

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS**  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CONSTRUÇÃO CIVIL

**" EVOLUÇÃO DO TAMANHO DE GRÃO E COMPORTAMENTO MECÂNICO DO  
MAGNÉSIO COMERCIALMENTE PURO SUBMETIDO A TRATAMENTO  
TERMO-MECÂNICO DE ECAP "**

Autor: Cláudio Laudares Passos Silva  
Orientador: Prof. Roberto Braga Figueiredo

Belo Horizonte  
Janeiro/2015

Cláudio Laudares Passos Silva

**" EVOLUÇÃO DO TAMANHO DE GRÃO E COMPORTAMENTO MECÂNICO DO  
MAGNÉSIO COMERCIALMENTE PURO SUBMETIDO A TRATAMENTO  
TERMO-MECÂNICO DE ECAP "**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Pós Graduação em Construção Civil do Departamento de Engenharia de Materiais e Construção da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais. Área de concentração: Materiais de Construção Civil. Linha de pesquisa: Materiais metálicos.

Orientador: Prof. Roberto Braga Figueiredo

Belo Horizonte  
Escola de Engenharia da UFMG  
2015

Cláudio Laudares Passos Silva

**" EVOLUÇÃO DO TAMANHO DE GRÃO E COMPORTAMENTO MECÂNICO DO  
MAGNÉSIO COMERCIALMENTE PURO SUBMETIDO A TRATAMENTO  
TERMO-MECÂNICO DE ECAP "**

Esta dissertação foi julgada adequada para a obtenção do título de Mestre em Construção Civil e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-graduação em Construção Civil do Departamento de Engenharia de Materiais e Construção da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais

Belo Horizonte, 16 de Janeiro de 2015

---

Prof. Paulo Roberto Pereira Andery  
Coordenador do Programa de Pós-graduação em Construção Civil

BANCA EXAMINADORA

---

Prof. Dr. Roberto Braga Figueiredo  
Orientador - (UFMG/DEMC)

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Maria Teresa Paulino Aguilár  
(UFMG/DEMC)

---

Prof. Dr. Paulo Roberto Cetlin  
(UFMG/DEMEC)

Dedico este trabalho a minha mãe Helena Laudares Silva (In Memoriam) e a meu pai Antônio Passos Silva (In Memoriam) e que Deus os abençoe e guarde.

## **AGRADECIMENTOS**

Aos meus pais que me deram as lições mais importantes e o dom da vida.

Aos professores do Departamento de Engenharia de Materiais e Construção da UFMG pelos ensinamentos e principalmente ao meu orientador professor Roberto Braga Figueiredo pela dedicação e paciência.

Agradeço à minha namorada e companheira Juliana, pela paciência e apoio nas horas de sufoco e ausência. Sem você do meu lado seria tudo muito mais difícil. Vai preparando a sua mochila...

Ao meu irmão e padrinho Paulo Roberto pelo incentivo aos meus estudos.

Aos meus irmãos que mesmo distantes sempre me acolhem com seu amor e carinho.

Aos meus amigos de todos os cantos: da minha cidade natal, da música, dos acampamentos, do trabalho, das escolas... Pelos ensaios, shows e rodas de violão, pelos lugares maravilhosos que só da pra chegar a pé carregando um mochilão nas costas, por aguentarem minhas piadas sem graça e por cultivarem a nossa amizade mesmo depois de grandes períodos de ausência...

Agradeço ao meu amigo Henrique Garcia (Doriva) pelo desenho técnico do corpo de prova de tração e pela ajuda com os serviços de usinagem.

E agradeço também a todos que de alguma maneira colaboraram para a realização desse trabalho

## RESUMO

No presente trabalho amostras de magnésio comercialmente puro foram processadas por deformação plástica severa por ECAP (*Equal Channel Angular Pressing*), em temperaturas moderadas, utilizando uma matriz com ângulo de interseção entre canais  $\Phi = 135^\circ$ . Para realizar o processamento, sem danificar o material, as amostras passaram por uma etapa intermediária de processamento por laminação e foram cobertas com uma fina camada de cobre para reduzir o atrito com as paredes internas da matriz. Foram realizados quatro passes pela matriz seguindo a rota de processamento C com uma taxa de prensagem de 10 mm/min. Por meio de metalografia foi feita a análise da microestrutura do material em cada etapa de processamento. Assim foi verificado que o material laminado com redução de 5 mm para 1 mm de espessura, após o quarto passe de ECAP, apresentava uma estrutura de grãos homogênea e completamente refinada com tamanho médio de grão igual a 5  $\mu\text{m}$ . Foram feitos ensaios de tração para determinar o comportamento mecânico do material antes e após o processamento por ECAP, nesses ensaios foi possível verificar um aumento da ductilidade após o processamento por ECAP. O coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação  $m$  foi determinado a partir das curvas de tensão verdadeira versus deformação verdadeira obtidas nos ensaios de tração do material laminado e do material processado por laminação e ECAP. Os valores de  $m$  determinados para o material laminado e para o material processado por ECAP apresentaram valores muito próximos.

## ABSTRACT

In this work samples of commercially pure magnesium were processed by ECAP (Equal Channel Angular Pressing), in moderate temperatures, using a die with angle of  $\Phi = 135^\circ$  between the two channels. An intermediate step of rolling was used to facilitate the processing and to avoid cracking, the samples was covered with a cooper sheet of 0.3 mm thickness to reduce friction between the sample and the die channel. The samples were processed by 4 steps of ECAP using route C, with punch speed of 10 mm/min. The microstructure of the material was evaluated using metallographic procedures. The material processed by rolling from 5 mm to a thickness of 1 mm + ECAP (4 steps) exhibits a completely refined and homogeneous microstructure with average grain size of 5  $\mu\text{m}$ . Tensile tests were used to determine mechanical behavior after and before ECAP and show an increase in ductility of the material processed by ECAP. The strain rate sensitivity coefficient was determined by true stress versus true strain curves obtained in the tensile tests of the material processed by rolling and the material processed by rolling and ECAP. The  $m$  values determined for the rolled material and for the material processed by ECAP were very similar.

## SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS .....	x
LISTA DE TABELAS .....	xii
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS .....	xiii
LISTA DE SÍMBOLOS.....	xiv
1. INTRODUÇÃO .....	1
2. OBJETIVO .....	3
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	4
3.1 Comportamento mecânico de metais.....	4
3.2 ECAP .....	4
3.2.1 Rotas de prensagem.....	5
3.2.2 Ângulo de interseção.....	7
3.3 Processamento do magnésio por ECAP .....	8
3.4 Textura e comportamento mecânico do magnésio processado por ECAP .....	12
4. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS .....	16
4.1 Materiais.....	16
4.1 Métodos .....	16
4.2.1 Laminação .....	16
4.3 Montagem de corpos de prova para ECAP .....	17
4.3.1 Montagem dos corpos de prova com lâminas de 4,7 mm.....	17
4.3.2 Montagem dos corpos de prova com lâminas de 1,0 mm.....	18
4.4 Processamento por ECAP .....	19
4.5 Metalografia .....	21
4.6 Ensaio de tração .....	23
5. RESULTADOS .....	25
5.1 Microestrutura e tamanho médio de grão.....	25
5.2 Propriedades mecânicas.....	29
6. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS .....	33
6.1 Refino de grão .....	33
6.2 Propriedades mecânicas.....	35



7. CONCLUSÕES .....	37
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	38

## LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 – Esquema de uma matriz de ECAP .....	5
Figura 3.2 – Esquema das quatro rotas principais utilizadas no processamento por ECAP .....	6
Figura 3.3 – Deformação $\varepsilon_1$ produzida em um único passe pela matriz para uma faixa de valores de $\psi$ e $\Phi$ .....	8
Figura 3.4 – Amostras processadas por ECAP em diferentes temperaturas .....	9
Figura 3.5 – Aparência das amostras depois do ECAP com e sem pressão contrária .....	10
Figura 3.6 – Desenho esquemático mostrando o alinhamento dos planos basais do magnésio com a direção de deformação durante o processamento por extrusão simples e ECAP .....	13
Figura 3.7 – Curvas de tensão verdadeira versus deformação verdadeira dos ensaios de tração do material processado por extrusão convencional e do material processado por ECAP seguido de recozimento .....	14
Figura 3.8 – Direções em que os corpos de prova foram usinados em relação a amostra processada por ECAP .....	14
Figura 3.9 – Curvas de tensão verdadeira versus deformação verdadeira dos ensaios de tração feitos com os corpos de prova usinados em várias direções em relação à amostra .....	15
Figura 4.1 – Chapa de magnésio comercialmente puro ao lado do lingote do qual ela foi retirada .....	17
Figura 4.2 – Foto de um corpo de prova montado com duas lâminas de magnésio de 4,7 mm de espessura cobertas com uma folha de cobre .....	18
Figura 4.3 – Foto de um corpo de prova desmontado com lâminas de magnésio de 1 mm de espessura e a capa feita com uma folha de cobre .....	19
Figura 4.4 – Matriz de ECAP .....	20
Figura 4.5 – Máquina universal de ensaios INSTRON 5582 .....	21

Figura 4.6 – Amostras de magnésio embutidas em resina epóxi .....	22
Figura 4.7 – Foto da poltriz .....	22
Figura 4.8 – Foto do microscópio metalográfico UNION / VERSAMET 3 .....	23
Figura 4.9 – Desenho técnico do corpo de prova para ensaio de tração .....	24
Figura 4.10 – Corpo de prova para ensaio de tração usinado por eletroerosão à partir de uma placa de 1 mm antes do ECAP .....	24
Figura 5.1 – Microestrutura do magnésio comercialmente puro fundido .....	25
Figura 5.2 – Microestrutura do CP-Mg processado por laminação até uma espessura de 1 mm .....	26
Figura 5.3 – Microestrutura do CP-Mg processado por laminação até uma espessura de 4,7 mm .....	27
Figura 5.4 – Microestrutura do CP-Mg processado por laminação até 4,7 mm de espessura seguida de ECAP .....	27
Figura 5.5 – Microestrutura do CP-Mg processado por laminação até 1 mm de espessura seguida de ECAP .....	28
Figura 5.6 – Curvas de tensão, $\sigma$ , versus deformação, $\epsilon$ , obtidas nos testes de tração do material laminado e do material laminado e processado por ECAP .....	29
Figura 5.7 – Curvas de tensão, $\sigma$ , versus deformação, $\epsilon$ , e curvas de taxa encruamento, $\Theta$ , versus deformação verdadeira, $\epsilon$ , obtidas nos testes de tração do material laminado e do material laminado e processado por ECAP .....	30
Figura 5.8 – Curvas de tensão verdadeira versus deformação verdadeira obtidas nos testes de tração com taxa de deformação variável do material laminado e do material laminado e processado por ECAP .....	31
Figura 5.9 – Curvas de tensão verdadeira versus deformação verdadeira obtidas nos testes de tração com taxas de deformação fixas do material laminado e do material laminado e processado por ECAP .....	32

## LISTA DE TABELAS

Tabela 5.1 – Tamanho médio de grão e tipo de microestrutura do magnésio comercialmente puro em cada etapa de processamento .....	28
Tabela 5.2 – Coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação do magnésio comercialmente puro determinado utilizando dois métodos diferentes.....	32

## **LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS**

ECAP = *Equal Channel Angular Pressing*

DL = direção de laminação

DT = direção transversal à direção de laminação

DN = direção normal à superfície da chapa

CP = comercialmente puro

## LISTA DE SÍMBOLOS

$\Phi$  – ângulo de interseção dos canais da matriz de ECAP

$\Psi$  – arco de curvatura dos canais da matriz de ECAP

$\varphi$  – ângulo utilizado na equação 3.2 sendo  $\Phi = 2 \varphi$

$\sigma$  – tensão verdadeira

$\varepsilon$  – deformação verdadeira

$\varepsilon_1$  – deformação em um passe de ECAP

$\dot{\varepsilon}$  – taxa de deformação

$\Theta$  – taxa de encruamento

$N$  – número de passes de ECAP

$A$  – rota de processamento em que a amostra não sofre rotação entre os passes de ECAP

$B_A$  – rota de processamento em que a amostra sofre rotação de  $90^\circ$  em sentidos alternados entre os passes de ECAP

$B_C$  – rota de processamento em que a amostra sofre rotação de  $90^\circ$  no mesmo sentido entre os passes de ECAP

$C$  – rota de processamento em que a amostra sofre rotação de  $180^\circ$  entre os passes de ECAP

$m$  – coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação

$T_F$  – temperatura de fusão

# 1. INTRODUÇÃO

A procura por materiais com características especiais, que apresentam um melhor desempenho em aplicações estruturais, tem sido cada vez maior. Por esse motivo vários materiais novos foram desenvolvidos e outros já existentes foram aperfeiçoados (HAMU *et al.*, 2009). Dentre os materiais que tem sido aperfeiçoados, o magnésio é um dos mais importantes por apresentar muitas características desejáveis para aplicações estruturais tais como baixo peso específico, elevada relação resistência-peso, boa condutividade térmica e boa absorção de choque. (GAO *et al.*, 2013). Por outro lado a ductilidade reduzida e a baixa resistência a corrosão são características que dificultam ou inviabilizam o uso desse material.

