação de ensaios de tração de uma liga de alumínio Al-Mg processada por ECAP. 28
- Figura 3.14 – Curvas tensão-deformação de ensaios de tração à temperatura ambiente para o cobre com diferentes microestruturas: ECAP do cobre (curva A), microestrutura com grãos grosseiros convencional do cobre (curva B), nanoestrutura bimodal do cobre (curva C), ECAP do cobre laminado a frio em nitrogênio líquido e recozido à 180°C por 3 minutos (curva D). A taxa de deformação para todos os testes da figura foi de $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 29
- Figura 3.15 – Curvas tensão-deformação verdadeiras de ensaios de compressão para o cobre com diferentes microestruturas: ECAP do cobre (curva A), ECAP do cobre laminado a frio em nitrogênio líquido e recozido à 180°C por 3 minutos (curva B), e nanoestrutura bimodal do cobre (curva C). A taxa de deformação para todos os testes da figura foi de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 30
- Figura 3.16 – Curvas tensão-deformação de engenharia do cobre processado por ECAP e submetido à ensaios de tração na temperatura de 77K. As curvas A-D foram testadas nas taxas de deformação de 1×10^{-4} , 1×10^{-3} , 1×10^{-2} e $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$, respectivamente. 31
- Figura 3.17 – Curvas tensão-deformação verdadeira do cobre processado por ECAP à temperatura ambiente e submetido à taxa de deformação: $1 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ 32
- Figura 3.18 – Amostras de liga de magnésio AZ31 após um passe por ECAP a (a) 150°C, (b) 200°C e (c) 250°C, com a variação da velocidade do punção entre 10 e 300mm/min, que corresponde a uma taxa de deformação de 0,01 a $0,25 \text{ s}^{-1}$, respectivamente. 34

- Figura 3.19 – Metalografia da liga AZ31B (a) convencionalmente extrudada, (b) processada por ECAP, (c) recozida. O tamanho de grão médio é indicado no canto superior direito. 35
- Figura 3.20 – Imagem da microestrutura da liga de magnésio AZ31 após um passe na matriz de ECAP (a) na temperatura de 200°C e taxa de deformação igual a $0,023s^{-1}$ e (b) na temperatura de 250°C e taxa de deformação igual a $0,1s^{-1}$ 36
- Figura 3.21 – Relação tensão-deformação para a liga de magnésio AZ31 processada por ECAP e recozida e a liga referência processada somente por extrusão direta. 38
- Figura 3.22 – Gráfico da tensão específica x ductilidade para a liga estudada por Mukai. Estão incluídos os dados de ligas de magnésio estruturais típicas, ligas de alumínio e aços. 39
- Figura 3.23 – Resultados do ensaio de tração das amostras da liga AZ31B convencionalmente extrudada (vermelho) e processadas por ECAP e recozidas (azul). 40
- Figura 3.24 – Resultado do ensaio de tração das amostras da liga AZ31B considerando diversas orientações em relação ao processamento por ECAP (Figura 3.25). 41
- Figura 3.25 – Orientação das amostras para o ensaio de tração. 41
- Figura 3.26 – Curvas tensão-deformação verdadeira em testes de compressão feitos a uma taxa de deformação de $0,01s^{-1}$ e temperaturas de: (a) ambiente, (b) 150°C e (c) 200°C. 42
- Figura 4.1 – Matrizes de ECAP utilizadas no trabalho. O ângulo interno é de (a) 90° e (b) 135°. 44
- Figura 4.2 – Parte superior do corpo de prova de magnésio puro processado por ECAP à temperatura de 523K e velocidade do punção de 0,05mm/sec. 45

Figura 4.3 – Ilustração esquemática do processamento por ECAP na matriz de ângulo entre canais de 135°, mostrando a orientação dos corpos de prova usinados para ensaio de compressão.	47
Figura 4.4 – Esquema do ensaio de compressão realizado em diferentes temperaturas (373K e 423K).	48
Figura 4.5 – Linearização da curva tensão versus deformação obtida por ensaio de compressão nas temperaturas de 373K e 423K para o material processado por ECAP, para a taxa de deformação de 10^{-4} s^{-1}	49
Figura 5.1 – Curva da carga versus deslocamento para o processamento por ECAP do magnésio comercialmente puro.	50
Figura 5.2 –Imagens do corpo-de-prova de magnésio puro processado por ECAP.	51
Figura 5.3 – Estrutura de grão da seção transversal do material como recebido (Poggiali <i>et al.</i> ,2014).	52
Figura 5.4 – Estrutura de grão na região de interseção entre os canais da matriz de ECAP. A linha tracejada delimita a zona teórica de cisalhamento.	53
Figura 5.5 –Estrutura de grão do magnésio comercialmente puro durante o processamento por ECAP: antes da zona de deformação (a), na zona de deformação (b) e no final da zona de deformação (c).	54
Figura 5.6 –Estrutura de grão do magnésio comercialmente puro processado por 3 passes por ECAP na matriz de 135°.	55
Figura 5.7 – Imagens do corpo-de-prova de magnésio puro processado por 4 passes por ECAP na matriz de 90°(MEV).	56
Figura 5.8 – Ilustração do mecanismo de formação de bandas de cisalhamento durante a recristalização dinâmica da liga de magnésio proposta por Ion <i>et al.</i> , (1982).	57
Figura 5.9 – Ilustração do mecanismo refinamento de grão do magnésio e suas ligas processados por ECAP. Diferentes estruturas iniciais de grãos são ilustradas em	

diferentes linhas e diferentes fases de deformação são ilustradas nas colunas. Os grãos originais estão representados com o fundo branco, enquanto novos grãos estão representados em cinza. Figueiredo e Langdon (2010)..... 58

Figura 5.10 – Imagens de microscopia óptica com ampliação de 200x da estrutura dos grãos de magnésio comercialmente puro processado por 4 passes de ECAP (a) e recozida por 1 hora na temperatura de 473K (b), 523K (c), 573K (d) e 673K (e).. 60

Figura 5.11 – Curva tensão versus deformação obtida por ensaio de compressão para o material como recebido e o material processado por ECAP. 62

Figura 5.12 – Aparência das amostras (esquerda) como recebida e (direita) material processado por 1 passe de ECAP depois de testados à compressão à temperatura ambiente até a fratura. 63

Figura 5.13 – Estrutura de grão da seção transversal das amostras (esquerda) do material como recebido e (direita) do material processado por ECAP depois de testados à compressão à temperatura ambiente até a fratura. 64

Figura 5.14 – Estrutura de grão do magnésio comercialmente puro processado por ECAP e submetido à compressão ao longo da direção axial (direção vertical nas imagens). Alternando bandas de refinamento de grãos e grãos grosseiros (a) distante da região de fratura e (b) fratura ao longo das bandas de refinamento de grãos. 65

Figura 5.15 – Curva tensão-deformação determinada por ensaio de compressão (a) e taxa de deformação x deformação para magnésio processado por 3 passes de ECAP na matriz de 135° (b). A curva tensão-deformação do material como recebido também está mostrada. 66

Figura 5.16 – Microestrutura do magnésio processado por 3 passes por ECAP na matriz de 135° até uma deformação de 0,04 em ensaio de compressão ao longo das direções X (a), Y (b) e Z (c). 67

Figura 5.17 – Curva tensão versus deformação obtida por ensaio de compressão à temperatura ambiente para o material processado por ECAP para diferentes taxas de deformação.....	69
Figura 5.18 – Curva tensão versus deformação obtida por ensaio de compressão para o material processado por ECAP, recozido à temperatura de 673K durante 1 hora, para diferentes taxas de deformação.	71
Figura 5.19 – Curva tensão versus deformação obtida por ensaio de compressão para o material processado por ECAP, recozido ou não, para diferentes taxas de deformação.....	73
Figura 5.20 – Curva tensão versus deformação obtida por ensaio de compressão para o material processado por ECAP, recozido ou não, para diferentes taxas de deformação.....	74
Figura 5.21 – Curva tensão versus deformação obtida por ensaio de compressão nas temperaturas de 373K e 423K para o material processado por ECAP, para diferentes taxas de deformação.	75
Figura 5.22 – Imagens do aspecto dos corpos de prova após ensaio de compressão em diferentes taxas de deformação, em diferentes temperaturas e após recozimento.	77

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 – Propriedades do magnésio puro.....	5
Tabela 3.2 – Códigos da ASTM para os elementos de liga do magnésio.	7
Tabela 3.3 – Composições de ligas de magnésio forjadas. (REE*: elementos de terras raras, principalmente Ce; + ligas contendo Nd; ¹⁾ conteúdo máximo; ²⁾ conteúdo mínimo).....	10
Tabela 3.4 – Ângulos de rotação e direções para as seis rotas de processamento.	17
Tabela 3.5 – Resumo dos trabalhos sobre o processamento do magnésio e suas ligas por ECAP.	37
Tabela 4.1 – Resumo dos processamentos preliminares de ECAP do magnésio....	45
Tabela 5.1 – Tamanho de grão da estrutura de magnésio processada por ECAP e recozida em diferentes temperaturas.	61
Tabela 5.2 – Sensibilidade à taxa de deformação (m) das curvas tensão-deformação da Figura 5.17.	70
Tabela 5.3 – Sensibilidade à taxa de deformação (m) das curvas tensão-deformação da Figura 5.18.	72
Tabela 5.4 – Sensibilidade à taxa de deformação (m) das curvas tensão-deformação da Figura 5.21.	76

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ASTM – American Society for Testing and Materials (Sociedade Americana de Testes e Materiais)

CFC – cúbico de face centrada

CRSS – tensão cisalhante resolvida crítica

ECAP – equal channel angular pressing

HC – hexagonal compacta

SAED – selected area electron diffraction

SPD – deformação plástica severa

LISTA DE SÍMBOLOS

Φ – ângulo entre os canais da matriz de ECAP

Ψ – ângulo da curvatura externa da matriz de ECAP

γ – deformação de cisalhamento

η - faixa angular

ε – deformação plástica

ε_N – deformação equivalente

φ – metade do ângulo entre os canais da matriz de ECAP

DADOS BIOGRÁFICOS DA AUTORA

Flávia Spitale Jacques Poggiali nasceu em 4 de julho de 1982 em Belo Horizonte-MG. Possui graduação em ENGENHARIA CIVIL pela Universidade Federal de Minas Gerais (2006), especialização em Construção Civil pela Universidade Federal de Minas Gerais (2008) e mestrado em Construção Civil pela Universidade Federal de Minas Gerais. Aluna do curso de doutorado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e Minas na Universidade Federal de Minas Gerais. Atualmente é professora efetiva do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais (CEFET/MG) no departamento de Engenharia Civil. Atuação no curso técnico em edificações e no curso de graduação em Engenharia de Produção Civil.

1 INTRODUÇÃO

Técnicas de deformação plástica severa (SPD – *Severe Plastic Deformation*) são utilizadas amplamente para refinar a estrutura de grãos e melhorar as propriedades mecânicas dos materiais metálicos. Estas técnicas diferem das técnicas convencionais de operação de conformação porque a deformação plástica é introduzida através do cisalhamento, sem alteração no perfil transversal das amostras. O processamento, portanto, pode ser repetido indefinidamente até a saturação do material levando a grandes quantidades de deformação imposta e ao refinamento de estrutura (Valiev *et al.*, 2000).

O processo conhecido por *Equal Channel Angular Pressing* (ECAP), ou *Equal Channel Angular Extrusion* (ECAE), foi introduzido pela primeira vez por Segal e colaboradores (1974) na década de 70 e 80 em um instituto em Minsk, na antiga União Soviética. O objetivo inicial era desenvolver um processo de conformação mecânica onde deformações elevadas poderiam ser introduzidas em amostras através de cisalhamento simples (Valiev e Langdon, 2006). Somente na década de 90 estudos relatavam a eficiência da utilização do ECAP para produzir metais com grãos ultrafinos, modificando assim suas propriedades (Valiev *et al.*, 1991, apud Valiev e Langdon, 2006; Valiev *et al.*, 1993, apud Valiev e Langdon, 2006).

ECAP (Equal Channel Angular Pressing) é a técnica mais comum de SPD. Este processo é caracterizado pela prensagem de uma amostra lubrificada através de uma matriz que contém dois canais, com seções semelhantes, que se interceptam em um ângulo abrupto. A seção transversal da amostra não é alterada depois de processada por ECAP e o processo pode ser repetido várias vezes (Valiev e Langdon, 2006). A quantidade de deformação plástica por passe de ECAP depende do ângulo entre os canais e a curvatura externa na interseção entre canais (Iwahashi *et al.*, 1996), mas é aproximadamente igual a 1 para as matrizes que têm ângulos entre os canais de 90°, tipo mais comum.

Existe um grande interesse na utilização de ECAP no processamento de magnésio e suas ligas porque acredita-se que um significativo refinamento de grão leva à melhoria nas propriedades mecânicas destes materiais. O magnésio é um material metálico de baixa densidade com excepcional resistência em relação ao peso. Portanto, há um grande interesse do setor de transporte no desenvolvimento de técnicas de processamento para aumentar a sua utilização.

O magnésio possui baixa capacidade de conformação à baixas temperaturas devido ao número limitado de sistemas de deslizamento em sua estrutura cristalina hexagonal (PARTRIDGE, 1967). Portanto, o processamento por ECAP geralmente é realizado à altas temperaturas, normalmente entre 473-673K (YAMASHITA *et al.* 2001; GAN *et al.*, 2009; POGGIALI *et al.*, 2009). Esta faixa de temperatura é maior do que a metade da temperatura de fusão de magnésio (~923K) e pode gerar recristalização e refino de grão. No entanto, o mecanismo de recristalização e refinamento de grãos nestes materiais ainda não está claro.

Muitos artigos foram publicados recentemente relatando mudanças nas propriedades mecânicas do magnésio e suas ligas após refino de grão por ECAP (FAN *et al.*, 2012; BISWAS *et al.*, 2010; GAN *et al.*, 2009) . Entretanto os resultados são conflitantes em muitos casos. Foram relatados aumento e diminuição da resistência e do alongamento em diferentes casos. Não existe ainda um estudo conclusivo sobre o efeito do tamanho de grão nas propriedades mecânicas do magnésio, em especial na ductilidade. Portanto, o presente trabalho visa realizar um estudo de análise desta relação. Para tanto foi necessário estudar o refino de grão do magnésio processado por ECAP, para posteriormente avaliar as suas propriedades mecânicas.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Este trabalho teve por objetivo determinar a influência do tamanho de grão no comportamento mecânico em compressão do magnésio comercialmente puro processado por ECAP.

2.2 Objetivos específicos

Os objetivos específicos foram:

- Determinar uma rota de processamento por ECAP eficiente para promover refino de grão no magnésio comercialmente puro.
- Determinar o comportamento mecânico em amostras com diferentes estruturas de grãos e em diferentes direções.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Magnésio

Descoberto em 1774, o magnésio é o sexto elemento mais abundante, constituindo 2% da massa total da crosta da Terra. O magnésio pertence ao segundo grupo da tabela periódica (grupo de metais alcalino-terrosos) e não é encontrado na forma elementar na natureza, mas apenas em combinações químicas. As formas mais importantes encontradas na natureza são a magnesita (MgCO_3 , 27% de Mg), dolomita ($\text{MgCO}_3\text{-CaCO}_3$, 13% de Mg) e carnalita ($\text{KCl-MgCl}_2\text{-6H}_2\text{O}$, 8% de Mg), além de ser encontrado na água do mar (0,13% de Mg). O magnésio pode ser recuperado por meio de eletrólise ígnea do MgCl_2 anidro, por redução térmica da dolomita ou por extração do óxido de magnésio da água do mar (Kainer e Bush, 2003).

A produção do magnésio consome um total de energia relativamente alto em comparação com outros metais quando o cálculo é baseado na massa. Em relação ao volume, a produção do magnésio primário utiliza menos energia do que o alumínio ou zinco, e ainda compete com polímeros (Kainer e Bush, 2003). Presume-se que a energia elétrica atual de 40-80MJ/kg (25MJ/kg seria possível em teoria) necessária para a eletrólise pode ser reduzida para 40MJ/kg ou menos, para os grandes produtores em um futuro próximo. Isto significa que os valores correspondentes para a produção de alumínio (eletrólise do Al_2O_3 para se obter o alumínio consome 47MJ/kg) poderia ser reduzido (Kainer e Bush, 2003).

A estrutura cristalina do magnésio é a hexagonal compacta (HC) e apresenta baixa conformabilidade à frio. A ductilidade do magnésio é limitada pelo número de sistemas de escorregamento da estrutura cristalina (Mordike e Ebert, 2001). Abaixo da temperatura de 225°C a deformação se concentra nos planos basais de escorregamento {0001}. Uma pequena parcela da deformação pode ser acomodada pelos planos piramidais {1012} e por maclação. Em temperaturas acima de 225°C, novos planos de cisalhamento são ativados no magnésio {1011}, melhorando seu comportamento à deformação (Kainer e Bush, 2003). A Tabela 3.1 mostra as propriedades mais importantes do magnésio.

Tabela 3.1 – Propriedades do magnésio puro.

Estrutura cristalina.....	HC
Densidade.....	1,738g/cm ³ à temperatura ambiente 1,584g/cm ³ à temperatura de fusão
Módulo de Young.....	45GPa
Resistência à tração.....	80-180MPa
Alongamento até a fratura.....	1-12%
Ponto de fusão.....	650 ± 0,5°C
Ponto de ebulição.....	1090°C
Calor específico.....	1,05kJ/(kg K)
Calor de fusão.....	195kJ/kg
Condutividade térmica.....	156W/(m.K) temperatura ambiente
Coeficiente de expansão linear.....	26x10 ⁻⁶ K ⁻¹ temperatura ambiente
Encolhimento (sólido-líquido).....	4,2%
Encolhimento (T _s -RT)	ca. 5%
Condutividade elétrica específica.	22,4m/(Ωmm ⁻²) temperatura ambiente
Potencial normal.....	-2,37V

Fonte: Adaptado de Kainer e Bush, 2003.

As ligas de magnésio são muito atraentes em aplicações como transporte ferroviário, automotivo e aeroespacial devido à sua baixa densidade, boa usinabilidade e pelo seu potencial de reciclagem. Apesar dessas vantagens, o magnésio muitas vezes é preterido pelo alumínio e alguns polímeros em função do seu alto preço, sua baixa ductilidade e capacidade de deformação à frio, baixa resistência à corrosão, resistência mecânica, elevado coeficiente de expansão térmica (cerca de 10% acima do valor correspondente para o alumínio), alta reatividade (Kainer e Bush, 2003) e módulo de elasticidade (Mordike e Ebert, 2001). Como o magnésio possui estrutura cristalina hexagonal, estes materiais sofrem fraturas frágeis por cisalhamento ou esforço de tração com um valor limitado de alongamento (<10%).

As propriedades mecânicas do magnésio são inferiores aos valores correspondentes ao seu concorrente alumínio, por exemplo, o módulo de Young é menor no magnésio. No entanto, o magnésio é encontrado em todos os lugares onde a redução de peso tem prioridade sobre as outras propriedades, principalmente porque a resistência específica (relação entre a resistência e a densidade do material) pode alcançar e até ultrapassar os valores do alumínio e aço (Kainer e Bush, 2003).

A Figura 3.1 mostra dados de densidade (em cinza) e de resistência específica (em preto), para duas ligas de magnésio (AZ91 e WE54) comparado com outras ligas metálicas como uma liga de titânio (TiAl₆V₄), duas ligas de alumínio (AlZnMgCu_{1,5} e AlMgSi) e aços (St37 e 30CrNiMo₈).

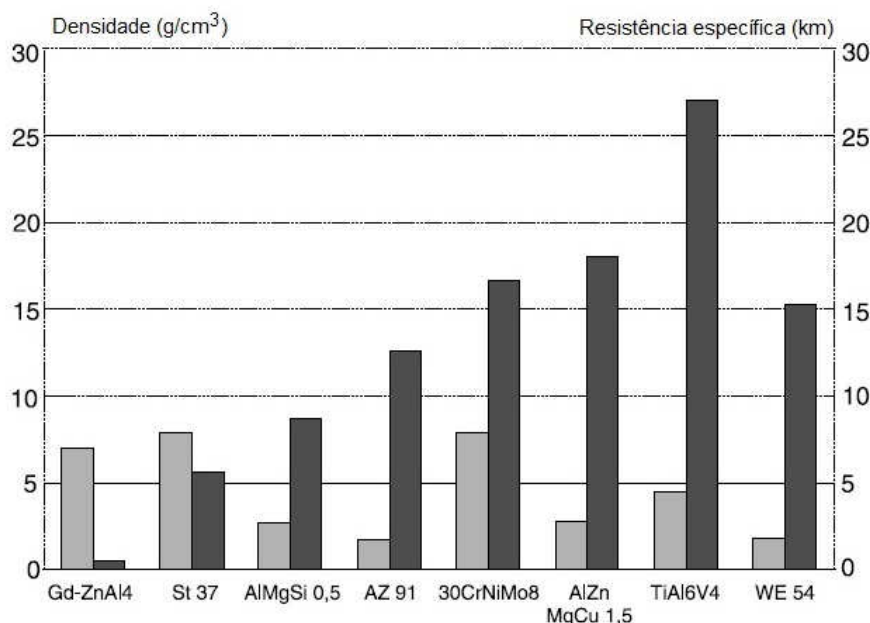


Figura 3.1 – Densidades e resistência específica de alguns materiais.
Fonte: Kainer e Bush, 2003.

3.1.1 Identificação das ligas de magnésio

A identificação de ligas de magnésio é mundialmente padronizada pela norma ASTM. Cada liga é referenciada por letras indicando os principais elementos de liga, seguido pelo peso percentual de cada um desses elementos, respectivamente. A Tabela 3.2 mostra os códigos indicativas de cada elemento de liga. A última letra indica o estágio de desenvolvimento da liga (A, B, C, ...), indicativo do seu grau de pureza. Por exemplo, a liga de magnésio AZ91 é uma liga com um teor nominal de 9% em peso de alumínio (A) e 1% de zinco (Z). A especificação DIN corresponde a MgAl9Zn1. O ferro, o níquel e o cobre influenciam de forma extremamente negativa na resistência à corrosão e, portanto, seus valores são estritamente limitados (Kainer e Bush, 2003).

Tabela 3.2 – Códigos da ASTM para os elementos de liga do magnésio.

Abreviação	Elemento de liga	Abreviação	Elemento de liga
A	Alumínio	N	Níquel
B	Bismuto	P	Chumbo
C	Cobre	Q	Prata
D	Cádmio	R	Cromo
E	Terras raras	S	silício
F	Ferro	T	estanho
H	Tório	W	ítrio
K	Zircônio	Y	Antimônio
L	Lítio	Z	zinco
M	Manganês		

Fonte: Adaptado de Kainer e Bush, 2003 - ASTM.

A fim de melhorar as propriedades do magnésio, diferentes elementos são utilizados na confecção de suas ligas (Kainer e Bush, 2003), embora a solubilidade no magnésio seja extremamente limitada (Mordike e Ebert, 2001). O principal mecanismo para melhorar as propriedades mecânicas é o endurecimento por precipitação e/ou endurecimento por solução sólida. Enquanto o endurecimento por solução sólida é determinado pela diferença de raios atômicos dos elementos envolvidos, a eficácia do endurecimento por precipitação depende, principalmente, da redução da solubilidade à baixas temperaturas, do teor de magnésio da fase intermetálica e de sua estabilidade na temperatura de aplicação. O magnésio forma fases intermetálicas com a maioria dos elementos de liga, a estabilidade da fase aumenta com a eletronegatividade dos outros elementos (Kainer e Bush, 2003).

Por volta de 1920, o alumínio já havia se tornado o mais importante elemento de liga para aumentar significativamente a resistência à tração, formando a fase intermetálica $Mg_{17}Al_{12}$. Efeitos semelhantes podem ser alcançados com zinco e manganês, enquanto a adição de prata leva a uma melhor resistência à altas temperaturas. Altas porcentagens de silício reduzem a fundibilidade e levam a liga à fragilidade, ao passo que a inclusão de zircônio forma óxidos, devido à sua afinidade com o oxigênio, que são ativos como estrutura de formação de núcleos. O uso de elementos de terras raras (por exemplo, Y, Nd, Ce) tornou-se popular, uma vez que lhes conferem um aumento significativo na resistência através do endurecimento por precipitação (Kainer e Bush, 2003).

A seguir estão os mais importantes elementos de liga de magnésio em ordem alfabética:

- Alumínio: o alumínio aumenta a resistência à tração e a dureza, embora o efeito causado na dureza pela fase precipitada de $Mg_{17}Al_{12}$ é observado somente até 120°C. Estas ligas são geralmente tratadas termicamente, exceto em condições de fundição em matriz, o que dificilmente permitirá tratamento térmico. Além dessas melhorias nas propriedades mecânicas, o alumínio torna a liga de magnésio mais adequada à fundição (sistema eutético, $T_E = 437^\circ\text{C}$). Esta é a principal razão pela qual as ligas de magnésio – principalmente as ligas de fundição (AZ91) – contêm uma elevada porcentagem de alumínio. A desvantagem é uma maior tendência para a microporosidade (Kainer e Bush, 2003).

- Berílio: berílio é fornecido apenas para o banho em pequenas quantidades (<30 ppm); a oxidação durante a fundição pode ser reduzido drasticamente (Kainer e Bush, 2003).

- Cálcio: o cálcio tem um efeito positivo no refinamento de grão e na resistência à fluência. Por outro lado, o cálcio pode provocar agarramento à matriz e levar à fratura da peça durante a fundição e à fissuração à quente (Kainer e Bush, 2003).

- Lítio: O lítio pode influenciar na razão c/a (comprimento/aresta) da célula unitária hexagonal, resultando em um aumento da conformabilidade (Bohlen *et al.*, 2007). Acima de 30% de lítio, a estrutura cristalina é alterada para CFC, sendo este o único elemento que modifica a estrutura cristalina da liga (Mordike e Ebert, 2001; Kainer e Bush, 2003). O lítio leva ao endurecimento por solução sólida à temperatura ambiente, reduz a densidade e a resistência e aumenta a ductilidade (Mordike e Ebert, 2001; Kainer e Bush, 2003). No entanto, influencia negativamente na queima e no comportamento do vapor do material fundido. O comportamento à corrosão piora. (Kainer e Bush, 2003).

- Manganês: Acima de 1,5 % em peso de manganês, a resistência à tração é aumentada. Ligas com manganês resultam em uma melhor resistência à corrosão (o teor de ferro é controlado, diminuindo a solubilidade), refinamento de grão, soldabilidade (Kainer e Bush, 2003) e conformabilidade (Bohlen *et al.*, 2007). Na presença de impurezas como o ferro, níquel e cobre, que originalmente aumentam a corrosão, o manganês tende a formar compostos intermetálicos inofensivos (Bohlen *et al.*, 2007).

- Terras raras: todos os elementos de terras raras (incluindo o ítrio) formam sistemas eutéticos de solubilidade limitada com magnésio. Portanto, o endurecimento por precipitação é possível e faz sentido. Os precipitados são muito estáveis e aumentam a resistência à fluência, a resistência à corrosão e a resistência mecânica à altas temperaturas. Os

elementos de liga são ítrio, neodímio, cério. Devido aos elevados custos, estes elementos são utilizados principalmente em ligas de alta tecnologia (Kainer e Bush, 2003).

- Silício: o silício diminui a fundibilidade, mas a resistência à fluência pode ser aumentada. (Kainer e Bush, 2003).

- Prata: a prata, juntamente com os metais de terras raras, aumenta significativamente a resistência à altas temperaturas e a resistência à fluência, mas também leva à baixa resistência à corrosão (Kainer e Bush, 2003).

- Tório: o tório é o elemento mais eficaz para aumentar a resistência à altas temperaturas e a resistência à fluência de ligas de magnésio. Infelizmente, porém, é radioativo e, portanto, substituído por outros elementos (Kainer e Bush, 2003).

- Zinco: o zinco induz o mesmo comportamento que o alumínio em termos de sua fundibilidade e da resistência. Adicionando até 3% de zinco, o encolhimento pode ser compensado e a resistência à tração é elevada. Tal como acontece com o alumínio, há uma tendência para a microporosidade, e adicionando mais de 2%, a fissuração à quente também pode ocorrer (Kainer e Bush, 2003).

- Zircônio: a adição de zircônio leva a um aumento na resistência à tração sem perda de ductilidade, por causa de sua afinidade pelo oxigênio. Os óxidos formados são núcleos formadores de estrutura e ajudam no refino de grãos. O zircônio não pode ser adicionado na fundição que contenha alumínio ou silício (Kainer e Bush, 2003).

