

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE
PRO-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS



EDUARDO DE OLIVEIRA SANTOS

EFEITO DA PRENSAGEM EM CANAIS EQUIANGULARES
(ECAP) SOBRE A MICROESTRUTURA E DUREZA DO
ALUMÍNIO RECICLADO OBTIDO EM PROCESSOS DE
USINAGEM

SÃO CRISTÓVÃO – SE

2023

EDUARDO DE OLIVEIRA SANTOS

**EFEITO DA PRENSAGEM EM CANAIS EQUIANGULARES
(ECAP) SOBRE A MICROESTRUTURA E DUREZA DO
ALUMÍNIO RECICLADO OBTIDO EM PROCESSOS DE
USINAGEM**

Dissertação apresentada à banca examinadora do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Sergipe, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

ORIENTADOR: PROF. DR. WILTON WALTER
BATISTA

SÃO CRISTÓVÃO – SE

2023

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE**

S237 Santos, Eduardo de Oliveira
Efeito da prensagem em canais equiangulares (ECAP) sobre a microestrutura e dureza do alumínio reciclado obtido em processos de usinagem / Eduardo de Oliveira Santos ; orientador Wilton Walter Batista. - São Cristóvão, 2023.
107 f. : il.

Dissertação (mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Sergipe, 2023.

1. Ciência dos materiais. 2. Alumínio. 3. Deformações (Mecânica). 4. Prensas mecânicas. I. Batista, Wilton Walter Orient. II. Título.

CDU 620

“EFEITO DA PRENSAGEM EM CANAIS EQUIANGULARES
(ECAP) SOBRE A MICROESTRUTURA E A DUREZA DO
ALUMÍNIO RECICLADO OBTIDO EM
PROCESSOS DE USINAGEM”

Eduardo de Oliveira Santos

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS.

Aprovada por:



Prof. Dr. Wilton Walter Batista



Profa. Dra. Mara Tatiane de Souza Tavares



Prof. Dr. Eduardo Kirinus Tentardini

SÃO CRISTÓVÃO, SE – BRASIL

Fevereiro/2023

DEDICATÓRIA

Dedico esse trabalho a minha família, em especial a minha mãe, minha filha e ao meu pai (in memoriam).

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradecer a Deus, por ter me dado força e ter me mantido de pé dia a dia para que eu pudesse me dedicar a esse trabalho, com ele eu mantive a fé e a esperança, sem ele não teria conseguido chegar até aqui.

Aos meus familiares pelo incentivo e motivação, em especial minha irmã Edilene que me deu relevante apoio nessa reta final.

Agradecer imensamente ao meu orientar, prof. Dr. Wilton Walter Batista, pelo cuidado e atenção que teve comigo no desenvolvimento desse trabalho, compartilhando seus conhecimentos e contribuindo com a minha evolução pessoal e profissional, eternamente grato.

Ao Instituto Federal de Sergipe, Campus Lagarto, em especial os colegas da Coordenação de Eletromecânica, que durante esse tempo compreenderam minha ausência.

Ao DCEM e ao P²CEM da Universidade Federal de Sergipe, por ter acreditado no meu projeto e dado a oportunidade de realização desse trabalho.

Aos colegas do departamento, em especial ao colega Reinan, que sempre esteve disponível quando mais precisei.

À Serra Metal Aços Especiais pela doação do material para fabricação do núcleo da matriz ECAP.

A todos os demais colegas e amigos que de alguma forma me incentivaram, torceram e acreditaram em minha capacidade.

Resumo da Dissertação apresentada ao P²CEM/UFS como parte dos requisitos necessários para obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais

(M. Sc.)

**EFEITO DA PRENSAGEM EM CANAIS EQUIANGULARES
(ECAP) SOBRE A MICROESTRUTURA E DUREZA DO
ALUMÍNIO RECICLADO OBTIDO EM PROCESSOS DE
USINAGEM**

Eduardo de Oliveira Santos

Fevereiro/2023

Orientador: Wilton Walter Batista

Programa de Pós – Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

O presente trabalho investigou a influência da prensagem em canais equiangulares (ECAP) no alumínio comercial na forma de cavaco reciclado, o material foi compactado e fundido através de duas coquilhas fabricadas em aço carbono com dimensões de paredes distintas. Foram produzidos 3 lingotes (Al puro, Al seco, Al tradicional) para cada tipo de coquilha e realizada análise macrográfica. Os 6 lingotes deram origem a 36 corpos de prova os quais foram deformados com 2 passes ECAP utilizando a rota Bc e temperatura ambiente em uma matriz com núcleo construído em aço ferramenta. Após deformados os corpos de prova foram submetidos à ensaios de microdureza Vickers, microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV), difratometria de Raio-X (DRX) e por último, para comparar os resultados, foi realizada análise de variância, ANOVA. Os resultados de microdureza apresentaram um aumento considerável na dureza do material deformado comprovado pelo MEV onde foi observada regiões com intensa deformação com grãos-subgrãos alongados. Os resultados do DRX mostraram picos com menor e maior intensidades relacionados ao processo ECAP nas regiões deformadas. A ANOVA

comparou os resultados de dureza dos três tipos de alumínio produzidos pelas duas coquilhas distintas e foi observado diferenças estatisticamente significativas entre os materiais produzidos pelas duas coquilhas, sendo a CPE com melhores resultados para todas as condições de alumínio. A condição de alumínio de cavaco tradicional apresentou resultados de dureza diferentes em relação ao alumínio de cavaco seco e alumínio puro, esses dois últimos apresentaram resultados satisfatórios, as médias para a CPF foram de 95,55 HV e para a CPE foi de 110,9 HV. Os resultados indicaram que o cavaco reciclado de usinagem seca pode ser reaproveitado de forma eficiente aplicando processos adequados de fundição associado com ECAP.

Palavras-chave: alumínio, cavaco reciclado, deformação plástica severa, prensagem em canais equiangulares (ECAP).

Abstract of Thesis presented to P2CEM/UFS as a partial fulfillment
of the requirements for the degree of Master in Materials Science and
Engineering (M.Sc.)

**EFFECT OF THE EQUAL CHANNELS PRESSING (ECAP) ON
THE MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF
RECYCLED ALUMINUM OBTAINED IN MACHINING
PROCESSES**

Eduardo de Oliveira Santos

February/2023

Advisor: Wilton Walter Batista

Department: Materials Science and Engineering

The present work investigated the influence of pressing in equiangular channels (ECAP) in commercial aluminum in the form of recycled chips, the material was compacted and melted through two molds made of carbon steel with different wall dimensions. Three ingots (pure Al, dry Al, traditional Al) were produced for each type of mold and a macrographic analysis was carried out. The 6 ingots gave rise to 36 specimens which were deformed with 2 ECAP passes using the Bc route and room temperature in a matrix with a core made of tool steel. After being deformed, the specimens were subjected to Vickers microhardness tests, optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction analysis (DRX) and finally, to compare the results, analysis of variance was performed, the ANOVA. The microhardness results showed a considerable increase in the hardness of the deformed material, confirmed by the SEM, where regions with intense deformation with elongated grains-subgrains were observed. XRD results showed peaks with lower and higher intensities related to the ECAP process in the deformed regions. The ANOVA compared the hardness results of the three types of

aluminum produced by the two different dies and statistically significant differences were observed between the materials produced by the two dies, with the thick-walled die having better results for all aluminum conditions. The condition of traditional chip aluminum showed different hardness results in relation to dry chip aluminum and pure aluminum, the latter two showed satisfactory results, the averages for the thin wall die were 95.55 HV and for the wall die thick was 110.9 HV. The results indicated that dry machining recycled chips can be efficiently reused by applying suitable foundry processes associated with ECAP.

Keywords: aluminum, recycled chips, severe plastic deformation, equal channel angular pressing (ECAP).

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	18
2. OBJETIVOS.....	20
2.1. OBJETIVO GERAL	20
2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	20
3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	21
3.1. ESTRUTURA E PROPRIEDADES DO ALUMÍNIO	21
3.2. RECICLAGEM DO ALUMÍNIO.....	23
3.2.1. Reciclagem de cavacos de alumínio usinado	24
3.2.2. Deformação plástica severa.....	25
3.2.3. ECAP.....	27
3.2.4. Fatores que influenciam o processo ECAP	29
a) Número de passes	29
b) Rotas de processamento	30
c) Ângulo de curvatura (Ψ) e ângulo do canal (θ).....	31
4. REVISÃO DE LITERATURA.....	36
4.1. ECAP EM ALUMÍNIO	36
4.2. ECAP EM CAVACOS DE ALUMÍNIO	39
4.3. REFINAMENTO MICROESTRUTURAL EM MATERIAIS PROCESSADOS	42
5. MATERIAIS E METODOLOGIA.....	45
5.1. MATERIAL	45
5.2. METODOLOGIA.....	45
5.2.1. Fabricação das Coquilhas	45
5.2.2. Fundição do Alumínio	47
5.2.3. Produção dos corpos de prova	50
5.2.4. Adaptação da Matriz de deformação ECAP	51
5.2.5. Deformação ECAP.....	52
5.2.6. Metalografia.....	53
5.2.7. Dureza Vickers.....	54
5.2.8. Microscopia	55
a) Microscopia Óptica.....	55
b) Microscopia Eletrônica de Varredura	55
5.2.9. Difractometria de Raios X.....	55
5.2.10. Análise de Variância (ANOVA).....	56
6. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	57
6.1. TESTE DE OXIDAÇÃO	57

6.2.	MACROESTRUTURA	58
6.3.	DEFORMAÇÃO ECAP EM MATRIZ ECAP DE 90°	60
6.4.	MICRODUREZA	61
6.4.1.	Condição sem ECAP	61
6.4.2.	Condição com ECAP	65
6.4.3.	Rendimento dos valores de microdureza no processo ECAP	67
a)	CPF	67
b)	CPE	68
6.4.4.	Níveis de eficiência de microdureza nas coquilhas	69
6.4.5.	Microdureza em função da heterogeniedade de deformação	71
6.5.	MICROSCOPIA ÓPTICA	75
6.5.1.	Microestrutura na condição sem deformação ECAP	75
6.5.2.	Microestrutura na condição com deformação ECAP	77
6.6.	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	81
6.6.1.	Micrografia do material produzido na CPF	81
6.6.2.	Micrografia do material produzido na CPE	86
6.7.	DIFRATOMETRIA DE RAIOS X	91
6.8.	RESULTADOS DE ANÁLISE DE VARIÂNCIA (ANOVA)	92
6.8.1.	ANOVA – Resultados de dureza sem ECAP	92
6.8.2.	ANOVA – Resultados de dureza com ECAP	94
7.	CONCLUSÕES	98
8.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	100
9.	REFERÊNCIAS	101

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Participação da produção de alumínio primário e alumínio reciclado na produção total do metal. (IAI, 2020)	24
Figura 2: Evolução do refino microestrutural para a fase de equilíbrio. (Adaptado de ITO e HORITA, 2009)	26
Figura 3: Ilustração do processo de cisalhamento entre os planos 1 e 2 durante o ECAP. (Adaptado de FUKUDA et al. 2006).....	28
Figura 4: Relação entre o tamanho do grão com a ductilidade, a resistência e a dureza do material. (Adaptado de AZUSHIMA et al. 2008)	28
Figura 5: As quatro rotas de processamento por ECAP, rota A, rota Ba, e rota Bc e rota C. (Adaptado de ADEDOKUN, 2011)	30
Figura 6: (a) Planos e direções de cisalhamentos ativados a cada passe nas rotas A, Ba, Bc e C associados aos ângulos de canal $\theta = 90^\circ$ e $\theta = 120^\circ$. (Adaptado de ROODPOSHTI et al. 2015).....	31
Figura 7: Ilustração do processo ECAP em duas matrizes distintas onde θ é o ângulo da matriz e Ψ , o ângulo de curvatura. Em (9-a) $\Psi = 0$, (9-b) $\Psi = \pi - \theta$. (VALIEV e LANGDON, 2006).	32
Figura 8: Relação do ângulo do canal (θ) com a deformação (ϵ) para valores diferentes do do ângulo de curvatura (Ψ) considerando apenas um passe, $N=1$. (NAKASHIMA et al. 1998).	33
Figura 9: Ilustração de planos e zonas de cisalhamento durante o processo ECAP. (Adaptado de FUKUDA et al.2006).....	34
Figura 10: Relação da microdureza vickers com o aumento do número de passes por ECAP. (Adaptado de VALIEV e LANGDON, 2010).....	37
Figura 11: Simulação numérica de um corpo de prova deformado durante o ECAP. (Adaptado de PEREIRA, 2013)	38
Figura 12: a) Cavacos usinados; b) tarugo compactado; c) barra extrudada; d) amostra reciclada usinada após o ECAP. (Adaptado de KROLO et al. 2019).....	40
Figura 13: Reciclagem de cavacos de alumínio usinados: (a) cavacos de alumínio (b) tarugo à base de cavacos (c) barra extrudada. (Adaptado de KROLO, 2019).....	41
Figura 14: Ilustração de um corpo de prova submetido ao ECAP apotando as duas regiões com menor deformação. (Adaptado de FIGUEIREDO e LANGDON, 2012) ...	44

Figura 15: Coquilhas com base e corpo separados (a). Coquilhas montadas (b)	46
Figura 16: Ilustração da influência da espessura da parede das coquilhas no processo de resfriamento do material e concentração das impurezas.CPE (a). CPF (b).....	47
Figura 17: Alumínio na forma de cavaco (a), compactação do cavaco (b), lingote de cavaco prensado (c), e forno de fundição (d)	48
Figura 18: Os três lingotes produzidos na CPF na parte superior da figura e os três lingotes produzidos na CPE na parte inferior da figura.....	49
Figura 19: Os seis lingotes cortados ao meio para produção dos corpos de prova. a) lingotes produzidos na CPF. b) lingotes produzidos na coquilha de parede espessa.....	50
Figura 20: Ilustração do lingote cortado ao meio para obtenção dos corpos de prova no sentido base-topo.....	50
Figura 21: Corpos de prova para deformação ECAP: (a) 18 corpos de prova produzidos na CPE e (b) 18 corpos de prova produzidos na CPF.....	51
Figura 22: (a) Matriz ECAP aberta. (b) Matriz ECAP montada com núcleo central de aço ferramenta.....	51
Figura 23: Corpo de prova de Al puro não deformado a esquerda e deformado por ECAP a direita.....	52
Figura 24: Ilustração do processo ECAP apresentando os três planos de deformação, X, Y e Z. (Adaptado de BERBON et al.1999).....	53
Figura 25: Representação esquemática dos pontos da amostra onde foram realizadas os ensaios de microdureza Vickers. DN – Direção Normal de deformação; DT - Direção transversal de deformação.....	54
Figura 26: Macrografia dos lingotes produzidos na CPF: (a) Al puro, (b) Al seco e (c) Al tradicional.....	59
Figura 27: Macrografia dos lingotes produzidos na CPE: (a) Al puro, (b) Al seco e (c) Al tradicional.	59
Figura 28: Microdureza Vickers dos três tipos de alumínio sem deformação ECAP produzidos na CPF	62
Figura 29: Microdureza Vickers dos três tipos de alumínio sem deformação ECAP produzidos na CPE	63
Figura 30: Resultados de microdureza Vickers para corpos de prova sem ECAP.....	64
Figura 31: Microdureza Vickers para os corpos de prova dos três tipos de alumínio deformados com 2 passes por ECAP (Coquilha parede fina).	65
Figura 32: Microdureza Vickers para os corpos de prova dos três tipos de alumínio deformados com 2 passes por ECAP (Coquilha parede espessa).....	66
Figura 33: Resultados de microdureza vickers após 2 passes ECAP (Coquilha de parede fina x CPE).	67
Figura 34: Rendimento dos valores de microdureza na condição sem ECAP x condição	

com ECAP (CPF).	68
Figura 35: Rendimento dos valores de microdureza na condição sem ECAP x condição com ECAP (CPE).	69
Figura 36: Eficiência do tipo de coquilha nos valores de Microdureza (Coquilha de parede fina x CPE).	70
Figura 37: Corpo de prova deformado no canal da matriz ECAP, mostrando as regiões da cabeça, centro e cauda	72
Figura 38: Valores das médias do desvio padrão para a condição sem ECAP dos corpos de prova no sentido cabeça-cauda.	73
Figura 39: Valores das médias do desvio padrão para a condição com ECAP dos corpos de prova no sentido cabeça-cauda.	73
Figura 40: Micrografia do Al puro sem deformação ECAP. a) Coquilha parede fina, b) Coquilha parede espessa.	75
Figura 41: Micrografia o Al de cavaco seco sem deformação ECAP. a) Coquilha de parede fina, b) CPE.	76
Figura 42: Micrografia para o Al cavaco tradicional sem deformação ECAP. a) CPF, b) CPE.	77
Figura 43: Micrografia Al puro com deformação ECAP: a) CPF, b) CPE.	78
Figura 44: Micrografia Al cavaco Seco com deformação ECAP: a) Coquilha de parede fina, b) CPE.	79
Figura 45: Micrografia para o Al tradicional com deformação ECAP: a) Coquilha de parede fina, b) CPE.	79
Figura 46: Micrografia do corpo de prova da base (CP1) do alumínio puro produzido na CPF	82
Figura 47: Micrografia do corpo de prova do topo (CP6) do alumínio puro produzido na CPF	83
Figura 48: Micrografia do corpo de prova da base (CP1) do alumínio tradicional produzido na CPF	84
Figura 49: Micrografia do corpo de prova do topo (CP6) do alumínio tradicional produzido na CPF	85
Figura 50: Micrografia do corpo de prova do topo (CP6) do alumínio tradicional produzido na CPF com aumento de 1000x apresentando uma impureza.	86
Figura 51: Micrografia do corpo de prova da base (CP1) do alumínio puro produzido na CPE.	87
Figura 52: Micrografia do corpo de prova do topo (CP6) do alumínio tradicional produzido na CPE.	88
Figura 53: Micrografia do corpo de prova do topo (CP6) do alumínio tradicional	

produzido na CPE mostrando distribuição de impurezas nas micro porosidades.89

Figura 54: Micrografia do corpo de prova do topo (CP6) do alumínio tradicional

produzido na CPE mostrando deformação em uma região porosa.....90

Figura 55: Resultado de DRX para o CP1 e CP6 do Al tradicional produzido pela

coquilha fina e CP1 e CP6 Al puro produzido pela CPE91

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Alumínio e suas principais ligas.....	22
Tabela 2: Intensidade de deformação por passe considerando o ângulo do canal, raio e ângulo de curvatura	34
Tabela 3: Apresentação dos dois tipos de coquilhas e suas respectivas dimensões.	46
Tabela 4: Influência da oxidação no peso dos cavacos de alumínio.	59
Tabela 5: Valores de deformação cisalhante e deformação verdadeira para a matriz utilizada nesse trabalho com ângulo de canal ($\theta=90^\circ$) e ângulo de curvatura ($\Psi=32^\circ$). 62	
Tabela 6: Análise de variância para a condição sem ECAP.....	95
Tabela 7: Comparações Post Hoc entre as duas coquilhas na condição sem ECAP.....	96
Tabela 8: Comparações Post Hoc entre os três tipos de alumínio sem ECAP.	96
Tabela 9: Análise de variância para a condição com ECAP.	97
Tabela 10: Comparação múltipla Post Hoc entre as duas coquilhas e as três condições de alumínio com deformação ECAP	98
Tabela 11: Teste de Normalidade (Shapiro-Wilk) condição com ECAP.....	99
Tabela 12: Teste à homogeneidade de variâncias (LEVENE) condição com ECAP	99

LISTA DE SIGLAS

DPS	Deformação Plástica Severa
ECAP	Equal Channel Angular Pressing
CFC	Cúbica de Face Centrada
UFG	Granulometria Ultrafina
CNC	Comando Numérico Computadorizado
SPS	Sinterização a Plasma por Centelha
HPF	Forjamento a Quente
CEC	Compressão de Extrusão Cíclica
FSE	Extrusão por Fricção e Agitação
SSR	Reciclagem em Estado Sólido
ARB	Accumulative Roll-Bonding
HPT	Torção de Alta Pressão
IAI	Instituto Internacional do Alumínio
ANOVA	Análise de Variância
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
DRX	Difratometria de Raios X
MO	Microscopia Óptica
CP	Corpo de Prova
HV	Hardness Vickers
DN	Direção Normal
DT	Direção Transversal
PF	Parede Fina
PE	Parede Espessa

LISTA DE SÍMBOLOS

N	Número de passes
ϵ	Deformação Verdadeira
θ	Ângulo do Canal
Ψ	Ângulo de Curvatura
γ	Deformação Cisalhante

1. INTRODUÇÃO

Pesquisadores, cientistas e engenheiros ao redor do mundo vem se dedicando intensivamente em estudos e pesquisas relacionados aos materiais nano estruturados, os quais vem abrindo novos campos de aplicação nos mais variados ramos da indústria, prova disso foram os diversos eventos internacionais organizados em vários países nos últimos anos, onde foram apresentadas várias pesquisas relacionadas a ciência e a engenharia dos materiais, com foco no desenvolvimento de novas ligas e materiais metálicos ultra processados por meio de técnicas de deformação plástica, com potenciais aplicações tecnológicas (VALIEV e LANGDON, 2014).

Valiev et al. (1999) em seus estudos apontaram que os materiais processados por SPD (deformação plástica severa), apresentam características que nem um outro método consegue oferecer, como a aquisição de propriedades físicas e mecânicas avançadas, superando dessa forma diversas dificuldades da engenharia no processamento de materiais a granel em temperaturas ambientes, uma vez que materiais processados por SPD apresentam uma estrutura interna extremamente refinada por serem submetidos a altas taxas de deformação.

O alumínio e suas ligas apresentam altas taxas de condutividade térmica e elétrica e excelente ductilidade, a maior parte dessas ligas de alumínio apresentam baixa resistência mecânica, problema que pode ser resolvido com a aplicação de processos de deformação plástica (WANG et al. 2021; ZOU et al. 2021). O baixo peso específico faz do alumínio um metal muito requisitado para aplicações industriais de alto desempenho, apesar de que a grande maioria de suas ligas apresentam baixos valores de dureza o que acaba inviabilizando aplicações em projetos que necessitem de propriedades mecânicas mais exigentes (LU et al. 2021).

Assim como o alumínio comercial, seus resíduos em forma de cavacos oriundos de diversos processos de fabricação também apresentam as mesmas características físicas e mecânicas do material original fazendo com que sua reutilização, denominada de alumínio secundário, seja uma possibilidade bastante viável do ponto de vista econômico, social e ambiental. A viabilidade da reciclagem de resíduos de alumínio é potencializada quando se compara o consumo de energia que é gasto em relação à produção do alumínio primário, uma vez que, para refusão do alumínio secundário é gasto apenas 5% de toda

energia que seria necessária para a produção da mesma quantidade do alumínio primário (KOCH et al. 2021; AL-ALIMI et al. 2021).

O reaproveitamento do alumínio na forma de carcaças de aeronaves quando fundidas e processadas, apresentaram resultados satisfatórios e compatíveis com as ligas originais, sendo inseridas novamente em diversos processos industriais (ZHOU et al. 2021). Cavacos de ligas de alumínio oriundos de processos de usinagem, como torneamento e fresagem, foram reaproveitados empregando extrusão a quente e posterior extrusão a frio aplicando métodos de deformação plástica severa (SPD) e obtiveram resultados satisfatórios (HAASE & TEKKAYA, 2015).

Entre os vários processos de deformação plástica severa destaca-se a prensagem por canais equiangulares – ECAP. Proposta por Segal na década de 80, a técnica ECAP é caracterizada pela introdução de um tarugo por um canal de entrada de uma matriz que contém um ângulo de curvatura (Ψ) e ângulo do canal (θ) que se interceptam, impondo ao tarugo altíssimas deformações ao percorrer o canal de saída, conferindo ao material processado excelentes valores de resistência mecânica, dureza e tenacidade (VALIEV e LANGDON, 2006).

Existem poucos estudos acerca da aplicação da deformação plástica via ECAP em corpos de prova composto por cavaco de alumínio fundido, oriundo do processo de usinagem seca. O objetivo desse trabalho é aplicar a técnica ECAP tanto em alumínio proveniente do processo de usinagem como em alumínio comercialmente isento de qualquer processo de fabricação, analisando a influência do ECAP nas propriedades mecânicas de ambos os materiais por intermédio do ensaio de dureza Vickers.

2. OBJETIVOS

2.1. OBJETIVO GERAL

Fundir em duas coquilhas com espessura distintas de paredes, cavacos de alumínio derivados de processos de fabricação por usinagem (fresa e torno) e alumínio na sua forma comercial, produzindo lingotes com microestruturas diferentes para posteriormente deformar os corpos de prova dos materiais fundidos em uma matriz ECAP com ângulo de 90° fazendo uma análise da influência do processo de fundição e da deformação ECAP nas propriedades mecânicas e microestrutural.

2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Projetar e produzir duas coquilhas com dimensões de paredes distintas para fundição do alumínio;
- Analisar o efeito das paredes das coquilhas na formação da microestrutura do alumínio reciclado e do alumínio puro;
- Adaptar o núcleo central independente composto de material de alta resistência ao desgaste de uma matriz ECAP de 90° bipartida;
- Analisar a deformação ECAP do alumínio reciclado e puro em função das microestruturas das amostras fundidas.
- Analisar as propriedades mecânicas com dureza Vickers para associar o processo ECAP com as microestruturas de fundição.

3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1. ESTRUTURA E PROPRIEDADES DO ALUMÍNIO

O alumínio é o terceiro metal em disponibilidade na crosta terrestre ficando atrás apenas do oxigênio e do silício, representando 8% em peso de toda a superfície sólida do planeta, o alumínio é um material bastante requisitado por apresentar características como baixa densidade, boa usinabilidade, excelente ductilidade e maleabilidade, alta resistência a oxidação, elevada condutividade térmica e elétrica (Al-ALIMI et al. 2021).

O baixo peso específico do alumínio e suas ligas faz desse metal um material muito requisitado para indústria automobilística e aeronáutica promovendo economia e eficiência dos sistemas projetados além do que o alumínio apresenta baixo ponto de fusão favorecendo assim os métodos de fabricação (SABBAR et al. 2021).

Segundo (CHIAVERINI 1986), o alumínio apresenta as seguintes características:

- a) Ponto de fusão em torno de 660 °C;
- b) Ponto de ebulição 2000°C;
- c) Peso específico de 2,7 g/cm³ a 20°C;
- d) Estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC);
- e) Excelente condutividade térmica;
- f) Relativa condutividade elétrica;
- g) Não é magnético;
- h) Baixo coeficiente de emissão térmica;
- i) Tensão de escoamento que varia de 50 a 60 Mpa;
- j) Excelente ductilidade com alongamento entre 60 e 70%.

O alumínio puro não tem muitas aplicações relevantes devido apresentar deficiências em determinadas propriedades como baixa dureza, mais quando associado a outros metais como cobre, magnésio, silício, zinco, manganês entre outros, formando ligas de alumínio, consegue adquirir excelentes propriedades mecânicas ampliando o universo de suas aplicações (SOUSA, 2013). A Tabela 1 apresenta as principais aplicações do alumínio puro e suas ligas com as respectivas composições e níveis de dureza.

Tabela 1: Principais ligas de alumínio com os seus respectivos valores de dureza.

Séries do Al e suas Ligas	Elemento Adicional	Níveis de Dureza (HV)	Principais Aplicações
1XXX (Alumínio Puro)	(99 à 99,99% de Pureza)	20 - 50	Painéis decorativos, aletas, indústria química e alimentícia, utensílios domésticos, Contatos elétricos e Alclad
2XXX	Al-Cu e Al-Cu-Mg	55 - 130	Indústria aeronáutica
3XXX	Al-Mn e Al-Mn-Mg	30 - 85	Latas de bebidas, painéis
4XXX	Al-Si	65 - 90	Metal de adição para soldas, pistões forjados de motores
5XXX	Al-Mg	55 - 95	Aplicações náuticas (navios e barcos)
6XXX	Al-Mg-Si	90 - 115	Perfis arquitetônicos e componentes automotivos.
7XXX	Al-Zn e Al-Zn-Mg	120 - 170	Indústria aeronáutica

(Adaptado de SOUSA, 2013).

Segundo o Instituto Internacional do Alumínio (IAI), até o ano de 2020 o consumo de alumínio e suas ligas chegou em torno de 97 milhões de toneladas sendo que desse montante 31 milhões de toneladas tiveram origem em sucatas de alumínio reciclado, valores que veem crescendo ano após ano em virtude de vários fatores incluindo políticas de incentivo a reciclagem para promover a sustentabilidade, redução da emissão de poluentes e redução do consumo de energia elétrica necessária para a produção do alumínio primário. Além disso o aumento da procura por materiais mais leves e recicláveis tem aumentado os estudos e pesquisas direcionadas ao alumínio e suas ligas dando a esse metal um papel de destaque frente aos metais ferrosos sendo que as previsões do Instituto Internacional do Alumínio apontam que a demanda pelo metal deve dobrar até o ano de 2050 (HAGHDADI et al. 2017; KROLO et al. 2019).