Por meio do processamento de ligas de magnésio por deformação plásticas severa por ECAP (Equal Channel Angular Pressing) é possível reduzir o tamanho dos grãos e criar estruturas com granulação ultra-fina que apresentam uma melhora na ductilidade e características especiais como superplasticidade e resistência a corrosão entre outras (HAMU *et al.*, 2009).

O processamento por ECAP do magnésio e suas ligas exige cuidados especiais para manter a integridade do material, pois o grande nível de deformação mecânica imposto nesse tipo de processamento associado à baixa ductilidade do material faz com que o mesmo tenha um grande tendência a desenvolver trincas e fraturas logo nos primeiros passes pela matriz. Outro problema apresentado durante o processamento por ECAP do magnésio é que pelo fato de ser muito reativo e se oxidar facilmente esse material muitas vezes se adere às paredes da matriz sendo necessário interromper o processamento e desmontar a matriz para conseguir retirar o material.

Na literatura são descritos alguns métodos de processamento por ECAP que foram testados com sucesso, e que podem ser divididos e organizados em cinco tipos: processamento em temperaturas elevadas (acima da temperatura de recristalização), processamento em temperaturas moderadas com utilização de pressão contrária,

processamento com redução gradativa da temperatura, processamento em temperaturas moderadas com uma etapa intermediária de processamento antes do ECAP e processamento utilizando matrizes com ângulo de interseção entre canais com valor elevado ( $\Phi > 90^\circ$ ).

Antes da realização do presente trabalho foi feita uma extensa pesquisa nas principais bases de dados e foi possível inferir que as informações disponíveis sobre o magnésio comercialmente puro processado por ECAP são bem menos numerosas que as informações sobre as ligas de magnésio. Os dados obtidos no presente trabalho servem para complementar os estudos sobre esse material e ajudar a compreender o seu comportamento.



## **2. OBJETIVOS**

O objetivo desse trabalho é avaliar a influência do tratamento termo-mecânico de ECAP no tamanho de grão e no comportamento mecânico do magnésio comercialmente puro previamente processado por laminação.

Os objetivos específicos são:

- desenvolver a técnica de processamento do magnésio por ECAP.
- determinar a estrutura de grãos antes e após o processamento do material.
- avaliar o efeito do tamanho de grão e da textura na ductilidade do material.
- avaliar a influência do processamento por ECAP do magnésio comercialmente puro na sensibilidade à taxa de deformação desse material.

### **3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

#### **3.1 Comportamento mecânico de metais e ligas**

Existem várias técnicas disponíveis para aumentar a resistência mecânica de um metal ou liga, mas normalmente a ductilidade é sacrificada quando a resistência é aumentada. Para as ligas monofásicas, os três principais mecanismos de endurecimento são: encruamento, endurecimento por solução sólida e refino de grãos. O mecanismo pelo qual um metal dúctil se torna mais duro e resistente após ser deformado plasticamente é chamado de encruamento ou também de trabalho a frio, devido ao fato da temperatura em que é realizado estar abaixo da temperatura de recristalização do metal. Em certas aplicações de engenharia os metais utilizados estão no estado puro, mas no caso das soluções sólidas átomos de impureza são misturados a esses metais para melhorar suas propriedades. As soluções sólidas possuem sempre uma resistência mecânica maior se comparadas com o mesmo metal no estado puro. O mecanismo pelo qual a resistência de um metal é aumentada com a adição de átomos de impureza é chamado de endurecimento por solução sólida. Por sua vez o mecanismo de endurecimento por refino de grãos está relacionado ao fato de que em metais policristalinos o tamanho médio dos grãos influencia as propriedades mecânicas do material. Um material com grãos finos é mais resistente do que um com granulação grosseira porque possui uma área total de contorno de grãos maior para dificultar o movimento das deslocções (DIETER, 1986).

#### **3.2 ECAP**

O processo de prensagem em canal angular, do inglês ECAP (Equal Channel Angular Pressing), consiste em pressionar uma amostra de determinado material contra uma matriz com dois canais de mesma seção transversal que se interceptam em ângulo. O ECAP é uma forma eficiente de gerar grandes deformações por

cisalhamento sem causar mudanças nas dimensões da amostra e é feito com o intuito de criar estruturas de granulação ultrafina (FURUKAWA *et al.*, 1998). A figura 3.1 representa o esquema de uma matriz de ECAP com dois canais unidos em um ângulo  $\Phi$  de  $90^\circ$ , o punção utilizado para pressionar a amostra na matriz e o sistema de coordenadas adotado como referência.

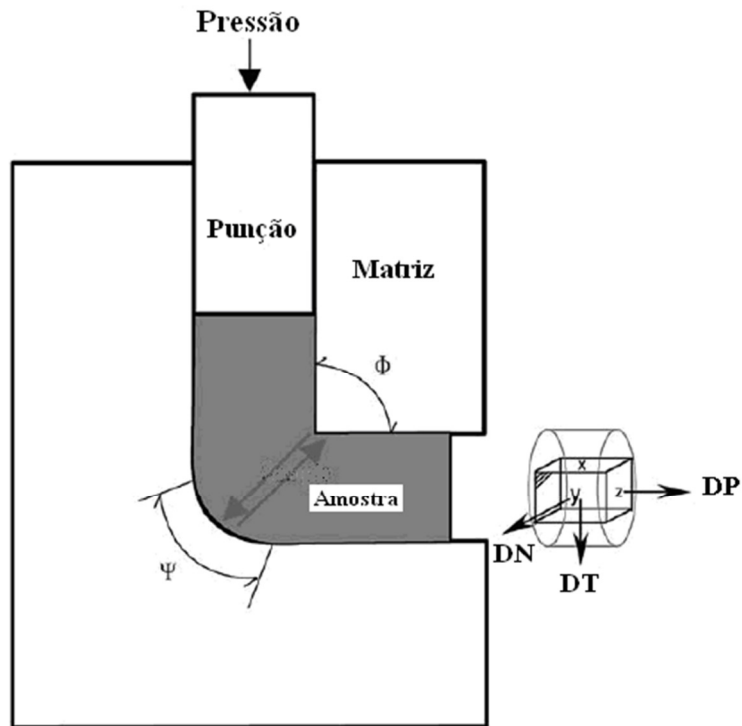


Figura 3.1 – Esquema de uma matriz de ECAP. DP, DN e DT representam a direção de prensagem, direção normal ao plano Y e direção transversal, respectivamente.  
Fonte: Adaptado de (KIM *et al.*, 2003).

### 3.2.1 Rotas de prensagem

Apesar de ser possível gerar deformações plásticas significativas no processo de ECAP não é possível gerar grãos ultrafinos através de uma única passagem da amostra pela matriz, e para isso é necessário realizar vários passes. Na prática o fato da seção transversal da amostra não ser modificada após um único passe permite que o procedimento seja repetido várias vezes, tornando assim possível alcançar acumulativamente um grau elevado de deformação mecânica. (FURUKAWA *et al.*,

1998). Entre dois passes consecutivos a amostra pode ser reinserida na matriz seguindo diferentes rotas de processamento, sendo que os quatro tipos de rota mais comumente utilizadas são as rotas A, B<sub>A</sub>, B<sub>C</sub> e C. O que se observa na prática é que a amostra sofre um pequeno aumento nas dimensões ao sair da matriz e para realizar um outro passe é preciso lixar essa amostra para que ela fique novamente com dimensões adequadas para ser reinserida na matriz. Uma solução para esse problema seria utilizar uma matriz com a seção transversal do canal de entrada ligeiramente maior que do canal de saída (IWAHASHI *et al.*, 1998).

De acordo com o trabalho de Hoseini *et al.* (2008) no processamento por ECAP, a rota em que o refino de grão acontece com maior eficiência depende do tipo de estrutura cristalina do material e do ângulo de interseção entre os canais da matriz. Para metais com estrutura CFC, realizando o processamento em duas matrizes com ângulo de interseção entre canais de 120° e 90°, a rota em que o refino de grão acontece com mais eficiência não é a mesma para as duas matrizes. A figuras 3.2 mostra de forma esquemática as quatro rotas principais de processamento: rota A onde a amostra é reinserida na matriz sem sofrer nenhuma rotação, rota B<sub>A</sub> onde a amostra a cada passe é girada em um ângulo de 90° em sentidos alternados, rota B<sub>C</sub> onde a amostra é girada em um ângulo de 90° graus sempre no mesmo sentido a cada passe e a rota C onde a amostra é girada em um ângulo de 180° graus a cada passe.

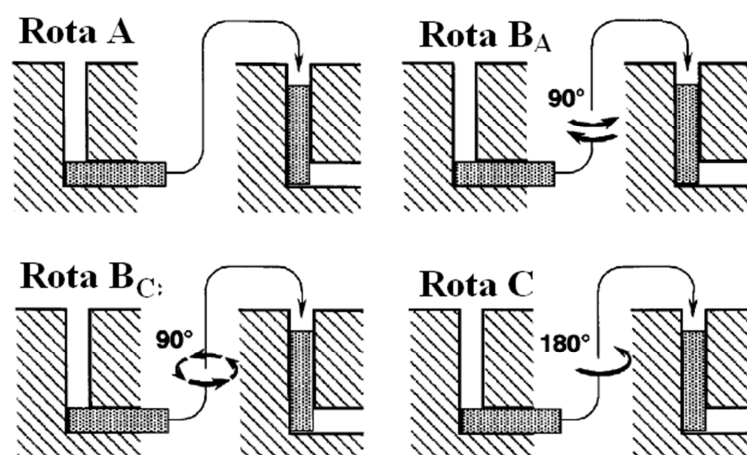


Figura 3.2 – Esquema das quatro rotas principais utilizadas no processamento por ECAP.  
Fonte: Adaptado de (HOSEINI *et al.*, 2008).

### 3.2.2 Ângulo de interseção

O ângulo de interseção  $\Phi$  dos canais da matriz é um parâmetro que afeta significativamente a microestrutura do material após o processamento por ECAP. Segundo os estudos realizado por Nakashima *et al.* (1998) utilizando matrizes com ângulos entre  $90^\circ$  e  $157,5^\circ$  para otimizar as condições requeridas para obter estruturas com granulação ultrafina, é necessário que o material acumule uma alta deformação mecânica a cada passe e para isso é necessário utilizar matrizes com ângulo  $\Phi$  próximo de  $90^\circ$ . A equação 3.1 relaciona a taxa de deformação mecânica acumulada em N passes por uma matriz de ECAP com ângulo entre canais  $\Phi$  e com o arco de curvatura  $\psi$  (IWAHASHI *et al.*, 1996).

$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left( 2 \cot \left( \frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \operatorname{cosec} \left( \frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right) \quad (3.1)$$

Fazendo o ângulo  $\psi = 0^\circ$  na equação 3.1 ,sendo  $\Phi = 2\varphi$ , ela se resume a equação 3.2 (SEGAL, 1995).

$$\varepsilon_N = \frac{2N}{\sqrt{3}} \cot \varphi \quad (3.2)$$

Para diferentes valores de  $\psi$  utilizando uma matriz de  $\Phi = 90^\circ$  o valor da deformação  $\varepsilon$  gerada em um único passe ( $N=1$ ) é aproximadamente igual a 1. Outra alternativa para gerar a mesma deformação seria fazer dois passes ( $N=2$ ) em uma matriz com  $\Phi = 135^\circ$ , pois o segundo procedimento é matematicamente equivalentes ao primeiro. Porém na prática, utilizando os dois procedimentos, diferentes microestruturas são obtidas (NAKASHIMA *et al.*, 1998). A figura 3.3 representa os valores de deformação obtidos utilizando a equação 3.1 em um único passe para diferentes valores de  $\psi$  e  $\Phi$ .

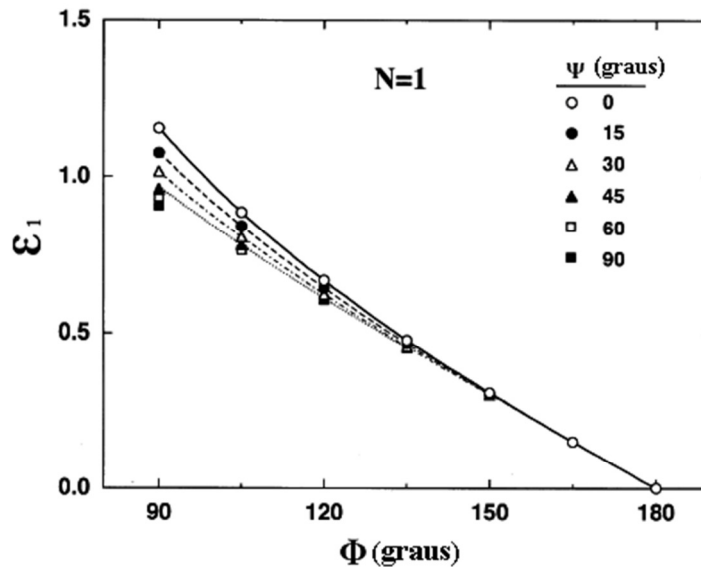


Figura 3.3 – Deformação  $\epsilon_1$  produzida em um único passe pela matriz para uma faixa de valores de  $\psi$  e  $\Phi$ .  
 Fonte: Adaptado de (NAKASHIMA *et al.*, 1998)

### 3.3 Processamento do magnésio por ECAP

Para conseguir processar o magnésio e suas ligas por ECAP, sem danificar o material, vários procedimentos foram utilizados com sucesso. No trabalho de Yamashita *et al.* (2001), uma amostra de magnésio comercialmente puro (99,9% de pureza) foi processada a uma temperatura de 400°C (673K). Foram realizados dois passes de ECAP, seguido a rota B<sub>C</sub>, em uma matriz com ângulo de interseção entre canais  $\Phi=90^\circ$  e arco de curvatura  $\psi = 45^\circ$ . Com o processamento o tamanho médio de grão do material foi reduzido de 400  $\mu\text{m}$  para aproximadamente 130  $\mu\text{m}$ . Segundo os autores o refino de grão não é muito eficiente quando o processamento é realizado em temperaturas altas por causa dos fenômenos de recristalização e crescimento de grãos que ocorrem de forma acentuada nessas temperaturas.