Os grupos de ligas de fundição em matriz mais importantes são (Kainer e Bush, 2003):

- ligas AZ: boas propriedades à temperatura ambiente, baixa resistência ao calor e à fluência, ductilidade limitada;

- ligas AM: menor teor de alumínio e eliminação de zinco melhora a ductilidade, propriedades limitadas à temperatura ambiente e fundibilidade;

- ligas AS: resistência significativamente maior ao calor e à fluência através de precipitações de Mg-RE, somente a fundição é possível, fundibilidade limitada.

A Tabela 3.3 mostra uma visão global das ligas de magnésio típicas e suas composições.

Tabela 3.3 – Composições de ligas de magnésio forjadas. (REE*: elementos de terras raras, principalmente Ce; + ligas contendo Nd; ¹⁾ conteúdo máximo; ²⁾ conteúdo mínimo).

Liga	Composição típica (% p.)							
	Al	Zn	Mn	Zr	REE*	Y	Cu	Ca
AZ21X1	1,6-2,5	0,8-1,6	0,15 ¹⁾				0,05 ¹⁾	0,1-0,25
AZ31	2,5-3,5	0,7-1,3	0,2-1,0				0,05 ¹⁾	0,04 ¹⁾
AZ61	5,7-8,2	0,4-1,5	0,15-0,5				0,05 ¹⁾	
AZ80	8,5	0,5	0,12				0,05 ¹⁾	
ZK30		3,0		0,6				
ZK40		3,5-4,5		0,45 ²⁾				
ZK60A		4,8-6,2		0,45 ²⁾				
ZM21		2,0	1,0					
ZE10		1,25			0,2 +			
ZEK62		5,5-7,0		0,5-0,9	1,4-2,0 +			
ZC71		6,5	0,7				1,2	
M1A			1,2-2,0					
ME20			1,3-2,2		0,15-0,35			
EM32			1,5-2,5		2,5-3,5			
EK30				0,3-0,8	2,5-3,5			
WE43				0,45 ²⁾	3,0	4,0		
WE54				0,45 ²⁾	3,5	5,25		

Fonte: Adaptado de Bohlen *et al.*, 2007.

3.1.2 Aplicações

No passado, a força motriz responsável pelo desenvolvimento de ligas de magnésio foi o potencial para construções leves para aplicações militares na I e II Guerra Mundial, e também para a indústria nuclear (Mordike e Ebert, 2001). Atualmente, a ênfase foi deslocada para redução de peso em aplicações automotivas, a fim de atender as demandas para um uso mais econômico de combustível e emissões mais baixas em um momento de crescente impacto ambiental (Kainer e Bush, 2003).

A exigência em reduzir o peso dos componentes dos carros devido à legislação que limitava a emissão de gases desencadeou o interesse na utilização do magnésio (Mordike e Ebert, 2001). É interessante notar que o uso de magnésio nos carros é uma inovação recente. Na década de 30, era comum incluir partes de magnésio fundido em automóveis, sendo o Fusca o exemplo mais significativo. Desde o início de sua produção em 1939, mais e mais partes, como é o caso do bloco do motor, roda dentada da árvore de cames e a caixa de engrenagem, foram adicionados até que o peso total do magnésio chegou a 17 kg em 1962, o que significou uma redução de 50kg de massa total em comparação com o aço. A

produção do Fusca utilizou quase 21 mil toneladas de ligas de magnésio em 1960 e o Grupo Volkswagen chegou a consumir um total de 42 mil toneladas de ligas de magnésio em 1972, até a mudança do sistema de refrigeração do motor, reduzindo o uso de ligas de magnésio (Kainer e Bush, 2003).

Outros fabricantes utilizaram magnésio em suas aplicações técnicas, bem como em peças complexas, tais como capota do trator feitos por fundição por injeção, caixas de engrenagem para helicópteros, os casos de manivela para motores zeppelin, chassi, aro de roda, instrumentos de painéis, hélice do ventilador para torres de resfriamento, etc. (Kainer e Bush, 2003).

Existem vários motivos pelos quais a utilização das ligas de magnésio é restrita. Um deles é a capacidade limitada de produção devido ao elevado preço de mercado (Kainer e Bush, 2003). O desenvolvimento de ligas de alta pureza, com aumento da resistência à corrosão, contribuiu para uma expansão da produção e utilização das ligas de magnésio, uma vez que a corrosão era um dos principais fatores que inviabilizavam a aplicação. Outro fator favorável diz respeito à reciclagem quando aplicado em substituição a polímeros (Kainer e Bush, 2003).

Durante a solidificação, estrutura cristalina do magnésio possui uma granulação fina, o que resulta em boas propriedades mecânicas à temperatura ambiente, porém, leva à uma baixa resistência à fluência. Além disso, a microestrutura pode ser porosa devido à alta taxa de preenchimento do molde, e o tratamento térmico posterior não seria eficiente, levando à fratura.

Em relação ao processamento de ligas de magnésio, fundição sobre pressão é o ideal tendo em vista a sua baixa temperatura de fundição (650°C - 680°C, dependendo da liga) e da energia relativamente baixa de fusão. O alto preço do magnésio geralmente se refere à sua massa, e não ao volume, e a baixa densidade relacionada a outros fatores podem fazer com que o preço em termos reais seja menor (Kainer e Bush, 2003).

3.2 ECAP

O princípio do ECAP está ilustrado esquematicamente na Figura 3.2 (Valiev e Langdon, 2006). A amostra, na forma de barra ou cilíndrica, é usinada nas dimensões do canal interno

(Valiev e Langdon, 2006). A matriz deve ser colocada em um equipamento adequado para aplicar o esforço de compressão através de um punção (Valiev e Langdon, 2006). A deformação é imposta através de um esforço de cisalhamento simples, que ocorre quando a amostra passa através do ângulo de 90° da matriz, de acordo com a Figura 3.3 (Valiev e Langdon, 2006). A amostra, depois de passar pelo plano de cisalhamento, sai pelo canal da matriz sem experimentar qualquer mudança nas dimensões transversais (Valiev e Langdon, 2006).

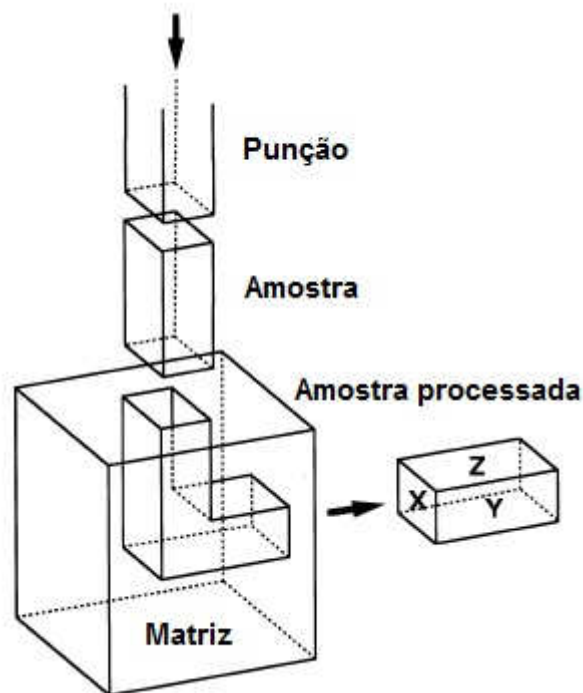


Figura 3.2 – Ilustração esquemática de uma matriz de ECAP típica: os planos X, Y e Z denotam o plano transversal, o plano de fluxo e o plano longitudinal, respectivamente.

Fonte: Adaptado de Nakashima *et al.*, 2000.

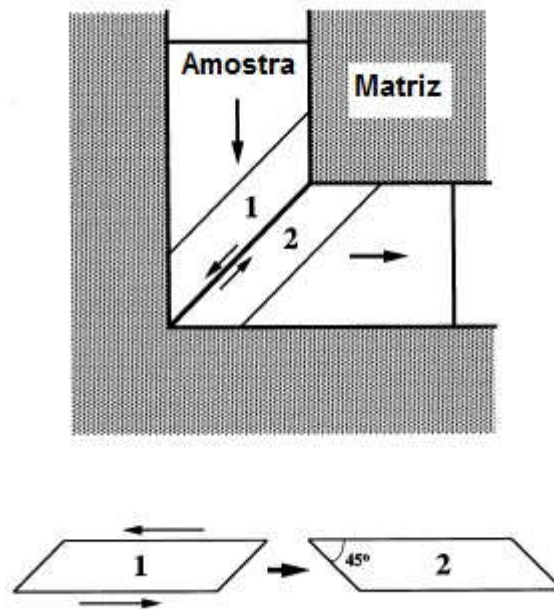


Figura 3.3 : Princípio do ECAP mostrando o plano de corte dentro da matriz: os elementos numerados 1 e 2 são transpostos para o corte como indicado na parte inferior da figura.
 Fonte: Adaptado de Nakashima *et al.*, 2000.

3.2.1 Parâmetros fundamentais em ECAP

3.2.1.1 Deformação imposta em materiais deformador por ECAP

Uma alta deformação é imposta em uma amostra em cada passe através da matriz de ECAP. A magnitude desta tensão pode ser estimada utilizando uma abordagem analítica baseada nas configurações da matriz, ilustrada na Figura 3.4. A tensão é estimada assumindo uma amostra totalmente lubrificada de modo que qualquer atrito pode ser desprezado.

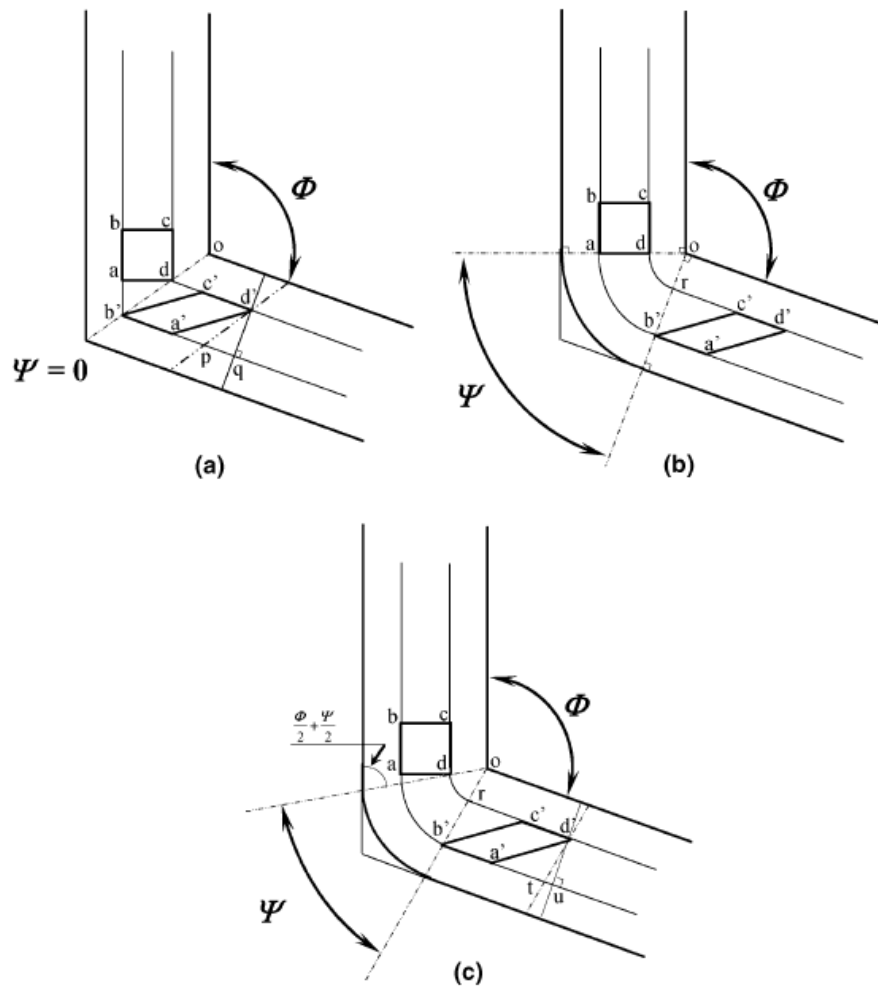


Figura 3.4 – Princípio do ECAP, onde Φ é o ângulo de interseção dos dois canais e Ψ é o ângulo subtendido pelo arco de curvatura no ponto de interseção: (a) $\Psi=0$, (b) $\Psi=\pi-\Phi$, (c) valor arbitrário de Ψ que se encontra entre 0 e $(\pi-\Phi)$.

Fonte: Iwahashi *et al.*, 1996.

Para a situação em que $\Psi=0^\circ$ na Figura 3.4(a), um pequeno elemento quadrado no canal de entrada, definido como abcd, passa através do plano de cisalhamento teórico e torna-se distorcido em um paralelogramo rotulado a'b'c'd'. A deformação de cisalhamento γ é dada por (Iwahashi *et al.*, 1996):

$$\gamma = 2 \cot \frac{\Phi}{2} \quad \text{Eq. 3.1}$$

Utilizando a mesma abordagem para a Figura 3.4(b), onde $\Psi=\pi-\Phi$, tem-se que (Iwahashi *et al.*, 1996):

$$\gamma = \Psi \quad \text{Eq. 3.2}$$

Uma análise similar, onde Ψ representa uma situação intermediária, é feita para a Figura 3.4(c), onde (Iwahashi *et al.*, 1996):

$$\gamma = 2 \cot\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) + \Psi \operatorname{cosec}\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) \quad \text{Eq. 3.3}$$

A Eq. 3.3 é simplificada na forma da Eq. 3.1 quando $\Psi=0^\circ$ e na Eq. 3.2 quando $\Psi=(\pi-\Phi)^\circ$. Uma vez que a mesma deformação é acumulada após cada passe pela matriz, a deformação equivalente após N passes, ε_N , pode ser expressa através da seguinte equação (Iwahashi *et al.*, 1996):

$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) + \Psi \operatorname{cosec}\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) \right] \quad \text{Eq. 3.4}$$

Sendo assim, a deformação pode ser estimada através da Eq. 3.4 para qualquer condição do processamento por ECAP, desde que sejam conhecidos os ângulos Ψ e Φ (Iwahashi *et al.*, 1996). A Eq. 3.4 também é consistente com uma estimativa anterior da deformação, onde a matriz foi analisada para $\Psi=0^\circ$, o ângulo do canal Φ foi tomado como 2φ e a deformação após N passes foi estimada como (Segal, 1995):

$$\varepsilon_N = \frac{2N}{\sqrt{3}} 2 \cot \varphi \quad \text{Eq. 3.5}$$

Todas estas abordagens conduzem a relações semelhantes para a deformação equivalente, mas a Eq. 3.4 possui a vantagem que incorpora o ângulo associado ao arco de curvatura, Ψ . Esta equação é também razoavelmente consistente com abordagens alternativas (Lee, 2000; Aida *et al.*, 2001; Xia e Wang, 2001) e fornece um procedimento simples e direto para estimar a deformação para qualquer matriz com diferentes valores de Φ e Ψ (Valiev e Langdon, 2006).

3.2.1.2 Rotas de processamento de ECAP

Desde que a área transversal da amostra permaneça inalterada após o primeiro passe, a mesma amostra pode ser pressionada repetidamente, promovendo altas deformações (Furukawa *et al.*, 1998). Pode-se então estabelecer diferentes sistemas de deslizamento e microestruturas em cada prensagem consecutiva girando as amostras entre um passe e outro (Segal, 1995). Na prática, muitos trabalhos de ECAP envolvem o uso de barras com seções transversais quadradas e matriz com canais quadrados. Para este tipo de amostra, é conveniente desenvolver rotas de processamento em que as amostras são giradas em incrementos de 90° entre cada passe (Valiev e Langdon, 2006). Estas mesmas rotas de processamento são aplicadas quando as amostras estão na forma de barras transversais circulares (Valiev e Langdon, 2006). Quatro rotas fundamentais têm sido identificadas em ECAP: rota A, em que a amostra é pressionada repetidamente sem qualquer rotação; rota B_A onde a amostra é girada 90° em direções alternadas entre passes consecutivos; rota B_C onde a amostra é girada no mesmo sentido por 90° em tre cada passagem; e a rota C, onde a amostra é girada em 180° entre as passagens (Figura 3.5) (Nakashima *et al.*, 2000):

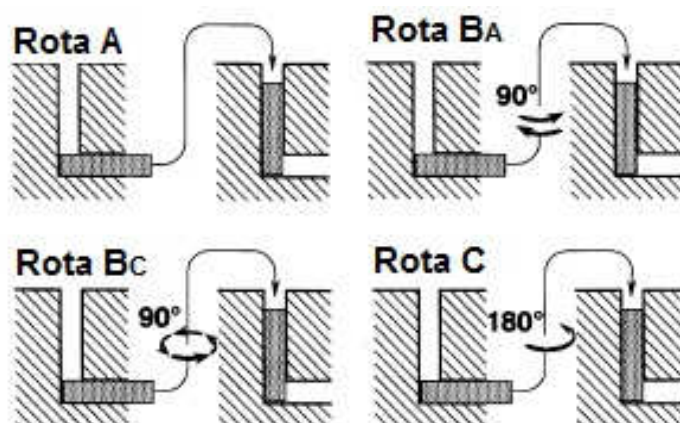


Figura 3.5 – As quatro rotas fundamentais do processamento por ECAP.
Fonte: Adaptado de Nakashima *et al.*, 2000.

Furukawa *et al.* (1998) analisaram ainda duas rotas adicionais: B_A -A (alternando em 0° , 90° , 0° e -90° entre um passo e outro) e B_C -A (alternando em 0° e 90° entre cada passe, sendo que o giro é feito sempre no mesmo sentido). A Tabela 3.4 detalha o ângulo de rotação e as direções para as seis rotas de processamento por ECAP descritas anteriormente.

Tabela 3.4 – Ângulos de rotação e direções para as seis rotas de processamento.

Rota	Número de passes						
	2	3	4	5	6	7	8
A	0°	0°	0°	0°	0°	0°	0°
B _A	90° ↙	90° ↘	90° ↙	90° ↘	90° ↙	90° ↘	90° ↙
B _C	90° ↙	90° ↙	90° ↙	90° ↙	90° ↙	90° ↙	90° ↙
C	180°	180°	180°	180°	180°	180°	180°
B _{A-A}	90° ↙	0°	90° ↘	0°	90° ↙	0°	90° ↘
B _{C-A}	90° ↙	0°	90° ↙	0°	90° ↙	0°	90° ↙

Fonte: Adaptado de Furukawa *et al.*, 1998.

3.2.1.3 Planos de cisalhamento teórico em diferentes rotas de processamento

Os planos de cisalhamento de um elemento cúbico após dois passes pela matriz de ECAP, considerando as rotas A, B e C, estão descritos esquematicamente na Figura 3.6.

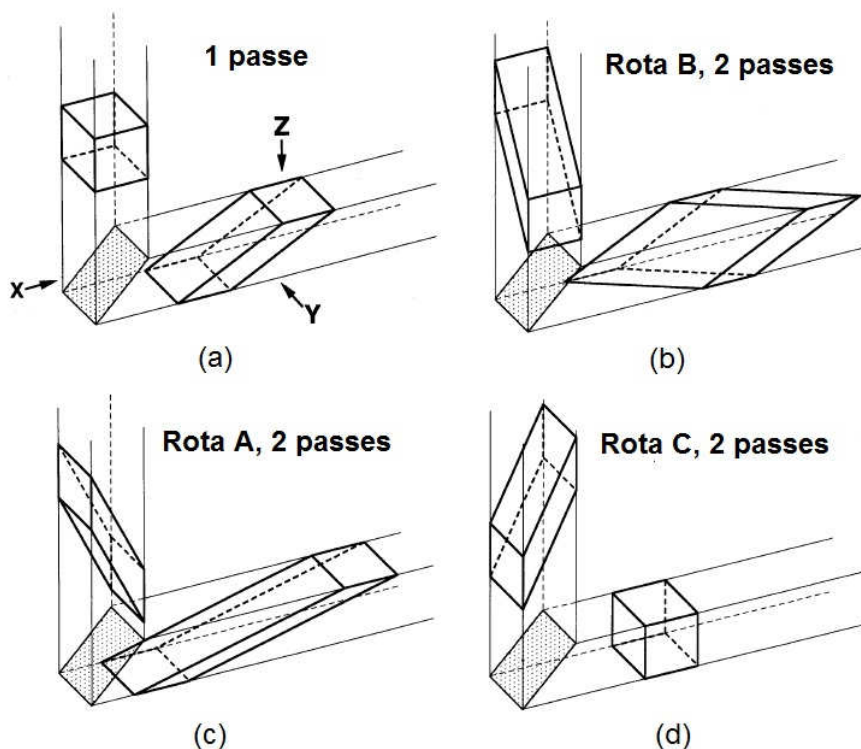


Figura 3.6 – Ilustração esquemática do cisalhamento que ocorre no processamento por ECAP para (a) 1 passe, (b) 2 passes na rota A, (c) 2 passes na rota B e (c) 2 passes na rota C.

Fonte: Adaptado de Furukawa *et al.*, 1998.

A rota C é denominada um processo de deformação redundante, onde a deformação é restaurada após cada par de passes. A rota B_C também é um processo redundante de deformação porque o cisalhamento no primeiro passe é cancelado pelo terceiro passe e o cisalhamento no segundo passe é cancelado pelo quarto passe. Em contrapartida, as rotas A e B_A não são procedimentos redundantes, onde existem dois planos de cisalhamento separados por um ângulo de 90° para a rota A e quatro planos de cisalhamento distintos que se cruzam em ângulos de 120° para a rota B_A (Valiev e Langdon, 2006).

As implicações destes sistemas de cisalhamento estão ilustradas na Figura 3.7, onde as quatro linhas principais correspondem às quatro diferentes rotas de processamento e as ilustrações retratam as distorções macroscópicas introduzidas em um elemento cúbico vistos dos planos X, Y e Z, para até um número máximo de 8 passes (Furukawa *et al.*, 1998). Assim, para cada plano de corte e processamento por cada rota, a Figura 3.7 fornece as distorções visíveis em cada face do elemento cúbico. Observa-se que o elemento cúbico é restaurado a cada 2 passes pela rota C e a cada 4 passes pela rota B_C , enquanto as distorções tornam-se mais agudas quando se utiliza as rotas A e B_A . Além disso, não há deformação do elemento cúbico no plano Z para as rotas A e C. As implicações dessas distorções são consideradas quando se analisa a influência da rota de processamento no desenvolvimento de uma microestrutura de grãos ultrafinos (Valiev e Langdon, 2006).

Rota	Plano	Número de passes								
		0	1	2	3	4	5	6	7	8
A	X									
	Y									
	Z									
B _A	X									
	Y									
	Z									
B _C	X									
	Y									
	Z									
C	X									
	Y									
	Z									
B _A -A	X									
	Y									
	Z									
B _C -A	X									
	Y									
	Z									

Figura 3.7 – Distorções introduzidas nos elementos cúbicos quando visualizadas nos planos X, Y e Z para o processamento de rotas A, B_A, B_C, C, B_A-A e B_C-A considerando de 1 a 8 passes.

Fonte: Adaptado de Furukawa *et al.*, 1998.

As rotas C e B_C são preferenciais, pois restauram o elemento cúbico depois de 2 e 4 passes respectivamente, favorecendo a isotropia do material, fato que não ocorre para as rotas A e

B_A . A rota B_C é mais adequada que a rota C por causa da ausência de deformação do plano Z da rota C. A rota B_A -A não é atrativa devido ao acréscimo de distorção após cada passe em relação aos três planos ortogonais. Já a rota B_C -A pode representar uma condição ideal porque combina as duas rotas e introduz uma alta deformação por cisalhamento em cada plano e consegue restaurar a estrutura cúbica após 8 passes (Furukawa *et al.*, 1998).

3.2.2 Fatores experimentais que influenciam no ECAP

Quando os materiais são processados utilizando ECAP, diversos fatores influenciam a trabalhabilidade e as características microestruturais. Esses fatores se dividem em três categorias distintas. Primeiramente, fatores associados diretamente com a facilidade experimental do processamento na matriz de ECAP, tais como os valores dos ângulos dentro da matriz entre as duas partes do canal e o arco de curvatura onde os canais se cruzam. Segundo, os fatores relacionados ao regime de processamento, nos quais o pesquisador pode exercer algum controle, tais como a velocidade do punção, a temperatura de operação e a presença ou ausência de uma contra-pressão. O terceiro diz respeito a outros fatores de transformação que podem influenciar o refinamento de grão e a homogeneidade da microestrutura do material, incluindo a natureza da textura cristalográfica e a distribuição da orientação dos grãos no material não processado. Portanto, é muito importante realizar uma caracterização detalhada do material antes de iniciar a operação de ECAP (Valiev e Langdon, 2006).

3.2.2.1 Influência do ângulo do canal, Φ

O ângulo do canal da matriz de ECAP, Φ , é o fator experimental mais significativo na natureza da microestrutura do material, uma vez que dita a deformação total imposta em cada passe (Figura 3.8). No entanto, a maioria das experiências relatadas utiliza matrizes com valores de Φ entre 90° e 120° , onde não se faz qualquer correlação de resultados obtidos a partir de ângulos diferentes.

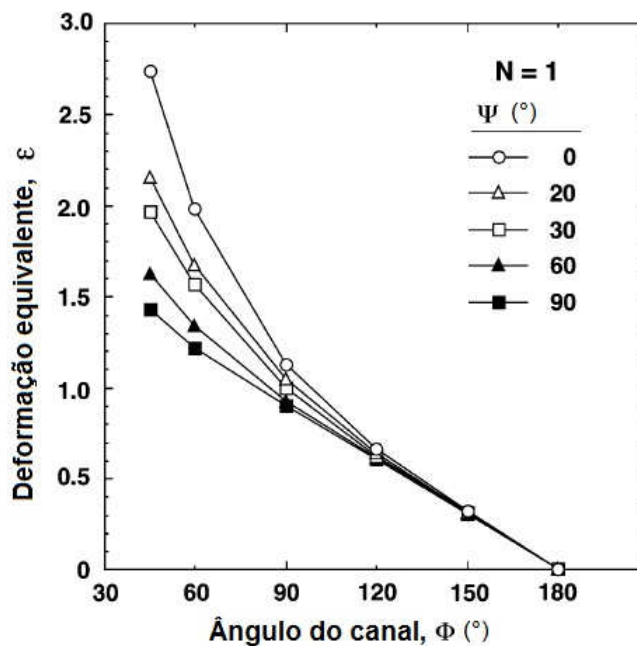


Figura 3.8 – Variação da deformação equivalente (ϵ) em relação ao ângulo do canal (Φ), onde Φ varia de 45° a 180°. Os valores do ângulo do arco de curvatura (Ψ) varia de 0° a 90°. As tensões são equivalentes a um único passe ($N=1$).
 Fonte: Adaptado de Furuno *et al.*, 2004.

Nakashima *et al.* (1998) realizaram experimentos em quatro matrizes com ângulos diferentes (90°, 112,5°, 135° e 157,5°) e arco de curvatura Ψ variando entre 10° e 30°, ilustradas na Figura 3.9. Amostras de alumínio comercialmente puro foram processadas nestas matrizes à temperatura ambiente utilizando a rota B_C , onde a amostra é girada 90° na mesma direção entre cada passe. A fim de proporcionar uma comparação significativa entre os ângulos dos diversos canais, o número de passes em cada matriz foi ajustado de modo que o total de deformação imposta foi de ~4 para cada amostra. Assim, considerando a Eq. 3.4, as amostras com ângulo entre canais de 90°, 112,5°, 135° e 157,5° foram processadas por 4, 6, 9, e 19 passes, respectivamente, que correspondem às deformações totais de 4,22, 4,27, 4,21 e 4,33.