3.2. RECICLAGEM DO ALUMÍNIO

O alto consumo de energia elétrica na produção do alumínio aliado a intensa produção de rejeitos tóxicos que são acondicionados em imensas barragens de lama, assim como a remoção da vegetação do solo impactando a fauna e a flora, faz dessa atividade uma das maiores destruidoras das florestas tropicais em todo o planeta, pois são nessas regiões onde se concentra a maior parte da bauxita, a principal matéria prima para a produção do alumínio. Portanto a reciclagem desse metal nas suas mais diversas formas, acaba sendo uma atividade de significativa relevância, pois além do seu reaproveitamento, reduz o consumo de energia que seria necessário para produção do alumínio primário, incentiva a reciclagem, reduzindo a emissão de CO₂ (ROSA, MATIAS, JUNHO, 2015).

Dados do Instituto Internacional do Alumínio (IAI, 2020), aponta que neste ano, o volume global de alumínio presente no planeta ultrapassou a marca de 1 bilhão de toneladas criando dessa forma um vasto banco de armazenamento de energia para ser utilizada no futuro através do processo de reciclagem. Os principais setores de destino desse volume de material estão concentrados principalmente nas áreas de construção civil, transportes e engenharia, esses setores veem contribuindo anualmente para o aumento da taxa de reciclagem de alumínio promovendo uma redução na produção do alumínio primário mais sem interferir no aumento gradual da produção total do metal, é possível observar também que os níveis de reciclagem de alumínio secundário e produção do alumínio primário apesar de terem alcançado volumes expressivos se manteve estável nos últimos 20 anos (Figura 1).

Atualmente existe uma grande preocupação no gerenciamento dos mais diversos processos de fabricação que utilizam materiais metálicos buscando técnicas mais eficientes na redução do consumo de energia e desenvolvimento de estudos relacionados ao reaproveitamento do material metálico na forma de resíduos e sucatas (YUSAF et al. 2019). Esses resíduos fazem parte do processo de produção do alumínio secundário que é o alumínio proveniente da reciclagem e pode ser definida como sucata nova, quando se tem a sobra do alumínio oriundo dos processos de fabricação, e sucata velha, que são os resíduos de alumínio produzidos pelos consumidores, essas duas frentes de recuperação do alumínio são essenciais para gerar uma nova fonte de matéria prima as quais são

seguidas pelas fases de semi-fabricação, fabricação do produto, fase de uso e reciclagem (YUSAF et al. 2019; Al-ALIMI et al. 2021).

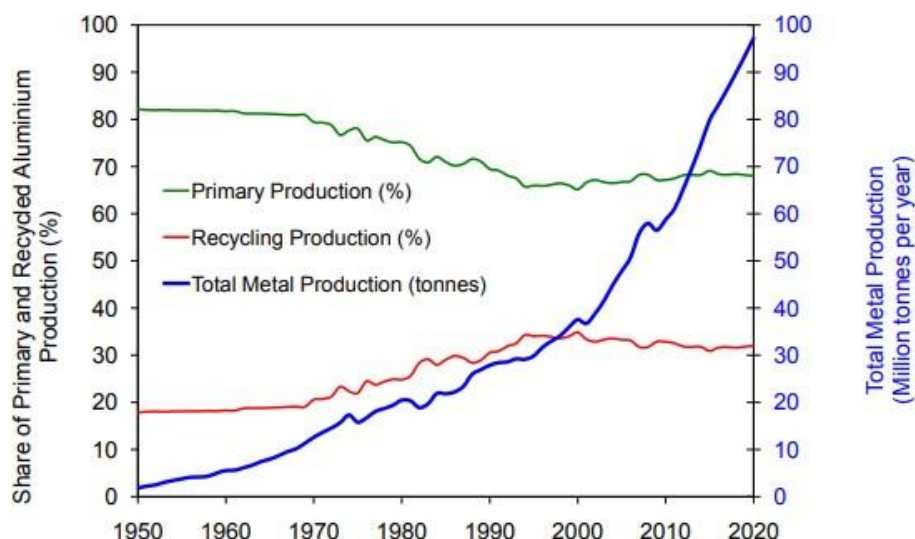


Figura 1: Participação da produção de alumínio primário e alumínio reciclado na produção total do metal. (IAI, 2020).

3.2.1. Reciclagem de cavacos de alumínio usinado

A usinagem é um dos principais processos de fabricação utilizados na produção de produtos acabados e semi-acabados de alumínio e suas ligas promovendo através de processos de corte, furação, faceamento e desbaste das ferramentas a retirada de material excedente o qual é denominado de cavaco e pode chegar a 50% do volume do material inicial gerando dessa forma uma quantidade expressiva de resíduo metálico, dessa forma a reciclagem desse resíduo acaba sendo uma atividade de interesse econômico, pois recupera uma parcela expressiva do material que foi descartado na usinagem, e ambiental, evitando que esse resíduo possa ser descartado de forma incorreta no meio ambiente podendo contaminar lençóis freáticos (ABD EL ALL et al. 2013; SHAMSUDIN et al. 2017).

Os cavacos de alumínio usinado são vistos como resíduos de baixo valor econômico do ponto de vista das indústrias fabricantes de peças usinadas, dessa forma diversos métodos foram aprimorados para recuperar cavacos de alumínio de forma

eficiente, agregando valor econômico e evitando o descarte desse resíduo metálico no meio ambiente (JRABA et al. 2018; KOCH et al. 2021).

A relação resistência-peso do alumínio e suas ligas têm atraído interesse de indústrias automobilísticas e aeroespaciais principalmente, pois essas características do alumínio são essenciais em projetos que visam a eficiência relacionados ao consumo de combustíveis, dessa forma a reciclagem desse metal e suas ligas em forma cavacos vem ganhando espaço, sendo que os processos de fabricação por usinagem são os maiores produtores de cavacos de alumínio (BEHNAGH et al. 2014).

Nos últimos anos vários métodos de reciclagem de cavacos de alumínio foram desenvolvidos e aprimorados e se juntaram ao método tradicional de refusão, atualmente tem-se o método de sinterização a plasma por centelha (SPS), forjamento a quente (HPF), compressão de extrusão cíclica (CEC), extrusão por fricção e agitação (FSE), entre esses novos métodos destaca-se como o mais eficiente o método de reciclagem direta em estado sólido (SSR) que foi recentemente aprimorado para reciclagem direta (DR), onde os cavacos são submetidos a altas pressões e temperaturas para promover uma melhor ligação entre os mesmos (HAASE e TEKKAYA, 2015; WAN et al. 2017; KROLO et al. 2019; YUSAF et al. 2019).

Durante a reciclagem de cavacos de alumínio o tamanho e a geometria destes influenciam no processo de compactação e na absorção de óxidos, dessa forma uma compactação bastante efetiva pode reduzir substancialmente a contaminação por óxidos, mas, mesmo após uma compactação eficiente durante o processo de reciclagem em estado sólido, técnicas de deformação plástica severa devem ser aplicadas posteriormente para redução de porosidades e melhoria de propriedades mecânicas do material reciclado (SHAMSUDIN et al. 2017).

3.2.2. Deformação plástica severa

A deformação plástica severa é uma técnica de encruamento para materiais metálicos que tem como objetivo a obtenção de grãos ultrafinos promovida por uma força intensa imposta no material fazendo com que este adquira uma deformação plástica submicrométrica, conseguindo valores de resistência mecânica altíssimos com

propriedades mecânicas bastante superiores as propriedades iniciais (CIEMIOREK et al. 2021; ROSOCHOWSKI, 2007; VALIEV et al. 1999).

Materiais que são submetidos a deformação plástica severa devem atender alguns pré-requisitos para que se obtenha grãos ultrafinos: a) predominância de contornos de alto ângulo apresentando estruturas com nano-grãos; b) a estrutura do material deve se manter uniforme ao longo de toda a amostra; e c) não pode haver o aparecimento de trincas e danificação da amostra submetida a deformação plástica. Todos esses critérios são importantes para obtenção de grãos na zona submicrométrica de 100nm a 1.0 μ m ou até mesmo na faixa nanométrica, <100nm, promovendo o aumento de discordâncias e formação de grãos (Figura 2), com isso esses materiais adquirem propriedades únicas e atraentes para aplicações muito exigentes como aumento de dureza e resistência a tração, por exemplo (FIGUEIREDO e LANGDON, 2012).

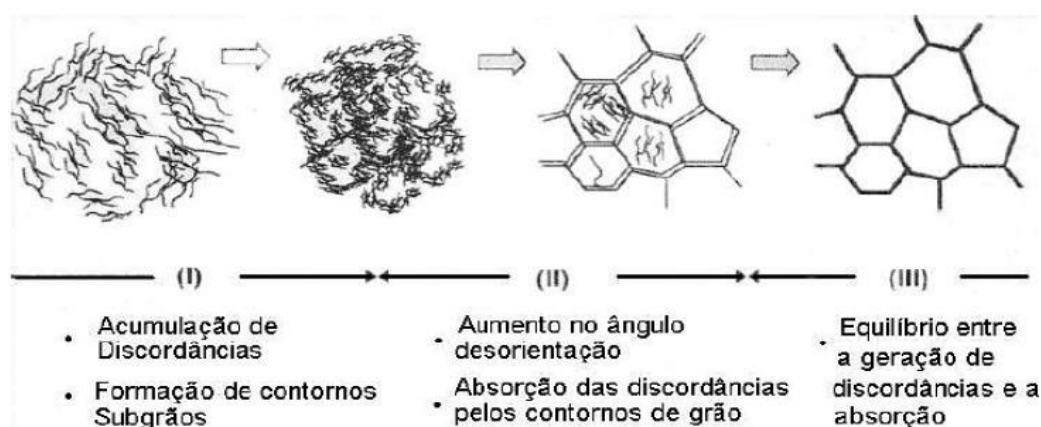


Figura 2: Evolução do refino microestrutural para a fase de equilíbrio. (Adaptado de ITO e HORITA, 2009).

Estudos relacionados a deformação plástica severa foram discutidos na década de 40, pouco antes de eclodir a segunda guerra mundial, Brindgeman (1952), relatou em experimentos que o aço apresentava considerável melhoria de suas propriedades mecânicas quando submetido a altíssimas pressões hidrostáticas, esses estudos posteriormente puderam ser estendidos a outros materiais. No início da década de 90, quando vários estudos demonstraram resultados de granulação ultrafina, houve um aumento considerável de experimentos para aplicação da DPS em diversos materiais.

Devido a intensificação das pesquisas acerca da deformação plástica severa, surgiram várias técnicas que foram introduzidas e aperfeiçoadas para melhorar o processo de refinamento de grãos. A torção de alta pressão (HTP), laminação acumulativa (*Accumulative Roll-Bonding* - ARB) e a prensagem angular em canal igual (ECAP), sendo a ECAP uma das técnicas de deformação plástica mais pesquisadas na atualidade (VALIEV e LANGDON, 2010).

3.2.3. ECAP

No início da década de 90, quando alguns estudos demonstraram resultados de granulação ultrafina, houve um aumento considerável de experimentos para aplicação da DPS em diversos materiais, incluindo materiais puros. Devido a intensificação das pesquisas acerca da deformação plástica severa, surgiram várias técnicas que foram introduzidas e aperfeiçoadas para melhorar o processo de refinamento de grãos, entre elas a prensagem em canais equiangulares (ECAP), uma técnica muito atraente em virtude do baixo custo, processamento simples e dos resultados obtidos através de sua aplicação (AZUSHIMA et al. 2008; VALIEV e LANGDON, 2010).

Durante a deformação por ECAP, o material, que tem a mesma seção transversal do canal da matriz (Figura 3), é submetido a altas pressões através de dois ângulos que se interceptam, promovendo assim, modificações severas na estrutura interna do material, conferindo-lhe um alto nível de refinamento dos seus grãos. Atualmente, o método ECAP é a principal técnica para deformação plástica de metais em temperaturas ambientes promovendo a obtenção de estruturas UFG (granulometria ultrafina). Essas nanoestruturas são possíveis porque no ECAP o mesmo material pode ser deformado várias vezes, por várias rotas de processamento, promovendo o refinamento de grãos, intensificando assim, os níveis de deformação no material (VALIEV e LANGDON 2006; ZISMAN et al. 2006; SANG et al. 2019; KOUJALAGI e SIDDESHA, 2020).

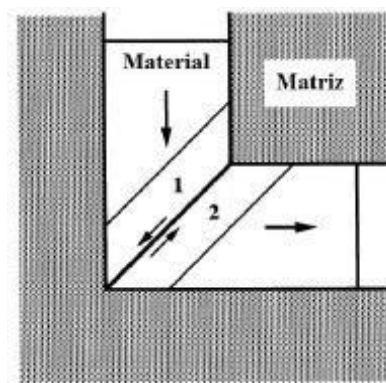


Figura 3: Ilustração do processo de cisalhamento entre os planos 1 e 2 durante o ECAP. (Adaptado de FUKUDA et al. 2006).

No ECAP a deformação plástica severa ocorre de forma cisalhante entre o corpo do material e as paredes da matriz, a amostra é pressionada para dentro do canal através de um punção que recebe determinada carga, a amostra então atinge dois canais que se interceptam em um determinado ângulo Φ o qual se relaciona com um ângulo de curvatura externo Ψ , caracterizando a zona crítica da deformação, fazendo com que a amostra, agora prensada, atinja o canal de saída apresentando as mesmas dimensões iniciais, mais com propriedades físicas e mecânicas bastante superiores como mostra a Figura 4 (FIGUEIREDO e LANGDON, 2012).

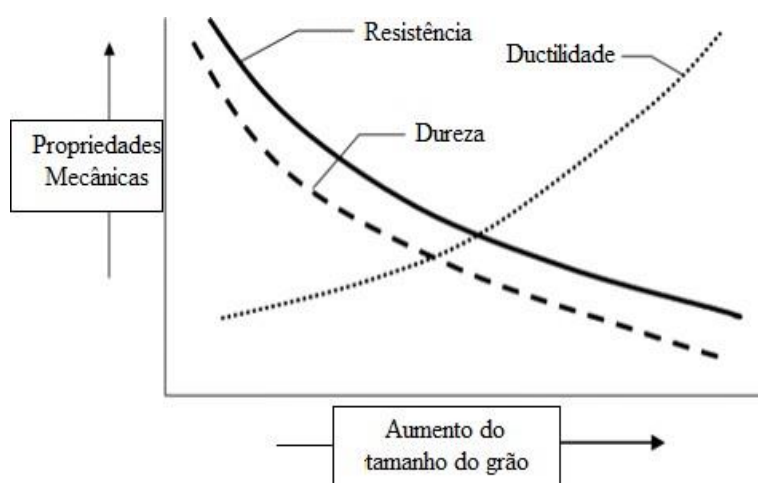


Figura 4: Relação entre o tamanho do grão com a ductilidade, a resistência e a dureza do material. (Adaptado de AZUSHIMA et al. 2008).

Fatores como número de passes, rotas de processamento, ângulos do canal, temperatura em que será realizada a deformação, pressão e velocidade que serão impostas durante o procedimento, assim como a geometria do molde que relaciona a forma da seção do canal e os ângulos entre eles, o coeficiente de encruamento do material e o atrito presente entre o molde e a peça, podem influenciar diretamente no resultado da deformação do material submetido ao ECAP, sendo os três primeiros, os mais relevantes (VALIEV e LANGDON, 2006).

3.2.4. Fatores que influenciam o processo ECAP

a) Número de passes

O número de passes reflete a quantidade de vezes que um material pode ser deformado via ECAP. Quanto maior o número de passes, maior o refino microestrutural e os seus efeitos nas propriedades do material como aumento da resistência mecânica e tenacidade (CIEMIÖREK et al. 2021).

A relação de refinamento microestrutural está diretamente relacionado com o número de passes, o aumento do número de passes durante o ECAP promove um cruzamento sucessivo dos planos de cisalhamento induzido pelo processo de deformação plástica intenso, dessa forma o material adquire uma microestrutura altamente refinada com grãos com contornos de alto ângulo, subestruturas fragmentadas surgem dentro desses grãos com desorientações que crescem a medida que aumenta o número de passes (ZISMAN et al. 2006; JUNIOR, 2017).

O aumento do número de passes promove uma deformação homogênea da microestrutura do material através do acúmulo do número de discordâncias em função da intensidade das força aplicada durante o processo ECAP produzindo grãos menores com diferentes orientações cristalográficas (VALIEV e LANGDON, 2010).

Dependendo do tipo de material processado durante o ECAP o número de passes pode variar os níveis de deformação, sendo que na grande maioria é observado logo nos passes iniciais grãos alongados na direção da deformação e a medida que aumenta o número de passes esses grãos tendem a atingir o tamanho de equilíbrio (KAPOOR, 2017).

b) Rotas de processamento

Segal (1995) descobriu a importância das rotas de processamento durante a técnica ECAP observando microestruturas distintas nos materiais deformados por diferentes rotas. Stolyarov e colaboradores (2001) apontam que a rota de processamento ECAP segue uma orientação definida para introdução do tarugo na matriz durante cada passe, afetando diretamente nas microestruturas dos materiais.

Existem basicamente quatro tipos de rotas de processamento, a) Rota A; b) Rota B_A; c) Rota B_C e d) Rota C (Figura 5), essas rotas diferem entre si em relação a direção de aplicação da carga após cada passe, influenciando na obtenção de microestruturas com granulometrias ultrafinas (VALIEV et al. 1999; AZUSHIMA et al. 2008; ADEDOKUN, 2011).

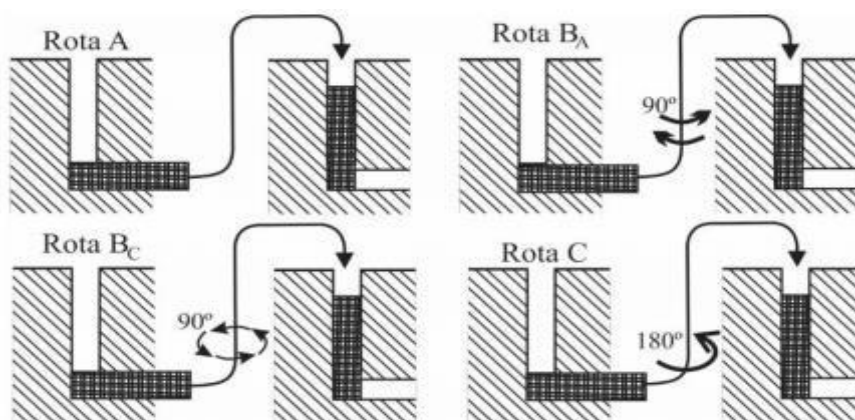


Figura 5: As quatro rotas de processamento por ECAP, rota A, rota Ba, e rota Bc e rota C. (Adaptado de ADEDOKUN, 2011).

A rota escolhida está diretamente relacionada com as deformações impostas através dos diferentes planos e direções de cisalhamento como demonstra a (Figura 6), os quais a depender do ângulo de canal (θ) impõe uma maior ou menor deformação a cada passe (ROODPOSHTI et al. 2015; MUSA, 2013; STOLYAROV et al. 2001).

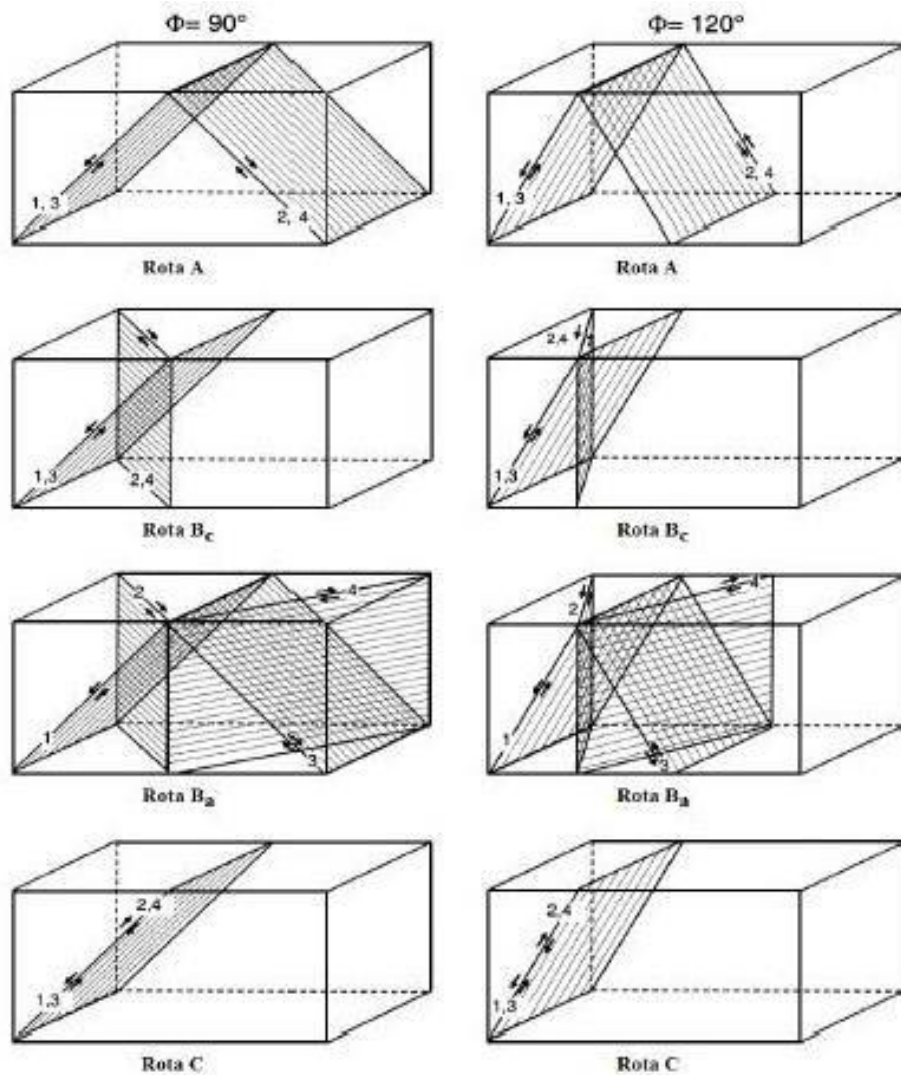


Figura 6: (a) Planos e direções de cisalhamentos ativados a cada passe nas rotas A, Ba, Bc e C associados aos ângulos de canal $\theta = 90^\circ$ e $\theta = 120^\circ$. (Adaptado de ROODPOSHTI et al. 2015).

c) Ângulo de curvatura (Ψ) e ângulo do canal (θ)

Zhu e Lowe (2000) em seus estudos sobre mecanismos de refinamento de grãos por ECAP apontam a importância dos ângulos de curvatura e de canal nos resultados das deformações impostas ao material. Os dois tipos de ângulos tem funções distintas durante o processo ECAP, enquanto o ângulo de canal (θ) tem maior influência com a deformação cisalhante, o ângulo de curvatura (Ψ) incide diretamente sobre o processo de deformação homogênea sofrida pela amostra. A Figura 7 representa dois canais com ângulos (θ) iguais

e ângulos (Ψ) distintos, na figura 7(a) $\Psi = 0$, na figura 7(b) $\Psi \neq 0$, a figura mostra um corpo de prova (abcd) antes de ser deformado e (a'b'c'd') após a deformação. (VALIEV e LANGDON, 2006).

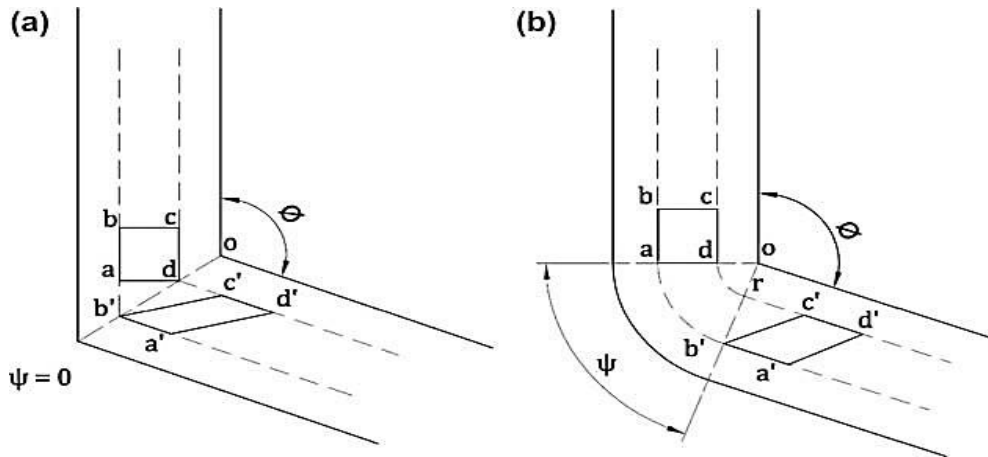


Figura 7: Ilustração do processo ECAP em duas matrizes distintas onde θ é o ângulo da matriz e Ψ , o ângulo de curvatura. Em (9-a) $\Psi = 0$, (9-b) $\Psi = \pi - \theta$. (VALIEV e LANGDON, 2006).

O material ao percorrer o canal da matriz sofre uma deformação verdadeira (ϵ) e uma deformação cisalhante (γ), essa última é calculada considerando apenas o ângulo do canal (θ) e o número de passes (N), segundo (IWAHASHI, 1998) e pode ser expressa pela equação 1.

$$\gamma = 2 \cdot \cot \frac{(\Phi)}{2} \quad (\text{eq. 1})$$

A deformação verdadeira para a condição Ψ diferente de 0° e N passes podem ser obtida pela equação 2, proposta por (IWAHASHI, 1998).

$$\epsilon = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot \left(\frac{\theta}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \operatorname{cosec} \left(\frac{\theta}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right] \quad (\text{eq. 2})$$

Essa equação pode ser aplicada para cálculos da magnitude de deformação para valores de $N = 1$, observando a (Figura 8) que as deformações impostas para um ângulo

de canal (θ) = 90° , sem considerar o ângulo de curvatura (Ψ), podem chegar valores próximos de 1 com apenas uma única passagem.

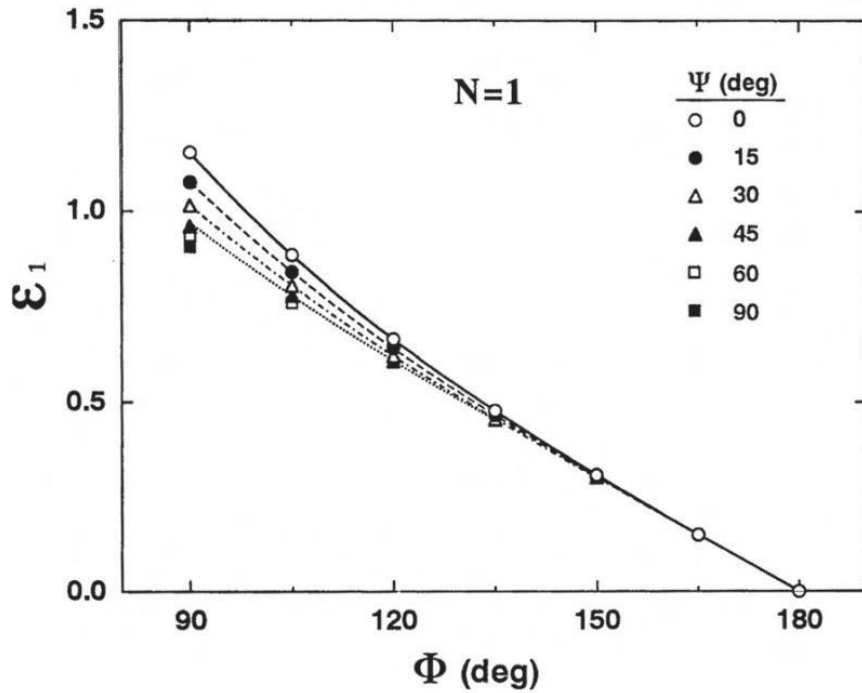


Figura 8: Relação do ângulo do canal (θ) com a deformação (ϵ) para valores diferentes do do ângulo de curvatura (Ψ) considerando apenas um passe, $N=1$. (NAKASHIMA et al. 1998).

As deformações impostas no material durante o processo ECAP tem total influência com o ângulo de canal e o ângulo de curvatura ou cotovelo, quando se tem um ângulo de canal $\theta = 90^\circ$ e ângulo de curvatura $\Psi = 0^\circ$ a deformação por passe pode chegar a ($\epsilon=1,115$). De acordo com a Tabela 2, à medida que aumenta o ângulo de cotovelo mantendo o valor do ângulo do canal tem-se uma diminuição nas intensidades de deformação (AZUSHIMA et al. 2008).

Tabela 2: Intensidade de deformação por passe considerando o ângulo do canal, raio e ângulo de curvatura.

Ângulo do Canal (θ)	Raio do Cotovelo (R)	Ângulo do Curvatura (ψ)	Deformação por passe (ϵ)
90°	0	0°	1,115
	0,25	16°	1,072
	0,50	37°	0,992
	0,75	62°	0,932
	1,00	90°	0,907

Essas deformações promovidas durante o ECAP estão associadas à diferentes regiões presentes na curva do canal da matriz como demonstra a Figura 9.