No trabalho de Kwak *et al.* (2008) amostras de magnésio comercialmente puro (99,86% de pureza) foram processadas em temperatura ambiente, 100°C, 200°C e 300°C. Foi utilizada uma matriz de ECAP com ângulo de interseção entre canais  $\Phi = 90^\circ$  e arco de curvatura externa  $\psi = 0^\circ$ . Os autores concluíram que a ocorrência de

fraturas no material diminui com o aumento da temperatura e que em temperaturas iguais ou superiores a 300°C é possível realizar o processamento sem danificar o material. Em contrapartida, junto com o aumento da temperatura de processamento, aumenta a heterogeneidade no tamanho dos grãos por causa da recristalização dinâmica. A figura 3.4 é uma imagem ilustrativa onde é possível ver a aparência de quatro amostras de magnésio comercialmente puro após o processamento em diferentes temperaturas. As amostras processadas à 200°C e abaixo dessa temperatura apresentam trincas e fraturas típicas de um material frágil.

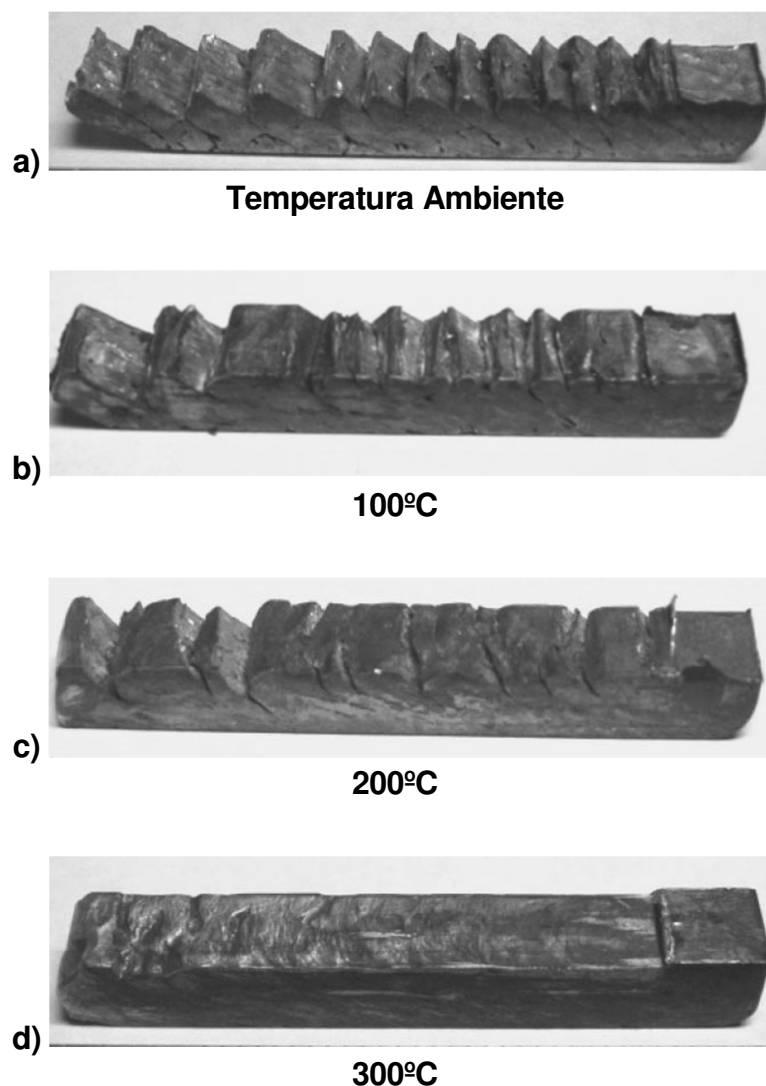


Figura 3.4 – Amostras processadas por ECAP. As temperaturas de processamento foram: (a) temperatura ambiente, (b) 100°C, (c) 200°C, (d) 300°C.  
Fonte: Adaptado de (KWAK *et al.*, 2008).

O uso de pressão contrária foi uma solução testada por Li *et al.* (2011) para processar uma amostra de magnésio comercialmente puro (pureza > 99,5%). O processamento foi feito em temperatura ambiente, utilizando uma matriz com ângulo de interseção entre canais  $\Phi = 90^\circ$  e arco de curvatura externa  $\psi = 45^\circ$ . Para comprovar a eficácia desse procedimento para evitar o aparecimento de trincas durante o processamento por ECAP, duas amostras de magnésio comercialmente puro foram processadas em condições distintas. Uma delas à temperatura de 250 °C sem utilizar pressão contrária e a outra à temperatura ambiente com pressão contrária. Os resultados obtidos podem ser comparados analisando a figura 3.5 que é uma imagem ilustrativa da aparência das duas amostras após o processamento. Os autores concluíram que a aplicação de pressão contrária é uma maneira eficiente de evitar trincas durante o processamento do magnésio por ECAP e possibilitar que o mesmo seja realizado em temperatura ambiente.

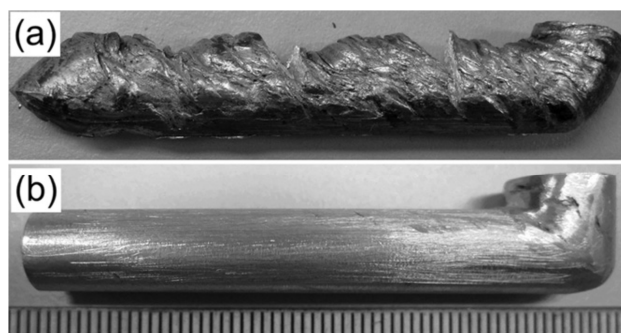


Figura 3.5 – Aparência das amostras depois do ECAP (a) para um passe à 250°C sem utilizar pressão contrária, apresentando trincas e (b) para quatro passes à temperatura ambiente com aplicação de pressão contrária de 100 Mpa, sem apresentar trincas.

Fonte: (LI *et al.*, 2011).

Biswas *et al.* (2010) conseguiram processar o magnésio comercialmente puro (pureza ~ 99,93%), a temperatura ambiente. O material previamente laminado a quente foi processado em uma matriz com ângulo de interseção entre canais  $\Phi = 90^\circ$  e arco de curvatura externa  $\psi = 0^\circ$ . Os primeiros quatro passes foram realizados a uma temperatura de 250°C e depois a temperatura foi sendo reduzida ao longo dos últimos quatro passes sendo que o último foi realizado à temperatura ambiente. Todo processamento foi realizado seguindo a rota C e o tamanho médio de grão foi reduzido de 21  $\mu\text{m}$  (antes do ECAP) para 250 nm (após o oitavo passe de ECAP).



Em outras pesquisas, uma etapa intermediária de processamento foi adicionada para fazer um refino prévio da microestrutura e facilitar o processamento do magnésio puro e suas ligas por ECAP. Geralmente utiliza-se extrusão simples ou laminação como etapa intermediária de processamento e por vezes o material adquirido já passou por essa etapa de processamento. Com o uso desse recurso foi possível realizar o processamento em temperaturas moderadas em torno de  $0,5 T_F$ .

No trabalho de Li *et al.* (2009) foram utilizadas amostras de uma liga de magnésio ZK60 que já tinha sido processadas por extrusão convencional. Antes do ECAP a estrutura de grãos do material já estava previamente refinada e apresentava tamanho médio de grão igual a  $2,9 \mu\text{m}$ . Com esse material os pesquisadores conseguiram realizar o processamento a uma temperatura de  $200^\circ\text{C}$ , utilizando uma matriz com ângulo de interseção entre canais  $\Phi = 90^\circ$  e arco de curvatura externa  $\psi = 20^\circ$ . Após oito passes de ECAP utilizando a rota  $B_C$  foi possível alcançar um tamanho médio de grão igual a  $0,8 \mu\text{m}$ .

Através de modelagem por elementos finitos Figueiredo *et al.* (2007) chegaram a resultados através dos quais conseguiram concluir que por meio do aumento da sensibilidade à taxa de deformação do material e do aumento do ângulo de interseção entre os canais da matriz é possível realizar com sucesso o processamento por ECAP do magnésio e suas ligas. O uso desses dois procedimentos isoladamente ou em conjunto diminui ou elimina os danos causados ao material durante o processamento. A realização de uma etapa intermediária de processamento antes do ECAP além de fazer um refino prévio da microestrutura aumenta a sensibilidade à taxa de deformação.

Furui *et al.* (2007) conseguiram processar com sucesso a liga Mg – 8% Li, em uma matriz com ângulo de interseção entre canais  $\Phi = 135^\circ$  e arco de curvatura externa  $\psi = 20^\circ$ . Foram realizados quatro passes à temperatura ambiente seguindo a rota  $B_C$ . Antes do ECAP o material foi processado por extrusão convencional e apresentava um tamanho médio de grão entre  $60 \mu\text{m}$  e  $70 \mu\text{m}$  (antes da extrusão) que foi reduzido para um valor entre  $3 \mu\text{m}$  e  $5 \mu\text{m}$  (após a extrusão). Com o processamento

por ECAP foi possível obter um material com tamanho médio de grão de aproximadamente 1  $\mu\text{m}$ .

### **3.4 Textura e comportamento mecânico do magnésio processado por ECAP**

Quando os grãos que formam um material policristalino apresentam uma orientação preferencial, diz-se que esse material possui uma textura cristalográfica ou simplesmente textura. Segundo Padilha e Siciliano (2005) a orientação preferencial dos grãos pode ser formada ao longo das etapas do processo de produção e conformação mecânica do material. As propriedades de um material policristalino que apresenta textura não são as mesmas em todas as direções, ou seja, ele apresenta um comportamento anisotrópico. Mesmo quando uma peça metálica é formada por grãos anisotrópicos, a resistência mecânica, em geral, é a mesma em todas as direções devido a grande quantidade de grãos orientados aleatoriamente. Através de deformação mecânica é possível conseguir uma orientação preferencial (textura) dos grãos, e assim obter melhores propriedades mecânicas em uma determinada direção.

Para Wang e Huang (2003) os metais com estrutura hexagonal, por possuírem um número limitado de sistemas de escorregamento, apresentam comportamento mecânico diferente dos metais com estrutura cristalina cúbica. Metais como o magnésio, com estrutura cristalina hexagonal, têm como principal mecanismo de deformação o deslizamento dos planos basais. Por esse fato, durante a conformação mecânica desses metais, os planos basais tendem a se alinhar com a direção de deformação. Isso pode ser verificado através da medida da textura cristalográfica do material antes e após o processamento.

Mostaed *et al.* (2014) ao medirem a textura de uma liga ZK60 processada por extrusão verificaram que os planos basais estavam orientados paralelos à direção de extrusão. Esse mesmo material, ao longo dos passes no processamento por ECAP, foi perdendo a textura adquirida na extrusão e, por fim, apresentou outra textura em

que os planos basais se encontravam alinhados com o plano de cisalhamento do ECAP. Ao analisar a textura da liga AZ31 após a extrusão convencional Mukai *et al.* (2001), também verificaram que os planos basais da maior parte dos grãos se encontrava orientados paralelos a direção de extrusão. A figura 3.6 é uma representação esquemática de como os planos basais da estrutura hexagonal se alinham com os planos de deformação durante o processamento.

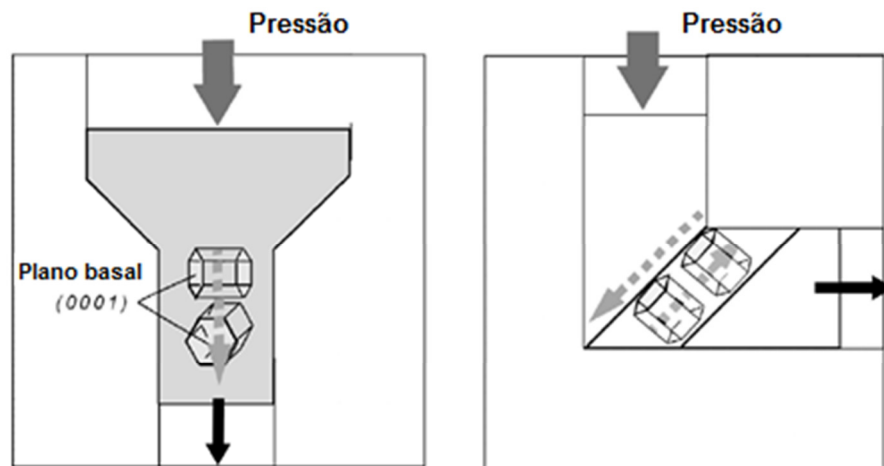


Figura 3.6 – Desenho esquemático da direção dos planos basais do magnésio alinhados com a direção do plano de deformação durante a extrusão (esquerda) com a direção do plano de cisalhamento durante o processamento por ECAP (direita).  
Fonte: Adaptado de (MUKAI *et al.*, 2001).