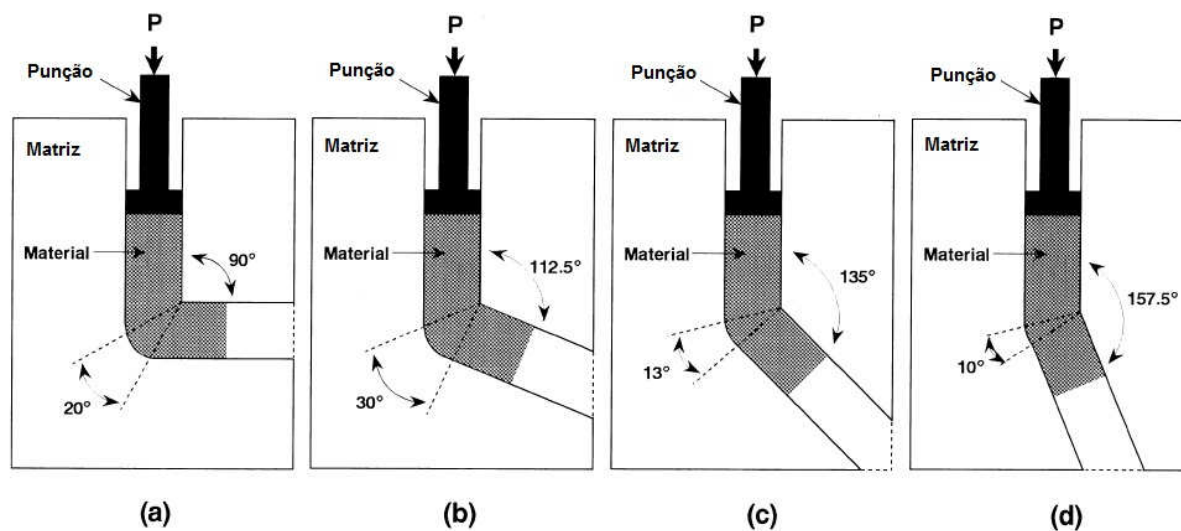


Figura 3.9 Ilustração esquemática das matrizes utilizadas para avaliar a influência do ângulo do canal, Φ : os valores de Φ são: (a) 90° ; (b) $112,5^\circ$; (c) 135° e (d) $157,5^\circ$.

Fonte: Adaptado de Nakashima *et al.*, 1998.

Apesar da eficiência da matriz de ECAP com ângulo $\Phi=90^\circ$, é importante reconhecer que, experimentalmente, é mais fácil processar amostras utilizando matrizes com ângulos maiores que 90° . Para alguns materiais muito duros ou com baixa ductilidade, esta pode ser uma consideração importante. Por exemplo, experimentos mostraram que não era viável processar tungstênio de pureza comercial através de uma matriz com ângulo de 90° a uma temperatura de 1273K devido a rachaduras nas amostras, mas excelentes resultados foram obtidos processando amostras à mesma temperatura na matriz com ângulo de 110° (Alexandrov *et al.*, 2000, apud Valiev e Langdon, 2006).

3.2.2.2 Influência do ângulo de curvatura, Ψ

O ângulo de curvatura, Ψ , equivale ao ângulo externo, onde as duas partes do canal se cruzam dentro da matriz. Este ângulo desempenha apenas um menor papel na determinação da deformação imposta à amostra, como mostram as estimativas de deformação equivalente da Figura 3.8. No entanto, é importante investigar a influência deste ângulo na produção de materiais de granulação ultrafina (Valiev e Langdon, 2006).

Figueiredo *et al.*, (2006) e Li *et al.*, (2004) estudaram a deformação que ocorre no processamento por ECAP através do uso de modelagem por elementos finitos, sendo que Li

et al., (2004) avaliaram a influência do ângulo de curvatura Ψ na deformação total do material. O papel deste ângulo também é importante porque, enquanto a matriz que é dividida em duas partes é facilmente construída com $\Psi=0^\circ$, todas as matrizes sólidas necessariamente possuem $\Psi>0^\circ$. O significado dessas diferenças foi cuidadosamente investigado utilizando amostras de alumínio puro e duas matrizes diferentes: uma matriz partida com $\Phi=90^\circ$ e $\Psi=0^\circ$, onde a amostra possui uma seção transversal quadrada de dimensões $10 \times 10 \text{ mm}^2$ e uma matriz sólida com $\Phi=90^\circ$ e $\Psi=20^\circ$, onde a amostra possui seção circular com um diâmetro de 10mm (Shan *et al.*, 2002; Xu e Langdon, 2003, apud Valiev e Langdon, 2006). As amostras foram processadas por entre ambas matrizes à temperatura ambiente em 4 passes, o equivalente a deformações impostas de 4,6 e 4,2 para a matriz dividida e matriz sólida, respectivamente, e as amostras foram então seccionadas perpendicularmente ao seu eixo longitudinal e os valores locais de microdureza Vickers foram registrados seguindo um padrão de grade regular, com espaçamento entre cada ponto de 0,5 mm. Os resultados a partir dessas medições mostraram uma excelente consistência entre essas duas configurações de matriz. Isto pode ser ilustrado através de uma representação com códigos de cores (Shan *et al.*, 2002), ou, para simplificar, plotando os valores de dureza em mapas de contorno, como ilustrado na Figura 3.10. Assim, os valores médios da microdureza Vickers foram 42,1 e 43,2 para a matriz dividida e matriz sólida, respectivamente, onde estes valores são considerados idênticos experimentalmente.

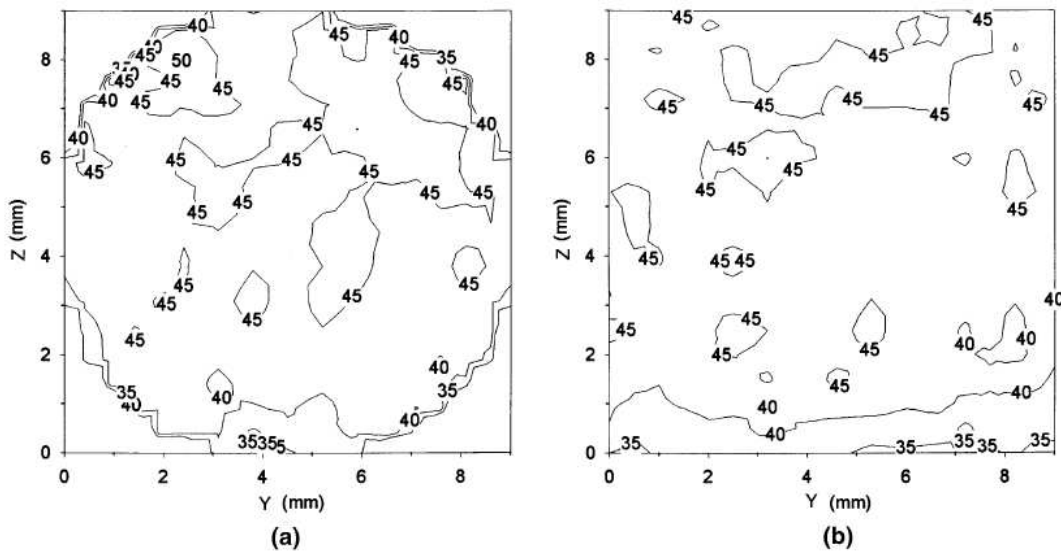


Figura 3.10 – Mapas de contorno mostrando os valores de microdureza Vickers gravado no plano X de amostras de Al puro processados em 4 passes utilizando a rota B_C em uma matriz ECAP com $\Phi=90^\circ$ e arco de curvatura (a) $\Psi = 20^\circ$ e (b) $\Psi = 0^\circ$

Fonte: Xu e Langdon, 2003, apud Valiev e Langdon.

3.2.2.3 Influência da velocidade de prensagem

O processamento por ECAP é geralmente conduzido utilizando prensas hidráulicas de alta capacidade que operam com velocidade do punção relativamente alta (na faixa de $\sim 1-20$ mm s⁻¹). No entanto, é viável a construção de matrizes para uso em máquinas de ensaios mecânicos convencionais e esta fornece a capacidade de modificar a velocidade de processamento em uma faixa mais ampla (Valiev e Langdon, 2006).

O primeiro exame detalhado da influência da velocidade do punção envolvendo o processamento de alumínio puro e uma liga Al-Mg 1% na faixa de velocidade do punção entre 10^{-2} e 10 mm s⁻¹ foi feito por Berbon e demais pesquisadores (1999). Estes resultados demonstram que a velocidade do punção não tem influência significativa sobre o tamanho de grãos ultrafinos formados por ECAP, mas, desde que a recuperação ocorra mais facilmente quando se processa em velocidades mais lentas, estas velocidades mais baixas produzem microestruturas mais equiaxiais. A falta de qualquer dependência significativa da velocidade do punção é ilustrado para a liga Al-1%Mg na Figura 3.11, onde a tensão de escoamento do ensaio de tração, realizado à temperatura ambiente utilizando uma taxa de deformação de $1,0 \times 10^{-1}$ s⁻¹, é plotada para a velocidade do punção após uma série de passes (N variando de 1 a 4) utilizando a rota B_C (Berbon *et al.*, 1999). Estes resultados confirmam o aumento de tensão à medida que se aumenta o número de passes através da matriz, a tendência de estabilizar quando N \sim 4, e a falta de qualquer dependência com a velocidade do punção.

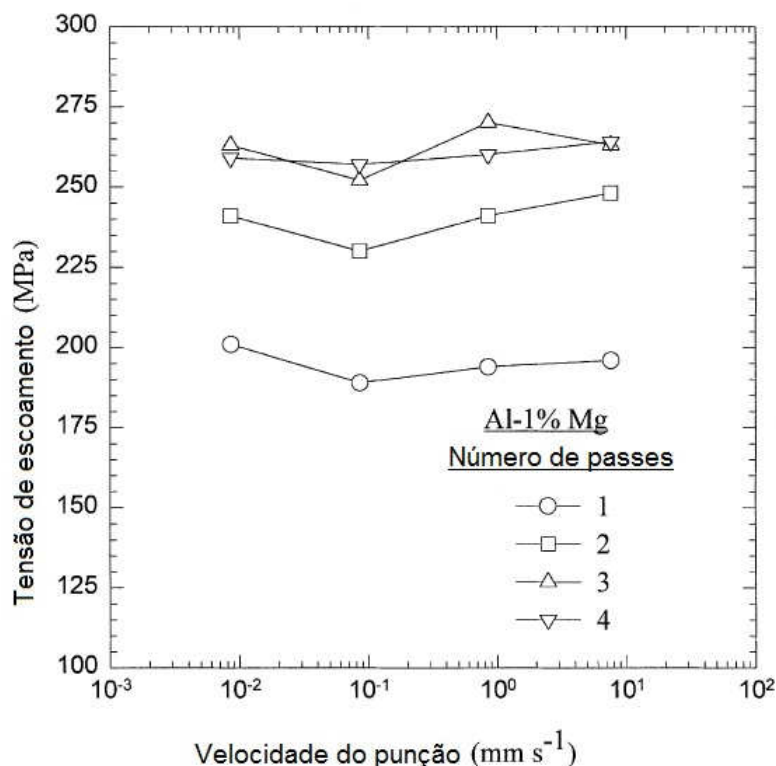


Figura 3.11 – Variação da tensão de escoamento com a velocidade do punção para uma liga Al-Mg 1% após ECAP através de 1, 2, 3 e 4 passes: dados gerados à temperatura ambiente utilizando taxa de deformação de $1,0 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$.

Fonte: Adaptado de Berbon *et al.* (1999).

O gráfico da Figura 3.11 vale para o alumínio processado à temperatura ambiente, o que é aproximadamente 30% da temperatura de fusão do alumínio. Já para o caso do magnésio, a temperatura de processamento é normalmente acima de 50% da temperatura de fusão. Logo, acredita-se que a influência da velocidade de deformação será maior no magnésio.

Uma conclusão similar foi alcançada também em ensaios com alumínio puro e três ligas à base de alumínio, utilizando velocidades de 18 e $0,18 \text{ mm s}^{-1}$, onde foi mostrado que há um aquecimento abrupto das amostras quando utiliza-se a velocidade mais rápida, mas sem aquecimento significativo para a velocidade mais lenta (Yamagushi *et al.*, 1999). Além disso, testes de titânio utilizando velocidades do punção de 0,2 e $2,8 \text{ mm s}^{-1}$ revelaram apenas pequenas diferenças microestruturais nas amostras processadas por um passe no ECAP (Kim *et al.*, 2003a).

3.2.2.4 Influência da temperatura de prensagem

A temperatura de processamento é um fator chave para qualquer utilização do ECAP, pois pode ser controlada com relativa facilidade. A primeira investigação detalhada da influência da temperatura em amostras de alumínio puro, liga Al-3%Mg e Al-3%Mg0,2%Sc foi realizada à temperatura de 573K (Yamashita *et al.*, 2000). A fim de assegurar um acompanhamento cuidadoso e correto da temperatura dentro da matriz, com erro de $\pm 5K$ durante cada passe, uma matriz sólida foi construída com um termopar inserido em um pequeno orifício, perfurado horizontalmente até uma posição de ~5mm em relação à parede do canal próximo ao plano de cisalhamento. O monitoramento foi feito cuidadosamente por cerca de 1 hora até atingir a temperatura necessária e cerca de 10 minutos para estabilizá-la. Assim, o processamento foi realizado utilizando duas amostras: a primeira amostra foi inserida na matriz e, depois de ~10 minutos, processada por ECAP, a segunda amostra foi aquecida à mesma temperatura em forno separado e depois processada (Yamashita *et al.*, 2000).

Os resultados destes experimentos mostraram duas tendências importantes. Primeiro, houve um aumento no tamanho do grão com o aumento da temperatura, como ilustra a Figura 3.12 (Yamashita *et al.*, 2000). Em segundo lugar, concluiu-se a partir de um exame dos padrões SAED que a fração de contornos de baixo ângulo aumentou com o aumento da temperatura. No entanto, houve também uma dependência significativa do material, pois a transição para contornos de baixo ângulo ocorreu no processamento em temperaturas de 473K no alumínio puro e em 573K na liga Al-3%Mg. Além disso, não houve transição para contornos de baixo ângulo para a liga Al-3%Mg-0,2%Sc (Yamashita *et al.*, 2000).

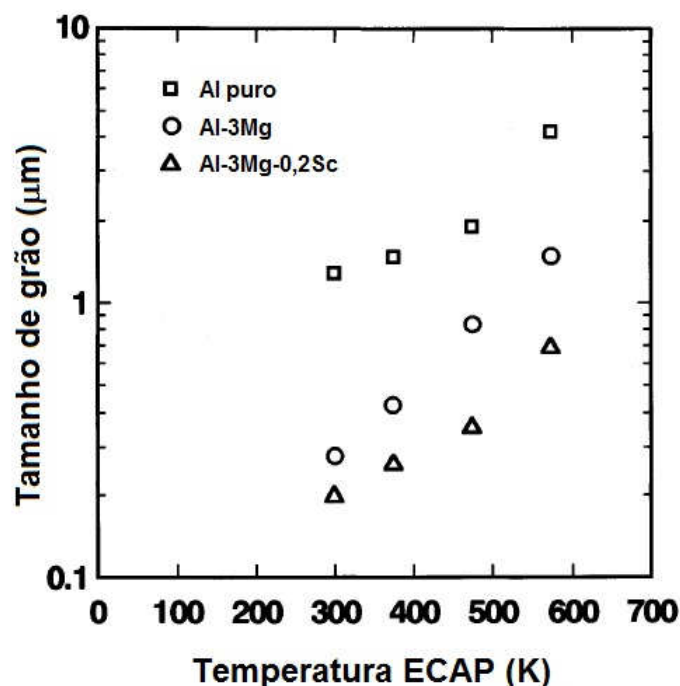


Figura 3.12 – Tamanho de grão após ECAP versus temperatura de processamento para Al puro, ligas Al-3%Mg e Al-3%Mg-0,2%Sc.
Fonte: Adaptado de Yamashita *et al.*, 2000.

A tendência de formação de grãos grosseiros ou subgrãos em temperaturas elevadas de processamento foi confirmada em várias investigações posteriores (Shin *et al.*, 2002; Huang *et al.*, 2004; Goloborodko *et al.*, 2004; Wang *et al.*, 2004) e análises detalhadas utilizando padrões Kikuchi confirmaram a tendência para uma maior fração de contornos de alto ângulo em temperaturas mais baixas (Shin *et al.*, 2002; Goloborodko *et al.*, 2004; Wang *et al.*, 2004). Para o processamento do titânio puro, houve evidências de uma mudança no mecanismo de deformação da formação de bandas de cisalhamento paralelas à formação de bandas de maclação quando a temperatura foi aumentada de 473 para 523K (Kim *et al.*, 2003b). Todos estes resultados demonstram que, embora seja geralmente mais fácil experimentalmente processar amostras a altas temperaturas, microestruturas de granulação ultrafina serão alcançadas quando o processamento por ECAP é realizado na menor temperatura possível, onde o processamento pode ser razoavelmente conduzido sem a introdução de qualquer fratura significativa na amostra. Ao manter uma temperatura baixa de processamento, aumenta-se o potencial de obter um tamanho de grão muito pequeno e uma maior fração de contorno de alto ângulo.

3.2.3 Efeito sobre o comportamento mecânico dos metais

A deformação plástica a frio dos metais leva a um aumento na densidade de discordâncias internas da estrutura. Isto está normalmente associado a um aumento na tensão de fluxo, e este processo é chamado de encruamento, e normalmente envolve redução na ductilidade dos metais. A Figura 3.13 mostra curvas tensão-deformação de engenharia para ensaios de tração em uma liga Al-Mg antes e após o processamento por ECAP. A Figura 3.13 mostra que o processamento por ECAP aumenta a resistência do material, mas reduz a ductilidade. Quanto maior a quantidade de passes por ECAP, mais pronunciado é este efeito, justificado pelo maior refinamento de grãos e aumento da densidade de discordâncias (Fang *et al.*, 2007).

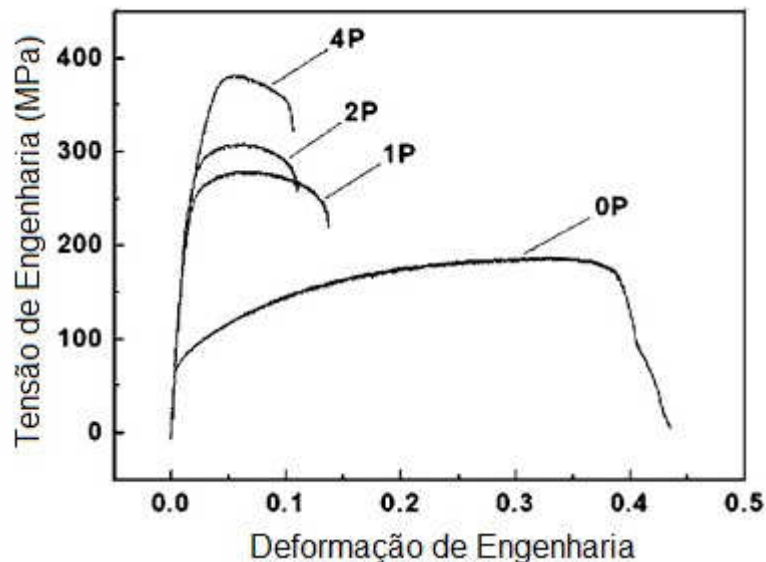


Figura 3.13 – Curvas tensão-deformação de ensaios de tração de uma liga de alumínio Al-Mg processada por ECAP.

Fonte: Adaptado de Fang *et al.*, 2007.

Segundo Wang e Ma (2004), os mecanismos de discordâncias são dominantes no controle da deformação plástica em metais com tamanhos de grãos da ordem de 100nm. Estes materiais, quando previamente submetidos a um alto esforço a frio, perdem a capacidade de encruamento de metais normais, ficando suscetíveis à instabilidades plásticas. A Figura 3.14 mostra curvas tensão-deformação de engenharia do cobre processado por ECAP e testados à tração (curva A). O pico da curva exatamente após a tensão de escoamento (curva A), em contraste com o da curva B, com microestrutura de grãos grosseiros, mostra um considerável encruamento sobre grandes deformações. Tendo em vista a busca pelo

aumento da ductilidade de materiais processados por ECAP, Wang e Ma (2004) propuseram três estratégias para aumentar a ductilidade do cobre puro processado por ECAP. A primeira estratégia consiste na formação de microestrutura com distribuição de grão bimodal ou multimodal contendo alguns grãos maiores no meio de grãos nanoestruturados. Os grãos maiores acomodariam alguma deformação e seriam responsáveis por um pequeno encruamento enquanto os grãos nanoestruturados manteriam a resistência mecânica elevada. Esta estratégia pode ser observada na Figura 3.14 na curva C, onde o cobre com microestrutura bimodal atinge uma tensão de engenharia da ordem de ~420MPa e uma deformação de engenharia da ordem de ~67%, um aumento de cerca de 4 vezes na deformação em relação ao material processado por ECAP com estrutura totalmente nanoestruturada (curva A). Além disso, a estrutura bimodal do cobre apresenta valores de tensão de engenharia da ordem de 2 vezes o valor encontrado para o cobre com granulação mais grosseira (curva B da Figura 3.14).

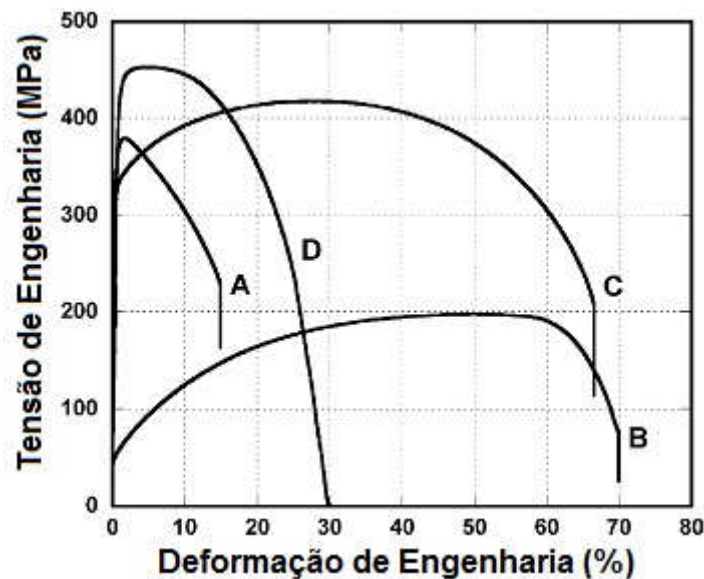


Figura 3.14 – Curvas tensão-deformação de ensaios de tração à temperatura ambiente para o cobre com diferentes microestruturas: ECAP do cobre (curva A), microestrutura com grãos grosseiros convencional do cobre (curva B), nanoestrutura bimodal do cobre (curva C), ECAP do cobre laminado a frio em nitrogênio líquido e recozido à 180°C por 3 minutos (curva D). A taxa de deformação para todos os testes da figura foi de $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Fonte: Adaptado de Wang e Ma, 2004.

A Figura 3.15 mostra curvas tensão-deformação verdadeiras de ensaios de compressão para o cobre com diferentes microestruturas: cobre processado por ECAP (curva A), processado por ECAP e laminado a frio em nitrogênio líquido e recozido à 180°C por 3 minutos (curva B), e com nanoestrutura bimodal (curva C). A taxa de deformação para todos

os testes da figura foi de $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$. Devido à taxa de deformação mais elevada, a resistência ao escoamento é ligeiramente mais elevada do que a observada na Figura 3.14. Podemos observar a capacidade de encruamento da estrutura bimodal em relação às outras.

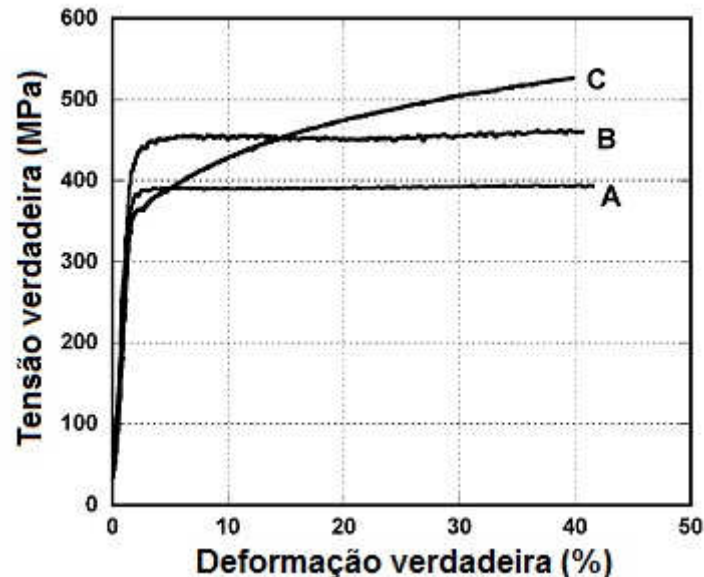


Figura 3.15 – Curvas tensão-deformação verdadeiras de ensaios de compressão para o cobre com diferentes microestruturas: ECAP do cobre (curva A), ECAP do cobre laminado a frio em nitrogênio líquido e recozido à 180°C por 3 minutos (curva B), e nanoestrutura bimodal do cobre (curva C). A taxa de deformação para todos os testes da figura foi de $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$.
Fonte: Adaptado de Wang e Ma, 2004.

Na segunda estratégia proposta por Wang e Ma (2004), a deformação do material é conduzida em baixas temperaturas, abaixo da temperatura de processamento por ECAP, variando os parâmetros de deformação ao invés de modificar a microestrutura. A Figura 3.16 mostra as curvas de tensão-deformação de engenharia para o cobre puro processado por ECAP e testados à tração na temperatura de 77K , variando a taxa de deformação de 1×10^{-4} a $1 \times 10^{-1} \text{s}^{-1}$. Neste caso, o material recupera a capacidade de encruar devido à redução da recuperação dinâmica, alcança um alongamento uniforme e uma elevada resistência em temperaturas criogênicas.

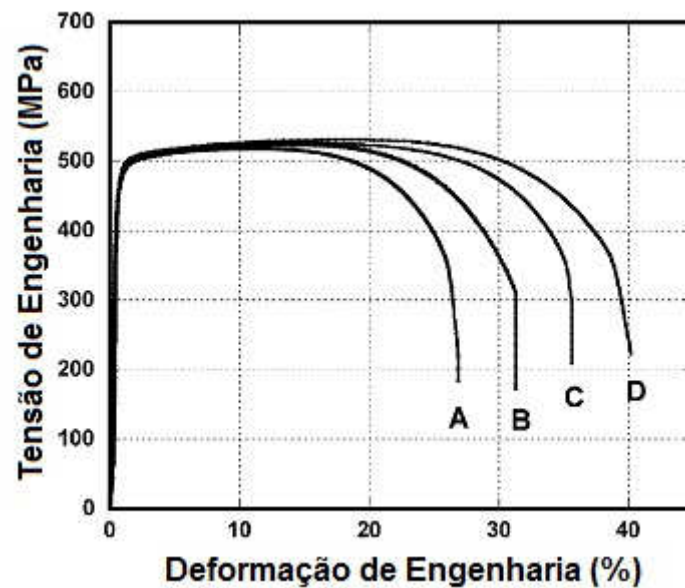


Figura 3.16 – Curvas tensão-deformação de engenharia do cobre processado por ECAP e submetido à ensaios de tração na temperatura de 77K. As curvas A-D foram testadas nas taxas de deformação de 1×10^{-4} , 1×10^{-3} , 1×10^{-2} e $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$, respectivamente.

Fonte: Adaptado de Wang e Ma, 2004.

A terceira estratégia proposta por Wang e Ma (2004) consiste na utilização da elevada sensibilidade à taxa de deformação (m) da tensão de fluxo do cobre nanoestruturado, que é observada especialmente em baixas taxas de deformação. A Figura 3.17 mostra a curva de tensão-deformação de engenharia para o cobre processado por ECAP e testado à tração nas taxas de deformação de $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (curva A) e $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ (curva B). A sensibilidade à taxa de deformação (m) é calculada através da Eq. 3.6 (Wang e Ma, 2004):

$$m = \left(\frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right)_{\epsilon, T} = \frac{\Delta \log \sigma}{\Delta \log \dot{\epsilon}} \quad \text{Eq. 3.6}$$

Ainda segundo Wang e Ma (2004), um valor suficientemente alto de m poderia ajudar a resistir a uma deformação não homogênea, mesmo em uma situação em que não haja a presença de encruamento. Se m for realmente aumentado, pode retardar o aparecimento de pescoço segundo o critério de Hart para um material sensível à taxa e melhorar a ductilidade à tração.