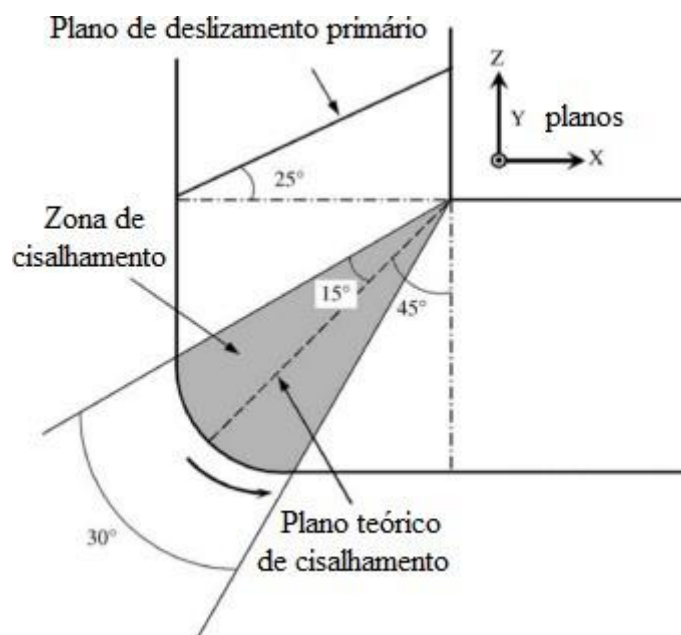


Figura 9: Ilustração de planos e zonas de cisalhamento durante o processo ECAP. (Adaptado de FUKUDA et al.2006).

Durante a passagem pelo canal da matriz o corpo de prova passa primeiramente por um plano primário de deslizamento seguindo posteriormente para a primeira etapa da curva do canal da matriz definida como zona de cisalhamento, nessa região o material sofre intensa deformação e ocorre o movimento contrário dos planos de deslizamento do

material ao passar pelo plano teórico de cisalhamento até atingir a saída do canal (FUKUDA et al. 2006).

4. REVISÃO DE LITERATURA

4.1. ECAP EM ALUMÍNIO

Valiev e Langdon (2010) observaram em estudos com alumínio puro que durante os dois primeiros passes de ECAP ocorreu considerável aumento da microdureza se mantendo estável nos passes seguintes. Naizabekov e colaboradores (2018) utilizaram apenas três passes ECAP e observaram algumas melhorias significativas das propriedades da ligado alumínio AA 6063 como resistência ao escoamento e resistência a tração, consequentemente o material também apresentou maior resistência aos percentuais de deformação.

Abd El Aal et al. (2015) apontaram em seus estudos que o alumínio puro após processamento via ECAP apresentou aumento significativo em sua microdureza, resistência à tração e homogeneidade da deformação, em contrapartida houve redução do alongamento com o aumento do número de passes.

Tarugos de alumínio puro foram deformados por prensagem em canais equiangulares (ECAP), via rota Bc com ângulo de 90° apresentando aumento significativo da homogeneidade com o aumento dos passes, o limite de escoamento e a microdureza aumentaram até 4 passes, diminuindo nos passes seguintes (HOSEINI et al. 2016). Experimentos com alumínio de alta pureza comprovaram que 10 passes na rota A equivale a apenas quatro passes na rota Bc, nessa última, os subgrãos evoluem mais rapidamente para contornos de alto ângulo comparado aos outros tipos de rota (IWAHASHI, 1998; HORITA et al. 2001).

No alumínio comercialmente puro, à medida que aumenta o número de passes tem-se um aumento gradual dos níveis de dureza, esse incremento apresenta um crescimento rápido nos dois primeiros passes progredindo de forma mais lenta nos passes seguintes Valiev e Langdon (2010), (Figura 10).

Langdon (2006) também observou a eficiência do ECAP em monocristais de alumínio e em alumínio policristalino de alta pureza obtendo microestruturas e grãos mais alongados com orientações de forma paralela ao sistema primário de deslizamento.

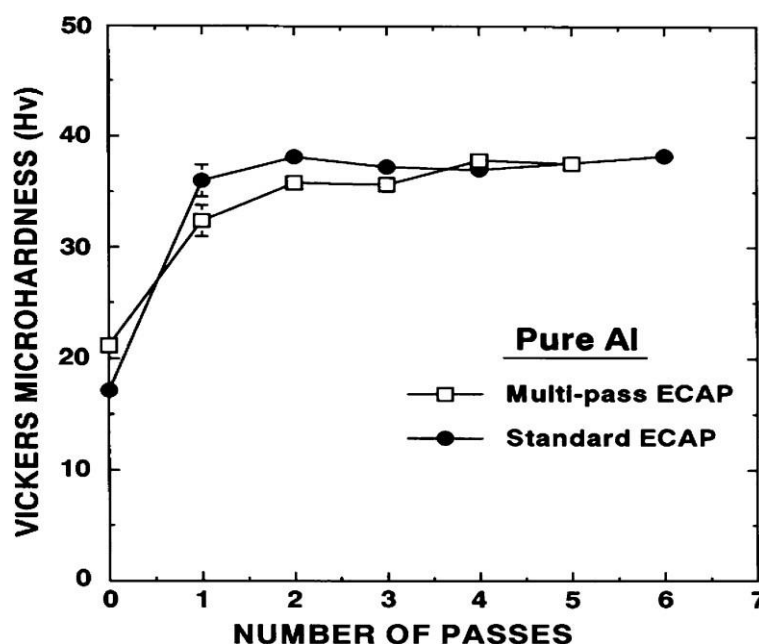


Figura 10: Relação da microdureza vickers com o aumento do número de passes por ECAP. (Adaptado de VALIEV e LANGDON, 2010).

Kapoor (2017) observou microestruturas de alumínio puro deformado por ECAP em três diferentes rotas de processamento e descobriu variações de grãos entre 0,5 e 1,5 μ m, sendo que a rota B, especificamente a rota Bc, obteve total homogeneidade da amostra com grãos equiaxiais nas três faces, enquanto as demais rotas obtiveram homogeneidade em apenas uma das faces, reforçando assim, a viabilidade do uso da rota Bc para metais puros. Estudos desenvolvidos por Komura et al. (2001) também comprovaram a eficácia do uso da rota Bc para o alumínio obtendo uma microestrutura mais homogênea separadas por contornos de alto ângulo, desenvolvendo uma máxima ductilidade superplástica.

Estudos de simulação numérica por elementos finitos em um corpo de prova de alumínio submetido a ensaios de microdureza vickers após o ECAP apresentou uma heterogeneidade na deformação ao longo do corpo de prova, sendo destacado em vermelho e amarelo as regiões com maior intensidade de deformação, apresentando maiores valores de dureza (PEREIRA, 2013).

Wang et al. (2020), através da análise de um software de elementos finitos para deformação plástica do alumínio comercialmente puro, verificou que em apenas um único passe foi possível observar um aumento gradual na distribuição homogênea da amostra

assim como aumento da dureza devido a obtenção de grãos submicrométricos atingindo uma melhoria de mais de 90% em relação a amostra do tarugo fundido.

Na simulação por elementos finitos em deformação por ECAP, Figura 11, foi utilizado dois tipos de matrizes com ângulos de canal indêntidos $\theta = 90^\circ$, dois ângulos de curvatura distintos, $\Psi = 0$ e $\Psi \neq 0$, e mesma rota de processamento. Verificou-se maior homogeneidade de deformação para a simulação que utilizou a matriz com ângulo de curvatura $\Psi = 0$. Quando o ângulo de curvatura ($\Psi = 0$) ocorre uma maior homogeneidade de deformação fazendo com que os planos de deslizamento sofram maiores tensões internas acumulando um maior número de discordâncias ao longo do material que durante a deformação acaba preenchendo toda região do canal como mostra a figura (FUKUDA et al. 2006; PEREIRA, 2013).

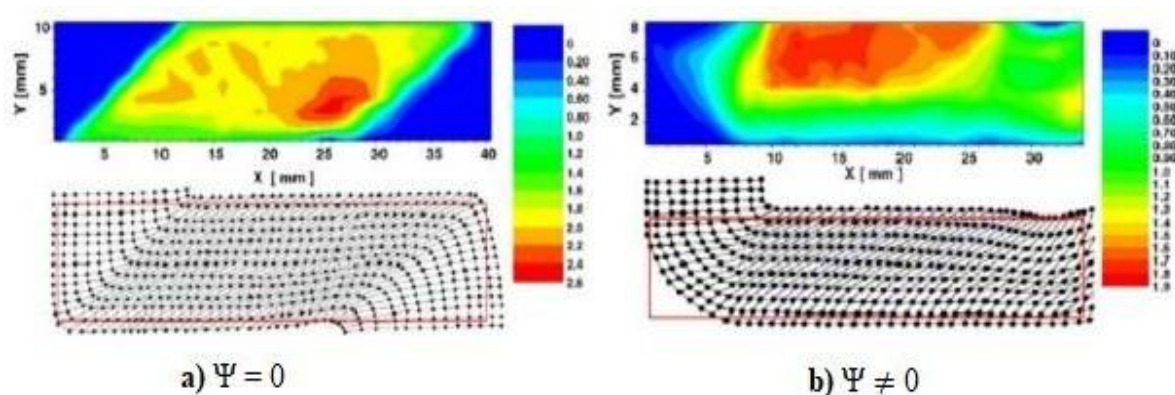


Figura 11: Simulação numérica de um corpo de prova deformado durante o ECAP. (Adaptado de PEREIRA, 2013).

Estudos envolvendo deformação por ECAP em alumínio comercialmente puro mostraram que o refinamento dos grãos está diretamente relacionado com a escolha da rota de processamento, fazendo com que rotas que apresentem maior ângulo entre os planos de deslizamento (111) e os planos de cisalhamento consigam atingir maior refinamento dos grãos (HOSEINI et al. 2016).

4.2.ECAP EM CAVACOS DE ALUMÍNIO

Existe basicamente dois métodos de reciclagem de cavacos de alumínio, pelo método tradicional ou refusão, e pelo método de reciclagem direta no estado sólido (SSR), que foi descoberto por Stern em 1945 e que tem apresentado resultados positivos no aproveitamento dos cavacos e na redução do consumo de energia frente ao método convencional, utilizando a extrusão a quente para produção de lingotes de cavaco com posterior aplicação de deformação plástica severa para redução das porosidades e melhoria das propriedades mecânicas do novo material produzido (WAN et al. 2017). Apesar da eficiência dessas técnicas de reciclagem, os cavacos reciclados apresentam algumas fragilidades que devem ser corrigidas através da aplicação do ECAP (Al-ALIMI et al. 2021; SABBAR et al. 2021).

Ultimamente o ECAP vem sendo aplicado após a reciclagem de cavacos de alumínio para obtenção de melhores propriedades do material, esse método impõe altíssimas deformações de cisalhamento facilitando a quebra das camadas de óxido e assim aumenta o processo de ligação entre os cavacos, promovendo uma microestrutura mais refinada e homogênea, reduzindo as porosidades e conferindo ao material melhores propriedades mecânicas (WAN et al. 2017; TAHA et al. 2019).

Abd El Aal et al. (2013) estudaram a compactação a frio de cavacos de alumínio reciclados das ligas $AlSi_8Cu$ e observaram a eficiência da deformação plástica severa por ECAP na redução da porosidade dos tarugos formados e melhoria de propriedades mecânicas como a obtenção de grãos mais finos e aumento da dureza. A mesma análise foi feita por Li e colaboradores (2017) quando reciclaram cavacos de alumínio usinados da liga AA6061 aplicando o método de fricção por consolidação, observando a influência da deformação plástica severa no processo termomecânico de colagem dos cavacos obtendo uma deformação homogênea.

Taha et al. (2019) também reciclou cavacos usinados da liga de alumínio AA6061, os cavacos foram produzidos em torno convencional a seco (sem fluídos de refrigeração) para redução das impurezas, posteriormente foram compactados e em seguida extrudados até seis passes por ECAP em uma matriz de canal $\theta = 90^\circ$, os resultados apresentaram um aumento significativo dos tamanhos dos grãos em relação ao material original.;

Haase e Tekkaia (2015) utilizaram cavacos reciclados obtidos da usinagem da liga de alumínio AA6060 pelo método de extrusão a quente com posterior extrusão a frio, comparando dois tipos de matrizes, matriz ECAP e matriz de face plana, e concluíram que há formação de uma microestrutura mais refinada com grãos finos equiaxiais e melhor acabamento interno no material produzido por cavacos reciclados extrudados com posterior aplicação de deformação plástica severa por ECAP, ao contrário do outro material extrudado pela matriz de face plana, o qual apresentou rachaduras internas e defeitos superficiais, apesar disso, nos dois casos analisados de deformação plástica severa para cavacos reciclados, houve um significativo aumento na dureza.

Krolo et al. (2019) investigaram ligas de cavacos de alumínio EN AW 6082 reciclado (Figura 12) através do método de reciclagem em estado sólido (SSR) utilizando extrusão a quente, em seguida aplicou deformação plástica severa por ECAP para melhoria das propriedades mecânicas do material, posteriormente as amostras foram submetidas aos testes de tração e obtiveram aumento nos valores de tensão limite de resistência e na tensão de escoamento do material.

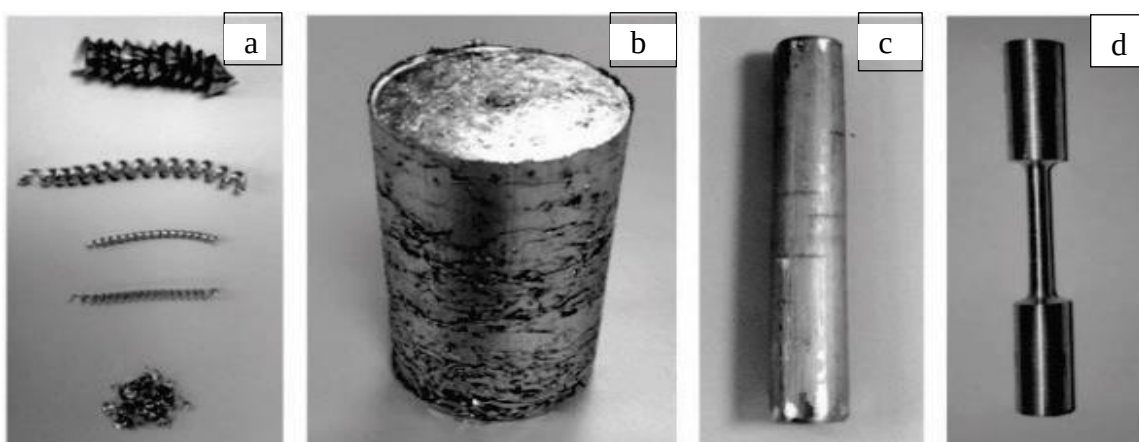


Figura 12: a) Cavacos usinados; b) tarugo compactado; c) barra extrudada; d) amostra reciclada usinada após o ECAP. (Adaptado de KROLO et al. 2019).

Cavacos da liga AA7075 produzidos após a fabricação por usinagem de peças de aeronaves foram reaproveitados através do processo de sprayforming por refusão e posteriormente submetido ao processo de extrusão a quente seguido de ECAP a temperatura ambiente, os resultados apontaram para uma redução significativa da

porosidade do material com redução do tamanho do grão e aumento dos níveis de dureza (HYODO et al. 2012).

Wan et al. (2017) apresentou em seus estudos a reciclagem de cavacos de ligas de alumínio comercial, esses materiais foram reciclados pelo método de reciclagem direta e posterior aplicação do ECAP para redução de microporosidade e refinamento microestrutural sendo obtidos materiais com alta densidade e propriedades mecânicas excelentes, até mesmo superiores ao do lingote original, como alta resistência mecânica até 650MPa e ductilidade acima de 16%.

A produção de lingotes a partir de cavacos reciclados de alumínio é um processo eficiente de reciclagem do metal onde reduz o consume de energia em relação ao método tradicional de refusão, em contrapartida, a compactação dos cavacos pelo método de reciclagem direta não elimina totalmente as microporosidades do material, como mostra a Figura 13 (b), dessa forma é necessária aplicação da técnica ECAP para redução da porosidade e melhoria das propriedades mecânicas (HAGHDADI et al. 2017).

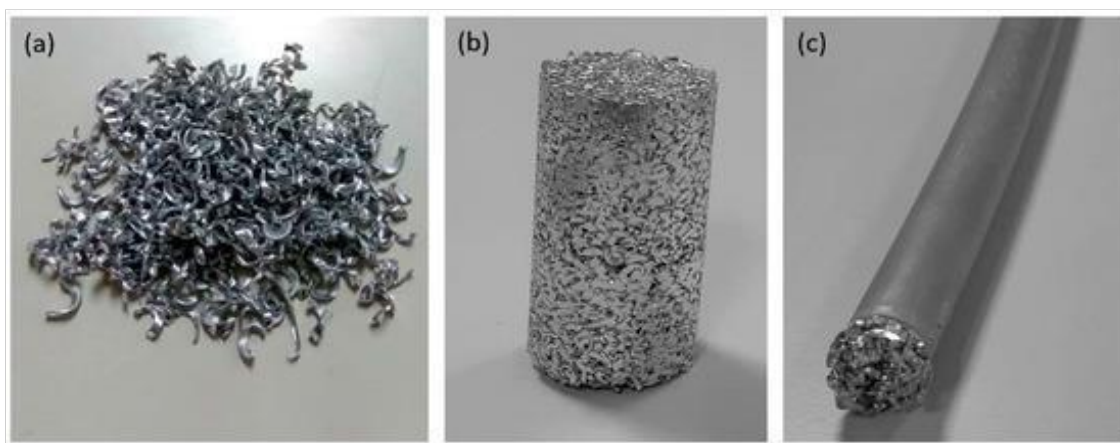


Figura 13: Reciclagem de cavacos de alumínio usinados: (a) cavacos de alumínio (b) tarugo à base de cavacos (c) barra extrudada. (Adaptado de KROLO, 2019).

Baseados nos resultados de Haase e Tekkaya (2015) sobre a reciclagem de cavacos de alumínio da liga AA 6060 por extrusão a quente, Kolpak e colaboradores (2019) utilizando elementos finitos, fizeram um modelo de previsão da qualidade da soldagem de cavacos de alumínio por extrusão direta a quente utilizando no modelo numérico duas matrizes, uma de face plana e outra matriz ECAP, obtendo melhores resultados para tarugos produzidos por ECAP.

Nas literaturas analisadas sobre reaproveitamento de cavacos de alumínio não foram encontrados estudos sobre a reciclagem do alumínio comercialmente puro na forma de cavaco, apenas cavacos de ligas variadas utilizando extrusão a quente, o qual por si só não se mostrou eficaz, sendo necessário, posteriormente, a aplicação de métodos de deformação plástica como o ECAP para redução das porosidades deixadas pelo processo de extrusão a quente e também para reduzir a heterogeneidade nas microestruturas. Esse estudo aplicou a reciclagem de cavacos de alumínio comercial pelo método da fundição, o qual é comprovado que produz melhor homogeneidade e menos porosidades no material fundido e posteriormente foi aplicado o método de deformação plástica severa por ECAP.

4.3.REFINAMENTO MICROESTRUTURAL EM MATERIAIS PROCESSADOS POR ECAP

O refinamento microestrutural nos materiais processados por ECAP ocorre através da recristalização dinâmica onde os planos de cisalhamento interagem com as estruturas cristalinas, promovendo de forma mecânica o desenvolvimento de subgrãos através de mecanismos de rotação grão/subgrão e sentido do fluxo de cisalhamento contrários entre os planos (KLIAUGA et al. 2022).

O processo de recristalização dinâmica responsável pelo refinamento microestrutural foi explicado em estudos recentes, Guan e colaboradores (2022) utilizando uma técnica de microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução e observou que os mecanismos de nucleação do abaulamento do contorno de grão, fragmentação mecânica e engrossamento do contorno do subgrão são os responsáveis pela recristalização do material.

Para Kapoor (2017) mecanismo responsável pelo refinamento microestrutural ocorre através de tensões internas na matriz onde interações de discordâncias formam subestruturas organizadas em células, essas células apresentam deslocamentos em suas paredes enquanto internamente apresentam uma baixa densidade de discordâncias, com o aumento das tensões essas células são transformadas em subgrãos com contornos de ângulo até atingir o equilíbrio entre a geração de discordâncias e a absorção por parte da formação de novos grãos e subgrãos promovendo um processo de refinamento marcado pela presença do acúmulo de discordâncias.

A redução do tamanho dos grãos e formação de subgrãos pode ser explicada também pela equação 3. Conhecida como relação de Hall-Petch essa equação explica o aumento da tensão de escoamento do material a partir da redução do tamanho dos grãos, quanto menor o tamanho dos grãos de material maior será a quantidade de discordâncias e desorientações presente no mesmo, sendo necessária uma força maior para deslocar um grão sobre o outro, características comuns de materiais que apresentam maior resistência e dureza (AZUSHIMA et al. 2008; KAPOOR, 2017).

$$\sigma_e = \sigma_0 + kd^{-\frac{1}{2}} \quad (\text{eq. 3})$$

Onde σ_e é a tensão de escoamento, σ_0 a resistência intrínseca, k_y o coeficiente de resistência do contorno de grão e d o tamanho do grão.

Kawasaki et al. (2009) observou uma evolução microestrutural em alumínio de alta pureza processado por ECAP, até a quarta passagem houve mudança da textura com ângulos de desorientação aumentando rapidamente para limites de alto ângulo apresentando um crescimento mais lento nas passagens seguintes. A mudança na textura do material foi mais acentuada no primeiro passe, no decorrer dos passes seguintes observou-se uma microestrutura mais homogênea com grãos menores, equiaxiais e de alto ângulo, essa diminuição do tamanho do grão está diretamente associada a redução da ductilidade, aumento da dureza e da resistência do material.;

A relação de Hall-Petch ajuda a entender o processo de recristalização e refinamento microestrutural uma vez que esse mecanismo de formação contínua e gradual produz grãos submicrométricos através da energia acumulada no material durante a deformação impulsionando a formação e migração de grãos com contornos de alto ângulo os quais são fixados nos contornos, dificultando o movimento das discordâncias consequentemente aumentando a tensão de escoamento do material deformado por ECAP em contrapartida ocorre uma redução na ductilidade em virtude da redução do tamanho do grão (HALLBERG et al. 2010; VALIEV e LANGDON, 2010).

Estudos com cavacos reciclados da liga de alumínio AA6060 comprovaram excelente refinamento microestrutural com redução do tamanho do grão após

processamento por ECAP após dois passes conseguindo tamanho médio de grão em torno de 5 μ m, imagens de microscopia eletrônica de varredura apontaram alta densidade de deslocamento de discordâncias provocadas pela deformação, isso se refletiu nos resultados expressivos de aumento de dureza e resistência à tração (TAHA et al. 2019).

A Figura 14 é uma ilustração da simulação de um corpo prova submetido ao ECAP sendo destacado por um círculo as duas regiões com menor intensidade de deformação, denominadas de região da cauda e região da cabeça, ao centro do corpo de prova, região onde apresenta maior intensidade de deformação (FIGUEIREDO e LANGDON, 2012).

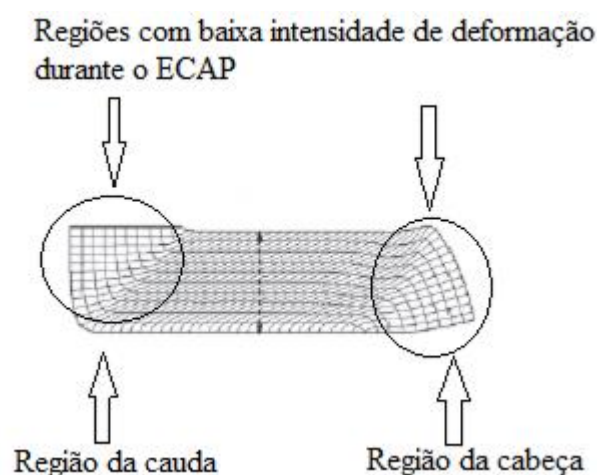


Figura 14: Ilustração de um corpo de prova submetido ao ECAP apotando as duas regiões com menor deformação. (Adaptado de FIGUEIREDO e LANGDON, 2012).

Durante a deformação do corpo de prova nos canais da matriz o punção entra em contato direto com a região da cauda empurrando o material pelo canal, ao chegar na curva desse canal ocorre um processo de intensa deformação plástica principalmente na região central do corpo de prova, sendo que a primeira região a alcançar a saída do canal é a cabeça do corpo de prova, dessa forma tanto a primeira região (região da cauda), como a última região (região da cabeça), apresentam menores intensidades de deformação (FIGUEIREDO e LANGDON, 2012).

O presente trabalho teve como um dos principais objetivos deformar por ECAP corpos de prova para posterior análise dos níveis de dureza.

5. MATERIAIS E METODOLOGIA

5.1.MATERIAL

Os materiais utilizados nesse trabalho foram o alumínio na sua forma comercial, com valores de dureza variando entre 70 e 90 HV e níveis de pureza de até 98% fornecido pelo Instituto Federal de Sergipe na forma de barras e tarugos, e o mesmo alumínio na forma de cavaco seco e na forma de cavaco tradicional, ambos oriundos de processos de fabricação por usinagem em torno e fresa. O termo cavaco seco foi definido nessa pesquisa como o cavaco produzido por processos de fabricação sem uso de fluídos refrigerantes e sem contato com as impurezas da bandeja da máquina, enquanto o cavaco tradicional foi definido como o cavaco produzido pelos processos de fabricação convencionais, utilizando fluídos de refrigeração e mantendo o material usinado em contato com outras impurezas presentes na bandeja da máquina como óleos lubrificantes, graxas, óleos refrigerantes e possíveis resíduos de outros metais.

Para o desenvolvimento desse estudo foi necessária também a construção de dois tipos de coquilhas em aço carbono com geometrias de paredes distintas, uma com espessura de parede maior, denominada de coquilha de parede espessa (CPE), e a outra com espessura de parede menor, denominada de coquilha de parede fina (CPF), além da fabricação de uma matriz com duas laterais bipartidas e núcleo independente das laterais composto em aço ferramenta D2.

5.2.METODOLOGIA

5.2.1. Fabricação das Coquilhas

Na fabricação das coquilhas em material em aço 1045, foram utilizados serra de fita horizontal, torno mecânico universal, fresadora ferramenteira, além de outros equipamentos e materiais de consumo disponibilizados pelo LAPROMTI (Laboratório de Produção Mecânica e Tecnologias Industriais) do IFS Campus Lagarto. A base da

coquilha é livre do corpo, o qual tem um furo na parte inferior para facilitar a expulsão do lingote após solidificado, a parte interna foi usinada em operação de desbaste mantendo conicidade de 5° graus de inclinação em relação ao eixo longitudinal para facilitar também a saída do lingote. As dimensões das duas coquilhas utilizadas nesse trabalho estão na Tabela 3.

Tabela 3: Apresentação dos dois tipos de coquilhas e suas respectivas dimensões.

Tipo de Coquilha	Altura da base	Altura do corpo	Dimensões (mm)		
			Diâmetro externo	Diâmetro interno menor	Diâmetro interno Maior
CPF	20	80	50	16	40
CPE	70	80	100	16	40

A Figura 15 apresenta os dois tipos de coquilhas utilizadas nesse estudo. A Figura 15(a) mostra as duas coquilhas com base separada do corpo, a Figura 15(b) apresenta as duas coquilhas montadas em suas respectivas bases.



Figura 15: Coquilhas com base e corpo separados (a). Coquilhas montadas (b).

O principal objetivo do uso de duas coquilhas distintas foi induzir ao mesmo tipo de alumínio fundido duas velocidades distintas de resfriamento para posteriormente analisar a influência dessa velocidade na formação das microestruturas e nas propriedades mecânicas do material. A Figura 16 é uma ilustração das duas coquilhas apontando como ocorre o processo de resfriamento do metal induzido pela espessura da parede de cada uma.

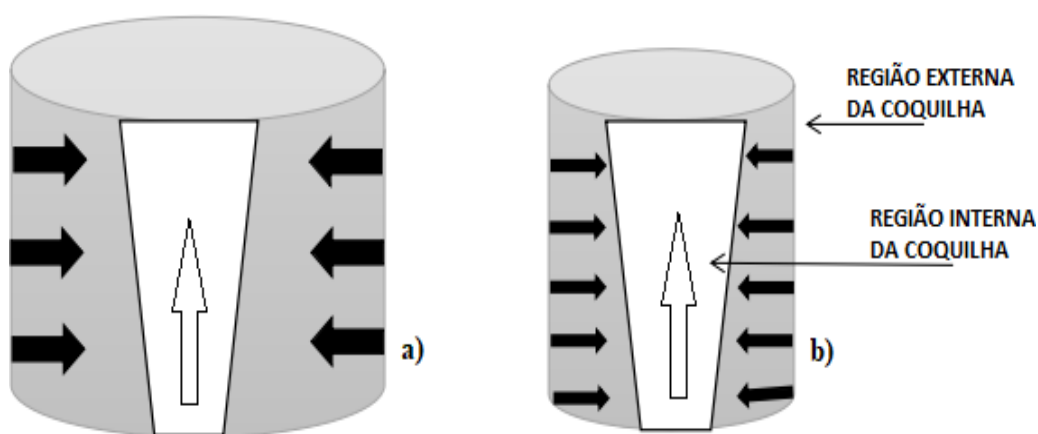


Figura 16: Ilustração da influência da espessura da parede das coquilhas no processo de resfriamento do material e concentração das impurezas. CPE (a). CPF (b).

5.2.2. Fundição do Alumínio

Os três tipos de alumínio: puro, sem impurezas e com impurezas, foram analisados em função do tipo de coquilha considerando dois tipos de espessuras das paredes distintas na influência da formação das microestruturas durante o resfriamento. Para esse trabalho foram adotadas as seguintes definições para os três tipos de alumínio:

- a) Alumínio puro (Al puro): alumínio na condição virgem, como recebido da indústria, sem interferência de processos de fabricação;
- b) Alumínio seco (Al seco): alumínio na forma de cavacos produzidos por usinagem seca, sem a presença de contaminantes como óleos, fluidos refrigerantes e outras impurezas durante o processo de fabricação;

c) Alumínio de cavaco tradicional (Al tradicional): alumínio na forma de cavacos produzidos através dos processos convencionais de usinagem com a presença de contaminantes durante a usinagem.

