OLMEDE CELESTINO DOS SANTOS FILHO

Caracterizações de Propriedades Microestruturais e Mecânicas de Ligas AA 1100 e AA 5052 Processadas pela Técnica de Laminação Acumulativa ("Accumulated Roll Bonding" – ARB")

> São Paulo 2009

OLMEDE CELESTINO DOS SANTOS FILHO

Caracterizações de Propriedades Microestruturais e Mecânicas de Ligas AA 1100 e AA 5052 Processadas pela Técnica de Laminação Acumulativa ("Accumulated Roll Bonding" – ARB")

> Dissertação apresentada a Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para a defesa de tese do título de mestre.

Área de Concentração: Engenharia de Materiais e Metalurgia

Orientador: Professor Livre Docente Ronald Lesley Plaut

São Paulo 2009 OLMEDE CELESTINO DOS SANTOS FILHO

Caracterizações de Propriedades Microestruturais e Mecânicas de Ligas AA 1100 e AA 5052 Processadas pela Técnica de Laminação Acumulativa ("Accumulated Roll Bonding" – ARB").

> Dissertação apresentada a Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para a defesa de tese do título de mestre.

# AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus e meus familiares pelo apoio transmitido durante toda a minha vida.

Também agradeço ao professor Ronald Lesley Plaut, pela orientação e estímulo dado durante toda a execução deste trabalho, bem como aos técnicos do departamento pela ajuda prestada.

Por fim agradeço aos meus amigos pelo apoio e alegria dados nesta jornada da vida.

"NÃO É PRECISO ENTRAR PARA A HISTÓRIA PARA FAZER UM MUNDO MELHOR".

(GANDHI)

#### RESUMO

Nesta dissertação de mestrado foram utilizadas duas ligas de alumínio (AA1100 e AA5052) para a produção de uma microestrutura final apresentando tamanho médio de grãos menores que um micrometro. Tal fato foi possível através do processo de "Accumulated Roll Bonding" (ARB).

Tais materiais produzidos por ARB, foram caracterizados conforme propriedades mecânicas (microdureza, limite de escoamento e resistência) e microestruturais (tamanho de grão e macrotextura e composição química dos precipitados).

O principal resultado para este trabalho foi a produção de tiras de AA 1100 e AA 5052 com tamanho médio de grão de 0,50  $\pm$  0,04  $\mu$ m e 0,42  $\pm$  0,06  $\mu$ m respectivamente. Tal resultado é coerente em comparação à literatura.

Com relação aos resultados de textura, tais amostras apresentaram temperatura de recristalização acima de 473K e componente de textura típicas de cisalhamento (tanto para o material oriundo de fábrica como para o material laminado). Tal fato é esperado já que não se utilizou lubrificação durante ensaios de laminação.

A propriedade mecânica de microdureza de AA 1100 ficou coerente com a literatura embora as propriedades de limite de escoamento e de resistência possuíram módulos abaixo da literatura.

Palavras-chave: ARB. AA 1100. AA5052. Textura. Laminação. Conformação mecânica. Accumulated roll bonding. Ultra-fine grains. Nanogrão. Refino de grãos. Grãos ultrafinos.

### ABSTRACT

The present work is related to the production, in a laboratory scale, of a metallic microstructure having a grain size smaller than one micrometer, through the "Accumulated Roll Bonding " technique(ARB), for two different aluminum alloys, namely AA 1100 and AA 5052.

The strips obtained by the ARB technique have been characterized by their mechanical properties (microhardness, yield and tensile strength), and their microstructure (grain size, macrotexture and precipitates chemical composition).

The main result of this work has been the rolling of AA1100 and AA5052 strips with an average grain size of 0.5  $\pm$  0.04 µm and 0.42  $\pm$  0.06 µm respectively. Such results are consistent with the literature.

Relative to the texture, the samples presented a recrystallization temperature higher than 473K and typical shear texture components (due to the dry rolling conditions during the ARB).

Microhardness of the AA110 was consistent with literature data; however yield and tensile strength presented values that were lower than those observed in the literature.

Key-words: ARB, AA1100, AA5052, texture, strip rolling, mechanical working, Accumulates roll bonding, ultra-fine grains, nanograins, grain refining, ultra-fine grains

# SUMÁRIO

1	_	Introdução	15
•	11	— O Alumínio	15
	12	- Metais de Alto Desempenho	17
2		Objetivos	19
3	_	Revisão Bibliográfica	20
U	31	- Resumo	20
	3.2	- O Processo Accumulated Roll Bonding (ARB)	.20
	3	2 1 — Introdução	.22
	3	22 — Revisão Bibliográfica Referentes à ARB	23
	33	— Textura Cristalográfica	28
	3	3 1 — Introdução à textura	28
	3	3 2 — Histórico	33
	3	3 3 — Estruturas Cristalinas	34
	3	3.4 — Difração de Raios X	.37
	3	3.5 — Lei de Brago [21]	.38
	3	.3.6 — Figuras de Pólo	.39
	3	.3.7 — Principais orientações cristalográficas na OP de Ligas de Alumínio	.41
		3.3.7.1 — Função distribuição de Orientações (FDO ou ODF) [27]	.43
		3.3.7.2 — Principais orientações cristalográficas na ODF de ligas de Al	.44
		3.3.7.3 — Texturas de Recristalização de Ligas de Alumínio	.46
		3.3.7.4 — Tratamento Sistemático das Texturas de Ligas de Alumínio	.49
		3.3.7.5 — Texturas de Laminação a Frio de Alumínio	.49
4	—	Materiais, Equipamentos e Metodologia Adotada	52
	4.1	- Materiais	.52
	4.2	- Equipamentos	.52
	4.3	— Métodos Experimentais	.55
	4	.3.1 — Laminação com tratamento térmico intermediário das amostras de	
	а	lumínio AA5052 e AA1100 (figura 28)	.55
	4	.3.2 — Realização das experiências para a caracterização das propriedades	
	n	necânicas destes materiais	.56
		4.3.2.1 — Escolha da temperatura de tratamento térmico intermediário	.57
		4.3.2.2 — Variação da Microdureza em Função do Tempo de Tratamento	
		Térmico a 473 K para Amostra AA 1100 com Deformação Real de	е
		3,6	.58
		4.3.2.3 — Levantamento da Curva de Fator Delta Dieter em Função da	
		Redução Real das Amostras de AA 5052	.58
		4.3.2.4 — Evolução da Microdureza Vickers HV em Função da Deformação	)
		para as Amostras AA 5052	.58
		4.3.2.5 — Diferenças de Microdureza entre Centro e Borda da Espessura d	a
		Amostras de AA5052	.59
		4.3.2.6 — Possivel Redução do Tamanno de Grão da Amostra AA 5052	.59
		4.3.2.7 — Evolução da Microdureza Vickers (HV) em Função da Deformaçã	
		A 2 2 9 Leventemente de Curve de Ester Delte Distor em Euroão de	.60
		4.3.2.0 — Levaniamento da Curva de Fator Della Dieter em Função da Redução Roal das Amostras de AA 1100	60
		A 2 2 0 Diferences de Microdurezo entre Contre o Dordo de Concesure d	.00
		4.5.2.5 — Dileteriças de Microduleza entile Centro e Dorda da Espessura d Δmostras de ΔΔ1100	a 61
		4 3 2 10 — Possível Redução do Tamanho de Grão da Amostra AA 1100	.01 61
		T.J.Z. TO — FUSSIVEI NEUUÇAU UU TAMAMINU UE GIAU UA AMUSIIA AA TIUU	.01

	4.3.2.11	- Comparação da Microdureza (HV) entre Laminações Industrial	е
		Acumulativa para as ligas AA5052 e AA 1100	.61
	4.3.2.12	- Evolução da Textura com a Deformação de AA 5052	.62
	4.3.2.13	- Evolução da Textura com a Deformação de AA 1100	.62
	4.3.2.14	— Variação de Textura com a Espessura para AA1100	.62
	4.3.2.15	— Variação de Textura com a Temperatura de Recozimento de AA	4
		1100	.63
	4.3.2.16	— Variação de Textura em Função do Tempo de Recozimento a	
		523K de AA 1100	.63
	4.3.2.17	— Evolução da Curva Tensão versus Deformação para Amostras	
		Deformadas de AA 1100	.63
	4.3.2.18	<ul> <li>— Evolução da Curva Tensão versus Deformação para Amostras</li> </ul>	de
		AA 1100 com 04 camadas Tratadas termicamente a 523K	.64
	4.3.2.19	— Determinação das Composições Químicas dos Precipitados de	
		AA5052	.65
	4.3.2.20	— Determinação do Tamanho de Grão de Amostras com 64	
_	_	camadas	.65
5	— Resulta	ados e Discussões	66
	5.1 — Escolh	na da temperatura de tratamento térmico intermediário	.66
	5.2 — Variaç	ão da Microdureza em Função do Tempo Para Tratamento Térmic	o a
	473K da Amo	ostra AA 1100 com Deformação Real de 3,6	.68
	5.3 — Levan	tamento da Curva de Fator Delta Dieter Durante a Laminação de	
	AA5052		.69
	5.4 — Evoluç	ção da Microdureza Vickers HV em Função da Deformação para as	;
	Amostras AA	\$052	.70
	5.5 — Diferei	nças de Microdureza entre Centro e Borda da Espessura da Amosi	ras
	de AA5052	ul Deducão do Tomorko do Orão do America AA 5050	./1
	5.6 - POSSIV	/el Redução do Tamanno de Grão da Amostra AA 5052	./Z
	5.7 - EVOIUÇ	ção da Microdureza Vickers (HV) em Função da Deformação Real (	ue zo
	AA I IUU DUR	ante a Laminação temente de Curve de Ester Delte Distor em Euroão de Dedução De	./3
	5.6 — Levan	lamento da Curva de Fator Della Dieter em Função da Redução Re	
	5 0 Diforo	s de AA 1100	. / 4
	3.9 - Dilerei	nças de Microduleza entre Centro e Borda da Espessura da Amosi	105 75
	5 10 Pose	ível Podução do Tamanho do Crão da Amostra AA 1100	76
	5.10 - F035	ntemento da Curva da Evolução de Microdureza para Laminações	.70
	Industriais de	$\Delta \Delta 1100 \simeq \Delta \Delta 5052$	77
	5 12 — Evolu	jcão da Textura com a Deformação de ΔΔ 5052	. / / 78
	5.12 Evolu	ução da Textura com a Deformação de ΔΔ 1100	.70 81
	5.10 Evolution 5.14 — Varia	ução de Textura com a Espessura para amostras de ΔΔ1100	85
	5.14 Varia	ição de Textura com a Temperatura de Recozimento de AA 1100	.00
	5 16 — Texti	ira em Eunção do Tempo de Recozimento para AA 1100 a 523K	90
	5 17 — Evolu	ução da Curva Tensão versus Deformação para Amostras	.00
	Deformadas	de AA 1100	92
	5 18 — Evolu	ição da Curva Tensão versus Deformação para Amostras de AA 1	100
	com 04 cama	adas Tratadas termicamente a 523K	.94
	5.19 — Deter	rminação das Composições Químicas dos Precipitados de AA5052	95
	5.20 — Detei	rminação do Tamanho de Grão de Amostras com 64 camadas	.96
6	- Conclus	são:	99
-	6.1 — Proprie	edades mecânicas e microestruturais de AA 5052	.99

6.1.1 — Propriedades Mecânicas	99
6.1.2 — Propriedades Microestruturais	99
6.2 — Propriedades mecânicas e microestruturais de AA 1100	100
6.2.1 — Propriedades Mecânicas	100
6.2.2 — Propriedades Microestruturais	101
7 — Sugestões para Futuros Trabalhos	102
7.1 — Caracterização Microestrutural via MET de Todas as Amostras	102
7.2 — Realização de Laminação Acumulativa para outros Materiais	102
7.3 — Realização de Laminação Acumulativa em Dois Materiais Distintos ao	
Mesmo tempo	102
8 — Bibliografia:	103
9 — Anexo 1	107
10 — Anexo 2	127
11 — Anexo 3	165

# LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1:	(A) Processo Bayer para o alumínio, (B) Cuba eletroquímica [51]	16
Figura 2 :	Aplicações para o alumínio: (A) Indústria aeronáutica, (B) Chapas e folha	S
	laminadas, (C) Cabos e trefilados, (D) Perfis extrudados, (E) Lingotes pa	ra
	fundições e elementos de liga e (F) Latas de refrigerante [51]	17
Figura 3:	Esquema representa os diferentes processos (a) ECAP, (b) MAC/F e (c)	
	ARB [1]	21
Figura 4:	Processo ARB [3]	22
Figura 5:	Exemplo de material policristalino [52]	29
Figura 6:	Sistema de coordenadas: KB do cristal e Kb da amostra. KA, direção	
	transversal da amostra e RD, ("rolling direction") direção de laminação da	а
	amostra [2]	30
Figura 7:	Exemplo esquemático de deslocamento de planos em um grão [2]	31
Figura 8:	Ângulos de Euler [17,18]	32
Figura 9:	Estrutura cristalina e célula unitária do cloreto de sódio [54]	35
Figura 10	: Célula unitária com as posições dos eixos e dos ângulos [54]	36
Figura 11	: Modelo para a estimativa das distâncias interatômicas [55]	38
Figura 12	: Interferências construtivas (figura da esquerda) ou destrutivas (figura da	
U	direita) para o ângulo θ [55]	39
Figura 13	: Projeção estereográfica de um cristal com simetria cúbica [23]	40
Figura 14	: Carta de Wulff com intervalos de 2° [23]	40
Figura 15	: Principais orientações cristalográfica de aluminio de em uma figura de	
0	polo: (a) B ou latão, (b) Cobre ou C, (c) Cubo, (d) Cubo ND, (e) Cubo RE	).
	(f) Goss. (a) P. (h) Q. (i) R. (i) S [53]	43
Figura 16	: Definição dos ângulos de Euler segundo Bunge [27]	44
Figura 17	: ODF dos grãos em uma amostra policristalina[27]	44
Figura 18	: Principais orientações cristalográficas na ODF de ligas de alumínio	46
Figura 19	: Formação de componentes P e Goss em ligas de alumínio	48
Figura 20	Fibra $\beta$ no alumínio [46]	50
Figura 21	· Evolução da fibra β com a deformação a frio para diferentes séries de	
rigula Z i	ligas de alumínio [46]	50
Figura 23	· Variação da textura com a espessura para chapas de alumínio [49]	51
Figura 23	· Forno Lindhera Blue	52
Figura 24	: Laminador industrial duo	53
Figura 25	: Goniômetro de Raios-X	53
Figura 26	: Microscónio de Transmissão	54
Figura 27	· Microscópio de Varredura	54
Figura 28	: Esquema de processo de laminação das amostras de AA 1100 e AA 504	52
1 iyula 20	. Esquema de processo de laminação das amostras de AA 1100 e AA 300	56
Eigura 20	· Medidas para a amostra no ensaio de tração	50 64
Gráfico 5	Variação de microdureza HV em função do tempo recozimento para liga	74
Granco J.		22
Eigura 20	· Principais projoções de ODE (A) material de fábrica (B) passo inicial ((	טכ יי
i iyula 30	. Finicipais projeções de ODI, (A) material de labilica, (D) passe inicial, (C	)
	(E) 64 camadas com tratamento térmico.	20
Eiguro 24	(1) 04 Camadas Com la camento termico	50
i iyula 31	1100 onde: (A) material de fébrica. (B) passe inicial. (C) 16 comedee. (C	••
	(L) 10 called ue labilità, (D) passe illicial, (C) 10 calledas, (L)	り
	To camadas tratadas termicamente a 473 K por 7,2KS, (E) 32 CamadaS,	

	(F) 64 camadas, (G) 64 camadas tratadas termicamente a 473 K por 7,2 Ks	33
Figura 32	: Variação da ODF entre centro e superfície da amostra de AA 1100, onde (A) superfície do material de fábrica, (B) centro do material de fábrica, (C superfície do inicial, (D) meia espessura do inicial, (E) superfície 2 camadas, (F) centro 2 camadas	;: ;) 36
Figura 33	: Principais ODF's das temperaturas do tratamento térmico em banho de sal para amostra de AA 1100 com 16 camadas deformada, onde: (A) amostra sem tratamento; (B) 473K; (C) 523K; (D) 573K; (E) 623K; (F) 673K.	39
Figura 34	: Evolução da textura com o tempo de tratamento térmico (523K) para amostras de AA 1100 com 16 camadas, onde os tempos são: (A) 0 segundo, (B) 300 segundos, (C) 0,9 Ks, (D) 1,8Ks, (E) 2,7 Ks, (F) 3,6 Ks	91
Figura 35	: Imagem de campo escuro de AA 1100 indicando as posições dos aluminetos	96
Figura 36 Figura 37	: Tamanho médio de grão para AA 1100 com 64 camadas : Tamanho médio de grão para AA 5052 com 64 camadas	)7 )8