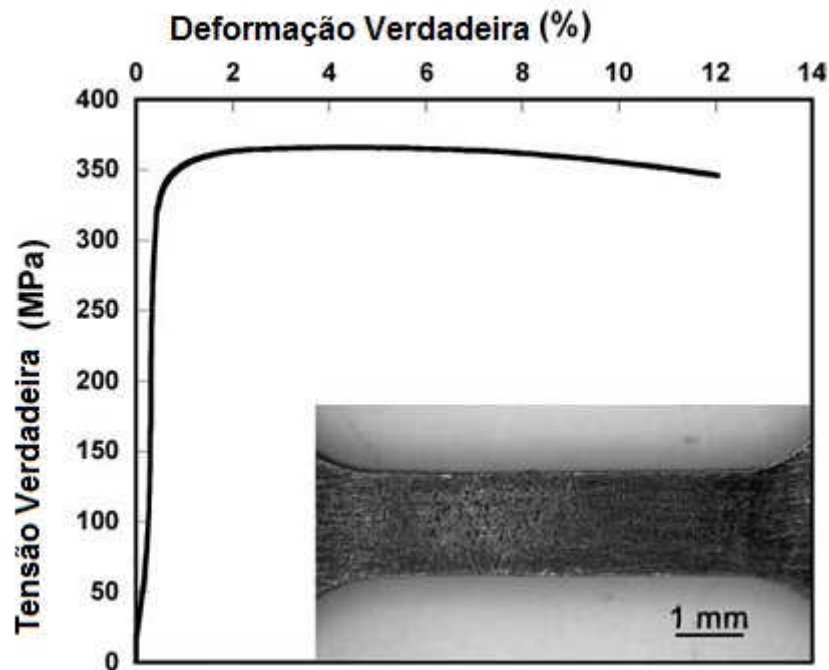


Figura 3.17 – Curvas tensão-deformação verdadeira do cobre processado por ECAP à temperatura ambiente e submetido à taxa de deformação: $1 \times 10^{-6} \text{s}^{-1}$.
 .Fonte: Adaptado de Wang e Ma, 2004.

3.3 ECAP de magnésio

3.3.1 Dificuldades de processamento por ECAP

O processamento por ECAP de magnésio e suas ligas à temperatura ambiente é restrito devido à ductilidade limitada do material. Nesta condição, ocorre a fratura do corpo de prova durante o processamento. Devido à estrutura cristalina hexagonal, a tensão crítica resolvida para o deslizamento (CRSS) do plano basal em amostras de monocristal de magnésio exibe valor 100 vezes menor do que para o deslizamento de um plano não basal à temperatura ambiente (Mukai *et al.*, 2001).

A fim de contornar essa restrição o processamento do magnésio é normalmente conduzido em altas temperaturas. Uma maior temperatura de processamento por ECAP ajuda a evitar a formação de trincas e sua propagação, e promover a recuperação e recristalização que levam a uma menor quantidade de defeitos cristalinos (Kang *et al.*, 2008). Porém, em altas temperaturas não se consegue diminuir significativamente o tamanho do grão do material.

Alguns artifícios são utilizados no processamento para evitar temperaturas muito elevadas. Primeiramente, a realização de extrusão do material anteriormente ao ECAP facilita o processamento em temperaturas moderadas sem a ocorrência de falha.

Por exemplo, Mukai e colaboradores (2001) conseguiram processar a liga de magnésio AZ31 inicialmente extrudada à temperatura de 200°C em uma matriz com ângulo do canal Φ de 90°. O processamento por ECAP foi feito em 8 passes através da rota B_C.

Na pesquisa de Agnew e colaboradores (2004), somente foi possível processar a liga de magnésio AZ31B inicialmente extrudada na temperatura de 200°C através da aplicação de uma contra-pressão no canal de saída da matriz, eliminando as falhas por cisalhamento. O processamento por ECAP também foi realizado em 8 passes através da rota B_C.

A fim de determinar a melhor forma de processamento por ECAP para obter um escoamento uniforme, Kang e demais pesquisadores (2008) processaram amostras da liga de magnésio AZ31 por ECAP em diferentes temperaturas e taxas de deformação. Foi utilizada uma matriz com ângulo do canal Φ de 90°. A temperatura de processamento por ECAP utilizada foi de 150°C a 250°C, onde a temperatura de 200°C equivale a ~50% da temperatura de fusão do magnésio (T_m). A velocidade do punção utilizada variou entre 10 e 300mm/min.

Na Figura 3.18, considerando a temperatura de processamento por ECAP de 200°C, observado que a fratura do material diminuiu à medida em que se reduziu a taxa de deformação. Na temperatura de 150°C, mesmo à uma taxa de deformação muito baixa, a liga de magnésio AZ31 exibiu fratura caracterizada pela formação de uma série de segmentos ao longo da direção da extrusão. Contudo, na temperatura de 250°C, o fluxo uniforme foi obtido em todas as taxas de deformação (Kang *et al.*, 2008).

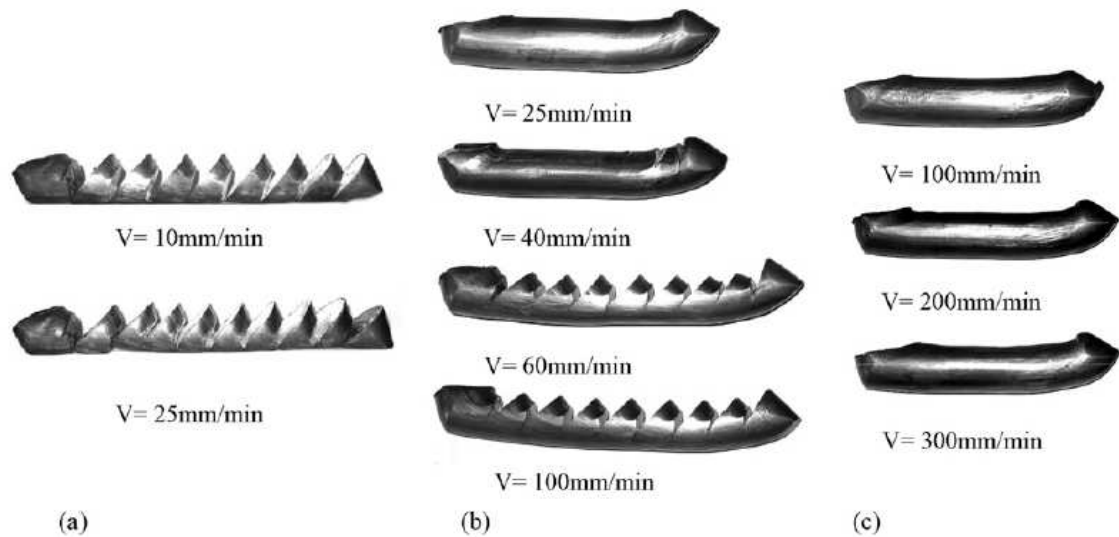


Figura 3.18 – Amostras de liga de magnésio AZ31 após um passe por ECAP a (a) 150°C, (b) 200°C e (c) 250°C, com a variação da velocidade do punção e ntre 10 e 300mm/min, que corresponde a uma taxa de deformação de 0,01 a 0,25s⁻¹, respectivamente.

Fonte: Kang *et al.*, 2008.

3.3.2 Efeito do ECAP na estrutura

A Figura 3.19 apresenta as imagens obtidas após metalografia das amostras da liga de magnésio AZ31B convencionalmente extrudada (a), processada por ECAP (b) e recozida (na temperatura de 350°C durante 2 horas) (c), identificadas com seus respectivos tamanhos de grão (Agnew *et al.*, 2004). A estrutura dos grãos se apresenta equiaxial e homogênea em todas as situações.

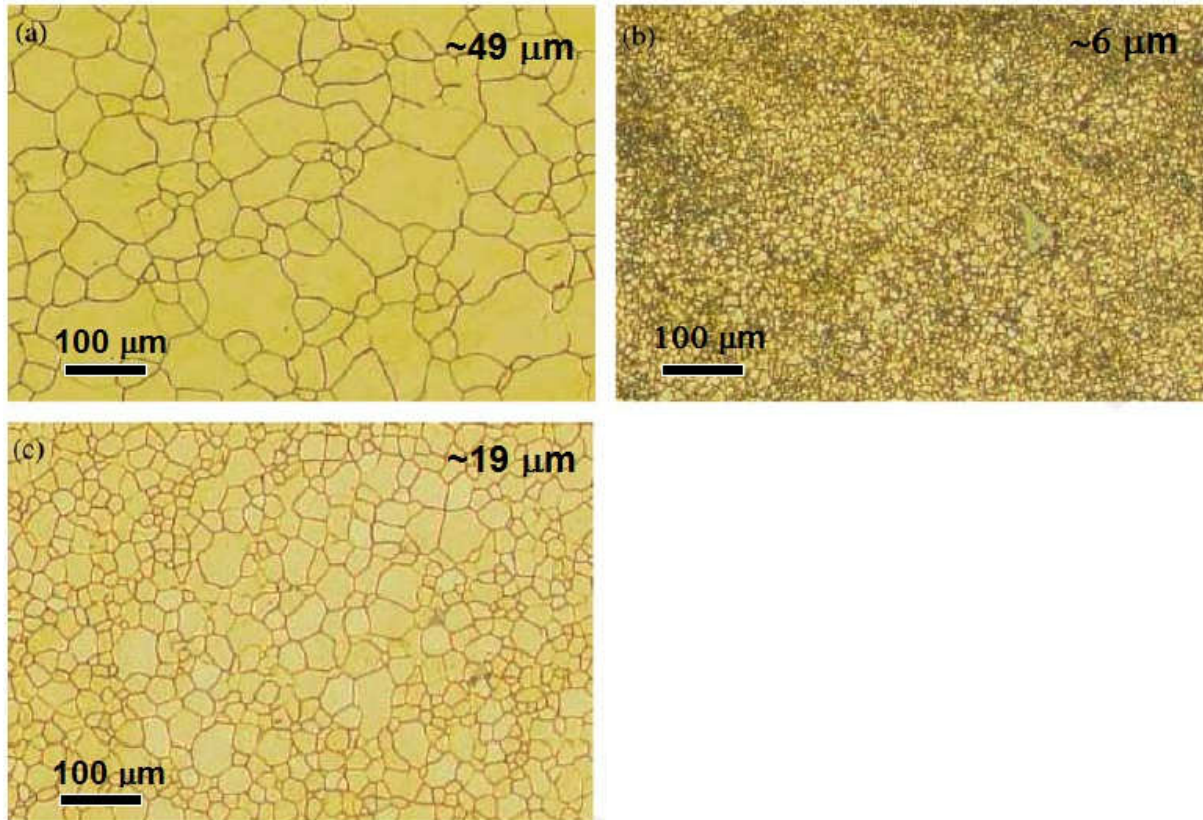
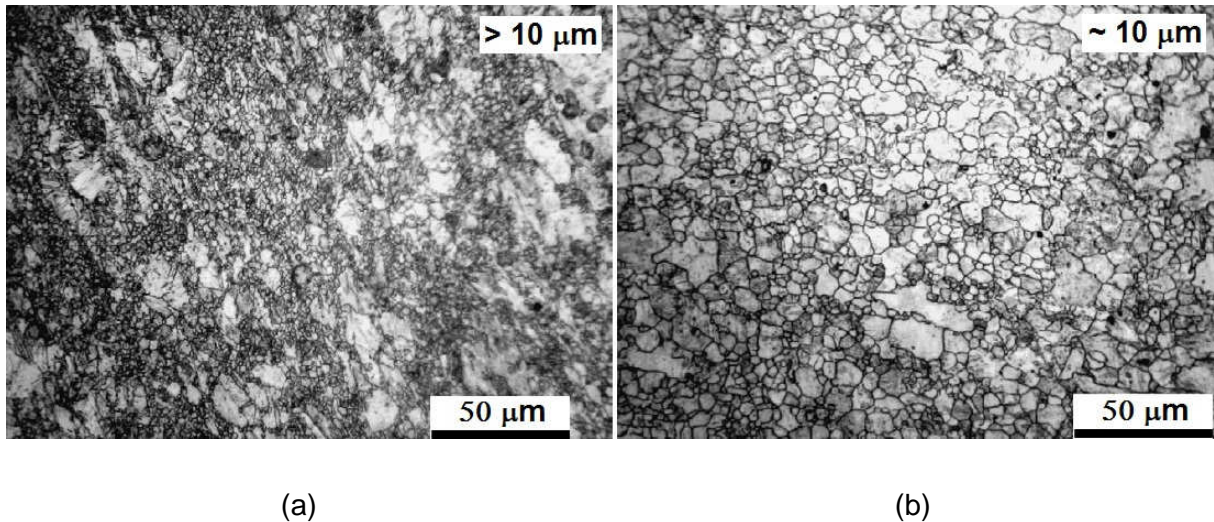


Figura 3.19 – Metalografia da liga AZ31B (a) convencionalmente extrudada, (b) processada por ECAP, (c) recozida. O tamanho de grão médio é indicado no canto superior direito.
Fonte: Adaptado de Agnew *et al.*, 2004.

A Figura 3.20 ilustra a microestrutura de amostras da liga de magnésio AZ31 processadas por ECAP em condições em que não ocorreu fratura (Kang *et al.*, 2008). O material, com tamanho de grão inicial de $\sim 27\mu\text{m}$, processado à temperatura de 200°C (a) apresentou tamanho de grão menor que $10\mu\text{m}$ com apenas um passe pela matriz de ECAP. Já na temperatura de 250°C (b), o tamanho de grão já se apresenta em um tamanho maior ($\sim 10\mu\text{m}$). Nas duas imagens os grãos se comportam de forma heterogênea.



(a) (b)
Figura 3.20 – Imagem da microestrutura da liga de magnésio AZ31 após um passe na matriz de ECAP (a) na temperatura de 200°C e taxa de deformação igual a $0,023\text{s}^{-1}$ e (b) na temperatura de 250°C e taxa de deformação igual a $0,1\text{s}^{-1}$.

Fonte: Adaptado de Kang *et al.*, 2008.

Koike e colaboradores (2003) processaram uma liga de magnésio AZ31B por ECAP, atingindo tamanho médio de grão da ordem de $\sim 6,5\mu\text{m}$. O material foi submetido à ensaios de tração e apresentou um alongamento da ordem de 47%. A microestrutura do material deformado a 2% de alongamento indicou a presença substancial de discordâncias em planos não basais. A atividade de discordâncias nos sistemas de planos não basais e a recuperação dinâmica foram consideradas responsáveis pela grande ductilidade à tração do material processado por ECAP e foram atribuídos à redução do tamanho de grão.

A Tabela 3.5 mostra um resumo dos resultados de tamanho de grão observados na literatura para ligas de magnésio e magnésio puro processados por ECAP. Os principais parâmetros de processamento também são apresentados.

Tabela 3.5 – Resumo dos trabalhos sobre o processamento do magnésio e suas ligas por ECAP.

Liga	N	d inicial	d final	T (°C) ECAP	Outras informações	Referência
AZ31 (Mg-3,28Al-1Zn-0,44Mn wt%)	4	~16 μ m	~2 μ m	2P-280 1P-265 1P-250	$\Phi=90^\circ$ 20mm/min	Xia <i>et al.</i> , 2014
Mg puro (99,88%)	6	~45 μ m	~3 a ~20 μ m	2P-300 4P-200	2P $\Phi=90^\circ$ 4P $\Phi=135^\circ$	Fan <i>et al.</i> , 2012
Mg puro (99,93%)	8	~21 μ m	~250nm	25-250	$\Phi=90^\circ$ 1mm/s ⁻¹	Biswas <i>et al.</i> , 2010
AZ31 (Mg-3%wt,Al-1wt%,Zn)	6	~9,4 μ m	~1,6 μ m	147-327	$\Phi=110^\circ$ 7mm/s ⁻¹	Figueiredo e Langdon, 2010
Mg comercialmente puro	4	~900 μ m	~38 μ m	350	$\Phi=90^\circ$ 20mm/min ⁻¹	Gan <i>et al.</i> , 2009
AZ31 (Mg-3,Al-1,Zn-0,3,Mn wt%)	1	~27 μ m	~10 μ m	250 \pm 50	$\Phi=90^\circ$ 10-300mm/min ⁻¹	Kang <i>et al.</i> , 2008
AZ31 (Mg-3%wt,Al-1wt%,Zn)	4	~48 μ m	~1,4 μ m	200	$\Phi=100^\circ$	Su <i>et al.</i> , 2006
AZ31B	8	~49 μ m	~6 μ m	200	$\Phi=90^\circ$ 0,005s ⁻¹	Agnew <i>et al.</i> , 2004
AZ31B (Mg-3,Al-1,Zn-0,2,Mn wt%)	8	-	~6,5 μ m	200	$\Phi=90^\circ$ 10 ⁻³ s ⁻¹	Koike <i>et al.</i> , 2003
Mg 0,9% wt Al	2	~100 μ m	~17 μ m	200-400	$\Phi=90^\circ$ 18mm/s ⁻¹	Yamashita <i>et al.</i> , 2001
AZ31 (Mg-3,Al-1,Zn-0,2,Mn wt%)	8	~15 μ m	~1 μ m	200	$\Phi=90^\circ$ 0,001s ⁻¹	Mukai <i>et al.</i> , 2001

3.3.3 Comportamento mecânico do magnésio processado por ECAP e efeito do tamanho de grão

Mukai e colaboradores (2001) realizaram ensaios de tração de amostras de uma liga de magnésio AZ31, sendo que uma delas foi somente extrudada e a outra foi processada por ECAP e recozida. A tensão de escoamento da liga processada por ECAP e recozida apresentou a metade do valor em comparação com a liga extrudada, mas sua ductilidade praticamente dobrou (Figura 3.21). O efeito do tamanho de grão (relação de Hall-Petch) não foi considerado, uma vez que o tamanho de grão de ambas as amostras foram bem similares.

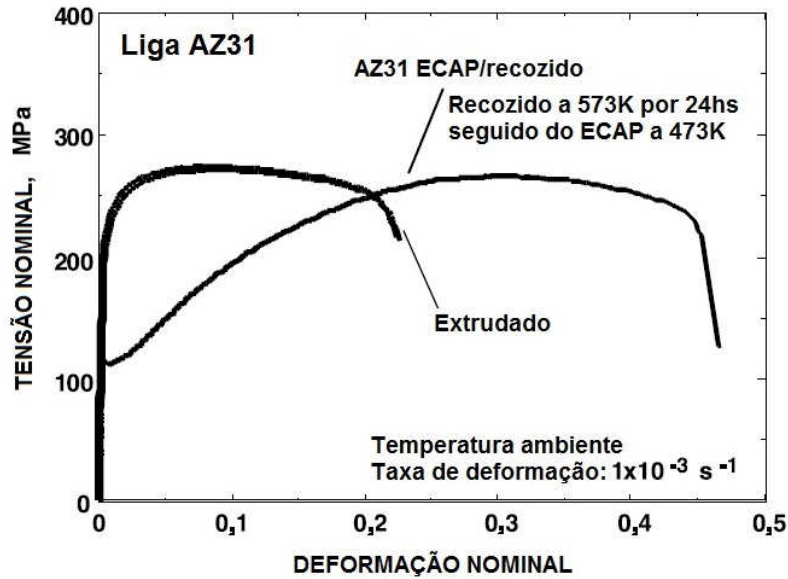


Figura 3.21 – Relação tensão-deformação para a liga de magnésio AZ31 processada por ECAP e recozida e a liga referência processada somente por extrusão direta.
Fonte: Adaptado de Mukai *et al.*, 2001.

Ainda no estudo de Mukai e demais pesquisadores (2001), foi apresentado um gráfico representando a relação entre a resistência específica (limite de resistência à tração dividida pela densidade) e o valor do alongamento na liga de magnésio AZ31 processada por ECAP e recozida além da liga somente extrudada (Figura 3.22). As ligas de magnésio fundidas exibem maior tensão específica que o aço, devido às suas baixas densidades. O valor de alongamento até a falha para as ligas de magnésio, no entanto, apresenta um valor consideravelmente mais baixo comparado com aços estruturais. Por outro lado, a liga de magnésio AZ31 estudada (ECAE/recozida) exibe um valor semelhante de resistência específica em comparação com as ligas de magnésio fundidas e um maior valor de alongamento até a fratura em relação aos aços. Assim, os autores concluem que a liga estudada apresenta um alto potencial de uso estrutural.

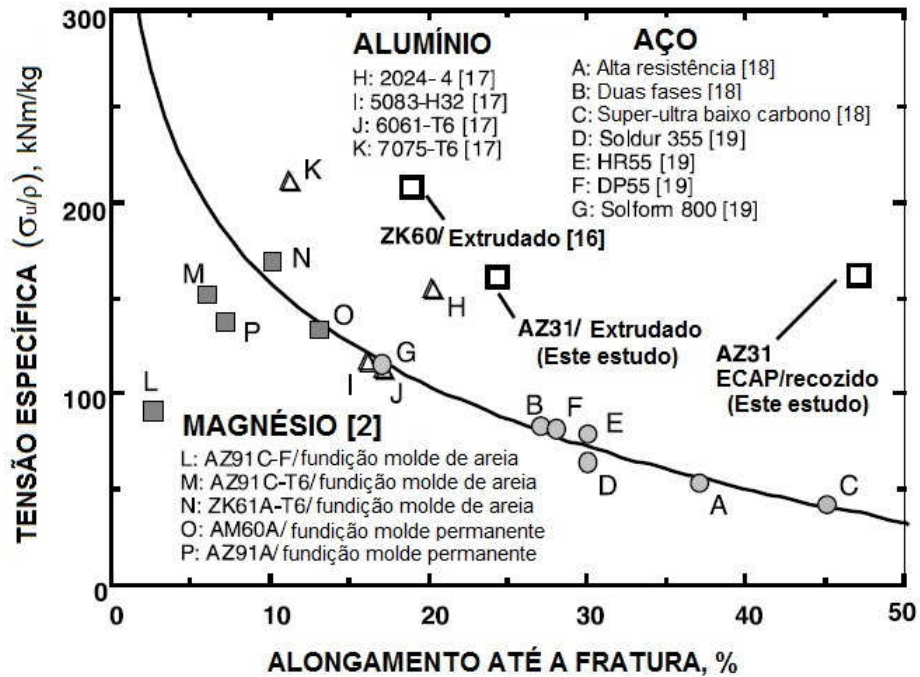


Figura 3.22 – Gráfico da tensão específica x ductilidade para a liga estudada por Mukai. Estão incluídos os dados de ligas de magnésio estruturais típicas, ligas de alumínio e aços.
 Fonte: Mukai *et al.*, 2001.

Agnew e demais pesquisadores (2004) confirmaram a melhoria da ductilidade da liga de magnésio AZ31B processada por ECAP através de um ensaio de tração em comparação com a liga somente extrudada (Figura 3.23). O material apresenta o mesmo tipo de melhoria na ductilidade observada anteriormente por Mukai e colaboradores (2001).

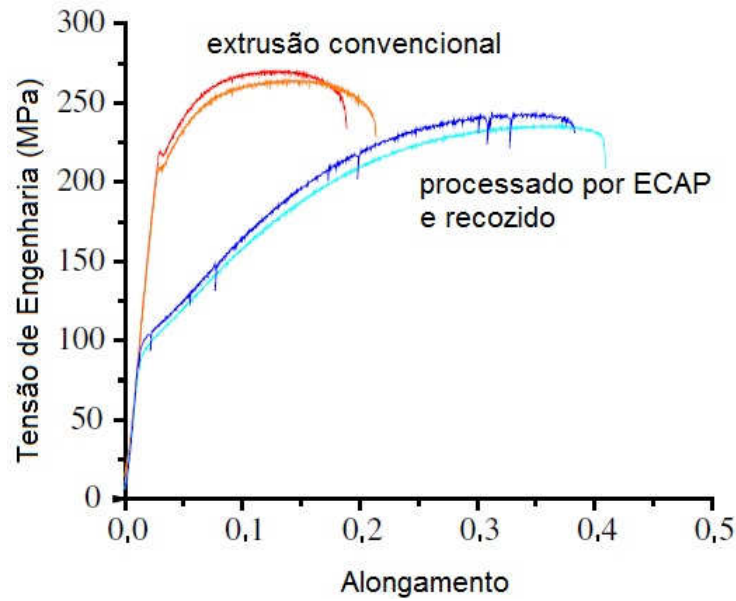


Figura 3.23 – Resultados do ensaio de tração das amostras da liga AZ31B convencionalmente extrudada (vermelho) e processadas por ECAP e recozidas (azul).

Fonte: Adaptado de Agnew *et al.*, 2004.

No entanto, esta grande melhoria na ductilidade é restrita às amostras tracionadas em orientações específicas. A Figura 3.24 mostra que a resposta do material à tração varia muito com a orientação da amostra em relação ao processamento. Em relação à direção C, descrita na Figura 3.25, a liga de magnésio apresenta praticamente o mesmo valor de tensão, mas diminui sua ductilidade em relação à amostra somente extrudada. Na direção A (ECAP), o material diminui sua resistência e aumenta bastante sua ductilidade. Em relação às direções D, E e F, o material diminui muito a resistência e praticamente não melhora a ductilidade.

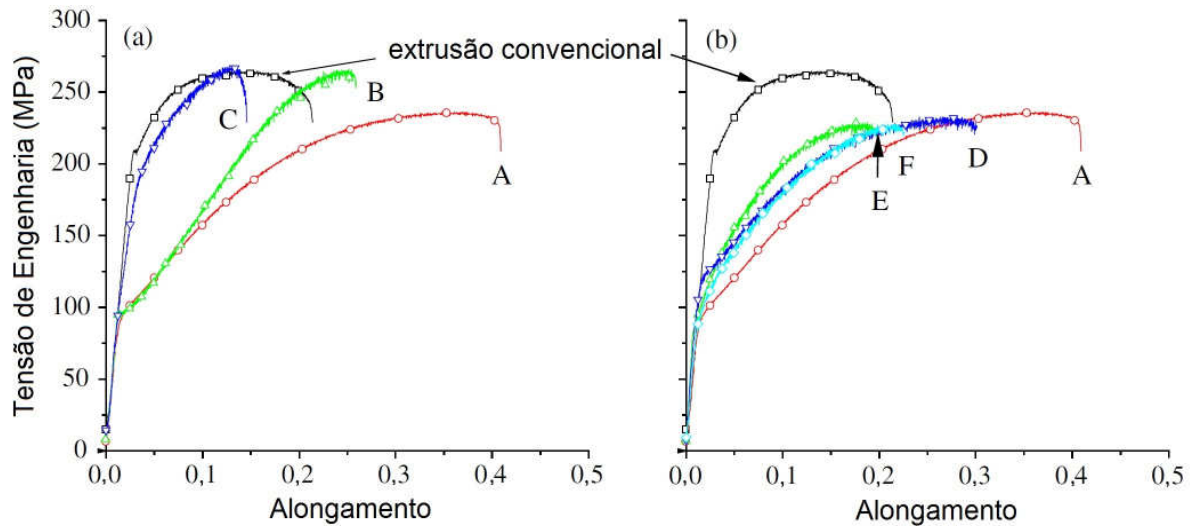


Figura 3.24 – Resultado do ensaio de tração das amostras da liga AZ31B considerando diversas orientações em relação ao processamento por ECAP (Figura 3.25).

Fonte: Adaptado de Agnew *et al.*, 2004.

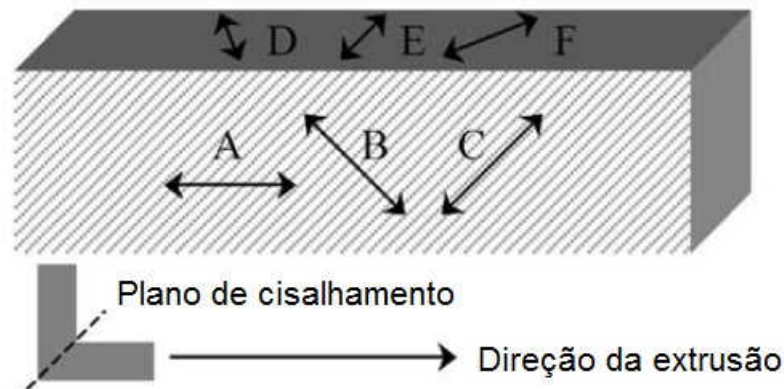


Figura 3.25 – Orientação das amostras para o ensaio de tração.

Fonte: Adaptado de Agnew *et al.*, 2004.