Mukai *et al.* (2001) ao analisar o comportamento mecânico da liga de magnésio AZ31 processado por ECAP, verificaram que a resistência do material havia diminuído e a ductilidade aumentado. Ao analisar os dados, sem levar em conta os efeitos da textura no comportamento do material, eles chegaram à conclusão que os resultados encontrados contrariavam o que era previsto pela relação de Hall-Petch, segundo a qual com a redução do tamanho médio de grão a resistência do material deveria aumentar e em consequência a ductilidade deveria diminuir. Ao realizar ensaios de tração com amostras de magnésio processada por ECAP Agnew *et al.* (2004) utilizaram corpos de prova usinados em várias direções em relação a geometria do material. As curvas de tensão verdadeira versus deformação verdadeira dos ensaios de tração feitos com o material processado por extrusão e do material processado por ECAP seguido de recozimento, feitos na mesma direção que Mukai *et al.* (2001), são mostradas na figura 3.7. Os ensaios de tração feitos na mesma direção que

Mukai *et al.* (2001), paralelos à direção de prensagem, confirmam o grande aumento na ductilidade.

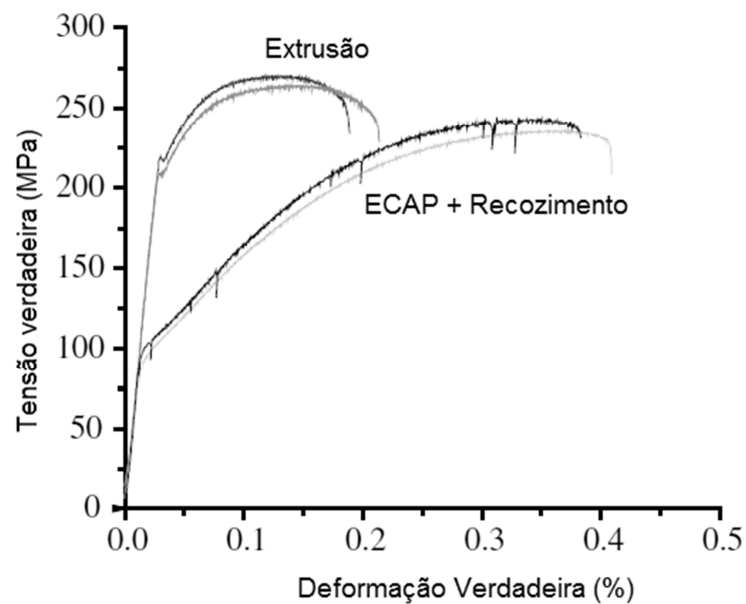


Figura 3.7 – Curvas de tensão verdadeira versus deformação verdadeira dos ensaios de tração do material processado por extrusão convencional e do material processado por ECAP seguido de recozimento.

Fonte: Adaptado de (AGNEW *et al.*, 2004).

A figura 3.8 é uma ilustração esquemática da amostra processada por ECAP com as direções em que os corpos de prova foram usinados.

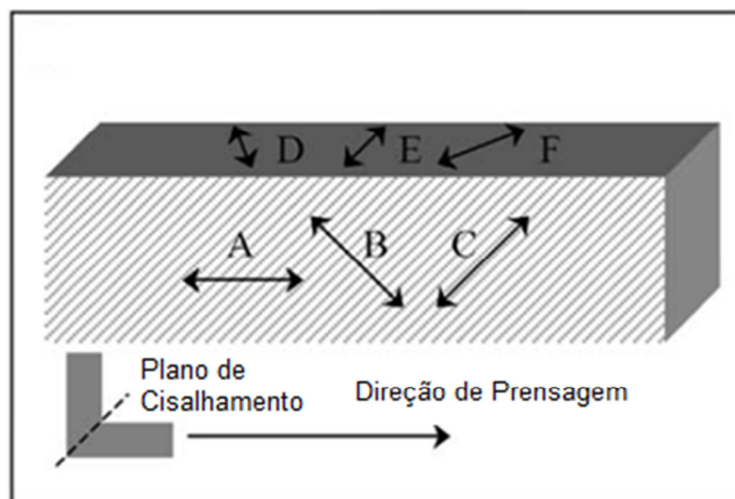


Figura 3.8 – Figura esquemática da amostra processada por ECAP com sua posição em relação ao plano de cisalhamento da matriz de ECAP e as direções em que os corpos de prova foram usinados.

Fonte: Adaptado de (AGNEW *et al.*, 2004).

Na figura 3.9 é possível ver as curvas de tensão verdadeira versus deformação verdadeira dos ensaios de tração para as diferentes orientações em que os corpos de prova foram usinados. Ao analisar a figura 3.9 é possível notar que, quando os ensaios de tração são feitos em várias direções, o grande aumento de ductilidade se restringe aos corpos de prova usinados em apenas algumas direções específicas. Agnew *et al.* (2004) ao tentarem explicar a aparente contradição encontrada por Mukai *et al.* (2001), argumentam que a causa da redução na resistência mecânica não é o refino de grãos, mas sim a textura desenvolvida durante o processamento. O aumento da ductilidade e a consequente redução da resistência dependem da direção que os ensaios mecânicos são realizados. O material apresenta um comportamento anisotrópico que no caso de um material policristalino é típico de amostras que apresentam textura.

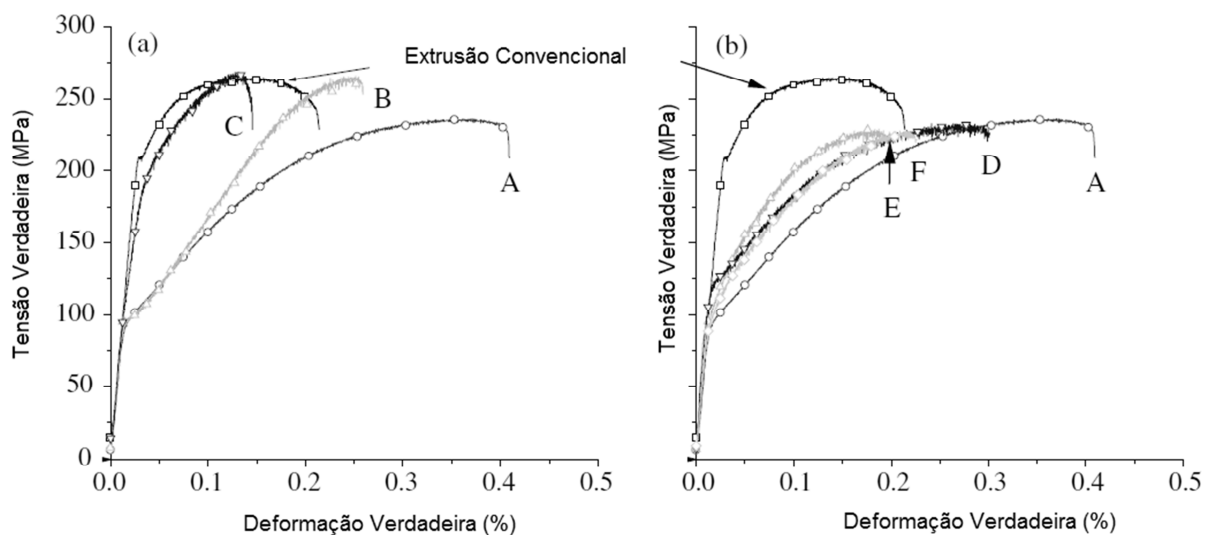


Figura 3.9 – Curvas de tensão verdadeira versus deformação verdadeira dos testes de tração feitos em corpos de prova usinados do material processado por extrusão e do no material processado por ECAP seguido de recozimento. A usinagem foi feita nas direções especificadas na figura 3.8 .  
 Fonte: Adaptado de (AGNEW *et al.*, 2004).

## **4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL**

Chapas de magnésio comercialmente puro retiradas de um lingote foram laminadas e em seguida processadas por ECAP. Foram feitos ensaios de tração com o material laminado e com o material processado por ECAP e o tamanho médio de grão foi determinado em cada etapa de processamento. A partir dos resultados obtidos nos ensaios de tração foram calculados os coeficientes de sensibilidade à taxa de deformação.

### **4.1 Materiais**

O material estudado é o magnésio comercialmente puro fornecido pela empresa Rima na forma de lingotes fundidos. Para a montagem dos corpos de prova foi utilizada uma folha de cobre de 0,3 mm de espessura para cobrir o magnésio comercialmente puro antes do processamento por ECAP. A cobertura de cobre impede que o magnésio tenha contato direto com a matriz e deslize com mais facilidade, pois o cobre é um material autolubrificante. Para complementar a lubrificação feita pela cobertura de cobre foi utilizado o bissulfeto de molibdênio ( $\text{MoS}_2$ ), resistente a altas temperaturas. Para realizar a análise da microestrutura foram utilizados materiais de consumo para metalografia.

### **4.2 Métodos**

#### **4.2.1 Laminação**

Chapas de magnésio comercialmente puro com 10 mm e 5 mm de espessura foram retiradas do lingote. Com o intuito de fazer um refino prévio de grãos e preparar o material para o processamento por ECAP, as chapas retiradas do lingote foram

laminadas a uma temperatura de 400°C. A chapa de 10 mm foi laminada até a espessura de 4,7 mm e a chapa de 5 mm até uma espessura de 1 mm. As espessuras de 4,7mm e 1,0mm foram utilizadas para facilitar tanto a montagem dos corpos de prova para o processamento por ECAP quanto para a usinagem dos corpos de prova para a realização dos ensaios mecânicos. A figura 4.1 é uma foto de uma chapa de magnésio ao lado do lingote do qual ela foi retirada.



Figura 4.1 – Chapa de magnésio comercialmente puro ao lado do lingote do qual ela foi retirada.

### **4.3 Montagem dos corpos de prova para ECAP**

#### *4.3.1 Montagem dos corpos de prova com lâminas de 4,7 mm*

O material laminado até 4,7 mm de espessura foi cortado em lâminas menores que foram lixadas até ficarem com dimensões (60 x 9,4 x 4,7) mm com o comprimento

coincidindo com a direção de laminação. As lâminas devidamente dimensionadas foram unidas duas a duas e cobertas com uma folha de cobre de 0,3 mm de espessura, assim foram obtidos corpos de prova com dimensões (60 x 10 x 10) mm, com comprimento apropriado e área de seção transversal ligeiramente menor que a área dos canais da matriz de ECAP. A figura 4.2 é uma foto de um corpo de prova montado com duas lâminas de magnésio com 4,7 mm de espessura, cobertas com uma folha de cobre. Nessa imagem é possível ver o aspecto do corpo de prova após o processamento por ECAP.



Figura 4.2 – Foto de um corpo de prova montado, com duas lâminas de magnésio de 4,7 mm de espessura cobertas com uma folha de cobre.

#### 4.3.2 Montagem dos corpos de prova com lâminas de 1,0 mm

O material laminado até 1 mm de espessura foi cortado em lâminas menores que foram lixadas até ficarem com dimensões (60 x 9,4 x 1) mm. Para a montagem do corpo de prova foram utilizadas nove lâminas empilhadas e o conjunto foi recoberto com uma folha de cobre de 0,3 mm de espessura e assim foram obtidos corpos de prova com dimensões (60 x 10 x 9,6)mm. A figura 4.3 é uma foto de um corpo de



prova desmontado. Nessa imagem é possível ver as lâminas de magnésio de 1 mm de espessura, e a capa feita com a folha de cobre.

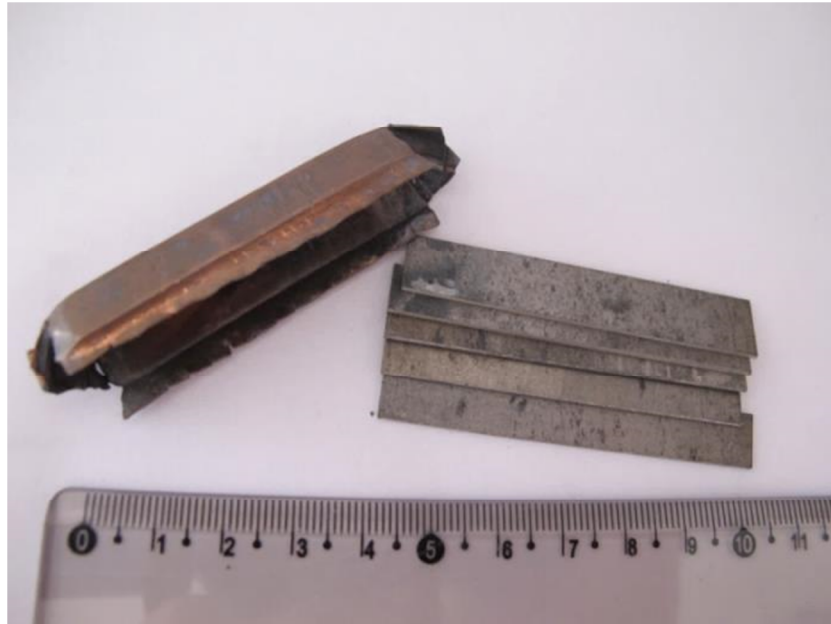


Figura 4.3 – Foto de um corpo de prova desmontado com as lâminas de magnésio de 1 mm de espessura e a capa feita com a folha cobre.