Gráfico 1: Curvas tensão vs deformação a frio para as seguintes amostras (a) deformação da amostra encruada, (b) após tratamento térmico de 1,8 ks	sa
523 K (c) após tratamento térmico de 1,8 ks a 673 K [5] Gráfico 2: Evolução das microdurezas das amostras laminadas com o recozimento	24
Gráfico 3: Curvas tensão vs deformação para diferentes tamanhos de grão sendo alumínio AA 1100 à esquerda e IF à direita [9]	25 de 27
Gráfico 4: Gráficos da influência do limite de escoamento e limite de resistência mecânica em função do tamanho médio de grãos para amostras de	28
Gráfico 5: Variação de microdureza HV em função do tempo recozimento para liga	20 1 66
Gráfico 6: Variação de microdureza HV em função do tempo recozimento da liga A 5052	A.
Gráfico 7: Microdureza da amostra da AA 1100 deformada em função do tempo de recozimento a uma temperatura de 473 K	; .68
Gráfico 8: Microdureza da amostra da AA 1100 deformada em função do tempo de recozimento a uma temperatura de 473 K	; .69
Gráfico 9: Fator Delta Dieter para amostra de AA 5052	.70
Gráfico 10: Evolução das Microdurezas com Deformação de AA 5052	.71
Gráfico 11: Variação de Microdureza entre Borda e Centro na região da espessura	1
da liga AA5052 para diversas deformações	.72
Gráfico 12: Possível redução do tamanho de Grão para AA 5052	.73
Gráfico 13: Evolução da microdureza das ligas de AA 1100 com a deformação	.74
Gráfico 14: Fator Delta para as amostras de AA 1100	75
Gráfico 15: Variação de microdureza em função da espessura da amostra	76
Gráfico 16: Possível Evolução do tamanho de grão através da microdureza	76
Gráfico 17: Comparação entre a Laminação Industrial e Acumulativa para a liga	
AA5052	.77
Gráfico 18: Comparação entre a Laminação Industrial e Acumulativa para a liga	
AA1100	.78
Gráfico 19: Evolução da Componente com a Deformação para a liga AA5052	.81
Gráfico 20: Evolução da Componente S com a Deformação para a liga AA1100	.84
Gráfico 21: Evolução da Componente S entre Centro e Superfície para AA1100	.87
Gráfico 22: Evolução da Textura com a Temperatura para AA1100 via ARB	90
Gráfico 23: Evolução das Componentes Cubo e Cubo Rodado em função do Temp Para AA1100	)0 92
Gráfico 24 <sup>-</sup> Curvas tensão vs deformação para amostras de AA 1100	93
Gráfico 25: Curvas tensão real vs deformação real para amostra com 4 camadas o	le
AA TTOU tratada termicamente a 525K pelos seguintes tempos: sem	04
lialamenilo, U, 9 KS, 1, öKS, e 3,0KS	94

Tabela 1: Dados de laminação das amostras de alumínio	55
Tabela 2: Dados de propriedades mecânicas das amostras de AA 1100	93
Tabela 3: Composição química dos aluminetos	95

# 1 — Introdução

Atualmente a engenharia de materiais ou metalúrgica busca a produção de novos de materiais a fim de que se possam produzir produtos com menor custo e maior qualidade final. Mas para a realização de tal feito, é necessário desenvolver ou criar novos processos de produção a fim de que se atendam tais propriedades mecânicas especiais.

Assim como resultado desta busca por novos materiais, surgiram às idéias para de metais amorfos, metais com nanogrãos e metais superplásticos nos quais são possuidores de elevadas propriedades mecânicas em comparação a metais que são produzidos atualmente pelas indústrias.

Entretanto, para que haja produção para estes novos materiais é necessário que haja primeiramente viabilidade econômica e técnica. Com isso, metais como por exemplo o alumínio, são estudados já que este metal possui um valor elevado em relação aos aços carbono e também pelas elevadas propriedades mecânicas quando deformado.

### 1.1 — O Alumínio

O alumínio é produzido comercialmente há cerca de 150 anos e, nesse curto período, sua indústria se expandiu e está presente em seis regiões geográficas – África, América do Norte e Latina, Ásia, Europa e Oceania. No total, em 2006, são 46 países que produtores, com uma produção total de alumínio de 60 milhões de toneladas sendo 34 milhões de alumínio primário e o restante oriundo de reciclagem. O Brasil é o sexto maior produtor mundial de alumínio primário, precedido pela China, Rússia, Canadá, Estados Unidos e Austrália.

Minério de alumínio, mais conhecido como bauxita, surge na natureza em áreas tropicais e subtropicais como África, América do sul e Central, Austrália com algumas jazidas na Europa. Tal minério é moído e refinado para a separação do oxido de alumínio (alumina), sendo tal óxido depois processado pelo processo Bayer para a formação do alumínio primário.

O processo Bayer consiste na separação da alumina com o minério de bauxita conforme a figura 1(A), após esta etapa a alumina é levada a cubas

eletroquímicas para a redução do óxido de alumínio figura 1 (B). Tal processo eletroquímico consome cerca de 15 KWh de energia para a produção de 1Kg de alumínio; sendo esta a principal causa que paises grande produtores de alumínio são aqueles com grande disponibilidade de energia elétrica a um baixo custo, como por exemplo, o Canadá que possui matriz energética baseada em hidroelétricas.





Para a produção de uma tonelada de alumínio são necessárias duas toneladas de alumina e para a produção de duas toneladas de alumina são necessárias de quatro a seis toneladas de bauxita.

O alumínio metálico é um metal que possui aplicações múltiplas como chapas, cabos e arames, perfis extrudados, metal para adição em outras ligas,

barras e outros perfis laminados e etc. Atendendo uma gama e aplicações desde indústria aeronáutica a lingotes para fundição figura 2.



Figura 2 : Aplicações para o alumínio: (A) Indústria aeronáutica, (B) Chapas e folhas laminadas, (C) Cabos e trefilados, (D) Perfis extrudados, (E) Lingotes para fundições e elementos de liga e (F) Latas de refrigerante [51].

# 1.2 — Metais de Alto Desempenho

Atualmente com a utilização de técnicas modernas de produção e avanços científicos na área da metalurgia a qualidade e o desempenho dos produtos metálicos vêem aumentando a cada ano, fazendo com que se possam produzir novos materiais para aplicações em novos produtos ou para a aplicação de produtos já existentes com um menor custo e um maior desempenho.

Tais novos avanços foram frutos da utilização de automação nos processos produtivos bem como a evolução de equipamentos laboratoriais como microscopia eletrônica de varredura ou transmissão (MEV ou MET) difração de raios X (DRX) que possibilitam estudar com maior clareza fenômenos metalúrgicos. Desta forma esta sendo possível o projeto de novas ligas e materiais com propriedades mecânicas elevadas (elevado limite de escoamento, e resistência mecânica) a partir algumas alterações no processo produtivo.

Assim materiais nanocristalinos têm sido estudados há muitos anos por diversos pesquisadores espalhados em todo mundo e chegaram como um acordo de que materiais com nanogrãos vão da ordem de grandeza de 1 a 250 nm e materiais com grãos ultrafinos variando de 250 a 1000 nm. A microestrutura de tais materiais apresenta grande influência de regiões de contornos de grãos e tais regiões proporcionam ao metal propriedades mecânicas como elevado limite de escoamento e dureza em relação aos metais com tamanho de grãos na ordem micrométrica.

# 2 — Objetivos

O objetivo principal para este trabalho é a produção de material metálico com tamanho médio de grãos menor que 1 µm. Assim, para que tal objetivo seja alcançado se fará uso da técnica de ARB ("*Accumulated Roll Bonding*") para a produção de tiras de alumínio laminadas a temperatura ambiente.

Outro objetivo deste trabalho é a caracterização microestrutural (macrotextura por difração de raios X e micrografia através de microscopia eletrônica de transmissão) deste material durante o processo de ARB bem como as evoluções de propriedades mecânicas destas amostras.

# 3 — Revisão Bibliográfica

## 3.1 — Resumo:

Com a necessidade constante de evolução de novas tecnologias e de novos materiais para tais avançadas tecnologias, a engenharia metalúrgica busca desenvolver ou criar novas ligas de metais que possam atender tais necessidades.

A partir desta busca por novos materiais, metais com tamanho médio de grão inferior a 1 µm estão sendo pesquisados já que tais ligas possuem propriedades mecânicas únicas associadas também a um custo de produções levemente superiores aos métodos convencionais de conformação.

Mas para a obtenção de grão ultrafino é necessária a adoção de métodos de processamento nos quais possuem altas taxas de deformação (valores superiores a 10 s<sup>-1</sup>) para que haja uma subdivisão granular até que tais grãos atinjam diâmetro médio na escala nanométrica.

Também se deve salientar que estes métodos de processamento podem ser aplicados em todos os tipos básicos de conformação mecânica (como por exemplo, laminação, extrusão, trefilação e forjamento), sendo estes novos métodos de processamento podem ser descritos abaixo (figura 3):

- Accumulated Roll Bonding (ARB): este processo constitui basicamente da laminação conjunta de duas chapas metálicas a uma taxa de deformação superior a 10 s<sup>-1</sup> e reduções superiores a 50% para que haja subdivisão granular e coesão entre as chapas durante a laminação.
- 2. Equal-channel Angular Pressing (ECAP): este processo também se utiliza de elevadas taxas de deformação, e pode ser descrito como basicamente uma extrusão na qual há um ângulo no canal de extrusão da matriz que faz com que o material ao ser extrudado possua uma alta taxa de cisalhamento e esta taxa reduz o tamanho de grão.
- Multi-axial Compressions/forgings (MAC/F): este processo com os demais anteriores, também se faz do uso de elevadas taxas de deformação (acima de 10 s<sup>-1</sup>), sendo tal processo basicamente, um forjamento em diferentes direções e com altas deformações do metal.



Figura 3: Esquema representa os diferentes processos (a) ECAP, (b) MAC/F e (c) ARB [1]

As vantagens para estes tipos de processamento são enormes, com a redução do tamanho médio dos grãos também poderá se reduzir a espessura das chapas que sofrerão processamento de estampagem já que tais materiais com grão ultra-finos possuem elevação dos valores de m (fator de sensibilidade a deformação).

Outra vantagem que poderá apresentar tais materiais com estas propriedades microestruturais, é que com o aumento do limite de escoamento e da dureza, as peças que são produzidas pelo processo de forjamento apresentarão maior resistência ao desgaste e as fadigas, fazendo com que tais peças tenham maior vida útil.

3.2 — O Processo Accumulated Roll Bonding (ARB)

#### 3.2.1 — Introdução

O ARB é um processo que foi proposto por Saito [2], no qual se utiliza a laminação conjunta de duas chapas metálicas conforme a figura 4 Durante a laminação, as chapas metálicas são deformadas a uma redução de aproximadamente 50% a cada passe de laminação para que haja a devida junção entre as mesmas. Tal processo é repetido diversas vezes a fim de se realizar refino de grão até a escala nanométrica (grão com tamanho médio de grãos menor que um micrometro).



Figura 4: Processo ARB [3]

Neste processo, as chapas metálicas são preparadas com um lixamento prévio das superfícies nas quais haverá o contato durante a laminação, este contato, resultará em adesão entre as mesmas. Um ataque químico, através de um ácido para a desoxidação das superfícies e um aquecimento prévio do material também podem ser adotados neste processo para melhor junção [3,4].

Quanto aos materiais que possuem facilidade de gerar tais microestruturas nanométricas, destacam-se os que possuem alta energia de defeito de empilhamento (EDE), uma vez que tais materiais possuem como característica elevada tenacidade e, portanto, menor probabilidade de formação de trincas durante as altas taxas de deformações plásticas.

Altas taxas de deformação são aplicadas ao processo e provocam subdivisões granulares, e estas subdivisões produzem novos grãos com contornos de alto ângulo e com diâmetro menor que um micrômetro.

3.2.2 — Revisão Bibliográfica Referentes à ARB

Este processo de laminação foi desenvolvido por Saito [2] através da utilização de uma liga de alumínio AA1100 (laminada a 473 K) a uma taxa de deformação de 12 s<sup>-1</sup> e deformações de 50% por passe, conseguiu com três ciclos deste processo (redução de 87,5% de espessura da amostra inicial) grãos menores que um micrometro e com 98.5% de redução um limite de resistência 3,7 vezes maior que os valores teóricos (80 MPa para 300 MPa). Outro resultado apresentado neste trabalho é que tais amostras ao serem deformadas a frio no ensaio de tração, apresentaram comportamento extremamente frágil.

Kwan [5] também estudou ARB em termos de propriedades mecânicas e microestruturais da liga AA1100 antes e depois de tratamentos térmicos. As taxas de deformação com uma redução de 50% por passe conforme [2] também foram aplicadas neste trabalho. O resumo das conclusões e resultados deste trabalho pode ser descritos assim:

- Através de um recozimento a 523 K das amostras com 99,5% de deformação, dobra-se o limite de escoamento do material sem que haja redução da ductilidade (gráfico 1).
- O aumento do tamanho médio dos grãos durante tratamento térmicos de até duas horas, só podem ser observados a partir de a temperatura acima de 423 K para amostras submetidas a vários passes.



Gráfico 1: Curvas tensão vs deformação a frio para as seguintes amostras (a) deformação da amostra encruada, (b) após tratamento térmico de 1,8 ks a 523 K (c) após tratamento térmico de 1,8 ks a 673 K [5]

 O óxido formado na região entre passes da amostra dificulta a movimentação dos contornos de grãos, assim durante a tratamento térmicos das amostras com 8 ciclos de laminação (256 folhas de alumínio), a cinética de crescimento dos grãos para temperaturas abaixo de 423 K praticamente foi desprezível.

- A partir de tratamentos térmicos a 473K a morfologia dos grãos começam a ser alterados de estruturas lamelares para uma forma mais equiaxial.
- Neste trabalho também foi possível analisar a variação da microdureza com recozimento destas amostras, com graus de deformação diferentes e a temperaturas crescentes conforme o gráfico 2.



Gráfico 2: Evolução das microdurezas das amostras laminadas com o recozimento para diferentes graus de deformação [5].

Tsuji [6] empregou a mesma metodologia de [2] para aços IF obtendo como resultado uma resistência mecânica elevada (de 280MPa para 870MPa) e um tamanho de grão final de 420nm. Como principal informação obtida neste trabalho foi a comprovação da utilização deste processo tanto para materiais CFC como CCC.

Koizumi [7] pesquisou a influência dos elementos de ligas do alumínio para a movimentação das discordâncias dentro dos grãos durante o processo de laminação. O resultado obtido foi de que as ligas de alumínio 99,99% Al possuem

maior capacidade a deformações severas que ligas 99% Al por apresentarem menor teor de precipitados e de átomos de soluto nos quais dificultam a movimentação das discordâncias. Outro ponto que se deve salientar deste trabalho é que o tamanho de grãos das amostras é menor (para mesmas deformações) para o aumento da quantidade de átomos em solução sólida da matriz.

Tsuji [8] analisou a formação de precipitados das ligas AI com 2% de cobre e obteve como conclusões que a formação dos precipitados aparecia nos contornos de grão e de forma lamelar com 67nm de diâmetro médio diferentemente da microestrutura inicial da chapa. Também observou que os precipitados nucleados apareceram com contornos coerentes de grão diferentemente aos apresentados inicialmente. Tal trabalho comprovou a possibilidade de formação de precipitados com tamanho muito reduzido em alumínio liga processados por ARB e também que tais precipitados apresentam contornos coerentes que aumentam a resistência mecânica do material.

Kamikawa [4] através da utilização de chapas laminadas pelo processo de ARB de alumínio 99,99% de pureza com dois intervalos de recozimento (448K por 6 horas e 473 K por 0,5 hora) pode determinar a influência nas propriedades microestruturais e mecânicas das amostras para estes tratamentos térmicos. Obteve como resultado:

- Não há recristalização destas chapas a estas temperaturas embora haja recuperação que aumenta a capacidade de deformação das mesmas.
- A morfologia dos grãos varia entre grãos lamelares cuja textura apresenta direção preferencial na direção de laminação e grãos equiaxiais apresentando textura aleatória.

Tsuji [9] utilizado a técnica de ARB na liga de alumínio AA1100 e para o aço IF com uma redução de 50% por passe e com tratamentos de recozimentos interpasses de 5 minutos a 473K e 773K respectivamente, obteve como resultado após 98,2% de redução um tamanho médio de grão e uma resistência mecânica sem tratamento térmico posterior de 0,27µm com 275MPa de para o alumínio e 0,21µm com 819 MPa para o IF.

Após estes seis ciclos de laminação foi realizado um tratamento térmico de 1,8ks a várias temperaturas entre 373K a 673K para a liga AA1100 e 473K a 1073K para o IF a fim de que se estabeleça qual o tamanho de grão que resulta na máxima

resistência mecânica sem a perda de ductilidade do material. O resultado desta experiência pode ser descrito nos gráfico 3.