Barnett e demais pesquisadores (2004) estudaram a influência do tamanho de grão na deformação à compressão em uma liga de magnésio extrudada (Mg-3Al-1Zn). Amostras com tamanho de grão variando entre 3 e 23 μm foram preparadas alterando as condições de extrusão do material. Os testes de compressão foram feitos nas temperaturas ambiente, 150°C e 200°C, e são mostrados na Figura 3.26. Os ensaios realizados na temperatura ambiente mostram que as curvas apresentam escoamento bem definido, principalmente quando o tamanho de grão é pequeno. A taxa de encruamento aumenta com a deformação no estágio inicial dos ensaios. Os ensaios realizados em alta temperatura mostram curvas com formato distinto, principalmente para pequenos tamanhos de grão. A taxa de

encruamento reduz com a deformação. O aumento da taxa de encruamento durante o estágio inicial da deformação é atribuído à ocorrência de maclação, enquanto as curvas em que a taxa de encruamento decresce com a deformação são características de deformação por movimento de discordâncias. Os autores concluíram que há uma transição entre deformação controlada por maclação e deformação controlada por discordâncias e que esta transição ocorre com aumento da temperatura e com a redução do tamanho de grão.

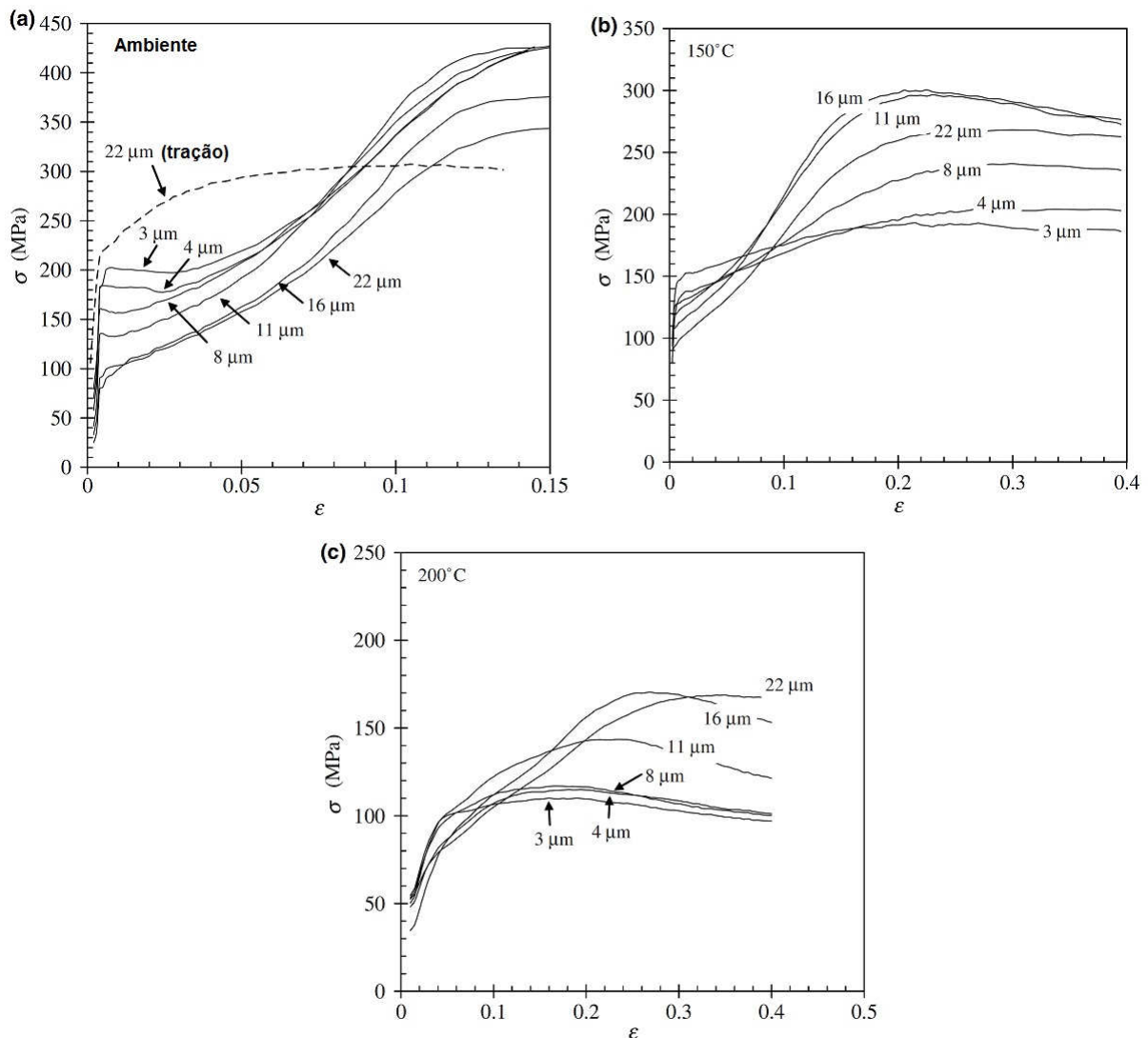


Figura 3.26 – Curvas tensão-deformação verdadeira em testes de compressão feitos a uma taxa de deformação de $0,01\text{s}^{-1}$ e temperaturas de: (a) ambiente, (b) 150°C e (c) 200°C .

Fonte: Adaptado de Barnett *et al.*, 2004.

4 METODOLOGIA

O material utilizado nos experimentos é o magnésio comercialmente puro fornecido pela empresa Rima na forma de lingotes. Corpos de prova cilíndricos com diâmetro de 9,8 mm e comprimento de 60 mm foram usinados a partir do material inicial para o processamento por ECAP. Para evitar fraturas durante o processamento por ECAP, folhas de cobre de 0,3mm de espessura e tubos de cobre de diâmetro externo de 10mm foram utilizadas para cobrir algumas amostras de magnésio.

4.1 Processamento por ECAP

Foram realizadas diferentes tentativas de processamento do material por ECAP. Foram variados o tipo de lubrificante, a velocidade de processamento, a temperatura de processamento, o ângulo entre canais da matriz e o número de passes de ECAP. As primeiras tentativas de processamento por ECAP foram realizadas em uma matriz de aço, com canais iguais de diâmetro de ~10mm, com ângulo entre os canais de 90° e curvatura externa caracterizada por um ângulo de 45°. A Figura 4.1 (a) mostra a imagem desta matriz. Uma matriz com ângulo entre canais de 135° e seção transversal quadrada de 10x10mm² foi especialmente projetada e construída para este trabalho. Esta matriz é mostrada na Figura 4.1 (b). O aquecimento da matriz foi feito através de três resistências inseridas em furos próximos do canal de prensagem. Um termopar posicionado próximo à interseção dos canais fornece leitura da temperatura nesta região e um controlador aciona ou desliga as resistências elétricas dependendo da temperatura da matriz e da temperatura desejada. A prensagem foi realizada em uma máquina universal de ensaios INSTRON 5582. Foram utilizados três tipos de lubrificantes diferentes durante o processamento: lubrificante à base de bisulfeto de molibdênio da marca Molikote, Spray de grafite e grafite em pó. Os corpos de prova foram submetidos a diferentes quantidades de passes pela matriz, diferentes temperaturas e rotas de processamento.

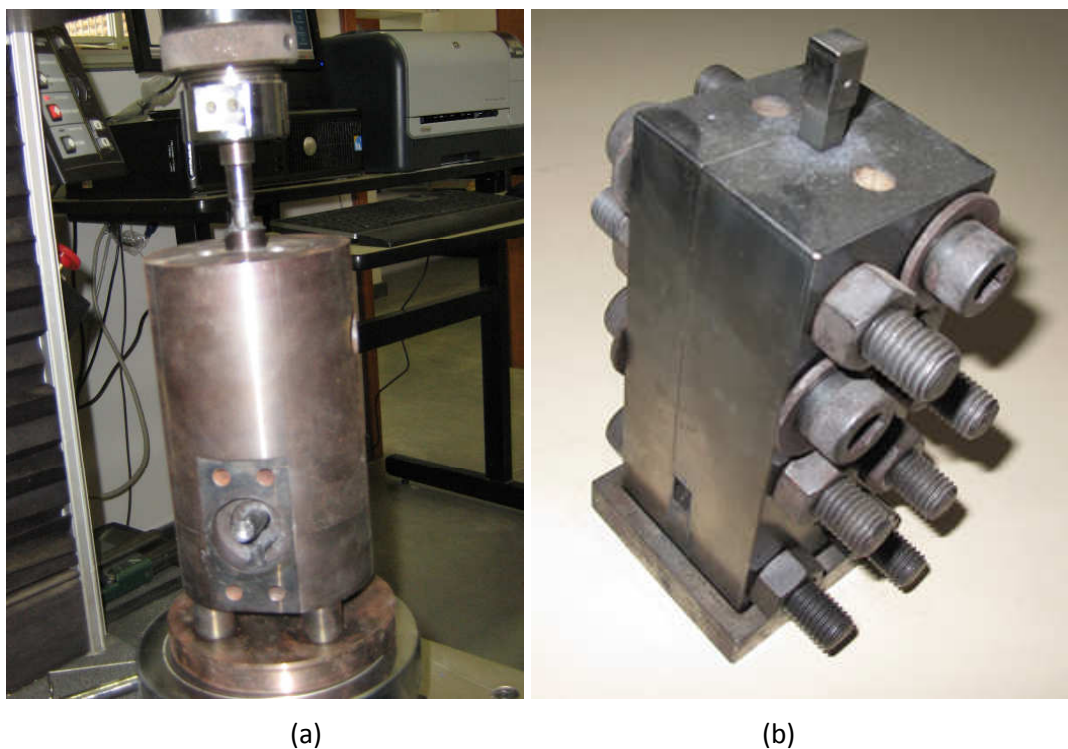


Figura 4.1 – Matrizes de ECAP utilizadas no trabalho. O ângulo interno é de (a) 90° e (b) 135° .

Amostras de magnésio comercialmente puro foram processadas por ECAP, sendo que os parâmetros de processamento (temperatura, velocidade do punção e o lubrificante) dos corpos de prova realizados na matriz de ângulo entre os canais de 90° foram modificados. Diversas amostras apresentaram formação de trincas superficiais como ilustrado na Figura 4.2. Para evitar a formação de trincas foi utilizada a matriz com maior ângulo entre canais e foi possível processar amostras por 3 passes a 473K através da rota B_C . Além do aumento no ângulo entre canais, um trabalho anterior (SILVA, 2015) demonstrou que o uso de chapas de cobre também facilita o processamento do magnésio por ECAP. Portanto amostras cilíndricas foram inseridas em tubos de cobre e foi possível realizar o processamento por ECAP utilizando uma matriz com ângulo entre canais de 90° sem ocorrência de trincas. A Tabela 4.1 apresenta um resumo das condições de processamento testadas no presente trabalho, onde N é o número de passes. A amostra 1 apresentou trincas e a 8 não, embora tenham sido processadas nas mesmas condições. Isso se deve ao fato de que a amostra 1 foi processada utilizando-se a matriz vazia, enquanto a amostra 8 foi processada na matriz contendo material proveniente de processamento anterior. O material do processamento anterior deve ser forçado a sair da matriz pela amostra sendo processada. Isto leva a uma pressão contrária que evita trincas.



Figura 4.2 – Parte superior do corpo de prova de magnésio puro processado por ECAP à temperatura de 523K e velocidade do punção de 0,05mm/sec.

Tabela 4.1 – Resumo dos processamentos preliminares de ECAP do magnésio.

Amostra	Angulo entre canais	Trincas	N	T (K) ECAP	Velocidade	Lubrificante
1	90°	sim	1	523	0,1mm/s	Molikote
2	90°	sim	1	523	0,05mm/s	Molikote
3	90°	sim	1	553	0,1mm/s	Molikote
4	90°	sim	1	573	0,1mm/s	Molikote
5	90°	sim	1	623	0,1mm/s	Molikote
6	90°	sim	1	523	0,03mm/s	Spray grafite e grafite em pó
7	90°	sim	1	573	0,03mm/s	Spray grafite e grafite em pó
8	90°	não	1	523	0,1mm/s	Molikote
9	135°	não	3	473	0,1mm/s	Molikote
10	90°	não	4	523 - 473	0,5mm/s	Molikote e tubo de cobre

O processamento foi interrompido em uma amostra de magnésio processada em matriz de 90° quando o deslocamento do punção foi de ~40mm, e somente parte da amostra havia passado pelo canal da matriz. Dados de carga e deslocamento do punção foram coletados durante o processamento. O processamento foi interrompido para a avaliação da microestrutura na zona de deformação no canal da matriz.

Diversas amostras foram processadas utilizando-se tubo de cobre para proteção. O primeiro e segundo passe pela matriz de ECAP foram realizados a 523K. Do primeiro para o segundo passe, o corpo de prova foi rotacionado em 180° em relação ao eixo de extrusão (rota C). Não houve rotação do corpo de prova entre o segundo e terceiro passe e entre o

terceiro e quarto. Os dois últimos passes de ECAP foram realizados na temperatura de 473K. Todos os passes foram realizados com a velocidade do punção de 0,5mm/s. A partir deste material processado por ECAP, foram usinados corpos de prova cilíndricos, onde a relação entre a altura e o diâmetro foi de ~1,5, para a realização de ensaio de compressão. A orientação dos corpos de prova foi a mesma do processamento de ECAP.

4.1.1 Análise microestrutural

A microestrutura do material foi avaliada em diferentes condições de processamento. Todas as amostras foram embutidas em uma mistura de resina acrílica e líquido polimerizante, lixada com lixas de carbetto de silício de #180, #400, #600 e #1000. O polimento foi feito em alumina na granulometria de 1µm e por sílica coloidal (OPS), até obter uma superfície espelhada. A superfície da amostra foi atacada por uma solução de 5% de ácido nítrico e 95% de etanol e observada em microscópio óptico. A microestrutura do material processado por ECAP foi realizada também através de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) devido ao pequeno tamanho de grão obtido.

Amostras do material processado por 4 passes de ECAP em matriz de 90° foram submetidas a recozimento por 1 hora em forno mufla nas temperaturas de 473K, 523K, 573K e 673K para avaliação do crescimento de grão.

A medida do tamanho de grão (\bar{d}) foi feita a partir do método do intercepto linear, que de acordo com a ASTM E 112 (2005) está definido pela Eq. 4.1, onde n é o número de linhas-teste usadas na estimativa, Lt é o comprimento da linha-teste (mm), N é o número de intersecções dos contornos de grão com as linhas-teste e M é a ampliação usada na micrografia.

$$\bar{d} = \frac{n \cdot L_t}{N \cdot M} \quad \text{Eq. 4.1}$$

4.1.2 Análise do comportamento mecânico

Ensaio de compressão foram utilizados para determinar o comportamento mecânico do magnésio como recebido e após um passe de ECAP em matriz de 90° . Corpos de prova cilíndricos com relação entre altura e diâmetro de 1,5 foram utilizados. Os ensaios de compressão foram conduzidos em uma máquina de ensaios universal INSTRON 5582 operando com velocidade constante do cabeçote.

Ensaio de compressão também foram realizados em diferentes direções do material processado por 3 passes de ECAP utilizando matriz com ângulo entre canais de 135° . Estes ensaios avaliaram a anisotropia desenvolvida pelo ECAP. A Figura 4.3 ilustra a relação entre a geometria do material processado por ECAP e os corpos de prova usinados em direções ortogonais.

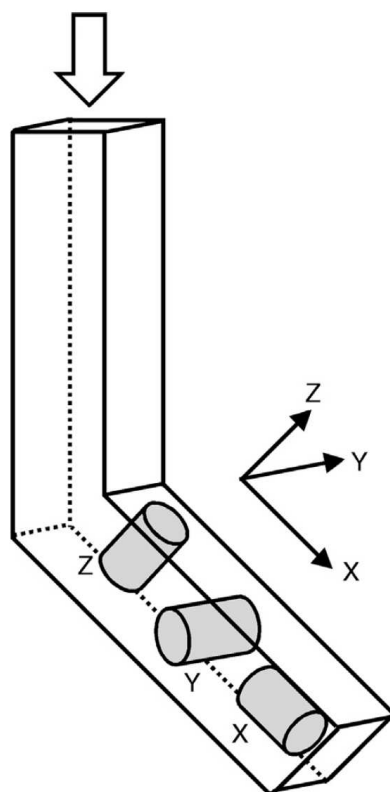


Figura 4.3 – Ilustração esquemática do processamento por ECAP na matriz de ângulo entre canais de 135° , mostrando a orientação dos corpos de prova usinados para ensaio de compressão.

Amostras processadas por ECAP foram submetidas a ensaios de compressão em diferentes taxas de deformação, no intervalo de 10^{-6}s^{-1} a 10^{-2}s^{-1} . Ensaios de compressão também foram realizados na temperatura de 373K e 423K entre as taxas de deformação de 10^{-4}s^{-1} a 10^{-2}s^{-1} . Ensaios de compressão em diferentes taxas de deformação, no intervalo de 10^{-6}s^{-1} a 10^{-2}s^{-1} , foram realizados no material processado por ECAP e submetido a recozimento na temperatura de 673K. Ensaios adicionais foram realizados no material processado por ECAP e no material processado por ECAP seguido de recozimento, em temperatura ambiente (296K), onde foram realizadas variações bruscas na taxa de deformação durante o ensaio para determinação do coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação. Os ensaios de compressão foram conduzidos em uma máquina de ensaios universal INSTRON 5582.

A Figura 4.4 mostra como o ensaio de compressão foi conduzido em diferentes temperaturas (373K e 423K). Um suporte foi utilizado em cima do prato de compressão da máquina para evitar a transmissão do calor para o equipamento. Os ensaios foram realizados no interior de uma matriz de extrusão adaptada para inserção de elementos de aquecimento. Um punção foi utilizado para realizar o ensaio de compressão. Para o aquecimento dessa matriz, 3 resistências foram utilizadas.

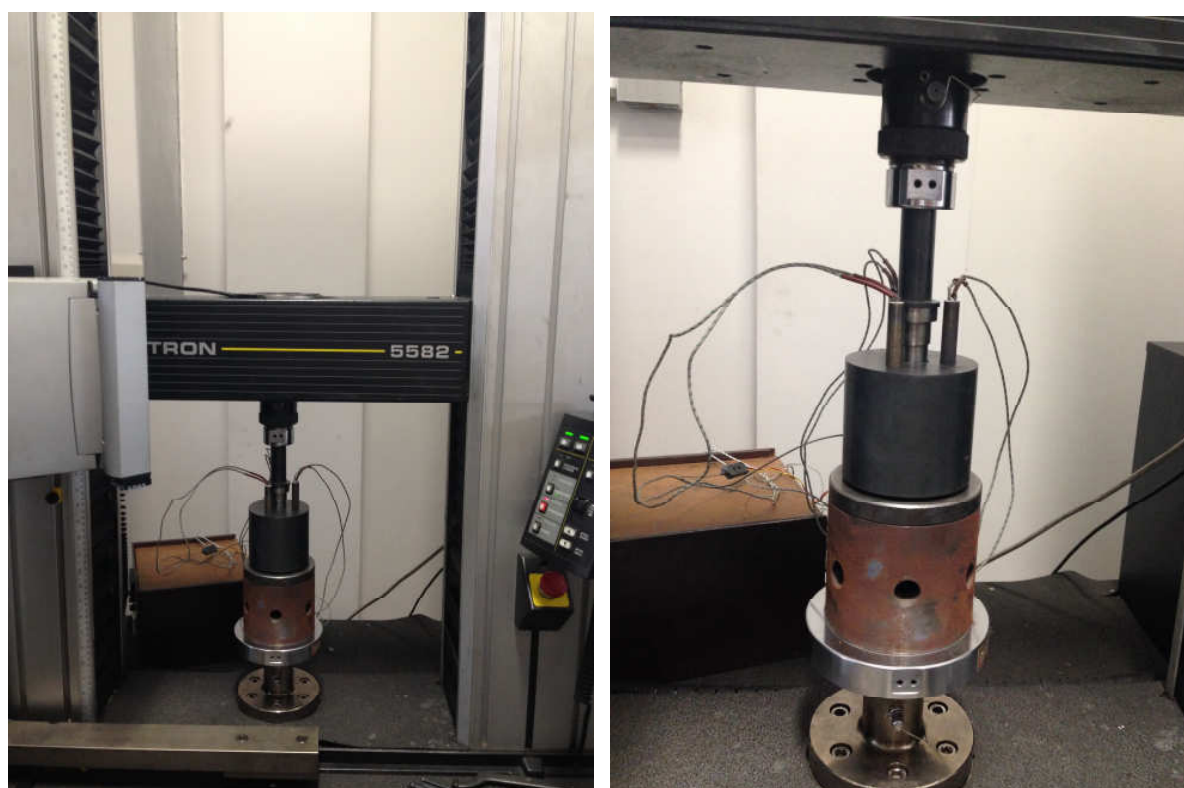


Figura 4.4 – Esquema do ensaio de compressão realizado em diferentes temperaturas (373K e 423K).

Os ensaios de compressão realizados na taxa de deformação de 10^{-4}s^{-1} , tanto na temperatura de 373K quanto na temperatura de 423K apresentaram flutuações de temperatura devido ao dispositivo de controle de aquecimento. Estas flutuações levaram a flutuações cíclicas nas curvas de tensão-deformação como ilustrados pela linha tracejada na Figura 4.5. Este comportamento cíclico se deve à oscilação da temperatura ao longo do tempo, variando entre 371K a 376K e 421K e 426K. Uma curva de aproximação foi utilizada nestes casos para comparação com as outras curvas. Nas taxas de deformação de 10^{-3}s^{-1} e 10^{-2}s^{-1} , uma vez que são velocidades maiores de processamento, não ocorre a oscilação da temperatura durante o ensaio.

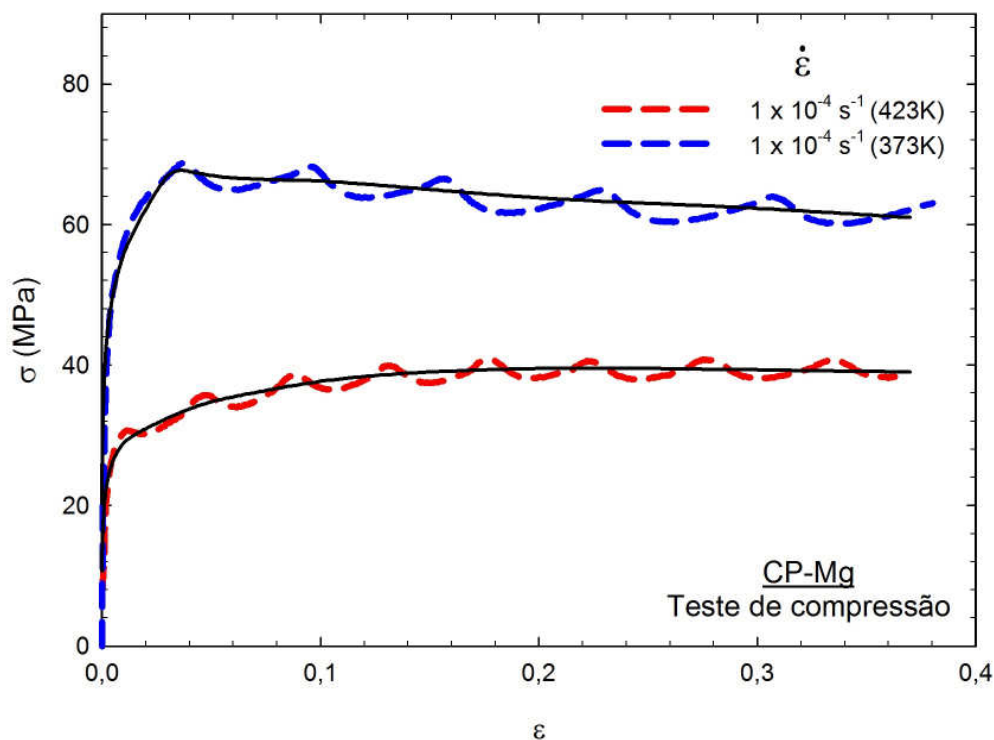


Figura 4.5 – Linearização da curva tensão versus deformação obtida por ensaio de compressão nas temperaturas de 373K e 423K para o material processado por ECAP, para a taxa de deformação de 10^{-4}s^{-1} .

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Processamento por ECAP

A Figura 5.1 mostra a curva de carga vs. deslocamento do punção durante o processamento por 1 passe por ECAP do magnésio puro. A curva observada no início do processamento (<5mm) é atribuída ao início da deformação da amostra na interseção do canal da matriz. A carga aumenta significativamente entre ~5mm e ~10mm, quando a ponta do corpo de prova preenche totalmente a curvatura da matriz e a deformação começa a ocorrer em estado estacionário, quando toda a seção da amostra está passando pelo canal. A deformação plástica se inicia na carga ~10kN que corresponde a uma pressão de 130MPa. Neste ponto é observado um aumento da carga no processamento por ECAP sugerindo a existência de atrito alto.

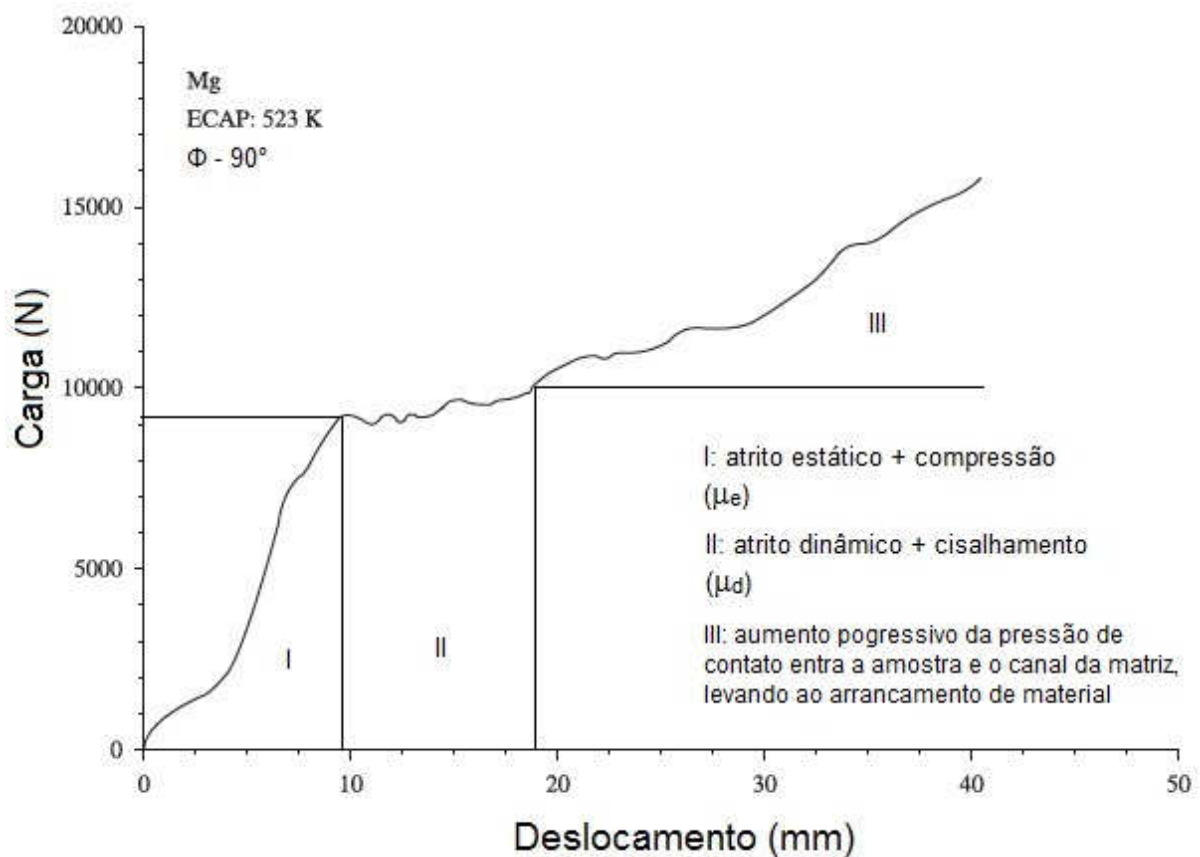


Figura 5.1 – Curva da carga versus deslocamento para o processamento por ECAP do magnésio comercialmente puro.

A Figura 5.2 mostra imagens do corpo de prova depois processado parcialmente por ECAP. A imagem à esquerda mostra a superfície do corpo-de-prova no canal de entrada. Esta parte do material não foi processada, mas a superfície apresenta marcas de material removido, confirmando o atrito com a matriz de ECAP. Esta imagem comprova que a lubrificação não foi adequada. A imagem à direita mostra a aparência do corpo de prova na região da interseção entre os canais na matriz. Observa-se que a deformação por cisalhamento ocorreu sem trincas visíveis na superfície do corpo de prova.