#### 4.4 Processamento por ECAP

Os corpos de prova foram processados em uma matriz de ECAP com canais de seção transversal quadrada de aproximadamente (10 x 10) mm, com ângulo de interseção de canais  $\Phi = 135^\circ$  e ângulo de curvatura externa  $\psi = 0^\circ$ . Para aquecimento da matriz foram utilizadas duas resistências elétricas acionadas por um termostato digital programável que monitora a temperatura por meio de um termopar inserido próximo ao plano de interseção dos canais da matriz. A figura 4.4 é uma foto da matriz de ECAP utilizada no presente trabalho. Os dois canais circulares cujas aberturas aparecem na parte superior da matriz e ao lado do punção servem para inserção das resistências elétricas utilizadas para aquecer a matriz.



Figura 4.4 – Matriz de ECAP utilizada no presente trabalho.

Utilizando os corpos de prova montados com as lâminas de 4,7 mm de espessura foram realizados quatro passes de ECAP com uma taxa de prensagem de 10 mm/min, utilizando a rota C (rotação de 180° entre passes). Os dois primeiros passes foram realizados a uma temperatura de 200 °C (473K) e os dois últimos a uma temperatura de 180 °C (453K). Com os corpos de prova montados utilizando as lâminas de 1mm de espessura foram realizados quatro passes de ECAP a uma temperatura fixa de 200°C (473K). O processamento foi feito seguindo a rota de processamento C, com uma taxa de prensagem de 10 mm/min.

Para reduzir o atrito entre os corpos de prova e as paredes internas da matriz de ECAP, além da cobertura de cobre que tem propriedade auto lubrificante, foi utilizado o bisulfeto de molibidênio ( $\text{MoS}_2$ ) que suporta altas temperaturas. Todo o processamento foi realizado em uma máquina de ensaios universal INSTRON modelo: 5582, que foi utilizada como prensa. A figura 4.5 é uma foto da máquina de ensaios utilizada no presente trabalho.

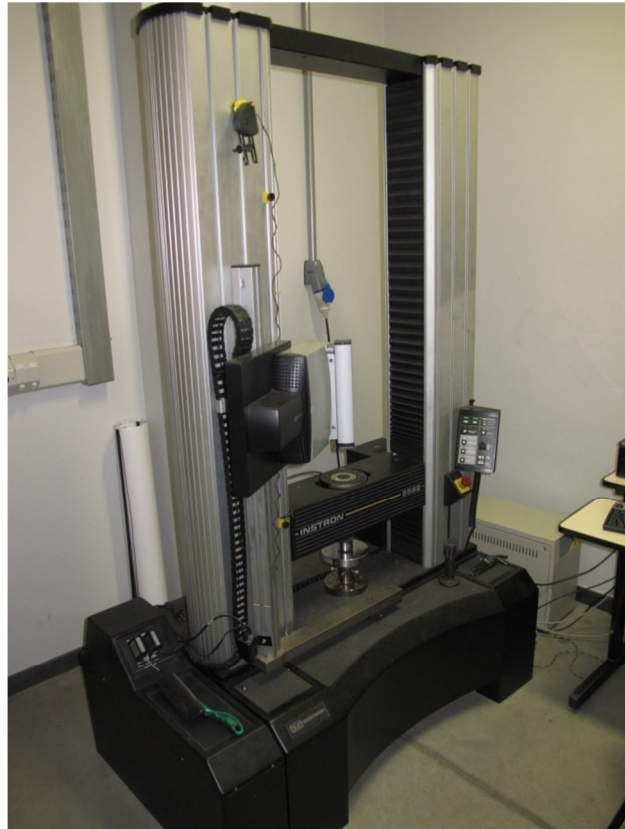


Figura 4.5 – Máquina de ensaios universal INSTRON - modelo:5582, utilizada nesse trabalho

#### **4.5 Metalografia**

Para determinar o tamanho médio de grão do material foi retirada uma amostra da parte central do comprimento das lâminas de 1mm e 4,7mm de espessura, antes e após o processamento por ECAP. Também foi retirada uma pequena amostra do lingote para a análise da microestrutura do material fundido. As amostras foram embutidas em resina epóxi e lixadas com lixas de carbeto de silício de #180, #400, #600 e #1000. A figura 4.6 é uma foto de algumas amostras de magnésio embutidas em resina epóxi.

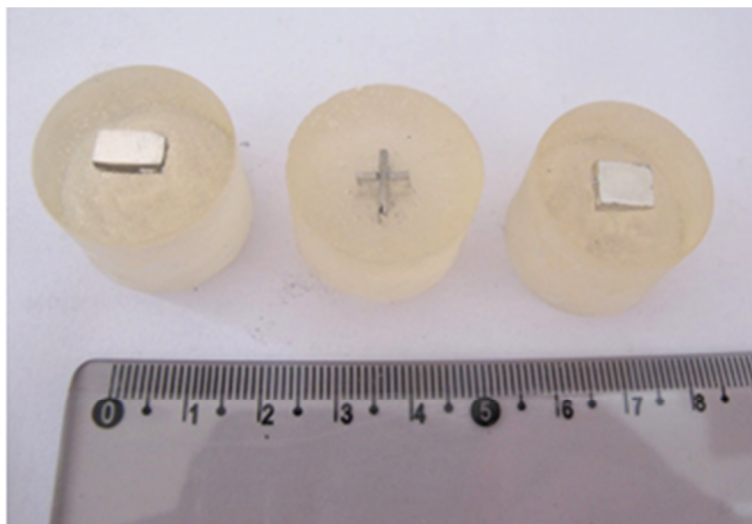


Figura 4.6 – Amostras de magnésio embutidas em resina epóxi.

Posteriormente foi feito o polimento em pano com solução de álcool isopropílico e alumina até obter uma superfície espelhada. Depois de polida a superfície da amostra, foi atacada com uma solução de 5% de ácido nítrico e 95% de etanol para revelar os contornos de grão. A figura 4.7 é uma foto da máquina politriz utilizada no presente trabalho. As amostras devidamente preparadas foram fotografadas em um microscópio óptico equipado com uma câmera USB. A figura 4.8 é uma foto do microscópio metalográfico UNION/ VERSAMET 3, utilizado nesse trabalho.



Figura 4.7 – Foto da politriz, utilizada nesse trabalho.

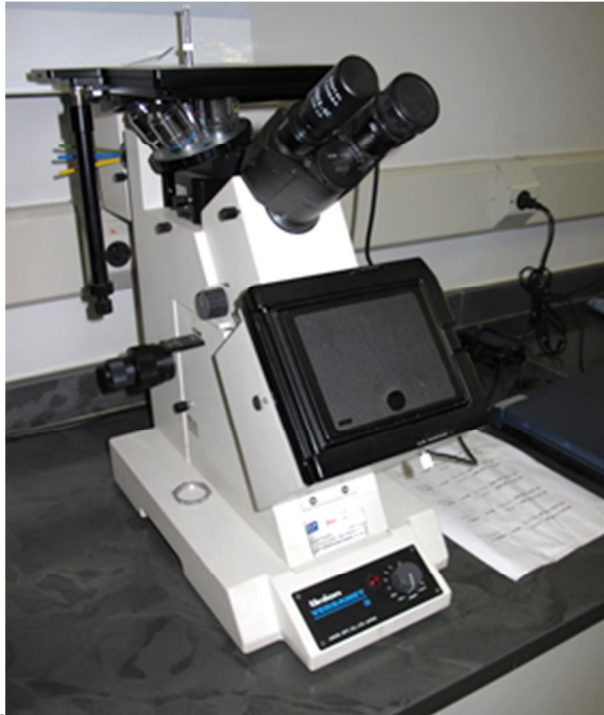


Figura 4.8 – Microscópio metalográfico (UNION/ VERSAMET 3) utilizado nesse trabalho.

As imagens digitais obtidas foram analisadas em um computador utilizando um software de edição de imagens e o tamanho médio de grão foi determinado utilizando o método do intercepto linear.

#### **4.6 Ensaios de tração**

Os corpos de prova para ensaio de tração foram usinados a partir das lâminas de 1 mm de espessura em uma direção paralela a direção de laminação. Foram usinados corpos de prova do material antes e após o processamento por ECAP. O desenho técnico do corpo de prova foi feito utilizando o software Solid Works. A figura 4.9 é um desenho técnico do corpo de prova utilizado nos ensaios de tração

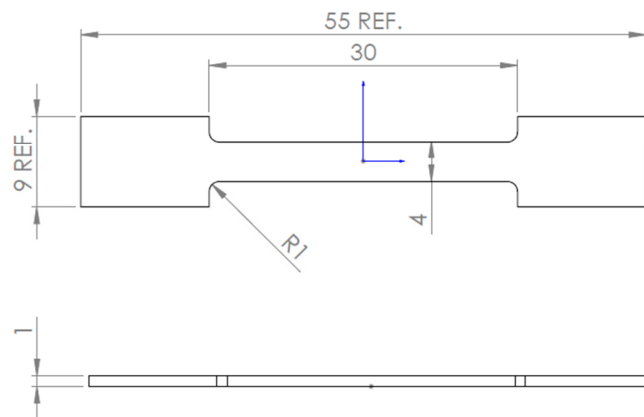


Figura 4.9 – Desenho técnico do corpo de prova para ensaio de tração.  
As medidas estão em milímetros

O serviço de usinagem dos corpos de prova foi realizado por uma empresa especializada, utilizando eletroerosão a fio. A figura 4.10 é uma foto de um corpo de prova usinado por eletroerosão a partir de uma lâmina de 1 mm antes do ECAP. Os ensaios de tração foram realizados em uma máquina de ensaios universal INSTRON – modelo: 5582 na temperatura ambiente 27 °C (298K).

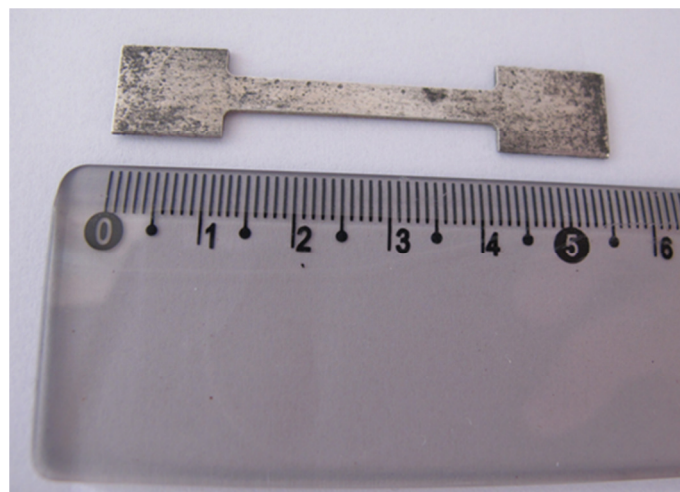


Figura 4.10 – Corpo de prova para ensaio de tração usinado por eletroerosão a partir de uma lâmina de 1 mm antes do ECAP.

A sensibilidade à taxa de deformação foi determinada utilizando duas metodologias diferentes. Em uma delas os ensaios de tração foram realizados variando a taxa de deformação durante o ensaio. Na segunda metodologia foram realizados vários ensaios de tração com taxas de deformação diferentes, variando de ensaio para ensaio.

## 5. RESULTADOS

### 5.1 Microestrutura e tamanho médio de grão

O tipo de microestrutura e o tamanho médio de grão foram determinados para cada etapa de processamento. A figura 5.1 é uma imagem ilustrativa da estrutura de grãos do magnésio puro fundido retirado do lingote. Analisando a microestrutura do material retirado do lingote foi possível constatar que o mesmo possui uma estrutura de grãos grosseira com um tamanho médio de grão da ordem de 480  $\mu\text{m}$ .

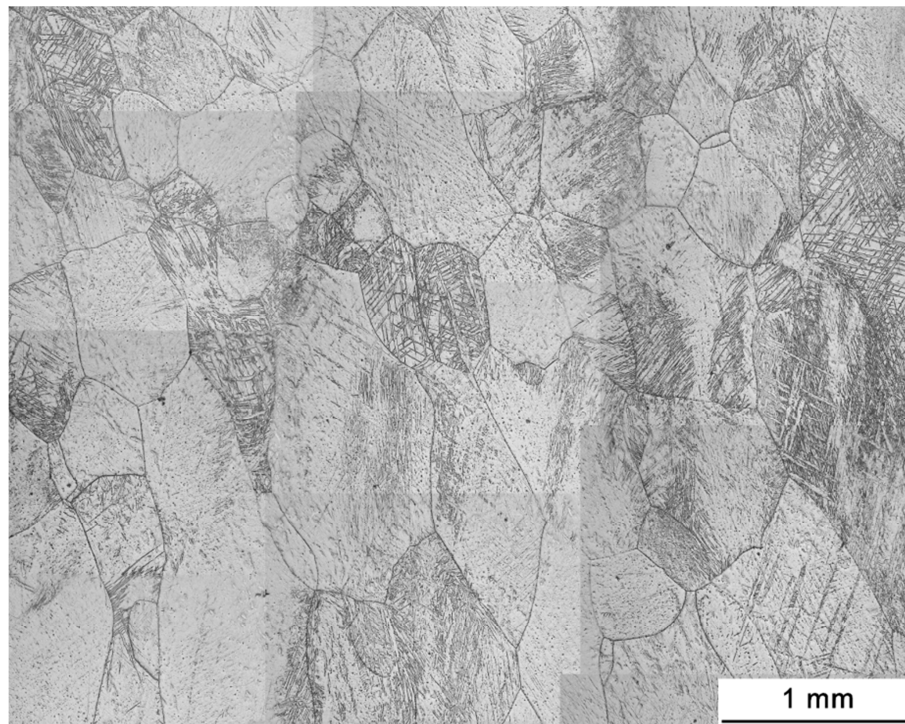


Figura 5.1 – Microestrutura do CP-Mg fundido não submetido a nenhum tipo de processamento.