Gráfico 3: Curvas tensão vs deformação para diferentes tamanhos de grão sendo de alumínio AA 1100 à esquerda e IF à direita [9]

Outros resultados que puderam ser analisados através das curvas de tensão vs deformação são as correlações entre tamanho de grão ao alongamento, ao limite de resistência mecânica e o limite de escoamento destes materiais (figura 5), este último, provou-se que as relações de Hall-Petch [10 – 12] são válidas neste caso. Outro ponto que se deve salientar sobre os gráficos da gráfico 4 é que para tamanhos de grão menores que 1  $\mu$ m o valor limite de escoamento é superior ao limite de resistência e também que tais materiais apresentam brusca redução de tenacidade tanto para o IF como também para a liga de alumínio.



Gráfico 4: Gráficos da influência do limite de escoamento e limite de resistência mecânica em função do tamanho médio de grãos para amostras de AA1100 a esquerda e IF a direita [9]

3.3 — Textura Cristalográfica

3.3.1 — Introdução à textura

A maioria das propriedades físicas de materiais cristalinos tais como elasticidade, resistência mecânica, condutividade elétrica, propriedades magnéticas, entre outras, são anisotrópicas, isto é, dependem da direção cristalográfica na qual são medidas.

Os materiais como metais, cerâmicas e alguns plásticos, compõem-se de um agregado de grãos monocristalinos distribuídos ao acaso, daí o nome: material

policristalino. Os grãos destes materiais formam-se com vários tamanhos preenchendo o espaço formando a estrutura do material em si, (figura 5).

Em um material policristalino cada grão possui uma orientação cristalográfica diferente daquela apresentada pelos seus vizinhos. No geral, as orientações de todos os grãos podem estar aleatoriamente distribuídas em relação a alguma direção de referência. A orientação preferencial ou textura cristalográfica pode ser definida como a condição na qual a distribuição das orientações cristalinas não é aleatória, ou seja, quando existem direções cristalográficas preferenciais de seus grãos. As texturas são desenvolvidas em todos os estágios do processo de fabricação dos materiais, mas a sua natureza representa uma função complexa que é dada pelos tratamentos mecânico e térmico ao qual o material é submetido.



Figura 5: Exemplo de material policristalino [52]

A formação do material envolve transformações de fases como, por exemplo, material liquido/sólido ou, mesmo a mudança de estrutura cristalina devido a tratamento térmico e, dependendo das condições do tratamento empregado na confecção do material, a orientação que estes grãos adquirem uma configuração

própria. Outros fenômenos de processamento também podem alterar textura dos grãos envolvendo desde tratamentos químicos e/ou térmicos e posterior emprego de conformação mecânica como: laminação, forjamento, etc. [13]

A figura 6 mostra um exemplo esquemático da aleatoriedade dos grãos de uma amostra onde o sistema de coordenadas KB é o do cristal e o sistema de coordenadas KA é da amostra. Esta distribuição dos grãos, que pode ser quantizada por método estatístico e processado por cálculo numérico dá-se o nome de textura. O grau de textura é igual a 1 (um) quando a amostra não apresenta nenhuma textura em particular. Assim, ao se determinar a textura de um material e, se este apresentar uma direção preferencial de um determinado plano cristalográfico em relação ao sistema de coordenadas da amostra, o valor do grau de textura será maior que 1. O valor determinado representa o número de vezes que esta orientação é maior que em uma amostra sem textura, por isto, valor expresso deste grau de textura é dado em Times Random. [14]



Figura 6: Sistema de coordenadas: KB do cristal e Kb da amostra. KA, direção transversal da amostra e RD, ("rolling direction") direção de laminação da amostra [2]

Quando é empregada a conformação mecânica do tipo forjamento ou laminação os planos cristalográficos dos grãos sofrem deslizamentos modificando a sua posição e com isto adquirindo textura. É fácil de entender que quando "esmaga-se" um material o mesmo tem que se deformar deslocando a sua estrutura (escorregando por um plano cristalográfico) para o lado onde a resistência é menor, veja (figura 7), o que induz uma tensão que se dá o nome de tensão residual. [15]



Figura 7: Exemplo esquemático de deslocamento de planos em um grão [2]

Para se determinar quantitativamente este processo, emprega-se análise de textura que é uma metodologia estatística para analisar a distribuição das orientações cristalográficas nos materiais policristalino[16]. Bunge foi um dos primeiro pesquisadores a desenvolver um processo matemático para quantificar esta distribuição de orientações, mais chamada de função de distribuição de orientações (FDO) ou, "orientation distribution function" (ODF). A FDO é processada no espaço de Euler, onde as rotações  $\varphi 1$ ,  $\Phi e \varphi 2$  podem rotacionar de 0 a  $2\pi$  radianos. Estas rotações indicam o quanto se tem que girar o sistema de coordenadas do cristal para o seu sistema de coordenadas coincida com o sistema de coordenadas da amostra, (veja figura 8), onde o sistema de coordenadas de cor azul é o do cristal e o vermelho o da amostra equivalente ao KB e KA respectivamente.



Figura 8: Ângulos de Euler [17,18]

A textura de um material policristalino pode ser representada por meio de figuras de pólo diretas e figuras de pólo inversas. As figuras de pólo são projeções estereográficas que mostram a variação da densidade do pólo com a orientação de um selecionado conjunto de planos cristalinos sendo que, cada figura de pólo se refere a apenas um plano cristalográfico (hkl). Estas projeções estereográficas são descritas em termos de sistemas de referências que correspondem às direções definidas na amostra. No caso de chapas laminadas que possuem simetria ortorrômbica as direções de referência são a direção de laminação (RD), a direção transversal (TD) e a normal ao plano superficial (ND). No caso de ímãs permanentes que possuem simetria radial a direção de referência é a do campo magnetizante.

A orientação do grão é determinada pela figura de pólo e podem ser representadas pelas direções cristalográficas paralelas a direções de referências definidas. No caso de chapas por convenção, a orientação preferencial é representada pelas direções escolhidas como sendo {hkl} <uvv> onde, o conjunto de planos {hkl} é paralelo ao plano de laminação e <uvv> é um conjunto de direções cristalinas paralelas à direção de laminação. No caso de materiais que apresentam simetria radial, a sua representação é feita por <uvv> que representa a direção paralela ao eixo de simetria radial.

#### 3.3.2 — Histórico

Até o fim do século XIX e início do século XX, cristalógrafos e mineralogistas haviam acumulado uma série de informações a respeito dos cristais pelos ângulos formados pelas faces, composição química e propriedades mecânicas, mas pouco havia sido levantado sobre o interior da estrutura atômica. Com o surgimento da mecânica quântica, no início do século XX, explicando os fenômenos que ocorrem em escala atômica, abriu-se para esses pesquisadores a perspectiva de interpretar a estrutura dos materiais que até então era somente fruto de especulações.

Wilhelm Conrad Röntgen, em 1895, após intensas pesquisas relatou a descoberta de um novo tipo de radiação que foi anunciada no encontro de dezembro, do mesmo ano, da Sociedade Físico - Médica de Würzbrug: "Deduziu-se corretamente que a radiação invisível, passando através do ar, emitida dentro de um tubo, excitava a fluorescência de uma tela de platinociamida de bário". Esta radiação foi denominada raios X devido ao desconhecimento de sua natureza até então. Por esta descoberta, Röntgen recebeu o prêmio Nobel de Física em 1901.

Foi então que em 1912 o físico alemão von Laue, sugeriu que se os átomos apresentam uma estrutura cristalina, átomos organizados de forma a apresentarem periodicidade ao longo do espaço, e que se os raios-X eram ondas eletromagnéticas com comprimento de onda menor que os espaços interatômicos, então os núcleos atômicos que concentram a massa dos átomos poderiam difratar os raios-X, formando franjas de difração. Quando Laue fez passar um feixe de raios-X por uma amostra monocristalina, e pôs um filme fotográfico após a amostra, o resultado foi que após revelar o filme este apresentava pontos sensibilizados pelos raios-X difratados.

Assim, Laue descobriu que os raios X poderiam ser difratados ou espalhados pelo perfeito ordenamento dos arranjos dos átomos no cristal. Seu principal interesse, naquela época, estava direcionado no sentido de estabelecer a natureza dos raios X. Neste ano, a difração de raios X por um cristal foi descoberta provando a natureza ondulatória desta radiação, que conduziu a uma nova metodologia de investigação da estrutura da matéria.

O desenvolvimento da cristalografia de raios X revelou a maneira pela qual os átomos estão arranjados nas diferentes formas da matéria, mas também, trouxe informações sobre a natureza das forças entre os átomos e as propriedades da matéria. Este conhecimento permitiu uma fundamental revisão dos conceitos em outros campos da ciência bem como, proporcionou a von Laue um prêmio Nobel em 1914.

As experiências de Laue despertaram grande interesse nos físicos ingleses, W. H. Bragg e seu filho W. L. Bragg, que formularam, ainda em 1912, uma equação extremamente simples para prever os ângulos onde seriam encontrados os picos de intensidade máxima de difração. Assim, conhecendo-se as distâncias interatômicas, poderiam ser resolvidos os problemas envolvidos na determinação da estrutura cristalina. Dessa forma, os Bragg determinaram sua primeira estrutura, a do NaCI. Transformando a difração de raios-X na primeira ferramenta eficiente para determinar a estrutura atômica dos materiais, fazendo com que a técnica obtivesse rapidamente grande popularidade entre os institutos de pesquisa.

Entre as décadas de 1920 e 1930, a literatura foi inundada por estruturas cristalinas determinadas por difração de raios-X. Todo mineralogista ou cristalógrafo da época tinha por obrigação determinar a estrutura cristalina de algum composto, mineral ou metal.

### 3.3.3 — Estruturas Cristalinas

A estrutura cristalina de um sólido é a designação dada ao conjunto de propriedades que resultam da forma como estão espacialmente ordenados os átomos ou moléculas que o constituem. Note-se que apenas os sólidos cristalinos exibem esta característica, já que ela é o resultado macroscópico da existência subjacente de uma estrutura ordenada ao nível atômico, replicada no espaço ao longo de distâncias significativas face à dimensão atômica ou molecular, o que é exclusivo dos cristais.

Apesar da sua enorme diversidade, os cristais, dependendo da composição e condições de formação, assumem formas regulares e hoje facilmente dedutíveis em função das características atômicas e moleculares dos seus constituintes. Tal permite a sua fácil classificação em função de um número reduzido de parâmetros, conhecidos por parâmetros de rede.

A partir desses parâmetros é possível determinar o paralelepípedo que constitui a menor subdivisão de uma rede cristalina que conserve as características gerais de todo o retículo, de modo que por simples multiplicação da mesma, se

possa reconstruir o sólido cristalino completo. Esses paralelepípedos são em geral designados por células unitárias (figura 9).



Figura 9: Estrutura cristalina e célula unitária do cloreto de sódio [54]

A partir das células unitárias, e levando em conta os eixos de simetria e a posição do centro geométrico de cada elemento do cristal, é possível descrever qualquer cristal com base em diagramas designados por redes de Bravais, nome que homenageia Auguste Bravais (1811-1863), um dos pioneiros do seu estudo.

Bravais, em 1848, demonstrou que os sistemas cristalinos conhecidos podem estar arranjados de maneira diferente formando, no total, 14 formas de estruturas cristalinas que são conhecidas como rede de Bravais.

Em função dos parâmetros de rede, isto é, do comprimento dos lados e dos eixos do paralelepípedo elementar da célula unitária, e dos ângulos que as suas faces formam entre si, podem identificar-se sistemas de cristalização, ou sistemas cristalinos básicos. Neste contexto, um sistema de cristalização é o grupo pontual da malha cristalina, isto é o conjunto de simetrias de rotação e reflecção permitidas ao manter fixo um ponto da malha (ignorando os átomos ou moléculas contidas em cada célula unitária).

A análise geométrica dos sistemas de cristalização permite concluir que existem sete sistemas distintos (veja a tabela 3.3.3.1 e figura 10), embora dentro de alguns deles seja possível distinguir subcategorias em função dos centros de simetria. A designação dos eixos e dos ângulos entre os eixos é a que resulta do diagrama que acompanha a tabela 3.3.3.1.

Sistemas de Cristalização	Eixos	Ângulos entre os eixos
Cúbico	a = b = c	$\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$
Tetragonal	a = b ≠ c	$\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$
Ortorrômbico	a≠b≠c≠a	$\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$
Hexagonal	a = b ≠ c	$\alpha = \beta = 90^{\circ}; \gamma = 120^{\circ}$
Romboédrico ou Trigonal	a = b = c	$\alpha = \beta = \gamma \neq 90^{\circ}$
Monoclínico	a≠b≠c≠a	$\alpha = \gamma = 90^{\circ}; \ \beta \neq 90^{\circ}$
Triclínico	a≠b≠c≠a	$\alpha \neq \beta \neq \gamma$ (todos $\neq 90^{\circ}$ )

Tabela 3.3.3.1: Tipos de células unitárias



Figura 10: Célula unitária com as posições dos eixos e dos ângulos [54]

Os planos em uma rede cristalina podem ser representados pelos índices de Miller (hkl) que são definidos como sendo os recíprocos da fração interceptada entre o plano e os eixos cristalográficos. [19,20]

Quando um determinado plano é paralelo a certos eixos cristalográficos, a intersecção com este eixo só se dará no infinito. Para evitar este problema é utilizado o recíproco da intersecção fracionada sendo, este recíproco considerado como zero quando o plano e o eixo são paralelos entre si.

Os vários conjuntos de planos em uma rede cristalina possuem diferentes valores de espaçamento interplanar. A distância interplanar d<sub>hkl</sub> é função dos índices de planos (hkl) e das constantes cristalográficas (a, b, c,  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ). A estrutura cristalina de um material pode ser determinada através do espaçamento interplanar, intensidades relativas entre as reflexões em conjunto com os dados do JCPDS - ICDD (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards International Centre of Diffraction Data*).
#### 3.3.4 — Difração de Raios X

Os Raios X são radiações eletromagnéticas de mesma natureza que a luz visível, porém, apresentando menor comprimento de onda. Eles estão situados entre os raios gama e ultravioleta no espectro eletromagnético, numa faixa de comprimento de onda entre 0,1 Å a cerca de 700 Å. Os raios X de interesse na difração possuem comprimento de onda na faixa de 0,5 a 2,5 Å.

Hoje em dia, raios X de comprimento de onda bem determinados (produzidos por um tubo de raios x e selecionados por difração), são usados em análises de cristais. Quando este feixe definido difrata em um cristal desconhecido, a medida do(s) ângulo(s) de difração do(s) raio(s) emergente(s) pode elucidar a distância dos átomos no cristal e, consequentemente, a estrutura cristalina.

Na Química, a difração de raios X é usada para se obter características importantes sobre a estrutura de um composto qualquer. Estas informações são geradas pelo fenômeno físico da difração e também da interferência, ou seja, quando os raios incidem sobre um cristal, ocorre a penetração do raio na rede cristalina (difração), assim para que possa medir estas várias difrações é necessário que se amplie a intensidade do raio, ou seja, é necessário que haja interferência construtiva.

O bombardeamento por elétrons ou onda em uma amostra qualquer gera a emissão de raios X que possui uma distribuição contínua de comprimentos de onda além de linhas espectrais constituídas por várias camadas de diferentes intensidades e de comprimentos de onda. A primeira delas é conhecida como radiação contínua e é provocada pela desaceleração dos elétrons do campo colombiano da eletrosfera dos átomos do alvo. As demais linhas, que são características do metal alvo, são denominadas linhas características. Estas linhas estão agrupadas de acordo com as camadas atômicas K, L, M, etc... que juntas formam o espectro característico do metal utilizado como alvo.

Dentre estas linhas características, a camada K apresenta três comprimentos de onda importantes para o uso em difração de raios X que são: K $\alpha$ 1, K $\alpha$ 2 e K $\beta$ 1. Os componentes K $\alpha$ 1 e K $\alpha$ 2 possuem comprimentos de onda muito próximos e difíceis de serem resolvidos e por isso são denominados dubletos ou simplesmente referidos como a linha K $\alpha$ . De menor intensidade e menor comprimento de onda, a linha K $\beta$  pode ser separada da linha K $\alpha$  pelo uso adequado de filtros ou monocromadores.

37

#### 3.3.5 — Lei de Bragg [21]

Quando os raios-X incidem sobre um átomo, eles provocam movimentação na nuvem eletrônica, tal oscilação resulta em formação de uma onda eletromagnética. Estas movimentações atômicas causam uma série de ondas com mesma freqüência (fenômeno conhecido como espalhamento elástico). Tal fenômeno pode ser melhor explicado através da figura 11.



Figura 11: Modelo para a estimativa das distâncias interatômicas [55]

Estas séries de ondas podem apresentar interações coerentes ou incoerentes, desta maneira, é possível análise dos comprimentos de ondas produzidos por nêutrons ou raios-X e também estes resultados podem ser comparados com as distâncias interatômicas sendo tal característica uma excelente ferramenta de ensaio para a estimativa de composição química ou de textura do material. (figura 12)

A interferência é construtiva quando a fase é proporcional a  $2\pi$ , sendo uma condição a lei de Bragg:

Eq (1) 
$$n\lambda = 2d \cdot \sin \theta$$

onde:

- n é um número inteiro
- $\lambda$  é o comprimento de onda
- d é a distância interatômica
- $\theta$  é o ângulo entre os raios incidentes e refletidos



Figura 12: Interferências construtivas (figura da esquerda) ou destrutivas (figura da direita) para o ângulo  $\theta$  [55]

3.3.6 — Figuras de Pólo

As figuras foram primeiramente utilizadas por Wever[22] em 1924 para representar ou tentar descrever as texturas envolvidas em dois materiais laminados a frio (alumínio e ferro).