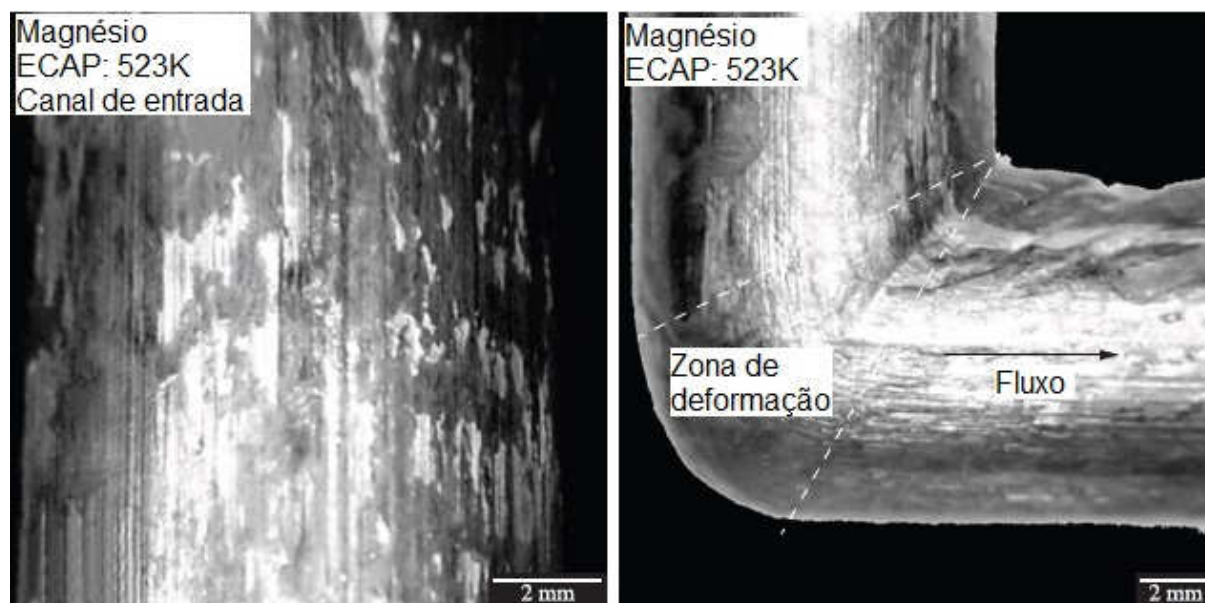


Figura 5.2 –Imagens do corpo-de-prova de magnésio puro processado por ECAP.

Os resultados mostram que é possível processar o magnésio comercialmente puro por ECAP à temperatura de 523K, sem a ocorrência de trincas ou fraturas. Esta temperatura é semelhante ao relatado por Biswas *et al.* (2010). Entretanto, Yamashita *et al.* (2001) e Gan *et al.* (2009) relataram sucesso no processamento por ECAP do magnésio puro sem a ocorrência de trincas para uma temperatura mínima de 623K.

Segundo Kang *et al.* (2008), quanto maior a temperatura de processamento por ECAP, menor será a formação de trincas e sua propagação. Porém, menor será a capacidade de redução do tamanho do grão do material. Além disso, Kang e colaboradores (2008) verificaram que, quanto menor a velocidade do punção, menor a probabilidade de ocorrência de trincas no material.

5.2 Microestrutura

A Figura 5.3 mostra a estrutura de grão do material na condição de como recebido (fundido), com a presença de grãos grosseiros com tamanho médio de $\sim 300\mu\text{m}$ (Poggiali *et al.*, 2014).

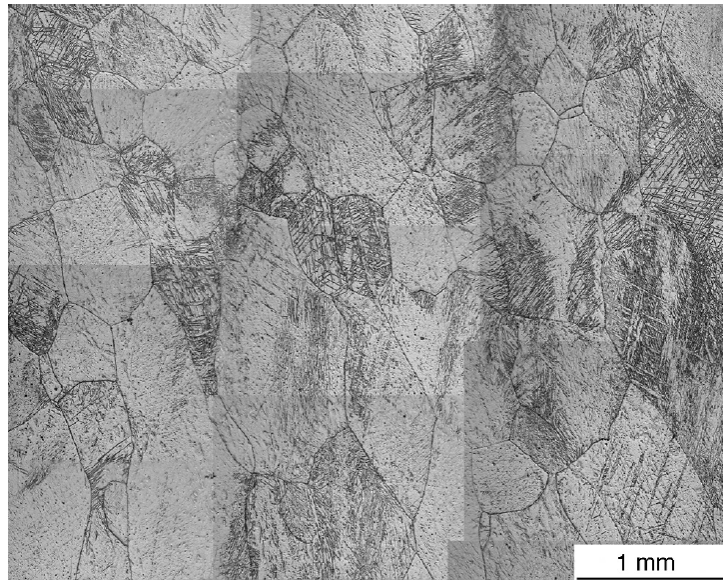


Figura 5.3 – Estrutura de grão da seção transversal do material como recebido (Poggiali *et al.*,2014).

A Figura 5.4 mostra uma montagem de imagens realizadas por microscopia óptica da estrutura do grão em uma área perto da interseção entre os canais da matriz de ECAP. O processamento por ECAP terminou no momento em que a amostra se encontrava no canal da matriz, onde parte do corpo-de-prova já havia passado pelo canal. Logo após o esfriamento da matriz, esta foi desmontada para retirar a amostra do canal. O canal de entrada está na vertical e o canal de saída na horizontal. O material no topo da Figura 5.4 à esquerda não cruzou a zona de cisalhamento da matriz de ECAP e a estrutura de grão mais grosseira pode ser vista. Muitas maclas são observadas nesta área, o que sugere que a deformação já esteja se desenvolvendo antes de o material passar pelo canal da matriz. O material na parte superior direita da Figura 5.4 já passou pela zona de cisalhamento e já apresenta um refinamento de grão significativo.

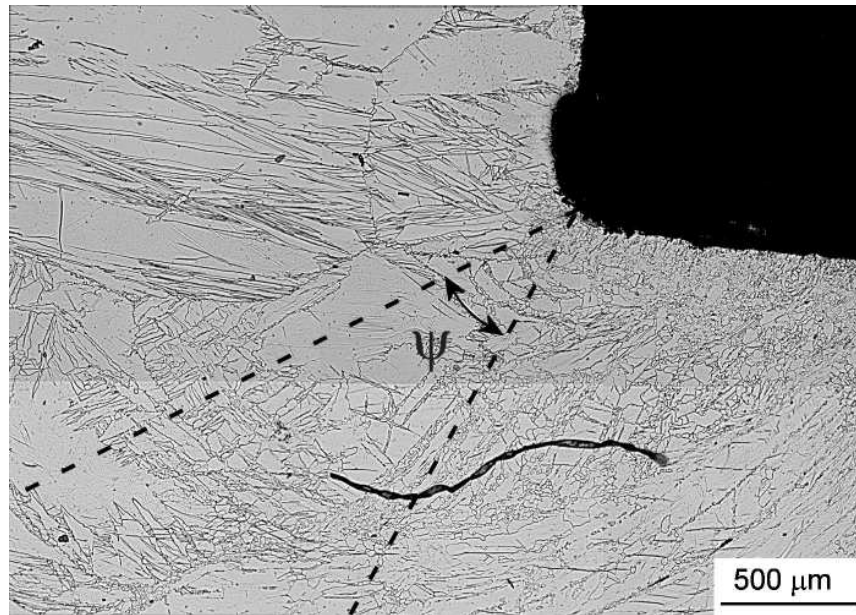


Figura 5.4 – Estrutura de grão na região de interseção entre os canais da matriz de ECAP. A linha tracejada delimita a zona teórica de cisalhamento.

As Figura 5.5 mostra a evolução da estrutura de grão em diferentes localizações da zona de deformação no processamento por ECAP (ver Figura 5.2). A Figura 5.5 (a) mostra a aparência da estrutura de grão antes de entrar na zona de deformação. A estrutura de grão do material antes do processamento por ECAP é grosseira, mas já é evidente a ocorrência de maclas. A Figura 5.5 (b) mostra a estrutura do grão de uma região dentro da zona de deformação (ver Figura 5.2). Grãos finos são observados no interior das maclas e em torno dos contornos de grão da estrutura de grão mais grosseira. Grãos finos não são observados longe dos contornos de grãos originais e das maclas. A Figura 5.5 (c) mostra a estrutura do grão no final da zona de deformação. Observa-se que grãos finos ocupam grande parte da área. Os grãos finos são distribuídos em um padrão de “colar”, conhecido como *necklace*, em torno das áreas de grãos grosseiros não refinados.

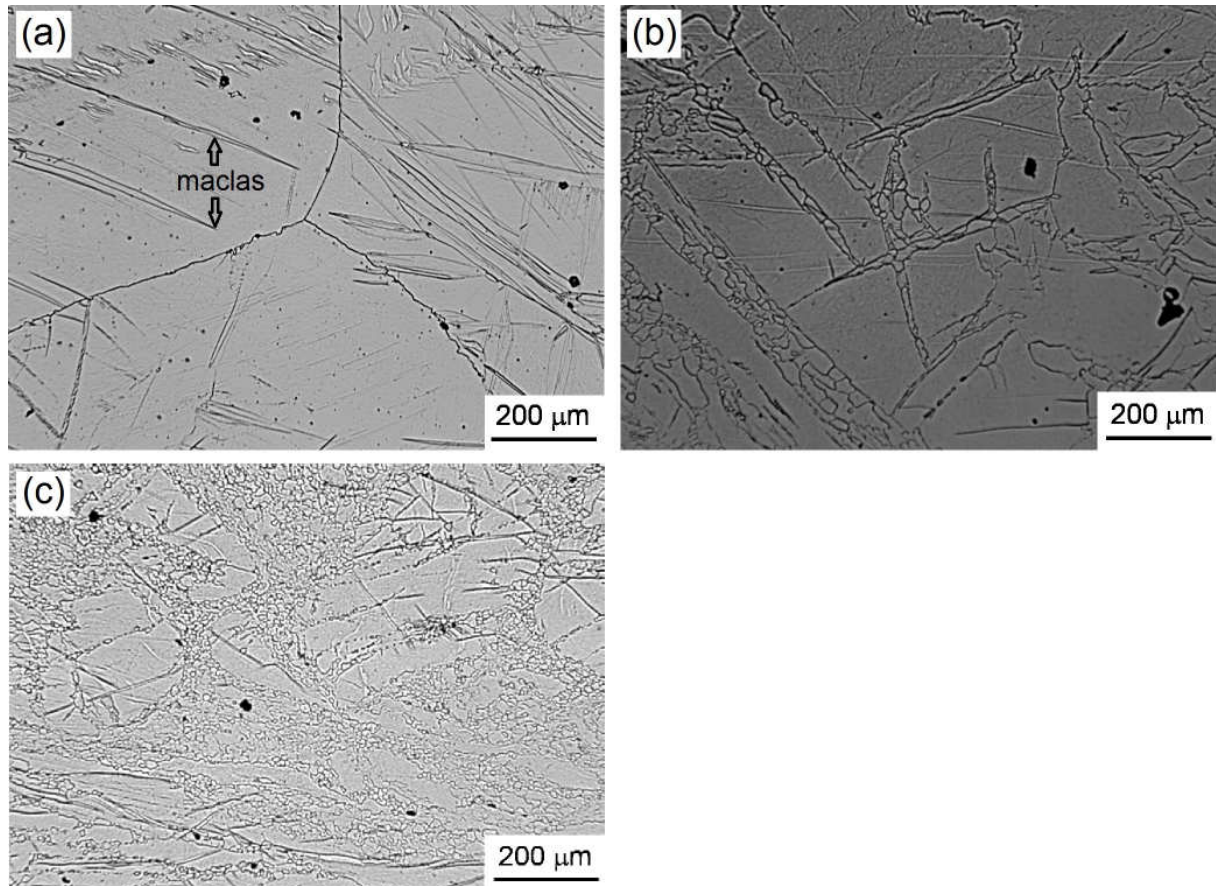


Figura 5.5 –Estrutura de grão do magnésio comercialmente puro durante o processamento por ECAP: antes da zona de deformação (a), na zona de deformação (b) e no final da zona de deformação (c).

A estrutura de grãos do material processado por 3 passes de ECAP em matriz de 135° é mostrada na Figura 5.6. Observa-se uma grande quantidade de grãos refinados, mas também estão presentes grãos grosseiros não refinados caracterizando uma distribuição bimodal de grãos. Esta figura mostra que o processamento por 3 passes em matriz com 135° entre canais não foi suficiente para refinar completamente a estrutura do magnésio puro.

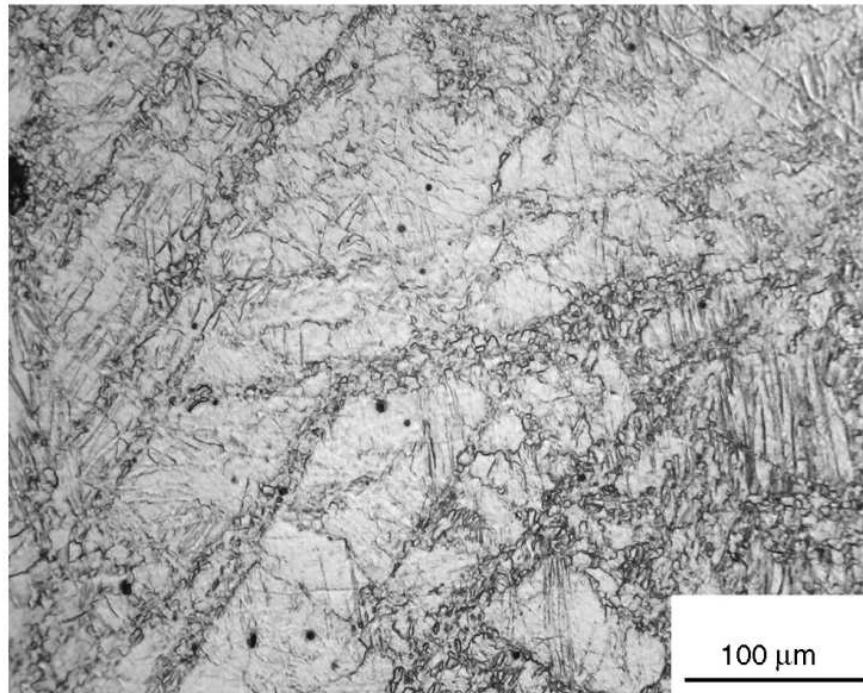


Figura 5.6 –Estrutura de grão do magnésio comercialmente puro processado por 3 passes por ECAP na matriz de 135°.

A microestrutura do material processado por 4 passes de ECAP está mostrada na Figura 5.7, com ampliação de 10.000X. A estrutura de grão do material deste material se apresenta homogênea, onde o tamanho médio do grão é de $\sim 2,7\mu\text{m}$ demonstrando que este processamento foi suficiente para refinar completamente a estrutura do material.

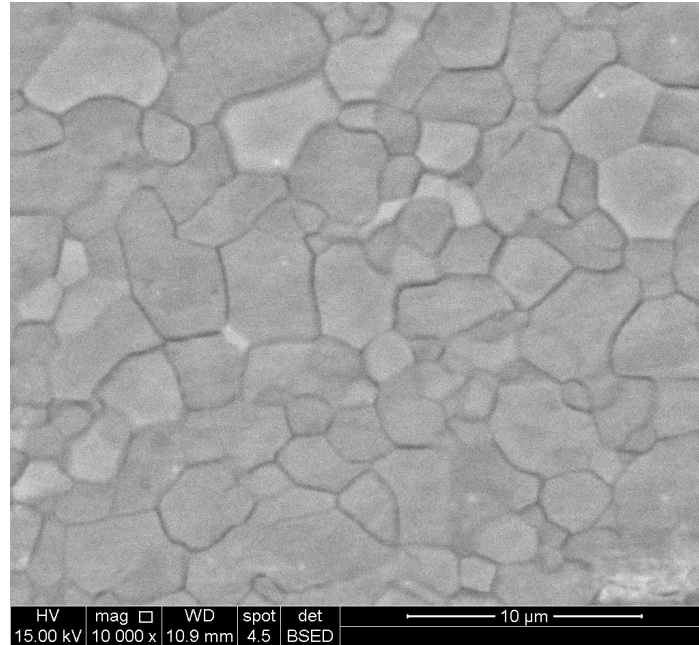


Figura 5.7 – Imagens do corpo-de-prova de magnésio puro processado por 4 passes por ECAP na matriz de 90°(MEV).

A formação de bandas de recristalização de grãos foi observada por Ion *et al.* (1982) em uma liga de magnésio. Os autores propuseram um mecanismo de formação de bandas de cisalhamento que é mostrado na Figura 5.8. Os novos grãos são originalmente formados ao longo de contornos de grãos em um padrão de “colar”. Os grãos novos são favoravelmente orientados ao cisalhamento e vão concentrar a maior parte da deformação plástica permanente. Portanto, a continuação da deformação conduz à ampliação das camadas até a formação de uma banda contínua de cisalhamento de espessura que atravessa vários grãos.

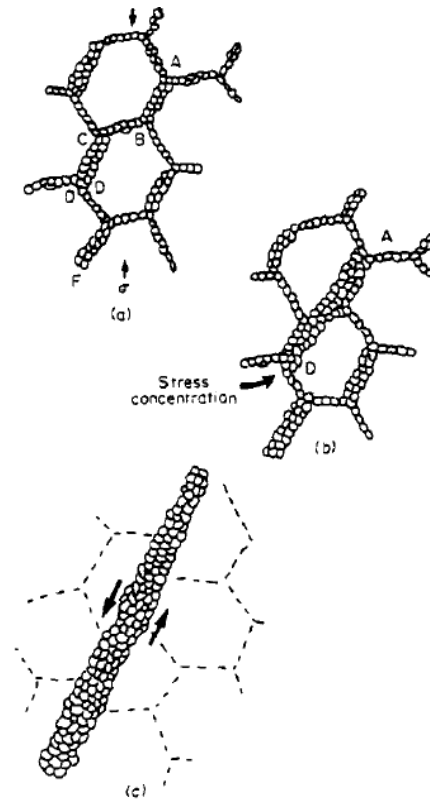


Figura 5.8 – Ilustração do mecanismo de formação de bandas de cisalhamento durante a recristalização dinâmica da liga de magnésio proposta por Ion *et al.*, (1982).

A evolução da estrutura de grãos observada no material processado por 1 passe por ECAP está de acordo com um modelo proposto recentemente por Figueiredo e Langdon (2010). Grãos finos são nucleados em torno dos contornos de grão originais e dentro das maclas, porém áreas afastadas dessas continuam sem ser refinadas, levando a uma estrutura de grão bimodal. O modelo é apresentado na Figura 5.9. Su *et al.* (2006) propuseram um mecanismo em que a nucleação de grãos recristalizados ocorre ao longo dos grãos originais e crescem até formar uma estrutura homogênea equiaxial.

A diferença entre os modelos de refinamento de grão consiste em locais de nucleação para novos grãos e a possibilidade de desenvolver uma distribuição de tamanho de grão heterogênea. Muitos trabalhos relatam a distribuição de tamanho de grão heterogênea em ligas de magnésio, mas não para o magnésio puro. Yamashita *et al.* (2001) relataram a distribuição de tamanho de grão homogênea para o magnésio puro processado por ECAP a 673K. O magnésio processado por 1 passe de ECAP, portanto, fornece uma prova de que a distribuição heterogênea de tamanho de grão é também observada em magnésio puro,

considerando a temperatura de processamento inferior, a fim de impedir o crescimento de grãos.

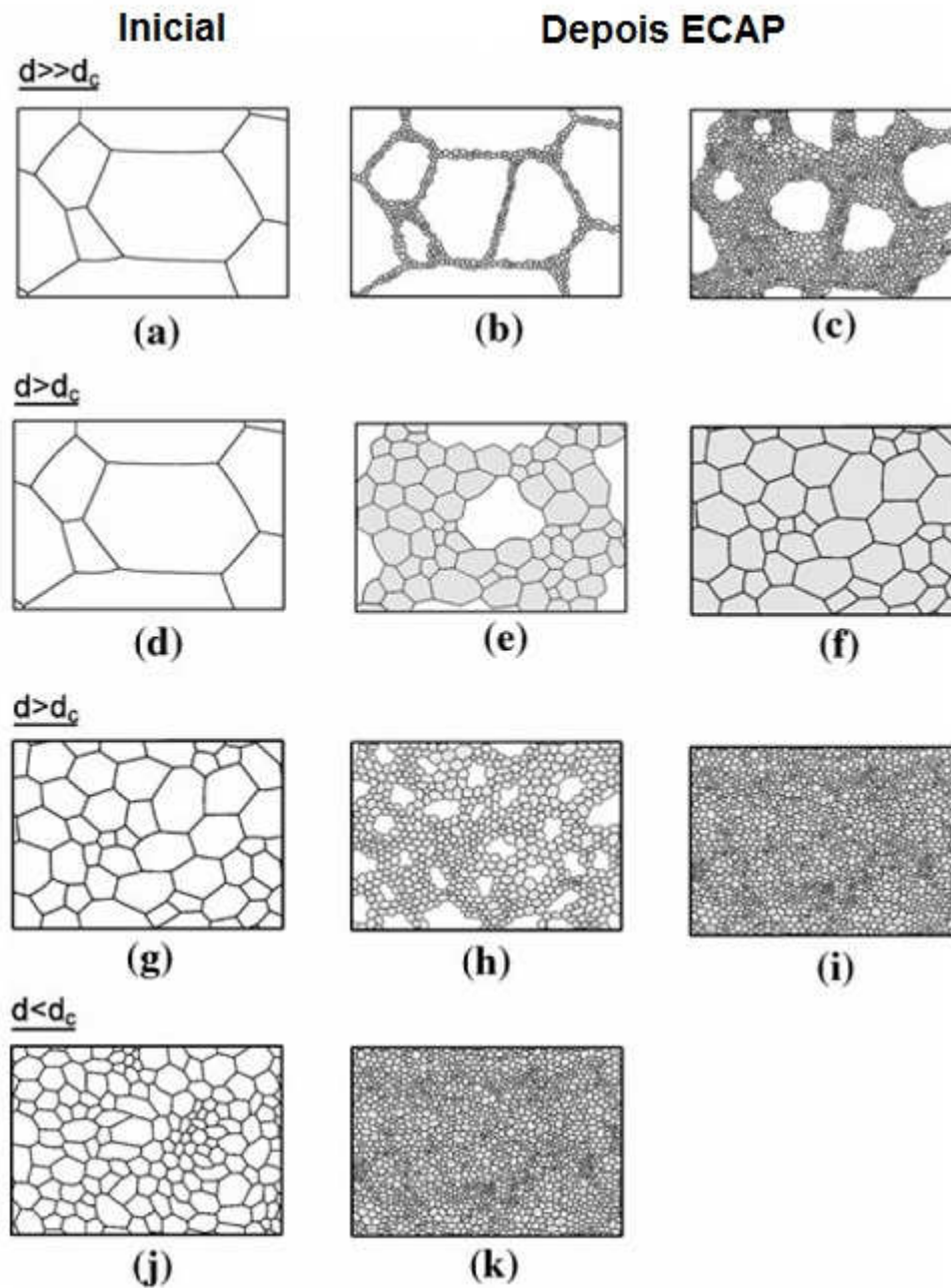


Figura 5.9 – Ilustração do mecanismo refinamento de grão do magnésio e suas ligas processados por ECAP. Diferentes estruturas iniciais de grãos são ilustradas em diferentes linhas e diferentes fases de deformação são ilustradas nas colunas. Os grãos originais estão representados com o fundo branco, enquanto novos grãos estão representados em cinza. Figueiredo e Langdon (2010).

A Figura 5.10 mostra imagens de microscopia óptica de amostras de magnésio comercialmente puro processadas por 4 passes de ECAP, antes e após recozimento em diferentes temperaturas, com ampliação de 200x. A Figura 5.10 (a) mostra a imagem do material sem recozimento, onde a estrutura de grãos se apresenta homogênea, com tamanho de grão médio de $\sim 2,7\mu\text{m}$. A Figura 5.10 (b) mostra a imagem do material após recozimento a 473K, onde a estrutura de grãos se apresenta homogênea, com tamanho de grão médio de $\sim 3,3\mu\text{m}$. A Figura 5.10 (c) mostra a estrutura do material recozido a 523K, com tamanho de grão médio de $\sim 16,8\mu\text{m}$. A Figura 5.10 (d) mostra a estrutura do material recozido a 573K, onde a estrutura de grãos se apresenta homogênea, com tamanho de grão médio de $\sim 22,3\mu\text{m}$. A Figura 5.10 (e) mostra a estrutura após recozimento a 673K. O tamanho de grão médio é de $\sim 23,9\mu\text{m}$ neste caso.

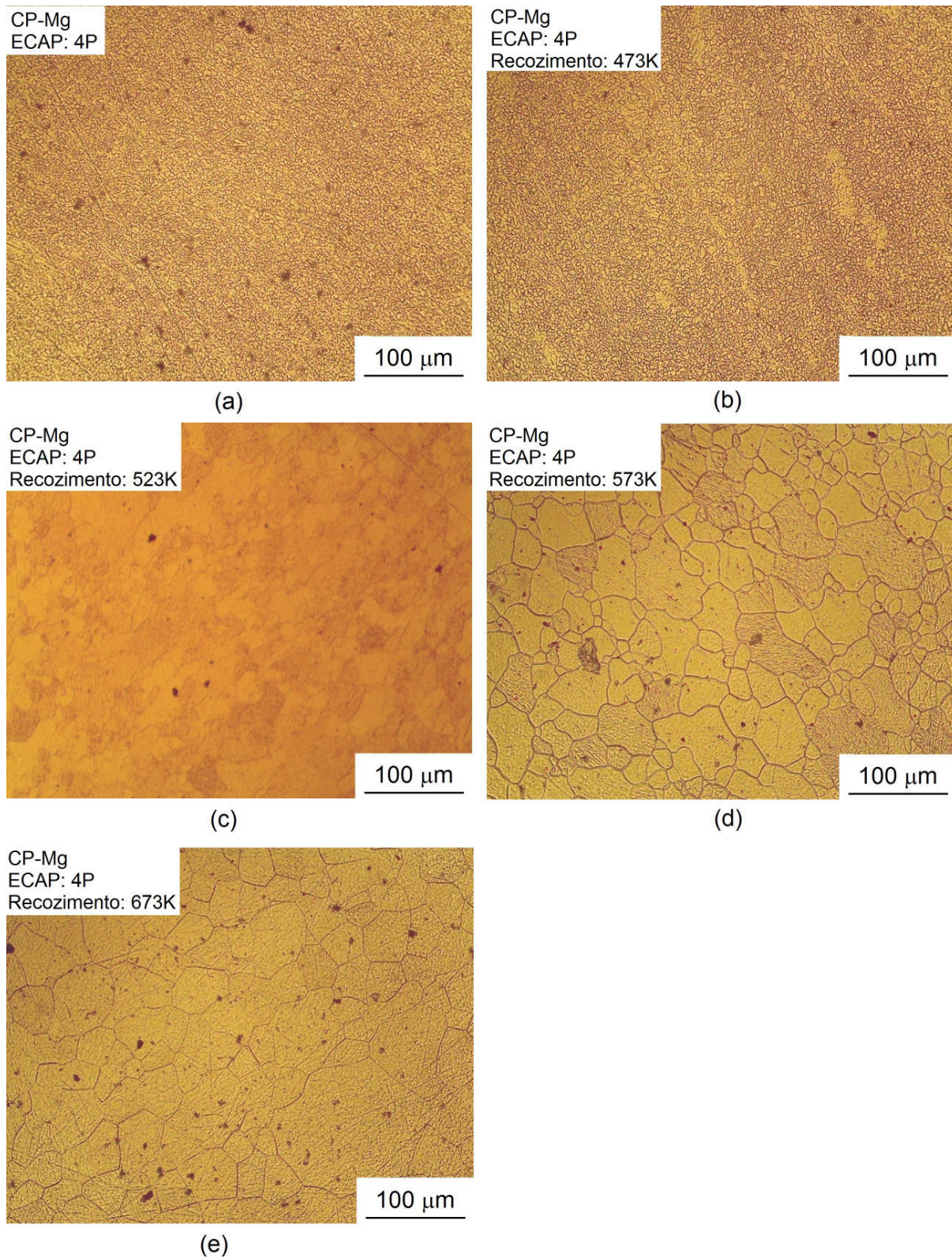


Figura 5.10 – Imagens de microscopia óptica com ampliação de 200x da estrutura dos grãos de magnésio comercialmente puro processado por 4 passes de ECAP (a) e recozida por 1 hora na temperatura de 473K (b), 523K (c), 573K (d) e 673K (e).