No laboratório de tratamentos térmicos (LABTERM) do DCEM da UFS foram submetidos à fundição os três tipos de alumínio: Al puro, Al de cavaco seco, e Al de cavaco tradicional. Os materiais foram depositados em um cadinho refratário e levados ao forno modelo FL-1300, posteriormente sendo aquecido com uma taxa de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$. A temperatura de vazamento foi definida em 850°C para as três condições de materiais e as coquilhas estavam em temperatura ambiente ao receber o metal líquido.

As duas condições de alumínio em forma de cavacos tiveram que ser compactados antes da fundição, Figura 17, com o auxílio de uma prensa hidráulica de 15 toneladas da MARCON e um dispositivo metálico em forma de cone adaptado para essa finalidade, o objetivo da compactação foi facilitar o processo de fundição, sendo que o material compactado reduz a área de contato com o oxigênio, diminuindo assim, o tempo de fundição, reduzindo a presença de óxidos, além disso para fundição dos cavacos foi necessário adicionar pequenos tarugos de Al puro, o percentual foi calculado de forma proporcional (1g de Al puro para cada 3g de Al reciclado), para as duas condições de reciclado.



Figura 17: Alumínio na forma de cavaco (a), compactação do cavaco (b), lingote de cavaco prensado (c), e forno de fundição (d).

A fundição ocorreu depositando o cavaco prensado em um cadinho cerâmico, posteriormente foi aquecido no forno na temperatura de 850°C com taxa de aquecimento

de 10 °C por minuto. O alumínio líquido foi vertido nos dois tipos de coquilhas: parede fina e parede espessa.

Na fundição foram produzidos três lingotes em cada uma das coquilhas, referentes ao Al puro, Al seco e Al tradicional, resultando em seis lingotes no total. A Figura 18 mostra os três lingotes na CPF (parte superior da figura) e três lingotes para a CPE (parte inferior da figura).



Figura 18: Os três lingotes produzidos na CPF na parte superior da figura e os três lingotes produzidos na CPE na parte inferior da figura.

Os lingotes foram cortados ao meio no sentido longitudinal, mostrado na Figura 19. Sendo uma das partes com o objetivo de analisar a microestrutura e a segunda parte para produção de 6 corpos de prova retirados do centro dos lingotes no sentido base-topo para verificação da possível influência de óxido e análise da microestrutura.



Figura 19: Os seis lingotes cortados ao meio para produção dos corpos de prova. a) lingotes produzidos na CPF. b) lingotes produzidos na coquilha de parede espessa.

5.2.3. Produção dos corpos de prova

Os seis lingotes produzidos na fundição foram cortados ao meio, metade para análise metalográfica da macroestrutura de fundição e a outra metade para produção dos corpos de prova. Foram produzidos 6 corpos de prova cada lingote cortado ao meio, os quais foram denominados de CP1 à CP6 considerando o primeiro corpo de prova (CP1) na base do lingote e o último (CP6) no topo do lingote como mostra a Figura 20.

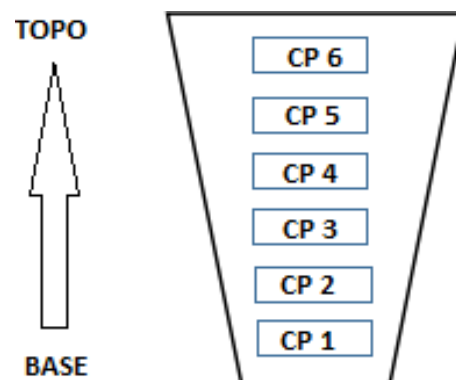


Figura 20: Ilustração do lingote cortado ao meio para obtenção dos corpos de prova no sentido base-topo.

Foram produzidos 36 corpos de prova, Figura 21, sendo 18 da CPF e 18 da CPE, todos com as mesmas dimensões 7x7x15mm.

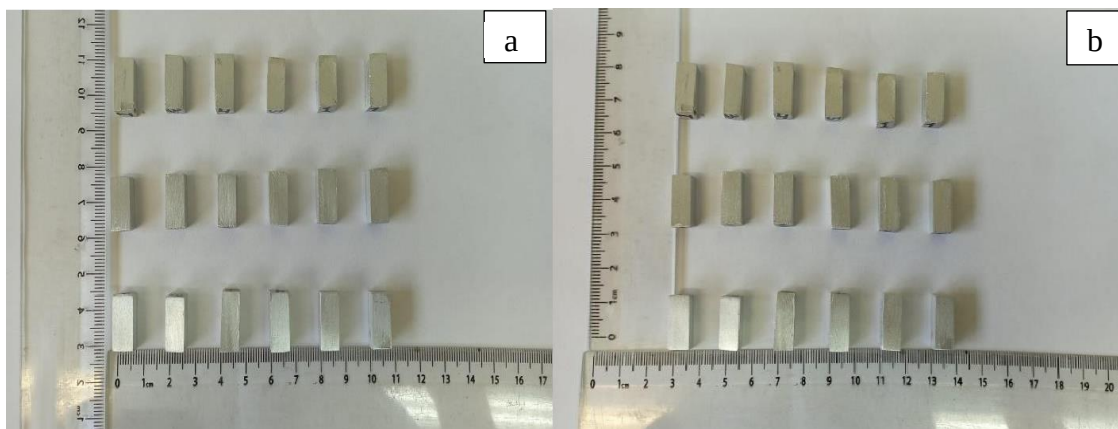


Figura 21: Corpos de prova para deformação ECAP: (a) 18 corpos de prova produzidos na CPE e (b) 18 corpos de prova produzidos na CPF.

5.2.4. Adaptação da Matriz de deformação ECAP

A deformação do alumínio foi realizada em uma matriz ECAP com canal de 90°. Nessa matriz foi realizada uma adaptação que consistiu na introdução de um núcleo central produzido em aço ferramenta tipo D2. A Figura 22(a) mostra a matriz, que possui duas laterais em aço carbono e o núcleo central do aço ferramenta, material de alta resistência ao desgaste e a deformação com o canal de 7mm, ângulo do canal $\theta = 90^\circ$ e ângulo de curvatura $\Psi = 32^\circ$. A Figura 22(b) mostra a matriz montada.

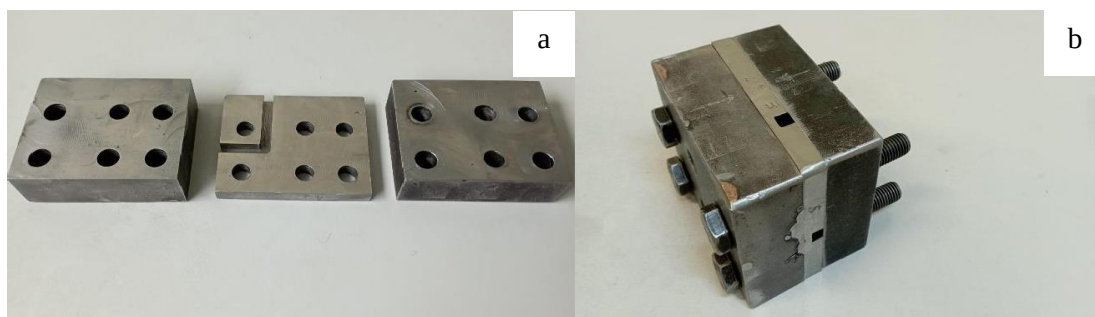


Figura 22: (a) Matriz ECAP aberta. (b) Matriz ECAP montada com núcleo central de aço ferramenta.

Todo o processo de fabricação da matriz foi realizado no Laboratório de Produção Mecânica e Tecnologias Industriais do Instituto Federal de Sergipe, Campus Lagarto, para uma maior precisão e acabamento do canal do núcleo da matriz foi utilizado na fabricação um Centro de Usinagem CNC modelo Skybull 600 com comando numérico computadorizado e linguagem de programação FANUC.

5.2.5. Deformação ECAP

Utilizando a matriz produzida nesse trabalho, foram deformados 36 corpos de prova: 18 corpos de prova da CPF e 18 corpos de prova da CPE, sendo contempladas as três condições de materiais em cada coquilha.

Os corpos de prova foram padronizados nas dimensões: 7x7x15mm, posteriormente lixados com lixa de 180 para melhor acabamento superficial de suas faces.

Os corpos de prova foram submetidos a deformação plástica severa por ECAP utilizando a matriz com ângulo de canal $\theta = 90^\circ$ e ângulo de curvatura $\Psi = 32^\circ$ via rota Bc com dois passes em temperatura ambiente e carga aplicada de 2,5KN.

O corpo de prova de Al nas dimensões 7x7x15mm Figura 23, a esquerda corpo de prova sem deformação, e à direita, corpo de prova deformado pela matriz ECAP de ângulo de canal $\theta = 90^\circ$ e ângulo de curvatura $\Psi = 32^\circ$ com dois passes via rota Bc.

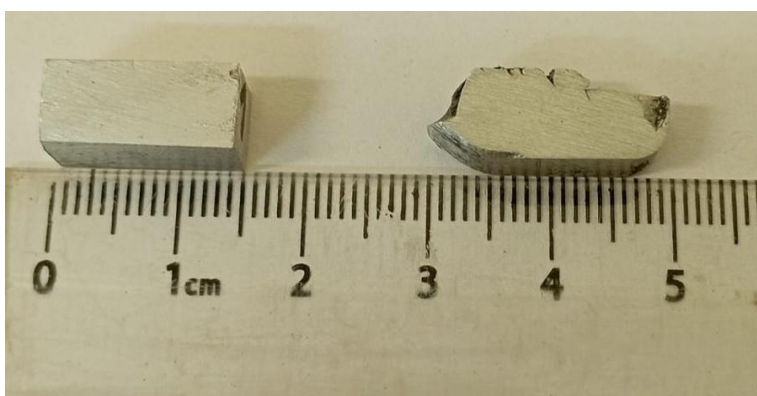


Figura 23: Corpo de prova de Al puro não deformado a esquerda e deformado por ECAP a direita.

Para análise da microdureza Vickers do material deformado foi escolhido o plano Y. Segundo (BERBON et al. 1999) o plano Y, como demonstrado na Figura 24, fica paralelo as bordas lateral e superior da amostra e próximo a região de saída da matriz.

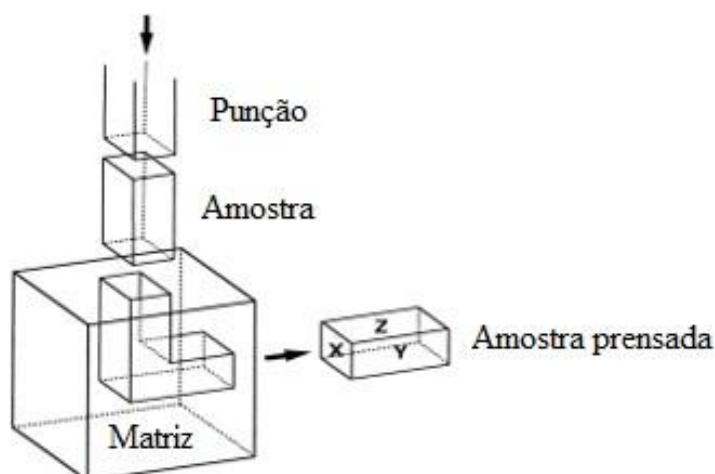


Figura 24: Ilustração do processo ECAP apresentando os três planos de deformação, X, Y e Z. (Adaptado de BERBON et al.1999).

5.2.6. Metalografia

Para a análise macro foi utilizada uma das metades de cada lingote para verificação de possíveis regiões porosas e heterogêneas, as metades submetidas a análise macro foram lixadas em lixas de carbeto de silício (SiC) na sequência: 80, 120, 240, 400, 600 e 1200 em seguida lavadas em banho de ultrassom para remoção de partículas e posteriormente polidas com pasta de diamante na sequência de 6 μ m, 3 μ m e 1 μ m e por último realizado o ataque químico com solução na composição de 15mL de HCl, 15mL de HF, 7,5 mL de HNO₃ e 15mL H₂O para posterior análise visual de toda extensão do lingote realizando registros fotográficos.

Para análise metalográfica os corpos de prova com dimensões 7x7x15mm com e sem deformação ECAP, foram embutidos em resina de cura a frio para posterior lixamento em lixas de carbeto de silício (SiC), seguindo a sequência: 80, 120, 240, 400, 600 e 1200, após o lixamento as amostras foram submetidas ao banho de ultrassom para

lavagem e remoção de partículas metálicas. Em seguida todos os corpos de prova foram polidos em panos com abrasivo de pasta de diamante na sequência de $6\mu\text{m}$, $3\mu\text{m}$ e $1\mu\text{m}$, finalizando com polimento com abrasivo em suspensão de alumina de $0,5\mu\text{m}$. Por fim realizado o ataque químico com solução na composição de 15mL de HCl, 15mL de HF, 7,5 mL de HNO_3 e 15mL H_2O , variando o tempo de ataque entre 10 e 20 segundos. Após o ataque os corpos de prova foram submetidos a análise de microscopia óptica (MO) para registros fotográficos das microestruturas.

5.2.7. Dureza Vickers

Todos os corpos de prova, deformados ou não, foram submetidos ao ensaio de microdureza Vickers para análise dos níveis de dureza e posterior comparação. Cada amostra foi submetida a 10 pontos de medidas de microdureza, considerando análise no sentido longitudinal do plano Y das amostras. Para realização dos ensaios foi utilizado um microdurômetro da Shimadzu, modelo HMV-2T, com carga de 1000 kgf e tempo de impressão de 10 segundos, distanciando 1,5mm de um ponto a outro como ilustrado na Figura 25.



Figura 25: Representação esquemática dos pontos da amostra onde foram realizadas os ensaios de microdureza Vickers. DN – Direção Normal de deformação; DT - Direção transversal de deformação.

5.2.8. Microscopia

a) Microscopia Óptica

As análises de microscopia óptica (MO) foram realizadas para verificação das microestruturas nos corpos de prova antes e após a deformação ECAP, foi utilizado um microscópio modelo Carl ZEISS Axio SCOPE A.1.

b) Microscopia Eletrônica de Varredura

Com o objetivo de obter informações a respeito da morfologia e tamanho médio dos grãos, as amostras foram submetidas à análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV), visto que esta técnica é capaz de estudar a morfologia, topografia e o aspecto da superfície das amostras. Na análise de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi utilizado um microscópio modelo JEOL JCM-5700 CARRY SCOPE.

5.2.9. Ensaios de Difração de Raios X

A difração de raios-X (DRX) é um método que permite caracterizar as fases cristalinas específicas presentes no material e para o estudo de análises estruturais de materiais policristalinos. Para análise de Difractometria de Raios X (DRX), foi utilizado o equipamento modelo LABx XRD 6000 utilizando fonte de radiação monocromática $\text{Cu-K}\alpha$ ($\lambda = 1,54\text{\AA}$) operando com tensão de 40KV e corrente de 30mA, velocidade de varredura de $2^\circ/\text{min}$ utilizando uma faixa de 30° a 80° e passo de varredura de $0,02^\circ$. Na análise de DRX foram consideradas amostras da base (CP1) e do topo (CP6) dos lingotes de Al puro e Al tradicional ambos produzidos pela coquilha de parede fina (CPF) e coquilha de parede espessa (CPE).

5.2.10. Análise de Variância (ANOVA)

Os resultados de dureza das três condições de alumínio (Al Puro, Al Seco e Al Tradicional) produzidos nas duas coquilhas (CPE e CPF), com e sem deformação ECAP, foram submetidos a análise de variância (ANOVA) para verificar estatisticamente se houve ou não diferenças significativas dos valores obtidos entre os grupos e dentro dos grupos analisados. Para obtenção dos resultados estatísticos através da análise ANOVA foi utilizado o software JAMOV versão 2.3.18.0, foi possível obter os resultados de dureza para análise de variância fazendo a verificação de pressupostos através do teste de homogeneidade (TESTE LEVENE), o teste de Normalidade (SHAPIRO-WILK) e o teste de comparações (POSTHOC), responsável por identificar as diferenças entre os grupos e as diferenças dentro dos grupos analisados.

6. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Nesse tópico serão analisados os resultados do processo de fundição dos cavacos de alumínio processados em duas condições, Al Seco e Al Tradicional, posteriormente serão apresentados os resultados das análises das microestruturas das três condições de lingotes produzidos (Al Puro, Al Seco, Al Tradicional) para assim, identificar nos lingotes fundidos a presença de heterogeneidades e porosidades.

Em seguida serão apresentados os resultados das análises antes e após a deformação por ECAP, onde os corpos de prova foram processados com 1 e 2 passes via rota Bc e temperatura ambiente, serão apresentados os resultados de ensaios de microdureza Vickers (HV), análises de microscopia ótica (MO), análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV), ensaios de difração de raio X (DRX). Finalizando, serão apresentados resultados da análise de variância (ANOVA) para verificar as diferenças significativas entre os grupos e dentro dos grupos fazendo comparativos entre as três condições de material produzido nos dois diferentes tipos de coquilhas distintas, CPF e CPE.

6.1. TESTE DE OXIDAÇÃO

Os cavacos de alumínio, que inicialmente foram prensados para posterior fundição, apresentaram dificuldade de fusão, sendo necessário elevar a temperatura para 850°C. Essa alteração na temperatura de fundição dos cavacos de alumínio foi embasada a partir dos testes realizados com tamanhos de cavacos distintos, os quais foram separados entre cavaco menor, com médias de comprimento de até 10mm, e cavaco maior, com médias de comprimento de até 40mm, esses cavacos foram prensados e submetidos a uma temperatura de 500°C durante 3h. Os cavacos pequenos não apresentaram alteração no peso após o aquecimento, ou seja, por possuírem tamanhos pequenos a compactação foi mais efetiva promovendo uma maior união entre eles, reduzindo assim, os espaços vazios entre os seus vizinhos, dificultando a oxidação. Já os cavacos maiores, os quais foram utilizados nesse estudo, apresentaram um pequeno aumento percentual no peso após os experimentos. O aumento de peso nos cavacos maiores está relacionado com a dificuldade

de compactação e união entre os seus vizinhos, deixando mais espaços vazios entre um cavaco e outro favorecendo a oxidação e com isso dificultando o processo de fundição, explicando assim a necessidade de aumento de temperatura acima do normal para fusão do alumínio, que ficou em 850°C. A Tabela 4 apresenta os resultados realizados com os dois tipos de cavacos apontando a presença de óxido nos cavacos de geometria maior.

Tabela 4: Influência da oxidação no peso dos cavacos de alumínio.

Influência da oxidação no peso do cavaco (%)			
Tipo de cavaco	Peso Antes do aquecimento (g)	Peso após aquecimento (g)	Aumento de peso(%)
Cavaco menor	168,34	168,15	0
Cavaco maior	137,60	138,88	1

A partir dos resultados obtidos nos testes de fundição com os dois tipos de cavacos distintos, foi possível determinar que a presença de óxido ficou mais evidente nos cavacos de geometria maior, apesar disso, a presença de óxido foi mínima, representada por apenas 1% do peso do material inicial. A presença de óxido nos cavacos de alumínio dificulta o processo de fundição pois a camada protetora formada naturalmente na superfície dos cavacos impede que ocorra a ligação entre eles sendo necessário assim, o aumento da temperatura para atingir a fundição do metal.

6.2.MACROESTRUTURA

Os resultados de macroestrutura foram das amostras dos lingotes cortados ao meio. Os lingotes foram lixados com lixas de carbetto de silício até granulometria de 1200, polidos com alumina de 1µm e 0,5µm, em seguida realizado ataque químico com reagente Tuckers para revelar as macroestruturas obtidas nos dois tipos de coquilha.

Os resultados da macrografia da CPF, Figura 26, mostram um maior refinamento de grãos para o lingote produzido de alumínio puro, para as duas condições de alumínio produzido de cavacos, o lingote de cavaco seco apresentou um refinamento superior ao lingote produzido de cavaco tradicional.

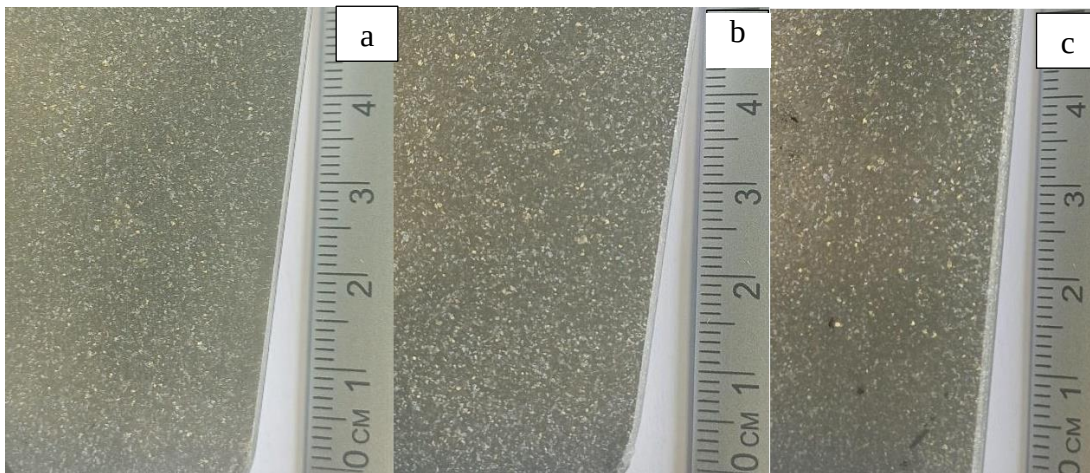


Figura 26: Macrografia dos lingotes produzidos na CPF: (a) Al puro, (b) Al seco e (c) Al tradicional.

Os resultados de análise macro das amostras produzidas na CPE estão apresentados na Figura 27. Nos resultados macrográficos do material produzido pela CPE é possível observar um refinamento maior dos grãos nas três condições de alumínio, para essa condição de coquilha os níveis de refinamento apresentaram valores próximos um do outro, sendo que esse refinamento visualmente é mais evidente na condição do alumínio puro, seguido do alumínio de cavaco seco e por último, o alumínio de cavaco tradicional.

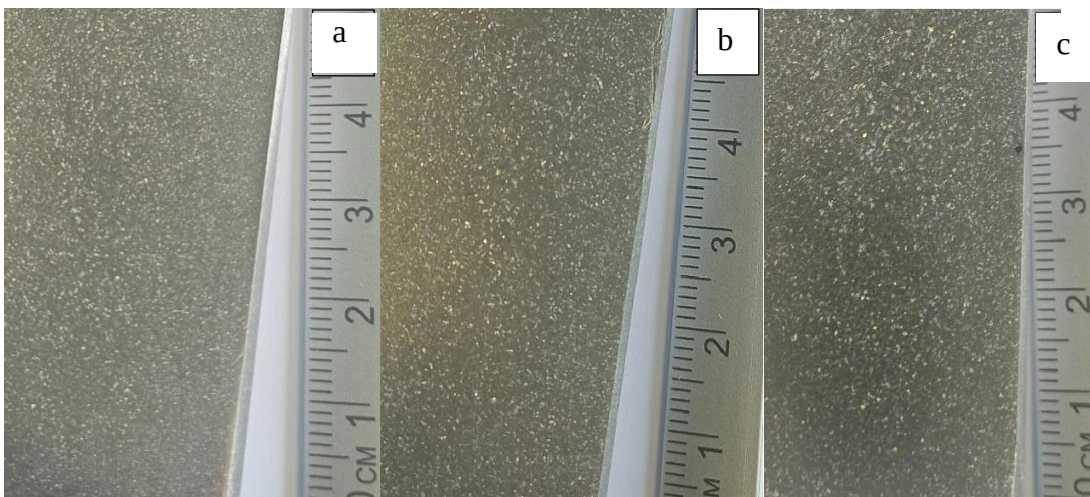


Figura 27: Macrografia dos lingotes produzidos na CPE: (a) Al puro, (b) Al seco e (c) Al tradicional.

Analisando os resultados macrográficos entre as materiais produzidos pelas duas coquilhas é possível determinar que a CPE produziu um maior refinamento de grãos em relação a CPF esse refinamento microestrutural está relacionado com a espessura da parede da coquilha, quanto maior a espessura da parede, maior será a velocidade de resfriamento e consequentemente maior será o refinamento dos grãos obtendo assim um material com melhores propriedades mecânicas como ficou comprovado nos resultados de microdureza apresentados no tópico 6.4.

Os resultados obtidos na análise macro estão de acordo com os resultados apresentados por Zou e colaboradores (2021) onde aplicou diferentes velocidades de resfriamento no alumínio puro e obteve refinamentos de grãos distintos para cada velocidade aplicada durante a solidificação.

Esses resultados também estão de acordo com as pesquisas desenvolvidas por Gregolin (2019), que aplicou diferentes taxas de resfriamento para a liga de alumínio A365 e observou grãos mais refinados para velocidades de resfriamento maiores. A elevada taxa de resfriamento eleva o refinamento microestrutural do material, essa relação do refinamento de grãos com a taxa de resfriamento foi observada também por Narayan e Hebert (2022) em ligas de alumínio-cobre quando aplicou solidificação rápida para obtenção de vários intervalos de nucleação de grãos.

6.3.DEFORMAÇÃO ECAP EM MATRIZ ECAP DE 90°

Para deformação via ECAP foram adotados os seguintes parâmetros de processamento: rota Bc, 2 passes, na temperatura ambiente, matriz com ângulo canal $\theta = 90^\circ$ e ângulo de curvatura $\Psi = 32$ e a seção do canal de 7mm.

As deformações foram calculadas utilizando as equações 2 e 3 para obtenção dos valores de deformação cisalhante (γ) e deformação verdadeira (ϵ), como mostra a Tabela 5, observa-se que as deformações são mais intensas a medida que o número de passes é aumentado.

Tabela 5: Valores de deformação cisalhante e deformação verdadeira para a matriz utilizada nesse trabalho com ângulo de canal ($\theta=90^\circ$) e ângulo de curvatura ($\Psi=32^\circ$).

Ângulo de Canal (θ)	Ângulo de Curvatura (Ψ)	Número de Passes (N)	Deformação Cisalhante (γ)	Deformação Verdadeira (ϵ)
90°	32°	1	2	1,018
		2	4	1,069

6.4.MICRODUREZA

Nesse tópico serão apresentados os resultados de microdureza Vickers das três condições de alumínio (Al Puro, Al de cavaco Seco e Al de cavaco Tradicional) produzidos nas coquilhas de parede fina e parede espessa, nas condições sem ECAP e com ECAP.

6.4.1. Condição sem ECAP

Os resultados dos valores das médias de microdureza Vickers dos corpos de prova das três condições de alumínio produzidos pela CPF na condição sem deformação ECAP estão no gráfico da Figura 28.

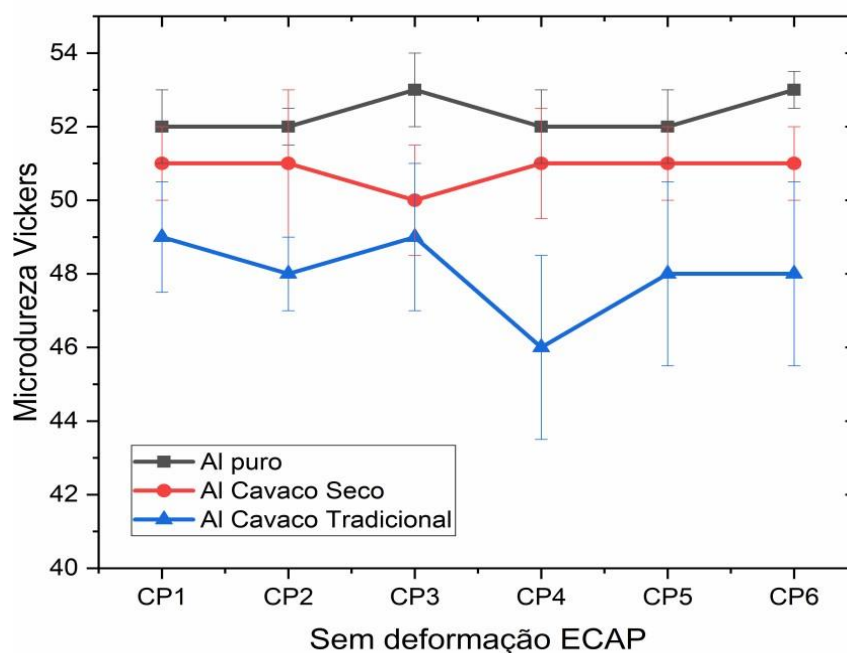


Figura 28: Microdureza Vickers dos três tipos de alumínio sem deformação ECAP produzidos na CPF.

Nos resultados sem ECAP os valores de dureza do alumínio da condição pura (Al puro) se mantiveram superior as demais condições, sendo que o material de cavaco seco (Al seco) apresentou valores próximos a condição de Al puro, em contradição, o alumínio de cavaco tradicional (Al tradicional), apresentou valores de dureza bem abaixo das demais condições com variações acentuadas dentro das médias.

Os resultados das médias de dureza da CPE sem deformação ECAP estão apresentados no gráfico da Figura 29. Os resultados para a CPE apresentam valores de dureza superiores a CPF. Na CPE ocorreu maior refino da microestrutura o que justifica o resultado.