A figura de pólo representa um mapa das distribuições estatísticas de um selecionado plano (hkl) para um monocristal ou para uma amostra policristalina e retrata uma completa imagem da textura apresentada pelo material [19,20,23-26].

Figuras de pólo são representadas em projeções estereográficas utilizadas para a descrição e análise em cristalografia geométrica onde o cristal está localizado no centro de uma esfera imaginária. Tal esfera é simplesmente uma projeção de pontos de uma superfície hemisférica de uma esfera em um plano paralelo ao plano de direção de laminação (DL) e direção transversal de laminação (DT). O ponto focal da projeção habitualmente definido ao longo da direção normal de laminação (DN).

Como o centro do cristal e da esfera é coincidente, as normais podem ser desenhadas a partir de um centro único de cada plano e serem prolongadas até onde elas são interceptadas pela superfície da esfera. Estas intersecções são denominadas pólos dos planos atômicos e constituem a projeção esférica do cristal conforme mostrado na Figura 13 para um cristal de simetria cúbica.



Figura 13: Projeção estereográfica de um cristal com simetria cúbica [23]

Um importante aspecto desta projeção é a maneira pela quais os ângulos podem ser medidos a partir de coordenadas angulares similares as linhas de latitude e longitude utilizadas no globo terrestre. Os ângulos entre dois pólos atômicos podem ser medidos na projeção como sendo a totalidade do número de graus que atravessam o círculo através dos pólos. Um dispositivo adequado para a medida angular em projeção estereográfica foi desenvolvido pelo cristalógrafo russo Wulff e é apresentada na Figura 14.



Figura 14: Carta de Wulff com intervalos de 2° [23].

Os meridianos (linhas longitudinais) contemplam os grandes círculos que conectam os pólos norte e sul e as linhas de latitude são pequenos círculos que se estendem de um lado a outro, como normalizados para o globo terrestre.

Figuras de pólo diretas ou, simplesmente, figuras de pólo são obtidas pelo método de reflexão de Schulz e pelo método de transmissão, através da técnica de difração de raios X e expressam a distribuição de orientação dos cristais em relação a um plano cristalográfico selecionado.

3.3.7 — Principais orientações cristalográficas na OP de Ligas de Alumínio

As principais orientações cristalográficas das ligas de alumínio podem ser resumidas na tabela 3.3.7.1 e através das figuras de pólo podem ser identificadas nas seguintes posições conforme as figura 15. Estas figuras de pólo são mostradas para o plano de referência na direção (111).

Notação	Indices de Miller {hkl} <uvw></uvw>
C ou cobre S B ou latão Goss Cubo Cubo ND Cubo RD R Q P	{112}<111> {123}<634> {011}<211> {011}<100> {001}<100> {001}<310> {013}<100> {124}<211> {013}<231> {013}<231> {011}<122>

Tabela 3.3.7.1: Principais orientações das ligas de alumínio

















Figura 15: Principais orientações cristalográfica de aluminio de em uma figura de polo: (a) B ou latão, (b) Cobre ou C, (c) Cubo, (d) Cubo ND, (e) Cubo RD, (f) Goss, (g) P, (h) Q, (i) R, (j) S [53]

3.3.7.1 — Função distribuição de Orientações (FDO ou ODF) [27]

A descrição da textura com auxílio de figuras de pólo é muito útil, mas as informações que elas contém são incompletas e semi-quantitativas [28,29]. Uma descrição mais completa da textura pode ser obtida com auxílio da função distribuição de orientações dos cristalitos ou grãos ("crystallite orientation distribution function"; CODF ou simplesmente ODF). Estas funções especificam a freqüência de ocorrência de determinadas orientações em um espaço tridimensional. Este espaço é definido por três ângulos de Euler, os quais constituem um conjunto de três rotações consecutivas que precisam ser aplicadas a cada cristalito para tomar o seu eixo cristalográfico <100> coincidente com o eixo da amostra ou corpo de prova. Existem dois sistemas de notação para os ângulos de Euler. Um foi proposto por Bunge [30, 31], utiliza os ângulos  $\psi$ ,  $\theta \in \phi$ . Os dois sistemas são relacionados pelas equações:

Eq (2-4) 
$$\phi_1 = \pi/2 - \psi$$
;  $\Phi = \theta$ ;  $\phi_2 = \pi/2 - \phi$ 



Figura 16: Definição dos ângulos de Euler segundo Bunge [27]

A ODF, f(g), representada em função dos ângulos de Euler ( $\phi$ 1,  $\Phi$ ,  $\phi$ 2) = g, os quais representam as rotações necessárias que o sistema de coordenadas da amostra, ou seja, direção de laminação, transversal e normal (figura 17).



Figura 17: ODF dos grãos em uma amostra policristalina[27]

A textura é definida pela fração volumétrica que cada orientação possui em função do todo f(g). Esta ODF não pode ser medida diretamente e deve ser calculada através das figuras de pólo.

Eq (5) 
$$dV/V = f(g).dg = f(\phi 1, \Phi, \phi 2).dg$$

Eq (6) dg = 
$$1/8\pi^2 \text{sen}\Phi .d\Phi .d\phi 1.d\phi 2$$

3.3.7.2 — Principais orientações cristalográficas na ODF de ligas de Al

Através da tabela 3.3.7.2.1 podemos representar as principais posições de uma ODF na figura 18.





Cubo





Figura 18: Principais orientações cristalográficas na ODF de ligas de alumínio

Notação	Ângulos de Euler PHi1 PHI Phi2	Indices de Miller {hkl} <uvw></uvw>
C	90° 30° 45°	{112}<111>
S	58° 29° 63°	{123}<634>
B	35° 45° 0°/90°	{011}<211>
Goss	0° 45° 0°/90°	{011}<100>
Cubo	22° 0° 0°/90°	{001}<100>
Cubo ND	22° 0° 0°/90°	{001}<310>
Cubo RD	0° 22° 0°/90°	{013}<100>
R	59° 37° 63°	{124}<211>
Q	45° 15° 10°	{013}<231>
P	70° 45° 0°/90°	{011}<122>

Tabela 3.3.7.2.1: Principais orientações cristalográficas de ligas de Al

#### 3.3.7.3 — Texturas de Recristalização de Ligas de Alumínio

As texturas de recristalização de ligas de alumínio ou de alumínio puro apresentam como característica a presença de componente Cubo [33-35], mas tal textura não é a única presente nestes materiais, uma vez que a textura final de recristalização depende da microestrutura durante a deformação (deformação heterogênea ao longo da espessura, taxa de deformação e etc.) e também da temperatura do processo e da microestrutura inicial da chapa.

As texturas durante os processos de laminação e recristalização [35-37] podem ser descritos em quatro diferentes tipos e com sete tipos diferentes de texturas tabela 3.3.7.3.1.

	Notação	Ângulos de Euler	Indices de Miller	Sítios de Nucleação	40° <111>
		PHi1 PHI Phi2	{hkl} <uvw></uvw>		
	C S B	90° 30° 45° 58° 29° 63° 35° 45° 0°/90°	{112}<111> {123}<634> {011}<211>	X X X	X X X
RECRISTALIZAÇÃO	Goss Cubo Cubo ND Cubo RD R Q P	0° 45° 0°/90° 0° 0° 0°/90° 22° 0° 0°/90° 0° 22° 0°/90° 59° 37° 63° 45° 15° 10° 70° 45° 0°/90°	{011}<100> {001}<100> {001}<310> {013}<100> {124}<211> {013}<231> {013}<122>	Bandas de Cisalhamento Bandas de Transição Partículas Bandas de Transição Contornos de Grão Bandas de Cisalhamento Bandas de Transição	S/B S C B S/C S

Tabela 3.3.7.3.1: Os ângulos de Euler e os Índices de Miller das mais importantes orientações da texturas de alumínio.

Tipo 1: Consiste da componente Cubo {001}<100> e R {124} <211> através dos mecanismos desenvolvidos por Dillamore-Katoh [38].

Este processo parte do princípio de que quando uma amostra de alumínio é deformada a frio resulta na formação de fibra β. Assim ao recristalizar este material, formará núcleos de recristalização que possuem cinéticas de crescimento de subgrãos distintas. Sabendo que os grãos que possuem contornos com orientação 40°<111> tem as maiores taxas de crescimento para o AI, os núcleos que possuem tal orientação crescem mais em relação aos demais e incorporam os núcleos visinhos menores. Assim como conseqüência para esta movimentação deste contorno, a textura formada no interior de tais sub-grãos é a textura com a orientação Cubo ou R.[39-41]

Com relação à influência de átomos em solução sólida, quanto maior a quantidade destes, maior será a dificuldade de movimentação dos contornos dos núcleos recristalizados (cinética de crescimento menor). Desta forma ao se recristalizar AI com elevadas quantidades de átomos em solução sólida, será necessário um tempo maior para que o material possua a mesma textura que um material pouco ligado.

Tipo 2: Este tipo de textura de recristalização se dá através do fato que núcleos de recristalização podem se formar nas bandas de cisalhamento oriundas de deformação desta maneira gera outras orientações no material.



Figura 19: Formação de componentes P e Goss em ligas de alumínio

Explicando melhor este tipo de recristalização, parte do princípio de que um material deformado possui componentes C e S, a partir daí, quando ocorre uma banda de cisalhamento nestas componentes produzirá duas texturas distintas (uma +35°TD e outra -35°TD). A textura +35°TD é a componente Q, e se esta componente for deformada novamente produzirá a textura P. Já quando o desvio se dá -35°TD resulta em {233}<311> e se esta componente for futuramente deformada, surgirá a componente Goss [42;43]. Tal processo é descrito na figura 19.

Tipo 3: Este tipo de recristalização parte do princípio de que materiais que possuem partículas de segunda fase com diâmetro maior de 1  $\mu$ m possui maior facilidade de se recristalizar que de materiais homogêneos.

Tipo 4: Este tipo de textura é a resultante formada por textura Cubo de recristalização com as componentes remanescente de deformação C e S.[44]

A maioria dos tipos 3 e 4 são misturados com as do tipo 1 cujo componente Cubo sendo a com maior intensidade para alumínio recristalizado devido sua alta simetria. A tabela 4 mostra para todas as componentes de recristalização são distintas para as de nucleação e também para crescimento de grão. [45]

3.3.7.4 — Tratamento Sistemático das Texturas de Ligas de Alumínio

Para que haja recristalização é necessário dois mecanismos físicos: nucleação com conseqüentemente crescimento deste núcleo na matriz deformada e movimentação de contorno de grão de região não deformada para regiões deformadas.

Porém na maioria dos casos [46], apenas um destes mecanismos rege a textura dominante. Portanto a recristalização será descrita pela nucleação de muitos núcleos com determinadas orientações ou pela movimentação de contornos de grão. Estes dois mecanismos podem ser mais bem descritos:

- Textura de Nucleação: a textura de nucleação de ligas de alumínio é fortemente dependente da textura pré-existente nos grãos.
- Textura de Crescimento: Assumindo que a matriz granular esta deformada, o crescimento de grão é favorecida (para alumínio) pelas orientações 40º{111} uma vez que apresentam as maiores taxas de movimentação de contornos [47]

3.3.7.5 — Texturas de Laminação a Frio de Alumínio

Amostras de Al ao serem deformadas por laminação a frio apresentam a orientação da componente da fibra  $\beta$  (Cobre {112}<111>, S {123}<634>, Latão {011}<211>, também conhecidos pelas letras C, S, B). Esta fibra pode ser observada na ODF e com a observação 3D desta fibra (figura 20).



Figura 20: Fibra β no alumínio [46]

Com o aumento da deformação a frio associado a um aumento de grau de pureza das chapas de alumínio, aumenta-se a intensidade de da fibra  $\beta$  em todas as séries de chapas de alumínio (conforme os gráficos da figura 21), sendo tal fato uma importante ferramenta a fim de se estimar a textura resultante neste processo de conformação.

Com relação às texturas de cisalhamento em chapas de alumínio laminadas a frio e sem lubrificação, descobri-se que na superfície, podem ocorrer orientações cristalográficas com valores próximos {113} <332>. Tal orientação aparece em uma ODF paralela a  $\varphi$ 1 com valor de  $\Phi$  de 25° e  $\varphi$ 2 de 45°. [48].



Figura 21: Evolução da fibra  $\beta$  com a deformação a frio para diferentes séries de ligas de alumínio [46].

Mao e Sun [49] ao pesquisar texturas heterogêneas de laminação, concluiu para uma amostra de alumínio a textura variava com a espessura da amostra, assim, pode-se notar a influência dos cilindros de laminação na amostra (texturas de cisalhamento durante as deformações plásticas). Os resultados deste experimento podem ser observados na figura 22.



Figura 22: Variação da textura com a espessura para chapas de alumínio [49]

O valor s = 0 significa região central da espessura da amostra ao passo que o valor de s = 1 indica a superfície da mesma.

## 4 — Materiais, Equipamentos e Metodologia Adotada.

#### 4.1 — Materiais

Foram utilizados os seguintes materiais para a realização desta dissertação de mestrado.

- Chapa de alumínio AA5052 recozida com 4,20 mm de espessura;
- Chapa de alumínio AA 1100 H14 com 2,95 mm de espessura;
- Escova para esmeril;
- 2 Termopares;
- Lixas d'água de # 600 e # 1200;
- Resina Epofix para embutimento a frio da amostra;
- 1 litro de ácido perclórico para ataque e polimento eletroquímico;
- Solução diamantada Struers de 9 μm, 3 μm e 1 μm;
- Pano de polimento;

#### 4.2 — Equipamentos

Foram utilizados os seguintes materiais para a realização desta dissertação de mestrado.

- Moto esmeril Ferrari de 1/2 hp ;
- Medidor de temperatura FLUKE 52;
- Paquímetros, micrometros e demais instrumentos de medição dimensionais;
- Forno Lindberg Blue para tratamento térmico em banho de sal, do departamento de metalurgia da EPUSP (figura 23);



Figura 23: Forno Lindberg Blue

- Prensa KRATOS de 10 toneladas de carga máxima, do departamento de metalurgia da EPUSP;
- Laminador industrial duo com diâmetro de cilindros de 288 mm, do departamento de metalurgia da EPUSP (figura 24);



Figura 24: Laminador industrial duo

- Microdurômetro;
- Goniômetro de Difração de Raios X com filamento de tungstênio e filtro de Mo (λ = 0,7093Å) modelo Rigaku, do IPEN (figura 25);



Figura 25: Goniômetro de Raios-X

- Máquina de corte a arco elétrico Servomet SMD Metal Research Cambridge para a realização dos discos de Transmissão, do IPEN;
- Tecnopol 3 Struers, para a realização do furo no microscópio de transmissão
- Microscópio Eletrônico de Transmissão de filamento termiônico de tungstênio, do IPEN (figura 26);



Figura 26: Microscópio de Transmissão

 Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) Cambridge Steroscan 240 com filamento termiônico de tungstênio com 20KV, do departamento de metalurgia da EPUSP (figura 27),



Figura 27: Microscópio de Varredura

4.3 — Métodos Experimentais

Para a realização desta dissertação de mestrado foram realizadas as seguintes etapas:

4.3.1 — Laminação com tratamento térmico intermediário das amostras de alumínio AA5052 e AA1100 (figura 28)

- 1.1. Para a laminação das amostras se utilizou o laminador duo, com velocidade constante de 31,199 m/s. Durante o processo de laminação, as amostras foram deformadas conforme a tabela 1, sem lubrificação e com escovamento prévio na superfície de junção entre as amostras. Deve-se salientar que as reduções por passes são próximas a 50%.
- 1.2. Após cada passe de laminação, houve a remoção da região inicial e final das tiras de alumínio tanto para AA 1100 como também para AA5052. Também se deve salientar que foi medida a redução da espessura das amostras com a utilização de micrômetro.