Na Tabela 5.1 são apresentados os tamanhos de grãos médio da estrutura do magnésio comercialmente puro processado por 4 passes de ECAP nas diferentes temperaturas de recozimento durante 1 hora.

Tabela 5.1 – Tamanho de grão da estrutura de magnésio processada por ECAP e recozida em diferentes temperaturas.

Temperatura de recozimento (K)	Tamanho do grão (μm)
-	2,7
473	3,3
523	16,8
573	22,3
673	23,9

5.3 Compressão em estrutura bimodal

A curva tensão versus deformação do material como recebido e do material processado por 1 passe de ECAP está ilustrada na Figura 5.11. O material como recebido está ilustrado pela linha contínua enquanto que o material processado por ECAP está representado pela linha tracejada. O material como recebido apresenta uma baixa tensão de escoamento na faixa de $\sim 20\text{MPa}$. O pico de tensão está em $\sim 110\text{MPa}$ para uma deformação de $\sim 0,13$, sendo que após esse pico há um decréscimo da tensão. Isto pode ser atribuído pela formação de fratura na amostra. O material processado por 1 passe de ECAP apresenta uma tensão de escoamento de $\sim 50\text{MPa}$, maior que o material como recebido. O pico de tensão é observado em $\sim 150\text{MPa}$ para uma deformação de $\sim 0,11$, seguido aparentemente de uma diminuição da tensão causado pela fratura da amostra.

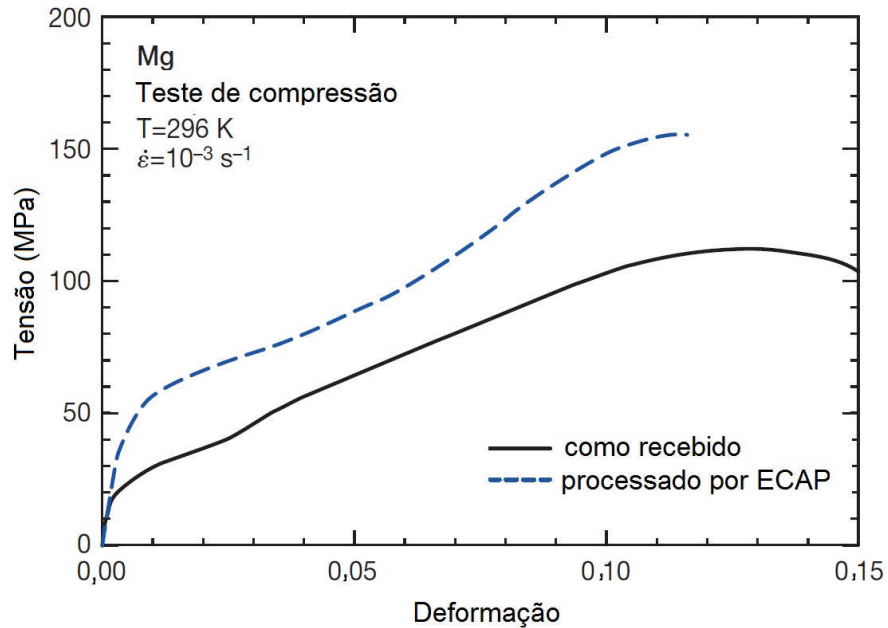


Figura 5.11 – Curva tensão versus deformação obtida por ensaio de compressão para o material como recebido e o material processado por ECAP.

O refinamento de grão também leva a um aumento na tensão de escoamento como é esperado. No entanto, este aumento não é muito elevado. A tensão de fluxo inicial, σ , do material processado por ECAP, ~50MPa, é menor do que a relatada durante o teste de tração do magnésio processado por ECAP com uma estrutura de grão mais grosseira (Yamashita *et al.*, 2001; Gan *et al.*, 2009).

A Figura 5.12 ilustra a aparência das amostras como recebidas e após 1 passe de ECAP, depois de ensaiadas em compressão à temperatura ambiente. As duas amostras apresentam fratura em regiões aparentemente com concentração de cisalhamento. Isto sugere que existe uma quantidade significativa de deformação na região antes da fratura. A amostra como recebida apresenta uma formação do efeito “casca de laranja” em sua superfície devido ao grande tamanho de grão. Isto é atribuído à deformação não homogênea dos grãos vizinhos. O mesmo efeito não é observado para a amostra processada por ECAP devido ao refinamento significativo da estrutura.

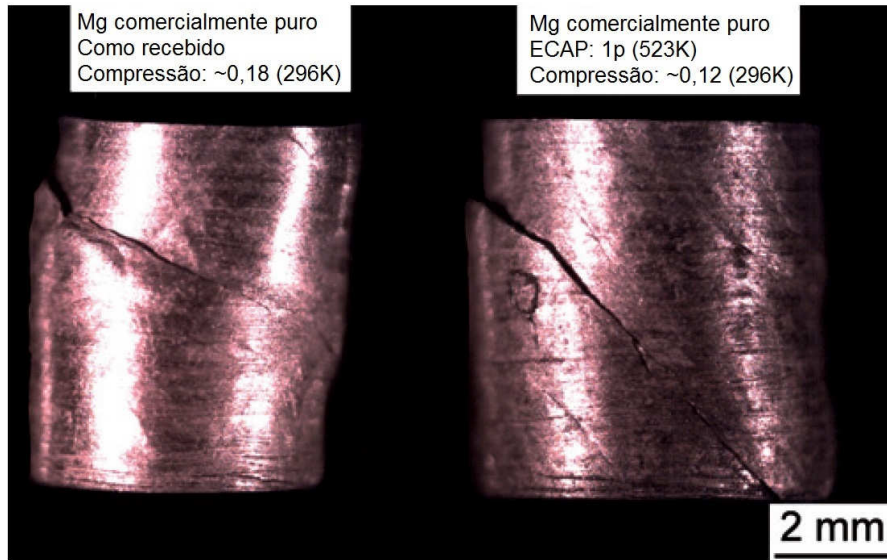


Figura 5.12 – Aparência das amostras (esquerda) como recebida e (direita) material processado por 1 passe de ECAP depois de testados à compressão à temperatura ambiente até a fratura.

A seção longitudinal polida das amostras testadas à compressão estão mostradas na Figura 5.13. O material da esquerda é o como recebido e o da direita é o processado por 1 passe de ECAP. O material como recebido apresenta grãos grosseiros e observa-se que a fratura se inicia em uma região entre dois desses grãos.

Magnésio comercialmente puro
Como recebido
Compressão: $\sim 0,18$ (296K)

Magnésio comercialmente puro
ECAP: 1p (523K)
Compressão: $\sim 0,12$ (296K)

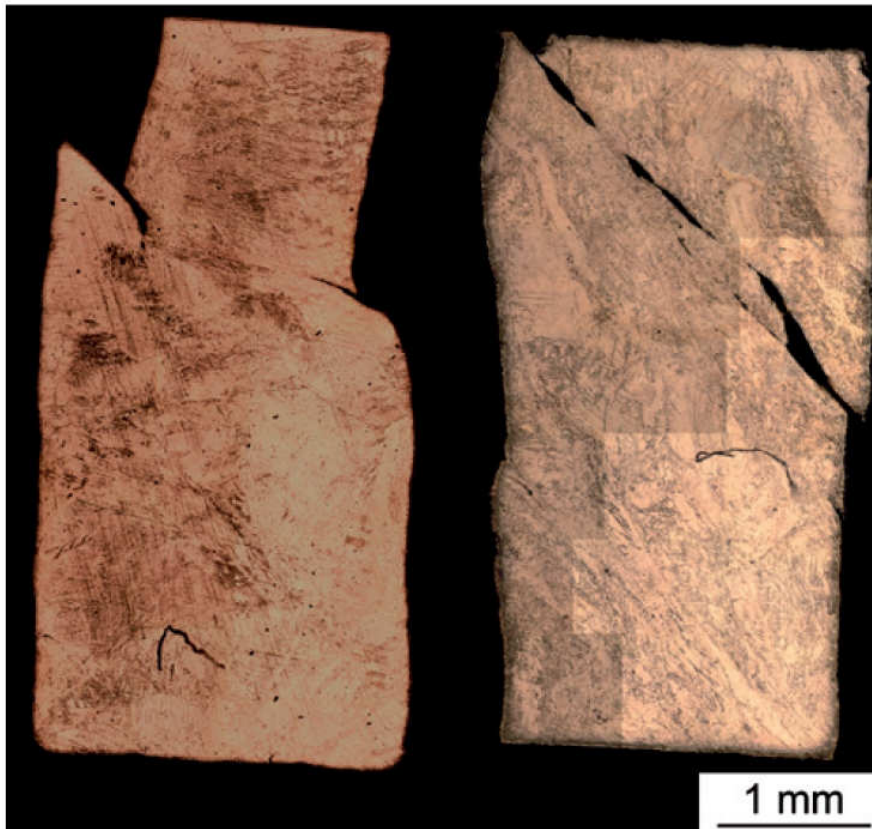


Figura 5.13 – Estrutura de grão da seção transversal das amostras (esquerda) do material como recebido e (direita) do material processado por ECAP depois de testados à compressão à temperatura ambiente até a fratura.

A Figura 5.14 mostra imagens do magnésio comercialmente puro processado por 1 passe ECAP e submetido à compressão ao longo da direção axial. A direção de processamento é a direção vertical nas imagens. A estrutura de grão do material processado por ECAP é heterogênea. Alguns grãos mais grosseiros são visíveis, com $\sim 100\mu\text{m}$, onde possuem em seus contornos grãos finos de $\sim 10\mu\text{m}$. Grãos grosseiros e bandas de refinamento de grãos são claramente observados afastados da região de fratura na Figura 5.14 (a) e a fratura ao longo de uma faixa de grãos refinados é observado na Figura 5.14 (b). Pode-se notar que o refinamento de grãos se formou na direção de $\sim 45^\circ$ e m relação à direção axial da amostra. Consequentemente, é possível dizer que as bandas de refinamento de grãos parecem ser formadas paralelas ao plano de cisalhamento do ECAP. Além disso, observa-se que a deformação de cisalhamento tende a ocorrer paralelamente a estas bandas. Nota-se que a

fratura ocorreu numa região de grãos mais finos sugerindo que estes grãos acomodam a maior parte da deformação plástica. Esta observação sugere que a estratégia de aumento da ductilidade por distribuição bimodal de grãos sugerida por Wang e Ma (2003) para o cobre processado por ECAP não se aplica ao magnésio. No caso do cobre a maior parte da deformação seria acomodada pelos grãos grosseiros enquanto que no magnésio os grãos finos acomodam maior parte da deformação.

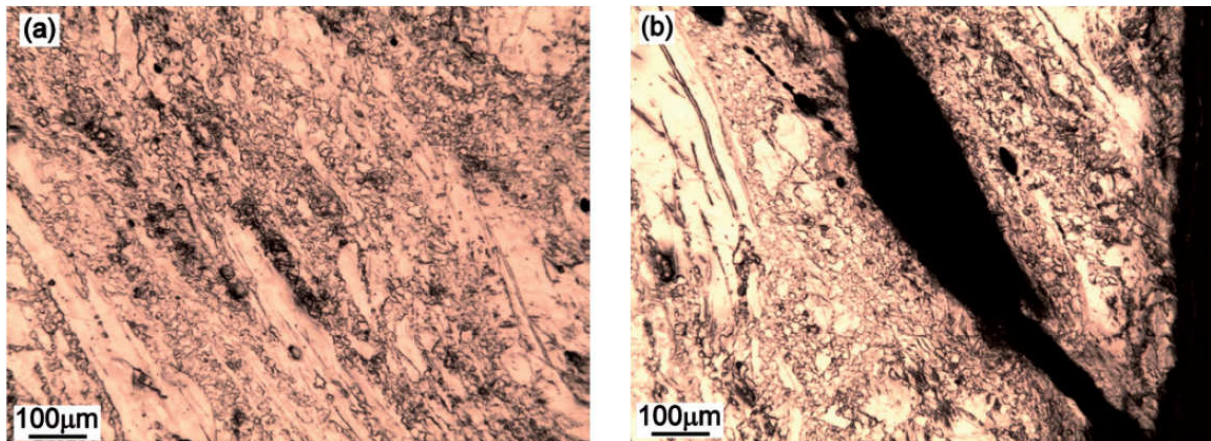


Figura 5.14 – Estrutura de grão do magnésio comercialmente puro processado por ECAP e submetido à compressão ao longo da direção axial (direção vertical nas imagens). Alternando bandas de refinamento de grãos e grãos grosseiros (a) distante da região de fratura e (b) fratura ao longo das bandas de refinamento de grãos.

5.4 Compressão nas direções X, Y e Z

Ensaio de compressão realizados em direções ortogonais no material processado por 3 passes de ECAP usando uma matriz com 135° entre canais demonstraram grande anisotropia mecânica. As curvas são mostradas na Figura 5.15. A curva do material como recebido também é mostrada para comparação. Observa-se que a tensão de escoamento depende da orientação do carregamento, mas o formato da curva também varia. As curvas de taxa de encruamento, $\Theta = \partial\sigma/\partial\varepsilon$, também são mostradas. Observa-se que o ensaio na direção Y (perpendicular aos canais da matriz de ECAP) apresenta aumento da taxa de encruamento durante a deformação plástica. Este comportamento é característico da ocorrência de maclação. Por outro lado os ensaios realizados nas outras direções sugerem deformação por movimento de discordâncias.

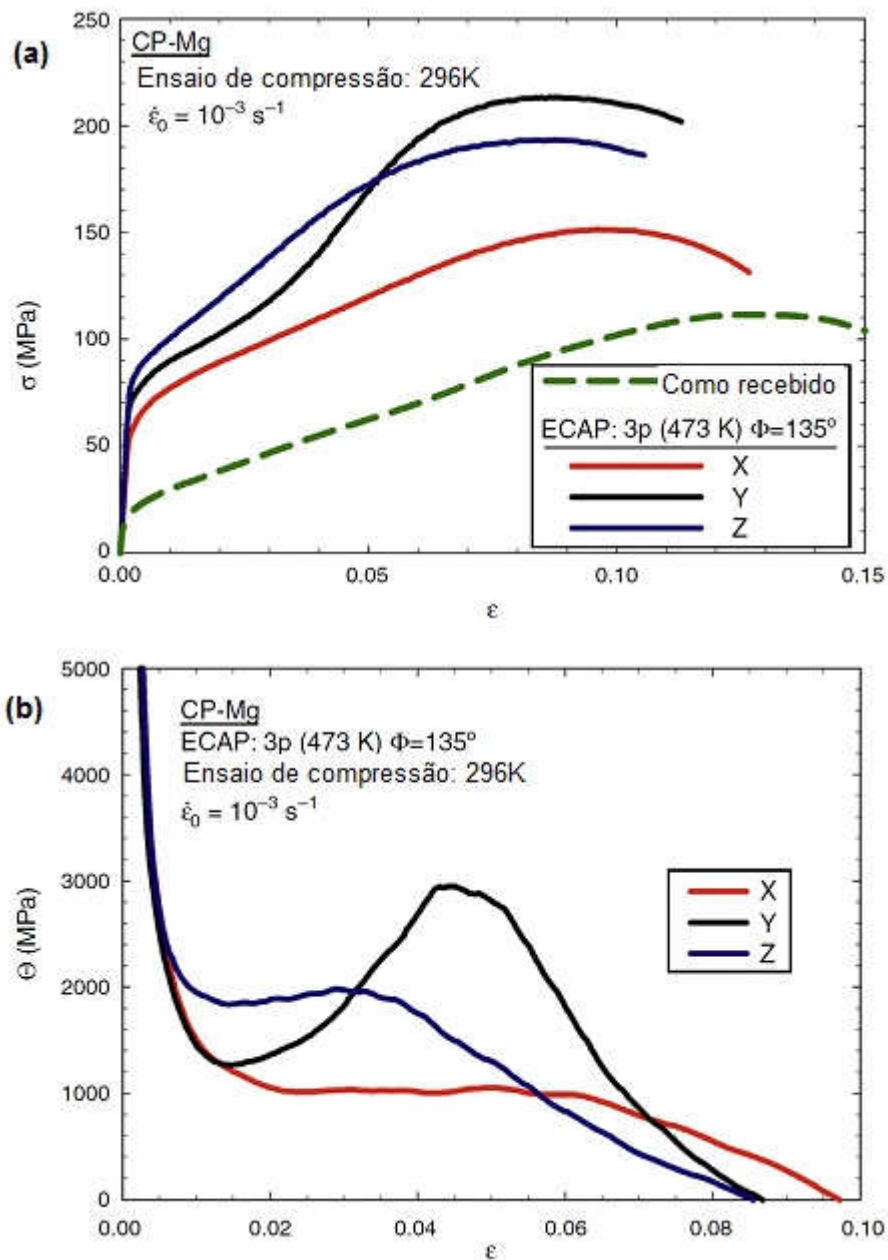


Figura 5.15 – Curva tensão-deformação determinada por ensaio de compressão (a) e taxa de deformação x deformação para magnésio processado por 3 passes de ECAP na matriz de 135° (b). A curva tensão-deformação do material como recebido também está mostrada.

A microestrutura do material após ensaios de compressão em diferentes direções é mostrada na Figura 5.16. O material deformado na direção X é mostrado na Figura 5.16 (a), na direção Y na Figura 5.16 (b) e na direção Z na Figura 5.16 (c). Observa-se grande quantidade de maclas nos grãos grosseiros após compressão na direção Y, o que está em

acordo com o formato da curva tensão vs. deformação e confirma a ocorrência de maclação neste caso.

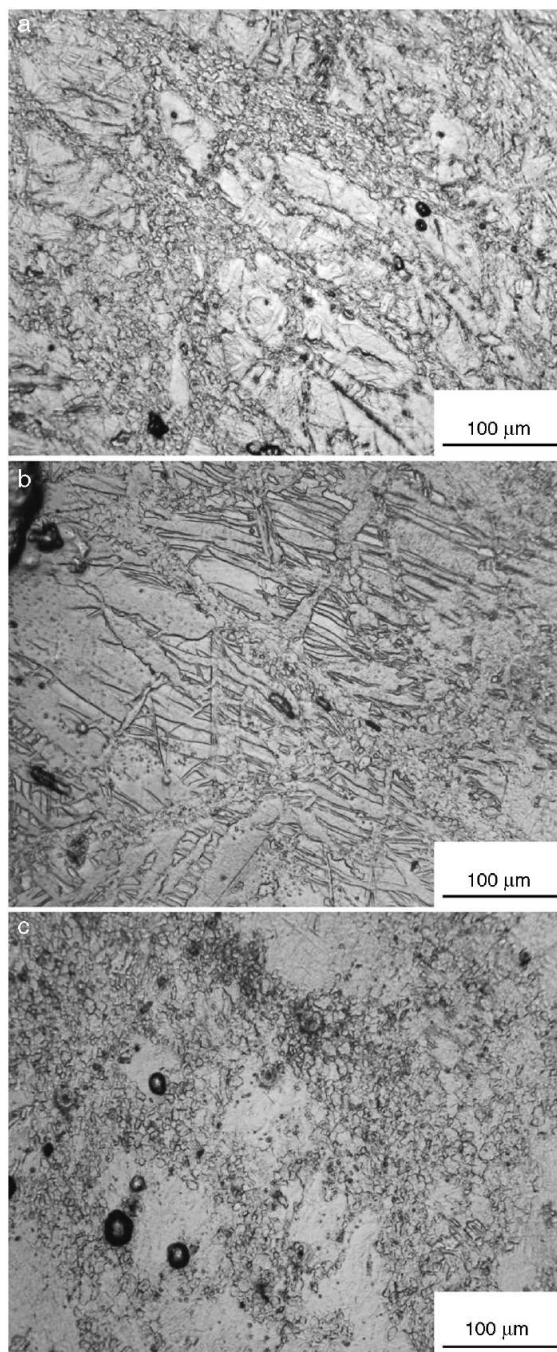


Figura 5.16 – Microestrutura do magnésio processado por 3 passes por ECAP na matriz de 135° até uma deformação de 0,04 em ensaio de compressão ao longo das direções X (a), Y (b) e Z (c).

5.5 Comportamento do material com estrutura homogênea de grãos e influência da taxa de deformação

A Figura 5.17 apresenta a curva tensão versus deformação obtida por ensaio de compressão à temperatura ambiente (296K) na direção X, em amostras de magnésio comercialmente puro processadas em 4 passes por ECAP, variando a taxa de deformação. As taxas de deformação utilizadas foram 10^{-2}s^{-1} (curva preta), 10^{-3}s^{-1} (curva azul), 10^{-4}s^{-1} (curva vermelha), 10^{-5}s^{-1} (curva verde) e 10^{-6}s^{-1} (curva rosa). A tensão de escoamento da taxa de deformação de 10^{-2}s^{-1} é da ordem de $\sim 125\text{MPa}$, onde o pico de tensão está em $\sim 228\text{MPa}$ para uma deformação de $\sim 0,17$, sendo que após esse pico há um decréscimo da tensão. A tensão de escoamento da taxa de deformação de 10^{-3}s^{-1} é semelhante mas o pico de tensão está em $\sim 190\text{MPa}$ para uma deformação de $\sim 0,17$. A tensão de escoamento da taxa de deformação de 10^{-4}s^{-1} é semelhante também, mas o pico de tensão diminui. A tensão de escoamento da taxa de deformação de 10^{-5}s^{-1} é da ordem de $\sim 108\text{MPa}$, onde a tensão permanece estável em $\sim 110\text{MPa}$ até uma deformação de $\sim 0,17$, sendo que logo após ocorre um decréscimo da tensão. A tensão de escoamento da taxa de deformação de 10^{-6}s^{-1} é da ordem de $\sim 83\text{MPa}$, onde este valor de tensão permanece estável até o final do ensaio. Observa-se uma variação gradual no formato das curvas de fluxo desde uma curva com tensão constante em baixa taxa de deformação até uma curva com aumento pronunciado da tensão em altas taxas que sugere ocorrência de maclação. Verificou-se que as amostras fraturaram em taxas de deformação de 10^{-5}s^{-1} e maiores, mas não fraturou até uma deformação próxima a 0,4 na menor taxa de deformação.

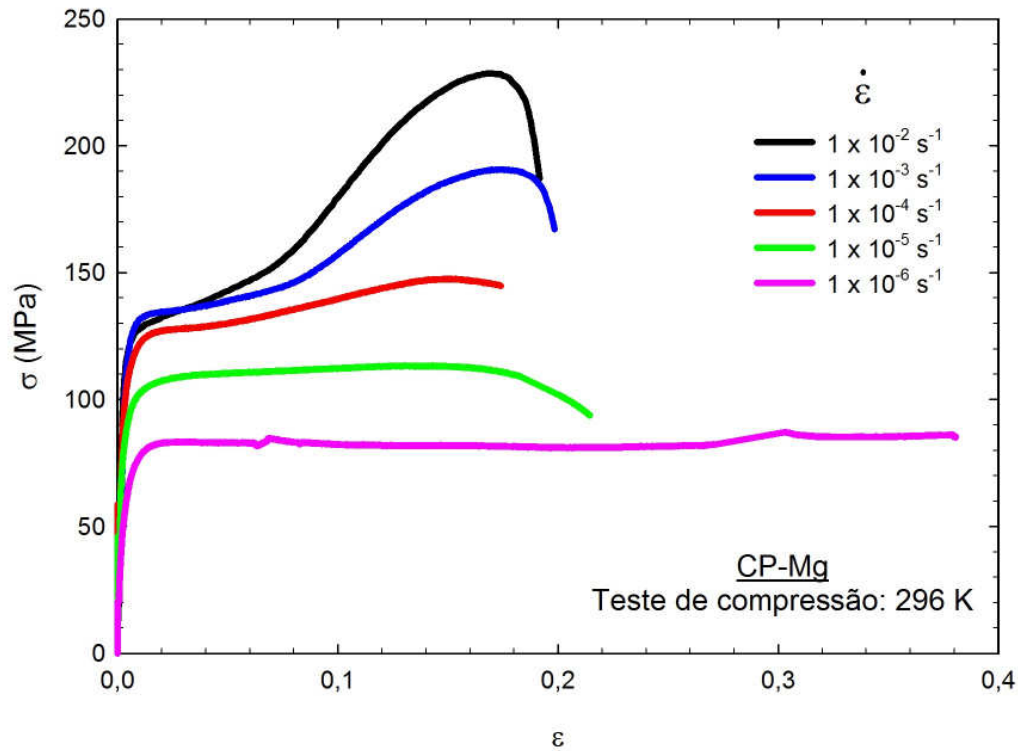


Figura 5.17 – Curva tensão versus deformação obtida por ensaio de compressão à temperatura ambiente para o material processado por ECAP para diferentes taxas de deformação.

Os valores da sensibilidade à taxa de deformação (m) encontrados para o gráfico da Figura 5.17 estão apresentados na Tabela 5.2. Os valores foram calculados para as deformações de 0,02 e 0,04.

Tabela 5.2 – Sensibilidade à taxa de deformação (m) das curvas tensão-deformação da Figura 5.17.

Deformação (ϵ)	Taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$) (s^{-1})	Sensibilidade à taxa de deformação (m)	
0,02	10^{-2}	-0,01	
	10^{-3}		
	10^{-3}	0,02	
	10^{-4}		
	10^{-4}	0,07	
	10^{-5}		
0,04	10^{-5}	0,11	
	10^{-6}		
	10^{-2}	0,01	
	10^{-3}		
	0,04	10^{-3}	0,03
		10^{-4}	
10^{-4}		0,07	
10^{-5}			
	10^{-5}	0,12	
	10^{-6}		

O valor de m para a variação de taxa de deformação de $10^{-6}s^{-1}$ para $10^{-5}s^{-1}$ foi de $\sim 0,1$, maior que os valores encontrados para as outras variações de taxa de deformação.

5.6 Influência do crescimento de grão

A Figura 5.18 apresenta a curva tensão versus deformação obtida por ensaio de compressão à temperatura ambiente (296K), em amostras processadas em 4 passes por ECAP e recozidas à temperatura de 673K durante 1 hora. As taxas de deformação utilizadas foram $10^{-2}s^{-1}$ (curva preta), $10^{-3}s^{-1}$ (curva azul), $10^{-4}s^{-1}$ (curva vermelha), $10^{-5}s^{-1}$ (curva verde) e $10^{-6}s^{-1}$ (curva rosa). Observa-se que todas as curvas apresentam tensão de fluxo inicial entre 30MPa e 40MPa. O formato das curvas é bastante semelhante, mas a tensão máxima atingida depende da taxa de deformação sendo maior para as maiores taxas. Todas as curvas apresentam aumento da taxa de encruamento durante o ensaio sugerindo a ocorrência de maclação. Além disso, todas as amostras fraturaram antes da deformação de 0,2.

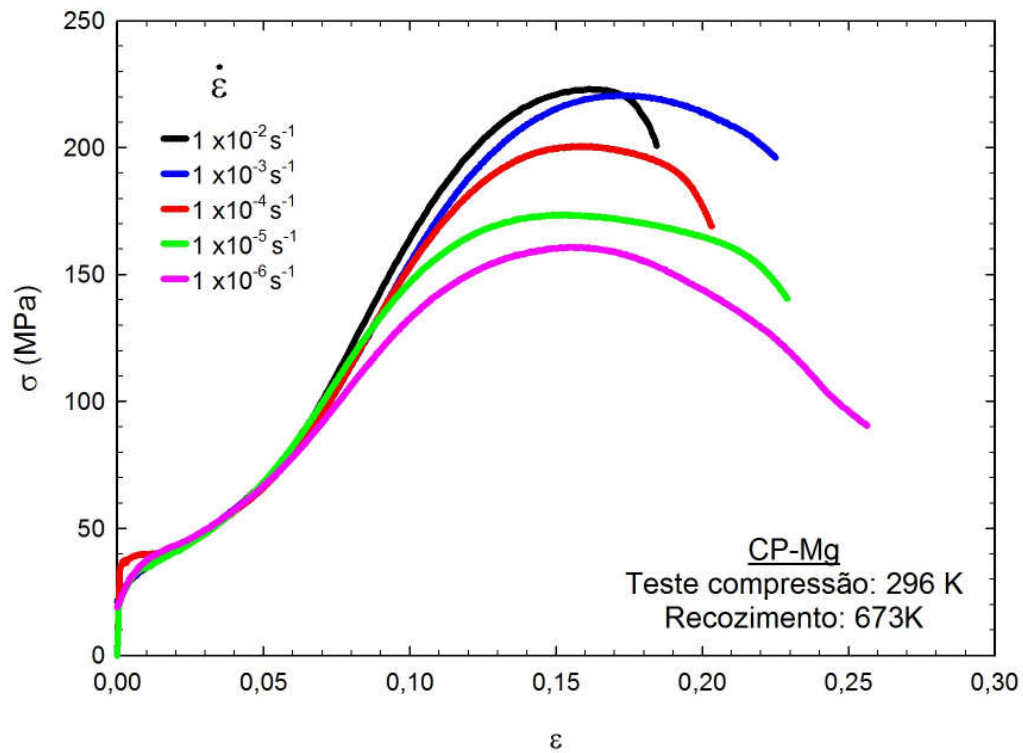


Figura 5.18 – Curva tensão versus deformação obtida por ensaio de compressão para o material processado por ECAP, recozido à temperatura de 673K durante 1 hora, para diferentes taxas de deformação.