A figura 5.2 é uma imagem ilustrativa onde é possível ver a microestrutura do material laminado até 1 mm de espessura que apresenta uma estrutura de grãos significativamente refinada de distribuição bimodal com grãos alongados. O material apresenta regiões grosseiras formadas por grãos da ordem de dezenas de micrômetros intercaladas com regiões refinadas com grãos da ordem de poucos

micrômetros. O tamanho médio de grão determinado para essa estrutura foi de 13  $\mu\text{m}$ .

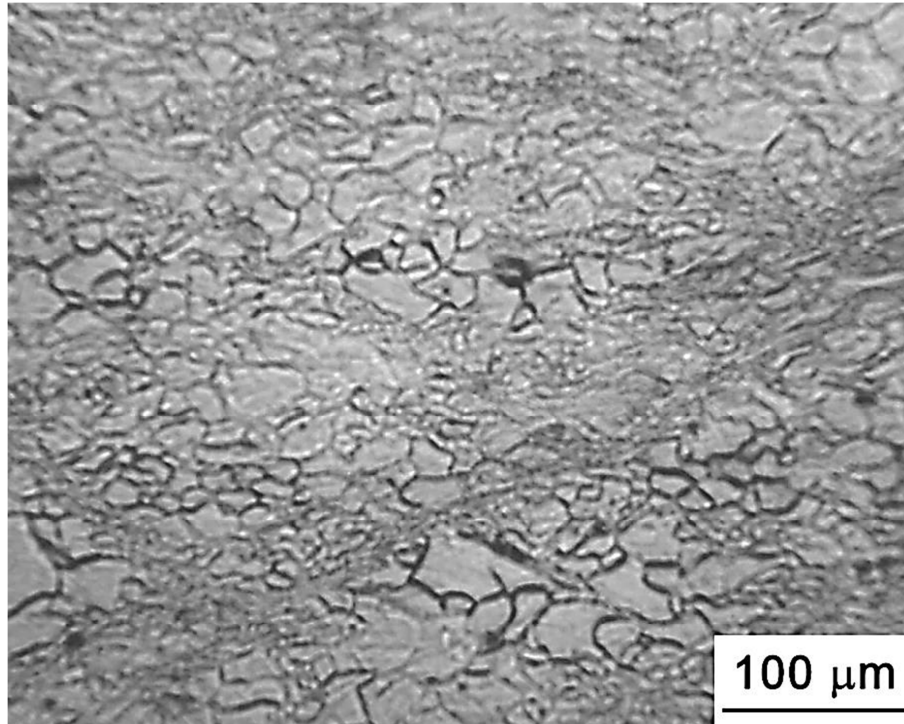


Fig. 5.2 – Microestrutura do CP-Mg processado por laminação até uma espessura de 1mm.

A figura 5.3 é uma imagem ilustrativa da microestrutura do material laminado até 4,7 mm de espessura que apresenta uma microestrutura de distribuição bimodal com grãos alongados. Existem regiões com grãos da ordem de dezenas de micrômetros intercaladas com regiões com grãos de poucos micrômetros. O tamanho médio de grão é de 20  $\mu\text{m}$ .

A figura 5.4 representa a microestrutura do material processado por laminação até 4,7 mm de espessura seguida de 4 passes de ECAP sendo os 2 primeiros passes a 200  $^{\circ}\text{C}$  e os 2 últimos passes a 180  $^{\circ}\text{C}$  que apresenta uma microestrutura heterogênea com regiões formadas por grãos grosseiros intercaladas com regiões formadas por grãos refinados. Existe uma mistura de grãos alongados e grãos equiaxiais e o tamanho médio de grão é de 5,7  $\mu\text{m}$ .



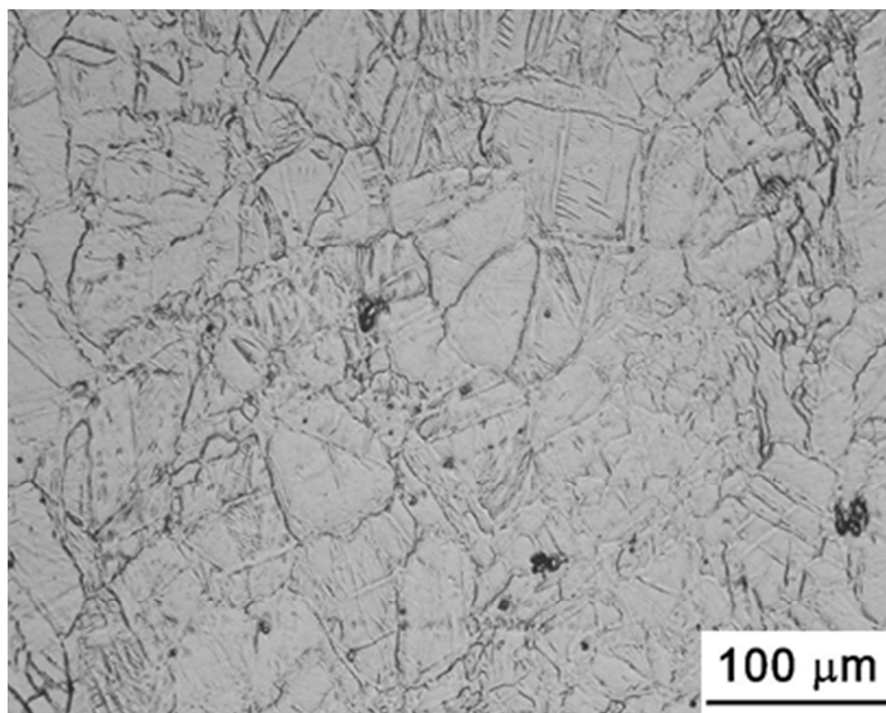


Fig. 5.3 – Microestrutura do CP-Mg processado por laminação até uma espessura de 4,7 mm.

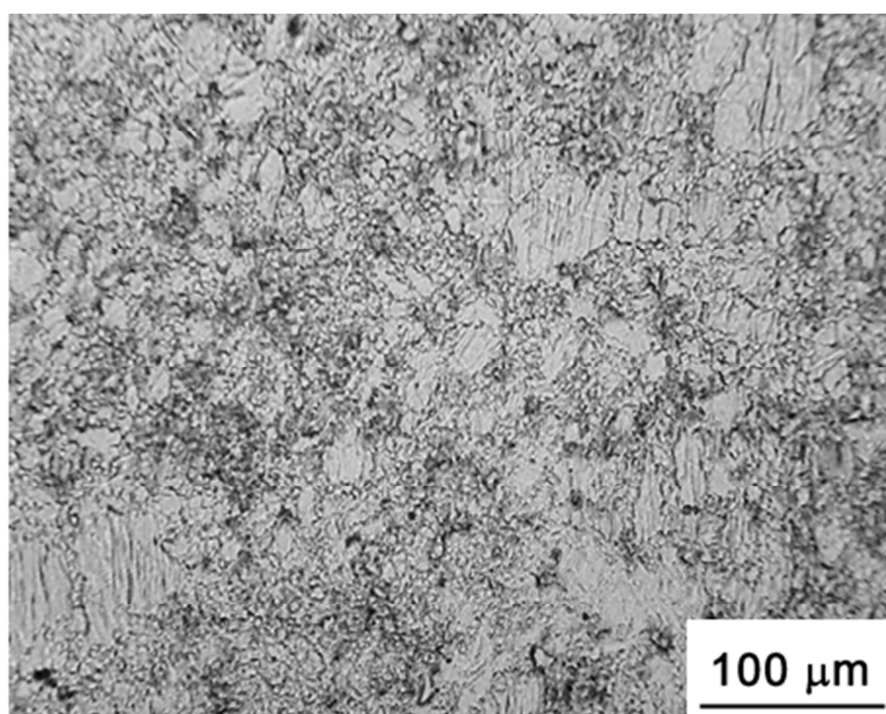


Fig. 5.4 - Microestrutura do CP-Mg processado por laminação até 4,7 mm de espessura seguida de 4 passes de ECAP (2 passes a 200 °C + 2 passes a 180 °C).

A figura 5.5 representa a microestrutura do material processado por laminação até 1 mm de espessura seguida de 4 passes de ECAP a 200 °C que por sua vez,

apresenta uma estrutura de grãos completamente refinada formada por grãos equiaxiais com tamanho médio de grãos de 5  $\mu\text{m}$ .

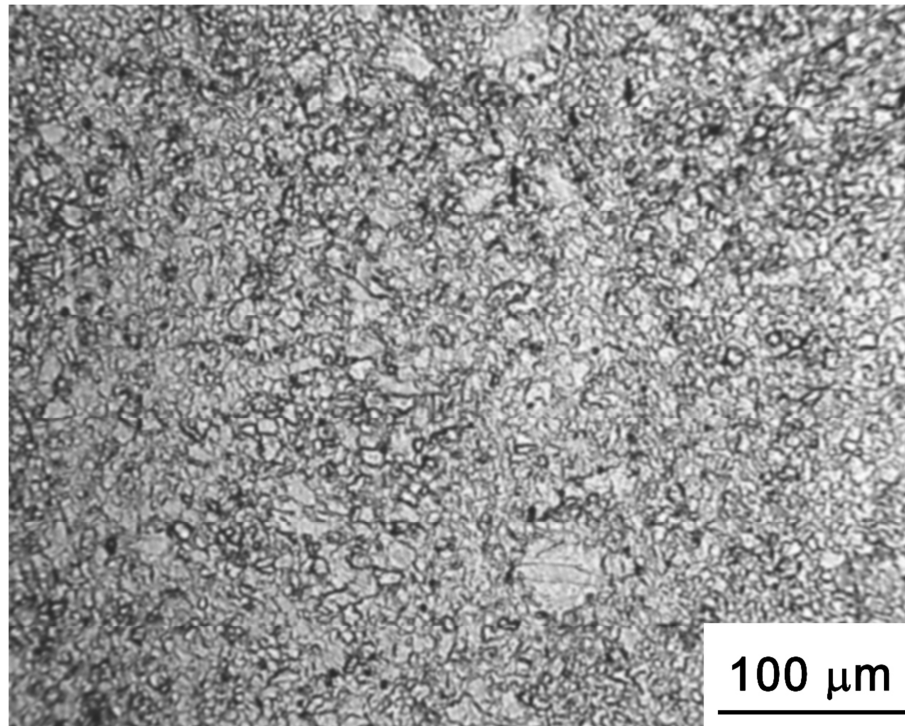


Fig. 5.5 - Microestrutura do CP-Mg processado por laminação até 1 mm de espessura seguida de 4 passes de ECAP a 200°C.

Na tabela 5.1 encontram-se resumidas as informações do tamanho médio de grão e do tipo de microestrutura determinado em cada uma das etapas de processamento do magnésio comercialmente puro.

Tabela 5.1 – Tamanho médio de grão e tipo de microestrutura do magnésio comercialmente puro em cada etapa de processamento

Etapa de Processamento	Tamanho médio de grão antes	Tamanho médio de grão depois	Microestrutura
Fundido	-----	480 $\mu\text{m}$	heterogênea
laminado até 4,7 mm	480 $\mu\text{m}$	20 $\mu\text{m}$	bimodal com grãos alongados
Laminado até 4,7 mm + ECAP (2 passes a 200°C + 2 passes a 180°C)	20 $\mu\text{m}$	5,6 $\mu\text{m}$	heterogênea
laminado até 1 mm	480 $\mu\text{m}$	13 $\mu\text{m}$	bimodal com grãos alongados
Laminado até 1 mm + ECAP (4 passes a 200°C)	13 $\mu\text{m}$	5 $\mu\text{m}$	homogênea com grãos equiaxiais

## 5.2 Propriedades Mecânicas

A figura 5.6 mostra as curvas de tensão verdadeira,  $\sigma$ , versus deformação verdadeira,  $\epsilon$ , obtidas nos ensaios de tração do material processado por laminação e do material processado por laminação e ECAP. Com os resultados dos ensaios de tração realizados em uma direção paralela à direção de laminação e paralela à direção do canal de saída da matriz de ECAP, pode-se observar que o material processado por laminação apresenta tensão de escoamento elevada e ductilidade reduzida se comparado com o material processado por laminação e ECAP. Este comportamento indica que o processamento por ECAP reduz a tensão de escoamento e aumenta a ductilidade do material.