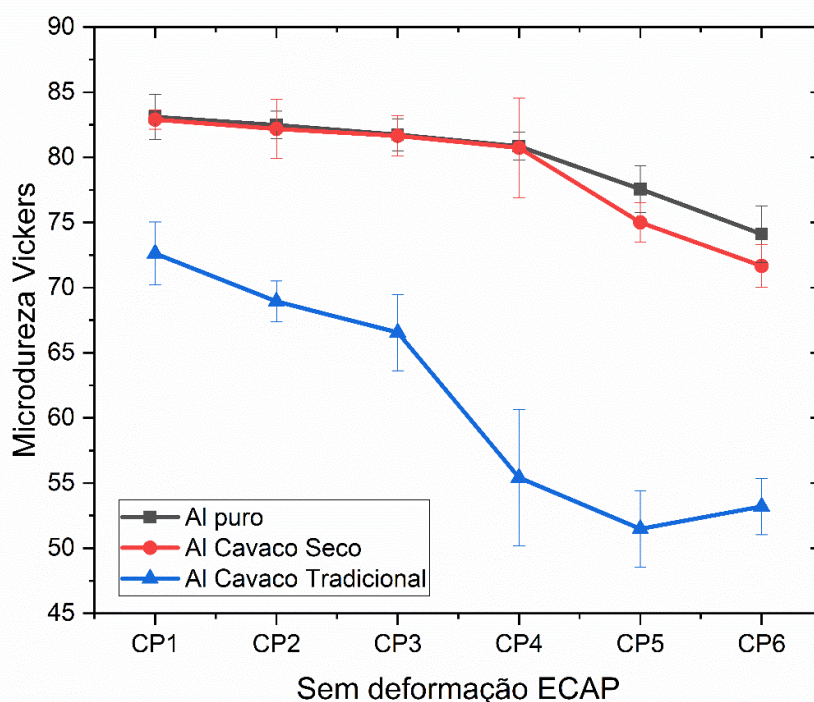


Figura 29: Microdureza Vickers dos três tipos de alumínio sem deformação ECAP produzidos na CPE.

Para essa condição de fundição houve uma redução dos valores de dureza da base (CP1) para o topo (CP6) do lingote. Os corpos de prova da base (CP1) apresentaram maiores valores de dureza sendo os menores valores para os corpos de prova do topo do lingote (CP6), as condições de Al puro e Al seco apresentaram valores bastante próximos quaseque sobrepondo as linhas do gráfico, já o Al de cavaco tradicional apesar de um maior rendimento de dureza em relação a CPF, nessa condição de coquilha o material apresentou uma enorme variação nas médias, saindo de 72,62 HV no (CP1) para 53,20 HV no (CP6). Na CPE a maior velocidade de solidificação pode ter concentrado impurezas no topo do lingote o que justifica o resultado.

Na Figura 30 representada por um gráfico de barras, estão apresentados em conjunto para melhor análise comparativa, os valores das médias de dureza dos três tipos de alumínio produzidos pelas duas coquilhas distintas na condição sem ECAP.

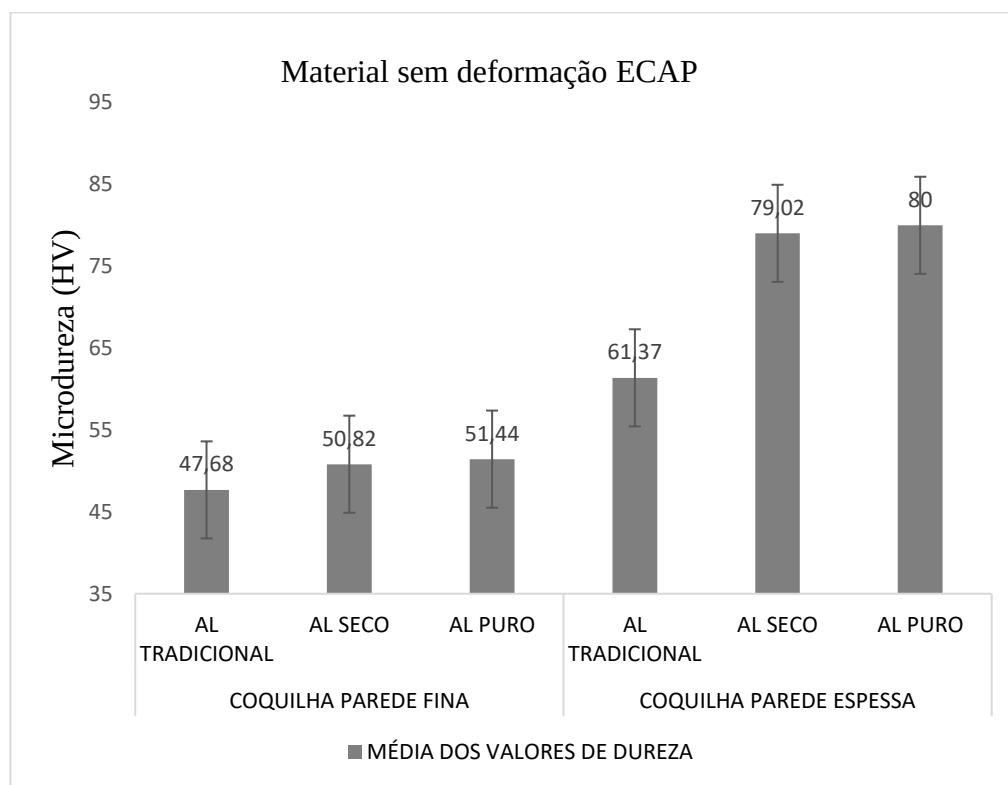


Figura 30: Resultados de microdureza Vickers para corpos de prova sem ECAP.

Os valores de dureza dos corpos de prova da CPF não sofreram variação para condição base-topo mais houve um pequeno aumento nos valores de dureza do material produzido de Al Seco e Al Puro em relação ao material de Al Tradicional. Na análise base *versus* topo da CPE, os corpos de prova sofreram alteração significativa nos valores de dureza apresentando maiores valores nos corpos de prova na base sendo decrescida a medida que se aproximava da região do topo, isso foi registrado para as três condições de alumínio. Entre as três condições de alumínio produzidos na CPE houve diferenças bastantes significativas das condições Al Puro e Al seco em relação à condição do Al tradicional. Comparando o material produzido nas duas coquilhas, a CPE apresentou melhores resultados de dureza para as três condições de alumínio produzidas.

Os resultados apresentados estão de acordo com a literatura, os baixos níveis de dureza são característicos de metais dúcteis, como o alumínio, esse material apresenta uma microestrutura com baixa intensidade de discordâncias, fazendo com que estas discordâncias possam se deslocar com facilidade sem que, necessariamente, o material se deforme (VALIEV e LANGDON, 2006; JUNIOR, 2017).

6.4.2. Condição com ECAP

Nesse tópico serão apresentados resultados do material com deformação ECAP produzidos pela CPF e pela CPE. Após serem submetidos a deformação por ECAP utilizando dois passes via rota Bc e temperatura ambiente os corpos de prova adquiriram valores de dureza muito superiores em relação ao material sem ECAP, os valores de dureza para cada condição de material produzido nas duas coquilhas distintas estão na Figura 31. O refino da microestrutura produzido no ECAP resultou aumento da dureza em relação ao material não deformado.

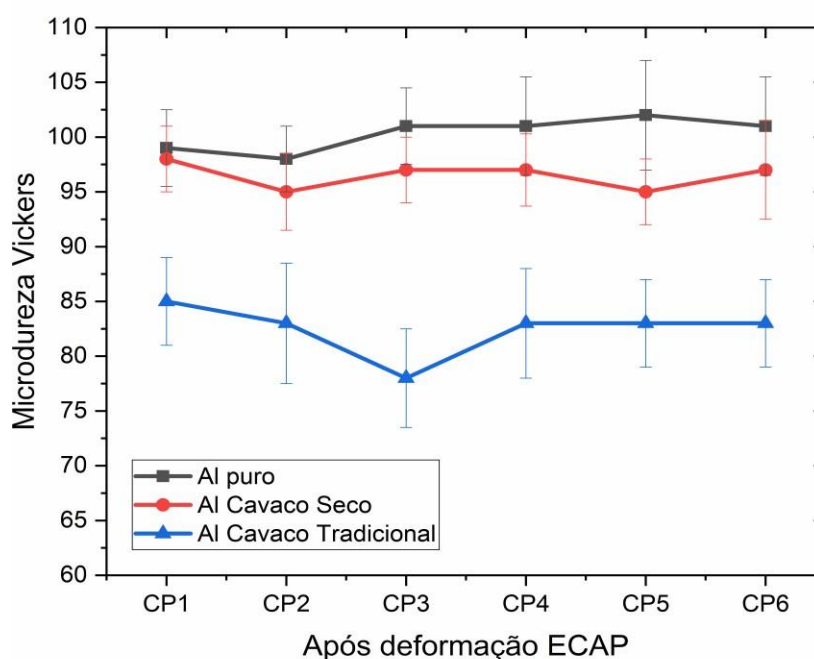


Figura 31: Microdureza Vickers para os corpos de prova dos três tipos de alumínio deformados com 2 passes por ECAP (Coquilha parede fina).

Os resultados de dureza com ECAP para a condição de CPE estão apresentados no gráfico da Figura 32. Houve um aumento significativo dos níveis de dureza para as três condições do alumínio, os valores dos três tipos de alumínio apresentaram valores tendendo a aproximação, sendo que a condição Al puro permaneceu com valores maiores que as demais condições, porém com uma margem pequena de diferença, enquanto as condições de Al seco e Al tradicional ficaram ainda mais próximas nas médias de dureza apesar da pequena superioridade do Al seco. O refino da microestrutura produzido no ECAP associado com o refino da coquilha resultou no aumento da dureza em relação ao material não deformado.

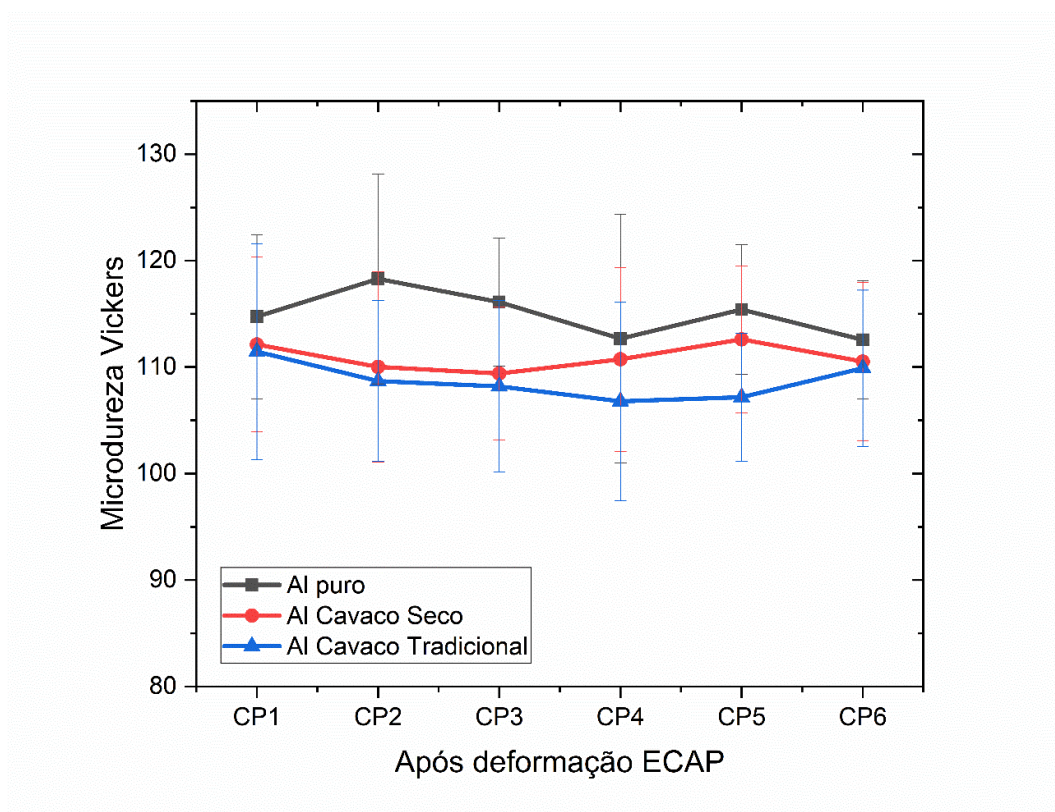


Figura 32: Microdureza Vickers para os corpos de prova dos três tipos de alumínio deformados com 2 passes por ECAP (Coquilha parede espessa).

A Figura 33 apresenta, para melhor visualização e comparação, os resultados de dureza após ECAP das duas coquilhas com suas respectivas condições de alumínio produzidos.

Os resultados de dureza após ECAP mostram um aumento significativo nos valores para ambas as condições de coquilha mantendo um aumento proporcional em relação a condição sem ECAP onde na CPE todas as três condições de alumínio apresentaram valores de dureza superiores em relação a CPF. Observa-se na condição com ECAP uma maior homogeneidade nos valores de dureza dos corpos de prova da CPE em relação os valores para condição sem ECAP, isso está relacionado com as deformações impostas durante o processo ECAP já que todos os corpos de prova foram submetidos as mesmas condições.

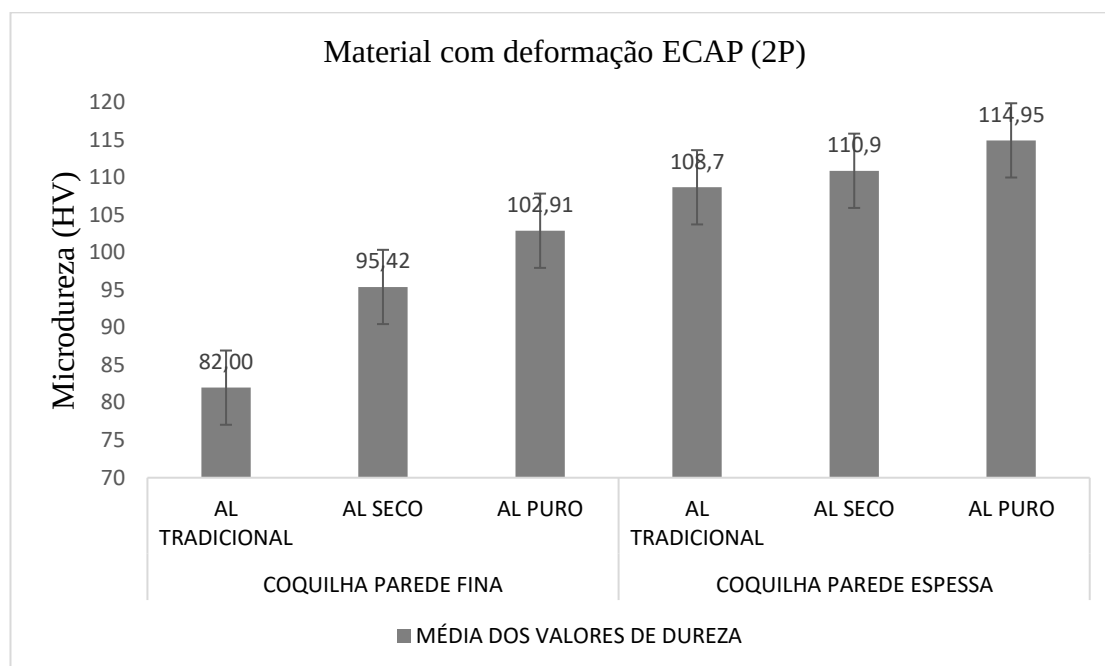


Figura 33: Resultados de microdureza vickers após 2 passes ECAP (CPF x CPE).

6.4.3. Rendimento dos valores de microdureza no processo ECAP

a) CPF

Os percentuais de rendimento dos níveis de dureza entre as condições sem ECAP e com ECAP foram analisados considerando as médias dos valores de dureza de cada tipo de alumínio produzido tanto pela CPF como pela CPE.

Os resultados de dureza da CPF estão apresentados no gráfico da Figura 34. Comparando as condições antes e após ECAP para a CPF foi verificado valores de rendimento altos: 95,53% para o Al puro, 90,22% para o Al

seco e 71,48% para o Al tradicional, isso é explicado pelo fato de que nessa condição é produzido um material com baixo nível de dureza e ao ser deformado pelo ECAP o material adquire o refinamento microestrutural mais expressivo.

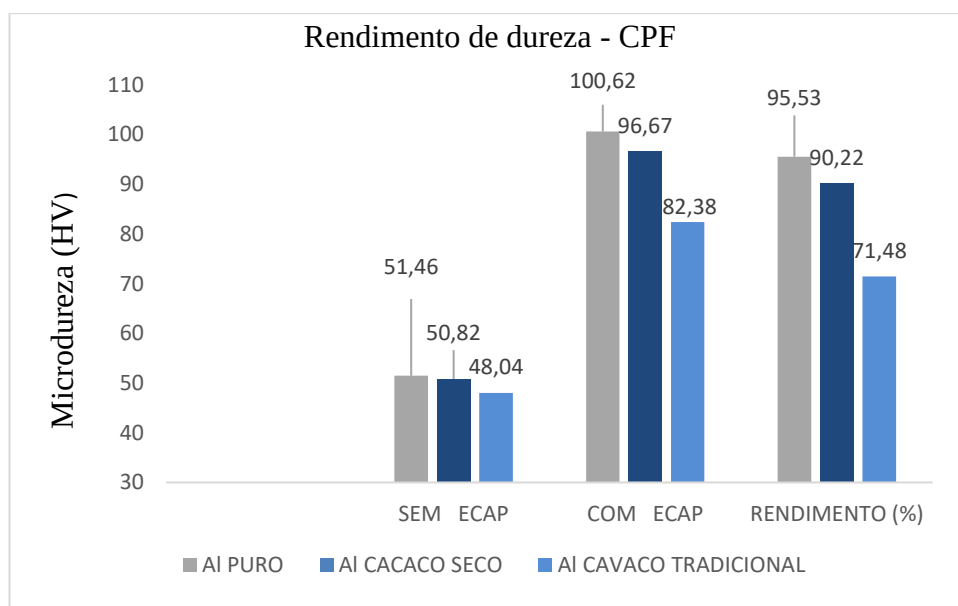


Figura 34: Rendimento dos valores de microdureza na condição sem ECAP x condição com ECAP (CPF).

b) CPE

Na Figura 35, referente a CPE, o material produzido durante a fundição adquire um maior refinamento dos grãos e com isso maiores valores de dureza, ao passar pelo ECAP esse refinamento evolui com percentuais menores em relação ao material da CPF já que uma porcentagem da evolução microestrutural do material foi realizada pelas paredes mais espessas desse tipo de coquilha.

Os rendimentos dos níveis de dureza para as três condições de alumínio foram: 43,68% para o Al puro, 40,34% para o Al seco e 77,12% para o Al tradicional. Essa última condição merece um destaque especial uma vez que esse material apresentou um rendimento superior aos demais na condição da CPE. Isso pode ser explicado pelo fato de que nessa condição a distribuição das impurezas presente no material se concentrou na sua grande maioria na parte superior do lingote em virtude da alta taxa de resfriamento produzindo assim um material com melhor microestrutura, consequentemente, após o processamento por ECAP essa condição obteve um rendimento superior em relação as

duas outras condições de alumínio (Al puro e Al Seco), mais sem necessariamente superar os valores individuais de dureza destas.

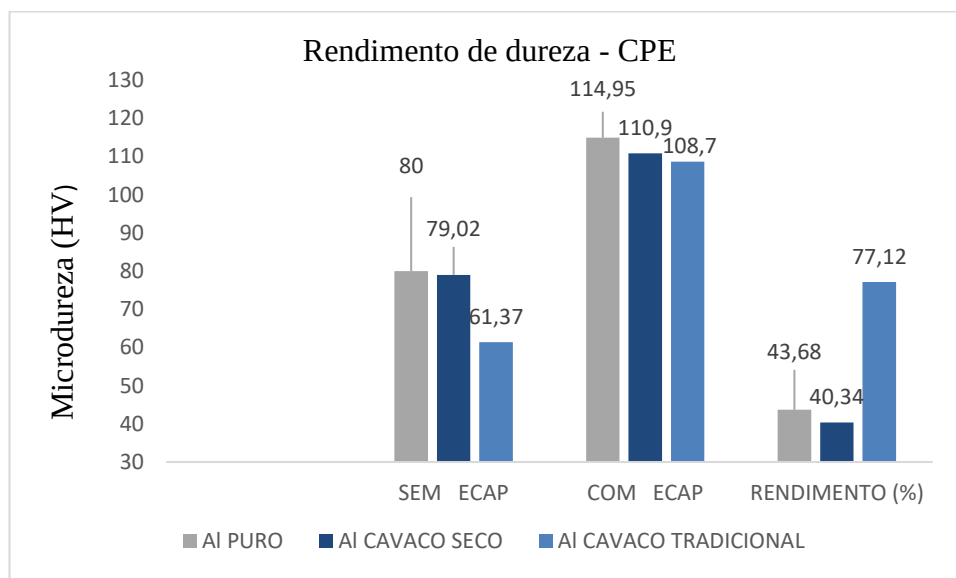


Figura 35: Rendimento dos valores de microdureza na condição sem ECAP x condição com ECAP (CPE).

6.4.4. Níveis de eficiência de microdureza nas coquilhas

Outro fator analisado foi a eficiência do tipo de coquilha na produção de material com maior ou menor dureza. A Figura 36 mostra os valores das médias de dureza das três condições, comparando os resultados obtidos na CPF e na CPE, antes e após a deformação por ECAP.

Analisando os valores das médias de dureza para os três tipos de alumínio nas duas coquilhas distintas e relacionando a variação desses valores nas condições antes e após ECAP é possível obter um percentual de aumento dos níveis de dureza de uma coquilha em função da outra. A variação percentual dos níveis de dureza da CPE apresentou um aumento mais significativo na condição após fundição em relação a condição após ECAP.

Na condição após fundição a CPE conseguiu promover um maior refinamento microestrutural no material produzido através do super-resfriamento com altas taxas de transferência de calor, enquanto a CPF, essa taxa é mais baixa, possibilitando que os grãos adquiram um crescimento maior, consequentemente reduzindo os valores de dureza para esse material.

Na condição após ECAP esse aumento dos níveis de dureza foi menor para a condição de Al seco e Al puro explicado pelo refinamento microestrutural durante o ECAP, mas a condição de Al tradicional apresentou um valor muito superior em relação as demais, o que pode ser explicado pelo fato de que nessa condição os valores de ECAP para a CPF foi muito inferior em relação aos valores obtidos pela CPE fazendo com que essa variação dos níveis de dureza entre as duas coquilhas ficasse superior comparado com as condições de Al puro e Al seco.

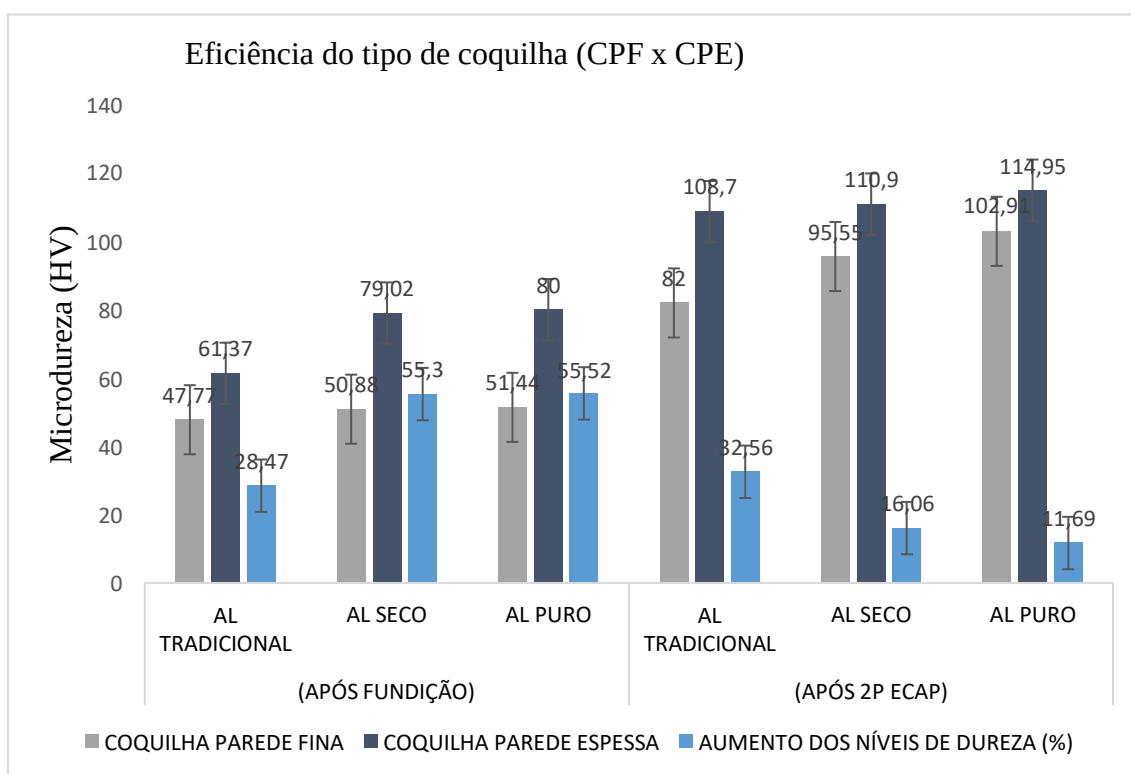


Figura 36: Eficiência do tipo de coquilha nos valores de Microdureza (CPF x CPE).

O crescimento dos grãos da maioria das ligas, assim como nas ligas de alumínio, é influenciado pela composição química do material e pelo seu intervalo de solidificação,

quando essa solidificação é rápida, assim como procedeu na condição da CPE, ocorre um maior refinamento e homogeneidade microestrutural do metal solidificado promovida pela velocidade de resfriamento induzindo o refinamento das estruturas dendríticas (MENDES, 2019).

O aumento da taxa de resfriamento inibe o crescimento de precipitados que podem prejudicar a composição microestrutural do material, esse crescimento é inibido em decorrência da redução do intervalo de tempo disponível, o qual ficou comprovado com estudo de ligas de alumínio da série 7xxx Priya e colaboradores (2017), dessa forma os materiais produzidos na CPE promoveu um maior refinamento microestrutural comprovado nos resultados de dureza.

Os resultados do resfriamento rápido promovido pela CPE podem ser comprovados também pelo trabalho de Zohrabyan e colaboradores (2012) onde utilizou resfriamento super-crítico em uma liga de alumínio $AlZn_8MgCu$ utilizando como elemento de referência o alumínio comercialmente puro com 99,5% de pureza, obtendo aumento de propriedades mecânicas como aumento do limite de escoamento e resistência mecânica.

6.4.5. Microdureza em função da heterogeniedade de deformação

Após a análise das deformações por ECAP dos corpos de prova foi observado alterações dos valores de dureza em função da região analisada, efeito da heterogeniedade de deformação do processamento ECAP observada nos corpos de prova.

A Figura 37 apresenta as três regiões do corpo de prova deformado por ECAP: cauda, centro e cabeça. A região da cauda fica em contato com o punção que aplica a carga de deformação, a região central é a que sofre cisalhamento nos canais da matriz e a região de cabeça é que sofre a dobramento nos canais. As regiões que tiveram alterações nos resultados de dureza foram a cauda e a cabeça do corpo de prova. A intensidade de deformação é baixa na cauda e isso reflete nos baixos valores de dureza, em relação a região da cabeça, comportamento explicado pelo fato de que essa é a primeira região que passa pelo canal da matriz, dessa forma não há grandes tensões impostas nessa região.

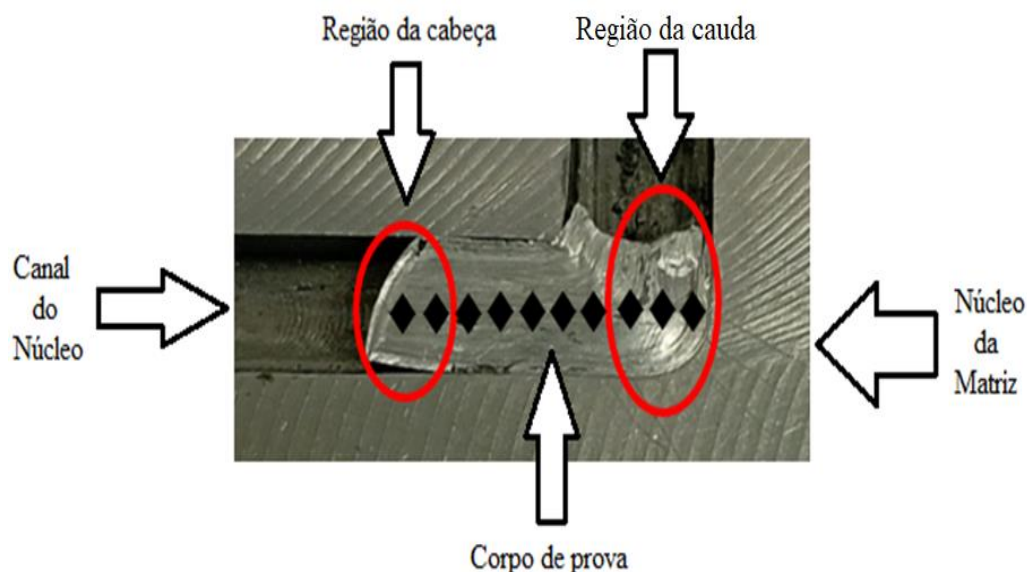


Figura 37: Corpo de prova deformado no canal da matriz ECAP, mostrando as regiões da cabeça, centro e cauda.