AA 5052						
	Espessura	Redução	Redução	Deformação Real	Deformação Real	Taxa de
	(mm)	por Passe	Total	Efetiva por Passe	Efetiva Total	Deformação (1/s)
Fábrica	4,20	0,0%	0,0%	0,0%	0,00	0,00
Inicial	1,85	56,0%	56,0%	94,3%	0,82	26,65
02 camadas	2,07	50,7%	75,4%	66,8%	1,40	22,67
4 camadas	2,18	47,3%	87,0%	73,8%	2,04	22,83
08 camadas	2,20	49,5%	93,5%	78,7%	2,73	23,19
16 camadas	2,16	50,9%	96,8%	81,8%	3,44	23,69
32 camadas *	1,95	54,9%	98,5%	91,5%	4,23	25,75
64 camadas *	1,95	50,0%	99,3%	79,7%	4,93	24,74
AA 1100						
	Espessura	Redução	Redução	Deformação Real	Deformação Real	Taxa de
	(mm)	por Passe	Total	Efetiva por Passe	Efetiva Total	Deformação (1/s)
Fábrica	2 95	30.0%	0.0%	0.0%	0.35	XXXXXXXXXXXXXX
	2,95	50,070	0,070	0,070	0,00	~~~~~
Inicial	1,99	52,5%	52,5%	85,6%	0,74	37,9
Inicial 02 camadas	1,99 2,05	52,5% 48,5%	52,5% 75,5%	85,6% 76,3%	0,74	37,9 23,8
Inicial 02 camadas 4 camadas	2,95 1,99 2,05 1,85	52,5% 48,5% 54,9%	52,5% 75,5% 89,0%	85,6% 76,3% 91,5%	0,74 0,74 1,41 2,20	37,9 23,8 26,4
Inicial 02 camadas 4 camadas 08 camadas	2,33 1,99 2,05 1,85 1,77	52,5% 48,5% 54,9% 52,2%	52,5% 75,5% 89,0% 94,7%	85,6% 76,3% 91,5% 84,8%	0,74 0,74 1,41 2,20 2,94	37,9 23,8 26,4 26,4
Inicial 02 camadas 4 camadas 08 camadas 16 camadas	2,93 1,99 2,05 1,85 1,77 1,80	52,5% 48,5% 54,9% 52,2% 49,2%	52,5% 75,5% 89,0% 94,7% 97,3%	85,6% 76,3% 91,5% 84,8% 77,8%	0,74 0,74 1,41 2,20 2,94 3,62	37,9 23,8 26,4 26,4 26,4 25,6
Inicial 02 camadas 4 camadas 08 camadas 16 camadas 32 camadas *	2,93 1,99 2,05 1,85 1,77 1,80 1,70	52,5% 48,5% 54,9% 52,2% 49,2% 52,8%	52,5% 75,5% 89,0% 94,7% 97,3% 98,7%	85,6% 76,3% 91,5% 84,8% 77,8% 86,3%	0,74 0,74 1,41 2,20 2,94 3,62 4,37	37,9 23,8 26,4 26,4 25,6 27,1
Inicial 02 camadas 4 camadas 08 camadas 16 camadas 32 camadas * 64 camadas *	2,93 1,99 2,05 1,85 1,77 1,80 1,70 1,70	52,5% 48,5% 54,9% 52,2% 49,2% 52,8% 50,0%	52,5% 75,5% 89,0% 94,7% 97,3% 98,7% 99,4%	85,6% 76,3% 91,5% 84,8% 77,8% 86,3% 79,7%	0,74 1,41 2,20 2,94 3,62 4,37 5,06	37,9 23,8 26,4 26,4 25,6 27,1 26,5
Inicial 02 camadas 4 camadas 08 camadas 16 camadas 32 camadas * 64 camadas *	1,99 2,05 1,85 1,77 1,80 1,70 1,70	52,5% 48,5% 54,9% 52,2% 49,2% 52,8% 50,0%	52,5% 75,5% 89,0% 94,7% 97,3% 98,7% 99,4%	85,6% 76,3% 91,5% 84,8% 77,8% 86,3% 79,7%	0,74 0,74 1,41 2,20 2,94 3,62 4,37 5,06	37,9 23,8 26,4 26,4 25,6 27,1 26,5
Inicial 02 camadas 4 camadas 08 camadas 16 camadas 32 camadas * 64 camadas *	2,93 1,99 2,05 1,85 1,77 1,80 1,70 1,70 0ssuem tra	52,5% 48,5% 54,9% 52,2% 49,2% 52,8% 50,0%	52,5% 75,5% 89,0% 94,7% 97,3% 98,7% 99,4%	85,6% 76,3% 91,5% 84,8% 77,8% 86,3% 79,7%	0,74 1,41 2,20 2,94 3,62 4,37 5,06	37,9 23,8 26,4 26,4 25,6 25,6 27,1 26,5

Tabela 1: Dados de laminação das amostras de alumínio

- 1.3. O material de fábrica e inicial (tabela 1) apresentam apenas uma camada ou folha de alumínio, os demais ciclos apresentaram 2<sup>(n-1)</sup> camadas de alumínio (onde n é o número de passes sofrido pelo material).
- 1.4. O tratamento térmico intermediário foi realizado para as amostras com uma deformação efetiva de 3,44 tanto de AA1100 com também para AA5052, em banho de sal com temperatura constante de 473 K e com tempos de 5 minutos. <u>Assim todas as amostras 32 camadas e 64 camadas possuem este tratamento térmico intermediário.</u>
- 1.5. O controle de temperatura, durante os tratamentos térmicos intermediários, foi acompanhado através de termopares com a utilização do medidor FLUKE 52.



Figura 28: Esquema de processo de laminação das amostras de AA 1100 e AA 5052

4.3.2 — Realização das experiências para a caracterização das propriedades mecânicas destes materiais.

Após as amostras de alumínio terem sido laminadas, foi realizada a caracterização das propriedades mecânicas através de ensaios de microdureza e ensaios de tração, bem como propriedades microestruturais e químicas através da caracterização em MEV – EDS, MET, e DRX.

Com isso, foram realizadas as experiências para a caracterização químicas e físicas; bem como uma análise evolutiva das propriedades destas amostras.

4.3.2.1 — Escolha da temperatura de tratamento térmico intermediário.

Durante o processo de laminação das amostras de AA 5052, observou-se que tais amostras não "suportavam" deformações reais acima de 3,4. Então para que houvesse prolongamentos experimentais foi realizado um tratamento térmico para alívio de deformação para este material deformado.

Como o objetivo deste trabalho é a produção de materiais com tamanhos de grão menores que um micrômetro, o tratamento térmico intermediário deveria ser a uma temperatura onde houvesse apenas recuperação com crescimento de grãos desprezíveis.

A partir deste fato, realizou-se uma experiência de tratamento térmico para a previsão de qual temperatura a chapa de AA 5052 começa o processo de recristalização.

Desta forma, foi escolhida a amostra de AA 5052 com uma deformação real de 1,41 para a previsão da temperatura de recristalização. E para se estimar esta temperatura, utilizou ensaio de microdureza como estimativa desta temperatura.

Quanto às metodologias experimentais, para o tratamento térmico foi utilizado banho de sal do forno Lindberg Blue com a utilização um sistema de monitoramento de temperatura formado por termopares e medidor FLUKE 52. As temperaturas analisadas formam de 423 K, 473 K e 523 K para tempos de 1, 2, 3, 5, 10, 20, 30, 60, 120 minutos em todas as temperaturas.

Após a realização do tratamento térmico, as amostras foram embutidas em resina Epofix, depois lixadas diretamente em lixas 600 mesh e finalmente serem finalmente polidas através de polimento eletroquímico na máquina Tecnopol Struers com solução a base de ácido perclórico com a seguinte composição química:

- 8,0 % ácido perclórico;
- 70% álcool anidrido (99,6%)
- 12% de água destilada
- 10% de butilglicol

Assim pôde ser medida a microdureza HV destas amostras, que foi realizada através da utilização do microdurômetro com de 100g de carga e 10 medidas de dureza por amostra.

## 4.3.2.2 — Variação da Microdureza em Função do Tempo de Tratamento Térmico a 473 K para Amostra AA 1100 com Deformação Real de 3,6

Nesta experiência foram medidas as microdurezas das amostras de AA 1100 com uma deformação real de 3,6 no microdurômetro (descrito no capítulo 4.2), para os seguintes tempos: 1, 3, 5, 10, 20, 30, 60 e 120 minutos.

A preparação das amostras para medição da microdureza Vickers HV foi semelhante à descrita no capítulo 4.3.2.1, com utilização dos mesmos parâmetros descritos neste capítulo.

## 4.3.2.3 — Levantamento da Curva de Fator Delta Dieter em Função da Redução Real das Amostras de AA 5052

O levantamento desta curva de fator delta Dieter [56] é para a averiguação se o modelo de deformação é homogêneo, isto é, se não há gradiente de deformação ao longo da espessura da amostra laminada. Este valor é calculado através da equação 5 sendo que quando este valor é menor que a 1 significa que o modelo de deformação é planar (homogêneo). Não tendo, portanto gradiente de deformações ao longo da espessura da amostra. Tal curva é levantada usando os valores mostrados da tabela 1.

EQ (5) 
$$(2-r) \times \left(\sqrt{\frac{Ho}{(2Dr)}}\right)$$

onde: r é a redução por passe,

Ho é a espessura da amostra antes do passe,

D é o diâmetro do cilindro de laminação;

4.3.2.4 — Evolução da Microdureza Vickers HV em Função da Deformação para as Amostras AA 5052

Nesta experiência foram medidas as microdurezas das amostras de AA 5052 no microdurômetro, descrito no capítulo 4.2, para os seguintes espécimes: material de fábrica, inicial, 2 camadas, 4 camadas, 8 camadas, 16 camadas, 16 camadas tratadas termicamente em banho de sal a 473 K por 300 segundos, 32 camadas, 64 camadas e 64 camadas com tratamento térmico em banho de sal a 473 K por 5 minutos.

Mas para a realização da análise de microdureza, antes se faz necessário de embutimento, lixamento, polimento eletroquímico bem como medição de microdureza das amostras. Então tais etapas foram realizadas de maneira semelhante à descrição do capítulo 4.3.2.1.

## 4.3.2.5 — Diferenças de Microdureza entre Centro e Borda da Espessura da Amostras de AA5052

Nesta experiência foram medidas as microdurezas tanto na borda como no centro das espessuras das amostras, utilizando o microdurômetro, descrito no capítulo 4.2 para as seguintes espécimes: material de fábrica, 4 camadas, 16 camadas, 32 camadas, 64 camadas com tratamento térmico em banho de sal a 473 K para um tempo de 300 segundos.

Para a realização da análise de microdureza, antes se faz necessário de embutimento, lixamento, polimento eletroquímico bem como medição de microdureza das amostras. Então tais etapas foram realizadas de maneira semelhante à descrição do capítulo 4.3.2.1 para as amostras descritas no parágrafo acima na região central e borda da espessura.

Tal ensaio é importante para a caracterização prática se há gradiente de deformação ao longo da espessura da amostra. Uma vez que quanto maior a dureza, maior é a deformação do material.

#### 4.3.2.6 — Possível Redução do Tamanho de Grão da Amostra AA 5052

Este prática experimental foi uma suposição para a redução do tamanho de grão através das relações de Hall-Petch, utilizaram-se então as amostras recozidas de (material de fábrica, 16 camadas tratadas termicamente e 64 camadas).

Assim, supondo que nestas amostras tratadas termicamente a densidade de discordâncias tem aproximadamente a mesma ordem de grandeza, o aumento da microdureza em questão se fará graças a diminuição do tamanho de grão.

As etapas de preparação de amostra como: embutimento, lixamento, polimento eletroquímico bem como medições de microdureza foram realizadas de maneira semelhante à descrição do capítulo 4.3.2.1.

# 4.3.2.7 — Evolução da Microdureza Vickers (HV) em Função da Deformação Real de AA 1100 Durante a Laminação

Nesta experiência foram medidas as microdurezas das amostras de AA 1100 no microdurômetro, (descrito no capítulo 4.2), para as seguintes amostras: material de fábrica, inicial, 2 camadas, 4 camadas, 8 camadas, 16 camadas, 16 camadas tratadas termicamente em banho de sal a 473 K por 300 segundos, 32 camadas, 64 camadas e 64 camadas com tratamento térmico em banho de sal a 473 K por 300 segundos.

As etapas de preparação de amostra como: embutimento, lixamento, polimento eletroquímico bem como medições de microdureza foram realizadas de maneira semelhante à descrição do capítulo 4.3.2.1.

## 4.3.2.8 — Levantamento da Curva de Fator Delta Dieter em Função da Redução Real das Amostras de AA 1100

O levantamento desta curva de fator delta Dieter é para a averiguação se o modelo de deformação é homogêneo, isto é, se não há gradiente de deformação ao longo da espessura da amostra laminada. Este valor é calculado através da equação 5 sendo que quando este valor é menor que a 1 significa que o modelo de deformação é planar (homogêneo). Não tendo, portanto gradiente de deformações ao longo da espessura da amostra. Tal curva é levantada usando os valores mostrados da tabela 1.

EQ (5) 
$$(2-r) \times \left(\sqrt{\frac{Ho}{(2Dr)}}\right)$$

onde: r é a redução por passe,

Ho é a espessura da amostra antes do passe,

D é o diâmetro do cilindro de laminação;

## 4.3.2.9 — Diferenças de Microdureza entre Centro e Borda da Espessura da Amostras de AA1100

Nesta experiência foram medidas as microdurezas tanto na borda como no centro da espessura da amostra, utilizando o microdurômetro (descrito no capítulo 4.2), para as seguintes amostras de AA 1100: material de fábrica, 2 camadas, 16 camadas, 16 camadas tratadas termicamente a 473 K, 64 camadas e 64 camadas com tratamento térmico em banho de sal a 473 K para um tempo de 300 segundos.

As etapas de preparação de amostra como: embutimento, lixamento, polimento eletroquímico bem como medições de microdureza foram realizadas de maneira semelhante à descrição do capítulo 4.3.2.1. Embora medidas de microdureza Vickers tenham sido retiradas da posição central e borda das amostras ao longo da espessura.

Como mencionado anteriormente tal ensaio é uma importante ferramenta para a constatação se há gradiente de deformação ao longo da espessura da amostra.

#### 4.3.2.10 — Possível Redução do Tamanho de Grão da Amostra AA 1100

Este prática experimental foi uma suposição para a redução do tamanho de grão através das relações de Hall-Petch, utilizaram-se então as amostras recozidas de (material de fábrica, 16 camadas tratadas termicamente e 64 camadas).

Assim, supondo que nestas amostras tratadas termicamente a densidade de discordâncias tem aproximadamente a mesma ordem de grandeza, o aumento da microdureza em questão se fará graças a diminuição do tamanho de grão.

As etapas de preparação de amostra como: embutimento, lixamento, polimento eletroquímico bem como medições de microdureza foram realizadas de maneira semelhante à descrição do capítulo 4.3.2.1.

4.3.2.11 — Comparação da Microdureza (HV) entre Laminações Industrial e Acumulativa para as ligas AA5052 e AA 1100

61

A simulação de uma laminação industrial foi realizada no intuito de se comparar os valores de microdureza de um material processado por meio da técnica de laminação acumulativa e outro por reduções adotadas industrialmente. Tal comparação poderá ser um indicativo sobre a redução do tamanho de grão já que se conhece que quando há redução deste valor, existe aumento do valor do limite de escoamento e consequentemente da microdureza.

4.3.2.12 — Evolução da Textura com a Deformação de AA 5052

Para a realização desta experiência foi utilizado do goniômetro de raios X e amostras com as seguintes dimensões: espessura x 10 x 15 mm. A irradiação de Mo penetrou cerca de 15µm na amostra analisada[14].

Durante a preparação de tais amostras foi utilizado diretamente polimento em lixas de 600 mesh e área analisada foi a região superficial da amostra.

As amostras para esta experiência em especial formam todas de AA 5052, sendo os seguintes materiais: material de fábrica, inicial, 16 camadas, 16 camadas tratadas termicamente, 32 camadas, 64 camadas tratadas termicamente.

Os resultados desta experiência serão dados e gráficos mostrando a variação das intensidades das principais componentes de texturas destes materiais.

4.3.2.13 — Evolução da Textura com a Deformação de AA 1100

O goniômetro de raios X e a preparação das amostras formam idênticos os realizados no capítulo 4.3.2.11, sendo os resultados serão apresentados na forma de ODF, OP e gráficos das principais componentes.

As amostras para esta análise foram todas da liga AA 1100, sendo as seguintes: material de fábrica, passe inicial, 16 camadas, 16 camadas tratadas termicamente em banho de sal a 473K por 300 segundos, 32 camadas e 64 camadas tratadas termicamente.

4.3.2.14 — Variação de Textura com a Espessura para AA1100

O goniômetro de raios X e a preparação das amostras foram idênticos aos realizada no capítulo 4.3.2.11, sendo os resultados serão apresentados na forma de

ODF, OP e gráficos das principais componentes. Mas neste caso foram retiradas amostras na região central e da borda do material.

As amostras para esta análise foram todas da liga AA 1100, sendo as seguintes: material de fábrica, passe inicial, 02 camadas. A região analisada foi tanto a região central (através de polimento em lixa 600 mesh até o meio da espessura e ataque para eliminar a camada deformada) como também a região superficial da amostra.

4.3.2.15 — Variação de Textura com a Temperatura de Recozimento de AA 1100

O goniômetro de raios X e a preparação das amostras foram idênticos aos realizada no capítulo 4.3.2.11, sendo os resultados serão apresentados na forma de ODF, OP e gráficos das principais componentes.

As amostras para esta análise foram todas da liga AA 1100 com 16 camadas de alumínio, sendo submetidas a um tratamento térmico em banho de sal de 300 segundos para as seguintes temperaturas: 473K, 523K, 577K, 623K e 677K.