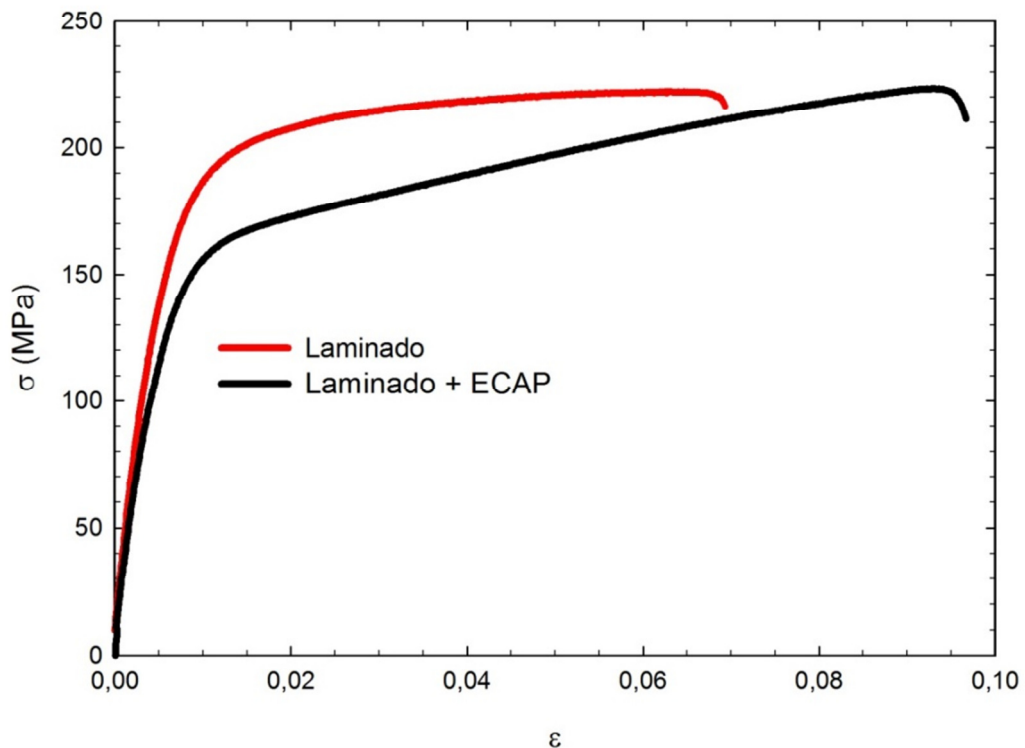


Fig. 5.6 – Curvas de tensão verdadeira,  $\sigma$ , versus deformação verdadeira,  $\epsilon$ , obtidas nos testes de tração do material laminado até 1 mm e do material laminado até 1 mm e processado por ECAP (4 passes a 200 °C).

A figura 5.7 mostra as curvas de tensão verdadeira,  $\sigma$ , versus deformação verdadeira,  $\epsilon$ , e também as curvas de taxa encruamento,  $\Theta$ , versus deformação

verdadeira,  $\epsilon$ , obtidas nos ensaios de tração do material processado por laminação e do material processado por laminação e ECAP. Também pode-se observar que o material processado por ECAP apresenta maior taxa de encruamento o que faz com que o material tenha um maior alongamento uniforme antes da ruptura.

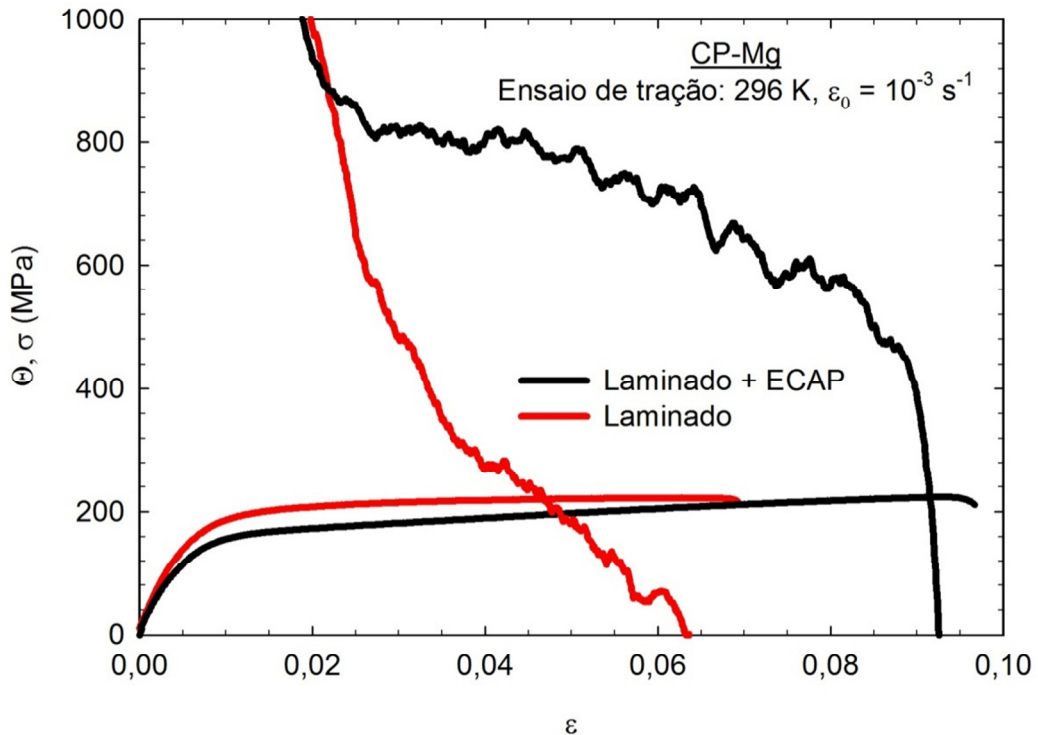


Fig. 5.7 – Curvas de tensão,  $\sigma$ , versus deformação,  $\epsilon$ , e curvas de taxa de encruamento,  $\Theta$ , versus deformação verdadeira,  $\epsilon$ , obtidas nos testes de tração do material laminado até 1 mm e do material laminado até 1 mm e processado por ECAP (4 passes a 200 °C).

Na figura 5.8 são apresentadas as curvas de tensão verdadeira versus deformação verdadeira, obtidas nos ensaios de tração com taxa de deformação variável do material processado por laminação e do material processado por laminação e ECAP. As variações na taxa de deformação foram feitas em valores múltiplos de 10 para mais ou para menos. A partir das curvas de tensão verdadeira versus deformação verdadeira dos ensaios com a taxa de deformação variável, foi possível determinar o coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação  $m$  do material laminado antes e após o processamento por ECAP. Os valores encontrados foram  $m = 0,039$  para o

material laminado até 1 mm de espessura e  $m = 0,037$  para o material processado por ECAP.

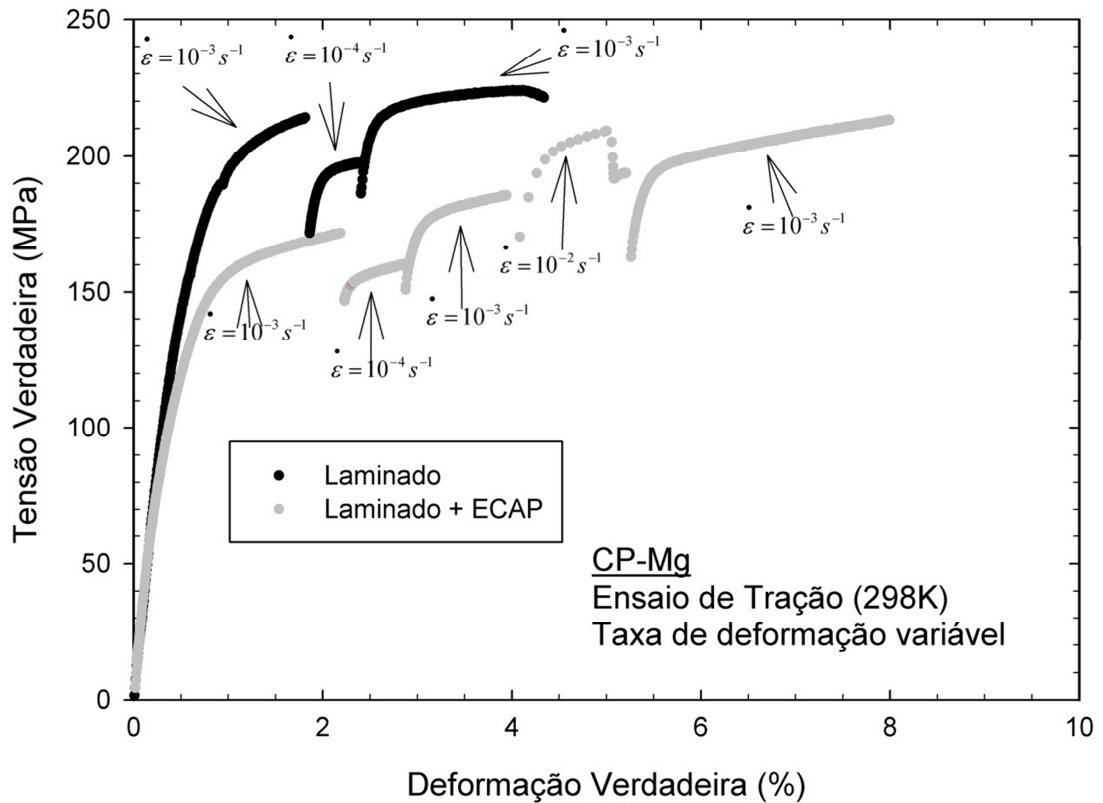


Fig. 5.8 – Curvas de tensão verdadeira versus deformação verdadeira obtidas nos testes de tração com taxa de deformação variável do material laminado e do material laminado e processado por ECAP.

Para efeito de comparação o coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação foi novamente determinado, só que desta vez utilizando as curvas de tensão verdadeira versus deformação verdadeira dos ensaios realizados com várias taxas de deformação modificadas de ensaio para ensaio. Na figura 5.9 são apresentadas as curvas de tensão verdadeira versus deformação verdadeira do material processado por laminação e do material processado por laminação e ECAP, obtidas nos ensaios de tração com diferentes valores de taxa de deformação. Os coeficientes de sensibilidade à taxa de deformação encontrados foram  $m = 0,042$  para o material laminado e  $m = 0,042$  para o material processado por ECAP

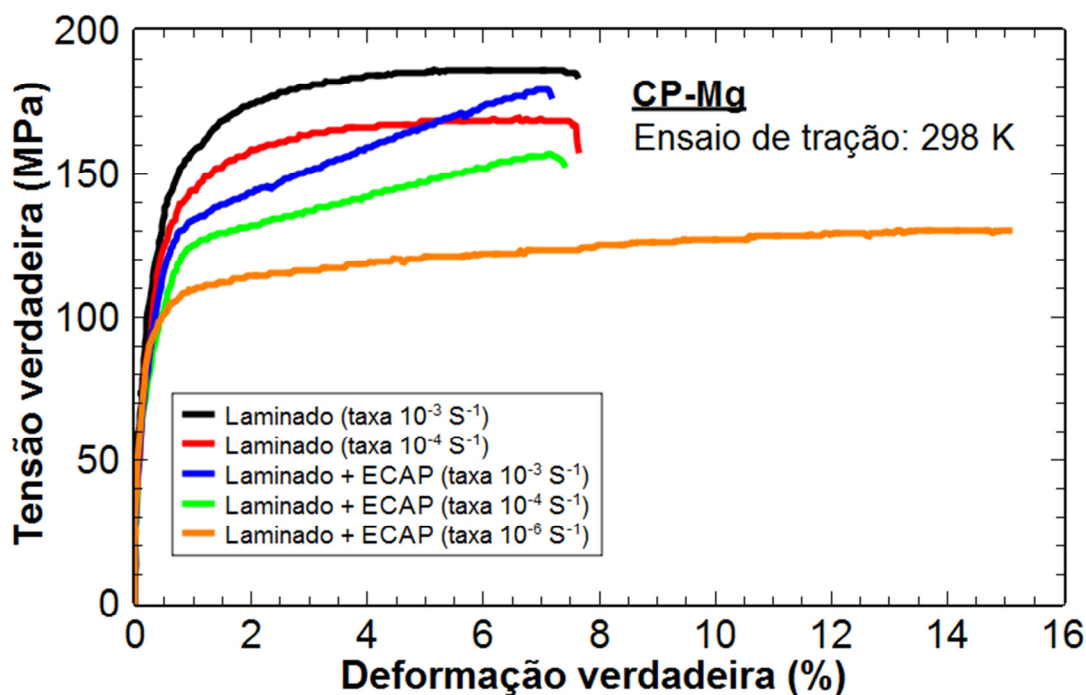


Fig. 5.9 – Curvas de tensão verdadeira versus deformação verdadeira obtidas nos testes de tração com taxas de deformação fixas do material laminado e do material laminado e processado por ECAP.

Na tabela 5.2 são apresentados os valores do coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação determinados nos ensaios com taxa de deformação sendo variada ao longo do ensaio e em diferentes ensaios com taxas de deformação diferentes.