Essas diferenças nos valores de dureza podem ser observadas nos gráficos das Figuras 41 e 42, onde são apresentadas as médias dos valores do desvio-padrão baseadas em 10 medições de microdureza dos 6 corpos de prova de cada tipo de alumínio produzidos pela CPF e pela CPE, analisando no sentido cabeça e cauda.

A Figura 38 apresenta os resultados de desvio padrão na condição sem ECAP, percebe-se que o desvio padrão é baixo uma vez que o material ainda não foi submetido ao processo de deformação por ECAP e com isso as alterações nos valores de dureza não sofreram muita variação.

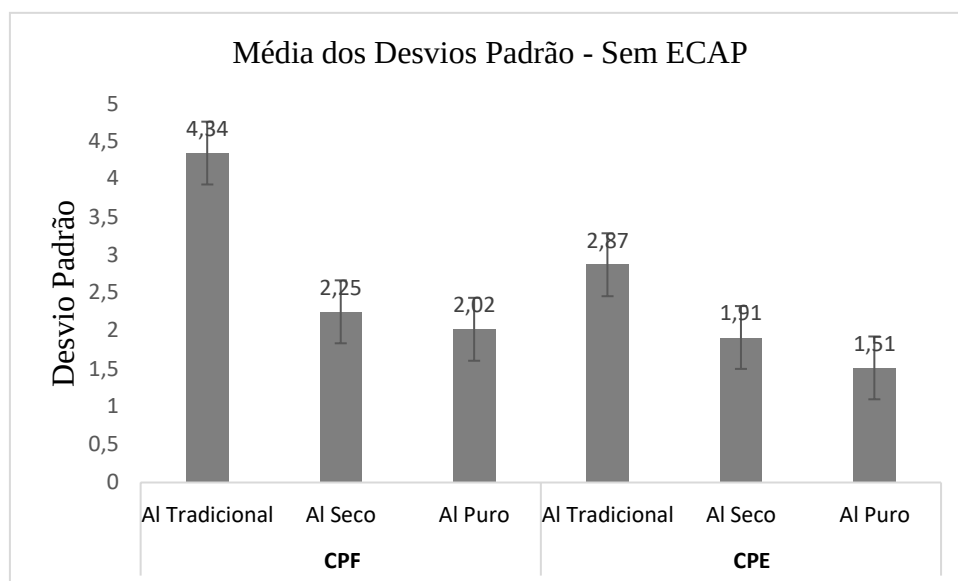


Figura 38: Valores das médias do desvio padrão para a condição sem ECAP dos corpos de prova no sentido cabeça-cauda.

Na Figura 39 estão apresentados os valores de desvio padrão dos corpos de prova das duas coquilhas após deformação por ECAP para as três condições de alumínio.

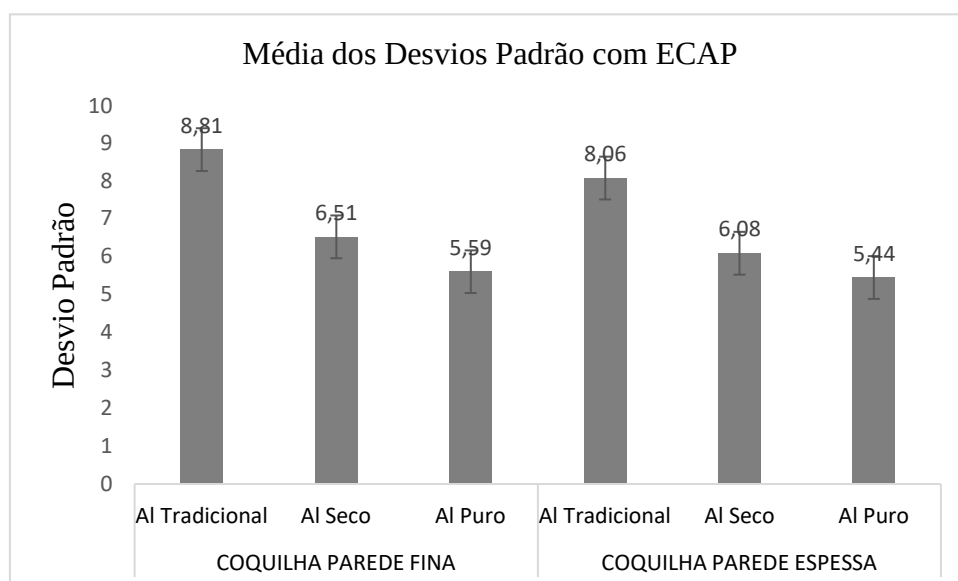


Figura 39: Valores das médias do desvio padrão para a condição com ECAP dos corpos de prova no sentido cabeça-cauda.

É possível perceber valores maiores de desvio padrão na Figura 39, esse aumento é explicado pela variação dos valores de microdureza medidos ao longo do corpo de prova deformado por ECAP considerando a região da cabeça e da cauda, em que os valores de dureza são mais baixos em relação a região central do corpo de prova onde ocorre maior intensidade de deformação e consequentemente maiores valores medidos de dureza.

Kliauga et al. (2022) fizeram estudos deformando ligas de alumínio associado ao ensaios de dureza e observaram um gradiente de deformação heterogênea com variações dos valores de dureza na região da cauda e da cabeça dos corpos de prova deformados, essa heterogeneidade foi diminuindo a medida que aumentava o número de passes, mesmo comportamento encontrado nesse trabalho.

O Al puro teve um aumento na dureza de 95,53%, seguido do Al de cavaco seco com 90,22% e com menor incremento de dureza, o Al de cavaco tradicional com 71,48% de aumento na dureza para a condição da CPF. Com exceção do Al decavaco tradicional, as demais condições tiveram a dureza quase que dobrada em apenas dois passes por ECAP. Para a condição de CPE os rendimentos de dureza foram de 43,68% para o alumínio puro, 40,34% para o alumínio seco e 77,12% para o alumínio tradicional. Os resultados de aumento na dureza em ligas de alumínio é consequência do refinamento dos grãos do material, intensificado pelo acúmulo das discordâncias provocado pelo processo de deformação plástica intensa durante o ECAP, com isso contornos de alto ângulo são formados em apenas poucos passes, fazendo com que os sistemas de deslizamento sejam dificultados, promovendo assim mecanismos de reforço no material, tornando-o mais resistente (VALIEV e LANGDON, 2010; WANG et al. 2020).

O aumento da dureza nos materiais processados por ECAP estão de acordo com resultados da literatura. Taha e colaboradores (2019) observou aumento considerável dos níveis de dureza de ligas de alumínio submetidas ao ECAP logo nos primeiros passes de deformação.

Esse aumento da dureza tem relação direta com a intensa deformação plástica e acúmulo de discordâncias que estão visíveis nas imagens de micrografia da condição de material deformado, durante a deformação plástica severa ocorre o processo de recristalização dinâmica fazendo uma interação do plano de cisalhamento com a estrutura cristalina do material promovendo um refinamento microestrutural (KLIAUGA et al. 2022).

6.5.MICROSCOPIA ÓPTICA

Nesse tópico serão apresentados as imagens de microscopia óptica para os três tipos de alumínio (Al puro, Al seco, Al tradicional), submetidos ao processo de fundição nas duas coquilhas distintas (CPF e CPE), nas condições sem e com deformação ECAP. O objetivo da análise via microscopia óptica é investigar a microestrutura resultante do processo de deformação plástica do ECAP e associar com o processo de fundição.

6.5.1. Microestrutura na condição sem deformação ECAP

Nas de imagens da microscopia óptica foi possível observar as diferenças entre as regiões do material sem deformação ECAP. A primeira condição analisada é a do Al puro. A Figura 40(a) mostra o Al produzido na CPF e a Figura 40(b) mostra o Al produzido na CPE.

O Al produzido na CPF apresentou grãos grosseiros e circulares distribuídos de forma heterogênea ao longo do corpo de prova. O Al produzido pela CPE apresentou uma distribuição mais homogênea dos grãos na amostra. Os valores de microdureza comprovam os resultados de microscopia óptica, a média dos valores de durezas para o Al puro produzido na CPF foi de 51,44 HV e na CPE foi de 80 HV.

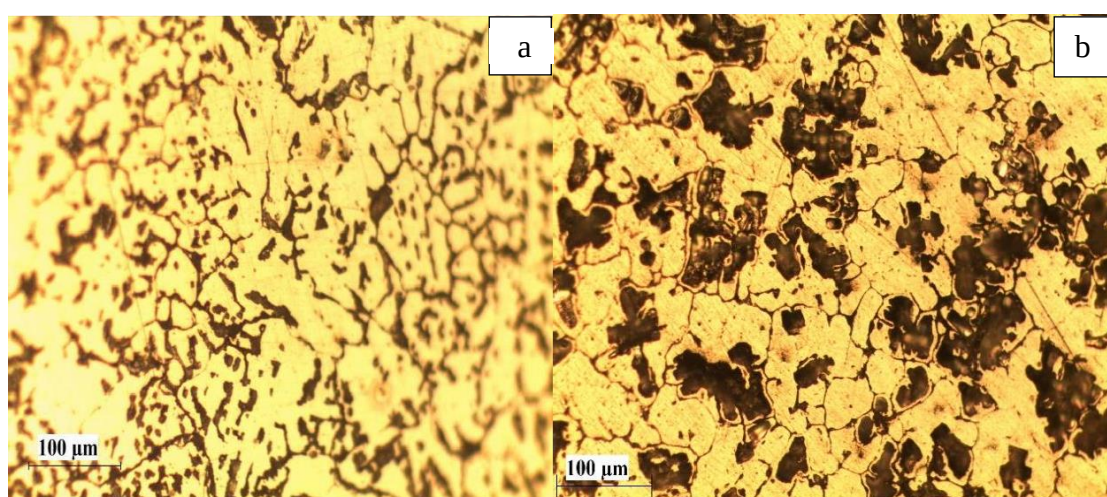


Figura 40: Micrografia do Al puro sem deformação ECAP. a) Coquilha parede fina, b) Coquilha parede espessa.

A segunda condição analisada sem ECAP foi a do alumínio produzido de cavaco seco. Na Figura 41(a) o alumínio produzido na coquilha de parede fina e na Figura 41(b) o alumínio produzido na CPE.

As micrografias analisadas dessa condição se assemelham com a condição anterior para os dois tipos de coquilhas, isso ficou comprovado também nos resultados de microdureza Vickers.

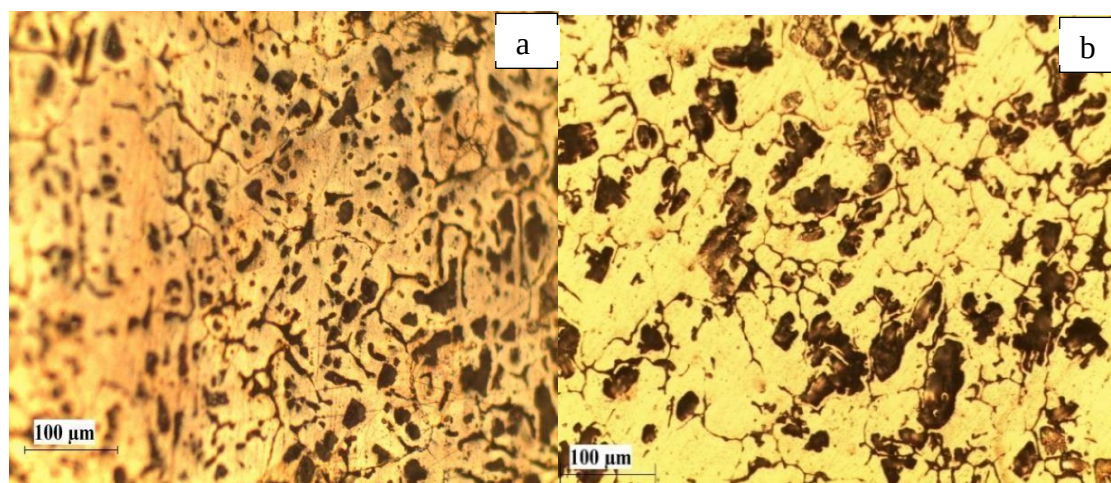


Figura 41: Micrografia o Al de cavaco seco sem deformação ECAP. a) CPF, b) CPE.

A terceira e última condição obtida sem deformação ECAP foi a do Al produzido de cavaco tradicional, representada nas micrografias da Figura 42. A Figura 42(a) representa o Al tradicional produzido pela CPF, em 42(b) Al tradicional produzido pela CPE.

Os resultados de micrografia da Figura 42(a) mostram regiões com grãos grosseiros circulares, os pontos escuros sugerem a presença de impurezas ou micro porosidades. A Figura 42(b) apresenta uma textura mais limpa provavelmente em função do processo de super-resfriamento promovido pela coquilha com parede espessa. A presença de grãos grosseiros e heterogeneidades em sua distribuição confirma valores de dureza inferiores aos valores de Al puro e Al seco. Para essa condição os valores médios de dureza da CPF foi de 47,77 HV e para a CPE foi de 61,37 HV.

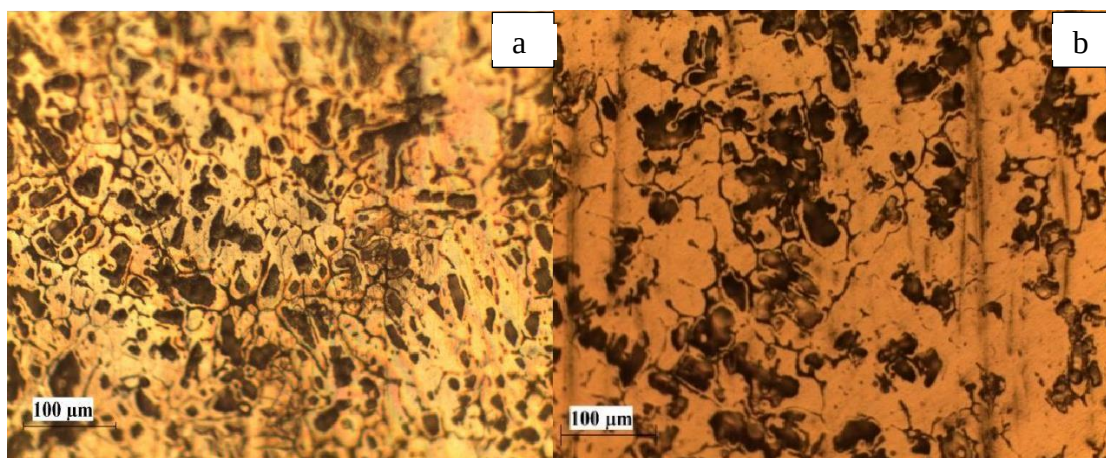


Figura 42: Micrografia para o Al cavaco tradicional sem deformação ECAP. a) CPF, b) CPE.

6.5.2. Microestrutura na condição com deformação ECAP

Nesse tópico serão apresentados os resultados das imagens de microestrutura obtida através de microscopia óptica do material produzido nas coquilhas de parede fina e parede espessa, nas três condições de alumínio com deformação ECAP.

As duas primeiras micrografias na Figura 43, é referente ao alumínio puro. Na Figura 43(a) Al puro produzido pela CPF, e na Figura 43(b) Al puro produzido pela CPE.

Os resultados de microscopia do material deformado por ECAP para as duas coquilhas apresentam uma textura de grãos alongados no sentido da deformação para a condição de material produzido pela CPE mostrado na micrografia da Figura 43(b), comprovado com os resultados de microdureza onde esse material apresentou valores maiores para essa condição.

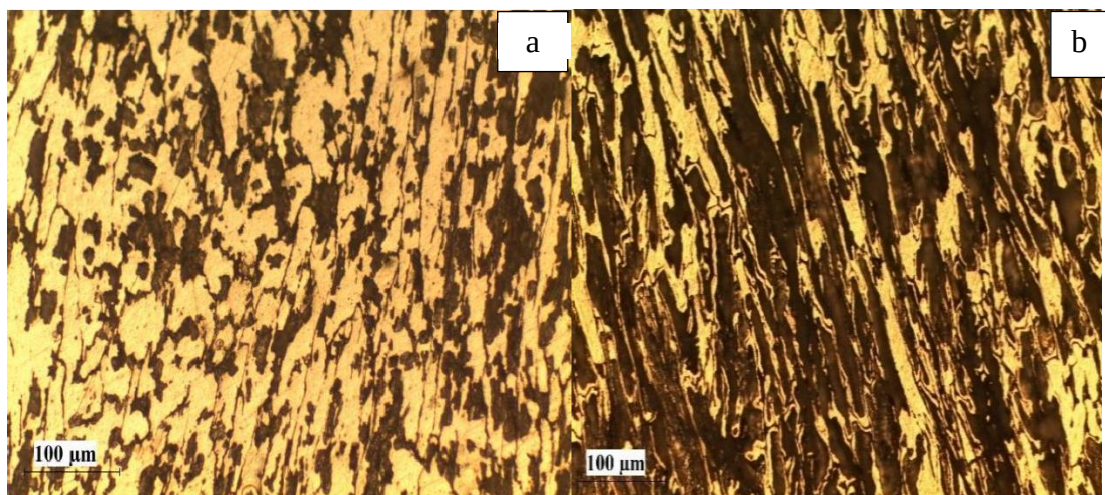


Figura 43: Micrografia Al puro com deformação ECAP: a) CPF, b) CPE.

A segunda condição para os resultados de microscopia óptica com ECAP é do material produzido de alumínio seco, em que na Figura 44(a) mostra o Al seco produzido pela CPF, e na Figura 44(b) o Al produzido pela CPE.

Assim como o alumínio puro, o alumínio de cavaco seco apresentou uma deformação caracterizada por grãos alongados e direcionais para a região da deformação, as texturas de ambos os materiais apresentam certas semelhanças na condição com ECAP comprovado com valores de dureza próximos para essas duas condições, as médias para a CPF foram de 95,55 HV e para a CPE foi de 110,9 HV.

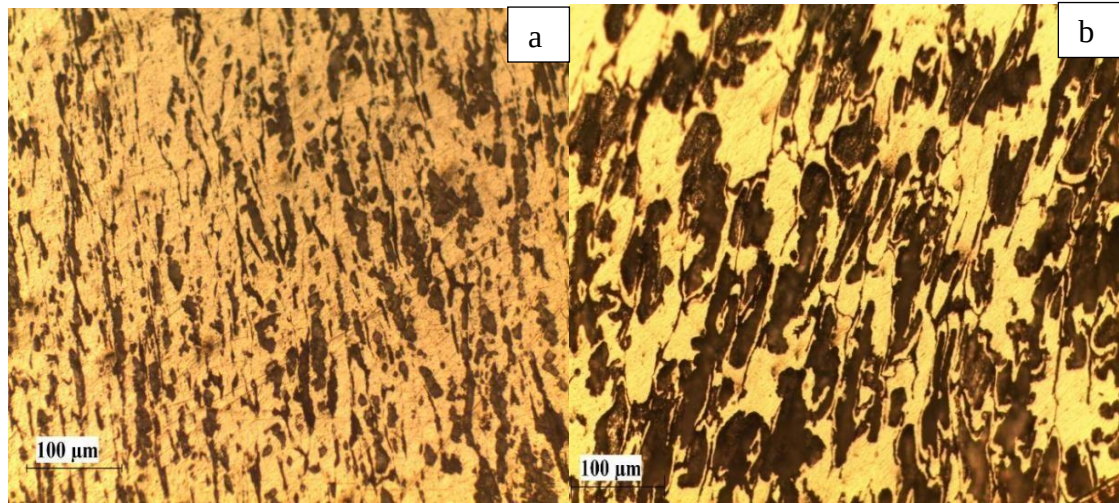


Figura 44: Micrografia Al cavaco Seco com deformação ECAP: a) CPF, b) CPE.

A Figura 45(a) mostra o resultado do Al tradicional produzido pela CPF, e na Figura 48(b) o Al tradicional produzido pela CPE.

Os resultados na Figura 45(a) revelam bandas de cisalhamento em duas regiões distintas da amostra, esse cisalhamento apresentado de forma dispersa é característico da deformação plástica. Na Figura 45(b) observa-se uma textura com grãos mais definidos e alongados, nessa última condição foram observados maiores valores de microdureza em relação a condição da Figura 45(a), as médias de dureza para a CPF ficaram em 82 HV e para a CPE ficaram em 108,7 HV.

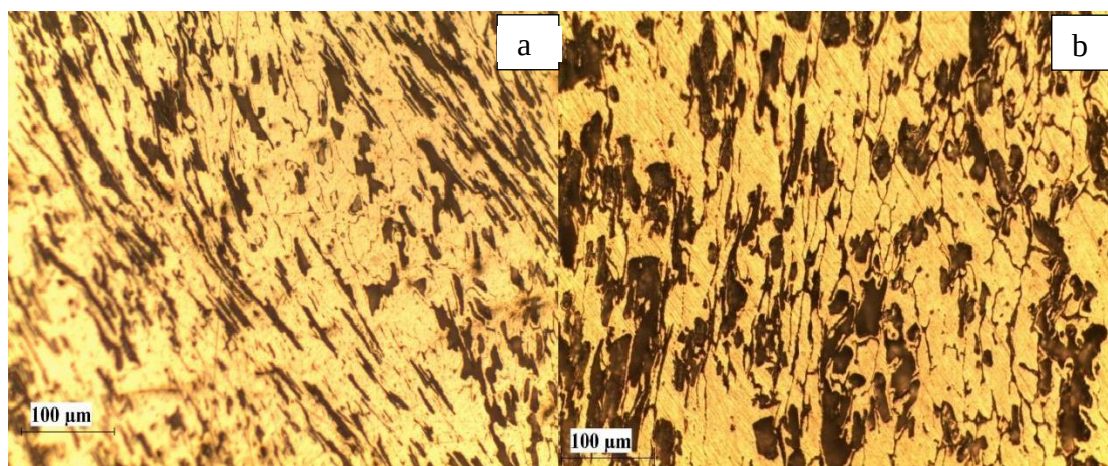


Figura 45: Micrografia para o Al tradicional com deformação ECAP: a) CPF, b) CPE.

Na análise geral dos resultados, houve melhorias bastante significativas nas propriedades dos materiais com microestruturas mais refinadas. Uma das justificativas é o uso da rota Bc, o que também ficou evidente nos estudos de Iwahashi (1998) e Horita e colaboradores (1998), onde foi identificado que durante os primeiros passes na rota Bc houve um aumento rápido da evolução microestrutural com contornos de grãos de alto ângulo para o alumínio de alta pureza. Outra justificativa para o aumento dos níveis de dureza e evolução microestrutural em apenas poucos passes, é o fato do uso de uma matriz com ângulo de canal $\theta = 90^\circ$, materiais deformados nessa angulação de canal evoluem mais rapidamente para contornos de alto ângulo e aumento dos níveis de dureza. Nakashima e colaboradores (1998) fizeram vários experimentos com diferentes ângulos de canais, e concluíram que altíssimas deformações plásticas e obtenção de uma granulometria ultrafina com grãos equiaquiais, separados por contornos de alto ângulo pode ser obtido através de um único passe em uma matriz de 90° .

As microestruturas refinadas são o resultado do processo de deformação plástica severa via ECAP, onde o mesmo corpo de prova é submetido por várias vezes ao mesmo processo de deformação, esses materiais são mais resistentes pois acumulam em uma mesma área, maior número de grãos com contornos de alto ângulo entre um grão e outro, dificultando assim, o movimento das discordâncias, resultando em aumento de dureza (VALIEV e LANGDON, 2006; ZISMAN et al. 2006; FIGUEIREDO e LANGDON, 2012; SANG et al. 2019; KOUJALAGI e SIDDESHA, 2020).

Kapoor (2017) também deformou alumínio puro e observou nos primeiros passes grãos e subgrãos alongados com alta densidade de contornos e bandas de deformação fragmentadas que criavam subgrãos cada vez menores constatando uma microestrutura altamente refinada nos passes iniciais. Mendes, (2019) deformou a liga de alumínio AA1070 e observou uma morfologia com grãos alongados nos primeiros passes atingindo um maior refinamento e contornos de alto ângulo nos passes seguintes em decorrência do grande número de discordâncias geradas pela deformação.

6.6.MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Os resultados da análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram obtidos dos corpos de prova do alumínio puro para critérios de referência e do alumínio de cavaco tradicional, que é o tipo de alumínio produzido de cavacos com impurezas, o material analisado foi referente a CPF e a CPE, ambas com deformação ECAP.

6.6.1. Micrografia do material produzido na CPF

Foram analisados os corpos de prova da base e do topo do lingote, CP1 e CP6 respectivamente, deformados por ECAP. A Figura 46 representa o corpo de prova da base do lingote do alumínio puro (CP1) produzido na CPF.

Na Figura 46 são observados grãos alongados direcionados para a região da deformação por ECAP representado pela seta em amarelo, nas imagens do MEV foi possível observar nos círculos em vermelho regiões com micro cavidades as quais não puderam ser identificadas na microscopia óptica. Na Figura 47 essas micro cavidades vão se tornando alongadas no sentido da deformação até desaparecerem, foi observado também uma região com menor incidência de micro cavidades em decorrência da intensa deformação plástica promovida pela ECAP, nessa região são verificados grãos alongados e grãos maiores em decorrência da heterogeneidade da deformação.

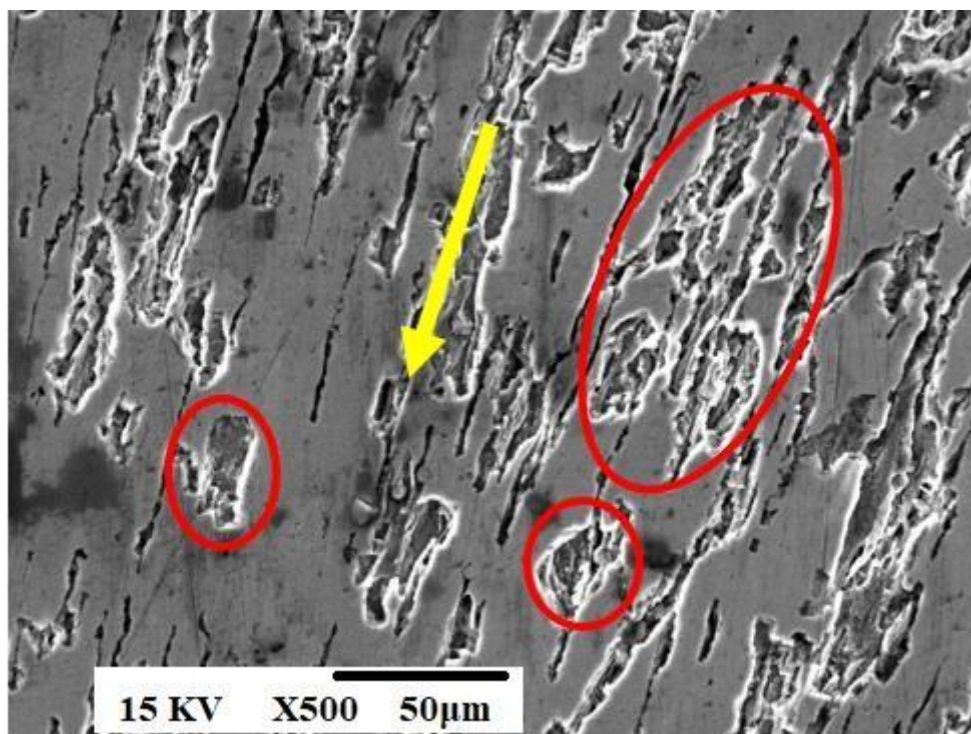


Figura 46: Micrografia do corpo de prova da base (CP1) do alumínio puro produzido na CPF.

As texturas de deformação por ECAP observadas no MEV estão de acordo com a literatura. Kawasaki e colaboradores (2009) analisaram imagens de microscopia eletrônica de varredura no alumínio de alta pureza observaram uma região de transição entre grãos finos e alongados e grãos grosseiros com pouca deformação, condição característica da deformação heterogênea durante os primeiros passes do ECAP.