### 4.3.2.16 — Variação de Textura em Função do Tempo de Recozimento a 523K de AA 1100

O goniômetro de raios X e a preparação das amostras foram idênticos aos realizada no capítulo 4.3.2.11, sendo os resultados serão apresentados na forma de ODF, OP e gráficos das principais componentes.

As amostras para esta análise foram todas da liga AA 1100 com 4 camadas de alumínio (Deformação real total de 2,04), sendo submetidas a um tratamento térmico em banho a 523K para os seguintes tempos: 0,0Ks, 0,3 Ks, 0,9 Ks, 1,8 Ks, 2,7 Ks e 3,6 Ks.

4.3.2.17 — Evolução da Curva Tensão versus Deformação para Amostras Deformadas de AA 1100

Neste ensaio foram levantadas curvas de tensão real versus deformação real das amostras de alumínio AA 1100 com diferentes deformações. Tais amostras foram tracionadas na máquina KRATOS, sendo os corpos de prova para o ensaio de

tração foram produzidos conforme a norma ASTM B557M – 06 – 64 na escala reduzida de tamanho (esquema da figura 29). Utilizou-se corte em jato d'água para a confecção das amostras para a prevenção da ocorrência de tratamentos térmicos nesta etapa experimental.



Siglas	Dimensões
	(mm)
G - Comprimento de reparo	25
W - Largura	6
T - Espessura	espessura
R - Raio do filet	6
L - Comprimento total	100
A - Comprimento da Zona de Redução	32
B - Comprimento da Posição da Garra	30
C - Largura da Posição da Garra	10

Figura 29: Medidas para a amostra no ensaio de tração

Os materiais foram os seguintes para esta experiência: material de fábrica, passe inicial, 02 camadas e 04 camadas. Através destas experiências foi possível a estimativa dos valores de limite de escoamento, limite de resistência e deformação real máxima para estes materiais.

Durante o ensaio de tração se adotou a velocidade de avanço de 1 mm por minuto durante o ensaio.

## 4.3.2.18 — Evolução da Curva Tensão versus Deformação para Amostras de AA 1100 com 04 camadas Tratadas termicamente a 523K

As amostras com 04 camadas de AA 1100 foram tratadas termicamente em banho de sal a 523K para tempos de: 0,9 Ks, 1,8 Ks, 2,7 Ks e 3,6 Ks. Tais corpos de prova foram cortados conforme a norma descrita no capítulo 4.3.2.16 e ensaiados

com uma velocidade de avanço de 1 mm por minuto. A velocidade de avanço do equipamento também foi de 1 mm por minuto nesta experiência.

Neste ensaio se utilizou as seguintes amostras descritas no parágrafo acima para o levantamento da curva de tensão real versus deformação real a fim de que se possa constatar a o comportamento dúctil / frágil destes materiais.

4.3.2.19 — Determinação das Composições Químicas dos Precipitados de AA5052

Foi realizada uma análise de EDS no MEV para a determinação das composições químicas dos precipitados da liga de AA 5052 oriundas do material de fábrica. Também foi realizada uma análise morfológica da amostra

Quanto à preparação da amostra, foi realizado polimento em soluções diamantadas de  $9\mu$ m,  $3\mu$ m e  $1\mu$ m e posteriormente uma análise de EDS no MEV em BSE.

4.3.2.20 — Determinação do Tamanho de Grão de Amostras com 64 camadas

Foi utilizado MET para a determinação do tamanho médio de grãos das amostras de AA 5052 e AA 1100 com 64 camadas de alumínio. Tais amostras foram polidas em lixas 600 mesh até uma espessura de 100 µm, posteriormente cortadas em discos de 3 mm no equipamento Servomet SMD Metal Research Cambridge e finalmente "furadas" através de ataque químico (80% álcool anidrido e 20% acido perclórico) no equipamento Tecnopol 3 Struers. Após a preparação das amostras, utilizou-se o MET para a realização de uma imagem microestrutural, e a partir desta imagem, foi possível uma estimativa do tamanho médio de grãos através da norma ASTM E112 (interceptações por comprimento).

### 5 — Resultados e Discussões

Neste capítulo serão apresentados os resultados das experiências previamente descritas no capítulo 4.3.

5.1 — Escolha da temperatura de tratamento térmico intermediário

Conforme a descrição do capítulo 4.3.2.1 foi utilizada amostras de AA 5052 para a realização desta experiência tendo como resultado os gráficos 5 e 6 de microdureza HV em função do tempo para temperaturas de recozimento: 423 K, 473 K e 523K.



Gráfico 5: Variação de microdureza HV em função do tempo recozimento para liga AA 5052



Gráfico 6: Variação de microdureza HV em função do tempo recozimento da liga AA 5052

Pode-se notar tanto no gráfico 5 quanto no gráfico 6 que durante o tratamento térmico deste material a microdureza média estabiliza (valor constante) com tempos de aproximadamente 4 minutos de tratamento para todas as temperaturas de tratamento.

Quanto ao tratamento a 523 K, conclui-se que apenas nesta temperatura há ocorrência do fenômeno de recristalização, visto que as amostras tratadas termicamente a esta temperatura atingiram uma redução de microdureza que as demais amostras não atingiram mesmo para tempos longos (7200 segundos).

Desprezando crescimento de grão para estas temperaturas devido a baixa cinética de crescimento; outro ponto importante de que apenas a temperatura de 523K possui recristalização, é o fato de que as durezas das amostras a 423 K e 473 K tendem a um mesmo valor para tempos longos de tratamento (7200 segundos) o quê evidência basicamente um regime de alívio de tensão: recuperação.

5.2 — Variação da Microdureza em Função do Tempo Para Tratamento Térmico a 473K da Amostra AA 1100 com Deformação Real de 3,6

Conforme anteriormente descrito no capítulo 4.3.2.2, nesta experiência foi utilizada amostras de AA 1100 com uma deformação real total de 3,6. O tratamento foi realizado em banho de sal para tempos de 60, 180, 300, 600, 1200, 1800, 3600 e 7200 segundos. Os resultados de redução de microdureza em função do tempo são descritos nos gráficos 7 e 8.

A influência a energia de defeito de empilhamento EDE na recristalização é direta já que quanto menor for o valor da EDE menor será a mobilidade das discordâncias dentro do grão (menor a recuperação) e, portanto maior a tendência de alivio de tensão através da recristalização.

Na temperatura de 473 K não há a ocorrência do fenômeno de recristalização, uma vez que a liga de AA 5052 (menor EDE) não apresentou indícios de recristalização a esta temperatura (capitulo 5.1).



Gráfico 7: Microdureza da amostra da AA 1100 deformada em função do tempo de recozimento a uma temperatura de 473 K



Gráfico 8: Microdureza da amostra da AA 1100 deformada em função do tempo de recozimento a uma temperatura de 473 K

A partir dos gráficos 7 e 8 observa-se que a cinética de recuperação deste material acontece para tempos inferiores de 300 segundos. Este fato pode ser explicado pelo alto grau de pureza desta liga associado pelo elevado valor de EDE apresentado pelas ligas de Al.

5.3 — Levantamento da Curva de Fator Delta Dieter Durante a Laminação de AA5052

Através das informações descritas no capitulo 4.3.2.3, pode-se levantar o gráfico 8. Deste gráfico 9, observa-se que para todos os passes de laminação o fator delta ficou abaixo de 1, sendo este fato um modelo matemático de que a laminação realizada se fez em regime homogêneo, ou seja, não houve gradiente de deformação ao longo da espessura das amostras laminadas.

Assim, como o regime de laminação foi homogêneo, é possível uma previsão de que não há gradiente de deformação ao longo da espessura da amostra e, portanto, não houve alteração na densidade de discordâncias ao longo da espessura do material.



Gráfico 9: Fator Delta Dieter para amostra de AA 5052

5.4 — Evolução da Microdureza Vickers HV em Função da Deformação para as Amostras AA 5052

Através da descrição realizada no capitulo 4.3.2.4; os resultados da evolução da microdureza HV para as amostras de AA 5052 são apresentados pelo gráfico 10.

Deste gráfico, notar-se que com o aumento da deformação se aumenta a microdureza (conclusão óbvia devido ao aumento da densidade de discordâncias) e também se observa que com tratamentos térmicos de intermediários, a microdureza HV retorna a valores próximos aos do passe anterior da amostra termicamente tratada, como por exemplo: a dureza da amostra 16T ou 64T são semelhantes as durezas de 8 camadas e de 32 camadas respectivamente.

Já que a 473 K este material apresenta apenas fenômenos de recuperação e considerando que durante o tratamento térmico a densidade de discordâncias das amostras tratadas seja semelhante, estima-se que o aumento de microdureza das amostras em questão, não se dá apenas através do aumento da densidade de discordâncias, mas através do refino do tamanho de grão (relações de Hall-Petch).



Gráfico 10: Evolução das Microdurezas com Deformação de AA 5052

5.5 — Diferenças de Microdureza entre Centro e Borda da Espessura da Amostras de AA5052

A metodologia para esta experiência foi descrita no capítulo 4.3.2.5, sendo os resultados para esta apresentados pelo gráfico 11. Tal experiência prática, de medição de microdureza em função da espessura da amostra, proporciona uma verificação real do modelo matemático apresentado por Dieter quanto ao regime de laminação.

A partir então do gráfico 11, observa-se que as microdurezas HV ao longo da espessura, não apresentam variações de módulo (devido ao desvio padrão dos resultados).

Assim, ao se comparar os resultados experimentais com o modelo matemático proposto por Dieter, conclui-se que o modelo é válido para este material

e a laminação das amostras foi realizada sob regime homogêneo (sem gradiente de deformação ao longo da espessura).



Gráfico 11: Variação de Microdureza entre Borda e Centro na região da espessura da liga AA5052 para diversas deformações

5.6 — Possível Redução do Tamanho de Grão da Amostra AA 5052

A metodologia para esta experiência foi descrita no capítulo 4.3.2.6, sendo os resultados para esta apresentados pelo gráfico 12.

Assim, considerando que a densidade de discordâncias possui mesma ordem de grandeza para todas as amostras recozidas, o aumento de microdureza destas não será devido à deformação, mas sim devido à diminuição do tamanho de grão (relações de Hall-Petch).


Gráfico 12: Possível redução do tamanho de Grão para AA 5052

5.7 — Evolução da Microdureza Vickers (HV) em Função da Deformação Real de AA 1100 Durante a Laminação

A metodologia para esta experiência foi descrita no capítulo 4.3.2.7, sendo os resultados para esta apresentados pelo gráfico 13.

Deste gráfico 13, notar-se que com o aumento da deformação se aumenta a microdureza e também se observa que com os tratamentos térmicos de intermediários, a microdureza HV retorna a valores próximos aos do passe anterior da amostra termicamente tratada, como por exemplo: a dureza da amostra 16T ou 64T são semelhantes as durezas de 8 camadas e de 32 camadas respectivamente.

Já que a 473 K este material apresenta apenas fenômenos de recuperação e considerando que durante o tratamento térmico a densidade de discordâncias das amostras tratadas seja semelhante, estima-se que o aumento de microdureza das amostras em questão não se dá apenas através do aumento da densidade de discordâncias, mas também através do refino do tamanho de grão (relações de Hall-Petch).



Gráfico 13: Evolução da microdureza das ligas de AA 1100 com a deformação

5.8 — Levantamento da Curva de Fator Delta Dieter em Função da Redução Real das Amostras de AA 1100

Através das informações descritas no capitulo 4.3.2.8, podemos levantar o gráfico 13. Deste gráfico 14, observa-se que para todos os passes de laminação o fator delta ficou abaixo de 1, através disso, pode-se supor que laminação fora realizada em regime homogêneo (não há gradiente de deformação ao longo da espessura).

Assim, como o regime de laminação foi homogêneo, é possível uma previsão de que não houve gradiente de deformação ao longo da espessura da amostra e, portanto, não houve alteração na densidade de discordâncias ao longo da espessura do material.



Gráfico 14: Fator Delta para as amostras de AA 1100

5.9 — Diferenças de Microdureza entre Centro e Borda da Espessura da Amostras de AA1100

A metodologia para esta experiência foi descrita no capítulo 4.3.2.9, sendo os resultados apresentados pelo gráfico 15. Tal experiência prática, de medição de microdureza em função da espessura da amostra, proporciona uma verificação real do modelo matemático apresentado por Dieter quanto ao regime de laminação.

A partir do gráfico 15, observa-se que as microdurezas HV ao longo da espessura não apresentam variações de módulo (devido ao desvio padrão dos resultados).

Assim, ao se comparar os resultados experimentais com o modelo matemático proposto por Dieter, conclui-se que o modelo é válido para este material e a laminação das amostras foi realizada sob regime homogêneo (sem gradiente de deformação ao longo da espessura).



Gráfico 15: Variação de microdureza em função da espessura da amostra

5.10 — Possível Redução do Tamanho de Grão da Amostra AA 1100

A metodologia para esta experiência foi descrita no capítulo 4.3.2.10, sendo os resultados para esta apresentados pelo gráfico 16.



Gráfico 16: Possível Evolução do tamanho de grão através da microdureza

Assim, considerando que a densidade de discordâncias possui mesma ordem de grandeza para todas as amostras recozidas, o aumento de microdureza destas não será devido à deformação, mas sim devido à diminuição do tamanho de grão (relações de Hall-Petch).

5.11 — Levantamento da Curva da Evolução de Microdureza para Laminações Industriais de AA1100 e AA5052.

Através das informações descritas no capitulo 4.3.2.11, pode-se a realizar comparação entre a laminação industrial e a técnica de laminação acumulativa por meio da evolução da microdureza que as ligas de AA1100 e AA 5052. Os gráficos 17 e 18 mostram esta comparação para as ligas AA 5052 e AA1100 respectivamente.



Gráfico 17: Comparação entre a Laminação Industrial e Acumulativa para a liga AA5052.

Através do gráfico 17 não se pode afirmar que há uma diferença de microdureza (HV) entre os dois tipos de laminação. Tal fato provavelmente se dá devido às baixas deformações envolvidas nestes processos de laminação e assim o aumento da microdureza se faz em maior intensidade pelo aumento da densidade de discordâncias e não pela diminuição do tamanho de grão.



Gráfico 18: Comparação entre a Laminação Industrial e Acumulativa para a liga AA1100.

A partir do gráfico 18 não é possível afirmar que a laminação acumulativa resulta em refino de tamanho de grão uma vez que os erros de medição equivalem os dois resultados.

#### 5.12 — Evolução da Textura com a Deformação de AA 5052

Conforme a descrição realizada no capítulo 4.3.2.12 foi realizado ensaio de macrotextura para as amostras com diferentes intensidades de deformação tendo como resultados as ODF e OP apresentadas no anexo 1 e as principais projeções na figura 30.

Através da figura 31, observa-se que em todas as amostras apresentam fibra de cisalhamento ( $\Phi$  = 18°;  $\varphi$ 2 = 45° e  $\varphi$ 1 = 0° - 90°) uma vez que ensaios se

realizaram na superfície da amostra e possivelmente ocorreu cisalhamento entre o cilindro de laminação e a amostra em questão tanto para a laminação em laboratório quanto durante o passe de encruamento na fábrica. Deve salientar que durante os ensaios laboratoriais de laminação não se usou lubrificante.





Figura 30: Principais projeções de ODF, (A) material de fábrica, (B) passe inicial, (C) 16 camadas, (D) 16 camadas com tratamento térmico, (E) 32 camadas, (F) 64 camadas com tratamento térmico.

Outro ponto importante referente à fibra de cisalhamento, é que a intensidade permanece constante depois de um passe de laminação a frio e após tratamentos térmicos há apenas uma pequena redução de intensidade. Tal fato pode ser visto comparando as amostra fábrica com inicial e 32 camadas com 16 camadas tratadas termicamente.

Com relação a componente S da fibra  $\beta$ , a intensidade desta componente permaneceu praticamente constante (valor médio de 5) para as amostras antes de qualquer tratamento térmico, mas após o tratamento térmico da amostra 16 camadas, a intensidade desta textura diminuiu para valores de 4 para a amostra 16T e valores entre 0 a 1,5 para as amostra 32 camadas e 64 camadas tratadas termicamente (gráfico 19).

Assim como não houve aumento da intensidade da componente S e as intensidades encontradas foram das componentes de cisalhamento, conclui-se que o material apresentou como principal mecânico de deformação através do cisalhamento do que de modelos de bandas de deformação.

Quanto às demais componentes, não foi observado a presença de componentes de recristalização (cubo ou cubo rodado) e também demais componentes da fibra β apresentaram intensidade desprezível.

Outro ponto importante que foi também observado, é que para os tratamentos térmicos realizados nas amostras 16 T e 64 T (tratamentos estes a 473K por 7,2 Ks)

é que não foram observadas componentes de recristalização e, portanto, as experiências referentes à possível redução do tamanho de grão (experiências 4.3.2.6 e 4.3.2.10) não apresentavam equívoco com relação à afirmação de que estes materiais apenas apresentaram fenômeno de recuperação para alívio de tensão durante tratamento térmico a esta temperatura.