Tabela 5.2 – Coeficientes de sensibilidade à taxa de deformação do magnésio comercialmente puro antes e após o ECAP, determinados utilizando dois métodos diferentes.

Método	Laminado	ECAP
taxa de deformação variada	0,039	0,037
diferentes ensaios	0,042	0,042

## **6. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS**

Pela dificuldade em se encontrar na literatura informações sobre Magnésio comercialmente puro processado por ECAP nas mesmas condições do presente trabalho, os resultados aqui apresentados serão comparados com os de outras pesquisas em que o processamento foi realizado em condições mais próximas possíveis.

### **6.1 Refino de grão**

O que se refere como eficiência no refino de grão nas discussões seguintes é a redução percentual do tamanho de grão. Comparando os presentes resultados com os de outros trabalhos é possível enfatizar alguns aspectos principais. O primeiro é que através do processamento do magnésio comercialmente puro por ECAP é possível refinar significativamente a estrutura de grãos desse material. No presente trabalho partindo de um tamanho médio de grãos de 480  $\mu\text{m}$  foi possível chegar a um tamanho médio de grãos de 5,6  $\mu\text{m}$  que equivale a uma redução de 98,8% no tamanho médio de grão. O material foi previamente laminado a 400  $^{\circ}\text{C}$  e a espessura foi reduzida de 10 mm para 4,7 mm em seguida foram realizados 4 passes de ECAP sendo que os 2 primeiros passes foram realizados a 200  $^{\circ}\text{C}$  e os 2 últimos passes a 180  $^{\circ}\text{C}$ . O processamento foi realizado seguindo a rota C, utilizando uma matriz com ângulo de interseção  $\Phi = 135^{\circ}$ .

Também no presente trabalho à partir do material fundido com tamanho médio de grão igual a 480  $\mu\text{m}$  foi possível chegar a um tamanho médio de grão de 5  $\mu\text{m}$  que equivale a uma redução de 99% no tamanho médio de grão. O material foi previamente laminado a 400  $^{\circ}\text{C}$  com redução da espessura de 5 mm para 1 mm seguida de 4 passes ECAP a 200  $^{\circ}\text{C}$ . O material foi processando seguindo a rota C em uma matriz com ângulo de interseção  $\Phi = 135^{\circ}$ .

No trabalho de Gan *et al.* (2009) partindo de um tamanho médio de grão de 900  $\mu\text{m}$  após 4 passes pela matriz de ECAP com ângulo de interseção  $\Phi = 90^\circ$  a 350  $^\circ\text{C}$  também seguindo a rota C, foi possível chegar a um tamanho médio de grão igual a 38  $\mu\text{m}$  que equivale a uma redução de 95,8% no tamanho médio de grão. A menor redução no tamanho de grão alcançado no processamento feito por Gan *et al.* (2009) se comparado ao do presente trabalho pode ser explicada pela diferença da temperatura de processamento. O refino de grão não é muito eficiente quando o processamento é realizado em temperaturas altas por causa dos fenômenos de recristalização e crescimento de grãos que ocorrem de forma acentuada nessas temperaturas (YAMASHITA *et al.*, 2001).

Biswas *et al.* (2010), partindo de um tamanho médio de grão de 21  $\mu\text{m}$  conseguiram ao final do segundo passe de ECAP um material com tamanho médio de grão de 6,3  $\mu\text{m}$  que equivale a uma redução de 70% no tamanho médio de grão. Nesse trabalho o magnésio comercialmente puro previamente laminado foi processado em uma matriz com  $\Phi = 90^\circ$  a 250  $^\circ\text{C}$  seguindo a rota A. Como o tamanho médio de grão inicial tem um valor muito próximo ao do material laminado até 4,7 mm de espessura utilizado no presente trabalho e o tamanho médio de grão alcançado nos dois trabalhos também foi muito próximo. Biswas *et al.* (2010) conseguiram praticamente o mesmo refino de grão que o presente trabalho realizando apenas a metade dos passes. Tais resultados podem ser explicados pelo uso da matriz de  $\Phi = 90^\circ$  que segundo as equações 3.1 e 3.2 gera a cada passe o dobro da deformação mecânica, se comparada com a matriz de  $\Phi = 135^\circ$ . Os mesmos autores reduziram gradativamente a temperatura do processamento a partir do quinto passe. Foram realizados 8 passes de ECAP sendo que oitavo passe foi realizado na temperatura ambiente. Ao término do processamento foi possível chegar a um tamanho médio de grão de 250 nm.

Li *et al.* (2011), utilizando pressão contrária processaram o magnésio comercialmente puro em uma matriz com  $\Phi = 90^\circ$  a 200  $^\circ\text{C}$  seguindo a rota C. Partindo de um tamanho de grão inicial de 980  $\mu\text{m}$  chegaram a um tamanho médio de grão de 7  $\mu\text{m}$  que equivale a uma redução de 99,3% no tamanho médio de grão.



O maior refino de grão se comparado ao presente trabalho pode ser justificado pelo uso da matriz de  $\Phi = 90^\circ$  que gera, como previsto pelas equações 3.1 e 3.2, uma deformação mecânica maior no material.

## 6.2 Propriedades mecânicas

Outro aspecto importante a ser salientado é o aumento da ductilidade do material e a redução da resistência mecânica, que aparentemente acompanham o refino da micro estrutura. Analisando os dados da figura 5.5, no ensaio de tração à temperatura ambiente  $25^\circ\text{C}$  ( $298\text{K}$ ), o material apenas laminado chegou a uma deformação de aproximadamente 7%. Já o material laminado e processado por ECAP alcançou uma deformação de quase 10%. Tais resultados aparentemente contradizem a relação de Hall-Petch, pois o material processado por laminação seguida de ECAP possui um tamanho de grão menor e uma resistência mecânica também menor se comparado com o mesmo material apenas laminado. De acordo com Agnew *et al.* (2004) esse comportamento se deve à textura desenvolvida durante as etapas de processamento e depende da direção em que os ensaios de tração são realizados.

Esse mesmo comportamento pode ser verificado nos resultados de Gan *et al.* (2009) onde o material inicialmente sem processamento algum, no ensaio de tração, chegou a uma deformação de quase 4% e o mesmo material processado por ECAP chegou a uma deformação de quase 6%.

Analisando os resultados dos ensaios de tração, utilizando várias taxas de deformação (figura 5.7), nas curvas referentes aos ensaios realizados com taxa de deformação  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  e  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , não é possível notar o aumento da ductilidade. Para essas taxas de deformação tanto o magnésio laminado quanto o processado por ECAP chegaram a deformações máximas em torno de 7,5%. Porém o ensaio feito com o material processado por ECAP utilizando uma taxa de deformação de  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$  alcançou uma deformação muito maior que a dos outros, passando de 15% sem o corpo de prova romper. Tal comportamento sugere que a ductilidade aumenta com a

redução da taxa de deformação, mas os resultados encontrados nesse trabalho não são conclusivos.

Os valores do coeficiente de sensibilidade à taxa de deformação encontrados, utilizando ensaios com taxa de deformação variável e ensaios com diferentes taxas de deformação, foram muito próximos. Del valle e Ruano (2006), ao determinarem o coeficiente de sensibilidade a taxa de deformação para uma liga AZ31 em ensaios realizados à 300K, 325K e 350 K, verificaram que o valor de  $m$  aumenta com a temperatura e com a tensão. Os valores de  $m$  para o magnésio comercialmente puro, encontrados no presente trabalho, sugerem que esse coeficiente tem um valor muito pequeno se determinado em ensaios feitos em temperatura ambiente. Levando-se em conta as precisões nas medidas de tensão e deformação durante o ensaio de tração e o erro experimental gerado no cálculo do coeficiente  $m$  não é possível determinar, através dos ensaios de tração feitos em temperatura ambiente, se depois do processamento do magnésio puro por ECAP ouve um aumento da sensibilidade à taxa de deformação.

## 7. CONCLUSÕES

O uso da laminação como uma etapa intermediária de processamento, para fazer um refino prévio da microestrutura do magnésio comercialmente puro é um caminho possível para processar esse material por ECAP em temperaturas moderadas em torno de  $0,5 T_F$ , e também de se obter uma estrutura de grãos refinada e homogênea.

Através do processamento por laminação seguida de tratamento termo-mecânico de ECAP é possível melhorar a ductilidade do magnésio comercialmente puro. O aumento da ductilidade é sempre acompanhado de uma redução da tensão de escoamento do material.

A sensibilidade à taxa de deformação tanto para o magnésio puro laminado quanto para o laminado seguido de ECAP possuem valores muito próximos na temperatura ambiente.

## 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGNEW, S.R.; HORTON, J.A.; LILLO, T.M.; BROWN, D.W. Enhanced ductility in textured magnesium produced by equal channel angular processing. *Scripta Materialia*. V. 50, p. 377-381, 2004.

BISWAS, S.; DHINWAL, S.S.; SUWAS, S. Room-temperature equal channel angular extrusion of pure magnesium. *Acta Materialia*. V. 58, p. 3247–3261, 2010.

DEL VALLE, J.A; RUANO, O.A. Influence of the grain size on the strain rate sensitivity in an Mg-Al-Zn alloy at moderate temperatures. *Scripta Materialia*. V. 55, p. 775-778, 2006.

DIETER, G. E. *Mechanical Metallurgy*. 3. ed NewYork: McGraw-Hill, 1986. 751p.

FIGUEIREDO, R.B.; CETLIN, P.R.; LANGDON, T.G. The processing of difficult-to-work alloys by ECAP with an emphasis on magnesium alloys. *Acta Materialia*. V. 55, p. 4769–4779, 2007.

FURUI, M.; KITAMURA, H.; ANADA, H.; LANGDON, T.G. Influence of preliminary extrusion conditions on the superplastic properties of a magnesium alloy processed by ECAP. *Acta Materialia*. V. 55, p. 1083–1091, 2007.

FURUKAWA, M.; IWAHASHI, Y.; LANGDON, T.G. The shearing characteristics associated with equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering*. v. 257, p. 328-332, 1998.

GAO, R.; WANG, J.; ZHANG, X.; YAN, H.; YANG, W.; LIU, O.; ZHANG, M.; LIU, L.; TAKAHASHI, K. Fabrication of superhydrophobic magnesium alloy through the oxidation of hydrogen peroxide. *Colloids and Surfaces A*. v. 436, p. 906-911, 2013.

GAN, W.M.; ZHENG, M.Y.; CHANG, H.; WANG, X.J.; QIAO, X.G. microstructure tensile property of the ECAPed pure magnesium. V. 470, p. 256-262, 2009.

HAMU, G.; ELIEZER, D.; WAGNER, L. The relation between severe plastic deformation microstructure and corrosion behavior of AZ31 magnesium alloy. *Journal of Alloys and Compounds*. v. 468, p. 222, 2009.

HOSEINI, M.; MERATIAN, M., TOROGHINEJAD, M.R.; SZPUNAR, J.A. Texture contribution in grain refinement effectiveness of different routes during ECAP. *Materials Science and Engineering A*. v. 497, p. 87-92, 2008.

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, p. 143-146, 1996.

IWAHASHI, Y.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T.G. The process of grain refinement in equal-channel angular pressing. *Acta Materialia*. V. 46, p. 3317-3331, 1998.

KIM, W.J.; HONG, S.I.; KIM, Y.S.; MIN, S.H.; JEONG, H.T.; LEE, J.D. Texture development and its effect on mechanical properties of an AZ61 Mg alloy fabricated by equal channel angular pressing. *Acta Materialia*. v. 51, p. 3293–3307, 2003.

KWAK, E.J.; BOK, C.H.; SEO, M.H.; KIM, T.; KIM, H.S. Processing and Mechanical Properties of Fine Grained Magnesium by Equal Channel Angular Pressing. *Materials Transactions*, V. 49, p. 1006–1010, 2008.

LI, B.; JOSHI, S.; AZEVEDO, K.; MA, E.; RAMESH, K.T.; FIGUEIREDO, R.B.; LANGDON, T.G. Dynamic testing at high strain rates of an ultrafine-grained magnesium alloy processed by ECAP. *Materials Science and Engineering A*. V. 517, p. 24–29, 2009.

LI, J.; XU, W.; WU, X.; DING, H.; XIA, K. Effects of grain size on compressive behavior in ultrafine grained pure Mg processed by equal channel angular pressing at room temperature. *Materials Science and Engineering A*. V. 528, p. 5993–5998, 2011.

MOSTAED, E.; HASHEMPOUR, M.; FABRIZI, A.; DELLASEGA, D.; BESTETTI, M.; BONOLLO, F.; VEDANI, M. Microstructure, texture evolution, mechanical properties and corrosion behavior of ECAP processed ZK60 magnesium alloy for biodegradable applications. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. V. 37, p. 307-322, 2014.

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. Influence of channel angle on the development of ultrafine grains in equal channel angular pressing. *Acta Materialia*. v. 46, p. 3317-3331, 1998.

PADILHA, A.F.; Siciliano, F.Jr. *Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura*. 3. Ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2005. 232 p.

SEGAL, V.M. A materials processing by simple shear. *Materials Science and Engineering A*. v. 197, p. 157-164, 1995.

WANG, Y. N.; HUANG, J.C. Texture analysis in hexagonal materials. *Materials Chemistry and Physics*. v. 81, p. 11-26, 2003

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.