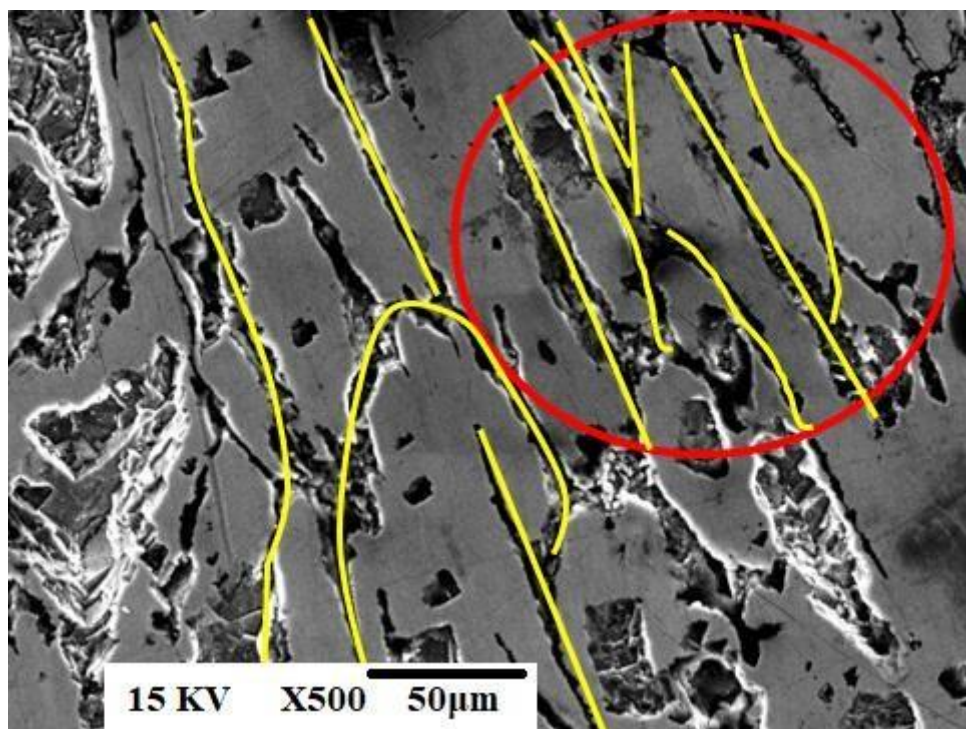


Figura 47: Micrografia do corpo de prova do topo (CP6) do alumínio puro produzido na CPF.

Os resultados de micrografia dos corpos de prova da base e topo do lingote produzido de cavaco de alumínio tradicional na condição da CPF estão representados nas Figuras 51 e 52, respectivamente.

A Figura 48 representa a região de maior intensidade de deformação para essa condição de alumínio. Os grãos deformados compartilham espaço com regiões de cratera profundas que mesmo após a deformação não foram reduzidas, na análise de microscopia essas crateras se apresentavam como regiões escuras de difícil identificação. O resultado dos baixos níveis de dureza estão diretamente relacionados com a presença dessas micro crateras durante os ensaios de microdureza Vickers.

A presença de algumas micro crateras na textura do material são característicos do processo de deformação por ECAP. Nuckowski e colaboradores (2020) aplicaram ECAP em uma liga de AlCu_4MgSi e observaram através do MEV bandas de deformação localizadas no interior dos grãos e microfissuras caracterizadas pela deformação durante o ECAP mais que diminuía à medida que aumenta o número de passes.

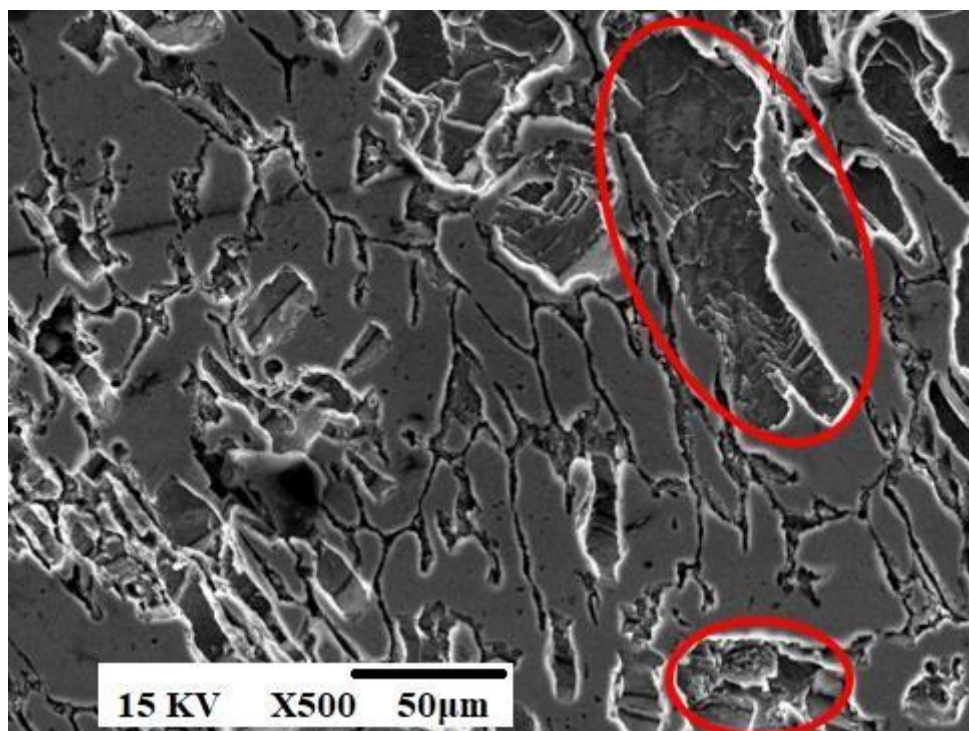


Figura 48: Micrografia do corpo de prova da base (CP1) do alumínio tradicional produzido na CPF.

Na Figura 49 é apresentado o resultado de micrografia da região do topo (CP6) do alumínio de cavaco tradicional. São observados grãos grosseiros com a presença de possíveis impurezas entre os limites de contornos dos grãos e possíveis impurezas de coloração clara.

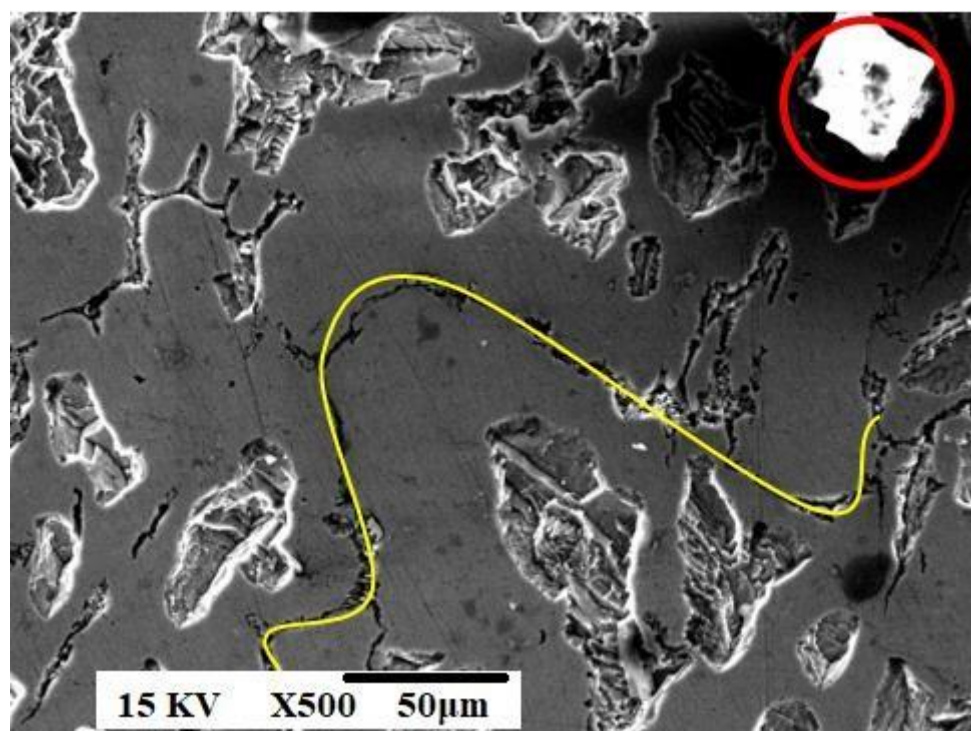


Figura 49: Micrografia do corpo de prova do topo (CP6) do alumínio tradicional produzido na CPF.

Na Figura 50 é observada uma impureza dentro de uma micro cratera no limite de contorno, representado pela linha amarela, entre dois grãos. A impureza pode agir como uma barreira que dificulta o processo de refino desse material durante processamento ECAP. Nos resultados de microscopia óptica não foi possível identificar as impurezas presentes no material, mas os baixos níveis de microdureza para essa condição de material são justificados nos resultados de microscopia eletrônica de varredura mostrando a presença de micro porosidades e impurezas.

De acordo com Hallberg et al. (2020), a presença de impurezas indesejáveis na microestrutura do material dificulta a migração dos contornos dos grãos e subgrãos impedindo a evolução do processo de refinamento microestrutural prejudicando as propriedades mecânicas como baixa dureza.

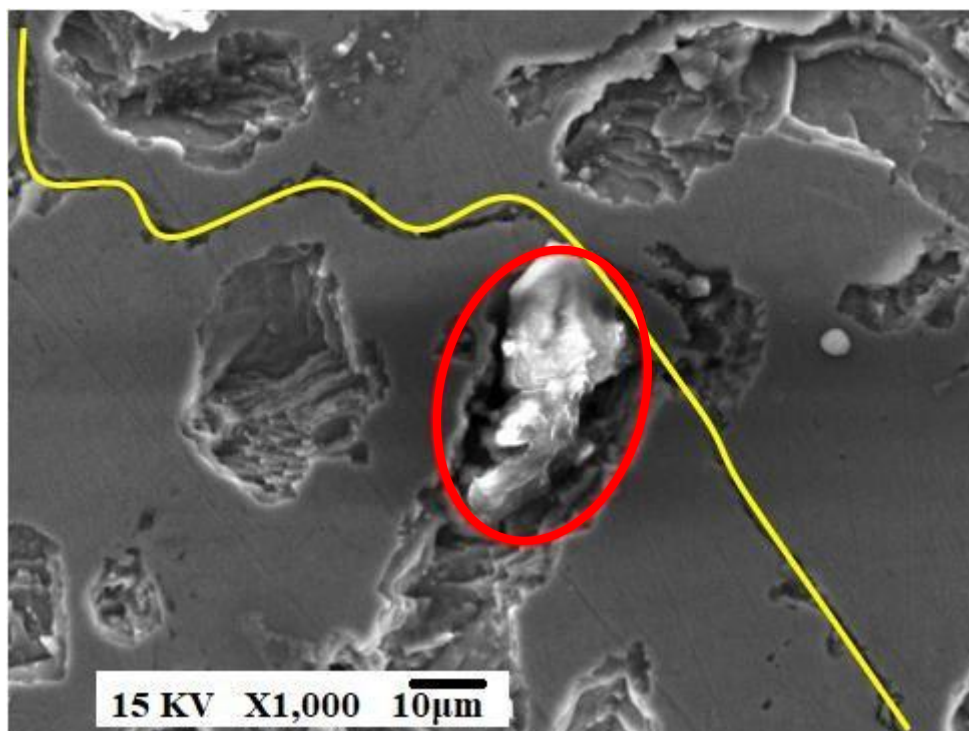


Figura 50: Micrografia do corpo de prova do topo (CP6) do alumínio tradicional produzido na CPF com aumento de 1000x apresentando uma impureza.

6.6.2. Micrografia do material produzido na CPE

Nesse tópico serão apresentados os resultados de micrografia das duas condições de alumínio (Al puro e Al tradicional) produzidos pela CPE fazendo a análise dos corpos de prova submetidos ao processo de deformação ECAP.

A Figura 51 representa o Al puro que dentre os tipos de alumínio analisados após o ECAP, apresentou o melhor resultado de microdureza, 114,95 HV superando 110,9 HV do Al seco e 108,7 HV do Al tradicional. A ausência de micro crateras e impurezas nesse material fez com que as deformações por ECAP promovesse melhor refinamento microestrutural caracterizado por grãos com contornos de alto ângulo.

O refinamento microestrutural logo nos primeiros passes do ECAP tem relação com o alongamento dos grãos formando contornos de alto ângulo assim como ficou comprovado nos estudos realizados por Wronski e colaboradores (2013) com o alumínio AA 1050, eles observaram um aumento considerável nas tensões internas do material promovida pelo acúmulo de discordâncias ao longo dos contornos dos grãos.

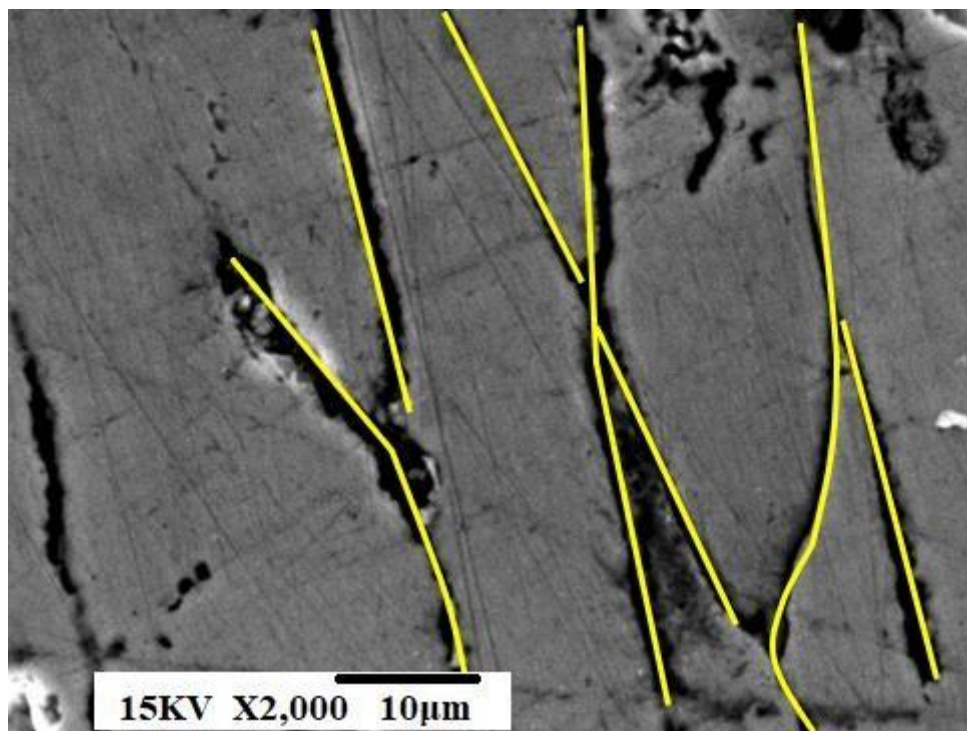


Figura 51: Micrografia do corpo de prova da base (CP1) do alumínio puro produzido na CPE.

A Figura 52 representa a micrografia do corpo de prova 6 (CP6) do Al tradicional produzido na CPE. É observado nesse tipo de alumínio uma textura com grande concentração de micro porosidades deformadas no sentido da extrusão reduzindo os níveis de refinamento microestrutural desse material como apresentado nos resultados de microdureza devido a heterogeneidades da deformação comprovada também nos resultados de microscopia óptica. Em algumas regiões dessas micro porosidades foram observadas impurezas como mostra a Figura 56.

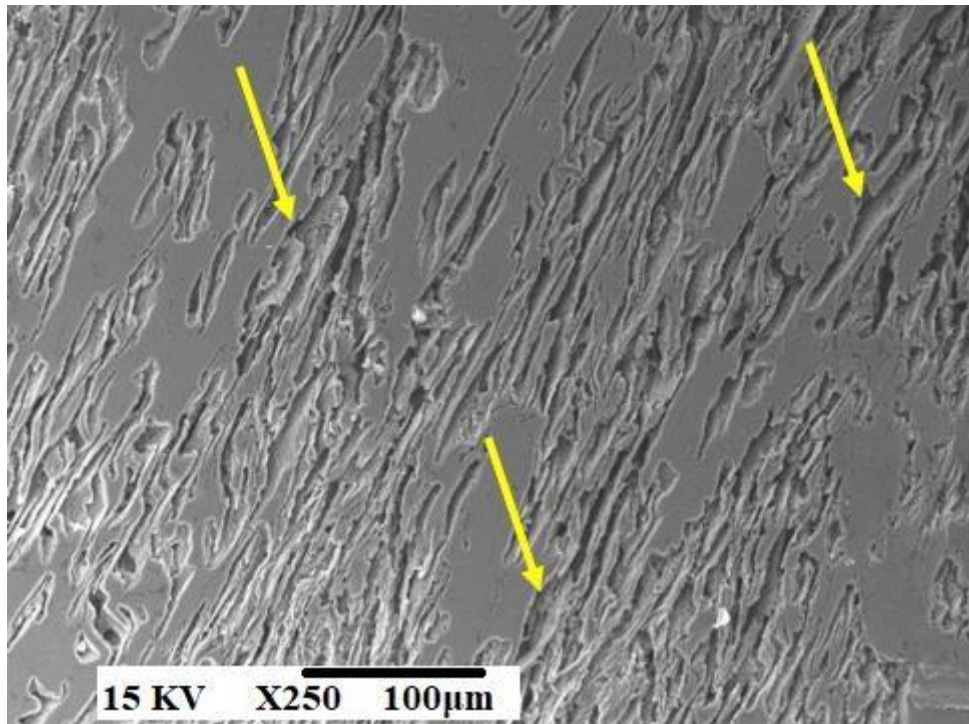


Figura 52: Micrografia do corpo de prova do topo (CP6) do alumínio tradicional produzido na CPE.

Na micrografia da Figura 53 é observado grande quantidade de impurezas distribuídas nas micro porosidades e micro crateras do material que mesmo após a deformação continuam presentes nos limites dos grãos deformados.

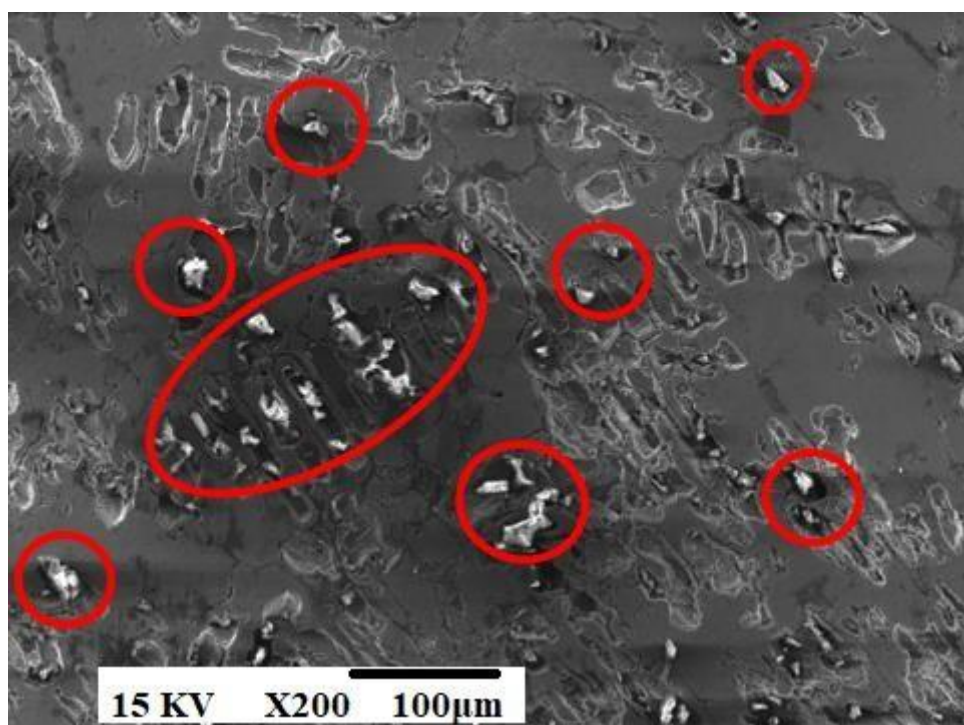


Figura 53: Micrografia do corpo de prova do topo (CP6) do alumínio tradicional produzido na CPE mostrando distribuição de impurezas nas microporosidades.

Na Figura 54, referente ao alumínio produzido de cavaco tradicional, podem ser observadas regiões heterogêneas de deformação com micro porosidades alongadas no sentido da extrusão.

A heterogeniedade da deformação presente nessa condição de alumínio apontando bandas de deslizamento entre duas regiões não deformadas é característico do processo ECAP. A heterogenidade é intensificada pela presença da grande quantidade de impurezas e micro porosidades distribuídas na estrutura do material as quais foram concentradas na região do topo do lingote em virtude das altas taxas de resfriamento imposta pela CPE. O corpo de prova retirado dessa região apresentou valores de dureza inferiores em comparação com as demais condições de alumínio.

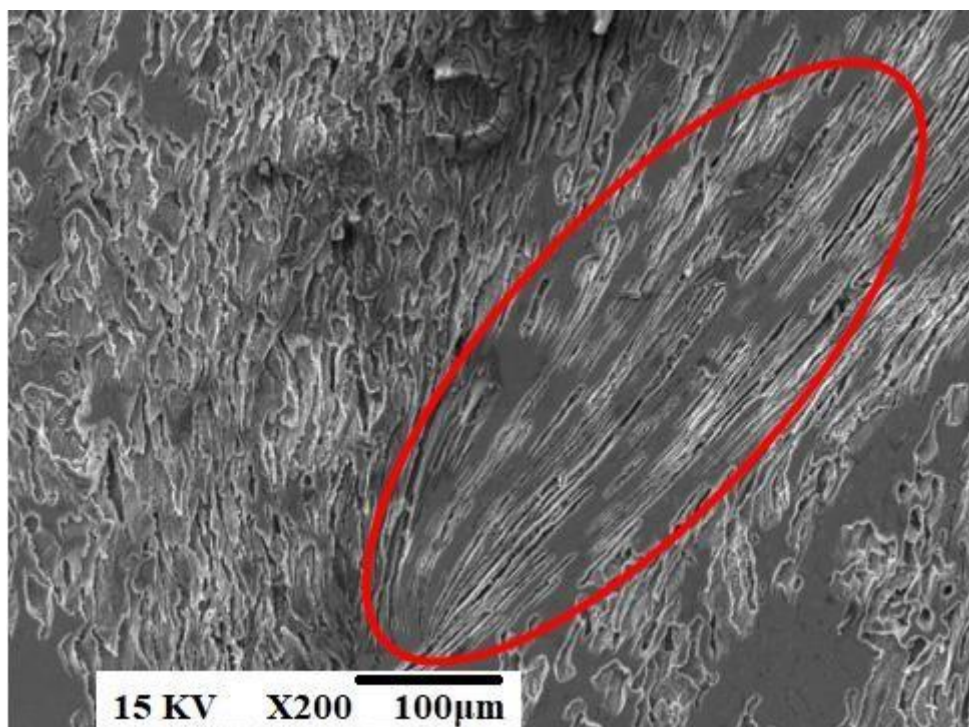


Figura 54: Micrografia do corpo de prova do topo (CP6) do alumínio tradicional produzido na CPE mostrando deformação em uma região porosa.

As imagens obtidos no MEV para as condições de alumínio analisadas após deformação por ECAP apresentaram de forma mais clara o que não pode ser visível na análise de microscopia óptica, como as regiões com crateras, concentração de porosidades e deformações intensas as quais foram as responsáveis pelo aumento gradual dos níveis de dureza das três condições de alumínio analisadas. Esse aumento da dureza é explicado pela presença de grãos alongados como mostraram as imagens do MEV, esse processo de aumento das propriedades mecânicas é consequência das altas taxas de deformação impostas durante o ECAP como ficou comprovado em estudos anteriores (TAHA et al. 2019).

Kawasaki et al. (2009) observou também através do MEV grãos e subgrãos alongados os quais foram obtidos nos passes iniciais do ECAP provando que nos primeiros passes é onde ocorrem os maiores picos de aumento de dureza para os materiais como o alumínio sendo que com o aumento do número de passes ocorre uma evolução na textura sem necessariamente haver redução do tamanho dos grãos.

Os resultados também estão de acordo com estudos realizados por Hyodo et al. (2012) onde deformou por ECAP a liga de alumínio AA7050 e obteve um

refinamento microestrutural comprovado em imagens de MEV que apresentaram grãos alongados com contornos de médio e alto ângulos.

6.7.DIFRATOMETRIA DE RAIOS X

As análises de difratometria de raios x (DRX) foram realizadas com amostras do alumínio puro (Al puro) como elemento de referência e com o alumínio tradicional (Al tradicional) para fins de comparação, produzidos nas coquilhas de parede espessa e de parede fina, respectivamente. Os dados foram analisados e tratados usando o padrão JCPDS (900- 003-0932) referente ao alumínio, obtido através do software High Score.

Na Figura 55 foram apresentados os resultados de DRX para o CP1 e CP6 do Al puro produzido pela CPE e do CP1 e CP6 do Al tradicional produzido pela CPF.

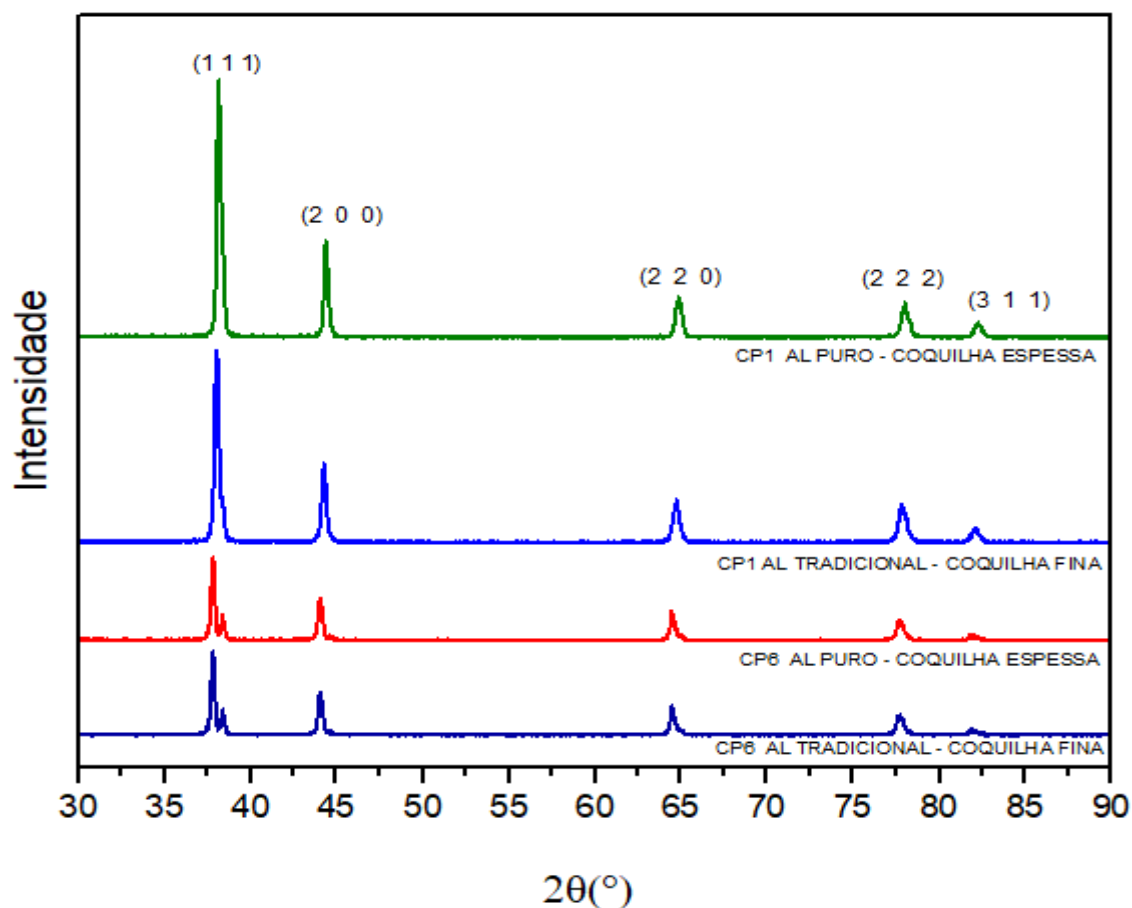


Figura 55: Resultado de DRX para o CP1 e CP6 do Al tradicional produzido pela coquilha de parede fina e CP1 e CP6 Al puro produzido pela CPE.

Nos corpos de prova do topo dos lingotes, CP6 Al puro CPE e CP6 Al tradicional CPF, foram observados uma baixa incidência de deformação após o ECAP, os corpos de prova da região da base do lingote, CP1 Al puro CPE e CP1 Al tradicional CPF, apresentaram picos com maior intensidade mostrando que nessas regiões houve maior intensidade de deformação durante o ECAP.

Observa-se na Figura 58 a presença dos planos principais para esse tipo alumínio, plano (111) e plano (200), localizados em $2\theta = 38,5^\circ$ e $2\theta = 44,8^\circ$ respectivamente, sendo que todos os demais picos são de predominância do alumínio como elemento principal. A análise no software HighScore sugere a presença de pequenas fases dos elementos silício e magnésio nos picos menores, assim como foi observado em resultados da literatura (DAS et al. 2021).

6.8.RESULTADOS DE ANÁLISE DE VARIÂNCIA (ANOVA)

Os valores de dureza das três condições de alumínio (Al puro, Al Seco e Al tradicional) produzidos pelas duas coquilhas distintas (CPE e CPF) nas condições sem deformação e com deformação ECAP, foram submetidos ao tratamento estatístico através da análise de variância (ANOVA) considerando um intervalo de significância de 0,05. A verificação dos pressupostos de igualdade dos valores de dureza entre os grupos e dentro dos grupos analisados foi obtida com o auxílio do Test Post Roc, para tratamento dos dados foi utilizado o software estatístico JAMOV versão 2.3.18.0.

6.8.1. ANOVA – Resultados de dureza sem ECAP

Inicialmente serão apresentados os resultados dos tratamentos estatísticos dos três tipos de alumínio na condição sem ECAP produzidos pelas duas coquilhas distintas, a Tabela 6 apresenta os resultados da ANOVA mostrando valor significativo para (F).