Gráfico 19: Evolução da Componente com a Deformação para a liga AA5052

Desta maneira, considerando que a densidade de discordâncias dos materiais tratados termicamente e do material de fábrica é igual, o aumento de microdureza para estes materiais é devido à redução de tamanho de grão conforme as relações de Hall-Petch.

5.13 — Evolução da Textura com a Deformação de AA 1100

Conforme a descrição realizada no capítulo 4.3.2.13 foi realizado ensaio de macrotextura para as amostras com diferentes intensidades de deformação tendo como resultados as ODF e OP apresentadas no anexo 2 e as principais projeções na figura 31.

Através da figura 31, observa-se que em todas as amostras apresentam fibra de cisalhamento {113}<uvw> ( $\Phi = 18^{\circ}$ ;  $\varphi 2 = 45^{\circ} e \varphi 1 = 0^{\circ} - 90^{\circ}$ ) uma vez que ensaios se realizaram na superfície da amostra e possivelmente ocorreu cisalhamento entre o cilindro de laminação e a amostra em questão durante a laminação em laboratório e durante o passe de encruamento na fábrica. Deve salientar que durante os ensaios laboratoriais de laminação não se usou lubrificante e a temperatura para ensaio era a ambiente.

Outro ponto importante referente à fibra de cisalhamento, é que a intensidade permanece constante depois de um passe de laminação a frio e após tratamentos térmicos há apenas uma pequena redução de intensidade. Tal fato pode ser visto comparando as amostra fábrica com inicial e 32 camadas com 16 camadas tratadas termicamente.















Figura 31: Evolução da macrotextura em função da deformação para a liga de AA 1100, onde: (A) material de fábrica, (B) passe inicial, (C) 16 camadas, (D) 16 camadas tratadas termicamente a 473 K por 7,2Ks, (E) 32 camadas, (F) 64 camadas, (G) 64 camadas tratadas termicamente a 473 K por 7,2 Ks Notas-se também, a presença de componentes de recristalização (cubo e cubo rodado) para graus de deformações maiores que apresentada na amostra de 16 camadas (32, 64 e 64T). A explicação para tal acontecimento possa ser a possível recristalização *in situ*, onde a recristalização do material se dá através da formação de células de discordâncias nas quais se transformarão em sub-grãos com aumento de deformação.

Com relação a componente S da fibra  $\beta$ , a presença desta componente apenas foi observada no material de fábrica, sendo que para as demais amostra a intensidade para esta componente é desprezível (gráfico 20).



Gráfico 20: Evolução da Componente S com a Deformação para a liga AA1100

Assim como houve eliminação da componente S e as intensidades encontradas foram das componentes de cisalhamento, conclui-se que o material apresentou mais mecânicos de deformação, para a superfície, através de cisalhamento do que de modelos de bandas de deformação.

5.14 — Variação de Textura com a Espessura para amostras de AA1100

Conforme a descrição realizada no capítulo 4.3.2.14 foi realizado ensaio de macrotextura para as amostras com diferentes intensidades de deformação tendo como resultados as ODF e OP apresentadas no anexo 2 e as principais projeções na figura 32.









Figura 32: Variação da ODF entre centro e superfície da amostra de AA 1100, onde: (A) superfície do material de fábrica, (B) centro do material de fábrica, (C) superfície do inicial, (D) meia espessura do inicial, (E) superfície 2 camadas, (F) centro 2 camadas

Através da figura 32, observa-se que em todas as amostras apresentam fibra de cisalhamento {113}<uvw> ( $\Phi = 18^{\circ}$ ;  $\varphi 2 = 45^{\circ} e \varphi 1 = 0^{\circ} - 90^{\circ}$ ) uma vez que ensaios se realizaram na superfície da amostra e possivelmente ocorreu cisalhamento entre o cilindro de laminação e a amostra em questão durante a laminação em laboratório e durante o passe de encruamento na fábrica. Deve salientar que durante os ensaios laboratoriais de laminação não se usou lubrificante e a temperatura para ensaio era a ambiente.

Outro ponto interessante referente a esta componente de cisalhamento, é que o valor de intensidade é maior para as amostras superficiais do que para as amostras do centro da espessura (figura 32). Desta forma, conclui-se que para esta laminação, há a presença de cisalhamento entre o cilindro do laminador e a amostra laminada.

Quanto às demais componentes, não foi observado a presença de componentes de recristalização (cubo ou cubo rodado) e também demais componentes da fibra  $\beta$  apresentaram intensidade desprezível para as amostras deformadas com exceção ao material de fábrica que apresentou vestígios desta componente (gráfico 21).



Gráfico 21: Evolução da Componente S entre Centro e Superfície para AA1100

5.15 — Variação de Textura com a Temperatura de Recozimento de AA 1100

Conforme a descrição realizada no capítulo 4.3.2.15 foi realizado ensaio de macrotextura para as amostras com a mesma intensidade de deformação, mas para diferentes temperaturas de recozimento, tendo como resultados as ODF e OP apresentadas no anexo 2 e as principais projeções na figura 33.









Figura 33: Principais ODF's das temperaturas do tratamento térmico em banho de sal para amostra de AA 1100 com 16 camadas deformada, onde: (A) amostra sem tratamento; (B) 473K; (C) 523K; (D) 573K; (E) 623K; (F) 673K.

Através da figura 33, observa-se que em todas as amostras apresentam fibra de cisalhamento {113}<uvw> ( $\Phi = 18^{\circ}$ ;  $\varphi 2 = 45^{\circ}$  e  $\varphi 1 = 0^{\circ} - 90^{\circ}$ ) uma vez que ensaios se realizaram na superfície da amostra e possivelmente ocorreu cisalhamento entre o cilindro de laminação e a amostra em questão durante a laminação em laboratório e durante o passe de encruamento na fábrica.

Outro ponto importante referente à figura 33 é que para temperaturas crescentes a partir de 523K, a intensidade da componente de cisalhamento decresce e já que o material tende a se recristalizar e formar componente cubo (gráfico 22).

Com relação as componentes de recristalização (figura 33), as componentes cubo e cubo rodado são observadas desde o material com 16 camadas como já visto no capítulo 5.12, mas apresentam apenas aumento de intensidade nas amostras tratadas termicamente a partir de 523K, uma vez que para estas temperaturas já ocorre o fenômeno de recristalização. Conclui-se que não há fenômeno de recristalização para temperaturas abaixo de 473K.



Gráfico 22: Evolução da Textura com a Temperatura para AA1100 via ARB

5.16 — Textura em Função do Tempo de Recozimento para AA 1100 a 523K

Conforme a descrição realizada no capítulo 4.3.2.16 foi realizado ensaio de macrotextura para as amostras com a mesma intensidade de deformação, mas para tempos diferentes de recozimento para uma temperatura de 523K, tendo como resultados as ODF e OP apresentadas no anexo 2 e as principais projeções na figura 34





Figura 34: Evolução da textura com o tempo de tratamento térmico (523K) para amostras de AA 1100 com 16 camadas, onde os tempos são: (A) 0 segundo, (B) 300 segundos, (C) 0,9 Ks, (D) 1,8Ks, (E) 2,7 Ks, (F) 3,6 Ks.

Através da figura 34, observa-se que a intensidade da componente Cubo é constante para todas as amostras ao passo que a intensidade da componente Cubo rodado é crescente para tempos até 1,8 Ks e depois é descrente (gráfico 23).

Outro ponto interessante com relação à figura 34, é que as componentes de cisalhamento apresentaram um pequeno decréscimo de intensidade ao longo tempo. Já com relação às componentes da fibra β, praticamente não se observou intensidade representativa desta fibra.



Gráfico 23: Evolução das Componentes Cubo e Cubo Rodado em função do Tempo Para AA1100

5.17 — Evolução da Curva Tensão versus Deformação para Amostras Deformadas de AA 1100

Conforme a descrição realizada no capítulo 4.3.2.17 foi realizado ensaio de tração para as amostras com diferentes intensidades de deformação tendo como a curva tensão vs deformação que será no gráfico 24. As amostras foram cortadas a direção de laminação.

Com os resultados do gráfico 24, criou-se a tabela 4 com as medidas de limite de escoamento, limite de resistência e deformação real máxima que tais amostras podem suportar ao serem tracionadas até a ruptura.



Gráfico 24: Curvas tensão vs deformação para amostras de AA 1100

Assim, ao se comparar os resultados obtidos pelo gráfico 24, com a literatura (gráfico 1), conclui-se que as tensões reais desta experiência apresentam valores inferiores tanto para limite de escoamento quanto para limite de resistência embora o valor a deformação real apresente módulo superior.

Tabela 2. Dados de propriedades mecanicas das amostras de AA 1100							
Material	Limite de Esc (MPa)	Limite de Res (MPa)	Def real				
Fábrica (H14)	92,4	117	9,84 %				
Inicial	126,7	137,7	6,47 %				
2 camadas	137,5	192,5	5,28 %				
4 camadas	175,5	200,5	4,79 %				

Tabela 2: Dados de propriedades mecânicas das amostras de AA 1100

5.18 — Evolução da Curva Tensão versus Deformação para Amostras de AA 1100 com 04 camadas Tratadas termicamente a 523K

Conforme a descrição mostrada no capítulo 4.3.2.18 foi realizado ensaio de tração para as amostras com diferentes intensidades de deformação tendo como a curva tensão vs deformação que será no gráfico 25.

Através do gráfico 25, observa-se que a amostra apresenta comportamento dúctil a partir de tempos de tratamento térmico superior a 1.8 Ks e outra observação através deste gráfico é de que possivelmente ocorreu falha de medição na célula de carga para as tensões reais para a amostra tratada termicamente por 2.7Ks, uma vez que a medida para o limite de resistência desta amostra foi inferior a 92 MPa (valor referência pelo "*Metals and Handbook*"[50] para liga de AA 1100 sem encruamento).



Gráfico 25: Curvas tensão real vs deformação real para amostra com 4 camadas de AA 1100 tratada termicamente a 523K pelos seguintes tempos: sem tratamento, 0,9 Ks, 1,8Ks, e 3,6Ks.

Com relação à afirmação a seguinte afirmação: "o limite de resistência praticamente não se altera com a diminuição do tamanho de grão ao passo que o limite de escoamento segue as relações de Hall-Petch", os valores destas propriedades mecânicas não contrariam a esta afirmação segundo os resultados apresentados no gráfico 25.

Ao se comparar os resultados do gráfico 25 com os resultados do gráfico 1 [5] da literatura, observa-se que os em ambos os gráficos o limite de escoamento é próximo ao limite de resistência apresentando então um "platô" na curva tensão vs deformação. Tal informação obtida pelos gráficos é importante uma vez que contradiz as informações contidas no gráfico 3 [9] de que seria possível obter valores crescentes de limite de resistência com a redução do tamanho de grão.

#### 5.19 — Determinação das Composições Químicas dos Precipitados de AA5052

Conforme as descrições apresentadas no capitulo 4.3.2.19 foi realizado uma análise de composições químicas dos tipos de precipitados para a liga de AA 5052 através da técnica de EDS no Microscópio eletrônico de varredura (MEV).

Os resultados desta análise são apresentados no anexo 3 e através destes resultados, pode-se construir a tabela 5 (posições indicadas na figura 35). Através da tabela 5, observa-se que a liga apresenta basicamente três tipos distintos de aluminetos, sendo tais precipitados apresentando as seguintes fases:

	Al (% peso)	Mg (% peso)	Si (% peso)	Cr (% peso)	Mn (% peso)	Fe (% peso)
Geral	98.10	1.90	> 0,1	> 0,1	> 0,1	> 0,1
Matriz	98.66	1.34	> 0,1	> 0,1	> 0,1	> 0,1
Alumineto 3 (pontiagudo)	65.70	> 0,1	4.56	3.17	1.74	24.82
Alumineto 2 (quebradiço)	79.02	0.68	> 0,1	0.63	0.74	18.93
Alumineto 1 (escuro)	66.02	16.00	17.98	> 0,1	> 0,1	> 0,1

Tabela 3: Composição química dos aluminetos

- Precipitado 1: este precipitado é a junção da fase Mg<sub>2</sub>Si com a matriz metálica.
- Possivelmente, o precipitado 2 é formado através das seguintes fases: FeAl<sub>3</sub>
   + FeMnAl<sub>6</sub> + matriz + CrAl<sub>7</sub>
- O precipitado 3 é uma possível junção das seguintes fases: FeAl<sub>3</sub> + FeMnAl<sub>6</sub>
   + AIFeSi + CrAl<sub>7</sub>



Figura 35: Imagem de campo escuro de AA 1100 indicando as posições dos aluminetos

5.20 — Determinação do Tamanho de Grão de Amostras com 64 camadas

Conforme descrição do capítulo 4.3.20, o tamanho de grão foi medido nas amostras através das figuras 36 (AA 1100) e 37 (AA 5052).

Assim, através destas figuras pode-se estimar que o tamanho médio de grão para a amostra de AA 1100 é de  $0,50 \pm 0,04 \mu m$  e para a amostra de AA 5052 de  $0,42 \pm 0,06 \mu m$ . Estes valores são coerentes uma vez que ao se comparar com a literatura [5-7], tem-se que quanto maior a concentração de elementos de liga em solução sólida menor o tamanho de grão final.



Figura 36: Tamanho médio de grão para AA 1100 com 64 camadas

Outro ponto interessante ao comparar os valores obtidos com Tsuji [9] é que para 6 ciclos de deformação, Tsuji obteve para liga de AA 1100 tamanho de grão de 0,21  $\mu$ m ao passo que neste trabalho o tamanho de grão encontrado foi de 0,50 ± 0,04  $\mu$ m.

Deve salientar que houve problemas durante a preparação das amostras para esta análise, assim a qualidade das micrografias foi seriamente afetada.



Figura 37: Tamanho médio de grão para AA 5052 com 64 camadas

## 6 — Conclusão:

A partir dos resultados experimentais e da literatura, resumiram-se as conclusões desta dissertação de mestrado nos seguintes capítulos:

6.1 — Propriedades mecânicas e microestruturais de AA 5052

Estão inclusos neste capítulo a evolução de microdureza durante os passes de ARB, fator delta Dieter, macrotextura, análises de EDS e análise de MET da liga AA 5052.

6.1.1 — Propriedades Mecânicas

Este material apresentou as seguintes propriedades mecânicas:

- 1. A microdureza do material aumentou 30HV entre as amostras do material de fábrica e a amostra com 64 camadas e tratada termicamente.
- Não houve variação de significativa de microdureza entre o centro e a superfície da amostra e o fator delta Dieter ficou abaixo de 1, desta forma, conclui-se que o regime de laminação foi homogêneo.
- 6.1.2 Propriedades Microestruturais

Este material apresentou as seguintes propriedades microestruturais:

- As temperaturas para que se ocorram recristalização são superiores a 473K devido à textura apresentada através da figura 30, uma vez que, não se observou componente de recristalização (tipo Cubo ou Cubo rodado) nesta ODF.
- Quanto aos tratamentos térmicos intermediários a 473K, este material apresentou tempos menores que 300s para estabilização de microdureza. Tal estabilidade de dureza significa praticamente cessou o fenômeno de recuperação deste material.

- Os ensaios de EDS mostraram basicamente três tipos de "aluminetos": um formado pelo Mg<sub>2</sub>Si e os outros dois precipitados como sendo possivelmente uma mistura de diversos aluminetos reunidos.
- Quanto à análise de microscopia eletrônica de transmissão (MET), foi possível realizar uma estimativa do tamanho médio de grãos deste material (que ficou por volta de 0,42 ± 0,06 µm).
- 6.2 Propriedades mecânicas e microestruturais de AA 1100

Estão inclusos neste capítulo a evolução de microdureza durantes os passes de ARB, fator delta Dieter, macrotextura e análise de MET da liga AA 1100.

6.2.1 — Propriedades Mecânicas

Este material apresentou as seguintes propriedades mecânicas:

- 1. A microdureza do material aumentou 28,5HV entre as amostras do material de fábrica e a amostra com 64 camadas e tratada termicamente. Em comparação com a evolução de microdureza atingida pela liga AA 1100 com a microdureza atingida pela liga AA 5052, pode-se observar que a variação desta propriedade mecânica foi praticamente a mesma, desta forma, concluise que este aumento de microdureza fora fruto da redução do tamanho de grão.
- Comparando os ensaios de microdureza apresentados na literatura (gráfico 2) com os resultados experimentais apresentados pelo gráfico 13, conclui-se que os valores são semelhantes devido aos desvios padrões.
- 3. Não se notou variação de microdureza entre a borda e o centro da espessura das amostras para vários graus de deformação. E ao analisar este resultado com o modelo do fator delta Dieter, conclui-se que ambos os resultados são coerente devido o regime de laminação apresentado por este fator (laminação homogênea).
- 4. Ao comparar os resultados apresentados pelo gráfico 1 com os resultados experimentais mostrado pelos gráficos 24 e 25, conclui-se que o limite de escoamento e de resistência experimentais para a amostra deformada ficaram abaixo dos valores apresentados pela literatura (gráfico 1 x gráfico

24), embora que o valor destas mesmas propriedades mecânicas foram similares para as amostras tratadas termicamente (gráfico 1 x gráfico 25).