Os valores da sensibilidade à taxa de deformação (m) encontrados para o gráfico da Figura 5.18 estão apresentados na Tabela 5.3. Os valores foram calculados para as deformações de 0,02 e 0,15.

Tabela 5.3 – Sensibilidade à taxa de deformação (m) das curvas tensão-deformação da Figura 5.18.

Deformação (ϵ)	Taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$) (s^{-1})	Sensibilidade à taxa de deformação (m)
0,02	10^{-2}	-0,02
	10^{-3}	0,01
	10^{-4}	0,01
	10^{-5}	0,01
	10^{-6}	-0,02
	10^{-2}	0,01
	10^{-3}	0,03
0,15	10^{-4}	0,06
	10^{-5}	0,03
	10^{-6}	

A Figura 5.19 apresenta as curvas tensão versus deformação descritas nas Figura 5.17 e Figura 5.18, obtidas por ensaio de compressão à temperatura ambiente, em amostras processadas em 4 passes por ECAP e amostras recozidas à temperatura de 673K durante 1h após o processamento por ECAP, variando a taxa de deformação. Observa-se que a tensão de fluxo inicial no material processado por ECAP é maior do que no material submetido a recozimento. Esta maior resistência pode ser atribuída ao menor tamanho de grão. Entretanto, observa-se que o material recozido apresenta maior taxa de encruamento o que leva a maiores tensões de fluxo após deformações plásticas de $\sim 0,1$. Este resultado sugere que o material com menor tamanho de grão apresenta maior recuperação durante a deformação plástica.

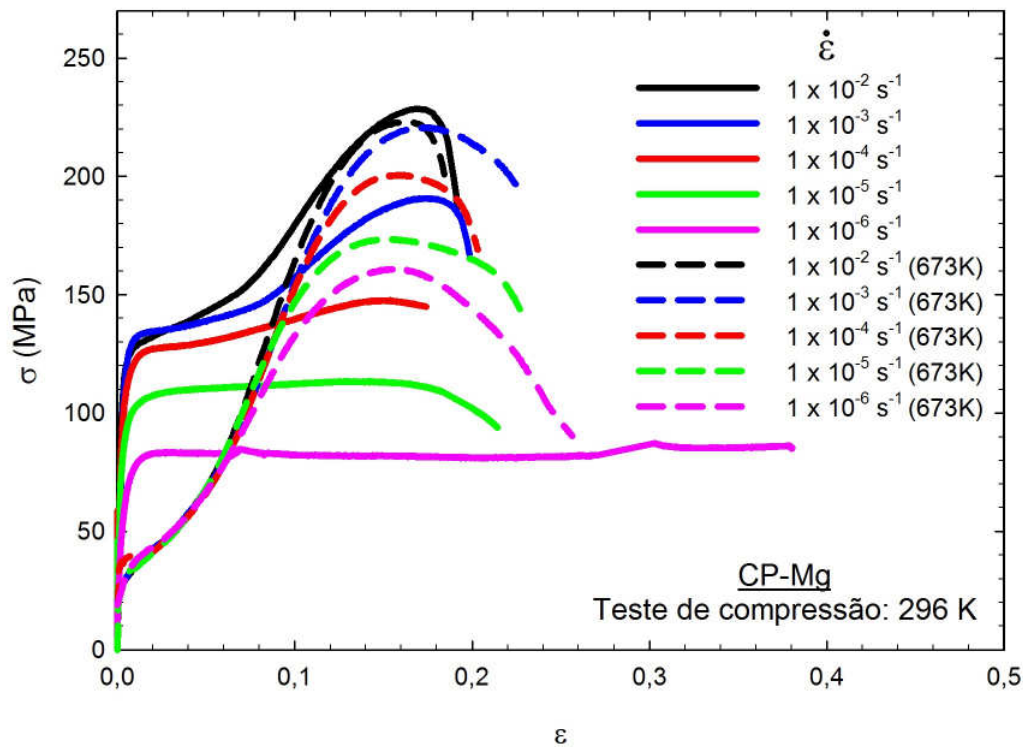


Figura 5.19 – Curva tensão versus deformação obtida por ensaio de compressão para o material processado por ECAP, recozido ou não, para diferentes taxas de deformação.

A Figura 5.20 apresenta a curva tensão versus deformação obtida por ensaio de compressão à temperatura ambiente (296K), em uma amostra processada em 4 passes por ECAP, e uma amostra recozida à temperatura de 673K durante 1 hora depois do processamento por ECAP, variando a taxa de deformação. A curva vermelha representa a amostra processada por ECAP, iniciando com a taxa de deformação de 10^{-4}s^{-1} , e dois vales onde a taxa de deformação foi de 10^{-5}s^{-1} . A curva preta representa a amostra processada por ECAP e recozida por uma hora na temperatura de 673K, iniciando também com a taxa de deformação de 10^{-4}s^{-1} , e três vales onde a taxa de deformação foi de 10^{-5}s^{-1} . A tensão de escoamento da amostra processada por ECAP é da ordem de $\sim 130\text{MPa}$. A tensão de escoamento da amostra processada por ECAP e recozida por 1h à temperatura de 673K é da ordem de $\sim 30\text{MPa}$. Os valores da sensibilidade à taxa de deformação (m) estão indicados no gráfico. Este resultado confirma que a sensibilidade à taxa de deformação é maior no material com menor tamanho de grão.

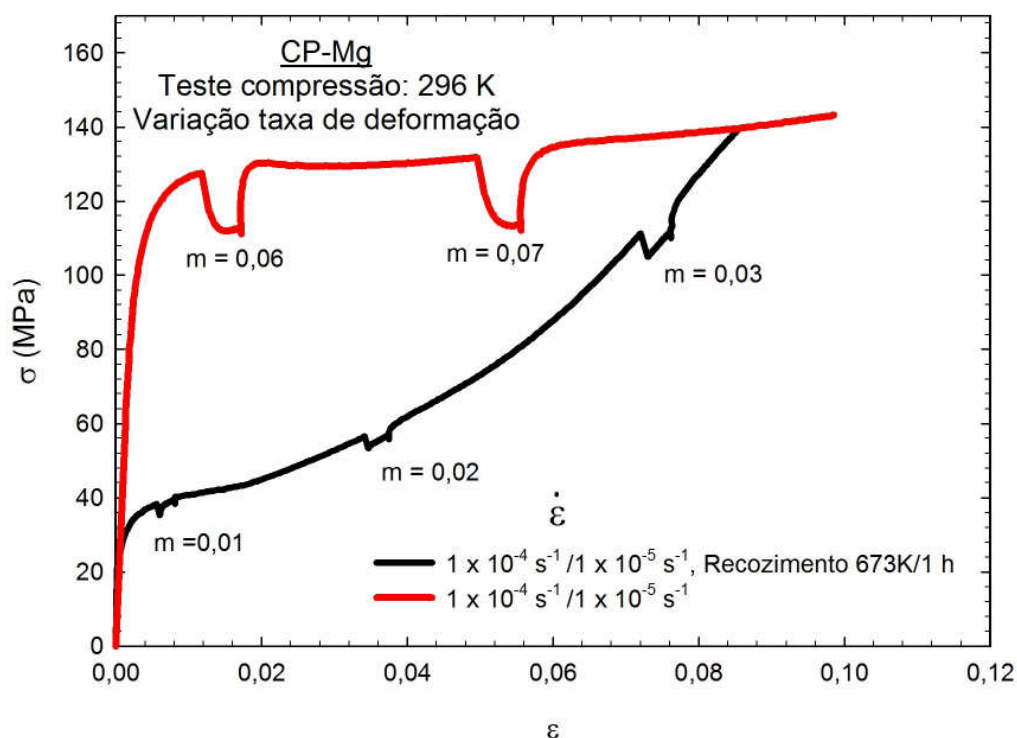


Figura 5.20 – Curva tensão versus deformação obtida por ensaio de compressão para o material processado por ECAP, recozido ou não, para diferentes taxas de deformação.

5.7 Influência da temperatura

A Figura 5.21 apresenta a curva tensão versus deformação obtida por ensaio de compressão nas temperaturas de 373K e 423K, em amostras de magnésio comercialmente puro processadas em 4 passes por ECAP, variando a taxa de deformação. As taxas de deformação utilizadas foram 10^{-2}s^{-1} (curva preta), 10^{-3}s^{-1} (curva azul) e 10^{-4}s^{-1} (curva vermelha). As amostras testadas na temperatura de 373K estão ilustradas pela linha contínua, enquanto as amostras testadas na temperatura de 423K estão representadas pela linha tracejada. Pode-se observar na Figura 5.21 que quanto maior a temperatura de ensaio, menor é a tensão de escoamento considerando a mesma taxa de deformação. Quanto maior a taxa de deformação, para a mesma temperatura, maior tensão de fluxo. O material ensaiado à compressão na temperatura de 373K à taxa de deformação de 10^{-2}s^{-1} apresentou um leve encruamento, um pico de tensão e queda da tensão. Esta amostra apresentou fratura enquanto as outras foram deformadas até $\sim 0,4$ sem fratura. Observa-se também uma

leve queda da tensão de fluxo durante a deformação das amostras testadas em taxas de 10^{-3}s^{-1} e 10^{-4}s^{-1} em 373 K e 10^{-2}s^{-1} e 10^{-3}s^{-1} a 423K.

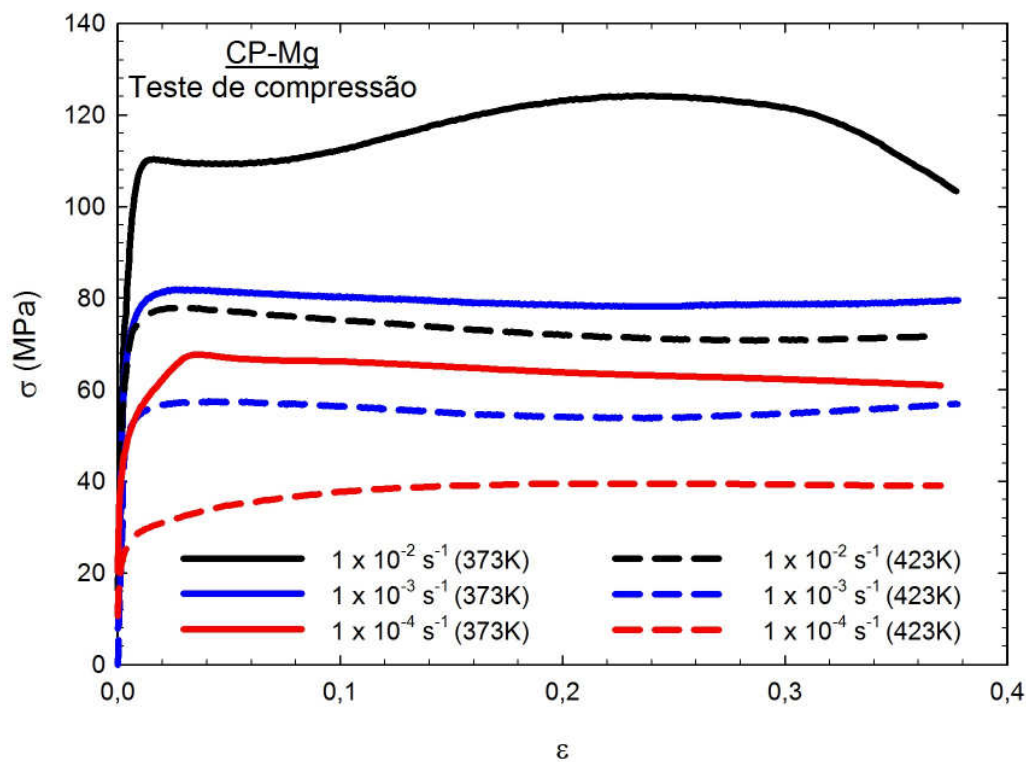


Figura 5.21 – Curva tensão versus deformação obtida por ensaio de compressão nas temperaturas de 373K e 423K para o material processado por ECAP, para diferentes taxas de deformação.

Os valores da sensibilidade à taxa de deformação (m) encontrados para o gráfico da Figura 5.21 estão apresentados na Tabela 5.4. Os valores foram calculados para as deformações de 0,02 e 0,04.

Tabela 5.4 – Sensibilidade à taxa de deformação (m) das curvas tensão-deformação da Figura 5.21.

Deformação (ϵ)	Temperatura do ensaio de compressão (K)	Taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$) (s ⁻¹)	Sensibilidade à taxa de deformação (m)
0,02	373	10 ⁻²	0,13
		10 ⁻³	
		10 ⁻³	0,11
		10 ⁻⁴	
	423	10 ⁻²	0,14
		10 ⁻³	
		10 ⁻³	0,27
		10 ⁻⁴	
0,04	373	10 ⁻²	0,13
		10 ⁻³	
		10 ⁻³	0,08
		10 ⁻⁴	
	423	10 ⁻²	0,13
		10 ⁻³	
		10 ⁻³	0,22
		10 ⁻⁴	

Todos os valores de m encontrados para as curvas da Figura 5.21 foram altos, independente da temperatura de ensaio e da taxa de deformação. É importante ressaltar que a elevada sensibilidade à taxa de deformação está associada à elevada deformação plástica em compressão sem fraturas. A Figura 5.22 mostra o aspecto dos corpos de prova após ensaio de compressão em diferentes taxas de deformação, em diferentes temperaturas e após recozimento. As amostras testadas na temperatura ambiente apresentaram fratura com exceção da amostra sem recozimento e testada na menor taxa de deformação. Observa-se também que as amostras testadas em alta temperatura apresentam grande deformação sem ocorrência de fratura. Este resultado mostra que a conformabilidade do magnésio aumenta em menores taxas de deformação e em maiores temperaturas, mas também aumenta com a redução do tamanho de grão. A amostra processada por ECAP apresentou maior capacidade de deformação plástica em baixa taxa de deformação do que a amostra que sofreu recozimento.

CP-Mg
ECAP: 4 passes



10^{-2}s^{-1}



10^{-4}s^{-1}



10^{-6}s^{-1}

ECAP: 4 passes
Recozimento: 673K



10^{-2}s^{-1}



10^{-4}s^{-1}



10^{-6}s^{-1}

ECAP: 4 passes
Compressão: 373K



10^{-2}s^{-1}



10^{-3}s^{-1}



10^{-4}s^{-1}

ECAP: 4 passes
Compressão: 423K



10^{-2}s^{-1}



10^{-3}s^{-1}



10^{-4}s^{-1}

Figura 5.22 – Imagens do aspecto dos corpos de prova após ensaio de compressão em diferentes taxas de deformação, em diferentes temperaturas e após recozimento.

6 CONCLUSÕES

O magnésio comercialmente puro foi processado por ECAP por até 4 passes em uma matriz com ângulo entre canais de 90° entre 523K e 473K quando o material é envolvido em tubo de cobre. O magnésio também foi processado por até 3 passes em matriz com ângulo de 135° na temperatura de 473K.

- O material processado por 1 passe por ECAP apresentou uma estrutura de grão bimodal, enquanto o material processado por 4 passes por ECAP apresentou o completo refinamento da estrutura de grãos, com tamanho de grão de $\sim 2,7\mu\text{m}$.

- O material processado por ECAP apresentou comportamento anisotrópico. Maclação durante a deformação foi observado quando o material foi comprimido perpendicular aos canais da matriz de ECAP, mas não foi observada em outras direções.

- O refinamento da estrutura de grãos altera o comportamento mecânico do magnésio quando submetidos a baixas taxas de deformação e temperaturas moderadas. O material com granulação fina apresentou elevada capacidade de deformação em compressão sem fraturas quando deformado em taxa de deformação de 10^{-6}s^{-1} . Esta elevada conformabilidade foi perdida com o recozimento.

- Os resultados mostram um aumento da sensibilidade à taxa de deformação em baixas taxas de deformação e em temperaturas moderadas nas amostras com grãos finos. Esta elevada sensibilidade a taxa de deformação está associada ao aumento da conformabilidade.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AGNEW, S. R.; HORTON, J. A.; LILLO, T. M.; BROWN, D. W. Enhanced ductility in strongly textured magnesium produced by equal channel angular processing. *Scripta Materialia*, v.50, p. 377-381, 2004.
- AIDA, T.; MATSUKI, K.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Estimating the equivalent strain in equal-channel angular pressing. *Scripta Materialia*, v.44, p. 575-579, 2001.
- ASTM E 112-96, Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel. USA: ASTM International; 2005.
- BERBON, P. B.; FURUKAWA, M.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G. Influence of pressing speed on microstructural development in equal-channel angular pressing. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, v.30, n. 8, p. 1989-1997, 1999.
- BISWAS, S.; DHINWAL, S. S.; SUWAS, S. Room-temperature equal channel angular extrusion of pure magnesium. *Acta Materialia*, v.58, p. 3247-3261, 2010.
- BOHLEN, J.; LETZIG, D.; KAINER, K. U. New perspectives for wrought magnesium alloys. *Materials Science Forum*, v.546-549, p. 1-10, 2007.
- FAN, G. D.; ZHENG, M. Y.; HU, X. S.; WU, K.; GOLOVIN, I. S. Improved mechanical property and internal friction of pure Mg processed by ECAP. *Materials Science and Engineering A* 556, p. 588-594, 2012.
- FANG, D. R.; DUAN, Q. Q.; ZHAO, N. Q.; LI, J. J.; WU, S. D.; ZHANG, Z. F. Tensile properties and fracture mechanism of Al-Mg alloy subjected to equal channel angular pressing. *Materials Science and Engineering A* 459, p. 137-144, 2007.
- FIGUEIREDO, R. B.; AGUILAR, M. T. P.; CETLIN, P. R. Finite element modeling of plastic instability during ECAP processing of flow-softening materials. *Materials Science and Engineering A* 430, p. 179-184, 2006.
- FIGUEIREDO, R. B.; LANGDON, T. G. Grain refinement and mechanical behavior of a magnesium alloy processed by ECAP. *Journal Material Science*, v.45, p. 4827-4836, 2010.

- FURUKAWA, M.; IWAHASHI, Y.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G. The shearing characteristics associated with equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering A*, v.257, n. 2, p. 328-332, 1998.
- FURUKAWA, M.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Factors influencing the shearing patterns in equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering A*, v.332, n. 1-2, p. 97-109, 2002.
- FURUNO, K.; AKAMATSU, H.; OH-ISHI, K.; FURUKAWA, M.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Microstructural development in equal-channel angular pressing using a 60° die. *Acta Materialia*, v.52, p. 2497-2507, 2004.
- GALIYEV, A.; KAIBYSHEV, R.; GOTTSTEIN, G. Correlation of plastic deformation and dynamic recrystallization in magnesium alloy ZK60. *Acta Materialia*, v.49, p. 1199-1207, 2001.
- GAN, W. M.; ZHENG, M. Y.; WANG, X. J.; QIAO, X. G.; WU, K.; SCHWEBKE, B.; BROKMEIER, H.-G. Microstructure and tensile property of the ECAPed pure magnesium. *Journal of Alloys and Compounds*, v.470, p. 256-262, 2009.
- GOLOBORODKO, A.; SITDIKOV, O.; KAIBYSHEV, R.; MIURA, H.; SAKAI, T. Effect of pressing temperature on fine-grained structure formation in 7475 aluminum alloy during ECAP. *Materials Science and Engineering A*, v.381, p. 121-128, 2004.
- HUANG, W. H.; YU, C. Y.; KAO, P. W.; CHANG, C. P. The effect of strain path and temperature on the microstructure developed in copper processed by ECAE. *Materials Science and Engineering A*, v.366, p. 221-228, 2004.
- HUANG, Y.; FIGUEIREDO, R. B.; BAUDIN, T.; BRISSET, F.; LANGDON, T. G. Evolution of strength and homogeneity in a magnesium AZ31 alloy processed by high-pressure torsion at different temperatures. *Advanced Engineering Materials*, 2012. (in press)
- ION, S. E.; HUMPHREYS, F. J.; WHITE, S. H. Dynamic recrystallisation and the development of microstructure during the high temperature deformation of magnesium. *Acta Materialia*, v.30, p. 1909-1919, 1982.
- IWAHASHI, Y.; WANG, J.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G. Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials. *Scripta Materialia*, v.35, No. 2, p. 143-146, 1996.

- KAI, M.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Development grain refinement and superplasticity in a magnesium alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*, v.488, p. 117-124, 2008.
- KAINER, K. U.; BUSH, F. V. The current state of technology and potencial for further development of magnesium applications. In: KAINER, K. U. (Ed.). *Magnesium – Alloys and Technologies*. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KG aA, Weinheim, p. 1-22, 2003.
- KANG, F.; WANG, J. T.; PENG, Y. Deformation and fracture during equal channel angular pressing of AZ31 magnesium alloy. *Materials Science and Engineering A*, v.487, p. 68-73, 2008.
- KIM, I.; KIM, J.; SHIN, D. H.; PARK, K. T. Communications: Effects of grain size and pressing speed on the deformation mode of commercially pure Ti during equal channel angular pressing. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, v.34, n. 7, p. 1555-1558, 2003a.
- KIM, I.; KIM, J.; SHIN, D. H.; LEE, C. S.; HWANG, S. K. Effects of equal channel angular pressing temperature on deformation structures of pure Ti. *Materials Science and Engineering A*, v.342, p. 302-310, 2003b.
- KOIKE, J.; KOBAYASHI, T.; MUKAI, T.; WATANABE, H.; SUZUKI, M.; MARUYAMA, K.; HIGASHI, K. The activity of non-basal slip systems and dynamic recovery at room temperature in fine-grained AZ31B magnesium alloys. *Acta Materialia*, v.51, p. 2055-2065, 2003.
- LEE, D. N. An upper-bound solution of channel angular deformation. *Scripta Materialia*, v.43, No. 2, p. 115-118, 2000.
- LI, S.; BOURKE, M. A. M.; BEYERLEIN, I. J.; ALEXANDER, D. J.; CLAUSEN, B. Finite element analysis of the plastic deformation zone and working load in equal channel angular extrusion. *Materials Science and Engineering A* 382, p. 217-236, 2004.
- MORDIKE, B. L.; EBERT, T. Magnesium: Properties – applications - potencial. *Materials Science and Engineering A*, v.302, p. 37-45, 2001.
- MUKAI, T.; YAMANOI, M.; WATANABE, H.; HIGASHI, K. Ductility enhancement in AZ31 magnesium alloy by controlling its grain structure. *Scripta Materialia*, v.45, p. 89-94, 2001.

- NAKASHIMA, K.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G. Influence of channel angle on the development of ultrafine grains in equal-channel angular pressing. *Acta Materialia*, v.46, n. 5, p. 1589-1599, 1998.
- NAKASHIMA, N.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G. Development of a multi-pass facility for equal-channel angular pressing to high total strains. *Materials Science and Engineering A*, v.281, p. 82-87, 2000.
- PARTRIDGE, P. G. The crystallography and deformation modes of hexagonal close-packed metals. *Metallurgical Reviews*, v.12, n. 1, p. 169-194, 1967.
- POGGIALI, F. S. J.; FIGUEIREDO, R. B.; AGUILAR, M. T. P.; CETLIN, P. R. Grain refinement of commercial purity magnesium processed by ECAP (Equal Channel Angular Pressing). *Materials Research*, v.15, n. 2, p. 312-316, 2012.
- POGGIALI, F. S. J.; SILVA, C. L. P.; PEREIRA, P. H. R.; FIGUEIREDO, R. B.; CETLIN, P. R. Determination of mechanical anisotropy of magnesium processed by ECAP. *Journal of Materials Research and Technology*, v.3, n. 4, p. 331-337, 2014.
- SAKAI, G.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Grain refinement and superplasticity in an aluminum alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A* 393, p. 344-351, 2005.
- SEGAL, V. M. Methods of stress-strain analysis in metal-forming. Ph.D. Thesis, Minsk, USSR, 1974.
- SEGAL, V. M. Materials processing by simple shear. *Materials Science and Engineering A*, v.197, p. 157-164, 1995.
- SILVA, C. L. P. Evolução do tamanho de grão e comportamento mecânico do magnésio comercialmente puro submetido a tratamento termo-mecânico por ECAP. Dissertação, Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais- UFMG, 41 p., 2015.
- SHAN, A.; MOON, I. G.; KO, H. S.; PARK, J. W. Direct observation of shear deformation during equal channel angular pressing of pure aluminum. *Scripta Materialia*, v. 41, n. 4, p. 353-357, 1999.
- SHAN, A.; MOON, I. G.; PARK, J. W. Estimation of friction during equal channel angular (ECA) pressing of aluminum alloys. *Journal of Materials Processing Technology*, v.122, p. 255-259, 2002.

- SHIN, D. H.; PAK, J. J.; KIM, Y. K.; PARK, K. T.; KIM, Y. S. Effect of pressing temperature on microstructure and tensile behavior of low carbon steels processed by equal channel angular pressing. *Materials Science and Engineering A*, v.325, p. 31-37, 2002.
- SU, C. W.; LU, L.; LAI, M. O. A model for the grain refinement mechanism in equal channel angular pressing of Mg alloy from microstructural studies. *Materials Science and Engineering A*, v.434, p. 227-236, 2006.
- VALIEV, R. Z.; ISLAMGALIEV, R. K.; ALEXANDROV, I. V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in Materials Science*, v. 45, p. 103-189, 2000.
- VALIEV, R. Z.; LANGDON, T. G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in Materials Science*, v. 51, p. 881-981, 2006.
- WANG, Y. M.; MA, E. Three strategies to achieve uniform tensile deformation in a nanostructured metal. *Acta Materialia*, v.52, p. 1699-1709, 2004.
- WANG, Y. Y.; SUN, P. L.; KAO, P. W.; CHANG, C. P. Effect of deformation temperature on the microstructure developed in commercial purity aluminum processed by equal channel angular extrusion. *Scripta Materialia*, v. 50, p. 613-617, 2004.
- XIA, K.; WANG, J. Shear, principal, and equivalent strains in equal-channel angular deformation. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, v.32A, p. 2639-2647, 2001.
- XIA, Y.; YULONG, L.; LI, L. Effect of grain refinement on fracture toughness and fracture mechanism in AZ31 magnesium alloy. *Procedia Materials Science*, v.3, p. 1780-1785, 2014.
- YAMAGUCHI, D.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G. Significance of adiabatic heating in equal-channel angular pressing. *Scripta Materialia*, v. 41, n. 8, p. 791-796, 1999.
- YAMASHITA, A.; YAMAGUCHI, D.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Influence of pressing temperature on microstructural development in equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering A*, v.287, p. 100-106, 2000.

YAMASHITA, A.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Improving the mechanical properties of magnesium and a magnesium alloy through severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering A*, v.300, p. 142-147, 2001.

8 REFERÊNCIAS COMPLEMENTARES

- CHANG, H.; ZHENG, M. Y.; WU, K.; GAN, W. M.; TONG, L. B.; BROKMEIER, H.-G. Microstructure and mechanical properties of the accumulative roll bonded (ARBed) pure magnesium sheet. *Materials Science and Engineering A* 527, p. 7176-7183, 2010.
- CHAO, H. Y.; YANG, Y.; WANG, X.; WANG, E. D. Effect of grain size distribution and texture on the cold extrusion behavior and mechanical properties of AZ31 Mg alloy. *Materials Science and Engineering A*, v.528, p. 3428-3434, 2011.
- DEL VALLE, J. A.; CARREÑO, F.; RUANO, O. A. Influence of texture and grain size on work hardening and ductility in magnesium-based alloys processed by ECAP and rolling. *Acta Materialia* 54, p. 4247-4259, 2006.