Os resultados obtidos através da ANOVA apresentaram valor de (F) significativo em todas as hipóteses, com maior intensidade para a condição relacionada ao tipo de coquilha ($F = 223,2$) sugerindo que houve diferenças estatisticamente significativas entre os dois tipos de coquilhas e com menor intensidade, dentro das três condições de

alumínio, dessa forma o teste de comparação Post Hoc faz-se necessário para identificação dessas diferenças.

Tabela 6: Análise de variância para a condição sem ECAP.

	Soma de Quadrados	gl	Quadrado médio	F	p
TIPO DE COQUILHA	4732	1	4731.6	223.2	< .001
TIPO DE ALUMÍNIO	836	2	417.9	19.7	< .001
TIPO DE COQUILHA * TIPO DE ALUMÍNIO	454	2	227.1	10.7	< .001
Resíduos	636	30	21.2		

Na Tabela 7 estão apresentados os resultados do teste Post Hoc para as duas coquilhas na condição sem ECAP. Os testes confirmaram que há diferenças estatisticamente significativas nos resultados obtidos entre a CPF e a CPE, como ($p < .001$) indica que esse valor está abaixo do intervalo de significância de (0,05), logo confirma as diferenças significativas.

Tabela 7: Comparações Post Hoc entre as duas coquilhas na condição sem ECAP.

Comparação		Diferença Média	Erro-padrão	gl	t	Ptukey
TIPO DE COQUILHA	TIPO DE COQUILHA					
COQUILHA PAREDE FINA	- COQUILHA PAREDE ESPESSA	-22.9	1.53	30.0	-14.9	< .001

As comparações por Post Hoc foram realizadas também entre os três tipos de alumínio, Tabela 8. A análise estatística concluiu que há diferenças significativas do alumínio de cavaco tradicional em relação ao alumínio de cavaco seco e o alumínio puro. O teste também conclui que não há diferença significativa entre os valores de dureza do alumínio puro e do alumínio de cavaco seco comprovado através do valor de (Ptukey = 0,875) acima do intervalo de significância de (0,05), dessa forma essas duas condições de alumínio apresentaram resultados estatisticamente iguais.

Tabela 8: Comparações Post Hoc entre os três tipos de alumínio sem ECAP.

Comparação		Diferença Média	Erro-padrão	gl	t	Ptukey
TIPO DE ALUMÍNIO	TIPO DE ALUMÍNIO					
AL TRADICIONAL	- AL SECO	-9.726	1.88	30.0	-5.174	< .001
	- AL PURO	-10.653	1.88	30.0	-5.667	< .001
AL SECO	- AL PURO	-0.927	1.88	30.0	-0.493	0.875

6.8.2. ANOVA – Resultados de dureza com ECAP

Nesse tópico serão apresentados os resultados da análise de variância (ANOVA) para as duas condições de coquilhas (parede fina e parede espessa) e os três tipos de alumínio (Al puro, Al seco, Al tradicional) com deformação ECAP, os resultados estão na Tabela 9.

Tabela 9: Análise de variância para a condição com ECAP.

	Soma de Quadrados	gl	Quadrado médio	F	p
TIPO DE COQUILHA	3010.9	1	3010.90	1000.3	< .001
TIPO DE ALUMÍNIO	936.7	2	468.35	155.6	< .001
TIPO DE COQUILHA * TIPO DE ALUMÍNIO	289.8	2	144.89	48.1	< .001
Resíduos	90.3	30	3.01		

Os resultados estão de acordo com a literatura, Bindhushre e colaboradores (2021) utilizou os valores significativos de (F) obtidos através de análise de variância para comparar a influência de parâmetros durante a usinagem de alumínio. A análise de variância ANOVA foi utilizada também por (SAVKOVIC et al., 2020) para seleção de parâmetros mais eficientes durante a usinagem de uma liga de alumínio AA7075.

Os resultados de análise de variância sugeriram, através do valor significativo de (F), que existem diferenças estatisticamente significativas entre os dois tipos de coquilhas e entre as três condições de alumínio, dessa forma os dados foram tratados com o teste de comparação múltipla Post Hoc para verificar as diferenças entre as duas condições de coquilha (parede fina e parede espessa) e dentro dos três tipos de alumínio (Al puro, Al seco, Al tradicional), fazendo o cruzamento dos dados como mostra a Tabela 10.

Tabela 10: Comparação múltipla Post Hoc entre as duas coquilhas e as três condições de alumínio com deformação ECAP.

Comparação				Diferença Média	Erro-padrão	gl	t	Ptukey
TIPO DE COQUILHA	TIPO DE ALUMÍNIO	TIPO DE COQUILHA	TIPO DE ALUMÍNIO					
COQUILHA PAREDE FINA	AL TRADICIONAL	- COQUILHA PAREDE FINA	AL SECO	-14.30	1.00	30.0	-14.27	< .001
		- COQUILHA PAREDE FINA	AL PURO	-18.24	1.00	30.0	-18.21	< .001
		- COQUILHA PAREDE ESPESSA	AL TRADICIONAL	-26.32	1.00	30.0	-26.27	< .001
		- COQUILHA PAREDE ESPESSA	AL SECO	-28.52	1.00	30.0	-28.47	< .001
		- COQUILHA PAREDE ESPESSA	AL PURO	-32.58	1.00	30.0	-32.52	< .001
		- COQUILHA PAREDE FINA	AL PURO	-3.94	1.00	30.0	-3.94	0.006
	AL SECO	- COQUILHA PAREDE ESPESSA	AL TRADICIONAL	-12.02	1.00	30.0	-12.00	< .001
		- COQUILHA PAREDE ESPESSA	AL SECO	-14.22	1.00	30.0	-14.20	< .001
		- COQUILHA PAREDE ESPESSA	AL PURO	-18.28	1.00	30.0	-18.25	< .001
		- COQUILHA PAREDE ESPESSA	AL TRADICIONAL	-8.07	1.00	30.0	-8.06	< .001
	AL PURO	- COQUILHA PAREDE ESPESSA	AL SECO	-10.28	1.00	30.0	-10.26	< .001
		- COQUILHA PAREDE ESPESSA	AL PURO	-14.33	1.00	30.0	-14.31	< .001
COQUILHA PAREDE ESPESSA	AL TRADICIONAL	- COQUILHA PAREDE ESPESSA	AL SECO	-2.21	1.00	30.0	-2.20	0.266
		- COQUILHA PAREDE ESPESSA	AL PURO	-6.26	1.00	30.0	-6.25	< .001
		- COQUILHA PAREDE ESPESSA	AL PURO	-4.05	1.00	30.0	-4.05	0.004

Analizando os resultados do teste múltiplo de Post Hoc é possível determinar que existe diferença estatisticamente significativa nos resultados obtidos entre as duas condições de coquilhas para todos os três tipos de alumínio já que ($P_{tukey} < 0,05$) abaixo do nível de significância. Em relação às comparações dentro da mesma coquilha, observou-se que na CPE o alumínio de cavaco tradicional apresentou resultados estatisticamente iguais aos do alumínio de cavaco seco, para essa condição o valor do

(Ptukey = 0,266), acima do nível de significância de (0,05). Esse resultado comprova a proximidade dos valores de dureza apresentados no tópico 6.4.2 entre os dois tipos de alumínio.

A Tabela 11 apresenta o teste de Normalidade para verificação da distribuição normal das variâncias na condição com ECAP. O teste de Normalidade apresentou valor de ($p > 0,05$) confirmando que os dados seguiram uma distribuição normal podendo assim validar os resultados apresentados pela ANOVA.

Tabela 11: Teste de Normalidade (Shapiro-Wilk) condição com ECAP.

Estatística	p
0.983	0.842

Por fim, foi realizado o teste (LEVENE), Tabela 12. Esse teste confirma se há homocedasticidade ou heterocedasticidade na distribuição das variâncias. Os resultados do teste Levene apresentou valor de ($p > 0,05$) indicando que há uma homogeneidade ou homocedasticidade na distribuição das variâncias comprovando a veracidade dos resultados apresentados pela análise de variância (ANOVA).

Tabela 12: Teste à homogeneidade de variâncias (LEVENE) condição com ECAP.

F	gl1	gl2	p
0.303	5	30	0.907

A ANOVA é o tratamento estatístico mais utilizado para comparar resultados e estimativas de erros experimentais, os testes de normalidade (Shapiro-Wilk) e de homogeneidade (LEVENE) utilizados nesse trabalho atestaram a legitimidade dos resultados obtidos pela análise de variância (KANNAN et al. 2016).

Com a análise de variância ANOVA foi possível estimar os valores ótimos assim como nos resultados encontrados em pesquisas anteriores (NANDAGOPAL e

KAILASANATHAN 2016), a ANOVA consegue testar a significância de todos as possibilidades e fatores da pesquisa utilizando os valores de quadrados médios com estimativas de erros e níveis de significância específicos para cada condição analisada.

A análise de variância ANOVA também foi utilizada por Alateyah e colaboradores (2022) para analisar condições ótimas de materiais puros processados por ECAP comparando resultados dentro de um determinado grupo observando diferenças estatisticamente significativas.

7. CONCLUSÕES

- a) Cavacos usinados de alumínio comercialmente puro foram reciclados com êxito através de fundição utilizando duas coquilhas com dimensões de paredes distintas para produção de lingotes;
- b) A compactação dos cavacos para a fundição mostrou-se eficiente pois o material fundido apresentou baixo nível de contaminação por óxido de alumínio;
- c) O material fundido através da coquilha com maior dimensão de parede (CPE) apresentou melhores resultados macroestruturais observados nas análises de macrografia e maiores valores de dureza mesmo antes do ECAP em relação a coquilha com menor dimensão de parede (CPF);
- d) A fundição produziu 6 lingotes de alumínio os quais deram origem a 36 corpos de prova que foram deformados com 2 passes ECAP via rota Bc em uma matriz de ângulo de canal $\Phi = 90^\circ$ e ângulo de curvatura $\Psi = 32^\circ$, apresentando aumento significativo nos níveis de dureza;
- e) A evolução microestrutural do material deformado foi verificada através da análise de microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) onde foi observado o acúmulo de discordâncias e alongamento dos grãos com contornos de alto ângulo após deformados via ECAP;
- f) Resultados do DRX identificaram a presença de óxido de alumínio nas amostras do topo dos lingotes (CP6), mas o baixo nível de contaminação não influenciou na evolução dos valores de dureza desses corpos de prova;
- g) A análise de variância ANOVA comprovou que há diferenças estatisticamente significativas nos valores de dureza entre os materiais produzidos pela CPF e pela CPE;
- h) O alumínio de cavaco seco (cavaco sem a presença de contaminantes) apresentou resultados satisfatórios em ambas as coquilhas, se aproximando dos valores de dureza do material de referência, que foi o alumínio puro, provando que o processo de usinagem seca (sem fluidos e contaminantes) produz cavacos com baixo nível de

impurezas podendo serem reciclados por refusão e ter suas propriedades melhoradas de forma eficiente através do ECAP;

- i) O alumínio de cavaco tradicional (cavaco com contaminantes), apresentou menor evolução nos valores de dureza em relação as demais condições sugerindo que as impurezas presentes nos cavacos influenciaram diretamente nas propriedades mecânicas;
- j) A qualidade dos cavacos produzidos pelos processos de fabricação durante as aulas práticas no Instituto Federal de Sergipe pôde ser determinada pelas análises tecnológicas realizadas nesse estudo e com isso foi possível conhecer melhor os resíduos metálicos os quais podem ser reciclados de forma eficiente, economizando recursos públicos com a redução da compra de matéria prima já que esse resíduo, que antes era descartado no meio ambiente, agora pode ser reinserido nos processos de fabricação após processamento tecnológico adequado.

8. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- a) Desenvolver uma matriz com canal $\Phi = 90^\circ$, ângulo de curvatura $\Psi = 20^\circ$ e seção do canal de 10mm para submeter os corpos deformados via ECAP à ensaios de tração;
- b) Reciclar cavacos de alumínio pelo método de reciclagem direta (sem refusão) através da extrusão a quente e posterior aplicação do ECAP para refinamento dos grãos;
- c) Submeter corpos de prova de alumínio de cavaco reciclado a vários passes ECAP para analisar a homogeneidade da deformação e aumento do nível de dureza;
- d) Mensurar a redução dos tamanhos dos grãos com o aumento do número de passes;
- e) Desenvolver novos métodos de deformação plástica severa com maiores capacidades de processamento.

9. REFERÊNCIAS

ABD EL AAL, Mohamed Ibrahim, YOON, Eun Yoo, KIM, Hyoung Seop. **Recycling of AlSi8Cu3 alloy chips via high pressure torsion**. Materials Science & Engineering A 560, 121–128.2013.

ADEDOKUN, S. T. “**A Review on Equal Channel Angular Extrusion as a Deformation and Grain Refinement Process**”, Journal of Emerging Trends in Engineering and Applied Sciences, v. 2, pp. 360-363, 2011.

ALATEYAH, Abdulrahman I. , EL-GARAIHY, Waleed H. , ALAWAD, Majed O. , SANABARY, Samar El , ELKATATNY, Sally , DAHISHE, Hany A., KOUTA Hanan. **The effect of ECAP processing conditions on the microstructural evolution and mechanical properties of pure magnesium - experimental, mathematical, empirical and response surface approach**. Materials. 2022.

ALUMINUM, International Institute (IAI). **Global Aluminium Recycling: A Cornerstone of Sustainable Development**. The Future: Aluminium by. Page 30 at 31. 2020.

AL-ALIMI, Sami, LAJIS, Mohd Amri, SHAMSUDIN, Shazarel, YUSUF, Nur Kamilah, CHAN, Boon Loong, DIDANE, Djamal Hissein, RADY, Mohammed H., SABBAR, Huda M., MSEBAWI, Munthader S. **Development of Hot Equal Channel Angular Processing (ECAP) Consolidation Technique in the Production of Boron Carbide (B4C)-Reinforced aluminium Chip (AA6061)-Based Composite**. Int. Journal of Renewable Energy Development, 607-621.2021.

AZUSHIMA, A., KOPP, R., KORHONEN, A., YANG, D.Y., MICARI, F., LAHOTI, G. D., GROCHE P., YANAGIMOTO J., TSUJI, N., ROSOCHOWSKI, A., YANAGIDA, A. **Severe plastic deformation (SPD) processes for metals. CIRP Annals – Manufacturing technology**. CIRP Annals -Manufacturing Technology.716–735.2008.

BEHNAGH, Reza Abdi, MAHDAVINEJAD, Ramezanali, YAVARI, Amin, Masoud, NARVAN, Morteza. **Wire production from AA7277 aluminum flakes by Friction Extrusion (FSE)**. Metallurgical and Materials Transactions. 2014.

BERBON, Patrick, MINORU Furukawa, ZENJI Horita, MINORU Nemoto, TERENCE Langdon. **Influence of Pressing Speed on Microstructural Development in Equal-Channel Angular Pressing**. METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A.1998. Pages 1989 - 1999;

BINDHUSHREE B.S., ARUNADEVI M., PRAKASH, C.P.S. **Experimental investigation of process parameters for turning aluminum using ANOVA**. Materials Today: Proceedings. 2021.

BRIDGEMAN, P.W. **Studies in Large Plastic Flow and Fracture**. McGraw-Hill, New York.1952.

CIEMIOREK, M., CHROMINSKI, JASINSKI, C., W., LEWANDOWSKA, M. **Microstructural changes and formability of Al–Mg ultrafine-grained aluminum plates processed by multi-turn ECAP and upsetting.** Materials Science and Engineering: A Volume 831,13. 2021.

CHIAVERINI, Vicente. **Tecnologia mecânica: materiais de construção mecânica.** 2. ed. São Paulo: McGraw-Hill, 1986.

DAS, Umasankar, DAS, Ratnakar, TOPPO, Vijay. **Analysis of some mechanical properties of friction welded joints of aluminum alloys AA6101 and AA6351 in the T6 condition.** Materials Today: Proceedings. Elsevier. 2021.

FIGUEIREDO, R. B., LANGDON, T.G. **Fabricating Ultrafine-Grained Materials through the Application of Severe Plastic Deformation: a Review of Developments in Brazil.** Journal of Materials Research and Technology. 2012.

FUKUDA, Yukihide, OH-ISHI, Keiichiro, FURUKAWA, Minouro, HORITA, Zengi, LANGDON, Terence G. **Influence of Crystal orientation on ECAP of aluminum single crystals.** Materials Science and engineering. 2006.

GREGOLIN, Alexandre. **Uso do ECAP para fabricação de liga A365 para tixoconformação.** Dissertação de mestrado. 2019.

GUAN, Chuang, CHEN, Gang, KAI, Xizhou, CAO, Rui, MIAO, Chang, Xu, Zhuangzhuang, ZHAO, Yutao. **Evolution of microstructure and mechanical properties of graphene nanoplates and ZrB₂ nanoparticles reinforced AA6111 composites during hot rolling deformation.** Journal of Alloys and Compounds. 2022.

HAASE, Matthias, TEKKAYA, Erman. **Cold extrusion of hot extruded aluminum chips.** Journal of Materials Processing Technology . Páginas 356-367. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2014.11.028>. 2015.

HAGHDADI, Nima, ZAREI-HANZAKI, Abbas, KAWASAKI Megumi, PHILLION, Andre B. HODGSON, Peter D. **Effect of Severe Plastic Deformation and Subsequent Silicon Spheroidizing Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of an Al–Si–Mg Alloy.** Advanced engineering Materials. 2017.

HALLBERG, Håkan, WALLIN, Mathias, RISTINMAA, Matti. **Continuous dynamic recrystallization modeling on commercial grade aluminum.** Materials Science and Engineering. 2010.

HYODO, Alexandre, BOLFARINIB, Claudemiro, ISHIKAWA, Tomaz Toshimi. **Chemistry and Tensile Properties of a Recycled AA7050 Via Spray Forming and ECAP/E.** Materials Research. 2012.

HORITA, Z.; FUJINAMI, T.; NEMOTO, M.; LANGDON, T.G. **“Improvement of mechanical properties for Al alloys using equal-channel angular pressing”**. *Journal of Materials Processing Technology*, p. 288-292, 2001.

HOSEINI, Majid. MODERATIAN, Mahmood. TOROGHINEJD Mohammad R.. SZPUNAR Jerzy A. **The role of grain orientation in microstructure evolution of pure aluminum processed by equal channel angular pressing**. *Materials Characterization*, Pages 1371-1378. 2016.

ITO, Y., HORITA Z. **“Microstructural evolution in pure aluminum processed by high- pressure torsion”**, *Materials Science and Engineering: A*, 503, pp. 32-36, 2009.

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

JRABA, Nawel, TOUNSI, Hassib, MAKHLOUF, Thabet. **Valorization of Aluminum Chips in γ -Al₂O₃ and η -Al₂O₃ with High Surface Areas via Precipitation Route**. *Valuation of Waste and Biomass*. 2018.

JUNIOR, G. Silva. **Estudo da influência do processo ECAP (Equal Channel Angular Pressing) nas propriedades mecânicas e características microestruturais do aço SAE 1020**. Tese. 2017.

KANNAN, S., KUMARAN, S. Senthil, KUMARASWAMIDHAS, L. A. **Optimization of friction welding by taguchi and ANOVA method on commercial aluminium tube to Al 2025 tube plate with backing block using an external tool**. *Journal of Mechanical Science and Technology*. 2016.

KAPOOR R., **“Severe Plastic Deformation Of materials”**, *Materials Under Extreme Conditions*, p. 717–754, 2017.

KAWASAKI, Megumi, HORITA, Zenji, LANGDON, G. Tenrence. **Microstructural evolution in high purity aluminum processed by ECAP**. *Materials Science and Engineering*. 2009.

KLIAUGA, AM, BOLMARO RE, FERRANTE M. **The evolution of texture in an AA1050 equal channel pressed aluminum**. *Materials Science and Engineering*. 2022.

KOCH, A., HENKEL, T., WALTHER, F. **Mechanism-oriented characterization of the anisotropy of extruded profiles based on solid-state recycled EN AW-6060 aluminum chips**. *Engineering Failure Analysis*. Dortmund, Germany, 2021.

KOMURA, Shogo; FURUKAWA, Minori; HORITA, Zenji; NEMOTO, Minoru; LANGDON, Terence. **Optimizing the procedure of equal-channel angular pressing for maximum superplasticity**. Pages 111-118. 2001.

KOUJALAGI, M. B., SIDDESHA, H. S. **ECAP of titanium alloy by sever plastic deformation: A review.** Materialstoday: Proceedings, Pages 71-77.2020.

KROLO, Jure; LELA, Branimir, LJUMOVIĆ, Petar, BAGAVAC, Petra. **Enhanced Mechanical Properties of Aluminium Alloy EN AW 6082 Recycled without Remelting.** DOI: 10.17559/tv-20180212160950. 2019.

LANGDON, G. Terence. **The principles of grain refinement in equal-channel angular pressing.** Materials Science and Engineering: A. Pages 3-11. 2006.

LI, X., BAFFARI, D., REYNOLDS A. P. **Friction stir consolidation of aluminum machining chips.** Int J Adv Manuf Technol 94:2031–2042. 2017.

LU, Yuan. XU, ZHUOQING. Xu, XIAOCHANG. **The dynamic evolution of microstructure and mechanical properties of an Al–Cu–Li alloy during multi-axial compression.** Journal of Materials Research and Technology, Pages 2513-2521. 2021.

MENDES, R. Santos. **Cinética de recristalização da liga al aa1070 prensada em canais equiangulares a frio via rotas A E C.** Tese. 2019.

MUSA, Mateja Šnajdar , SCHAUPERL, Zdravko. **ECAP – New consolidation method for production of aluminium matrix composites with ceramic reinforcement.** Processing and Application of Ceramics 7. pag. 63–68. 2013.

NAIZABEKOV, A., LEZHNEV, S., PANIN, E. VOLOKITINA, I. ARBUZ, A. KOINOV, T., MAZUR, I. **Effect of Combined Rolling–ECAP on Ultrafine-Grained Structure and Properties in 6063 Al Alloy.** Journal of Materials Engineering and Performance 28,200–210. 2018.

NAKASHIMA, Kiyotaka. HORITA, Zenji. NEMOTO, Minoru. LANGDON, Terence, G. **Influence of channel angle on the development of ultrafine grains in equal-channel angular pressing.** Acta materialia. Pages 1589 - 1599. 1998.

NANDAGOPAL K., KAILASANATHAN, C. **Analysis of mechanical properties and optimization of gas tungsten Arc welding (GTAW) parameters on dissimilar metal titanium (6Al4V) and aluminium 7075 by Taguchi and ANOVA techniques.** Journal of Alloys and Compounds. 2016.

NARAYAN, Lakshmi Ravi, HEBERT, Rainer. **Rapid solidification of hypoeutectic aluminum copper alloys using fast scanning calorimetry.** Journal of Alloys and Compounds. 2022.

NUCKOWSKI, P. M., SNOPIŃSKI, P., WRÓBEL, T. **Influence of Plastic Strain Accumulation in Continuous Ingots during ECAP on Structure and**

Recrystallization Temperature of AlCu4MgSi Alloy. Materials 13 576; <https://doi.org/10.3390/ma13030576>. 2020.

PEREIRA, Alain M. **Deformação plástica severa em ligas de memória de forma.** Dissertação. Lisboa. 2013.

PRIYA, Pikee, JOHNSON, David R. KRANE, Matthew J.M. **Precipitation during cooling of 7XXX aluminum alloys.** Computational Materials Science. 2017.

ROODPOSHTI, P. S., FARAHBAKHS, N., SARKAR, A., et al. **“Microstructural approach to equal channel angular processing of commercially pure titanium—A review”**, Transactions of Nonferrous Metals Society of China, v. 25, n. 5, pp. 1353- 1366, 2015.

ROSA, F. R. MATIAS J. S. JUNHO B. O. **A importância da logística reversa no campo industrial: Aplicação no reprocessamento do alumínio.** 3º e 4º Congresso Científico da Produção da Universidade do Vale do Sapucaí. 2015.

ROSOCHOWSKI, A., OLEJNIK, L. **Finite element simulation of severe plastic deformation processes.** Volume: 221 issue: 4, page(s): 187-196 Issue published: October 1. 2007.

SABBAR, Huda M., LEMAN, Zulkiflile, SHAMSUDIN, Shazarel B., THAIR Suraya Mohd, JAAFAR, Che N. Aiza, HANIM, Mohamed A. Azmah, ISMSRRBIE, Zahari N., AL-ALIMI, Sami. **AA7075-ZrO2 Nanocomposites Produced by the Consecutive Solid-State Process: A Review of Characterisation and Potential Applications.** Metals. 2021.

SANG, D. FU, R. WANG, Y. LI, Y. **Dynamic microstructure evolution and mechanism of Fe-38Mn alloy during hot shear-compression deformation.** Materials Science and Engineering. Pages 130-135.2019.

SAVKOVIC, Borishav, KOVAC, Pavel, STOIC, Antun, DUDIC, Branislav. **Optimization of Machining Parameters Using the Taguchi and ANOVA Analysis in the Face Milling of Aluminum Alloys AL7075.** Tehnicki Vjesnik - Technical Gazette. 2020.

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

SHAMSUDIN, S., LAJIS, MA, ZHONG ZW, AHMAD A., WAGIMAN, A. **Weld strength in solid-state recycling of aluminum chips.** Schweißnahtfestigkeit im Festkörper-Recycling von Aluminium-Spänen. 2017.

SOUSA, M. N. **Influência das propriedades mecânicas das ligas de usinabilidade – Foco no grau de recalque, na dimensão da zona de fluxo e na microdureza dos cavacos.** Tese. Universidade de Uberlândia. 2013.

STOLYAROV, Y.T. ZHU, I.V. ALEXANDROV, T.C. LOWE, R.Z. VALIEV. *Mater. Sci. Eng. A*, 299, p.59–67, 2001.

TAHA, Mohamed A., ABBAS, Adel T., BENYAHIA, Faycal, ALHARDI, Hamad F., GUITIÁN, B., NÓVOA, X. Ramo'n. **Enhanced Corrosion Resistance of Recycled Aluminum Alloy 6061 Chips Using Hot Extrusion Followed by ECAP**. Research Article, *Journal of Chemistry*. 2019.

VALIEV, R. Z. ISLAMGALIEV, R. K., ALEXANDROV, I. K. **Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation**. *Progress in Materials Science*, pages 103-189. 1999.

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

VALIEV, R. Z., LANGDON T. G. **Achieving Exceptional Grain Refinement through Severe Plastic Deformation: New Approaches for Improving the Processing Technology**. *Metallurgical and materials transactions a. The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International*. 2010.

VALIEV, R. Z., LANGDON, T. G. **“Report of International Nano SPD Steering Committee and statistics on recent Nano SPD activities”**. In: *IOP Conference Series in Materials Science Engineering*, v. 63, pp. 1-2. 2014.

WAN, Bingbing, CHEN, Chorando, LU, Tiwen, LIU, Fangfang, JIANG, Zhenfei MAO, Mengdi. **Review of solid-state recycling of aluminum chips**. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2017.06.004>. 2017.

WANG, Xiao-xi. ZHANG, Xiang. JING, Xin-yu. YUAN, Jun-chi. SONG, Wei. **Severe plastic deformation of commercially pure aluminum using novel equal channel angular expansion extrusion with spherical cavity**. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. Pages 2613-2624. 2020.

WANG, Tao. HUANG, Yufeng. MA, Yunzhu. WU, Lei. YAN, Huanyuan. LIU, Chao. LIU, Yang. LIU, Bing. LIU, Wensheng. **Microstructure and mechanical properties of powder metallurgy 2024 aluminum alloy during cold rolling**. *Journal of Materials Research and Technology*. Pages 3337-3348. 2021.

WRONSKI, S. TARASIUK, J. BACROIX, B. WIERZBANOWSKI, K. PAUL, H. **Microstructure heterogeneity after the ECAP process and its influence on aluminum recrystallization**. *Materials Characterization*, Volume 78, Páginas 60-68, abril. 2013.

YUSAF, Nur Kamilah, LAJIS, Mohd Amri, AHMAD, Azlan. **Multiresponse Optimization and Environmental Analysis in Direct Recycling Hot Press Forging of Aluminum AA6061**. *Materials*. 2019.

ZOU, Jing, ZHANG, Haitao, QIAO, Xiaoyang, WU, Zibin, WANG, Lei, LI, Yinglong, NAGAUMI, Hiromi, LI, Baomian, CUI, Jianzhong. **Research on grain refinement and its mechanism of pure aluminum under a novel permanent magnet stirring.** Journal of Materials Research and Technology. 2021.

ZHOU, Bo LIU, Bo, ZHANG, Shengen. LIN, Rui. JIANG, Yu. LAN, Xueying. **Microstructure evolution of recycled 7075 aluminum alloy and its mechanical and corrosion properties.** Journal of Alloys and Compounds Volume 879, 25 October. 2021.

ZHU, Y. T.; LOWE, T. C. “**Observations and issues on mechanisms of grain refinement during ECAP process**”. Materials Science and Engineering A, v.291, p.46–53, 2000.

ZISMAN, A. A., RYBIN, V. V., VAN BOXEL, S., SEEFELDT, M., VERLIDEN, B., **Equal channel angular drawing of aluminium sheet.** Materials Science and Engineering A 427 (123–129). 2006.

ZOHRABYAN, Davit, MILKEREIT, Benjamin, KESSLER, Olaf, SCHICK, Christoph. **Precipitation enthalpy during cooling of aluminum alloys obtained from calorimetric reheating experiments.** Thermochemica Acta. 2012.