6.2.2 — Propriedades Microestruturais

Este material apresentou as seguintes propriedades microestruturais:

- A componente de textura com maior expressão apresentada para o material deformado foi a textura de cisalhamento e as demais componentes de deformação (fibra beta) tiveram intensidades desprezíveis.
- 2. Com relação à variação de textura ao longo da espessura, este material não apresentou variação desta propriedade microestrutural.
- Durante tratamento térmico a diversas temperaturas, esta experiência mostrou que o fenômeno de recristalização ocorre a partir de 523K e com um pico de intensidade para as componentes de recristalização de 623K.
- 4. A experiência referente à variação da textura em função do tempo para uma temperatura de recozimento de 523K, mostrou que a máxima intensidade de textura de recristalização para este material fica por volta de 1,8 Ks.
- A respeito do tamanho de grão das amostras de AA 1100 com 64 camadas de deformação, estas amostras possuíram um tamanho médio de grãos de 0,50 ± 0,04 μm.

## 7 — Sugestões para Futuros Trabalhos

Como sugestões para futuros trabalhos é possível relacionar as seguintes atividades:

7.1 — Caracterização Microestrutural via MET de Todas as Amostras

A caracterização de todas as amostras via microscopia eletrônica de transmissão pode ser realizada a fim de se relacionar qual é a redução de tamanho de grão em função da deformação e/ou taxa de deformação que as amostras possuíram durante o processo de laminação acumulativa.

7.2 — Realização de Laminação Acumulativa para outros Materiais

Esta proposta tem como intuito correlacionar os ganhos de propriedades mecânicas em função de diversas variáveis microestruturais, como por exemplo: sistema de empacotamento (CCC, CFC, HC e etc...), energia de defeito de empilhamento, e outras variáveis.

7.3 — Realização de Laminação Acumulativa em Dois Materiais Distintos ao Mesmo tempo

Esta proposta tem como intuito produzir novas ligas ou produzir novos acabamentos superficiais através da adesão que é gerada durante este processo de laminação. Assim, para exemplificar esta proposta, podem-se criar os seguintes materiais:

- Criação de uma liga formada por aços austeníticos/ferríticos através coolaminados,
- Criação de uma liga aço/alumínio para reduzir o peso da mesma sem uma grande redução no valor de limite de escoamento,
- Criação de revestimentos sem a necessidade eletrodeposição ou imersão em banho metálico, reduzindo o preço do processo,

### 8 — Bibliografia:

[1] M.A. Meyers , A. Mishra, D.J. Benson, "Mechanical properties of nanocrystalline materials", Progress in Materials Science 51 (2006) 427–556

[2] Y. Saito, N. Tsuji, H. Utsunomiya, T. Sakai and R.G. Hong - Ultra-Fine Grained Bulk Aluminum Produced By Accumulative Roll-Bonding (ARB) Process- Scripta Materialia, Vol. 39, No. 9, pp. 1221-1227, 1998

[3] N. J. Petch, The cleavage strength of polycrystals. J. Iron Steel Inst. 174, 25 (1953).

[4] Naoya Kamikawa, Nobuhiro Tsuji, Xiaoxu Huang, Niels Hansen - Quantification of annealed microstructures in ARB processed aluminum - Acta Materialia 54 (2006) 3055–3066

[5] Charles Kwan, Zhirui Wang, Suk-Bong Kang - Mechanical behavior and microstructural evolution upon annealing of the accumulative roll-bonding (ARB) processed Al alloy 1100 - Materials Science and Engineering A 480 (2007) 1-2 – 148-159.

[6] N. Tsuji, Y. Saito, H. Utsunomiya and S. Tanigawa - Ultra-Fine Grained Bulk Steel Produced By Accumulative Roll-Bonding (Arb) Process - Scripta Materialia, Vol. 40, No. 7, pp. 795–800, 1999

[7] Yuichiro Koizumi, Masanori Ueyama , Nobuhiro Tsujia, Yoritoshi Minaminoa, Ken'ichi Otab - High damping capacity of ultra-fine grained aluminum produced by accumulative roll bonding - Journal of Alloys and Compounds 355 (2003) 47–51

[8] Nobuhiro Tsujia, Taku Iwatab, Masahide Satob, Shinji Fujimotoc, Yoritoshi Minaminoa - Aging behavior of ultrafine grained Al–2 wt%Cu alloy severely deformed by accumulative roll bonding - Science and Technology of Advanced Materials 5 (2004) 173–180

[9] N. Tsuji, Y. Ito, Y. Saito, Y. Minamino - Strength and ductility of ultrafine grained aluminum and iron produced by ARB and annealing - Scripta Materialia 47 (2002) 893–899.

[10] N. J. Petch - The Fracture Of Metals – Progress in Metal Physics, Volume 5, 1954, Pages 1-10

[11] N. J. Petch, R. W. Armstrong - The Tensile Test - Acta metall, mater. Vol. 38, No. 12, pp. 2695-2700, 1990

[12] N. J. Petch - The upper yield stress of polycrystalline iron - Acta Metallurgica, Volume 12, Issue 1, Pages 59-65, January 1964.

[13]Hatherly, M., Hutchinson, W.B., 1979, An Introduction to Textures in Metals, Brookfield Pub Co, USA.

[14]Cullity, B.D., 2001, Elements of X-Ray Diffraction (3rd Edition), Hardcover, UK.

[15]Lima, N.B., 1991, Influência da textura em medidas de tensão residual, tese de doutorado, IPEN-CNEN/SP, Brazil.

[16]Bunge, H.J. 1982, Texture Analisys in Materials Science: Mathematica Methods, Butterworth, London.

[17] Randle, V., Engler O., 2000, Introduction to Texture Analysis - Macrotexture, Microtexture and Orientation Mapping, Gordon and Breach Science Publishers, USA.
[18] H. H. H. Homeier and E. O. Steinborn. "Some properties of the coupling coefficients of real spherical harmonics and their relation to Gaunt coefficients." *J. Mol. Struct. (Theochem)*, 368:31-37, 1996

[20] H. P. Klug & L.E. Alexander, "X-ray diffraction procedures for polycrystalline and amorphous material", New York, NY.: John Wiley & Sons, Inc., A Wiley – Interscience Publication, 2nd edition, 1974.

[21] W.L. Bragg, "The Diffraction of Short Electromagnetic Waves by a Crystal", *Proceedings of the Cambridge Philosophical Society*, 17 (1914), 43–57

[22] F. Wever, "Über die Walzstruktur kubisch kristallisierender Metalle", Zeitschrift für Physik, vol. 28 pp 69-90, 1924.

[23] M. Hatherly & W.B. Hutchinson, "An Introduction to texture in metals", The Institution of Metallurgists, London, 1979.

[24] J. S. Kallend, "Operation texture analysis", Materials Science and Engineering, A132, pp. 1-11, 1991.

[25] H.P. Stüv & J. Faustmann, "Introduccion a las texturas de los materials metálicos". Madri. Spain, Editoral Montecorvo, 1969.

[26] H. R. Wenk, "Preferred orientation in deformed metals and rocks: an introduction to modern texture analysis", Academic Press, Inc., 1985.

[27]A. F. Padilha, F. Siciliano Jr, "Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura", terceira edição (2005), São Paulo.

[29] R. K. Ray, J. J. Jonas & R. E. Hook, "Cold rolling and annealing textures in low carbon and extra low carbon steels", International Materials Reviews, vol 39, pp. 129-172, 1994

[30]H. J. Bunge, "Zur Darstellung allgemeiner Texturen", Zeitschrift fuer Metallkunde, vol. 56, pp. 872-874, 1965.

[31]H.J. Bunge, R. Kiewel, Th Reinert, L. Fritsche, "Elastic properties of polycrystals influence of texture and stereology", Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 48 (2000) 29 – 66.

[32]R-J. Roe, "Description of crystalline orientation in polycrystalline materials", Journal of Applied Physics, vol. 36, pp. 2024-2030, 1965.

[33] J. Hirsch, in Proc. 7th Riso Int. Symp. (eds. N. Hansen et al.) Risz Nat. Lab., Roskilde, 349, 361, (1986); and in Habilitation Thesis RWTH Aachen (1988).

[34] W.B. Hutchinson, "Deformation Strutures and Textures in Cold-Rolled 70 : 30 Brass", 7th Riso Int. Syrup 107 (1986).

[35]. D. Juul Jensen, N. Hansen, F.J. Humphreys, "The role of grain size and strain in work hardening and texture development". ICOTOM 8 (eds. J.S. Kallend, G. Gottstein) TMS Warrendale, 431 (1988).

[36] F.J. Humphreys, D. Juul Jensen, "Flow stress anisotropy in aluminium". 7th Riso Int. Symp. as Ref. [1], 93 (1986).

[37]K. Lücke, O. Engler, Material. Science and. Technology. 6, 1113 (1990).

[38]I.L. Dillamore, H. Katoh, Metal Science. 8, 73 (1974).

[39]X.W. Kong, O. Engler, K. Lficke, Textures and Microstructures 14-18, 1215 (1991); X.W. Kong, Doctoral thesis RWTH Aachen (1992).

[40]O. Engler, J. Hirsch, K. Lücke, "Texture development in AI – 1,8% Cu depending on the precipitation state II" . ICOTOM 8, as Ref. [4], 637 (1988).

[41]P. Herbst, J. Huber, in Proc. ICOTOM 5 (eds. G. Gottstein, K. Liicke) Springer, Berlin, Vol.I, 453 (1978).

[42]O. Engler, C. Renoux, G. Gottstein, "A new approach in texture research: local orientation determination with EBSP". 3rd Int. Conf. on AI-Alloys (ICAA 3), (eds. L. Arnberg et ai.) The Norwegian Inst. of Tech., Trondheim, Vol.II, 203 (1992).

[43]O. Engler, C. Escher, G. Gottstein, to be published in Proc. Recrystallization, San Sebastian (1992).

[44]F.J. Humphreys, "On the influence of orientation pinning on growth: selection of recrystallisation", Acta metall. 27, 1801 (1979).

[45] K.C. Russell, M.F. Ashby, "Slip in aluminium Crystals containing strong, platelike particles", Acta metall. 18, 891 (1970). [46]R.D. Doberty, "Report of Panel on Recrystallization Textures: Mechanisms and Experiments", ICOTOM 8, 563 (1988).

[47]K. Lücke, "The orientation dependence of grain boundary motion and the formation of recrystallization textures", Canadian Met. Quart. 13, 261 (1974).

[48] T. Aukrust, S. Tjotta, H. E. Vatne and P. Van Houtte, "Coupled Fem And Texture Modelling Of Plane Strain Extrusion Of An Aluminium Alloy", International Journal of Plasticity, Vol. 13, No. 1/2, pp. 111-125, 1997

[49] W. Mao and Z. Sun – "Inhomogeneity Of Rolling Texture in Fe-28AI-2Cr - Scripta Metallurgica et Materialia" - Vol. 29, pp. 217-220, 1993.

[50] ASM – Metal And Handbook – Volume 2 – "Properties and selection: Nonferrous Alloys and special-purpose materials". Edição 2005.

[51] Associação Brasileira do Alumínio ABAL – "Anuário Estatístico ABAL 2007" -São Paulo: Abal, 2008.

 [52] Leonid Klinger, Eugen Rabkin, Lasar S. Shvindlerman, Günter Gottstein – "Grain Growth in Porous Two-dimensional Nanocrystalline Materials" - J. of Materials Sience
 - (2008) 2728-2734

[53] <u>http://www.imm.rwth-aachen.de/hp/institut/public/Vollversion/start/index.htm</u> atualizado 15/07/2008

[54] Neto, José Antônio Baptista; Ponzi, Vera Regina Abelin; Sichel, Susanna Eleonora – "Introdução À Geologia Marinha" – Interciencia – São Paulo 2006

[55] Walker, Halliday Resnick – "Fundamentos de Física - Vol. 2 - Gravitação, Ondas, Termodinâmica" – LTC – São Paulo – 2006

[56] Acesita S.A – "Princípios de Laminação à Quente" – Minas Gerais, 2003

# 9 — Anexo 1



Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "Fábrica" de AA 5052

Figuras de Pólo (OP) da amostra "fábrica" de AA 5052






Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "Inicial" de AA 5052

Figuras de Pólo (OP) da amostra "Inicial" de AA 5052







Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "2 camadas" de AA 5052

Figuras de Pólo (OP) da amostra "2 camadas" de AA 5052







Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "4 camadas" de AA 5052

Figuras de Pólo (OP) da amostra "4 camadas" de AA 5052







Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "8 camadas" de AA 5052

Figuras de Pólo (OP) da amostra "8 camadas" de AA 5052







Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "16 camadas" de AA 5052

Figuras de Pólo (OP) da amostra "16 camadas" de AA 5052





# Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "16 camadas tratada a 473K por 300s" de AA 5052



Figuras de Pólo (OP) da amostra "16 camadas tratada termicamente a 473K por 300s" de AA 5052





TD

RD



Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "32 camadas" de AA 5052

Figuras de Pólo (OP) da amostra "32 camadas" de AA 5052







Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "64 camadas" de AA 5052

Figuras de Pólo (OP) da amostra "64 camadas" de AA 5052





## Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "64 camadas tratada termicamente a 473K por 300s" de AA 5052



Figuras de Pólo (OP) da amostra "64 camadas tratada termicamente a 473K por 300s" de AA 5052





#### 10 — Anexo 2



Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "Fábrica" de AA 1100

Figuras de Pólo (OP) da amostra "Fábrica" de AA 1100





#### Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "Fábrica meia espessura"

de AA 1100



Figuras de Pólo (OP) da amostra "Fábrica meia espessura" de AA 1100







Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "Inicial" de AA 1100

Figuras de Pólo (OP) da amostra "Inicial" de AA 1100









## Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "inicial meia espessura" de

Figuras de Pólo (OP) da amostra "inicial meia espessura" de AA 1100







Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "2 camadas" de AA 1100

Figuras de Pólo (OP) da amostra "2 camadas" de AA 1100







### Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "2 camadas meia

espessura" de AA 1100

Figuras de Pólo (OP) da amostra "2 camadas meia espessura" de AA 1100







Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "16 camadas" de AA 1100

Figuras de Pólo (OP) da amostra "16 camadas" de AA 1100







Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "16 camadas tratada termicamente a 473K por 300s" de AA 1100

Figuras de Pólo (OP) da amostra "16 camadas tratada termicamente a 473K por 300s" de AA 1100







# Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "16 camadas tratada termicamente a 523K por 300s" de AA 1100

Figuras de Pólo (OP) da amostra "16 camadas tratada termicamente a 523K por 300s" de AA 1100






Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "16 camadas tratada termicamente a 573K por 300s" de AA 1100

Figuras de Pólo (OP) da amostra "16 camadas tratada termicamente a 573K por 300s" de AA 1100





### Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "16 camadas tratada termicamente a 623K por 300s" de AA 1100



Figuras de Pólo (OP) da amostra "16 camadas tratada termicamente a 623K por 300s" de AA 1100







Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "16 camadas tratada termicamente a 673K por 300s" de AA 1100

Figuras de Pólo (OP) da amostra "16 camadas tratada termicamente a 673K por 300s" de AA 1100







# Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "16 camadas tratada termicamente a 473K por 900s" de AA 1100

Figuras de Pólo (OP) da amostra "16 camadas tratada termicamente a 473K por 900s" de AA 1100







Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "16 camadas tratada termicamente a 473K por 1800s" de AA 1100

Figuras de Pólo (OP) da amostra "16 camadas tratada termicamente a 473K por 1800s" de AA 1100







Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "16 camadas tratada termicamente a 473K por 2700s" de AA 1100

Figuras de Pólo (OP) da amostra "16 camadas tratada termicamente a 473K por 2700s" de AA 1100







Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "16 camadas tratada termicamente a 473K por 3600s" de AA 1100

Figuras de Pólo (OP) da amostra "16 camadas tratada termicamente a 473K por 3600s" de AA 1100







Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "32 camadas" de AA 1100

Figuras de Pólo (OP) da amostra "32 camadas" de AA 1100







Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "64 camadas" de AA 1100

Figuras de Pólo (OP) da amostra "64 camadas" de AA 1100







# Figura de distribuições de orientações (ODF) da amostra "64 camadas tratada termicamente a 473K por 300s" de AA 1100

Figuras de Pólo (OP) da amostra "64 camadas tratada termicamente a 473K por 300s" de AA 1100





### 11 — Anexo 3

Análise de EDS dos aluminetos da liga AA 5052

1. Composição Química Geral da Amostra

Label A: Espectro Geral de 8 camada



#### 2. Composição Química da Matriz da Amostra



3. Composição Química do Alumineto Branco e Arredondado



4. Composição Química do Alumineto Branco e Pontiagudo



5. Composição Química do Alumineto Escuro

#### Label A: Espectro Escuro de 8 comodo



6. Imagem dos Aluminetos

